

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КСИЛИТА И СОРБИТА



Издание официальное

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения ксилита и сорбита

ГОСТ

25268—82*

Confectionary. Methods for determination of xylite and sorbite content

ОКСТУ 9109

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 мая 1982 г. № 2032 срок введения установлен

с 01.01.84

Настоящий стандарт распространяется на диабетические кондитерские изделия и устанавливает методы определения ксилита и сорбита.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 5904—82.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КСИЛИТА И СОРБИТА

2.1. Сущность методов

Метод определения суммы сорбита, ксилита и общего сахара основан на колориметрировании образовавшегося иона Cr^{+2} после окисления их сернокислым раствором двуххромовокислого калия.

Метод определения сорбита основан на определении разницы между оптической активностью исследуемого раствора с добавлением молибденовокислого аммония в кислой среде и без добавления.

Ксилит определяют расчетным путем по разности между суммой сорбита, ксилита и общего сахара и суммой сорбита и общего сахара.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104—88 или другие весы, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Воронки В-56—80 ХС или В-75—110 ХС по ГОСТ 25336—82.

Колбы конические Кн-2—250—34 ТС, Кн-2—500—34 ТС, Кн-2—1000—42 ТС по ГОСТ 25336—82.

Колбы мерные отливные 1—100—2, 1—250—2 и 1—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400—75.

Пестики 1 или 2, или 3 по ГОСТ 9147—80.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227—91.

Плитка электрическая.

Сахариметр типов СУ-3, СУ-4.

Стаканы В-1—50 ТС, В-1—100 ТС, В-1—600 ТС, В-1—1000 ТС по ГОСТ 25336—82.

Ступка 4 или 5, или 6 по ГОСТ 9147—80.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Издание (июль 2001 г.) с Изменением № 1, утвержденным в мае 1988 г. (ИУС 8—88).

© Издательство стандартов, 1982
© ИПК Издательство стандартов, 2001

С. 2 ГОСТ 25268—82

Термометр ГОСТ 28498—90 или другие термометры, отвечающие указанным требованиям по своим метрологическим характеристикам.

Фотоэлектроколориметр, обеспечивающий измерения в интервалах длин волн 315—630 нм с основной погрешностью не более $\pm 1\%$ (по коэффициенту пропускания) или $\pm 0,01 D$ (по оптической плотности).

Цилиндры отливные 1—25, 1—100, 1—500 или 3—25, 3—100, 3—500 по ГОСТ 1770—74.

Часы песочные на 5, 10 мин.

Эксикатор 2—190 или 2—250 по ГОСТ 25336—82.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556—81.

Аммоний молибденовокислый ч., по ГОСТ 3765—78.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Калий двуххромовокислый, ч. д. а. по ГОСТ 4220—75.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363—80, ч. д. а.; раствор концентрации c (КОН) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а. или х. ч.; раствор концентрации c (1/2 H₂SO₄) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.; раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Сахароза, х. ч., по ГОСТ 5833—75.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22—94.

Фенолфталеин спиртовой раствор массовой долей 1 % по ГОСТ 4919.1—77.

Цинк сернокислый, ч., по ГОСТ 4174—77.

Допускается применять импортное оборудование, посуду, реактивы с техническими характеристиками не ниже отечественных аналогов.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытанию

2.3.1. Приготовление сернокислого раствора двуххромовокислого калия

49 г двуххромовокислого калия растворяют в 300 см³ дистиллированной воды при нагревании. Отдельно к 300 см³ дистиллированной воды осторожно, небольшими порциями, при перемешивании, постепенно приливают 300 см³ концентрированной серной кислоты и охлаждают. Сначала первый, затем второй растворы осторожно переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3.2. Приготовление 1 н. раствора серной кислоты

Мерным цилиндром отмеряют 27,7 см³ концентрированной серной кислоты относительной плотности 1,84 г/см³ (для концентрированной серной кислоты другой плотности надо провести перерасчет объема). Осторожно, небольшими порциями приливают ее к 100 см³ дистиллированной воды и охлаждают. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

2.3.3. Приготовление реактивов для осаждения мешающих несахаров — по ГОСТ 5903—89.

2.3.4. Построение градуировочного графика

Чистую сахарозу (или сахар-рафинад) предварительно высушивают в эксикаторе в течение 3 сут, затем берут навеску массой 1,0 г с погрешностью не более $\pm 0,001$ г, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют и доводят объем дистиллированной водой до метки.

Раствор содержит 4 мг сахарозы в 1 см³.

В пять мерных колб вместимостью по 100 см³ каждая отмеряют мерным цилиндром осторожно по 25 см³ сернокислого раствора двуххромовокислого калия и градуированной пипеткой по 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ раствора сахарозы, что соответствует 8,0; 16,0; 24,0; 32,0; 40,0 мг сахарозы.

Колбы помещают в кипящую баню на 10 мин, затем охлаждают, доводят объем дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и сразу же измеряют величину оптической плотности растворов при красном светофильтре (ФЭК-56, светофильтр № 8, кювета 30 мм; ФЭК-М, светофильтр № 4, кювета 50 мм, первый способ измерения, отсчет оптической плотности по левому барабану).

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс введенное количество сахарозы в миллиграммах, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки графика вычисляют среднее значение оптической плотности трех параллельных определений. Градуировочный график должен иметь вид прямой линии.

Градуировочный график проверяют один раз в 3 мес, а также при замене реактива или фотоэлектроколориметра.

2.3.5. Приготовление исследуемого раствора I

Навеску измельченного исследуемого изделия взвешивают с погрешностью не более $\pm 0,01$ г из такого расчета, чтобы в 100 см^3 раствора было около 4 г ксилита, сорбита и сахаров.

Массу навески (m) в граммах вычисляют по формуле

$$m = \frac{4 \cdot V}{p},$$

где V — вместимость мерной колбы, взятой для растворения навески, см^3 ;

p — предполагаемая суммарная массовая доля ксилита, сорбита и общего сахара в исследуемом изделии, %.

Для мучных диабетических кондитерских изделий навеска берется в два раза меньше из такого расчета, чтобы в 100 см^3 исследуемого раствора было 2 г ксилита, сорбита и общего сахара.

Массу навески (m') в граммах вычисляют по формуле

$$m' = \frac{2V}{p}.$$

Навеску изделия m переносят в стакан и растворяют в дистиллированной воде, нагретой до $60\text{--}70^\circ\text{C}$.

Если навеска растворяется без остатка, то полученный раствор переносят в мерную колбу, охлаждают, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Если изделие в своем составе имеет вещества, не растворимые в воде (белки, жиры, пектин, крахмал и т. п.), то навеску из стакана переносят в мерную колбу, смывая нерастворимые частицы в колбу дистиллированной водой примерно до половины объема колбы, колбу помещают в водяную баню, нагретую до 60°C , на 15 мин, периодически взбалтывая.

Раствор охлаждают, мешающие несакхара осаждают и прибавляют к нему 20 см^3 1 н. раствора серноокислого цинка и такой объем 1 н. раствора гидроокиси натрия (или 1 н. раствора гидроокиси калия), который устанавливают отдельным опытом при титровании соответствующего объема раствора серноокислого цинка с фенолфталеином гидроокисью натрия. Введение спиртового раствора фенолфталеина в раствор навески не допускается. Содержимое колбы взбалтывают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют в сухую колбу или колбу, которую предварительно два раза ополаскивают небольшой порцией фильтрата. Фильтрат должен быть прозрачным.

Полученный раствор используют для определения суммы ксилита, сорбита и общего сахара, а также для определения сорбита и общего сахара.

2.3.6. Приготовление исследуемого раствора II

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 исследуемого раствора I и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Для мучных диабетических кондитерских изделий в мерную колбу вместимостью 100 см^3 пипеткой вносят 25 см^3 исследуемого раствора I и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

2.4. Проведение испытаний

2.4.1. Определение суммы ксилита, сорбита и общего сахара

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 мерным цилиндром вносят 25 см^3 серноокислого раствора двухромовокислого калия и пипеткой 5 см^3 исследуемого раствора II. Колбу помещают в кипящую водяную баню на 10 мин, затем содержимое колбы охлаждают, доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и измеряют значение оптической плотности на фотоколориметре.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, определяют сумму ксилита, сорбита и общего сахара a , условно выраженную в миллиграммах сахарозы во взятом для определения объеме исследуемого раствора II.