

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Методы определения крахмала

Meat products. Determinations of starch content

ГОСТ
10574—91МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.93

Настоящий стандарт распространяется на колбасные изделия, продукты из свинины, говядины, баранины и других видов убойных животных, мясные консервы и устанавливает методы определения крахмала.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб колбасных изделий, продуктов из свинины, говядины, баранины и других видов убойных животных проводят по ГОСТ 9792.

1.2. С колбасных изделий предварительно снимают оболочку. Пробы колбасных изделий, продуктов из свинины, говядины, баранины и других видов убойных животных дважды пропускают через мясорубку с диаметром отверстий решетки 3,0—4,0 мм, тщательно перемешивая полученный фарш.

1.3. Отбор и подготовку проб консервов к испытаниям проводят по ГОСТ 8756.0 и ГОСТ 26671.

1.4. Измельченную пробу помещают в стеклянную банку с герметической крышкой и хранят при температуре не выше 4 °С до окончания анализа.

2. КАЧЕСТВЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРАХМАЛА**2.1. Аппаратура, материалы и реактивы**

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

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.2. Подготовка к испытанию

2.2.1. Приготовление раствора Люголя

2 г йодистого калия и 1,27 г кристаллического йода растворяют в 100 см³ дистиллированной воды.

2.3. Проведение испытания

На поверхность свежего среза продукта наносят по капле раствор Люголя. Появление синей или черно-синей окраски указывает на присутствие крахмала.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ КРАХМАЛА

Метод основан на окислении альдегидных групп моносахаридов, образующихся при гидролизе крахмала в кислой среде двухвалентной медью, восстановлении окиси меди в закись и последующем йодометрическом титровании.

3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

С. 2 ГОСТ 10574—91

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

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 500 г, не ниже 3-го класса точности по ГОСТ 24104.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Сетка асбестовая.

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

Колба П—1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки В—36—80, В—100—150 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы 1—50—2 или 2—50—2, 1—100—2 или 2—100—2, 1—250—2 или 2—250—2 по ГОСТ 1770, вымеренные на наливной объем.

Цилиндры 1—10, 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770, вымеренные на отливной объем.

Бюретки 1—2—25—0,1, 1—2—5—0,02 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1—2—1, 2—2—1 или 4—2—1; 1—2—2, 2—2—2 или 4—2—2; 2—2—10, 6—2—10 или 7—2—10; 2—2—20; 6—2—25 или 7—2—25 по ГОСТ 29227.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с массовой долей 10 %.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 10 %.

Калий железистосинеродистый (желтая кровяная соль) по ГОСТ 4207, раствор с массовой долей 15 %.

Цинк сернистый по ГОСТ 4174, раствор с массовой долей 30 %.

Натрий серноватисто-кислый (натрия тиосульфат) раствор концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 30 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с массовой долей 25 %.

Фенолфталеин по ТУ 6—09—5360, раствор в этиловом спирте с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый ректификованный технический высшего сорта по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 1 % в насыщенном растворе хлористого натрия.

Медь сернистая по ГОСТ 4165.

Эфир серный.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также лабораторной химической посуды и реактивов по качеству не ниже вышеуказанных. Средства измерений должны быть аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ 8.326*.

3.2. Подготовка к испытанию

3.2.1. Приготовление жидкости Фелинга

Жидкость Фелинга состоит из двух растворов: № 1 и № 2.

Раствор № 1. 40 г перекристаллизованной сернистой меди растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 дм³.

Раствор № 2. 200 г виннокислого калия-натрия и 150 г гидроксиды натрия растворяют в воде и доводят объем раствора до 1 дм³.

Жидкость Фелинга готовят непосредственно перед употреблением, смешивая равные объемы растворов № 1 и № 2 из расчета потребности на все количество исследуемых проб.

3.2.2. Непосредственно перед употреблением раствор йодистого калия в случае желтоватой окраски обесцвечивают добавлением по каплям 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия.

3.3. Проведение испытания

3.3.1. В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 20 г пробы продукта, приливают небольшими порциями 80 см³ раствора соляной кислоты, одновременно размешивая навеску стеклянной палочкой.

Колбу с содержимым присоединяют к обратному водяному или воздушному холодильнику, ставят на плитку и, подложив под колбу асбестовую сетку, кипятят 15 мин, периодически перемешивая.

* На территории Российской Федерации действуют ПР 50.2.009—94.

Затем колбу охлаждают до комнатной температуры в холодной воде. Содержимое колбы количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и объем жидкости доводят дистиллированной водой до метки, причем попавший в колбу жир должен находиться над меткой.

После перемешивания содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. 25 см³ фильтрата вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют одну каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют фильтрат раствором гидроксида натрия до появления от одной капли щелочи красноватой окраски. Добавляют в колбу по каплям раствор соляной кислоты до исчезновения красноватой окраски и еще 2—3 капли для обеспечения слабокислой реакции раствора.

Для осветления гидролизата и осаждения белков к раствору в колбе добавляют 1,5 см³ раствора желтой кровяной соли и 1,5 см³ раствора сернокислого цинка. Колбу с содержимым охлаждают до комнатной температуры, доводят объем дистиллированной водой до метки (в случае образования пены добавляют 1—3 капли серного эфира), перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр.

3.3.2. 10 см³ фильтрата (при контрольном определении — 10 см³ дистиллированной воды) вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют пипеткой 20 см³ жидкости Фелинга, перемешивают и кипятят 3 мин.

После кипячения колбу с содержимым тотчас же охлаждают холодной водой, доводят объем дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и дают осесть выпавшей закиси меди.

В коническую колбу вместимостью 100—200 см³ пипеткой вносят 20 см³ отстоявшейся жидкости, последовательно добавляют цилиндром 10 см³ раствора йодистого калия и 10 см³ раствора серной кислоты. Желтовато-коричневый от выделившегося йода раствор сразу титруют раствором тиосульфата натрия до слабо-желтой окраски. Затем добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование медленно (с промежутками между каплями 5—6 с) до полного исчезновения синей окраски раствора. Так же проводят титрование контрольного раствора.

3.4. Обработка результатов

3.4.1. Для вычисления массовой доли крахмала предварительно вычисляют объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия (V) в кубических сантиметрах по формуле

$$V = \frac{K \cdot (V_0 - V_1) \cdot 100}{20},$$

где K — поправка к титру 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия с точностью до 0,0001 моль/дм³;

V_0 — объем 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного раствора, см³;

V_1 — объем 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см³;

100 — разбавление гидролизата после кипячения, см³;

20 — объем титруемого раствора, см³.

Затем определяют соответствующую этому объему массу крахмала (m) в миллиграммах по таблице (см. пример в приложении 2) и выражают в граммах.

Объем 0,1 моль/дм ³ раствора тиосульфата на- трия, см ³	Масса крахмала, мг	Объем 0,1 моль/дм ³ раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг	Объем 0,1 моль/дм ³ раствора тиосульфата натрия, см ³	Масса крахмала, мг
1	2,8	8	23,1	15	45,0
2	5,6	9	26,1	16	48,3
3	8,4	10	29,2	17	51,6
4	11,3	11	32,3	18	54,9
5	14,2	12	35,4	19	58,2
6	17,1	13	38,6	20	61,6
7	20,1	14	41,8		

С. 4 ГОСТ 10574–91

Массовую долю крахмала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{250 \cdot 50 \cdot 100 \cdot m}{20 \cdot 25 \cdot 10} = 250 \cdot m,$$

где 250 — объем гидролизата, см³;

25 — объем гидролизата для нейтрализации и осаждения белков, см³;

50 — разбавление гидролизата после нейтрализации и осаждения белков, см³;

20 — масса пробы продукта для испытания, г;

10 — объем гидролизата для кипячения, см³.

3.4.2. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов (\bar{X}) двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$. Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

3.4.3. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, проведенных в двух разных лабораториях, не должно превышать 30 % по отношению к среднеарифметическому значению при $P = 0,95$.

3.4.4. Для вычисления массовой доли крахмала в продуктах, выработанных с применением крахмала и сухого молока (X_1), предварительно определяют массовую долю лактозы в пересчете на крахмал (X_2).

Метод определения лактозы — в приложении I.

Массовую долю крахмала (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = X - X_2.$$

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЛАКТОЗЫ

20 г пробы помещают в мерную колбу вместимостью 250 см³, добавляют до половины колбы дистиллированной воды.

Затем для осаждения белков добавляют 10 см³ раствора желтой кровяной соли и 10 см³ раствора сернокислого цинка, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки, причем выделившийся жир должен находиться над меткой, перемешивают, дают отстояться 20—30 мин и фильтруют через бумажный фильтр.

25 см³ прозрачного бесцветного фильтрата вносят пипеткой в мерную колбу вместимостью 50 см³, добавляют 2,5 см³ концентрированной соляной кислоты, помещают на водяную баню с температурой 85—90 °С на 15 мин для гидролиза лактозы. Затем колбу охлаждают, добавляют одну каплю раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроксида натрия до появления от одной капли щелочи красноватой окраски. Немедленно добавляют по каплям раствор соляной кислоты до исчезновения красноватой окраски и еще 2—3 капли для обеспечения слабокислой реакции раствора. Доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и фильтруют через бумажный фильтр.

Далее испытания проводят, как указано в п. 3.3.2.

Результаты обрабатывают, как указано в п. 3.4, вычисляют массовую долю лактозы в пересчете на крахмал так же, как массовую долю крахмала.

ПРИМЕР ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССЫ КРАХМАЛА (*m*) ПО ТАБЛИЦЕ

Предположим, что израсходовано 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия с поправкой $K=0,99$;

на титрование 20 см³ контрольного раствора — 3,5 см³ (V_0);

на титрование 20 см³ испытуемого раствора (при определении крахмала) — 2,2 см³ (V_1);

на титрование 20 см³ испытуемого раствора (при определении лактозы) — 2,8 см³ (V_2).

Вычисляем объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия (V)

$$V = \frac{0,99 \cdot (3,5 - 2,2) \cdot 100}{20} = 6,435 \text{ см}^3.$$

Находим соответствующую массу крахмала (m) по таблице следующим образом:

6,00 см³ раствора соответствует масса крахмала 17,1 мг;

0,435 см³ раствора — $(3,0 \times 0,435) = 1,305$, где 3,0 — разность значений массы крахмала для 6 и 7 см³ раствора тиосульфата натрия

$$m = 17,1 + 1,305 = 18,402 \text{ мг} = 0,018405 \text{ г.}$$

Таким же образом находим массу m при определении массовой доли лактозы.

Вычисляем объем точно 0,1 моль/дм³ раствора тиосульфата натрия

$$V = \frac{0,99 \cdot (3,5 - 2,8) \cdot 100}{20} = 3,465 \text{ см}^3,$$

находим соответствующую массу

$$m = 8,4 + (0,465 \cdot 2,9) = 9,7485 \text{ мг} = 0,0097485 \text{ г.}$$

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторским институтом мясной промышленности
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 27.12.91 № 2225
3. ВЗАМЕН ГОСТ 10574—73
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.326—89	3.1
ГОСТ 1770—74	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4025—95	3.1
ГОСТ 4159—79	2.1
ГОСТ 4165—78	3.1
ГОСТ 4174—77	3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4207—75	3.1
ГОСТ 4232—74	2.1, 3.1
ГОСТ 4233—77	3.1
ГОСТ 4328—77	3.1
ГОСТ 5845—79	3.1
ГОСТ 6709—72	2.1, 3.1
ГОСТ 8756.0—70	1.3
ГОСТ 9792—73	1.1
ГОСТ 10163—76	3.1
ГОСТ 12026—76	3.1
ГОСТ 14919—83	3.1
ГОСТ 18300—87	3.1
ГОСТ 20469—95	3.1
ГОСТ 24104—88	2.1, 3.1
ГОСТ 25336—82	3.1
ГОСТ 26671—85	1.3
ГОСТ 29227—91	3.1
ГОСТ 29251—91	3.1
ТУ 6—09—5360—87	3.1

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ.