МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод обнаружения фальсификации концентратом витамина D

Издание официальное

БЗ 10—97/328

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом жиров и МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 1998 г. № 14)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная Государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 29 апреля 1999 г. № 156 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Метод обнаружения фальсификации концентратом витамина D

Vegetable oils. Detection of falsification by concentrate of vitamin D

Дата введения 2000—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает метод обнаружения фальсификации растительных масел концентратом витамина D.

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного продукта колориметрической реакции витамина D с треххлористой сурьмой в присутствии хлористого ацетила.

Стандарт предназначен для использования в качестве экспресс-методики при обнаружении подмены растительного масла.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770—74	Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы. Технические условия
ГОСТ 4166—76	Натрий сернокислый. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77	Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 5471—83	Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб
ГОСТ 5815—77	Ангидрид уксусный. Технические условия
ГОСТ 5829—71	Ацетил хлористый. Технические условия
ГОСТ 6709—72	Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 12026—76	Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 14919—83	Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 18300—87	Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
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 24363—80	Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82	Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

Издание официальное

ГОСТ 28498—90	Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
ГОСТ 29227—91	Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования

3 Отбор проб

Отбор проб растительных масел — по ГОСТ 5471.

4 Аппаратура, материалы, реактивы

Весы лабораторные общего назначения — по ГОСТ 24104, с наибольшим пределом взвешивания до 200 г, не ниже 2-го класса точности

Спектрофотометр или фотоколориметр с диапазоном измерения, позволяющим проводить исследования при длине волны 480—530 нм, кюветы с рабочей длиной 10 мм

Баня водяная

Электроплитка — по ГОСТ 14919, закрытого типа

Колба К-1-250-29/32 по ГОСТ 25336

Колба мерная 2-50 (100)-2-10/19 по ГОСТ 1770

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

Цилиндры 1-250 или 3-250 по ГОСТ 1770

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

Колба Кн-2-250-34 ТСХ по ГОСТ 25336

Воронка ДВ-1-500 по ГОСТ 25336

Пипетка 2-1-1-1 по ГОСТ 29227

Испаритель ротационный ИР-1М или установка, состоящая из колбы К-1-100-29/32 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХЛТ-1-400/600/-14/23 по ГОСТ 25336, алонжа АКП-14/23 ТС по ГОСТ 25336, перехода П-10-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336, колбы К-1-250-14/23 ТС по ГОСТ 25336, насоса водоструйного по ГОСТ 25336

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498, позволяющий измерять температуру в интервале (0—100) °С и ценой деления 1 °С

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300

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

Кальций хлористый обезвоженный [1]

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

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

Сурьма треххлористая, ч, ч.д.а., по нормативному документу

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815

Эфир этиловый очищенный [2] или эфир медицинский [3]

Ацетил хлористый по ГОСТ 5829, ч.д.а.

Эргокальциферол (витамин D_2) [4]

Фенолфталеин [5], спиртовый раствор с массовой долей индикатора 1 %, приготовленный по ГОСТ 4919.1

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Хлороформ по ГОСТ 20015

Допускается применение другой аппаратуры или реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих указанным выше.

5 Подготовка к измерению

5.1 Подготовка растворов и реактивов

5.1.1 *Приготовление безводного сернокислого натрия*

Натрий сернокислый нагревают в фарфоровой чашке при температуре (100±5) °С до тех пор, пока не образуется рыхлый порошок.

5.1.2 *Очистка диэтилового эфира*

В склянку с корковой пробкой взвешивают (5,0±1,0) г марганцовокислого калия и (10,0±1,0) г гидроокиси калия, заливают 1 дм³ диэтилового эфира и оставляют на сутки в темном месте. Затем эфир перегоняют при температуре 33—35 °С.

5.1.3 *Приготовление сухого хлороформа*

Хлороформ сушат над хлористым кальцием в течение суток, затем перегоняют при температуре 60—61 °С и хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой в холодильнике не более 1 мес.

5.1.4 *Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия концентрации с (КОН) = 2 моль/дм³*

(120±5) г гидроокиси калия растворяют в 1 дм³ спирта. Полученный раствор хранят в закрытом сосуде в холодильнике. Срок годности спиртового раствора гидроокиси калия — 1 мес.

5.1.5 *Приготовление раствора треххлористой сурьмы (реагент Карр-Прайса)*

В конической колбе взвешивают (20,0±0,5) г треххлористой сурьмы. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака. Добавляют 100 см³ хлороформа и растворяют, нагревая на водяной бане (температурой не выше 50 °С), периодически встряхивая. Раствор охлаждают, добавляют 2—3 см³ уксусного ангидрида, колбу плотно закрывают и оставляют на 16—24 ч при комнатной температуре для отстаивания. Затем верхнюю прозрачную часть раствора осторожно сливают через бумажный фильтр в темную склянку с притертой пробкой. Раствор выдерживают сутки при комнатной температуре. Раствор треххлористой сурьмы хранят в холодильнике не более 1 мес.

5.1.6 *Приготовление стандартного раствора витамина D*

250 мг эргокальциферола растворяют в 10 см³ хлороформа. Раствор содержит 1000 м. е. витамина *D* в 1 см³ хлороформа (1 м. е. витамина *D* соответствует 0,025 мкг эргокальциферола).

Срок годности стандартного раствора витамина *D* — 1 сут.

5.2 Построение градуировочного графика

Интенсивность окраски хлороформного раствора витамина *D* после проведения колориметрической реакции с треххлористой сурьмой измеряют в фотоколориметре или спектрофотометре при длине волны 480—530 нм.

Для построения градуировочного графика помещают в кювету рабочей длиной 10 мм 1,0; 0,75; 0,50 и 0,25 см³ хлороформного раствора витамина *D*, доводят хлороформом до объема 1 см³, затем добавляют 6 см³ раствора треххлористой сурьмы и три капли хлористого ацетила. Отношение объемов испытуемого раствора к раствору хлористой сурьмы должно составлять 1:6.

Измерение оптической плотности каждого раствора проводят через 4 мин после добавления последнего реактива. По полученным значениям строят график зависимости оптической плотности от концентрации витамина *D*. График представляет собой прямую линию.

Измерение оптической плотности продукта колориметрической реакции следует проводить быстро в течение 5—6 с.

Примечание — Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и проверяется при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

6 Проведение измерения

(0,5±0,05) г растительного масла взвешивают в колбе. Результат записывают в граммах до четвертого десятичного знака. Добавляют 50 см³ спиртового раствора гидроокиси калия концентрации *с* (КОН) = 2 моль/дм³.

Колбу соединяют с обратным воздушным холодильником и смесь кипятят 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 см³. Неомыляемые вещества экстрагируют трижды порциями этилового эфира по 50 см³.

Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и промывают дистиллированной водой порциями 50—100 см³ до нейтральной реакции по фенолфталеину.

Промытую эфирную вытяжку сливают в сухую колбу, добавляют (10±1) г 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 в вакууме при температуре не выше 30 °С. Остаток в

колбе, представляющий неомыляемые вещества, после отгонки растворителя должен быть сухим. Если остаток влажный, растворяют его в 20 см³ этилового эфира, добавляют (2,0±0,5) г сернокислого натрия, 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 хлороформе в мерной колбе вместимостью 50 см³ (раствор 1) и объем раствора доводят до метки хлороформом. Затем к 1 см³ полученного раствора добавляют 9 см³ хлороформа (раствор 2).

Для колориметрического измерения 1 см³ раствора 2 помещают в кювету рабочей длиной 10 мм фотоколориметра или спектрофотометра, добавляют три капли хлористого ацетила и 6 см³ хлороформного раствора треххлористой сурьмы и точно через 4 мин после добавления последнего реактива измеряют оптическую плотность при длине волны 480—530 нм.

В качестве контроля используют раствор, состоящий из 1 см³ хлороформа, трех капель хлористого ацетила и 6 см³ раствора треххлористой сурьмы.

Значение оптической плотности 0,06 и ниже свидетельствует об отсутствии витамина *D* в растительном масле и о пригодности исследуемого растительного масла к непосредственному употреблению в пищу.

Присутствие витамина D в растительном масле характеризует оптическая плотность, значения которой выше 0,06 (фонового значения для растительного масла).

7 Обработка результатов

Массовую долю витамина D в растительном масле X, м. е./г, вычисляют по формуле

$$X = \frac{cV}{m},$$

где c — концентрация витамина *D* в хлороформном растворе, определенная по градуировочному графику, м. е./см³;

V — объем хлороформного раствора с учетом разведения, см³ (500 см³);

m — навеска масла, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением результата до целых чисел.

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных (последовательных) измерений.

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

Таблица 1

Измеряемая величина, м. е./г	Относительная погрешность измерения, %	Допускаемое относительное расхождение между результатами последовательных измерений к среднему значению показателя, %
Св. 10 000 до 50 000 включ.	30	40
Св. 50 000 до 150 000 включ.	20	28
Св. 150 000 до 1 000 000 включ.	10	14

Если расхождение между двумя последовательными измерениями превышает указанное в таблице 1, измерение необходимо повторить.

При обнаружении витамина *D* свыше 10 000 м. е./г исследуемая продукция опасна для употребления в пищу.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] — ТУ 6—09—4711—81 Кальций хлористый обезвоженный
[2] — ТУ 7506804—97—90 Эфир этиловый
[3] — Госфармакопея, X изд., ст. 34 Эфир медицинский
[4] — ФС 42—1764—89 Эргокальциферол (витамин D_2) кристаллический
[5] — ТУ 6—09—5360—87 Фенолфталеин

УДК 664.34.001.4:006.354 МКС 67.100.20 Н69 ОКСТУ 9141

Ключевые слова: растительные масла, область применения, фальсификация, ссылки, подготовка к измерению, проведение измерения массовой доли витамина *D*

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *З. И. Мартыновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 11.05.99. Подписано в печать 27.05.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 531 экз. С 2904. Зак. 1207л.

ИПК Издательство стандартов,107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru