ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53989— 2010

СЫРЬЕ ЭФИРОМАСЛИЧНОЕ ТРАВЯНИСТОЕ И ЦВЕТОЧНОЕ

Методы отбора проб, определения влаги и примесей

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2011

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и задачи стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Научно-исследовательский центр «Кубаньагростандарт» (АНО «НИЦ «Кубаньагростандарт»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 178 «Свежие фрукты, овощи и грибы, продукция эфиромасличных, лекарственных, орехоплодных культур и цветоводства»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2010 г. № 562-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2011

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 Термины и определения 2
4 Методы отбора проб 2
5 Методы определения влаги 3
6 Методы определения примесей 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СЫРЬЕ ЭФИРОМАСЛИЧНОЕ ТРАВЯНИСТОЕ И ЦВЕТОЧНОЕ

Методы отбора проб, определения влаги и примесей

Essential oil floral and herbal raw material.
Methods of sampling, moisture and impurities determination

Дата введения — 2012—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сырье эфиромасличное травянистое и цветочное (далее — сырье) и устанавливает методы отбора проб, определения влаги и примесей.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (повторяемость и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р 53043—2008 Продукция и сырье эфирномасличное, травянистое и цветочное. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 53593—2009 Продукция и сырье эфиромасличное, травянистое и цветочное. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 4153—93 Секаторы. Технические условия

ГОСТ 5774—76 Вазелин конденсаторный. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 21239—93 (ИСО 7741—86) Инструменты хирургические. Ножницы. Общие требования и методы испытаний

ГОСТ 21240—89 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

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

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 53043.

4 Методы отбора проб

4.1 Отбор проб. Выделение проб и навесок

4.1.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 II класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,002 г.

Секатор по ГОСТ 4153.

Ножницы по ГОСТ 21239.

Линейка по ГОСТ 427.

4.1.2 Из партии сырья отбирают точечные пробы, из которых составляют объединенную пробу.

Точечные пробы сырья отбирают вручную в процессе разгрузки каждой транспортной единицы (ящик, мешок, пакет или транспортное средство) из пяти мест (по углам и в центре) из трех слоев: верхнего, среднего и нижнего. Точечные пробы должны быть примерно одинаковые по массе.

4.1.3 Перед выделением навесок для анализа производят сокращение объединенной пробы. Пробы сырья сокращают вручную.

Способ сокращения проб зависит от вида сырья. Объединенную пробу разравнивают на чистой гладкой влагонепроницаемой поверхности равномерным по толщине слоем в виде квадрата и делят по диагонали на четыре треугольника, если сырьем являются цветки или листья, или делят пополам, если сырьем являются целые растения, ветви, соцветия. Сырье из двух противоположных треугольников (цветки, листья) или из половины квадрата (целые растения, ветви, соцветия) составляют в среднюю пробу. При этом осыпавшуюся примесь и мелкие частицы сырья тщательно собирают и включают в среднюю пробу.

4.1.4 Среднюю пробу снабжают этикеткой с указанием даты и часа отбора, наименования сырья, наименования поставщика, массы партии и без задержки передают в лабораторию для анализа.

4.1.5 Аналитическую пробу выделяют из средней так же, как среднюю пробу из объединенной.

4.1.6 Навески для анализов выделяют как из аналитической, так и из средней пробы в зависимости от вида сырья и определяемого показателя.

Навески для определения примесей и посторонней влаги выделяют из средней пробы.

Навеску для определения влажности сырья, состоящего из цветков и/или листьев, выделяют из средней пробы. Для сырья, представляющего целые растения и/или ветки и/или соцветия растений, навеску выделяют из аналитической пробы.

4.1.7 Рекомендуемые массы точечной, объединенной, средней, аналитической проб и навесок для выполнения анализов различных видов сырья указаны в таблице 1.

Таблица 1

Наименование сырья	Масса, г						
	Точечная проба	Объединенная проба	Средняя проба	Аналитическая проба	Навеска для определения		
					влажности	посторонней влаги	примесей
Роза эфирномасличная	150	2250	1100	20	5	100	200
Азалия	150	2250	1100	20	5	100	200
Анис	300	4500	2250	20	5	100	1000
Базилик эвгенольный	350	5250	2600	20	5	200	1000
Бархатцы отмеченные	350	5250	2600	20	5	200	1000
Герань	400	6000	3000	40	5	500	2000
Котовник закавказский	400	6000	3000	40	5	500	2000
Лаванда настоящая	300	4500	2250	20	5	100	1000

Окончание таблицы 1

Наименование сырья	Масса, г						
	Точечная проба	Объединенная проба	Средняя проба	Аналитическая проба	Навеска для определения		
					влажности	посторонней влаги	примесей
Лавр благородный	300	4500	2250	20	5	100	1000
Ладанник	300	4500	2250	20	5	100	1000
Мята перечная (целые растения)	400	6000	3000	40	5	500	2000
Мята перечная. Листья обмолоченные	20	300	150	20	5	—	50
Полынь лимонная	400	6000	3000	40	5	500	2000
Розмарин	300	4500	2250	20	5	100	1000
Табак (отходы при выращивании листа табака)	20	300	150	20	5	—	50
Укроп	400	6000	3000	20	5	500	2000
Фенхель	350	5250	2600	20	5	200	1000
Фиалка	150	2250	1100	20	5	100	200
Шалфей мускатный	350	5250	2600	20	5	200	1000
Эвкалипт	300	4500	2250	20	5	100	1000

4.1.8 Аналитическую пробу и навески для определения влажности выделяют сразу же после отбора средней пробы, после чего из средней пробы выделяют навески для определения примесей.

4.1.9 Аналитическую пробу сырья, представляющего собой целые растения и/или ветви и/или соцветия растений, перед выделением навесок для определения влажности измельчают секатором на отрезки длиной 2—3 см. Измельчение производят в прохладном помещении (при температуре воздуха не выше 22 °С) непосредственно перед проведением анализов во избежание потерь эфирного масла.

4.1.10 Навеску для определения влажности в сырье, состоящем из цветков и/или листьев, выделяют из средней пробы без измельчения способом, применяемым для сокращения объединенной пробы.

5 Методы определения влаги

5.1 Определение массовой доли посторонней влаги

5.1.1 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и выделение навесок проводят в соответствии с разделом 4.

5.1.2 Средства измерений и материалы

Весы лабораторные высокого класса точности (II) с пределом абсолютной погрешности ± 0,02 г.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

5.1.3 Проведение анализа

5.1.3.1 Для определения посторонней влаги навеску сырья взвешивают, при этом масса навески определяется в соответствии с таблицей 1, помещают слоем толщиной 1—2 см между двумя половинками согнутого листа фильтровальной бумаги и промокают влагу с поверхности сырья. Эту операцию повторяют, помещая сырье в сухую фильтровальную бумагу, до полного удаления влаги с его поверхности. Затем навеску сырья вновь взвешивают с записью результата до первого десятичного знака. Проводят два параллельных определения.

5.1.3.2 Массовую долю посторонней влаги W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m} 100, \quad (1)$$

где m — масса навески сырья до удаления влаги, г;

m_1 — масса навески сырья после удаления влаги, г.

Вычисление массовой доли посторонней влаги проводят с точностью до второго десятичного знака.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, округленное до первого десятичного знака.

5.2 Определение влажности

5.2.1 Сущность метода

Метод определения влажности основан на высушивании сырья до постоянной массы и определении потерь массы из-за испарения гигроскопической влаги и летучих веществ.

5.2.2 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и выделение навесок проводят в соответствии с разделом 4.

5.2.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 II класса точности с пределами абсолютной погрешности ± 0,002 г.

Шкаф сушильный лабораторный электрический с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры (140 ± 2) °С.

Бюксы металлические или стеклянные диаметром 25—40 мм, высотой 35—60 мм с крышкой.

Термометр по ГОСТ 28498.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Щипцы тигельные.

Чашка Петри по ГОСТ 25336.

Скальпель по ГОСТ 21240.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Вазелин конденсаторный по ГОСТ 5774.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

5.2.4 Условия выполнения измерений

5.2.4.1 Для обеспечения точности определения нельзя допускать заметных колебаний температуры, скопления испарений влаги в шкафу. Шкаф должен быть снабжен терморегулятором с точностью ± 2 °С.

5.2.4.2 Сухой хлористый кальций, используемый в эксикаторе, следует не менее одного раза в месяц прокаливать в фарфоровой чашке до превращения его в аморфную массу.

5.2.4.3 Пришлифованные края крышки эксикатора смазывают тонким слоем вазелина.

5.2.5 Проведение анализа

5 г сырья помещают в бюксы, предварительно высушенные в сушильном шкафу до постоянной массы и взвешенные вместе с крышками. Результаты взвешиваний записывают в граммах до третьего десятичного знака.

Бюксы с навесками сырья вместе со снятыми с них крышками помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры 140 °С.

Высушивание сырья проводят в течение 1 ч. Не допускается прерывать незавершенную сушку, помещая в шкаф новые бюксы.

Бюксы с высушенными навесками вынимают из шкафа тигельными щипцами, быстро закрывают крышками и переносят в эксикатор для охлаждения не менее чем на 30 мин.

После охлаждения и взвешивания бюксы с навеской сырья и снятыми крышками вновь помещают в сушильный шкаф на 30 мин и проводят повторное высушивание, затем снова вынимают бюксы, охлаждают в эксикаторе не менее 30 мин и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до третьего знака. Так повторяют до достижения бюксами постоянной массы, т. е. до тех пор, пока расхождение между результатами двух последующих взвешиваний будет не более 0,01 г.

Проводят четыре параллельных определения.

5.2.6 Обработка результатов

Влажность сырья W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m - m_2} 100, \quad (2)$$

где m — масса бюксы с навеской до высушивания, г;

m_1 — масса бюксы с навеской после высушивания, г;

m_2 — масса предварительно высушенной бюксы, г.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов четырех параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-1, если выполняется условие

$$(X_{max} - X_{min}) \le CR_{0,95(4)}, \quad (3)$$

где X_{max} — максимальный результат определения влажности, %;

X_{min} — минимальный результат определения влажности, %;

$CR_{0,95(4)}$ — значение критического диапазона при $n = 4$ и $P = 0,95$, приведенное в таблице 2, %.

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных в разных лабораториях в соответствии с приведенной методикой (т. е. в каждой лаборатории выполняют по четыре измерения), должно удовлетворять следующему условию:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{0,95}, \quad (4)$$

где $\overline{X}_1$, $\overline{X}_2$ — среднеарифметические значения результатов определений влажности, полученных в двух разных лабораториях (по четыре определения в каждой лаборатории), %;

$CD_{0,95}$ — значение критической разности для двух среднеарифметических значений результатов измерений при $P = 0,95$ и $n_1 = n_2 = 4$, приведенное в таблице 2, %.

Окончательный результат округляют до первого десятичного знака.

5.2.7 Оформление результатов измерений

Результат анализа представляют в виде

$$\overline{X} \pm \Delta \quad \text{при} \quad P = 0,95,$$

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

Δ — значение границ абсолютной погрешности измерений, приведенное в таблице 2, %.

5.2.8 Метрологические характеристики метода

Метрологические характеристики метода определения влажности сырья при $P = 0,95$ приведены в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерения влажности, %	Границы абсолютной погрешности $\pm \Delta$, %	Критический диапазон $CR_{0,95(4)}$, %	Критическая разность $CD_{0,95}$, $n_1 = n_2 = 4$, %
От 5 до 50 включ.	1,5	1,00	2,00
Свыше 50 до 70	3,0	2,00	4,00

6 Методы определения примесей

6.1 Отбор и подготовка проб

Отбор проб и выделение навесок проводят в соответствии с разделом 4.

6.2 Средства измерений и вспомогательные материалы

Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228 II класса точности с пределами абсолютной погрешности ± 0,01 г.

Секатор по ГОСТ 4153.

Ножницы по ГОСТ 21239.

Линейка по ГОСТ 427.

Набор сит с отверстиями диаметром 1 и 3 мм.

Пинцет.

Шпатель.

6.3 Определение содержания сорной примеси и примеси других эфиромасличных растений

6.3.1 Содержание сорной примеси определяют в средней пробе сырья путем первоначального просеивания через набор сит и последующего выделения вручную. Сорную примесь взвешивают на весах с записью результата до первого десятичного знака.

6.3.2 Примеси других эфиромасличных растений выделяют из навески вручную, взвешивают на весах с записью результата до первого десятичного знака.

6.3.3 Массовую долю сорной примеси и массовую долю примесей других эфиромасличных растений вычисляют в процентах с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

6.4 Определение содержания эфиромасличной примеси данного растения

6.4.1 Характеристика и состав эфиромасличной примеси данного растения — по ГОСТ Р 53593.

6.4.2 Из навески сырья после определения сорной примеси и примеси других эфиромасличных растений вручную выбирают отдельно по видам эфиромасличные примеси данного растения и взвешивают примеси на весах с записью результата до первого десятичного знака (при массе примеси 500 г и менее) или с записью результата в целых числах (при массе примеси более 500 г).

6.4.3 Для сырья, имеющего полумутовки, соцветия укладывают пучком таким образом, чтобы нижние неложные полумутовки были на одном уровне. Затем отмеривают 10 см от неложных полумутовок вниз (в сторону корня) и отрезают стебли ножницами или секатором. После этого из пучка соцветий выбирают листья, части стеблей и присоединяют их к отрезанным стеблям. В результате получают примесь листьев и стеблей.

Из пучка соцветий, освобожденного от примеси листьев и стеблей, выделяют отдельно другие виды эфиромасличной примеси данного растения, характеристика которых приведена в ГОСТ Р 53593.

6.4.4 Для сырья, не имеющего полумутовок, от соцветий растений отрезают части стебля с листьями, включая верхнюю пару черешковых листьев, и добавляют к ним черешковые листья и части стебля, попавшие в навеску. В результате получают примесь листьев и стеблей.

Из оставшейся части навески выделяют отдельно другие виды эфиромасличной примеси данного растения, характеристика которых приведена в ГОСТ Р 53593.

6.4.5 Обработка результатов

Содержание каждого вида примесей $X_п$, %, вычисляют по формуле

$$X_п = \frac{m_п \cdot 100}{m}, \qquad (5)$$

где $m_п$ — масса данного вида примесей в навеске, г;

m — масса навески сырья, г.

Вычисления проводят до второго десятичного знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака. Проводят два параллельных определения.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости

$$|X_1 - X_2| \le r, \qquad (6)$$

где X_1, X_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

r — предел повторяемости при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ (см. таблицу 3).

Расхождение между результатами двух независимых определений, полученных в разных лабораториях в соответствии с приведенной методикой, должно удовлетворять следующему условию:

$$|\overline{X}_1 - \overline{X}_2| \le CD_{0.95}, \qquad (7)$$

где $\overline{X}_1, \overline{X}_2$ — среднеарифметические значения результатов определений влажности, полученных в двух разных лабораториях (по два определения в каждой лаборатории), %;

$CD_{0.95}$ — критическая разность для двух среднеарифметических значений (см. таблицу 3), %.

6.4.6 Оформление результатов измерений

Оформление результатов измерений проводят аналогично 5.2.6.

6.4.7 Метрологические характеристики метода

Пределы повторяемости, критическая разность и границы абсолютной погрешности метода определения примесей при $P = 0{,}95$ приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений примесей, %	Границы абсолютной погрешности ± Δ, %	Предел повторяемости r, %	Критическая разность $CD_{0,95}$, %
0,5 и менее	0,3	0,2	0,4
0,6—1,0	0,4	0,4	0,8
1,1—2,0	0,7	0,6	1,0
2,1—3,0	0,8	0,8	1,2
3,1—4,0	1,0	1,0	1,4
4,1—5,0	1,2	1,2	1,6
5,1—6,0	1,4	1,4	2,0
6,1—7,0	1,5	1,6	2,2
7,1—8,0	1,8	1,8	2,6
8,1—9,0	2,1	2,0	3,0
9,1—10,0	2,6	2,2	3,7
10,1—15,0	3,4	3,0	4,8
15,1—25,0	3,6	3,8	5,2

УДК 633.81.001.4:006.354 ОКС 67.220.10 С29 ОКСТУ 9726

Ключевые слова: сырье эфиромасличное травянистое и цветочное, отбор проб, посторонняя влага, влажность, сорная примесь, примеси данного растения, примесь других эфиромасличных растений

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 11.10.2011. Подписано в печать 28.10.2011. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 216 экз. Зак. 1021.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru