



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КАВОПРОДУКТИ

Методи визначання масової частки кофеїну

ДСТУ 4102–2002

Видання офіційне

Київ
ДЕРЖАВНИЙ КОМІТЕТ УКРАЇНИ
З ПИТАНЬ ТЕХНІЧНОГО РЕГУЛЮВАННЯ
ТА СПОЖИВЧОЇ ПОЛІТИКИ
2002

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО Державним Вінницьким проектно-конструкторським технологічним інститутом
ВНЕСЕНО Державним департаментом продовольства Міністерства аграрної політики України
- 2 ЗАТВЕРДЖЕНО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ наказом Держстандарту України від 3 березня 2002 р.
№ 326
- 3 Додаток цього стандарту відповідає ISO 4052–83 «Кофе. Определение содержания кофеина (эталонный метод)» в частині: розділів 0; 1; 3; 4; 5; 8; 7.3.1; 7.4; 7.5
- 4 ВВЕДЕНО ВПЕРШЕ
- 5 РОЗРОБНИКИ: В. Докука; В. Зелінська; Н. Козюра

**Право власності на цей документ належить державі.
Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати цей документ повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу Державного комітету України
з питань технічного регулювання та споживчої політики заборонено.
Стосовно врегулювання прав власності звертатись до Державного комітету України
з питань технічного регулювання та споживчої політики**

Державний комітет України з питань
технічного регулювання та споживчої політики, 2002

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання	1
3 Методи відбирання проб	2
4 Вимоги безпеки	2
5 Вимоги до кваліфікації оператора	2
6 Методи випробовування	2
6.1 Фотометричний метод визначання масової частки кофеїну	2
6.2 Йодометричний метод визначання масової частки кофеїну	4
Додаток А Кава. Визначання вмісту кофеїну (еталонний метод)	7
Додаток Б Бібліографія	11

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

КАВОПРОДУКТИ

Методи визначання масової частки кофеїну

КОФЕПРОДУКТЫ

Методы определения массовой доли кофеина

COFFEE PRODUCTS

Methods for determination the weight part
of caffeine

Чинний від 2003–01–01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт поширюється на кавопродукти — розчинні і нерозчинні порошкоподібні суміші, які містять каву в будь-яких пропорціях та інші компоненти, і встановлює методи визначання масової частки кофеїну фотометричним і йодометричним методами

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

В цьому стандарті є посилання на такі документи:

- ГОСТ 61–75 Кислота уксусная. Технические условия
- ГОСТ 244–76 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия
- ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 3118–77 Кислота соляная. Технические условия
- ГОСТ 4159–79 Йод. Технические условия
- ГОСТ 4166–76 Натрий сернокислый. Технические условия
- ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4232–74 Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4233–77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328–77 Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 5823–78 Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия
- ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
- ГОСТ 10163–76 Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 10929–76 Водорода пероксид. Технические условия
- ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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 15113.4–77 Концентраты пищевые. Методы определения влаги.

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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

3 МЕТОДИ ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання і готування проб згідно з ГОСТ 15113.0.

4 ВИМОГИ БЕЗПЕКИ

Усі роботи потрібно проводити згідно з основними правилами безпечної роботи в хімічних лабораторіях, які розроблено і затверджено в установленому порядку на базі положення Держкомнагляду України з охорони праці [1].

5 ВИМОГИ ДО КВАЛІФІКАЦІЇ ОПЕРАТОРА

До роботи допускають осіб, які мають освіту не нижчу середньої, спеціально підготовлені для роботи в хімічній лабораторії, проінструктовані з техніки безпеки.

6 МЕТОДИ ВИПРОБОВУВАННЯ

6.1 Фотометричний метод визначання масової частки кофеїну

Діапазон вимірювання масової частки кофеїну в розчині від 0,03 % до 5,40 %.

6.1.1 Суть методу

Суть методу полягає в фотометричному вимірюванні оптичної щільності розчину тетраметилпурпурової кислоти, одержаної гідролітичним окиснюванням екстрагованого із кавопродуктів кофеїну, і визначені за графіком залежності оптичної щільності розчину від концентрації кофеїну. $D = f(c)$ масової концентрації кофеїну.

6.1.2 Обладдя, матеріали та реактиви

Колориметр фотометричний лабораторний (ФЕК) з границею вимірювання оптичної щільності від 0 до 2 за довжини хвилі (540 ± 10) нм, допустимою абсолютною похибкою під час вимірювання коефіцієнту пропускання $\pm 1\%$ і кварцевими кюветами робочої довжини 30 мм.

Терези лабораторні загального призначення другого класу точності з найбільшою границею зважування 200 г згідно з ГОСТ 24104.

Термометр рідинний скляний з діапазоном вимірювання від мінус 20 до плюс 100 °C ціна поділки шкали повинна бути не більшою ніж 1 °C згідно з ГОСТ 28498.

Баня водяна лабораторна.

Електроплитка побутова згідно з ГОСТ 14919 чи пальник газовий.

Годинник пісковий на 1 хв чи секундомір механічний.

Циліндри 1(2)—10(250) згідно з ГОСТ 1770.

Стакани В(Н)—1(2)—150 ТХС, В-1—250 ТС згідно з ГОСТ 25336.

Чашка випарювальна типу 1 згідно з ГОСТ 9147.

Лійки В-36—80 ХС, ВД-1(2)—25 ХС згідно з ГОСТ 25336.

Фільтри знезолені «біла» чи «червона» стрічка, діаметром від 90 до 125 мм.

Колби мірні 1(2)—25(100, 250, 1000) — 2 згідно з ГОСТ 1770.

Піпетки 1—2—0,50; 1(4)—2—1(2) згідно з ГОСТ 29169.

Кислота соляна згідно з ГОСТ 3118, х. ч., з густиною 1190 кг/м³.

Водню пероксид згідно з ГОСТ 10929, х. ч.

Хлороформ згідно з ГОСТ 20015, х. ч.

Калію гідроксид згідно з ГОСТ 24363, розчин з масовою концентрацією 150 г/дм³.

Вода здистильована згідно з ГОСТ 6709.

Кофеїн (1,3,7—триметил-2,6-діоксинурин) чистий, безводний.

Можна використовувати інші засоби вимірювання з аналогічними чи вищими технічними та метрологічними характеристиками, а також реактивів, за якістю не нижчою від зазначених.

Усі засоби вимірювання повинні мати свідоцтво про перевіряння.

6.1.3 Готування до вимірювання

6.1.3.1 Готування розчинів

а) стандартний розчин кофеїну.

Наважку кофеїну масою 0,050 г кладуть у мірну колбу місткістю 100 см³, розчиняють у здистильованій воді і доводять об'єм розчину у мірній колбі здистильованою водою до позначки;

б) розчин соляної кислоти з молярною концентрацією $c(\text{HCl}) = 3$ моль/дм³.

248 см³ розчину соляної кислоти густиною 1190 кг/м³ виливають у мірну колбу місткістю 1000 м³, доводять об'єм розчину в мірній колбі водою до позначки і перемішують;

в) розчин пероксиду водню з масовою концентрацією 300 г/дм³.

Перед використанням потрібно перевірити первинну концентрацію пероксиду водню згідно з ГОСТ 10929.

6.1.3.2 Побудова градуувального графіка

а) У випарювальні чашки вносять піпеткою 0,5; 1,0; 1,5 см³ стандартного розчину кофеїну. Розчинник (воду) відганяють на водяній бані досуха, що визначають візуально.

б) До сухого залишку кофеїну послідовно додають 1,0 см³ розчину соляної кислоти, змиваючи кофеїн на дно чашки, і 0,2 см³ розчину пероксиду водню. Вміст чашки перемішують обертальним рухом, витримують 20 хв за кімнатної температури і нагрівають на киплячій водяній бані до одержання сухого забарвленого залишку тетраметил-пурпурової кислоти. Готуючи водний розчин до сухого залишку, охолодженого до кімнатної температури, приливають від 5 до 10 см³ здистильованої води і залишають до його повного розчинення.

Одержаний розчин пурпурового кольору кількісно переносять у мірну колбу місткістю 25 см³ і доводять об'єм розчину в колбі здистильованою водою до позначки.

Вимірюють оптичну щільність цих розчинів на колориметрі за довжини хвилі (540 ± 10) нм у кюветах з робочою довжиною 30 мм відносно до води.

в) Будують графік залежності оптичної щільності розчину від концентрації кофеїну $D = f(c)$, відкладаючи на осі абсцис значення концентрації кофеїну, а на осі ординат — відповідні значення оптичної щільності.

6.1.3.3 Готування розчинів розчинних і нерозчинних кавових напоїв до вимірювання

Наважку аналітичної проби розчинного кавового напою масою від 2,0 до 25,0 г (залежно від вмісту натуральної кави в кавовому напої) кладуть у стакан місткістю 250 см³, наливають 50 см³ киплячої здистильованої води. Одержаний розчин охолоджують до 18—20 °С, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³, доводять об'єм розчину в колбі здистильованою водою до позначки і використовують розчин для вимірювання.

Наважку нерозчинного кавового напою масою від 10,0 до 20,0 г (залежно від вмісту натуральної кави в кавовому напої) кладуть у стакан місткістю 250 см³, наливають 150 см³ киплячої здистильованої води і кип'ятять 5 хв.

Одержану суспензію охолоджують до 18—20 °С, кількісно переносять у мірну колбу місткістю 250 см³, і доливають здистильованою водою до позначки. Вміст колби збовтують 2—3 хв, потім фільтрують. Одержаний фільтрат використовують для вимірювання.

6.1.3.4 Проведення вимірювання

В ділительну лійку місткістю 25 см³ послідовно вносять від 10 до 15 см³ хлороформу, 5 см³ розчину кавового напою і 0,5 см³ розчину гідроксиду калію.

Закривають лійку пришліфованою пробкою і екстрагують, обережно багаторазово перевертаючи вміст лійки протягом однієї хвилини.

Після розшарування системи нижній хлороформний шар переносять у випарювальну чашку. Хлороформ відганяють на водяній бані досуха, що визначають візуально.

Примітка. Не допускають потрапляння верхнього забарвленого водяного шару в нижній хлороформний.

Далі проводять реакцію одержування тетраметилпурпурової кислоти і вимірювання оптичної щільності її водного розчину згідно з 6.1.3.26.

6.1.3.5 Опрацювання результатів вимірювання

Масову частку кофеїну X , у відсотках, в перерахуванні на суху речовину обчислюють за формулою:

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

- де 1,03 — коефіцієнт, який враховує повноту вилучення кофеїну хлороформом на першому етапі екстракції;
- c — масова концентрація кофеїну, яку знаходимо на градувальному графіку, мкг/см³;
- $V_{\phi} = 25$ — об'єм розчину фотометрованої тетраметилпурпурової кислоти, який одержали в результаті гідролітичного окиснення кофеїну, см³;
- V — об'єм розчину кавопродукту для вимірювання, см³;
- V_e — об'єм розчину кавопродукту, який використовують для екстракції кофеїну, см³;
- m — маса наважки кавопродукту, г;
- 10^6 — коефіцієнт переведення 1 мкг в 1 г;
- W — масова частка вологи аналізованої наважки кавопродукту, %.

Обчислюють до другого десяткового знаку, округлюючи результат до першого десяткового знаку.

За кінцевий результат вимірювання приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних вимірювань, допустима абсолютна розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,15 % за довірчої імовірності $P = 0,95$.

Розбіжність між результатами визначень, виконаних в двох різних лабораторіях, не повинна перевищувати 0,3 %, коли $P = 0,95$.

6.2 Йодометричний метод визначання масової частки кофеїну

Простежна нижня границя масової частки кофеїну становить 0,1 %.

6.2.1 Суть методу

Йодометричний метод визначання масової частки кофеїну полягає в повному осадженні кофеїну в формі його періодиду розчином йоду в йодид калію з наступним руйнуванням цієї сполуки спиртом і титруванням йоду, який виділився, розчином тіосульфату натрію.

6.2.2 Обладдя, матеріали та реактиви

Терези лабораторні загального призначення другого класу точності з найбільшою границею зважування 200 г, третього класу точності з найбільшою границею зважування 1000 г згідно з ГОСТ 24104.

Електроплитка побутова згідно з ГОСТ 14919 чи пальник газовий.

Баня водяна лабораторна.

Насос водоструминний згідно з ГОСТ 25336.

Ступка 2 згідно з ГОСТ 9147.

Колби мірні 1(2)—200(1000) — 2 згідно з ГОСТ 1770.

Колби з тубусом 1(2)—250(500) згідно з ГОСТ 25336.

Колби Кн-1—250—24/29 ТС; Кн-1—500—34/35 ТС згідно з ГОСТ 25336.

Лійки В-36—80 ХС згідно з ГОСТ 25336.

Лійки ділильні ВД-1—50(100) ХС згідно з ГОСТ 25336.

Піпетки 1(2)—1—1(2); 2—1—5(10) згідно з ГОСТ 29169.

Циліндри мірні 1—10(50) згідно з ГОСТ 1770.

Бюретки 1(2)—2—10(25)—0,05 згідно з ГОСТ 29169.

Пробірки ІІІ—16—150 ХС; Пч-20—14/23 ХС згідно з ГОСТ 25336.

Стакани В-1—50 ТХС згідно з ГОСТ 25336.

Фільтри ВКП-20(32)—ПОР 40 ХС згідно з ГОСТ 25336.

Папір фільтрувальний лабораторний згідно з ГОСТ 12026.

Годинник пісковий на 1 і 2 хв чи секундомір механічний.

Вода здистильована згідно з ГОСТ 6709.

Кислота сірчана згідно з ГОСТ 4204, розчин з масовою концентрацією 160 г/дм³.

Натрію гідроксид згідно з ГОСТ 4328, розчин з масовою концентрацією 200 г/дм³.

Натрій сірчаноокислий безводний згідно з ГОСТ 4166, х. ч.

Натрію хлорид згідно з ГОСТ 4233, насичений розчин.

Хлороформ технічний згідно з ГОСТ 20015.

Калію йодид згідно з ГОСТ 4232, х. ч.

Йод згідно з ГОСТ 4159, розчин концентрації $c\left(\frac{1}{2}I_2\right) = 0,25$ моль/дм³.

Спирт етиловий ректифікований технічний згідно з ГОСТ 18300.

Натрій сірчаватистоокислий (натрію тіосульфат) згідно з ГОСТ 244, розчин концентрації $c(Na_2S_2O_3) = 0,05$ моль/дм³.

Кислота оцтова згідно з ГОСТ 61, розчин з масовою концентрацією 850 г/дм³.

Крохмаль розчинний згідно з ГОСТ 10163, розчин з масовою концентрацією 1 г/дм³.

Цинк оцтовокислий 2-водний згідно з ГОСТ 5823, х. ч.

Можна використовувати інші засоби вимірювання з аналогічними чи вищими технічними та метрологічними характеристиками, а також реактиви за якістю не нижче від зазначених в стандарті.

6.2.3 Готування до випробування

6.2.3.1 Готування розчину оцтовокислого цинку

Наважку оцтовокислого цинку масою 219,00 г переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³, розчиняють у здистильованій воді, додають 30 см³ розчину оцтової кислоти і доводять об'єм розчину в колбі водою до позначки.

6.2.3.2 Готування розчину йоду з йодистим калієм

Наважку йоду масою 63,46 г і наважку йодистого калію масою 126,92 г переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³. Вміст колби розчиняють у воді, після чого об'єм розчину доводять водою до позначки.

6.2.3.3 Готування розчину крохмалю

Наважку крохмалю масою 1,00 г переносять у мірну колбу місткістю 1000 см³. Вміст колби розчиняють у невеликому об'ємі здистильованої води, а потім доводять об'єм водою до позначки.

6.2.4 Аналізування

Наважку кавопродукту масою 5,00 г поміщають у мірну колбу місткістю 200 см³ і розчиняють у невеликому об'ємі здистильованої води. Після повного розчинення кавопродукту об'єм розчину в колбі доводять до позначки здистильованою водою. Вміст колби добре збовтують і фільтрують крізь паперовий фільтр, відкидаючи перші порції (1—2) фільтрату. Потім в ділільну лійку наливають 10 см³ фільтрату, доливають 0,5 см³ розчину гідроксиду натрію, 10 см³ хлороформу і струшують протягом однієї хвилини. Після відшарування нижню частину рідини фільтрують в пробірку крізь шар сірчаноокислого безводного натрію, який поміщають на фільтрувальний папір в лійку.

Потім 5 см³ фільтрату відбирають піпеткою в стакан, в який попередньо наливають 3 см³ здистильованої води і нагрівають на киплячій водяній бані до зникнення запаху хлороформу.

Водний розчин, який залишився в стакані, переносять кількісно за допомогою 10 см³ насиченого розчину хлориду натрію в скляний фільтр колби для фільтрування під вакуумом, куди попередньо вносять 2 см³ розчину сірчаної кислоти, потім 2 см³ розчину йоду. В цьому разі випадає осад періодида кофеїну.

Через одну хвилину рідину від осаду відділяють за допомогою водоструминного насоса, а крізь осад пропускають повітря протягом 2 хв, щоб видалити йод до моменту припинення виділення бульбашок з нижньої поверхні скляного фільтра.

Фільтр виймають з колби і здистильованою водою промивають його нижню поверхню. Потім фільтр поміщають над колбою для фільтрування під вакуумом і обробляють осад 5 см³ етиловим спиртом.

Після розчинення осаду рідину відсмоктують в колбу, фільтр промивають тричі здистильованою водою об'ємом по 5 см³, кожний раз відсмоктуючи рідину в колбу.

Фільтрат в колбі титрують з бюретки розчином тіосульфату натрію до неповного знебарвлення і закінчують титрування в колбі після додання 0,5 см³ розчину крохмалю.

Паралельно проводять контрольне визначання, взявши замість досліджуваного розчину 10 см³ здистильованої води.

6.2.5 Опрацювання результатів

Масову частку кофеїну (X) в розрахуванні на суху масу в відсотках розраховують за формулою:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot K \cdot T \cdot V_3}{5 \cdot m} \cdot \frac{100}{100 - W} \cdot 100, \quad (2)$$

де V_1 — об'єм розчину тіосульфату натрію, який витрачено на титрування досліджуваного розчину, см³;

V_2 — об'єм розчину тіосульфату натрію, який витрачено на титрування контрольного розчину, см³;

V_3 — об'єм мірної колби, в якій розчинена наважка кавопродукту, см³;

W — масова частка води аналізованого зразка кавопродукту, %;

5 — об'єм фільтрата, який взяли для аналізування, см³;

m — маса наважки кавопродукту, г;

K — коефіцієнт поправки до титру розчину тіосульфату натрію;

T — коефіцієнт перераховування (1 см³ розчину тіосульфату натрію з концентрацією 0,05 моль/дм³ відповідає 0,002427 г безводного кофеїну), г/см³;

Обчислюють з точністю до другого десяткового знака, округлюючи результат до першого десяткового знака.

За кінцевий результат визначання приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначань, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати 0,1 % за довірчої імовірності $P = 0,95$.

ДОДАТОК А
(обов'язковий)
ISO 4052–83 (Е)

**КАВА. ВИЗНАЧАННЯ ВМІСТУ КОФЕЇНУ
(ЕТАЛОННИЙ МЕТОД)**

ВСТУП

Описаний метод було вибрано після порівнювального вивчення декількох альтернативних підходів; він відрізняється широтою сфери застосування, відтворністю результатів, специфічністю, легкістю під час застосовування та швидкістю одержування результатів.

Але цей метод надто чутливий до умов його застосування, тому суттєво, щоб наведені тут інструкції виконувались детально.

А.1 ПРИЗНАЧЕННЯ І СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей міжнародний стандарт установлює еталонний метод визначання масової частки кофеїну в каві. Простежна нижня границя масової частки кофеїну, становить 0,02 % в перерахуванні на суху речовину.

А.2 ПОСИЛАННЯ

ГОСТ 15113.0–77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб
ГОСТ 15113.4–77 Концентраты пищевые. Методы определения влаги.

А.3 СУТЬ МЕТОДУ

Метод полягає в оброблянні кави розчином аміаку з метою вивільнення кофеїну, очищенні кофеїну чистим діетилефіром на двох колонках (перша — з луговим середовищем, друга — з кислим середовищем), витягуванні кофеїну чистим хлороформом та визначанні його масової частки спектрофотометричним методом.

А.4 РЕАКТИВИ

Всі реактиви повинні бути задовільної аналітичної якості. Вода, яку застосовують, повинна бути здистильована або хоча б мати відповідну чистоту.

А.4.1 Сірчана кислота. Розчин з масовою концентрацією 200 г/дм³ (молярна концентрація (H₂SO₄) = 2 моль/дм³).

А.4.2 Ідкий натр. Розчин з масовою концентрацією 80 г/дм³ (молярна концентрація (NaOH) = 2 моль/дм³).

А.4.3 Діатомова земля

Використовування цього матеріалу забезпечить відновлення не менше ніж 98 % кофеїну, який міститься в досліджуваній пробі.

Примітка. Придатний матеріал — Celite 545.

А.4.4 Аміак. Розчин з масовою концентрацією 70 г/дм³ (1 частина концентрованого розчину аміаку $P_{20} \approx 0,9$ г/см³ + 2 частини води).

А.4.5 Діетиловий ефір чистий або повторно очищений (А.7.3) хроматографічно та насичений водою.

Для повторного очищення треба пропускати 800 см³ діетилового ефіру крізь колонку, в якій міститься 100 г основного окису алюмінію 1-го класу активності. Повторно очищений таким чином діетиловий ефір до використання треба утримувати в темних бутлях.

Примітка. Замість хроматографічно повторно очищеного матеріалу можна застосовувати нещодавно здистильований і вільний від пероксидів діетиловий ефір.

А.4.6 Кофеїн [1, 3, 7—триметил — 2, 6 — діоксопурин (C₈H₁₀O₂N₄ H₂O)] чистий безводний.

А.4.7 Хлороформ чистий або повторно очищений (А.7.3) хроматографічно, як це описано в А.4.5, та насичений водою.

А.5 АПАРАТУРА

А.5.1 Хроматографічні колонки (див. рисунок А.1) завдовжки 250 мм, внутрішнім діаметром 21 мм (колонка 1) і 17 мм (колонка 2), з кранами, бажано з політетрафторетилену (ПТФЕ).

А.5.2 Спектрофотометр з точністю до 0,004 одиниці поглинання в межах використовуваного діапазону.

А.5.3 Кювети кварцеві з товщиною світлопоглинального шару 1 см.

А.5.4 Звичайне лабораторне обладдя, зокрема:

А.5.4.1 Хімічні стакани місткістю 100 см³.

А.5.4.2 Баню водяну.

А.5.4.3 Мірні колби з однією позначкою місткістю 50, 100 і 1000 см³.

А.5.4.4 Піпетки місткістю 2 і 5 см³ з однією позначкою.

А.5.4.5 Терези аналітичні з похибкою зважування $\pm 0,001$ г.

А.6 ВІДБИРАННЯ ПРОБ

Відбирання проб — згідно з ГОСТ 15113.0.

А.7 АНАЛІЗУВАННЯ

А.7.1 Готування зразка, призначеного для аналізування

А.7.1.1 Розраховують масову частку сухої речовини в досліджуваному зразку, після визначення масової частки вологи — згідно з ГОСТ 15113.4.

А.7.1.2 0,5 г натуральної розчинної кави, яку зважили з похибкою $\pm 0,001$ г кладуть в хімічний стакан місткістю 100 см³ (А.5.4.1), добавляють 5 см³ розчину аміаку (А.4.4) і поміщають в киплячу водяну баню (А.5.4.2) на 2 хв. Після охолодження кількісно переносять в мірну колбу місткістю 100 см³ (А.5.4.3) і здистильованою водою доводять об'єм до позначки, ретельно перемішують і залишають до повного охолодження. За допомогою піпетки (А.5.4.4) відбирають 2 см³ розчину, який одержали, поміщають в хімічний стакан місткістю 100 см³ (А.5.4.1), добавляють 3 г діатомової землі (4.3) і ретельно перемішують.

А.7.2 Визначання масової частки кофеїну

А.7.2.1 Заповнювання колонок

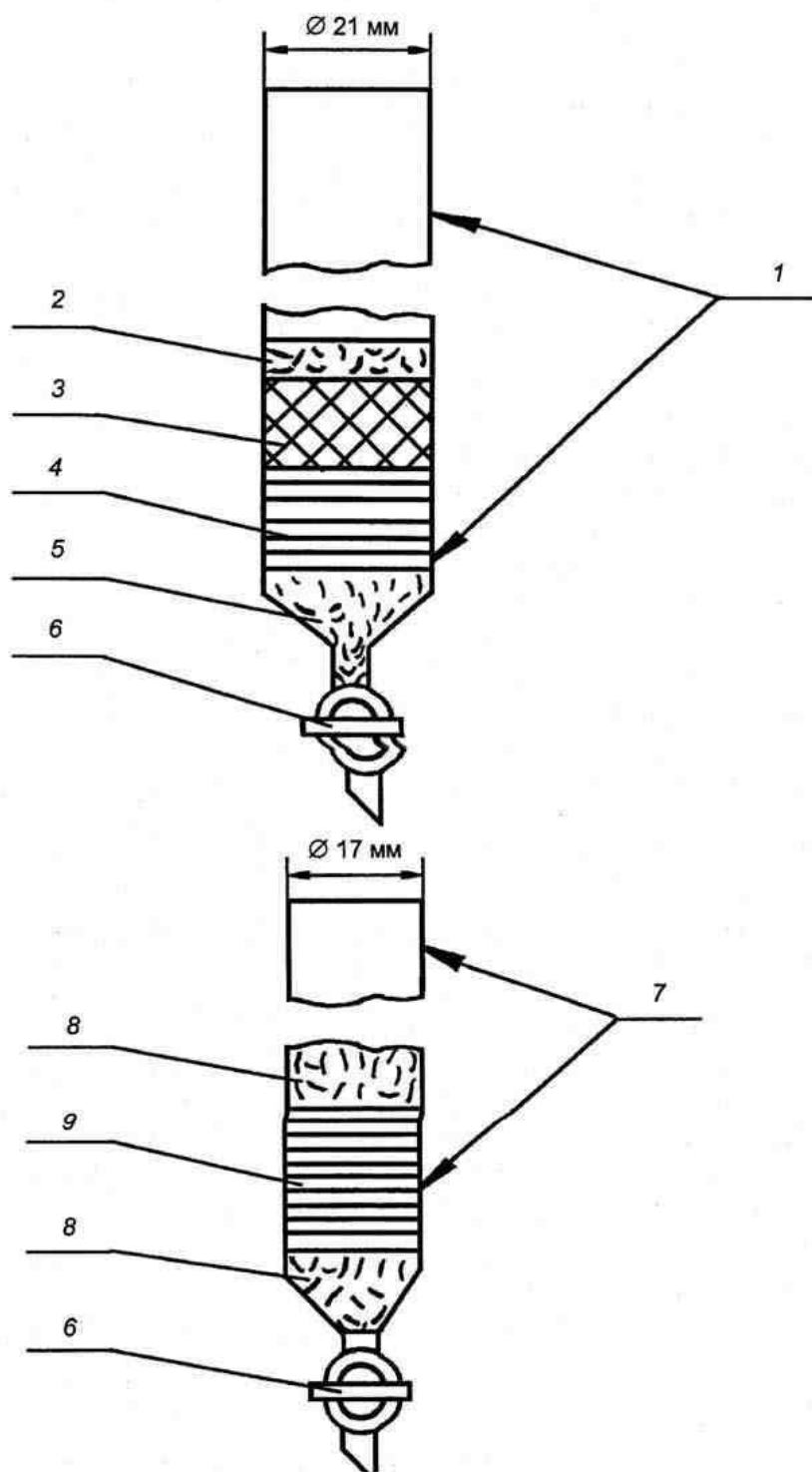
А.7.2.1.1 Колонка 1 (лугова) (рисунок А.1)

Ретельно перемішують 3 г діатомової землі (А.4.3) з 2 см³ розчину їдкого натру (А.4.2) до одержання однорідної суміші. (Матеріал для заповнювання колонки можна підготувати раніше і зберігати в закритих посудинах. Для кожної лугової колонки потрібно 5,16 г суміші). Одержаний вологий порошок переносять частинами, приблизно по 2 г, в хроматографічну колонку діаметром 21 мм (А.5.1), нижня частина якої заповнена набивкою з бавовняної вати або скловати. Без особливого зусилля ущільнюють суміш після кожного додання матеріалу, застосовуючи для цього скляну паличку, до утворення однорідного і щільного шару.

Переносять в лужну колонку шар суміші, яку підготували згідно з (А.7.1.2). Щоб унеможливити втрати кофеїну хімічний стакан двічі очищають порціями діатомової землі по 1 г і також поміщають у лугову колонку. Зверху кладуть шар бавовняної вати або скловати.

А.7.2.1.2 Колонка 2 (кислотна) (рисунок А.1)

Ретельно перемішують 3 г діатомової землі (А.4.3) з 3 см³ розчину сірчаної кислоти (А.4.1) до одержання однорідної суміші. (Матеріал для заповнювання колонки можна підготувати раніше і зберігати в закритих посудинах. Для кожної кислотної колонки потрібно 6,36 г суміші). Одержаний вологий порошок переносять частинами, приблизно по 3 г, в хроматографічну колонку діаметром 17 мм (А.5.1), нижня частина, якої заповнена набивкою із скловати. Без особливого зусилля ущільнюють суміш після кожного додання матеріалу, застосовуючи для цього скляну паличку, до утворення однорідного і щільного шару. Зверху кладуть шар скловати.



- 1 — колонка (лугова), довжина 250 мм; 2 — бавовняна вата або скловата;
 3 — суміш діатомової землі і досліджуваного зразка; 4 — 3 г діатомової землі і 2 см³ NaOH (5,16 г);
 5 — бавовняна вата або скловата; 6 — кран, бажано із політетрафторетилену;
 7 — колонка 2 (кислотна), довжина 250 мм; 8 — скловата; 9 — 3 г діатомової землі і 3 см³ H₂SO₄ (6,36 г).

Рисунок А.1 — Колонки для визначання масової частки кофеїну

A.7.2.1.3 Очищення і вилучання кофеїну.

Установити колонки одну над другою потрібно так, щоб рідина з лугової колонки прямо стікала в кислотну колонку. Пропускають поступово 150 см³ діетилового ефіру (A.4.5) крізь обидві колонки.

Кран колонки 2 регулюють так, щоб на поверхні вмісту колонки залишився тонкий шар рідини. Після цього колонку 1 забирають, а крізь колонку 2 пропускають ще 50 см³ діетилового ефіру. Рідину, що витікає з колонки 2, зливають у відходи. (Діетиловий ефір, який використовують, можна відновити збовтуванням його з сірчанокислим залізом).

Надмірну кількість діетилового ефіру виводять за допомогою вакуумного насоса або гумової груші до тих пір, поки не припиниться стікання крапель діетилового спирту із колонки, і повітря, яке виходить з крану, не буде нести слабкий запах діетилового ефіру.

Щоб вилучити кофеїн, крізь колонку 2 пропускають 45—50 см³ хлороформу (A.4.7), який збирають в мірну колбу місткістю 50 см³ з одною позначкою (A.5.4.3), і доводять об'єм до позначки хлороформом. Одержану суміш ретельно перемішують.

Крани колонок регулюють так, щоб швидкість рідини (хлороформу і діетилового ефіру) не перевищувала 3 см³/хв. І забезпечувала рівномірне проходження рідини крізь весь вміст колонок.

Щоб уникнути вдихання парів розчину діетилового ефіру та хлороформу і можливості вибуху, їх додають в добре вентиляваній витяговій шафі.

A.7.2.2 Спектрометричне вимірювання

A.7.2.2.1 Спектрометричне аналізоване вимірювання розчину.

На спектрофотометрі (A.5.2) вимірюють спектральну поглинальну здатність (СПЗ), розчину, який одержали в кварцевій кюветі (A.5.3) відносно чистого насиченого водою хлороформу за довжини хвилі максимального поглинання 276 нм і за довжини хвиль на 30 нм вищої і нижчої цього значення — для підтвердження чистоти одержаного кофеїну.

Якщо максимальна СПЗ перевищує межу вимірювання використовуваного приладу, треба повторити вимірювання на розведеному розчині кофеїну хлороформі.

Здійснені розведення треба враховувати під час розрахування вмісту кофеїну (розділ 8).

Якщо максимальне вимірювання СПЗ менше ніж 0,2, то треба повторити аналізування, використовуючи більшу наважку досліджуваного зразка натуральної розчинної кави.

A.7.2.2.2 Готування і спектрометричне вимірювання контрольного розчину 0,1 г чистого кофеїну (A.4.6), який зважили з похибкою ± 0,001 г кладуть у мірну колбу з одною позначкою місткістю 1000 см³ (A.5.4.3), розчиняють у хлороформі і доводять до позначки. За допомогою піпетки (A.5.4.4) відбирають 5,0 см³ одержаного розчину, який поміщають у мірну колбу з однією позначкою місткістю 50 см³ (A.5.4.3) і доводять хлороформом до позначки.

Вимірюють СПЗ розчину, який одержали згідно з (A.7.2.2.1).

Скоректована СПЗ розчину, що її контролюють (розділ 8), повинна бути близько 0,4.

A.7.3 Контрольне аналізування

Контрольне аналізування проводять на реактивах, використовуючи описану вище процедуру, але без аналізованого зразка.

Перед використанням повторно очищених реактивів (A.4.5) і (A.4.7) повторюють контрольне аналізування для оцінення їх чистоти.

A.8 ПРАВИЛА ОБРОБЛЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ АНАЛІЗУВАННЯ

Масову частку кофеїну X, у відсотках, в перерахуванні на суху речовину розраховують за формулою:

$$X = \frac{25 \cdot 10^6 \cdot c \cdot A_1}{A_2 \cdot m \cdot P}, \tag{A.1}$$

де c — масова частка кофеїну в розчині, що його контролюють (розраховують згідно з A.7.2.2.2), г/дм³;
A₁ — скоректована СПЗ очищеного екстракту:

$$A_1 = (A_1) \cdot \lambda - \frac{(A_1) \cdot \lambda - 30\text{нм} + (A_1) \cdot \lambda + 30\text{нм}}{2}, \tag{A.2}$$

де λ — індекс позначає довжину хвилі найбільшої СПЗ (біля 276 нм);
 A_2 — скоректована СПЗ контрольного розчину кофеїну:

$$A_2 = (A_2) \cdot \lambda - \frac{(A_2) \cdot \lambda - 30\text{нм} + (A_2) \cdot \lambda + 30\text{нм}}{2}, \quad (\text{A.3})$$

де m — маса досліджуваного зразка натуральної розчинної кави, г
 P — масова частка сухої речовини, % (A.7.1.1).

A.8.1 Допустима похибка аналізування

За кінцевий результат визначання приймають середнє арифметичне значення результатів двох паралельних вимірювань, допустима розбіжність між якими не повинна перевищувати: 0,17 % для натуральної розчинної кави з масовою часткою кофеїну близько 4,0 %; 0,12 % — з масовою часткою кофеїну біля 2,0 %, коли $P = 0,95$.

Відтворність результатів двох вимірювань (проведених в двох лабораторіях) 0,39 % для натуральної розчинної кави з масовою часткою кофеїну біля 4,0 %; 0,2% — з масовою часткою кофеїну близько 2,0 %.

ДОДАТОК Б (інформаційний)

БІБЛІОГРАФІЯ

Положення про розробку інструкції з охорони праці ДНАОП 0.00-4.15–98 від 07.04.98 № 226/2666.

67.140.20

Ключові слова: кавапродукти, фотометричний метод, йодометричний метод, масова частка кофеїну, градувальний графік, вимірювання, опрацювання результатів аналізування.

Редактор **О. Чихман**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **С. Мельниченко**
Комп'ютерна верстка **Л. Мялківська**

Підписано до друку 04.12.2002. Формат 60 x 84 1/8.
Ум. друк. арк. 1,86. Зам. **3236** Ціна договірна.

Редакційно-видавничий відділ УкрНДІССІ
03150, Київ-150, вул. Горького, 174

67. ТЕХНОЛОГІЯ ВИРОБНИЦТВА ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

67.140.20

ДСТУ 4102–2002 Кавапродукти. Методи визначання масової частки кофеїну

Місце поправки	Надруковано	Повинно бути
Додаток А, пункт А.7.2.1.3, четвертий абзац після слів «...поки не припиниться стікання крапель...»	«діетилового спирту»	«діетилового ефіру»
Додаток А, пункт А.7.2.2.1, третій абзац	«кофеїну хлороформі»	«кофеїну в хлороформі»
Додаток А, розділ А.8, формула А.1	«10 ⁶ »	«10 ⁹ »

(ІПС № 7–2004)