ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ ДЕТСКОГО И ДИЕТИЧЕСКОГО ПИТАНИЯ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ КАРОТИНОИДОВ

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. № 269

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

КОНЦЕНТРАТЫ ПИЩЕВЫЕ ДЕТСКОГО И ДИЕТИЧЕСКОГО ПИТАНИЯ

Методика выполнения измерений массовой доли каротиноидов

Food concentrates for children and dietary nutrition
Procedure of mass parts measurement of carotinoids

Дата введения 1999—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на концентраты пищевые детского и диетического питания и устанавливает методику выполнения измерений массовой доли каротиноидов фотометрическим методом.

Диапазон измеряемых массовых долей каротиноидов от $0{,}8 \cdot 10^{-3}$ до $6{,}7 \cdot 10^{-3}$ %.

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 4220—75 Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 29228—91 (ИСО 835-2—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

3 МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ КАРОТИНОИДОВ В ПИЩЕВЫХ КОНЦЕНТРАТАХ ДЕТСКОГО И ДИЕТИЧЕСКОГО ПИТАНИЯ

Методика основана на фотометрическом определении массовой доли каротиноидов в экстракте липидов (жира), получаемом из пищевого концентрата с помощью органических растворителей.

3.1 Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы

Для проведения измерения используют следующие аппаратуру, материалы и реактивы:

- колориметр фотоэлектрический лабораторный (ФЭК), позволяющий проводить измерения оптической плотности от 0 до 2 при длине волны (455±10) нм, допускаемой абсолютной погрешностью при измерении коэффициента пропускания ±1 %, снабженный кварцевыми кюветами рабочей длиной 10 мм или

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

- спектрофотометр, позволяющий проводить измерения оптической плотности при длине волны 450 нм с допустимой абсолютной погрешностью при измерении коэффициента пропускания ±1 %, снабженный кварцевыми кюветами рабочей длиной 10 мм;
- весы лабораторные общего назначения второго класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104;
- шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры в диапазоне от 40 до 200 °С, с отклонениями от заданных значений ±5 °С;
- секундомер [1];
- пипетка 2-2-250 по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227 и ГОСТ 2928;
- колбы мерные 2-100-2, 2-250-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
- колбы конические Кн-3-300—34 ТС по ГОСТ 25336;
- цилиндры 1-50, 1-250 по ГОСТ 1770;
- воронка делительная ВД-1-250 ХС по ГОСТ 25336;
- калия гидроокись по ГОСТ 24363 ч.д.а., спиртовой раствор свежеприготовленный массовой долей 10 %;
- фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1 %;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- гексан [2];
- эфир петролейный;
- калий двухромовокислый, х.ч. по ГОСТ 4220;
- бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Примечание —Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими 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 стандартного раствора двухромовокислого калия*

3.2.2.1 720,0 мг трижды перекристаллизованной соли растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$. 1 $см^3$ такого раствора соответствует по окраске массовой концентрации 0,00416 мг или 4,16 мкг каротиноидов.

Полученный раствор хранят в темном месте.

3.2.3 *Построение градуировочного графика*

3.2.3.1 Готовят ряд растворов с известными концентрациями двухромовокислого калия. Для этого в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ вносят пипеткой 20, 40, 50, 60, 80 $см_3$ стандартного раствора двухромовокислого калия, приготовленного по 3.2.2, и доводят объем мерных колб водой до метки. Полученные растворы по окраске соответствуют массовым концентрациям 0,83; 1,66; 2,08; 2,50; 3,33 мкг/$см^3$ каротиноидов. Измеряют оптическую плотность этих растворов на колориметре при длине волны (455±10) нм или спектрофотометре при длине волны 450 нм в кюветах рабочей длиной 10 мм относительно воды. Строят график зависимости оптической плотности раствора от концентрации каротиноидов $D=f(c)$.

3.3 Проведение измерения

3.3.1 *Экстракция липидов (жира) из пищевого концентрата*

3.3.1.1 Навеску исследуемого продукта массой от 15,00 до 25,00 г (в зависимости от предполагаемого содержания каротиноидов) помещают в колбу вместимостью 300 $см^3$, прибавляют от 100 до 120 $см^3$гексана или петролейного эфира. Колбу закрывают пробкой, встряхивают ее содержимое в течение 2 мин, затем полученную суспензию фильтруют. Этап экстракции повторяют аналогично, используя для экстрагирования жира меньшее количество растворителя, от 80 до 100 $см^3$. Объединенный экстракт переносят в мерную колбу вместимостью 200 или 250 $см^3$, доводят объем колбы растворителем до метки.

3.3.2 *Измерение каротиноидов в экстрактах из пищевых концентратов, содержащих жир, с визуально необнаруживаемым количеством хлорофиллов*

3.3.2.1 Оптическую плотность экстракта жира, полученного по 3.3.1, измеряют на колориметре при длине волны (455+–10) нм или спектрофотометре при длине волны 450 нм в кюветах рабочей длиной 10 мм относительно чистого растворителя. Если оптическая плотность раствора более 0,52, раствор разбавляют, после чего снова проводят измерение оптической плотности раствора на приборе.

По градуировочному графику находят массовую концентрацию каротиноидов (мкг/см^3), соответствующую найденному значению оптической плотности исследуемого раствора.

3.3.3 *Измерение каротиноидов в экстрактах из пищевых концентратов, содержащих жир, с визуально обнаруживаемым количеством хлорофиллов*

3.3.3.1 50 см^3 экстракта жира, полученного по 3.3.1, помещают в делительную воронку, прибавляют равный объем спиртового раствора гидроокиси калия массовой долей 10 %. Смесь встряхивают до тех пор, пока при визуальном наблюдении хлорофиллы не перейдут в нижний слой спиртовой щелочи, который затем сливают. Верхний слой многократно промывают водой до исчезновения щелочной реакции по фенолфталеину.

Далее измеряют оптическую плотность верхнего слоя (раствора жира в растворителе), как в 3.3.2.

3.4 Обработка результатов измерения

Массовую долю каротиноидов в пищевом концентрате X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{c\,V\,100}{m\,1000 \cdot 1000} = \frac{c\,V}{m} \cdot 10^{-4}, \qquad (1)$$

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

V — объем объединенного экстракта липидов (по 3.3.1), см^3;

m — масса навески продукта, г.

3.5 Допустимая погрешность измерения

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений. Вычисления проводят до третьего десятичного знака, округление — до второго десятичного знака.

Сходимость результатов измерений массовой доли каротиноидов составляет 6,0 % относительной при вероятности $P = 0{,}95$.

Воспроизводимость результатов измерений массовой доли каротиноидов составляет 9,0 % относительной при вероятности $P = 0{,}95$.

Контроль погрешности измерения массовой доли каротиноидов в пищевых концентратах детского и диетического питания осуществляется в соответствии с приложением А.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Контроль погрешности методики выполнения измерения массовой доли каротиноидов в пищевых концентратах детского и диетического питания 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_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 каротиноидов 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 пищевых концентратов, 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 анализа, 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 анализа 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 пищевых концентратов, 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 определенный объем стандартного раствора двухромовокислого калия в количестве, эквивалентном удвоенной массе каротиноидов в растворе $X_д$. Измерения второй части пробы проводят в точном соответствии с методикой, получают результат измерения исследуемой пробы с добавкой.

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 — каротиноидов, %;

$X_д$ — добавка определяемого компонента, %;

$K_д$ — норматив оперативного контроля погрешности, рассчитывается по формуле (А.5), %.

Норматив оперативного контроля погрешности в диапазоне измеряемых массовых долей каротиноидов рассчитывается по формуле (А.5) при вероятности $P = 0,95$:

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

Таблица А.1

Контролируемый показатель	Диапазон измерения массовой доли каротиноидов, %	Нормативы оперативного контроля характеристик погрешности, %		
		сходимости $d_{н}$, $n = 2$	воспроизводимости $D_{н}$, $m = 2$	$K_{д}$ (погрешность при методе добавок)
Массовая доля каротиноидов в пищевых концентратах	От $0,8 \cdot 10^{-3}$ до $6,7 \cdot 10^{-3}$	$0,06\bar{X}$ *	$0,09\bar{X}$ *	$0,84 \times 0,065 \times \times \sqrt{\bar{X}_{д}^{2} + \bar{X}^{2}}$
*$\bar{X}$ — среднеарифметический результат двух параллельных измерений исследуемой пробы.				

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(информационное)

БИБЛИОГРАФИЯ

[1] ТУ 25-1819.0021—90 Секундомеры механические
ТУ 25-1894.003—90 Секундомеры механические
[2] ТУ 6-09-3375-78 Гексан

УДК 664.8/.9:641.562.001.4:006.354 ОКС 67.060 Н39 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: концентраты пищевые, метод, каротиноиды, продукты детского и диетического питания, фотометрический метод, погрешности, сходимость, воспроизводимость

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

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 30.12.2003. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,58. Тираж 104 экз. С 103. Зак. 64.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru