ГОСТ Р 50549—93
(ИСО 5377—81)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ГИДРОЛИЗА КРАХМАЛА

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОССТАНАВЛИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ И ЭКВИВАЛЕНТА ДЕКСТРОЗЫ. МЕТОД ПОСТОЯННОГО ТИТРА ЛЕЙНА И ЭЙНОНА

Издание официальное

БЗ 1—93/11

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

к ГОСТ Р 50549—93 Продукты гидролиза крахмала. Определение восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы. Метод постоянного титра Лейна и Эйнона

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Наименование стандарта на русском языке	декстрозы	глюкозы
на английском языке	Scarch hidrolists.	Starch hidrolysis products.
Раздел 1	декстрозы	глюкозы
Раздел 2	ГОСТ Р 50226—92 Крахмал. Правила приемки и методы анализа.	ГОСТ Р 50226—92 Крахмал. Правила приемки и методы анализа. ГОСТ Р 50546—93 Сироп из глюкозы. Определение содержания сухого вещества с использованием показателя преломления. Рефрактометрический метод.
Пункт 3.2	Декстрозный	Глюкозный
Раздел 4	предписываемого объема контрольной пробы	определенного объема испытуемой пробы
Пункт 5.1.3. Наименование	реактив Фелинга	раствор Фелинга
Пункт 5.2 Перечисление а)	менее бесцветным	более окрашен
	вместимостью 50 мм^3	вместимостью 50 см^3
Пункт 5.3.2	переносят раствор по частям	переносят раствор количественно
Пункт 5.4	$C_{16}H_{18}CeN_3S{\cdot}2H_2O$	$C_{16}H_{18}ClN_3S{\cdot}2H_2O$
Пункт 6.6	Устройство для нагревания, подходящее недающее возможности	Устройство для нагревания, пригодное позволяющее
Пункт 6.7	Секундомер с остановом.	Секундомер.
Пункт 7.1	реактива Фелинга	раствора Фелинга (5.1.3)
Пункт 7.1.1	реактива Фелинга	раствора Фелинга
Пункт 7.1.4. Второй абзац	в перегонную колбу с последующим окислением	в колбу для титрования с последующим ре-окислением
Пункты 7.1.9, 7.1.11	реактива Фелинга	раствора Фелинга
Пункт 7.2.1. Наименование	контрольного опытного	испытуемого
Пункт 7.2.2. Перечисление а)	*контрольного раствора*	*испытуемого раствора*
перечисление б)	контрольный раствор	испытуемый раствор
Подпункт 1	контрольного раствора	испытуемого раствора
подпункт 2	контрольного раствора (2 раза)	испытуемого раствора (2 раза)

Продолжение

В каком месте	Напечатано	Должно быть
подпункт 3	контрольного образца *контрольной пробы* (2 раза)	испытуемого образца *испытуемой пробы* (2 раза)
	контрольного раствора	испытуемого раствора
Пункт 7.2.3. Наименование	Контрольная проба	Испытуемая проба
абзац	Определяют взвешиванием	Взвешивают
	контрольного образца	испытуемого образца
Пункт 7.2.4. Наименование	Контрольный раствор	Испытуемый раствор
абзац	контрольную пробу порциями	испытуемую пробу количественно
Пункт 7.2.5.1	контрольный (проверочный)	испытуемый
Пункт 7.2.5.2	контрольного	испытуемого
Пункт 7.2.5.3	контрольного (2 раза)	испытуемого (2 раза)
Пункт 7.2.5.4	контрольном	испытуемом
Пункт 7.3. Первый абзац	контрольном	испытуемом
перечисление а)	ГОСТ Р 50547	ГОСТ Р50545
перечисление б)	декстрозы ГОСТ Р 50545	глюкозы ГОСТ Р 50547
перечисление в)	ГОСТ Р 50547	ГОСТ Р 50546
Пункт 8.1.2	Декстрозный реактива Фелинга контрольного раствора (2 раза) масса контрольной пробы	Глюкозный раствора Фелинга испытуемого раствора (2 раза) масса испытуемой пробы
	в контрольном образце	в испытуемом образце
Раздел 9. Первый абзац	обстоятельства	факторы
второй абзац	идентификации	идентификации образца
Информационные данные. Пункт 1. Разработчики	Г. А. Глонина, Л. П. Хорева	Г. А. Глонина, Л. Н. Чубарова, Л. П. Хорева
пункт 2. Наименование МС ИСО	декстрозы	глюкозы
пункт. 4. Ссылочные нормативно - технические документы. Графа «Обозначение НТД, на который дана ссылка»	ГОСТ Р 50547—93	ГОСТ Р 50546—93 ГОСТ Р 50547—93
графа «Номер пункта»	2, 5.3	2, 6 2, 7.3

(ИУС № 11—12 1993 г.)

УДК 547.458.67:664.2:006.354 Группа Н49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ГИДРОЛИЗА КРАХМАЛА

Определение восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы. Метод постоянного титра Лейна и Эйнона

Scarch hidrolists Determination of reducing power and dextrose equiwalent Lane and Eynon constant titre method

ГОСТ Р 50549—93 (ИСО 5377—81)

ОКП 91 8821

Дата введения 01.01.94

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод постоянного титра Лейна и Эйнона для определения восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы всех продуктов гидролиза крахмала.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ Р 50547 Глюкоза. Определение потери массы при высушивании. Метод с применением сушильного вакуумного шкафа.

ГОСТ Р 50545 Сиропы глюкозы. Определение сухого вещества с применением вакуумного шкафа.

ГОСТ Р 50226 Крахмал. Правила приемки и методы анализа.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1. Восстанавливающая способность — содержание восстанавливающих сахаров, выраженное как число граммов безводной *D*-глюкозы в пересчете на 100 г образца, определяемое методом, описанным в настоящем стандарте.

3.2. Декстрозный эквивалент — содержание восстанавливающих сахаров, выраженное как число граммов безводной *D*-глюкозы/100г сухого вещества образца, при определении методом, описанным в настоящем стандарте.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Титрование предписываемого объема смешанного реактива Фелинга раствором контрольной пробы при подробно описанных условиях, используя метиленовую синь в качестве внутреннего индикатора.

5. РЕАКТИВЫ

Во время проведения анализов пользоваться реактивами известного аналитического качества и только дистиллированной водой или водой эквивалентной чистоты.

5.1. Маточные растворы Фелинга

Приготовляют следующие растворы, используя оборудование, указанное в разделе 6.

5.1.1. Маточный раствор А:

сульфат меди, пентагидрат ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)	69,3 г
вода	1000,0 см^3

5.1.2. Маточный раствор В:

виннокислый калий-натрий, тетрагидрат ($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4\ H_2O$)	346,0 г
едкий натрий (NaOH)	100,0 г
вода	1000,0 см^3

Перед пользованием декантируют (сливают) чистый раствор от любого осадка, который может образоваться.

5.1.3. Смешанный реактив Фелинга

Переносят в следующем порядке в стеклянную колбу 100 см^3 маточного раствора А и 100 см^3 маточного раствора В. Хорошо перемешивают.

5.2. Безводная *D*-глюкоза, соответствующая следующим требованиям:

а) раствор, содержащий 400 г/дм^3, должен быть свободным от мутности и осадка и должен быть не менее бесцветным чем вода, которую использовали для его приготовления, при осмотре сверху вниз в пробирках Несслера вместимостью 50 мм^3, наполненных до отметки;

б) содержание сульфатированной золы не должно превышать 0,01% (*m*/*m*) при определении методом, описанным в ГОСТ Р 50226, при следующих изменениях:

1) масса контрольной пробы должна быть увеличена до 20 г;

2) во время сжигания следует пользоваться только платиновым сосудом;

3) перед сжиганием и после него должна быть определена масса платинового сосуда с точностью до 0,1 мг;

в) содержание мальтозы и/или изомальтозы не должно превышать 0,1% (*m*/*m*) и не должно обнаруживаться никакого сахара с большей относительной молекулярной массой.

5.3. *D*-глюкоза, стандартный исходный раствор

5.3.1. Методом, описанным в ГОСТ Р 50547, определяют содержание сухого вещества в безводной *D*-глюкозе.

5.3.2. С точностью до 0,1 мг определяют массу безводной *D*-глюкозы, содержащей 0,600 г твердого вещества, растворяют ее в воде, переносят раствор по частям в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до отметки водой и смешивают.

Раствор готовят заново на каждый день пользования.

5.4. Метиленовая синь ($C_{16}H_{18}CeN_3S \cdot 2H_2O$), индикатор, 1 г/дм³ водного раствора.

6. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 6.1—6.7.

6.1. Узкогорлая перегонная колба вместимостью 250 см³.

6.2. Бюретка вместимостью 25 см³ с градуировкой 0,05 см³.

6.3. Пипетки с одной отметкой вместимостью 1 и 25 см³.

6.4. Мерные колбы с одной отметкой вместимостью 100, 500 и 1000 см³.

6.5. Пробирки Несслера вместимостью 50 см³.

6.6. Устройство для нагревания, подходящее для поддержания кипения, согласно требованиям п. 7.1.4, в то же время не дающее возможности наблюдать изменение цвета в конечный момент титрования без обязательного извлечения колбы из этого устройства.

6.7. Секундомер с остановом.

7. ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Примечания:

1. Может быть добавлено вспомогательное средство для кипения (например стеклянный бисер), чтобы не допустить перегревания.

2. Всякий раз прикрывают бюретку от источника тепла.

7.1. Стандартизация смешанного реактива Фелинга

7.1.1. Пользуясь пипеткой, помещают 25,0 см³ реактива Фелинга в чистую, сухую перегонную колбу.

7.1.2. Наполняют бюретку до отметки «0» стандартным исходным раствором *D*-глюкозы.

7.1.3. Сливают из бюретки в перегонную колбу 18 см³ раствора *D*-глюкозы. Взбалтывают круговыми движениями колбу, чтобы смешать содержимое.

7.1.4. Помещают перегонную колбу в прибор для нагревания, предварительно установленный таким образом, чтобы кипение начиналось через (120±15) с, как хронометрировано по секундомеру.

Не регулируйте нагревательный прибор после. Это может привести к тому, что как только начнется кипение, выделение пара интенсивно ускорится и будет продолжаться в течение всего процесса титрования, тем самым препятствуя в максимально возможной степени поступлению воздуха в перегонную колбу с последующим окислением ее содержимого.

7.1.5. Доводят содержимое колбы до кипения и продолжают кипячение в течение 120 с (время устанавливают по секундомеру). К концу этого периода добавляют 1 см³ раствора метиленовой сини. По истечении 120 с начинают добавление в колбу раствора *D*-глюкозы из бюретки долями в 0,5 см³ до тех пор, пока не обесцветится метиленовая синь при продолжении кипения в течение всего процесса титрования.

Замечают общий объем (V, см³) добавленного раствора *D*-глюкозы, включая предпоследнюю долю в 0,5 см³.

Примечание Исчезновение цвета метиленовой сини лучше всего видно при наблюдении за верхними слоями и за мениском содержимого колбы, в которой проводится титрование, так как и то и другое будут относительно свободны от выпавшего красного окисла меди. Исчезновение цвета легче видно при отраженном освещении. В этом случае будет полезен белый экран, установленный за колбой для титрования.

7.1.6. Из бюретки отливают в перегонную колбу равный (V—0,3) см³ объем раствора *D*-глюкозы.

7.1.7. Доводят содержимое колбы до кипения и продолжают кипячение в течение 120 с (время устанавливают по секундомеру). К концу этого периода добавляют 1 см³ раствора метиленовой сини. По истечении 120 с начинают добавлять в колбу раствор *D*-глюкозы из бюретки, первоначально долями по 0,2 см³, а в конце капля по капле до тех пор, пока не обесцветится метиленовая синь при продолжении кипячения в течение всего процесса титрования.

К концу этого действия добавляют последующие доли раствора *D*-глюкозы с интервалами в 10—15 с. Завершают эти добавления за период в 60 с с тем, чтобы общее время кипячения не продолжалось более 180 с.

Чтобы добиться этого, может потребоваться третье титрование с несколько большим, соответствующим образом установленным, первоначальным добавлением раствора *D*-глюкозы.

7.1.8. Замечают использованный объем раствора *D*-глюкозы вплоть до конечной точки последнего титрования.

7.1.9. Существенным является то, что титр (единицы измерения активности препарата) находится между 19,0 и 21,0 см³ раствора *D*-глюкозы. Если он будет находиться вне этих границ, отрегулируйте соответствующим образом концентрацию реактива Фелинга А и повторите процесс стандартизации.

7.1.10. Повторяют все операции, указанные в пп. 7.1.6—7.1.8, и рассчитывают среднее значение из двух титров (V_1, см$_3$).

7.1.11. При повседневной стандартизации смешанного реактива Фелинга при точно известном V_1 потребуется всего одно единственное титрование с начальным добавлением (V_1—0,5) см^3 раствора *D*-глюкозы.

Примечание. Поскольку имеет место субъективный фактор, существенным является то, чтобы каждый оператор при стандартизации титрование выполнял сам и пользовался рассчитанным им самим объемом V_1.

7.2. Определение

7.2.1. Приготовление контрольного опытного образца

Если этот образец является порошкообразной или кристаллической формы, извлекают его из контейнера, разминают всякие комочки, смешивают соответствующим образом и помещают в подходящий герметический контейнер.

Если этот образец является твердым, некристаллической формы, например крахмальный сахар (твердая глюкоза), расплавляют его в закрытом контейнере, погрузив в баню с горячей водой при температуре 60—70°С, затем дают охладиться до температуры окружающего воздуха и встряхивают несколько раз, не вскрывая, чтобы перемешать конденсированную внутри влагу с образцом.

Если образец в жидком состоянии, то его перемешивают взбалтыванием в контейнере после удаления любой пленки, которая может образоваться на его поверхности.

7.2.2. Если содержание восстанавливающего сахара в образце неизвестно, получают приблизительный объем его путем предварительных пробных титрований, в основном, как описано в пп. 7.1.1—7.1.5, но со следующими изменениями:

а) вместо раствора *D*-глюкозы (см. п. 7.1.3) добавляют 10 см^3 контрольного раствора;

б) после предписаний, указанных в п. 7.1.4, проводят следующие операции:

1. Сразу после начала кипения добавляют 1 см^3 раствора метиленовой сини и начинают добавлять из бюретки в колбу контрольный раствор долями по 1,0 см^3 при интервалах приблизительно в 10 с, пока синий цвет метиленового индикатора не исчезнет. Если метиленовая синь обесцветится до добавления какой-нибудь очередной доли в 1,0 см^3 контрольного раствора, снижают концентрацию этого раствора и повторяют титрование.

2. Замечают общий объем контрольного раствора (V', см^3), включая предпоследнюю добавленную долю.

Объем V' не должен быть больше 50 см^3. Если это количество превышается, увеличивают концентрацию контрольного раствора и повторяют титрование.

3. Приблизительную восстанавливающую способность (*ARP*) контрольного образца устанавливают по формуле

$$ARP = \frac{F \cdot 100 \cdot 500}{V' \cdot m_0} = \frac{50000 \cdot F}{V' \cdot m_0} = \frac{300 \cdot V_1}{V' \cdot m_0},$$

где $F = \frac{0{,}6 \cdot V_1}{100} = 0{,}006 \cdot V_1$;

m_0 — масса контрольной пробы в 500 см³ контрольного раствора, г.

Масса контрольной пробы в граммах, которую надлежит взять, составляет $\frac{100 \times 3}{ARP} = \frac{300}{ARP}$

7.2.3. Контрольная проба

Определяют взвешиванием с точностью до 1 мг массу контрольного образца (m, г) с содержанием восстанавливающих сахаров (определяемых как безводная *D*-глюкоза) в количестве 2,85—3,15 г.

7.2.4. Контрольный раствор

Растворяют контрольную пробу в воде, переносят этот раствор порциями в мерную колбу с одной отметкой на объеме 500 см³, добавляют до этой отметки водой и смешивают.

7.2.5. Титрование

7.2.5.1. Повторяют операции, указанные в пп. 7.1.1—7.1.8, используя контрольный (проверочный) раствор вместо раствора *D*-глюкозы.

7.2.5.2. Замечают объем (V_2) контрольного раствора, который потребовался для достижения конечной точки титрования.

7.2.5.3. Существенным является то, что объем V_2 количественно будет находиться между 19,0 и 21,0 см³ контрольного раствора. Если объем V_2 будет за пределами указанных границ, то соответствующим образом точно регулируют концентрацию контрольного раствора и повторяют операции, указанные в пп. 7.2.5.1 и 7.2.5.2.

7.2.5.4. Выполняют два определения на одном и том же контрольном образце.

7.3. Содержание сухого вещества

Содержание сухого вещества (ДМС % (m/m) в контрольном образце определяют:

а) для высушенного сиропа глюкозы по методу, указанному в ГОСТ Р 50547;

б) для декстрозы (безводной и моногидрата) по методу, указанному в ГОСТ Р 50545;

в) для сиропа глюкозы по методу, указанному в ГОСТ Р 50547.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Метод расчета и формулы

8.1.1. Восстанавливающую способность (RP) образца вычисляют по формуле

$$RP=\frac{0{,}600\times V_1}{100}\times\frac{500}{V_2}\times\frac{100}{m}=\frac{300\times V_1}{V_2\times m}.$$

8.1.2. Декстрозный эквивалент (ДЕ) вычисляют по формуле

$$ДЕ=\frac{RP\times 100}{ДМС},$$

где V_1 — объем раствора D-глюкозы, который потребовался при стандартизации смешанного реактива Фелинга, см^3;

V_2 — объем контрольного раствора, использованный при определении, см^3;

m — масса контрольной пробы, использованная для приготовления 500 см^3 контрольного раствора, г;

ДМС — содержание сухого вещества в контрольном образце, выраженное в процентах в пересчете на массу его.

8.1.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений при условии, что требование в отношении повторяемости удовлетворяется.

8.2. Повторяемость

Результаты двух определений, выполненных в быстрой последовательности одним и тем же химиком-аналитиком, не должны различаться более чем на 0,75% их среднего арифметического.

9. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протоколе анализа должны быть указаны метод и полученные результаты. Должны быть приведены все детали, не указанные в настоящем стандарте или необязательные, а также все другие обстоятельства, которые могли повлиять на результаты испытания.

В протокол анализа включают всю информацию, необходимую для полной идентификации.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Техническим комитетом ТК 250 «Крахмал и крахмалопродукты»

РАЗРАБОТЧИКИ:

И. И. Кирюхина, канд. техн. наук; **Г. А. Глонина; Л. П. Хорева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 02.04.93 № 103
Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 5377—81 «Продукты гидролиза крахмала. Определение восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы. Метод постоянного титра Лейна и Эйнона» и полностью ему соответствует

3. Срок проверки — 1998 г., периодичность проверки — 5 лет

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ Р 50226—92	2, 5 2
ГОСТ Р 50545—93	2, 7.3
ГОСТ Р 50547—93	2, 5 3

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб 21 04.93 Подп. к печ. 05 07 93 Усл п. л 0,58 Усл кр-отт. 0,58.
Уч-изд л. 0,55 Тираж 365 экз. С 326.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер, 14.
Тип «Московский печатник». Москва, Лялин пер, 6. Зак 265