

## ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Титриметрический метод определения  
пектиновых веществГОСТ  
29059—91Products of fruit and vegetables processing.  
Titration method for pectic substances determination

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 плодовоовощных 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 °С.

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

Центрифуга лабораторная с фактором разделения не менее 3000, со стаканами вместимостью не менее 100 см<sup>3</sup>.

Бюретки по НТД, 2-го класса точности, вместимостью 2,5, 25 и 50 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

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.

Пипетки без делений по НТД, 2-го класса точности, вместимостью 20, 25, 50, 100 см<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>.

Издание официальное



Перепечатка воспрещена

Холодильник по ГОСТ 25336, ХИИ—1—300.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067 или калий роданистый, раствор массовой концентрации 100 г/дм<sup>3</sup>.

Бромтимоловый синий (индикатор), раствор массовой концентрации 4 г/дм<sup>3</sup>.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461, плотностью 1337—1367 кг/м<sup>3</sup>.

Кислота серная по ГОСТ 4204, плотностью 1835 кг/м<sup>3</sup>, раствор концентрации  $c$  ( $1/2$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 1 моль/дм<sup>3</sup>, 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и 0,05 моль/дм<sup>3</sup>.

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

Крезоловый красный (индикатор), раствор массовой концентрации 4 г/дм<sup>3</sup>.

Метилловый оранжевый (индикатор), раствор массовой концентрации 1 г/дм<sup>3</sup>.

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

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 азотнокислородное по ГОСТ 1277, раствор массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>.

Эфир этиловый медицинский.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания:

1. Титрованные растворы серной, соляной кислот и гидроксида натрия готовят в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.1.

2. Допускается приготовление титрованных растворов серной, соляной кислот и гидроксида 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<sup>3</sup> 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 гидроксида натрия с концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> промывной воды 0,5 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 1 см<sup>3</sup> 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.

#### 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

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

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<sup>3</sup> этилового спирта добавляют 2 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты.

Смесь для промывки осадка пектина — 100 см<sup>3</sup> 70 %-ного раствора этилового спирта смешивают с 5 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> со шлифом, заливают 30—40 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, заливают 100 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>) 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<sup>3</sup>, заливают 100 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты концентрации 0,05 моль/дм<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> 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 спирново-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<sup>3</sup>, затем раствором 70 %-ного этилового спирта до отрицательной реакции на ион хлора с азотнокислым серебром.

На промывку одной пробы расходуется 90—100 см<sup>3</sup> 70 %-ного раствора этилового спирта.

4.5. Воронку с промытым осадком устанавливают в чистую колбу с тубусом вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, закрывают пробкой и оставляют на 30 мин. Далее с помощью бюретки приливают раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, точное количество которого устанавливают предварительно титрованием 20 см<sup>3</sup> гидроокиси натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> тем же раствором кислоты с индикатором Хинтона.

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

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, см<sup>3</sup>;

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

$V$  — общий объем экстракта, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем экстракта, отобранный для осаждения и титрования, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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 ( $\epsilon$ ) 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 среднее арифметическое 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»
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 1770—74	2	ГОСТ 18300—87	2
ГОСТ 1750—86	1,2	ГОСТ 20298—74	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 24104—2001	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