Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Метод определения крахмала

Meat products.
Determination of starch content

ГОСТ 29301—92

(ИСО 5554—78)

МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.94

1. НАЗНАЧЕНИЕ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли крахмала в мясных продуктах.

2. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт применяют только при исследовании продуктов, не содержащих других добавок, кроме крахмала, которые приводят к уменьшению глюкозы при гидролизе.

3. ССЫЛКА

ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Массовая доля крахмала в мясных продуктах — массовая доля крахмала, определяемая по методу, изложенному в настоящем стандарте и выраженная в процентах от массы продукта.

5. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Нагревание контрольной пробы в растворе гидроокиси калия и этилового спирта до тех пор, пока полностью не растворятся составные части мяса. Сливание, промывание оставшегося осадка разогретым этиловым спиртом, фильтрация, растворение в соляной кислоте и гидролиз. Титрометрическое определение образовавшейся глюкозы.

6. РЕАКТИВЫ

Все реактивы должны иметь признанные аналитические качества. Используют дистиллированную воду или воду соответствующей чистоты.

6.1. Гидроокись калия, этиловый спирт

Растворить 50 г гидроокиси калия в 800 см^3 95 %-ного раствора (по объему, *V/V*) этилового спирта и довести объем этиловым спиртом до 1000 см^3.

6.2. Этиловый спирт, 80 %-ный раствор (по объему *V/V*).

6.3. Соляная кислота, 1,0 моль/дм^3 раствор (безводный раствор).

6.4. Бромтимол голубой, 10 г/дм^3 95 %-ного раствора (*V/V*) этилового спирта.

gost.e-ecolog.ru

6.5. Гидроокись натрия, 300 г/дм^3 раствора.

6.6. Растворы для осаждения белков.

Раствор 1

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворить в воде 106 г тригидрата гексоцианоферрата (II) калия [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$] и разбавить до метки.

Раствор 2

Растворить 220 г дигидрата ацетата цинка [$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$] в воде, в мерной колбе вместимостью 1000 см^3. Добавить 30 см^3 ледяной уксусной кислоты и разбавить до метки.

6.7. Медный реактив

Приготовить следующие растворы:

раствор А: 25 г пентагидрата сульфата меди (II) ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) в 100 см^3 воды;

раствор В: 144 г карбоната натрия (Na_2CO_3) в 300—400 см^3 воды, разогретой до 50 °С;

раствор С: 50 г гидрата лимонной кислоты ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) в 50 см^3 воды.

Приливать раствор С медленно и аккуратно, непрерывно помешивая, к раствору В. Продолжать помешивать, пока не начнет выделяться углекислый газ.

Затем вливать раствор А в эту смесь, непрерывно помешивая. Дать остыть раствору до комнатной температуры, перелить его в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавить его до метки (1000 см^3), через 24 ч профильтровать.

pH раствора после его разбавления в свежекипяченой и охлажденной воде в соотношении 1:49 должно быть равно (10,0±0,1).

6.8. Индикаторный раствор на крахмал

Смесь 10 г растворимого крахмала, 10 мг йодида ртути (II) (как консерванта) и 30 см^3 кипяченой воды разбавить кипяченой водой до 1 дм^3. Продолжать кипятить в течение 3 мин, затем охладить.

6.9. Тиосульфат натрия, примерно 0,1 моль/дм^3 стандартный титрованный раствор.

6.9.1. Подготовка

Растворить в 1000 см^3 свежекипяченой и охлажденной воды 25 г пентагидрата тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) и добавить 0,2 г децигидрата карбоната натрия ($Na_2CO_3 \cdot 10H_2O$). Дать постоять раствору один день до титрования.

6.9.2. Установка титра

Взвесить 150 г сухого йодата калия, растворить его в 25 см^3 воды и добавить 2 г йодида калия и 10 см^3 раствора соляной кислоты.

Данный раствор титровать раствором тиосульфата, непрыбно помешивая. Когда раствор станет бледно-желтым, добавить 1 см^3 индикаторного раствора на крахмал и продолжать титрование до тех пор, пока исчезнет голубая окраска.

Нормальность раствора тиосульфата натрия (T) вычисляют по формуле

$$T = \frac{6\,n}{214{,}0V},$$

где m — масса йодата калия, мг;

V — объем раствора тиосульфата натрия, добавленного к раствору йодата калия, см^3;

$\frac{214{,}0}{6}$ — условная молекулярная масса йодата калия.

6.10. Йодид калия, 100 г/дм^3 раствора

Растворить 10 г йодида калия в воде и разбавить раствор до 100 см^3. Содержать раствор в темной коричневой посуде.

6.11. Соляная кислота, 25 %-ный (*m/m*) раствор (безводный).

Разбавить 100 см^3 концентрированной безводной соляной кислоты (ρ_{20} 1,19 г/см^3) в 60 см^3 воды.

7. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычное лабораторное оборудование, не отличающееся спецификой, а также указанное в пп. 7.1—7.9.

7.1. Механический измельчитель мяса лабораторных размеров с пластиной, имеющей отверстия диаметром не более 4 мм.

7.2. Водяная баня.

7.3. Рифленая фильтровальная бумага диаметром 15 см (для фильтрации крахмала).
7.4. Асбестовая пластина с круглым отверстием для дна конической колбы.
7.5. Коническая колба вместимостью 250—300 см^3 с коротким горлом и стеклянной пробкой.
7.6. Конденсатор с воздушным охлаждением, оборудованный местом для конической колбы.
7.7. Вспомогательные средства для кипячения (например пемза или стеклярус).
7.8. Бюретка вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 29251.
7.9. pH-метр.

8. ОТБОР ПРОБЫ

8.1. Отобрать пробу продукта не менее 200 г (см. ГОСТ 9792).
8.2. При необходимости поместить пробу таким образом, чтобы предотвратить порчу и изменение состава.

9. МЕТОДИКА

9.1. Приготовление контрольной пробы

Пропустить пробу через механический измельчитель мяса не менее двух раз, перемешать ее до однородности. Поместить пробу в соответственно подготовленный герметичный сосуд и хранить ее, если это необходимо, так, чтобы предотвратить порчу и изменение состава. Сделать анализ пробы как можно скорее после смешивания в течение 24 ч.

9.2. Контрольная проба

Около 25 г контрольной пробы продукта взвесить с точностью до 0,1 г и поместить в мензурку вместимостью 500 или 600 см^3. Если ожидаемая масса крахмала в этом количестве продукта превышает 1 г, то необходимо уменьшить соответственно массу контрольной пробы.

9.3. Выделение крахмала

Добавить к контрольной пробе, размешивая стеклянной палочкой, 300 см^3 разогретого раствора гидроокиси калия в этиловом спирте и накрыть мензурку часовым стеклом. Поместить ее в водяную баню и нагревать в течение 1 ч, периодически помешивая. Перелить раствор через фильтровальную бумагу, затем промыть крахмал количественно на фильтровальной бумаге, используя разогретый этиловый спирт с помощью стеклянной палочки с резиновым наконечником. Оставить фильтр влажным.

Примечание. В некоторых случаях центрифугирование может быть более выгодным, чем фильтрация.

9.4. Гидролиз

Немедленно разрыхлить осадок на бумаге с помощью стеклянной палочки. Проткнуть фильтровальную бумагу и смыть крахмал через нее в мензурку вместимостью 250 см^3, используя 100 см^3 подогретого раствора соляной кислоты. Накрыть мензурку часовым стеклом и поместить ее в водяную баню на 2,6 ч, периодически помешивая раствор стеклянной палочкой.

Определение массы глюкозы по объему 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия

Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3 $10T \times (V_0 - V_1)$	Соответствующая масса глюкозы, мг		Объем 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, см^3 $10T \times (V_0 - V_1)$	Соответствующая масса глюкозы, мг	
	m_1	Δm_1 (разница между двумя последовательными измерениями)		m_1	Δm_1 (разница между двумя последовательными измерениями)
1	2,4	2,4	13	33,0	2,7
2	4,8	2,4	14	35,7	2,8
3	7,2	2,5	15	38,5	2,8
4	9,7	2,5	16	41,3	2,9
5	12,2	2,5	17	44,2	2,9
6	14,7	2,5	18	47,1	2,9
7	17,2	2,6	19	50,0	3,0
8	19,8	2,6	20	53,0	3,0
9	22,4	2,6	21	56,0	3,1
10	25,0	2,6	22	59,1	3,1
11	27,6	2,7	23	62,2	
12	30,3	2,7			

Затем дать раствору остыть и нейтрализовать его добавлением раствора гидроокиси натрия; контролировать процесс по pH-метру.

Перелить смесь количественно в мерную колбу вместимостью 200 см^3, смывая водой, добавить 3 см^3 раствора 1, затем после смешивания 3 см^3 раствора 2 разбавить до метки.

Смешать и профильтровать раствор через рифленую фильтровальную бумагу.

Немедленно, до разделения раствора на части на следующем этапе, сделать фильтрат щелочным, используя бромтимол голубой и добавив 1—2 капли раствора гидроокиси натрия.

9.5. Определение глюкозы

Если неизвестна приблизительная массовая доля крахмала, то необходимо провести предварительный анализ с целью ее определения.

Разбавить аликвотную (параллельную) часть (V_2) фильтрата водой до известного объема (V_3) так, чтобы в 25 см^3 разведенного раствора содержалось 40—50 мг глюкозы (предпочтительно), но не более 60 мг.

Разбавленный раствор перемешать и с помощью пипетки перенести 25,0 см^3 в коническую колбу. Добавить 25,0 см^3 медного реактива и немного вспомогательного средства.

Примечание. Важно отметить, что общий объем жидкости на данном этапе будет составлять 50 см^3.

Оборудовать конденсатор для колбы. Разместить колбу и конденсатор на металлической проволочной сетке с асбестовой пластиной.

В течение 2 мин довести жидкость до кипения над газовым пламенем и продолжать осторожно кипятить ровно 10 мин. Затем быстро охладить до комнатной температуры. Убрать конденсатор и добавить 30 см^3 раствора йодида калия, а затем аккуратно, но как можно быстрее — 25 см^3 раствора соляной кислоты.

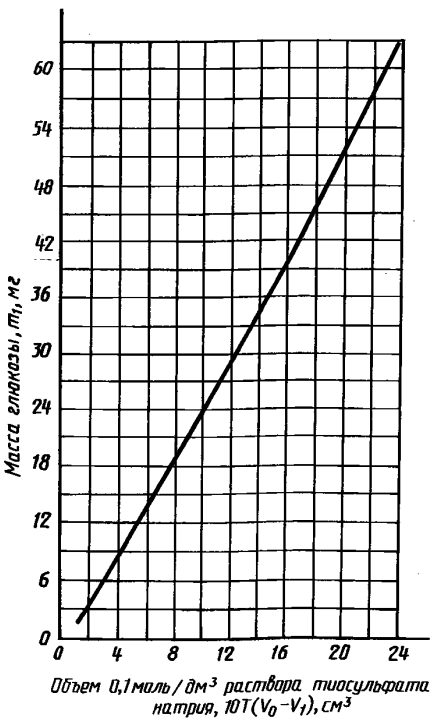
Закрыть колбу до титрования.

Титровать выделившийся йод стандартным раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет бледно-желтым, добавить около 1 см^3 индикаторного раствора на крахмал и продолжать титрование до тех пор, пока исчезнет голубая окраска.

9.6. Холостое определение

Провести холостое определение, выполняя те же операции, как в п. 9.5, только взять 25,0 см^3 воды вместо 25,0 см^3 разбавленного фильтрата.

Диаграмма-график для определения массы глюкозы в миллиграммах по объему кубических сантиметров 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия



10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

10.1. Расчет и формула

Разницу между двумя объемами, которые были получены во время двух титрований, выраженную в кубических сантиметрах 0,1 моль/дм^3 раствора тиосульфата натрия, вычисляют по формуле

$$10T\cdot(V_0 - V_1),$$

где T — нормальность стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия (см. 6.9.2);

V_0 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, используемый при холостом определении, см^3;

V_1 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, используемый на разбавленный фильтрат, см^3.

Массовую долю крахмала в процентах от массы продукта вычисляют по формуле

$$\frac{m_1}{1000}\times 0{,}9\times\frac{V_3}{25}\times\frac{200}{V_2}\times\frac{100}{m_0}=0{,}72\times\frac{V_3}{V_2}\times\frac{m_1}{m_0},$$

где V_2 — объем неразбавленной (параллельной) аликвотной части, см^3;

V_3 — объем разбавленной аликвотной части, см^3;

m_0 — масса контрольного образца, г;

m_1 — масса глюкозы, определенная по таблице или графику по результату, полученному по формуле $10T \cdot (V_0 - V_1)$, мг;

0,9 — коэффициент перевода массы глюкозы m_1 в соответствующую массу крахмала.

Результат определяют с точностью до 0,1 %.

10.2. Точность

10.2.1. Частота отклонений

Разница между результатами двух определений, проведенных одновременно или в быстрой последовательности одним лаборантом, не должна превышать 0,2 г крахмала на 100 г пробы.

10.2.2. Сходимость результатов

Разница между результатами двух исследований одного образца, выполненных в разных лабораториях, не должна превышать 0,3 г крахмала на 100 г образца.

11. ОТЧЕТ ОБ ИССЛЕДОВАНИЯХ

В отчете должен быть описан используемый метод и полученные результаты. В нем также должно быть упомянуто о других условиях проведения опыта, не указанных в стандарте или считающихся необязательными, так же как и о каких-либо обстоятельствах, которые могут повлиять на результат.

В отчет включают все подробности, необходимые для точного исследования образца.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации № 226 «Мясо и мясная продукция»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 10.02.92 № 129

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 5554—78 «Мясные продукты. Эталонный метод определения содержания крахмала»

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Поправка к ГОСТ 29301—92 (ИСО 5554—78) Продукты мясные. Метод определения крахмала

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1	в мясных продуктах	в мясных и мясосодержащих продуктах (колбасных изделиях, продуктах из мяса, полуфабрикатах, кулинарных изделиях, консервах).
Раздел 3	ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб	ГОСТ 4288—76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса. Правила приемки и методы испытаний ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию ГОСТ 9792—73 Колбасные изделия и продукты из свинины, баранины, говядины и мяса других видов убойных животных и птиц. Правила приемки и методы отбора проб ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов*.
сноска	—	* На территории Российской Федерации дополнительно действует ГОСТ Р 51447—99 (ИСО 3100-1—91) «Мясо и мясные продукты. Методы отбора проб».

(Продолжение Поправки к ГОСТ 29301—92)

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Пункт 8.1	(см. ГОСТ 9792).	(см. ГОСТ 4288, ГОСТ 8756.0, ГОСТ 9792*).
сноска	—	* На территории Российской Федерации дополнительно действует ГОСТ Р 51447—99.

(ИУС № 5 2009 г.)

gost.e-ecolog.ru