

577
Я-783

НАРОДНЫЙ КОМИССАРИАТ ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР
ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОНТРОЛЬНАЯ ВИТАМИННАЯ СТАНЦИЯ
Директор—проф. Б. А. ЛАВРОВ

Н. С. ЯРУСОВА
Доктор медицинских наук

ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА „С“
ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

★

МЕДГИЗ — 1941

315114

315114

577
9-78

Н. С. ЯРУСОВА

Доктор медицинских наук

АРХИВ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ
СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА „С“
ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

1944 г.

С 315114
Ж

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ИЗДАТЕЛЬСТВО
МЕДИЦИНСКОЙ ЛИТЕРАТУРЫ МЕДИЦИЗ
МОСКВА — 1941 — ЛЕНИНГРАД

ОБЛ. БИБЛИОТЕКИ
г. ПЕРДЛОВСК

577 16 : 543

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Определение содержания витамина С в продуктах по методу Тильманса	5
Принцип метода	—
Реактивы	—
Ход определения	6
Приготовление материала и величина навески	—
Приготовление раствора дихлорфенолиндофенола	10
Установка титра индикатора по соли Мора	—
Установка титра соли Мора	—
Установка титра марганцовокислого калия	11
Вычисление поправки на титр индикатора	—
Титрование окрашенных объектов	12
Титрование объектов с обратимо-окисленной формой витамина С	—
Замечания по методу Тильманса	14
Метод Девятнина и Дорошенко (модификация метода Тильманса)	—
Ход определения	15
Вычисление результатов определения	17
Метод Букина (модификация метода Эммери и Экелен)	21
Принцип метода	—
Реактивы	—
Ход определения	—
Вычисление результатов определения	22
Упрощенный метод определения витамина С в сухих плодах шиповника	23
Реактивы	—
Вычисление результатов определения	25
Упрощенный метод определения содержания витамина С в иглах хвойных	26
Общие замечания	27

Редактор *Д. Гродзенский*

М-Н-53 Тир. 1000 экз. Подп. к печ. 10/VI 1941 г. Л123348 Зак. 221.
Печ. лист. 1³/₄. Авт. лист 1,5. Знаков в 1 п. л. 34280. Цена 60 коп.

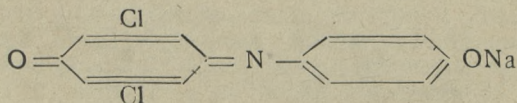
Типография изд-ва «Московский рабочий», Москва, Петровка, 17.

ВВЕДЕНИЕ

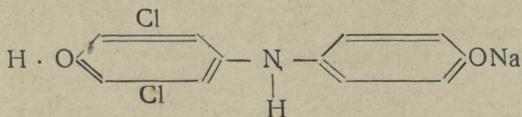
При определении содержания противоцинготного витамина С в продуктах химическим методом пользуются в качестве реактива натриевой солью 2—6-дихлорфенолиндофенола (реактив Тильманса¹); водный раствор этого соединения окрашен в интенсивный синий цвет. Этот индикатор в кислой среде имеет розовую окраску, а в нейтральной и щелочной — синюю; восстанавливаясь же, он обесцвечивается.

Так как витамин С легко окисляется, то в его присутствии дихлорфенолиндофенол восстанавливается.

1. Формула натриевой соли дихлорфенолиндофенола:



2. Формула лейкоформы этой соли (т. е. восстановленной формы):

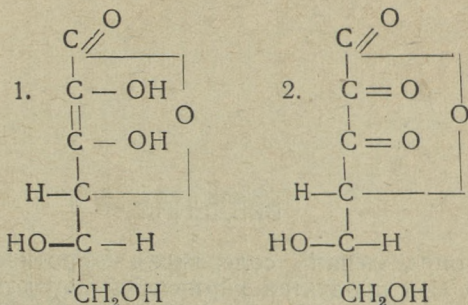


Витамин С, входя в реакцию с дихлорфенолиндофенолом, переходит в обратимо-окисленную форму (дегидроаскорбиновую кислоту).

Формулы аскорбиновой кислоты (витамин С) (1) и

¹) Продается в магазине Главхимсбыта, Москва, Сретенка, 38, Калужская ул., 51.

обратимо-окисленной формы витамина С (так называемая дегидро-аскорбиновая кислота) (2):



Обратимо-окисленная форма обладает также противосцинготным действием.

В дальнейшем изложении все методы определения описаны в той форме, как они проводятся на Государственной контрольной витаминной станции Наркомздрава с внесенными станцией в эти методы изменениями.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА «С» В ПРОДУКТАХ ПО МЕТОДУ ТИЛЬМАНСА ¹⁾

Принцип метода

Принцип метода: готовится серноокислая вытяжка витамина С (при кипячении), и затем эта вытяжка титруется индикатором или индикатор — вытяжкой.

Как экстракция витамина, так и титрование производятся в токе углекислоты.

Для определения нужны: аппарат Киппа (или бомба с углекислотой), склянки Дрекселя или Тищенко, каучуки диаметром в 3—5 мм, трехходовики, сетки для горелок, горелки или нагревательные электрические печи, асбест в кусках, штативы для бюреток, пипеток и центрифужных стаканчиков, корковые пробки, стеклянные трубочки диаметром в 3—4 мм, колбы Эрленмейера вместимостью в 250—500 см³, колбочки Эрленмейера вместимостью в 100—150 см³, пипетки (набор: 0,5, 1, 2, 3, 5, 10, 15 см³), мерительные цилиндры, воронки (набор), большие стаканы, микробюретки (на 2—5 см³) бюретки, треножник, марля, фарфоровые ступки небольшие и среднего диаметра, хорошие технические (аптекарские) весы, аналитические весы, центрифуга, центрифужные стаканчики ²⁾.

Реактивы

Реактивы: 1) 0,001 н раствор натриевой соли дихлорфенолиндофенола; 2) 0,01 н раствор соли Мора $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; 3) 0,1 н раствор перманганата;

¹⁾ См. литературу (1, 2, 3 и 10).

²⁾ Вся мерная посуда должна быть калибрована.

4) химически чистый щавелевокислый натрий; 5) насыщенный раствор щавелевокислого аммония; 6) насыщенный раствор уксуснокислого натрия; 7) мрамор в кусках; 8) сернистое железо; 9) нитробензол; 10) 2,5% серная кислота (на 1 л воды берется 14,2 см³ серной кислоты удельного веса 1,84); 11) серная кислота удельного веса 1,84, разведенная водой из расчета 1:2; 12) 0,02 н серная кислота (берется 0,56 см³ серной кислоты удельного веса 1,84 на 1 л воды); 13) соляная кислота (крепкая соляная кислота удельного веса 1,19 разводится 1:1); 14) 20% уксусная кислота; 15) 5% раствор уксуснокислого свинца [Pb(CH₃COO)₂]; 16) дистиллированная вода; 17) дважды перегнанная вода (бидестиллят); фильтровальная бумага или фильтры.

Ход определения

Приготовление материала и величина навески. Навеска продукта быстро измельчается руками или каким-либо инструментом (избегать употребления медных или железных, не никелированных инструментов) и вносится в колбу Эрленмейера (емкостью в 500 см³), куда наливается 2,5% серная кислота, отмеренная для экстракции¹⁾. Вес колбы, продукта и серной кислоты записывается. Колбу соединяют посредством трубок и каучуковых трубок с аппаратом Киппа; между ними включают склянку Дрекселя с водой; через колбу пускают ток углекислоты и начинают нагревание колбы²⁾. Когда содержимое колбы закипит, отмечают время и продолжают кипячение в течение 10 минут при непрерывном токе углекислоты через колбу.

Можно кипятить сразу две навески, тогда понадобится трехходовик для разветвления каучуков, подводящих к колбам углекислоту³⁾.

По окончании кипячения колба с содержимым охлаждается до комнатной температуры (для этого она помещается в сосуд с холодной водой), причем ток углекислоты через колбу не прекращается.

¹⁾ Серная кислота во всяком случае должна быть взята в таком количестве, чтобы весь анализируемый объект в течение экстракции был ею покрыт.

²⁾ На электрической печке или с помощью горелки.

³⁾ Для обеих колб должны быть одинаковые сопротивления в соединениях, иначе одна из них не будет наполнена углекислотой.

После охлаждения колбу с содержимым взвешивают и потерю в весе за время кипячения возмещают прибавлением дистиллированной воды (до исходного веса).

Затем берут большой стакан, кладут поверх стакана сложенный в несколько раз кусок марли и выливают в него содержимое колбы; вытяжка стекает в стакан (можно также отцентрифугировать вытяжку и затем употреблять центрифугат); далее вытяжку наливают в бюретку; берут колбочки Эрленмейера (совершенно чистые) на 100 см³, куда заранее наливают по 10 см³ или меньше 0,001 n раствора индикатора (см. дальше); в каждую из них прибавляют перед титрованием 5 см³ насыщенного раствора уксуснокислого натрия. Титрование в данном случае идет при реакции, близкой к нейтральной; эта реакция поддерживается путем дальнейшего прибавления к индикатору уксуснокислого натрия в том случае, если исходный синий цвет индикатора переходит в лиловый (переходный к красному). Титрование идет в токе углекислоты; для этого в колбочку Эрленмейера вставляется пробка с тремя отверстиями: одно — для входа углекислоты, другое — для ее выхода, а третье — для носика бюретки; при титровании содержимое колбочки энергично взбалтывается. Конец реакции наступает при обесцвечивании краски в колбочке; титрование повторяют 2—3 раза с вновь отмериваемым объемом индикатора и, в случае получения сходящихся титрационных чисел (расхождение в пределах сотых долей кубического сантиметра), берут среднее из них. Продолжительность титрования не должна превышать 1—2 минут.

Величина навески, разведение, объем индикатора, берущийся для титрования, не являются постоянными и варьируют в зависимости от активности анализируемого объекта: например, при анализе слабых витаминосителей берется большая навеска, малое, по возможности, разведение и небольшой объем титруемого индикатора: 5 см³ и менее. Отметим, что при титровании некоторых объектов конец реакции очень растянут, есть целый ряд постепенных переходов окраски; результаты титрования таких объектов дают лишь приблизительную оценку активности объекта.

Пример. Взяты две навески измельченной капусты.

Первая навеска: 50 г капусты; для экстракции взято 150 г 2,5% H₂SO₄.

На 10 см³ индикатора (поправка для перевода его на точно 0,001 п равна 0,9) при титровании пошло вытяжки: на одну колбу—7,95 см³; на другую колбу—7,91 см³, в среднем—7,93 см³.

Вторая навеска: 60 г капусты; для экстракции взято 150 см³ 2,5% H₂SO₄.

При титровании пошло вытяжки: на одну колбу—7,18 см³, на другую колбу—7,14 см³, в среднем—7,16 см³.

Разведение для первой навески: $\frac{50 + 150}{50} = 4$.

Разведение для второй навески: $\frac{60 + 150}{60} = 3,5$.

Объем точно 0,001 п раствора индикатора (x), восстанавливаемый одним г продукта, вычисляется по следующей формуле:

$$x = \frac{a k c}{d},$$

где a — объем (в кубических сантиметрах) индикатора, употребленный для титрования, k — поправка для перевода индикатора на 0,001 п, c — разведение,¹⁾ d — объем (в кубических сантиметрах) вытяжки, пошедшей (в среднем) на обесцвечивание взятого количества индикатора.

В нашем примере для первой навески имеем:

$$x = \frac{10 \cdot 0,9 \cdot 4}{7,93} = 4,54.$$

Для второй навески:

$$x = \frac{10 \cdot 0,9 \cdot 3,5}{7,16} = 4,4.$$

Следовательно, в среднем 1 г капусты восстанавливает 4,47 см³ индикатора:

$$\left(\frac{4,54 + 4,40}{2} \right).$$

Количество витамина С (аскорбиновой кислоты), предохраняющее или излечивающее человека от заболева-

¹⁾ Под разведением разумеют отношение между весом навески + экстрагирующий раствор к весу навески.

ния цынгой, при ежедневном введении равно 20 мг; эта величина носит название «человекодозы» витамина С; 1 мг витамина С восстанавливает 11,36 см³ (с округлением — 11,4 см³) 0,001 н раствора дихлорфенолиндофенола, а 20 мг витамина С — соответственно 228 см³ его; пользуясь этим, можно вычислить величину «человекодозы» какого-либо продукта или определить количество витамина С в миллиграммах в любом весовом количестве продукта.

В нашем примере 1 г капусты восстанавливает 4,47 см³ 0,001 н раствора индикатора, следовательно, 1 «человекодоза» витамина С содержится в $\frac{228}{4,47} = 51$ г капусты,

иными словами, 51 г капусты составляет 1 «человекодозу» этого продукта. Для выражения активности в миллиграммах аскорбиновой кислоты надо число кубических сантиметров 0,001 н раствора индикатора, восстанавливаемого 1 г продукта, разделить на 11,36; в нашем примере 1 г капусты содержит $\frac{4,47}{11,4} = 0,39$ мг аскорбиновой кислоты, а 100 г капусты — 39 мг; т. е. капуста содержит 39 мг% аскорбиновой кислоты.

По Тильмансу, серная кислота для экстракции берется по объему, а не по весу; по окончании кипячения испытуемый объект откидывается на марлю, положенную на стакан; вытяжка стекает в стакан; то количество жидкости, которое осталось в объекте, возможно более полно отжимается руками в тот же стакан; объем вытяжки доводится прибавлением дистиллированной воды до определенного объема. Вычисляя разведение, Тильманс не принимает во внимание количество витамина С, оставшееся в экстрагированном объекте, полагая, очевидно, что после отжимания объект можно считать практически лишенным витамина С, что с нашей точки зрения не является правильным. Поэтому в нашем примере разведение по Тильмансу равняется не 4, а 3 (150 : 50). Ход вычисления, принятый на станции, также нельзя считать вполне точным, так как, во-первых, при его употреблении исходят из предположения, что витамин С равномерно распределяется и в жидкости, и в объекте, подвергнутом экстракции; во-вторых, в то время как для упрощения процедуры берутся весовые количества объекта и серной кислоты, для титрования берутся

объемные количества; следует, однако, отметить, что для объектов, удельный вес которых близок к 1, это последнее не составит большой погрешности.

Приготовление раствора дихлорфенолиндофенола. Для приготовления приблизительно 0,001 п раствора индикатора (его молекулярный вес равен 290, эквивалент равен 145) поступают следующим образом: 0,2 г краски надо растворить в 1 л воды (дистиллированной¹⁾); 0,2 г вначале растворяют в 600 см³ воды при энергичном взбалтывании (лучше, однако, оставить растворяться на ночь); затем раствор фильтруют и доводят прибавлением воды до 1 л.

Раствор хранится в темном месте в склянке темного стекла и годен не более, чем на 7 дней. Раствор получается не точно 0,001 п, и надо ежедневно определять поправку для его перевода на 0,001 п.

Установка титра индикатора по соли Мора. Определение поправки на титр производится следующим образом: в колбочку Эрленмейера наливают 10 см³ индикатора, а в бюретку — раствор соли Мора, титр которого известен; к индикатору прибавляют 5 см³ насыщенного раствора щавелевокислого аммония (в его присутствии реакция идет до конца, но сам он не входит в реакцию). Титрование является законченным тогда, когда голубой цвет индикатора сменится на соломенножелтый²⁾.

Установка титра соли Мора. Для получения приблизительно 0,01 п раствора соли Мора навеску в 3,92 г соли растворяют в 1 л 0,02 п серной кислоты (см. реактив № 12).

Титр соли Мора устанавливается по 0,01 п раствору марганцовокислого калия; на 10 см³ соли Мора, наливаемой в колбочку Эрленмейера, приливают 1,5 см³ серной кислоты удельного веса 1,84, разведенной водой 1:2. Титрование является законченным при появлении стойкого слабозеленоватого окрашивания раствора соли Мора.

Раствор соли Мора должен храниться в склянке темного стекла; титр его проверяется каждые 3—4 недели.

Установка титра марганцовокислого калия. Для получения 0,01 п раствора перманганата в 1 л воды раство-

¹⁾ Готовить на буферном растворе нет необходимости.

²⁾ Резкое изменение окраски.

рется 0,316 г KMnO_4 ; вначале раствор меняет свой титр, и поэтому его следует выдержать до употребления 10—14 дней; хранить его следует в склянке темного стекла¹⁾.

Титр его устанавливается по точной навеске щавелевокислого натрия, 0,067 г которого отвешивается на аналитических весах (перед взятием навески необходимо нужное количество щавелевокислого натрия оставить на несколько часов в открытой бюксе над серной кислотой в эксикаторе, так как эта соль гигроскопична); навеска растворяется в 100 см³ дважды перегнанной воды в мерной колбе, т. е. готовится точный 0,01 н раствор щавелевокислого натрия; этот раствор всегда употребляется свежим.

Титрование марганцовокислым калием идет при прибавлении к 10 см³ раствора щавелевокислого натрия 2,5 см³ серной кислоты (удельный вес 1,84, разведение 1:2), причем колбочка с раствором щавелевокислого натрия нагревается на водяной бане до температуры, близкой к кипению (не допускать кипения).

Конец реакции определяется появлением слабо-розовой окраски раствора щавелевокислого натрия.

Титр марганцовокислого калия устанавливается не менее чем на двух навесках щавелевокислого натрия и проверяется через 3—4 недели.

Вычисление поправки на титр индикатора. Поправка на титр краски (индикатора) вычисляется по формуле:

$$x = \frac{a \cdot b}{c},$$
 где a — количество кубических сантиметров соли Мора, пошедшее при титровании 10 см³ данного раствора индикатора, b — количество кубических сантиметров раствора марганцовокислого калия, пошедшее при титровании на 10 см³ соли Мора, c — количество кубических сантиметров марганцовокислого калия, пошедшего на титрование 10 см³ точного 0,01 н раствора щавелевокислого натрия.

Приведенная выше формула может быть легко выведена самим читателем при употреблении следующих эквивалентов.

¹⁾ Можно рекомендовать готовить 0,01 н раствор путем разведения 0,1 н раствора перманганата, который хранится в лаборатории.

Эквиваленты для вычисления (молекулярный вес натриевой соли 2—6-дихлорфенолиндофенола — 290):

а) соль Мора — дихлорфенолиндофенол: 392, 16—145;

б) соль Мора — перманганат: 392, 16—31,6;

в) перманганат — щавелевокислый натрий: 31,6—67.

Самая реакция между 2—6-дихлорфенолиндофенолом и витамином С идет эквимолекулярно (290 : 176).

Титрование окрашенных объектов¹⁾

Титрование окрашенных объектов по Тильмансу: в пробирку (лучше же в центрифужный стаканчик диаметром в 1½ см) вносится вытяжка исследуемого объекта и 5 см³ нитробензола²⁾, располагающихся слоями: подкислив жидкость несколькими каплями 20% уксусной кислоты (реактив № 14), приступают к пробному титрованию, руководствуясь тем, что в конце титрования малейший избыток невосстановленного индикатора окрасит нитробензол в слабый желтовато-розовый цвет. Вначале прибавляют некоторый избыток индикатора, получая интенсивное окрашивание нитробензола, затем определяют недостаточное для его окраски количество индикатора; определив эти границы, суживают их, прибавляя индикатор по каплям, без взбалтывания жидкости; по истечении полминуты после каждого добавления индикатора производят легкое встряхивание слоев жидкостей; при этом некоторая часть нитробензола должна остаться на дне центрифужного стаканчика. По истечении короткого времени наступает разделение слоев, которому можно содействовать центрифугированием смеси.

Титрование объектов³⁾ с обратимо-окисленной формой витамина С

В ряде анализируемых объектов может присутствовать обратимо-окисленная форма витамина С, не восстанавливающая индикатора, но обладающая, как и витамин С, противоцинготным действием; для того чтобы определить количество этой дегидроаскорбиновой кислоты, ее следует подвергнуть восстановлению.

Прежде чем описать ход анализа, необходимо обра-

¹⁾ Излагается на основании литературных данных.

²⁾ В методе Henry a. Graham нитробензол заменен хлороформом. См. литературу (10).

³⁾ Излагается на основании литературных данных.

тительное внимание на то, что все операции с экстрактами, содержащими обратимо-окисленную форму витамина С, следует производить возможно быстрее, так как эта форма весьма неустойчива и инактивируется при стоянии не только на воздухе, но и под углекислотой.

Через экстракт¹⁾ витамина С, имеющий слабоокисленную²⁾ или нейтральную реакцию, пропускают в течение 5—15 минут ток сероводорода; сероводород получается воздействием в аппарате Киппа крепкой соляной кислоты (соляная кислота удельного веса 1,19 разводится 1:1) на сернистое железо; затем через экстракт пропускается ток углекислоты (из бомбы) до тех пор, пока бумажка, смоченная в 5% растворе уксуснокислого свинца, введенная в ток выходящего из экстракта по стеклянной трубочке газа, не перестанет давать реакцию на сероводород (потемнение в присутствии сероводорода вследствие образования сернистого свинца; см. об этом подробнее ниже при описании метода Девятнина); после удаления из экстракта сероводорода экстракт титруется, как обычно.

Тильманс предлагает после 5-минутного пропускания сероводорода через экстракт заткнуть экстракт пробкой и оставить стоять под действием сероводорода в течение некоторого времени, которое может варьировать от нескольких минут до 24 часов, в зависимости от скорости, с которой протекает реакция восстановления; ради однородности получаемых результатов Тильманс рекомендует оставлять экстракт стоять 24 часа. Более подробно Тильманс на этом не останавливается; для удаления из экстракта сероводорода Тильманс пользовался азотом.

Укажем, что при ведении работ с сероводородом, особенно в тех лабораториях, где нет специальной сероводородной комнаты, в дверцах вытяжного шкафа рекомендуется устраивать форточки, через которые и производятся необходимые манипуляции; приток сероводорода в рабочую комнату при этом значительно уменьшается; кроме того, сероводород, уже прошедший через экстракт, следует пропускать через склянки

¹⁾ Наливают в сосуд (например, центрифужный стаканчик, внутренний диаметр около 3 см), заткнутый пробкой с двумя отверстиями, в которые вставлены стеклянные трубочки для входа и выхода сероводорода.

²⁾ На лакмус.

Дрекселя или Тищенко с раствором едкого кали или натрия; вся посуда с жидкостями, содержащими сероводород, должна быть перед мытьем ополоснута в сосудах с растворами щелочи.

Замечания по методу Тильманса

При титровании свежих растительных продуктов оценка противоцинготной активности продукта, полученная биологическим методом, сходится в большинстве случаев в общих чертах с оценкой, полученной при титровании по Тильмансу.

Однако метод определения в этой форме не является вполне специфичным для витамина С, так как в реакцию могут входить и другие восстанавливающие вещества. Так, например, при титровании по Тильмансу автоклавированного сена или сухой капусты, в которых не было витамина С, мы находили большую восстанавливающую способность: 1 г первого восстанавливал 7,5 см³ индикатора, 1 г второго — 10,6 см³.

Продукты карамелизации сахаров, особенно приобретшие темнокоричневый цвет, образующиеся при кипячении с серной кислотой при определении активности, например, различных кондитерских изделий, также восстанавливают индикатор, не обладая противоцинготным действием; танин, соли закиси железа и т. д. — также восстанавливают этот индикатор.

(МЕТОД ДЕВЯТНИНА И ДОРОШЕНКО¹⁾ (МОДИФИКАЦИЯ МЕТОДА ТИЛЬМАНСА

Существенными чертами этого метода являются: применение в качестве экстрактора витамина С уксусной кислоты вместо серной, применение уксуснокислого свинца в качестве осадителя, устраняющего из экстракта некоторые восстанавливающие индикатор вещества или вещества, затемняющие реакцию (например, пигменты), и титрование в кислой среде.

При определении нужны: 18) 5% уксусная кислота (на 1 л берут 58,1 см³ 80% уксусной кислоты); 19) 5% раствор уксуснокислого свинца на 5% уксусной кислоте

¹ См. литературу (4, 5, 6, 7, 8, 9 и 13); в дальнейшем обозначается как метод Девятнина.

(не совсем чистая соль свинца перекристаллизовывается трижды); 20) крепкая уксусная кислота (обычно 70—80%); 21) химически чистый углекислый кальций (CaCO_3); 22) стеклянная пудра (из чистого лабораторного стекла); затем реактивы под следующими номерами из списка реактивов для производства определения по методу Тильманса: 1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 11, 12, 13, 16, 17 (см. стр. 5); посуду и прочие предметы те же, что и при определении по методу Тильманса.

Ход определения

Прежде всего происходит измельчение материала и взятие из него навески. Для некоторых неоднородных объектов при этом применяются специальные приемы размельчения; так, например, консервы: кабачки, спаржа (волокнистое строение), фаршированные овощи (перец, томаты) — переносятся полностью в ступку и там тщательно и быстро размельчаются; неоднородные сухие продукты твердой консистенции, например, плиточный чай, пропускают через мясорубку; из свежих растительных неоднородных продуктов, например, капусты, вырезают сектора и т. д. Взятая навеска (от 2 до 150 г¹) измельчается в ступке с помощью стеклянной пудры возможно более полно, в присутствии некоторой части уксусной кислоты, отмеренной для экстракции; экстракция производится или холодным, или горячим способом. Нет возможности указать точно, когда какую экстракцию следует применять; следует, несомненно, применять холодную экстракцию при анализе свежих растительных продуктов там, где можно ожидать присутствия аскорбиназы²), так как обратимо-окисленная форма витамина, которая может образоваться в ходе анализа, очень неустойчива к нагреванию, особенно в нейтральной или щелочной среде.

Объекты твердой или близкой к твердой консистенции, например, сухие плоды шиповника, сушеная черная смородина, а также объекты коллоидальной консистенции, как мармелад, джем, следует экстрагировать горячим путем. Мы считаем желательным рекомендовать

¹) Навеска должна быть взята максимально большой для данных условий анализа.

²) Фермент, окисляющий витамин С. Встречается в кабачках, салате, огурцах, капусте, хвое и пр.

исследовать каждый объект (за исключением оговоренных нами случаев), применяя и горячую, и холодную экстракцию с тем, чтобы накопить побольше материала для решения вопроса о характере экстракции; там, где оба метода экстракции дают резко отличающуюся оценку активности, следует прибегать к определению ее биологическим методом. Необходимо обращать самое строгое внимание на то, чтобы материал для экстракции был хорошо измельчен (растирание со стеклянной пудрой); невыполнение этого условия ведет к неполной экстракции витамина.

В том случае, если производилась горячая экстракция, испарившаяся вода возмещается по весу. Полученная после экстракции взвесь отфильтровывается или отцентрифугируется.

Из полученной уксуснокислой вытяжки берут 10 см³ (в колбочку Эрленмейера или в небольшой центрифужный стаканчик на 60—80 см³) и туда прибавляют последовательно: а) 0,4 г углекислого кальция, б) 5 см³ 5% уксуснокислого свинца. После прибавления каждого из реактивов жидкость быстро взбалтывают, затем экстракт или центрифугируется, или быстро фильтруется в колбочку на заранее¹⁾ приготовленном складчатом фильтре; заранее уже должны быть приготовлены и колбочки для титрования; в них наливают по 5 см³ 80%²⁾ уксусной кислоты и столько дистиллированной воды, чтобы после внесения в колбу для титрования пипеткой определенного объема только что отцентрифугированного или отфильтрованного экстракта — общий объем жидкости в колбе равнялся 15 см³. Титрование экстракта индикатором из микробюретки идет в токе углекислоты до появления розовой окраски, удерживающейся не менее полминуты. При титровании содержимое колбочки взбалтывают; в случае титрования слабого витаминносителя индикатор приливается из микробюретки по каплям; при титровании сильных витаминносителей можно прибавлять вначале по несколько капель индикатора сразу. Титрование не должно продолжаться более 2 минут. Когда конец титрования установлен титрую-

¹⁾ После обработки уксуснокислым свинцом и углекислым кальцием экстракт является неустойчивым и поэтому должен быть быстро использован для дальнейших манипуляций.

²⁾ Если употребляют 70% уксусную кислоту, то вместо 5 см³ кислоты берут 5,7 см³.

щим лицом, необходимо последовательно, при энергичном взбалтывании жидкости, прилить еще две контрольные капли индикатора; только в том случае, если они дадут уже интенсивное розовое окрашивание, можно считать, что конец реакции был найден действительно правильно; контрольное титрационное число (после второй капли) также записывается в протокольную тетрадь.

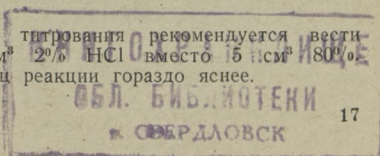
Величина навески, разведение, объем вытяжки, берущийся для титрования, варьируют так же, как и по методу Тильманса, в зависимости от активности анализируемого объекта.

Создаваемый прибавлением CaCO_3 к экстракту перед осаждением уксуснокислым свинцом рН близок к 5, что создает оптимальные условия для осаждения свинцом; при этом осаждаются таниды, белки, некоторые пигменты, но витамин С не затрагивается; рН, создаваемый наличием 70—80% уксусной кислоты, обычно близок к 3, что выключает из реакции с индикатором ряд восстанавливающих веществ (глутатион и др.). Надо отметить, что при титровании объектов по данному методу конец реакции часто растянут, т. е. появляющаяся розовая окраска экстракта исчезает лишь медленно, но держится менее полминуты¹⁾.

Вычисление результатов определения

При вычислении полученных результатов надо вводить так называемую «поправку на цветность»; она определяется следующим образом: в колбочку того же объема, в котором обычно производится титрование, наливается 5 см³ уксусной кислоты (80%) и 10 см³ воды (количество воды может быть и больше, см. выше); затем из бюретки приливают столько капель дихлорфенол-индофенола, чтобы глаз уловил появление розового окрашивания взятого объема жидкости. Эта поправка «на цветность», равная обычно для объема в 15 см³ 0,05—0,06 см³, вычитается из общего количества пошедшего индикатора.

¹⁾ В случае растянутого конца титрования рекомендуется вести титрование в присутствии 1 см³ 2% HCl вместо 15 см³ 80% CH_3COOH ; в этих условиях конец реакции гораздо яснее.



Количество кубических сантиметров 0,001 н раствора индикатора (x), восстанавливаемых 1 г или 1 см³ продукта, вычисляется по следующей формуле:

$$x = \frac{a \cdot k \cdot b \cdot 1,5}{c},$$

где a — количество кубических сантиметров индикатора, пошедшего при титровании за вычетом поправки «на цветность»; k — поправка на титр индикатора, определяемая ежедневно по соли Мора (см. выше); b — разведение, 1,5 — постоянный коэффициент (получается от деления 15 на 10, где 10 — объем уксуснокислой вытяжки, который берется постоянно, а 15 складывается из этого объема + 5 см³ раствора уксуснокислого свинца); c — количество кубических сантиметров вытяжки, взятой для титрования после обработки ее СаСО₃ и уксуснокислым свинцом.

Вычисление «человекодозы» продукта и содержания в нем аскорбиновой кислоты идет дальше так, как уже было раньше указано.

При употреблении метода, предложенного Девятниным, является возможным определять содержание витамина С в сушеных продуктах¹⁾, продуктах, содержащих сахар, т. е. в тех объектах, титрование которых ведет к ошибочной оценке их активности при титровании по методу Тильманса.

В тех случаях, когда имеется основание предполагать присутствие обратимо-окисленной формы витамина (некоторые свежие растительные продукты, продукты, подвергавшиеся длительному хранению и пр.), ход анализа в конце определения меняется; после обработки экстракта углекислым кальцием и уксуснокислым свинцом и отцентрифугирования (или отфильтровывания) полученного осадка через экстракт пропускается в течение 5 минут ток сероводорода для восстановления обратимо-окисленной формы витамина; выпавший осадок сернистого свинца отфильтровывается и через фильтрат (налитый в сосуд, заткнутый пробкой с двумя отверстиями) пропускается из аппарата Киппа или бомбы ток уксусной кислоты до тех пор, пока бумажка, смоченная в 5% растворе уксуснокислого свинца, введенная в ток

¹⁾ Например, в сушеной черной смородине и др.

газа, выходящего из экстракта, не перестанет давать потемнение.

Так как сероводород, так же как и витамин С, восстанавливает индикатор, то необходимо полное удаление сероводорода из экстракта.

Пробу на сероводород с помощью бумажки, смоченной раствором уксуснокислого свинца, нельзя считать достаточно чувствительной, так как некоторое количество оставшегося в экстракте сероводорода может быть ею и не уловлено; поэтому для большей точности анализа, чтобы ошибка составляла меньший процент, надо подбирать условия анализа (навеску, разведение, объем, берущийся для титрования) так, чтобы титрационные числа не были меньше 1 см^3 .

После удаления H_2S жидкость титруют, как сказано выше.

В тех случаях, когда приходится иметь дело с окрашенными объектами, обесцвечивание экстракта лишь в редких случаях достигается обработкой экстракта углекислым кальцием и уксуснокислым свинцом; для достижения обесцвечивания приходится применять обработку экстракта сероводородом; если же и эта манипуляция не достигает цели, то рекомендуется увеличивать количество употребляемого раствора уксуснокислого свинца и соответственно углекислого кальция; например, взять не 5 см^3 раствора уксуснокислого свинца, а 10, 15 или 20 см^3 , беря соответственно не 0,4 г углекислого кальция, а 0,8; 1,2; 1,6 г; этим путем удастся обесцвечивать и яркоокрашенные объекты. При употреблении этой модификации следует иметь в виду, что при вычислении результатов анализа коэффициент 1,5 перейдет соответственно в 2; 2,5 и 3.

Иногда удастся просто путем увеличения объема титруемой жидкости (вместо 15 см^3 брать объем в 30— 50 см^3 , прибавляя дистиллированную воду) избежать мешающей окраски.

Согласно прописи метода Девятнина в том виде, как она была опубликована последний раз (журнал «Вопросы питания», т. V, в. 5, стр. 13, 1936), экстрагирование витамина, во-первых, должно происходить только холодным путем; это положение нельзя считать правильным. Согласно данным Государственной контрольной витаминной станции (см. журнал «Вопросы питания», т. VIII, в. 3, стр. 64, 1939), для некоторых объектов, например, для мармелада, обогащенного витамином С путем введения шиповника (мармелад определенного периода фабричной выработки, фабрика «Ударни-

ца», Москва) оценка активности, полученная при применении горячей экстракции, сходится с оценкой, полученной биологическим методом, в то время как оценка активности, полученная при применении холодной экстракции, резко с ней расходится.

Считается также необходимым экстракт, содержащий в виде взвеси экстрагированный материал, доводить при прибавлении кислоты до определенного объема, а не до определенного веса (см. по этому поводу стр. 5, метод Тильманса).

Авторы метода полагают, что обратимо-окисленную форму могут содержать продукты, подвергшиеся температурной, механической или иной обработке. Поскольку обратимо-окисленная форма витамина С очень не устойчива к нагреванию, мы не можем считать правильным утверждение авторов, что эту форму, как правило, могут содержать продукты, подвергшиеся температурной обработке¹⁾ и что именно в этом случае надо вести анализ с применением сероводорода. Нельзя не обратить здесь же внимания, что обработка сероводородом, помимо восстановления обратимо-окисленной формы витамина, оказывает и побочное, еще мало изученное действие, а именно: в некоторых случаях и при отсутствии обратимо-окисленной формы витамина С после действия сероводорода получают более высокие титрационные числа, чем до его воздействия; в других случаях, наоборот, обработка сероводородом приводит к снижению титрационных чисел. Вопрос об этом побочном действии сероводорода надо подвергнуть дальнейшему изучению.

Что касается титрования окрашенных объектов, то авторы метода предлагают в целях обесцвечивания экстракта применять разведение водой титруемого экстракта до тех пор, пока его окраска уже не будет вредить улавливаемости перемены окраски индикатора в конце титрования.

Рекомендуемый авторами прием не оправдывает себя; во-первых, при его применении не всегда все же можно добиться обесцвечивания экстракта, а во-вторых, при титровании в больших объемах жидкости улавливание появления в них розового окрашивания весьма затруднительно, особенно для не вполне опытного глаза.

Все определение содержания витамина С ведется без применения углекислоты.

По данным станции, титрование без углекислоты дает незначительное снижение титрационных чисел, которыми при проведении технических анализов можно пренебречь.

Метод, предложенный Девятниным, дает в большинстве случаев оценку активности объекта, близкую к ее оценке биологическим методом, что является решающим при оценке метода²⁾.

¹⁾ Так, например, мы не встречаем ее в консервах, полученных путем стерилизации.

²⁾ При слабых концентрациях витамина имеет место его недотитрование. См. журнал «Вопросы питания», т. 1, № 4, стр. 79, 1936, статья Ярусовой «К методике химического определения содержания витамина С».

Попутно можно указать, что при титровании по Тильмансу, но с применением холодной экстракции серной кислотой вместо горячей и при титровании в кислой среде получается для ряда объектов оценка активности, близкая к даваемой методом Девятнина¹⁾.

МЕТОД БУКИНА²⁾ (МОДИФИКАЦИЯ МЕТОДА ЭММЕРИ И ЭКЕЛЕН)

Принцип метода

Принципы метода: применение для экстракции (холодным способом) соляной кислоты, употребление ртутных солей в качестве осадителя посторонних редуцирующих веществ, обработка экстракта сероводородом для восстановления бывшей в объекте или образовавшейся в ходе анализа обратимо-окисленной формы витамина С и титрование в кислой среде без применения углекислоты.

Реактивы

Для определения нужны: 23) 2% соляная кислота (на 1 л берется 45,1 см³ соляной кислоты удельного веса 1,19); 24) 5% раствор сулемы (растворяется при нагревании); 25) 20% раствор уксуснокислой ртути; 26) стеклянная пудра из чистого лабораторного стекла; затем реактивы под следующими номерами из списка реактивов для производства определения по методу Тильманса: 1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 11, 12, 13, 16 и 17 (стр. 5); посуда и прочие предметы те же, что и при определении по методу Тильманса.

Ход определения

Навеска³⁾ испытуемого объекта (если он не в жидком виде) размельчается путем растирания со стеклянным порошком в присутствии 2% соляной кислоты, взятой

¹⁾ В последнее время рядом исследователей (Riedman а. McHenry, Biochem. Jour., 32, № 1, 85, 1938) указывается, что в некоторых объектах, например, в картофеле, аскорбиновая кислота находится в связанном состоянии и что поэтому в этих случаях надо модифицировать метод определения.

²⁾ См. литературу (11 и 12).

³⁾ Взятие навески, см. метод Девятнина.

в том или ином кратном отношении к навеске в зависимости от активности; экстракция идет холодным путем. Солянокислый экстракт центрифугируют, для анализа берут 10 см³ центрифугата в центрифужный стаканчик и к нему прибавляют 10 см³ 5% сулемы и 5 см³ 20% уксуснокислой ртути; снова происходит центрифугирование экстракта и тотчас же¹⁾ по окончании центрифугирования через центрифугат, слитый полностью с осадка, в течение 15 минут пропускается сероводород; выпавший осадок сернистой ртути отфильтровывают и через фильтрат для удаления сероводорода пропускают ток СО₂ до тех пор, пока проба на присутствие сероводорода с помощью бумажки, смоченной уксуснокислым свинцом, не станет отрицательной. Из экстракта берут для титрования в колбочку Эрленмейера на 50—100 см³ некоторую аликвотную часть — 0,5—10 см³; само титрование производится в объеме 15 см³, для чего взятый для титрования объем вытяжки, если он меньше 15 см³, доводится до этого объема прибавлением дистиллированной воды; титрование идет до появления розового окрашивания, устойчивого на протяжении ½—1 минуты, и не должно продолжаться более 1—2 минут; из полученных титрационных чисел вычитается поправка на цветность (см. выше).

Величина навески, разведение, объем экстракта, берущийся для титрования, варьируют в зависимости от активности объекта.

В целях достижения точности определения количество индикатора, пошедшее на титрование, не должно быть меньше 0,4 см³ и не должно превышать 2 см³.

Вычисление результатов определения

Вычисление идет по той же формуле, что и для метода Девятнина, с той только разницей, что постоянный коэффициент равен 2,5 (получается от деления 25 на 10, где 10 — объем солянокислой вытяжки, взятой для титрования, а 25 складывается из этого объема + 10 см³ раствора сулемы и 5 см³ раствора уксуснокислой ртути).

Описанный метод позволяет титровать окрашенные продукты, так как после применения сероводорода по-

¹⁾ После обработки сулемой и уксуснокислой ртутью экстракт является неустойчивым.

лучается обычно полное обесцвечивание экстракта¹⁾; конец реакции при титровании вполне ясен. Применение ртутных солей дает более полное удаление посторонних редуцирующих веществ чем применение свинцовых солей.

Ход анализа по прописи автора мало чем отличается от хода анализа, проводимого на станции. Разница заключается в том, что солянокислый экстракт исследуемого материала, взятый вместе с его взвесью, доводится по прописи станции кислотой до определенного веса, а автором — до определенного объема; титрование ведется на станции в объеме 15 см³, а по прописи автора оно может быть произведено и в объеме 5 см³.

Согласно исследованию витаминного отделения Института питания, метод Букина в той форме, как он описан автором, имеет существенный недостаток, а именно: не обращено достаточного внимания на рН, на фоне которого должна вестись обработка солянокислого экстракта уксуснокислой ртутью и сероводородом; рН экстракта, имеющий место в ходе анализа, должен быть сдвинут в щелочную сторону (например, путем применения СаСО₃); пропись метода должна быть в этом пункте уточнена.

В настоящее время мы не имеем достаточно данных, чтобы утверждать, что оценка активности, даваемая этим методом, сходится с оценкой, даваемой биологическим методом; ошибка определения получается в сторону преуменьшения активности.

УПРОЩЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИТАМИНА «С» В СУХИХ ПЛОДАХ ШИПОВНИКА

Этот метод определения разработан для лабораторий с элементарной обстановкой (составлен Государственной контрольной витаминной станцией).

Существенными чертами метода являются экстракция витамина С не кислотами, а холодной водой; возможно более полное измельчение анализируемого материала; титрование в кислой среде, на воздухе, а не в токе СО₂.

Реактивы

Для определения нужны: 20% соляная кислота (на 1 л берут 45,1 см³ соляной кислоты удельного веса 1,19), реактивы по списку (стр. 5): 1, 2, 3, 4, 5; бидестилли-

¹⁾ Если обесцвечивания не происходит, то в целях его достижения можно рекомендовать применять не 5, а 10 см³ раствора уксусно-кислой ртути. В этом случае постоянный коэффициент 2,5 при вычислении переходит в 3.

рованная вода¹⁾, вата, стеклянный порошок, ступка, воронки среднего и большого размера, большие стаканы, мерительные цилиндры на 500 см³, набор пипеток (0,5—10 см³), микробюретки (на 2—5 см³), бюретки, колбочки Эрленмейера вместимостью в 50—150 см³, ножницы, пинцеты, хорошие технические (аптекарские) весы; штативы для пипеток и бюреток.

Для определения витамина С в целых сухих плодах шиповника из средней пробы продукта берут около 70 г плодов, которые мелко растираются в ступке. Из полученной массы берут для анализа 2—3 навески около 20 г каждая [для отвешивания пользуются хорошими техническими (аптекарскими) весами].

Навески количественно переносятся в чистую ступку с заранее положенным туда стеклянным порошком (около 5 г) и растираются с ним возможно мелко²⁾ тщательно и осторожно в течение 10 минут при подливании небольшими порциями 300 см³ дистиллированной воды (комнатной температуры).

Полученную взвесь фильтруют³⁾ частично, так как фильтрование полностью вызвало бы лишнюю потерю времени, через слой ваты, вложенной в воронку, и из фильтрата берут (пипеткой) для титрования объем от 0,5 до 3 см³ в зависимости от активности исследуемого материала (что покажет первое, пробное, титрование).

Из пипетки фильтрат выливается в эрленмейеровскую колбу (вместимостью в 50—150 см³), куда заранее уже прилит 1 см³ 20% соляной кислоты, затем в колбу подливают столько дистиллированной воды, чтобы общий объем жидкости был точно равен 15 см³.

Содержимое колбы затем титруется (при легком встряхивании колбы) из микробюретки приблизительно 0,001 н раствором дихлорфенолиндофенола до появления слаборозовой окраски, удерживающейся не менее полминуты.

Титрование будет правильным только при том условии, если краски расходовалось не менее 1 см³ и не более 4 см³. Если в первом (пробном) титровании последнее выходит за указанные границы, необходимо соответственно увеличить или уменьшить навеску для

¹⁾ Для приготовления растворов щавелевокислого натрия.

²⁾ Семена обычно при этом полностью не размельчаются.

³⁾ Или центрифугируют.

анализа или изменить разведение. Продолжительность самого титрования не должна превышать 2 минут.

В том случае, когда фильтрат, подлежащий титрованию, является сильно окрашенным, что мешает, конечно, уловить появление розового окрашивания в конце титрования, и в то же время пробное титрование показало высокую активность шиповника, рекомендуется развести перед титрованием фильтрат вдвое или втрое водой, а затем уже поступать так, как сказано выше.

Если данные анализа целых сухих плодов шиповника должны быть отнесены путем перечисления к шиповнику, очищенному от волосков и семян, то необходимо знать его весовое количество. Для его определения поступают следующим образом: отвешивают 2—3 навески по 50 г целых плодов шиповника, очищают их при помощи пинцета, шпильки, ножниц и пр. от волосков и семян и затем взвешивают эти отходы; вес очищенного шиповника определяется по разности (вычисление см. ниже).

Когда анализу подвергаются не целые плоды шиповника, а плоды, уже очищенные, то процедура определения та же, что описана выше, за исключением того, что из средней пробы берут 2—3 навески не по 20, а по 10 г.

При необходимости анализировать не сушеный шиповник, а шиповник вяленый, который очень плохо растирается в ступке, не давая однородной массы, рекомендуется пропустить плоды шиповника предварительно через мясорубку; после этого обычно удается достигнуть хорошего размельчения плодов в ступке.

Вычисление результатов определения

Для расчета необходимо знать: 1) поправку «на титр» краски, 2) «поправку на цветность».

Вычисление ведется по формуле:
$$x = \frac{a \cdot k \cdot c}{b}$$
,

где x — число кубических сантиметров 0,001 н раствора индикатора, восстанавливаемых 1 г продукта; a — об'ем краски, употребленной при титровании; k — число, показывающее поправку на титр индикатора; c — число, выражающее разведение; b — об'ем фильтрата или центрифугата, взятого для титрования.

В том случае, если фильтрат был сильно окрашен и разведен перед титрованием вдвое или втрое водой, в формулу для вычисления, в числитель, следует внести и соответствующий добавочный множитель — 2 или 3.

Пример перечисления данных анализа целых плодов шиповника на очищенный шиповник: процентное содержание аскорбиновой кислоты в целых плодах шиповника равно 0,4. Из 50 г целых плодов шиповника получено при их очистке в среднем из трех навесок 27 г семян и волосков и 23 г очищенных плодов шиповника; отсюда содержание в последнем аскорбиновой кислоты равно:

$$\frac{0,4 \cdot 50}{23} = 0,87\%.$$

Описанный метод дает, по исследованию станции, оценку активности шиповника более высокую, в среднем — процентов на 10, чем та оценка, которая получается при применении метода Девятнина. Ввиду того что в ряде лабораторий может и не быть аналитических весов, необходимо организовать развешивание точных навесок щавелевокислого натрия в аптеках, лабораториях ВГСИ и др. для рассылки их затем по соответствующим лабораториям (всего должно быть прислано на год в каждую лабораторию 20—25 навесок).

УПРОЩЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА С В ИГЛАХ ХВОЙНЫХ

Упрощенный метод определения содержания витамина С в иглах хвойных¹⁾, разработанный Государственной контрольной витаминной станцией (может быть применен для ориентировочного определения витамина С и в других свежих растительных объектах).

Принципом метода является извлечение витамина С 2% HCl, тормозящей действие аскорбиназы (экстракция идет при растирании объекта в течение 10 минут в ступке с 2% HCl), и титрование полученного отфильтрованного экстракта (без предварительного применения каких-либо осадителей) в присутствии 1 см³ 2% HCl в объеме 15 см³ (объем слагается из объемов экстракта,

¹⁾ Независимо от станции этот метод разработан в Витаминном институте Наркомата пищевой промышленности и применяется для определения активности консервов и других объектов.

НС1 и дистиллированной воды). Титрование является законченным при появлении слабозеркального окрашивания, удерживающегося $\frac{1}{2}$ —1 минуту.

Навеска, растирание, разведение, титрование — см. указания в методе Девятнина. Формула для вычисления активности та же, что и в методе Девятнина, с исключением лишь из нее коэффициента 1,5.

ОБЩИЕ ЗАМЕЧАНИЯ

Можно рекомендовать применять метод Тильманса в тех случаях, когда производится ориентировочное определение активности свежих растительных объектов (например, во время экспедиций), а также при титровании чистых препаратов аскорбиновой кислоты.

Что же касается применения метода Девятнина, то, ввиду того что, как это уже было указано, активность объектов, определенных по этому методу, сходится по своей величине с той активностью, которая получена для данного объекта биологическим методом, этот метод можно рекомендовать применять как правило, за исключением нижеперечисленных случаев.

1. Молоко в картофель можно рекомендовать титровать не по методу Девятнина, а по методу Букина.

2. В некоторых случаях при титровании по методу Девятнина с применением сероводорода осадок сернистого свинца не отфильтровывается полностью и переходит в виде тонкой взвеси в экстракт (например, при анализе протертых супов, каш), что делает невозможным титрование экстракта; в такого рода случаях следует также прибегать к методу Букина; осадок сернистой ртути отфильтровывается полностью¹⁾.

3. При титровании интенсивно окрашенных объектов можно применять титрование как по измененному Государственной контрольной витаминной станцией методу Девятнина (ординарные или увеличенные количества раствора уксуснокислого свинца и CaCO_3 с одновременной обработкой сероводородом), так и по методу Букина.

Применение сероводорода при титровании по методу

¹⁾ В некоторых случаях возможно произвести титрование по методу Девятнина, применяя увеличенные количества раствора уксуснокислого свинца и CaCO_3 .

Девятнина является необходимым в следующих случаях.

1. При титровании свежих растительных объектов, за исключением тех, которые не содержат аскорбиназы (шиповник, цитрусовые и пр.).

2. При титровании объектов, подвергшихся хранению и давших снижение активности.

3. При титровании интенсивно окрашенных объектов.

Упрощенный метод определения витамина С в шиповнике можно рекомендовать в тех случаях, когда нет необходимости устанавливать точную оценку активности шиповника, а следует произвести отбор кондиционного (активного) от некондиционного сырья (в местах заготовок, на базах, в фабрично-заводских лабораториях и пр.).

Для разрешения встретившихся при применении этого руководства затруднений, следует обращаться по адресу: Москва, Погодинская, 10, Государственная контрольная витаминная станция Наркомздрава СССР.

ЛИТЕРАТУРА

1. Шейнкнер и Коростина. О химическом методе определения витамина С, 1935.

2. Шейнкнер, Скорый метод определения витамина С, сборник «Цыга и борьба с ней на севере», стр. 97, изд. Госгresta Дальстрой, 1935.

3. Tillmans и др., Zschr. Unters. d. Lebensmittel, 63, 1, 21, 241, 276 (1932).

4. Ярусова и Крамарова, Вопросы питания, VII (6), 93, 1938.

5. Бутом, Вопросы питания, VII (2), 126, 1938.

6. Девятнин, Вопросы питания, IV (4), 106, 1935.

7. Девятнин, Вопросы питания, V (5), 13, 1936.

8. Ярусова, Ефимова и др., Вопросы питания, VIII (3), 64, 1939.

9. Ярусова, Вопросы питания, V (4), 79, 1936.

10. Непгу и др., Biochem. Journ., 32, 85, 1938.

11. Букин и Мурри, Химические методы определения витамина С и А (карогина), Труды по прикладной ботанике, генетике и селекции, серия II, 11, 3, 1935.

12. Ярусова и Крамарова, Вопросы питания, VII (6), 89, 1938.

13. Ярусова, Вопросы питания, V (6), стр. 69, 1936.

Цена 60 коп

Обязат. экз.