МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

## Метод обнаружения фальсификации концентратом витамина D

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом жиров и МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 1998 г. № 14)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Беларуси |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизская Республика | Киргизстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Туркменистан | Главная Государственная инспекция Туркменистана |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 29 апреля 1999 г. № 156 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Январь 2002 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© ИПК Издательство стандартов, 2002

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

## Метод обнаружения фальсификации концентратом витамина D

Vegetable oils. Detection of falsification by concentrate of vitamin D

Дата введения 2000—01—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает метод обнаружения фальсификации растительных масел концентратом витамина D.

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного продукта колориметрической реакции витамина D с треххлористой сурьмой в присутствии хлористого ацетила.

Стандарт предназначен для использования в качестве экспресс-методики при обнаружении подмены растительного масла.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

| | |
|---|---|
| ГОСТ 1770—74 | Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы. Общие технические условия |
| ГОСТ 4166—76 | Натрий сернокислый. Технические условия |
| ГОСТ 4919.1—77 | Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов |
| ГОСТ 5471—83 | Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб |
| ГОСТ 5815—77 | Ангидрид уксусный. Технические условия |
| ГОСТ 5829—71 | Ацетил хлористый. Технические условия |
| ГОСТ 6709—72 | Вода дистиллированная. Технические условия |
| ГОСТ 12026—76 | Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия |
| ГОСТ 14919—83 | Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия |
| ГОСТ 18300—87 | Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия |
| ГОСТ 20015—88 | Хлороформ. Технические условия |
| ГОСТ 20490—75 | Калий марганцовокислый. Технические условия |
| ГОСТ 24104—88* | Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия |
| ГОСТ 24363—80 | Калия гидроокись. Технические условия |
| ГОСТ 25336—82 | Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры |

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

Издание официальное

| | |
|---|---|
| ГОСТ 28498—90 | Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний |
| ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) | Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования |

## 3 Отбор проб

Отбор проб растительных масел — по ГОСТ 5471.

## 4 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения — по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, не ниже 2-го класса точности

Спектрофотометр или фотоколориметр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 480—530 нм, кюветы с рабочей длиной 10 мм

Баня водяная

Электроплитка — по ГОСТ 14919, закрытого типа

Колба К-1-250-29/32 по ГОСТ 25336

Колба мерная 2-50 (100)-2-10/19 по ГОСТ 1770

Пробирки П-4-10-14/23 ХС по ГОСТ 25336

Цилиндры 1-250 или 3-250 по ГОСТ 1770

Воронка В-25-38 ХС или В-36-50 ХС по ГОСТ 25336

Колба Кн-2-250-34 ТСХ по ГОСТ 25336

Воронка ДВ-1-500 по ГОСТ 25336

Пипетка 2-1-1-1 по ГОСТ 29227

Испаритель ротационный ИР-1М или установка, состоящая из колбы К-1-100-29/32 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХЛТ-1-400/600/-14/23 по ГОСТ 25336, алонжа АКП-14/23 ТС по ГОСТ 25336, перехода П-10-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336, колбы К-1-250-14/23 ТС по ГОСТ 25336, насоса водоструйного по ГОСТ 25336

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале (0—100) °С и ценой деления 1 °С

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч, ч.д.а.

Кальций хлористый обезвоженный [1]

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч, ч.д.а.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, ч, ч.д.а.

Сурьма треххлористая, ч, ч.д.а., по нормативному документу

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815

Эфир этиловый очищенный [2] или эфир медицинский [3]

Ацетил хлористый по ГОСТ 5829, ч.д.а.

Эргокальциферол (витамин $D_2$) [4]

Фенолфталеин [5], спиртовый раствор с массовой долей индикатора 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Хлороформ по ГОСТ 20015

Допускается применение другой аппаратуры или реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих указанным выше.

## 5 Подготовка к измерению

5.1 Подготовка растворов и реактивов

5.1.1 *Приготовление безводного сернокислого натрия*

Натрий сернокислый нагревают в фарфоровой чашке при температуре (100±5) °С до тех пор, пока не образуется рыхлый порошок.

5.1.2 *Очистка диэтилового эфира*

В склянку с корковой пробкой взвешивают (5,0±1,0) г марганцовокислого калия и (10,0±1,0) г гидроокиси калия, заливают 1 дм$^3$ диэтилового эфира и оставляют на сутки в темном месте. Затем эфир перегоняют при температуре 33—35 °С.

5.1.3 *Приготовление сухого хлороформа*

Хлороформ сушат над хлористым кальцием в течение суток, затем перегоняют при температуре 60—61 °С и хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике не более 1 мес.

5.1.4 *Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия концентрации с (КОН) = 2 моль/дм$^3$*

(120±5) г гидроокиси калия растворяют в 1 дм$^3$ спирта. Полученный раствор хранят в закрытом сосуде в холодильнике. Срок годности спиртового раствора гидроокиси калия — 1 мес.

5.1.5 *Приготовление раствора трехлористой сурьмы (реагент Карр-Прайса)*

В конической колбе взвешивают (20,0±0,5) г трехлористой сурьмы. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака. Добавляют 100 см$^3$ хлороформа и растворяют, нагревая на водяной бане (температурой не выше 50 °С), периодически встряхивая. Раствор охлаждают, добавляют 2—3 см$^3$ уксусного ангидрида, колбу плотно закрывают и оставляют на 16—24 ч при комнатной температуре для отстаивания. Затем верхнюю прозрачную часть раствора осторожно сливают через бумажный фильтр в темную склянку с притертой пробкой. Раствор выдерживают сутки при комнатной температуре. Раствор трехлористой сурьмы хранят в холодильнике не более 1 мес.

5.1.6 *Приготовление стандартного раствора витамина D*

250 мг эргокальциферола растворяют в 10 см$^3$ хлороформа. Раствор содержит 1000 м. е. витамина *D* в 1 см$^3$ хлороформа (1 м. е. витамина *D* соответствует 0,025 мкг эргокальциферола).

Срок годности стандартного раствора витамина *D* — 1 сут.

5.2 Построение градуировочного графика

Интенсивность окраски хлороформного раствора витамина *D* после проведения колориметрической реакции с трехлористой сурьмой измеряют в фотоколориметре или спектрофотометре при длине волны 480—530 нм.

Для построения градуировочного графика помещают в кювету рабочей длиной 10 мм 1,0; 0,75; 0,50 и 0,25 см$^3$ хлороформного раствора витамина *D*, доводят хлороформом до объема 1 см$^3$, затем добавляют 6 см$^3$ раствора трехлористой сурьмы и три капли хлористого ацетила. Отношение объемов испытуемого раствора к раствору хлористой сурьмы должно составлять 1:6.

Измерение оптической плотности каждого раствора проводят через 4 мин после добавления последнего реактива. По полученным значениям строят график зависимости оптической плотности от концентрации витамина *D*. График представляет собой прямую линию.

Измерение оптической плотности продукта колориметрической реакции следует проводить быстро в течение 5—6 с.

Примечание — Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и проверяется при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

## 6 Проведение измерения

(0,5±0,05) г растительного масла взвешивают в колбе. Результат записывают в граммах до четвертого десятичного знака. Добавляют 50 см$^3$ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации *c* (КОН) = 2 моль/дм$^3$.

Колбу соединяют с обратным воздушным холодильником и смесь кипятят на водяной бане в течение 30 мин. После этого содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в делительную воронку, дважды ополаскивая колбу порциями дистиллированной воды по 50 см$^3$. Неомыляемые вещества экстрагируют трижды порциями этилового эфира по 50 см$^3$.

Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и промывают дистиллированной водой порциями 50—100 см$^3$ до нейтральной реакции по фенолфталеину.

Промытую эфирную вытяжку сливают в сухую колбу, добавляют (10±1) г сернокислого натрия и оставляют на 30 мин в темном месте, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. Сернокислый натрий в колбе и фильтр промывают этиловым эфиром. Эфир собирают в колбе и отгоняют в вакууме при температуре не выше 30 °С. Остаток в

колбе, представляющий неомыляемые вещества, после отгонки растворителя должен быть сухим. Если остаток влажный, растворяют его в 20 см³ этилового эфира, добавляют (2,0±0,5) г сернокислого натрия, оставляют на 30 мин в темном месте. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр, тщательно промывая фильтр и сернокислый натрий этиловым эфиром. Эфир отгоняют в вакууме при температуре не выше 30 °С. Остаток неомыляемых веществ растворяют в хлороформе в мерной колбе вместимостью 50 см³ (раствор 1) и объем раствора доводят до метки хлороформом. Затем к 1 см³ полученного раствора добавляют 9 см³ хлороформа (раствор 2).

Для колориметрического измерения 1 см³ раствора 2 помещают в кювету рабочей длиной 10 мм фотоколориметра или спектрофотометра, добавляют три капли хлористого ацетила и 6 см³ хлороформного раствора треххлористой сурьмы и точно через 4 мин после добавления последнего реактива измеряют оптическую плотность при длине волны 480—530 нм.

В качестве контроля используют раствор, состоящий из 1 см³ хлороформа, трех капель хлористого ацетила и 6 см³ раствора треххлористой сурьмы.

Значение оптической плотности 0,06 и ниже свидетельствует об отсутствии витамина *D* в растительном масле и о пригодности исследуемого растительного масла к непосредственному употреблению в пищу.

Присутствие витамина D в растительном масле характеризует оптическая плотность, значения которой выше 0,06 (фонового значения для растительного масла).

## 7 Обработка результатов

Массовую долю витамина D в растительном масле $X$, м. е./г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{cV}{m},$$

где $c$ — концентрация витамина *D* в хлороформном растворе, определенная по градуировочному графику, м. е./см³;

$V$ — объем хлороформного раствора с учетом разведения, см³ (500 см³);

$m$ — навеска масла, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением результата до целых чисел.

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных (последовательных) измерений.

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

| Измеряемая величина, м. е./г | Относительная погрешность измерения, % | Допускаемое относительное расхождение между результатами последовательных измерений к среднему значению показателя, % |
|---|---|---|
| Св. 10 000 до 50 000 включ. | 30 | 40 |
| Св. 50 000 до 150 000 включ. | 20 | 28 |
| Св. 150 000 до 1 000 000 включ. | 10 | 14 |

Если расхождение между двумя последовательными измерениями превышает указанное в таблице 1, измерение необходимо повторить.

При обнаружении витамина *D* свыше 10 000 м. е./г исследуемая продукция опасна для употребления в пищу.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

## Библиография


[1] — ТУ 6—09—4711—81 Кальций хлористый обезвоженный
[2] — ТУ 7506804—97—90 Эфир этиловый
[3] — Госфармакопея, X изд., ст. 34 Эфир медицинский
[4] — ФС 42—1764—89 Эргокальциферол (витамин $D_2$) кристаллический
[5] — ТУ 6—09—5360—87 Фенолфталеин

УДК 664.34.001.4:006.354 МКС 67.200.10 Н69 ОКСТУ 9141

Ключевые слова: растительные масла, область применения, фальсификация, ссылки, подготовка к измерению, проведение измерения массовой доли витамина *D*

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *З. И. Мартыновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 18.01.2002. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 146 экз.
С 3579. Зак. 33.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru