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, XIII—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