ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕПРОДУКТЫ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ КОФЕИНА

Издание официальное

БЗ 5—2000

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии

ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 152 «Пищевые концентраты, чай и натуральные ароматизаторы»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 3 июля 1998 г. № 270

3 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Российской Федерации «О стандартизации», «О единстве средств измерений»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2003 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1998
© ИПК Издательство стандартов, 2004

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

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕПРОДУКТЫ

Методика выполнения измерений массовой доли кофеина

Coffee products.
Procedure of mass parts measurement of caffeine

Дата введения 1999—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

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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—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

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

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) 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.

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

Издание официальное

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 мин при комнатной температуре 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 до 18—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 мин. Полученную суспензию охлаждают до 18—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 мин. 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

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

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

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

$V_ф = 25$ — объем фотометрируемого раствора тетраметилпурпуровой кислоты, получаемый в результате гидролитического окисления кофеина, см^3;

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

$V_э$ — 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

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

Оперативный контроль сходимости проводят путем сравнения расхождения результатов параллельных измерений (X_1 и X_2), полученных при анализе пробы, с нормативом оперативного контроля сходимости — $d_н$. Значения $d_н$ приведены в таблице А.1.

Сходимость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, если

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

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

$$D = (X_1 - X_2) \le D_н, \qquad (A.3)$$

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;

$D_н$ — 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:

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

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 $P = 0{,}95$:

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

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 ОКС 67.140.20 Н39 ОКСТУ 9109

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

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *Л.А. Гусева*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 04.03.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.
Доп. тираж 51 экз. С 127. Зак. 101.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов.

gost.e-ecolog.ru