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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34135— 2017

ИЗДЕЛИЯ КУЛИНАРНЫЕ И ПОЛУФАБРИКАТЫ РУБЛЕНЫЕ МЯСНЫЕ И МЯСОСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения массовой доли хлеба

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В. М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В. М. Горбатова»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2017 г. № 101-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 сентября 2017 г. № 1018-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34135—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 4288—76 в части пунктов 2.8, 2.9 и 2.10

*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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы 3
5 Отбор и подготовка проб 4
6 Качественный метод определения хлеба 4
7 Йодометрический метод определения массовой доли хлеба (контрольный метод) 4
8 Йодометрический метод определения массовой доли хлеба (ускоренный метод) 7
9 Цианидный метод определения массовой доли хлеба 9
10 Метрологические характеристики 11
11 Контроль точности результатов измерений 12
Приложение А (справочное) Пример расчета массовой доли хлеба арбитражным йодометрическим методом 13
Приложение Б (справочное) Пример градуировочного графика для определения массовой доли хлеба 14

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КУЛИНАРНЫЕ И ПОЛУФАБРИКАТЫ РУБЛЕНЫЕ МЯСНЫЕ И МЯСОСОДЕРЖАЩИЕ

Методы определения массовой доли хлеба

Minced meat and meat-containing culinary products and semi-finished products. Methods for determination of bread mass fraction

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на рубленые мясные и мясосодержащие кулинарные изделия и полуфабрикаты и устанавливает методы определения массовой доли хлеба.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

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

ГОСТ 975—88 Глюкоза кристаллическая гидратная. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ ISO 3696—2013** Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 4025—95 Мясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

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

ГОСТ 4174—77 Реактивы. Цинк сернокислый 7-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4206—75 Реактивы. Калий железосинеродистый. Технические условия

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Издание официальное

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4288—76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ ИСО 5725-2—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

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

ГОСТ 5845—79 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20469—95 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26272—98 Часы электронно-механические кварцевые наручные и карманные. Общие технические условия

ГОСТ 26678—85 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

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 Требования безопасности

3.1 Помещение, в котором проводят исследования, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.2 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2—2003 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

3.3 При подготовке и проведении исследований необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

3.4 К выполнению исследований допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже химика-техника, прошедшие обучение методам химического анализа.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Мясорубка механическая по ГОСТ 4025 или электрическая по ГОСТ 20469 с решеткой, диаметр отверстий которой не более 4,5 мм.

Гомогенизатор.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального или высокого класса точности с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г.

Спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны (630 ± 2) нм, или фотоэлектроколориметр со светофильтром, имеющим максимум поглощения при длине волны (630 ± 2) нм, укомплектованный стеклянными кюветами с длиной рабочей грани 5 мм.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (70 ± 2) °С.

Банка стеклянная с крышкой вместимостью 200—400 $см^3$.

Холодильник по ГОСТ 26678.

Часы электронно-механические по ГОСТ 26272.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Колбы 1-100-2 или 2-100-2, 1-250-2 или 2-250-2, 1-1000-2 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы П-1-250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-400-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканы Н-2-100 ТХС, Н-2-150 ТХС, Н-2-250 ТХС, Н-2-400 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки 1-2-1 или 2-2-1; 1-2-2 или 2-2-2; 1-2-10 или 2-2-10, 1-2-20 или 2-2-20; 1-2-25 или 2-2-25 по ГОСТ 29169.

Пипетки 1-1-2-1 или 1-2-2-1, 1-1-2-2 или 1-2-2-2, 1-1-2-10 или 1-2-2-10, 1-1-2-25 или 1-2-2-25 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-10, 1-100, 1-250, 1-1000 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-1-100-29/32 ТС или Кн-2-100-29/32 ТС, Кн-1-250-29/32 ТС или Кн-2-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В-36-80 ХС, В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные.

Пробирки.

Бюретка 1-1-2-25-0,1 или 1-2-2-25-0,1, или 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Сетка асбестовая.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696, степень очистки 1.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, х. ч.

Йод по ГОСТ 4159, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х. ч.

Калий железосинеродистый ГОСТ 4206, х. ч.

Цинк сернокислый 7-водный по ГОСТ 4174, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Глюкоза кристаллическая гидратная по ГОСТ 975.

Метиловый красный, х. ч.

Метиленовый голубой, х. ч.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а.

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

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

Эфир серный, ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

5 Отбор и подготовка проб

5.1 Отбор проб проводят по ГОСТ 4288.

Проба должна быть представительной, без повреждений и изменений качества продукта при транспортировании и хранении.

От представительной пробы отбирают пробу массой не менее 200 г.

5.2 Подготовка проб

Пробы измельчают на гомогенизаторе или дважды пропускают через мясорубку, и тщательно перемешивают.

Подготовленную пробу помещают в воздухонепроницаемый сосуд, закрывают крышкой и хранят в холодильнике при температуре (4 ± 2) °С до окончания анализа.

6 Качественный метод определения хлеба

6.1 Сущность метода

Метод основан на взаимодействии йода с крахмалом с образованием соединения синего цвета.

6.2 Подготовка к анализу

6.2.1 Приготовление раствора Люголя

2 г йодистого калия и 1,27 г йода растворяют в стакане вместимостью 150 см^3 в 100 см^3 дистиллированной воды.

6.3 Проведение анализа

6.3.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 помещают подготовленную пробу массой 5 г, добавляют цилиндром 100 см^3 дистиллированной воды, перемешивают, доводят до кипения и отстаивают 5—10 мин.

6.3.2 1 см^3 отстоявшейся вытяжки помещают в пробирку, добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и две-три капли раствора Люголя.

6.3.3 При наличии в пробе хлеба вытяжка приобретает интенсивный синий цвет, переходящий при избытке раствора Люголя в зеленый.

7 Йодометрический метод определения массовой доли хлеба (контрольный метод)

7.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе крахмала с последующим восстановлением двухвалентной меди, образующейся при гидролизе редуцирующими сахарами. Количество невосстановленной меди определяют йодометрическим титрованием в кислой среде.

7.2 Подготовка к анализу

7.2.1 Приготовление 10 %-ного раствора соляной кислоты

216 см^3 соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) растворяют в 784 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.

7.2.2 Приготовление 25 %-ного раствора серной кислоты

145 см^3 серной кислоты (ρ_{20} = 1,83 г/см^3) растворяют в 855 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.

7.2.3 Приготовление 15 %-ного раствора гидроокиси натрия

15 г гидроокиси натрия растворяют в 85 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

7.2.4 Приготовление 15 %-ного раствора железистосинеродистого калия

15 г железистосинеродистого калия растворяют в 85 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

7.2.5 Приготовление 30 %-ного раствора сернокислого цинка

30 г сернокислого цинка растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

7.2.6 Приготовление насыщенного раствора хлористого натрия

366 г хлористого натрия смешивают с 1000 см^3 дистиллированной воды.

7.2.7 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

7.2.7.1 10 г растворимого крахмала смешивают с 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 940 см^3 кипящего насыщенного раствора хлористого натрия при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин.

Раствор хранят при температуре (3 ± 1) °С не более 3 мес.

7.2.7.2 0,5 г растворимого крахмала смешивают с 5 см^3 дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 100 см^3 кипящей дистиллированной воды при постоянном перемешивании и кипятят 2—3 мин.

Раствор готовят перед использованием.

7.2.8 Приготовление 30 %-ного раствора йодистого калия

30 г йодистого калия растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

7.2.9 Приготовление 0,1 %-ного раствора метилового красного в этиловом спирте

Раствор готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1).

7.2.10 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3) = 0{,}1$ моль/дм^3

7.2.10.1 Раствор тиосульфата натрия готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.2).

Примечание — Допускается приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

7.2.10.2 Определение коэффициента поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм^3 проводят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.3).

7.2.11 Приготовление жидкости Фелинга

7.2.11.1 Жидкость Фелинга состоит из двух растворов: 1 и 2.

7.2.11.2 Приготовление раствора 1

69,3 г перекристаллизованной сернокислой меди растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.2.11.3 Приготовление раствора 2

346 г виннокислого калия-натрия и 100 г гидроокиси натрия растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.2.11.4 Жидкость Фелинга готовят непосредственно перед использованием, смешивая равные объемы растворов 1 и 2.

7.2.12 Приготовление 15 %-ного раствора гидроокиси калия

15 г гидроокиси калия растворяют в 85 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

7.3 Проведение анализа

7.3.1 В стаканчик вместимостью 100 см^3 помещают 5 г подготовленной пробы, взвешенной с точностью до второго десятичного знака после запятой (см. 5.2), приливают 10 см^3 дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой и переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3. Общее количество дистиллированной воды не должно превышать 40 см^3.

7.3.2 В колбу приливают 30—35 см^3 10 %-ного раствора соляной кислоты, присоединяют к холодильнику, ставят на электроплитку и, подложив под колбу асбестовую сетку, кипятят 10 мин, периодически перемешивая.

Затем колбу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

7.3.3 Полученный гидролизат нейтрализуют до слабокислой реакции 15 %-ным раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия, используя в качестве индикатора одну-две капли метилового красного.

7.3.4 Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Для осветления гидролизата и осаждения белков добавляют 3 см^3 15 %-ного раствора железистосинеродистого калия и 3 см^3 30 %-ного раствора сернокислого цинка, доводят объем жидкости дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

7.3.5 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 30 см^3 жидкости Фелинга, 25 см^3 фильтрата, а при контрольном определении 25 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и кипятят на плитке 2 мин.

После кипячения колбу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осесть выпавшей закиси меди.

7.3.6 В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 25 см^3 надосадочной жидкости, последовательно добавляют 10 см^3 30 %-ного раствора йодистого калия и 10 см^3 25 %-ного раствора серной кислоты. Желтовато-коричневый от выделившегося йода раствор сразу титруют 0,1 моль/дм^3 раствором тиосульфата натрия до слабожелтого окрашивания. Затем добавляют 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала и продолжают титрование до полного исчезновения синей окраски раствора.

Также проводят титрование контрольного раствора.

7.4 Обработка результатов

7.4.1 Для определения массовой доли хлеба предварительно вычисляют массовую долю глюкозы, соответствующую точно объему 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия. Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия V, см^3, вычисляют по формуле

$$V = \frac{K \cdot (V_0 - V_1) \cdot 100}{25}, \quad (1)$$

где K — коэффициент поправки к титру 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия с точностью до 0,0001;

V_0 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, см^3;

V_1 — объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

100 — разбавление гидролизата после кипячения, см^3;

25 — объем титруемого раствора, см^3.

Затем определяют соответствующую этому объему массу глюкозы (C) в мг по таблице 1 и выражают в граммах.

Таблица 1

Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса глюкозы, мг	Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса глюкозы, мг	Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3	Масса глюкозы, мг
1	3,2	10	32,3	19	63,3
2	6,3	11	35,7	20	66,9
3	9,4	12	39,0	21	70,7
4	12,6	13	42,4	22	74,5
5	15,9	14	45,8	23	78,5
6	19,2	15	49,3	24	82,6
7	22,4	16	52,8	25	86,6
8	25,6	17	56,3	—	—
9	28,9	18	59,8	—	—

7.4.2 Массовую долю хлеба X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 250 \cdot 100 \cdot 0{,}9 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot 48}, \quad (2)$$

где C — массовая доля глюкозы, соответствующая объему 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, и определенная по таблице 1, г;

250 — объем гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см^3;

100 — объем фильтрата после кипячения с жидкостью Фелинга, см^3;

0,9 — коэффициент пересчета глюкозы на крахмал;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г;

25 — объем фильтрата, взятый для кипячения, см^3;

48 — коэффициент пересчета крахмала на хлеб (учитывает массовую долю углеводов в 100 г хлеба).

Пример расчета массовой доли хлеба (X) приведен в приложении А.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

7.4.3 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если удовлетворяются условия приемлемости.

8 Йодометрический метод определения массовой доли хлеба (ускоренный метод)

8.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе крахмала с последующим измерением интенсивности окраски раствора, образующейся при окислении редуцирующих сахаров щелочным раствором сульфата меди.

8.2 Подготовка к анализу

8.2.1 Приготовление 10 %-ного раствора соляной кислоты

216 см^3 соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) растворяют в 784 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.

8.2.2 Приготовление 15 %-ного раствора гидроокиси натрия

15 г гидроокиси натрия растворяют в 85 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.2.3 Приготовление 15 %-ного раствора железистосинеродистого калия

15 г железистосинеродистого калия растворяют в 85 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.2.4 Приготовление 30 %-ного раствора сернокислого цинка

30 г сернокислого цинка растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.2.5 Приготовление насыщенного раствора хлористого натрия

366 г хлористого натрия смешивают с 1000 см^3 дистиллированной воды.

8.2.6 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

10 г растворимого крахмала смешивают с 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 940 см^3 кипящего насыщенного раствора хлористого натрия при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин.

Раствор хранят при температуре (3 ± 1) °С не более 3 мес.

8.2.7 Приготовление 0,1 %-ного раствора метилового красного в этиловом спирте

Раствор готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1).

8.2.8 Приготовление жидкости Фелинга

Жидкость Фелинга готовят в соответствии с 7.2.11.

8.2.9 Приготовление 15 %-ного раствора гидроокиси калия

15 г гидроокиси калия растворяют в 85 см^3 дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

8.2.10 Приготовление основного раствора глюкозы

5 г глюкозы высушивают в сушильном шкафу при температуре 70 °С до постоянной массы.

1 г глюкозы растворяют в дистиллированной воде, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

8.2.11 Приготовление стандартных растворов глюкозы

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят пипеткой 10, 20 и 30 см^3 основного раствора глюкозы, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученные стандартные растворы содержат 0,1, 0,2 и 0,3 г глюкозы соответственно.

8.3 Построение градуировочного графика

8.3.1 В мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят по 30 см^3 жидкости Фелинга и по 25 см^3 каждого стандартного раствора глюкозы (для приготовления контрольного раствора — 25 см^3 дистиллированной воды) и кипятят на плитке 2 мин. После кипячения колбу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осесть выпавшей закиси меди.

8.3.2 Измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (630 ± 2) нм в стеклянной кювете с длиной рабочей грани 5 мм относительно контрольного раствора, используя спектрофотометр или фотоэлектроколориметре.

8.3.3 По полученным средним данным измерений из трех стандартных растворов строят градуировочный график, откладывая измеренные значения оптической плотности по оси ординат против соответствующих концентраций стандартных растворов глюкозы по оси абсцисс и проводя прямую линию через отложенные точки.

Пример градуировочного графика приведен в приложении Б.

8.4 Проведение анализа

8.4.1 Гидролиз пробы проводят по 7.3.1, 7.3.2.

8.4.2 Полученный гидролизат нейтрализуют до слабокислой реакции 15 %-ным раствором гидроокиси натрия или гидроокиси калия, используя в качестве индикатора одну-две капли метилового красного.

8.4.3 Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Для осветления гидролизата и осаждения белков добавляют 3 см^3 15 %-ного раствора железистосинеродистого калия и 3 см^3 30 %-ного раствора сернокислого цинка, доводят объем жидкости дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

8.4.4 В мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 30 см^3 жидкости Фелинга, 25 см^3 фильтрата, а при контрольном определении 25 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и кипятят на плитке 2 мин.

После кипячения колбу охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешивают и дают осесть выпавшей закиси меди.

8.4.5 Полученный окрашенный раствор осторожно наливают в кювету с длиной рабочей грани 5 мм и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны (630 ± 2) нм относительно контрольного раствора на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю хлеба X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{a \cdot 2{,}5 \cdot 100 \cdot 0{,}9 \cdot 100}{m \cdot 48}, \qquad (3)$$

где a — массовая доля глюкозы, найденная по градуировочному графику в 100 см^3 раствора, г;

2,5 — коэффициент, учитывающий общий объем раствора, см^3;

100 — разбавление фильтрата после кипячения с жидкостью Фелинга, см^3;

0,9 — коэффициент пересчета глюкозы на крахмал;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г;

48 — коэффициент пересчета крахмала на хлеб (учитывает массовую долю углеводов в 100 г хлеба).

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

8.5.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если удовлетворяются условия приемлемости.

9 Цианидный метод определения массовой доли хлеба

9.1 Сущность метода

Метод основан на гидролизе крахмала и последующем восстановлении калия железосинеродистого редуцирующими сахарами гидролизата.

9.2 Подготовка к анализу

9.2.1 Приготовление 10 %-ного раствора соляной кислоты

216 $см^3$ соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 $г/см^3$) растворяют в 784 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.

9.2.2 Приготовление 15 %-ного раствора гидроокиси натрия

15 г гидроокиси натрия растворяют в 85 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

9.2.3 Приготовление 15 %-ного раствора железосинеродистого калия

15 г железосинеродистого калия растворяют в 85 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.

9.2.4 Приготовление 30 %-ного раствора сернокислого цинка

30 г сернокислого цинка растворяют в 70 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 3 мес.

9.2.5 Приготовление жидкости Фелинга

Жидкость Фелинга готовят в соответствии с 7.2.11.

9.2.6 Приготовление 15 %-ного раствора гидроокиси калия

15 г гидроокиси калия растворяют в 85 $см^3$ дистиллированной воды.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

9.2.7 Приготовление 1 %-ного раствора метиленового голубого в этиловом спирте

1 г метиленового голубого растворяют в 100 $см^3$ этилового спирта. Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 6 мес.

9.2.8 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH) = 2,5$ моль/$дм^3$

100 г гидроокиси натрия растворяют в 400—500 $см^3$ дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

9.2.9 Приготовление 0,1 %-ного раствора метилового красного в этиловом спирте

Раствор готовят по ГОСТ 4919.1 (таблица 1).

9.2.10 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/$дм^3$

9.2.10.1 Раствор тиосульфата натрия готовят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.2).

Примечание — Допускается приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$ из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Раствор хранят в склянке из темного стекла при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

9.2.10.2 Определение коэффициента поправки к номинальной концентрации раствора тиосульфата натрия $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/$дм^3$ проводят по ГОСТ 25794.2 (пункт 2.11.3).

9.2.11 Приготовление титрованного 1 %-ного раствора железосинеродистого калия

9.2.11.1 10,5 г железосинеродистого калия растворяют в 100—200 $см^3$ дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор хранят при температуре (20 ± 2) °С не более 1 мес.

9.2.11.2 Коэффициент поправки (K_1) устанавливают следующим образом.

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 наливают 50 см^3 1 %-ного раствора железосинеродистого калия, добавляют 3 г йодистого калия, 1,5 г сернокислого цинка и 1 см^3 1 %-ного раствора крахмала. Смесь взбалтывают и сразу же титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

9.2.11.3 Коэффициент поправки K_1 вычисляют по формуле

$$K_1 = \frac{0{,}03202 \cdot V \cdot K}{0{,}5}, \quad (4)$$

где 0,03202 — количество железосинеродистого калия, эквивалентное 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, г;

V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент поправки к титру 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия;

0,5 — содержание железосинеродистого калия в 50 см^3 1 %-ного раствора, г.

9.2.12 Приготовление насыщенного раствора хлористого натрия

366 г хлористого натрия смешивают с 1000 см^3 дистиллированной воды.

9.2.13 Приготовление 1 %-ного раствора крахмала

10 г растворимого крахмала смешивают с 50 см^3 дистиллированной воды, добавляют эту смесь к 940 см^3 кипящего насыщенного раствора хлористого натрия при постоянном перемешивании и кипятят 3 мин.

Раствор хранят при температуре (3 ± 1) °С не более 3 мес.

9.3 Проведение анализа

9.3.1 Гидролиз пробы проводят по 7.3.1, 7.3.2.

9.3.2 Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3. Для осветления гидролизата и осаждения белков добавляют 3 см^3 15 %-ного раствора железосинеродистого калия и 3 см^3 30 %-ного раствора сернокислого цинка, доводят объем жидкости дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

9.3.3 Ориентировочное титрование

9.3.3.1 В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 1 %-ного титрованного раствора железосинеродистого калия, 2,5 см^3 2,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия и одну каплю метиленового голубого.

9.3.3.2 Содержимое колбы нагревают до кипения. К кипящему раствору непрерывно добавляют из бюретки исследуемый фильтрат до исчезновения синей и появления светло-желтой окраски.

Наиболее точный результат получают, если на титрование кипящего раствора расходуется 5—6 см^3 фильтрата.

9.3.4 Окончательное титрование

9.3.4.1 В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10 см^3 1 %-ного титрованного раствора железосинеродистого калия, 2,5 см^3 2,5 моль/дм^3 раствора гидроокиси натрия, одну каплю метиленового голубого и фильтрат, в объеме, меньшем на 0,2—0,3 см^3 по сравнению с израсходованным на ориентировочное титрование.

9.3.4.2 Содержимое колбы доводят до кипения в течение 1,0—1,5 мин и кипятят ровно 1 мин, не допуская бурного кипения.

9.3.4.3 Слабо кипящий раствор осторожно по одной капле титруют фильтратом из бюретки до полного исчезновения синего окрашивания.

9.4 Обработка результатов

9.4.1 Массовую долю хлеба X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(10{,}06 + 0{,}0175 \cdot V) \cdot K_1 \cdot 250 \cdot 0{,}9 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 10 \cdot 48}, \quad (5)$$

где 10,06 и 0,0175 — поправочные коэффициенты, установленные эмпирически для 10 см^3 1 %-ного раствора железосинеродистого калия;

V — объем фильтрата, израсходованный при окончательном титровании 10 см^3 1 %-ного раствора железосинеродистого калия, см^3;

K_1 — коэффициент поправки на точно 1 %-ный раствор железосинеродистого калия;

250 — разбавление гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см^3;

0,9 — коэффициент пересчета глюкозы на крахмал;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса пробы, г;

10 — объем фильтрата, взятый для кипячения, см^3;

48 — коэффициент пересчета крахмала на хлеб (учитывает массовую долю углеводов в 100 г хлеба).

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

9.4.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака, если удовлетворяются условия приемлемости.

10 Метрологические характеристики

10.1 Точность методов установлена межлабораторными испытаниями, выполненными в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2 и ГОСТ ИСО 5725-6.

10.2 Метрологические характеристики методов при доверительной вероятности P = 0,95 приведены в таблице 2.

Таблица 2

Метод определения массовой доли хлеба	Показатели точности			
	Диапазон измерений массовой доли хлеба, %	Границы относительной погрешности ± δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, %	Предел воспроизводимости R, %
Йодометрический метод (арбитражный)	От 0,6 до 20,0 включ.	15	$0{,}10x_{ср}$	$0{,}25X_{ср}$
	От 20,0 до 40,0 включ.	8	$0{,}05x_{ср}$	$0{,}1X_{ср}$
Йодометрический метод (ускоренный)	От 2,0 до 20,0 включ.	18	$0{,}15x_{ср}$	$0{,}3X_{ср}$
	От 20,0 до 40,0 включ.	10	$0{,}08x_{ср}$	$0{,}15X_{ср}$
Цианидный метод	От 2,0 до 20,0 включ.	20	$0{,}17x_{ср}$	$0{,}35X_{ср}$
	От 20,0 до 40,0 включ.	12	$0{,}10x_{ср}$	$0{,}20X_{ср}$

Примечание — $x_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, %; $X_{ср}$ — среднеарифметическое результатов двух определений, выполненных в разных лабораториях, %.

10.3 Расхождение между результатами двух параллельных измерений, выполненных одним оператором при испытании одной и той же пробы с использованием одних и тех же средств измерений и реактивов, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, значения которого приведены в таблице 2.

$$|x_1 - x_2| \le r, \qquad (6)$$

где x_1 и x_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

r — предел повторяемости, %.

10.4 Расхождение между результатами двух измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R, значения которого приведены в таблице 2.

$$|X_1 - X_2| < R, \quad (7)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений, выполненных в разных лабораториях, %;
R — предел воспроизводимости, %.

10.5 Требования к точности

Для обеспечения относительной погрешности измерений, не превышающей ±0,1 % при взвешивании масс, m (г), в интервалах $0,1 \le m < 1,0$; $1 \le m < 10$; $10 \le m < 100$ и $m > 100$ рекомендуется установить следующие правила записи результатов взвешивания: до третьего десятичного знака после запятой (например, 0,500), до второго десятичного знака после запятой (например, 1,50), до первого десятичного знака после запятой (например, 10,5) и до целых чисел (например, 150), соответственно.

11 Контроль точности результатов измерений

11.1 Контроль стабильности результатов измерений (повторяемости, промежуточной прецизионности и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, по ГОСТ ИСО 5725-6 (подраздел 6.2).

11.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 2.

11.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (R). Значения R приведены в таблице 2.

Приложение А
(справочное)

Пример расчета массовой доли хлеба арбитражным йодометрическим методом

Предполагают, что израсходовано 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия с поправкой K = 0,9550:
на титрование 25 см^3 контрольного раствора — 9,15 см^3 (V_0);
на титрование 25 см^3 анализируемого раствора (при определении хлеба) — 5,65 см^3 (V_1).
Вычисляют массовую долю глюкозы, соответствующую точно 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия.
Вычисляют объем точно 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, V

$$V = \frac{0{,}9550 \cdot (9{,}15 - 5{,}65) \cdot 100}{25} = 13{,}37 \text{ см}^3.$$

Находят соответствующую массу глюкозы (C) по таблице 1 следующим образом:
13,00 см^3 раствора соответствует масса глюкозы 42,4 мг;

$$0{,}37 \text{ см}^3 \text{ раствора} — (3{,}4 \cdot 0{,}37) = 1{,}258,$$

где 3,4 — разность значений массы глюкозы для 13 и 14 см^3 раствора тиосульфата натрия.

$$C = 42{,}4 + 1{,}258 = 43{,}658 \text{ мг} = 0{,}043658 \text{ г}.$$

Вычисляют массовую долю хлеба:

$$X = 0{,}043658 \cdot 375 = 16{,}37 \%.$$

Округляют результат до первого десятичного знака — 16,4 %.

Приложение Б
(справочное)

Пример градуировочного графика для определения массовой доли хлеба

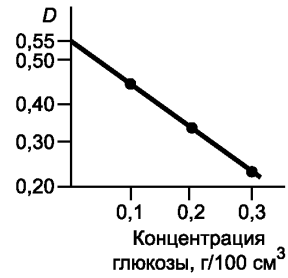

Рисунок Б.1

УДК 637.5.04/.07:006.354 МКС 67.120.10

Ключевые слова: изделия кулинарные, полуфабрикаты, хлеб, качественный метод, йодометрический метод, спектрофотометрический метод, цианидный метод

БЗ 9—2017/197

Редактор *Д.А. Мезанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 07.09.2017. Подписано в печать 03.10.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10. Тираж 32 экз. Зак. 1656.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru