

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 см³ 95 %-ного раствора (по объему, *V/V*) этилового спирта и довести объем этиловым спиртом до 1000 см³.

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

6.3. Соляная кислота, 1,0 моль/дм³ раствор (безводный раствор).

6.4. Бромтимол голубой, 10 г/дм³ 95 %-ного раствора (*V/V*) этилового спирта.

6.5. Гидроокись натрия, 300 г/дм³ раствора.

6.6. Растворы для осаждения белков.

Раствор 1

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворить в воде 106 г тригидрата гексоцианоферрата (II) калия [K₄Fe(CN)₆·3H₂O] и разбавить до метки.

Раствор 2

Растворить 220 г дигидрата ацетата цинка [Zn(CH₃COO)₂·2H₂O] в воде, в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Добавить 30 см³ ледяной уксусной кислоты и разбавить до метки.

6.7. Медный реактив

Приготовить следующие растворы:

раствор А: 25 г пентагидрата сульфата меди (II) (CuSO₄·5H₂O) в 100 см³ воды;

раствор В: 144 г карбоната натрия (Na₂CO₃) в 300—400 см³ воды, разогретой до 50 °С;

раствор С: 50 г гидрата лимонной кислоты (C₆H₈O₇·H₂O) в 50 см³ 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 см³, разбавить его до метки (1000 см³), через 24 ч профильтровать.

pH раствора после его разбавления в свежekiпяченной 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 см³ кипяченой воды разбавить кипяченой водой до 1 дм³. Продолжать кипятить в течение 3 мин, затем охладить.

6.9. Тиосульфат натрия, примерно 0,1 моль/дм³ стандартный титрованный раствор.

6.9.1. Подготовка

Растворить в 1000 см³ свежekiпяченной и охлажденной воды 25 г пентагидрата тиосульфата натрия (Na₂S₂O₃·5H₂O) и добавить 0,2 г децигидрата карбоната натрия (Na₂CO₃·10H₂O). Дать постоять раствору один день до титрования.

6.9.2. Установка титра

Взвесить 150 г сухого йодата калия, растворить его в 25 см³ воды и добавить 2 г йодида калия и 10 см³ раствора соляной кислоты.

Данный раствор титровать раствором тиосульфата, непрерывно помешивая. Когда раствор станет бледно-желтым, добавить 1 см³ индикаторного раствора на крахмал и продолжать титрование до тех пор, пока исчезнет голубая окраска.

Нормальность раствора тиосульфата натрия (*T*) вычисляют по формуле

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

где *m* — масса йодата калия, мг;

V — объем раствора тиосульфата натрия, добавленного к раствору йодата калия, см³;

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

6.10. Йодид калия, 100 г/дм³ раствора

Растворить 10 г йодида калия в воде и разбавить раствор до 100 см³. Содержать раствор в темной коричневой посуде.

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

Разбавить 100 см³ концентрированной безводной соляной кислоты (ρ₂₀ 1,19 г/см³) в 60 см³ 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.

С. 3 ГОСТ 29301—92

- 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 см³ 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 см³ по ГОСТ 29251.
- 7.9. рН-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 см³. 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 см³ разогретого раствора гидроксида 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 см³, используя 100 см³ 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/дм³ 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 рН-метру.

Перелить смесь количественно в мерную колбу вместимостью 200 см³, смывая водой, добавить 3 см³ раствора 1, затем после смешивания 3 см³ 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 см³ разведенного раствора содержалось 40—50 мг глюкозы (предпочтительно), но не более 60 мг.

Разбавленный раствор перемешать и с помощью пипетки перенести 25,0 см³ в коническую колбу. Добавить 25,0 см³ медного реактива и немного вспомогательного средства.

Примечание. Важно отметить, что общий объем жидкости на данном этапе будет составлять 50 см³.

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 см³ раствора йодида калия, а затем аккуратно, но как можно быстрее — 25 см³ раствора соляной кислоты.

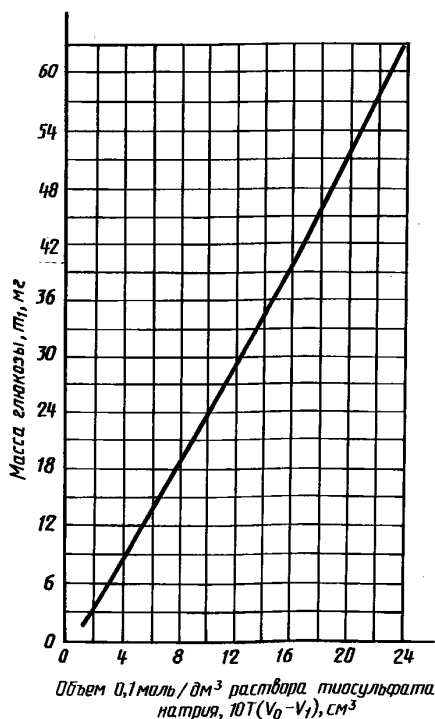
Закрывать колбу до титрования.

Титровать выделившийся йод стандартным раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет бледно-желтым, добавить около 1 см³ 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 см³ воды вместо 25,0 см³ разбавленного фильтрата.

Диаграмма-график для определения массы глюкозы в миллиграммах по объему, кубических сантиметров 0,1 моль/дм³ 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/дм³ раствора тиосульфата натрия, вычисляют по формуле

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

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

V_0 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, используемый при холостом определении, см³;

V_1 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, используемый на разбавленный фильтрат, см³.

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, см³;

V_3 — объем разбавленной аликвотной части, см³;

m_0 — масса контрольного образца, г;

С. 5 ГОСТ 29301—92

m_1 — масса глюкозы, определенная по таблице или графику по результату, полученному по формуле $10T:(V_0 - V_1)$, 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	<p>ГОСТ 4288—76 Изделия кулинарные и полуфабрикаты из рубленого мяса. Правила приемки и методы испытаний</p> <p>ГОСТ 8756.0—70 Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию</p> <p>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</p> <p>ГОСТ 26671—85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов*.</p>
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 Рос- сийской Федерации до- полнительно действует ГОСТ Р 51447—99.

(ИУС № 5 2009 г.)