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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 35019— 2023

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Титриметрический метод определения массовой доли галактуроновой кислоты в высокоэтерифицированных пектинах

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

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 Всероссийским научно-исследовательским институтом пищевых добавок — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем имени В.М. Горбатова» РАН (ВНИИПД — Филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 19 октября 2023 г. № 166-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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 марта 2024 г. № 294-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35019—2023 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2024 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ 29186—91*

* Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 марта 2024 г. № 294-ст ГОСТ 29186—91 отменен с 1 июля 2024 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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ДОБАВКИ ПИЩЕВЫЕ

Титриметрический метод определения массовой доли галактуроновой кислоты в высокоэтерифицированных пектинах

Food additives.
Titrimetric method for determination of the galacturonic acid in high esterified pectins

Дата введения — 2024—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку пектин (Е440) (далее по тексту — пектин) с заявленным наименованием «высокоэтерифицированный пектин», применяемый в производстве пищевых и непищевых продуктов, и устанавливает количественный метод определения массовой доли галактуроновой кислоты.

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

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

* Утратил силу в Российской Федерации.

Издание официальное

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4517—2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.3—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для титрования осаждением, неводного титрования и других методов

ГОСТ 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29186—91 Пектин. Технические условия

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 33310 Добавки пищевые. Загустители пищевых продуктов. Термины и определения

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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 по указателям 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 Термины и определения

В настоящем стандарте применен термин по ГОСТ 33310.

4 Сущность метода

Метод основан на очистке анализируемой пробы пектина от сопутствующих веществ, щелочном гидролизе сухого очищенного пектина и титриметрическом определении свободной и эфирно-связанной галактуроновой кислоты.

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.4.103.

5.2 Помещение, в котором проводят анализы, должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018 «Вода дистиллированная. Технические условия».

5.3 Электробезопасность при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.2.007.0 и по ГОСТ 12.1.019.

5.4 Организация обучения работающих требованиям безопасности труда — по ГОСТ 12.0.004.

5.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.6 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных ГОСТ 12.1.005.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности, e = 0,001 г, и с пределами абсолютной допускаемой погрешности в эксплуатации ±0,001 г.

Весы утвержденного типа, поверенные в установленном порядке, с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0002 г.

Термометр жидкостный стеклянный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 2) °С.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Мешалка магнитная.

Насос вакуумный.

Колба с тубусом 1-500 по ГОСТ 25336.

Тигель фильтрующий ТФ-32 (40)-ПОР 10 (16) ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Колба мерная 1 (2а)—100 (1000)—2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 2—2—1—0,5 (2) по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1 (3)—10 (25, 100, 500) по ГОСТ 1770.

Бюретка I-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2—250—34 ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Стакан В (Н)-1—150 (400) ТС (ТХС) по ГОСТ 25336.

Пробирка П1-16—150 ХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СН-34/12 (45/13) по ГОСТ 25336.

Эксикатор 1—190 по ГОСТ 25336.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277.

Стандарт-титр (фиксанал) азотнокислого серебра молярной концентрации c ($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н).

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Фенолфталеин $C_{20}H_{14}O_4$ (индикатор).

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных оборудования и устройств, посуды и материалов, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

7 Подготовка к проведению анализа

7.1 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 29186—91 (подпункт 3.1.1).

7.2 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;

- относительная влажность воздуха . . . . . от 40 % до 75 %;
- атмосферное давление . . . . . от 84 кПа до 107 кПа.

Все операции с реактивами проводят в вытяжном шкафу.

7.3 Требования к квалификации оператора

К выполнению и обработке результатов анализа допускают специалиста, имеющего химическое образование не ниже среднего технического и опыт работы в химической лаборатории, владеющего техникой выполнения анализов, освоившего настоящую методику, прошедшего обучение работе с приборами и инструктаж по технике безопасности.

7.4 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей кислород

Дистиллированную воду, не содержащую кислород, готовят по ГОСТ 4517—2016 (подпункт 4.37) и используют свежеприготовленную.

7.5 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,5 моль/дм^3

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н) готовят по ГОСТ 25794.1—83 (подпункт 2.2).

Раствор хранят в полиэтиленовых бутылках в условиях по 7.2 — не более 6 мес.

7.6 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3

Раствор гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.1—83 (подпункт 2.2).

Раствор хранят в полиэтиленовых бутылках в условиях по 7.2 — не более 6 мес. Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.1—83 (подпункт 2.2.3) не реже одного раза в месяц.

7.7 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c(HCl = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н)

Раствор соляной кислоты молярной концентрации c(HCl) = 0,5 моль/дм^3 (0,5 н) готовят по ГОСТ 25794.1—83 (подпункт 2.1).

Раствор хранят в стеклянных бутылках в условиях по 7.2 — не более 6 мес.

7.8 Приготовление раствора этилового спирта с массовой долей 60 %

В мерную колбу вместимостью 1 дм^3 вносят 695 см^3 96 %-ного этилового спирта и доводят дистиллированной водой объем раствора до метки.

Раствор хранят в стеклянных бутылках в условиях по 7.2 — не более 12 мес.

7.9 Приготовление раствора этилового спирта с соляной кислотой

В стакан вместимостью 400 см^3 мерным цилиндром отмеряют 200 см^3 раствора этилового спирта по 7.8 и 10 см^3 соляной кислоты по 7.7.

Раствор хранят в стеклянных бутылках в условиях по 7.2 — не более 6 мес.

7.10 Приготовление раствора серебра азотнокислого молярной концентрации c($AgNO_3$) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

Раствор серебра азотнокислого молярной концентрации c($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) готовят по ГОСТ 25794.3—83 (подпункт 2.2) или из стандарт-титра (фиксанал) серебра азотнокислого молярной концентрации c($AgNO_3$) = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н) в соответствии с инструкцией.

Раствор хранят в посуде из темного стекла в защищенном от света месте в условиях по 7.2 — не белее 6 мес.

7.11 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина

В стакане вместимостью 150 см^3 0,2 г фенолфталеина растворяют в 60 см^3 этилового спирта, полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят дистиллированной водой объем раствора до метки.

Раствор хранят в условиях по 7.2 — не более 6 мес.

7.12 Подготовка пробы пектина к анализу

В стакане вместимостью 150 $см^3$ взвешивают с точностью до третьего десятичного знака от 2,4 до 2,6 г анализируемой пробы пектина, добавляют 50 $см^3$ раствора по 7.9 и перемешивают на магнитной мешалке в течение 10 мин. Полученную суспензию фильтруют через подключенный к вакуумной системе фильтрующий тигель. Далее осадок промывают четыре раза раствором по 7.9 порциями по 10 $см^3$ каждая и раствором этилового спирта по 7.8 (приблизительно 80 $см^3$) до полного отсутствия хлоридов в промывных водах. Для проверки 10 $см^3$ фильтрата переносят в пробирку, добавляют 0,2 $см^3$ азотной кислоты и несколько капель серебра азотнокислого по 7.10. Фильтрат не содержит хлоридов, если раствор остается прозрачным. В конце осадок промывают 10 $см^3$ 96 %-ного этилового спирта. Тигель с осадком сушат 1,5 ч при температуре 105 °С и охлаждают 60 мин в эксикаторе.

8 Проведение анализа

В колбе вместимостью 250 $см^3$ взвешивают с точностью до четвертого знака от 0,38 до 0,42 г подготовленного по 7.12 пектина и смачивают его 2 $см^3$ этилового спирта. Колбу ставят на магнитную мешалку, осторожно добавляют 100 $см^3$ дистиллированной воды по 7.4 и перемешивают до полного растворения пектина (около 30 мин). К полученному опалесцирующему раствору добавляют 20 $см^3$ раствора гидроокиси натрия по 7.5, перемешивают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют 20 $см^3$ раствора соляной кислоты по 7.7, пять капель фенолфталеина по 7.11 и перемешивают. Полученный раствор титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия по 7.6 до появления розоватой окраски, не исчезающей в течение 1 мин.

9 Обработка результатов измерений

Массовую долю галактуроновой кислоты в обеззоленном образце пектина X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{0{,}01941 \cdot K \cdot V \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где 0,01941 — количество галактуроновой кислоты, соответствующее 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н), г/$см^3$;

K — коэффициент поправки концентрации гидроокиси натрия по 7.6;

V — израсходованный на титрование объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н), свободной и эфирно-связанной галактуроновой кислоты $см^3$;

100 — коэффициент пересчета результата в проценты;

m — масса навески пектина, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений $\overline{X}$, %, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 10.1.

10 Метрологические характеристики метода

10.1 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях повторяемости при P = 95 %, не превышает предела повторяемости r = 1,0 %.

10.2 Абсолютное значение разности между результатами двух параллельных определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 95 %, не превышает предела воспроизводимости R = 2,0 %.

10.3 Границы абсолютной погрешности определений массовой доли галактуроновой кислоты в высокоэтерифицированном пектине Δ = ±1,5 % при P = 95 %.

УДК 006.3.8:006.354 МКС 67.220.20

Ключевые слова: пищевая добавка, Е440, высокоэтерифицированный пектин, галактуроновая кислота

Редактор *Е.Ю. Митрофанова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 11.03.2024. Подписано в печать 21.03.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru