

**ГОСТ Р 50549—93
(ИСО 5377—81)**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ПРОДУКТЫ ГИДРОЛИЗА КРАХМАЛА
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОССТАНАВЛИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ
И ЭКВИВАЛЕНТА ДЕКСТРОЗЫ. МЕТОД ПОСТОЯННОГО
ТИТРА ЛЕЙНА И ЭЙНОНА**

Издание официальное

БЗ 1—93/11

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва**

к ГОСТ Р 50549—93 Продукты гидролиза крахмала. Определение восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы. Метод постоянного титра Лейна и Эйнона

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Наименование стандарта на русском языке на английском языке	декстрозы Search hidrolists.	глюкозы Starch hidrolisis products.
Раздел 1 Раздел 2	декстрозы ГОСТ Р 50226—92 Крахмал. Правила приемки и методы анализа.	глюкозы ГОСТ Р 50226—92 Крахмал. Правила приемки и методы анализа. ГОСТ Р 50546—93 Сироп из глюкозы. Определение содержания сухого вещества с использованием показателя преломления. Рефрактометрический метод.
Пункт 3.2 Раздел 4	Декстозный предписываемого объема контрольной пробы реактив Фелинга	Глюкозный определенного объема испытуемой пробы раствор Фелинга
Пункт 5.1.3. Наименование	менее бесцветным	более окрашен
Пункт 5.2 Перечисление	вместимостью 50 мм ³ переносят раствор по частям	вместимостью 50 см ³ переносят раствор количественно
Пункт 5.3.2	$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot CeN_3S \cdot 2H_2O$	$C_{12}H_{22}O_{11} \cdot CeN_3S \cdot 2H_2O$
Пункт 5.4	Устройство для нагревания, подходящее к давлению	Устройство для нагревания, пригодное
Пункт 5.6	или возможность	позволяющее
Пункт 6.7	Секундомер с остановом.	Секундомер.
Пункт 7.1	реактива Фелинга	раствора Фелинга (5.1.3)
Пункт 7.1.1	реактива Фелинга	раствора Фелинга
Пункт 7.1.4.	в перегонную колбу с последующим окислением	в колбу для титрования с последующим ре-окислением
Второй абзац	реактива Фелинга	раствора Фелинга
Пункты 7.1.9, 7.1.11	контрольного опытного	испытуемого
Пункт 7.2.1. Наименование	контрольного раствора	испытуемого раствора
Пункт 7.2.2. Перечисление а)	контрольный раствор	испытуемый раствор
перечисление б)	контрольного раствора	испытуемого раствора
Подпункт 1	контрольного раствора	испытуемого раствора
подпункт 2	(2 раза)	(2 раза)

Продолжение

В каком месте	Напечатано	Должно быть
подпункт 3	контрольного образца контрольной пробы (2 раза) контрольного раствора Контрольная проба	испытываемого образца испытываемой пробы (2 раза) испытываемого раствора Испытываемая проба
Пункт 7.2.3. Наименование абзаца	Определяют взвешиванием контрольного образца Контрольный раствор	Взвешивают испытываемого образца Испытываемый раствор
Пункт 7.2.4. Наименование абзаца	контрольную пробу порциями контрольный (проверочный)	испытываемую пробу количественно испытываемый
Пункт 7.2.5.1	контрольного контрольного (2 раза) контрольном контрольном	испытываемого испытываемого (2 раза) испытываемом испытываемом
Пункт 7.2.5.2		
Пункт 7.2.5.3		
Пункт 7.2.5.4		
Пункт 7.3. Первый абзац	ГОСТ Р 50547 декстрозы ГОСТ Р 50545 ГОСТ Р 50547 Декстрозный реактива Фелинга контрольного раствора (2 раза) масса контрольной пробы в контрольном образце обстоятельства	ГОСТ Р 50545 глюкозы ГОСТ Р 50547 ГОСТ Р 50546 Глюкозный раствор Фелинга испытываемого раствора (2 раза) масса испытываемой пробы в испытываемом образце факторы
Раздел 9. Первый абзац	идентификация	идентификации образца
Информационные данные. Пункт 1. Разработчики	Г. А. Глобинна, Л. П. Хорева	Г. А. Глобинна, Л. Н. Чубарова, Л. П. Хорева
пункт 2. Наименование МС ИСО	декстрозы	глюкозы
пункт 4. Ссылочные нормативно-технические документы. Графа «Обозначение НТД, на который дана ссылка» графа «Номер пункта»	ГОСТ Р 50547—93 2, 5.3	ГОСТ Р 50546—93 ГОСТ Р 50547—93 2, 6 2, 7.3

(ИУС № 11—12 1993 г.)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ГИДРОЛИЗА КРАХМАЛА

Определение восстанавливающей способности
и эквивалента декстрозы. Метод постоянного
титра Лейна и Эйнона

Search hidrolists Determination of reducing
power and dextrose equivalent Lane and
Eynon constant titre method

ГОСТ Р

50549—93

(ИСО 5377—81)

ОКП 91 8821

Дата введения 01.01.94

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод постоянного титра Лейна и Эйнона для определения восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы всех продуктов гидролиза крахмала.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ Р 50547 Глюкоза. Определение потери массы при высушивании. Метод с применением сушильного вакуумного шкафа.

ГОСТ Р 50545 Сиропы глюкозы. Определение сухого вещества с применением вакуумного шкафа.

ГОСТ Р 50226 Крахмал. Правила приемки и методы анализа.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

3.1. Восстанавливающая способность — содержание восстанавливающих сахаров, выраженное как число граммов безводной D-глюкозы в пересчете на 100 г образца, определяемое методом, описанным в настоящем стандарте.

3.2. Декстрозный эквивалент — содержание восстанавливающих сахаров, выраженное как число граммов безводной D-глюкозы/100г сухого вещества образца, при определении методом, описанным в настоящем стандарте.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Титрование предписываемого объема смешанного реактива Фелинга раствором контрольной пробы при подробно описанных условиях, используя метиленовую синь в качестве внутреннего индикатора.

5. РЕАКТИВЫ

Во время проведения анализов пользоваться реактивами известного аналитического качества и только дистиллированной водой или водой эквивалентной чистоты.

5.1. Маточные растворы Фелинга

Приготавливают следующие растворы, используя оборудование указанное в разделе 6.

5.1.1. Маточный раствор А:

сульфат меди, пентагидрат ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	69,3 г
вода	1000,0 см ³

5.1.2. Маточный раствор В:

виннокислый калий-натрий, тетрагидрат ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)	346,0 г
едкий натрий (NaOH)	100,0 г
вода	1000,0 см ³

Перед использованием декантируют (сливают) чистый раствор от любого осадка, который может образоваться.

5.1.3. Смешанный реактив Фелинга

Переносят в следующем порядке в стеклянную колбу 100 см³ маточного раствора А и 100 см³ маточного раствора В. Хорошо перемешивают.

5.2. Безводная D-глюкоза, соответствующая следующим требованиям:

а) раствор, содержащий 400 г/дм³, должен быть свободным от мутности и осадка и должен быть не менее бесцветным чем вода, которую использовали для его приготовления, при осмотре сверху вниз в пробирках Несслера вместимостью 50 мм³, наполненных до отметки;

б) содержание сульфатированной золы не должно превышать 0,01% (m/m) при определении методом, описанным в ГОСТ Р 50226, при следующих изменениях:

1) масса контрольной пробы должна быть увеличена до 20 г;

2) во время сжигания следует пользоваться только платиновым сосудом;

3) перед сжиганием и после него должна быть определена масса платинового сосуда с точностью до 0,1 мг;

в) содержание мальтозы и/или изомальтозы не должно превышать 0,1% (m/m) и не должно обнаруживаться никакого сахара с большей относительной молекулярной массой.

5.3. *D*-глюкоза, стандартный исходный раствор

5.3.1. Методом, описанным в ГОСТ Р 50547, определяют содержание сухого вещества в безводной *D*-глюкозе.

5.3.2. С точностью до 0,1 мг определяют массу безводной *D*-глюкозы, содержащей 0,600 г твердого вещества, растворяют ее в воде, переносят раствор по частям в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до отметки водой и смешивают.

Раствор готовят заново на каждый день пользования.

5.4. Метиленовая синь (C₁₆H₁₈CeN₂S·2H₂O), индикатор, 1 г/дм³ водного раствора.

6. ОБОРУДОВАНИЕ

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 6.1—6.7.

6.1. Узкогорлая перегонная колба вместимостью 250 см³.

6.2. Бюретка вместимостью 25 см³ с градуировкой 0,05 см³.

6.3. Пипетки с одной отметкой вместимостью 1 и 25 см³.

6.4. Мерные колбы с одной отметкой вместимостью 100, 500 и 1000 см³.

6.5. Пробирки Несслера вместимостью 50 см³.

6.6. Устройство для нагревания, подходящее для поддержания кипения, согласно требованиям п. 7.1.4, в то же время не дающее возможности наблюдать изменение цвета в конечный момент титрования без обязательного извлечения колбы из этого устройства.

6.7. Секундомер с остановом.

7. ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Примечания:

1. Может быть добавлено вспомогательное средство для кипения (например стеклянный бисер), чтобы не допустить перегревания.

2. Всякий раз прикрывают бюретку от источника тепла.

7.1. Стандартизация смешанного реактива Фелинга

7.1.1. Пользуясь пипеткой, помещают 25,0 см³ реактива Фелинга в чистую, сухую перегонную колбу.

7.1.2. Наполняют бюретку до отметки «0» стандартным исходным раствором *D*-глюкозы.

7.1.3. Сливают из бюретки в перегонную колбу 18 см³ раствора *D*-глюкозы. Взбалтывают круговыми движениями колбу, чтобы смешать содержимое.

7.1.4. Помещают перегонную колбу в прибор для нагревания, предварительно установленный таким образом, чтобы кипение началось через (120±15) с, как хронометрировано по секундомеру.

Не регулируйте нагревательный прибор после. Это может привести к тому, что как только начнется кипение, выделение пара интенсивно ускорится и будет продолжаться в течение всего процесса титрования, тем самым препятствуя в максимально возможной степени поступлению воздуха в перегонную колбу с последующим окислением ее содержимого.

7.1.5. Доводят содержимое колбы до кипения и продолжают кипячение в течение 120 с (время устанавливают по секундомеру). К концу этого периода добавляют 1 см³ раствора метиленовой сини. По истечении 120 с начинают добавление в колбу раствора *D*-глюкозы из бюретки долями в 0,5 см³ до тех пор, пока не обесцветится метиленовая синь при продолжении кипения в течение всего процесса титрования.

Замечают общий объем (V , см³) добавленного раствора *D*-глюкозы, включая предпоследнюю долю в 0,5 см³.

Примечание. Исчезновение цвета метиленовой сини лучше всего видно при наблюдении за верхними слоями и за мениском содержимого колбы, в которой проводится титрование, так как и то и другое будут относительно свободны от выпавшего красного окисла меди. Исчезновение цвета легче видно при отраженном освещении. В этом случае будет полезен белый экран, установленный за колбой для титрования.

7.1.6. Из бюретки отливают в перегонную колбу равный ($V - 0,3$) см³ объем раствора *D*-глюкозы.

7.1.7. Доводят содержимое колбы до кипения и продолжают кипячение в течение 120 с (время устанавливают по секундомеру). К концу этого периода добавляют 1 см³ раствора метиленовой сини. По истечении 120 с начинают добавлять в колбу раствор *D*-глюкозы из бюретки, первоначально долями по 0,2 см³, а в конце капля по капле до тех пор, пока не обесцветится метиленовая синь при продолжении кипячения в течение всего процесса титрования.

К концу этого действия добавляют следующие доли раствора *D*-глюкозы с интервалами в 10—15 с. Завершают эти добавления за период в 60 с с тем, чтобы общее время кипячения не продолжалось более 180 с.

Чтобы добиться этого, может потребоваться третье титрование с несколько большим, соответствующим образом установленным, первоначальным добавлением раствора *D*-глюкозы.

7.1.8. Замечают использованный объем раствора *D*-глюкозы вплоть до конечной точки последнего титрования.

7.1.9. Существенным является то, что титр (единицы измерения активности препарата) находится между 19,0 и 21,0 см³ раствора *D*-глюкозы. Если он будет находиться вне этих границ, отрегулируйте соответствующим образом концентрацию реактива Фелинга А и повторите процесс стандартизации.

7.1.10. Повторяют все операции, указанные в пп. 7.1.6—7.1.8, и рассчитывают среднее значение из двух титров (V_1 , см³).

7.1.11. При повседневной стандартизации смешанного реактива Фелинга при точно известном V_1 потребуется всего одно единственное титрование с начальным добавлением ($V_1 - 0,5$) см³ раствора *D*-глюкозы.

Примечание. Поскольку имеет место субъективный фактор, существенным является то, чтобы каждый оператор при стандартизации титрование выполнял сам и пользовался рассчитанным им самим объемом V_1 .

7.2. Определение

7.2.1. Приготовление контрольного опытного образца

Если этот образец является порошкообразной или кристаллической формы, извлекают его из контейнера, разминают всякие комочки, смешивают соответствующим образом и помещают в подходящий герметический контейнер.

Если этот образец является твердым, некристаллической формы, например крахмальный сахар (твердая глюкоза), расплавляют его в закрытом контейнере, погрузив в баню с горячей водой при температуре 60—70°C, затем дают охладиться до температуры окружающего воздуха и встряхивают несколько раз, не вскрывая, чтобы перемешать конденсированную внутри влагу с образцом.

Если образец в жидком состоянии, то его перемешивают взбалтыванием в контейнере после удаления любой пленки, которая может образоваться на его поверхности.

7.2.2. Если содержание восстанавливающего сахара в образце неизвестно, получают приблизительный объем его путем предварительных пробных титрований, в основном, как описано в пп. 7.1.1—7.1.5, но со следующими изменениями:

а) вместо раствора *D*-глюкозы (см. п. 7.1.3) добавляют 10 см³ контрольного раствора;

б) после предписаний, указанных в п. 7.1.4, проводят следующие операции:

1. Сразу после начала кипения добавляют 1 см³ раствора метиленовой сини и начинают добавлять из бюретки в колбу контрольный раствор долями по 1,0 см³ при интервалах приблизительно в 10 с, пока синий цвет метиленового индикатора не исчезнет. Если метиленовая синь обесцветится до добавления какой-нибудь очередной доли в 1,0 см³ контрольного раствора, снижают концентрацию этого раствора и повторяют титрование.

2. Замечают общий объем контрольного раствора (V' , см³), включая предпоследнюю добавленную долю.

Объем V' не должен быть больше 50 см³. Если это количество превышает, увеличивают концентрацию контрольного раствора и повторяют титрование.

3. Приблизительную восстанавливающую способность (ARP) контрольного образца устанавливают по формуле

$$ARP = \frac{F \cdot 100 \cdot 500}{V' \cdot m_0} = \frac{50000 \cdot F}{V' \cdot m_0} = \frac{300 \cdot V_1}{V' \cdot m_0},$$

где $F = \frac{0,6 \cdot V_1}{100} = 0,006 \cdot V_1$;

m_0 — масса контрольной пробы в 500 см³ контрольного раствора, г.

Масса контрольной пробы в граммах, которую надлежит взять, составляет $\frac{100 \times 3}{ARP} = \frac{300}{ARP}$.

7.2.3. Контрольная проба

Определяют взвешиванием с точностью до 1 мг массу контрольного образца (m , г) с содержанием восстанавливающих сахаров (определяемых как безводная D-глюкоза) в количестве 2,85—3,15 г.

7.2.4. Контрольный раствор

Растворяют контрольную пробу в воде, переносят этот раствор порциями в мерную колбу с одной отметкой на объеме 500 см³, добавляют до этой отметки водой и смешивают.

7.2.5. Титрование

7.2.5.1. Повторяют операции, указанные в пп. 7.1.1—7.1.8, используя контрольный (проверочный) раствор вместо раствора D-глюкозы.

7.2.5.2. Замечают объем (V_2) контрольного раствора, который потребовался для достижения конечной точки титрования.

7.2.5.3. Существенным является то, что объем V_2 количественно будет находиться между 19,0 и 21,0 см³ контрольного раствора. Если объем V_2 будет за пределами указанных границ, то соответствующим образом точно регулируют концентрацию контрольного раствора и повторяют операции, указанные в пп. 7.2.5.1 и 7.2.5.2.

7.2.5.4. Выполняют два определения на одном и том же контрольном образце.

7.3. Содержание сухого вещества

Содержание сухого вещества (ДМС % (m/m)) в контрольном образце определяют:

а) для высушенного сиропа глюкозы по методу, указанному в ГОСТ Р 50547;

б) для декстрозы (безводной и моногидрата) по методу, указанному в ГОСТ Р 50545;

в) для сиропа глюкозы по методу, указанному в ГОСТ Р 50547.

8. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

8.1. Метод расчета и формулы

8.1.1. Восстанавливающую способность (RP) образца вычисляют по формуле

$$RP = \frac{0,600 \times V_1}{100} \times \frac{500}{V_2} \times \frac{100}{m} = \frac{300 \times V_1}{V_2 \times m},$$

8.1.2. Декстрозный эквивалент (DE) вычисляют по формуле

$$DE = \frac{RP \times 100}{ДМС},$$

где V_1 — объем раствора D -глюкозы, который потребовался при стандартизации смешанного реактива Фелинга, $см^3$;

V_2 — объем контрольного раствора, использованный при определении, $см^3$;

m — масса контрольной пробы, использованная для приготовления 500 $см^3$ контрольного раствора, г;

ДМС — содержание сухого вещества в контрольном образце, выраженное в процентах в пересчете на массу его.

8.1.3. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух определений при условии, что требование в отношении повторяемости удовлетворяется.

8.2. Повторяемость

Результаты двух определений, выполненных в быстрой последовательности одним и тем же химиком-аналитиком, не должны различаться более чем на 0,75% их среднего арифметического.

9. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА

В протоколе анализа должны быть указаны метод и полученные результаты. Должны быть приведены все детали, не указанные в настоящем стандарте или необязательные, а также все другие обстоятельства, которые могли повлиять на результаты испытания.

В протокол анализа включают всю информацию, необходимую для полной идентификации.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 250 «Крахмал и крахмалопродукты»

РАЗРАБОТЧИКИ:

И. И. Кирюхина, канд. техн. наук; Г. А. Глоинина; Л. П. Хорева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 02.04.93 № 103

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 5377—81 «Продукты гидролиза крахмала. Определение восстанавливающей способности и эквивалента декстрозы. Метод постоянного титра Лейна и Эйнона» и полностью ему соответствует

3. Срок проверки — 1998 г., периодичность проверки — 5 лет

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ Р 50226—92	2, 5.2
ГОСТ Р 50545—93	2, 7.3
ГОСТ Р 50547—93	2, 5.3

Редактор Т. И. Василенко
Технический редактор В. Н. Малькова
Корректор В. И. Варенцова

Сдано в наб. 21.04.93. Подп. к печ. 05.07.93. Усл. п. л. 0,33. Усл. кр.-отт. 0,58.
Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 985 экз. С 326.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107078, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник», Москва, Лялин пер., 6. Зак. 265