

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

КИСЛОТА ВИННАЯ ПИЩЕВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ГОСТ 21205—83

Издание официальное

10 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.733.3 : 006.354 Группа Н91

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

КИСЛОТА ВИННАЯ ПИЩЕВАЯ

Технические условия

Tartaric acid for use in foodstuffs
Specifications

ГОСТ 21205—83

ОКП 91 7622

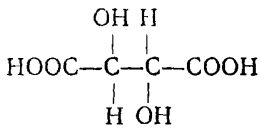
Срок действия с 01.01.84
до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пищевую кристаллическую винную кислоту, получаемую из виннокислого сырья и предназначенную для применения в пищевой промышленности.

Формулы: эмпирическая $C_4H_6O_6$

структурная



Молекулярная масса (по международным относительным массам 1975 г.) — 150,09.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Пищевая винная кислота должна вырабатываться в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологической инструкции с соблюдением санитарных норм и правил, утвержденных в установленном порядке.

1.2. Для изготовления винной кислоты должны применяться следующие сырье и материалы:

сырье виннокислотное;

вода питьевая по ГОСТ 2874—82;

кислота серная техническая, контактная, улучшенная марки А или Б по ГОСТ 2184—77;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1989

кальций железистосинеродистый технический или калий железистосинеродистый технический по ГОСТ 6816—79;

мел химически осажденный по ГОСТ 8253—79 или мел молотый марки ММ1;

кальций хлористый технический марки кальцинированный или плавленый по ГОСТ 450—77;

уголь активный осветляющий древесный порошкообразный марки ОУ-А или ОУ-В по ГОСТ 4453—74;

барий сернистый.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.3. Винную кислоту вырабатывают высшего и первого сорта.

1.4. По показателям, определяемым органолептически, пищевая винная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика
1. Внешний вид и цвет	Бесцветные кристаллы или белый порошок; для кислоты первого сорта допускается желтоватый оттенок
2. Вкус	Кислый
3. Запах	Раствор кислоты массовой концентрации 20 г/дм³ в дистиллированной воде не должен иметь запаха

Примечание. Раствор винной кислоты массовой концентрации 20 г/дм³ в дистиллированной воде должен быть прозрачным и не содержать механических примесей.

1.5. По химическим показателям пищевая винная кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Норма для сорта		Метод анализа
	высшего	первого	
Идентификация винной кислоты	Выдерживает анализ		По п. 3.2
Массовая доля винной кислоты, %, не менее	99,0	99,0	По п. 3.3
Массовая доля золы, %, не более	0,3	0,5	По п. 3.4
Массовая доля свободной серной кислоты, %, не более	0,03	0,05	По п. 3.5
Массовая доля меди, %, не более	0,00010	0,00036	По ГОСТ 26931—86

Продолжение табл. 2

Наименование показателя	Норма для сорта		Метод анализа
	высшего	первого	
Проба на свинец с сероводородом	Выдерживает анализ		По ГОСТ 26932—86
Массовая доля мышьяка, %, не более	0,00007	0,00014	По ГОСТ 26930—86
Массовая доля хлоридов, %, не более	0,01	0,02	По п. 3 9
Проба на оксалаты с уксуснокислым кальцием	Выдерживает анализ		По п 3 10
Проба на барий с серной кислотой	Выдерживает анализ		По п 3 11
Проба на ферроцианиды с хлорным железом	То же		По п 3 12
Массовая доля сульфатов, %, не более	0,20	0,40	По п 3 13

1.4; 1.5. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Пищевую винную кислоту принимают партиями. За партию принимают любое количество винной кислоты одного сорта и даты выработки, оформленное одним документом о качестве.

2.2. Каждая партия винной кислоты должна сопровождаться документом, удостоверяющим ее качество, с указанием следующих данных:

наименования и товарного знака предприятия-изготовителя;
наименования продукции и ее сорта;
массы нетто и брутто;
номера партии;
даты выработки;
результатов анализа;
обозначения настоящего стандарта.

2.3. Каждый мешок или ящик подвергают проверке на соответствие тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта.

2.4. Для проверки соответствия качества продукции отбирают 10% мешков или ящиков от партии, но не менее 5 единиц.

2 5. При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному показателю проводят повторные анализы на удвоенной выборке от той же партии.

Результаты повторных анализов распространяются на всю партию.

2.6. Анализы на оксалаты, барий и ферроцианиды изготовитель проводит периодически (но не реже одного раза в месяц).

Проба на свинец с сероводородом определяется только по требованию потребителя.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

3.1. Отбор проб

3.1.1. От каждого отобранного по п. 2.4 мешка или ящика отбирают точечные пробы винной кислоты.

Точечные пробы кислоты отбирают из разных мест мешочным щупом, погружая его не менее чем на $^3/_4$ глубины. Масса точечной пробы должна быть не менее 100 г.

3.1.2. Из точечных проб составляют объединенную пробу, которую помещают в банку с плотно пригнанной крышкой или пробкой. Банку снабжают этикеткой с указанием:

наименования предприятия-изготовителя;

наименования продукции и ее сорта;

массы партии;

даты выработки;

номера партии;

даты и места отбора пробы;

фамилии лиц, участвующих в отборе проб;

обозначения настоящего стандарта.

3.1.3. Объединенную пробу тщательно перемешивают и методом квартования выделяют среднюю пробу массой не менее 600 г.

3.1.4. Среднюю пробу делят на две равные части, одну из которых передают на анализ, а вторую помещают в чистую сухую стеклянную банку с хорошо пригнанной пробкой или крышкой или в полиэтиленовый мешочек, в которые вкладывают этикетки с обозначениями, указанными в п. 3.1.2.

Полиэтиленовый мешочек заваривают или завязывают следующим образом: верхнюю часть мешочка собирают в пучок, перегибают, плотно завязывают нитками.

Пробу опечатывают или пломбируют и хранят в соответствии с требованиями п. 4.8 в течение шести месяцев на случай возникновения разногласий в оценке качества между потребителем и изготовителем.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Идентификация винной кислоты

Метод основан на визуальном определении окраски, образуемой при взаимодействии винной кислоты с сернокислым раствором галловой кислоты.

3.2.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные исполнения 1 или 2—100—1 или 2 по ГОСТ 1770—74.

Пипетки исполнения 2 или 6 или 7—1 или 2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пробирки типа П1 или П2—14 или 16 или 21—120 или 150 или 200 ХС по ГОСТ 25336—82.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Ступка и пестик по ГОСТ 9147—80.

Стекло часовое.

Термометры лабораторные по ГОСТ 215—73 тип 1-Б4 со шкалой 0—250°С с ценой деления 1°С и 2-Б2 со шкалой 0—105°С с ценой деления 0,5°С или 4-Б2 со шкалой 0—55°С с ценой деления 0,1°С.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, ч. д. а.

Кислота галловая, раствор: 10 мг $C_7H_6O_5 \cdot H_2O$ помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, осторожно растворяют в серной кислоте при постоянном помешивании, доводят объем раствора серной кислотой до метки при температуре (20±0,5)°С и перемешивают. Раствор хранят в темном месте в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой.

3.2.2. *Проведение анализа*

На часовом стекле, помещенном на чашку весов, взвешивают 1—1,2 мг тщательно растертой винной кислоты и помещают в пробирку, осторожно смывая навеску кислоты 10 см³ сернокислого раствора галловой кислоты при постоянном помешивании. Пробирку осторожно нагревают на голом пламени до 120—155°С. Параллельно готовят раствор сравнения, содержащий винную кислоту, и указанный реактив, в количестве, используемом при основном определении, и затем нагревают, как описано выше.

Окраска испытуемой пробы должна быть одинаковой с окраской раствора сравнения.

3.2.1; 3.2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Определение массовой доли винной кислоты

Метод основан на нейтрализации винной кислоты 1 н. (1 моль/дм³) раствором гидроокиси натрия в присутствии фенолфталеина.

3.3.1. *Аппаратура, реактивы*

Бюретки 1 или 2, или 3—1—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Воронка типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Промывалка с резиновой грушей.

Склянки с тубусом исполнения 1, 2, 3—3, 5, 10 по ГОСТ 25336—82.

Стаканчики для взвешивания типа СВ-14/18 или 19/19, или 24/10 по ГОСТ 25336—82.

Трубка хлоркальциевая типа ТХ-П-1—17 или 22 по ГОСТ 25336—82.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, х. ч., 1 н. (1 моль/дм^3) раствор.

Фенолфталеин по ГОСТ 5850—72, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3.2. *Проведение анализа*

Из средней пробы винной кислоты берут в сухой стаканчик 1,9—2,1 г и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Навеску из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в 100 см^3 воды и титруют 1 н. (1 моль/дм^3) раствором гидроокиси натрия в присутствии раствора фенолфталеина до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

3.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю винной кислоты (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}075 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где 0,075 — количество винной кислоты, соответствующее 1 см^3 1 н. (1 моль/дм^3) раствора гидроокиси натрия, г;

V — объем 1 н. (1 моль/дм^3) раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, см^3;

m — навеска винной кислоты, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,2%.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95 составляет 0,13%.

3.3.2; 3.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Определение массовой доли золы

Метод основан на определении массы несгораемого остатка винной кислоты при сжигании ее в электропечи при температуре 600—800°С.

3.4.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919—83.

Тигель высокий 4 или низкий 5 по ГОСТ 9147—80.

Щипцы тигельные.

Электропечь.

Эксикатор исполнения 1 или 2—100, или 140, или 190, или 250 по ГОСТ 25336—82.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867—77, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кальций хлористый (обезвоженный) чистый, предварительно прокаленный.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.4.2. *Проведение анализа*

2—3 г винной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,2 мг в фарфоровом тигле, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 600—800°С в электропечи.

Тигель предварительно доводят прокаливанием до постоянной массы. После первого прокаливания и охлаждения содержимое тигля осторожно смачивают тремя каплями раствора азотнокислого аммония, подсушивают и прокаливают до постоянной массы.

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю золы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m — навеска винной кислоты, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с золой, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,03%.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95 составляет 0,02%.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5. Определение массовой доли свободной серной кислоты

Свободную серную кислоту в винной кислоте определяют качественным и любым количественным (ускоренным титриметрическим, весовым спиртовым и ацетоновым) методами.

3.5.1. *Качественный метод*

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте или ацетоне, в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария и в визуальном определении труднорастворимого сульфата бария.

3.5.1.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 3, предел взвешивания до 1 кг.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пробирки типа П1 или П2—14 или 16 или 21—120 или 150 или 200 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 1 или 2, или 4, или 5—1—2 и 2, или 6, или 7—1—10 по ГОСТ 20292—74.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Стакан типа В или Н-1,2—100 ТС, или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Спирт этиловый абсолютированный.

3.5.1.2. *Проведение анализа*

0,9—1,1 г винной кислоты взвешивают в химическом стакане вместимостью 100 см^3 с точностью до третьего десятичного знака растворяют в 10 см^3 абсолютированного этилового спирта или ацетона, нагревают на водяной бане до кипения и фильтруют в пробирку.

К фильтрату прибавляют 2 см^3 раствора соляной кислоты и 2 см^3 раствора хлористого бария, предварительно нагретого до температуры 70—80°С. При образовании мути проводят количественное определение свободной серной кислоты.

3.5.1.1, 3.5.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5.2. *Ускоренный метод (титриметрический)*

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте или ацетоне и в осаждении серной кислоты 0,02 н. (0,01 моль/дм^3) раствором хлористого бария в присутствии нитхромазо.

3.5.2.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

Бюретки 1 или 2, или 3—1—50—0,1 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Капельница по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 2 или 3—1, или 2—20 и 2, или 3—1, или 2—50 по ГОСТ 20292—74.

Склянка с тубусом исполнения 1, 2, 3—3, 5, 10 по ГОСТ 25336—82.

Трубка хлоркальциевая типа ТХ-П-1—17 или 22 по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., 0,02 н. (0,01 моль/дм^3) раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная фиксанал, 0,02 н. (0,01 моль/дм^3) раствор.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, ч.д.а.

Нитхромазо, ч.д.а., водный раствор массовой концентрации 2 г/дм^3.

Спирт этиловый абсолютированный.

3.5.2 2. *Проведение анализа*

4,9—5,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 50 см^3 абсолютированного этилового спирта или ацетона в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют, фильтр промывают 5 см^3 растворителя и к фильтрату добавляют 20 см^3 раствора серной кислоты, 2 капли раствора нитхромазо и титруют раствором хлористого бария до перехода фиолетовой окраски в голубую, не исчезающую в течение от 1 до 2 мин.

Нитхромазо образует прочное комплексное соединение с ионами бария, поэтому титрование вначале проводят медленно, прибавляя раствор соли бария по каплям через 30—40 с после тщательного перемешивания. Появившаяся от первых капель прибавленного раствора голубая окраска бариевого комплекса нитхромазо переходит в сине-фиолетовую. Далее изменение окраски происходит быстро.

3.5.2 3. *Обработка результатов*

Массовую долю свободной серной кислоты (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0{,}00098 \cdot (V - V_0) \cdot 100}{m},$$

где 0,00098 — количество серной кислоты, соответствующее 1 см^3 0,02 н. (0,01 моль/дм^3) раствора хлористого бария, г;

V — объем 0,02 н. (0,01 моль/дм^3) раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, см^3;

V_0 — объем 0,02 н. (0,01 моль/дм^3) раствора хлористого бария, израсходованный на титрование 20 см^3 стандартного раствора серной кислоты в присутствии 5 г ч.д.а. винной кислоты, см^3;

m — навеска винной кислоты, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,002%.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95 составляет 0,0013%.

3.5.2.1—3.5.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5.3. *Спиртовой метод*

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте, в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария и в определении массы труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в электропечи при температуре 600—800°С.

3.5.3.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 2 или 4, или 5, или 7—1, или 2—5; 2 или 6, или 7—1, или 2—10; 2 или 3—1, или 2—50 по ГОСТ 20292—74.

Промывалка с резиновой грушей.

Стекло часовое.

Стакан типа В или Н-1, или 2—250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель низкий 5 или высокий 5 по ГОСТ 9147—80.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Щипцы тигельные.

Эксикатор исполнения 1 или 2—100, или 140, или 190, или 250 по ГОСТ 25336—82.

Электропечь.

Электрошкаф сушильный типа СНОЛ.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х. ч., раствор массовой концентрации 20 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кальций хлористый (обезвоженный) чистый, предварительно прокаленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, х.ч., 0,1 н. (0,1 моль/дм^3) раствор.

Спирт этиловый абсолютированный.

3.5.3.2. *Проведение анализа*

4,9—5,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в абсолютированном этиловом спирте из расчета 10 см^3 спирта на 1 г винной кислоты в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 300 см^3, фильтр промывают 5 см^3 спирта и к фильтрату прибавляют 10 см^3 раствора соляной кислоты. Жидкость нагревают на водяной бане до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, по каплям прибавляют 5 см^3 раствора хлорис-

того бария, предварительно нагретого до температуры 70—80°С. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 1 ч в теплом месте при температуре 60°С. По истечении указанного времени раствор фильтруют. Осадок в стакане дважды промывают горячей дистиллированной водой (метод декантирования), приливая ее каждый раз по 10 см³. Осадок переносят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком вынимают из воронки и помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель. Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы можно было поместить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°С, осторожно озоляют и прокаливают при 600—800°С в электропечи до постоянной массы.

После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

3.5.3.3. *Обработка результатов*

Массовую долю свободной серной кислоты (X_3) в процентах *вычисляют по формуле*

$$X_3 = \frac{0{,}42 \cdot (m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где 0,42 — коэффициент пересчета сернокислого бария на серную кислоту;

m — навеска винной кислоты, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с осадком, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,004%.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95 составляет 0,0027%.

3.5.3.1—3.5.3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.5.4. *Ацетоновый метод*

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в ацетоне, в осаждении серной кислоты раствором хлористого бария и в определении массы труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в электропечи при температуре 600—800°С.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

3.5.4.1. *Аппаратура, реактивы по п. 3.5.3.*

Стакан типа В или Н-1 или 2—600 по ГОСТ 25336—82.

Цилиндр исполнения 1 или 2 или 3 или 4—250 по ГОСТ 1770—74.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч.д.а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.5.4.2. *Проведение анализа*

15 г винной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,2 мг, растворяют в 50 см^3 чистого ацетона в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 500 см^3 и осадок на фильтре промывают два-три раза ацетоном порциями по 10 см^3.

К полученному фильтрату приливают 200 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора соляной кислоты, жидкость нагревают на водяной бане до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, прибавляют 5—8 см^3 нагретого до температуры 70—80°С раствора хлористого бария. Раствор кипятят на водяной бане в течение 5 мин, затем стакан накрывают часовым стеклом и дальнейшее определение проводят, как указано в п. 3.5.3.

3.5.4.3. Массовую долю свободной серной кислоты вычисляют по формуле, приведенной в п. 3.5.3.3.

3.6. Определение массовой доли меди — по ГОСТ 26931—86.

3.7. Проба на свинец с сероводородом — по ГОСТ 26932—86.

3.8. Определение массовой доли мышьяка—по ГОСТ 26930—86 со следующим дополнением. Для фиксации мышьяка на верхний конец трубки *В* помещают полоску бромнортутной бумаги, затем полоску фильтровальной бумаги и плотно прижимают их резиновым кольцом.

3.6– 3.8. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.9. Определение массовой доли хлоридов

Хлориды в винной кислоте определяют качественным и количественным методами.

3.9.1. *Качественный метод*

Метод основан на осаждении хлоридов раствором азотнокислого серебра и визуальном определении труднорастворимого хлорида серебра.

3.9.1.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—80, класс точности 3, предел взвешивания до 1 кг.

Пробирки типа П1 или П2—14 или 16, или 21—120, или 150, или 200 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 1 или 2, или 4, или 5—1, или 2—1 и 2 или 6, или 7—1, или 2—10 по ГОСТ 20292—74.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, х. ч., 0,1 н. (0,1 моль/дм^3) раствор.

3.9.1.2. *Проведение анализа*

0,9—1,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды в пробирке. К раствору прибавляют 0,5 см^3 азотной кислоты, 0,5 см^3 раствора азотнокислого серебра, перемешивают и оставляют в покое на 5 мин. При образовании мути проводят количественное определение хлоридов.

3.9.1.1; 3.9.1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.9.2. *Количественный метод*

Метод основан на осаждении хлоридов раствором азотнокислого серебра и осаждении избыточных ионов серебра раствором роданистого аммония в присутствии индикатора насыщенного раствора железоаммонийных квасцов.

3.9.2.1. *Аппаратура, реактивы*

Бюретки 1 или 2, или 3—1—25 по ГОСТ 20292—74.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 1 или 2, или 4, или 5—1, или 2—2 и 2 или 6, или 7—1, или 2—25 по ГОСТ 20292—74.

Склянка с тубусом исполнения 1, 2, 3—3, 5, 10 по ГОСТ 25336—82.

Трубка хлоркальциевая типа ТХ-П-1—17 или 22 по ГОСТ 25336—82.

Аммоний роданистый фиксанал, 0,1 н. (0,1 моль/дм^3) раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х.ч.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, х.ч., насыщенный раствор. К насыщенному раствору приливают по каплям азотную кислоту до исчезновения бурой окраски; полученный раствор используют для анализа.

Серебро азотнокислое фиксанал, 0,1 н. (0,1 моль/дм^3) раствор.

3.9.2.2. *Проведение анализа*

4,9—5,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 25 см^3 дистиллированной воды в конической колбе. К раствору приливают из бюретки 10 см^3 раствора азотнокислого серебра и хорошо перемешивают в течение 1 мин. Смесь подкисляют 2 см^3 азотной кислоты, прибавляют к ней 2 см^3 насыщенного раствора железоаммонийных квасцов и избыток азотнокислого серебра оттитровывают раствором роданистого аммония до появления розового окрашивания.

3.9.2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю хлоридов в пересчете на хлор-ион (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{0{,}00355 \cdot (V_1 - V_2) \cdot 100}{m},$$

где 0,00355 — количество хлор-иона, соответствующее 1 см³ 0,1 н. (0,1 моль/дм³) раствора азотнокислого серебра, г;

V_1 — объем прибавленного 0,1 н. (0,1 моль/дм³) раствора азотнокислого серебра, см³;

V_2 — объем 0,1 н. (0,1 моль/дм³) раствора роданистого аммония, израсходованный на титрование, см³;

m — навеска винной кислоты, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,001%.

Доверительный интервал абсолютной погрешности при доверительной вероятности 0,95 составляет 0,0007%.

3.9.2.1—3.9.2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.10. Проба на оксалаты с уксуснокислым кальцием

Метод основан на визуальном определении труднорастворимого оксалата кальция при осаждении оксалатов раствором уксуснокислого кальция.

3.10.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 3, предел взвешивания до 1 кг.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические по ГОСТ 10394—72, вместимостью 100 см³.

Пипетки исполнения 1 или 2, или 4, или 5—1, или 2—2 и 2 или 6, или 7—1, или 2—25 по ГОСТ 20292—74.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159—76, ч.д.а., раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

3.10.2. *Проведение анализа*

4,9—5,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 25 см³ дистиллированной воды, при необходимости, фильтруют и прибавляют 2 см³ раствора уксуснокислого кальция. По истечении 1 ч не должно наблюдаться помутнения раствора и образования осадка.

3.10.1; 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.11. Проба на барий с серной кислотой

Метод основан на визуальном определении труднорастворимого сульфата бария при осаждении бария серной кислотой.

3.11.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 3, предел взвешивания до 1 кг.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные исполнения 1 или 2—50, или 1, или 2—100—1, или 2 по ГОСТ 1770—74.

Колбы конические типа Кн-1 или 2—100 ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 6 или 7—1, или 2—5 и 1 или 2, или 6, или 7—1, или 2—10 по ГОСТ 20292—74.

Стаканчики для взвешивания типа СВ-14/18 или 19/19, или 24/10 по ГОСТ 25336—82.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х.ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.11.2. *Проведение анализа*

К 10 см^3 раствора винной кислоты массовой концентрации 100 г/дм^3, при необходимости, предварительно профильтрованного, прибавляют 2—3 см^3 раствора серной кислоты и нагревают до кипения. При этом не должно быть помутнения или выпадения осадка.

3.12. Проба на ферроцианиды с хлорным железом

Метод основан на определении окраски берлинской лазури, образуемой при взаимодействии ферроцианидов с раствором хлорного железа.

3.12.1. *Аппаратура, реактивы*

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 3, предел взвешивания до 1 кг.

Капельница 1 или 2, или 3—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Пипетки исполнения 2 или 6, или 7—1, или 2—10 по ГОСТ 20292—74.

Пробирки типа П1 или П2—14, или 16, или 21—120, или 150, или 200 ХС по ГОСТ 25336—82.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, х.ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х.ч.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, ч.д.а.

3.12.2. *Проведение анализа*

1,9—2,1 г взвешивают с точностью до третьего десятичного знака, растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды в пробирке. К полученному раствору прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты. Параллельно готовят раствор сравнения, содержащий винную кислоту и все реактивы в количестве, используемом при основном определении.

Окраска испытуемой пробы должна быть одинаковой с окраской раствора сравнения

3.12.1, 3.12.2 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.13 Определение массовой доли сульфатов

Сульфаты в винной кислоте определяют ускоренным титриметрическим и весовым методами

3.13.1 *Ускоренный метод (титриметрический)*

Метод основан на осаждении сульфатных ионов раствором хлористого бария в присутствии индикатора нитхромазо

3.13.1.1 *Аппаратура, реактивы*

Бюретки 1 или 2, или 3—1—50—0,1 по ГОСТ 20292—74

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г

Колбы конические типа Кн-2—250-ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82

Капельница 1 или 2, или 3—50 ХС по ГОСТ 25336—82.

Склянка с тубусом исполнения 1, 2, 3—3, 5, 10 по ГОСТ 25336—82

Трубка хлоркальциевая типа ТХ-П-1—17 или 22 по ГОСТ 25336—82.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., 0,02 н (0,01 моль/дм³) раствор

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72

Нитхромазо, ч.д.а., водный раствор массовой концентрации 2 г/дм³

3.13.1.2 *Проведение анализа*

4,9—5,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды в конической колбе. К раствору прибавляют две капли раствора нитхромазо и титруют раствором хлористого бария до перехода фиолетовой окраски в голубую, не исчезающую в течение от 1 до 2 мин

Титрование проводят так же, как при определении свободной серной кислоты (см. п. 3.5.2)

3.13.1.3 *Обработка результатов*

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{0{,}00096 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где 0,00096 — количество сульфат-иона, соответствующее 1 см³ 0,02 н (0,01 моль/дм³) раствора хлористого бария, г,

V — объем 0,02 н (0,01 моль/дм³) раствора хлористого бария, израсходованный на титрование, см³,

m — навеска винной кислоты, г

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,002%.

3.13.1.1—3.13.1.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.13.2. *Весовой метод*

Метод основан на осаждении сульфатных ионов раствором хлористого бария и определении массы труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в электропечи при температуре 600—800°С.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

3.13.2.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88, класс точности 2, предел взвешивания до 200 г.

Воронки типа В-56—80 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические типа Кн-2—250 ТС или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Палочка стеклянная с оплавленным концом, с резиновым наконечником.

Пипетки исполнения 2 или 6, или 7—1, или 2—5; 2 или 6, или 7—1, или 2—10; 2 или 3—1, или 2—50 по ГОСТ 20292—74.

Промывалка с резиновой грушей.

Стекло часовое.

Стакан типа В или Н-1, или 2—250 ТС, или ТХС по ГОСТ 25336—82.

Тигель низкий 5 или высокий 5 по ГОСТ 9147—80.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента», диаметром 90 мм.

Щипцы тигельные.

Эксикатор исполнения 1 или 2—100, или 140, или 190, или 250 по ГОСТ 25336—82.

Электропечь.

Электрошкаф сушильный типа СНОЛ.

Барий хлористый по ГОСТ 4108—72, х.ч., раствор массовой концентрации 50 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кальций хлористый (обезвоженный) чистый, предварительно прокаленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, х. ч., раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277—75, х. ч., 0,1 н. (0,1 моль/дм^3) раствор.

3.13.2.2. *Проведение анализа*

4,9—5,1 г винной кислоты взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака, растворяют в 50 см^3 дистиллированной во-

ды, в стакане при нагревании на водяной бане К раствору прибавляют 10 см³ раствора соляной кислоты. Жидкость нагревают до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, по каплям прибавляют 5 см³ раствора хлористого бария, предварительно нагретого до температуры 70—80°С. После этого стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 1 ч в теплом месте при температуре 60°С. По истечении указанного времени раствор фильтруют через фильтр. Осадок в стакане дважды промывают горячей дистиллированной водой (метод декантирования), приливая ее каждый раз по 10 см³. После этого осадок переводят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком вынимают из воронки, помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы фарфоровый тигель Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы можно было поместить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°С, осторожно озоляют и прокаливают при температуре 600—800°С в электропечи до постоянной массы.

После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают.

3 13 2.3. *Обработка результатов*

Массовую долю сульфатов в пересчете на сульфат-ион (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{0{,}41 \cdot (m_2 - m_1) \cdot 100}{m},$$

где 0,41— коэффициент пересчета сернокислого бария на сульфаты;

m — навеска винной кислоты, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m_2 — масса тигля с осадком, г.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,004%.

3 13 2.1.—3.13 2.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4 1. Пищевую винную кислоту упаковывают:

в бумажные непропитанные и ламинированные трех-, четырехслойные мешки по ГОСТ 2226—88 массой нетто не более 30 кг;

в мешки из льно-джуто-кенафных тканей с вискозными нитями по ГОСТ 8516—78 не ниже II категории массой нетто не более 40 кг

При отгрузке мелкими отправками пищевую винную кислоту упаковывают в дощатые неразборные ящики для продукции пищевой промышленности по ГОСТ 13360—84 массой нетто не более 30 кг.

4.2. При упаковывании кислоты в ящики и мешки допускаемое отклонение от массы не более ±0,5%.

4.3. При упаковывании кислоты в бумажные непропитанные и тканевые мешки внутрь мешка должен быть вставлен мешок-вкладыш, изготовленный в соответствии с требованиями ГОСТ 19360—74 из пищевой полиэтиленовой пленки нестабилизированной, марки Н, толщиной 0,1 мм по ГОСТ 10354—82.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши после заполнения их кислотой должны быть герметически закрыты путем сварки или заклеивания полиэтиленовой лентой.

Верхние швы бумажных и тканевых наружных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961—85.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.4. Дощатые ящики перед упаковыванием кислоты должны быть выстланы подпергаментом марки П-3 по ГОСТ 1760—86, полностью покрывающим всю внутреннюю поверхность тары (включая и верх) без каких-либо зазоров или промежутков.

По согласованию изготовителя и потребителя допускается вместо подпергамента применять внутренние мешки-вкладыши из полиэтиленовой пленки согласно п. 4.3 настоящего стандарта.

4.5. Упаковывание пищевой винной кислоты, отгружаемой в районы Крайнего Севера и труднодоступные районы, должно производиться в соответствии с требованиями ГОСТ 15846—79.

4.6. Маркировка транспортной тары должна соответствовать требованиям ГОСТ 14192—77 с нанесением манипуляционного знака «Боится сырости» и следующих дополнительных обозначений:

наименования предприятия-изготовителя или его товарного знака;

наименования продукции и ее сорта;

номера партии;

даты выработки;

обозначения настоящего стандарта.

4.7. Пищевую винную кислоту транспортируют в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими на данном виде транспорта, в контейнерах или пакетами по ГОСТ 21929—76 и ГОСТ 23285—78.

4.8. Пищевую винную кислоту следует хранить в закрытом помещении на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 65%.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

Изготовитель гарантирует соответствие качества пищевой винной кислоты требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Гарантийный срок хранения винной кислоты — 12 мес со дня изготовления.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

В. И. Кузьмин, канд. техн. наук, **Н. Я. Новотельнова**, канд техн. наук; **Н. А. Жаболовская**, канд. техн наук; **Т. П. Курмыза.**

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.01.83 № 411

3. ВЗАМЕН ГОСТ 21205—75

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 215—73	3 2 1
ГОСТ 450—77	1 2
ГОСТ 1277—75	3 5 3 1, 3 9 1 1, 3 13 2 1
ГОСТ 1760—86	4 4
ГОСТ 1770—74	3 2 1, 3 5 4 1, 3 11 1
ГОСТ 2184—77	1 2
ГОСТ 2226—88	4 1
ГОСТ 2603—79	3 5 1 1, 3 5 2 1
ГОСТ 2874—82	1 2
ГОСТ 3118—77	3 5 1 1, 3 5 3 1, 3 12 1; 3 13 2 1
ГОСТ 3159—76	3 10 1
ГОСТ 4108—72	3 5 1 1; 3 5 2 1; 3 5 3 1; 3 5 4 1; 3 13 1 1; 3 13 2 1
ГОСТ 4147—74	3 12 1
ГОСТ 4204—77	3 2 1; 3 11.1
ГОСТ 4205—77	3 9 2 1
ГОСТ 4328—77	3 3 1
ГОСТ 4453—74	1 2
ГОСТ 4461—77	3 9 1 1; 3 9 2 1
ГОСТ 5512—50	1 5
ГОСТ 5817—77	3 2 1; 3 5 2 1; 3 12 1
ГОСТ 5850—72	3 3 1
ГОСТ 6709—72	3 3 1; 3 4 1; 3 5 1 1; 3 5 2 1; 3 5 3 1; 3 9 1 1, 3 9 2 1; 3 10 1; 3 11 1; 3 12 1; 3 13 1 1, 3 13 2 1
ГОСТ 6816—79	1 2
ГОСТ 8253—79	1 2
ГОСТ 8516—78	4 1
ГОСТ 9147—80	3 2 1; 3 4 1, 3 5 3 1, 3 13 2 1
ГОСТ 10354—82	4 3
ГОСТ 13360—84	4 1
ГОСТ 14192—77	4 6
ГОСТ 14919—83	3 4 1

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 14961—85	4.3
ГОСТ 15846—79	4.5
ГОСТ 19360—74	4.3
ГОСТ 20292—74	3.2.1, 3.3.1, 3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.9.1.1, 3.9.2.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1.1, 3.13.2.1
ГОСТ 21929—76	4.7
ГОСТ 22867—77	3.4.1
ГОСТ 23285—78	4.7
ГОСТ 24104—88	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.9.1.1, 3.9.2.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1.1, 3.13.2.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1, 3.4.1, 3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.5.4.1, 3.9.1.1, 3.9.2.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.12.1, 3.13.1.1, 3.13.2.1
ГОСТ 26930—80	1.5, 3.8
ГОСТ 26931—86	1.5, 3.6
ГОСТ 26932—86	1.5, 3.7

5. Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 10.06.88 № 1701

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 1989 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 9—88)

Редактор *Н. В. Бобкова*
Технический редактор *Э. В. Митяй*
Корректор *С. И. Ковалева*

Сдано в наб. 23.03.89 *Подп. в печ.* 12.05.89 1,5 *усл. п. л.* 1,5 *усл. кр. отт.* 1,42 *уч.-изд. л.* Тир. 6000 Цена 10 к.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557 Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Даряус и Гирено, 39 Зак. 851

gost.e-ecolog.ru