ГОСТ Р 51277—99
(ИСО 9648—88)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОРГО

Метод определения содержания таннинов

Издание официальное

БЗ 2—98/221

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом зерна и продуктов его переработки (ВНИИЗ)

ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 2 «Зерно, продукты его переработки и маслосемена»

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 13 мая 1999 г. № 162

3 Настоящий стандарт, кроме раздела 2, представляет собой аутентичный текст ИСО 9648:1988 «Сорго. Определение содержания таннинов»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1999

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОРГО

Метод определения содержания таннинов

Sorghum.
Determination of tannin content

Дата введения 2000—01—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. Его эффективность подтверждена высокой отрицательной корреляцией, которая наблюдается между энергией обмена веществ, установленной в биологических опытах при использовании зерна сорго в качестве корма для кур, и результатами, полученными данным методом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты.

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29143—91 (ИСО 712—85) Зерно и зернопродукты. Определение влажности (рабочий контрольный метод)

ГОСТ Р 50436—92 (ИСО 950—79) Зерновые. Отбор проб зерна

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 раствора при длине волны в 525 нм. Определение содержания таннинов проводят по градуировочному графику, построенному по дубильной кислоте.

4 Реактивы

Все реактивы должны быть квалификации чистый для анализа 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 фирменному каталогу)*.

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 емкостью 100 см^3. Разбавляют водой и после охлаждения доводят до метки.

В н и м а н и е: 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, то 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 (приблизительно 3000 g).

5.4 Пробирки для центрифугирования емкостью 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 в 525 нм.

5.8 Пипетки 1, 5 и 20 см^3 по ГОСТ 29227.

5.9 Пипетки градуированные 5 и 10 см^3 по ГОСТ 29227.

5.10 Пробирки типа П1 по ГОСТ 25336.

5.11 Колбы мерные 20 см^3 по ГОСТ 1770.

6 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 50436.

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 быстро окисляются, анализ рекомендуется проводить сразу же после измельчения.

П р и м е ч а н и е — Измельченный продукт можно хранить в течение 3 дней, если он защищен от света и высушен.

*Дубильная кислота фирмы «Merck» с каталожным номером 773 упомянута как пример коммерчески доступного препарата. Информация приведена для удобства пользования настоящим стандартом и не должна рассматриваться как реклама упомянутого продукта.

8 Проведение анализа

8.1 Определение влажности анализируемой пробы зерна

Влажность анализируемой пробы зерна определяют по ГОСТ 29143.

8.2 Навеска для анализа

Берут навеску анализируемой пробы зерна (раздел 7) массой около 1 г, взвешивают с погрешностью ±1 мг и помещают в пробирку для центрифугирования (5.4).

8.3 Проведение анализа

8.3.1 Пипеткой (5.8) отмеряют 20 $см^3$ раствора диметилформамида (4.3) 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 (5.10). Последовательно туда же добавляют пипеткой 6 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора аммиака (4.2), а затем встряхивают на 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 (5.10) Последовательно туда же добавляют пипеткой 5 $см^3$ воды и 1 $см^3$ раствора аммоний-железо (III) цитрата (4.4), встряхивают в течение 10 с на 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.

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:

а) готовят шесть мерных колб емкостью по 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 калибровочная шкала соответствует содержанию дубильной кислоты 0; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 и 0,5 мг/$см^3$;

б) в пробирки (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 длине волны 525 нм, используя в качестве контрольного раствора дистиллированную воду.

в) строят градуировочный график, откладывая значения поглощения на ординате, а соответствующие концентрации дубильной кислоты в миллиграммах на кубический сантиметр (в пределах калибровочной шкалы) — на абсциссе.

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

9 Обработка результатов анализа

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

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

где c — концентрация дубильной кислоты, найденная для испытываемого раствора по градуировочному графику, мг/$см^3$ (8.5в);

m — масса навески, г (8.2);

H — влажность анализируемой пробы (8.1).

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух определений, при условии обеспечения допустимых норм расхождении по сходимости, определяемых с помощью линейной интерполяции по таблице 1.

Таблица 1 — Процентное содержание дубильной кислоты на сухое вещество

Проба	Сорт Ардженс	Сорт НК 121	Сорт Султан
Среднее арифметическое значение	0,05	0,62	1,11
Среднее квадратичное отклонение сходимости (s_1)	0,01	0,02	0,02
Коэффициент вариации сходимости, %	21	3,3	1,9
Сходимость (d)	0,03	0,06	0,06
Среднее квадратичное отклонение воспроизводимости (s_2)	0,02	0,03	0,07
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	44	4,8	6,1
Воспроизводимость (D)	0,06	0,08	0,19

10 Сходимость, воспроизводимость анализов

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 приведены в таблице 1.

11 Отчет о результатах анализа

В отчете о результатах анализа должны быть указаны использованный метод, изготовитель и каталожный номер использованной дубильной кислоты, а также полученные результаты. Должны быть отмечены все оперативные детали, не оговоренные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, а также все случайные факторы, которые могут оказать влияние на результаты.

Отчет должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

УДК 633.174.001.4:006.354 ОКС 65.020.20 С19 ОКСТУ 9109

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

Редактор *Т.П. Шашина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 19.05.99. Подписано в печать 08.07.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,63.
Тираж 333 экз. С 3286. Зак. 555.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru