

**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.)

## МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ  
Метод определения крахмалаГОСТ  
29301—92  
(ИСО 5554—78)Meat products.  
Determination of starch contentМКС 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. Титриметрическое 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 см<sup>3</sup> 95 %-ного раствора (по объему,  $V/V$ ) этилового спирта и довести объем этиловым спиртом до 1000 см<sup>3</sup>.

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

6.3. Соляная кислота, 1,0 моль/дм<sup>3</sup> раствор (безводный раствор).

6.4. Бромтимол голубой, 10 г/дм<sup>3</sup> 95 %-ного раствора ( $V/V$ ) этилового спирта.

6.5. Гидроокись натрия, 300 г/дм<sup>3</sup> раствора.

6.6. Растворы для осаждения белков.

Раствор 1

В мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> растворить в воде 106 г тригидрата гексоцианоферрата (II) калия  $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$  и разбавить до метки.

Раствор 2

Растворить 220 г дигидрата ацетата цинка  $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$  в воде, в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Добавить 30 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты и разбавить до метки.

6.7. Медный реактив

Приготовить следующие растворы:

раствор А: 25 г пентагидрата сульфата меди (II)  $(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$  в 100 см<sup>3</sup> воды;

раствор В: 144 г карбоната натрия  $(Na_2CO_3)$  в 300—400 см<sup>3</sup> воды, разогретой до 50 °С;

раствор С: 50 г гидрата лимонной кислоты  $(C_6H_8O_7 \cdot H_2O)$  в 50 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>, разбавить его до метки (1000 см<sup>3</sup>), через 24 ч профильтровать.

рН раствора после его разбавления в свежekiпяченной и охлажденной воде в соотношении 1:49 должно быть равно  $(10,0 \pm 0,1)$ .

6.8. Индикаторный раствор на крахмал

Смесь 10 г растворимого крахмала, 10 мг йодида ртути (II) (как консерванта) и 30 см<sup>3</sup> кипяченой воды разбавить кипяченой водой до 1 дм<sup>3</sup>. Продолжать кипятить в течение 3 мин, затем охладить.

6.9. Тиосульфат натрия, примерно 0,1 моль/дм<sup>3</sup> стандартный титрованный раствор.

6.9.1. Подготовка

Растворить в 1000 см<sup>3</sup> свежekiпяченной и охлажденной воды 25 г пентагидрата тиосульфата натрия  $(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$  и добавить 0,2 г децигидрата карбоната натрия  $(Na_2CO_3 \cdot 10H_2O)$ . Дать постоять раствору один день до титрования.

6.9.2. Установка титра

Взвесить 150 г сухого йодата калия, растворить его в 25 см<sup>3</sup> воды и добавить 2 г йодида калия и 10 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты.

Данный раствор титровать раствором тиосульфата, непрерывно помешивая. Когда раствор станет бледно-желтым, добавить 1 см<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

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

6.10. Йодид калия, 100 г/дм<sup>3</sup> раствора

Растворить 10 г йодида калия в воде и разбавить раствор до 100 см<sup>3</sup>. Содержать раствор в темной коричневой посуде.

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

Разбавить 100 см<sup>3</sup> концентрированной безводной соляной кислоты ( $\rho_{20}$  1,19 г/см<sup>3</sup>) в 60 см<sup>3</sup> 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.

- 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup>. 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 см<sup>3</sup> 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.

**П р и м е ч а н и е.** 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 см<sup>3</sup>, используя 100 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия

Объем 0,1 моль/дм <sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия, см <sup>3</sup> $10 T \times (V_0 - V_1)$	Соответствующая масса глюкозы, мг		Объем 0,1 моль/дм <sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия, см <sup>3</sup> $10 T \times (V_0 - V_1)$	Соответствующая масса глюкозы, мг	
	$m_i$	$\Delta m_i$ (разница между двумя последовательными измерениями)		$m_i$	$\Delta m_i$ (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 pH-метру.

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

Разбавленный раствор перемешать и с помощью пипетки перенести 25,0 см<sup>3</sup> в коническую колбу. Добавить 25,0 см<sup>3</sup> медного реактива и немного вспомогательного средства.

**Примечание.** Важно отметить, что общий объем жидкости на данном этапе будет составлять 50 см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> раствора йодида калия, а затем аккуратно, но как можно быстрее — 25 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты.

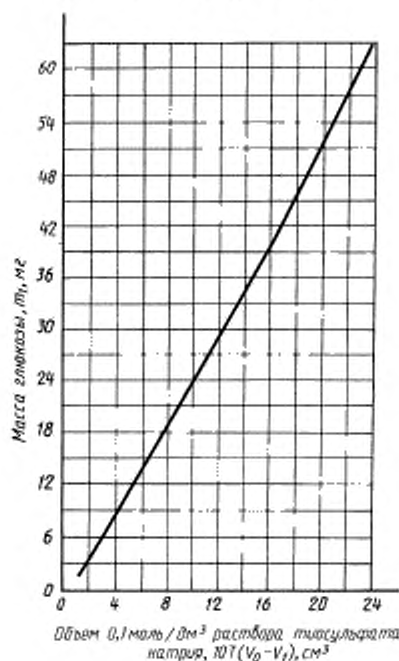
Закрывать колбу до титрования.

Титровать выделившийся йод стандартным раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет бледно-желтым, добавить около 1 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> воды вместо 25,0 см<sup>3</sup> разбавленного фильтрата.

Диаграмма-график для определения массы глюкозы в миллиграммах по объему кубических сантиметров 0,1 моль/дм<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, используемый на разбавленный фильтрат, см<sup>3</sup>.

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, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем разбавленной аликвотной части, см<sup>3</sup>;

$m_0$  — 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.)