

КОФЕПРОДУКТЫ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ КОФЕИНА

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом пищевых концентратной промышленности и специальной пищевой технологии

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

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЯСТВИЕ 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.

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/м³.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор массовой концентрации 150 г/дм³.

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 квалификации 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 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем мерной колбы водой до метки.

3.2.2.2 Раствор соляной кислоты молярной концентрации $c(\text{HCl}) = 3$ моль/дм³

248 см³ раствора соляной кислоты плотностью 1190 кг/м³ помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем мерной колбы водой до метки и перемешивают.

3.2.2.3 Раствор пероксида водорода массовой концентрации 150 г/дм³

Необходимый для анализа раствор пероксида готовят разведением пероксида водорода массовой концентрации 300 г/дм³ (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 см³ 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 см³ раствора соляной кислоты, смывая кофеин на дно чашки, и 0,2 см³ 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 см³ дистиллированной воды и оставляют до его полного растворения. Полученный раствор пурпурного цвета количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ 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 см³ кипящей дистиллированной воды. Полученный раствор охлаждают до 18—20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, 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 см³ кипящей дистиллированной воды и кипятят 5 мин. Полученную суспензию охлаждают до 18—20 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ 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 см³ последовательно вносят от 10 до 15 см³ хлороформа, 5 см³ раствора кофейного напитка и 0,5 см³ раствора гидроксида 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

$$X = \frac{1,03 \cdot c \cdot V_{\phi} \cdot V}{m \cdot V_0 \cdot 10^6} \times \frac{100}{100 - W} \cdot 100, \quad (1)$$

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

c — массовая концентрация кофеина, найденная по градуировочному графику, мкг/см³;

$V_{\phi} = 25$ — объем фотометрируемого раствора тетраметилпурпуровой кислоты, получаемый в результате гидролитического окисления кофеина, см³;

V — объем раствора кофепродукта для измерения, см³;

V_0 — объем раствора кофепродукта, используемый для экстракции кофеина, см³;

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

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \quad (\text{А.1})$$

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_n . Значения d_n приведены в таблице А.1.

Сходимость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, если

$$d = X_1 - X_2 \leq d_n \quad (\text{А.2})$$

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

$$D = (X_1 - X_2) \leq D_n \quad (\text{А.3})$$

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_n — 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_d 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:

$$(X_2 - X_1 - X_d) \leq K_d \quad (\text{А.4})$$

где X_1 — результат измерения исследуемой пробы, %;

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

X_d — добавка определяемого компонента, %;

K_d — норматив оперативного контроля погрешности, рассчитывают по формуле (А.5), %.

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

$$K_d = 0,84 \cdot 0,065 \sqrt{\bar{X}_d^2 + \bar{X}^2} \quad (\text{А.5})$$

Т а б л и ц а А.1

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

УДК 663.93.001.4 : 006.354

ОКС 67.140.20

НЗ9

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.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов.