ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

КОФЕ ӨНІМДЕРІ

Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі

КОФЕПРОДУКТЫ

Методика выполнения измерений массовой доли кофеина

ҚР СТ ГОСТ Р 51182 – 2008

(ГОСТ Р 51182 – 98 «Кофе өнімдері. Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі», IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТТІК СТАНДАРТЫ

КОФЕ ӨНІМДЕРІ

Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі

ҚР СТ ГОСТ Р 51182 – 2008

(ГОСТ Р 51182 – 98 «Кофе өнімдері. Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі», IDT)

Ресми басылым

Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі
Техникалық реттеу және метрология комитеті
(Мемстандарт)

Астана

Алғысөз

1 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің «Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты» республикалық мемлекеттік кәсіпорны, «Еуразия консалтингтік консорциумы» жауапкершілігі шектеулі серіктестігі **ӘЗІРЛЕП ЕНГІЗДІ**

2 Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігі Техникалық реттеу және метрология комитетінің 2008 жылғы «25» желтоқсанның № 655 бұйрығымен **БЕКІТІЛІП ҚОЛДАНЫСҚА ЕНГІЗІЛДІ**

3 Осы стандарт Ресей Федерациясының ГОСТ Р 51182 - 98 «Кофе өнімдері. Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі» атты стандартымен бірдей

4 БІРІНШІ ТЕКСЕРУ МЕРЗІМІ 2014 жыл
ТЕКСЕРУ КЕЗЕҢДІЛІГІ 5 жыл

5 АЛҒАШ РЕТ ЕНГІЗІЛДІ

Осы стандарт Қазақстан Республикасы Индустрия және сауда министрлігінің Техникалық реттеу және метрология комитетінің рұқсатынсыз ресми басылым ретінде толықтай немесе бөлшектеліп басылып шығарыла, көбейтіле және таратыла алмайды

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫНЫҢ МЕМЛЕКЕТІК СТАНДАРТЫ

КОФЕ ӨНІМДЕРІ

Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі

Енгізілген күні 2009-07-01

1 Қолданылу саласы

Осы стандарт кофе өнімдеріне (еритін және ерімейтін кофе сусындары) таралады және кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді фотометриялық әдіспен құрғақ затқа есептеп орындау әдістемесін белгілейді.

Кофеиннің ерітіндідегі салмақтық үлестерінің өлшенетін ауқымы 0,03 бастап 5,40 % дейін.

2 Нормативтік сілтемелер

Осы стандартта сілтемелер мынадай стандарттарға пайдаланылды:

ГОСТ 1770-74 Зертханалық өлшейтін шыны ыдыс. Цилиндрлер, өлшектер, құтылар, сынауықтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 3118-77 Тұз қышқылы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 6709-72 Тазартылған су. Техникалық шарттар.

ГОСТ 9147-80 Зертханалық кәрлен ыдыс және жабдық. Техникалық шарттар.

ГОСТ 10929-76 Сутек пероксиді. Техникалық шарттар.

ГОСТ 14919-83 Электрлік плиталар, электрлік плиткалар және тұрмыстық қуыратын электрлік шкафтар. Жалпы техникалық шарттар.

ГОСТ 15113.0-77 Тағамдық концентраттар. Қабылдау ережесі, сынамаларды іріктеу және қабылдау.

ГОСТ 20015-88 Хлорформ. Техникалық шарттар.

ГОСТ 24104-2001 Зертханалық таразылар. Жалпы техникалық талаптар.

ГОСТ 24363-80 Калий гидро тотығы. Техникалық шарттар.

ГОСТ 25336-82 Зертханалық шыны ыдыс және жабдық. Типтері, негізгі параметрлері мен өлшемдері.

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648—77) Зертханалық шыны ыдыс. Бір таңбалы тамшуырлар.

Ресми басылым

3 Кофе өнімдеріндегі кофеиннің салмақтық үлесін өлшеуді орындау әдістемесі

Әдістеме кофеинді тетраметилқызыл қышқылда кезекті гидролитті тотықтырумен органикалық еріткішпен өнімнен кофеинді шайғындағаннан кейін алынған ерітіндідегі кофеиннің салмақтық үлесін фотометриялық анықтауға негізделген.

3.1 Өлшеу құралдары, қосалқы құрылғылар, реактивтер

± 1 % өткізу коэффициентін рұқсат етілген абсолютті қателікпен және жұмыстық ұзындығы 30 мм кварцты кюветтермен өлшеу кезінде, толқынның (540 ± 10) нм ұзындығында 0 бастап 2 дейінгі оптикалық тығыздықты өлшеу шектері болатын зертханалық фотоэлектрлік колориметр (ФЭК).

ГОСТ 24104 бойынша ең үлкен өлшеу шегі 200 г екінші дәлдік класының жалпы қолданыстағы зертханалық таразылар.

Тұрмыстық электр плитка ГОСТ 14919 бойынша немесе газ жанарғы.

Зертханалық су моншасы.

1 мин арналған құм сағаттар немесе механикалық секунд өлшегіш.

Цилиндрлер 1 (2) - 10 (250) ГОСТ 1770 бойынша;

Стакан В (Н) - 1 (2) - 150 ТХС ГОСТ 25336 бойынша.

Булау шыныаяғы 1 ГОСТ 9147 бойынша.

Құйғыштар В-36-80 ХС ВД-1 (2)-25 ХС ГОСТ 25336 бойынша.

Күлсіздендірілген сүзгілер, диаметрі 90-125 мм «ақ» немесе «қызыл» таспа.

Өлшеу құтылары 1 (2)-25 (100, 1000)-2 ГОСТ 1770 бойынша.

Тамшуырлар 1-2-0,50, 1 (4)-2-1(2) ГОСТ 29169 бойынша.

Тұз қышқылы ГОСТ 3118 бойынша, х. т., тығыздығы 1190 кг/м^3.

Сутек пероксиді ГОСТ 10929 бойынша, х. т.

Хлорформ ГОСТ 20015 бойынша, х. т.

Калий гидро тотығы ГОСТ 24363 бойынша, массалық концентрациясы 150 г/дм^3 ерітінді.

Тазартылған су ГОСТ 6709 бойынша.

Таза, сусыз кофеин (1, 3, 7-триметил-2,6-диоксипурин).

Метрологиялық сипаттамалары болатын басқа өлшеу құралдарын және біліктілігі көрсетілгендерден төмен болмайтын реактивтерді қолдануға рұқсат етіледі.

3.2 Өлшеу өткізуге дайындық

3.2.1 *Сынамаларды іріктеу әдісі*

3.2.1.1 Сынамаларды іріктеу және оларды өлшеуге дайындау - ГОСТ 15113.0 бойынша

3.2.2 *Ерітінділерді әзірлеу*

3.2.2.1Кофеиннің стандартты ерітіндісі

(0,050 + 0,001 г) кофеинді сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшеу құтысына салып, тазартылған суда ерітеді және өлшеу құтысының көлемін белгіге дейін сумен жеткізеді.

3.2.2.2 Молярлық концентрациясы (HCI) = 3 моль/$дм^3$ тұз қышқылының ерітіндісі.

Тығыздығы 1190 кг/$м^3$ тұз қышқылының 248 $см^3$ ерітіндісін сыйымдылығы 1000 $см^3$ өлшеу құтысына салып, өлшеу құтысының көлемін сумен белгіге дейін жеткізіп араластырады.

3.2.2.3 Массалық концентрациясы 150 г/$дм^3$ сутек пероксидінің ерітіндісі

Талдау үшін қажетті пероксид ерітіндісін 1:1 арақатынаста тазартылған сумен массалық концентрациясы 300 г/$дм^3$ (бастапқы) сутек пероксидімен сұйылтып дайындайды.

Пайдаланар алдында сутек пероксидінің бастапқы концентрациясын ГОСТ 10929 бойынша тексеру керек.

3.2.3 *Өлшемдеу графигін құру*

3.2.3.1 Булайтын шыныаяқтарға кофеиннің стандартты ерітіндісінің 0,5; 1,0; 1,5 $см^3$ тамшуырмен салады. Еріткішті (суды) су моншасында құрғағанша айырады, көзбен шолып анықтайды.

3.2.3.2 Кофеиннің құрғақ қалдығына кофеинді шыныаяқ түбінде шая отырып, тұз қышқылының 1,0 $см^3$ ерітіндісін және сутек пероксидінің 0,2 $см^3$ кезектеп қосады. Шыныаяқтың ішіндегіні айналдыра қозғалтып араластырады, плюс 18 бастап плюс 20 °С дейінгі температура кезінде 20 минут ұстайды және тетраметилқызыл қышқылдың боялған құрғақ қалдығын алғанға дейін ыстық су моншасында қыздырады. Бөлме температурасына дейін салқындатылған құрғақ қалдыққа су ерітіндісін әзірлеу кезінде 5 бастап 10 $см^3$ дейінгі тазартылған суды құяды да, ол толық ерігенше қойып қояды. Алынған қара қошқыл түсті ерітіндіні сыйымдылығы 25 $см^3$ өлшеу құтысына сандық ауыстырып, ерітінді көлемін құтыда белгіге дейін жеткізеді.

Осы ерітінділердің оптикалық тығыздығын судың тығыздығына қатысты жұмыстық ұзындығы 30 мм кюветтерде (540 ± 10) нм толқын ұзындығы кезінде өлшейді.

3.2.3.3 Графикті ерітіндінің оптикалық тығыздығының кофеин концентрациясына $D=f(c)$ байланысты құрады.

3.2.4 *Еритін және ерімейтін кофе сусындарының ерітінділерін өлшеуге дайындау*

Салмағы 2,0 бастап 5,0 г дейінгі (кофе сусынындағы табиғи кофенің құрамына байланысты) еритін кофеин сусынының аналитикалық

сынамасының өлшендісін стаканға салады, 50 $см^3$ тазартылып қайнаған су құяды. Алынған ерітіндіні плюс 18 бастап плюс 20 °С дейінгі температурада салқындатады да, сыйымдылығы 100 $см^3$ өлшеу құтысына ауыстырады, оның көлемін тазартылған сумен белгіге дейін жеткізеді және ерітіндіні өлшеу үшін пайдаланады.

Салмағы 10,0 бастап 20,0 г дейінгі (кофе сусынындағы табиғи кофенің құрамына байланысты) ерімейтін кофеин сусынының өлшендісін стаканға салады, 150 $см^3$ қайнаған тазартылған су құяды және 5 минут қайнатады. Алынған жүзгінде плюс18 бастап плюс 20 °С дейінгі температурада салқындатып, сыйымдылығы 250 $см^3$ өлшеу құтысына сандық ауыстырады және белгіге дейін тазартылған су құяды. Құтының ішіндегісін 2-3 мин шайқап, кейін сүзеді. Алынған сүзіндіні өлшеу үшін пайдаланады.

3.3 Өлшеу жүргізу

Сыйымдылығы 25 $см^3$ бөлектеп құйғышқа 10 бастап 15 $см^3$ дейінгі хлорформды, кофе сусынының 5 $см^3$ және калий гидрототығының 0,5 $см^3$ ерітіндісін кезектеп енгізеді. Құйғышты тығыз қиюластырылған тығынмен жабады және құйғыш ішіндегіні 1 минут көлемінде абайлап бірнеше рет аудара отырып, шайғындауды жүргізеді. Жүйе жіктелгеннен кейін төменгі хлорформды қабатты булау шыныаяғына ауыстырады. Хлороформды су моншасында құрғағанша айырады, көзбен шолып анықтайды.

Ескертпе – Төменгі хлорформды қабатқа боялған жоғарғы су қабатының түсуіне рұқсат етілмейді.

Тетраметилқызыл қышқылды алу реакциясын және оның су ерітіндісінің оптикалық тығыздығын өлшеуді одан әрі қарай жүргізу 3.2.3.2 бойынша.

3.4 Өлшеу нәтижелерін өңдеу

Кофеиннің құрғақ затқа есептегендегі салмақтық үлесін *X, %,* мынадай формула бойынша есептейді:

$$X = \frac{1,03\ c\ V_ф\ V}{m\ V_в \cdot 10^6} \times \frac{100}{100 - W} \cdot 100, \qquad (1)$$

мұндағы 1,03 - шайғындаудың бірінші сатысында кофеинді хлороформмен бөліп алу толықтығын ескеретін коэффициент;

c - өлшемдеу графигі бойынша табылған кофеиннің массалық концентрациясы, мкг/$см^3$;

Vф = 25 - кофеинді гидролитті тотықтыру нәтижесінде алынатын тетраметилқызыл қышқылының фотометрленетін ерітіндісінің көлемі, $см^3$;

V- кофе өнімінің өлшеуге арналған ерітіндісінің көлемі, $см^3$;

Vэ - кофеинді шайғындау үшін пайдаланылатын кофе өнімі ерітіндісінің көлемі, $см^3$;

m -кофе өнімі жүзіндісінің салмағы, г;

10^6 - 1 мкг-нан 1 г-ға аудару коэффициенті;

W - кофе өнімінің талданатын жүзіндісінің массалық үлесі, %.

3.5 Рұқсат етілген өлшеу қателігі

Түпкілікті өлшеу нәтижесі ретінде екі параллель өлшеу нәтижелерінің орташа арифметикалық мәнін қабылдайды.

Есептеуді екінші ондық белгіге дейін кезекті дөңгелектеп, үшінші ондық белгіге дейін жүргізеді.

Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеу нәтижелерінің ұқсастығы P = 0,95 кезінде салыстырмалы 6,0 %-ды құрайды.

Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеу нәтижелерінің өндірушілігі P = 0,95 кезінде салыстырмалы 9,0 %-ды құрайды.

Кофе өнімдеріндегі кофеиннің салмақтық үлесін өлшеу қателіктерін бақылауды А қосымшасына сәйкес іске асырады.

А қосымшасы
(анықтамалық)

Кофе өнімдеріндегі кофеиннің салмақтық үлесін фотометриялық әдіспен өлшеуді орындау әдістемесінің қателіктерін бақылау

А.1 Ұқсастықты оперативті бақылауды жүргізу алгоритмі

Екі параллель өлшеудің орташа арифметикалық мәнін білдіретін әрбір өлшеу нәтижесін алу кезінде ұқсастықты оперативті бақылау

$$\bar{X} = \frac{X_1 - X_2}{2}, \qquad (А.1)$$

Ұқсастықты оперативті бақылауды ұқсастықты оперативті бақылау нормативі - d_H болатын талдау кезінде алынған параллель өлшеулер $\{X\}$ және $Xj)$ нәтижелерінің айырмасын салыстыру жолымен өткізеді. Мәндер d_H А.1 кестесінде берілген.

Параллель өлшеулер нәтижелерінің ұқсастығын егер

$$d = X_1 - X_2 \le d_H, \qquad (А.2)$$

болса, қанағаттанарлық деп санайды.

Шарттарды орындау кезінде (А.2) параллель өлшеулер нәтижелерінің ұқсастығын қанағаттанарлық деп санайды және сол бойынша зерттелетін сынамадағы кофеиннің салмақтық үлесін өлшеу нәтижесі есептелуі мүмкін.

Егер шарт (А.2) орындалмайтын болса, тәжірибені қайталайды. (А.2) шартын қайта орындамаған кезде, өлшеуді доғарып, бақылаудың қанағаттанарлықсыз нәтижелеріне әкелетін себептерді анықтайды және оларды жояды.

А.2 Өндірушіліктің оперативті бақылауын өткізу алгоритмі

ГОСТ 15113.0 сәйкес іріктелген кофе сусындарының шынайы сынамалары бақылауға арналған үлгілер болып табылады. Бақылау үшін іріктелген сынаманың салмағы әдістеме бойынша өлшеу жүргізу үшін қажетті көбейтілген санға сәйкес болуға тиіс. Іріктеліп алынған салмақты бірдей екі бөлікке бөледі және өлшеуді жүргізу шартын өзгерте отырып, әдістемеге сәйкес дәл талдайды, яғни мұнда өлшеу ыдысының әртүрлі жиынтығын, реактивтердің түрлі топтамаларын пайдалана отырып, әртүрлі немесе бір зертханада өлшеудің екі нәтижесін алады.

Бақылау өлшеулерінің, сондай-ақ өлшеуді жүргізу жағдайы ішіндегі кезеңде алынған жұмыстық сынамаларды өлшеу нәтижелерінің өндірімділігін тұрақты деп қабылдайды және егер

$$D = (X_1 - X_2) < D_H, \qquad (А.3)$$

болса, бақылау өлшеулерін жүргізу шарттарына сәйкестігін қанағаттанарлық деп таниды.

мұндағы X_1 – жұмыстық сынаманы өлшеу нәтижесі;

X_2 – басқа және сол зертханада, бірақ басқа аналитиктер өлшеу ыдысының басқа жиынтығын және реактивтердің басқа топтамасын пайдалана отырып алған осы сынаманың өлшеу нәтижесі;

D_H - өндірушілікті оперативті бақылау нормативі;

D – бақылау өлшеуінің нәтижесі.

P = 0,95 ықтималдығы кезінде салыстырмалы қателікті (ұқсастық және өндірушілік) кездейсоқ құрайтын оперативті бақылау нормативтерінің мәндері А.1 кестесінде берілген.

Өндірушілікті оперативті бақылау нормативтері артқан кезде, тәжірибені қайталайды. Көрсетілген норматив қайтадан артқан кезде, бақылаудың қанағаттанарлықсыз нәтижелеріне әкелетін себептерді анықтап, оларды жояды.

А.3 Қосу әдістерін пайдаланып, салыстырмалы қателікті оперативті бақылау алгоритмі

ГОСТ 15113.0 сәйкес іріктелген кофе сусындарының шынайы сынамалары бақылауға арналған үлгілер болып табылады. Бақылау үшін іріктелген сынаманың салмағы әдістеме бойынша өлшеу жүргізу үшін қажетті көбейтілген санға сәйкес болуға тиіс. Іріктеліп алынған салмақты бірдей екі бөлікке бөледі; біріншісін әдістемеге сәйкес дәл талдайды және сыналатын бастапқы зерттелетін сынаманы X_1 өлшеу нәтижесін алады, ал екінші бөлігіне кофеиннің $X_д$ анықталатын құрауышын құрауыш құрамы шамамен 2 есе артатындай етіп қосады. Зерттелетін сынаманың салмағының өзгеруін елемеуге болады. Сынаманың екінші бөлігін өлшеуді зерттелетін сынаманы қоспамен X_2 бірге өлшеу нәтижесін ала отырып, әдістемеге сәйкес дәл өткізеді.

Қателік мынадай жағдайды орындаған кезде қанағаттанарлық болып табылады:

$$|X_2 - X_1 - X_д| \le K_д, \qquad (А.4)$$

мұндағы X_1 – зерттелетін сынаманың өлшеу нәтижесі, %;

X_2 – кофеиннің анықталатын құрауышын қосумен зерттелетін сынаманың өлшеу нәтижесі, %;

$X_Д$ – анықталатын құрауыш қоспасы, %;

$K_Д$ –қателікті оперативті бақылау нормативі, (А.5) формуласы бойынша есептейді, %.

P = 0,95 кезінде формула бойынша есептейтін кофеиннің $K_д$ өлшенетін салмақтық үлестері ауқымында қателікті оперативті бақылау нормативі:

$$K_д = 0,84 \cdot 0,065\sqrt{\bar{X}_н^2 + \bar{X}^2}. \qquad (А.5)$$

А.1 кестесі

Бақыланатын көрсеткіш	Кофеиннің салмақтық үлесін өлшеу ауқымы, %	Қателік сипаттамаларын оперативті бақылау нормативтері, %		
		Ұқсастығы dn,n=2	өндірушілігі Dw m=2	Кд (қосу әдісі кезіндегі қателік)
Өнімдегі кофеиннің құрамы	0,03 бастап 5,40 дейін	0,06 $\overline{X}^*$	0,09 $\overline{X}^*$	0,84х0,065х $\sqrt{\overline{X}_Д^2 + \overline{X}^2}$
Х – зерттелетін сынаманың екі параллель өлшеуінің орташа арифметикалық мәні.				

ӘОЖ 663.93.001.4: 006.354 **МСЖ 67.140.20**

Түйінді сөздер: кофе өнімдері, еритін кофе сусындары, ерімейтін кофе сусындары, фотометриялық әдіс, қателіктер, жинақтылық, өндірушілік

Ескертулер үшін

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КОФЕПРОДУКТЫ

Методика выполнения измерений массовой доли кофеина

СТ РК ГОСТ Р 51182 – 2008

(ГОСТ Р 51182 – 98 «Кофепродукты. Методика выполнения измерений массовой доли кофеина», IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН республиканским государственным предприятием «Казахстанский институт стандартизации и сертификации» Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан, Товариществом с ограниченной ответственностью «Евразийский консалтинговый консорциум»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 25 декабря 2008 года № 655

3 Настоящий стандарт идентичен стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 51182 - 98 «Кофепродукты. Методика выполнения измерений массовой доли кофеина»

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2014 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

КОФЕПРОДУКТЫ

Методика выполнения измерений массовой доли кофеина

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кофепродукты (растворимые и нерастворимые кофейные напитки) и устанавливает методику выполнения измерений массовой доли кофеина в пересчете на сухое вещество фотометрическим методом.

Диапазон измеряемых массовых долей кофеина в растворе от 0,03 до 5,40 %.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные нормативные документы:

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

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. 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 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

ГОСТ 15113.0-77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 24363-80 Калия гидроокись. Технические условия.

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

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

Издание официальное

3 Методика выполнения измерений массовой доли кофеина в кофепродуктах

Методика основана на фотометрическом определении массовой доли кофеина в растворе, полученном после экстрагирования кофеина из продукта органическим растворителем с последующим гидролитическим окислением кофеина в тетраметилпурпуровую кислоту.

3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный (ФЭК) с пределами измерений оптической плотности от 0 до 2 при длине волны (540 ± 10) нм, допускаемой абсолютной погрешностью при измерении коэффициента пропускания ± 1 % и кварцевыми кюветами рабочей длиной 30 мм.

Весы лабораторные общего назначения второго класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая.

Баня водяная лабораторная.

Часы песочные на 1 мин или секундомер механический.

Цилиндры 1 (2) - 10 (250) по ГОСТ 1770;

Стакан В (Н) - 1 (2) - 150 ТХС по ГОСТ 25336.

Чашка испарительная 1 по ГОСТ 9147.

Воронки В-36-80 ХС ВД-1 (2)-25 ХС по ГОСТ 25336.

Фильтры обеззоленные «белая» или «красная» лента, диаметром 90-125 мм.

Колбы мерные 1 (2)-25 (100, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-0,50, 1 (4)-2-1(2) по ГОСТ 29169.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., плотностью 1190 кг/м^3.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор массовой концентрации 150 г/дм^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кофеин (1, 3, 7-триметил-2,6-диоксипурин) чистый, безводный.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и реактивов квалификацией не ниже указанных.

3.2 Подготовка к проведению измерения

3.2.1 Метод отбора проб

3.2.1.1 Отбор проб и подготовка их к проведению измерения - по ГОСТ 15113.0

3.2.2 Приготовление растворов

3.2.2.1 Стандартный раствор кофеина

(0,050 + 0,001 г) кофеина помещают в мерную колбу, вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем мерной колбы водой до метки.

3.2.2.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = 3 $моль/дм^3$

248 $см^3$ раствора соляной кислоты плотностью 1190 $кг/м^3$ помещают в мерную колбу, вместимостью 1000 $см^3$, доводят объем мерной колбы водой до метки и перемешивают.

3.2.2.3 Раствор пероксида водорода массовой концентрации 150 $г/дм^3$

Необходимый для анализа раствор пероксида готовят разведением пероксида водорода массовой концентрации 300 $г/дм^3$ (исходной) дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Перед использованием необходимо проверить исходную концентрацию пероксида водорода по ГОСТ 10929.

3.2.3 Построение градуировочного графика

3.2.3.1 В выпарительные чашки вносят пипеткой 0,5; 1,0; 1,5 $см^3$ стандартного раствора кофеина. Растворитель (воду) отгоняют на водяной бане досуха, что определяют визуально.

3.2.3.2 К сухому остатку кофеина прибавляют последовательно 1,0 $см^3$ раствора соляной кислоты, смывая кофеин на дно чашки, и 0,2 $см^3$ раствора пероксида водорода. Содержимое чашки перемешивают вращательным движением, выдерживают 20 минут при температуре плюс 18 до плюс 20 °С и нагревают на кипящей водяной бане до получения сухого окрашенного остатка тетраметилпурпуровой кислоты. При приготовлении водного раствора к сухому остатку, охлажденному до комнатной температуры, приливают от 5 до 10 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют до его полного растворения. Полученный раствор пурпурного цвета количественно переносят в мерную колбу, вместимостью 25 $см^3$, и доводят объем раствора в колбе до метки.

Измеряют оптическую плотность этих растворов на колориметре при длине волны (540 ± 10) нм в кюветах рабочей длиной 30 мм относительно плотности воды.

3.2.3.3 Строят график зависимости оптической плотности раствора от концентрации кофеина $D=f(c)$.

3.2.4 Приготовление растворов растворимых и нерастворимых кофейных напитков к измерению

Навеску аналитической пробы растворимого кофейного напитка массой от 2,0 до 5,0 г (в зависимости от содержания натурального кофе в кофейном напитке) помещают в стакан, наливают 50 $см^3$ кипящей дистиллированной воды. Полученный раствор охлаждают от плюс 18 до

плюс 20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят ее объем дистиллированной водой до метки и используют раствор для измерения.

Навеску нерастворимого кофейного напитка массой от 10,0 до 20,0 г (в зависимости от содержания натурального кофе в кофейном напитке) помещают в стакан, заливают 150 см^3 кипящей дистиллированной воды и кипятят 5 минут. Полученную суспензию охлаждают от плюс18 до плюс 20 °С, количественно переносят в мерную колбу, вместимостью 250 см^3, и доливают дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы взбалтывают 2-3 мин, затем фильтруют. Полученный фильтрат используют для измерения.

3.3 Проведение измерения

В делительную воронку, вместимостью 25 см^3, последовательно вносят от 10 до 15 см^3 хлороформа, 5 см^3 раствора кофейного напитка и 0,5 см^3 раствора гидроокиси калия. Закрывают воронку притертой пробкой и проводят экстракцию, осторожно многократно переворачивая содержимое воронки в течение 1 минуты. После расслаивания системы нижний хлороформный слой переносят в выпарительную чашку. Хлороформ отгоняют на водяной бане досуха, что определяют визуально.

Примечание - Не допускается попадание верхнего окрашенного водного слоя в нижний хлороформный.

Дальнейшее проведение реакции получения тетраметилпурпуровой кислоты и измерение оптической плотности ее водного раствора по 3.2.3.2.

3.4 Обработка результатов измерения

Массовую долю кофеина *X, %,* в пересчете на сухое вещество вычисляют по формуле

$$X = \frac{1{,}03\, c\, V_ф\, V}{m\, V_э \cdot 10^5} \times \frac{100}{100 - W} \cdot 100, \qquad (1)$$

где 1,03 — коэффициент, учитывающий полноту извлечения кофеина хлороформом на первом этапе экстракции;

c — массовая концентрация кофеина, найденная по градуировочному графику, мкг/см^3;

Vф = 25 - объем фотометрируемого раствора тетраметилпурпуровой кислоты, получаемый в результате гидролитического окисления кофеина, см^3;

V- объем раствора кофепродукта для измерения, см^3;

Vэ - объем раствора кофепродукта, используемый для экстракции кофеина, см^3;

m - масса навески кофепродукта, г;

10^6 - коэффициент перевода 1 мкг в 1 г;

W - массовая доля влаги анализируемой навески кофепродукта, %.

3.5 Допустимая погрешность измерения

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

Вычисления проводят до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

Сходимость результатов измерений массовой доли кофеина составляет 6,0 % относительной при P = 0,95.

Воспроизводимость результатов измерений массовой доли кофеина составляет 9,0 % относительной при P = 0,95.

Контроль погрешностей измерения массовой доли кофеина в кофепродуктах осуществляют в соответствии с приложением А.

Приложение А
(справочное)

Контроль погрешности методики выполнения измерения массовой доли кофеина в кофепродуктах фотометрическим методом

А.1 Алгоритм проведения оперативного контроля сходимости

Оперативный контроль сходимости проводят при получении каждого результата измерения, представляющего собой среднее арифметическое двух параллельных измерений

$$\overline{X} = \frac{X_1 - X_2}{2}. \qquad (A.1)$$

Оперативный контроль сходимости проводят путем сравнения расхождения результатов параллельных измерений *{X* и *Xj),* полученных при анализе пробы, с нормативом оперативного контроля сходимости — d_H. Значения d_H приведены в таблице А.1.

Сходимость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, если

$$d = X_1 - X_2 \le d_H. \qquad (A.2)$$

При выполнении условия (А.2) сходимость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, и по ним может быть вычислен результат измерения массовой доли кофеина в исследуемой пробе.

Если условие (А.2) не выполняется, эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (А.2) измерение приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

А.2 Алгоритм проведения оперативного контроля воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы кофейных напитков, отобранные в соответствии с ГОСТ 15113.0. Масса пробы, отобранная для контроля, должна соответствовать удвоенному количеству, необходимому для проведения измерения по методике. Отобранную массу делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с методикой, варьируя условия проведения измерения, т.е. получают два результата измерения в разных лабораториях или в одной, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов.

Воспроизводимость контрольных измерений, а также результатов измерений рабочих проб, получаемых за период, в течение которого условия проведения измерения принимают стабильными и соответствующими условиям проведения контрольных измерений, признают удовлетворительной, если

$$D = (X_1 - X_2) < D_H. \qquad (A.3)$$

где X_1 - результат измерения рабочей пробы;

X_2 - результат измерения этой же пробы, полученный в другой лаборатории или в той же, но другими аналитиками с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

D_H - норматив оперативного контроля воспроизводимости;

D - результат контрольного измерения.

Значения нормативов оперативного контроля случайной составляющей относительной погрешности (сходимости и воспроизводимости) при вероятности P = 0,95 приведены в таблице А.1.

При превышении нормативов оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

А.3 Алгоритм оперативного контроля относительной погрешности с использованием метода добавок

Образцами для контроля являются реальные пробы кофейных напитков, отобранные в соответствии с ГОСТ 15113.0. Масса отобранной для контроля пробы должна соответствовать удвоенному количеству, необходимому для проведения измерения по методике. Отобранную массу делят на две равные части; первую анализируют в точном соответствии с методикой и получают результат измерения исходной исследуемой пробы X_1, а во вторую часть добавляют определяемый компонент кофеина $X_д$ таким образом, чтобы содержание компонента увеличилось примерно в 2 раза. Изменением массы исследуемой пробы можно пренебречь. Измерения второй части пробы проводят в точном соответствии с методикой, получая результат измерения исследуемой пробы с добавкой X_2.

Погрешность является удовлетворительной при выполнении условия:

$$(X_2 - X_1 - X_д) \le K_д, \qquad (А.4)$$

где X_1 - результат измерения исследуемой пробы, %;

X_2 - результат измерения исследуемой пробы с добавкой определяемого компонента - кофеина, %;

$X_Д$ - добавка определяемого компонента, %;

$K_Д$ - норматив оперативного контроля погрешности, рассчитывают по формуле (А.5), %.

Норматив оперативного контроля погрешности в диапазоне измеряемых массовых долей кофеина $K_д$ рассчитывают по формуле при P = 0,95:

$$K_д = 0{,}84 \cdot 0{,}065 \sqrt{\bar{X}_1^2 + \bar{X}^2}. \qquad (А.5)$$

Таблица А.1

Контролируемый показатель	Диапазон измерения массовой доли кофеина, %	Нормативы оперативного контроля характеристик погрешности, %		
		сходимости $d_н$, $n = 2$	воспроизводимости $D_н$, $m = 2$	$K_д$ (погрешность при методе добавок)
Содержание кофеина в продукте	От 0,03 до 5,40	$0{,}06\overline{X}^*$	$0{,}09\overline{X}^*$	$0{,}84 \times 0{,}065 \times \times \sqrt{\overline{X}_д^2 + \overline{X}^2}$
* $\overline{X}$ - среднеарифметическое значение двух параллельных измерений исследуемой пробы.				

УДК 663.93.001.4 : 006.354 **МКС 67.140.20**

Ключевые слова: кофепродукты, кофейные напитки растворимые, кофейные напитки нерастворимые, фотометрический метод, погрешности, сходимость, воспроизводимость

Для заметок

Басуға _____ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru