

PRZETWORY OWOCOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-81
	Preparaty pektynowe Metody badań	8110-01
		Zamiast BN-67/8110-01
		Grupa katalogowa 1259

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań preparatów pektynowych, zwanych pektyną.

1.2. Rodzaje metod badań

- a) sprawdzanie rozpuszczalności (3.1),
- b) oznaczanie suchej masy (3.2),
- c) oznaczanie stopnia rozdrobnienia (3.4),
- d) oznaczanie popiołu (3.3),
- e) oznaczanie pH (3.5),
- f) oznaczanie zawartości kwasów poligalakturonowych (3.6),
- g) oznaczanie zawartości metoksylu, zawartości kwasów pektynowych, stopnia estryfikacji (3.7),
- h) oznaczanie stopnia estryfikacji niezależnie od oznaczenia zawartości kwasów pektynowych (3.8),
- i) oznaczanie stopnia amidacji (3.9),
- j) oznaczanie zdolności żelowania pektyny wysokometylowanej (3.10),
- k) oznaczanie zdolności żelowania pektyny niskometylowanej (3.11),
- l) oznaczanie temperatury i czasu żelowania (3.12),
- l) oznaczanie masy molowej (3.13).

1.3. Określenia

1.3.1. preparat pektynowy czyli pektyna — produkt zawierający wydobyte z tkanek roślinnych, rozpuszczalne w wodzie substancje pektynowe (kwas pektynowy i ich sole), o określonym stopniu estryfikacji, mający własności żelotwórcze w określonych warunkach.

1.3.2. kwasy pektynowe — kwasy poligalakturonowe o różnej masie cząsteczkowej, częściowo zestryfikowane metanolem.

1.3.3. pektyna wysokometylowana — preparat pektynowy, zawierający kwasy pektynowe o stopniu estryfikacji powyżej 50 %, charakteryzujący się zdolnością tworzenia żelu w warunkach wysokiego stężenia substancji rozpuszczalnych (powyżej 55 %), w środowisku kwaśnym.

1.3.4. pektyna niskometylowana — preparat pektynowy, zawierający kwasy pektynowe o stopniu estryfikacji poniżej 50 %, charakteryzujący się zdolnością tworzenia żelu w obecności jonów metali dwuwartościowych, przy niskich stężeniach substancji rozpuszczalnych.

1.3.5. stopień estryfikacji — procentowy stosunek liczby grup karboksylowych zestryfikowanych metanolem, do ogólnej liczby tych grup, w cząsteczce kwasu pektynowego.

1.3.6. stopień amidacji — procentowy stosunek liczby grup karboksylowych amidowanych do ogólnej liczby tych grup w cząsteczce kwasu pektynowego.

1.3.7. czas żelowania — odstęp czasu, który upływa od momentu wprowadzenia do gotującego się roztworu wszystkich składników żelu przewidzianych recepturą, do momentu pojawienia się pierwszych oznak żelowania.

1.3.8. temperatura żelowania — temperatura, w której rozpoczyna się proces tworzenia żelu.

1.3.9. zdolność żelowania — właściwość tworzenia żeli, wyrażana w stopniach wynikających ze stosowanej metody oznaczania, np. stopnia SAG (ugięcie, opadanie).

1.3.10. stopnie SAG pektyny wysokometylowanej — stopnie odpowiadające liczbie gramów cukru związanego przez 1 g pektyny w galaretkę o standardowym składzie i wielkości opadu 23,5 %.

1.3.11. stopnie SAG pektyny niskometylowanej — stopnie odpowiadające liczbie gramów standardowego żelu, o wielkości opadu 20,5 %, utworzonego przez 1 g pektyny.

1.3.12. opad — wyrażone w procentach obniżenie wysokości żelu, występujące w ciągu 2 min (od momentu wyjęcia żelu ze standardowej szklanki) w stosunku do wysokości początkowej.

1.3.13. partia preparatu pektynowego — ujednolicona masa pektyny, przedstawiona jednorazowo do badania i oznakowania na opakowaniach kolejnym numerem partii.

2. POBIERANIE PRÓBEK

Pobieranie próbek — wg PN-72/A-75050 p. 2.8.2.

Próbki pierwotne należy pobierać z każdej partii preparatu pektynowego.

Zgłoszona przez Centralę Zjednoczenia Przemysłu Owocowo-Warzywnego
Ustanowiona przez Naczelnego Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Owocowo-Warzywnego dnia 29 grudnia 1981 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1982 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 7/1982 poz. 16)

3. METODY BADAŃ

3.1. Sprawdzanie rozpuszczalności

3.1.1. Sprzęt. Mieszadło magnetyczne lub inne.

3.1.2. Wykonanie sprawdzania. Sporządzić około 0,5-procentowy roztwór pektynowy w następujący sposób: odważyć preparatu zwilżyć etanolem i dodać wody destylowanej o temperaturze w przybliżeniu 60 °C, przy ciągłym mieszaniu. Mieszanie kontynuować 60 min, następnie pozostawić w spokoju na 5 min w celu odpowietrzenia. Efekt rozpuszczenia ocenić wizualnie przy dobrym oświetleniu. W tym celu zamieszać roztwór przecikiem szklanym i obserwować, czy nie zawiera osadu lub zawiesin.

Jeżeli roztwór jest jednolity bez zawiesin, pektyna ma całkowitą rozpuszczalność.

3.2. Oznaczanie suchej masy

3.2.1. Wykonanie oznaczania. W wysuszonym do stałej masy i wytarowanym naczynku wagowym, odważyć około 2 g pektyny z dokładnością do 0,001 g i suszyć w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 102 ± 105 °C przez 3 h, a po zważeniu dosuszać w okresach 30-minutowych do chwili, gdy ubytek masy między dwoma kolejnymi ważeniami nie przekroczy 10 mg.

3.2.2. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość suchej masy (x_1), obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_1 = \frac{a}{b} \cdot 100 \quad (1)$$

w którym:

a — masa preparatu po wysuszeniu, g,

b — odważka preparatu pektynowego, g.

3.2.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 0,5 %. Wynik oznaczania przyjąć z dokładnością do 0,1 %.

3.3. Oznaczanie popiołu

3.3.1. Wykonanie oznaczania. W wyprażonym do stałej masy i wytarowanym tyglu porcelanowym, zważyć około 2 g preparatu pektynowego z dokładnością do 0,001 g. Prowadzić ostrożne zwęglanie za pomocą palnika gazowego, aż do spopielenia. Następnie prażyć w piecu mufowym w temperaturze 550 °C do uzyskania stałej masy. Przed każdym ważeniem schładzać w eksykatorze nad środkiem osuszającym.

3.3.2. Obliczanie wyników oznaczania. Zawartość popiołu (x_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_2 = \frac{a}{b} \cdot 100 \quad (2)$$

w którym:

a — masa pozostałości po wyprażeniu, g,

b — odważka preparatu pektynowego, g.

3.3.3. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się od siebie więcej niż o 0,05 %. Wynik oznaczania przyjąć z dokładnością do 0,01 %.

3.4. Oznaczanie stopnia rozdrobnienia

3.4.1. Sprzęt. Wstrząsarka laboratoryjna z zestawem sit o następujących wymiarach boków oczek kwadratowych: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5 mm.

3.4.2. Wykonanie oznaczania. Ustawić sita pionowo na wstrząsarce w kolejności wzrastającej wielkości oczek i na górne sito, o boku oczek 0,5 mm, wsypać odważkę 100 ± 0,1 g pektyny. Przesiewać przez 10 min przy częstotliwości wstrząsów około 200 na min.

3.4.3. Wynik oznaczania. Jako stopień rozdrobnienia preparatu pektynowego podać wielkość oczek sita, przez które w całości przechodzi przesiewana próbka.

3.5. Oznaczanie pH

3.5.1. Sprzęt. Pehametr z wyposażeniem.

3.5.2. Wykonanie oznaczania. Odważkę 1 ± 0,1 g preparatu pektynowego rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej o temperaturze w przybliżeniu 60 °C, wsypując ją bardzo wolno do wody, przy ciągłym mieszaniu. Mieszać do uzyskania całkowitego rozpuszczenia, po czym zmierzyć pH za pomocą pehametru wyskalowanego na bufor o pH mieszczącym się w zakresie 2,0 ÷ 4,0. Wynik podać z dokładnością do 0,1.

3.6. Oznaczanie zawartości kwasów poligalakturonowych

3.6.1. Zasada oznaczania polega na zmydleniu estrów w środowisku alkalicznym, strąceniu uwolnionych kwasów poligalakturonowych za pomocą jonów wapniowych i miareczkowym określeniu ilości związanego wapnia.

3.6.2. Odczynniki i roztwory

a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory: 0,1N i 4N.

b) Kwas octowy lodowaty cz.d.a., roztwór 1N.

c) Chlorek wapniowy krystaliczny cz.d.a., roztwory: 0,1N i 1M: (220 g chlorku wapniowego krystalicznego 1 dm³ roztworu).

d) Roztwór buforowy amonowy (Do 54 ± 0,02 g chlorku amonowego dodać 350 cm³ 25-procentowego roztworu amoniaku i uzupełnić wodą destylowaną do 1 dm³).

e) Wersenian dwusodowy cz.d.a., roztwór 0,1N (18,613 g krystalicznego wersenianu dwusodowego rozpuścić w 1 dm³ wody destylowanej i przesączyć przez sączek z bibuły do sączenia).

f) Czerń eriochromowa cz.d.a., mieszanina z chlorkiem sodowym w stosunku 1:500.

g) Mureksyd krystaliczny cz.d.a., mieszanina z chlorkiem sodowym w stosunku 1:100.

h) Chlorek sodowy cz.

i) Kwas solny stężony cz.d.a.

j) Węglan wapniowy cz.d.a., wysuszony do stałej masy w 130 °C.

3.6.3. Sprawdzanie miana roztworu wersenianu dwusodowego

3.6.3.1. Sporządzanie roztworu 0,1N chlorku wapniowego. Do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ odmierzyć cylindrem 10 cm³ kwasu solnego stężonego, a następnie za pomocą lejka przenieść ilościowo odważkę 5,005 g węglanu wapniowego. Po ustaniu burzliwej reakcji uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

3.6.3.2. Mianowanie. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ odmierzyć pipetą 20 cm³ roztworu chlorku wapniowego 0,1N, dodać 80 cm³ wody destylowanej oraz 4N roztworu wodorotlenku sodowego do uzyskania pH 12 (wobec papierka wskaźnikowego). Następnie dodać szczyptę mureksydu zmieszanego uprzednio z chlorkiem sodowym. Roztwór w kolbie miareczkować wersenianem do zmiany barwy pomarańczowej na fioletową. Wykonać 3 analogiczne miareczkowania, a następnie ze średniej arytmetycznej wyników trzech miareczkowań obliczyć miano wersenianu N wg wzoru

$$N = \frac{N \text{ CaCl}_2 \cdot V \text{ CaCl}_2}{V \text{ wers}} \quad (3)$$

w którym:

- $N \text{ CaCl}_2$ — miano chlorku wapniowego (0,1N),
- $V \text{ CaCl}_2$ — objętość 0,1 N CaCl_2 pobranego do miareczkowania (20,0 cm³),
- $V \text{ wers}$ — objętość wersenianu zużyta do miareczkowania.

3.6.4. Przygotowanie podstawowego preparatu pektynowego. 0,5 ± 0,001 g preparatu pektynowego zmieszać z 2 g cukru pudru, rozpuścić w 50 cm³ wody destylowanej, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, dodać 6 cm³ 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, po czym zawartość kolby uzupełnić wodą destylowaną do kreski.

3.6.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej pojemności 250 cm³ ze szlifowanym korkiem przenieść 10 cm³ podstawowego roztworu preparatu pektynowego, dodać 100 cm³ 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, zamknąć korkiem, wymieszać i prowadzić zmydlanie w temperaturze pokojowej przez 30 min, wstrząsając kolbą w odstępach 10 min. Następnie dodać 50 cm³ 1N roztworu kwasu octowego, a po 5 min, 5 cm³ 1M roztworu chlorku wapniowego. Pozostawić w spokoju na 1 h, po czym ogrzewać do wrzenia przez 1 min, przesączyć przez sączek z bibuły do sączenia, przemywając osad na sączku gorącą wodą destylowaną do zaniku reakcji na jony chloru (reakcja z azotanem srebrnym). Osad z sączka przenieść do zlewki pojemności 400 cm³ za pomocą gorącej wody w łącznej objętości około 150 cm³, zamieszać, dodać 20 cm³ roztworu buforu amonowego i ściśle 10,0 cm³ 0,1N roztworu wersenianu dwusodowego. Nadmiar wersenianu odmiareczkować 0,1N roztworem chlorku wapniowego wobec szczypty czerni eriochromowej do zmiany barwy niebieskiej na różową, zachowując temperaturę miareczkowania roztworu na poziomie 40 ÷ 50 °C.

3.6.6. Obliczanie wyników oznaczania. Oblicza się przy założeniu, że średnia zawartość wapnia w pektynie wapniowym wynosi 8,2 %.

Zawartość kwasów poligalakturonowych w preparacie pektynowym (x_3) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_3 = V \cdot 4 \cdot \frac{91,8}{8,2} \quad (4)$$

w którym:

- V — liczba cm³ 0,1N roztworu wersenianu dwusodowego, która przereagowała z wapniem związanym przez kwasy poligalakturonowe, obliczana wg wzoru

$$V = 100 \cdot N - V_c \quad (5)$$

gdzie:

- N — miano wersenianu dwusodowego,
- V_c — liczba cm³ 0,1N roztworu chlorku wapniowego, którą zużyto na odmiareczkowanie nadmiaru wersenianu.

Przykład obliczenia. Próbkę 10 cm³ dokładnie 0,5-procentowego roztworu preparatu pektynowego, przy postępowaniu zgodnym z opisem, w końcowej fazie zadać 10 cm³ 0,1080N roztworu wersenianu, a na odmiareczkowanie jego nadmiaru zużyć 9,3 cm³ 0,100N roztworu chlorku wapniowego.

a) Obliczanie liczby cm³ 0,100N roztworu wersenianu, która odpowiada wapniowi związanemu przez kwasy poligalakturonowe (V)

$$V = 100 \cdot 0,1080 - 9,3 = 1,51 \text{ cm}^3$$

b) Obliczanie zawartości kwasów poligalakturonowych (x_3)

$$x_3 = 1,51 \cdot 4 \cdot \frac{91,8}{8,2} = 67,6 \%$$

3.6.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się od siebie więcej niż o 0,5 %. Wynik przyjąć z dokładnością do 0,1 %.

3.7. Oznaczanie zawartości metoksylu, zawartości kwasów pektynowych oraz stopnia estryfikacji

3.7.1. Zasada oznaczania polega na miareczkowaniu wolnych, a następnie uwolnionych przez zmydlanie grup karboksylowych, w oczyszczonym preparacie pektynowym.

3.7.2. Sprzęt

- a) Lejek Schota G3 pojemności 30 ÷ 60 cm³.
- b) Mieszadło magnetyczne.
- c) Pehametr z wyposażeniem.

3.7.3. Odczynniki i roztwory

- a) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwory: 0,1N i 0,5N.
- b) Kwas solny stężony cz.d.a., roztwór 0,5N.
- c) Alkohol izopropylowy cz. lub Amberlit MB-1.
- d) Azotan srebrny cz.d.a., roztwór około 0,1N.
- e) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.

3.7.4. Przygotowanie oczyszczonego roztworu preparatu pektynowego

3.7.4.1. Oczyszczanie preparatu przy użyciu alkoholu izopropylowego. Odważyć 5 ± 0,01 g preparatu pektynowego do zlewki i dodać 100 cm³ 60-procentowego roztworu alkoholu izopropylowego z 5 cm³ stężonego kwasu solnego. Mieszać przez 10 min. Mieszaninę prze-

filtrować przez wysuszony do stałej masy i wytarowany lejek Schota, przemyć 6 razy mieszaniną alkoholu z kwasem w ilościach po 15 cm³, a następnie 60-procentowym alkoholem izopropylowym niezakwaszonym, aż filtrat będzie wolny od jonów chloru (próba z azotanem srebrnym). Na koniec przemyć 20 cm³ alkoholu izopropylowego, suszyć w 105 °C przez 1 h, schładzać w eksykatorze nad chlorkiem wapniowym i zważyć. Przenieść bez strat 1/10 masy netto wysuszonej próbki (reprezentującej 500 mg pierwotnej, nie przemytej próbki), do 250 cm³ kolby stożkowej z korkiem na szlif, zwilżyć 2 cm³ alkoholu izopropylowego, dodać 100 cm³ wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla, zakorkować i mieszać do całkowitego rozpuszczenia próbki. Uzyskany roztwór przeznaczyć do miareczkowania.

3.7.4.2. Oczyszczanie roztworu preparatu pektynowego przy użyciu Amberlitu MB-1. Odważyć z dokładnością do 0,01 g około 1,5 g preparatu pektynowego i wysypać do 200 cm³ wody destylowanej o temperaturze około 60 °C, mieszając do całkowitego rozpuszczenia. Następnie dodać 30 ÷ 35 g Amberlitu MB-1 i mieszać przez 10 min. Mieszaninę przefiltrować przez lejek Schota G3, zbierając przesącz do suchej kolby próżniowej. 50 cm³ przesączu przeznaczyć do miareczkowania.

3.7.5. Wykonanie oznaczania

3.7.5.1. Miareczkowanie potencjometryczne — metoda odwoławcza. Do kolby stożkowej zawierającej przeznaczony do miareczkowania roztwór pektynowy, oczyszczony wg 3.7.4.1 lub 3.7.4.2, dodać wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla, do uzyskania łącznej objętości roztworu 150 cm³. Włożyć do kolby magnes i ustawić na blacie mieszadła magnetycznego. Uruchomić mieszadło i zanurzyć ostrożnie elektrody pehametru. Miareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego. Do pH 6 dodawać roztwór wodorotlenku szybko, a następnie miareczkowanie zakończyć powoli, dodając wodorotlenek sodowy kroplami do uzyskania pH 8,0 ± 0,1. Zapisać ilość zużytego wodorotlenku sodowego w cm³ jako V_1 (miareczkowanie początkowe). Dodać do zmiareczkowanego roztworu 20 cm³ 0,5N roztworu wodorotlenku sodowego, kolbę zakorkować i prowadzić zmydlanie przez 15 min przy ciągłym mieszaniu mieszadłem magnetycznym. Następnie dodać 0,5N roztworu kwasu solnego w ilości dokładnie równoważącej użyty do zmydlania roztwór wodorotlenku sodowego, zamieszać, włączyć mieszadło magnetyczne, zanurzyć w roztworze elektrody i miareczkować uwolnione grupy karboksylowe 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego do pH 8,0 ± 0,1. Zapisać zużyłą liczbę cm³ wodorotlenku sodowego jako V_2 (miareczkowanie po zmydłaniu).

3.7.5.2. Miareczkowanie wobec fenoloftaleiny — metoda techniczna. 100 cm³ roztworu preparatu pektynowego oczyszczonego wg 3.7.4.1 lub 50 cm³ przesączu otrzymanego wg 3.7.4.2 i rozcieńczonego w kolbie stożkowej pojemności 250 cm³ wodą destylowaną wolną od dwutlenku węgla w ilości 50 cm³, zadać 5 kroplami fenoloftaleiny i miareczkować 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego do uzyskania różowego zabarwienia

utrzymującego się w ciągu 30 s. Zapisać zużyłą liczbę cm³ roztworu wodorotlenku sodowego jako V_1 (miareczkowanie początkowe). Następnie prowadzić zmydlanie estrów wg 3.7.5.1, a po zneutralizowaniu roztworu dodać jeszcze 3 krople fenoloftaleiny i miareczkować ponownie 0,1N roztworem wodorotlenku sodowego do słabioróżowego zabarwienia. Zapisać zużyłą liczbę cm³ roztworu wodorotlenku sodowego jako V_2 (miareczkowanie po zmydłaniu).

3.7.6. Obliczanie wyników

3.7.6.1. Zawartość kwasów pektynowych (x_4) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_4 = \frac{1,76 \cdot V_1 + 1,9 \cdot V_2}{g} \quad (6)$$

w którym:

- V_1 — miareczkowanie początkowe, cm³,
- V_2 — miareczkowanie po zmydłaniu, cm³,
- 1,76 — współczynnik masy równoważnikowej kwasu galakturonowego,
- 1,9 — współczynnik masy równoważnikowej kwasu galakturonowego zestryfikowanego metanolem,
- g — masa suchego preparatu pektynowego znajdująca się w próbce poddanej miareczkowaniu, g.

3.7.6.2. Zawartość metoksylu (x_5) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_5 = \frac{31 \cdot V_2}{1,76 \cdot V_1 + 1,9 \cdot V_2} \quad (7)$$

w którym: 31 — masa równoważnikowa grup metoksylowych (—OCH₃).

Pozostałe symbole i wartości jak w 3.7.6.1.

3.7.6.3. Stopień estryfikacji (x_6) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_6 = \frac{V_2}{V_1 + V_2} \cdot 100 \quad (8)$$

w którym: znaczenie symboli wg 3.7.6.1.

3.7.7. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej 2 równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż 1,0 %. Wyniki podać z dokładnością do 0,1 %.

3.8. Oznaczanie stopnia estryfikacji niezależnie od oznaczania zawartości kwasów pektynowych

3.8.1. Zasada oznaczania — wg 3.7.1.

3.8.2. Sprzęt — wg 3.7.2.

3.8.3. Odczynniki i roztwory — wg 3.7.3.

3.8.4. Przygotowanie oczyszczonego roztworu preparatu pektynowego

3.8.4.1. Oczyszczanie preparatu pektynowego przy użyciu alkoholu izopropylowego. Około 0,5 g preparatu pektynowego przemyć zakwaszonym roztworem izopropanolu wg 3.7.4.1 i po ostatnim przemyciu alkoholem izopropylowym wilgotny preparat rozpuścić w 100 cm³ wody destylowanej wolnej od dwutlenku węgla. Roztwór przeznaczyć do miareczkowania.

3.8.4.2. Oczyszczanie roztworu preparatu pektynowego przy użyciu Amberlitu MB-1. 200 cm³ około 0,7-procentowego roztworu preparatu pektynowego mieszać przez 10 min z 30 g Amberlitu MB-1. Dalsze postępowanie wg 3.7.5.2.

3.8.5. Wykonanie oznaczania — wg 3.7.5.

3.8.6. Obliczanie wyników oznaczania — wg 3.7.6.3.

3.8.7. Wynik końcowy oznaczania — wg 3.7.7.

3.9. Oznaczanie stopnia amidacji

3.9.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na alkalicznej deamidacji kwasów pektynowych i miareczkowym określeniu ilości kwasu zneutralizowanego przez wydzielony i oddestylowany amoniak.

3.9.2. Sprzęt — wg 3.7.2 oraz aparat destylacyjny Parnasa.

3.9.3. Odczynniki i roztwory — wg 3.7.3 oraz

a) Wodorotlenek sodowy, roztwór 50-procentowy.

b) Kwas solny, roztwór 0,1N.

c) Czerwień metylowa cz.d.a., roztwór alkoholowy 1-procentowy.

3.9.4. Wykonanie oznaczania. Oznaczanie wykonuje się w roztworze pozostałym po oznaczeniu stopnia estryfikacji. Roztwór pektynowy po drugim miareczkowaniu (miareczkowanie po zmydłaniu) wg 3.7.5 lub 3.8.5, przenieść ilościowo do kolby destylacyjnej pojemności 500 cm³ aparatu Parnasa. Do naczynia odbierającego destylat odmierzyć dokładnie 20,0 cm³ 0,1N roztworu kwasu solnego i połączyć z chłodnicą w ten sposób, aby przewód odprowadzający z chłodnicy był zanurzony w roztworze kwasu. Do kolby destylacyjnej dodać przez wkraplacz 20 cm³ 50-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, zamknąć szczelnie połączenia i rozpocząć ostrożne ogrzewanie, unikając nadmiernego pienienia. Ogrzewać do momentu, gdy zbierze się 80 ÷ 120 cm³ destylatu. Dodać kilka kropli czerwieni metylowej do naczynia z odebranym destylatem i zmia-
reczkować nadmiar kwasu za pomocą 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego, zapisując liczbę zużytych cm³ roztworu wodorotlenku sodowego jako *S*. Wykonać ślepą próbę, miareczkując 20 cm³ 0,1N roztworu kwasu solnego, za pomocą 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego wobec czerwieni metylowej. Zapisać liczbę zużytych cm³ roztworu wodorotlenku sodowego jako *B*. Obliczyć wynik miareczkowania końcowego (*B* — *S*) jako *V*₃.

3.9.5. Obliczanie wyników oznaczania

a) Stopień amidacji (*x*₇) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_7 = \frac{V_3}{V_1 + V_2 + V_3} \cdot 100 \quad (9)$$

b) Stopień estryfikacji pektyny amidowanej (*x*₈) obliczyć w procentach wg wzoru

$$x_8 = \frac{V_2}{V_1 + V_2 + V_3} \cdot 100 \quad (10)$$

w których:

*V*₃ — miareczkowanie końcowe wg 3.9.4,

*V*₁ i *V*₂ — wg 3.7.6.1.

3.9.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik oznaczania przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń nie różniących się między sobą więcej niż o 1,0 %. Wyniki podać z dokładnością do 0,1 %.

3.10. Oznaczanie zdolności żelowania pektyny wysokometylowanej w stopniach SAG, metodą 5-54 IFT

3.10.1. Zasada oznaczania polega na sporządzeniu standardowej galaretki i zmierzeniu procentowej wartości jej opadu za pomocą żelometru.

3.10.2. Sprzęt

a) Żelometr (rys. 1 na str. 6), wraz z następującym wyposażeniem:

— znormalizowane szklanki 2 sztuki (do jednego oznaczania),

— przyrząd do wyrównywania powierzchni galaretek (rodzaj noża do krojenia sera),

— wzorcowy pręt metalowy o średnicy około 10 mm i długości dokładnie 63,5 mm do sprawdzania ustawienia skali żelometru,

— płytka szklana o wymiarach 75 × 75 × 5 mm.

b) Podgumowana taśma.

c) Rondel z bocznym uchwytem pojemności około 1,5 dm³.

d) Drewniana łopatką do mieszania w czasie gotowania.

e) Sekundomierz.

3.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas winowy krystaliczny cz., roztwór: 48,8 g kwasu winowego krystalicznego rozpuścić w wodzie destylowanej, uzupełniając objętość do 100 cm³.

b) Cukier sacharoza.

3.10.4. Wykonanie oznaczania

3.10.4.1. Przygotowanie szklanek. Na każdej szklance wykonać obrzeże z paska podgumowanej taśmy papierowej o wymiarach 2 × 24 cm. Pasek powinien pokrywać 0,6 cm wysokości szklanki oraz wystawać 14 mm ponad szklankę. Taśma powinna być dobrze dociśnięta do szklanki, aby zapewnić uszczelnienie chroniące przed przeciekaniem gorącego zolu. Przed rozlaniem zolu, do każdej szklanki odmierzyć po 2 cm³ roztworu kwasu winowego, przygotowanego wg 3.10.3 a).

3.10.4.2. Ustalanie składników standardowej galaretki

a) Ilość gramów pektyny (*P*) obliczyć wg wzoru

$$P = \frac{390}{z} \quad (11)$$

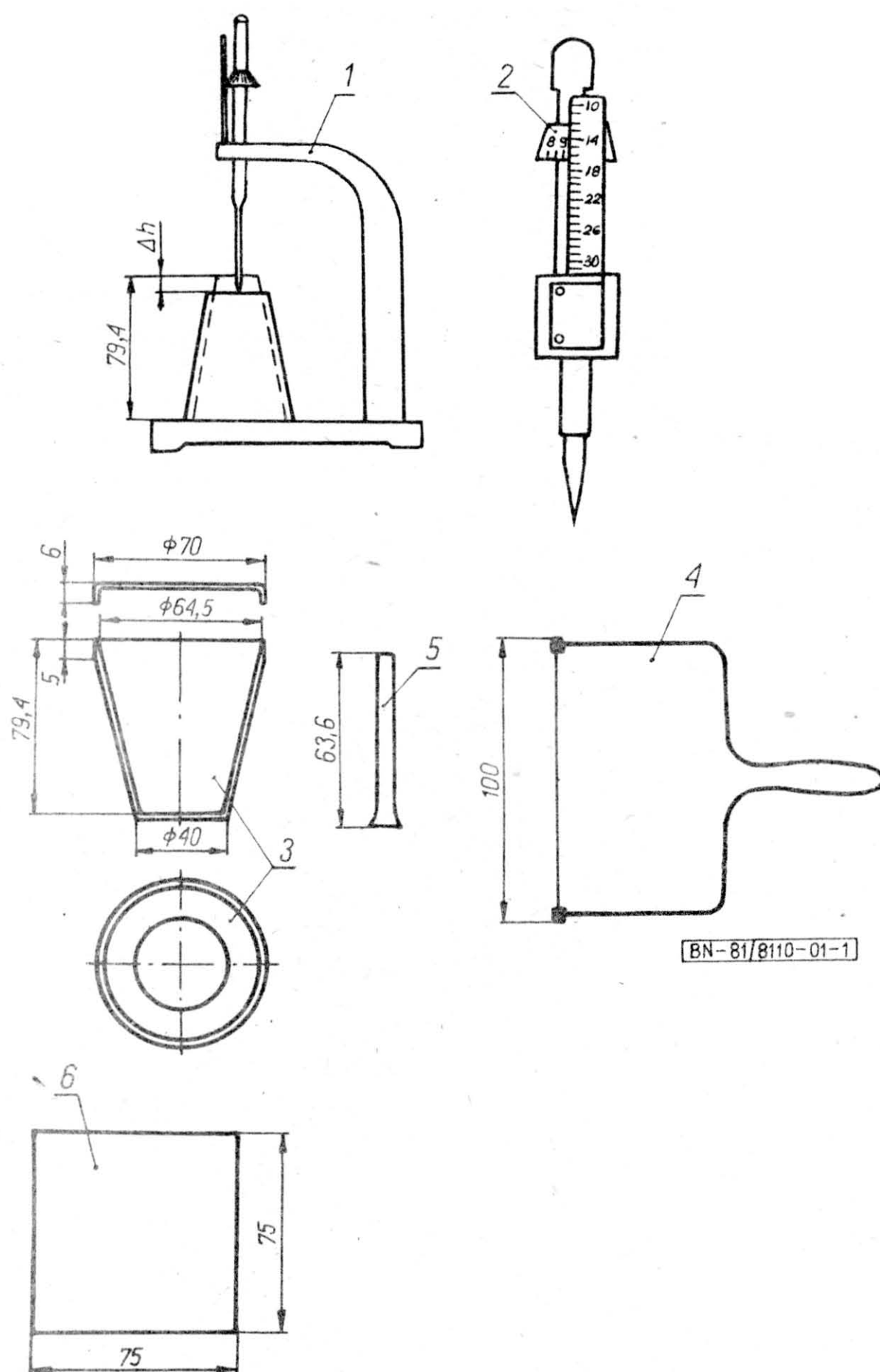
w którym:

z — założona zdolność żelowania pektyny wyrażona w stopniach SAG,

390 — liczba gramów substancji rozpuszczalnych, zawierających się w 600 g galaretki (ekstrakt).

b) Ilość gramów cukru (*C*) obliczyć wg wzoru:

$$C = 390 - P \text{ (w zaokrągleniu do 1 g)}$$



Rys. 1. Schemat żelometru z podstawowym wyposażeniem

1 — żelometr (widok z boku); 2 — śruba mikrometryczna; 3 — znormalizowana szklanka z przykrywką; 4 — przyrząd do wyrównania powierzchni galarety; 5 — pręt wzorcowy do sprawdzania skali żelometru; 6 — płytka szklana

Przykład: Jeżeli założona zdolność żelowania pektyny wynosi 150° SAG zgodnie z wymaganiami ZN-80/MPSS/C-20-159, wtedy masa pektyny jaką należy użyć do sporządzenia galaretki wyniesie:

$$P = \frac{390}{150} = 2,6 \text{ g}$$

a liczba gramów cukru wyniesie:

$$C = 390 - 3 = 387 \text{ g.}$$

3.10.4.3. Sporządzanie standardowej galaretki. W suchej zlewce pojemności 150 cm³ odważyć z dokładnością do 0,01 g ustaloną masę preparatu pektynowego. W innej zlewce odważyć obliczoną masę cukru z do-

kładnością do 0,1 g. Do zlewki z pektyną dodać 20 ÷ 30 g cukru z odważonej uprzednio ilości i starannie wymieszać za pomocą pręcika szklanego. Do wytarowanego rondla wraz z drewnianą łopatką wlać około 250 cm³ wody destylowanej ogrzanej do 60 °C, a następnie wprowadzić ilościowo mieszaninę pektyny z cukrem jednorazowo i rozpocząć łagodne mieszanie przez około 2 min. Należy przy tej czynności starać się wprowadzić mieszaninę pektyny z cukrem pod powierzchnię wody tak szybko, jak to jest możliwe. Podczas mieszania unikać rozpryskiwania, które mogłoby spowodować rozrzucanie pektyny na górne części rondla. Umieścić rondel na grzejniku i doprowadzić do wrzenia ciągle mieszając. Następnie dodać pozostały cukier w dwóch porcjach, doprowadzając każdorazowo mieszaninę do

wrzenia. Ogrzewanie kontynuować, aż do uzyskania masy netto równej 609 g. Ogrzewanie i mieszanie należy wyregulować tak, aby całkowity czas ogrzewania mieszaniny wyniósł $5 \div 8$ min. Przy użyciu grzejnika elektrycznego należy go wcześniej rozgrzać. Na okres gotowania i ważenia drewnianą łopatkę pozostawić w rondlu.

Jeżeli porcja waży mniej niż 609 g, dodać w nieznacznym nadmiarze wodę destylowaną, przy czym konieczne jest dodatkowe gotowanie w celu ponownego doprowadzenia masy do 609 g. Dodawana woda powinna być ogrzana do wrzenia. Najlepiej jest ustalić na początku ilość wody tak, aby przy stosowanych warunkach gotowania nie zachodziła konieczność dodawania wody pod koniec gotowania i aby całkowity czas gotowania utrzymać w granicach przedziału $5 \div 8$ min.

Po sprawdzeniu masy zolu pozostawić go w stanie nienaruszonym na 1 min, po czym przechylić rondel i szybko zgarnąć ewentualną pianę. Wyjąć drewnianą łopatkę i włożyć termometr. Podczas gdy rondel jest przechylony mieszać łagodnie za pomocą termometru, aż do osiągnięcia temperatury dokładnie 95°C . Następnie wlać szybko zawartość rondla do dwóch wcześniej przygotowanych szklanek.

3.10.4.4. Wlewanie zolu do szklanek. Umieścić pręciki szklane w każdej szklance. Gdy zol ostygnie do 95°C , wlewać go szybko do pierwszej szklanki, mieszając energicznie ruchem wznosząco-opadającym. W analogiczny sposób napełnić drugą szklankę. Najlepiej wlewać bardzo szybko do momentu napełnienia szklanki do obrzeży, a następnie wolniej, wypełniając przestrzeń ograniczoną doklejoną taśmą. Po 2 h po napełnieniu, przykryć szklanki metalowymi przykrywkami i pozostawić na $20 \div 24$ h w temperaturze $22 \div 28^{\circ}\text{C}$, w miejscu zabezpieczonym przed wstrząsami.

3.10.4.5. Wykonanie pomiaru opadu galaretek. Po upływie $20 \div 24$ h przetrzymywania galaretek, zdjąć przykrywkę oraz zerwać taśmę. Następnie za pomocą mocno naprężonego, czystego, zwilżonego drutu (przyrząd do wyrównywania powierzchni galaretek), wykonać poziome cięcie, w celu usunięcia warstwy galaretki, która wystaje ponad górną część szklanki. Odcieć górną warstwę zdjąć ostrożnie i odrzucić. Galaretkę wyjąć ze szklanki i ustawić w odwróconej pozycji na płytce szklanej. W tym celu przechylić szklankę pod kątem 45° i wsunąć ostrze łopatki pomiędzy górną część szklanki i galaretki, aby rozpocząć oddzielanie. Następnie, obracając powoli szklankę, wyłożyć galaretkę na szklaną płytkę bez dalszej pomocy łopatki. Przenoszenie galaretki prowadzić ostrożnie, aby jej nie uszkodzić w czasie tej operacji i starać się ustawić ją pionowo. Gdy tylko galaretka znajdzie się na szklanej płytce włączyć sekundomierz. Jeżeli galaretka przechyliła się nieznacznie w jedną stronę, można to zazwyczaj skorygować odchylając łagodnie płytkę szklaną od kierunku, w którym się pochyla galaretka. Płytkę z galaretką umieścić na podstawce żelometru tak, aby śruba mikrometru znajdowała się dokładnie nad środkiem galaretki. Pomiar należy wykonywać na poziomym stole lub pulpicie. Dokładnie po 2 min po uruchomieniu sekundomierza, ostrze śruby mikrometru doprowadzić

do styku z górną powierzchnią galaretki. Oświetlenie należy tak ustawić, aby można było łatwo obserwować styk końcówki mikrometru z powierzchnią galaretki. Odczytać wartość procentową opadu na skali. Najniższa kreska na pionowej skali, poniżej której przechodzi dolny brzeg okrągłej głowicy mikrometru oznacza procenty, a liczba na głowicy mikrometru najbliższa do pionowej skali, dziesiętne części procentu opadu. Odczyt podać w zaokrągleniu do 0,1 %.

Jeżeli odczyty dla dwóch galaretek tej samej partii różnią się więcej niż o 0,6 %, należy powtórzyć sporządzanie galaretki.

3.10.4.6. Sprawdzanie kalibracji żelometru. Do sprawdzania ustawienia skali żelometru używa się wzorcowego pręta metalowego o długości 63,5 mm. Ustawić pręt w pozycji pionowej pod ostrzem śruby mikrometrycznej na szklanej płytce umieszczonej na podstawce żelometru. Sprawdzanie żelometru powinno się odbywać na spoziomowanym stole. Kiedy ostrze śruby styka się delikatnie z prętem wzorcowym przyrząd powinien wskazywać dokładnie 20,0. Sprawdzanie żelometru zalecane jest od czasu do czasu i zawsze przy zastosowaniu nowej płytki szklanej.

3.10.4.7. Sprawdzanie ekstraktu i pH galaretki. Po zmierzeniu opadu, jedną z galaretek przeciąć w połowie długości, wyciąć ze środka małą porcję i szybko rozsmarować na jednym z przyrządów refraktometru. Odczytać wartość ekstraktu, uwzględniając temperaturę pomiaru. Z drugiej galaretki pobrać porcję ze środka, rozetrzeć w małej zlewce i zanurzyć w niej elektrody pehametru, wyskalowanego na bufor o pH $2,0 \div 4,0$ i dokonać odczytu wartości pH.

3.10.5. Obliczanie zdolności żelowania polega na korygowaniu założonej zdolności żelowania w stosunku do wartości rzeczywistej. Zależność między wartością procentową opadu galaretki a współczynnikiem do przeliczenia założonej zdolności żelowania na rzeczywistą, przedstawia krzywa podana przez Coxa-Higby'ego (rys. 2 na str. 8).

Po wyliczeniu średniej arytmetycznej opadów dwóch galaretek, nanieść ją na osi odciętych wykresu i w punkcie przecięcia z krzywą odczytać na osi rzędnych wartość współczynnika W , przez który należy pomnożyć założoną zdolność żelowania.

Zdolność żelowania (x_9) obliczyć w stopniach SAG wg wzorów

$$\text{a) } x_9 = z \cdot W \quad (13)$$

lub

$$\text{b) } x_9 = z \left(2 - \frac{\% \text{ opadu}}{23,5} \right) \quad (14)$$

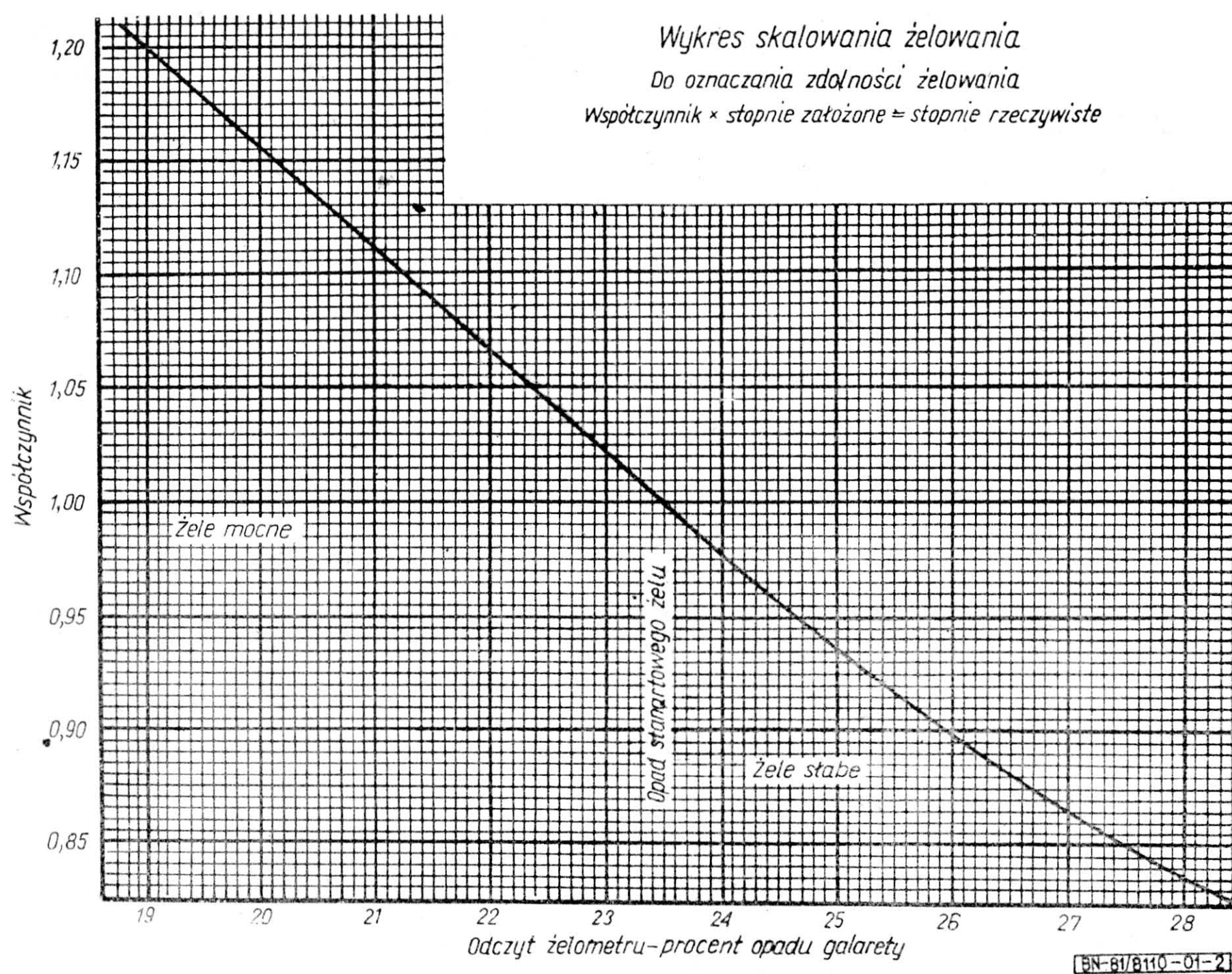
w których:

z — założona zdolność żelowania,

W — współczynnik przeliczeniowy dla danej wartości opadu odczytany z wykresu (rys. 2),

23,5 — wzorcowa wartość opadu.

3.10.6. Wynik końcowy oznaczania. Za wynik przyjąć obliczoną wartość rzeczywistej zdolności żelowania zaokrąglony do jednego stopnia. Dokładniejsze wyniki daje krzywa Coxa-Higby'ego.



Rys. 2. Wykres skalowania żelowania

Wynik jest ważny, jeżeli spełnione są następujące warunki:

- ekstrakt galaretki wynosi $64,8 \div 65,2 \%$,
- pH galaretki wynosi $2,2 \div 2,4$,
- różnice w odczycie procentu opadu galaretek nie są większe niż $0,6 \%$ i mieszczą się w przedziale $20,0 \div 28,0 \%$.

3.11. Oznaczanie zdolności żelowania pektyny niskometylowanej

3.11.1. Zasada oznaczania — wg 3.10.1.

3.11.2. Sprzęt — wg 3.10.2.

3.11.3. Odczynniki i roztwory

a) Kwas cytrynowy cz., roztwór: 543 g kwasu cytrynowego w 1 dm^3 roztworu.

b) Cytrynian sodowy cz., roztwór: 60 g cytrynianu sodowego dwuwodnego ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) w 1 dm^3 roztworu.

c) Chlorek wapniowy cz.d.a., roztwór: 22,05 g chloru wapniowego dwuwodnego ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) rozpuścić w wodzie destylowanej i uzupełnić objętość do 1 dm^3 .

d) Cukier sacharoza.

3.11.4. Wykonanie oznaczania

3.11.4.1. Przygotowanie szklanek. Na każdej szklance wykonać obrzeże z paska taśmy papierowej wg opisu podanego w 3.10.4.1.

3.11.4.2. Ustalanie receptury standardowej galaretki. Wymagana zawartość substancji rozpuszczalnych w ga-

laretce zależy od poziomu stopnia estryfikacji (typ pektyny) i zawiera się w granicach $30 \div 50 \%$. Ustala się następujące receptury galaretek:

a) Receptura dla pektyn o stopniu estryfikacji poniżej 33 % (np. LM.350 firmy Cesalpinia)

Pektyna (100 °SAG)	— 6 g.
Cukier sacharoza	— 40 g.
Woda destylowana	— 425 cm^3 .
Roztwór cytrynianu sodowego	— 10 cm^3 .
Roztwór kwasu cytrynowego	— 5 cm^3 .
Cukier sacharoza	— 140 g (lub $146 - \frac{600}{z}$).

Roztwór chlorku wapniowego — 25 cm^3 .

Całkowita masa sporządzonej galaretki — 600 g.

b) Receptura dla pektyn o stopniu estryfikacji powyżej 33 % (np. LM.370 firmy Cesalpinia).

Pektyna (100 °SAG)	— 6 g.
Cukier sacharoza	— 30 g.
Woda destylowana	— 330 cm^3 .
Roztwór cytrynianu sodowego	— 15 cm^3 .
Roztwór kwasu cytrynowego	— 10 cm^3 .

Cukier sacharoza — 200 g (lub $206 - \frac{600}{z}$).

Roztwór chlorku wapniowego — 25 cm³.

Całkowita masa galaretki — 600 g.

3.11.4.3. Sporządzanie galaretki wg 3.11.4.2 receptura a). Jeżeli pektyna jest standardowa (tzn. jej zdolność żelowania wynosi 100 °SAG), odważyć dokładnie 6,0 g. Jeżeli nie jest standardowa, obliczyć ilość pektyny wg wzoru

$$P = \frac{600}{z} \quad (15)$$

Jednocześnie ilość cukru zużytego do gotowania galaretki wyniesie

$$C = 146 - \frac{600}{z} \quad (16)$$

w którym:

z — założona zdolność żelowania,

600 — liczba gramów sporządzonego żelu.

Pektynę odważoną z dokładnością do 0,01 g mieszać z 40 g cukru. W rondlu, wytarowanym wraz z łopatką do mieszania, przygotować mieszaninę 425 cm³ wody destylowanej z dodatkiem 5 cm³ roztworu kwasu cytrynowego oraz 10 cm³ cytrynianu sodowego. Przenieść do rondla mieszaninę pektyny z cukrem i mieszać do rozpuszczenia. Ustawić na grzejniku. Mieszając doprowadzić do wrzenia, dodać 140 g cukru, dalej gotować mieszając, aż do rozpuszczenia. Następnie dodać 25 cm³ roztworu chlorku wapniowego, kroplę po kropli przy ciągłym mieszaniu. Kontynuować mieszanie do uzyskania masy netto równej 600 g. Zdjąć rondel z grzejnika i pozostawić w spokoju na 1 min w celu podpłynięcia piany. Szybko zebrać pianę i natychmiast wlać żół do dwóch wcześniej przygotowanych szklanek. Nalać tyle mieszaniny, aby płyn napłynął każdą szklankę ponad 2 mm ponad górną krawędź taśmy. Po 2 h nakryć przykrywkami i pozostawić w spokoju na 18 ÷ 24 h w pomieszczeniu o temperaturze 22 ÷ 28 °C, w miejscu zabezpieczonym przed wstrząsami.

Przy sporządzaniu galaretki należy stosować się do wszystkich zasad podanych w 3.10.4.3.

3.11.4.4. Sporządzanie galaretki wg 3.11.4.2 receptura b). Odważyć 6,00 g (lub $\frac{600}{z}$) preparatu pektynowego i mieszać z 30 g cukru. W rondlu wytarowanym

wraz z łopatką do mieszania, przygotować mieszaninę 330 cm³ wody destylowanej z dodatkiem 10 cm³ roztworu kwasu cytrynowego oraz 15 cm³ roztworu cytrynianu sodowego. Mieszaninę pektyny z cukrem przenieść do rondla i mieszać do rozpuszczenia próbki. Dalsze postępowanie jest analogiczne jak w 3.11.4.3 z tą różnicą, że ilość dodanego w czasie gotowania cukru wynosi 200 g.

3.11.4.5. Pomiar opadu galaretek — wg 3.10.4.5.

3.11.5. Obliczanie zdolności żelowania. Obliczyć średnią arytmetyczną z odczytanych opadów obydwu gala-

rettek, zaokrąglając wynik do 0,1 %. Zdolność żelowania (x_{10}) obliczyć w stopniach SAG wg wzoru

$$x_{10} = \frac{600}{P} \left(2,0 - \frac{\% \text{ opadu} + 4,5}{25} \right) \quad (17)$$

w którym:

P — masa pektyny użyta do sporządzenia żelu,

4,5 oraz 25 — wartości empiryczne.

3.11.6. Wynik końcowy oznaczania. Wynik podać w zaokrągleniu do jednego stopnia. Dla zachowania ważności oznaczania muszą być spełnione następujące warunki:

— ekstrakt galaretki powinien wynosić 30,0 ÷ 32,0 % dla receptury wg 3.11.4.2 a) oraz 40,0 ÷ 42,0 % dla receptury wg 3.11.4.2 b),

— pH galaretki powinno wynosić 3,0 ± 0,1,

— różnice pomiędzy poszczególnymi odczytami opadu dla dwóch równoległych galaretek nie powinny przekraczać 0,6 % i powinny zawierać się w przedziale 19,0 ÷ 23,0 %.

3.12. Oznaczanie temperatury i czasu żelowania pektyny wysokometylowanej

3.12.1. Zasada oznaczania polega na sporządzeniu standardowego zolu i pomiarze temperatury oraz czasu żelowania, w warunkach przewidzianych metodą.

3.12.2. Sprzęt

- Rondel pojemności 1,5 dm³.
- Drewniana łopatką do mieszania.
- Łażnia do zastygania galaretek (rys. 3 na str. 10).
- Probówki szklane o średnicy około 22 mm i długości około 200 mm.
- Gumowe korki do probówek.
- Termometr.
- Sekundomierz.

3.12.3. Odczynniki i roztwory

- Kwas cytrynowy cz.
- Cytrynian potasowy cz.
- Kwas solny cz.d.a., roztwór w przybliżeniu 1N.
- Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór w przybliżeniu 0,1N.
- Cukier sacharoza.
- Tepol 610 (sól sodowa siarczanów wyższych alkoholi drugorzędnych — środek powierzchniowo czynny), roztwór wodny 10 % obj.

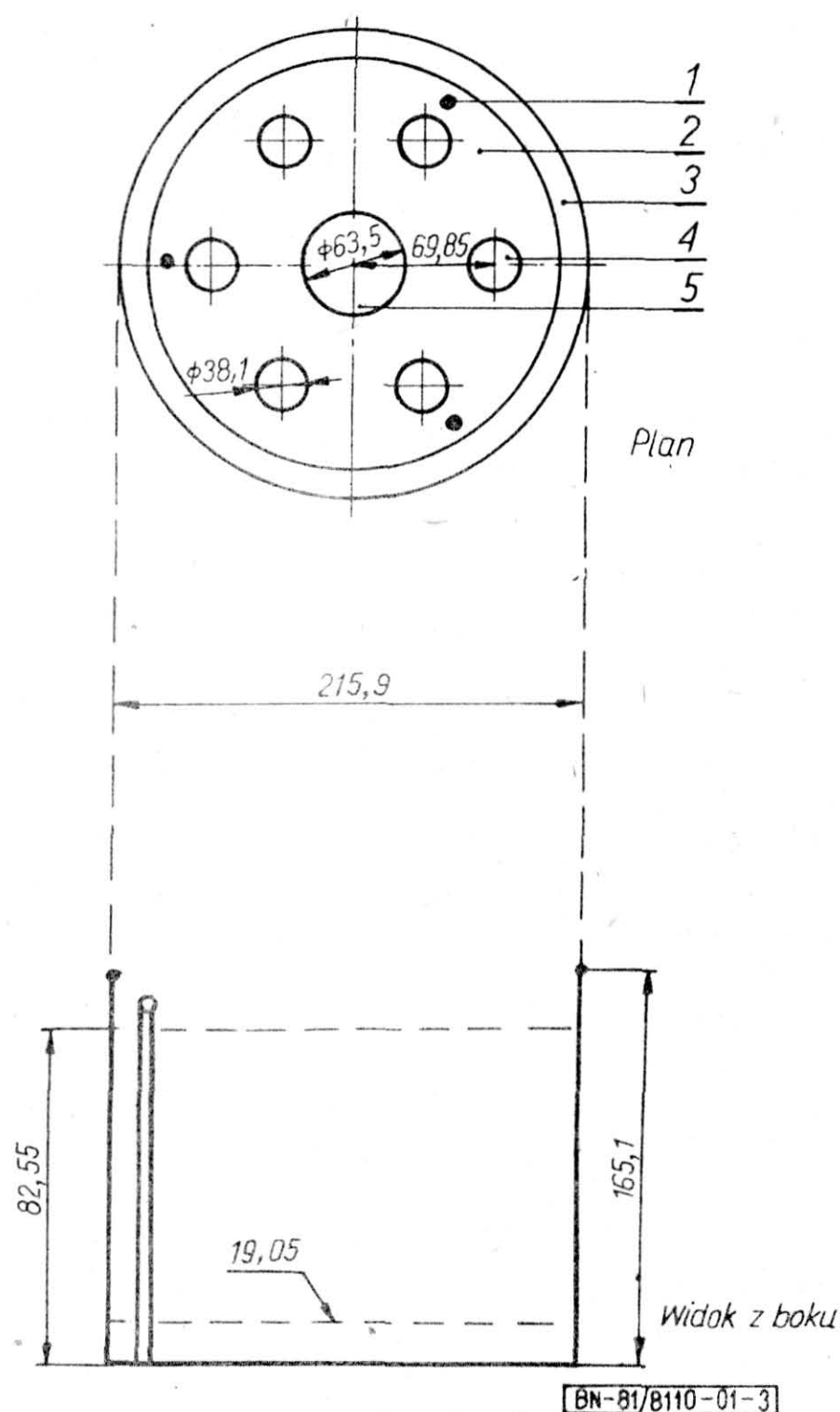
g) Roztwór buforowy cytrynianowy o pH 2,9 ± 0,02: 66,2 g kwasu cytrynowego (C₆H₈O₇ · H₂O) oraz 24,7 g cytrynianu potasowego (C₆H₅K₃O₇ · H₂O), rozpuścić w około 800 cm³ wody destylowanej, gotować przez 5 min w celu usunięcia dwutlenku węgla, schłodzić, przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 1 dm³ i uzupełnić do kreski wodą destylowaną wolną od dwutlenku węgla.

Roztworów sporządzonych wg poz. f) oraz g) nie należy przetrzymywać dłużej niż 5 dni.

3.12.4. Obliczanie odważki pektyny. W warunkach oznaczania, żeli o zawartości 0,66 % pektyny 100-stopniowej, wykazuje 23,5 % opadu. Masę preparatu pektynowego (P) obliczyć w gramach wg wzoru

$$P = \frac{660}{z} \quad (18)$$

w którym z — założona zdolność żelowania.



Rys. 3. Łażnia do pomiaru temperatury żelowania
1 — nogi wspornika; 2 — wspornik na próbówce; 3 — łaźnia metalowa; 4 — otwory na próbówce; 5 — otwór na mieszadło

3.12.5. Rozpuszczanie preparatu pektynowego. Próbkę pektyny odważoną z dokładnością do 0,01 g zmieszać dokładnie z 30 g cukru, dodać wrzącej wody destylowanej przy ciągłym mieszaniu, aż do osiągnięcia masy mieszaniny 225 g. Kontynuować mieszanie do całkowitego rozpuszczenia, następnie przykryć i pozostawić w temperaturze pokojowej na 1 h.

3.12.6. Sporządzanie galaretki. Przenieść ilościowo rozpuszczoną pektynę do rondla, dodać wodę destylowaną do osiągnięcia masy netto 450 g. Sprawdzić pH. Doprowadzić pH do 3,05 ÷ 3,10 przez ewentualny dodatek 0,1N roztworu wodorotlenku sodowego lub 1N roztworu kwasu solnego, dodać 50 cm³ roztworu buforu cytrynianowego i 5 cm³ tepolu. Zagotować roztwór, dodać cukier w ilości obliczonej wg wzoru

$$596 - (30 + \frac{\% \text{ sm} \cdot P}{100}) \quad (19)$$

w którym:

P — masa pektyny użyta do oznaczenia obliczona wg wzoru (18),

% sm — procentowa zawartość suchej masy w preparacie.

Kontynuować gotowanie do uzyskania końcowej masy netto zolu wynoszącej 1000 g.

3.12.7. Pomiar temperatury i czasu żelowania

3.12.7.1. Przygotowania łaźni. Łażnię stanowi okrągły zbiornik ze stali nierdzewnej o średnicy 21,2 cm oraz głębokości 16,2 cm. Wewnątrz łaźni znajduje się okrągły wspornik wykonany z miedzi pokrytej cyną, składający się z dwóch metalowych płytek w odległości 10 cm od siebie, a dolna w odległości 0,6 cm nad dnem. W płytkach znajduje się 6 otworów do podtrzymywania próbek. W otworze środkowym umieszczone jest mieszadło elektryczne. Łażnia zaopatrzona jest także w termometr. Napełnić łaźnię w przybliżeniu 4,5 dm³ wody, co powinno dać głębokość 137 mm po zanurzeniu 6 próbek. Należy zapewnić, aby pod koniec gotowania galaretki, próbki były zanurzone w łaźni, a woda znajdowała się w stanie wrzenia.

3.12.7.2. Wykonanie pomiaru. Mieszaninę pektynową po ugotowaniu przelać prosto z rondla do próbek na wysokość poziomu wody, szybko zamknąć korkami, usunąć źródło ogrzewania i zanotować czas. Gdy temperatura łaźni troszkę spadnie, wyjąć jedną próbkę i ostrożnie obrócić. Jeżeli nie dostrzeże się żadnych oznak żelowania ustawić próbkę na stojaku do dalszego schładzania w temperaturze pokojowej i kontrolować ją od czasu do czasu. Gdy tylko dostrzeże się w niej pierwsze oznaki żelowania, wyjąć następną próbkę z łaźni i sprawdzić jej żelowanie. Kontynuować ten sposób, aż próbka wyjęta z łaźni wykaże oznaki żelowania. Żelowanie rozpoczyna się na dnie próbki i jako moment żelowania przyjmuje się ten, gdy warstwa galaretki jest dostatecznie zgęstniała, aby utrzymać się w zakrzywionym dnie próbki przy ostrożnym obrocie.

3.12.8. Wyniki oznaczania. Temperatura łaźni w chwili wyjęcia próbki z oznakami żelowania jest **temperaturą żelowania**. Czas jaki upływa do pojawienia się pierwszych oznak żelowania w próbce wyjętej bezpośrednio z łaźni jest **czasem żelowania**. Wyniki są ważne, jeżeli ekstrakt galaretki mieści się w zakresie 70,0 ÷ 71,0 % i pH wynosi 3,05 ÷ 3,15.

3.13. Oznaczanie masy molowej

3.13.1. Zasada oznaczania polega na pomiarze lepkości właściwej rozcieńczonych acetonowych roztworów nitrapektyny.

3.13.2. Sprzęt

a) Wiskozymetr Ostwalda (czas wypływu czystego acetonu w temperaturze 20 °C około 150 g).

b) Mieszadło magnetyczne,

c) Sekundomierz.

d) Moździerz porcelanowy z tłuczkiem.

e) Tygiel porcelanowy z dziurkowanym dnem.

f) Tkanina lniana 25 × 25 cm.

g) Naczynie emaliowane pojemności powyżej 5 dm³.

3.13.3. Odczynniki

a) Kwas azotowy cz.d.a., roztwór 96-procentowy.

- b) Aceton cz.
- c) Alkohol metylowy cz.
- d) Sączi twarde z bibuły do sączenia.
- e) Wata szklana.

3.13.4. Przygotowanie nitropektyny. Około 1 g preparatu pektynowego zważonego z dokładnością do 0,01 g zadać w moździerzu 150 cm³ dymiącego kwasu azotowego i ucierać za pomocą porcelanowego tłuczka w celu rozprowadzenia preparatu w kwasie. Następnie zawartość moździerza przenieść do porcelanowej zlewki pojemności 400 cm³ i prowadzić nitrowanie w ciągu 1 h przy ciągłym mieszaniu magnetycznym. Po tym czasie roztwór nitropektyny przesączyć przez sącze ze szklanej waty umieszczony w porcelanowym tyglu z dziurkowanym dnem. Klarowny przesącz wprowadzić do emaliowanego naczynia napełnionego 5 dm³ wody destylowanej. Strącić nitropektyny w wodzie wymieszać i szybko odsączyć na lnianej tkaninie umieszczonej w szklanym lejku. Strąć nitropektyny przemyć 5-krotnie wodą destylowaną w łącznej ilości około 2 dm³. Po każdym przemyciu wyciskać pozostałość na tkaninie. Ostatecznego przemycia strątu dokonać za pomocą alkoholu metylowego w ilości około 100 cm³. Strąć przenieść na płytkę Petriego i lekko podsuszyć na wrzącej łaźni wodnej. Otrzymany w ten sposób strąć nitropektyny użyć do oznaczania masy molowej metodą wiskozymetryczną.

3.13.5. Wykonanie oznaczania. 1 ± 0,01 g lekko podsuszonego preparatu nitropektynowego zalać w moździerzu 50 cm³ acetonu i ucierać za pomocą porcelanowego tłuczka do całkowitego rozpuszczenia. Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³, uzupełniając do kreski acetonem, wymieszać i przesączyć przez twardy sącze bibułowy. W ten sposób przygotowany roztwór jest roztworem podstawowym (1).

Określić stężenie przygotowanego roztworu nitropektyny w następujący sposób: do wysuszonego i wytarowanego naczynka wagowego odmierzyć 20 cm³ klarownego przesączu, odparować na łaźni wodnej i wysuszyć w suszarce w temperaturze 100 ÷ 110 °C w ciągu 3 h. Następnie do kolby pomiarowej pojemności 100 cm³ odmierzyć 10 cm³ roztworu podstawowego (1) i uzupełnić acetonem do kreski. Otrzymuje się w ten sposób roztwór rozcieńczony (2). Roztworem tym napełnić wiskozymetr Ostwalda i zmierzyć czas przepływu w temperaturze 20 °C (w łaźni wodnej). Pomiar wykonać kilkakrotnie, wyliczając średnią arytmetyczną czasów przepływu. Obliczyć lepkość względną roztworu (2) w stosunku do czasu przepływu czystego acetonu w tych samych warunkach. Dokonać dalszego, 10-krotnego rozcieńczenia (2) roztworu, otrzymując roztwór rozcieńczony (3). Rozcieńczenie roztworu (2) można uznać za wystarczające dla wyznaczenia średniej masy cząsteczkowej kwasów pektynowych, jeżeli stosunek lepkości względnej tego roztworu do jego stężenia wyrażonego w molach/dm³ jest liczbowo równy temu stosunkowi dla następnego, 10-krotnego rozcieńczenia roztworu (3). W przeciwnym przypadku należy wykonać dalsze rozcieńczenia.

3.13.6. Obliczanie wyników. Średnią masę molową (x_{11}) obliczyć wg wzoru

$$x_{11} = \frac{nwł}{Km \cdot Cm} \quad (20)$$

w którym:

$$nwł = \frac{t - t_o}{t_o} \quad (21)$$

$$Cm = \frac{C \text{ (g/dm}^3\text{)}}{Mn} \quad (22)$$

- $nwł$ — lepkość względna roztworu nitropektyny,
- t — czas przepływu roztworu nitropektyny,
- t_o — czas przepływu acetonu w tych samych warunkach,
- Mn — masa molowa kwasu galakturonowego nitrowanego (266),
- Cm — stężenie nitropektyny wyrażone w molach/dm³,
- Km — stała dla roztworów nitropektyny w acetonie ($6 \cdot 10^{-4}$),
- C — stężenie nitropektyny wyrażone w g/dm³.

Przykład obliczania. Z 1 g lekko podsuszonej nitropektyny sporządzono 100 cm³ roztworu podstawowego. Do oznaczenia pobrano 20 cm³ tego roztworu i po wysuszeniu uzyskano 80 mg suchej pozostałości. Następnie sporządzono roztwory robocze (2) i (3). Czasy przepływu w wiskozymetrze wynoszą:

dla roztworu (2) rozcieńczonego 10-krotnie — 180,3 s,

dla roztworu (3) rozcieńczonego 100-krotnie — 153,3 s.

Czas przepływu czystego acetonu w tych samych warunkach wynosi średnio 150,3 s.

I. Obliczanie stężenia roztworu podstawowego:

$$C_1 = \frac{80 \cdot 50}{1000} = 4 \text{ g/dm}^3$$

II. Obliczanie stężeń molowych roztworów roboczych:

$$\text{roztwór (2)} \quad \frac{0,4}{266} = 0,0015 \text{ mola/dm}^3$$

$$\text{roztwór (3)} \quad \frac{0,04}{266} = 0,00015 \text{ mola/dm}^3$$

III. Stosunek lepkości względnej do stężeń molowych wynosi:

$$\text{roztwór (2)} \quad \frac{180,3 - 150,3}{150,3} : 0,0015 = \frac{0,199}{0,0015} \quad (a)$$

$$\text{roztwór (3)} \quad \frac{153,3 - 150,3}{150,3} : 0,00015 = \frac{0,0199}{0,00015} \quad (b)$$

Z powyższego wynika równość (a) = (b), co znaczy, że stężenie roztworu (2) jest wystarczające dla obliczenia masy molowej.

IV. Obliczanie masy molowej:

$$M = \frac{0,199}{0,0006 \cdot 0,0015} = 221\ 111 = 221\ 100.$$

3.13.7. Wynik końcowy podawać w zaokrągleniu do 100.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centrala Zjednoczenia Przemysłu Owocowo-Warzywnego, Warszawa.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/8110-01

- a) wyeliminowano oznaczanie zawartości frakcji rozpuszczalnej, wprowadzono natomiast sprawdzanie rozpuszczalności,
- b) wyeliminowano oznaczanie zdolności żelowania metodą Tarr-Bakera,
- c) wprowadzono oznaczanie zawartości metoksylu i kwasów pektynowych,
- d) wprowadzono metody oznaczania zdolności żelowania pektyny niskometylowanej,

e) zmieniono metodę oznaczania czasu i temperatury żelowania.

3. Normy związane

PN-72/A-75050 Przetwory owocowe, warzywne, wina i miody pitne.
* Pobieranie próbek

4. Inne dokumenty wykorzystane przy opracowaniu niniejszej normy
ZN-80/MPSS-C-20-159 Preparaty pektynowe. Pektyna jabłkowa

5. Autorzy projektu normy — dr inż. Franciszek Bosak — Zakłady Przetwórstwa Owocowo-Warzywnego PEKTOWIN, Jasło, mgr inż. Edward Pawluś — ZPOW PEKTOWIN, Jasło.