МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 9648— 2013

СОРГО

Метод определения содержания таннинов

(ISO 9648:1988, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт зерна и продуктов его переработки» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИИЗ» Россельхозакадемии) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 7 июня 2013 г. № 43)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 299-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 9648—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9648:1988 «Сорго. Метод определения содержания таннинов» («Sorghum — Determination of tannin content», IDT).

Международный стандарт разработан Подкомитетом ISO TC 34/SC 4 «Зерновые» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51227—99 (ИСО 9648—88)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 1988 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Сущность метода . . . 1
4 Реактивы . . . 1
5 Аппаратура . . . 2
6 Отбор проб . . . 2
7 Подготовка пробы к анализу . . . 2
8 Проведение анализа . . . 2
9 Выражение результатов . . . 3
10 Прецизионность результатов анализа . . . 3
11 Протокол испытаний . . . 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам . . . 5
Библиография . . . 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СОРГО

Метод определения содержания таннинов

Sorghum. Determination of tannin content

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает универсальный метод определения содержания таннинов в зерне сорго. Метод не является специфическим только для одного отдельного типа полифенолов. Вместе с тем его эффективность подтверждена высокой отрицательной корреляцией, которая установлена в биологических опытах между энергией обмена веществ и результатами, полученными данным методом при использовании зерна сорго в качестве корма для кур.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 712:1985, Cereals and cereal products — Determination of moisture content (Routine reference method) [Зерновые и продукты из них. Определение содержания влаги (обычный контрольный метод)][1)]

ISO 950:1979, Cereals — Sampling (as grain) [Зерновые. Отбор проб (в зернах)]

3 Сущность метода

Сущность метода состоит в экстрагировании таннинов диметилформамидом, центрифугировании и последующем их извлечении путем добавления аммоний-железо (III) цитрата и аммиака к аликвотной части верхнего слоя жидкости и в спектрофотометрическом измерении оптической плотности полученного экстракта при длине волны 525 нм. Определение содержания таннинов проводят по градуировочному графику, построенному по дубильной кислоте.

4 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации ч. д. а. Используют дистиллированную воду или воду, соответствующую по чистоте дистиллированной.

4.1 Дубильная кислота, раствор концентрации 2 г/дм^3.

Поскольку качество дубильной кислоты оказывает определенное влияние на градуировочный график, то при сопоставлении результатов, полученных в разных лабораториях, рекомендуется использовать дубильную кислоту фирмы Merck (номер 773 по каталогу фирмы)[2)].

Приготовленный раствор можно хранить одну неделю.

4.2 Аммиак, раствор NH_3 концентрации 8,0 г/дм^3.

[1)] Заменен на ISO 712:2009.

[2)] Дубильная кислота фирмы Merck с каталожным номером 773 упомянута как пример коммерчески доступного препарата. Информация приведена для удобства пользователей настоящим стандартом и не накладывает обязательств использования данного продукта.

Издание официальное

4.3 Диметилформамид, раствор концентрации 75 % (по объему).

Помещают 75 см^3 диметилформамида в мерную колбу вместимостью 100 см^3. После охлаждения доводят до метки водой.

Внимание: Диметилформамид вреден для здоровья при вдыхании или контакте с кожей. Он также раздражает глаза.

4.4 Аммоний-железо (III) цитрат с содержанием железа от 17 % до 20 % (по массе), раствор концентрации 3,5 г/дм^3, приготовленный за 24 ч до использования.

Поскольку содержание железа в аммоний-железо (III) цитрате оказывает влияние на результаты анализа, это следует обязательно учитывать.

5 Аппаратура

При анализе используют следующую аппаратуру:

5.1 Механическую дробилку, обеспечивающую получение частиц, полностью проходящих через сито (5.2).

5.2 Сито с отверстиями размером 0,5 мм.

5.3 Центрифугу с фактором разделения 3000 g.

5.4 Пробирки для центрифугирования вместимостью около 50 см^3, с притертыми пробками, обеспечивающими герметичность закрывания.

5.5 Механическую мешалку с возвратно-поступательным движением или магнитную мешалку.

5.6 Механическую качалку для пробирок (типа Vortex).

5.7 Спектрофотометр с кюветами толщиной 10 мм, позволяющий проводить измерения при длине волны 525 нм.

5.8 Пипетки на 1, 5 и 20 см^3.

5.9 Пипетки градуированные на 5 и 10 см^3.

5.10 Пробирки размером 140 × 14 мм.

5.11 Колбы мерные вместимостью 20 см^3.

6 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ISO 950.

Зерно сорго, предназначенное для определения содержания таннинов, в высушенном виде можно хранить в течение 3 мес в защищенном от света месте.

7 Подготовка пробы к анализу

Из лабораторной пробы зерна сорго удаляют все посторонние примеси и измельчают зерно на механической дробилке (5.1) до получения частиц, полностью проходящих через сито (5.2). Продукт после измельчения тщательно перемешивают.

Так как таннины в измельченных продуктах быстрее окисляются, чем в целых, анализ рекомендуется проводить сразу же после измельчения.

Примечание — Измельченный продукт можно хранить в течение трех дней, если он защищен от света и высушен.

8 Проведение анализа

8.1 Определение влажности анализируемой пробы зерна

Влажность анализируемой пробы зерна определяют по ISO 712.

8.2 Навеска для анализа

Навеску анализируемой пробы зерна (см. раздел 7) массой около 1 г взвешивают с точностью ± 1 мг и помещают в пробирку для центрифугирования (5.4).

8.3 Метод определения

8.3.1 Пипеткой (5.8) отмеряют 20 см^3 раствора диметилформамида (4.3) и переносят в пробирку для центрифугирования. Герметично закрывают пробирку пробкой и перемешивают в течение (60 ± 1) мин на мешалке (5.5). Затем центрифугируют в течение 10 мин при 3000 g.

8.3.2 Отбирают пипеткой (5.8) 1 см^3 жидкости из верхнего слоя (8.3.1) и переносят ее в пробирку вместимостью 10 см^3 (5.10). Последовательно добавляют пипеткой 6 см^3 воды и 1 см^3 раствора аммиака (4.2), затем встряхивают на механической качалке (5.6) в течение 10 с.

8.3.3 Отбирают пипеткой (5.8) 1 см^3 жидкости из верхнего слоя (8.3.1) и переносят ее в пробирку вместимостью 10 см^3 (5.10). Последовательно добавляют пипеткой 5 см^3 воды и 1 см^3 раствора аммоний-железо (III) цитрата (4.4), встряхивают в течение 10 с на механической качалке (5.6), затем добавляют пипеткой 1 см^3 раствора аммиака (4.2) и снова встряхивают в течение 15 с на качалке (5.6).

8.3.4 Полученные в 8.3.2 и 8.3.3 растворы переносят в измерительные кюветы и через (10 ± 1) мин после завершения операций по 8.3.2 и 8.3.3 измеряют на спектрофотометре (5.7) оптическую плотность раствора при длине волны 525 нм, используя в качестве контрольного раствора дистиллированную воду.

За результат определения принимают разницу между двумя значениями оптической плотности, полученными при измерении опытного и контрольного растворов.

8.4 Количество определений

Из одной анализируемой пробы отбирают две навески и проводят два определения.

8.5 Построение градуировочного графика

Строят градуировочный график в день измерений, как описано ниже:

a) готовят шесть мерных колб или пробирок вместимостью 20 см^3 и градуированной пипеткой (5.9) помещают в них соответственно 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см^3 раствора дубильной кислоты (4.1). Доводят до метки раствором диметилформамида (4.3). Полученная таким образом градуировочная шкала соответствует содержанию дубильной кислоты 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг/см^3 соответственно;

b) в пробирки вместимостью 10 см^3 (5.10) отмеряют пипеткой по 1 см^3 каждого из этих растворов и последовательно добавляют пипеткой (5.8) по 5 см^3 воды и 1 см^3 раствора аммоний-железо (III) цитрата (4.4). Встряхивают в течение 10 с на качалке. Затем добавляют по 1 см^3 раствора аммиака (4.2) и снова встряхивают в течение 15 с на качалке (5.6).

Полученные таким образом растворы переносят в измерительные кюветы и через (10 ± 1) мин определяют на спектрофотометре оптическую плотность раствора при установленной длине волны 525 нм, используя в качестве контрольного раствора дистиллированную воду;

c) строят градуировочный график, откладывая значения оптической плотности на оси ординат, а соответствующие концентрации дубильной кислоты в миллиграммах на кубический сантиметр, в пределах градуировочной шкалы [перечисление a)], — на оси абсцисс.

Кривая не должна проходить через начало координат, и ее не следует корректировать с учетом нуля в выбранной шкале концентраций.

9 Выражение результатов

Массовую долю таннинов X, % (отношение массы дубильной кислоты к массе сухого вещества), вычисляют по формуле

$$X = \frac{2c}{m} \cdot \frac{100}{100 - H},$$

где c — концентрация дубильной кислоты в анализируемом растворе по градуировочному графику, мг/см^3 [8.5, перечисление c)];

m — масса навески, г (8.2);

H — влажность анализируемой пробы, % (8.1).

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух определений, при условии обеспечения допустимых норм расхождений по повторяемости, определяемых с помощью линейной интерполяции по таблице 1.

10 Прецизионность результатов анализа

Во Франции проведены межлабораторные испытания, в которых приняли участие девять лабораторий. Результаты восьми из них подвергнуты статистическому анализу. В каждой лаборатории проводилось по три измерения для одной и той же пробы. Результаты статистической обработки данных (по [1]) приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Содержание дубильной кислоты, % на сухое вещество

Параметры статистической обработки	Сорт Ардженс	Сорт НК 121	Сорт Султан
Среднеарифметическое значение	0,05	0,62	1,11
Среднеквадратическое отклонение повторяемости s_r	0,01	0,02	0,02
Коэффициент вариации повторяемости, %	21	3,3	1,9
Повторяемость, 2,8 s_r	0,03	0,06	0,06
Среднеквадратическое отклонение воспроизводимости s_R	0,02	0,03	0,07
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	44	4,8	6,1
Воспроизводимость, 2,8 s_R	0,06	0,08	0,19

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны использованный метод, изготовитель и каталожный номер использованной дубильной кислоты, а также полученные результаты. Должны быть отмечены все подробности проведения испытаний, не оговоренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, а также все случайные факторы, которые могут оказать влияние на результаты.

Протокол испытаний должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 712:1985	—	*, 1)
ISO 950:1979	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

1) Действует ГОСТ ISO 712—2015, идентичный ISO 712:2009.

Библиография

[1] ISO 5725:1986 Precision of test methods; Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests

УДК 633.174.001.4:006.354 МКС 67.060

Ключевые слова: сельскохозяйственные продукты, зерно сорго, химический анализ, таннины, содержание таннинов, градуировочный график, повторяемость, воспроизводимость результатов

Редактор *А.Е. Минкина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 12.11.2019. Подписано в печать 21.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru