

# КОФЕПРОДУКТЫ

## МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ КОФЕИНА

Издание официальное

**Предисловие**

**1 РАЗРАБОТАН** Научно-исследовательским институтом пищевконцентратной 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. № 270

**3 В настоящем стандарте реализованы нормы Законов Российской Федерации «О стандартизации», «О единстве средств измерений»**

**4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

**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. 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 перекись. Технические условия  
 ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные шкафы 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 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  $(540 \pm 10)$  нм, допускаемой абсолютной погрешностью при измерении коэффициента пропускания  $\pm 1$  % 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.

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/м<sup>3</sup>.

Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х. ч.

Хлороформ по ГОСТ 20015, х. ч.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, раствор массовой концентрации 150 г/дм<sup>3</sup>.

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 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 растворов

##### 3.2.2.1 Стандартный раствор кофеина

(0,050 ± 0,001) г кофеина помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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/дм<sup>3</sup>

248 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты плотностью 1190 кг/м<sup>3</sup> помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объем мерной колбы водой до метки и перемешивают.

##### 3.2.2.3 Раствор пероксида водорода массовой концентрации 150 г/дм<sup>3</sup>

Необходимый для анализа раствор пероксида готовят разведением пероксида водорода массовой концентрации 300 г/дм<sup>3</sup> (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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, смывая кофеин на дно чашки, и 0,2 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и оставляют до его полного растворения. Полученный раствор пурпурного цвета количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды. Полученный раствор охлаждают до 18—20 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды и кипятят 5 мин. Полученную суспензию охлаждают до 18—20 °С, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> последовательно вносят от 10 до 15 см<sup>3</sup> хлороформа, 5 см<sup>3</sup> раствора кофейного напитка и 0,5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси 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

$$X = \frac{1,03 c V_{\phi} V}{m V_3 \cdot 10^6} \times \frac{100}{100 - W} \cdot 100, \quad (1)$$

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

$c$  — массовая концентрация кофеина, найденная по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_{\phi} = 25$  — объем фотометрируемого раствора тетраметилпурпуровой кислоты, получаемый в результате гидролитического окисления кофеина, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем раствора кофепродукта для измерения, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора кофепродукта, используемый для экстракции кофеина, см<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $R = 0,95$ .

Воспроизводимость результатов измерений массовой доли кофеина составляет 9,0 % относительной при  $R = 0,95$ .

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

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

Оперативный контроль сходимости проводят путем сравнения расхождения результатов параллельных измерений ( $X_1$  и  $X_2$ ), полученных при анализе пробы, с нормативом оперативного контроля сходимости —  $d_n$ . Значения  $d_n$  приведены в таблице А.1.

Сходимость результатов параллельных измерений признают удовлетворительной, если

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

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

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

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;

$D_n$  — 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:

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

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  $P = 0,95$ :

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

Таблица 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 кофеина в продукте	От 0,03 до 5,40	$0,06\bar{X}^*$	$0,09\bar{X}^*$	$0,84 \times 0,065 \times \sqrt{\bar{X}_d^2 + \bar{X}^2}$
* $\bar{X}$ - среднеарифметическое значение двух параллельных измерений исследуемой пробы.				

Ключевые слова: кофепродукты, кофейные напитки растворимые, кофейные напитки нерастворимые, фотометрический метод, погрешности, сходимость, воспроизводимость

---

Редактор *Т П Шашина*  
Технический редактор *Л А Кузнецова*  
Корректор *А С Черноусова*  
Компьютерная верстка *А С Юфина*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 15 07 98 Подписано в печать 15 08 98 Усл печ л 0,93 Уч -изд л 0,60 Тираж 544 экз  
С 961 Зак 620

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип “Московский печатник”, Москва, Лялин пер , 6  
Плр № 080102