

**ГОСТ 30417—96**

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**

---

# **МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ**

## **Методы определения массовых долей витаминов А и Е**

**Издание официальное**

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
М и н с к**

**Предисловие**

**1 РАЗРАБОТАН МТК 238 и Всероссийским научно-исследовательским институтом жиров (ВНИИЖ)**

**ВНЕСЕН Госстандартом России**

**2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 4 октября 1996 г.)**

**За принятие проголосовали:**

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Республика Таджикистан	Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины
Российская Федерация	Госстандарт России

**3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 12 мая 1997 г. № 158 межгосударственный стандарт ГОСТ 30417—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г. с правом досрочного введения**

**4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

**5 ПЕРЕИЗДАНИЕ**

**Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандarta России**

**МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ****Методы определения массовых долей витаминов А и Е**

Vegetable oils. Methods for determination of vitamins A and E mass fractions

---

Дата введения 1998—01—01

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает методы определения массовых долей витаминов А и Е.

**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 4147—74 Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5471—83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 5815—77 Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректифицированный технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. 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 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

**3 Отбор проб**

Отбор проб растительных масел — по ГОСТ 5471.

**4 Определение массовой доли витамина А****4.1 Аппаратура, материалы, реактивы**

Весы лабораторные — по ГОСТ 24104 2-го класса точности и наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Спектрофотометр СФ-26 или подобный с такой же разрешающей способностью или спектропролориметр, или фотоколориметр ФЭК-56 или подобный, имеющий светофильтр с эффективной длиной волны 620 нм.

Баня водяная.

Электроплитка — по ГОСТ 14919 закрытого типа.

Колба К-1-250-29/32 по ГОСТ 25336.

Колба мерная 2-100-2-10/19 по ГОСТ 1770.

Пробирки П-4-10-14/23 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-250 или 3-250 по ГОСТ 1770.

Воронка В-25-38 ХС или В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-2-250-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронка ДВ-1-500 по ГОСТ 25336.

Пипетка 2-1-1-1 по ГОСТ 29227.

Ретинола пальмитат [1].

Ретинола ацетат [2].

Испаритель ротационный ИР-1М или установка, состоящая из колбы К-1-100-29/32 ТС по ГОСТ 25336, холодильника ХЛТ-1-400/600/-14/23 по ГОСТ 25336, алонжа АКП-14/23 ТС по ГОСТ 25336, перехода П-10-29/32-14/23 ТС по ГОСТ 25336, колбы К-1-250-14/23 ТС по ГОСТ 25336, насоса водоструйного по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч., ч.д.а.

Кальций хлористый плавленый [3].

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч., ч.д.а.

Кислота аскорбиновая [4].

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, ч., ч.д.а.

Сурьма треххлористая, ч., ч.д.а., по нормативному документу.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Эфир этиловый очищенный [5] или эфир медицинский [6].

Фенолфталеин [7], спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Допускается применение другой аппаратуры или реагентов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих приведенным выше.

#### **4.2 Условия выполнения измерений**

Выполнение измерений оптической плотности продукта колориметрической реакции следует проводить быстро в течение 5—6 с.

#### **4.3 Подготовка к проведению измерения**

##### *4.3.1 Подготовка растворов и реагентов*

###### *4.3.1.1 Приготовление безводного сернокислого натрия*

Сернокислый натрий нагревают в фарфоровой чашке при температуре  $(100\pm 5)$  °C до тех пор, пока не образуется рыхлый порошок.

###### *4.3.1.2 Очистка диэтилового эфира*

В склянку с корковой пробкой взвешивают  $(5,0\pm 1,0)$  г марганцовокислого калия и  $(10,0\pm 1,0)$  г гидроокиси калия, заливают  $1 \text{ дм}^3$  диэтилового эфира и оставляют на сутки в темноте. Затем эфир перегоняют при температуре 33—35 °C.

###### *4.3.1.3 Приготовление сухого хлороформа*

Хлороформ сушат над хлористым кальцием в течение суток, затем перегоняют при температуре 60—61 °C и хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

###### *4.3.1.4 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия концентрации $c$ (КОН) = 2 моль/дм<sup>3</sup>*

$(120\pm 5)$  г гидроокиси калия растворяют в  $1 \text{ дм}^3$  спирта. Спиртовую щелочь хранят в холодильнике не более 1 мес.

###### *4.3.1.5 Приготовление раствора треххлористой сурьмы (реагент Карр-Прайса)*

В конической колбе взвешивают  $(20,0\pm 0,5)$  г треххлористой сурьмы. Результат взвешивания записывают до второго десятичного знака. Добавляют  $100 \text{ см}^3$  хлороформа и растворяют, нагревая

на водяной бане (температура воды не выше 50 °С), периодически встряхивая. Раствор охлаждают, добавляют 2—3 см<sup>3</sup> уксусного ангидрида, колбу плотно закрывают и оставляют на ночь для отстаивания. Затем верхнюю прозрачную часть раствора осторожно сливают через бумажный фильтр в темную склянку с притертой пробкой. Раствор годен для работы через сутки.

#### 4.3.2 Построение градуировочного графика

Перед построением градуировочного графика уточняют концентрацию ретинола ацетата или ретинола пальмитата спектрофотометрическим методом в соответствии с [2] или [1].

В мерной колбе взвешивают (0,10±0,01) г масляного концентрата витамина А (ретинола пальмитата или ретинола ацетата). Результат взвешивания записывают до четвертого десятичного знака. Растворяют концентрат в хлороформе, доводят хлороформом до метки и хорошо перемешивают.

Массовую долю витамина А в растворе  $X_1$ , м.е. в 1 см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{c_1 \cdot m_1}{100}, \quad (1)$$

где  $c_1$  — концентрация витамина А-ацетата (или А-пальмитата), м.е. в 1 г масляного концентрата;

$m_1$  — масса масляного концентрата, г;

100 — объем хлороформного раствора концентрата витамина А, см<sup>3</sup>.

Если концентрация витамина А-ацетата (или А-пальмитата) в масляном концентрате выражена в процентах, то концентрацию витамина А  $X_2$  и  $X_3$ , м.е. в 1 см<sup>3</sup> хлороформного раствора, вычисляют по формулам:

(для витамина А-ацетата)

$$X_2 = \frac{c_2 \cdot m_2 \cdot 2907000}{100}; \quad (2)$$

(для витамина А-пальмитата)

$$X_3 = \frac{c_2 \cdot m_2 \cdot 1807000}{100}, \quad (3)$$

где  $c_2$  — концентрация витамина А-ацетата (или А-пальмитата) в масляном концентрате, г;

$m_2$  — масса масляного концентрата, г;

2907000 — активность 1 г витамина А-ацетата с массовой долей 100 %, м.е.;

1807000 — активность 1 г витамина А-пальмитата с массовой долей 100 %, м.е.

Из хлороформного раствора витамина А готовят в пробирках растворы концентрацией витамина А от (5±2) до (40±2) м.е. в 1 см<sup>3</sup> с интервалом 5 м.е. Из каждой пробирки отбирают пипеткой по 0,4 см<sup>3</sup> раствора в кювету толщиной 1 см, помещают кювету в кюветодержатель фотоэлектроколориметра или спектрофотометра, добавляют 4 см<sup>3</sup> раствора треххлористой сурьмы, приготовленного по 4.3.1.5, и быстро измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 620 нм. В качестве контроля служит раствор, состоящий из 0,4 см<sup>3</sup> хлороформа и 4 см<sup>3</sup> раствора треххлористой сурьмы. Для построения градуировочного графика по оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности, а по оси абсцисс соответствующую им концентрацию витамина А, м.е. в 1 см<sup>3</sup>.

#### П р и м е ч а н и я

1 Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и проверяется при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

2 В случае длительного хранения масляного концентрата витамина А необходимо один раз в полгода проверять его концентрацию по соответствующему градуировочному графику.

#### 4.4 Проведение измерения

(3±1) г растительного масла взвешивают в колбе. Результат записывают до четвертого десятичного знака. Добавляют (0,1±0,01) г аскорбиновой кислоты и 50 см<sup>3</sup> спиртового раствора гидроокиси калия концентрации  $c$  (КОН) = 2 моль/дм<sup>3</sup>.

Колбу соединяют с обратным воздушным холодильником и смесь кипятят на водяной бане в течение 30 мин. После этого содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в делительную воронку, дважды ополаскивая колбу порциями дистиллированной воды по 50 см<sup>3</sup>. Неомываемые вещества экстрагируют тремя порциями этилового эфира по 50 см<sup>3</sup>.

Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и промывают дистиллированной водой порциями 50—100 см<sup>3</sup> до нейтральной реакции по фенолфталеину.

Промытую эфирную вытяжку сливают в сухую колбу, добавляют (10±1) г сернокислого натрия

и оставляют на 30 мин в темном месте, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. Сернокислый натрий в колбе и фильтр промывают этиловым эфиром. Эфир собирают в колбе и отгоняют при температуре не выше 30 °С. Остаток в колбе, представляющий неомыляемые вещества, после отгонки растворителя должен быть сухим. Если остаток влажный, его растворяют в 20 см<sup>3</sup> этилового эфира, добавляют (2,0±0,5) г сернокислого натрия, оставляют на 30 мин в темном месте. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр, тщательно промывая фильтр и сернокислый натрий этиловым эфиром. Эфир отгоняют в вакууме при температуре не выше 30 °С. Остаток неомыляемых веществ растворяют в 10 см<sup>3</sup> хлороформа.

Колориметрическую реакцию и измерение проводят, как указано в 4.3.2.

#### 4.5 Обработка результатов

Массовую долю витамина А  $X_4$ , м.е. в 1 г продукции, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{c_3 \cdot 10}{m_3}, \quad (4)$$

где  $c_3$  — концентрация витамина А в хлороформном растворе, определенная по градуировочному графику, м.е. в см<sup>3</sup>;

10 — объем раствора неомыляемых веществ в хлороформе, см<sup>3</sup>;

$m_3$  — масса пробы, г.

Вычисления проводят до первого десятичного знака с последующим округлением результата до целого числа.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 1.

Таблица 1

Значение измеряемой величины, м.е.	Предел возможных значений относительной погрешности измерений, %	Относительное расхождение между результатами двух параллельных определений (от их среднего значения), %
От 10 до 20 включ.	12	17
» 20 » 40 включ.	9	13
» 40 » 70 включ.	7	9

Если расхождение между двумя параллельными измерениями превышает указанное в таблице, измерение следует повторить.

## 5 Определение массовой доли витамина Е методом тонкослойной хроматографии

### 5.1 Аппаратура, реагенты, материалы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий производить измерения при длине волны  $\lambda = 520$  нм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие весы с таким же классом точности.

Шкаф сушильный лабораторный СЭШ-3М.

Баня водяная.

Колба Кн-1-250-29/32 ТС ГОСТ 25336.

Колба К-1-250-29/32 ТС ГОСТ 25336.

Воронка В-25-38 ХС или В-56-80 ХС ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1-250 ХС ГОСТ 25336.

Пробирка П4-25-14/25 ХС ГОСТ 25336.

Холодильник воздушный.

Пипетки 2-1-1-0,5; 1-1-1-1 и 2-1-1-5 ГОСТ 29227.

Цилиндр 1-25 ГОСТ 1770.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, х.ч. или ч.д.а.

Спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166.  
Кальций хлористый обезвоженный чистый [3].  
Эфир этиловый очищенный [5] или эфир медицинский [6].  
Кислота аскорбиновая [4].  
Хлороформ по ГОСТ 20015, х.ч.  
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.  
Пластиинки «Силуфол».  
Фенолфталеин [7], спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.  
Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.  
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.  
Железо хлористое по ГОСТ 4147, спиртовой раствор с массовой долей 0,25 %.  
 $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридил или О-фенантролин, спиртовой раствор с массовой долей 0,1 %.  
 $\alpha$ -токоферола ацетат [8] и [9].

Допускается применение другой аппаратуры или реагентов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих приведенным выше.

## 5.2 Подготовка к проведению измерения

### 5.2.1 Подготовка реагентов

Натрий сернокислый сушат в течение 3—4 ч при температуре  $(110 \pm 3)^\circ\text{C}$ .  
Этиловый эфир обрабатывают марганцовокислым калием (5 г на 1 дм<sup>3</sup>) и гидроокисью калия (10 г на 1 дм<sup>3</sup>) в течение суток, а затем перегоняют.

Хлороформ сушат в течение суток над хлористым кальцием и перегоняют.

Для работы используют только свежеперегнанные растворители.

Реактив Эммери-Энгеля готовят, смешивая равные объемы растворов хлорного железа и  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридила (О-фенантролина).

Все этапы измерения следует проводить по возможности быстро, предохраняя пробы от попадания на них прямого солнечного света.

### 5.2.2 Подготовка камеры для хроматографирования

Не менее чем за 30 мин до начала хроматографирования в камеру наливают смесь этилового эфира и гексана (1:1) на высоту 0,5 см.

## 5.3. Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят на основании результатов измерения проб с известным содержанием  $\alpha$ -токоферола.

$\alpha$ -токоферол выделяют из препарата  $\alpha$ -токоферола ацетата.

Для этого отвешивают в колбу  $(0,05 \pm 0,01)$  г  $\alpha$ -токоферола ацетата с точностью записи результата до четвертого десятичного знака, проводят омыление и выделяют неомываемые вещества, как указано в 5.4.1.

Эфир из объединенного фильтрата отгоняют на кипящей водяной бане до объема 1—2 см<sup>3</sup>. Остаток эфира отгоняют под вакуумом при температуре не выше  $30^\circ\text{C}$ . Остаток немедленно растворяют в этиловом спирте.

Количество  $\alpha$ -токоферола в выделенном остатке  $M$ , г, рассчитывают по формуле

$$M = 0,892m, \quad (5)$$

где  $m$  — масса  $\alpha$ -токоферола ацетата, взятая для анализа, г;

0,892 — содержание  $\alpha$ -токоферола в 1 г  $\alpha$ -токоферола ацетата.

Необходимый объем этилового спирта должен быть таким, чтобы концентрация  $\alpha$ -токоферола в растворе спирта была 1 мг/см<sup>3</sup>. (Например, если масса  $\alpha$ -токоферола 0,053, то объем этилового спирта 53 см<sup>3</sup> и т.д.).

Из полученного раствора готовят серию стандартных растворов в соответствии с таблицей 2.

Из каждого раствора в пробирку отбирают пипеткой 1 см<sup>3</sup>, добавляют 3 см<sup>3</sup> этилового спирта, 1 см<sup>3</sup> раствора  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридила (или О-фенантролина), взбалтывают, добавляют по каплям 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, снова взбалтывают. Полученный раствор помещают на 3 мин в темное место, после чего наливают в кювету и измеряют его оптическую плотность на спектрофотометре при  $\lambda=500$  нм (или фотоэлектроколориметре с зеленым фильтром). В качестве контрольного раствора используют смесь из 4 см<sup>3</sup> этилового спирта, 1 см<sup>3</sup> раствора  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридила и 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа, приготовленную в тех же условиях.

Таблица 2

Номер раствора	Объем основного раствора, см <sup>3</sup>	Объем добавляемого этилового спирта, см <sup>3</sup>	Концентрация полученного раствора α-токоферола ( $c_1$ ), мг/см <sup>3</sup>
1	1,0	19,0	0,05
2	0,8	19,2	0,04
3	0,6	19,4	0,03
4	0,4	19,6	0,02
5	0,2	19,8	0,01
6	0,1	19,9	0,005

Градуировочный график строят в координатах: оптическая плотность ( $\Delta$ ) — концентрация α-токоферола в анализируемом растворе  $c_2$ , мг/см<sup>3</sup>, вычисляемая по формуле

$$c_2 = \frac{c_1 \cdot V_1}{6}, \quad (6)$$

где  $c_1$  — концентрация α-токоферола в соответствующем стандартном растворе, мг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем стандартного раствора, взятый для реакции, 1 см<sup>3</sup>;

6 — объем анализируемого раствора, см<sup>3</sup>.

Градуировочный график строится для каждого спектрофотометра (фотоэлектролориметра) и проверяется при смене партий реагентов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

#### 5.4 Проведение измерения

##### 5.4.1 Выделение неомыляемых веществ

В конической колбе взвешивают  $(3 \pm 0,2)$  г растительного масла. Результат записывают до четвертого десятичного знака. Добавляют  $(0,2 \pm 0,05)$  г аскорбиновой кислоты и  $30 \text{ см}^3$  свежеприготовленного спиртового раствора КОН концентрацией  $c$  (КОН) = 2 моль/дм<sup>3</sup>. Смесь нагревают с обратным холодильником на кипящей водяной бане в течение 15 мин, начиная с момента закипания раствора в колбе.

Содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в делительную воронку тремя порциями дистиллированной воды общим объемом  $100 \text{ см}^3$ . Неомыленные вещества экстрагируют этиловым эфиром, тремя порциями по  $60 \text{ см}^3$ . Объединенный эфирный экстракт промывают в делительной воронке дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод по фенол-фталеину.

Промытую эфирную вытяжку помещают в сухую колбу, воронку ополаскивают  $20 \text{ см}^3$  эфира и сливают в ту же колбу. Засыпают 5—10 г безводного сернокислого натрия и оставляют в темном месте на 30 мин, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр. Колбу и фильтр промывают этиловым эфиром, тремя порциями по  $10 \text{ см}^3$ .

Эфир из объединенного фильтрата отгоняют на кипящей водяной бане до объема 1—2 см<sup>3</sup>. Остаток эфира отгоняют под вакуумом при температуре не выше 30 °С до объема 0,5—0,6 см<sup>3</sup>.

##### 5.4.2 Выделение витамина Е с помощью тонкослойных хроматографических пластинок

На пластиинки «Силуфол» пипеткой наносят количественно (дважды обмывая колбу порциями эфира по  $0,5 \text{ см}^3$ ) весь раствор неомыляемых веществ в виде полосы длиной около 10 см, отстоящей на 2 см от нижнего и боковых краев пластиинки. После каждого нанесения полосы следует дать эфиру улетучиться.

На одном уровне с пробой на расстоянии 1 см от боковых краев пластиинки наносят по капле раствор 1 (см. таблицу 2) концентрацией α-токоферола 0,05 мг/см<sup>3</sup> в качестве «свидетеля».

Пластиинку «Силуфол» помещают в хроматографическую камеру. В качестве подвижной фазы используют смесь этилового эфира и гексана 1:1. Развитие хроматограммы должно проходить в темноте и заканчиваться при подъеме растворителя до верхнего края пластиинки. Пластиинку вынимают из камеры, подсушивают на воздухе, затем края пластиинки, содержащие «свидетель», опрыскивают реагентом Эммери-Энгеля, предварительно часть пластиинки с пробой прикрывая стеклянной пластиинкой. Затем пластиинку «Силуфол» помещают в темноту на 3 мин, после чего пятна, содержащие α-токоферол, окрашиваются в розовый цвет. Прочерчивают две линии, выше и ниже окрашенных пятен на 2 мм.

Слой силикагеля, заключенный между линиями, соскабливают в бумажный фильтр диаметром

## ГОСТ 30417—96

3 см, помещенный в стеклянную воронку, и элюируют токоферолы в градуированную пробирку, промывая силикагель этиловым спиртом 10 раз порциями по 1 см<sup>3</sup>. Объем элюата доводят этиловым спиртом до 10 см<sup>3</sup>.

Для определения приблизительной концентрации токоферола отбирают 1 см<sup>3</sup> элюата, добавляют 3 см<sup>3</sup> этилового спирта, по 1 см<sup>3</sup> растворов  $\alpha$ ,  $\alpha'$ -дипиридила (О-фенантролина) и хлорного железа и измеряют оптическую плотность, как указано в 5.3.

Если измеренная оптическая плотность меньше 0,1, то для основного измерения следует увеличить объем элюата и уменьшить объем этилового спирта так, чтобы сумма этих объемов составляла по-прежнему 4 см<sup>3</sup> (например, элюата — 1,3 см<sup>3</sup>, этилового спирта — 2,7 см<sup>3</sup>). Если оптическая плотность превышает 0,3, то следует уменьшить объем элюата и соответственно увеличить объем этилового спирта исходя из такого же расчета (например, элюата — 0,8 см<sup>3</sup>, этилового спирта — 3,2 см<sup>3</sup>).

В полученном таким образом растворе проводят колориметрическую реакцию и измеряют оптическую плотность, как указано в 5.3.

Концентрацию  $\alpha$ -токоферола определяют по градуировочному графику.

### 5.5 О б р а т о к а р е з у л т а т о в

Массовую долю витамина Е  $X_5$ , мг на 100 г продукта (мг %), вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{c \cdot 6 \cdot 10 \cdot 100}{V_2 \cdot m}, \quad (7)$$

где  $c$  — концентрация  $\alpha$ -токоферола в анализируемом растворе, мг/см<sup>3</sup>;  
 $6$  — общий объем раствора, взятого для колориметрической реакции, см<sup>3</sup>;  
 $V_2$  — объем элюата, взятого для колориметрической реакции, см<sup>3</sup>;  
 $10$  — общий объем элюата, см<sup>3</sup>;  
 $m$  — масса пробы, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Измеряемая величина, мг %	Предел возможных значений абсолютной погрешности измерений, мг %	Абсолютное допустимое расхождение между результатами двух параллельных определений (от их среднего значения), мг %
От 10,0 до 30,0 включ.	2,4	4,8
» 30,0 » 100,0 »	6,8	13,5
» 100,0 » 200,0 »	10,0	19,5

*ПРИЛОЖЕНИЕ А  
(справочное)*

**Библиография**

- [1] ФС 42—2229—84 Ретинола пальмитат
- [2] Госфармакопея, X изд., ст. 578 Ретинола ацетат
- [3] ТУ 6—09—4711—81 Кальций хлористый обезвоженный чистый
- [4] ФС 42—2668—89 Кислота аскорбиновая
- [5] ОСТ 84—2006—82 Эфир этиловый очищенный
- [6] Госфармакопея, X изд., ст. 34 Эфир медицинский
- [7] ТУ 6—09—5360—87 Фенолфталеин
- [8] ФС 42—2495—87  $\alpha$ -токоферола ацетат
- [9] ТУ 64—5—68—88  $\alpha$ -токоферола ацетат (витамин Е)

---

МКС 67.200.10

Н69

ОКСТУ 9141,  
9142

Ключевые слова: растительные масла, область применения, ссылки, определение массовых долей витаминов А и Е, метод тонкослойной хроматографии

---