
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 танинов

(ISO 9648:1988, IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2013

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 (Sorgho. 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

© Стандартиформ, 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 |

СОРГО

Метод определения содержания танинов

Sorghum. Determination of tannin content

Дата введения¹⁾ — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает универсальный метод определения содержания танинов 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 подвергаются 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 танинов 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 танинов 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/дм³.

Поскольку качество дубильной кислоты оказывает определенное влияние на градуировочный график, то при сопоставлении результатов, полученных в разных лабораториях, рекомендуется использовать дубильную кислоту фирмы «Мегск» (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 «Мегск» с каталожным номером 773 упомянута как пример коммерчески доступного препарата. Информация приведена для удобства пользователей настоящим стандартом и не накладывает обязательств использования данного продукта.

Приготовленный раствор можно хранить одну неделю.

4.2 Аммиак, раствор NH_3 концентрации 8,0 г/дм³.

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

Помещают 75 см³ диметилформамида в мерную колбу вместимостью 100 см³. 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/дм³, 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 см³, 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 см³.

5.9 Пипетки градуированные на 5 и 10 см³.

5.10 Пробирки размером 140 × 14 мм.

5.11 Колбы мерные вместимостью 20 см³.

6 Отбор проб

Отбор проб проводят в соответствии с ISO 950.

Зерно сорго, предназначенное для определения содержания танинов, 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 танины в измельченных продуктах быстрее окисляются, чем в целых, анализ рекомендуется проводить сразу же после измельчения.

П р и м е ч а н и е — 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 см³ 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 см³ жидкости из верхнего слоя (8.3.1) и переносят ее в пробирку вместимостью 10 см³ (5.10). Последовательно добавляют пипеткой 6 см³ воды и 1 см³ раствора аммиака (4.2), затем встряхивают на механической качалке (5.6) в течение 10 с.

8.3.3 Отбирают пипеткой (5.8) 1 см³ жидкости из верхнего слоя (8.3.1) и переносят ее в пробирку вместимостью 10 см³ (5.10). Последовательно добавляют пипеткой 5 см³ воды и 1 см³ раствора аммоний-железо (III) цитрата (4.4), встряхивают в течение 10 с на механической качалке (5.6), затем добавляют пипеткой 1 см³ 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:

а) готовят шесть мерных колб или пробирок вместимостью 20 см³ и градуированной пипеткой (5.9) помещают в них соответственно 0, 1, 2, 3, 4 и 5 см³ 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/см³ соответственно;

б) в пробирки вместимостью 10 см³ (5.10) отмеряют пипеткой по 1 см³ каждого из этих растворов и последовательно добавляют пипеткой (5.8) по 5 см³ воды и 1 см³ раствора аммоний-железо (III) цитрата (4.4). Встряхивают в течение 10 с на качалке. Затем добавляют по 1 см³ 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.

с) 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 а)], — 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/см³ [8.5, перечисление с)];

m — масса навески, г (8.2);

H — влажность анализируемой пробы, % (8.1).

За результат анализа принимают среднееарифметическое 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.

Т а б л и ц а 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_p | 0,01 | 0,02 | 0,02 |
| Коэффициент вариации повторяемости, % | 21 | 3,3 | 1,9 |
| Повторяемость, $2,8 s_p$ | 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) | — | * |
| <p>* 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.</p> | | |

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, танины, содержание танинов, градуировочный график, повторяемость, воспроизводимость результатов

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

Сдано в набор 28.10.2013. Подписано в печать 13.11.2013. Формат 60×64^{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.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Палин пер., 8.