МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Методы измерений массовой доли витамина B_2 (рибофлавина)

Издание официальное

БЗ 4—98/617

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 186 и Научно-исследовательским институтом детского питания

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 12 ноября 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная Государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 28 апреля 1999 г. № 147 межгосударственный стандарт ГОСТ 30627.6—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с мая 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов,1999

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Методы отбора проб 2
4 Измерение массовой доли витамина B_2 люмифлавиновым методом 2
4.1 Аппаратура, материалы и реактивы 2
4.2 Подготовка к выполнению измерений 3
4.3 Проведение измерений 4
4.4 Обработка результатов измерений 5
5 Измерение массовой доли витамина B_2 методом прямой флюорометрии 5
5.1 Аппаратура, материалы и реактивы 5
5.2 Подготовка к выполнению измерений 6
5.3 Проведение измерений 7
5.4 Обработка результатов измерений 7
Приложение А Библиография 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Методы измерений массовой доли витамина B_2 (рибофлавина)

Infant milk products.
Methods for determination of mass part of vitamin B_2 (Riboflavini)

Дата введения 2000—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты для детского питания и устанавливает методы измерений массовой доли витамина B_2 — люмифлавиновый и прямой флюорометрии.

Люмифлавиновый метод основан на использовании свойства витамина B_2 (рибофлавина) при облучении в щелочной среде переходить в люмифлавин и измерении интенсивности флюоресценции последнего после извлечения его хлороформом.

Метод прямой флюорометрии основан на способности рибофлавина восстанавливаться в нефлюоресцирующее соединение под действием гидросульфита натрия и измерении интенсивности флюоресценции до и после восстановления рибофлавина. Метод не применим для продуктов, содержащих злаковые компоненты.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19881—74 Анализаторы потенциометрические для контроля pH молока и молочных продуктов. Общие технические условия

Издание официальное

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 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Методы отбора проб

Отбор проб и подготовка их к измерению — по ГОСТ 26809.

4 Измерение массовой доли витамина B_2 люмифлавиновым методом

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический диапазоном измерения от 3,5 до 8 ед. pH ценой деления шкалы 0,05 ед. pH по ГОСТ 19881.

Баня водяная с обогревом, позволяющая поддерживать температуру от 0 до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вакуумный сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима в диапазоне от 0 до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

Вакуум-эксикатор по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронки делительные номинальной вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы мерные исполнения 1 2-го класса точности номинальной вместимостью 100, 250, 500, 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 2 номинальной вместимостью 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Лампа настольная.

Пипетки исполнений 6, 7 2-го класса точности номинальной вместимостью 5, 10, 20 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Пипетки исполнений 4, 5 2-го класса точности номинальной вместимостью 1, 2 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Пробирки номинальной вместимостью 25 $см^3$ исполнения 1 по ГОСТ 25336.

Секундомер 2-го класса [1] или часы 2-го класса по ГОСТ 3145.

Стаканы типа В исполнения 1 номинальной вместимостью 50, 600 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Стакан фарфоровый номинальной вместимостью 500 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термостат с поддержанием заданного температурного режима от 0 до 60 °С с погрешностью ±0,8 °С.

Флюорометр любого типа с набором светофильтров.

Цилиндры исполнения 1 вместимостью 50, 250, 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Шкаф вытяжной.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Амилоризин [2].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый х. ч. по ГОСТ 20490.
Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204.
Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.
Ледяная уксусная кислота х. ч. по ГОСТ 61.
Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.
Натрия гидроокись х. ч. по ГОСТ 4328.
Натрия сульфат безводный х. ч. по ГОСТ 4166.
Перекись водорода х. ч. по ГОСТ 10929.
Рибофлавин кристаллический (витамин B_2) [3].
Толуол ч. д. а. по ГОСТ 5789.
Хлороформ для наркоза х. ч. по ГОСТ 20015.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

Хранение растворов — по ГОСТ 4212.

Хранение реактивов и особо чистых веществ — по ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 4919.2.

4.2 Подготовка к выполнению измерений

4.2.1 *Приготовление основного стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 20 мкг/см³*

Взвешивают (0,100±0,004) г кристаллического рибофлавина, на весах 2-го класса точности, высушивают в вакуумном сушильном шкафу не менее 2 ч при (60±5) °С или в вакуум-эксикаторе над концентрированной серной кислотой в течение 10 дней.

(0,0200±0,001) г высушенного рибофлавина, взвешенного на весах 2-го класса точности, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 750 см³ дистиллированной воды и 1 см³ ледяной уксусной кислоты, слегка нагревают на водяной бане для лучшего растворения. После полного растворения рибофлавина раствор охлаждают до (20±5) °С, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Переносят раствор в склянку из темного стекла с притертой пробкой.

Раствор хранят при (6±2) °С не более 2 мес.

4.2.2 *Приготовление рабочего стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 1 мкг/см³*

5 см³ основного стандартного раствора, нагретого в темноте до (20±5) °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.2.3 *Приготовление водного раствора соляной кислоты молярной концентрации с (HCl) = =0,1 моль/дм³*

6,3 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,185 г/см³ растворяют в 300—500 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят объем той же водой до метки и перемешивают.

4.2.4 *Приготовление насыщенного раствора уксуснокислого натрия*

(200,00±0,04) г уксуснокислого натрия, взвешенного на весах 4-го класса точности, растворяют в 200—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 500 см³, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

4.2.5 *Приготовление водного раствора марганцовокислого калия массовой концентрации 0,03 г/см³*

(3,00±0,04) г перманганата калия, взвешенного на весах 4-го класса точности, растворяют в 30—50 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в темном месте при (20±5) °С не более 7 сут.

4.2.6 *Приготовление водного раствора перекиси водорода массовой концентрации 0,03 г/см³*

10 см³ перекиси водорода массовой концентрации 0,3 г/см³ растворяют в 30—50 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.2.7 *Приготовление водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = =7 моль/дм³*

(140,00±0,04) г гидроокиси натрия, взвешенного на весах 4-го класса точности, растворяют при перемешивании в 300 см³ дистиллированной воды в фарфоровом стакане, охлаждают до (20±5) °С,

количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают.

4.2.8 *Приготовление водного раствора серной кислоты массовой концентрации 0,3 г/см^3*

170 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 осторожно приливают к 500 см^3 дистиллированной воды в фарфоровом стакане, перемешивают, охлаждают до (20±5) °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем дистиллированной водой до метки и вновь перемешивают.

4.2.9 *Гидролиз*

(6,00±0,01) г продукта, взвешенного на весах 4-го класса точности, растворяют в 150 см^3 водного раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 0,1 моль/дм^3 в конической колбе вместимостью 250 см^3 и кипятят на водяной бане (40±1) мин.

Параллельно готовят холостую пробу на содержание рибофлавина в ферментных препаратах, используя те же количества ферментных препаратов и реактивов.

Затем колбы охлаждают до (20±5) °С, доводят активную кислотность гидролизатов до pH = = 4,5 с помощью насыщенного раствора уксуснокислого натрия (5—7 см^3), добавляют (0,10±0,01) г амилоризина или пектофоэтидина, взвешенных на весах 4-го класса точности, приливают 0,5 см^3 толуола и выдерживают в термостате 14—16 ч при (37±1) °С.

Полученные гидролизаты охлаждают до (20±5) °С, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят объем до метки дистиллированной водой и фильтруют.

Если есть необходимость прервать анализ на 1—2 дня, то перед доведением объема до 250 см^3 гидролизаты кипятят 5 мин на водяной бане.

До проведения измерений фильтраты хранят в плотно закрытых колбах в темном месте при (6±2) °С.

4.2.10 *Окисление примесей*

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вносят 100 см^3 фильтрата, в другую такую же колбу вносят 100 см^3 холостой пробы, приготовленной по 4.2.9. В обе колбы добавляют по 2 см^3 раствора серной кислоты массовой концентрации 0,3 г/см^3 и из пипетки по каплям добавляют водный раствор перманганата калия массовой концентрации 0,03 г/см^3, постоянно перемешивая, до получения малинового окрашивания, не исчезающего 20 с.

Через 1 мин избыток перманганата калия удаляют добавлением по каплям раствора перекиси водорода массовой концентрации 0,03 г/см^3. Израсходованные объемы растворов перманганата и перекиси водорода приплюсовывают к первоначально взятому на окисление объему фильтрата, чтобы определить конечный объем раствора.

Полученный раствор переносят в делительную воронку, добавляют 30—50 см^3 хлороформа и осторожно встряхивают 1 мин, избегая образования эмульсии.

После разделения слоев нижний хлороформенный слой отбрасывают, а верхний (водная фаза) используют для дальнейшего определения.

4.2.11 *Фотолиз*

В четыре конические колбы вместимостью 100 см^3 вносят по 20 см^3 анализируемого образца, полученного по 4.2.10. В две из них добавляют по 2 см^3 рабочего стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 1 мкг/см^3. В пятую коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 20 см^3 холостой пробы. Во все колбы добавляют по 4 см^3 водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 7 моль/дм^3, закрывают пробками, перемешивают и облучают их 40 мин светом двух настольных ламп по 100 Вт с расстояния 30 см при температуре окружающего воздуха (20±5) °С. Во избежание перегревания проб используют настольный вентилятор.

Немедленно после окончания облучения все растворы подкисляют 4 см^3 ледяной уксусной кислоты, добавляют по 20 см^3 хлороформа, закрывают притертыми пробками и встряхивают колбы 2 мин, избегая образования эмульсии.

Оставляют все колбы на (12±2) мин для расслоения водной и хлороформенной фаз.

Пипеткой с резиновой грушей или небольшой делительной воронкой отбирают 10—12 см^3 хлороформенного раствора и фильтруют в отдельную сухую пробирку через слой безводного сернокислого натрия 20—30 г.

4.3 Проведение измерений

Измеряют флюоресценцию полученных хлороформенных растворов на флюорометре со светофильтрами, используемыми для витамина B_2, имеющими максимум пропускания в области от 350 до 480 нм (B_2 — первичный) и от 510 до 650 нм (B_2 — вторичный).

Интервал определяемых концентраций рибофлавина составляет от 0,5 до 2,0 мкг/см^3 раствора, поступающего на измерение флюоресценции.

4.4 Обработка результатов измерений

Массовую долю витамина B_2 (рибофлавина) X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(A - A_1)\, m\, V\, V_1}{(A_2 - A)\, m_1\, V_2\, V_3}, \quad (1)$$

где A — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для анализируемого образца без добавления стандартного раствора витамина B_2;

A_1 — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для холостой пробы на реактивы;

m — масса добавленного витамина B_2, мкг;

V — общий объем гидролизата, см^3;

V_1 — объем фильтрата после окисления, см^3;

A_2 — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для анализируемого образца с добавлением стандартного раствора витамина B_2;

m_1 — масса продукта, взятая для анализа, г;

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

V_3 — объем гидролизата, взятого на облучение, см^3.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Относительная погрешность измерения массовой доли витамина B_2 — ±30 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать 30 % среднего арифметического значения результатов измерений.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 30 % среднего арифметического значения результатов измерений.

5 Измерение массовой доли витамина B_2 методом прямой флюорометрии

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Анализатор потенциометрический диапазоном измерения от 3,5 до 8 ед. pH ценой деления шкалы 0,05 ед. pH по ГОСТ 19881.

Баня водяная с обогревом, позволяющая поддерживать температуру от 0 до 100 °С с погрешностью ±2 °С.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вакуумный сушильный шкаф, обеспечивающий температурный режим в диапазоне от 0 до 200 °С с погрешностью ±2 °С.

Вакуум-эксикатор по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронки делительные номинальной вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы мерные исполнения 1 2-го класса точности номинальной вместимостью 100, 250, 500, 1000 см^3 по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 2 номинальной вместимостью 100, 250 см^3 по ГОСТ 25336.

Лампа настольная.

Пипетки исполнений 6, 7 2-го класса точности номинальной вместимостью 5, 10, 20 см^3 по ГОСТ 29227.

Пипетки исполнений 4, 5 2-го класса точности номинальной вместимостью 1, 2 см^3 по ГОСТ 29227.

Пробирки номинальной вместимостью 25 см^3 исполнения 1 по ГОСТ 25336.

Секундомер 2-го класса [1] или часы 2-го класса по ГОСТ 3145.

Стакан фарфоровый номинальной вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 9147.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Термостат с поддержанием заданного температурного режима от 0 до 60 °С с погрешностью ±0,8 °С.

Флюорометр любого типа с набором светофильтров.

Цилиндры исполнения 1 вместимостью 50, 250, 500 см^3 по ГОСТ 1770.

Шкаф вытяжной.

Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Амилоризин [2].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый х. ч. по ГОСТ 20490.

Кислота серная х. ч. по ГОСТ 4204.

Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.

Ледяная уксусная кислота х. ч. по ГОСТ 61.

Натрия гидросульфит х. ч. [4].

Натрия гидроокись х. ч. по ГОСТ 4328.

Натрий сульфат безводный х. ч. по ГОСТ 4166.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Перекись водорода х. ч. по ГОСТ 10929.

Рибофлавин кристаллический (витамин B_2) [3].

Толуол ч. д. а. по ГОСТ 5789.

Хлороформ для наркоза х. ч. по ГОСТ 20015.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

Хранение растворов по ГОСТ 4212.

Хранение реактивов и особо чистых веществ по ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 4919.2.

5.2 Подготовка к выполнению измерений

5.2.1 *Приготовление основного стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 20 мкг/см^3*

Согласно 4.2.1.

5.2.2 *Приготовление рабочего стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 1 мкг/см^3*

Согласно 4.2.2.

5.2.3 *Приготовление водного раствора соляной кислоты молярной концентрации с (HCl) = 0,1 моль/дм^3*

Согласно 4.2.3.

5.2.4 *Приготовление насыщенного раствора уксуснокислого натрия*

Согласно 4.2.4.

5.2.5 *Приготовление водного раствора марганцовокислого калия массовой концентрации 0,03 г/см^3*

Согласно 4.2.5.

5.2.6 *Приготовление водного раствора перекиси водорода массовой концентрации 0,03 г/см^3*

Согласно 4.2.6.

5.2.7 *Приготовление водного раствора гидроокиси натрия молярной концентрации с (NaOH) = 7 моль/дм^3*

Согласно 4.2.7.

5.2.8 *Приготовление водного раствора серной кислоты массовой концентрации 0,3 г/см^3*

Согласно 4.2.8.

5.2.9 *Гидролиз*

Согласно 4.2.9.

5.2.10 *Окисление примесей*

В четыре пробирки наливают по 10 см^3 фильтрата анализируемого образца, полученного по 4.2.9. В две из них добавляют по 1 см^3 дистиллированной воды. В две другие — по 1 см^3 стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 1 мкг/см^3. В пятую пробирку наливают 10 см^3 фильтрата холостой пробы и 1 см^3 дистиллированной воды. Во все пробирки добавляют по 1 см^3 ледяной уксусной кислоты и перемешивают. Затем вносят 0,5 см^3 раствора перманганата калия массовой концентрации 0,03 г/см^3, смешивают и оставляют на 2 мин. Добавляют в каждую

пробирку по 0,5 см^3 раствора перекиси водорода массовой концентрации 0,03 г/см^3 и энергично встряхивают не более 30 с.

5.3 Проведение измерений

Измеряют флюоресценцию всех растворов согласно 4.3.

Интервал определяемых концентраций рибофлавина составляет от 0,02 до 0,20 мкг/см^3 раствора, поступающего на измерение флюоресценции.

После этого добавляют в каждую пробирку небольшими порциями по (20±5) мг порошкообразного гидросульфита натрия и быстро (не более 10 с) вновь измеряют интенсивность флюоресценции растворов. Повторяют операцию добавления гидросульфита, не допуская помутнения растворов за счет выделения свободной серы, до наименьших значений интенсивности флюоресценции, полученных при повторном восстановлении рибофлавина гидросульфитом натрия.

5.4 Обработка результатов измерений

Массовую долю витамина B_2 (рибофлавина) X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{[(A - A_1) - (C - C_1)]Vm}{[(B - B_1) - (A - A_1)]V_1 m_1}, \quad (2)$$

где A — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для анализируемого образца без добавления стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 1 мкг/см^3;

A_1 — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для анализируемого образца без добавления стандартного раствора рибофлавина массовой концентрации 1 мкг/см^3 после восстановления рибофлавина гидросульфитом натрия;

C — интенсивность флюоресценции холостой пробы;

C_1 — интенсивность флюоресценции холостой пробы после добавления гидросульфита натрия;

V — общий объем гидролизата, см^3;

m — масса добавленного витамина B_2, мкг;

B — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для анализируемого образца с добавлением стандартного раствора рибофлавина;

B_1 — среднее арифметическое значение показаний интенсивности флюоресценции для анализируемого образца с добавлением стандартного раствора рибофлавина после восстановления гидросульфитом натрия;

V_1 — объем фильтрата, взятый для окисления перманганатом калия, см^3;

m_1 — масса продукта, взятая для анализа, г.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до второго десятичного знака и округляют до первого десятичного знака.

Относительная погрешность измерения массовой доли витамина B_2 — ±30 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать 30 % среднего арифметического значения результатов измерений.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 30 % среднего арифметического значения результатов измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 25—1819.0021—90 Секундомеры механические «Слава»
[2] ОСТ 64—037—87 Препарат ферментный. Амилоризин П10Х. Технические требования
[3] ГФ СССР—X ст. 585 Рибофлавин кристаллический (витамин B_2)
[4] ТУ 6—09—276—70 Натрия гидросульфит

УДК 637.1:543.06:006.354 МКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: витамин B_2 (рибофлавин), интенсивность флюоресценции, основной стандартный раствор, массовая концентрация, водный раствор, гидролиз, фотолиз

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *О.В. Ковш*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 13.05.99. Подписано в печать 17.06.99. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00.
Тираж 375 экз. С3078. Зак. 501.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru