МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРОТИНА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.8/.9:547.979.8.06:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

## Метод определения каротина

**ГОСТ 8756.22—80**

Fruit and vegetable products.
Method for determination of carotene

МКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.81

Настоящий стандарт распространяется на плодоовощные консервированные продукты и устанавливает метод определения каротина.

Метод основан на фотометрическом определении массовой концентрации каротина в растворе, полученном после экстрагирования каротина из продуктов органическим растворителем и очищенном от сопутствующих красящих веществ с помощью колоночной хроматографии. Нижний предел определения 0,1 мкг/см$^3$.

## 1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Отбор проб и подготовка их к испытаниям — по ГОСТ 26313 и ГОСТ 26671.
**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

2.1. Для проведения испытания используют следующие аппаратуру, реактивы и материалы:

- фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, обеспечивающий измерение при длине волны 450 нм и абсолютной погрешностью измерения коэффициента пропускания не более 1 %;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с поверочной ценой деления 2,0 мг;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 500 г, с поверочной ценой деления 5,0 мг;
- электрошкаф сушильный лабораторный с диапазоном нагрева от 40 до 200 °С, обеспечивающий поддержание заданной температуры в пределах ± 5 °С;
- испаритель ротационный ИР-1М;
- насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос Комовского;
- колбы с тубусом для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 25336, вместимостью 250 или 500 см$^3$;
- ступку фарфоровую по ГОСТ 9147;
- фильтры стеклянные по ГОСТ 25336;
- воронки диаметром 36 или 56 мм и воронки делительные цилиндрические, вместимостью 100 или 200 см$^3$ по ГОСТ 25336;
- палочки стеклянные по ГОСТ 21400;
- стаканы типов В и Н по ГОСТ 25336, вместимостью 50 см$^3$;
- колбы мерные II класса по ГОСТ 1770, вместимостью 25, 50 и 100 см$^3$;
- пипетки по НТД, вместимостью 1, 5 см$^3$ и 10 см$^3$;

* 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, 1980
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

- трубка стеклянная для хроматографической колонки длиной 200—250 мм, диаметром широкого конца 15 мм, суженного — 5 мм;
- пробирки типов П1 и П2 по ГОСТ 25336;
- эксикатор по ГОСТ 25336;
- ацетон по ГОСТ 2603;
- эфир петролейный или бензин авиационный по ГОСТ 1012 с температурой кипения 70—90 °С, или гексан;
- натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, прокаленный в течение 1 ч, при 100 °С;
- алюминия окись безводная, ч. д. а., для хроматографии, размер частиц (86 ± 5) мкм, нейтральная, или окись алюминия по Брокману II, нейтральная;
- магния окись по ГОСТ 4526;
- спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*;
- калия гидроокись, х. ч., раствор с массовой долей 50 %; раствор с массовой долей 10 % в этиловом спирте, свежеприготовленный;
- β-каротин, стандартный раствор или азобензол, ч. д. а., или калия бихромат, х. ч. по ГОСТ 4220;
- воду дистиллированную по ГОСТ 6709;
- песок кварцевый по ГОСТ 7031, прокаленный;
- вату медицинскую гигроскопическую по ГОСТ 5556;
- бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026;
- эфир этиловый;
- кислоту аскорбиновую;
- фенолфталеин, раствор с массовой долей 1 % в этиловом спирте.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

## 3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление стандартного раствора

10 мг кристаллического каротина растворяют в гексане в мерной колбе вместимостью 100 см$^3$ и доводят до метки растворителем. Перед построением градуировочного графика готовят рабочий раствор следующим образом: 1 см$^3$ стандартного раствора разбавляют до 100 см$^3$ гексаном; 1 см$^3$ такого раствора содержит 1 мкг каротина;

или 14,5 мг азобензола, перекристаллизованного из спиртового раствора, растворяют в 50 см$^3$ этилового спирта и доводят объем до 100 см$^3$; 1см$^3$ такого раствора по окраске соответствует 2,35 мкг каротина в 1 см$^3$;

или 36 мг бихромата калия растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см$^3$ и доводят объем до метки; 1 см$^3$ такого раствора по окраске соответствует 2,08 мкг β-каротина в 1 см$^3$.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Приготовление адсорбента

Порцию окиси алюминия (или магния) высушивают в течение 60 мин при температуре 180 °С. Добавляют 1 % дистиллированной воды, встряхивают до получения однородной массы в закрытой банке. В случае плохого разделения, адсорбент не увлажняют и используют сразу после высушивания.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Приготовление адсорбционной колонки

В нижнюю часть стеклянной трубки для хроматографической колонки, вставленной в пробку, помещают небольшой кусочек ваты. Трубку наполняют окисью алюминия или окисью магния на высоту 5—7 см. В качестве обезвоживающего вещества сверху насыпают безводный сернокислый натрий высотой слоя 2 см. Трубку вставляют в колбу для отсасывания и смачивают растворителем, используемым для экстракции каротина.

3.4. Построение градуировочного графика

Готовят серию растворов сравнения. Для этого в ряд пробирок наливают 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0 см$^3$ свежеприготовленного рабочего раствора каротина и доводят объем растворов до 10 см$^3$ гексаном. Полученные растворы содержат соответственно 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,30; 0,35; 0,40 мкг

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

каротина в 1 см³. Измеряют на спектрофотометре или фотоэлектроколориметре оптическую плотность полученных растворов по отношению к гексану в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 1 см при длине волны 450 нм. Строят график зависимости оптической плотности раствора от массовой концентрации каротина (мкг/см³) $D = f(c)$.

При отсутствии кристаллического каротина градуировочный график строят, используя стандартный раствор азобензола или бихромата калия. При использовании азобензола оптическую плотность растворов сравнения измеряют по отношению к спирту, а бихромата калия по отношению к воде при длине волны 450 нм.

Построение градуировочного графика повторяют не реже одного раза в 6 мес.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Экстракция каротина

Из пробы консервированного продукта берут в ступку навеску массой 1—3 г (в зависимости от предполагаемого содержания каротина) с погрешностью не более ± 0,01 г. Растирают в ступке с равным количеством кварцевого песка и 5—7 см³ ацетона. Ацетоновую вытяжку, не затрагивая осадка, фильтруют в делительную воронку через стеклянный фильтр. Экстракцию проводят до обесцвечивания последней порции ацетона. Ацетоновый фильтрат встряхивают в делительной воронке с 15 см³ второго экстрагента, в качестве которого используют петролейный эфир, бензин или гексан. Каротин переходит из нижнего ацетонового в верхний слой второго экстрагента. Если после встряхивания слои полностью не разделяются, добавляют 1—2 см³ воды. После разделения слоев нижний водоацетоновый слой отбрасывают, а верхний слой промывают водой до полного удаления ацетона.

Жидкие продукты (соки, сиропы) в количестве 10,0—20,0 г сразу вносят в делительную воронку с 20 см³ ацетона. Экстракт встряхивают в делительной воронке и добавляют 15 см³ гексана. Встряхивают осторожно во избежание образования эмульсии.

В продуктах, содержащих жир свыше 5 %, проводят горячее омыление жира. Пробу продукта, растертую с песком, помещают в круглодонную колбу с обратным холодильником, добавляют около 1 г аскорбиновой кислоты и 30 см³ раствора гидроокиси калия в этиловом спирте. Смесь доводят до кипения на водяной бане и выдерживают в течение 30 мин. После охлаждения содержимое количественно переносят в делительную воронку, ополаскивая колбу 20 см³ воды. Затем экстрагируют каротин путем добавления гексана (бензина, петролейного эфира) порциями по 5—7 см³ при встряхивании до обесцвечивания последней порции. Собирают экстракты в другую делительную воронку и промывают водой до отсутствия щелочной реакции по фенолфталеину, тщательно сливая воду.

4.2. Очистка экстракта каротина

Экстракт каротина, полученный по п. 4.1, пропускают через адсорбционную колонку со скоростью 1,0—1,5 см³ в минуту. Колонку промывают растворителем, используемым для второй экстракции до тех пор, пока не начнет выходить бесцветный элюат. На колонке остаются красящие вещества, адсорбционная способность которых выше, чем у каротина. Элюат каротина переносят в мерную колбу на 25 или 50 см³, доводят до метки растворителем и определяют в нем концентрацию каротина на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 450 нм.

В случае неотделения β-каротина в растворитель добавляют 1—2 % ацетона.

При анализе продуктов из моркови и моркови в смеси с компонентами, не содержащими β-каротин, очистку экстракта на колонке не производят.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

4.3. Определение массовой концентрации каротина

Измеряют оптическую плотность исследуемого раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 450 нм, в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 10 мм против чистого растворителя.

По градуировочному графику находят массовую концентрацию каротина (мкг/см³). Если оптическая плотность исследуемого раствора превышает 0,45, делают соответствующее разведение.

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю каротина ($X$) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot V}{10000 \cdot m},$$

где $C$ — массовая концентрация каротина, определенная по градуировочному графику, мкг/см$^3$;

$V$ — объем элюата каротина (п. 4.2), см$^3$;

$m$ — масса навески продукта, г.

Вычисления единичных измерений проводят до пятого десятичного знака.

5.2. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, если расхождение между ними не превышает $0{,}4 \cdot 10^{-3}$ % при массовой доле каротина не более $5 \cdot 10^{-3}$ и $1 \cdot 10^{-3}$ % при массовой доле каротина более $5 \cdot 10^{-3}$ % ($P = 0{,}95$).

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР**

   **РАЗРАБОТЧИКИ**

   **Г.М. Евстигнеев; З.В. Левина,** канд. техн. наук; **А.И. Любивая; Е.И. Чадина**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.03.80 № 1034**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 6519—88**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|---|---|---|
| ГОСТ 1012—72 | 2.1 | ГОСТ 7031—75 | 2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 2.1 | ГОСТ 9147—80 | 2.1 |
| ГОСТ 2603—79 | 2.1 | ГОСТ 12026—76 | 2.1 |
| ГОСТ 4166—76 | 2.1 | ГОСТ 21400—75 | 2.1 |
| ГОСТ 4220—75 | 2.1 | ГОСТ 24104—88 | 2.1 |
| ГОСТ 4526—75 | 2.1 | ГОСТ 25336—82 | 2.1 |
| ГОСТ 5556—81 | 2.1 | ГОСТ 26313—84 | 1.1 |
| ГОСТ 5962—67 | 2.1 | ГОСТ 26671—85 | 1.1 |
| ГОСТ 6709—72 | 2.1 | | |

6. **Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)**

7. **ИЗДАНИЕ (апрель 2010 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в июле 1985 г., ноябре 1989 г. (ИУС 10—85, 2—90)**



gost.e-ecolog.ru