МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КОРМА, КОМБИКОРМА

Методы определения растворимых и легкогидролизуемых углеводов

ГОСТ 26176—91

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

ОКСТУ 9809

Дата введения 01.01.93

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

1. ОТБОР ПРОБ

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

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМЫХ И ЛЕГКОГИДРОЛИЗУЕМЫХ УГЛЕВОДОВ С АНТРОНОВЫМ РЕАКТИВОМ

Сущность метода заключается в экстракции из продукта дистиллированной водой при температуре 50—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.

2.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметр.

Аппарат для встряхивания марки АВУ-6а или других аналогичных марок.

Микроизмельчитель для тканей типа РТ-2.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Измельчитель проб растений марки ИПР-2, соломорезка марки ИСР-1 или других аналогичных марок.

Шкаф сушильный лабораторный типа СЭШ-3М.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Плитка электрическая.

Баня водяная.

Штативы металлические с гнездами для пробирок.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 25336 с притертыми пробками диаметром 2 см, высотой 20 см.

gost.e-ecolog.ru

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$, диаметром 6,5 см, высотой 11 см.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 2-го класса точности вместимостью 100, 1000 $см^3$ с притертыми пробками.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 25336.

Колба Бунзена по ГОСТ 25336 вместимостью 1 $дм^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 7 см.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 2-го класса точности вместимостью 100, 250, 500, 1000 $см^3$.

Эксикатор с краном по ГОСТ 25336.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 150 $см^3$.

Промывалка лабораторная стеклянная или полиэтиленовая.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Ножницы.

Пипетки по ГОСТ 29227 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10, 20, 25 $см^3$.

Палочки стеклянные длиной 18—20 см.

Дозаторы вместимостью 10 $см^3$ с погрешностью не более 1 %.

Карандаш восковой по стеклу.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФОБ по ГОСТ 12026.

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

Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, х. ч. или ч. д. а.

Антрон по ТУ 6—09—08—1833, ч.

Тиомочевина по ГОСТ 6344, ч. д. а. или х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Глюкоза безводная по ГОСТ 6038, ч. или ч. д. а.

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

Кальций хлористый, ч. д. а или х. ч.

Толуол по ГОСТ 5789.

Бензол по ГОСТ 5955.

Эфир петролейный по ТУ 6—02—1244.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание. Допускается применение импортной лабораторной посуды по классу точности и реактивов по качеству не ниже отечественных.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. Подготовка проб к испытанию

Объединенные пробы сена, силоса, сенажа, соломы или зеленых кормов измельчают на отрезки длиной 1—3 см. Корнеплоды и клубнеплоды измельчают на пластинки (ломтики) толщиной до 0,8 см.

Из объединенной пробы выделяют среднюю пробу, масса которой после высушивания должна быть не менее 100 г. Пробы высушивают в сушильном шкафу при температуре 60—65 °С до воздушно-сухого состояния. Воздушно-сухую пробу измельчают на мельнице и просеивают через сито. Трудноизмельчимый остаток на сите после измельчения ножницами или в ступке добавляют к просеянной части и тщательно перемешивают.

Средние пробы комбикормов, зерна, жмыхов, шротов, гранул травяной муки или витаминной муки из древесной зелени размалывают и просеивают через сито без предварительного подсушивания или в случае необходимости после предварительного высушивания до воздушно-сухого состояния.

Подготовленные пробы хранят в стеклянной или пластмассовой банке с притертой пробкой (крышкой) в сухом месте и используют для проведения анализов.

2.2.2. Подготовка реактивов и растворов

2.2.2.1. Перекристаллизация антрона

Перекристаллизацию антрона проводят в вытяжном шкафу.

Растворяют 10 г антрона, взвешенного с погрешностью не более 0,05 г, 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 светло-зеленые кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и высушивают вначале в вытяжном шкафу, а затем в эксикаторе с краном над хлористым кальцием до исчезновения запаха раствори-

теля. Если при растворении антрона в бензоле получают мутный раствор, то антрон для работы не пригоден.

2.2.2.2. Приготовление антронового реактива

Для приготовления антронового реактива готовят растворы № 1 и 2.

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

2.2.2.3. Приготовление осветляющих растворов

Растворяют в дистиллированной воде 300 г сернокислого цинка или 230 г уксуснокислого цинка, взвешенных с точностью до 0,05 г, в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$.

Растворяют в дистиллированной воде 150 г железистосинеродистого калия, взвешенного с точностью до 0,05 г, в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор в колбе доводят дистиллированной водой до 1000 $см^3$.

2.2.2.4. Приготовление раствора серной кислоты с массовой концентрацией 1 %.

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

2.2.2.5. Приготовление основного раствора глюкозы с массовой концентрацией 0,3 $мг/см^3$.

Растворяют в дистиллированной воде, предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С, 0,3 г глюкозы в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. В раствор добавляют несколько капель толуола и хранят в холодильнике не более одной недели.

2.2.2.6. Приготовление растворов сравнения глюкозы

В мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ приливают основной раствор глюкозы в объемах, указанных в табл. 1, доводят объем растворов дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

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

2.3. Проведение испытания

2.3.1. Получение экстрактов растворимых углеводов

Навеску испытуемой пробы массой около 0,5 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 заливают 60 $см^3$ дистиллированной воды, нагретой до температуры 50 °С.

Стакан помещают в микроизмельчитель типа РТ-2 и содержимое гомогенизируют в течение 2 мин при 3000 $мин^{-1}$. При отсутствии микроизмельчителя навеску пробы встряхивают с тем же количеством воды, нагретой до 60 °С, в колбах вместимостью 150 $см^3$ на встряхивающем аппарате с частотой встряхивания 200 колебаний в минуту в течение 15—20 мин. После гомогенизации мешалку размельчителя обмывают дистиллированной водой в тот же стакан и раствор фильтруют через стеклянную воронку с бумажным фильтром в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Осадок переносят количественно 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.

2.3.2. Получение гидролизатов легкогидролизуемых углеводов

Осадок с фильтра после удаления растворимых углеводов тщательно смывают с помощью промывалки 1 %-ным раствором серной кислоты, подогретым до 70—80 °С, в тот же стакан, где проводилась гомогенизация. Общий объем в стакане доводят до метки 50 $см^3$ 1 %-ным раствором серной кислоты 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. Экстракт и гидролизат хранят в холодильнике не более суток.

2.3.3. Осветление растворов

Для осветления растворов в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают в зависимости от содержания углеводов в анализируемой 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 от 1 до 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 анализе пробы, содержащей небольшое количество углеводов, осветление проводят непосредственно после экстракции и гидролиза, добавляя осветляющие растворы в колбы с исходным раствором. Объем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Осветленные растворы хранят в холодильнике не более суток.

2.3.4. Окрашивание растворов и измерение их оптической плотности

Окрашивание осветленных растворов экстракта и гидролизата, а также растворов сравнения проводят в термостойких пробирках с притертыми 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 — растворов сравнения глюкозы. Пробирки закрывают притертыми пробками и содержимое тщательно встряхивают. Растворы должны быть прозрачными. Если раствор мутный, то вместо 10 см^3 антронового реактива используют 15 см^3, повторяя окрашивание. 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 раствора сравнения при длине волны 625 нм (красный светофильтр), используя кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 или 20 мм.

Содержание углеводов в исследуемой пробе определяют по градуировочному графику, построенному по результатам измерения оптической плотности растворов сравнения 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 0,15—0,60. Если исходные растворы, приготовленные без разведения, при измерении имеют очень низкую оптическую плотность, анализ повторяют, увеличивая навеску пробы или объем растворов экстракта, гидролизата, используемых для осветления. Если получают высокую оптическую плотность, исследуемые растворы перед окрашиванием разбавляют нулевым раствором.

2.3.5. Обработка результатов

2.3.5.1 Массовую долю растворимых углеводов (сахаров) в испытуемой пробе (X) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса сахара, 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);

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

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

m_1 — масса навески, мг;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

2.3.5.2. Массовую долю легкогидролизуемых углеводов (крахмала) в испытуемой пробе (X_1) в процентах вычисляют по формуле

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

где m — масса сахара, 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;

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

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

m_1 — масса навески, мг;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

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

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений ($d_{абс}$) и между двумя результатами, полученными в разных условиях ($D_{абс}$) при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать следующих значений:

при определении сахара

$$d_{абс} = 0{,}30+0{,}05\ \overline{X},$$
$$D_{абс} = 0{,}75+0{,}14\ \overline{\overline{X}},$$

при определении крахмала

$$d_{абс} = 0{,}28+0{,}05\ \overline{X},$$
$$D_{абс} = 0{,}66+0{,}25\ \overline{\overline{X}},$$

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, %;

$\overline{\overline{X}}$ — среднее арифметическое результатов двух определений, выполненных в разных условиях, %.

Предельную погрешность результата анализа ($\Delta_{\Sigma абс}$) при односторонней доверительной вероятности $P = 0{,}95$ вычисляют по формулам

$$\Delta_\Sigma = 0{,}44+0{,}08\ \overline{X}\ \text{(при определении сахара)},$$

$$\Delta_\Sigma = 0{,}39+0{,}15\ \overline{X}\ \text{(при определении крахмала)}.$$

Допускается проведение анализа без параллельных определений при наличии в партии исследуемых проб стандартных образцов (СО).

В этом случае (при обязательном проведении выборочного статистического контроля сходимости параллельных) за результат испытания принимают результат единичного определения, если разница между воспроизведенной и аттестованной в СО массовой долей сахара не превышает $\overline{D}$.

$$\overline{D} = 0{,}53+0{,}10\ X_{атт},$$

при определении крахмала

$$\overline{D} = 0{,}47+0{,}19\ X_{атт}.$$

$\overline{D}$ — допускаемое отклонение среднего результата анализа от аттестованного значения компонента.

$X_{атт}$ — аттестованное значение анализируемого компонента, взятое из свидетельства на СО.

Контрольные анализы образцов исследуемой партии и анализы СО проводят в двух параллельных определениях в соответствии с утвержденной нормативно-технической документацией.

2.3.5.3. Массовую долю растворимых и легкогидролизуемых углеводов (X_2) в процентах на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X \cdot (X_1) \cdot 100}{100 - B},$$

где X или X_1 — массовые доли растворимых или легкогидролизуемых углеводов в испытуемой пробе, %;

B — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМЫХ УГЛЕВОДОВ ПО БЕРТРАНУ (КОНТРОЛЬНЫЙ МЕТОД)

Сущность метода заключается в способности сахаров, имеющих свободные альдегидные или кетонные группы, восстанавливать в щелочной среде окисную медь в закисную и количественном определении закисной меди объемным окислительно-восстановительным методом с использованием марганцовокислого калия.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Измельчитель проб растений марки ИПР-2, соломорезка марки ИСР-1 или других аналогичных марок.

Шкаф сушильный лабораторный типа СЭШ-3М.

Мельница лабораторная марки МРП-2 или других аналогичных марок.

Плитка электрическая или газовая горелка.

Баня водяная с термостатом.

Насос водоструйный или электровакуумный с разряжением 13 Па.

Часы сигнальные или песочные.

Аппарат для встряхивания марки АВУ-6а или других аналогичных марок.

Сито с отверстиями диаметром 1 мм.

Колба Бунзена по ГОСТ 25336 вместимостью 1 $дм^3$.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 1000 $см^3$.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336 диаметром 7 см.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 50, 200 $см^3$.

Промывалка лабораторная стеклянная или полиэтиленовая.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 100 и 250 $см^3$.

Бюретки по ГОСТ 29251 2-го класса точности вместимостью 2, 5, 20 $см^3$.

Фильтр стеклянный № 2 по ГОСТ 25336.

Асбест для тиглей Гуча.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФНБ, по ГОСТ 12026.

Метиловый красный.

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

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845, х. ч.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Квасцы железоаммонийные по ТУ 6-09-5359, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Калий марганцовокислый, раствор 0,02 $моль/дм^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

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

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Подготовка проб к испытанию — по п. 2.2.1.

3.2.2. Приготовление растворов

3.2.2.1. 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 доводят дистиллированной водой до 1000 $см^3$.

3.2.2.2. 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 доводят дистиллированной водой до 1000 $см^3$. Раствор фильтруют через бумажный фильтр.

3.2.2.3. 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 склянке.

3.2.2.4. Приготовление раствора соляной кислоты с массовой концентрацией 20 %

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

3.2.2.5. Приготовление насыщенного раствора сернокислого натрия

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

3.2.2.6. Приготовление раствора марганцовокислого калия с массовой концентрацией 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 доводят прокипяченной дистиллированной водой при комнатной температуре до 1000 $см^3$. Раствор хранят в бутыли из темного стекла в темном месте.

3.2.2.7. Приготовление раствора сернокислой меди

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

3.3. Проведение испытания

3.3.1. 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—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 раствор доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Получают экстракт растворимых углеводов.

3.3.2. 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, приготовленного по п. 3.2.2.4. Колбу помещают на 7 мин в водяную баню при температуре 68—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—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.

3.3.3. 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 электроплитке 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 асбест, помещенный на стеклянный фильтр, который вставлен в колбу Бунзена. Осадок в колбе отмывают несколько раз горячей дистиллированной водой, перенося промывные воды на фильтр с асбестом и следя за тем, чтобы над осадком закиси меди был постоянно слой воды. Окончив промывание, стеклянный фильтр быстро переносят на другую колбу Бунзена. В колбу с осадком приливают около 20 см^3 раствора железоаммонийных квасцов для растворения осадка закиси меди. Содержимое колбы переносят на стеклянный фильтр с асбестом. При этом будет растворена и та часть закиси меди, которая попала на асбестовый фильтр. Колбу два раза промывают небольшими порциями горячей дистиллированной воды, которую также сливают на асбестовый фильтр.

Удаляют стеклянный фильтр с асбестом и горячий раствор в колбе Бунзена титруют раствором марганцовокислого калия до слабого порозовения, не исчезающего в течение 20—30 с.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массу глюкозы (m_2) в миллиграммах, содержащуюся в объеме гидролизата, взятого для кислотного гидролиза, вычисляют по формуле

$$m_2 = V(2{,}98+0{,}03V),$$

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

3.4.2. Массовую долю растворимых углеводов (сахаров) в испытуемой пробе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_2 \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2},$$

где m_2 — масса глюкозы, содержащаяся в анализируемой части экстракта;
V_1 — исходный объем экстракта растворимых углеводов, см^3;
m — масса навески, мг;
V_2 — объем экстракта, взятый для анализа, см^3;
100 — коэффициент пересчета в проценты.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Допускаемые расхождения между результатами анализа двух параллельных определений и результатами, полученными в разных условиях, предельная погрешность анализа, а также допускаемое отклонение среднего результата анализа от аттестованного значения (при применении СО) вычисляют по формулам, указанным в п. 2.3.5.2.

Контрольные анализы образцов исследуемой партии и анализы СО проводят в двух параллельных определениях в соответствии с утвержденной нормативно-технической документацией.

3.4.3. Массовую долю растворимых углеводов (X_1) в процентах на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - A},$$

где X — массовая доля растворимых углеводов в испытуемой пробе, %;
A — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %;
100 — коэффициент пересчета в проценты.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Объединением «Союзсельхозхимия»

РАЗРАБОТЧИКИ

И.С. Шумилин, В.Т. Фирсов, Г.И. Горшкова, Н.В. Лобанова, Д.И. Марнов, В.А. Тащилин, В.А. Чуйков, Х.К. Худякова

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.12.91 № 2226

3. ВЗАМЕН ГОСТ 26176—84

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1027—67	3.1	ГОСТ 6344—73	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1; 3.1	ГОСТ 6709—72	2.1; 3.1
ГОСТ 3118—77	3.1	ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 4165—78	3.1	ГОСТ 12026—76	2.1; 3.1
ГОСТ 4166—76	3.1	ГОСТ 13496.0—80	1
ГОСТ 4174—77	2.1	ГОСТ 13586.3—83	1
ГОСТ 4201—79	3.1	ГОСТ 13979.0—86	1
ГОСТ 4204—77	2.1; 3.1	ГОСТ 24104—88	2.1; 3.1
ГОСТ 4207—75	2.1	ГОСТ 25336—82	2.1; 3.1
ГОСТ 4328—77	3.1	ГОСТ 27262—87	1
ГОСТ 5789—78	2.1	ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 5823—78	2.1	ГОСТ 29251—91	3.1
ГОСТ 5845—79	3.1	ТУ 6-09-08-1833—86	2.1
ГОСТ 5955—75	2.1	ТУ 6-09-5359—87	3.1
ГОСТ 6038—79	2.1	ТУ 6-02-1244—83	2.1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru