

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

---

# **КОФЕПРОДУКТЫ**

## **МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ КОФЕИНА**

Издание официальное

БЗ 5—2000

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 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

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

**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  $(540 \pm 10)$  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.

\* 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/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.