ГОСТ 28553—90
(ИСО 5498—81)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧАЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЫРОЙ КЛЕТЧАТКИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2008

УДК 663.951.001.4:006.354 Группа Н59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧАЙ

Метод определения сырой клетчатки

Tea. Method for determination of crude fibre

ГОСТ 28553—90 (ИСО 5498—81)

МКС 67.140.10

Дата введения 01.05.91

Настоящий стандарт распространяется на черный и зеленый байховый чай и устанавливает метод определения массовой доли сырой клетчатки.

Сырая клетчатка — это общая сумма нерастворимых веществ, остающихся после кислотной и щелочной обработки и способных к озолению.

1. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на кипячении измельченной пробы чая с раствором серной кислоты определенной концентрации, фильтрации и промывании нерастворимого осадка, последующем кипячении остатка с раствором гидроокиси натрия, фильтрации, промывании, сушке, взвешивании нерастворимого остатка и определении потери массы при прокаливании.

2. ОТБОР ПРОБ

Для анализа используют измельченную пробу чая с известным содержанием сухих веществ, отобранную и подготовленную по ГОСТ 28550.

3. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (130 ± 2) °С.

Плитка электрическая с регулируемым нагревом.

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры (550 ± 25) °С.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104*.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стакан В-2-600 ТС по ГОСТ 25336.

Колба К-1-500 ТС по ГОСТ 25336.

Колба П-1-500 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-3-300 ХС или ХШ-3-400 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка ВФ-1-100 ХС по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом 1-1000 по ГОСТ 25336.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или насос вакуумный.

Цилиндр 1-250 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-250-34 ТС или Кн-2-500-34 ТС по ГОСТ 25336.

Пинцет.

Палочка стеклянная.

Тигель Гуча по ГОСТ 9147.

Асбест по ГОСТ 12871.

Фильтр из обеззоленной фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026 или фильтр из тонкой ткани (имеющей по расчету плотность 18 волокон толщиной 0,42 мм на 1 см).

Бумага индикаторная лакмусовая.

Кальций хлористый плавленый по НТД.

* С 1 июля 2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1990
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2005
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2008

Противовспенивающие средства: кусочки неглазированного фарфора, стеклянные шарики или диски из спрессованного стеклянного волокна.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а. или х. ч.; раствор с массовой долей 1,25 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор с массовой долей 1,25 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а. или х. ч., раствор с массовой долей 1 %.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Эфир этиловый технический по НТД.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

4. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

4.1. Подготовка тигля Гуча

Тигель Гуча, содержащий тонкий, но плотный слой асбеста, взвешивают и прокаливают в муфельной печи при температуре (550 ± 25) °С, повторяя эту процедуру до тех пор, пока разность между результатами двух последующих взвешиваний составит не более 0,001 г.

4.2. Подготовка фильтрующего устройства

Фильтр из ткани или обеззоленной фильтровальной бумаги вкладывают в воронку и слегка смачивают водой. Воронку присоединяют к колбе с тубусом, колбу подсоединяют к насосу. При включении насоса фильтр должен плотно присосаться к воронке.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

5.1. Обработка кислотой

Навеску исследуемого продукта массой 2,5 г взвешивают с погрешностью не более 0,001 г, помещают в стакан вместимостью 600 см^3, приливают 200 см^3 раствора серной кислоты, предварительно нагретого до температуры 95—100 °С. Уровень жидкости отмечают восковым карандашом на внешней стенке стакана. Сверху на стакан помещают конденсор (круглодонную колбу вместимостью 500 см^3, наполненную холодной водой). Стакан нагревают, регулируя нагрев таким образом, чтобы довести раствор до кипения в течение 2 мин, и затем кипятят на медленном огне в течение (30 ± 1) мин, периодически перемешивая содержимое для возвращения в раствор частиц, прилипающих к стенкам стакана. При необходимости добавляют противовспенивающие средства. Во избежание изменения концентрации раствора уровень жидкости в стакане следует поддерживать постоянным, осторожно доливая до метки кипящую дистиллированную воду. По истечении 30 мин нагрев прекращают. Конденсор снимают, в стакан добавляют 50 см^3 холодной дистиллированной воды и быстро отделяют нерастворившийся осадок под вакуумом через заранее подготовленное фильтрующее устройство. Для этого раствор из стакана осторожно с помощью стеклянной палочки переносят на фильтр. Стакан ополаскивают горячей водой температурой 95—100 °С порциями по 50 см^3 и промывают этой водой осадок на фильтре. Промывание осадка продолжают до нейтральной реакции фильтрата, определяемой по лакмусовой бумаге. Выделение и промывание осадка должно быть проведено не более чем за 30 мин.

При использовании для обработки кислотой устройства, состоящего из плоскодонной колбы и холодильника, навеску продукта помещают в плоскодонную колбу вместимостью 500 см^3, приливают 200 см^3 раствора серной кислоты, затем колбу присоединяют к обратному холодильнику. Далее анализ проводят, как указано выше.

5.2. Обработка гидроокисью натрия

Промытый осадок возвращают с фильтра в стакан и добавляют 200 см^3 раствора гидроокиси натрия, предварительно нагретого до температуры 95—100 °С. Сверху на стакан помещают конденсор и далее поступают, как указано в п. 5.1. После добавления холодной воды раствор фильтруют через предварительно подготовленный тигель Гуча. Для этого тигель Гуча при помощи воронки и пробки вставляют в колбу с тубусом, соединенную с насосом, и проводят фильтрование при отсасывании. Затем стакан промывают горячей водой температурой 95—100 °С, этой же водой промывают осадок в тигле Гуча, после чего промывают раствором соляной кислоты и снова водой. Промывание проводят до тех пор, пока в промывной воде не исчезнет кислота по пробе на лакмусовую бумагу. После этого осадок в тигле Гуча промывают этиловым спиртом и этиловым эфиром, применяя отсасывание для удаления растворителей.

5.3. Сушка

Тигель Гуча высушивают в сушильном шкафу при температуре (130 ± 2) °С в течение 1 ч, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Повторяют эту процедуру до тех пор, пока разность между двумя последующими взвешиваниями составит не более 0,001 г.

5.4. Озоление

После сушки до постоянной массы тигель Гуча помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре (550 ± 25) °С до постоянной массы, то есть периодически охлаждают в эксикаторе, и взвешивают. Озоление считают законченным, когда разность между двумя последующими взвешиваниями составит не более 0,001 г.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.1. Массовую долю сырой клетчатки (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot (m_2 - m_3)}{m_1} \cdot \frac{100}{R_s},$$

где m_2 — масса тигля с высушенным осадком до озоления, г;

m_3 — масса тигля с золой после озоления, г;

m_1 — масса навески, г;

R_s — массовая доля сухих веществ в анализируемой пробе, %, определенная по ГОСТ 25550.

6.2. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,4 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-производственным объединением по чаю, субтропическим культурам и чайной промышленности и Всесоюзным научно-исследовательским и проектно-конструкторским институтом по проблемам хранения материалов и товаров

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.05.90 № 1104

3. Стандарт полностью соответствует международному стандарту ИСО 5498—81

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 1770—74	3	ГОСТ 12026—76	3
ГОСТ 3118—77	3	ГОСТ 12871—93	3
ГОСТ 4204—77	3	ГОСТ 18300—87	3
ГОСТ 4328—77	3	ГОСТ 24104—88	3
ГОСТ 6709—72	3	ГОСТ 25336—82	3
ГОСТ 9147—80	3	ГОСТ 28550—90	2; 6.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2005 г.

Переиздание (по состоянию на июнь 2008 г.)

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Подписано в печать 21.07.2008. Формат 60×84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 104 экз. Зак. 961.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано в Калужской типографии стандартов
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.