МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕКТИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.83/.84/.85:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Титриметрический метод определения пектиновых веществ

ГОСТ 29059—91

Products of fruit and vegetables processing.
Titration method for pectic substances determination

МКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.07.92

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей, натуральные и приготовленные с добавлением пектина, и устанавливает титриметрический метод определения в них массовой доли полиуронидной части пектиновых веществ и степени ее этерификации.

Метод основан на титровании щелочью предварительно выделенных и подготовленных пектиновых веществ до и после гидролиза. Результаты титрования пропорциональны числу свободных и этерифицированных карбоксильных групп и при умножении на соответствующие эквиваленты дают содержание полиуронидов в пектиновых веществах продукта.

Требования стандарта являются обязательными.

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Отбор проб плодоовощных консервов — по ГОСТ 26313, подготовка проб — по ГОСТ 26671.

1.2. Отбор и подготовка проб сушеных фруктов — по ГОСТ 1750.

1.3. Отбор и подготовка проб других видов продукции — по соответствующим стандартам на продукцию.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

Аппарат для встряхивания.

Баня водяная.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 200 г и пределом допускаемой погрешности ±2,00 мг.

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг и пределом допускаемой погрешности ±10,00 мг.

Микроизмельчитель тканей РТ-2.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры нагрева с погрешностью не более 5 °С.

Электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима с погрешностью до ±25 °С.

Центрифуга лабораторная с фактором разделения не менее 3000, со стаканами вместимостью не менее 100 см^3.

Бюретки по НТД, 2-го класса точности, вместимостью 2,5, 25 и 50 см^3.

Воронки фильтрующие по ГОСТ 25336 ВФ-1—40ПОР 40.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2-го класса точности, вместимостью 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 см^3.

Колбы плоскодонные по ГОСТ 25336, П-1—250, П-1—500.

Колбы конические по ГОСТ 25336, Кн-1—100, Кн-1—250, Кн-1—500, 29/32.

Колбы с тубусом по ГОСТ 25336, 1—250, 1—500.

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001. С 1 января 2010 г. на территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© Издательство стандартов, 1991
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Пипетки без делений по НТД, 2-го класса точности, вместимостью 20, 25, 50, 100 $см^3$.

Стаканы химические по ГОСТ 25336, В-1—150, В-1—400, В-1—600.

Цилиндры по ГОСТ 1770, 2-го класса точности, вместимостью 50, 100, 500 $см^3$.

Холодильник по ГОСТ 25336, ХШ—1—300.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067 или калий роданистый, раствор массовой концентрации 100 $г/дм^3$.

Бромтимоловый синий (индикатор), раствор массовой концентрации 4 $г/дм^3$.

Катионит КУ-2—8 по ГОСТ 20298, фракция 0,5—1 мм.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1337—1367 $кг/м^3$.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1835 $кг/м^3$, раствор концентрации c ($^1/_2$ H_2SO_4) = =1 $моль/дм^3$, 0,1 $моль/дм^3$ и 0,05 $моль/дм^3$.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1190 $кг/м^3$, разбавленные растворы (1:3) и (1:8) и растворы концентрации c (HCl) = 0,1 $моль/дм^3$ и 0,05 $моль/дм^3$.

Крезоловый красный (индикатор), раствор массовой концентрации 4 $г/дм^3$.

Метиловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 1 $г/дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 50 $г/дм^3$ и растворы концентрации c (NaOH) = 0,1 $моль/дм^3$ и 0,05 $моль/дм^3$.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, насыщенный раствор (при комнатной температуре).

Песок кварцевый по ГОСТ 7031. Допускается использовать речной или морской песок, очищенный и прокаленный.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 10 $г/дм^3$. Для устойчивости при приготовлении добавляют несколько капель концентрированной азотной кислоты.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт по ГОСТ 5962* и раствор с объемной долей 70 %.

Феноловый красный (индикатор), раствор массовой концентрации 4 $г/дм^3$.

Эфир этиловый медицинский.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания:

1. Титрованные растворы серной, соляной кислот и гидроокиси натрия готовят в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.
2. Допускается приготовление титрованных растворов серной, соляной кислот и гидроокиси натрия из стандарт-титров (фиксаналов).
3. Квалификация всех применяемых реактивов должна быть не ниже ч. д. а.
4. Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных в настоящем стандарте.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление индикатора Хинтона

Водные растворы индикаторов бромтимолового синего, крезолового красного и фенолового красного концентрации 4 $г/дм^3$ смешивают в соотношении (1:1:3).

3.2. Подготовка катионита КУ-2—8

Катионит заливают насыщенным раствором хлористого натрия и оставляют на сутки для набухания. Затем раствор декантируют и заливают катионит раствором гидроокиси натрия с концентрацией 50 $г/дм^3$ на 3—4 ч. Сливают щелочь и промывают смолу свежими порциями щелочи до тех пор, пока промывная жидкость не станет бесцветной и прозрачной. Далее катионит промывают дистиллированной водой до pH 6—7, после чего его переводят в Н-форму и удаляют ионы железа. Для этого смолу промывают поочередно раствором соляной кислоты (1:8) и дистиллированной водой до отрицательной реакции промывной жидкости на ион железа; при добавлении раствора роданида аммония или роданида калия не должно появляться розовое окрашивание. Затем отмывают катионит дистиллированной водой от хлоридов до отсутствия опалесценции при добавлении к 15 $см^3$ промывной воды 0,5 $см^3$ азотной кислоты и 1 $см^3$ раствора азотнокислого серебра или до нейтральной реакции по метилоранжу.

Для промывания рекомендуется использовать растворы и воду, нагретые до температуры 60—80 °С.

После обработки катионит КУ-2—8 в Н-форме хранят под слоем дистиллированной воды в хорошо закрытой посуде не более года.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

3.3. Подготовка речного или морского песка

Песок просеивают, собирают фракцию 0,25—1,0 мм, отмучивают водой и промывают раствором соляной кислоты (1:3) до отрицательной реакции на ион железа с раствором роданида аммония или роданида калия. Затем песок промывают дистиллированной водой для удаления ионов хлора и проводят проверочную реакцию с раствором азотнокислого серебра или с метилоранжем.

Для промывания рекомендуется использовать раствор кислоты и воду, нагретые до температуры 60—80 °С.

Очищенный песок сушат и прокаливают при температуре 500—600 °С в течение 5 ч.

3.4. Приготовление спиртово-кислотных смесей

Готовят два вида спиртово-кислотных смесей. Смесь для осаждения пектина — к 100 см^3 этилового спирта добавляют 2 см^3 концентрированной соляной кислоты.

Смесь для промывки осадка пектина — 100 см^3 70 %-ного раствора этилового спирта смешивают с 5 см^3 концентрированной соляной кислоты.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Из подготовленной пробы берут навески в количестве 30—50 г для натуральных продуктов и 10—20 г для продуктов, приготовленных с добавлением пектина. Берут по две навески для определения отдельно пектина и протопектина.

Продукты, содержащие добавленный жир, предварительно обезжиривают. Для этого навеску исследуемого материала помещают в патрон из фильтровальной бумаги и подсушивают при температуре 70—80 °С. Высушенную пробу помещают в колбу вместимостью 250 или 500 см^3 со шлифом, заливают 30—40 см^3 эфира и нагревают на водяной бане при температуре 40—50 °С с обратным холодильником 20—30 мин. Осторожно! Не пользоваться открытыми нагревательными приборами!

Эфир осторожно сливают или фильтруют через бумажный фильтр, а отделение жира повторяют еще четыре-пять раз. Обезжиривание пробы можно проводить в аппарате Сокслета.

Остатки пробы с фильтром добавляют в колбу с обезжиренной навеской, заливают 100 см^3 подогретой до 60—70 °С дистиллированной водой и далее проводят извлечение пектиновых веществ по пп. 4.2 и 4.3.

4.2. Для извлечения водорастворимого пектина навеску исследуемого продукта помещают в колбу вместимостью 250 или 300 см^3, заливают 100 см^3 подогретой до 60—70 °С дистиллированной водой и встряхивают 30 мин. Затем содержимое количественно дистиллированной водой переносят в мерную колбу вместимостью 200 или 250 см^3, охлаждают, доводят до метки, тщательно перемешивают и отделяют жидкость центрифугированием. Полученный экстракт водорастворимого пектина переносят в сухую посуду.

При анализе фруктовых соков без мякоти операцию извлечения водорастворимого пектина совмещают с очисткой экстракта по п. 4.4.

Для консервов с низкоэтерифицированным пектином, при производстве которых используется соль кальция, мешающая количественному выделению пектиновых веществ, экстракцию водорастворимого пектина проводят в присутствии 0,5—0,7 г (1,5 см^3) обработанного катионита КУ-2—8, добавляемого в колбу с пробой.

4.3. Суммарное содержание пектиновых веществ определяют в другой навеске продукта после проведения солянокислого гидролиза для перевода протопектина в растворимое состояние. Для этого навеску исследуемого материала помещают в колбу вместимостью 250 или 300 см^3, заливают 100 см^3 раствора соляной кислоты концентрации 0,05 моль/дм^3 (pH смеси 1,8—2,0) и нагревают на водяной бане 30 мин при температуре 85—90 °С. Затем содержимое колбы количественно дистиллированной водой переносят в мерную колбу вместимостью 200 или 250 см^3, охлаждают, доводят до метки, перемешивают и оставляют на 1—1,5 ч для выравнивания концентрации пектиновых веществ в жидкой и твердой фазах. Экстракт отделяют центрифугированием и собирают в сухую посуду.

4.4. Полученные растворы пектиновых веществ очищают осаждением спиртово-кислотной смесью. Для этого в химический стакан с помощью пипетки помещают 25, 50 или 100 см^3 экстракта (в зависимости от содержания пектина), добавляют двойное количество спиртово-кислотной смеси, тщательно перемешивают и оставляют на 1—1,5 ч для формирования осадка.

При анализе фруктовых соков без мякоти к навеске сока добавляют двукратный объем спиртово-кислотной смеси, тщательно перемешивают и оставляют на 1—1,5 ч для формирования осадка.

Выпавший осадок отфильтровывают через воронку с пористой пластинкой ВФ-1—40 ПОР 40 со слоем песка 0,5—0,7 см. Стакан и осадок промывают раствором 70 %-ного этилового спирта, подкисленного соляной кислотой три раза по 15—20 см^3, затем раствором 70 %-ного этилового спирта до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром.

На промывку одной пробы расходуется 90—100 см^3 70 %-ного раствора этилового спирта.

4.5. Воронку с промытым осадком устанавливают в чистую колбу с тубусом вместимостью 250 см^3 и количественно растворяют пектиносодержащий осадок водой при температуре 60—70 °С. Стакан, где проводили осаждение, также промывают два-три раза подогретой водой.

Охлаждают раствор до комнатной температуры, добавляют 6 капель индикатора Хинтона и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации 0,05 моль/дм^3 до перехода желтой окраски в малиновую, не исчезающую в течение 20—30 с.

Затем к раствору в колбе с помощью пипетки или бюретки добавляют 20 см^3 раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3, закрывают пробкой и оставляют на 30 мин. Далее с помощью бюретки приливают раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, точное количество которого устанавливают предварительно титрованием 20 см^3 гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 тем же раствором кислоты с индикатором Хинтона.

Смесь в колбе вновь титруют раствором гидроокиси натрия концентрации 0,05 моль/дм^3.

Результат первого титрования пропорционален содержанию свободных, а второго — этерифицированных карбоксильных групп и при умножении на соответствующие эквиваленты выражают массовую долю полиуронидной части пектиновых веществ.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю полиуронидов (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 \cdot V_1 + m_2 \cdot V_2)\, c \cdot V}{V_3 \cdot m} \cdot 10^{-1},$$

где V_1, V_2 — объемы раствора гидроокиси натрия, израсходованные на первое и второе титрования, см^3;

c — точная концентрация раствора гидроокиси натрия, используемого для титрования, моль/дм^3 (0,05 моль/дм^3, умноженная на поправочный коэффициент);

V — общий объем экстракта, см^3;

V_3 — объем экстракта, отобранный для осаждения и титрования, см^3;

m — масса навески, г;

m_1 — молекулярная масса звена полигалактуроновой кислоты, m_1 = 176 г/моль;

m_2 — молекулярная масса этерифицированного звена полигалактуроновой кислоты, m_2 = =190 г/моль.

Степень этерификации выделенных пектиновых веществ (ε) в процентах вычисляют по формуле

$$\varepsilon = \frac{V_2}{V_1 + V_2} \cdot 100 .$$

Количество водонерастворимого пектина (протопектина) определяют по разности между общим содержанием пектиновых веществ (п. 4.3) и содержанием водорастворимого пектина (п. 4.2).

Вычисления проводят с тремя значащими цифрами, результат округляют до двух значащих цифр.

За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое абсолютное расхождение между которыми не должно превышать 0,10 % при определении полиуронидов и 4,0 % при определении степени этерификации (P = 0,95).

Минимально определяемое содержание полиуронидов — 0,10 % при навеске на анализ 50 г продукта.

Продолжительность определения 6—7 ч.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторско-технологическим институтом по переработке фруктов и винограда и ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»**

РАЗРАБОТЧИКИ

Л.А. Бантыш, канд. техн. наук; **Е.В. Йорга,** канд. хим. наук; **М.И. Киселева, Г.А. Шварцман; В.С. Коржа; Е.Ф. Герги**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.06.91 № 1081**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 8756.11—70 в части разд. 3**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1277—75	2	ГОСТ 7031—75	2
ГОСТ 1750—86	1.2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 20298—74	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 4204—77	2	ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 4233—77	2	ГОСТ 25794.1—83	2
ГОСТ 4328—77	2	ГОСТ 26313—84	1.1
ГОСТ 4461—77	2	ГОСТ 26671—85	1.1
ГОСТ 5962—67	2	ГОСТ 27067—86	2
ГОСТ 6709—72	2		

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2010 г.**

gost.e-ecolog.ru