МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32223— 2013

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение пектина фотометрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Некоммерческой организацией «Российский союз производителей соков» (РСПС) при участии общества с ограниченной ответственностью «Лебедянский» (ООО «Лебедянский»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (ТК 093)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 августа 2013 г. № 58-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 октября 2013 г. № 1235-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32223—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 В настоящем стандарте учтены основные положения метода IFU-Analyses Nr. 26 (Rev.2005) Pectin (ИФУ 26:1995 (Rev.2005) Метод определения пектина), разработанного Международной федерацией производителей фруктовых соков IFU «International Federation of Fruit Juice Produces»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение пектина фотометрическим методом

Juice products. Photometric method for determination of pectin content

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на фруктовые и овощные соки, нектары, сокосодержащие напитки, фруктовые и овощные концентрированные соки, пюре и концентрированные пюре, морсы и концентрированные морсы, соковую продукцию из фруктов и овощей обогащенную и для детского питания (далее — соковая продукция) и устанавливает фотометрический метод определения массовой концентрации или массовой доли общего пектина и водорастворимого пектина.

Диапазоны определения общего пектина и водорастворимого пектина в соковой продукции — от 70 до 3500 мг/дм^3 или массовой доли от 250 до 3500 млн$^{-1}$ включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 5712 Реактивы. Аммоний щавелевокислый 1-водный. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14262 Реактивы. Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 18300 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия[1)]

ГОСТ 26313 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 55878—2013.

Издание официальное

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике[1)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru казателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на фотометрическом определении пектина при длине волны 525 нм. Массовую концентрацию пектина в соковой продукции определяют на основе реакции карбазола с отдельными фракциями пектина в присутствии концентрированной серной кислоты, с последующим измерением поглощения света.

Осаждение всех фракций пектина осуществляют путем обработки пробы этиловым спиртом. Получаемый суммарный осадок может быть использован для определения общего пектина или, после соответствующих обработок, для селективного определения отдельных фракций. Для количественного определения используют реакцию карбазола с отдельными фракциями пектина, содержащимися в экстрактах, в присутствии концентрированной серной кислоты.

4 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

4.1 Средства измерений

4.1.1 Спектрофотометр или фотометр с фильтром для измерения экстинкции при длине волны 525—530 нм.

4.1.2 Весы лабораторные со значением среднего квадратического отклонения (СКО), не превышающим 0,03 мг, и с погрешностью от нелинейности ±0,06 мг.

4.1.3 Термометр ТЛ-2 с диапазоном измерения от 0 °С до +150 °С с погрешностью ±1 °С.

4.1.4 Секундомер или секундомер-часы с ценой деления 0,2 с.

4.1.5 Посуда мерная лабораторная стеклянная:

- пипетки градуированные 1-2-1-5, 1-2-1-10, 1-2-1-25 по ГОСТ 29227;
- колбы мерные 2-100-2, 2-200-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

4.1.6 Пробирки центрифужные градуированные, вместимостью 50 $см^3$ с коническим дном.

4.2 Вспомогательное оборудование, материалы, реактивы

4.2.1 Баня водяная с термостатированием при температуре 85 °С и 20 °С.

4.2.2 Центрифуга лабораторная с величиной фактора разделения (*g*) 5450 (см. приложение А).

4.2.3 Шейкер горизонтальный.

4.2.4 Пробирки лабораторные диаметром 18 мм, длиной 180 мм.

4.2.5 Кюветы пластиковые одноразовые, обеспечивающие длину хода 10 мм.

4.2.6 Держатели для лабораторных пробирок из термоустойчивого материала.

4.2.7 Эксикатор вакуумный.

4.2.8 Дозатор бутылочный (для жидких агрессивных сред, имеющий переменный объем дозирования 1—10 $см^3$) для концентрированной серной кислоты.

4.2.9 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026, «красная лента».

4.2.10 Палочки стеклянные длиной 150—200 мм.

4.2.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4.2.12 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300, с объемной долей 95 %.

[1)] В Российской Федерации действует также ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

4.2.13 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962, раствор с объемной долей 63 % (200 см^3 этилового ректификованного спирта по 4.2.12 разбавить в 100 см^3 дистиллированной воды. Срок хранения в плотно укупоренной упаковке — не более 3 мес).

4.2.14 Аммоний щавелевокислый 1-водный по ГОСТ 5712, раствор с массовой долей 0,75 % (7,5 г аммония щавелевокислого 1-водного перенести количественно в мерную колбу вместимостью 1 дм^3 и довести до метки дистиллированной водой. Срок хранения — не более 1 мес).

4.2.15 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации 1 моль/дм^3 (4 г NaOH растворить в 50 см^3 дистиллированной воды и довести до 100 см^3 дистиллированной водой. Хранить до помутнения, не более одного года).

4.2.16 Карбазол, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 % (0,1 г сублимированного карбазола растворяют в этиловом спирте по 4.2.12 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят до метки. Срок хранения — не более 3 мес).

4.2.17 Кислота серная по ГОСТ 14262.

Примечание — Серная кислота, отобранная от одной партии, перемешанная и разлитая в специально обозначенные емкости, будет использована при построении градуировочного графика и анализе на пектин. Срок хранения — не более одного года в плотно укупоренной упаковке.

Смесь, состоящая из 1 см^3 дистиллированной воды, 0,5 см^3 спиртового раствора карбазола (массовой концентрации 0,1 %) и 6 см^3 концентрированной серной кислоты, должна быть прозрачной.

Для каждого нового раствора карбазола и партии серной кислоты необходимо создавать новый градуировочный график.

4.2.18 Моногидрат галактуроновой кислоты для построения градуировочной зависимости массовой долей основного вещества не менее 97 % (высушивают под вакуумом не менее 5 ч при 30 °С или при 20 °С над пентаоксидом фосфора).

4.2.19 Фосфора оксид, P_2O_5, квалификации ч. д. а.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

5 Отбор проб

5.1 Отбор проб — по ГОСТ 26313.

6 Подготовка к проведению измерений

6.1 Осаждение пектина

15 см^3 соковой продукции переносят в центрифужную пробирку (или 4 г концентрированного сока или пюре переносят в центрифужную пробирку и добавляют 11 см^3 дистиллированной воды).

Примечание — Объем пробы может изменяться в зависимости от предполагаемого содержания пектина.

Объем пробы в пробирке доводят до 40 см^3 с помощью горячего (температурой 75 °С) этилового спирта (см. 4.2.12), содержимое перемешивают стеклянной палочкой.

Затем палочку ополаскивают этиловым спиртом (см. 4.2.12) в центрифужную пробирку и доводят общий объем до 50 см^3 этим же раствором этилового спирта. После температурной обработки пробирку с пробой центрифугируют в течение 15 мин при 500 об/мин (расчет числа оборотов центрифуги (*n*) по приложению А).

После центрифугирования пробу декантируют, отбрасывая надосадочную жидкость (супернатант). К полученному осадку добавляют до 40 см^3 раствора этилового спирта (см. 4.2.13), содержимое перемешивают стеклянной палочкой. Центрифужную пробирку с пробой нагревают в водяной бане при температуре 85 °С в течение 10 мин, тщательно перемешивая содержимое стеклянной палочкой, исключая закипание раствора. Затем палочку ополаскивают раствором этилового спирта (см. 4.2.13) в центрифужную пробирку и доводят объем до 50 см^3 этим же раствором. После температурной обработки (85 °С) пробирку помещают в центрифугу, в которой центрифугируют пробу в течение 15 мин при 5000 об/мин.

После центрифугирования пробу декантируют, отбрасывая супернатант.

6.2 Экстракция пектина

6.2.1 Общие положения

При экстракции пектина выделяют несколько пектиновых фракций. Экстракцию общего пектина проводят по 6.2.2, экстракцию водорастворимого пектина проводят по 6.2.3, экстракцию пектина, растворимого в растворе оксалата аммония и пектина, растворимого в щелочи, — по приложению Б.

6.2.2 Общий пектин

Для определения общего пектина осадок, полученный по 6.1, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/$дм^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое перемешивают и оставляют на 15 мин при комнатной температуре, периодически встряхивая колбу. Раствор фильтруют через фильтр «красная лента» (см. 4.2.9).

Полученный экстракт используют для определения концентрации общего пектина в пробе при проведении измерений фотометрическим методом.

6.2.3 Водорастворимый пектин

6.2.3.1 5 $см^3$ дистиллированной воды добавляют к осадку в центрифужной пробирке, полученному по 6.1. Также добавляют в центрифужную пробирку половину чайной ложки измельченной и увлажненной фильтровальной бумаги. Содержимое тщательно перемешивают с помощью стеклянной палочки. Частицы осадка, оставшиеся на палочке, смывают в центрифужную пробирку дистиллированной водой. Объем содержимого пробирки доводят до 35 $см^3$ дистиллированной водой. Содержимое пробирки интенсивно перемешивают с помощью шейкера (~ 200—300 $мин^{-1}$) в течение 10 мин.

Пробирку помещают в центрифугу, в которой проводят центрифугирование в течение 15 мин при 5000 об/мин.

После центрифугирования надосадочную жидкость декантируют через сложенный фильтр «красная лента» в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ или 200 $см^3$.

6.2.3.2 10 $см^3$ дистиллированной воды добавляют к осадку в центрифужной пробирке, полученному по 6.2.3.1. Содержимое тщательно перемешивают с помощью стеклянной палочки. Частицы осадка, оставшиеся на палочке, смывают в центрифужную пробирку дистиллированной водой. Объем содержимого пробирки доводят до 20 $см^3$ дистиллированной водой. Содержимое пробирки интенсивно перемешивают с помощью шейкера (~200—300 $мин^{-1}$) в течение 10 мин.

Пробирку помещают в центрифугу, в которой проводят центрифугирование в течение 15 мин при 5000 об/мин.

После центрифугирования надосадочную жидкость декантируют через сложенный фильтр «красная лента» в ту же мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ или 200 $см^3$.

Экстрагирование дистиллированной водой по 6.2.3.2 повторяют дважды.

6.2.3.3 В мерную колбу с собранным экстрактом добавляют 5 $см^3$ или 10 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/$дм^3$, объем содержимого колбы доводят дистиллированной водой до метки.

Примечание — Выбор мерной колбы зависит от содержания водорастворимого пектина в анализируемой пробе (например, если содержание водорастворимого пектина в соковой продукции до 450 мг/$дм^3$ (или до 1800 мг/$дм^3$ в концентрированной пробе), то используют мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, если содержание 450—900 мг/$дм^3$ (или 1800—3500 мг/$дм^3$ в концентрированной пробе) — мерную колбу вместимостью 200 $см^3$). Соответственно изменяется количество добавляемого раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/$дм^3$.

Полученный экстракт используют для определения массовой концентрации водорастворимого пектина в пробе при проведении измерений фотометрическим методом.

7 Проведение измерений фотометрическим методом

7.1 В две лабораторные пробирки «проба» и «контроль» пипеткой вносят по 1 $см^3$ экстракта, полученного по 6.2.1. Добавляют в пробирку «проба» 0,5 $см^3$ спиртового раствора карбазола массовой концентрации 0,1 %. В пробирку «контроль» вносят 0,5 $см^3$ этилового спирта (см. 4.2.12). В пробирках с пробой формируется белый хлопьевидный осадок.

В обе пробирки («проба» и «контроль») с помощью бутылочного дозатора добавляют по 6 $см^3$ концентрированной H_2SO_4 при постоянном помешивании стеклянной палочкой длиной 200 мм.

Примечание — 6 см^3 серной кислоты необходимо равномерно влить за 7 с. Это условие обязательно, так как именно за этот промежуток времени раствор в пробирке достигает температуры 85 °С, необходимой для получения стабильной окраски раствора, и избегается интенсивное закипание раствора в пробирке.

Пробирки немедленно помещают в водяную баню с температурой 85 °С на 5 мин при постоянном помешивании.

Охлаждают в водяной бане температурой 20 °С в течение 15 мин.

В течение не более 20 мин измеряют оптическую плотность раствора пробы в пластиковых одноразовых кюветах на спектрофотометре при длине волны 525 нм по отношению к «контролю».

7.2 Для исключения возможных ошибок, связанных с реакцией раствора карбазола, проводят контрольное определение только с данным раствором (с дистиллированной водой вместо пробы). Для этого готовят четыре раствора, оптическую плотность которых измеряют друг против друга:

а) 1 см^3 экстракта + 0,5 см^3 спиртового раствора карбазола + 6 см^3 H_2SO_4;

б) 1 см^3 экстракта + 0,5 см^3 этилового спирта + 6 см^3 H_2SO_4;

в) 1 см^3 дистиллированной воды + 0,5 см^3 спиртового раствора карбазола + 6 см^3 H_2SO_4;

г) 1 см^3 дистиллированной воды + 0,5 см^3 этилового спирта + 6 см^3 H_2SO_4.

Оптическую плотность раствора «а» измеряют против раствора «б» (значение «*x*»). Оптическую плотность раствора «в» измеряют против раствора «г» (значение «*y*»). Значение массовой концентрации (массовой доли) пектина (выраженное в массовом содержании ангидрида галактуроновой кислоты) («*x* — *y*») определяют по градуировочной зависимости по разделу 8.

Рекомендуется включать проверку стабильности градуировочной зависимости рабочим градуировочным раствором (например, 40 мг/дм^3 галактуроновой кислоты) в каждую серию определений.

7.3 Условия проведения измерений

Измерения проводят в следующих лабораторных условиях:

- температура окружающего воздуха . . . . . (25 ± 5) °С;
- атмосферное давление. . . . . (97 ± 10) кПа;
- относительная влажность. . . . . (65 ± 15) %.

8 Построение градуировочной зависимости

8.1 Приготовление основного градуировочного раствора

120,5 мг моногидрата галактуроновой кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3. В колбу добавляют 0,5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3, затем доводят объем до метки дистиллированной водой. После перемешивания содержимого колбу оставляют на ночь при комнатной температуре. Полученный основной градуировочный раствор содержит 100 мг ангидрида галактуроновой кислоты (ГКА) в 1 дм^3.

Срок хранения раствора — не более 3 мес в темном месте при комнатной температуре.

8.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов

Готовят серию градуировочных растворов, массовая концентрация ангидрида галактуроновой кислоты в которых составляет 10, 30, 40, 50 и 70 мг/дм^3. Растворы готовят в мерных колбах вместимостью 100 см^3, в которые вносят соответственно 10, 30, 40, 50 и 70 см^3 основного градуировочного раствора. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Растворы используются свежеприготовленными.

8.3 Построение градуировочной характеристики

Выполняют операции в соответствии с разделом 7, вводя вместо пробы по 1 см^3 градуировочных растворов, приготовленных по 8.1 и 8.2. Измеряют оптическую плотность растворов. В каждой точке проводят не менее трех измерений. За результат измерения оптической плотности каждого градуировочного раствора принимают среднеарифметическое значение трех измерений.

Градуировочную характеристику строят один раз в год, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

8.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в три месяца.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленную контрольную пробу градуировочного раствора с массовой концентрацией ангидрида галактуроновой кислоты 40 мг/дм^3, которую анализируют в соответствии с разделами 7, 8.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для контрольной пробы выполняется условие

$$\frac{|D_{изм} - D_{гр}|}{D_{гр}} \cdot 100 \le K_{гр}, \quad (1)$$

где $D_{изм}$, $D_{гр}$ — значение оптической плотности для контрольной пробы, измеренной и найденной по градуировочной характеристике соответственно, единицы оптической плотности;

$K_{гр}$ — норматив контроля, вычисленный по формуле

$$K_{гр} = 0{,}3 \cdot \delta, \quad (2)$$

где $\pm\delta$ — граница относительной погрешности, % (см. таблицу 1).

Если условие стабильности (1) не выполняется для контрольной пробы, то выполняют повторное измерение этой пробы.

Если при повторном измерении условие (1) не выполняется, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других проб для градуировки, предусмотренных настоящим стандартом.

9 Обработка и оформление результатов определений

9.1 Расчет массовой концентрации и массовой доли пектина

Расчет массовой концентрации пектина C, мг/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_{граф} \cdot V_2}{V_1}, \quad (3)$$

где $C_{граф}$ — массовая концентрация ангидрида галактуроновой кислоты, определяемая по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

V_2 — объем раствора, приготовленного для фотометрического определения, см^3;

V_1 — объем соковой продукции, взятой для анализа, см^3.

Расчет массовой доли пектина C в концентрированном соке или пюре, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_{граф} \cdot V_2}{m}, \quad (4)$$

где $C_{граф}$ — концентрация ангидрида галактуроновой кислоты, определяемая по градуировочной зависимости, мг/дм^3;

V_2 — объем раствора, приготовленного для фотометрического определения, см^3;

m — масса концентрированного сока или пюре, взятого для анализа, г.

Примечание — Массовая концентрация пектина выражается в мг ГКА в 1 дм^3 (мг/дм^3), массовая доля — в мг ГКА в 1 кг (млн$^{-1}$).

9.2 Метрологические характеристики

9.2.1 При соблюдении всех условий проведения анализа в соответствии с настоящим стандартом значение погрешности $\pm\delta$, % (и ее составляющих), результатов измерений не должно превышать значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 — Основные метрологические характеристики метода определения пектина

Наименование измеряемого показателя	Диапазон измерений		Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, %, при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R, %	Предел повторяемости r, %, при $n = 2$, $P = 0,95$
	массовой концентрации, мг/дм^3	массовой доли, млн$^{-1}$				
Общий пектин	От 70 до 900 включ.	От 250 до 900 включ.	12	4	6	11
	Св. 900 до 3500 включ.	Св. 900 до 3500 включ.	8	2	4	6
Водорастворимый пектин	От 70 до 900 включ.	От 250 до 900 включ.	16	5	8	14
	Св. 900 до 3500 включ.	Св. 900 до 3500 включ.	12	3	6	8

Пределы обнаружения метода приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Пределы обнаружения метода

Наименование соковой продукции	Пределы обнаружения метода
Соки, нектары, морсы, сокосодержащие напитки, мг/дм^3	70
Концентрированная соковая продукция (соки, пюре, морсы) и пюре, млн$^{-1}$	250

9.2.2 За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \quad (5)$$

где C_1, C_2 — результаты параллельных определений содержания водорастворимого (общего) пектина, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

r — значение предела повторяемости, % (таблица 1).

Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений.

9.2.3 Результат анализа при $P = 0,95$ представляют в виде

$$\overline{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \quad (6)$$

где $\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, признанных приемлемыми по 9.2.2, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$\pm\delta$ — границы относительной погрешности измерений, % (таблица 1).

В случае, если содержание общего (водорастворимого) пектина ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, проводят следующую запись в журнале: «содержание общего (водорастворимого) пектина менее 70 мг/дм^3 (более 3500 мг/дм^3)» или «содержание общего (водорастворимого) пектина менее 250 млн$^{-1}$ (более 3500 млн$^{-1}$)».

10 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

10.1 Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

- при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;
- при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях.

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле

$$|C_{ср1} - C_{ср2}| \leq CD_{0,95}, \quad (7)$$

где $C_{ср1}$, $C_{ср2}$ — средние значения содержания общего (водорастворимого) пектина в соковой продукции, полученные в двух лабораториях, мг/дм^3 (млн$^{-1}$);

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для содержания общего (водорастворимого) пектина в соковой продукции, мг/дм^3 (млн$^{-1}$), вычисляемое по формуле

$$CD_{0,95} = 2,77 \cdot 0,01 \cdot C_{ср1,2} \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)}, \quad (8)$$

где 2,77 — коэффициент критического диапазона для двух параллельных определений по ГОСТ ИСО 5725-6;

0,01 — множитель для перехода от процентов к абсолютным значениям;

$C_{ср1,2}$ — среднеарифметическое значение результатов содержания общего (водорастворимого) пектина, мг/дм^3 (млн$^{-1}$), полученных в двух лабораториях;

σ_R — показатель воспроизводимости (таблица 1), %;

σ_r — показатель повторяемости (таблица 1), %.

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.3). При разногласиях руководствуются ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 5.3.4).

10.2 Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.3) и показателя правильности ГОСТ Р ИСО 5725-6—2003 (пункт 6.2.4).

Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

При неудовлетворительных результатах контроля, например при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

11 Требования, обеспечивающие безопасность

11.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении измерений массовой концентрации (массовой доли) пектина соблюдают следующие требования.

11.1.1 Требования электробезопасности при работе с приборами по ГОСТ 12.1.019 и в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

11.1.2 При работе с чистыми веществами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

11.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и должно быть оборудовано средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

11.1.4 Организация обучения работающих — по ГОСТ 12.0.004.

11.2 Требования к квалификации операторов

К выполнению анализа и обработке результатов допускаются инженер-химик, техник или лаборант, имеющие высшее или специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие инструкцию по эксплуатации спектрофотометра. Первое применение метода в лаборатории должно проводиться под руководством специалиста, имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)

А.1 Расчет числа оборотов ротора центрифуги при заданном значении числа g

А.1.1 Число оборотов ротора центрифуги n, об/мин, при заданном значении числа g вычисляют по формуле

$$n = 1000\sqrt{\frac{g}{1,118 \cdot R}},$$

где R — радиус ротора центрифуги, см (измеряют от центра ротора до центра дна центрифужной пробирки, находящейся внутри работающего ротора).

Пример расчета:
R = 19, 5 см
g = 5450

$$n = 1000\sqrt{\frac{5450}{1,118 \cdot 19,5}} = 5000 \text{ об/мин}.$$

Приложение Б
(справочное)

Экстракция отдельных видов пектиновых фракций

Б.1 Экстракция пектина, растворимого в растворе оксалата аммония

К осадку в центрифужной пробирке, полученному по 6.2.2, добавляют 5 см^3 раствора 1-водного щавелевокислого аммония массовой концентрации 0,75 %, осадок перемешивают стеклянной палочкой с резиновым наконечником. Частицы осадка смывают с палочки раствором 1-водного щавелевокислого аммония, после чего объем содержимого в пробирке увеличивают до 35 см^3 добавлением раствора 1-водного щавелевокислого аммония (массовой концентрации 0,75 %). Содержимое пробирки интенсивно перемешивают способом, описанным в 6.2.2, в течение 10 мин. Мешалку промывают после перемешивания 5 см^3 раствора 1-водного щавелевокислого аммония. Затем проводят центрифугирование и декантирование жидкого супернатанта по 6.2.2. Процесс экстрагирования повторяют. В мерную колбу вместимостью 100 см^3, содержащую экстракт, вносят 5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3, затем доводят объем содержимого до метки с помощью раствора оксалата аммония (массовой концентрации 0,75 %).

Перед проведением измерений фотометрическим методом раствор выдерживают в течение 15 мин.

Б.2 Экстракция пектина, растворимого в щелочи

Осадок, полученный по 6.2.3, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. В колбу добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 1 моль/дм^3, затем доводят объем содержимого колбы дистиллированной водой до метки. Раствор в колбе выдерживают в течение 15 мин, периодически помешивая.

Перед проведением измерений раствор фильтруют через фильтр «красная лента».

УДК 664.863.001.4:006.354

МКС 67.080
67.050

Ключевые слова: продукция соковая, определение, фруктовые и овощные соки, нектары, морсы, сокосодержащая продукция, фруктовые и овощные соки концентрированные, пектин, фотометрический метод, стандартный раствор, градуировочные растворы, массовая концентрация, массовая доля, подготовка к проведению измерения, проведение измерения, предел повторяемости, требования, обеспечивающие безопасность

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru