МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
26176—
2019**

КОРМА, КОМБИКОРМА

Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 августа 2019 г. № 489-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 26176—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 26176—91

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

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 Требования безопасности 2
4 Условия проведения испытаний 3
5 Требования к квалификации оператора 3
6 Отбор проб 3
7 Подготовка проб 3
8 Метод определения массовых долей растворимых и легкогидролизуемых углеводов с антроновым реактивом 3
9 Метод определения массовой доли растворимых углеводов по Бертрану (контрольный метод) . . . 8

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 26176—2019 Корма, комбикорма. Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

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

КОРМА, КОМБИКОРМА

Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов

Fodders, mixed feeds.
Methods for determination of soluble and hydrolysable carbohydrates

Дата введения — 2020—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов растительного происхождения, комбикорма, кормовые смеси, концентраты и др. и устанавливает методы определения растворимых (сахаров) и легкогидролизуемых (крахмала) углеводов с антроновым реактивом и растворимых углеводов по Бертрану.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

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

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

ГОСТ 1027 Реактивы. Свинец (II) уксуснокислый 3-водный. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

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

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4174 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4207 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5823 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 5955 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6038 Реактивы. D-глюкоза. Технические условия

ГОСТ 6344 Реактивы. Тиомочевина. Технические условия

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

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

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

ГОСТ 27262** Корма растительного происхождения. Методы отбора проб

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Требования безопасности

3.1 При выполнении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, электробезопасности при работе с электроприборами — по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0, требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

3.2 Работу с химическими реактивами проводят в вытяжном шкафу.

3.3 Помещение, в котором проводят выполнение испытаний, должно быть оснащено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.4 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

** Не действует в Российской Федерации.

4 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего инструктажи на рабочем месте по электробезопасности, противопожарной безопасности, освоившего метод в процессе обучения и выполнившего нормативы оперативного контроля.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ISO 6497, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 27262.

7 Подготовка проб

Подготовка проб — по ГОСТ ISO 6498.

Подготовленные пробы хранят в стеклянных или пластмассовых емкостях с крышками в сухом месте.

8 Метод определения массовых долей растворимых и легкогидролизуемых углеводов с антроновым реактивом

8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в экстракции из навески кормов дистиллированной водой при температуре 50 °С — 60 °С растворимых углеводов (сахаров), последующем гидролизе 1 %-ным раствором серной кислоты легкогидролизуемых углеводов (крахмала) в остатке, дегидратации сахаров экстракта и гидролизата, окрашивании растворов антроновым реактивом и фотометрическом определении оптической плотности растворов.

8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г и ± 0,001 г.

Фотоэлектроколориметр, обеспечивающий измерения оптической плотности при длине волны 625 нм в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10 или 20 мм.

Шкаф сушильный вентилируемый, обеспечивающий поддержание температуры 40 °С с погрешностью ± 2 °С.

Аппарат для встряхивания жидкостей.

Гомогенизатор.

Электроплита бытовая по ГОСТ 14919.

Баня водяная.

Штативы металлические с гнездами для пробирок.

Пробирки П4—25—14/23 ХС по ГОСТ 25336 с пришлифованными пробками.

Стакан В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100(1000)—2 по ГОСТ 1770 с пришлифованными пробками.

Воронка Бюхнера № 1(2, 3) по ГОСТ 9147.

Колба с тубусом 1(2)—1000 по ГОСТ 25336.

Воронки В-75—110(140) ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(2)—100(250, 500, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 1—100(140, 190, 250) по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-2—250—19/26(24/29, 29/32) ТХС по ГОСТ 25336.

Промывалка лабораторная стеклянная или полиэтиленовая.
Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.
Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)—1(1а, 2, 2а)—2—1(2, 5, 10, 20, 25) по ГОСТ 29227.
Палочки стеклянные длиной 18—20 см.
Дозаторы вместимостью 10 см с погрешностью не более 1 %.
Бумага фильтровальная лабораторная марки ФОБ по ГОСТ 12026.
Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, ч. д. а.
Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, ч. д. а.
Антрон с содержанием основного вещества не менее 98,00 %.
Тиомочевина по ГОСТ 6344, ч. д. а.
Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.
D-глюкоза по ГОСТ 6038, ч.
Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, ч. д. а.
Толуол по ГОСТ 5789.
Бензол по ГОСТ 5955.
Эфир петролейный, фракция с температурой кипения 40 °С — 70 °С или 70 °С —100 °С.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной квалификации.

8.3 Подготовка реактивов и растворов

8.3.1 Перекристаллизация антрона

Перекристаллизацию антрона проводят в вытяжном шкафу.

10 г антрона, взвешенного с погрешностью не более 0,05 г, растворяют в 90 $см^3$ горячего бензола и к полученному прозрачному раствору, окрашенному в коричневый цвет, прибавляют медленно по каплям при перемешивании 30 $см^3$ холодного петролейного эфира. Выпавшие кристаллы (от желтого до светло-зеленого цвета) отфильтровывают на воронке Бюхнера через фильтр ФОБ и высушивают в слоях фильтра до исчезновения запаха, а затем в сушильном шкафу при температуре не более 40 °С до постоянной массы. Если при растворении антрона в бензоле получают мутный раствор, то антрон для работы не пригоден.

Перекристаллизованный антрон хранят в холодильнике при температуре от 5 °С до 10 °С в емкости из темного стекла неограниченно.

8.3.2 Приготовление антронового реактива

Для приготовления антронового реактива готовят растворы № 1 и № 2.

Раствор № 1: в термостойкой посуде смешивают 330 $см^3$ дистиллированной воды с 660 $см^3$ концентрированной серной кислоты, вливая постепенно кислоту в воду. Раствор охлаждают.

Раствор № 2: растворяют в 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты 1 г тиомочевины и затем 1 г перекристаллизованного антрона, взвешенных с точностью до 0,01 г. Раствор охлаждают.

Растворы № 1 и № 2 сливают вместе, тщательно перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Полученный прозрачный желто-зеленый раствор переливают в темную склянку и хранят не более двух недель в холодильнике.

8.3.3 Приготовление осветляющих растворов

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды 300 г сернокислого цинка или 230 г уксуснокислого цинка, взвешенных с точностью до 0,05 г, и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды 150 г железистосинеродистого калия, взвешенного с точностью до 0,05 г и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

8.3.4 Приготовление раствора серной кислоты массовой концентрации 1 %

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ смешивают 5,6 $см^3$ концентрированной серной кислоты с дистиллированной водой, вливая кислоту в воду. Раствор охлаждают и доводят объем раствора в колбе дистиллированной водой до метки.

8.3.5 Приготовление основного раствора глюкозы массовой концентрации 0,3 мг/см^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в небольшом количестве дистиллированной воды, предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С, растворяют 0,3 г глюкозы и доводят объем раствора в колбе такой же водой до метки. В раствор добавляют несколько капель толуола.

Раствор хранят в холодильнике не более одной недели.

8.3.6 Приготовление градуировочных растворов глюкозы

В шесть мерных колб вместимостью 100 см^3 вносят основной раствор глюкозы в объемах, указанных в таблице 1, доводят объем растворов дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Объем основного раствора глюкозы, см^3	Масса глюкозы в 2 см^3 градуировочного раствора, мг
0	0
5	0,03
10	0,06
15	0,09
20	0,12
25	0,15

8.4 Проведение испытания

8.4.1 Получение экстрактов растворимых углеводов

При наличии гомогенизатора навеску испытуемой пробы массой от 0,4 до 0,6 г, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в стеклянный стакан вместимостью 250 см^3 с метками на 50 и 60 см^3 и добавляют 60 см^3 дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С и гомогенизируют в течение 2 мин при 3000 мин$^{-1}$. После гомогенизации мешалку гомогенизатора обмывают дистиллированной водой в тот же стакан.

При отсутствии гомогенизатора навеску испытуемой пробы массой от 0,4 до 0,6 г, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 60 см^3 дистиллированной воды, нагретой до 60 °С, и перемешивают на аппарате для встряхивания жидкостей с частотой встряхивания 200 колебаний в минуту в течение 15—20 мин.

Раствор фильтруют через стеклянную воронку с бумажным фильтром в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок количественно переносят на фильтр и промывают небольшим количеством дистиллированной воды. После охлаждения раствор доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Получают исходный неосветленный экстракт растворимых углеводов.

Полученный экстракт хранят в холодильнике не более 1 сут.

8.4.2 Получение гидролизатов легкогидролизуемых углеводов

После удаления растворимых углеводов осадок с фильтра тщательно смывают с помощью промывалки 1 %-ным раствором серной кислоты, подогретым до 70 °С —80 °С, в тот же стакан, где проводилась гомогенизация. Общий объем в стакане доводят 1 %-ным раствором серной кислоты до метки 50 см^3 и кипятят содержимое стакана в течение 5 мин при периодическом перемешивании стеклянной палочкой. Затем содержимое стакана в горячем состоянии фильтруют через стеклянную воронку с бумажным фильтром в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Стакан и осадок на фильтре промывают дистиллированной водой. После охлаждения фильтрата объем в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Получают неосветленный гидролизат легкогидролизуемых углеводов.

Полученный гидролизат хранят в холодильнике не более 1 сут.

8.4.3 Осветление растворов

Для осветления растворов в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают в зависимости от содержания углеводов в испытуемой пробе 5—10 см^3 из экстракта концентратов, сочных или грубых кормов, 1—2 см^3 — из экстракта свеклы, 5—20 см^3 — из гидролизата сочных, грубых кормов и 1—5 см^3 — из гидролизата концентратов. Приливают дистиллированную воду до заполнения около

2/3 объема колбы. Затем в эти же колбы добавляют по 2 см^3 растворов сернокислого или уксуснокислого цинка и раствора железистосинеродистого калия. Растворы с выпавшим аморфным осадком доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 20 мин при периодическом перемешивании. Растворы фильтруют через бумажный фильтр в сухие конические колбы вместимостью 100 см^3, отбрасывая первые порции фильтрата. При испытании пробы, содержащей небольшое количество углеводов, осветление проводят непосредственно после экстракции и гидролиза, добавляя осветляющие растворы в колбы с исходным раствором. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Осветленные растворы хранят в холодильнике не более 1 сут.

8.4.4 Окрашивание растворов и измерение их оптической плотности

Окрашивание осветленных растворов экстракта и гидролизата, а также градуировочных растворов проводят в термостойких пробирках с пришлифованными пробками.

В пробирки дозатором, шприцем или пипеткой с резиновым баллончиком вливают 10 см^3 антронового реактива. Затем в одну серию пробирок вносят по 2 см^3 осветленных растворов экстракта, в другую — гидролизата и в третью — градуировочных растворов глюкозы. Пробирки закрывают пришлифованными пробками и содержимое тщательно встряхивают. Растворы должны быть прозрачными. Если раствор мутный, то повторяют окрашивание, используя 15 см^3 антронового реактива. Затем пробирки открывают и помещают в кипящую водяную баню, устанавливая штатив с пробирками так, чтобы его дно не касалось дна бани. При нагревании следят, чтобы в пробирки не попала вода. При нагревании появляется голубовато-зеленое или зеленое окрашивание. Через 20 мин пробирки вынимают из бани, охлаждают в водопроводной воде и через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов относительно нулевого градуировочного раствора при длине волны 625 нм (красный светофильтр), используя кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм.

Содержание углеводов в испытуемой пробе определяют по градуировочному графику, построенному по результатам измерения оптической плотности градуировочных растворов глюкозы. Для построения градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массу глюкозы в миллиграммах, содержащуюся в 2 см^3 растворов сравнения, на оси ординат — соответствующую ей оптическую плотность. Измерения проводят в диапазоне оптической плотности 0,10—0,60. Если исходные растворы, приготовленные без разведения, при измерении имеют очень низкую оптическую плотность, испытание повторяют, увеличивая навеску пробы или объем растворов экстракта (гидролизата), используемых для осветления. Если получают высокую оптическую плотность, испытуемые растворы перед окрашиванием разбавляют нулевым раствором.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю растворимых углеводов (сахаров) в анализируемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot V \cdot V_1 \cdot 100}{m_1 \cdot V_2 \cdot 2}, \quad (1)$$

где m — масса глюкозы, содержащаяся в 2 см^3 экстракта, определенная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного неосветленного экстракта, см^3;

V_1 — объем осветленного экстракта, см^3 (100 см^3);

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m_1 — масса навески, мг;

V_2 — объем исходного экстракта, взятого для осветления, см^3;

2 — объем осветленного экстракта, взятого для окрашивания, см^3.

8.5.2 Массовую долю легкогидролизуемых углеводов (крахмала) в испытуемой пробе X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot V \cdot V_1 \cdot 100 \cdot 0{,}9}{m_1 \cdot V_2 \cdot 2}, \quad (2)$$

где m — масса глюкозы, содержащаяся в 2 см^3 гидролизата, определенная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного неосветленного гидролизата, см^3;

V_1 — объем осветленного гидролизата, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

0,9 — коэффициент пересчета массовой доли растворимых углеводов (сахаров) на массовую долю легкогидролизуемых углеводов (крахмала);

m_1 — масса навески, мг;

V_2 — объем исходного гидролизата, взятый на осветление, см^3;

2 — объем осветленного гидролизата, взятый для окрашивания, см^3.

Результаты вычисляют до второго десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

8.6 Контроль точности результатов испытаний

8.6.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, приведенного в таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики определения массовой доли растворимых углеводов (сахаров) и легкогидролизуемых углеводов (крахмала) при доверительной вероятности P = 0,95

В процентах

Наименование показателя	Предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных испытаний) r	Предел воспроизводимости (допускаемое расхождение между результатами испытаний в двух разных лабораториях) R	Границы абсолютной погрешности результатов испытаний ±Δ	Допускаемое отклонение результатов испытаний стандартного образца от его аттестованного значения D
Массовая доля растворимых углеводов (сахаров)	$0,05\overline{X}^{*} + 0,30$	$0,14\overline{\overline{X}}^{**} + 0,75$	$0,08\overline{X}^{*} + 0,44$	$0,10X_{атт} + 0,53$
Массовая доля легкогидролизуемых углеводов (крахмала)	$0,05\overline{X}^{*} + 0,28$	$0,25\overline{\overline{X}}^{**} + 0,66$	$0,15\overline{X}^{*} + 0,39$	$0,19X_{атт} + 0,47$

* $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний.

** $\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение результатов двух испытаний, выполненных в разных лабораториях.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов испытаний.

Допускается проведение испытания без параллельных определений массовой доли растворимых углеводов (сахаров) и легкогидролизуемых углеводов (крахмала) при наличии межгосударственного стандартного образца. Расхождение между среднеарифметическим значением результатов испытаний стандартного образца и его аттестованным значением, указанным в свидетельстве, не должно превышать допускаемого отклонения $\overline{D}$, приведенного в таблице 2.

Контрольные испытания проб испытуемой партии и испытания стандартных образцов проводят в двух параллельных определениях в соответствии с утвержденной нормативно-технической документацией.

8.6.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на

различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности $P = 0,95$, не должно превышать предела воспроизводимости R, приведенного в таблице 2.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.7 Массовую долю растворимых или легкогидролизуемых углеводов в сухом веществе X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (3)$$

где X — массовая доля растворимых или легкогидролизуемых углеводов в испытуемой пробе, %;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

9 Метод определения массовой доли растворимых углеводов по Бертрану (контрольный метод)

9.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в способности редуцирующих сахаров восстанавливать в щелочной среде двухвалентную медь в оксид меди (I), которую окисляют железоаммонийными квасцами с последующим титрованием восстановленного двухвалентного железа раствором марганцовокислого калия.

9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,01 г и ± 0,001 г.

Электроплита по ГОСТ 14919 или горелка газовая.

Баня водяная с термостатом.

Насос водоструйный или электровакуумный с разрежением 13 Па.

Секундомер.

Аппарат для встряхивания жидкостей.

Колба с тубусом 1(2)—1000 по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100(1000)—2 по ГОСТ 1770 с пришлифованными пробками.

Воронки В-75—110(140) ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1(2)—25(50,250)—2 по ГОСТ 1770.

Промывалка лабораторная стеклянная или полиэтиленовая.

Колбы Кн-2—100(250)—19/26(24/29,29/32) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1—1—2—2(5,20)—0,1 по ГОСТ 29251.

Воронка ВФ-1—40(60)—ПОР 40 ТСХ по ГОСТ 25336

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ по ГОСТ 12026.

Гомогенизатор.

Метиловый красный, ч. д. а.

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

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, ч. д. а.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Сульфат железа (III)-аммония (далее квасцы железоаммонийные), х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Калий марганцовокислый, стандарт-титр 0,1 н.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Свинец (II) уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 1027, х. ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной квалификации.

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Растворы реактивов хранят в стеклянной посуде с притертыми пробками или в полиэтиленовых емкостях с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С — 25 °С неограниченное время, если настоящим стандартом не установлены другие требования. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

9.3.2 Приготовление щелочного раствора виннокислого калия-натрия

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в 300—400 см^3 дистиллированной воды 200 г виннокислого калия-натрия и 150 г гидроокиси натрия. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

9.3.3 Приготовление раствора железоаммонийных квасцов

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в 500 см^3 дистиллированной воды 100 г железоаммонийных квасцов, к раствору приливают 109 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и после охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор фильтруют через бумажный фильтр.

9.3.4 Приготовление раствора уксуснокислого свинца

В 1000 см^3 горячей дистиллированной воды растворяют 100 г уксуснокислого свинца и оставляют в темном месте для осветления раствора. Затем раствор фильтруют и хранят в плотно закупоренной стеклянной посуде.

9.3.5 Приготовление раствора соляной кислоты массовой концентрации 20 %

В цилиндре или колбе смешивают концентрированную соляную кислоту с дистиллированной водой в объемном соотношении 1:1. Плотность полученного раствора должна составлять 1,1 г/см^3.

9.3.6 Приготовление насыщенного раствора сернокислого натрия

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в дистиллированной воде 165 г сернокислого натрия, объем раствора в колбе доводят дистиллированной водой до метки.

9.3.7 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3

Содержимое ампулы стандарт-титра марганцовокислого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 в прокипяченной горячей дистиллированной воде. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки прокипяченной дистиллированной водой комнатной температуры.

Раствор хранят в емкости из темного стекла в темном месте.

9.3.8 Приготовление раствора сернокислой меди

В колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в 200 см^3 дистиллированной воды 40 г сернокислой меди, объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. Раствор фильтруют через бумажный фильтр.

9.4 Проведение испытания

9.4.1 Получение экстракта растворимых углеводов

Навеску испытуемой пробы массой около 1 г, взвешенную с точностью до 0,001 г, помещают в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, приливают 60 см^3 предварительно нагретой до 50 °С — 60 °С дистиллированной воды и встряхивают в течение 15—20 мин с частотой встряхивания 200 колебаний в минуту. После охлаждения до комнатной температуры в колбу пипеткой приливают 1,5—3,0 см^3 раствора уксуснокислого свинца. Содержимое колбы тщательно встряхивают, при этом выпадает осадок. Жидкости дают несколько отстояться и для удаления избытка свинца в колбу приливают раствор сернокислого натрия в объеме, в три раза превышающем объем раствора уксуснокислого свинца. Содержимое колбы взбалтывают, дают отстояться и фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Осадок в конической колбе и на фильтре несколько раз промывают небольшим количеством дистиллированной воды. Затем объем раствора в мерной колбе доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Получают экстракт растворимых углеводов.

9.4.2 Проведение кислотного гидролиза

Отбирают пипеткой 15 см^3 экстракта растворимых углеводов и переносят в коническую колбу вместимостью 100 см^3. К экстракту прибавляют 3 см^3 дистиллированной воды, 2 см^3 раствора соляной

кислоты (см. 9.3.5). Колбу помещают на 7 мин в водяную баню при температуре 68 °С — 70 °С. Для контроля одновременно в баню помещают колбу с 20 см^3 воды и термометром. Время нагревания отсчитывают с момента достижения в контрольной колбе температуры 68 °С — 70 °С. Колбу вынимают из бани и охлаждают в водопроводной воде. Содержимое колбы нейтрализуют кислым углекислым натрием по индикатору метиловому красному до перехода красной окраски в желтоватую.

9.4.3 Проведение окислительно-восстановительных реакций

К нейтрализованному экстракту приливают по 20 см^3 раствора сернокислой меди и щелочного раствора виннокислого калия-натрия. Смесь растворов в колбе нагревают на электроплите или газовой горелке до кипения и кипятят 3 мин. При этом выпадает осадок закиси меди, которому дают отстояться. Раствор фильтруют декантацией в горячем состоянии через воронку со стеклянным фильтром, вставленном в колбу с тубусом, при небольшом разрежении, избегая по возможности попадания осадка на фильтр. Осадок в колбе отмывают до исчезновения щелочной реакции промывных вод горячей дистиллированной водой, перенося промывные воды на стеклянный фильтр и следя за тем, чтобы над осадком был постоянно слой воды. Окончив промывание, стеклянный фильтр быстро переносят на другую колбу с тубусом. В колбу с осадком приливают небольшими порциями около 20 см^3 раствора железоаммонийных квасцов для растворения осадка, каждый раз сливая содержимое колбы на стеклянный фильтр. При этом растворяется и та часть осадка, которая попала на стеклянный фильтр. Колбу два раза промывают небольшими порциями горячей дистиллированной воды, которую также сливают на стеклянный фильтр.

Стеклянный фильтр удаляют и горячий раствор в колбе Бунзена титруют раствором марганцовокислого калия до слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 20—30 с.

9.5 Обработка результатов

9.5.1 Массовую долю растворимых углеводов (сахаров) в испытуемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2}, \quad (4)$$

где m_1 — масса глюкозы, содержащаяся в испытуемой части экстракта, взятого для кислотного гидролиза, вычисленная по формуле (5);

V_1 — исходный объем экстракта растворимых углеводов, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески, мг;

V_2 — объем экстракта, взятый для испытания, см^3.

9.5.2 Массу глюкозы, содержащуюся в испытуемой части экстракта, взятого для кислотного гидролиза m_1, мг, вычисляют по формуле

$$m_1 = V \cdot (2{,}98 + 0{,}03 \cdot V), \quad (5)$$

где V — объем раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,02 моль/дм^3, израсходованного на титрование, см^3;

2,98 — коэффициент;

0,03 — коэффициент.

Результаты вычисляют до второго десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

9.6 Контроль точности результатов испытаний

Контроль точности результатов испытаний проводят по 8.6.

9.7 Массовую долю растворимых углеводов в сухом веществе вычисляют по формуле (3).

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: корма, комбикорма, метод, растворимые углеводы, сахара, легкогидролизуемые углеводы, крахмал, антроновый реактив, метод по Бертрану

БЗ 8—2019/131

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 12.08.2019. Подписано в печать 20.08.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru