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
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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)

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 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 9648:88 Sorghum — Determination of tannin content (Сорго. Метод определения содержания таннинов).

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

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации.

Степень соответствия — идентичная (IDT).

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

5 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.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2013

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 межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 5
Библиография 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СОРГО

Метод определения содержания таннинов

Sorghum. Determination of tannin content

Дата введения[1] — 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 приведенные ниже стандарты. На момент опубликования действуют указанные издания. Все стандарты подвергают пересмотру, и заинтересованные стороны рассматривают возможность применения самых последних изданий нижеприведенных стандартов.

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))

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].

[1] Дату введения стандарта в действие на территории присоединившихся государств устанавливают их национальные органы по стандартизации.

[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

Приготовленный раствор можно хранить одну неделю.

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

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 Механическая дробилка, обеспечивающая получение частиц, полностью проходящих через сито (5.2).

5.2 Сито с отверстиями размером 0,5 мм.

5.3 Центрифуга с фактором разделения 3000 g.

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

5.5 Механическая мешалка с возвратно-поступательным движением или магнитная мешалка.

5.6 Механическая качалка 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 (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 межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 712:1985 Cereals and cereal products — Determination of moisture content (Routine reference method)	—	*
ISO 950:1979 Cereals — Sampling (as grain)	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта или гармонизированный с ним национальный (государственный) стандарт страны, на территории которой применяется настоящий стандарт. Информация о наличии перевода данного международного стандарта в национальном фонде стандартов или в ином месте, а также информация о действии на территории страны соответствующего национального (государственного) стандарта может быть приведена в национальных информационных данных, дополняющих настоящий стандарт.

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 IDT

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 28.10.2013. Подписано в печать 13.11.2013. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 101 экз. Зак. 1332.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru