ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА РР

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

УДК 664.841/.851.001.4:006.354 Группа Н59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Метод определения содержания витамина РР

ГОСТ Р 50479—93

Fruit and vegetable products.
Method for determination of vitamin PP (niacin) content

МКС 67.080.01
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на продукты переработки плодов и овощей и устанавливает фотометрический метод определения содержания витамина РР (ниацина).

1. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 26313, подготовка проб к анализу — по ГОСТ 26671.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на освобождении витамина РР путем гидролиза, очистке гидролизата от мешающих определению веществ, количественном получении окрашенного глутаминового альдегида, интенсивность окраски которого измеряют фотометрически.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Колориметр фотоэлектрический лабораторный по НТД с пределами измерений оптической плотности 0—2 и пределом допускаемой основной абсолютной погрешности при измерении коэффициента пропускания не более ±1 %, со светофильтром с длиной волны, соответствующей максимуму пропускания (400—425) нм, и кварцевыми кюветами рабочей длиной 30 мм; или спектрофотометр с диапазоном измерения, позволяющим проводить измерения оптической плотности раствора при длине волны 420 нм с допускаемой абсолютной погрешностью измерений коэффициента пропускания не более 1 %, снабженный кварцевыми кюветами с рабочей длиной 10 мм.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104*, с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, 2-го класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104*, с наибольшим пределом взвешивания до 1 кг, 3-го класса точности.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Баня водяная.

Баня ледяная.

Бюретки по НТД исполнений 1—2—25—0,1 или 2—2—25—0,1, или 3—2—25—0,1; исполнений 1—2—50—0,1 или 2—2—50—0,1 или 3—2—50—0,1.

Колбы по ГОСТ 1770 2—100—2, 2—250—2, 2—500—2, 2—1000—2.

Колбы по ГОСТ 25336 Кн-1—100—14/23 ТС, Кн-1—1000—24/29 ТС.

Цилиндры по ГОСТ 1770 1—50, 1—100.

Стаканы по ГОСТ 25336 13—1—1000 ТС, В-1—2000 ТС.

* 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
★

© Издательство стандартов, 1993
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

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

Воронки Бюхнера 2, 3 или 4 по ГОСТ 9147.

Воронки по ГОСТ 25336 В-36—80 ХС или В-56—80 ХС.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с пределами измерения 0—100 °С, с пределом допускаемой погрешности 2 °С.

Пипетки по НТД 6—1—5, 6—1—10.

Пипетки по НТД 2—1—1 или 3—1—1, 2—1—2 или 3—1—2.

Эксикатор по ГОСТ 25336 с подходящим агентом для сушки.

Палочки из химико-лабораторного стекла по ГОСТ 21400.

Пробирки по ГОСТ 1770 2—20—14/23 ХС, 2—25—14/23 ХС.

Ступка по ГОСТ 9147 № 2.

Витамин РР (ниацин) по ФС 42—2357.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., растворы c (H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3, c (H_2SO_4) = =1,0 моль/дм^3 и c (H_2SO_4) = 2,5 моль/дм^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., растворы c (HCl) = 0,5 моль/дм^3 и c (HCl) = 5 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., растворы c (NaOH) = 4,0 моль/дм^3, c (NaOH) = =10 моль/дм^3.

Бром по ГОСТ 4109, х. ч.

Калий роданистый по ГОСТ 4139, х. ч., или аммоний роданистый по ГОСТ 27067, х. ч., растворы массовой концентрации 100 г/дм^3 и 10 г/дм^3.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Кальция гидроокись по ГОСТ 9262, ч.

Метол по ГОСТ 25664, перекристаллизованный, раствор массовой концентрации 80 г/дм^3 в соляной кислоте c (HCl) = 0,5 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Цинк сернокислый по ГОСТ 4174, х. ч., раствор массовой концентрации 800 г/дм^3.

Фенолфталеин по ГОСТ 4919, 1 раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Уголь активированный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Фильтры обеззоленные по НТД.

Примечание. Допускается использование другой аппаратуры, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не ниже указанных.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Приготовление основного стандартного раствора витамина РР концентрации 0,1 мг/см^3

Навеску витамина РР массой 0,050 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют 300 см^3 воды и 5 см^3 раствора серной кислоты c(H_2SO_4) = 2,5 моль/дм^3. После растворения витамина РР доводят объем до метки водой, тщательно перемешивают и переносят в склянку из темного стекла с притертой пробкой. Хранят раствор в холодильнике не более 3 мес.

4.2. Приготовление рабочего стандартного раствора витамина РР концентрации 2 мкг/см^3

В день проведения анализа 2 см^3 основного стандартного раствора витамина РР (п. 4.1) пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем доводят водой до метки и тщательно перемешивают.

4.3. Приготовление бромной воды

За 5 дней до проведения анализа в склянку темного стекла с притертой пробкой вносят 100 см^3 воды и (в вытяжном шкафу) 5—6 см^3 брома, энергично встряхивают. Склянку с бромной водой хранят в вытяжном шкафу в защищенном от света эксикаторе.

4.4. Приготовление роданбромидного раствора

Роданбромидный раствор готовят в вытяжном шкафу непосредственно перед применением.

К охлажденной на льду бромной воде (п. 4.3), взятой в объеме, необходимом для анализа, прибавляют по каплям охлажденный раствор роданистого калия или аммония массовой концентрации вначале 100 г/дм^3, затем 10 г/дм^3 до полного обесцвечивания брома.

После этого постепенно, небольшими порциями вносят углекислый кальций до прекращения выделения пузырьков газа и образования осадка. Раствор фильтруют в склянку из темного стекла с притертой пробкой и оставляют на ледяной бане.

4.5. Перекристаллизация метола

В стакане вместимостью 1000 $см^3$ нагревают до кипения 500 $см^3$ раствора серной кислоты c (H_2SO_4) = 0,05 моль/$дм^3$, добавляют 100 г метола и продолжают нагревать смесь до начала кипения. Если раствор сильно окрашен, то к нему добавляют 10 г активированного угля, перемешивают и сразу же фильтруют через воронку для горячего фильтрования или воронку Бюхнера, предварительно нагретую кипящей водой, в химический стакан вместимостью 2000 $см^3$.

К фильтрату добавляют 700 $см^3$ этилового спирта, перемешивают, стакан помещают в ледяную баню и оставляют в темноте на 4—5 ч. Выпавший осадок фильтруют через воронку Бюхнера, кристаллы на фильтре промывают небольшими (по 30—40 $см^3$) количествами охлажденного спирта и высушивают на воздухе в темноте.

Перекристаллизованный метол сохраняют в склянке из темного стекла с притертой пробкой в защищенном от света месте.

4.6. Приготовление раствора метола

Непосредственно перед применением в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ растворяют 8,0 г перекристаллизованного метола в растворе соляной кислоты c (HCl) = 0,5 моль/$дм^3$. Доводят объем до метки раствором соляной кислоты.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. В зависимости от вида исследуемого продукта для освобождения связанных форм витамина РР используют различные способы гидролиза.

5.1.1. При анализе продуктов переработки плодов и овощей без и с добавлением круп, молока и творога применяют щелочной гидролиз.

Навеску пробы массой 1,0—10,0 г растирают в фарфоровой ступке с 1,5 г гидроокиси кальция. Затем количественно переносят содержимое ступки в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, смывая 50—60 $см^3$ воды небольшими порциями. Колбу с пробой нагревают в течение 90 мин на кипящей водяной бане, предварительно закрыв горлышко колбы маленькой воронкой или специальной стеклянной пробкой-вкладышем, периодически встряхивая. После нагревания колбу охлаждают до комнатной температуры. Затем объем гидролизата доводят водой до 75 $см^3$, перемешивают, охлаждают 2 ч на ледяной бане или оставляют на ночь в холодильнике. Охлажденный гидролизат фильтруют или центрифугируют.

25 $см^3$ фильтрата помещают в цилиндр вместимостью 50 $см^3$, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и по каплям раствор серной кислоты c (H_2SO_4) = 2,5 моль/$дм^3$ до обесцвечивания. Далее проводят обработку, как указано в п. 5.2.

5.1.2. При анализе продуктов переработки овощей с добавлением мяса, рыбы, яиц применяют кислотный гидролиз.

Навеску пробы массой 1,0—10,0 г количественно переносят в коническую колбу вместимостью 100 $см^3$, смывая 50—60 $см^3$ раствора серной кислоты c (H_2SO_4) = 1 моль/$дм^3$ небольшими порциями.

Колбу с пробой нагревают в течение 90 мин на кипящей водяной бане, предварительно закрыв горлышко колбы маленькой воронкой или специальной стеклянной пробкой-вкладышем, периодически встряхивая. Затем колбу охлаждают до комнатной температуры. Объем гидролизата доводят водой до 75 $см^3$, тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр (первые 5—6 $см^3$ фильтрата отбрасывают). 25 $см^3$ фильтрата помещают в цилиндр вместимостью 50 $см^3$, добавляют 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия c (NaOH) = 10 моль/$дм^3$ до слабо-розового окрашивания и охлаждают. Избыток щелочи устраняют добавлением 1—2 капель раствора серной кислоты c (H_2SO_4) = 2,5 моль/$дм^3$.

Далее проводят обработку, как указано в п. 5.2.

5.1.3. Если фильтраты интенсивно окрашены, то pH раствора доводят до 8 по универсальной индикаторной бумаге растворами кислоты или щелочи тех же концентраций, которые применялись при гидролизе.

5.2. Очистка фильтрата

В колбу с нейтральным фильтратом вносят 2 $см^3$ раствора сернокислого цинка и затем раствор гидроокиси натрия c (NaOH) = 4 моль/$дм^3$ по каплям до слабо-розового окрашивания. Тщательно перемешивают, удаляют розовое окрашивание добавлением 1—2 капель раствора серной кислоты c (H_2SO_4) = 2,5 моль/$дм^3$, выдерживают в течение 10 мин, затем добавляют 1—2 капли этилового спирта для устранения пены. Объем доводят водой до метки, перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр.

5.3. Проведение цветной реакции

Для проведения цветной реакции используют 8 пробирок или колб с притертыми пробками. В три пробирки пипеткой вносят по 5 см^3 рабочего стандартного раствора витамина РР, приготовленного по п. 4.2. В 4 пробирки вносят пипеткой по 5 см^3 полученного фильтрата, в контрольную пробирку — 5 см^3 воды вместо фильтрата. Все пробирки закрывают пробками и нагревают на водяной бане при температуре 48—52 °С в течение 5—10 мин. Затем в пробирки со стандартным раствором витамина, в пробирку с водой и в две пробирки с испытуемым фильтратом добавляют из бюретки в вытяжном шкафу по 2 см^3 роданбромидного раствора.

Все пробирки закрывают пробками, встряхивают и оставляют на водяной бане при температуре (50±2) °С 10 мин. Через 10 мин все пробирки охлаждают водой до комнатной температуры, оставляют на 10 мин в темном месте, затем в каждую из них добавляют по 3 см^3 раствора метола, встряхивают и оставляют на 1 ч в темном месте. После этого измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре. Контрольным раствором служит дистиллированная вода.

Если растворы, полученные по п. 5.3, мутные, то перед измерением оптической плотности их фильтруют в кювету через бумажный фильтр.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю витамина РР (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(A_1 - A)\,V \cdot V_1 \cdot m}{(B_1 - B)\,m_1 \cdot V_2 \cdot V_3} \cdot 10^{-4},$$

где A_1 — значение оптической плотности испытуемого раствора;

A — значение оптической плотности раствора для поправки на окрашенные посторонние вещества;

V — общий объем гидролизата, см^3;

V_1 — объем раствора после очистки сернокислым цинком, см^3;

m — масса витамина РР в 5 см^3 рабочего стандартного раствора, мкг, m = 10 мкг;

B_1 — значение оптической плотности рабочего стандартного раствора витамина РР (среднее значение из трех параллельных определений);

B — значение оптической плотности контрольного раствора;

m_1 — масса навески, г;

V_2 — объем гидролизата, взятого на очистку, см^3;

V_3 — объем очищенного гидролизата, взятого для проведения цветной реакции, см^3.

6.2. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение ($\overline{X}$) двух параллельных определений, рассчитанных до четвертого и округленных до третьего десятичного знака, расхождение между которыми при P = 0,95 не должно превышать 13 % по отношению к среднеарифметическому значению.

6.3. Минимальная концентрация витамина РР, определяемая указанным методом, составляет 0,5 мкг в 1 см^3 колориметрируемого раствора.

6.4. Допускаемое расхождение между результатами испытаний, выполненных в двух разных лабораториях при P = 0,95, не должно превышать 30 % по отношению к среднеарифметическому значению.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всероссийским научно-исследовательским институтом консервной и овощесушильной промышленности (ВНИИКОП), Институтом Питания РАМН и Техническим комитетом по стандартизации ТК 93 «Продукты переработки плодов и овощей»

РАЗРАБОТЧИКИ

В.И. Рогачев, д-р. техн. наук; **С.Ю. Гельфанд,** канд. техн. наук; **Т.Н. Медведева,** канд. техн. наук; **В.Ю. Громаков; Л.Л. Белко; В.А. Тутельян,** д-р мед. наук; **Е.Н. Степанова,** канд. сельхоз. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 26.01.93 № 23

3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 1770—74	3	ГОСТ 12026—76	3
ГОСТ 3118—77	3	ГОСТ 14919—83	3
ГОСТ 4109—79	3	ГОСТ 18300—87	3
ГОСТ 4139—75	3	ГОСТ 21400—75	3
ГОСТ 4174—77	3	ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 4204—77	3	ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 4328—77	3	ГОСТ 25664—83	3
ГОСТ 4530—76	3	ГОСТ 26313—84	1
ГОСТ 4919.1—77	3	ГОСТ 26671—85	1
ГОСТ 6709—72	3	ГОСТ 27067—86	3
ГОСТ 9147—80	3	ГОСТ 28498—90	3
ГОСТ 9262—77	3	ФС 42—2357—85	3

5. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 2010 г.

СОДЕРЖАНИЕ

ГОСТ 8756.0—70	Продукты пищевые консервированные. Отбор проб и подготовка их к испытанию	3
ГОСТ 8756.1—79	Продукты пищевые консервированные. Методы определения органолептических показателей, массы нетто или объема и массовой доли составных частей	9
ГОСТ 8756.4—70	Продукты пищевые консервированные. Метод определения содержания минеральных примесей (песка)	15
ГОСТ 8756.8—85	Продукты переработки плодов и овощей. Методы контроля цвета томатопродуктов	19
ГОСТ 8756.9—78	Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения осадка в плодовых и ягодных соках и экстрактах	23
ГОСТ 8756.10—70	Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения содержания мякоти	27
ГОСТ 8756.11—70	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения прозрачности соков и экстрактов, растворимости экстрактов	31
ГОСТ 8756.12—91	Продукты переработки плодов. Методы определения способности плодово-ягодного пюре образовывать желе и пат	35
ГОСТ 8756.13—87	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения сахаров	41
ГОСТ 8756.17—70	Продукты пищевые консервированные. Метод определения температуры плавления желе в мясных консервах	53
ГОСТ 8756.18—70	Продукты пищевые консервированные. Методы определения внешнего вида, герметичности тары и состояния внутренней поверхности металлической тары	55
ГОСТ 8756.21—89	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения жира	61
ГОСТ 8756.22—80	Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения каротина	69
ГОСТ 25555.0—82	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения титруемой кислотности	75
ГОСТ 25555.1—82	Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения летучих кислот	79
ГОСТ 25555.2—91	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения содержания этилового спирта	83
ГОСТ 25555.3—82	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения минеральных примесей	91
ГОСТ 25555.4—91	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения золы и щелочности общей и водорастворимой золы	97
ГОСТ 25555.5—91	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения диоксида серы	103
ГОСТ 25999—83	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения витаминов B_1 и B_2	111
ГОСТ 26181—84	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения сорбиновой кислоты	121
ГОСТ 26313—84	Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб	127
ГОСТ 26323—84	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения содержания примесей растительного происхождения	133
ГОСТ 28038—89	Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения микотоксина патулина	137
ГОСТ 28467—90	Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения бензойной кислоты	147
ГОСТ 28561—90	Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения сухих веществ или влаги	153

ГОСТ 28562—90 Продукты переработки плодов и овощей. Рефрактометрический метод определения растворимых сухих веществ 165
ГОСТ 29030—91 Продукты переработки плодов и овощей. Пикнометрический метод определения относительной плотности и содержания растворимых сухих веществ 177
ГОСТ 29031—91 Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения сухих веществ, не растворимых в воде 185
ГОСТ 29032—91 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения оксиметилфурфурола 189
ГОСТ 29059—91 Продукты переработки плодов и овощей. Титриметрический метод определения пектиновых веществ 197
ГОСТ 29206—91 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения ксилита и сорбита в диетических консервах 203
ГОСТ 29270—95 Продукты переработки плодов и овощей. Методы определения нитратов . 209
ГОСТ Р 50475—93 Продукты переработки плодов и овощей. Горошек зеленый и кукуруза консервированные и быстрозамороженные. Метод определения сухих веществ, не растворимых в спирте 223
ГОСТ Р 50476—93 Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения содержания сорбиновой и бензойной кислот при их совместном присутствии 227
ГОСТ Р 50479—93 Продукты переработки плодов и овощей. Метод определения содержания витамина РР 233

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

Методы анализа

БЗ 8—2009

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Л.Я. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.12.2009. Подписано в печать 25.06.2010. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл. печ. л. 27,90. Уч.-изд. л. 20,90. Тираж 400 экз. Изд. № 3858/2. Зак.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в ордена Трудового Красного Знамени
типографии им. Скворцова-Степанова ФГУП Издательство «Известия» УД П РФ
Генеральный директор **Э.А. Галумов**
127994, ГСП-4, Москва, К-6, Пушкинская пл., д. 5
Контактные телефоны: 694-36-36, 694-30-20, e-mail: gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru