ГОСТ 25268—82

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КСИЛИТА И СОРБИТА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.143/049:006.354 Группа Н49

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения ксилита и сорбита

ГОСТ 25268—82

Confectionary.
Methods for determination of xylite and sorbite content

МКС 67.180.10
ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 мая 1982 г. № 2032 дата введения установлена

с 01.01.84

Настоящий стандарт распространяется на диабетические кондитерские изделия и устанавливает методы определения ксилита и сорбита.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5904—82.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КСИЛИТА И СОРБИТА

2.1. Сущность методов

Метод определения суммы сорбита, ксилита и общего сахара основан на колориметрировании образовавшегося иона Cr^{+2} после окисления их сернокислым раствором двухромовокислого калия.

Метод определения сорбита основан на определении разницы между оптической активностью исследуемого раствора с добавлением молибденовокислого аммония в кислой среде и без добавления.

Ксилит определяют расчетным путем по разности между суммой сорбита, ксилита и общего сахара и суммой сорбита и общего сахара.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88* или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Воронки В-56—80 ХС или В-75—110 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические Кн-2—250—34 ТС, Кн-2—500—34 ТС, Кн-2—1000—42 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные отливные 1—100—2, 1—250—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400—75.

Пестики 1 или 2, или 3 по ГОСТ 9147—80.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227—91.

Плитка электрическая.

Сахариметр типов СУ-3, СУ-4.

Стаканы В-1—50 ТС, В-1—100 ТС, В-1—600 ТС, В-1—1000 ТС по ГОСТ 25336—82.

Ступка 4 или 5, или 6 по ГОСТ 9147—80.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (сентябрь 2012 г.) с Изменением № 1, утвержденным в мае 1988 г. (ИУС 8—88).

© Издательство стандартов, 1982
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2012

Термометр ГОСТ 28498—90 или другие термометры, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Фотоэлектроколориметр, обеспечивающий измерения в интервалах длин волн 315—630 нм с основной погрешностью не более ±1 % (по коэффициенту пропускания) или ±0,01 *D* (по оптической плотности).

Цилиндры отливные 1—25, 1—100, 1—500 или 3—25, 3—100, 3—500 по ГОСТ 1770—74.

Часы песочные на 5, 10 мин.

Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Аммоний молибденовокислый ч., по ГОСТ 3765—78.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий двухромовокислый, ч. д. а. по ГОСТ 4220—75.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а.; раствор концентрации c (KOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. или х. ч.; раствор концентрации c (1/2 H_2SO_4) = = 1 моль/дм^3 (1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.; раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм^3 (1 н.).

Сахароза, х. ч., по ГОСТ 5833—75.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22—94*.

Фенолфталеин спиртовой раствор массовой долей 1 % по ГОСТ 4919.1—77.

Цинк сернокислый, ч., по ГОСТ 4174—77.

Допускается применять импортное оборудование, посуду, реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. *Приготовление сернокислого раствора двухромовокислого калия*

49 г двухромовокислого калия растворяют в 300 см^3 дистиллированной воды при нагревании. Отдельно к 300 см^3 дистиллированной воды осторожно, небольшими порциями, при перемешивании, постепенно приливают 300 см^3 концентрированной серной кислоты и охлаждают. Сначала первый, затем второй растворы осторожно переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3.2. *Приготовление 1 н. раствора серной кислоты*

Мерным цилиндром отмеряют 27,7 см^3 концентрированной серной кислоты относительной плотности 1,84 г/см^3 (для концентрированной серной кислоты другой плотности надо провести перерасчет объема). Осторожно, небольшими порциями приливают ее к 100 см^3 дистиллированной воды и охлаждают. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3.3. *Приготовление реактивов для осаждения мешающих несахаров — по ГОСТ 5903—89.*

2.3.4. *Построение градуировочного графика*

Чистую сахарозу (или сахар-рафинад) предварительно высушивают в эксикаторе в течение 3 сут, затем берут навеску массой 1,0 г с погрешностью не более ±0,001 г, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Раствор содержит 4 мг сахарозы в 1 см^3.

В пять мерных колб вместимостью по 100 см^3 каждая отмеряют мерным цилиндром осторожно по 25 см^3 сернокислого раствора двухромовокислого калия и градуированной пипеткой по 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора сахарозы, что соответствует 8,0; 16,0; 24,0; 32,0; 40,0 мг сахарозы.

Колбы помещают в кипящую баню на 10 мин, затем охлаждают, доводят объем дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и сразу же измеряют величину оптической плотности растворов при красном светофильтре (ФЭК-56, светофильтр № 8, кювета 30 мм; ФЭК-М, светофильтр № 4, кювета 50 мм, первый способ измерения, отсчет оптической плотности по левому барабану).

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенное количество сахарозы в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53396—2009.

Для построения каждой точки графика вычисляют среднее значение оптической плотности трех параллельных определений. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии.

Градуировочный график проверяют один раз в 3 мес, а также при замене реактива или фотоэлектроколориметра.

2.3.5. *Приготовление исследуемого раствора I*

Навеску измельченного исследуемого изделия взвешивают с погрешностью не более ±0,01 г из такого расчета, чтобы в 100 см^3 раствора было около 4 г ксилита, сорбита и сахаров.

Массу навески (m) в граммах вычисляют по формуле

$$m = \frac{4 \cdot V}{p},$$

где V — вместимость мерной колбы, взятой для растворения навески, см^3;

p — предполагаемая суммарная массовая доля ксилита, сорбита и общего сахара в исследуемом изделии, %.

Для мучных диабетических кондитерских изделий навеска берется в два раза меньше из такого расчета, чтобы в 100 см^3 исследуемого раствора было 2 г ксилита, сорбита и общего сахара.

Массу навески (m') в граммах вычисляют по формуле

$$m' = \frac{2V}{p}.$$

Навеску изделия m переносят в стакан и растворяют в дистиллированной воде, нагретой до 60—70 °С.

Если навеска растворяется без остатка, то полученный раствор переносят в мерную колбу, охлаждают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если изделие в своем составе имеет вещества, не растворимые в воде (белки, жиры, пектин, крахмал и т. п.), то навеску из стакана переносят в мерную колбу, смывая нерастворимые частицы в колбу дистиллированной водой примерно до половины объема колбы, колбу помещают в водяную баню, нагретую до 60 °С, на 15 мин, периодически взбалтывая.

Раствор охлаждают, мешающие несахара осаждают и прибавляют к нему 20 см^3 1 н. раствора сернокислого цинка и такой объем 1 н. раствора гидроокиси натрия (или 1 н. раствора гидроокиси калия), который устанавливают отдельным опытом при титровании соответствующего объема раствора сернокислого цинка с фенолфталеином гидроокисью натрия. Введение спиртового раствора фенолфталеина в раствор навески не допускается. Содержимое колбы взбалтывают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу или колбу, которую предварительно два раза ополаскивают небольшой порцией фильтрата. Фильтрат должен быть прозрачным.

Полученный раствор используют для определения суммы ксилита, сорбита и общего сахара, а также для определения сорбита и общего сахара.

2.3.6. *Приготовление исследуемого раствора II*

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 исследуемого раствора I и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Для мучных диабетических кондитерских изделий в мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 исследуемого раствора I и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

2.4. Проведение испытаний

2.4.1. *Определение суммы ксилита, сорбита и общего сахара*

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 мерным цилиндром вносят 25 см^3 сернокислого раствора двухромовокислого калия и пипеткой 5 см^3 исследуемого раствора II. Колбу помещают в кипящую водяную баню на 10 мин, затем содержимое колбы охлаждают, доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и измеряют значение оптической плотности на фотоколориметре.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, определяют сумму ксилита, сорбита и общего сахара a, условно выраженную в миллиграммах сахарозы во взятом для определения объеме исследуемого раствора II.

Массовую долю ксилита, сорбита и общего сахара (M) в процентах, условно выраженную в сахарозе, вычисляют по формуле

$$M = \frac{a \cdot V \cdot V_2 \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot V_3 \cdot 1000},$$

где a — сумма ксилита, сорбита и общего сахара, определенная по градуировочному графику, мг;
V — вместимость мерной колбы, взятой для приготовления исследуемого раствора I, см^3;
V_1 — объем исследуемого раствора I, взятый для приготовления исследуемого раствора II, см^3;
V_2 — вместимость мерной колбы, используемой для приготовления исследуемого раствора II, см^3;
V_3 — объем исследуемого раствора II, взятый для испытания, см^3;
m — масса навески изделия, г;
1000 — коэффициент пересчета граммов в миллиграммы.

Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,7 % — в одной лаборатории и 1,0 % — в разных лабораториях.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 1,4 % ($P = 0,95$).

2.4.2. *Определение сорбита*

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 50 см^3 исследуемого раствора I. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и поляриметрируют на сахариметре в стеклянной трубке 200 мм при температуре 20 °С.

Отсчет проводят три раза. Для расчета берут среднеарифметическое значение X.

В другую мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 50 см^3 исследуемого раствора I, прибавляют 4 г молибденовокислого аммония (порошок) и мерным цилиндром 25 см^3 1 н. раствора 1 н. раствора серной кислоты. После полного растворения молибденовокислого аммония объем доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают и сразу поляриметрируют.

Отсчет проводят три раза. Для расчета берут среднеарифметическое значение X_1.

Массовую долю сорбита (M_1) в процентах вычисляют по формуле

$$M_1 = \frac{0,167 \cdot V (X_1 - X) \cdot 100}{m \cdot V_4},$$

где X_1 — показание сахариметра для молибденовокислого раствора;
X — показание сахариметра для водного раствора;
V — вместимость мерной колбы, взятой для приготовления исследуемого раствора I, см^3;
V_4 — объем исследуемого раствора I, взятый для испытания, см^3;
m — масса навески изделия, г;
0,167 — коэффициент для шкалы сахариметра.

Массовую долю сорбита (M_1') в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$M_1' = \frac{M_1 \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги в исследуемом изделии, %.

Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 % — в одной лаборатории и 0,7 % — в разных лабораториях.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 1 % ($P = 0,95$).

2.4.1—2.4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.4.3. Определение общего сахара — по ГОСТ 5903—89.

2.4.4. *Определение ксилита*

Массовую долю ксилита (M_2) в процентах, выраженную в сахарозе, определяют расчетным путем по разности между массовой долей ксилита, сорбита и общего сахара, выраженной в сахарозе, и массовой долей общего сахара и сорбита, также выраженных в сахарозе по формуле

$$M_2 = \frac{M - (M_3K_1 + M_1K_2)}{K_3},$$

где M — массовая доля ксилита, сорбита и общего сахара, выраженная в сахарозе, %;

M_3 — массовая доля общего сахара, выраженная в инвертном сахаре, %;

M_1 — массовая доля сорбита, %;

K_1, K_2, K_3 — соответственно коэффициенты условного пересчета общего сахара (K_1), сорбита (K_2) и ксилита (K_3) в сахарозу при $K_1 = 0{,}975$; $K_2 = 0{,}96$; $K_3 = 1{,}03$.

Массовую долю ксилита (M_2') в процентах в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$M_2' = \frac{M_2 \cdot 100}{100 - W},$$

где W — массовая доля влаги в исследуемом изделии, %.

Результаты параллельных определений вычисляют до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 1,2 % — в одной лаборатории и 2,5 % — в разных лабораториях.

Предел допускаемых значений погрешности измерения 2,4 % ($P = 0{,}95$).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru