

ГОСТ Р
54066—
2010

Метод экспресс-идентификации амидированных пектинов



**Москва
Стандартинформ
2011**

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным образовательным учреждением высшего профессионального образования «Московский государственный университет пищевых производств» Министерства образования и науки Российской Федерации (ГОУ ВПО «МГУПП»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 ноября 2010 г. № 702-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2011

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Сущность метода	2
5 Средства измерений, оборудование, реактивы, стандартные вещества, растворы, посуда	2
6 Подготовка к проведению анализа	2
7 Проведение анализа	3
8 Оценка результатов (идентификация пробы)	3
9 Требования безопасности	3

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЕКТИН.
ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Метод экспресс-идентификации амидированных пектинов

Pectin. Identification. Method of the express-identification of amidated pectins

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую добавку пектин (Е440) (далее по тексту — пектин) с заявленным наименованием «Амидированный пектин», применяемый в производстве пищевых и непищевых продуктов, и устанавливает качественный метод экспресс-идентификации амидированных пектинов.

Амидированные пектины содержат в молекуле амидные группы.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 51723—2001 Спирт этиловый пищевой 95 %-ный. Технические условия

ГОСТ Р 51806—2001 Пектин. Термины и определения

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010—76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9656—75 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если

ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 применены термины и определения по ГОСТ Р 51806.

4 Сущность метода

Метод основан на кислотном гидролизе анализируемой пробы, ее последующей деэтерификации и качественной реакции борной кислоты с амидными группами в молекуле пектина.

Изменение цвета пробы (от красного до зеленого) указывает на образование аммиака, что позволяет идентифицировать испытуемую пробу как амидированный пектин.

5 Средства измерений, оборудование, реактивы, стандартные вещества, растворы, посуда

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm 0,1$ г.

Дозаторы калиброванные автоматические или пипетки стеклянные калиброванные с подходящим интервалом дозирования.

Спирт этиловый по ГОСТ Р 51652 или ГОСТ Р 51723.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Кислота борная по ГОСТ 9656.

Фильтр стеклянный.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, исполнения 2, вместимостью 100 и 1000 см³.

Пробирка стеклянная по ГОСТ 1770, исполнения 2 с притертой пробкой (рекомендуемый внутренний диаметр 15 мм, длина 150 мм).

Пробирка стеклянная по ГОСТ 1770, исполнения 2 (рекомендуемый внутренний диаметр 8 мм, длина 80 мм).

Стаканы по ГОСТ 25336 типа В, исполнения 1, вместимостью 100, 200 и 500 см³.

Термостат воздушный, пригодный для поддержания температуры $(30 \pm 0,5)$ °С.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования с техническими характеристиками, а также реактивов по качеству не хуже вышеуказанных.

6 Подготовка к проведению анализа

6.1 При подготовке и проведении анализа должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды. от 10 °С до 25 °С;

относительная влажность воздуха. от 40 % до 70 %.

6.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм³

4 г сухой гидроокиси натрия растворяют в 500 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, затем объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

6.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 5 моль/дм³

200 г сухой гидроокиси натрия растворяют в 500 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, затем объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора — не более 6 мес.

6.4 Приготовление раствора борной кислоты массовой концентрации $c(\text{H}_3\text{BO}_3) = 3\%$

В стакан вместимостью 100 см³ вносят 3 г сухой борной кислоты, добавляют 90 г дистиллированной воды. Тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

6.5 Приготовление раствора этилового спирта объемной концентрации $c(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 63\%$

В стакане вместимостью 500 см³ смешивают 100 см³ дистиллированной воды и 200 см³ этилового спирта по ГОСТ Р 51723. Тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

6.6 Приготовление смеси соляной кислоты и этилового спирта

В стакан вместимостью 500 см³ вносят 300 см³ этилового спирта по 6.4 и 12 см³ концентрированной соляной кислоты. Смесь тщательно перемешивают.

7 Проведение анализа**7.1 Кислотный гидролиз пробы**

0,5 г сухой порошкообразной анализируемой пробы вносят в стакан вместимостью 100 см³, затем добавляют 52 см³ смеси соляной кислоты и этилового спирта по 6.5. Содержимое стакана тщательно перемешивают в течение 20 мин. Для отделения спиртонерастворимых веществ содержимое стакана количественно переносят на стеклянный фильтр, фильтруют для удаления жидкой фракции. С целью ускорения фильтрования допускается использовать фильтровальную установку, состоящую из стеклянного фильтра, колбы для фильтрования и водоструйного насоса.

После удаления первой жидкой фракции осадок на фильтре шесть раз промывают, используя для этого по 10 см³ смеси по 6.5.

7.2 Проведение дезтерификации пробы

Спиртонерастворимый осадок по 7.1 после промывания количественно переносят в стакан вместимостью 200 см³, добавляют 100 см³ дистиллированной воды. Осадок полностью растворяют при непрерывном перемешивании раствора в стакане. Для облегчения растворения к раствору добавляют несколько капель раствора гидроокиси натрия по 6.1.

7.3 Образование геля

4 см³ раствора спиртонерастворимых веществ по 7.2 вносят в стеклянную пробирку (размер внутреннего диаметра 15 мм, длина 150 мм). Добавляют 1 см³ раствора гидроокиси натрия по 6.2. Пробирку закрывают притертой пробкой и встряхиванием тщательно перемешивают содержимое. После короткой выдержки в течение 1—2 мин в пробирке формируется гель.

7.4 Качественная реакция

На поверхность геля в пробирку (7.3) медленно добавляют 2,5 см³ раствора борной кислоты по 6.3. Кислоту добавляют по стенке (пробирку рекомендуется держать под наклоном). Пробирку закрывают притертой пробкой, помещают в воздушный термостат и выдерживают не более 12 ч при температуре $(30 \pm 0,5)^\circ\text{C}$.

8 Оценка результатов (идентификация пробы)

При наличии в анализируемой пробе пектинов амидных групп и при выдерживании геля в воздушном термостате при температуре $(30 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ происходит образование аммиака, который приводит к изменению цвета индикатора — борной кислоты — от красного к зеленому.

Пектины, молекулы которых не содержат амидных групп, в условиях метода не вызывают изменение цвета индикатора.

9 Требования безопасности

При проведении анализов следует соблюдать:

- требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019;
- требования пожаровзрывобезопасности статического электричества в соответствии с ГОСТ 12.1.018;

- требования взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- требования безопасности при работе с чистыми веществами, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007.

Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны следует проводить в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

К проведению анализов допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже среднего технического образования, владеющие навыками проведения анализов и изучившие инструкции по эксплуатации используемой аппаратуры.

УДК 664.863.292:006.354

ОКС 67.220.20

Н99

ОКСТУ 9709

Ключевые слова: амидированный пектин, идентификация, метод экспресс-идентификации, качественное определение амидированных пектинов

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 26.09.2011. Подписано в печать 20.10.2011. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,50. Тираж 191 экз. Зак. 984.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.