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 см^3. 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/см^3) $D = f(c)$.

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 см^3 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 см^3 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 см^3 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 см^3 ацетона. Экстракт встряхивают в делительной воронке и добавляют 15 см^3 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 см^3 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 см^3 воды. Затем экстрагируют каротин путем добавления гексана (бензина, петролейного эфира) порциями по 5—7 см^3 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 см^3 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 см^3, 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/см^3). 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