ГОСТ 908—2004

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ МОНОГИДРАТ ПИЩЕВАЯ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых ароматизаторов, кислот и красителей» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГУ ВНИИПАКК) и Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 154

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 25 от 26 мая 2004 г., по переписке)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	Азстандарт
Армения	Армстандарт
Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Грузия	Грузстандарт
Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	Кыргызстандарт
Молдова	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Таджикистан	Таджикстандарт
Туркменистан	Главгосслужба «Туркменстандартлары»
Узбекистан	Узстандарт
Украина	Госпотребстандарт Украины

3 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 ноября 2004 г. № 78-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 908—2004 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2006 г.

4 ВЗАМЕН ГОСТ 908—79

5 ИЗДАНИЕ. Сентябрь 2007 г. с Поправкой (ИУС 10—2007)

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

© ИПК Издательство стандартов, 2004
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2007
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008
Переиздание (по состоянию на июнь 2008 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КИСЛОТА ЛИМОННАЯ МОНОГИДРАТ ПИЩЕВАЯ

Технические условия

Citric acid monohydrate for use in foodstuffs.
Specifications

Дата введения 2006—01—01

1 Область применения

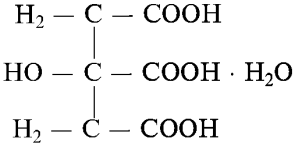
Настоящий стандарт распространяется на лимонную кислоту моногидрат пищевую (далее — лимонная кислота), получаемую из углеводосодержащего сырья в результате микробиологического синтеза (ферментации) с использованием нетоксикогенных штаммов гриба Aspergillus niger, предназначенную для применения в пищевой промышленности при производстве пищевых продуктов в качестве пищевой добавки Е 330.

Стандарт не распространяется на лимонную кислоту (2-оксипропионат-1,2,3-трикарбоновая кислота), получаемую органическим синтезом.

Формулы:

эмпирическая $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$;

структурная



Относительная молекулярная масса 210,14.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 21—94 Сахар-песок. Технические условия

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 857—95 Кислота соляная синтетическая техническая. Технические условия

ГОСТ 1692—85 Известь хлорная. Технические условия

ГОСТ 1760—86 Подпергамент. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2184—77 Кислота серная техническая. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 2226—88 (ИСО 6590-1—83, ИСО 7023—83) Мешки бумажные. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 3159—76 Кальций уксуснокислый 1-водный. Технические условия
ГОСТ 3652—69 Кислота лимонная моногидрат и безводная. Технические условия
ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия
ГОСТ 3885—73 Реактивы и особо чистые вещества. Правила приемки, отбор проб, фасовка, упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ 4108—72 Барий хлорид 2-водный. Технические условия
ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4453—74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия
ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
ГОСТ 4525—77 Кобальт хлористый 6-водный. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов
ГОСТ 5100—85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия
ГОСТ 5456—79 Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 5815—77 Ангидрид уксусный. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 6816—79 Калий железистосинеродистый технический. Технические условия
ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения
ГОСТ 8253—79 Мел химически осажденный. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия
ГОСТ 12302—83 Пакеты из полимерных и комбинированных материалов. Общие технические условия
ГОСТ 13512—91 Ящики из гофрированного картона для кондитерских изделий. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия
ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение
ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия
ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия
ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия
ГОСТ 20301—74 Смолы ионообменные. Аниониты. Технические условия
ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов
ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения свинца

ГОСТ 27184—86 Реактивы. Определение остатка после прокаливания

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 28875—90 Пряности. Приемка и методы анализа

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30090—93 Мешки и мешочные ткани. Общие технические условия

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Лимонная кислота должна вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическим инструкциям или регламентам с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

3.1.2 Идентификационные тесты на лимонную кислоту должны быть положительными.

3.1.3 Органолептические показатели лимонной кислоты должны соответствовать указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид и цвет	Бесцветные кристаллы или белый порошок без комков
Вкус	Кислый, без постороннего привкуса
Запах	Отсутствие запаха
Структура	Сыпучая и сухая, на ощупь не липкая
Механические примеси	Не допускаются

3.1.4 Физико-химические показатели лимонной кислоты должны соответствовать указанным в таблице 2.

Таблица 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Норма
Идентификация лимонной кислоты	Выдерживает испытание
Массовая доля лимонной кислоты моногидрата ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$), %, не менее не более	99,5 100,5
Массовая доля воды, %, не менее не более	7,5 8,8
Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,05
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,015
Массовая доля оксалатов, %, не более	0,01
Испытание на ферроцианиды	Выдерживает испытание
Испытание на легкообугливаемые вещества	Выдерживает испытание
Испытание на железо	Выдерживает испытание

3.1.5 Содержание токсичных элементов в лимонной кислоте не должно превышать допустимые уровни, указанные в таблице 3.

Таблица 3 — Допустимые уровни содержания токсичных элементов

Наименование токсичного элемента	Содержание токсичного элемента, мг/кг, не более
Свинец	0,5
Мышьяк	0,7

3.2 Требования к сырью и материалам

3.2.1 При производстве лимонной кислоты должно использоваться следующее сырье и основные материалы:

- меласса свекловичная по нормативной документации (НД) или сахар-песок по ГОСТ 21, или сахар-сырец по техническому сертификату фирмы-поставщика, или кукурузный крахмал по [1];
- вода питьевая по [2] или другой НД, действующей в государствах — участниках Соглашения;
- кислота серная техническая контактная улучшенная или техническая первого сорта по ГОСТ 2184;
- сода кальцинированная техническая марки Б по ГОСТ 5100;
- калий железистосинеродистый технический по ГОСТ 6816;
- известь или мел химически осажденный по ГОСТ 8253;
- уголь активный осветляющий древесный порошкообразный марки ОУ-А и ОУ-В по ГОСТ 4453;
- катионит марки КУ-2-8 чС по ГОСТ 20298;
- анионит марки АВ-17-8 чС по ГОСТ 20301;
- кислота соляная синтетическая техническая по ГОСТ 857;
- известь хлорная по ГОСТ 1692.

3.2.2 Допускается применение отечественных и импортных сырья и материалов, соответствующих требованиям НД и разрешенных к применению в пищевой промышленности органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

3.2.3 Сырье и материалы зарубежного производства должны быть разрешенными к применению в пищевой промышленности.

3.3 Маркировка

3.3.1 Потребительская маркировка должна быть нанесена на этикетку и содержать следующую информацию:

- полное наименование продукта;
- код пищевой добавки;
- наименование предприятия-изготовителя и его адрес;
- товарный знак (при наличии);
- дату изготовления;
- номер партии;
- массу нетто;
- срок и условия хранения;
- обозначение настоящего стандарта;
- информацию о сертификации.

3.3.2 Транспортная маркировка должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Беречь от влаги».

3.4 Упаковка

3.4.1 Лимонная кислота должна выпускаться только в упакованном виде.

3.4.2 Потребительская тара

3.4.2.1 Лимонную кислоту, предназначенную для промышленного применения, упаковывают в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354 толщиной не менее 0,08 мм иди другой пленки по действующей НД, обеспечивающей герметичность и сохранность продукции и разрешенной к применению для контакта с пищевыми продуктами органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения. Масса упаковки 25; 30 и 40 кг.

3.4.2.2 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы в каждой единице упаковки — не более 1 %.

3.4.2.3 Мешки-вкладыши после их заполнения лимонной кислотой заваривают или завязывают увязочным шпагатом по ГОСТ 17308 так, чтобы была обеспечена герметичность упаковки.

3.4.2.4 Лимонную кислоту, предназначенную для реализации в розничной торговле, упаковывают в пакеты вместимостью 15; 20; 30; 50 и 100 г из полимерных и комбинированных материалов по ГОСТ 12302, разрешенных органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения для контакта с пищевыми продуктами.

3.4.2.5 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы в каждом пакете — не более 1 %.

3.4.2.6 Лимонная кислота может быть упакована в другие виды потребительской тары из упаковочных материалов, разрешенных к применению органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения для контакта с пищевыми продуктами и обеспечивающих герметичность упаковки.

3.4.3 Транспортная тара

3.4.3.1 Мешки-вкладыши с лимонной кислотой упаковывают в продуктовые мешки из льно-джуто-кенафных тканей или полульняные по ГОСТ 30090, или бумажные непропитанные трехслойные мешки по ГОСТ 2226 при фасовке массой нетто не более 25 кг, или из полиэфирных волокон по действующей НД.

3.4.3.2 Верхние швы тканевых и бумажных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными или синтетическими нитками по ГОСТ 14961, или другими нитками, обеспечивающими механическую прочность зашивки, по действующей НД.

3.4.3.3 Пакеты с кислотой упаковывают в ящики из гофрированного картона по ГОСТ 13512 с подпергаментом марки П-3 по ГОСТ 1760, полностью покрывающим всю внутреннюю поверхность тары (включая верх) без каких-либо зазоров или промежутков.

3.4.3.4 Допускается использование других упаковочных средств, обеспечивающих сохранность продукции и целостность тары при транспортировании.

3.4.3.5 Лимонную кислоту, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4 Требования безопасности

4.1 Лимонная кислота не токсична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека лимонная кислота в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к веществам умеренно опасным — третьему классу опасности.

4.3 Лимонная кислота вызывает раздражение слизистых оболочек и кожных покровов.

4.4 При работе с лимонной кислотой необходимо использовать индивидуальные средства защиты (респираторы, резиновые перчатки, защитные очки, халаты) и соблюдать правила личной гигиены.

4.5 При попадании лимонной кислоты на кожу ее необходимо смыть сильной струей воды, при попадании на слизистую оболочку глаз — промыть большим количеством воды.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 Концентрация лимонной кислоты в воздухе рабочей зоны не должна превышать предельно допустимой нормы 1 мг/м^3. Контроль воздуха рабочей зоны должен проводиться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005 с периодичностью, определенной органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

5.2 Контроль за выбросами вредных веществ в атмосферу осуществляют в соответствии с ГОСТ 17.2.3.02 с периодичностью, определенной органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

5.3 Сточные воды в производстве лимонной кислоты должны подвергаться очистке и соответствовать санитарным нормам, действующим в каждом из государств — участников Соглашения.

5.4 Охрана почвы от загрязнения бытовыми и промышленными отходами должна осуществляться в соответствии с законодательством, действующим в каждом из государств — участников Соглашения.

6 Правила приемки

6.1 Лимонную кислоту принимают партиями. Партией считают любое количество однородной по качеству лимонной кислоты, полученной из одного технологического цикла, одной даты изготовления, в однородной фасовке и упаковке, оформленное одним удостоверением качества и безопасности продукции.

6.2 В удостоверении указывают:

- номер и дату выдачи удостоверения;
- наименование и адрес предприятия-изготовителя;
- товарный знак (при наличии);
- наименование и код продукта;
- номер партии;
- дату изготовления;
- массу нетто;
- срок и условия хранения;
- показатели качества и безопасности;
- обозначение настоящего стандарта.

6.3 Каждую партию подвергают наружному осмотру, при котором определяют сохранность упаковки и правильность маркировки. Для контроля сохранности упаковки и маркировки транспортной тары от партии отбирают выборку в объеме, указанном в таблице 4. Для контроля применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и специальном уровне контроля S-1 по [3] при приемлемом уровне качества AQL = 6,5. Отбор транспортной тары проводят методом случайной выборки.

6.4 Партию принимают, если число единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям к упаковке и маркировке, меньше или равно приемочному числу (таблица 4).

Таблица 4 — Объем выборки и показатели контроля качества упаковки и маркировки транспортной тары

Число единиц транспортной тары в партии, шт.	Число единиц транспортной тары, подвергаемых контролю, шт.	Приемочное число	Браковочное число
До 50 включ.	2	0	1
Св. 50 » 500 »	3	0	1
» 500	5	1	2

6.5 Партию не принимают, если число единиц транспортной тары в выборке, не отвечающих требованиям к упаковке и маркировке, больше или равно браковочному числу, и проводят повторный контроль на удвоенном числе контролируемых единиц транспортной тары в выборке.

6.6 При неудовлетворительном результате повторного контроля качества упаковки и маркировки транспортной тары всю партию лимонной кислоты бракуют.

6.7 Качество лимонной кислоты в поврежденной транспортной таре из принятой партии проверяют отдельно и результаты испытаний распространяют только на продукцию в этой таре. Отобранные единицы транспортной тары присоединяют к общей партии.

6.8 Для контроля качества упаковки и маркировки потребительской тары из отобранных единиц транспортной тары отбирают выборку в соответствии с таблицей 5. Для контроля применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле и приемлемом уровне качества AQL = 6,5.

6.9. Партию принимают, если число потребительской тары, не отвечающее требованиям к упаковке и маркировке, меньше или равно приемочному числу (таблица 5).

6.10 Партию не принимают, если число единиц потребительской тары в выборке, не отвечающих требованиям к упаковке и маркировке, больше или равно браковочному числу, и проводят повторный контроль удвоенного числа контролируемых единиц потребительской тары в выборке.

Таблица 5 — Объем выборки и показатели контроля качества упаковки и маркировки потребительской тары

Масса нетто потребительской тары, г	Число единиц потребительской тары, шт.	Уровень контроля	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
До 100	До 35000 включ. Св. 35000	S-4 S-4	50 80	7 10	8 11
От 101 до 1000	До 10000 включ. Св. 10000	S-3 S-3	20 20	3 3	4 4
От 1001 до 3000	До 1200 включ. Св. 1200	S-2 S-2	5 8	1 1	2 2
От 3001 до 5000	До 500 включ. Св. 500	S-1 S-1	3 5	0 1	1 2
Св. 5000	До 280 включ. Св. 280	S-1 S-1	3 3	0 0	1 1

6.11 При неудовлетворительном результате повторного контроля качества упаковки и маркировки потребительской тары всю партию лимонной кислоты бракуют.

6.12 Для контроля массы нетто по ГОСТ 28875 используют выборку единиц потребительской тары в объеме, указанном в таблице 5.

6.13 Для контроля качества лимонной кислоты отбирают объединенную пробу от каждой партии и проводят испытания, используя методы, указанные в разделе 7.

6.13.1 Для составления объединенной пробы от каждой партии отбирают выборку.

6.13.2 Объем выборки от партии лимонной кислоты в транспортной таре определяют по таблице 4.

6.13.3 Объем выборки от партии лимонной кислоты в потребительской таре определяют по таблице 5. Из каждой единицы транспортной тары с лимонной кислотой, включенной в выборку, отбирают равное число единиц потребительской тары.

6.14 Идентификационные тесты, определение органолептических и физико-химических показателей проводят для каждой партии.

6.15 Периодичность контроля содержания токсичных элементов (мышьяка, свинца) устанавливает изготовитель по согласованию с территориальными органами Госсанэпиднадзора государств — участников Соглашения.

7 Методы контроля

7.1 Отбор проб

7.1.1 Пробы отбирают в защищенном от пыли и влаги месте и предохраняют от случайного загрязнения.

7.1.2 Аппаратура для отбора проб должна быть чистой и сухой.

7.1.3 Для составления объединенной пробы лимонной кислоты из каждой единицы потребительской тары в выборке отбирают точечные пробы с помощью пробоотборника (щупа), погружая его не менее чем на $^3/_4$ глубины.

Масса точечной пробы должна быть не менее 100 г. Число точечных проб от каждой единицы тары, включенной в выборку, должно быть одинаковым.

7.1.4 Точечные пробы объединяют в сухой чистой склянке с плотно закрывающейся крышкой или пробкой.

Масса объединенной пробы должна быть не менее 500 г. Точность взвешивания — до первого десятичного знака.

7.1.5 При составлении объединенной пробы продукции в потребительской таре массой нетто не более 100 г используют все единицы выборки потребительской тары.

7.2 Подготовка проб

7.2.1 Для подготовки объединенной пробы к испытаниям в лаборатории освобождают продукт от упаковки и тщательно перемешивают.

7.2.2 Если масса объединенной пробы более 500 г, ее уменьшают методом квартования. Для

этого объединенную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину и образец снова разравнивают в виде квадрата слоем от 1,0 до 1,5 см и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Два противоположных треугольника отбрасывают, а два оставшихся треугольника соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Так повторяют до тех пор, пока масса объединенной пробы не составит 500 г.

7.2.3 Подготовленную объединенную пробу делят на две части и помещают в чистые сухие плотно закрывающиеся банки или в полиэтиленовые пакеты из пищевой пленки по ГОСТ 10354. Горловину пакета сваривают или завязывают нитками. Одну часть объединенной пробы опечатывают, пломбируют и оставляют для повторных испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества лимонной кислоты. Эту часть объединенной пробы сохраняют в течение срока хранения (8.5). Вторую часть объединенной пробы используют для идентификации и определения показателей качества лимонной кислоты.

7.2.4 Отобранные пробы снабжают этикетками с указанием:

- наименования продукта;
- наименования предприятия-изготовителя;
- номера партии;
- даты изготовления;
- массы нетто;
- даты и места отбора проб;
- срока хранения;
- подписи лица, отбиравшего пробу.

7.2.5 Подготовку проб для определения токсичных элементов осуществляют по ГОСТ 26929 и 7.2.1—7.2.4 настоящего стандарта.

7.3 Общие указания по проведению испытаний

7.3.1 При взвешивании используют лабораторные весы высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г и среднего класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г по ГОСТ 24104.

7.3.2 Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками, соответствующими указанным в настоящем стандарте.

7.3.3 Для приготовления растворов используют дистиллированную воду по ГОСТ 6709.

7.4 Определение органолептических показателей

7.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Стакан В-1-400 по ГОСТ 25336.

Стакан В(Н)-1(2)-100 ТС по ГОСТ 25336.

Банка стеклянная с притертой пробкой Б-1 по ГОСТ 3885.

Ложка чайная металлическая.

Бумага белая.

7.4.2 Внешний вид, цвет и структуру лимонной кислоты определяют визуально просмотром навески объединенной пробы массой 50 г (взвешивают с записью результата до первого десятичного знака), помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку при рассеянном дневном освещении или при свете люминесцентных ламп типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

7.4.3 Для определения запаха лимонной кислоты готовят раствор лимонной кислоты объемом 400 $см^3$ с массовой долей 2 %. Чистую, не имеющую постороннего запаха стеклянную банку с притертой пробкой заполняют на $^3/_4$ объема приготовленным раствором.

7.4.3.1 Банку закрывают пробкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре (20 ± 2) °С.

7.4.3.2 Запах определяют органолептически на уровне края банки сразу же после открывания пробки.

7.4.3.3 При наличии постороннего запаха испытание на вкус не проводят.

7.4.4 Для определения вкуса часть раствора, приготовленного по 7.4.3, отбирают чайной ложкой, пробуют кончиком языка на вкус, не проглатывая.

7.4.5 Для определения наличия механических примесей взвешивают 2 г лимонной кислоты с записью результата до первого десятичного знака, растворяют в стакане вместимостью 100 $см^3$ дистиллированной водой, нагретой до температуры (70 ± 2) °С. Раствор должен быть прозрачным и не содержать механических примесей.

7.4.6 Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если ее органолептические показатели отвечают характеристикам, установленным в таблице 1.

7.5 Идентификация лимонной кислоты

Идентификация основана на методах качественного определения ионов водорода (кислая среда) и цитрат-ионов.

7.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,1 г.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Стакан В (Н)-1(2)-100 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 2-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П2Т-10ТС по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, раствор с массовой долей 5 %.

Бромтимоловый синий (индикатор), готовят по ГОСТ 4919.1.

Лакмус (индикатор), готовят по ГОСТ 4919.1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1 : 5.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 5 %.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, разбавленная 1 : 5.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

7.5.2 Проведение испытания

7.5.2.1 Тест на ионы водорода

Взвешивают 1 г испытуемой пробы (результат записывают до первого десятичного знака) и растворяют в 100 $см^3$ воды. К 10 $см^3$ раствора добавляют две-три капли раствора лакмуса. Изменение цвета раствора из бесцветного в красный свидетельствует о наличии ионов водорода (кислая среда).

7.5.2.2 Тесты на цитраты

Способ 1. К 5 $см^3$ раствора (приготовленного по 7.5.2.1) добавляют 0,5 $см^3$ уксусного ангидрида и нагревают. Появление через (30 ± 10) мин красного окрашивания свидетельствует о присутствии в растворе цитрат-ионов.

Способ 2. К 5 $см^3$ раствора (приготовленного по 7.5.2.1) добавляют 1 $см^3$ хлорида кальция, три капли бромтимола синего и 1 $см^3$ разбавленной соляной кислоты. Затем добавляют гидроксид натрия до тех пор, пока цвет не изменится до чисто голубого, после этого кипятят раствор 3 мин, аккуратно перемешивая в течение всего периода нагревания. Образование при кипячении белого кристаллического осадка цитрата кальция, нерастворимого в гидроксиде натрия, но растворимого в уксусной и соляной кислотах, свидетельствует о наличии в анализируемом растворе цитрат-ионов.

Лимонная кислота выдерживает идентификационные тесты, если анализируемый раствор имеет кислую среду и содержит цитрат-ионы.

7.6 Определение массовой доли лимонной кислоты моногидрата

Метод определения основан на нейтрализации лимонной кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина.

7.6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Бюретки 1-1-2-25-0,1 или 1-1-2-50-0,1 по ГОСТ 29251.

Колбы Кн-1-250 по ГОСТ 25336.

Капельница 2-50 ХС или 3-7/11 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 (19/9, 24/10) или СН-34/12 (45/13, 60/14) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)-100-1 по ГОСТ 1770.

Склянка с тубусом 3-3(5) по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая ТХ-П-1-17 по ГОСТ 25336.

Натрия гидроокись (гидроксид) по ГОСТ 4328, х.ч., раствор концентрации 1 моль/дм^3 (1 н.), готовят по ГОСТ 25794.1.

Фенолфталеин (индикатор) спиртовой раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4919.1.

Спирт этиловый ректификованный по [4] или другой НД, действующей в государствах — участниках Соглашения.

7.6.2 Проведение испытания

В сухой стаканчик для взвешивания помещают 1,5 г лимонной кислоты и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Навеску из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 50 см^3 воды, добавляют две-три капли раствора фенолфталеина и титруют раствором гидроксида натрия до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

7.6.3 Обработка результатов

Массовую долю лимонной кислоты моногидрата X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}07\,KV\,100}{m}, \qquad (1)$$

где 0,07 — эквивалентная масса лимонной кислоты моногидрата, соответствующая 1 см^3 раствора гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм^3, г/см^3;

K — поправочный коэффициент титра раствора гидроксида натрия;

V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, см^3;

100 — коэффициент пересчета массовой доли лимонной кислоты в проценты;

m — масса навески лимонной кислоты, г.

Массовую долю лимонной кислоты вычисляют с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака. За результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных испытаний. Абсолютное допускаемое расхождение не должно превышать ± 0,2 %, сходимость — ± 0,25 %, воспроизводимость — ± 0,5 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля лимонной кислоты составит не менее 99,5 % и не более 100,5 %.

7.7 Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют методом Фишера по ГОСТ 14870.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля воды составляет не менее 7,5 % и не более 8,8 %.

7.8 Определение массовой доли сульфатной золы

Метод основан на определении несгораемого остатка в виде сульфатов после прокаливания лимонной кислоты, предварительно обработанной серной кислотой.

7.8.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Печь муфельная.

Стаканчики для взвешивания СВ-24/10 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Тигель № 5 по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Кислота серная особой чистоты по ГОСТ 14262.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, плавленый, предварительно прокаленный.

7.8.2 Проведение испытания

7.8.2.1 Фарфоровый тигель прокаливают в муфельной печи в течение 2—3 ч. После этого тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до постоянной массы, пока

расхождение между двумя повторными взвешиваниями тигля (после охлаждения) составит не более 0,0002 г.

7.8.2.2 Взвешивают 3 г лимонной кислоты в предварительно прокаленном до постоянной массы тигле, результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака. Навеску лимонной кислоты смачивают 0,5—1,0 $см^3$ серной кислоты, тигель осторожно нагревают на электроплитке до озоления, а затем прокаливают при температуре (750 ± 50) °С в муфельной печи.

После прокаливания тигель охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение 30 мин и взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака. Прокаливание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями составит не более 0,0002 г.

Испытание допускается проводить по ГОСТ 27184.

7.8.3 Обработка результатов

Массовую долю сульфатной золы X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)100}{m}, \qquad (2)$$

где m — масса навески лимонной кислоты, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли сульфатной золы в проценты.

Массовую долю сульфатной золы вычисляют с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных испытаний. Абсолютное допускаемое расхождение не должно превышать 0,01 %, сходимость — ± 0,015 %, воспроизводимость — ± 0,03 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля сульфатной золы не более 0,05 %.

7.9 Определение массовой доли сульфатов

Метод основан на осаждении сульфат-ионов раствором хлористого бария и определении труднорастворимого сульфата бария визуально-нефелометрическим или фототурбидиметрическим методом.

7.9.1 Визуально-нефелометрический метод

7.9.1.1 Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Колбы 2-100-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1-2(5) и 2а-2-1-25 по ГОСТ 29227.

Колбы Кн-1-100 по ГОСТ 25336.

Пробирки П1-25-200 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 или СН 60/14 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-50-1 и 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Бария хлорид (хлористый барий) по ГОСТ 4108, х.ч., раствор с массовой долей 20 %, готовят по ГОСТ 4517.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х.ч., раствор массовой концентрации 0,181 $г/дм^3$ (0,1 $мг/см^3$ SO_4^{2-}), готовят по ГОСТ 4212.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517.

7.9.1.2 Приготовление раствора сравнения

Раствор сравнения, содержащий 0,3 мг SO_4^{2-}, готовят одновременно следующим образом: к 40 $см^3$ дистиллированной воды прибавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора сернокислого калия и 5 $см^3$ раствора хлористого бария.

7.9.1.3 Проведение определения

Взвешивают (2,000 ± 0,001) г лимонной кислоты, количественно переносят водой в коническую колбу, растворяют в 43 $см^3$ воды, прибавляют 2 $см^3$ раствора соляной кислоты, затем медленно добавляют 5 $см^3$ раствора хлористого бария, сразу же перемешивают и оставляют в покое на 15 мин.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если помутнение испытуемого раствора (двух параллельных определений) не интенсивнее помутнения раствора сравнения.

7.9.2 Фототурбидиметрический метод

Метод основан на измерении оптической плотности раствора лимонной кислоты и определении массовой доли сульфатов по градуировочному графику.

7.9.2.1 Средства измерений и реактивы

Средства измерений и реактивы по 7.9.1.1 со следующими дополнениями.

Фотоколориметр-нефелометр, обеспечивающий измерения при длине волны (480 ± 10) нм с погрешностью не более ± 1 %.

Колбы мерные 2-50-2 по ГОСТ 1770.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 %, готовят по ГОСТ 4517.

7.9.2.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ вносят 0; 2; 4; 6; 8; 10 $см^3$ раствора сернокислого калия (1 $см^3$ содержит 0,1 мг SO_4^{2-}), в каждый раствор прибавляют примерно 25 $см^3$ дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем прибавляют 3 $см^3$ раствора хлористого бария, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Приготовленные растворы содержат 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг SO_4^{2-}.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм. Измерение проводят по отношению к контрольному раствору, приготовленному следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ вносят 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают, затем прибавляют 3 $см^3$ раствора хлористого бария, перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс содержание сульфатов в калибровочных растворах, а по оси ординат — соответствующие значения оптической плотности.

7.9.2.3 Проведение изменения

Взвешивают (2,000 ± 0,001) г лимонной кислоты, количественно переносят в коническую колбу, растворяют в 43 $см^3$ воды, добавляют 1 $см^3$ раствора соляной кислоты, 3 $см^3$ раствора крахмала и тщательно перемешивают в течение 1 мин. Затем медленно прибавляют 3 $см^3$ хлористого бария и тщательно перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как в 7.9.2.2.

7.9.2.4 Обработка результатов

Массовую долю сульфатов X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 100}{m 1000}, \qquad (3)$$

где m_1 — содержание сульфатов, определенное по градуировочному графику, мг;

100 — коэффициент пересчета массовой доли сульфатов в проценты;

m — масса навески лимонной кислоты, г;

1000 — коэффициент пересчета содержания сульфатов, определяемого по градуировочному графику, в граммы.

Массовую долю сульфатов вычисляют до четвертого десятичного знака с последующим округлением до третьего десятичного знака. За результат принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных измерений. Абсолютное допускаемое расхождение не должно превышать 0,002 %, сходимость — ± 0,003%, воспроизводимость — ± 0,006 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля сульфатов составит не более 0,015 %.

7.10 Определение массовой доли оксалатов

Метод основан на осаждении оскалат-ионов раствором уксуснокислого кальция и определении труднорастворимого оксалата кальция визуально-нефелометрическим или фототурбидиметрическим методом.

7.10.1 Визуально-нефелометрический метод

7.10.1.1 Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Колбы Кн-2-50-22(34) по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания СВ-14/8 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-50-1 и 1-100-1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1-1(2) и 2а-2-1-25 по ГОСТ 29227.

Пробирки П1-16-15ХС по ГОСТ 25336.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159, ч.д.а., раствор с массовой долей 10 %.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, раствор с массовой концентрацией щавелевой кислоты 1 мг/см^3, готовят по ГОСТ 4212.

7.10.1.2 Приготовление раствора сравнения

Раствор сравнения, содержащий 0,5 мг $C_2O_4^{2-}$, готовят одновременно следующим образом: к 22,5 см^3 дистиллированной воды прибавляют 0,5 см^3 раствора щавелевой кислоты и 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция.

7.10.1.3 Проведение определения

Взвешивают (5,000 ± 0,001) г лимонной кислоты, растворяют в 23 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция, перемешивают и оставляют в покое на 30 мин.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если помутнение испытуемого раствора (двух параллельных определений) не интенсивнее помутнения раствора сравнения.

7.10.2 Фототурбидиметрический метод

7.10.2.1 Средства измерений и реактивы

Средства измерений и реактивы по 7.10.1.1 со следующими дополнениями.

Фотоколориметр-нефелометр, обеспечивающий измерение при длине волны (480 ± 10) нм с погрешностью не более ± 1 %.

Колбы мерные 2-25-2 по ГОСТ 1770.

7.10.2.2 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 25 см^3 вносят 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 см^3 раствора щавелевой кислоты (1 см^3 содержит 1 мг $C_2O_4^{2-}$), в каждую колбу прибавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция и доводят дистиллированной водой до метки. Приготовленные растворы содержат 0,0; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мг $C_2O_4^{2-}$.

По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм. Измерение проводят по отношению к контрольному раствору, содержащему 23 см^3 дистиллированной воды и 2 см^3 уксуснокислого кальция.

Градуировочный график строят, откладывая по оси абсцисс содержание оксалатов в калибровочных растворах, а по оси ординат соответствующие значения оптической плотности.

7.10.2.3 Проведение измерения

Взвешивают (5,000 ± 0,001) г лимонной кислоты, растворяют в 23 см^3 дистиллированной воды, затем прибавляют 2 см^3 раствора уксуснокислого кальция.

По истечении 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора на фотоколориметре-нефелометре при длине волны (480 ± 10) нм в кюветах с рабочей длиной слоя 50 мм по отношению к контрольному раствору, приготовленному так же, как в 7.10.2.2.

7.10.2.4 Обработка результатов

Массовую долю оксалатов X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \, 100}{m \, 1000}, \qquad (4)$$

где m_1 — содержание оксалатов, определенное по градуировочному графику, мг;

m — масса навески лимонной кислоты, г;

100 — коэффициент пересчета массовой доли оксалатов в проценты;

1000 — коэффициент пересчета содержания оксалатов, определяемого по градуировочному графику, в граммы.

Массовую долю оксалатов вычисляют до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака. За результат принимают среднеарифметическое результатов двух

параллельных измерений. Абсолютное допускаемое расхождение не должно превышать 0,002 %, сходимость — ± 0,0015 %, воспроизводимость — ± 0,003 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Лимонная кислота соответствует требованиям настоящего стандарта, если массовая доля оксалатов составляет не более 0,01 %.

7.11 Испытание на ферроцианиды

Метод основан на определении окраски берлинской лазури (гексацианоферрата II железа III), образуемой при взаимодействии ферроцианидов с раствором хлорного железа.

7.11.1 Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-2-1-10 по ГОСТ 29227.

Пробирки П1-25-200 ХС по ГОСТ 25336.

Железо хлорное (железо (III) хлорид) по ГОСТ 4147, х.ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч.

Кислота лимонная (моногидрат) по ГОСТ 3652, х.ч.

7.11.2 Приготовление раствора сравнения

Взвешивают (2,000 ± 0,001) г лимонной кислоты (моногидрат по ГОСТ 3652), растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды, прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты.

7.11.3 Проведение испытания

Взвешивают (2,000 ± 0,001) г испытуемой лимонной кислоты, растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды в пробирке. К полученному раствору прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты.

Лимонная кислота выдерживает испытание на ферроцианиды, если окраска испытуемого раствора (двух параллельных определений) соответствует окраске раствора сравнения.

7.12 Испытание на легкообугливаемые вещества

Метод основан на озолении примесей лимонной кислоты серной кислотой при 90 °С и визуальном сравнении интенсивности полученной окраски раствора с окраской раствора сравнения.

7.12.1 Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Стаканчики для взвешивания СВ-19/9 или СН-34/12 по ГОСТ 25336.

Колбы 2-100-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1-5(10) по ГОСТ 29227.

Пробирки П2Т-25ТС по ГОСТ 25336.

Ступка и пестик по ГОСТ 9147.

Термостат или баня водяная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., раствор 1 : 39.

Кобальт хлористый по ГОСТ 4525, ч.д.а.

Железо хлорное (железо III хлорид) по ГОСТ 4147, х.ч.

7.12.2 Приготовление раствора хлорного железа

Взвешивают (4,500 ± 0,001) г хлорного железа. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в соляной кислоте, доводят объем раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Содержание основного вещества в хлорном железе определяют по ГОСТ 4147.

7.12.3 Приготовление раствора хлористого кобальта

Взвешивают (5,950 ± 0,001) г хлористого кобальта. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в соляной кислоте, доводят объем раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Содержание основного вещества в хлористом кобальте определяют по ГОСТ 4525.

7.12.4 Приготовление раствора сравнения

К 0,6 $см^3$ раствора хлористого кобальта добавляют 5,1 $см^3$ раствора хлорного железа. Раствор сравнения должен быть свежеприготовленным.

7.12.5 Проведение испытания

Взвешивают (0,500 ± 0,001) г тщательно растертой лимонной кислоты. Навеску помещают в пробирку и осторожно прибавляют 5 $см^3$ серной кислоты. Пробирку помещают в термостат или водяную баню температурой 90 °С, через 1 мин содержимое пробирки тщательно перемешивают и выдерживают при указанной температуре в течение 1 ч, предохраняя от света. Затем пробу быстро охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Лимонная кислота выдерживает испытание на легкообугливаемые вещества, если окраска испытуемого раствора (двух параллельных определений) не интенсивнее окраски раствора сравнения.

7.13 Испытание на железо

Метод основан на образовании ионов железа (II) с 1,10-фенантролином комплексного соединения железа (II), окрашенного в оранжево-красный цвет. Предварительное восстановление железа проводят солянокислым гидроксиламином.

Окраска фенантролинового комплекса устойчива длительное время.

7.13.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Термометр жидкостный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерения от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

Баня водяная.

Колбы 2-25-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-1-2(5) и 2а-2-1-25 по ГОСТ 29227.

Стаканы В-2-100 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-100-1 и 1-500-1 по ГОСТ 1770.

Пробирки П2-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага индикаторная универсальная.

Склянка из оранжевого стекла по ГОСТ 3885.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей 25 %.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч., раствор с массовой долей 12 %.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х.ч.

1,10-фенантролин, раствор готовят по ГОСТ 4517.

Ацетатный буферный раствор, pH, равный 5, готовят по ГОСТ 4919.2.

Серная кислота по ГОСТ 4204, х. ч.

7.13.2 Приготовление реактива на железо

Реактив на железо готовят следующим образом: к 200 $см^3$ воды прибавляют 100 $см^3$ буферного раствора, (10,000 ± 0,001) г солянокислого гидроксиламина, (0,100 ± 0,001) г 1,10-фенантролина и перемешивают. Раствор хранят в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой.

7.13.3 Приготовление основного раствора железа

Основной раствор железа (III) с массовой концентрацией 1 $мг/см^3$ готовят по ГОСТ 4212. Разбавлением основного раствора железа в соотношении 1 : 1000 раствором серной кислоты концентрации 0,01 $моль/дм^3$ (0,01 н.) готовят раствор, содержащий 0,001 мг железа в 1 $см^3$. Разбавленный раствор должен быть свежеприготовленным.

7.13.4 Приготовление раствора сравнения

В стакан помещают 2 $см^3$ разбавленного раствора железа, прибавляют 15 $см^3$ воды, добавляют раствор аммиака и доводят pH раствора до 5 по универсальной индикаторной бумаге и перемешивают. Прибавляют 5 $см^3$ реактива на железо, погружают на 10 мин в кипящую водяную баню, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

7.13.5 Проведение испытания

Взвешивают (2,000 ± 0,001) г лимонной кислоты, растворяют в 15 $см^3$ воды в стакане, прибавляют раствор аммиака и доводят pH раствора до 5 по универсальной индикаторной бумаге и перемешивают. Прибавляют 5 $см^3$ реактива на железо, погружают на 10 мин в кипящую водяную

баню, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Лимонная кислота выдерживает испытание на железо, если окраска испытуемого раствора (двух параллельных определений) не интенсивнее окраски раствора сравнения.

7.14 Определение содержания свинца

Содержание свинца определяют по ГОСТ 26932 или ГОСТ 30178 и по [5].

7.15 Определение содержания мышьяка

Содержание мышьяка определяют по ГОСТ 26930.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Лимонную кислоту перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

8.2 Ящики из гофрированного картона допускается перевозить только автомобильным транспортом или в контейнерах.

8.3 Лимонную кислоту хранят в крытых складских помещениях на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

8.4 Изготовитель гарантирует соответствие лимонной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении потребителем условий транспортирования и хранения.

8.5 Срок хранения лимонной кислоты в крупной фасовке в мешках вкладышах из «пищевой» пленки — не более двух лет со дня изготовления, в мелкой фасовке для розничной продажи — не более одного года.

9 Указания по применению

9.1 Лимонную кислоту применяют в пищевой промышленности в качестве регулятора кислотности, антиокислителя и комплексообразователя.

9.2 Дозировку лимонной кислоты регламентируют в рецептурах на конкретные пищевые продукты.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

Нормативные документы, действующие на территории Российской Федерации

[1] ГОСТ Р 51985—2002 (ИСО 3400—97) Крахмал кукурузный. Общие технические условия

[2] СанПиН 2.1.4.1074—2001 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем водоснабжения. Контроль качества

[3] ГОСТ Р 50779.71—99 (ИСО 2859-1—89)* Статистические методы. Процедуры выборочного контроля по альтернативному признаку. Часть 1. Планы выборочного контроля последовательных партий на основе приемлемого уровня качества AQL

[4] ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

[5] ГОСТ Р 51301—99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)

* С 1 июня 2007 г. введен в действие ГОСТ Р ИСО 2859-1—2007.

УДК 661.734.1:006.354 МКС 67.220.20 Н91 ОКП 91 9943

Ключевые слова: лимонная кислота, физико-химические показатели, методы контроля

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Подписано в печать 09.07.2008. Формат 60 × 84$^{1}/_{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс.
Печать офсетная. Усл. печ.л. 2,32. Уч.-изд.л. 2,00. Тираж 54 экз. Зак. 890.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru