

**ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ
ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ**

**Методы измерений массовой доли
витамина С (аскорбиновой кислоты)**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 186 и Научно-исследовательским институтом детского питания

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
Грузия	Грузстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная Государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 28 апреля 1999 г. № 143 межгосударственный стандарт ГОСТ 30627.2—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 мая 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2009 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999

© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Методы измерений массовой доли витамина С (аскорбиновой кислоты)

Infant milk products.

Methods for determination of mass part of vitamin C (Acidum ascorbinum)

Дата введения 2000—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты для детского питания и устанавливает методы измерений массовой доли витамина С.

Методы основаны на взаимодействии витамина С (аскорбиновой кислоты) с натрием 2, 6-дихлорфенолиндифенолятом с последующим количественным определением витамина С титрованием или колориметрированием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия
- ГОСТ 334—73 Бумага масштабнo-координатная. Технические условия
- ГОСТ 841—76 Реактивы. Кислота метафосфорная. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа
- ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
- ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия
- ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
- ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. Общие требования

3 Методы отбора проб

Отбор проб и подготовка их к измерению по ГОСТ 26809.

4 Колориметрический метод измерения массовой доли витамина С в сухих молочных продуктах детского питания

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага масштабнo-координатная (миллиметровая) по ГОСТ 334.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронки стеклянные лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы исполнения I 2-го класса точности номинальной вместимостью 50, 100, 1000 и 2000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 2 номинальной вместимостью 250, 750 см³ по ГОСТ 25336.

Пипетки номинальной вместимостью 5, 10 и 25 см³ ценой деления шкалы 0,1 см³ по ГОСТ 29227.

Пробки стеклянные по ГОСТ 19908.

Пробирки типа П4 номинальной вместимостью 20 см³ по ГОСТ 25336.

Секундомер [1] или часы по ГОСТ 27752.

Стаканы типа В исполнения I номинальной вместимостью 400, 1000 см³ по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Фотометр фотоэлектрический диапазоном измерения от 220 до 1100 нм [2] или колориметр фотоэлектрический диапазоном измерения от 200 до 2000 нм диапазоном измерения коэффициента пропускания от 100 до 1 % [3].

Цилиндры исполнения I вместимостью 100, 250, 500 и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота аскорбиновая (витамин С) [4].

Кислота метафосфорная ч. по ГОСТ 841.

Кислота уксусная ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый 3-водный ч.д.а. по ГОСТ 199.

Натрий 2, 6-дихлорфенолиндофенолят х.ч. [5].

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) ч.д.а. по ГОСТ 10652.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

Хранение растворов по ГОСТ 4212.

Хранение реактивов и особо чистых веществ по ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 4919.2.

4.2 Подготовка к выполнению измерения

4.2.1 Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³

Взвешивают (120,00±0,04) г растертой в ступке метафосфорной кислоты на весах 4-го класса точности, растворяют в 100—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 2000 см³, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Раствор хранят при (6±2) °С не более 7 сут.

4.2.2 Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³

Необходимый для измерения объем водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.3 Приготовление водного раствора трилона Б (этилендиаминтетраацетат натрия) молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8) = 0,05$ моль/дм³

Взвешивают (3,600±0,004) г трилона Б на весах 2-го класса точности и растворяют в 100—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 2000 см³, доливая дистиллированную воду до метки.

4.2.4 Приготовление смеси водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ и раствора трилона Б (этилендиаминтетраацетат натрия) молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8) = 0,05$ моль/дм³ (раствор осадителя)

Отмеряют цилиндром 300 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ и 300 см³ раствора трилона Б молярной концентрации $c(\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8) = 0,05$ моль/дм³ в коническую колбу объемом 750 см³ и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.5 Приготовление раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия (раствор красителя)

Взвешивают (0,100±0,001) г 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия на весах 2-го класса точности, растворяют в 500 см³ свежеекипяченной дистиллированной воды температурой (90±5) °С и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ через складчатый фильтр. Промывают фильтр водой той же температуры, охлаждают раствор до (20±5) °С, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят при (6±2) °С не более 7 сут.

4.2.6 Приготовление водного раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,5$ моль/дм³

3 см³ уксусной кислоты растворяют в 30—50 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят той же водой до метки и перемешивают.

4.2.7 Приготовление ацетатного буферного раствора

Взвешивают (90,8 ± 0,1) г уксуснокислого натрия на весах 4-го класса точности, растворяют в 100—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 2000 см³, добавляют 5 см³ раствора уксусной кислоты молярной концентрации $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 0,5$ моль/дм³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

4.2.8 Приготовление смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора

Отмеряют цилиндром 50 см³ раствора красителя и 50 см³ ацетатного буферного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³ и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.9 Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 2 мг/см³

Взвешивают (0,200 ± 0,001) г витамина С на весах 2-го класса точности, растворяют в 30—50 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят до метки тем же раствором.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.10 Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации 100 мкг/см³

5 см³ основного раствора витамина С растворяют в 30—50 см³ раствора осадителя, приготовленного в соответствии с 4.2.4 в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят до метки тем же раствором и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.11 Построение калибровочного графика

Отмеряют в шесть мерных колб вместимостью 50 см³ пипеткой по 3, 4, 5, 6, 7 и 8 см³ рабочего раствора витамина С, доводят содержимое колб до метки раствором осадителя и перемешивают.

Массовые концентрации витамина С будут равны соответственно 6, 8, 10, 12, 14 и 16 мкг/см³.

Берут по 5 см³ раствора каждого разведения в пробирки, добавляют в каждую пробирку по 10 см³ смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора, перемешивают и определяют значение оптической плотности на колориметре или фотометре при длине световой волны 515 нм против холостой пробы.

В пробирке готовят холостую пробу, состоящую из 5 см³ раствора осадителя, 10 см³ приготовленной смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора с добавлением нескольких грамма витамина С для обесцвечивания красителя.

Для построения калибровочного графика по оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности, а по оси абсцисс — соответствующие им массовые концентрации витамина С.

Длины осей для построения графика должны быть не менее 160 мм.

4.3 Проведение измерения

Навеску сухого продукта берут с учетом массовой доли витамина С в продукте.

Массовая доля витамина С, млн ⁻¹	Навеска продукта, г
100—500	1,50±0,04
более 500	1,00±0,04

Навеску продукта помещают в мерную колбу вместимостью 25 см³ (при массовой доле витамина С в продукте от 100 до 250 млн⁻¹), 50 см³ (при массовой доле витамина С в продукте от 250 до 750 млн⁻¹) и 100 см³ (при массовой доле витамина С в продукте более 750 млн⁻¹), добавляют раствор осадителя до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100 см³.

Берут пипеткой 5 см³ фильтрата в пробирку, добавляют 10 см³ смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора, перемешивают и определяют значение оптической плотности на колориметре или фотометре при длине световой волны 515 нм против холостой пробы.

Определяют массовую концентрацию витамина С в фильтрате по калибровочному графику.

4.4 Обработка результатов измерения

Массовую долю витамина С (аскорбиновой кислоты) X , млн⁻¹, вычисляют по формуле

$$X = \frac{\rho_c V}{m}, \quad (1)$$

где ρ_c — массовая концентрация аскорбиновой кислоты в фильтрате, определенная по калибровочной кривой, мкг/см³;

V — общий объем разведения продукта, см³;

m — масса пробы продукта, взятая для измерения, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Относительная погрешность измерения массовой доли витамина С — ± 15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 7 % среднеарифметического значения результатов измерений.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 15 % среднеарифметического значения результатов измерений.

5 Метод измерения массовой доли витамина С в жидких молочных продуктах детского питания методом титрования

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бюретки исполнения 6 2-го класса точности номинальной вместимостью 2 см³ ценой деления шкалы 0,01 см³ по ГОСТ 29251.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронки стеклянные лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы мерные исполнения 1 2-го класса точности номинальной вместимостью 50, 100, 500, 1000, 2000 см³ по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 2 номинальной вместимостью 50, 100, 250 см³ по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнений 6, 7 номинальной вместимостью 5, 10 см³ ценой деления шкалы 0,1 см³ по ГОСТ 29227.

Секундомер [1] или часы по ГОСТ 27752.

Стаканы типа В исполнения 1 номинальной вместимостью 400, 1000 см³ по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Цилиндры исполнения 1 вместимостью 100, 500 см³ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота аскорбиновая (витамин С) [4].

Кислота метафосфорная ч. по ГОСТ 841.

Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.

Натрий 2, 6-дихлорфенолиндофенолят х. ч. [5].

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

Хранение растворов по ГОСТ 4212.

Хранение реактивов и особо чистых веществ по ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 4919.2.

5.2 Подготовка к выполнению измерения

5.2.1 Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³

Согласно 4.2.1.

5.2.2 Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³

Согласно 4.2.2.

5.2.3 Приготовление водного раствора соляной кислоты массовой концентрации 20 г/дм³

46 см³ соляной кислоты плотностью 1,185 г/см³ растворяют в 300—500 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

5.2.4 Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 1 мг/см³

Взвешивают (0,100±0,001) г витамина С на весах 2-го класса точности, растворяют в 30—50 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят до метки тем же раствором.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

5.2.5 Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации 0,1 мг/см³

10 см³ основного раствора витамина С растворяют в 30—50 см³ раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят до метки тем же раствором.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

5.2.6 Приготовление раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия (раствор красителя)

Взвешивают (0,200±0,001) г 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия на весах 2-го класса точности, растворяют в 300 см³ свежеекипяченной дистиллированной воды температурой (80±5) °С, фильтруют через складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см³ и промывают фильтр водой той же температуры. Охлаждают раствор до (20±5) °С и доводят до метки охлажденной до той же температуры дистиллированной водой.

Раствор хранят при (6±2) °С не более 7 сут.

5.2.7 Определение титра раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия

В две конические колбы наливают по 9 см³ водных растворов метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ или соляной кислоты массовой концентрации 20 г/дм³ и по 1 см³ раствора витамина С массовой концентрации 0,1 мг/см³ и быстро титруют раствором 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия до светло-розовой окраски, не исчезающей в течение 15 с.

Таким же образом титруют 10 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ (холостая проба).

Титр раствора T , мг/см³, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0,1 \cdot 1,0}{V - V_0}, \quad (2)$$

где 1,0 — значение объема раствора витамина С, см³;

0,1 — значение массовой концентрации рабочего раствора витамина С, мг/см³;

V — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованного на титрование рабочего раствора витамина С, см³;

V_0 — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованного на титрование метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ (холостая проба), см³.

5.2.8 Подготовка фильтра

Взвешивают (10,00±0,04) г продукта и вносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ (при расчетной массовой доле витамина С в продукте от 20 до 80 млн⁻¹), 100 см³ (при расчетной массовой доле витамина С в продукте свыше 80 млн⁻¹), добавляют 15—20 см³ раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³, перемешивают не менее 1 мин, доводят до метки раствором метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³, перемешивают и фильтруют.

Вместо метафосфорной кислоты можно использовать соляную кислоту, приготовленную по 5.2.3.

5.3 Проведение измерения

10 см³ фильтра вносят в коническую колбу вместимостью 50 см³ и титруют раствором 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 15 с, согласно 5.2.7.

5.4 Обработка результатов измерения

Массовую долю витамина С (аскорбиновой кислоты) X , млн⁻¹ вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V - V_0)V_1 1000}{V_2 m} \quad (3)$$

где T — титр раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, мг/см³;

V — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см³;

V_0 — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованный на титрование холодной пробы, см³;

V_1 — общий объем раствора, см³;

1000 — коэффициент пересчета, мкг;

V_2 — объем фильтра, взятый на титрование, см³;

m — масса пробы продукта, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Относительная погрешность измерения массовой доли витамина С — ± 15 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать 7 % среднеарифметического значения результатов измерений.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 15 % среднеарифметического значения результатов измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)**Библиография**

- [1] ТУ 25—1819.0021—90 Секундомеры механические «Слава»
- [2] ТУ 3—3.2164—89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3
- [3] ТУ 3-КРАЮ.414216.001—90 Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2Ц.
- [4] ГФ СССР—X ст. 6 Кислота аскорбиновая
- [5] ТУ 6—09—2808—77 Натрий 2, 6-дихлорфенолиндофенолят

Ключевые слова: витамин С (аскорбиновая кислота), водный раствор массовой концентрации, ацетатный буферный раствор, оптическая плотность
