ГОСТ 19885—74

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧАЙ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ТАНИНА И КОФЕИНА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2009

gost.e-ecolog.ru

УДК 663.951.8:543.06:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧАЙ

Методы определения содержания танина и кофеина

ГОСТ 19885—74

Tea. Methods for determination of tannin and caffeine content

МКС 67.140.10

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 25 июня 1974 г. № 1539 дата введения установлена

01.07.75

Постановлением Госстандарта СССР от 27.10.92 № 1461 снято ограничение срока действия

Настоящий стандарт распространяется на черный, зеленый и желтый (натуральный концентрат чая) нерасфасованный и расфасованный байховый чай, зеленый кирпичный и черный плиточный чай и устанавливает методы определения содержания танина и кофеина.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 1936—85.
(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ТАНИНА

2.1. Сущность метода

Метод основан на окислении танина чая марганцовокислым калием при участии индигокармина в качестве индикатора.

2.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Для проведения испытания используют следующие аппаратуру, реактивы и растворы:
колбы плоскодонные вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;
колбы для фильтрования под вакуумом вместимостью 250 или 500 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;
цилиндры измерительные вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;
воронки Бюхнера № 3 и 4 по ГОСТ 9147—80;
чаши выпарительные вместимостью 850 $см^3$ по ГОСТ 9147—80;
бюретки вместимостью 25 $см^3$;
пипетки вместимостью 10 и 25 $см^3$;
палочки стеклянные;
насос Комовского или водоструйный насос;
баню водяную;
калий марганцовокислый ($KMnO$) по ГОСТ 20490—75, 0,1 н. раствор;
бумагу фильтровальную лабораторную по ГОСТ 12026—76;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77;
воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (июль 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1978 г., январе 1980 г. (ИУС 9—78, 2—80)

© Издательство стандартов, 1974
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

раствор индигокармина; готовят следующим образом: 1 г мелко растертого чистого препарата индигокармина растворяют в 50 см^3 химически чистой концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см^3); объем доводят до 1000 см^3, постепенно вливая раствор в дистиллированную воду, и затем фильтруют через складчатый фильтр;

весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104—88*;

гомогенизатор типа 302 ПНР;

марлю по ГОСТ 9412—93.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. *Первый способ*

2,5 г предварительно измельченной навески чая, взятой из средней пробы, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 250 см^3, приливают 200 см^3 кипящей дистиллированной воды и ставят на водяную баню. Экстракцию ведут в течение 45 мин. Экстракт фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера в колбу вместимостью 500 см^3, фильтрат переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки.

2.3.2. *Второй способ*

2,5 г навески чая, взятой из средней пробы, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г, помещают в сосуд гомогенизатора вместимостью 400 см^3, приливают 250 см^3 кипящей дистиллированной воды и гомогенизируют в течение 2 мин при 12,0 тыс. об/мин. Часть экстракта (не менее 15 см^3) фильтруют через четырехслойную марлю.

2.3.3. Влажность чая определяют по ГОСТ 1936—85.

2.3.1—2.3.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

2.4. Проведение испытания

Пипеткой отбирают 10 см^3 экстракта и помещают в выпарительную чашу, добавляют 750 см^3 водопроводной воды, 25 см^3 раствора индигокармина и титруют 0,1 н. раствором марганцовокислого калия при постоянном перемешивании стеклянной палочкой. Синяя окраска при этом постепенно переходит через сине-зеленую, темно- и светло-зеленую, желто-зеленую в желтую золотистого оттенка.

Конец реакции определяют по исчезновению зеленого оттенка и появлению чистого желтого цвета. Затем подсчитывают количество 0,1 н. раствора марганцовокислого калия в кубических сантиметрах, израсходованное на окисление танина.

Аналогичным образом устанавливают количество марганцовокислого калия, израсходованное на титрование раствора воды и индигокармина.

2.5. Обработка результатов

Количество танина (A_1) в процентах определяют по формуле

$$A_1 = \frac{(a - a_1) \cdot 0{,}004157 \cdot v \cdot 100}{v_1 \cdot m},$$

где a — количество 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованное на окисление танина, см^3;

a_1 — количество 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, израсходованное на титрование раствора воды и индигокармина, см^3;

0,004157 — количество танина, окисляемое 1 см^3 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, г;

v — количество полученного экстракта чая, см^3;

v_1 — количество экстракта чая, взятое для испытания, см^3;

m — масса навески абсолютно сухого чая, г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5 % для $P = 0{,}95$.

Если результат анализа примерно равен значению нормы содержания танина для соответствующего вида чая, то необходимо проведение двух дополнительных определений. В этом случае за результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,7 % для $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

---

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

3. МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КОФЕИНА

3.1. Сущность метода

Метод основан на быстром извлечении хлороформом кофеина из предварительно нагретого и обработанного водным аммиаком материала.

3.2. Аппаратура, реактивы, растворы

Для проведения испытания используют следующие аппаратуру, реактивы и растворы:

колбы плоскодонные вместимостью 100 и 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

колбы мерные вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770—74;

баню водяную;

воронки делительные цилиндрические вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336—82;

холодильник змеевиковый обычный по ГОСТ 25336—82;

бумагу фильтровальную по ГОСТ 12026—76;

вату медицинскую гигроскопическую по ГОСТ 5556—81;

песок кварцевый;

аммиак водный по ГОСТ 3760—79;

хлороформ медицинский;

квасцы алюмокалиевые по ГОСТ 4329—77;

вазелин медицинский по ГОСТ 3582—84;

калия гидрат окиси (кали едкое), 25 %-ный раствор;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, 2 %-ный раствор;

тиосульфат натрия по ГОСТ 27068—86, 0,1 н. раствор;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, 10%-ный раствор;

йод металлический по ГОСТ 4159—79, 0,1 н. раствор;

весы лабораторные по ГОСТ 24104—2001.

3.3. Подготовка к испытанию

2,5 г предварительно измельченной навески чая, взятой из средней пробы, с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г, помещают в колбу вместимостью 250 $см^3$, прибавляют 6 г кварцевого песка и перемешивают.

Одновременно определяют влажность чая в соответствии с требованиями ГОСТ 1936—85.

3.3, 3.4. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.4. Проведение испытания

3.4.1. Колбу ставят на кипящую водяную баню на 2 мин, затем прибавляют 10—15 $см^3$ 25 %-ного раствора аммиака до полного смачивания материала. Через 5 мин прибавляют 90 $см^3$ хлороформа и кипятят с обратным холодильником в течение 15 мин.

После охлаждения жидкость фильтруют через вату в колбу вместимостью 250 $см^3$, содержащую 0,6 г алюмокалиевых квасцов в порошке и 2 г вазелина. Оставшийся после экстракции материал промывают семь раз, используя для этого 30 $см^3$ хлороформа, после чего хлороформ сливают в колбу, содержащую квасцы и вазелин.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.4.2. Обесцвеченную жидкость фильтруют через смоченную водой вату в делительную воронку вместимостью 250 $см^3$, а колбу промывают три раза водой по 10 $см^3$, которую сливают через ту же вату и в ту же делительную воронку.

К собранной в делительной воронке жидкости добавляют 3 $см^3$ 25 %-ного раствора едкого кали, 10—15 капель 2 %-ного раствора марганцовокислого калия, 30 $см^3$ хлороформа и взбалтывают в течение 3 мин (в случае образования эмульсии увеличивают количество хлороформа).

3.4.3. Хлороформ сливают через смоченный этим же раствором фильтр в колбу и взбалтывание жидкости в делительной воронке повторяют еще три раза, беря каждый раз по 20 $см^3$ хлороформа. Хлороформ отгоняют, остаток в колбе растворяют в 5 $см^3$ 10 %-ного раствора серной кислоты, профильтровывают через маленький бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$. Колбу с остатком кофеина промывают еще три раза 5 $см^3$ 10 %-ного раствора серной кислоты, которую фильтруют через тот же фильтр в ту же колбу.

Затем прибавляют 25 $см^3$ 0,1 н. раствора йода, содержимое колбы доливают до метки дистиллированной водой, хорошо перемешивают и оставляют в прохладном месте на 20—30 мин до полного осаждения периодида.

3.4.4. Йодный раствор осторожно фильтруют через небольшой кусочек ваты в сухую колбу вместимостью 100 см^3 (фильтрат должен быть прозрачным), причем первые порции фильтрата отбрасывают. 25 см^3 фильтрата титруют 0,1 н. раствором тиосульфата натрия.

3.5. Обработка результатов

Содержание кофеина (D) в процентах определяют по формуле

$$D = \frac{(a - 2b) \cdot 0{,}00485 \cdot 100}{m},$$

где a — количество 0,1 н. раствора йода, взятое для испытания, см^3;

b — количество 0,1 н. раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование избытка йода, см^3;

0,00485 — количество кофеина, соответствующее 1 см^3 0,1 н. раствора йода, г;

m — масса навески абсолютно сухого чая.

За результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,5 % для $P = 0{,}95$.

Если результат анализа примерно равен значению нормы содержания кофеина для соответствующего вида чая, то необходимо проведение двух дополнительных определений. В этом случае за результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,7 % для $P = 0{,}95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

gost.e-ecolog.ru