МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 30417— 2018

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения массовых долей витаминов А и Е

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 октября 2018 г. № 113-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 ноября 2018 г. № 982-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30417—2018 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 30417—96

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018

В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Условия проведения измерения 2
4 Отбор проб и подготовка пробы 2
5 Определение массовой доли витамина А 2
6 Определение массовой доли витамина Е методом тонкослойной хроматографии 5
Библиография 10

МКС 67.200.10

Поправка к ГОСТ 30417—2018 Масла растительные. Методы определения массовых долей витаминов А и Е

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 4 2020 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения массовых долей витаминов А и Е

Vegetable oils. Methods for determination of A and E vitamins content

Дата введения — 2020—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения массовых долей витаминов А и Е в растительных маслах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

ГОСТ 4147—74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190—2013 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам

Издание официальное

ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерения

При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . от 20 % до 90 %;
- напряжение питающей сети . . . . . (220 ± 15) В;
- частота переменного тока . . . . . (50 ± 2) Гц.

4 Отбор проб и подготовка пробы

Отбор проб — по ГОСТ 32190.

Пробу испытуемого масла тщательно перемешивают.

5 Определение массовой доли витамина А

5.1 Сущность метода

Метод основан на омылении липидов растительного масла, выделении неомыляемых веществ, содержащих витамин А, проведении колориметрической реакции хлороформного раствора неомыляемых веществ с треххлористой сурьмой и измерении оптической плотности полученного раствора при длине волны 620 нм. Определение массовой доли витамина А проводят по градуировочному графику.

5.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы должны соответствовать требованиям нормативных документов, указанных ниже, или требованиям нормативных и технических документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,0002 г.

Спектрофотометр, спектроколориметр или фотоколориметр, позволяющий производить измерения при длине волны 620 нм.

Баня водяная.

Электроплитка по ГОСТ 14919 закрытого типа.

Колба К-1–250–29/32 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1–1000–29/32 по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2–250-29/32 ТХС по ГОСТ 25336.

Колба 2–100–2 по ГОСТ 1770.

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

Цилиндры 1(3)–250–2 по ГОСТ 1770.

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

Воронка ДВ-1–500 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-1-1-1 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-1-1(2)-5(10) по ГОСТ 29227.

Чашка выпарительная 3(4) по ГОСТ 9147.

Бутылка стеклянная любая вместимостью 1 $дм^3$ с корковой пробкой.

Кислота аскорбиновая [1].

Ретинола ацетат [2].

Ретинола пальмитат [3].

Испаритель ротационный или установка, состоящая из колбы К-1–100–29/32 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХПТ-1–400(600)–14/23 по ГОСТ 25336, алонжа АКП–14/23–14/23 ТС по ГОСТ 25336, на-

садки Н1-29/32–14/23–14/23 ТС по ГОСТ 25336, колбы К-1–250–14/23 ТС по ГОСТ 25336, насоса водоструйного по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная Ф по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 5962.

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

Кальций хлористый плавленый.

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

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

Сурьма треххлористая, ч., ч. д. а.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Эфир этиловый очищенный или эфир медицинский.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Допускается применение других средств измерения и оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивов, имеющих качество не ниже указанных.

5.3 Подготовка к определению

5.3.1 Подготовка растворов и реактивов

5.3.1.1 Приготовление безводного сернокислого натрия Сернокислый натрий нагревают в выпарительной чашке при температуре

(100 ± 5) °С до тех пор, пока не образуется рыхлый порошок.

5.3.1.2 Очистка этилового эфира

В стеклянную бутылку вместимостью 1 дм^3 с корковой пробкой взвешивают (5,0 ± 1,0) г марганцовокислого калия и (10,0 ± 1,0) г гидроокиси калия, заливают 1 дм^3 этилового эфира и оставляют на 1 сут в темном месте. Затем эфир перегоняют на водяной бане при температуре от 33 °С до 35 °С.

5.3.1.3 Приготовление сухого хлороформа

В стеклянную бутылку вместимостью 1 дм^3 помещают от 40 до 50 г прокаленного хлористого кальция, заливают 1 дм^3 хлороформа и выдерживают в течение 1 сут, затем перегоняют при температуре от 60 °С до 61 °С и хранят в бутылке из темного стекла с притертой пробкой.

5.3.1.4 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 2 моль/дм^3.

(120 ± 5) г гидроокиси калия помещают в колбу и растворяют в 1 дм^3 этилового спирта. Спиртовую щелочь хранят в холодильнике не более 1 мес.

5.3.1.5 Приготовление раствора треххлористой сурьмы (реагент Карр-Прайса) В конической колбе взвешивают (20,0 ± 0,5) г треххлористой сурьмы с записью результата до второго десятичного знака. Добавляют 100 см^3 хлороформа и растворяют, нагревая на водяной бане (температура воды не выше 50 °С), периодически встряхивая. Раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют от 2 см^3 до 3 см^3 уксусного ангидрида, колбу плотно закрывают и оставляют на ночь для отстаивания. Затем верхнюю прозрачную часть раствора осторожно сливают через бумажный фильтр в темную бутылку с притертой пробкой. Раствор годен для работы по истечении 1 сут. Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес.

Примечание — Треххлористая сурьма вызывает серьезные ожоги кожи и и слизистых оболочек. В случае попадания на кожу или в глаза поврежденный участок необходимо промыть большим количеством воды.

5.3.2 Построение градуировочного графика

5.3.2.1 Перед построением градуировочного графика уточняют концентрацию ретинола ацетата или ретинола пальмитата спектрофотометрическим методом в соответствии с [2] или [3].

5.3.2.2 В мерной колбе на 100 см^3 взвешивают (0,10 ± 0,01) г масляного раствора витамина А (ретинола пальмитата или ретинола ацетата) с записью результата до четвертого десятичного знака. Растворяют в хлороформе, доводят хлороформом до метки и хорошо перемешивают.

Массовую долю витамина А в растворе X_1, МЕ* в 1 см^3, вычисляют по формуле

---

* МЕ — международная единица (в фармакологии МЕ обозначает количество вещества).

$$X_1 = \frac{c_1 \cdot m_1}{100}, \quad (1)$$

где c_1 — концентрация витамина А-ацетата (или А-пальмитата), МЕ в 1 г масляного раствора;

m_1 — масса масляного раствора, г;

100 — объем хлороформного раствора витамина А, $см^3$.

Если концентрация витамина А-ацетата (или А-пальмитата) в масляном растворе выражена в процентах, то концентрацию витамина А, X_2 и X_3, МЕ в 1 $см^3$ хлороформного раствора, вычисляют по формулам:

(для витамина А-ацетата)

$$X_2 = \frac{c_2 \cdot m_2 \cdot 2907000}{100}; \quad (2)$$

(для витамина А-пальмитата)

$$X_3 = \frac{c_2 \cdot m_2 \cdot 1807000}{100}, \quad (3)$$

где c_2 — концентрация витамина А-ацетата (или А-пальмитата) в масляном растворе, %;

m_2 — масса масляного раствора, г;

2907000 — биологический эквивалент 1 г витамина А-ацетата с массовой долей 100 %, МЕ;

1807000 — биологический эквивалент 1 г витамина А-пальмитата с массовой долей 100 %, МЕ.

5.3.2.3 В пробирках готовят разведением хлороформного раствора витамина А растворы концентрацией витамина А от (5 ± 2) до (40 ± 2) МЕ в 1 $см^3$ с интервалом 5 МЕ. Для разведения используют хлороформ.

5.3.2.4 Из каждой пробирки отбирают пипеткой по 0,4 $см^3$ раствора в кювету толщиной 1 см, помещают кювету в кюветодержатель фотоколориметра или спектрофотометра, добавляют 4 $см^3$ раствора треххлористой сурьмы, приготовленного по 5.3.1.5, и быстро измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 620 нм. В качестве контроля используют раствор, состоящий из 0,4 $см^3$ хлороформа и 4 $см^3$ раствора треххлористой сурьмы. Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности, а по оси абсцисс соответствующую им концентрацию витамина А, МЕ в 1 $см^3$.

Примечания

1 Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра или фотоколориметра и проверяется при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов витамина А любых двух разных концентраций. Отклонение оптической плотности не должно превышать предела допускаемой погрешности прибора.

2 В случае длительного хранения масляного раствора витамина А необходимо один раз в полгода проверять его концентрацию по соответствующему градуировочному графику. Отклонение концентрации не должно превышать погрешности метода в данном диапазоне концентраций (см. таблицу 1).

5.4 Проведение измерения

(3 ± 1) г растительного масла взвешивают в колбе. Результат записывают до четвертого десятичного знака. Добавляют (0,1 ± 0,01) г аскорбиновой кислоты и 50 $см^3$ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c (KOH) = 2 моль/$дм^3$.

Колбу соединяют с обратным воздушным холодильником и кипятят смесь 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 тремя порциями этилового эфира по 50 $см^3$.

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

Промытую эфирную вытяжку сливают в сухую колбу, добавляют (10 ± 1) г безводного 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 при температуре не выше 30 °С. Остаток в колбе, представляющий собой неомыляемые вещества, после отгонки растворителя должен быть сухим. Если остаток влажный, то его растворяют в 20 см^3 этилового эфира, добавляют (2,0 ± 0,5) г безводного сернокислого натрия и 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 10 см^3 хлороформа.

Колориметрическую реакцию и измерение проводят по 5.3.2.4.

5.5 Обработка результатов

Массовую долю витамина А X_4, МЕ в 1 г продукта, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c_3 \cdot 10}{m_3}, \quad (4)$$

где c_3 — концентрация витамина А в хлороформном растворе, определенная по градуировочному графику, МЕ в см^3;

10 — объем раствора неомыляемых веществ в хлороформе, см^3;

m_3 — масса пробы, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением результата до целого числа.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

5.6 Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Значение измеряемой величины, МЕ	Предел возможных значений относительной погрешности измерений, %	Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений (от их среднего значения), %
От 10 до 20 включ.	12	17
От 20 до 40 включ.	9	13
От 40 до 70 включ.	7	9

Если расхождение между двумя параллельными измерениями превышает значение, указанное в таблице, измерение следует повторить.

6 Определение массовой доли витамина Е методом тонкослойной хроматографии

6.1 Аппаратура, посуда, реактивы, материалы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы должны соответствовать требованиям нормативных документов, указанных ниже, или требованиям нормативных и технических документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Спектрофотометр или фотоколориметр, позволяющий производить измерения при длине волны λ = 520 нм.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,0002 г.

Шкаф сушильный лабораторный.

Баня водяная.

Колба Кн-1–250–29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба К-1–250–29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронка В-25-38 ХС или В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1–250 ХС по ГОСТ 25336.

Пробирки П–2–10–14/23 ХС по ГОСТ 1770.

Холодильник воздушный.

Испаритель ротационный или установка, состоящая из колбы К-1–100–29/32 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХПТ-1–400(600)–14/23 по ГОСТ 25336, алонжа АКП–14/23–14/23 ТС по ГОСТ 25336, изгиба И $\angle$ 75°2К-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336, колбы К-1–250–14/23 ТС по ГОСТ 25336, насоса водоструйного по ГОСТ 25336.

Пипетки 2-1-1-0,5; 1-1-1-1 и 2-1-1-5 по ГОСТ 29227.

Цилиндр 1(3)–25–2 по ГОСТ 1770.

Пластинки «Силуфол» размером 15х15 см или 20х20 см.

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

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 5962.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.

Кальций хлористый обезвоженный чистый [3].

Эфир этиловый очищенный или эфир медицинский.

Гексан, х. ч.

Кислота аскорбиновая [1].

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Железо (III) хлорид 6-водный (хлорное железо) по ГОСТ 4147, спиртовой раствор с массовой долей 0,25 %.

α, α'-дипиридил или о-фенантролин, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.

α-Токоферола ацетат [4].

Допускается применение других средств измерений и оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также реактивы, имеющие качество не ниже указанных.

6.2 Подготовка к проведению измерения

6.2.1 Подготовка реактивов

6.2.1.1 Приготовление безводного сернокислого натрия по 5.3.1.1.

6.2.1.2 Очистка этилового эфира по 5.3.1.2.

6.2.1.3 Приготовление сухого хлороформа по 5.3.1.3.

Для работы используют только свежеперегнанные растворители.

6.2.1.4 Приготовление реактива Эммери-Энгеля

Реактив Эммери-Энгеля готовят, смешивая равные объемы растворов хлорного железа и α, α'-дипиридила (о-фенантролина).

6.2.2 Подготовка камеры для хроматографирования

Не менее чем за 30 мин до начала хроматографирования в камеру наливают смесь этилового эфира и гексана (1:1) на высоту 0,5 см.

6.3 Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят на основании результатов измерения проб с известным содержанием α-токоферола.

α-Токоферол выделяют из препарата — α-токоферола ацетата. Для этого взвешивают в колбе (0,05 ± 0,01) г α-токоферола ацетата и записывают результат до четвертого десятичного знака, проводят омыление и выделяют неомыляемые вещества, как указано в 6.4.1.

Эфир из объединенного фильтрата отгоняют на водяной бане до объема от 1 до 2 см^3. Остаток эфира отгоняют под вакуумом при температуре не выше 30 °С. Остаток немедленно растворяют в этиловом спирте.

Количество α-токоферола в выделенном остатке *M*, г, рассчитывают по формуле

$$M = 0{,}892m, \quad (5)$$

где 0,892 — содержание α-токоферола в 1 г α-токоферола ацетата;

m — масса α-токоферола ацетата, взятая для анализа, г.

Необходимый объем этилового спирта должен быть таким, чтобы концентрация α-токоферола в растворе спирта была 1 мг/см^3. (Например, если масса α-токоферола 0,053 г, то объем этилового спирта — 53 см^3 и т. д.).

Из полученного раствора готовят серию стандартных растворов в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Номер раствора	Объем основного раствора, см^3	Объем добавляемого этилового спирта, см^3	Концентрация полученного раствора α-токоферола (c_1), мг/см^3
1	1,0	19,0	0,05
2	0,8	19,2	0,04
3	0,6	19,4	0,03
4	0,4	19,6	0,02
5	0,2	19,8	0,01
6	0,1	19,9	0,005

Из каждого раствора в пробирку отбирают пипеткой 1 см^3, добавляют 3 см^3 этилового спирта, 1 см^3 раствора *α, α'*-дипиридила (или о-фенантролина), взбалтывают, добавляют по каплям 1 см^3 раствора хлорного железа, снова взбалтывают. Полученный раствор помещают на 3 мин в темное место, после чего наливают в кювету и измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре при λ = 520 нм (или фотоэлектроколориметре с зеленым фильтром). В качестве контрольного раствора используют смесь из 4 см^3 этилового спирта, 1 см^3 раствора, *α, α'*-дипиридила и 1 см^3 раствора хлорного железа, приготовленную в тех же условиях.

Градуировочный график строят в координатах: оптическая плотность (Д) — концентрация α-токоферола в анализируемом растворе c_2, мг/см^3, вычисляемая по формуле

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V_1}{6}, \quad (6)$$

где c_1 — концентрация α-токоферола в соответствующем стандартном растворе, мг/см^3;

V_1 — объем стандартного раствора, взятый для реакции, 1 см^3;

6 — объем анализируемого раствора, см^3.

Градуировочный график строят для каждого спектрофотометра (фотоколориметра) и проверяют при смене партий реактивов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

Примечание — Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра или фотоколориметра и проверяется при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов витамина Е любых двух разных концентраций. Отклонение оптической плотности не должно превышать предела допускаемой погрешности прибора.

6.4 Проведение измерения

Все этапы измерения следует проводить по возможности быстро, предохраняя пробы от попадания на них прямого солнечного света.

6.4.1 Выделение неомыляемых веществ

В конической колбе взвешивают (3 ± 0,2) г растительного масла и записывают результат до четвертого десятичного знака. Добавляют (0,2 ± 0,05) г аскорбиновой кислоты и 30 см^3 свежеприготовленного спиртового раствора КОН концентрацией c (КОН) = 2 моль/дм^3. Смесь нагревают с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 15 мин, начиная с момента закипания раствора в колбе.

Содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в делительную воронку тремя порциями дистиллированной воды общим объемом 100 см^3. Неомыляемые вещества экстрагируют этиловым эфиром, тремя порциями по 60 см^3. Объединенный эфирный экстракт промывают в делительной воронке дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по фенолфталеину. Промытую эфирную вытяжку помещают в сухую колбу, воронку ополаскивают 20 см^3 эфира и сливают в ту же колбу. Засыпают от 5 до 10 г безводного сернокислого натрия и оставляют в темном месте на 30 мин, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. Колбу и фильтр промывают этиловым эфиром, тремя порциями по 10 см^3. Эфир из объединенного фильтрата отгоняют на водяной бане до объема от 1 до 2 см^3. Остаток из колбы количественно переносят в пробирку, 3—4 раза обмывая колбу порциями эфира по 1 см^3. Эфир из пробирки отгоняют под вакуумом при температуре не выше 30 °С до объема от 0,5 до 0,6 см^3.

6.4.2 Выделение витамина Е с помощью тонкослойных хроматографических пластинок

На пластинки «Силуфол» пипеткой наносят количественно (дважды обмывая пробирку порциями эфира по 0,5 см^3) весь раствор неомыляемых веществ в виде полосы длиной около 10 см, отстоящей на 2 см от нижнего и боковых краев пластинки. После каждого нанесения полосы дают эфиру улетучиться.

На одном уровне с пробой на расстоянии 1 см от боковых краев пластинки наносят по капле раствор 1 (см. таблицу 2) концентрацией α-токоферола 0,05 мг/см^3 в качестве «свидетеля».

Пластинку «Силуфол» помещают в хроматографическую камеру. В качестве подвижной фазы используют смесь этилового эфира и гексана 1:1. Развитие хроматограммы должно проходить в темноте и заканчиваться при подъеме растворителя до верхнего края пластинки. Пластинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе, затем края пластинки, содержащие «свидетель», опрыскивают реактивом Эммери-Энгеля, предварительно прикрыв часть пластинки с пробой стеклянной пластинкой. Затем пластинку «Силуфол» помещают в темноту на 3 мин, после чего пятна, содержащие α-токоферол, окрашиваются в розовый цвет. Прочерчивают две линии на 2 мм выше и ниже окрашенных пятен.

Слой силикагеля, заключенный между линиями, соскабливают в бумажный фильтр диаметром 3 см, помещенный в стеклянную воронку, и элюируют токоферолы в градуированную пробирку, промывая силикагель этиловым спиртом 10 раз порциями по 1 см^3. Объем элюата доводят этиловым спиртом до 10 см^3.

Для определения приблизительной концентрации токоферола отбирают 1 см^3 элюата, добавляют 3 см^3 этилового спирта, по 1 см^3 растворов, α, α'-дипиридила (о-фенантролина) и хлорного железа и измеряют оптическую плотность, как указано в 6.3.

Если измеренная оптическая плотность меньше 0,1, то для основного измерения следует увеличить объем элюата и уменьшить объем этилового спирта так, чтобы сумма этих объемов составляла по-прежнему 4 см^3 (например, элюата — 1,3 см^3, этилового спирта — 2,7 см^3). Если оптическая плотность превышает 0,3, то следует уменьшить объем элюата и соответственно увеличить объем этилового спирта исходя из такого же расчета (например, элюата — 0,8 см^3, этилового спирта — 3,2 см^3). В полученном таким образом растворе проводят колориметрическую реакцию и измеряют оптическую плотность, как указано в 6.3.

Концентрацию α-токоферола определяют по градуировочному графику.

6.5 Обработка результатов

Массовую долю витамина Е X_5, мг на 100 г продукта (мг %), вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{c \cdot 6 \cdot 10 \cdot 100}{V_2 \cdot m}, \qquad (7)$$

где c — концентрация α-токоферола в анализируемом растворе, (мг %)*);

*) Внесистемная единица измерения концентрация.

6 — общий объем раствора, взятого для колориметрической реакции, $см^3$;
10 — общий объем элюата, $см^3$;
V_2 — объем элюата, взятого для колориметрической реакции, $см^3$;
m — масса пробы, г.

Вычисления выполняют до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака. За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Измеряемая величина, мг %	Предел возможных значений абсолютной погрешности измерений, мг %	Абсолютное допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений (от их среднего значения), мг %
От 10,0 до 30,0 включ.	2,4	4,8
Св. 30,0 до 100,0 включ.	6,8	13,5
Св. 100,0 до 200,0 включ.	10,0	19,5

Библиография

[1] ФС 42-2668–95 Кислота аскорбиновая

[2] Государственная фармакопея, X изд., с. 579 Раствор ретинола ацетата в масле

[3] ФС 42-2229—84 Ретинола пальмитат

[4] ФС 42-2495—87 α-Токоферола ацетат

УДК 543.422.7:006.354 МКС 67.200.10

Ключевые слова: масла растительные, витамин А, витамин Е, ретинола ацетат, ретинола пальмитат, токоферола ацетат

БЗ 9—2018/77

Редактор *М.В. Терехина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 14.11.2018. Подписано в печать 06.12.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru