

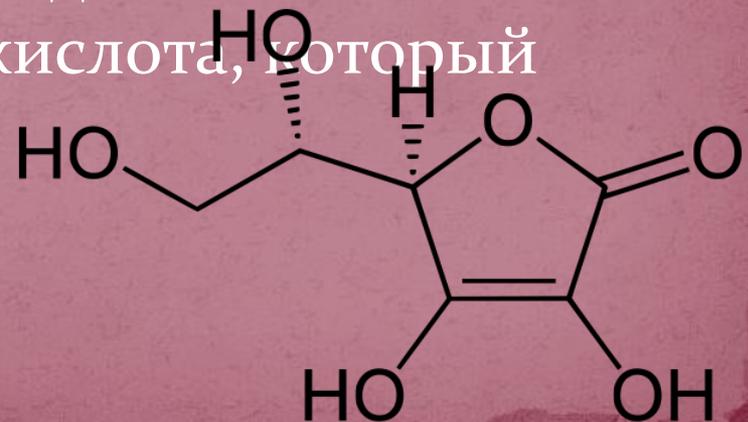
Методы измерения массовой доли витамина С (аскорбиновой кислоты)



Аскорбиновая кислота — органическое соединение, родственное глюкозе, является одним из основных веществ в человеческом рационе, которое необходимо для нормального функционирования соединительной и костной ткани.

Выполняет биологические функции восстановителя и кофермента некоторых метаболических процессов, является антиоксидантом.

Биологически активен только один из изомеров — *L*-аскорбиновая кислота, который называют витамином С



Функции витамина С:

- Участвует в :
- регулировании окислительно-восстановительных процессов, углеводного обмена, свёртываемости крови, регенерации тканей;
- метаболизме фенилаланина , тирозина, фолиевой кислоты, норэпинефрина, гистамина, железа;
- усвоении углеводов, синтезе липидов, белков, карнитина;
- иммунных реакциях, гидроксилировании серотонина, усиливает абсорбцию негемового железа;
- Повышает устойчивость организма к инфекциям;
- Уменьшает сосудистую проницаемость;
- Снижает потребность в витаминах В₁, В₂, А, Е, фолиевой кислоте, пантотеновой кислоте;
- Обладает антиагрегатными и выраженными антиоксидантными свойствами.
- Активирует протеолитические ферменты, участвует в обмене ароматических аминокислот, пигментов и холестерина, способствует накоплению в печени гликогена

АВИТАМИНОЗ И

ГИПЕРВИТАМИНОЗ

- Цинга - болезнь, вызываемая недостатком в питании витамина С
- Принято считать, что среди симптомов нехватки в организме витамина С находятся слабость иммунной системы, кровоточивость дёсен, бледность и сухость кожи, замедленное восстановление тканей после физических повреждений (раны, синяки), потускнение и выпадение волос, ломкость ногтей, вялость, быстрая утомляемость, ослабление мышечного тонуса, ревматоидные боли в крестце и конечностях (особенно нижних, боли в ступнях), расшатывание и выпадение зубов; хрупкость кровеносных сосудов приводит к кровоточивости дёсен, кровоизлияниям в виде тёмно-красных пятен на коже.
- Однако на сегодня (август 2011) не было проведено достаточного количества исследований, на основании которых можно было бы достоверно утверждать о наличии связи между упомянутыми симптомами и недостатком в организме витамина С. Лишь когда его количество принимает крайне малые значения, проявляются некоторые из перечисленных симптомов, сигнализирующих о возникновении крайне редкого заболевания — цинги.
- Избыток витамина С может вызывать раздражение мочевого тракта (при длительном употреблении), кожный зуд, понос, однако отчетливых результатов клинических исследований на эту тему не представлено.

ГОСТ 30627.2-98

Продукты молочные для детского питания Метод измерения массовой доли витамина С

Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные ПДП и устанавливает методы измерения массовой доли витамина С.

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

I Колориметрический метод измерения массовой доли вит. С в сухих молочных ПДП

1 Подготовка к выполнению измерения:

1.1 Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации **60 г/дм³**

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

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

1.2 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.

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

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

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

Отмеряют цилиндром 300 мл водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ и 300 мл раствора трилона Б в коническую колбу объемом 750 мл и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

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

Взвешивают $(0,100 \pm 0,001)$ г раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия на весах 2-го класса точности, растворяют в 500 мл свежекипяченной дистиллированной воды $t (90 \pm 5) ^\circ\text{C}$ и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 мл через складчатый фильтр. Промывают фильтр водой той же температуры, охлаждают раствор до $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят при $(6 \pm 2) ^\circ\text{C}$ не более 7 сут.

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

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

1.7 Приготовление ацетатного буферного раствора

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

1.8 Приготовление смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора

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

1.9 Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 2 мг/мл

Взвешивают $(0,200 \pm 0,001)$ г витамина С на весах , растворяют в 30-50 мл водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят до метки тем же раствором

1.10 Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации 100 мкг /мл

5 мл основного раствора витамина С растворяют в 30-50 мл раствора осадителя , приготовленного (1.4) в мерной колбе вместимостью 100 мл , доводят до метки тем же раствором и перемешивают.

1.11 Построение калибровочного графика

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

Массовые концентрации вит. С будут равны соответственно 6,8,10,12,14 и 16 мкг/мл. Берут по 5 мл раствора каждого разведения в пробирки, добавляют в каждую пробирку по 10 мл смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора с добавлением нескольких гранул витамина С для обесцвечивания красителя.

Для построения калибровочного графика по оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности, а по оси абсцисс – соответствующие на массовые концентрации вит. С.

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

2Проведение измерения

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

| <u>Массовая доля витамина С, млн⁻¹</u> | <u>Навеска продукта, г</u> |
|---|----------------------------|
| 100-500 | 1,50 ± 0,04 |
| более 500 | 1,00 ± 0,04 |

- Навеску продукта помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл (при массовой доле витамина С в продукте от 100 до 250 млн⁻¹), 50 мл (при мас. доле вит. С от 250 до 750 млн⁻¹) и 100 мл (при мас. доле вит. С более 750 млн⁻¹), добавляют раствор осадителя до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100 мл.
- Берут пипеткой 5 мл фильтрата в пробирку, добавляют 10 мл смеси раствора 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.

3Обработка результатов

Массовую долю вит.С (X) , млн⁻¹ , вычисляют по формуле:

$$X = \frac{p_c * V}{m}$$

Где p_c – массовая концентрация аскорбиновой кислоты в фильтрате ,
определенная по калибровочной кривой, мкг/мл

V- общий объем разведения продукта , мл

m- масса пробы продукта , взятая для измерения , г

II Метод измерения массовой доли витамина С в жидких молочных ПДП методом титрования

● 1 Подготовка к выполнению измерения

- 1.1 Приготовление метафосфорной к-ты мас. концентрации 60 г/дм^3 (согласно разд. I пункт 1.1)
- 1.2 Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 (согласно разд. I пункт 1.2)
- 1.3 Приготовление водного раствора соляной кислоты массовой концентрации 20 г/дм^3

46 мл соляной кислоты плотностью $1,185 \text{ г/мл}$ растворяют 300-500 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 мл , доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

- **1.4 Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 1 мг/мл**

Взвешивают $(0,100 \pm 0,001)$ г витамина С на весах , растворяют в 30-50 мл водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 мл и доводят до метки тем же раствором .

- **1.5 Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации 0,1 мкг /мл**

10 мл основного раствора витамина С растворяют в 30-50 мл раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 в мерной колбе вместимостью 100 мл , доводят до метки тем же раствором.

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

Взвешивают $(0,200 \pm 0,001)$ г раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия на весах 2-го класса точности, растворяют в 300 мл свежекипяченной дистиллированной воды $t(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 мл через складчатый фильтр.

Промывают фильтр водой той же температуры, охлаждают раствор до $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят при $(6 \pm 2)^\circ\text{C}$ не более 7 сут.

1.7 Определение титра раствора раствора 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия

В две конические колбы наливают по 9 мл водных растворов метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 или соляной кислоты массовой концентрации 20 г/дм^3 и по 1 мл раствора витамина С массовой концентрации $0,1 \text{ мг/мл}$ и быстро титруют раствором 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия до светло-розовой окраски, не исчезающей в течении 15 с.

Титр раствора Т , мг/мл, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{0,1 \times 1,0}{V - V_0}$$

где,

1,0 – значение объема раствора витамина С , мл

0,1 – значение массовой концентрации рабочего раствора
витамина С, мг/мл

V- объем раствора 2 , 6- дихлорфенолиндофенолята натрия ,
израсходованного на титрование рабочего раствора витамина С ,
мл

V₀- объем раствора дихлорфенолиндофенолята натрия ,
израсходованного на титрование метафосфорной кислоты
массовой концентрации 30 г/дм³ (холостая проба) , мл

● 1.8 Подготовка фильтрата

Взвешивают (10,00 ± 0,04) г продукта и вносят в мерную колбу вместимостью 50 мл (при расчетной массовой доле витамина С в продукте от 20 до 80 мг⁻¹), 100 мл (при расчетной массовой доле витамина С в продукте свыше 80 мг⁻¹), добавляют 15-20 мл 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 (разд II пункт 1.3))

2 Проведение измерения

10 мл фильтрата вносят в коническую колбу вместимостью 50 мл и титруют раствором 2,6 0 дихлорфенолинфенолята натрия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 15 с, согласно (разд II, пункт 1.7)

3Обработка результатов измерения

Массовую долю витамина С (X), мг⁻¹ вычисляют по формуле

где

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

T-титр р-ра 2,6 дихлор

V- объем р-ра 2,6 дихлордифенолиндофенолята натрия, израсх-ый на титрование анализируемого раствора, мл

V₀ - объем р-ра 2,6 дихлордифенолиндофенолята натрия, израсх-ый на титрование холостой пробы, мл

V₁ - общий объем раствора, мл

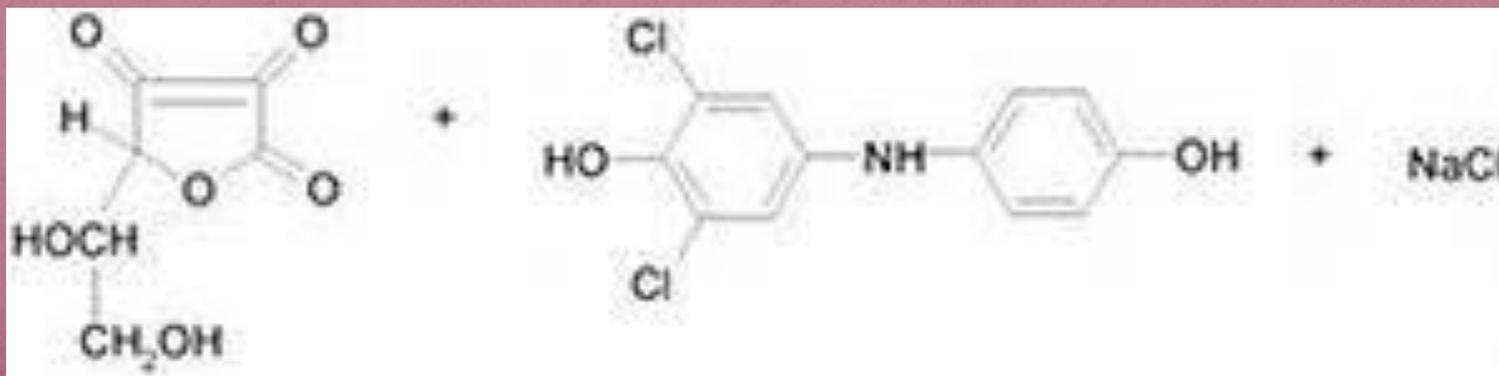
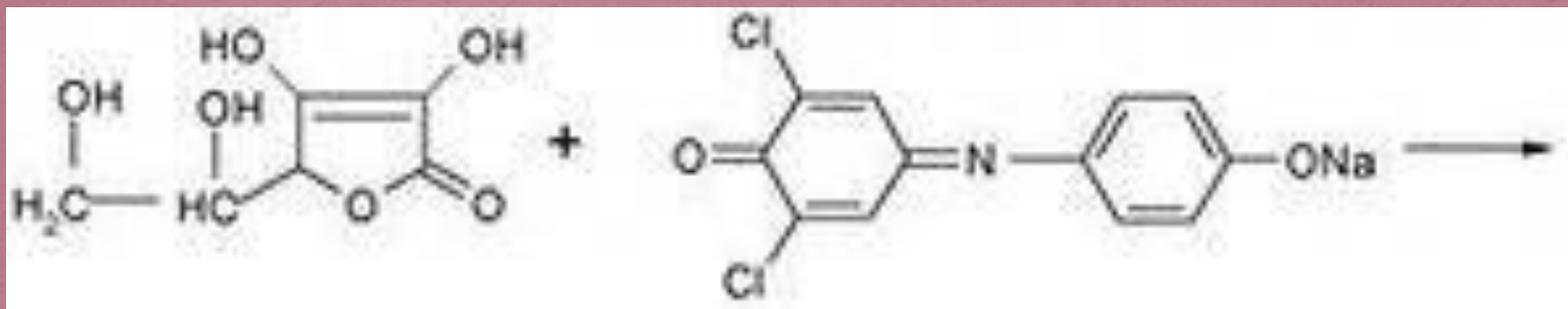
1000- коэффициент пересчета, мкг

V₂ - объем фильтрата, взятый на титрование, мл

m – масса пробы продукта, г.

Основная реакция

Взаимодействию витамина С
(аскорбиновой кислоты) с натрием 2,6-
дихлорфенолиндофенолятом



Задачи

● Дневная норма потребления витамина С составляет 70 мг. В 100г садовой земляники в среднем содержится 60 мг витамина С. Сколько процентов дневной нормы витамина С получил человек съевший 100г садовой земляники ?

● Дневная норма потребления витамина С составляет 70 мг. Один апельсин в среднем содержит 40 мг витамина С. Сколько примерно процентов дневной нормы витамина С получил человек, съевший 1 апельсин ?

