

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЕКТИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2010

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ**Титриметрический метод определения
пектиновых веществ****ГОСТ
29059—91**Products of fruit and vegetables processing.
Titration method for pectic substances determinationМКС 67.080.01
ОКСТУ 9109Дата 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 $\pm 2,00$ мг.

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

Микроизмельчитель тканей РТ-2.

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

Электродуховка сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима с погрешностью до $\pm 25^{\circ}\text{C}$.

Центрифуга лабораторная с фактором разделения не менее 3000, со стаканами вместимостью не менее 100 см³.

Бюретки по НТД, 2-го класса точности, вместимостью 2,5, 25 и 50 см³.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2-го класса точности, вместимостью 25, 50, 100, 200, 250, 500, 1000 см³.

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 см³.

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 см³.

Холодильник по ГОСТ 25336, ХП—1—300.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067 или калий роданистый, раствор массовой концентрации 100 г/дм³.

Бромтимоловый синий (индикатор), раствор массовой концентрации 4 г/дм³.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1337—1367 кг/м³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1835 кг/м³, раствор концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ моль/дм}^3$, 0,1 моль/дм³ и 0,05 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, плотностью 1190 кг/м³, разбавленные растворы (1:3) и (1:8) и растворы концентрации $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ и 0,05 моль/дм³.

Крезоловый красный (индикатор), раствор массовой концентрации 4 г/дм³.

Метилловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 1 г/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 50 г/дм³ и растворы концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ и 0,05 моль/дм³.

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/дм³. 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/дм³.

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/дм³ 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/дм³ 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 см³ промывной воды 0,5 см³ азотной кислоты и 1 см³ 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 см³ этилового спирта добавляют 2 см³ концентрированной соляной кислоты.

Смесь для промывки осадка пектина — 100 см³ 70 %-ного раствора этилового спирта смешивают с 5 см³ 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 см³ со шлифом, заливают 30—40 см³ 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 см³ 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 см³, заливают 100 см³ подогретой до 60—70 °С дистиллированной водой и встряхивают 30 мин. Затем содержимое количественно дистиллированной водой переносят в мерную колбу вместимостью 200 или 250 см³, 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 см³) 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 см³, заливают 100 см³ раствора соляной кислоты концентрации 0,05 моль/дм³ (рН 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 см³, 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 см³ 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 см³, затем раствором 70 %-ного этилового спирта до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром.

На промывку одной пробы расходуется 90—100 см³ 70 %-ного раствора этилового спирта.

4.5. Воронку с промытым осадком устанавливают в чистую колбу с тубусом вместимостью 250 см³ 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/дм³ 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 см³ раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³, закрывают пробкой и оставляют на 30 мин. Далее с помощью бюретки приливают раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³, точное количество которого устанавливают предварительно титрованием 20 см³ гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм³ тем же раствором кислоты с индикатором Хинтона.

Смесь в колбе вновь титруют раствором гидроокиси натрия концентрации 0,05 моль/дм³.

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

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

где V_1 , V_2 — объемы раствора гидроокиси натрия, израсходованные на первое и второе титрования, см³;

c — точная концентрация раствора гидроокиси натрия, используемого для титрования, моль/дм³ (0,05 моль/дм³, умноженная на поправочный коэффициент);

V — общий объем экстракта, см³;

V_3 — объем экстракта, отобранный для осаждения и титрования, см³;

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

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

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.