МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33333— 2015

Добавки пищевые

КАМЕДЬ КСАНТАНОВАЯ Е415

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт пищевых добавок» (ФГБНУ ВНИИПД)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 18 июня 2015 г. № 47)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июля 2015 г. № 995-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33333—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Технические требования 3
3.1 Характеристики 3
3.2 Требования к сырью 4
3.3 Упаковка 5
3.4 Маркировка 5
4 Требования безопасности 5
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 7
6.1 Отбор проб 7
6.2 Условия проведения анализов 7
6.3 Требования к квалификации оператора 8
6.4 Определение растворимости 8
6.5 Определение органолептических показателей 8
6.6 Тест на гелеобразование 9
6.7 Определение массовой доли основного вещества 10
6.8 Определение массовой доли потерь при высушивании 15
6.9 Определение массовой доли потерь при прокаливании 16
6.10 Определение массовой доли пировиноградной кислоты 17
6.11 Определение массовой доли азота 19
6.12 Определение массовой доли этилового и изопропилового спиртов 22
6.13 Определение токсичных элементов 25
6.14 Определение остаточного содержания микроорганизмов *Xanthomonas campestris* 25
7 Транспортирование и хранение 25
Библиография 26

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

Добавки пищевые

КАМЕДЬ КСАНТАНОВАЯ Е415

Технические условия

Food additives. Xanthan gum E415. Specifications

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку ксантановую камедь Е415 (далее — пищевую ксантановую камедь), получаемую контролируемой аэробной ферментацией культур *Xanthomonas campestris* на сахаросодержащих субстратах и предназначенную для использования в пищевой промышленности как загуститель, носитель и стабилизатор консистенции пищевых продуктов.

Требования, обеспечивающие безопасность пищевой ксантановой камеди, изложены в 3.1.5 и 3.1.6, требования к качеству — 3.1.3 и 3.1.4, требования к маркировке — 3.4.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.579—2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

ГОСТ 12.0.004—90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

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

ГОСТ 12.2.007.0—75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.011—89 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 21—94 Сахар-песок. Технические условия

ГОСТ 84—76 Реактивы. Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 2874—82* Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165—78 Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Реактивы. Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5496—78 Трубки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 5833—75 Реактивы. Сахароза. Технические условия

ГОСТ 6006—78 Реактивы. Бутанол-1. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Реактивы. Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6755—88 Поглотитель химический известковый ХП-И. Технические условия

ГОСТ 6825—91 (МЭК 81—84) Лампы люминесцентные трубчатые для общего освещения

ГОСТ 7699—78** Крахмал картофельный. Технические условия

ГОСТ 7995—80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9723—73 Порошок оловянный. Технические условия

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 10146—74 Ткани фильтровальные из стеклянных крученых комплексных нитей. Технические условия

ГОСТ 10354—82 Пленка полиэтиленовая. Технические условия

ГОСТ 12601—76 Порошок цинковый. Технические условия

ГОСТ 13830—97*** Соль поваренная пищевая. Общие технические условия

ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 14961—91 Нитки льняные и льняные с химическими волокнами. Технические условия

ГОСТ 15846—2002 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 17308—88 Шпагаты. Технические условия

ГОСТ 18300—87[4*] Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 19360—74 Мешки-вкладыши пленочные. Общие технические условия

ГОСТ 22180—76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия

ГОСТ 22300—76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты. Технические

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98 «Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53876—2010 «Крахмал картофельный. Технические условия».

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000 «Соль поваренная пищевая. Технические условия».

4* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25377—93* Иглы инъекционные многократного применения. Технические условия

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 26669—85 Продукты пищевые и вкусовые. Подготовка проб для микробиологических анализов

ГОСТ 26670—91 Продукты пищевые. Методы культивирования микроорганизмов.

ГОСТ 26889—86 Продукты пищевые и вкусовые. Общие указания по определению содержания азота методом Къельдаля

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

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

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

ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой

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

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

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

ГОСТ 30561—2013 Меласса свекловичная. Технические условия

ГОСТ 31904—2012 Продукты пищевые. Методы отбора проб для микробиологических испытаний.

ГОСТ 31935—2012 Крахмал пшеничный. Технические условия

ГОСТ 32034—2013 Гидролизаты крахмала. Общие технические условия

ГОСТ 32159—2013 Крахмал кукурузный. Общие технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Технические требования

3.1 Характеристики

3.1.1 Пищевая добавка Е415 ксантановая камедь представляет собой высокомолекулярный полисахарид, молекулы которого состоят в основном из мономеров D — глюкозы и D — маннозы, а также содержат мономеры D — глюкуроновой и пировиноградной кислот, связанных с ионами натрия, калия и кальция.

3.1.2 Пищевую ксантановую камедь вырабатывают в соответствии с требованиями [1], [2] и настоящего стандарта, применяют в пищевых продуктах в соответствии с требованиями [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.3 По органолептическим показателям и растворимости пищевая ксантановая камедь должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ 25377—82 «Иглы инъекционные многократного применения. Технические условия».

Т а б л и ц а 1 — Органолептические показатели и растворимость

Наименование показателя	Характеристика
Внешний вид и цвет	Белый, кремово-белый или серовато-белый сыпучий порошок
Запах	Отсутствует
Растворимость	Растворима в дистиллированной воде, нерастворима в этиловом спирте

3.1.4 По физико-химическим показателям пищевая ксантановая камедь должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 — Физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика
Тест на гелеобразование	Выдерживает испытание
Массовая доля основного вещества в высушенной ксантановой камеди, %, что соответствует массовой доли диоксида углерода (CO_2), %	91,0—108,0* 4,2 — 5,0*
Массовая доля потерь при высушивании, %, не более	15,0
Массовая доля потерь при прокаливании, %, не более	16,0
Массовая доля пировиноградной кислоты, %, не менее	1,5
Массовая доля азота, %, не более	1,5
Массовая доля этилового или изопропилового спирта, или суммарно, %, не более	0,05
* В соответствии с [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.	

3.1.5 Остаточное содержание микроорганизмов *Xanthomonas campestris* в пищевой ксантановой камеди не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.1.6 Содержание токсичных элементов (свинца) в пищевой ксантановой камеди не должно превышать норм, установленных [1] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.2 Требования к сырью

3.2.1 Для производства пищевой ксантановой камеди используется следующее сырье:

- меласса свекловичная по ГОСТ 30561;
- сахар-песок по ГОСТ 21;
- сахар-сырец по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт;*
- крахмал кукурузный по ГОСТ 32159;
- крахмал картофельный по ГОСТ 7699;
- крахмал пшеничный по ГОСТ 31935;
- гидролизаты крахмала по ГОСТ 32034;
- материал посевной *Xanthomonas campestris*;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300;
- спирт изопропиловый по ГОСТ 9805;
- вода питьевая по ГОСТ 2874.

3.2.2 Допускается применение аналогичного сырья, по показателям безопасности соответствующего требованиям [2] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52305—2005 «Сахар-сырец. Технические условия».

3.3 Упаковка

3.3.1 Пищевую ксантановую камедь фасуют в бумажные трехслойные мешки марки ПМ по ГОСТ 30090 или в мешки-вкладыши по ГОСТ 19360 из полиэтиленовой нестабилизированной пленки марки Н и толщиной не менее 0,08 мм по ГОСТ 10354, помещенные в продуктовые мешки по ГОСТ 30090 или в бумажные открытые трехслойные мешки марки Н по ГОСТ 30090.

Тип и размеры мешков, предельную массу упаковываемой пищевой ксантановой камеди устанавливает изготовитель.

3.3.2 Полимерные мешки-вкладыши после их заполнения заваривают сваркой или завязывают шпагатом из лубяных волокон по ГОСТ 17308 или двуниточным полированным шпагатом по документу, в соответствии с которым он изготовлен.

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

3.3.4 Допускается применение других видов упаковки, обеспечивающих сохранность пищевой ксантановой камеди при хранении и транспортировании и изготовленных из материалов, соответствующих требованиям, установленным [3] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.3.5 Отрицательное отклонение массы нетто от номинальной массы каждой упаковочной единицы должно соответствовать требованиям ГОСТ 8.579 (таблица А.2).

3.3.6 Пищевую ксантановую камедь, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

3.4 Маркировка

3.4.1 Маркировка должна соответствовать требованиям, установленным [1] и [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

3.4.2 Маркировка транспортной упаковки должна соответствовать требованиям, установленным [4] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего стандарт, с нанесением манипуляционных знаков, указывающих на способ обращения с грузами, — по ГОСТ 14192.

4 Требования безопасности

4.1 Пищевая ксантановая камедь не токсична, пожаро- и взрывобезопасна.

4.2 По степени воздействия на организм человека пищевая ксантановая камедь в соответствии с ГОСТ 12.1.007 относится к 4-му классу опасности.

4.3 Работу с пищевой ксантановой камедью необходимо проводить в специальной одежде, с использованием средств индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.011 при соблюдении правил личной гигиены.

4.4 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

4.5 Организация обучения работающих безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

4.6 Производственные помещения, в которых проводятся работы с пищевой ксантановой камедью, и помещения, где проводят работы с реактивами, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

4.7 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0.

4.8 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.9 При работе с пищевой ксантановой камедью контроль воздуха рабочей зоны должен осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

5 Правила приемки

5.1 Пищевую ксантановую камедь принимают партиями.

Партией считают количество пищевой ксантановой камеди, произведенное одним изготовителем по одному нормативному документу за один технологический цикл, в одинаковой упаковке, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукции.

5.2 Для проверки соответствия пищевой ксантановой камеди требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания по качеству упаковки, правильности маркировки,

массе нетто, органолептическим и физико-химическим показателям и периодические испытания по показателям безопасности.

5.3 При проведении приемо-сдаточных испытаний применяют одноступенчатый выборочный план при нормальном контроле, специальном уровне контроля S-4, приемлемом уровне качества AQL, равном 6,5 по [5].

Выборку упаковочных единиц осуществляют методом случайного отбора в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3

Количество упаковочных единиц в партии, шт.	Объем выборки, шт.	Приемочное число	Браковочное число
От 2 до 15 включ.	2	0	1
» 16 » 25 »	3	0	1
» 26 » 90 »	5	1	2
» 91 » 150 »	8	1	2
» 151 » 500 »	13	2	3
» 501 » 1200 »	20	3	4
» 1201 » 10000 »	32	5	6
» 10001 » 35000 »	50	7	8

5.4 Контроль качества упаковки и правильности маркировки проводят внешним осмотром всех упаковочных единиц, попавших в выборку.

5.5 Контроль массы нетто пищевой ксантановой камеди в каждой упаковочной единице, попавшей в выборку, проводят по разности массы брутто и массы упаковочной единицы, освобожденной от содержимого. Предел допускаемых отрицательных отклонений от номинальной массы нетто продукта в каждой упаковочной единице — по 3.3.5.

5.6 Приемка партии пищевой ксантановой камеди по массе нетто, качеству упаковки и правильности маркировки упаковочных единиц

5.6.1 Партию принимают, если количество упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто продукта, меньше или равно приемочному числу (см. таблицу 3).

5.6.2 В случае, когда количество упаковочных единиц в выборке, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто продукта, больше или равно браковочному числу (см. таблицу 3), контроль проводят на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Партию принимают, если выполняются условия 5.6.1.

Партию бракуют и отправляют на доработку, если количество упаковочных единиц в удвоенном объеме выборки, не отвечающих требованиям по качеству упаковки и правильности маркировки, массе нетто продукта, больше или равно браковочному числу.

5.7 Приемка партии пищевой ксантановой камеди по органолептическим и физико-химическим показателям

5.7.1 Для контроля органолептических и физико-химических показателей продукта от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку в соответствии с требованиями таблицы 3, проводят отбор мгновенных проб и составляют суммарную пробу по 6.1.

5.7.2 При получении неудовлетворительных результатов по органолептическим и физико-химическим показателям хотя бы по одному из показателей проводят повторный контроль по этому показателю на удвоенном объеме выборки от этой же партии. Результаты повторного контроля являются окончательными и распространяются на всю партию.

При получении неудовлетворительных результатов при повторном контроле партию бракуют.

5.7.3 Органолептические и физико-химические показатели пищевой ксантановой камеди в поврежденной упаковке проверяют отдельно. Результаты контроля распространяют только на продукцию в этой упаковке.

5.8 Порядок и периодичность контроля показателей безопасности (остаточное содержание микроорганизмов *Xanthomonas campestris,* содержание свинца) устанавливает изготовитель в программе производственного контроля.

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

6.1.1 Для составления суммарной пробы пищевой ксантановой камеди из разных мест каждой единицы транспортной тары, отобранной по 5.3, отбирают мгновенные пробы. Масса мгновенной пробы должна быть не более 100 г.

Масса мгновенной пробы и число мгновенных проб от каждой упаковочной единицы, попавшей в выборку, должны быть одинаковыми.

Мгновенные пробы отбирают с помощью пробоотборников или металлических трубок, изготовленных из материала, не реагирующего с пищевой ксантановой камедью, погружая их не менее чем на 3/4 глубины.

Для получения суммарной пробы мгновенные пробы помещают в сухую, чистую стеклянную емкость и тщательно перемешивают.

Рекомендуемая масса суммарной пробы должна быть не менее 500 г.

6.1.2 При необходимости уменьшения суммарной пробы может быть использован метод квартования. Для этого суммарную пробу высыпают на чистый стол и разравнивают тонким слоем в виде квадрата. Затем продукт деревянными планками со скошенными ребрами ссыпают с двух противоположных сторон на середину так, чтобы образовался валик. Продукт с концов валика также ссыпают на середину стола, образец снова разравнивают слоем от 1,0 до 1,5 см в виде квадрата и планкой делят по диагонали на четыре треугольника. Две противоположные части пробы отбрасывают, а две оставшиеся соединяют, перемешивают и вновь делят на четыре треугольника. Деление повторяют необходимое число раз, при этом продолжительность процедуры квартования должна быть минимальной.

6.1.3 Суммарную пробу делят на две части и каждую часть помещают в чистую, сухую, плотно закрывающуюся стеклянную емкость.

Первую часть суммарной пробы направляют в лабораторию для проведения анализов.

Емкость со второй частью пробы опечатывают, пломбируют и хранят в лаборатории для повторного контроля в случае возникновения разногласий в оценке качества пищевой ксантановой камеди. Рекомендуемый срок хранения суммарной пробы пищевой ксантановой камеди при температуре от 18 °С до 25 °С и относительной влажности 70 % — один год.

6.1.4 Емкости с пробами снабжают этикетками, на которых должно быть указано:

- наименование пищевой добавки и ее Е-номер;
- наименование и местонахождение изготовителя;
- номер партии;
- масса нетто партии;
- количество мест в партии;
- дата изготовления и упаковывания;
- дата и место отбора пробы;
- срок хранения пробы;
- фамилии лиц, производивших отбор данной пробы;
- обозначение настоящего стандарта.

6.2 Условия проведения анализов

При проведении анализов должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха.....от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха.....от 40 % до 75 %;
- напряжение в электросети ..... $220^{+10\,\%}_{-15\,\%}$ В;
- частота тока в электросети.....от 49 до 51 Гц.

Помещение, где проводят работы с реактивами, должно быть обеспечено приточно-вытяжной вентиляцией.

Все анализы следует проводить в вытяжном шкафу.

6.3 Требования к квалификации оператора

К проведению анализов допускаются специалисты, изучившие методику, прошедшие обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

6.4 Определение растворимости

Метод основан на определении количества объемных частей дистиллированной воды или этилового спирта, необходимых для растворения одной массовой части пробы.

6.4.1 Средства измерений, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Колба К-1—250—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, объемной долей не менее 96 %.

Допускается применение других средств измерений и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.4.2 Отбор проб — по 6.1.

6.4.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.4.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.4.5 Проведение анализа

Анализируемую пробу пищевой ксантановой камеди помещают в колбу, которая содержит определенный объем растворителя (дистиллированной воды или этилового спирта). При выборе количества объемных частей растворителя на одну массовую часть пробы руководствуются таблицей 4. Содержимое перемешивают круговыми движениями колбы в течение не менее 30 с, но не более 5 мин до растворения пробы. Конечный результат анализа сравнивают с критериями растворимости ксантановой камеди, приведенными в таблице 4.

Пищевая ксантановая камедь должна удовлетворять следующим критериям растворимости — «Растворима» (если растворитель дистиллированная вода) и «Нерастворима» (если растворитель этиловый спирт).

Таблица 4 — Критерии растворимости пищевой ксантановой камеди

Критерии растворимости пищевой ксантановой камеди	Количество объемных частей растворителя на одну массовую часть пробы (1 $см^3$ соответствует 1 г)
Очень хорошо растворима	Менее 1
Хорошо растворима	От 1 до 10
Растворима	От 10 до 30
Умеренно растворима	От 30 до 100
Слабо растворима	От 100 до 1000
Очень слабо растворима	От 1000 до 10000
Нерастворима	Более 10000

6.5 Определение органолептических показателей

6.5.1 Средства измерений, вспомогательное устройство, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,1 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, с ценой деления шкалы 0,5 °С по ГОСТ 28498.

Лампы люминесцентные типа ЛД по ГОСТ 6825.

Стаканы В(Н)-1—250 ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1(3)—100 по ГОСТ 1770.

Палочка стеклянная.

Пластинка стеклянная.

Бумага белая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного устройства, посуды, не

уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также материалов и реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.5.2 Отбор проб — по 6.1.

6.5.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.5.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.5.5 Проведение анализа

6.5.5.1 Внешний вид и цвет пищевой ксантановой камеди определяют просмотром анализируемой пробы массой не менее 50 г, помещенной на лист белой бумаги или на стеклянную пластинку при рассеянном дневном свете или освещении люминесцентными лампами типа ЛД по ГОСТ 6825. Освещенность поверхности рабочего стола должна быть не менее 500 лк.

Пищевую ксантановую камедь считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если внешний вид и цвет соответствуют требованиям, установленным в таблице 1.

6.5.5.2 Для определения запаха пищевой ксантановой камеди готовят раствор массовой долей 1 %. Для этого растворяют анализируемую пробу пищевой ксантановой камеди массой 1 г в 99 $см^3$ дистиллированной воды в стакане вместимостью 250 $см^3$. Чистый, без постороннего запаха стаканчик заполняют на 1/2 объема приготовленным раствором. Стаканчик закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч при температуре воздуха (20 ± 2) °С. Запах определяют органолептически на уровне края стаканчика сразу же после открывания крышки.

Пищевую ксантановую камедь считают соответствующей требованиям настоящего стандарта, если запах отсутствует.

6.6 Тест на гелеобразование

Метод основан на способности смеси ксантановой камеди с камедью рожкового дерева при разведении в воде, нагревании и последующем охлаждении образовывать прочные эластичные гели.

6.6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда, материалы, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Мешалка механическая с максимальной скоростью не менее 1500 об/мин.

Баня водяная.

Стаканы В(Н)-1—400(10) ТС (ТСХ) по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—500—1 по ГОСТ 1770.

Палочки стеклянные.

Камедь рожкового дерева с содержанием галактоманнанов не менее 75 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.6.2 Отбор проб — по 6.1.

6.6.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.6.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.6.5 Подготовка к анализу

В стеклянном стаканчике вместимостью 10 $см^3$ взвешивают 1,5 г ксантановой камеди и 1,5 г камеди рожкового дерева. Перемешивают смесь стеклянной палочкой.

Смесь используют свежеприготовленную.

6.6.6 Проведение анализа

6.6.6.1 Приготовление анализируемого раствора

Отмеривают цилиндром 300 $см^3$ дистиллированной воды в стакан вместимостью 400 $см^3$. Помещают стакан на водяную баню и нагревают дистиллированную воду в стакане до температуры (80 ± 2) °С. Затем опускают в стакан ротор механической мешалки, включают максимальную скорость

перемешивания и постепенно высыпают смесь камедей по 6.6.5. Продолжают перемешивание до полного растворения смеси камедей и затем еще 30 мин, поддерживая температуру в стакане не ниже 60 °С. По окончании перемешивания снимают стакан с водяной бани и оставляют в покое при комнатной температуре на 2 ч.

6.6.6.2 Приготовление контрольного раствора

Отмеривают цилиндром 300 $см^3$ дистиллированной воды в стакан вместимостью 400 $см^3$. Помещают стакан на водяную баню и нагревают дистиллированную воду в стакане до температуры (80 ± 2) °С. Затем опускают в стакан ротор механической мешалки, включают максимальную скорость перемешивания и постепенно высыпают 3,0 г ксантановой камеди. Продолжают перемешивание до полного растворения камеди и затем еще 30 мин, поддерживая температуру в стакане не ниже 60 °С. По окончании перемешивания снимают стакан с водяной бани и оставляют в покое при комнатной температуре на 2 ч.

6.6.6.3 Сравнение анализируемого раствора с контрольным

Не менее чем через 2 ч после приготовления сравнивают анализируемый раствор с контрольным. Если контрольный раствор представляет собой жидкость, а анализируемый превратился в прочный эластичный гель, образец ксантановой камеди выдерживает тест на гелеобразование.

6.7 Определение массовой доли основного вещества

Метод заключается в расчете массовой доли основного вещества в ксантановой камеди на основе предварительного расчета массовой доли диоксида углерода (углекислого газа), выделенного из высушенной ксантановой камеди методом декарбоксилирования с последующим титриметрическим определением его количества.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного режима температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Колбонагреватель или электроплитка с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—50—1, 1(3)—100—1 по ГОСТ 1770.

Стаканчик для взвешивания СВ-60/14 по ГОСТ 25336.

Стаканы Н-2—10, В-1—50, В-1—100 по ГОСТ 25336.

Колбы КГУ-3—1—100—14/23, Кн-1—250—29/32 по ГОСТ 25336.

Воронка ВК-50 по ГОСТ 25336.

Холодильник ХСН-10 по ГОСТ 25336.

Кран К3Х-1—32—2,5 по ГОСТ 7995.

Стеклянный фильтр ФКП-50-ПОР 250 ХС по ГОСТ 25336.

Колонка стеклянная абсорбционная длиной 45 см с шарообразным расширением объемом приблизительно 100 $см^3$.

Ловушка.

Колонка стеклянная с натронной известью.

Затвор ртутный.

Вентиль игольчатый.

Трубки стеклянные.

Палочки стеклянные.

Смазка вакуумная.

Трубки резиновые по ГОСТ 5496, тип 1.

Стеклянные капилляры.

Поглотитель химический известковый ХП-И (натронная известь) по ГОСТ 6755.

Порошок цинковый по ГОСТ 12601, марки ПЦ6.

Порошок оловянный по ГОСТ 9723, марки ПО4.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Стандарт-титр для приготовления раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3.

Бутанол-1 (спирт бутиловый нормальный) по ГОСТ 6006, ч. д. а.

Барий хлорид 2-водный по ГОСТ 4108, ч. д. а.

Воздух, очищенный от диоксида углерода, получаемый последовательным пропусканием через стеклянные емкости для осушения газов вместимостью 50 см^3, одна из которых заполнена натронной известью, а вторая — небольшим количеством воды.

Фенолфталеин (индикатор).

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.7.2 Отбор проб — по 6.1.

6.7.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.7.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.7.5 Подготовка к анализу

6.7.5.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1.2) или из стандарт-титра (фиксанала) молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н). Коэффициент поправки водного раствора соляной кислоты молярной концентрацией c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1.3).

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 4 мес. Коэффициент поправки раствора проверяют каждый месяц.

6.7.5.2 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,25 моль/дм^3 готовят разбавлением в конической колбе вместимостью 250 см^3 2,00 г раствора с массовой долей гидроокиси натрия 50 %, приготовленного по ГОСТ 4517 (пункт 2.102), свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной водой до 100 см^3. Раствор предохраняют от попадания углекислоты, как указано в ГОСТ 4517 (пункт 2.38).

Коэффициент поправки водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией c (NaOH) = 0,25 моль/дм^3 определяют по ГОСТ 25794.1 (пункт 1.8).

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес. Коэффициент поправки раствора проверяют каждую неделю.

6.7.5.3 Раствор хлорида бария готовят в стакане вместимостью 100 см^3 растворением 10,00 г бария хлорида 2-водного в 90,0 см^3 дистиллированной воды.

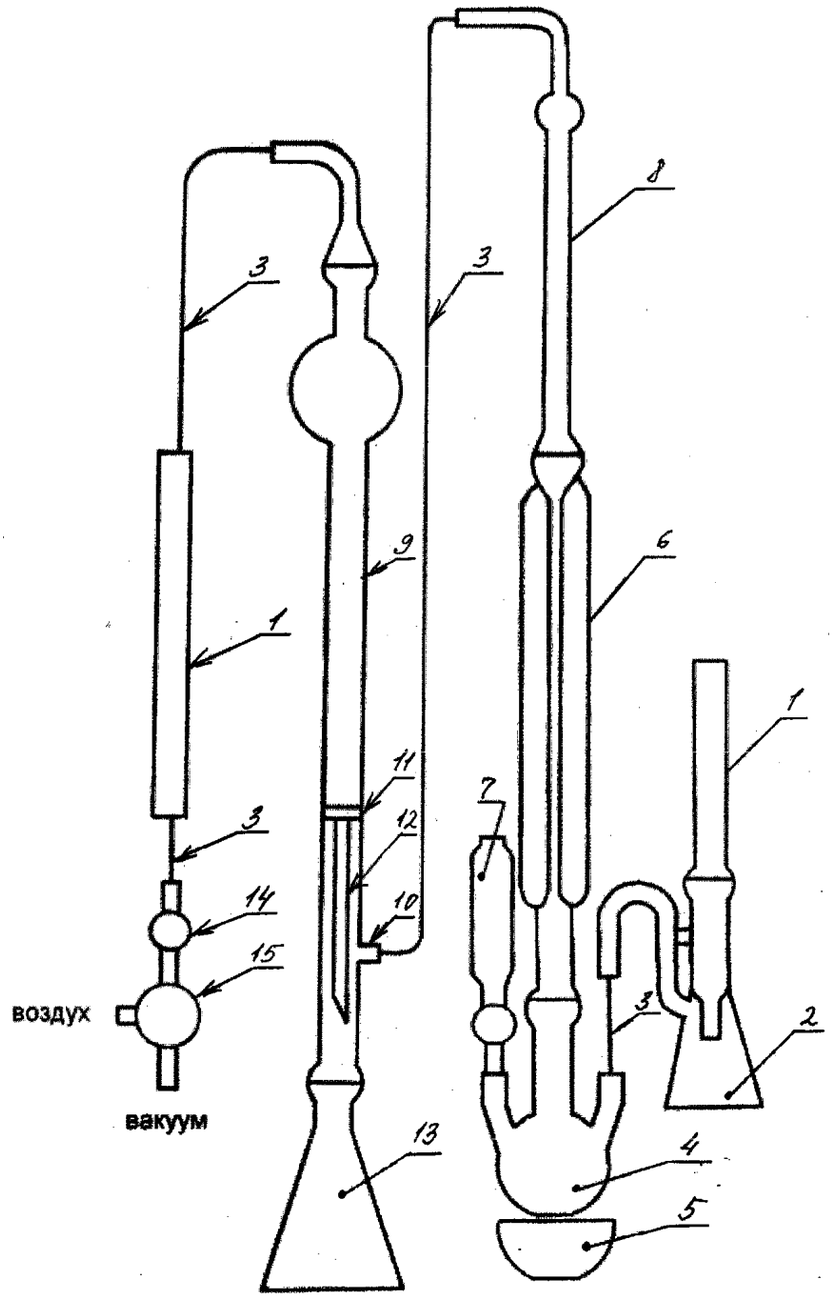
Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 3 мес.

6.7.5.4 Спиртовой раствор фенолфталеина готовят по ГОСТ 4919.1 (пункт 39, перечисление б).

Раствор хранят в защищенном от света месте при температуре (20 ± 5) °С — не более 12 мес.

6.7.5.5 В стаканчике для взвешивания с крышкой взвешивают 3 г анализируемой пробы пищевой ксантановой камеди с записью результата взвешивания до второго десятичного знака. Осторожным постукиванием распределяют анализируемую пробу равномерным слоем по дну стаканчика, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (60 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием 40 мин.

6.7.5.6 Собирают аппарат для определения диоксида углерода методом декарбоксилирования в соответствии с рисунком 1.



1 — колонка с натронной известью; *2* — ртутный затвор; *3* — резиновая трубка; *4* — реакционная колба; *5* — колбонагреватель; *6* — обратный холодильник; *7* — капельная воронка; *8* — ловушка, содержащая 25 г порошка цинка или олова; *9* — стеклянная абсорбционная колонка длиной 45 см с боковым отводом *10*, выше которого в колонку впаян стеклянный фильтр *11* с припаянной к фильтру снизу стеклянной отводной трубкой *12*, нижний конец которой находится ниже бокового отвода *10*; выше фильтра колонка имеет шарообразное расширение объемом приблизительно 100 $см^3$; *13* —коническая колба; *14* — игольчатый вентиль; *15* — трехходовой запорный кран.

Рисунок 1 — Схема аппарата для определения диоксида углерода методом декарбоксилирования

6.7.6 Проведение анализа

6.7.6.1 Холостой опыт

В реакционную колбу *4* вместимостью 100 см^3 цилиндром добавляют 25 см^3 раствора соляной кислоты по 6.7.5.1, несколько стеклянных капилляров для обеспечения равномерности кипения, присоединяют колбу к обратному холодильнику *6*, используя в качестве смазки концентрированную ортофосфорную кислоту. Остальные шлифы смазывают вакуумной смазкой.

Затем проверяют систему на герметичность. Для этого с помощью трехходового запорного крана *15* подключают аппарат к вакууму и принудительно поднимают уровень ртути в трубке ртутного затвора *2* приблизительно на 5 см, после чего сразу закрывают трехходовой запорный кран *15*. Если уровень ртути падает, следует проверить на герметичность все соединения: трубки, шлифы, краны. Если через 2 мин уровень ртути заметно не падает, систему считают герметичной. После проверки на герметичность продувают через аппарат воздух, свободный от диоксида углерода, со скоростью от 3 до 6 дм^3/ч.

Поднимают колбонагреватель *5* к реакционной колбе *4*, нагревают содержимое колбы до кипения и осторожно кипятят в течение 2 мин. Отключают обогрев, опускают колбонагреватель и оставляют колбу охлаждаться при комнатной температуре по 6.2 в течение 15 мин. В капельную воронку *7* наливают цилиндром 23 см^3 концентрированной соляной кислоты по 6.7.1. Отсоединив абсорбционную колонку *9* от аппарата, быстро наливают в нее 25 см^3 раствора гидроокиси натрия по 6.7.5.2, добавляют пять капель нормального бутилового спирта по 6.7.1 и присоединяют колонку обратно. Затем начинают продувать через аппарат воздух, свободный от диоксида углерода, со скоростью приблизительно 2 дм^3/ч. Осторожно добавляют концентрированную соляную кислоту из капельной воронки *7* в реакционную колбу *4*. Затем поднимают колбонагреватель *5* к реакционной колбе *4* и нагревают содержимое колбы до кипения. Продолжают нагревание, не допуская слишком бурного кипения и не прекращая продувание воздуха, свободного от диоксида углерода, со скоростью от 3 до 6 дм^3/ч в течение 2 ч.

Через 2 ч прекращают нагревание и уменьшают скорость подачи воздуха. Используя давление подаваемого воздуха, переливают содержимое абсорбционной колонки *9* в колбу *13*. Промывают абсорбционную колонку *9* тремя порциями дистиллированной воды по 15 см^3, собирая промывные воды в колбу *13*. Прекращают подачу воздуха полностью. Отсоединяют колбу *13* от аппарата и добавляют в нее 10 см^3 раствора бария хлорида по 6.7.5.3. Закрывают колбу крышкой, осторожно взбалтывают содержимое в течение 2 мин, добавляют 2—3 капли раствора индикатора фенолфталеина по 6.7.5.4 и осторожно титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 по 6.7.5.1 до полного исчезновения розового окрашивания. Титровать следует медленно, добавляя кислоту по каплям. Титрование считают законченным, если в течение 8 мин при периодическом взбалтывании розовое окрашивание не появляется.

6.7.6.2 Опыт с анализируемой пробой

Отбирают анализируемую пробу массой (1,2000 ± 0,0005) г из пробы, высушенной по 6.7.5.5, и помещают в реакционную колбу *4* вместимостью 100 см^3, прибавляют 25 см^3 раствора соляной кислоты по 6.7.5.1, несколько стеклянных капилляров и присоединяют колбу к обратному холодильнику *6*, используя в качестве смазки концентрированную ортофосфорную кислоту. Остальные шлифы смазывают вакуумной смазкой.

Затем проверяют систему на герметичность. Для этого с помощью трехходового запорного крана *15* подключают аппарат к вакууму и принудительно поднимают уровень ртути в трубке ртутного затвора *2* приблизительно на 5 см, после чего сразу закрывают трехходовой запорный кран *15*. Если уровень ртути падает, следует проверить на герметичность все соединения: трубки, шлифы, краны. Если через 2 мин уровень ртути заметно не падает, систему считают герметичной. После проверки на герметичность продувают через аппарат воздух, свободный от диоксида углерода, со скоростью от 3 до 6 дм^3/ч.

Поднимают колбонагреватель *5* к реакционной колбе *4*, нагревают содержимое колбы до кипения и осторожно кипятят в течение 2 мин. Отключают обогрев, опускают колбонагреватель и оставляют колбу охлаждаться при комнатной температуре по 6.2 в течение 15 мин. В капельную воронку *7* наливают цилиндром 23 см^3 концентрированной соляной кислоты по 6.7.1. Отсоединив абсорбционную колонку *9* от аппарата, быстро наливают в нее 25 см^3 раствора гидроокиси натрия по 6.7.5.2, добавляют пять капель нормального бутилового спирта по 6.7.1 и присоединяют колонку обратно. Затем начинают продувать через аппарат воздух, свободный от диоксида углерода, со скоростью приблизительно 2 дм^3/ч. Осторожно добавляют концентрированную соляную кислоту по

6.7.1 из капельной воронки *7* в реакционную колбу *4*. Затем поднимают колбонагреватель *5* к реакционной колбе *4* и нагревают содержимое колбы до кипения. Продолжают нагревание, не допуская слишком бурного кипения и не прекращая продувание воздуха, свободного от диоксида углерода, со скоростью от 3 до 6 дм^3/ч в течение 2 ч.

Через 2 ч прекращают нагревание и уменьшают скорость подачи воздуха до минимальной (менее 1 дм^3/ч). Используя давление подаваемого воздуха, переливают содержимое абсорбционной колонки *9* в колбу *13*. Промывают абсорбционную колонку *9* тремя порциями дистиллированной воды по 15 см^3, собирая промывные воды в колбу *13*. Прекращают подачу воздуха полностью. Отсоединяют колбу *13* от аппарата и добавляют в нее 10 см^3 раствора бария хлорида по 6.7.5.3. Закрывают колбу крышкой, осторожно взбалтывают содержимое в течение 2 мин, добавляют 2—3 капли раствора индикатора фенолфталеина по 6.7.5.4 и осторожно титруют раствором соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм^3 по 6.7.5.1 до полного исчезновения розового окрашивания. Титровать следует медленно, добавляя кислоту по каплям. Титрование считают законченным, если в течение 8 мин при периодическом взбалтывании розовое окрашивание не появляется.

6.7.7 Обработка результатов

6.7.7.1 Массовую долю выделившегося из ксантановой камеди диоксида углерода X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_0 - V) K_1 \cdot 0{,}1 \cdot 0{,}0055}{0{,}25\, m\, K_2} \cdot 100, \qquad (1)$$

где V_0 — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в холостом опыте по 6.7.6.1, см^3;

V — объем раствора соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в опыте с анализируемой пробой по 6.7.6.2, см^3;

K_1 — коэффициент поправки раствора соляной кислоты молярной концентрации *c* (HCl) = 0,1 моль/дм^3, определенный по 6.7.5.1;

0,1 — молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм3;

0,0055 — масса диоксида углерода, соответствующая 1 см3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 0,25 моль/дм3, г;

0,25 — молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм3;

M — масса анализируемой пробы по 6.7.6.2, г;

K_2 — *коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 0,25 моль/дм3, определенный по 6.7.5.2.*

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\bar{X}_1$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняются условия приемлемости по 6.7.7.2а).

6.7.7.2 Метрологические характеристики метода

а) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,30 %.

б) Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,60 %.

в) Границы абсолютной погрешности определения массовой доли диоксида углерода Δ_1 = ± 0,4 % при P = 95 %.

6.7.7.3 Массовую долю основного вещества ксантановой камеди X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = 21{,}6\ \bar{X}_1\ , \qquad (2)$$

где 21,6 — масса основного вещества ксантановой камеди, соответствующая 1 г выделившегося диоксида углерода, г/г;

$\bar{X}_1$ — массовая доля выделившегося из ксантановой камеди диоксида углерода по формуле (1), %.

Вычисления проводят до первого десятичного знака.

Границы абсолютной погрешности определения массовой доли основного вещества ксантановой камеди $\Delta_2 = \pm 0{,}4$ % при $P = 95$ %.

6.7.7.4 Оформление результата

Результат определения массовой доли основного вещества ксантановой камеди представляют в виде $(X_2 \pm \Delta_2)$ %.

6.8 Определение массовой доли потерь при высушивании

Метод основан на способности пищевой ксантановой камеди, помещенной в сушильный шкаф, освобождаться от летучих веществ при температуре 105 °С. Массовую долю потерь определяют по разности в массе пищевой ксантановой камеди до и после высушивания.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательные оборудование, материалы, посуда

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения температуры от 0 °С до 200 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.8.2 Отбор проб — по 6.1.

6.8.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.8.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.8.5 Проведение анализа

Чистый пустой стаканчик для взвешивания сушат вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,001 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Анализируемую пробу пищевой ксантановой камеди массой от 1,5 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака распределяют равномерным слоем по дну осторожным постукиванием стаканчика, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 2) °С в течение 4 ч. После этого стаканчик быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием 40 мин и взвешивают с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака.

6.8.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при высушивании пищевой ксантановой камеди X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m - m_1)}{(m - m_2)} \cdot 100, \quad (3)$$

где m — масса сухого стаканчика с пробой до высушивания, г;

m_1 — масса стаканчика с пробой после высушивания, г;

m_2 — масса сухого стаканчика, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X_3}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.8.7.1.

6.8.7 Метрологические характеристики метода

6.8.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,80 %.

6.8.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 1,50 %.

6.8.7.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли потерь при высушивании пищевой ксантановой камеди Δ_3 = ± 1,1 % при P = 95 %.

6.8.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при высушивании пищевой ксантановой камеди представляют в виде ($\overline{X_3}$ ± Δ_3) %.

6.9 Определение массовой доли потерь при прокаливании

Метод основан на способности пищевой ксантановой камеди освобождаться от летучих веществ при температуре 550 °С.

6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и посуда

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники по ГОСТ 27752.

Печь муфельная диапазоном нагрева температуры от 50 °С до 1000 °С, обеспечивающая поддержание заданной температуры в пределах ± 25 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Палочка стеклянная.

Кальций хлористый по ГОСТ 450, плавленый, предварительно прокаленный.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения.

6.9.2 Отбор проб — по 6.1.

6.9.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.9.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.9.5 Проведение анализа

Чистый пустой тигель высушивают вместе с крышкой в открытом виде при температуре от 100 °С до 105 °С в сушильном шкафу до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,001 г. В случае увеличения массы берут данные предыдущих взвешиваний.

Взвешивают тигель с анализируемой пробой пищевой ксантановой камеди массой от 1 до 2 г с записью результата взвешивания до третьего десятичного знака, помещают в открытом виде вместе с крышкой в сушильный шкаф, высушивают при температуре (105 ± 2) °С в течение 4 ч, затем прокаливают в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С в течение 30 мин. После этого тигель с анализируемой пробой быстро закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием до комнатной температуры (см. 6.2) и взвешивают, записывая результат с точностью до третьего десятичного знака. Прокаливание повторяют до тех пор, пока расхождение между двумя повторными взвешиваниями будет составлять не более 0,002 г.

6.9.6 Обработка результатов

Массовую долю потерь при прокаливании в пищевой ксантановой камеди X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(m - m_1)}{m - m_2} \cdot 100, \quad (4)$$

где m — масса тигля с анализируемой пробой до прокаливания, г;

m_1— масса тигля с анализируемой пробой после прокаливания, г;

m_2 — масса высушенного пустого тигля, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений , $\overline{X_4}$ %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.9.7.1.

6.9.7 Метрологические характеристики метода

6.9.7.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,80 %.

6.9.7.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 1,50 %.

6.9.7.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли потерь при прокаливании пищевой ксантановой камеди Δ_4 = ± 1,1 % при P = 95 %.

6.9.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли потерь при прокаливании пищевой ксантановой камеди представляют в виде ($\overline{X_4}$ ± Δ_4) %.

6.10 Определение массовой доли пировиноградной кислоты

Определение массовой доли пировиноградной кислоты спектрофотометрическим методом основано на сравнении интенсивности поглощения анализируемого и контрольного растворов при длине волны 375 нм.

6.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Спектрофотометр с диапазоном измерения длин волн от 350 до 400 нм, допустимой абсолютной

погрешностью коэффициента пропускания не более 1 %, спектральной шириной не более 1 нм, укомплектованный компьютером, принтером и соответствующим программным обеспечением.

Кюветы кварцевые толщиной поглощающего слоя 1 см.

Баня водяная.

Колба К-1—50—14/23 ТС по ГОСТ 25336.

Колба 2—500—2 по ГОСТ 1770.

Воронка ВД-1—25 ХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1—100—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1—10—1, 1—50—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Мензурка 250 ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5, 1—2—1—10, 1—2—1—20 по ГОСТ 29227.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота пировиноградная, ч.

2,4-динитрофенилгидразин, ч.

Этиловый эфир уксусной кислоты по ГОСТ 22300, х. ч.

Натрий углекислый 10-водный по ГОСТ 84, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования и устройств, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.10.2 Отбор проб — по 6.1.

6.10.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.10.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.10.5 Подготовка к анализу

6.10.5.1 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1.

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 12 мес.

6.10.5.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 2 моль/дм^3 готовят разбавлением концентрированной соляной кислоты. Для приготовления 1 дм^3 раствора берут 180 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,174 г/см^3 или 170 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,188 г/см^3. Отмеренный объем кислоты осторожно при перемешивании вливают в воду и доводят объем раствора водой до метки в колбе вместимостью 1 дм^3.

Раствор хранят в плотно закрытой емкости при температуре (20 ± 5) °С — не более 12 мес.

6.10.5.3 Раствор натрия углекислого 10-водного молярной концентрации c ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$) = 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4517 (пункт 2.109).

6.10.5.4 Раствор 2,4-динитрофенилгидразина в соляной кислоте готовят растворением 0,50 г 2,4-динитрофенилгидразина в 100 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 2 моль/дм^3 по 6.10.5.2.

Раствор хранят при температуре (20 ± 5) °С — не более 1 мес.

6.10.6 Проведение анализа

6.10.6.1 Приготовление раствора ксантановой камеди

Анализируемую пробу пищевой ксантановой камеди массой (0,0600 ± 0,0005) г помещают в мензурку вместимостью 250 см^3 и растворяют в 50 см^3 дистиллированной воды, затем объем раствора доводят водой до 100 см^3. Отбирают пипеткой 10 см^3 раствора и помещают в круглодонную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют пипеткой 20 см^3 раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/дм^3 по 6.10.5.1. Затем колбу взвешивают и записывают результат до второго десятичного знака. К колбе с помощью шлифа присоединяют обратный холодильник и нагревают на водяной бане, не допуская бурного кипения, в течение 3 ч. По истечении 3 ч колбу охлаждают до комнатной температуры (см. 6.2), не отсоединяя обратного холодильника. После охлаждения колбу взвешивают с записью результата до второго десятичного знака. Если масса колбы с содержимым уменьшилась в процессе нагревания, в колбу доливают дистиллированную воду для компенсации потери массы.

6.10.6.2 Приготовление анализируемого раствора

В делительную воронку вместимостью 25 см^3 добавляют пипеткой 1,0 см^3 раствора 2,4-динитрофенилгидразина в соляной кислоте по 6.10.5.4, затем добавляют пипеткой 2,0 см^3 раствора

ксантановой камеди по 6.10.6.1, перемешивают и выдерживают при комнатной температуре (см. 6.2) 5 мин. Затем добавляют к смеси пипеткой 5 $см^3$ этилового эфира уксусной кислоты и интенсивно встряхивают воронку, переворачивая ее в течение 30 с, и оставляют в покое до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от водного слоя. После этого открывают кран делительной воронки и сливают через него водный слой.

Затем в воронку добавляют 5 $см^3$ раствора натрия углекислого 10-водного по 6.10.5.3 и интенсивно встряхивают воронку, переворачивая ее в течение 30 с. Оставляют в покое до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от водного слоя. После этого открывают кран делительной воронки и сливают через него водный слой в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Повторяют эту операцию дважды, оба раза сливая водный слой в ту же мерную колбу. Доводят объем в мерной колбе раствором натрия углекислого 10-водного по 6.10.5.3 до 50 $см^3$ и перемешивают.

6.10.6.3 Приготовление раствора пировиноградной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ отвешивают (0,0450 ± 0,0005) г пировиноградной кислоты, доводят объем водой до 500 $см^3$ и перемешивают. Отбирают пипеткой 10 $см^3$ раствора и помещают в круглодонную колбу вместимостью 50 $см^3$, добавляют пипеткой 20 $см^3$ раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 1 моль/$дм^3$ по 6.10.5.1. Затем колбу взвешивают с записью до второго десятичного знака. К колбе с помощью шлифа присоединяют обратный холодильник и нагревают на водяной бане, не допуская бурного кипения, в течение 3 ч. По истечении 3 ч колбу охлаждают до комнатной температуры (см. 6.2), не отсоединяя обратного холодильника. После охлаждения колбу взвешивают и записывают результат до второго десятичного знака. Если масса колбы с содержимым уменьшилась в процессе нагревания, в колбу доливают дистиллированную воду для компенсации потери массы.

6.10.6.4 Приготовление контрольного раствора

В делительную воронку объемом 25 $см^3$ добавляют пипеткой 1,0 $см^3$ раствора 2,4-динитрофенилгидразина в соляной кислоте по 6.10.5.4, затем добавляют пипеткой 2,0 $см^3$ раствора пировиноградной кислоты по 6.10.6.3, перемешивают и выдерживают 5 мин при комнатной температуре по 6.2. Затем к смеси пипеткой добавляют 5 $см^3$ этилового эфира уксусной кислоты и интенсивно встряхивают воронку, переворачивая ее в течение 30 с, и оставляют в покое до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от водного слоя. После этого открывают кран делительной воронки и сливают через него водный слой.

Затем в воронку добавляют 5 $см^3$ раствора натрия углекислого 10-водного по 6.10.5.3 и интенсивно встряхивают воронку, переворачивая ее в течение 30 с. Оставляют в покое до тех пор, пока верхний слой жидкости не станет прозрачным и четко не отделится от водного слоя. После этого открывают кран делительной воронки и сливают через него водный слой в мерную колбу объемом 50 $см^3$. Повторяют эту операцию дважды, оба раза сливая водный слой в ту же мерную колбу. Доводят объем в мерной колбе раствором натрия углекислого 10-водного по 6.10.5.3 до 50 $см^3$ и перемешивают.

6.10.6.5 Сравнение анализируемого раствора с контрольным

Приготовленные анализируемый и контрольный растворы дозируют пипеткой в кюветы спектрофотометра и регистрируют спектры поглощения относительно оптической плотности контрольного раствора натрия углекислого 10-водного по 6.10.5.3 в диапазоне длин волн от 350 до 400 нм в соответствии с инструкцией по эксплуатации спектрофотометра.

Массовая доля пировиноградной кислоты в анализируемой пробе пищевой ксантановой камеди составляет не менее 1,5 %, если максимум поглощения анализируемого раствора при длине волны 375 нм будет не меньше максимума поглощения контрольного раствора.

6.11 Определение массовой доли азота

Массовую долю азота в пищевой ксантановой камеди определяют по методу Кьельдаля. Сущность метода заключается в разложении анализируемой пробы нагреванием с концентрированной серной кислотой в присутствии катализатора с образованием солей аммония, переведении аммония в аммиак щелочью, перегонке и титровании освободившегося аммиака, расчете содержания азота в анализируемой пробе.

6.11.1 Отбор проб — по 6.1.

6.11.2 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.11.3 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.11.4 Средства измерений, вспомогательное оборудование и устройства, посуда и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Комплект оборудования для проведения полного аналитического цикла определения азота (озоления, перегонки, титрования) методом Кьельдаля.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Цилиндры 1—50(100)—1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—50(100, 250) ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 1—2—50 по ГОСТ 29169.

Вещества, предотвращающие выбрасывание жидкости (кусочки фарфора, стеклянные бусинки).

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ρ_{20} = 1,84 г/см^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, х. ч.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, х. ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Сахароза по ГОСТ 5833, х. ч.

Метиловый красный (индикатор).

Метиленовый голубой (индикатор).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.11.5 Подготовка к анализу

6.11.5.1 Раствор серной кислоты молярной концентрации с ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 готовят из раствора молярной концентрации с ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.1) разбавлением дистиллированной водой в два раза.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.11.5.2 Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации *с* (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 25794.1 (пункт 2.2).

Раствор используют свежеприготовленный.

6.11.5.3 Смешанный индикатор метиловый красный метиленовый голубой готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 3, пункт 4)

Хранят индикатор в темной склянке при температуре (20 ± 2) °С — не более 6 мес.

6.11.5.4 Раствор борной кислоты массовой долей 4 % готовят растворением 4 г борной кислоты в небольшом количестве теплой воды при нагревании, переносят в колбу вместимостью 100 см^3 и после охлаждения доводят объем дистиллированной водой до метки.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.11.5.5 Перед проведением анализа должны быть соблюдены требования ГОСТ 26889 (пункты 6.1, 6.3). Все реактивы должны быть свободны от азотистых соединений.

6.11.6 Массовую долю азота в пищевой ксантановой камеди определяют методом Кьельдаля с соблюдением ГОСТ 26889.

6.11.6.1 Разрушение органического вещества

Для анализа взвешивают 1 г ксантановой камеди с записью результата до третьего десятичного знака, используют 20 см^3 серной кислоты плотностью ρ_{20} = 1,84 г/см^3 и катализаторы: 10 г порошкообразного сернокислого калия (или безводного сернокислого натрия) и 0,5 г порошкообразной 5-водной сернокислой меди (II).

Нагревание проводят по ГОСТ 26889 (пункт 3.3).

6.11.6.2 Отгонка аммиака и титрование

Минерализат, полученный по 6.11.6.1, разбавляют для полного растворения сульфатов 150 см^3 дистиллированной воды, перемешивают круговыми движениями и оставляют остывать в условиях по 6.2. Добавляют раствор гидроокиси щелочи с соблюдением требований ГОСТ 26889 (пункт 4.2).

При отгонке в серную кислоту в приемную колбу отгонного аппарата пипеткой переносят 50 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации *с* (1/2 H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 и несколько капель смешанного индикатора по 6.11.5.3.

При отгонке в борную кислоту в приемную колбу отгонного аппарата добавляют 100 см^3 борной кислоты и несколько капель смешанного индикатора по 6.11.5.3.

Титрование проводят при соблюдении требований ГОСТ 26889 (пункт 5.1), при этом, если в качестве поглощающей жидкости используется серная кислота, ее избыток в приемной колбе титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 до конечной точки, определяемой по изменению фиолетовой окраски раствора на зеленую, если же в качестве поглощающей жидкости используется борная кислота, аммоний титруют серной кислотой молярной концентрации c (1/2H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 до конца титрования, определенного по изменению зеленой окраски раствора на фиолетовую.

6.11.6.3 Контрольный анализ

Контрольный анализ проводят, используя вместо пробы 2 г сахарозы по ГОСТ 26889 (пункт 6.2).

6.11.7 Обработка результатов

6.11.7.1 Отгонка аммиака в серную кислоту

Если для поглощения аммиака при анализе пробы и контрольном анализе взяты одинаковые объемы серной кислоты, массовую долю азота в анализируемой пробе, X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(V_0 - V_1)\, C_1\, M}{m\, 1000} \cdot 100 \quad , \tag{5}$$

где V_0 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, использованный для титрования при контрольном анализе, см^3;

V_1 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, использованный для титрования при анализе пробы, см^3;

c_1 — молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, использованного для титрования, моль/дм^3;

M — молярная масса азота, г/моль (M = 14 г/моль);

m — масса анализируемой пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_5$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.11.8.1.

6.11.7.2 Отгонка аммиака в борную кислоту

Массовую долю азота в анализируемой пробе, X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V_3 - V_2)\, C_2\, M}{m\, 1000} \cdot 100 \quad , \tag{6}$$

где V_2 — объем серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3, использованный для титрования при контрольном анализе, см^3;

V_3 — объем серной кислоты молярной концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3, использованный для титрования при анализе пробы, см^3;

c_2 — молярная концентрация серной кислоты, использованной для титрования, моль/дм^3;

M — молярная масса азота, г/моль (M = 14 г/моль);

m — масса анализируемой пробы, г;

1000 — коэффициент пересчета см^3 в дм^3.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}_6$, %, округленное до второго десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 6.11.8.1.

6.11.8 Метрологические характеристики метода

6.11.8.1 Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в

условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 0,070 %.

6.11.8.2 Абсолютное значение разности между результатами двух определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 0,100 %.

6.11.8.3 Границы абсолютной погрешности определения массовой доли азота $\Delta_{5(6)}$ = ± 0,07 % при P = 95 %.

6.11.9 Оформление результатов

Результат определения массовой доли азота представляют в виде $(\overline{X_5} \pm \Delta_5)$ % или $(\overline{X_6} \pm \Delta_6)$ %.

6.12 Определение массовой доли этилового и изопропилового спиртов

Массовую долю этилового и изопропилового спиртов определяют методом внутреннего стандарта парофазной газовой хроматографии сложных эфиров, образующихся из этилового и изопропилового спиртов в присутствии нитритов, сравнивая вычисленную сумму приведенных площадей пиков, $P_к^{прив}$, сложных эфиров этилового и изопропилового спиртов для хроматограммы контрольного раствора смеси этилового и изопропилового спиртов и раствора внутреннего стандарта с вычисленной суммой приведенных площадей пиков, $P_а^{прив}$, сложных эфиров этилового и изопропилового спиртов для хроматограммы анализируемой пробы пищевой ксантановой камеди и раствора внутреннего стандарта.

6.12.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,0005 г.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Секундомер по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры от 20 °С до 200 °С с погрешностью ± 2 °С.

Хроматограф газовый, снабженный пламенно-ионизационным детектором и парофазным анализатором.

Детектор пламенно-ионизационный должен обеспечивать предел обнаружения массовой доли этилового и изопропилового спиртов не более 0,01 %.

Виала темного стекла для парофазного анализа с навинчивающейся крышкой и силиконовой септой вместимостью 25 см^3.

Резиновые пробки для виалы.

Шприц медицинский вместимостью 1 см^3.

Иглы инъекционные многократного применения по ГОСТ 25377.

Колонка хроматографическая стеклянная насадочная с внутренним диаметром 4 мм и длиной 90 см.

Носитель для хроматографии Хромпак (фракция 120 — 150 меш) или аналог.

Носитель для хроматографии Порапак (фракция 120 — 150 меш) или аналог.

Насос вакуумный.

Стеклоткань по ГОСТ 10146.

Трубки резиновые по ГОСТ 5496, тип 1.

Сетка капроновая.

Азот газообразный в баллоне по ГОСТ 9293, ос. ч., 1-й сорт.

Водород газообразный в баллоне по ГОСТ 3022, марка А.

Цилиндры 1—10—1, 1—50—1, 1—100—1 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5, 1—2—1—10, 1—2—1—20 по ГОСТ 29227.

Колбы 2—100—2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки П4-20—14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Ацетон по ГОСТ 2768, высшего сорта.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805.

Спирт пропиловый нормальный, массовая доля основного вещества не менее 99,8 %.

Карбамид по ГОСТ 6691, ч. д. а.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, ч. д. а.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, ч. д. а.

Соль поваренная по ГОСТ 13830.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6.12.2 Отбор проб — по 6.1.

6.12.3 Условия проведения анализа — по 6.2.

Условия хроматографирования:

- расход азота через колонку 80 $см^3$/мин;
- расход водорода 30 $см^3$/мин;
- расход воздуха 300 $см^3$/мин;
- температура испарителя 250 °С;
- температура термостата колонок постоянная 150 °С;
- скорость диаграммной ленты 600 мм/ч.

6.12.4 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.12.5 Подготовка к анализу

6.12.5.1 Приготовление раствора щавелевой кислоты

В пробирке вместимостью 20 $см^3$ взвешивают (0,66 ± 0,01) г щавелевой кислоты и растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.12.5.2 Приготовление раствора азотистокислого натрия

В пробирке вместимостью 20 $см^3$ взвешивают (2,50 ± 0,01) г азотистокислого натрия и растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.12.5.3 Приготовление раствора анализируемой пробы

В пробирке вместимостью 20 $см^3$ взвешивают (0,100 ± 0,001) г анализируемой пробы пищевой ксантановой камеди, добавляют 2-3 крупинки поваренной соли и растворяют в 10 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.12.5.4 Приготовление раствора внутреннего стандарта

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ взвешивают (0,0250 ± 0,0005) г спирта пропилового нормального и растворяют в дистиллированной воде, затем доводят объем в колбе до 100 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.12.5.5 Приготовление контрольного раствора смеси этилового и изопропилового спиртов

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ взвешивают (0,0250 ± 0,0005) г этилового спирта, затем добавляют (0,0250 ± 0,0005) г изопропилового спирта и растворяют спирты в дистиллированной воде, затем доводят объем в колбе до 100 $см^3$ дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленный.

6.12.5.6 Подготовка хроматографической колонки

Стеклянную хроматографическую колонку промывают ацетоном, сушат при температуре (105 ± 5) °С в сушильном шкафу и последовательно заполняют носителями для хроматографии: сначала на 75 см длины носителем Порапак, затем на 15 см длины носителем Хромпак. Для заполнения хроматографической колонки один ее конец, который в дальнейшем будет подсоединяться к детектору, закрывают тампоном из стеклоткани, промытой ацетоном, и присоединяют к вакуумному насосу через мелкую капроновую сетку. К другому концу с помощью короткой резиновой трубки подсоединяют стеклянную воронку. Затем включают насос и заполняют колонку носителем, добавляя последний небольшими порциями и постукивая колонку палочкой с резиновым наконечником при постоянно работающем насосе, следя за тем, чтобы носитель заполнял колонку равномерно, без разрывов.

6.12.5.7 Кондиционирование хроматографической колонки

В соответствии с инструкцией по эксплуатации проводят подготовку хроматографа.

Заполненную колонку закрывают тампоном из стеклоткани и помещают в термостат колонок хроматографа, подсоединив к испарителю, но не подсоединяя к детектору. Кондиционирование колонки целесообразно проводить следующим образом. Установив расход азота через колонку (80 ± 5) см^3/мин, выдерживают колонку при температуре (55 ± 5) °С в течение (25 ± 5) мин. Затем постепенно поднимают температуру термостата колонок до (180 ± 1) °С и при этой температуре кондиционируют колонку в течение 3—4 ч. Затем колонку подсоединяют к детектору, устанавливают условия хроматографирования по 6.12.3, выводят хроматограф на рабочий режим и проверяют стабильность нулевой линии на хроматограмме. Если на хроматограмме наблюдаются шумы и дрейф сигнала, отсоединяют колонку от детектора и продолжают кондиционирование при температуре (180 ± 1) °С в течение 1—2 ч. Затем снова подсоединяют колонку к детектору, устанавливают условия хроматографирования по 6.12.3, выводят хроматограф на рабочий режим и проверяют стабильность нулевой линии на хроматограмме. Кондиционирование продолжают до тех пор, пока на хроматограмме не исчезнут шумы и дрейф сигнала.

6.12.6 Проведение анализа

6.12.6.1 Проведение анализа с контрольным раствором смеси этилового и изопропилового спиртов

В виалу темного стекла вместимостью 25 см^3 помещают (0,2000 ± 0,0005) г карбамида, продувают виалу азотом в течение 5 мин, добавляют пипеткой 1 см^3 раствора щавелевой кислоты по 6.12.5.1, закрывают резиновой пробкой и взбалтывают. Затем добавляют в виалу шприцем через резиновую пробку 1 см^3 контрольного раствора смеси этилового и изопропилового спиртов по 6.12.5.5 и 1 см^3 раствора внутреннего стандарта по 6.12.5.4. Сразу после этого включают секундомер (t = 0). Взбалтывают содержимое виалы и закручивают навинчивающейся крышкой, проложив силиконовую септу. Продолжают взбалтывание до показаний секундомера 30 с. При показаниях секундомера 45 с вводят в виалу шприцем через септу 0,5 см^3 раствора натрия азотистокислого по 6.12.5.2. Затем взбалтывают содержимое виалы до показаний секундомера 70 с. При показаниях секундомера 150 с отбирают шприцем через септу 1 см^3 паровой фазы над жидкостью и вводят в испаритель хроматографа. В соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа проводят хроматографирование в условиях по 6.12.3 и регистрируют хроматограмму.

6.12.6.2 Проведение анализа с раствором анализируемой пробы

В виалу темного стекла вместимостью 25 см^3 помещают (0,2000 ± 0,0005) г карбамида, продувают виалу азотом в течение 5 мин, добавляют пипеткой 1 см^3 раствора щавелевой кислоты по 6.12.5.1, закрывают резиновой пробкой и взбалтывают. Затем добавляют в виалу шприцем через резиновую пробку 1 см^3 раствора анализируемой пробы по 6.12.5.3 и 1 см^3 раствора внутреннего стандарта по 6.12.5.4. Сразу после этого включают секундомер (t = 0). Взбалтывают содержимое виалы и закручивают навинчивающейся крышкой, проложив силиконовую септу. Продолжают взбалтывание до показаний секундомера 30 с. При показаниях секундомера 45 с вводят в виалу шприцем через септу 0,5 см^3 раствора натрия азотистокислого по 6.12.5.2. Затем взбалтывают содержимое виалы до показаний секундомера 70 с. При показаниях секундомера 150 с отбирают шприцем через септу 1 см^3 паровой фазы над жидкостью и вводят в испаритель хроматографа. В соответствии с инструкцией по эксплуатации хроматографа проводят хроматографирование в условиях по 6.12.3 и регистрируют хроматограмму.

6.12.6.3 Сравнивают хроматограммы, полученные по 6.12.6.1 (с контрольным раствором смеси спиртов) и по 6.12.6.2 (с раствором анализируемой пробы). При обнаружении на хроматограмме раствора анализируемой пробы пиков, совпадающих по времени удерживания с пиками этилового или изопропилового спиртов на хроматограмме контрольного раствора смеси спиртов делают вывод о присутствии данных спиртов в анализируемой пробе.

6.12.7 Обработка результатов

С помощью программ обработки хроматографических данных с применением компьютера, подключенного к хроматографу, или вручную вычисляют площади пиков сложных эфиров внутреннего стандарта, этилового и изопропилового спиртов на хроматограмме контрольного раствора сложных эфиров смеси спиртов и хроматограмме анализируемой пробы пищевой ксантановой камеди.

Вычисляют сумму приведенных площадей пиков $P_к^{прив}$ сложных эфиров этилового и

изопропилового спиртов для хроматограммы контрольного раствора сложных эфиров смеси спиртов по формуле

$$P_{к}^{прив} = \frac{P_{к}^{э} + P_{к}^{и}}{P_{к}^{вн.ст}}, \quad (7)$$

где $P_{к}^{э}$ — площадь пика сложного эфира этилового спирта на хроматограмме контрольного раствора;

$P_{к}^{и}$ — площадь пика сложного эфира изопропилового спирта на хроматограмме контрольного раствора;

$P_{к}^{вн.ст}$ — площадь пика сложного эфира внутреннего стандарта на хроматограмме контрольного раствора.

Вычисляют сумму приведенных площадей пиков $P_{а}^{прив}$ сложных эфиров этилового и изопропилового спиртов для хроматограммы анализируемой пробы пищевой ксантановой камеди по формуле

$$P_{а}^{прив} = \frac{P_{а}^{э} + P_{а}^{и}}{P_{а}^{вн.ст}}, \quad (8)$$

где $P_{а}^{э}$ — площадь пика сложного эфира этилового спирта на хроматограмме анализируемой пробы;

$P_{а}^{и}$ — площадь пика сложного эфира изопропилового спирта на хроматограмме анализируемой пробы;

$P_{а}^{вн.ст}$ — площадь пика сложного эфира внутреннего стандарта на хроматограмме анализируемой пробы.

Сравнивают числовые значения, полученные по формулам (7) и (8).

Массовая доля этилового или изопропилового спиртов или суммарно в анализируемой пробе пищевой ксантановой камеди составляет не более 0,05 %, если $P_{а}^{прив}$ не больше $P_{к}^{прив}$.

6.12.8 Оформление результатов

Результат анализа представляют в виде ($X_7 \leq 0{,}05$) % при $P_{а}^{прив} \leq P_{к}^{прив}$.

6.13 Определение токсичных элементов

6.13.1 Отбор проб — по 6.1.

6.13.2 Условия проведения анализа — по 6.2.

6.13.3 Требования к квалификации оператора — по 6.3.

6.13.4 Массовую долю свинца определяют по ГОСТ 26932 или ГОСТ 30178.

6.14 Определение остаточного содержания микроорганизмов *Xanthomonas campestris*

6.14.1 Отбор проб для микробиологических анализов — по ГОСТ 31904.

6.14.2 Подготовка проб — по ГОСТ 26669.

6.14.3 Культивирование и определение наиболее вероятного числа микроорганизмов *Xanthomonas campestris* в 1 г пищевой ксантановой камеди — по ГОСТ 26670.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Пищевую ксантановую камедь перевозят в крытых транспортных средствах всеми видами транспорта в соответствии с правилами транспортирования грузов, действующими на соответствующих видах транспорта.

7.2 Пищевую ксантановую камедь хранят в упаковке изготовителя при температуре от 0 °С до 25 °С и относительной влажности воздуха не более 80 % в крытых складских помещениях.

7.3 Срок годности пищевой ксантановой камеди устанавливает изготовитель.

Библиография

[1] ТР ТС 029/2012 Технический регламент Таможенного союза «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств»

[2] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»

[3] ТР ТС 005/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности упаковки»

[4] ТР ТС 022/2011 Технический регламент Таможенного союза «Пищевая продукция в части ее маркировки»

[5] ИСО 2859-1:1999 Процедуры выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

УДК 663.05:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, пищевая ксантановая камедь, Е415

Редактор *А.Э. Попова*

Корректор *Л.В. Коретникова*

Компьютерная вёрстка *П.К. Одинцова*

Подписано в печать 09.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 3,72. Тираж 41 экз. Зак. 3884.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru