

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

# ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА РР



Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2010

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ  
ПЛОДОВ И ОВОЩЕЙ

## Метод определения содержания витамина РР

ГОСТ Р  
50479—93Fruit and vegetable products.  
Method for determination of vitamin РР (niacin) contentМКС 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  $\pm 1\%$ , 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  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>,  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,0$  моль/дм<sup>3</sup> и  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., растворы  $c(\text{HCl}) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup> и  $c(\text{HCl}) = 5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч., растворы  $c(\text{NaOH}) = 4,0$  моль/дм<sup>3</sup>,  $c(\text{NaOH}) = 10$  моль/дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup> и 10 г/дм<sup>3</sup>.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530, х. ч.

Кальция гидроокись по ГОСТ 9262, ч.

Метол по ГОСТ 25664, перекристаллизованный, раствор массовой концентрации 80 г/дм<sup>3</sup> в соляной кислоте  $c(\text{HCl}) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

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

Фенолфталеин по ГОСТ 4919, 1 раствор массовой концентрации 10 г/дм<sup>3</sup>.

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<sup>3</sup>

Навеску витамина РР массой 0,050 г помещают в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, добавляют 300 см<sup>3</sup> воды и 5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>

В день проведения анализа 2 см<sup>3</sup> основного стандартного раствора витамина РР (п. 4.1) пипеткой вносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> воды и (в вытяжном шкафу) 5—6 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, затем 10 г/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> нагревают до кипения 500 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>.

К фильтрату добавляют 700 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>) 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<sup>3</sup> растворяют 8,0 г перекристаллизованного метола в растворе соляной кислоты  $c(\text{HCl}) = 0,5$  моль/дм<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>, смывая 50—60 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, перемешивают, охлаждают 2 ч на ледяной бане или оставляют на ночь в холодильнике. Охлажденный гидролизат фильтруют или центрифугируют.

25 см<sup>3</sup> фильтрата помещают в цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1—2 капли раствора фенолфталеина и по каплям раствор серной кислоты  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, смывая 50—60 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, тщательно перемешивают и фильтруют через складчатый фильтр (первые 5—6 см<sup>3</sup> фильтрата отбрасывают). 25 см<sup>3</sup> фильтрата помещают в цилиндр вместимостью 50 см<sup>3</sup>, добавляют 1—2 капли фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия  $c(\text{NaOH}) = 10$  моль/дм<sup>3</sup> до слабо-розового окрашивания и охлаждают. Избыток щелочи устраняют добавлением 1—2 капель раствора серной кислоты  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup>.

Далее проводят обработку, как указано в п. 5.2.

5.1.3. Если фильтраты интенсивно окрашены, то рН 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<sup>3</sup> раствора сернокислого цинка и затем раствор гидроокиси натрия  $c(\text{NaOH}) = 4$  моль/дм<sup>3</sup> по каплям до слабо-розового окрашивания. Тщательно перемешивают, удаляют розовое окрашивание добавлением 1—2 капель раствора серной кислоты  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2,5$  моль/дм<sup>3</sup>, 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.