

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 Бертрону.

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 АНТРОНЫМ 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 АБУ-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.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³, диаметром 6,5 см, высотой 11 см.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 2-го класса точности вместимостью 100, 1000 см³ с притертыми пробками.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 25336.

Колба Буизена по ГОСТ 25336 вместимостью 1 дм³.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 7 см.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 2-го класса точности вместимостью 100, 250, 500, 1000 см³.

Эксикатор с краном по ГОСТ 25336.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см³.

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 см³.

Палочки стеклянные длиной 18—20 см.

Дозаторы вместимостью 10 см³ с погрешностью не более 1 %.

Карандаш восковой по стеклу.

Бумага фильтровальная лабораторная марки ФОБ по ГОСТ 12026.

Цинк сернистый 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.

Антрацен 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 антрацена

Перекристаллизацию антрацена проводят в вытяжном шкафу.

Растворяют 10 г антрацена, взвешенного с погрешностью не более 0,05 г, в 90 см³ горячего бензола и к полученному прозрачному раствору, окрашенному в коричневый цвет, прибавляют медленно по каплям при перемешивании 30 см³ 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 см³ дистиллированной воды с 660 см³ концентрированной серной кислоты в термостойкой посуде, вливая постепенно кислоту в воду. Раствор охлаждают.

Раствор № 2: растворяют в 100 см³ 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 сернистого цинка или 230 г уксуснокислого цинка, взвешенных с точностью до 0,05 г, в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Растворяют в дистиллированной воде 150 г железистосинеродистого калия, взвешенного с точностью до 0,05 г, в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор в колбе доводят дистиллированной водой до 1000 см³.

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

5,6 см³ концентрированной серной кислоты смешивают с дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1000 см³, вливая кислоту в воду. Раствор охлаждают и доводят до 1000 см³ дистиллированной водой и затем тщательно перемешивают.

2.2.2.5. Приготовление основного раствора глюкозы с массовой концентрацией 0,3 мг/см³.

Растворяют в дистиллированной воде, предварительно прокипяченной и охлажденной до 20 °С, 0,3 г глюкозы в мерной колбе вместимостью 1000 см³. 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 см³ приливают основной раствор глюкозы в объемах, указанных в табл. 1, доводят объем растворов дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

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 см³ с метками на 50 и 60 см³ и заливают 60 см³ 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 см³ на встряхивающем аппарате с частотой встряхивания 200 колебаний в минуту в течение 15—20 мин. После гомогенизации мешалку измельчителя обмывают дистиллированной водой в тот же стакан и раствор фильтруют через стеклянную воронку с бумажным фильтром в мерную колбу вместимостью 100 см³. 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 см³ 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 см³. Стакан и осадок на фильтре промывают дистиллированной водой. После охлаждения фильтрата объем в колбе доводят до метки

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

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 см³ отбирают в зависимости от содержания углеводов в анализируемой пробе 5—10 см³ из экстракта концентратов, сочных или грубых кормов, 1—2 см³ из экстракта свеклы, 5—20 см³ из гидролизата сочных, грубых кормов и от 1 до 5 см³ из гидролизата концентратов. Приливают дистиллированную воду до заполнения около $\frac{2}{3}$ объема колбы. Затем в эти же колбы добавляют по 2 см³ 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 см³, 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 см³ антронового реактива. Затем в одну серию пробирок вносят по 2 см³ 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 см³ антронового реактива используют 15 см³, 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 см³ 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 см³ экстракта, определенная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного неосветленного экстракта, см³;

V_1 — объем осветленного экстракта, см³ (100 см³);

V_2 — объем исходного экстракта, взятого для осветления, см³;

2 — объем осветленного экстракта, взятого для окрашивания, см³;

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

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

где m — масса сахара, содержащаяся в 2 см³ гидролизата, определенная по градуировочному графику, мг;

V — объем исходного неосветленного гидролизата, см³;

V_1 — объем осветленного гидролизата, см³;

V_2 — объем исходного гидролизата, взятый на осветление, см³;

2 — объем осветленного гидролизата, взятый для окрашивания, см³;

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_{abc}) и между двумя результатами, полученными в разных условиях (D_{abc}) при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать следующих значений:

при определении сахара

$$d_{abc} = 0,30 + 0,05 \bar{X},$$

$$D_{abc} = 0,75 + 0,14 \bar{X},$$

при определении крахмала

$$d_{abc} = 0,28 + 0,05 \bar{X},$$

$$D_{abc} = 0,66 + 0,25 \bar{X},$$

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

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

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

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

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

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 \bar{D} .

$$\bar{D} = 0,53 + 0,10 X_{att},$$

при определении крахмала

$$\bar{D} = 0,47 + 0,19 X_{att}.$$

\bar{D} — допускаемое отклонение среднего результата анализа от аттестованного значения компонента.
 X_{att} — 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 ИСП-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 дм³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 1000 см³.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336 диаметром 7 см.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 25, 50, 200 см³.

Промывалка лабораторная стеклянная или полиэтиленовая.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 100 и 250 см³.

Бюретки по ГОСТ 29251 2-го класса точности вместимостью 2, 5, 20 см³.

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 железосаммонийные по ТУ 6-09-5359, х. ч.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Калий марганцовокислый, раствор 0,02 моль/дм³.

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 см³ растворяют в 300—400 см³ дистиллированной воды, 200 г виннокислого калия-натрия и 150 г гидроокиси натрия. После охлаждения объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 см³.

3.2.2.2. Приготовление раствора железоммонийных квасцов

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют в 500 см³ дистиллированной воды 100 г железоммонийных квасцов, к раствору приливают 109 см³ концентрированной серной кислоты, перемешивают и после охлаждения объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 см³. Раствор фильтруют через бумажный фильтр.

3.2.2.3. Приготовление раствора уксуснокислого свинца

В 1000 см³ 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/см³.

3.2.2.5. Приготовление насыщенного раствора сернокислого натрия

В мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют в дистиллированной воде 165 г сернокислого натрия и объем раствора доводят дистиллированной водой до 1000 см³.

3.2.2.6. Приготовление раствора марганцовокислого калия с массовой концентрацией 0,02 моль/дм³

Содержимое ампулы стандарт-титра марганцовокислого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в прокипяченной горячей дистиллированной воде. После охлаждения объем раствора доводят прокипяченной дистиллированной водой при комнатной температуре до 1000 см³. Раствор хранят в бутылки из темного стекла в темном месте.

3.2.2.7. Приготовление раствора сернокислой меди

В колбе вместимостью 1000 см³ растворяют в 200 см³ дистиллированной воды 40 г сернокислой меди и объем раствора доводят до 1000 см³. 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 см³, приливают 60 см³ 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 см³ 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 см³. 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 см³ экстракта растворимых углеводов и переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³. К экстракту прибавляют 3 см³ дистиллированной воды, 2 см³ 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 см³ 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 см³ раствора сернистой 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 см³ 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/дм³ раствора марганцовокислого калия, израсходованного на титрование, см³.

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, см³;

m — масса навески, мг;

V_2 — объем экстракта, взятый для анализа, см³;

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. Маринов, 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