

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т

---

# КИСЛОТА ЛИМОННАЯ ПИЩЕВАЯ

## ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

Е

БЗ 3—2000

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

## М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

## КИСЛОТА ЛИМОННАЯ ПИЩЕВАЯ

## Технические условия

Citric acid for use in food-stuffs.  
SpecificationsГОСТ  
908—79

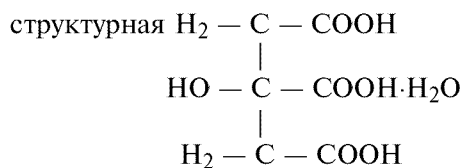
ОКП 91 9943

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на пищевую лимонную кислоту, получаемую в результате ферментации сахаросодержащего сырья грибом *Aspergillus niger*.

Стандарт устанавливает требования к пищевой лимонной кислоте, изготавливаемой для нужд народного хозяйства и экспорта. Пищевая лимонная кислота предназначена для использования в кондитерской, консервной, пиво-безалкогольной и других отраслях пищевой промышленности.

Формулы: эмпирическая  $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$



Относительная молекулярная масса — 210,14.

Требования безопасности продукции изложены в разд. 1а.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

## 1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Пищевая лимонная 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 лимонной кислоты, в зависимости от применяемой технологии, должно использоваться соответствующее сырье и материалы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.2.1. При ферментации свекловичной мелассы требуется:

меласса свекловичная;

вода питьевая по ГОСТ 2874\*;

кислота серная техническая контактная улучшенная или контактная техническая первого сорта по ГОСТ 2184;

сода кальцинированная техническая марки Б по ГОСТ 5100;

калий железистосинеродистый технический по ГОСТ 6816;

аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712 или кислота щавелевая техническая;

калий фосфорнокислый однозамещенный, ч., по ГОСТ 4198 или аммоний фосфорнокислый двузамещенный, ч., по ГОСТ 3772, или аммофос марки А по ГОСТ 18918;

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

## С. 2 ГОСТ 908—79

цинк серноокислый 7-водный, ч., по ГОСТ 4174;  
аммоний хлористый, ч., по ГОСТ 3773;  
магний серноокислый 7-водный, ч., по ГОСТ 4523;  
аммоний азотноокислый, ч., по ГОСТ 22867;

соль динатриевая этилентетрауксусной кислоты (Трилон Б) по ГОСТ 10652;  
известь или мел химически осажденный по ГОСТ 8253;

кальций хлористый технический марки кальцинированный или гидратированный по ГОСТ 450;

уголь активный осветляющий древесный порошкообразный марки ОУ-А или ОУ-В по ГОСТ 4453\*;

катионит марки КУ-2—8чС по ГОСТ 20298;  
кислота олеиновая техническая (олеин) по ГОСТ 7580;  
кислота соляная синтетическая техническая по ГОСТ 857;  
натр едкий технический по ГОСТ 2263;  
известь хлорная по ГОСТ 1692.

1.2.2. При ферментации сахара-песка требуется:

сахар-песок по ГОСТ 21;

вода питьевая по ГОСТ 2874\*\*;

меласса свекловичная;

калий фосфорнокислый однозамещенный, ч., по ГОСТ 4198;

аммоний азотноокислый, ч., по ГОСТ 22867;

магний серноокислый 7-водный, ч., по ГОСТ 4523;

соль динатриевая этилентетрауксусной кислоты (Трилон Б) по ГОСТ 10652;

кислота ортофосфорная, ч., по ГОСТ 6552;

калий хлористый, ч., по ГОСТ 4234;

кислота олеиновая техническая (олеин) по ГОСТ 7580;

известь или мел химически осажденный по ГОСТ 8253;

кальций хлористый технический марки кальцинированный или гидратированный по ГОСТ 450;

уголь активный древесный осветляющий порошкообразный марки ОУ-А или ОУ-В по ГОСТ 4453\*;

калий железистосинеродистый технический по ГОСТ 6816;

кислота нитрилтриметилфосфеновая (НТФ);

кислота соляная синтетическая техническая по ГОСТ 857;

натр едкий технический по ГОСТ 2263;

катионит марки КУ-2—8чС по ГОСТ 20298;

известь хлорная по ГОСТ 1692;

кислота серная техническая контактная улучшенная или контактная техническая первого сорта по ГОСТ 2184.

1.2.1, 1.2.2. (Введены дополнительно, Изм. № 3).

1.3. Лимонную кислоту выпускают следующих сортов: экстра, высший и первый.

1.4. По органолептическим показателям лимонная кислота должна соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика
1. Внешний вид и цвет	Бесцветные кристаллы или белый порошок без комков; для кислоты первого сорта допускается желтоватый оттенок
2. Вкус	Кислый, без постороннего привкуса
3. Запах	Раствор кислоты концентрации 20 г/дм <sup>3</sup> в дистиллированной воде не должен иметь запаха
4. Структура	Сыпучая и сухая, на ощупь не липкая

\* Допускается при изготовлении лимонной кислоты первого сорта использовать уголь КАД молотый марки А.

\*\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

1.5. Раствор лимонной кислоты концентрации 20 г/дм<sup>3</sup> в дистиллированной воде должен быть прозрачным и не содержать механических примесей.

1.4, 1.5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.6. По химическим показателям лимонная кислота должна соответствовать нормам, указанным в табл. 2.

Таблица 2

Наименование показателя	Нормы для сортов			Метод анализа
	экстра	высший	первый	
1. Массовая доля лимонной кислоты в пересчете на моногидрат, %:				
не менее	99,5	99,5	99,5	По п. 3.2
не более	101,0	Не нормируется		
2. Цвет, единицы показателя цветности раствора йодной шкалы, не более	4	6	10	По п. 3.3
3. Массовая доля золы, %, не более	0,07	0,10	0,35	По п. 3.4
4. Массовая доля свободной серной кислоты, %, не более	0,01	0,01	0,03	По п. 3.5
5, 6. <b>(Исключены, Изм. № 3).</b>				
7. Проба на оксалаты с уксуснокислым кальцием		То же		По п. 3.8
8. Проба на барий с серной кислотой		Выдерживает анализ		По п. 3.9
9. Проба на ферроцианиды с хлорным железом		То же		По п. 3.10
10. Проба на сульфаты с хлористым барием	Выдерживает анализ	Не нормируется		По п. 3.11
11. Массовая доля сульфатной золы, %, не более	0,1	То же		По п. 3.12
12. Проба на легкообугливаемые вещества с серной кислотой	Выдерживает анализ	»		По п. 3.13
13. Проба на железо с 1,10-фенантролином	То же	»		По п. 3.14

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

1.7. **(Исключен, Изм. № 1).**

### 1а. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

1а.1. Лимонная кислота не горюча, не взрывоопасна, не токсична. Содержание токсичных элементов в пищевой лимонной кислоте для всех сортов не должно превышать допустимые уровни, указанные в табл.2а.

Таблица 2а

Наименование токсичного элемента	Допустимый уровень, мг/кг, не более	Метод испытания
Свинец	1,0	По ГОСТ 26932
Кадмий	0,5	По ГОСТ 26933
Мышьяк	0,7	По ГОСТ 26930
Ртуть	0,5	По ГОСТ 26927

1а.2. При работе с лимонной кислотой следует соблюдать правила личной гигиены и применять индивидуальные средства защиты (респираторы типа «Лепесток» или УК-8, защитные очки, халат, косынку или колпак, резиновые перчатки).

Разд. 1а. **(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

## 2. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

2.1. Пищевую лимонную кислоту принимают партиями. За партию принимают любое количество лимонной кислоты одного сорта, изготовленное за одни сутки и оформленное одним документом о качестве.

2.2. Каждая партия лимонной 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.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Каждый пакет, пачку, мешок, ящик подвергают проверке соответствия тары, упаковки и маркировки требованиям настоящего стандарта.

2.4. Для контроля качества лимонной кислоты проводят выборку по ГОСТ 18321. Количество упаковочных единиц в выборке должно соответствовать указанному в табл. 3а.

Т а б л и ц а 3 а

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Количество упаковочных единиц в выборке, шт.
1—5	Все
6—49	5
50—199	От 5 до 19
200 и более	20

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

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. Контроль за содержанием токсичных элементов в лимонной кислоте осуществляют в соответствии с порядком, установленным производителем продукции по согласованию с органами Госсанэпиднадзора.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 3. МЕТОДЫ АНАЛИЗА

### 3.1. Отбор проб

3.1.1. От каждой единицы продукции, попавшей в выборку, отбирают точечные пробы кислоты из разных мест каждой упаковочной единицы щупом, погружая его не менее чем на  $\frac{3}{4}$  глубины. Масса точечной пробы должна быть не менее 100 г.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.1.2. Точечные пробы фасованной кислоты отбирают после вскрытия ящиков, отобранных по п. 2.4. От каждого ящика отбирают не более 2 пачек или пакетов с лимонной кислотой.

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

- наименования предприятия-изготовителя;
- наименования продукции и ее сорта;
- масса партии;
- даты выработки;
- номера партии;
- даты и места отбора пробы;
- обозначения настоящего стандарта.

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

3.1.5. 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. 3.1.3.

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

Пробу печатывают или пломбируют и хранят в течение шести месяцев на случай возникновения разногласий в оценке качества между потребителем и изготовителем.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.2. Определение массовой доли лимонной кислоты

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

#### 3.2.1. Аппаратура, реактивы

Бюретка 1 или 2 или 3—1—50—0,1 по нормативной документации.

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

Воронки по ГОСТ 25336.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Промывалка с резиновой грушей.

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

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., раствор концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.).

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, спиртовой раствор концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300, высшего сорта.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 3.2.2. Проведение анализа

Из средней пробы лимонной кислоты берут в сухой стаканчик около 2 г и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Навеску из стаканчика количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, растворяя в 50 см<sup>3</sup> воды, и титруют раствором гидроокиси натрия в присутствии раствора фенолфталеина до слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

#### 3.2.3. Обработка результатов

Массовую долю лимонной кислоты ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{0,07 \cdot V \cdot 100}{m},$$

где 0,07 — количество лимонной кислоты (моногидрата), соответствующее 1 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.);

$V$  — объем 1 н. раствора гидроокиси натрия, концентрации  $c(\text{NaOH}) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> (1 н.) израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$m$  — навеска лимонной кислоты, г.

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

Абсолютная погрешность, характеризующая воспроизводимость метода при использовании стандартной бюретки с вероятностью 0,95, не превышает 0,5 %. Абсолютная погрешность метода при использовании индивидуально калиброванной бюретки не превышает 0,2 %.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.3. Определение цвета

Цвет кристаллической лимонной кислоты определяют методом цветовой шкалы или фотометрическим методом.

#### 3.3.1. Метод цветовой шкалы

Метод основан на визуальном сравнении окраски раствора лимонной кислоты концентрацией 600 г/дм<sup>3</sup> с окраской йодной шкалы (растворов сравнения). Цвет кислоты выражают в целых единицах показателя цветности раствора йодной шкалы.

3.3.1.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, класс точности 2, наибольший предел взвешивания 200 г и класс точности 3, наибольший предел взвешивания 1 кг.

Воронки по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147, с наружным диаметром 65 мм.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Пробирки по ГОСТ 25336.

Пипетки и бюретки по нормативной документации.

Стакан по ГОСТ 25336, вместимостью 150 см<sup>3</sup>.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Основной раствор йодной шкалы: 0,4 г йодистого калия взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, растворяют в небольшом количестве воды, приливают 0,79 см<sup>3</sup> раствора йода концентрацией  $c(I_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.), объем раствора доводят водой до 100 см<sup>3</sup>. 1 см<sup>3</sup> приготовленного раствора содержит 0,1 мг йода (I<sub>2</sub>). Раствор йода годен к применению в течение двух месяцев при хранении его в темном месте в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой.

Йод фиксаж, раствор концентрации  $c(I_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.3.1.2. *Подготовка к анализу*3.3.1.2.1. *Приготовление йодной шкалы (растворов сравнения).*

Йодную шкалу (растворы сравнения) готовят из основного раствора, смешивая их с водой, при этом основной раствор отбирают градуированной пипеткой или бюреткой с погрешностью не более 0,02 см<sup>3</sup>. Растворы сравнения должны быть свежеприготовленными.

Йодную шкалу готовят по табл. 3.

Таблица 3

Показатель цветности	Йодная шкала		Показатель цветности	Йодная шкала	
	основной раствор, см <sup>3</sup>	дистиллированная вода, см <sup>3</sup>		основной раствор, см <sup>3</sup>	дистиллированная вода, см <sup>3</sup>
1	1	99	7	7	93
2	2	98	8	8	92
3	3	97	9	9	91
4	4	96	10	10	90
5	5	95	11	11	89
6	6	94	12	12	88

3.3.1.3 *Проведение анализа*

60 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в горячей дистиллированной воде в стакане при нагревании на водяной бане и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор охлаждают до комнатной температуры и объем его доводят водой до метки.

Содержимое колбы тщательно перемешивают и фильтруют под вакуумом через два слоя фильтра. Первые порции фильтрованного раствора отбрасывают. Из последующих порций на анализ берут 20 см<sup>3</sup>. Показатель цветности фильтрованного раствора определяют визуальным сравнением его окраски с окраской 20 см<sup>3</sup> раствора сравнения, помещенных в одинаковые пробирки из бесцветного стекла диаметром 20—30 мм в проходящем свете на фоне молочного стекла или при помощи компаратора.

За показатель цветности раствора лимонной кислоты принимают показатель цветности раствора сравнения, имеющего такую же окраску. Если показатель цветности раствора лимонной кислоты является промежуточным между двумя соседними растворами сравнения, выраженными в целых единицах, то его принимают равным раствору сравнения с большим показателем цветности.

Суммарная погрешность метода не превышает 1 единицы йодной шкалы.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.3.2. Фотометрический метод

Метод основан на измерении оптической плотности раствора лимонной кислоты концентрацией 600 г/дм<sup>3</sup> и сравнении ее с оптической плотностью раствора йодной шкалы. Цвет кислоты выражают в целых единицах показателя цветности раствора йодной шкалы.

#### 3.3.2.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или другой аналогичный прибор.

Прочие аппаратура, материалы — по п. 3.3.1.1.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 3.3.2.2. Проведение анализа

Подготовку кислоты к испытанию проводят так же, как при методе цветовой шкалы. Показатель цветности фильтрованного раствора лимонной кислоты определяют с помощью фотоэлектроколориметра. Для этого фильтрованный раствор помещают в кювету с рабочей длиной 50 мм, в кювету сравнения — дистиллированную воду и измеряют оптическое плотность при длине волны 400 нм (светофильтр № 3). По оптической плотности фильтрованного раствора лимонной кислоты, соответствующей оптической плотности раствора сравнения йодной шкалы, и градуировочной кривой определяют показатель цветности фильтрованного раствора.

Градуировочную кривую строят, откладывая по оси абсцисс показатель цветности растворов сравнения (табл. 3), а по оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности. Вместо градуировочной кривой можно использовать таблицу зависимости оптической плотности растворов сравнения от их показателя цветности.

Допускаемое расхождение между параллельными измерениями оптической плотности растворов не должно превышать 0,01 ед.

### 3.4. Определение массовой доли золы

Метод основан на определении несгораемого остатка лимонной кислоты при сжигании ее в муфельной печи при 600—800 °С.

#### 3.4.1. Аппаратура, реактивы

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

Печь муфельная.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Термопреобразователь (термометр термоэлектрический) по нормативной документации.

Тигель низкий № 5 по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867, х.ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый плавленый, предварительно прокаленный.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 3.4.2. Проведение анализа

2—3 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровом тигле, осторожно озоляют и прокаливают при 600—800 °С в муфельной печи.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 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 лимонной кислоты, г;

$m_1$  — масса пустого тигля, г;

$m_2$  — масса тигля с золой, г.

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

Абсолютная погрешность, характеризующая воспроизводимость метода с вероятностью 0,95, не превышает 0,01 %.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**



### 3.5. Определение массовой доли свободной серной кислоты

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

#### 3.5.1. Качественный метод

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

##### 3.5.1.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Баня водяная.

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

Воронки по ГОСТ 25336.

Пробирки по ГОСТ 25336.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 2 и 10 см<sup>3</sup>.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Стакан по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента».

Ацетон по ГОСТ 2603.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х.ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый абсолютный.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

##### 3.5.1.2. Проведение анализа

Около 1 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г в химическом стакане вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в 10 см<sup>3</sup> абсолютированного этилового спирта или ацетона, нагревают на водяной бане до кипения и фильтруют в пробирку.

К фильтрату прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты и 2 см<sup>3</sup> 10 %-ного раствора хлористого бария, предварительно нагретого до 70—80 °С. В случае образования мути проводят количественное определение свободной серной кислоты.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 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 раствором хлористого бария в присутствии нитхромазо.

##### 3.5.2.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Баня водяная.

Бюретка 1 или 2 или 3—1—50—0,1 по нормативной документации.

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

Воронка по ГОСТ 25336.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Капельница по ГОСТ 25336.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 20 и 50 см<sup>3</sup>.

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

Трубка хлоркальциевая по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента».

Ацетон по ГОСТ 2603.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор концентрации  $c(1/2 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная фиксанал, раствор концентрации  $c(1/2 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н.).

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.

Нитхромазо, ч.д.а., водный раствор концентрации 2 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый абсолютный.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.2.2. *Проведение анализа*

5 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 50 см<sup>3</sup> абсолютированного этилового спирта или ацетона в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют, добавляют к нему 20 см<sup>3</sup> 0,02 н., раствора серной кислоты, 2 капли раствора нитрохромазо и титруют раствором хлористого бария до перехода фиолетовой окраски в голубую, не исчезающую в течение 1—2 мин.

Титрование проводят медленно, приливая раствор соли бария по каплям через 30—40 с после тщательного перемешивания. Появившаяся от первых капель прибавленного раствора голубая окраска переходит в сине-фиолетовую или фиолетовую. Далее изменение окраски происходит быстро.

3.5.2.3. *Обработка результатов*

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

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

где 0,00098 — количество серной кислоты, соответствующее 1 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария концентрации  $c (1/2 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н.), г;

$V$  — объем раствора хлористого бария концентрации  $c (1/2 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н.), израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

$V_0$  — объем раствора хлористого бария концентрации  $c (1/2 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,02$  моль/дм<sup>3</sup> (0,02 н.), израсходованный на титрование 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора серной кислоты в присутствии 5 г х. ч. лимонной кислоты, см<sup>3</sup>;

$m$  — навеска лимонной кислоты, г.

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

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.5.3. *Спиртовой метод*

Метод основан на различной растворимости серной кислоты и ее солей в абсолютированном этиловом спирте, осаждении серной кислоты раствором хлористого бария в определении трудно-растворимого сульфата бария прокаливанием его в муфельной печи при 600—800 °С.

3.5.3.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

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

Воронки по ГОСТ 25336.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Печь муфельная.

Палочка стеклянная с оплавленным концом, с резиновым наконечником.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 5, 10 и 50 см<sup>3</sup>.

Промывалка с резиновой грушей.

Стекло часовое.

Стакан по ГОСТ 25336, вместимостью 300 см<sup>3</sup>.

Термопреобразователь (термометр термоэлектрический) по нормативной документации.

Тигель низкий № 5 по ГОСТ 9147.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента».

Шкаф сушильный с терморегулятором.

Щипцы тигельные.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор концентрации 20 г/дм<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый плавленный, предварительно прокаленный.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч., раствор концентрации  $c (\text{AgNO}_3) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.).

Спирт этиловый абсолютированный.

3.5.3.2. *Проведение анализа*

5 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в абсолю-

тированном этиловом спирте из расчета 10 см<sup>3</sup> спирта на 1 г лимонной кислоты в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 300 см<sup>3</sup>, фильтр промывают 5 см<sup>3</sup> спирта и к фильтрату прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты. Жидкость нагревают на водяной бане до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, по каплям прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария, предварительно нагретого до 70—80 °С. Стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 1 ч в теплом месте. По истечении указанного времени раствор фильтруют. Осадок в стакане дважды промывают горячей дистиллированной водой (метод декантирования), приливая ее каждый раз по 10 см<sup>3</sup>. Осадок переносят на фильтр стеклянной палочкой с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (пробы 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 муфельной печи.

После охлаждения в эксикаторе тигель с осадком взвешивают на аналитических весах.

3.5.3.1, 3.5.3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

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 лимонной кислоты, г;

$m_1$  — масса пустого тигля, г;

$m_2$  — масса тигля с осадком, г.

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

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 определении труднорастворимого сульфата бария прокаливанием его в муфельной печи при 600—800 °С.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

3.5.4.1. *Аппаратура, реактивы*

Стакан по ГОСТ 25336, вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Цилиндр по ГОСТ 1770, вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Прочие аппаратура, материалы, реактивы — по п. 3.5.3.1.

3.5.4.2. *Проведение анализа*

15 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 50 см<sup>3</sup> ацетона в конической колбе при нагревании на водяной бане. Раствор фильтруют в стакан вместимостью 500 см<sup>3</sup> и осадок на фильтре промывают два-три раза ацетоном порциями по 10 см<sup>3</sup>.

К полученному фильтрату приливают 200 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, жидкость нагревают на водяной бане до кипения и, помешивая стеклянной палочкой, прибавляют 5—8 см<sup>3</sup> нагретого до 70—80 °С раствора хлористого бария. Раствор кипятят на водяной бане в течение 5 мин. Дальнейшее определение проводят согласно п. 3.5.3.1.

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

Абсолютная погрешность, характеризующая воспроизводимость метода с вероятностью 0,95, не превышает 0,0025 %.

3.6. Определение мышьяка — по ГОСТ 26930 со следующим уточнением. Для фиксации мышьяка на верхний конец трубки В помещают полоску бромнортутной бумаги, затем полоску фильтровальной бумаги и плотно прижимают их резиновым кольцом.

3.5.4.1—3.5.4.3, 3.6. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.7. Определение токсичных элементов ртути по ГОСТ 26927, свинца по ГОСТ 26932, кадмия по ГОСТ 26933.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 3.8. Проба на оксалаты с уксуснокислым кальцием

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

3.8.1. *Аппаратура, реактивы*

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

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 2 и 25 см<sup>3</sup>.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций уксуснокислый по ГОСТ 3159, ч.д.а., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.8.2. *Проведение анализа*

5 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, при необходимости фильтруют и прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого кальция. По истечении 1 ч не должно наблюдаться помутнения раствора и образования осадка.

## 3.9. Проба на барий с серной кислотой

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

3.9.1. *Аппаратура, реактивы*

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

Воронки по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 50 или 100 см<sup>3</sup>.

Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 2, 5 и 10 см<sup>3</sup>.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные марки «синяя лента».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

3.9.2. *Проведение анализа*

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

Обнаруживаемый минимум 10 мкг бария; предельное разбавление 1:5·10<sup>3</sup>.

3.9.1, 3.9.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 3.10. Проба на ферроцианиды с хлорным железом

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

3.10.1. *Аппаратура, реактивы*

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

Капельницы по ГОСТ 25336.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Пробирки по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, х. ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.

3.10.2. *Проведение анализа*

Около 2 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды в пробирке. К полученному раствору прибавляют три капли раствора хлорного железа и две капли соляной кислоты. Параллельно готовят раствор сравнения, содержащий х. ч. лимонную кислоту и все реактивы в количестве, используемом при основном определении.

Окраска испытуемой пробы должна быть одинаковой с окраской раствора сравнения.

Обнаруживаемый минимум 1,5 мкг соли железа; предельное разбавление 1:4·10<sup>5</sup>.

3.10.1, 3.10.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

### 3.11. Проба на сульфаты с хлористым барием

Метод основан на осаждении сульфатных ионов раствором хлористого бария и в визуальном определении труднорастворимого сульфата бария.

#### 3.11.1. Аппаратура, реактивы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104, класс точности 2, наибольший предел взвешивания 200 г и класс точности 3, наибольший предел взвешивания 1 кг.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, вместимостью 100 и 1000 см<sup>3</sup>.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 2, 5 и 25 см<sup>3</sup>.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336.

Цилиндры Несслера вместимостью 50 см<sup>3</sup>: высота 150 мм, отметка объема жидкости на высоте 110—124 мм; толщина стенок — от 1,0 до 1,5 мм; толщина основания — от 1,0 до 30,0 мм; высота отметки на цилиндрах 50 см<sup>3</sup> не должна отличаться друг от друга более чем на 1 мм.

Цилиндр по ГОСТ 1770, вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Барий сернокислый, раствор; готовят следующим образом: к 15 см<sup>3</sup> раствора хлористого бария прибавляют 55 см<sup>3</sup> воды, 20 см<sup>3</sup> спирта, 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого калия, доводят объем раствора водой до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают; используют свежеприготовленный раствор сернокислого бария.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, х. ч., раствор концентрации  $c(1/2 \text{ BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup> (0,5 М) 122,1 г BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O растворяют в воде и доводят объем раствора водой до 1000 см<sup>3</sup>.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч., раствор концентрации 0,181 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота серная фиксанал, раствор концентрации  $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01$  моль/дм<sup>3</sup> (0,01 н.).

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Раствор сравнения: к 1,25 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты, помещенного в цилиндр Несслера, приливают 2 см<sup>3</sup> соляной кислоты, объем раствора доводят водой до 45 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого бария, сразу же размешивают стеклянной палочкой и оставляют в покое на 5 мин.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 3.11.2. Проведение анализа

2 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, количественно переносят водой в цилиндр Несслера, приливают 2 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, доводят объем раствора водой до 45 см<sup>3</sup>, добавляют 5 см<sup>3</sup> раствора сернокислого бария, сразу же размешивают стеклянной палочкой и оставляют в покое на 5 мин.

Помутнение испытуемого раствора должно быть не интенсивнее помутнения раствора сравнения.

### 3.12. Определение массовой доли сульфатной золы

Метод основан на определении несгораемого остатка лимонной кислоты, предварительно обработанной серной кислотой, при сжигании ее в муфельной печи при 600—800 °С.

#### 3.12.1. Аппаратура, реактивы

Пипетка по нормативной документации вместимостью 1 см<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Прочие аппаратура, реактивы — согласно п. 3.4.1.

#### 3.12.2. Проведение анализа

2—3 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровом тигле, смачивают 0,5—1 см<sup>3</sup> серной кислоты и осторожно нагревают до удаления паров серной кислоты. Пробу прокалывают при 600—800 °С в муфельной печи до постоянной массы, избегая сплавления золы и спекания ее со стенками тигля. По окончании прокалывания тигель охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Абсолютная погрешность метода с вероятностью 0,95 не превышает 0,01 %.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.12.3. Количество сульфатной золы вычисляют по формуле, приведенной в п. 3.4.3.

### 3.13. Проба на легкообугливаемые вещества с серной кислотой

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

3.13.1. *Аппаратура, реактивы*

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Пипетка по нормативной документации вместимостью 5 см<sup>3</sup>.

Пробирки по ГОСТ 25336.

Ступка и пестик по ГОСТ 9147.

Ультратермостат марки УТ-15 или других аналогичных марок или баня водяная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железо хлорное по ГОСТ 4147, х. ч., раствор: 4,5 г FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в растворе соляной кислоты, доводят объем раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Содержание основного вещества в хлорном железе определяют непосредственно перед приготовлением раствора и при необходимости в величину навески вводят соответствующую поправку.

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.: 5,95 г CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в растворе соляной кислоты, доводят объем раствором соляной кислоты до метки и перемешивают. Содержание основного вещества в хлористом кобальте определяют непосредственно перед приготовлением раствора и при необходимости в величину навески вводят соответствующую поправку.

Раствор сравнения: к 0,6 см<sup>3</sup> раствора хлористого кобальта добавляют 5,4 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа. Раствор сравнения должен быть свежеприготовленным.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.13.2. *Проведение анализа*

0,5 г тщательно растертой лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в пробирку диаметром 16 мм, высотой 150 мм и осторожно прибавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты. Пробирку осторожно помещают в термостат или водяную баню с 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.

Полученная окраска испытуемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения.

3.14. *Проба на железо с 1,10-фенантролином*

Метод основан на образовании (при pH 2,5—8) комплексного соединения Fe (II) с 1,10-фенантролином, окрашенного в оранжево-красный цвет. Предварительное восстановление железа проводят солянокислым гидроксиламином.

Окраска 1,10-фенантролинового комплекса устойчива длительное время.

3.14.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

Баня водяная.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25 и 1000 см<sup>3</sup>.

Палочка стеклянная с оплавленным концом.

Пипетки по нормативной документации вместимостью 2, 5 и 25 см<sup>3</sup>.

Стаканы по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 500 см<sup>3</sup>.

Бумага индикаторная универсальная.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор концентрации 50 г/дм<sup>3</sup> или 250 г/дм<sup>3</sup>.

Буферный раствор pH 5; готовят следующим образом: 38 г уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, растворяют в 300—500 см<sup>3</sup> воды, прибавляют 58 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Гидрохлорид гидроксиламина по ГОСТ 5456, ч.д.а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч., раствор концентрации 120 г/дм<sup>3</sup>

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х. ч.

1,10-фенантролин.

Реактив на железо; готовят следующим образом: к 200 см<sup>3</sup> воды прибавляют 100 см<sup>3</sup> буферного раствора, 10 г солянокислого гидроксилamina, 0,1 г 1,10-фенантролина и перемешивают. Раствор хранят в склянке оранжевого стекла с притертой пробкой.

Раствор, содержащий железо Fe (III), готовят по ГОСТ 4212. Соответствующим разбавлением раствором серной кислоты концентрации  $c (1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,01 \text{ моль/дм}^3$  (0,01 н.) готовят раствор, содержащий 0,001 мг железа в 1 см<sup>3</sup>. Разбавленный раствор должен быть свежеприготовленным.

Раствор сравнения: 2 см<sup>3</sup> разбавленного раствора железа помещают в стакан, прибавляют 15 см<sup>3</sup> воды, раствор аммиака концентрации 250 г/дм<sup>3</sup> до pH~5 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос) и перемешивают. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> реактива на железо, погружают на 10 мин в кипящую водяную баню, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

#### 3.14.2. Проведение анализа

2 г лимонной кислоты взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 15 см<sup>3</sup> воды в стакане, прибавляют раствор аммиака до pH~5 по универсальной индикаторной бумаге (проба на вынос) и перемешивают. Прибавляют 5 см<sup>3</sup> реактива на железо, погружают на 10 мин в кипящую водяную баню, охлаждают, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора водой до метки и перемешивают.

Окраска испытуемого раствора должна быть не интенсивнее окраски раствора сравнения.

## 4. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

4.1. Лимонная кислота должна выпускаться только в упакованном виде:

реализуемая через розничную торговую сеть — в мелкой фасовке массой нетто 5—100 г;

предназначенная для предприятий пищевой и других отраслей промышленности — в крупной фасовке массой нетто 10—40 кг.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.2. При расфасовке допускаются отклонения по массе нетто для каждой единицы упаковки, не превышающие следующих значений:

Масса нетто единицы упаковки	Предельные отклонения
до 50 г включительно	±4 %
св. 50 до 110 г включительно	±3 %

При упаковке кислоты в ящики и мешки допускаются отклонения, не превышающие ±0,5 %.

4.3. Мелкая фасовка лимонной кислоты должна производиться в:

пакеты типа I по ГОСТ 12302 из «пищевой» полиэтиленовой пленки нестабилизированной, марки Н, толщиной до 0,08 мм по ГОСТ 10354, из этикеточной бумаги односторонней гладкости по ГОСТ 7625, ламинированной с внутренней стороны полиэтиленом высокого давления, марок, разрешенных для контакта с пищевыми продуктами, по ГОСТ 16337;

пачки типов I и II по ГОСТ 12303 из бумаги марки Е по ГОСТ 7247 с внутренним вкладышем из подпергамента марки П-3 по ГОСТ 1760.

Клей, применяемый для склеивания потребительской тары, должен быть нейтральным по отношению к пищевым продуктам.

4.4. Пакеты и пачки должны быть оформлены красочными рисунками и надписями, нанесенными непосредственно на упаковочные материалы или этикетки. Надписи должны содержать следующие данные:

товарный знак или наименование предприятия-изготовителя и его подчиненность;

наименование продукции и ее сорта;

дату выработки;

массу нетто;

обозначение настоящего стандарта.

Применять в соответствии с кулинарными рецептами.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.5. Пакеты и пачки с кислотой должны упаковываться в ящики из гофрированного картона № 3 по ГОСТ 13512 массой нетто не более 10 кг.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.6. Крупная фасовка лимонной кислоты должна производиться в: мешки из льно-джуто-кенафных тканей с вискозными нитями по ГОСТ 30090 не ниже II категории или полульняные продуктовые по ГОСТ 30090 массой нетто не более 40 кг; ящики из гофрированного картона согласно п. 4.5 настоящего стандарта.

Внутри мешков или ящиков должны вставляться мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой пленки не менее 0,08 мм согласно п. 4.3 настоящего стандарта.

Полиэтиленовые мешки-вкладыши после заполнения их кислотой должны быть герметически закрыты путем сварки. Допускается завязывать мешки-вкладыши увязочным шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 двухниточным полированным линейной плотностью 1,67 ктекс или 2,50 ктекс повышенной группы или другим шпагатом, не ухудшающим качество упаковки.

Верхние швы тканевых наружных мешков должны быть зашиты машинным способом льняными нитками по ГОСТ 14961 или другими нитками, не ухудшающими качество упаковки.

Допускается зашивать швы вручную увязочным шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или другим шпагатом, не ухудшающим качество упаковки.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.7. При внутригородских перевозках допускается упаковка кислоты:

в бумажные непропитанные открытые трехслойные мешки по ГОСТ 2226, массой нетто не более 25 кг с внутренним мешком-вкладышем из полиэтиленовой пленки согласно п. 4.3 настоящего стандарта;

в ящики из гофрированного картона согласно п. 4.5 настоящего стандарта с застилкой подпергаментом марки П-3 по ГОСТ 1760, полностью покрывающим всю внутреннюю поверхность тары (включая и верх) без каких-либо зазоров или промежутков.

Верхние швы бумажных наружных мешков должны быть зашиты как тканевые, согласно п. 4.6.

4.8. Упаковка кислоты, отгружаемой в районы Крайнего Севера и отдаленные районы, должна производиться в соответствии с ГОСТ 15846.

4.9. Транспортную тару маркируют по ГОСТ 14192 с нанесением манипуляционного знака «Бойся сырости» и следующих дополнительных обозначений:

наименования предприятия-изготовителя и товарного знака;

наименования продукции и ее сорта;

номера партии;

даты выработки;

обозначения настоящего стандарта.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.10. Маркировка тары при поставке продукции на экспорт должна соответствовать требованиям заказа-наряда внешнеторгового объединения.

4.11. Лимонная кислота должна транспортироваться всеми видами транспорта с соблюдением правил, действующих на каждом виде транспорта.

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

4.12. Пищевая лимонная кислота должна храниться в закрытом помещении на деревянных стеллажах или поддонах при относительной влажности воздуха не более 70 %.

4.13. Срок хранения лимонной кислоты со дня изготовления — 1 год, при упаковке лимонной кислоты в ящики из гофрированного картона с внутренним вкладышем из подпергамента — не более 6 мес.

**(Введен дополнительно, Изм. № 3).**

Разд. 5 **(Исключен, Изм. № 3).**



## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1 РАЗРАБОТАН Министерством пищевой промышленности СССР

## 2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.04.79 № 1263

Изменение № 3 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 14 от 12.11.98)

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

## 3 ВЗАМЕН ГОСТ 908—70

## 4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 21—94	1.2.2
ГОСТ 450—77	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 857—95	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 1277—75	3.5.3.1
ГОСТ 1692—85	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 1760—86	4.3, 4.7
ГОСТ 1770—74	3.3.1.1, 3.5.4.1, 3.9.1, 3.11.1, 3.13.1
ГОСТ 2184—77	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 2226—88	4.7
ГОСТ 2263—79	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 2603—79	3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.4.1
ГОСТ 2874—82	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 3118—77	3.5.1.1, 3.5.3.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.13.1
ГОСТ 3159—76	3.8.1
ГОСТ 3652—69	3.5.2.1, 3.10.1
ГОСТ 3772—74	1.2.1
ГОСТ 3773—72	1.2.1
ГОСТ 4108—72	3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.5.4.1, 3.11.1
ГОСТ 4145—74	3.11.1
ГОСТ 4147—74	3.10.1, 3.13.1
ГОСТ 4174—77	1.2.1
ГОСТ 4198—75	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 4204—77	3.9.1, 3.12.1, 3.13.1
ГОСТ 4232—74	3.3.1.1
ГОСТ 4234—77	1.2.2
ГОСТ 4328—77	3.2.1
ГОСТ 4453—74	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 4523—77	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 4525—77	3.13.1
ГОСТ 5100—85	1.2.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 5712—78	1.2.1
ГОСТ 6552—80	1.2.2
ГОСТ 6709—72	3.2, 3.3.1.1, 3.4.1, 3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.13.1
ГОСТ 6816—79	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 7247—90	4.3
ГОСТ 7580—91	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 7625—86	4.3
ГОСТ 8253—79	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 9147—80	3.3.1.1, 3.4.1, 3.5.3.1, 3.13.1
ГОСТ 10354—82	4.3
ГОСТ 10652—73	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 12302—83	4.3
ГОСТ 12303—80	4.3
ГОСТ 13512—91	4.5
ГОСТ 14192—96	4.9
ГОСТ 14919—83	3.4.1
ГОСТ 14961—91	4.6
ГОСТ 15846—79	4.8
ГОСТ 16337—77	4.3
ГОСТ 17308—88	4.6
ГОСТ 18300—87	3.2.1, 3.11.1
ГОСТ 18321—73	2.4
ГОСТ 18918—85	1.2.1
ГОСТ 19360—74	4.6
ГОСТ 20298—74	1.2.1, 1.2.2
ГОСТ 22867—77	1.2.1, 1.2.2, 3.4.1
ГОСТ 24104—88	3.2.1, 3.3.1.1, 3.4.1, 3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.13.1, 3.14.1
ГОСТ 25336—82	3.2.1, 3.3.1.1, 3.4, 3.5.1.1, 3.5.2.1, 3.5.3.1, 3.5.4.1, 3.8.1, 3.9.1, 3.10.1, 3.11.1, 3.13.1, 3.14.1
ГОСТ 26927—86	1а.1, 3.7
ГОСТ 26930—86	1а.1, 3.6
ГОСТ 26932—86	1а.1, 3.7
ГОСТ 26933—86	1а.1, 3.7
ГОСТ 30090—93	4.6
ТУ 6-09-5360—87	3.2.1

**5. Проверен в 1991 г. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 24.12.91 № 2071**

**6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (январь 2001 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в декабре 1981 г., декабре 1986 г., апреле 1999 г. (ИУС 4—82, 3—87, 6—99)**

Редактор *Р.Г. Говердовская*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *В.С. Черная*  
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 30.01.2001. Подписано в печать 01.03.2001. Усл. печ. л. 2,32.  
Уч.-изд. л. 2,15. Тираж 379 экз. С 409. Зак. 230.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.  
Плр № 080102