ВСЕСОЮЗНЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
ПРИ СОВЕТЕ МИНИСТРОВ СССР

ПИЩЕВЫЕ КИСЛОТЫ, ГОРЧИЧНЫЙ ПОРОШОК, СОЛЬ, ЛАВРОВЫЙ ЛИСТ

СБОРНИК СТАНДАРТОВ

ИЗДАНИЕ ОФИЦИАЛЬНОЕ

СТАНДАРТГИЗ — 1947

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

ОСТ НКЛес 235 Кислота уксусная лесохимическая 3
ОСТ НКПП 424 Кислота виннокаменная пищевая 10
ГОСТ 908—41 Кислота лимонная пищевая 12
ГОСТ 490—41 Кислота молочная пищевая 20
ОСТ НКПП 497 Горчичный порошок 32
ГОСТ 153—41 Соль поваренная пищевая 35
ОСТ НКЗаг 472 Лист лавровый 57

Л128631 Стандартгиз. Подп. к печ. 26/XI 1947 г. 3,75 п. л. Тир. 3000 экз.

Тип. «Московский печатник» Зак. 2311

Издание официальное

СССР Всесоюзный Комитет Стандартов при Совнаркоме СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ОБЩЕСОЮЗНЫЙ СТАНДАРТ КИСЛОТА ЛИМОННАЯ ПИЩЕВАЯ	ГОСТ 908—41 Взамен ОСТ НКПП 423 Пищевая промышленность Н64

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Перепечатка воспрещена

I. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

1. Кислота лимонная ($C_6H_8O_7H_2O$) представляет собой твердое кристаллическое вещество, получаемое сбраживанием сахара грибом Aspergilus niger или путем выделения из растительных продуктов (махорки и плодов растений).

II. КЛАССИФИКАЦИЯ

2. В зависимости от способа кристаллизации кислота лимонная пищевая выпускается:

а) в мелких кристаллах,
б) в крупных кристаллах.

III. ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

3. Кислота лимонная пищевая должна представлять собой бесцветные или со слабожелтоватым оттенком кристаллы; слабые растворы (1—2%-ные)—приятного кислого вкуса.

4. При растворении кислоты в дестиллированной воде должен получаться прозрачный раствор без запаха.

5. Содержание лимонной кислоты должно быть не менее 99% во взятой навеске в пересчете на лимонную кислоту с одной молекулой кристаллизационной воды ($C_6H_8O_7H_2O$).

6. Кислота лимонная должна отвечать следующим требованиям:

а) золы—не более 0,5%,
б) серной кислоты (свободной)—не более 0,05%,
в) мышьяка—не более 0,00014%.

7. Кислота лимонная пищевая не должна содержать алкалоиды и ионы: тяжелых металлов, железистосинеродистоводородной кислоты, бария и щавелевой кислоты.

Примечания:

1. В лимонной кислоте, выпускаемой Никотиновым заводом НКПП РСФСР, до 1 января 1942 г. допускается содержание влаги не более 2%.

2. В кислоте лимонной, получаемой из растительного сырья, допускается наличие примеси яблочной кислоты.

Внесен Народным комиссариатом пищевой промышленности СССР	Утвержден Всесоюзным Комитетом Стандартов 26/VI 1941 г.	Срок введения 1/X 1941 г.

IV. УПАКОВКА И МАРКИРОВКА

8. Кислоту лимонную упаковывают по 25—30 *кг* в чистые и сухие деревянные бочки, ящики или литую бумажную тару. Внутри тару выкладывают пергаментом, подпергаментом или восковой бумагой в два листа. Тара заполняется кислотой полностью.

Тара должна иметь маркировку следующего содержания: наименование наркомата и завода-изготовителя, название продукта, «ГОСТ 908—41», номер партии, дата выпуска продукции, вес брутто и нетто.

Маркировка производится штампом или путем наклейки ярлыка. Применяемая для маркировки краска должна быть быстро высыхающей, немаркой и не должна обладать запахом, воспринимаемым продуктом.

V. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

9. Лимонная кислота должна храниться в сухом и чистом помещении. При транспортировании кислоты должны быть приняты необходимые меры для предохранения ее от загрязнения и увлажнения.

VI. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

10. Качество лимонной кислоты устанавливают на заводе-изготовителе для каждой отдельной партии на основании анализа отобранной от нее средней пробы. При выпуске с завода-изготовителя на каждую отдельную партию кислоты выдают сертификат или удостоверение о качестве, составляемые на основании результатов анализов заводской лаборатории, записанных в пронумерованный, прошнурованный и опечатанный лабораторный журнал, являющийся основным документом, характеризующим качество выпускаемой лимонной кислоты.

11. При наличии фактов, вызывающих у потребителя сомнение в качестве лимонной кислоты, последним в присутствии представителя государственной экспертизы или инспекции по качеству производится отбор средней пробы по установленному настоящим стандартом порядку.

12. Пробу отбирают от 10% единиц упаковки данной партии, но не менее чем от 5 единиц; от партий, состоящих менее чем из 5 единиц упаковки, пробы отбирают от каждой единицы упаковки.

13. Отбор проб производят чистым щупом, достающим до дна бочки или ящика, из трех различных мест каждого ящика

или бочки. Отдельные пробы ссыпают в чистую сухую банку и хорошо перемешивают. Полученную таким образом среднюю пробу в количестве около 300 *г* делят поровну на 3 части и помещают в чистые сухие стеклянные банки с хорошо пригнанными пробками. Пробки для герметичности заливают парафином или менделеевской замазкой. Одну пробу передают на анализ, вторую направляют заводу-изготовителю, а третью опечатывают или пломбируют, снабжают этикеткой с четким обозначением наименования продукта и его сорта, наименования завода, числа мест, даты и места отбора пробы, фамилий лиц, отобравших пробу, и хранят на случай арбитражного анализа.

14. Выбор лаборатории для выполнения арбитражного анализа срок и место хранения арбитражной пробы устанавливают по письменному соглашению сторон. При отсутствии соглашения сторон о месте выполнения анализа арбитражной пробы, анализ последней производится в лаборатории филиала всесоюзного центрального научно-исследовательского института сахарной промышленности в г. Ленинграде.

VII. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

15. Определение содержания лимонной кислоты

Из средней пробы лимонной кислоты, растертой в сухой и чистой фарфоровой ступке, берут навеску около 2 *г* на аналитических весах. Взвешивание производят в небольшом чистом и сухом химическом стаканчике. Взятую навеску количественно переносят в мерную колбу емкостью 100 *мл*, пользуясь при этом промывалкой с дестиллированной водой. После растворения кристаллов объем раствора в колбе доводят водой до метки и тщательно перемешивают. 10 *мл* этого раствора титруют 0,1 н раствором едкой щелочи (NaOH, KOH) в присутствии фенолфталеина (3 капли 1%-ного спиртового раствора) до появления слаборозового окрашивания, не исчезающего в течение одной минуты. Титрование производится не менее двух раз. При этом расхождение между параллельными титрованиями должно быть не более 0,05 *мл*. Содержание лимонной кислоты в процентах (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{n \cdot 0{,}007 \cdot 10 \cdot 100}{c},$$

где:

n — объем раствора щелочи, израсходованного на титрование (в *мл*), в пересчете на точно 0,1 н раствор,

0,007—количество лимонной кислоты в *г*, соответствующее 1 *мл* 0,1 н раствора щелочи,
c — навеска лимонной кислоты в *г*.

16. Определение золы

Навеску 2—3 *г* лимонной кислоты, взятую на аналитических весах, в фарфоровом тигле осторожно озоляют и прокаливают при темнокрасном калении в муфеле или на пламени горелки Бартеля. Тигель (диаметром 30—35 *мм* и высотой 50—55 *мм*) предварительно доводят прокаливанием до постоянного веса. После первого прокаливания и охлаждения содержимое тигля осторожно смачивают тремя каплями 10%-ного раствора химически чистого азотнокислого аммония, подсушивают и прокаливают до постоянного веса. Количество золы в процентах (Y) вычисляют по следующей формуле:

$$Y = \frac{(b - b_1) \cdot 100}{c},$$

где:
b — вес тигля с золой в *г*,
b_1 — вес пустого тигля в *г*,
c — навеска лимонной кислоты в *г*.

17. Проба на тяжелые металлы

В стаканчик (диаметром 5—6 *см*, высотой 9—10 *см*), содержащий 50 *мл* 10%-ного раствора лимонной кислоты, пропускают слабой струей сероводород в течение 20 мин. Затем стаканчик накрывают часовым стеклышком и выдерживают в течение 10 мин. Не должно происходить окрашивания (потемнения) раствора по сравнению с контрольной необработанной сероводородом пробой такого же раствора лимонной кислоты. Наблюдение ведут сверху вниз через всю толщу раствора.

18. Определение мышьяка

а) Качественное испытание по Гутцейту

10 *мл* 25%-ного раствора лимонной кислоты наливают в широкую пробирку, прибавляют 3 *мл* концентрированной химически чистой, не содержащей мышьяка, серной кислоты и после взбалтывания и охлаждения—2,5 *г* свободного от мышьяка цинка в виде гранул.

В пробирку вводят рыхлый ватный тампон, умеренно увлажненный 1%-ным раствором уксуснокислого свинца.

Отверстие пробирки накрывают кружком фильтровальной бумаги, края которой загибают и обжимают по стенкам пробирки. Сверху в центр бумажного кружка наносят маленькую каплю 60%-ного раствора азотнокислого серебра и пробирку помещают в затемненное место.

По истечении 30 мин. бумажный колпачок с пробирки снимают и просматривают внутреннюю его поверхность. При наличии мышьяка участок, смоченный раствором азотнокислого серебра, имеет вид светложелтого кружка, окруженного темной каймой. При отсутствии отчетливой светложелтой окраски реакция считается отрицательной. Реактивы, применяемые для реакции, должны предварительно подвергаться испытанию описанным выше способом, с заменой раствора лимонной кислоты дестиллированной водой.

б) Количественное определение мышьяка по Деккерту

Количественное определение мышьяка производится в тех случаях, когда качественное испытание по Гутцейту дало положительный или сомнительный результат.

Для количественного определения мышьяка пользуются несколькими приборами Деккерта. В колбу одного из приборов помещают 25 *мл* 20%-ного раствора лимонной кислоты, 3 *мл* концентрированной химически чистой серной кислоты и 2 *г* свободного от мышьяка цинка, в остальные (для получения шкалы)—различное количество стандартного раствора мышьяка, цинка и 25%-ного раствора серной кислоты в таком количестве, чтобы общий объем равнялся 28 *мл*.

Колба прибора Деккерта снабжена насадкой, состоящей из двух притертых стеклянных трубок.

В нижнюю трубку насадки между двумя ватными тампонами, пропитанными 1%-ным раствором уксуснокислого свинца, помещают три полоски фильтровальной бумаги, увлажненные 5%-ным раствором уксуснокислого свинца. При этом верхний тампон должен быть влажным, а нижний—высушенным.

В верхнюю трубку насадки вставляют сухую полоску фильтровальной бумаги, предварительно пропитанную 5%-ным спиртовым раствором бромной ртути. На трубочку надевают колпачок из темной бумаги, предохраняющий бромно-ртутную бумагу от действия света. После растворения цинка (1—1,5 часа) пробе дают стоять еще 30 мин., затем интенсивность и величину окрашивания бромно-ртутной бумажки сравнивают со

шкалой окрасок бромно-ртутных бумажек, полученных тем же путем при восстановлении мышьяка в растворах с известным содержанием мышьяка.

Стандартный раствор готовят, растворяя 13,2 *мг* возогнанного мышьяковистого ангидрида в небольшом количестве нормального раствора едкого натра. После растворения добавляют 10 *мл* концентрированной химически чистой серной кислоты и смесь кипятят в течение 10 мин., затем количественно переводят в мерную колбу емкостью 1 *л* и доливают дестиллированной водой до метки. 1 *мл* такого раствора содержит 0,00001 *г* мышьяка.

Количество мышьяка в процентах (X_1) вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{e \cdot 100}{c},$$

где:

e — количество мышьяка в навеске в *г*,

c — навеска испытуемой кислоты в *г*.

При определении мышьяка по Деккерту все применяемые для реакции реактивы должны быть проверены на отсутствие в них мышьяка путем проведения холостого опыта.

19. Определение свободной серной кислоты

Качественная проба

Около 1 *г* лимонной кислоты растворяют в 10 *мл* абсолютного этилового спирта, нагревают на водяной бане до кипения и фильтруют. К фильтрату прибавляют 2 *мл* 10%-ной соляной кислоты и 2 *мл* 10%-ного раствора хлористого бария. В случае образования мути производят количественное определение свободной серной кислоты по одному из нижеописанных методов.

Количественное определение

а) Спиртовый метод. Навеску 5—8 *г* лимонной кислоты растворяют при нагревании на водяной бане в абсолютном этиловом спирте из расчета 10 *мл* спирта на 1 *г* кислоты. Затем раствор фильтруют и к фильтрату прибавляют 10 *мл* 10%-ной соляной кислоты. Жидкость нагревают на водяной бане до кипения и при помешивании стеклянной палочкой по каплям прибавляют 5 *мл* 2%-ного раствора хлористого бария. После этого стакан накрывают чистым стеклом и выдерживают один час в теплом месте. По истечении указанного

времени раствор фильтруют через плотный фильтр (синяя лента). Осадок в стакане дважды промывают декантацией горячей дистиллированной водой, приливая ее каждый раз в количестве 10 *мл*. Осадок переводят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Влажный фильтр с осадком осторожно вынимают из воронки, помещают в предварительно прокаленный до постоянного веса маленький фарфоровый тигель. Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы погрузить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105°С, осторожно озоляют на небольшом пламени горелки или в муфельной печи и прокаливают при темнокрасном калении.

После охлаждения осадок взвешивают на аналитических весах. Количество свободной серной кислоты (*Z*) вычисляют по формуле:

$$Z=\frac{0{,}42\ (r-r_1)\cdot 100}{c},$$

где:

r — вес тигля с осадком в *г*,

r_1 — вес пустого тигля в *г*,

c — навеска лимонной кислоты в *г*.

Получение абсолютного спирта. — Продажный 96%-ный этиловый спирт кипятят в колбе с обратным холодильником в присутствии негашеной извести (на 2 части спирта 1 часть негашеной извести) в течение нескольких часов, затем отгоняют спирт. Вместо кипячения можно выдерживать спирт с негашеной известью (взятыми в том же соотношении) в течение двух суток и затем отогнать.

б) Ацетоновый метод (арбитражный и для кислоты из махорки). Навеску около 15 *г* лимонной кислоты, взятую с точностью до 0,0002 *г*, растворяют при нагревании на водяной бане в 50 *мл* чистого ацетона. Раствор фильтруют в стакан емкостью 500 *мл* и осадок на фильтре промывают 2—3 раза ацетоном порциями по 10 *мл*. К полученному фильтрату приливают 200 *мл* дистиллированной воды и 10 *мл* 10%-ной соляной кислоты. Жидкость нагревают на водяной бане до кипения и прибавляют при помешивании стеклянной палочкой 5—8 *мл* нагретого до температуры 60—70° С 10%-ного раствора хлористого бария. Затем раствор кипятят на водяной бане в течение

5 мин. После этого стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают один час в теплом месте. По истечении указанного времени раствор фильтруют через плотный фильтр (синяя лента). Осадок в стакане дважды промывают горячей дистиллированной водой, приливая ее каждый раз в количестве 10 *мл*. Осадок переводят на фильтр при помощи стеклянной палочки с резиновым наконечником и промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора. Влажный фильтр с осадком осторожно вынимают из воронки и помещают в предварительно прокаленный и взвешенный маленький фарфоровый тигель. Края фильтра подгибают с наружной стороны внутрь с таким расчетом, чтобы погрузить его ниже краев тигля. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре 100—105° С, осторожно озоляют на небольшом пламени горелки или в муфельной печи и прокаливают при темнокрасном калении.

После охлаждения осадок взвешивают на аналитических весах.

Количество свободной серной кислоты вычисляют по формуле, приведенной в п. 19а.

20. **Определение щавелевой кислоты**

5 *г* лимонной кислоты растворяют в 25 *мл* дистиллированной воды и прибавляют 2 *мл* 10%-ного раствора уксуснокислого кальция. По истечении часа не должно наблюдаться ни помутнения раствора, ни образования осадка.

21. **Проба на железистосинеродистоводородную кислоту**

Около 2 *г* лимонной кислоты растворяют в пробирке в 10—15 *мл* дистиллированной воды. К полученному раствору прибавляют 3 капли 10%-ного раствора хлорного железа и 2 капли химически чистой концентрированной соляной кислоты (уд. в. 1,19). При этом не должно появляться желтовато-зеленого или зеленого окрашивания раствора.

22. **Проба на ион бария**

К 10 *мл* 10%-ного раствора лимонной кислоты прибавляют 2—3 *мл* 10%-ного раствора химически чистой серной кислоты и нагревают до кипения. При этом не должно быть помутнения или выпадения осадка.

23. **Проба на алкалоиды** (для лимонной кислоты из махорки и махорочных отходов).

К 10 *мл* 10%-ного раствора лимонной кислоты приливают 1 *мл* 1%-ного раствора кремне-вольфрамовой кислоты. При этом не должно получаться мути или осадка.