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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 15598— 2013

ЧАЙ

Метод определения содержания грубых волокон

(ISO 15598:1989, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

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 Некоммерческой организацией «Российская Ассоциация производителей чая и кофе "РОСЧАЙКОФЕ"» (Ассоциация «РОСЧАЙКОФЕ») на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 5 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Россия)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 25 марта 2013 г. № 55-П)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдовастандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2013 г. № 352-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 15598—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 15598:1989 Tea — Determination of crude fiber content (Чай. Метод определения содержания сырой клетчатки). В настоящем стандарте термин «сырая клетчатка» заменен на термин «грубые волокна».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (раздел 3.6).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO TC 34/SC 8 «Чай» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

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.

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

Степень соответствия — идентичная (IDT)

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, 2014

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 Термин и определение 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы 1
6 Оборудование 2
7 Отбор пробы 2
8 Подготовка пробы 2
9 Методика проведения анализа 3
10 Обработка результатов 4
11 Прецизионность 4
12 Протокол испытаний 4
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 6

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧАЙ

Метод определения содержания грубых волокон

Tea. Method for determination of crude fiber content

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли грубых волокон в чае.

2 Нормативные ссылки

Следующие ниже стандарты содержат положения, которые посредством ссылок в данном тексте составляют положения данного стандарта. На время публикации данного стандарта указанные издания были действующими. Все стандарты могут пересматриваться, и сторонам — участникам соглашения по настоящему стандарту рекомендуется проанализировать возможность применения последнего издания указанных ниже стандартов. Комитеты — члены ISO и IEC ведут указатели действующих международных стандартов.

ISO 1573:1980 Чай. Определение потери массы при температуре 103 °С

ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

3 Термин и определение

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание грубых волокон** (crude fibre content): Содержание в чае веществ, нерастворимых и сжигаемых в условиях, установленных данным стандартом.

Примечание — Выражается как массовая доля (в процентах) в пересчете на массу сухого продукта.

4 Сущность метода

Соответствующим образом измельченная проба последовательно обрабатывается кипящим раствором серной кислоты и раствором гидроксида натрия. Осадок отделяют фильтрацией, промывают, высушивают, взвешивают и озоляют. Содержание грубых волокон определяется как потеря массы при озолении.

5 Реактивы

5.1 Вода, соответствующая классу 3 по ИСО 3696.

5.2 Кислота серная, исходный раствор, c ($1/2H_2SO_4$) = (2,040 ± 0,040) моль/дм^3 (соответствует 100 г серной кислоты в 1 дм^3 водного раствора). Добавляют 275 см^3 концентрированной серной кислоты (ρ_{20} = 1,84 г/см^3) к воде, охлаждают и разбавляют дистиллированной водой до объема 5 дм^3.

Меры предосторожности — Следует защищать руки и лицо.

Издание официальное

5.3 Кислота серная, рабочий раствор, c ($1/2H_2SO_4$) = (0,255 ± 0,005) моль/дм^3 (соответствует 12,5 г серной кислоты в 1 дм^3 водного раствора). Разбавляют 125 см^3 исходного раствора серной кислоты (см. 5.2) дистиллированной водой до объема 1 дм^3.

5.4 Натрия гидроксид, исходный раствор, c(NaOH) = (2,504 ± 0,040) моль/дм^3 (соответствует 100 г гидроксида натрия в 1 дм^3 водного раствора). Растворяют 500 г гидроксида натрия в воде, охлаждают и разбавляют дистиллированной водой до объема 5 дм^3.

М е р ы п р е д о с т о р о ж н о с т и — Следует защищать руки и лицо.

5.5 Натрия гидроксид, рабочий раствор, c (NaOH) = (0,313 ± 0,005) моль/дм^3 (соответствует 12,5 г гидроокиси натрия в 1 дм^3 водного раствора). Разбавляют 125 см^3 исходного раствора гидроксида натрия (см. 5.4) дистиллированной водой до объема 1 дм^3.

5.6 1-Октанол (используется в качестве противовспенивающего средства).

5.7 Кислота соляная, водный раствор 1 % (об.). Разбавляют 10 см^3 концентрированной соляной кислоты (ρ_{20} = 1,19 г/см^3) дистиллированной водой до объема 1 дм^3.

5.8 Этанол минимальной чистоты 95 % (об.).

5.9 Ацетон.

6 Оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование, в частности:

6.1 Мельница лабораторная центрифужного или ударного типа, снабженная ситом с размером ячейки 1 мм.

6.2 Конические колбы вместимостью 1 дм^3 с цилиндрическим горлом (или шлифом, если предполагается использование обратного холодильника).

6.3 Дозатор, предназначенный для дозирования 200 см^3 горячей жидкости.

6.4 Колбонагреватель для конических колб вместимостью 1 дм^3.

6.5 Пальцевые холодильники, совместимые с горлом конических колб вместимостью 1 дм^3 (или обратные холодильники, если предполагается использование колб со шлифом).

6.6 Колбы Бюхнера, снабженные резиновыми адаптерами и воронками Хартли для бумажных фильтров диаметром 12,5 см, а также воронками-адаптерами для тиглей из пористого стекла вместимостью 70 см^3.

6.7 Тигли из пористого стекла пористостью N 1 или P 160 (размер пор 100—160 мкм), диаметром 40 мм и вместимостью 70 см^3.

6.8 Лабораторная вентилируемая печь, обеспечивающая поддержание температуры (103 ± 2) °С.

6.9 Муфельная печь, обеспечивающая поддержание температуры (550 ± 10) °С.

6.10 Эксикатор, содержащий абсорбент.

6.11 Бумажные беззольные фильтры диаметром 12,5 см, пористость от 20 до 25 мкм.

П р и м е ч а н и е — Фильтры Whatman N 541 были признаны подходящими*.

7 Отбор пробы

Необходимо, чтобы полученная проба была репрезентативной и не была изменена или повреждена при хранении и транспортировании.

Процедура отбора пробы настоящим стандартом не регламентируется. Рекомендуемый метод отбора проб — по ИСО 1839.

8 Подготовка пробы

С помощью мельницы (см. 6.1) пробу измельчают для ее прохождения через сито с размером ячейки 1 мм.

---

* Фильтры Whatman N 541 являются примером подходящей продукции, имеющейся в продаже. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта и не является одобрением данной продукции со стороны ИСО.

9 Методика проведения анализа

Примечание — Если необходимо убедиться в том, что удовлетворено требование к повторяемости (см. 11.2), проводят два анализа в соответствии с 9.1—9.3 при соблюдении условия повторяемости.

9.1 Определение массовой доли сухого вещества

Рассчитывают массовую долю вещества (w_D) исходя из массовой доли влаги, определенной по потере массы части пробы (см. раздел 8) при 103 °С в соответствии с ИСО 1573.

9.2 Навеска для анализа

В коническую колбу вместимостью 1 дм^3 (см. 6.2) с точностью ±0,001 г отвешивают от 2 до 3 г пробы (см. раздел 8). Записывают массу m_0.

9.3 Определение содержания грубых волокон

9.3.1 В колбу, содержащую пробу (см. 9.2), с помощью дозатора (см. 6.3) добавляют 200 см^3 рабочего раствора серной кислоты (см. 5.3), отмеренного при комнатной температуре и доведенного до кипения.

Меры предосторожности — Следует избегать разбрызгивания кипящей кислоты. Следует защищать руки и лицо.

9.3.2 Добавляют две-три капли противовспенивающего средства (см. 5.6), присоединяют к горлу колбы холодильник (см. 6.5) и доводят раствор до кипения в течение 2 мин с помощью колбонагревателя (см. 6.4). Кипятят раствор в течение 30 мин, периодически вращая колбу для перемешивания содержимого и возвращения в раствор частиц, прилипающих к стенкам.

9.3.3 Готовят колбу Бюхнера (см. 6.6) и воронку Хартли с влажным бумажным фильтром (см. 6.11).

9.3.4 По завершении кипячения в воронку на фильтр наливают тонким слоем кислотную вытяжку с осадком (см. 9.3.2) и фильтруют под вакуумом.

Процесс фильтрации должен быть завершен в течение 10 мин. В противном случае повторяют испытание с использованием пробы меньшей массы.

9.3.5 Колбу промывают двумя порциями по 50 см^3 кипящей воды, которую фильтруют через тот же фильтр.

9.3.6 С помощью дозирующего устройства (см. 6.3) осадок с фильтра смывают в исходную коническую колбу емкостью 1 дм^3, используя 200 см^3 кипящего рабочего раствора гидроксида натрия (см. 5.5), отмеренного при комнатной температуре и доведенного до кипения.

Меры предосторожности — Следует избегать разбрызгивания кипящей щелочи.

9.3.7 Добавляют две или три капли противовспенивающего средства (см. 5.6) и кипятят в течение 30 мин по той же процедуре, что и в случае обработки пробы кислотой (см. 9.3.2).

Приведенные периоды времени должны строго соблюдаться.

9.3.8 Используя кипящую воду, переносят осадок в тигель из пористого стекла (см. 6.7), закрепленный в колбе Бюхнера с воронкой-адаптером, под вакуумом.

9.3.9 Осадок в тигле последовательно промывают порциями примерно по 50 см^3 кипящей воды, раствора соляной кислоты (см. 5.6) и снова кипящей воды. Затем промывают осадок два раза этанолом (см. 5.7) и три раза ацетоном (см. 5.8).

9.3.10 Выдерживают тигель с осадком в лабораторной печи (см. 6.8) при температуре 103 °С в течение 2 ч. Охлаждают в эксикаторе (см. 6.10) и взвешивают с точностью ±0,001 г. Снова помещают тигель в лабораторную печь и нагревают в течение 1 ч. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Процедуру повторяют до тех пор, пока разница между результатами двух последовательных взвешиваний не составит не более 0,001 г.

Примечание — Допускается нагревание тигля с содержимым проводить в течение ночи.

Записывают массу m_1.

9.3.11 Тигель с высушенным осадком помещают в муфельную печь (см. 6.9) и выдерживают при температуре 550 °С не менее 1 ч. Охлаждают в эксикаторе (см. 6.10) и взвешивают с точностью ±0,001 г. Записывают массу m_2.

10 Обработка результатов

Содержание грубых волокон w, массовая доля (в процентах), приведенная к содержанию сухого вещества в пробе, вычисляют по формуле

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100 \cdot \frac{100}{w_D},$$

где m_1 — масса тигля с осадком после высушивания (см. 9.3.10), в граммах;
m_2 — масса тигля с осадком после прокаливания в печи (см. 9.3.11), в граммах;
m_0 — масса пробы, в граммах;
w_D — содержание сухого вещества в пробе (см. 9.1), выраженное как массовая доля, в процентах.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний для определения прецизионности метода приведены в Приложении А. Значения, полученные в результате других межлабораторных испытаний, могут отличаться от указанных.

11.2 Повторяемость

Абсолютное значение разности результатов двух независимых испытаний, проведенных с использованием одного и того же метода и на одном и том же испытуемом материале в одной и той же лаборатории на одном и том же оборудовании одним и тем же оператором в течение небольшого промежутка времени, не должно превышать значений предела повторяемости r, приведенных в таблице А.1, более чем в 5 % испытаний.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное значение разности результатов двух независимых испытаний, проведенных с использованием одного и того же метода на одном и том же испытуемом материале в различных лабораториях на различном оборудовании разными операторами, не должно превышать значений предела воспроизводимости R, приведенных в таблице А.2, более чем в 5 % испытаний.

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:
- информацию, необходимую для идентификации пробы;
- информацию о методе отбора пробы;
- информацию о методе испытания со ссылкой на настоящий стандарт;
- детали испытания, не установленные в данном стандарте или считающиеся необязательными, а также подробности всех обстоятельств, которые могут повлиять на результат;
- результаты испытаний или полученный окончательный результат, если проводилась проверка повторяемости.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

В межлабораторных испытаниях, проведенных в 1994 г. под эгидой Международной организации стандартизации, были получены результаты (оцененные в соответствии с ИСО 5725*), которые приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 — Значения пределов повторяемости и воспроизводимости

Показатели	Чай черный				
	1	2	3	4	5
Количество лабораторий	11	11	11	11	11
Количество принятых результатов	11	11	11	11	11
Среднее содержание грубых волокон, %	28,63	9,67	18,95	22,85	9,35
Стандартное отклонение повторяемости, S_r	0,4338	0,2341	0,2728	0,2143	0,1537
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,50	2,42	1,44	0,94	1,64
Предел повторяемости, r (=2,8 S_r)	1,2146	0,6555	0,7638	0,5998	0,4305
Стандартное отклонение воспроизводимости, S_R	1,1032	0,6746	1,2354	1,1855	0,5401
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	3,85	6,98	6,52	5,19	5,77
Предел воспроизводимости, R (=2,8 S_R)	3,0890	1,8888	3,4591	3,3195	1,5123

* Для определения показателей прецизионности использовался в настоящее время отмененный ИСО 5725:1986.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 1573:1980 Чай. Определение потери массы при температуре 103 °С	—	*
ISO 3696:1987 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний	—	*
ISO 1839:1980 Чай. Отбор проб	—	*
ISO 1578:1975 Чай. Метод определения щелочности золы, растворимой в воде	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.		

Библиография

[1] ИСО 1839:1980 Чай. Отбор проб
[2] ИСО 5725:1986 Точность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний

УДК 663.95:006.354 МКС 67.140.10 IDT

Ключевые слова: чай, метод определения содержания грубых волокон

Редактор *И.С. Лепилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 05.03.2014. Подписано в печать 25.03.2014. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,84. Тираж 99 экз. Зак. 542.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru