ГОСТ 23041—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИПРОЛИНА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 637.512.7:006.354 Группа Н19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЯСО И ПРОДУКТЫ МЯСНЫЕ

Метод определения оксипролина

Meat and meat products. Method for determination of oxyproline

ГОСТ 23041—78

МКС 67.120.10
ОКСТУ 9209

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на мясо и мясные продукты и устанавливает метод определения оксипролина, когда определение этого показателя предусмотрено нормативно-технической документацией.

Метод основан на выделении оксипролина при кислотном гидролизе пробы продукта, проведении цветной реакции с продуктами окисления ее и измерении интенсивности развивающейся окраски.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

1.1. Пробу отбирают по ГОСТ 9792*, пропускают через мясорубку не менее двух раз до тонкого измельчения и тщательно перемешивают.

1.2. Пробу, подготовленную для испытания, помещают в стеклянную банку вместимостью от 200 до 400 см³, заполнив ее, и закрывают крышкой.

Пробу хранят при температуре от 3 до 5 °С.

Испытания проводят в течение 24 ч.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Мясорубка бытовая по ГОСТ 4025 или электромясорубка бытовая по ГОСТ 20469 с отверстием решетки диаметром от 3 до 4 мм.

Весы лабораторные общего назначения второго класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г с допускаемой погрешностью взвешивания ± 0,001 г по ГОСТ 24104**.

Баня водяная.

Баня песчаная.

Электронагревательное устройство с песчаной баней.

Колориметр фотоэлектрический лабораторный по нормативно-технической документации с устройством для отсчитывания значения оптической плотности и интерференционным фильтром с λ_{max} = (558 ± 2) нм. (рабочая длина кювет 30—50 мм, светофильтр — зеленый) или спектрофотометр для измерения в видимой области спектра.

Колба Кн-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Дефлегматоры 250—29/32 ТС или холодильники ХШ-1—300—29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 1—100—2 или 2—100—2; 1—250—2 или 2—250—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770, вымеренные на наливной объем.

* На территории Российской Федерации дополнительно действует ГОСТ Р 51447—99.

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Воронки В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки П4—10—14/23 по ГОСТ 25336.

Пробирки для колориметрирования должны быть из бесцветного стекла.

Пипетки 5—1—2 или 4—2—2; 7—1—5 или 7—2—5; 7—1—10 или 7—2—10.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры обеззоленные диаметром 5 и 9 см.

Фольга алюминиевая по ГОСТ 745.

Бумага индикаторная универсальная.

Хлорамин — Т.

Хлорамин — Б.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1,19 г/см³ и раствор *c* (HCl) = 6 моль/дм³.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., гранулированная, раствор *c* (NaOH) = = 10 моль/дм³.

Спирт пропиловый (протанол), ч. и х. ч.

Спирт изопропиловый, ч. или ос. ч.

Кислота лимонная по ГОСТ 3652, х. ч.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, х. ч.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199, х. ч.

Парадиметиламинобензальдегид.

Кислота хлорная, х. ч., плотностью 1,50 г/см³, массовая доля кислоты 57 % или ч. д. а., плотностью 1,32 г/см³, массовая доля кислоты 42 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Оксипролин.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Приготовление реактивов

3.1.1. Приготовление реактива для окисления

1,41 г хлорамина-Т или хлорамина-Б разводят в 10 см³ воды и последовательно добавляют 10 см³ пропилового спирта и 80 см³ буферного раствора. Раствор должен быть свежеприготовленный.

3.1.2. Приготовление цветного реактива

10 г парадиметиламинобензальдегида растворяют в 35 см³ хлорной кислоты, непрерывно перемешивая. Полученный раствор смешивают с 65 см³ пропилового спирта. Раствор приготовляют в день использования.

3.1.3. Приготовление буферного раствора (pH 6,0)

50 г лимонной кислоты, 12 см³ уксусной кислоты (96 г на 100 см³), 120 г уксуснокислого натрия, 34 г гидроокиси натрия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят до метки дистиллированной водой. Полученный раствор смешивают с 200 см³ воды и 300 см³ пропилового спирта.

3.1.4. Приготовление основного раствора оксипролина

100 мг стандартного препарата оксипролина растворяют в воде (в мерной колбе вместимостью 100 см³), добавляют каплю 6 моль/дм³ (н.) соляной кислоты и доводят водой до метки. В день использования берут 1 см³ основного раствора в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки водой, тщательно перемешивая. 1 см³ этого раствора содержит 0,01 мг оксипролина. Затем приготовляют четыре стандартных раствора путем разбавления 5, 10, 20 и 30 см³ этого раствора водой в мерных колбах вместимостью 100 см³ для получения соответственно концентраций 0,5; 1; 2 и 3 мкг/см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

Измеряют оптическую плотность стандартных растворов оксипролина при длине волны 558 нм. Повторяют всю операцию определения, используя по 4 см³ четырех разбавленных стандартных растворов оксипролина.

По полученным средним данным строят градуировочный график, откладывая на оси ординат величины оптической плотности, а на оси абсцисс — концентрацию оксипролина, по отмеченным точкам проводят прямую линию.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. В коническую колбу вместимостью 300 см³ помещают около 4 г продукта, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г. Добавляют 100 см³ 6 моль/дм³ (н.) раствора соляной кислоты и кипятильные камни для равномерного кипения. Колбу соединяют с воздушным или водяным холодильником и нагревают на песчаной бане в течение 7 ч при гидролизе проб вареных и полукопченых мясных продуктов, в течение 8 ч — при гидролизе проб мяса и сырокопченых мясных продуктов.

Теплый гидролизат фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см³, смывая гидролизную колбу и фильтр дистиллированной водой. Объем колбы доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Затем разбавляют гидролизат, доводя содержание оксипролина в 1 см³ до 1—4 мкг. Для этого 4—10 см³ гидролизата (в зависимости от предполагаемого содержания оксипролина в испытуемом продукте) вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и нейтрализуют 10 моль/дм³ (н.) раствором гидроокиси натрия до pH 6,0 по индикаторной бумаге.

Объем доводят водой до метки и перемешивают. Переносят 4 см³ этого раствора в пробирку и добавляют 2 см³ реактива для окисления, перемешивают и оставляют при комнатной температуре на 20 мин. Затем добавляют 2 см³ цветного реактива, перемешивают и пробирку закрывают алюминиевой фольгой. Одновременно готовят два контрольных раствора, используя вместо фильтрата дистиллированную воду. Пробирки быстро переносят в водяную баню с температурой (60 ± 0,5) °С и нагревают в течение 15 мин, затем пробирки охлаждают в течение 3 мин водой или льдом и не позднее чем через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 558 нм. Предварительно измеряют оптическую плотность контрольных растворов одного относительно другого, а затем испытуемых в отношении контрольного.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{C \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 10^6},$$

где C — количество оксипролина, найденное по градуировочному графику, мкг/см³;

m — количество продукта, взятое для испытания, г;

V — количество гидролизата, взятое для нейтрализации, см³;

10^6 — коэффициент пересчета в мкг;

100 — коэффициент пересчета в проценты.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

Окончательный результат вычисляют с погрешностью до 0,1 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством мясной и молочной промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 30.03.78 № 893**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 61—75	2
ГОСТ 199—78	2
ГОСТ 745—2003	2
ГОСТ 1770—74	2
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 3652—69	2
ГОСТ 4025—95	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 9792—73	1.1
ГОСТ 12026—76	2
ГОСТ 20469—95	2
ГОСТ 24104—88	2
ГОСТ 25336—82	2

5. **Снято ограничение срока действия по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

6. **ИЗДАНИЕ (январь 2010 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в августе 1983 г., июне 1985 г., декабре 1987 г. (ИУС 12—83, 10—85, 4—88)**

gost.e-ecolog.ru