МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
31776—
2012**

ПЕРГА

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пчеловодства» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИП Россельхозакадемии) и Обществом с ограниченной ответственностью «Аналитический центр «Апис»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 15 ноября 2012 г. № 42)

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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1511-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31776—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2013 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53408—2009

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ИЗДАНИЕ (август 2020 г.) с Изменением № 1 (ИУС 12—2017)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2020

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 Термины и определения 3
4 Технические требования 3
5 Правила приемки 5
6 Методы контроля 6
6.1 Отбор проб 6
6.2 Определение внешнего вида, цвета, пораженности восковой молью, наличия посторонних примесей 6
6.3 Определение запаха и вкуса 6
6.4 Определение массовой доли воды 7
6.5 Определение показателя окисляемости 8
6.6 Определение водородного показателя (pH) 9
6.7 Определение массовой доли флавоноидных соединений (в пересчете на рутин) 10
6.8 Определение массовой доли сырого протеина 12
6.9 Определение массовой доли воска 14
7 Транспортирование и хранение 16
8 Требования охраны окружающей среды 16
9 Требования безопасности 16
Библиография 17

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПЕРГА

Технические условия

Beebread. Specifications

Дата введения — 2013—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пергу — продукт, произведенный пчелами из пыльцевой обножки, уложенной в ячейки сотов и залитой медом (далее — перга).

Требования, обеспечивающие безопасность продукта, изложены в 4.1.3, требования к качеству продукта — в 4.1.1—4.1.3, требования к маркировке — в 4.3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 8.579 Государственная система обеспечения единства измерений. Требования к количеству фасованных товаров при их производстве, фасовании, продаже и импорте

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ 177 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 5717.2 Банки стеклянные для консервов. Основные параметры и размеры

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 11354 Ящики из древесины и древесных материалов многооборотные для продукции пищевых отраслей промышленности и сельского хозяйства. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13358 Ящики дощатые для консервов. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 23285 Пакеты транспортные для пищевых продуктов и стеклянной тары. Технические условия

ГОСТ 23308 Шкафы вытяжные радиохимические. Общие технические требования

ГОСТ 23932 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

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

ГОСТ 25629 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 26927 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26929 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

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

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30178 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30538 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 31266[1)] Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ 32161 Продукты пищевые. Метод определения содержания цезия Cs-137

ГОСТ 32163 Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90

ГОСТ 32164 Продукты пищевые. Метод отбора проб для определения стронция Sr-90 и цезия Cs-137

ГОСТ 34033 Упаковка из картона и комбинированных материалов для пищевой продукции. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ ISO 21571[2)] Продукция пищевая. Методы анализа для обнаружения генетически модифицированных организмов и производных продуктов. Экстрагирование нуклеиновых кислот

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

[1)] На территории Российской Федерации не действует.

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 21571—2014 «Продукты пищевые. Методы анализа для обнаружения генетически модифицированных организмов и полученных из них продуктов. Экстракция нуклеиновых кислот».

ГОСТ ИСО 5725-1[1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6[2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (*www.easc.by*) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 25629, ГОСТ ИСО 5725-1.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

4 Технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Перга в сотах и извлеченная из сотов должна соответствовать требованиям [1] и [2], а также требования настоящего стандарта.

4.1.2 Перга по органолептическим и физико-химическим показателям должна соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические и физико-химические показатели продукта

Наименование показателя	Характеристика и нормы
Внешний вид	Перга, извлеченная из сотов, может быть в виде шестигранных гранул, повторяющих форму ячеек сотов. Перга в сотах в виде восковых сот с ячейками, заполненными гранулами.
Цвет	От темно-желтого до светло-желтого
Поражение восковой молью	Не допускается
Механические примеси	Не допускаются
Запах	Характерный медово-пыльцевой
Вкус	Кисло-сладкий, слегка горьковатый
Массовая доля воды, %, не более	18,0
Окисляемость, с, не более	23,0
Концентрация водородных ионов (pH) водного раствора массовой долей 2 %, не менее	3,0
Массовая доля флавоноидных соединений (в пересчете на рутин), %, не менее*	0,5
Массовая доля сырого протеина, %, не менее*	18,0
Массовая доля воска, %, не более*	5,0

* К безводному веществу перги.

[1)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

[2)] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

4.1.3 Содержание токсичных элементов, пестицидов и радионуклидов в перге не должно превышать норм, установленных [1] и [2].

4.1.1—4.1.3 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4.1.4 На пергу должно быть ветеринарное свидетельство, подтверждающее благополучие места выхода продукции.

4.1.5 В перге не допускается присутствие пыльцы ГМО организмов. Обнаружение пыльцы ГМО организмов проводят по ГОСТ ISO 21571.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.2 Упаковка

4.2.1 Пергу фасуют и упаковывают в чистую, сухую, прочную, без постороннего запаха, плотно закрывающуюся тару по ГОСТ 5717.2.

Допускается упаковка в другую потребительскую тару, изготовленную из материалов, обеспечивающих сохранность и качество продукта и разрешенных к применению в установленном порядке.

4.2.2 Пределы допустимых отрицательных отклонений массы продукта в одной упаковочной единице от номинальной — по ГОСТ 8.579.

4.2.3 Стеклянную тару с пергой упаковывают в транспортные пакеты по ГОСТ 23285 и транспортную тару по ГОСТ 11354, ГОСТ 13358, ГОСТ 34033.

4.2.4 Пергу, предназначенную для транспортирования в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4.2.5 Потребительская и транспортная упаковка, упаковочные материалы, контактирующие с пергой, должны соответствовать требованиям [3].

4.2.6 Упаковка и материалы, используемые для упаковывания и укупоривания продукта, должны соответствовать требованиям [3], документов, в соответствии с которыми они изготовлены, и обеспечивать сохранность качества и безопасности продуктов при их транспортировании, хранении и реализации.

4.2.5, 4.2.6 **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

4.3 Маркировка

4.3.1 Маркирование каждой единицы потребительской тары с пергой осуществляется любым способом, обеспечивающим четкое ее обозначение, с указанием на этикетке или непосредственно на потребительской таре:

- наименования продукта;
- наименования и местонахождения изготовителя [юридический адрес, включая страну, и, при несовпадении с юридическим адресом, адрес(а) производств(а)];
- наименования организации на территории государства, принявшего стандарт, уполномоченной изготовителем на принятие претензий от потребителя на ее территории (при наличии);
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- массы нетто;
- энергетической ценности;
- условий и срока хранения;
- даты изготовления и расфасовки продукта;
- обозначения настоящего стандарта;
- информации о подтверждении соответствия.

4.3.2 Маркировка транспортной тары — по ГОСТ 14192, в соответствии с [4], с нанесением манипуляционных знаков: «Хрупкое. Осторожно», «Верх», «Беречь от влаги».

Каждая упаковочная единица должна иметь ярлык с указанием:

- наименования продукта;
- наименования организации-изготовителя (и юридический адрес, включая страну);
- товарного знака изготовителя (при наличии);
- числа упаковочных единиц;
- номера партии;
- массы брутто и нетто;
- даты изготовления, расфасовки (упаковки);
- условий хранения;
- срока годности;

- обозначения настоящего стандарта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3.3 Маркировка продукта, помещенного в транспортную упаковку, должна быть нанесена на русском языке и на государственном(ых) языке(ах) государства — члена Таможенного союза.

4.3.4 Пергу в сотах и извлеченную из сотов, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, маркируют по ГОСТ 15846.

4.3.3, 4.3.4 **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5 Правила приемки

5.1 Пергу принимают партиями. Партией считают любое количество перги одной даты изготовления, упакованной в однородную тару, одновременно предъявленной на испытания и приемку, оформленной одним удостоверением качества.

5.2 В удостоверении качества указывают:

- дату выдачи и номер удостоверения качества;
- наименование продукта;
- наименование и местоположение предприятия-изготовителя, упаковщика, экспортера, импортера продукта; товарный знак изготовителя (при наличии);
- дату (день, месяц, год) изготовления и упаковки;
- массу брутто и нетто продукта в партии;
- номер партии;
- число мест в партии;
- срок хранения;
- условия хранения;
- органолептические и физико-химические показатели качества по настоящему стандарту и фактические;
- энергетическую ценность продукта;
- обозначение настоящего стандарта.

Удостоверение качества подписывают ответственные лица предприятия-изготовителя с указанием должности и заверяют оригинальной печатью.

5.3 Порядок и периодичность контроля за содержанием токсичных элементов, пестицидов, радионуклидов, микробиологических показателей в перге устанавливает изготовитель в программе производственного контроля, утвержденной в установленном порядке.

5.4 Для проверки соответствия перги требованиям настоящего стандарта от каждой партии продукта проводят выборку в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Число отбираемых упаковочных единиц (банок)

Число упаковочных единиц в партии (банок)	Число отбираемых упаковочных единиц (банок), не менее
1	1
2	2
3—20	3
21—30	4
31—40	5
41—60	6
61—80	8
Св. 80	10

5.5 Из каждой упаковочной единицы из разных мест отбирают потребительскую тару в количестве, зависящем от массы нетто продукта в ней и указанном в таблице 3.

Таблица 3 — Число отбираемых единиц потребительской тары

Масса нетто продукта в потребительской таре, г	Число отбираемых единиц потребительской тары, шт., не менее
Не более 50	20
100	10
150	7
200	5
250; 300	4
350; 450	3
Не менее 500	2

5.6 Выборку проводят от партии перги, упакованной в неповрежденную тару.

5.7 От каждой отобранной единицы потребительской тары шпателем равномерно отбирают пробу перги массой не менее 10 г.

5.8 Все пробы объединяют, тщательно перемешивают и составляют объединенную пробу. Масса объединенной пробы перги должна быть не менее 100 г.

Объединенную пробу делят на две части, каждая массой не менее 50 г, упаковывают по 4.2.1. Одну часть передают в лабораторию для анализа, другую парафинируют и хранят, как указано в 7.2, до окончания срока хранения перги на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта. На каждую единицу наклеивают этикетку с указанием реквизитов по 4.3.1.

5.9 Статистический анализ результатов проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

5.9.1 За окончательный результат испытаний по каждому показателю принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предел повторяемости *r* по ГОСТ ИСО 5725-6.

При превышении предела повторяемости *r* проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6.

5.9, 5.9.1 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

5.9.2 Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости *R*. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

5.9.3 При неудовлетворительных результатах испытаний хотя бы по одному из показателей проводят повторно испытания на удвоенном количестве выборок, взятом от той же партии перги.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

5.10 Результат испытаний оформляют протоколом.

6 Методы контроля

6.1 Отбор проб

Отбор проб — в соответствии с 5.4.

6.2 Определение внешнего вида, цвета, пораженности восковой молью, наличия посторонних примесей

Внешний вид, цвет, пораженность восковой молью, наличие посторонних примесей оценивают визуально при естественном дневном освещении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.2.1, 6.2.1.1 **(Исключены, Изм. № 1).**

6.3 Определение запаха и вкуса

Запах и вкус определяют органолептически.

6.4 Определение массовой доли воды

6.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.4.1.1 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.4.1.2 Шкаф вакуумный сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева до 100 °С, с погрешностью измерений ± 2 °С с вакуум-насосом, обеспечивающим остаточное давление 80 кПа.

6.4.1.3 Шкаф сушильный СЭШ-3М, обеспечивающий поддержание заданного режима нагрева до 150 °С, с погрешностью измерений ± 2 °С.

6.4.1.4 Термометры ртутные лабораторные по ГОСТ 28498, диапазон измерения от 0 °С до 200 °С с ценой деления шкалы ± 1 °С.

6.4.1.5 Эксикатор по ГОСТ 23932 с кальция хлоридом, обезвоженным.

6.4.1.6 Стаканчики СН-60/14 для взвешивания по ГОСТ 25336 или бюксы металлические того же размера.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных

6.4.2 Проведение испытания

Открытый стеклянный стаканчик для взвешивания (или металлическую бюксу) с помещенной рядом крышкой высушивают в вакуумном сушильном шкафу при температуре (80 ± 2) °С или в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 1 ч, после чего вынимают, закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе до (20 ± 2) °С в течение 40—60 мин. В подготовленный стаканчик (бюксу) отвешивают (0,2500 ± 0,0001) г перги, распределяя равномерным слоем. Открытый стаканчик (или бюксу) с продуктом и крышку рядом с ним ставят в вакуумный сушильный шкаф при температуре (80 ± 5) °С и давлении $87{,}7 \cdot 10^3$ до $93{,}0 \cdot 10^3$ или в сушильный шкаф при температуре (105 ± 5) °С и сушат не менее 3 ч. Затем стаканчик (или бюксу) с продуктом закрывают крышкой, ставят в эксикатор над хлористым кальцием, охлаждают в течение 1 ч, взвешивают с отсчетом показания до четвертого десятичного знака и снова сушат.

Каждое последующее высушивание проводят в течение 40—60 мин. Высушивание, охлаждение и взвешивание продолжают до постоянной массы. Постоянную массу считают достигнутой, если разница между двумя последующими взвешиваниями не превышает 0,001 г.

6.4.3 Обработка и представление результатов

6.4.3.1 Массовую долю воды W, %, в испытуемом продукте вычисляют по формуле

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_2}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса навески до высушивания, г;

m_2 — масса навески после высушивания, г;

100 — постоянный коэффициент.

6.4.3.2 Статистический анализ результатов проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

6.4.3.3 За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}05\ \overline{W}$ по ГОСТ ИСО 5725-6.

6.4.3.4 Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}1\ \overline{W}$ по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.4.3.2—6.4.3.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.4.3.5 Погрешность результатов испытаний (± Δ) не должна превышать ± 0,05 $\overline{W}$, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.4.3.6 Результат испытаний представляют в виде значения целого числа, округленного до десятых долей.

6.5 Определение показателя окисляемости

6.5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.5.1.1 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,0001 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.5.1.2 Секундомер.

6.5.1.3 Воронки ВД-1-250 ХС, ВД-1-500 ХС или в исполнениях 2, 3 по ГОСТ 25336.

6.5.1.4 Колбы Кн-1-25-24-29 ТСХ по ГОСТ 25336.

6.5.1.5 Колбы мерные 2-1000-1 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

6.5.1.6 Бюретки 1-1-50 или 1-2-50 по ГОСТ 29251.

6.5.1.7 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

6.5.1.8 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч., раствор концентрации 0,1 моль/см^3.

6.5.1.9 Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор с массовой долей 20 %.

6.5.1.10 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962, раствор с массовой долей 96 %.

6.5.1.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных

6.5.2 Подготовка к испытанию

6.5.2.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/см^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят (3,200 ± 0,001) г марганцовокислого калия, растворяют в 700—800 см^3 дистиллированной воды, объем доводят до метки. Раствор переносят в темную склянку и выдерживают до 10—15 дней.

Раствор годен в течение 3 мес.

6.5.2.2 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 700 см^3 дистиллированной воды и (124,00 ± 0,01) см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 и объем доводят дистиллированной водой до метки.

6.5.3 Проведение испытания

Навеску перги массой (0,7000 ± 0,0001) г помещают в химический стаканчик вместимостью 50 см^3, наливают (20,00 ± 0,01) см^3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды и перемешивают в течение 3—5 мин стеклянной палочкой, 2 см^3 раствора переносят в другой химический стакан вместимостью 50 см^3 и добавляют (1,00 ± 0,01) см^3 раствора серной кислоты по 6.5.2.2. Раствор перемешивают плавными круговыми движениями руки, добавляют одну каплю (0,035—0,045 см^3) раствора марганцовокислого калия по 6.5.2.1 и одновременно включают секундомер.

Время (секунды) исчезновения розовой окраски подкисленного раствора соответствует показателю окисляемости (*ПО*).

Примечание — Испытание проводят при температуре растворов 18 °С—22 °С.

6.5.4 Обработка и представление результатов

6.5.4.1 Статистический анализ результатов проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.5.4.2 За окончательный результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}1\overline{ПО}$.

6.5.4.3 Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}1\overline{ПО}$ по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.5.4.4 Погрешность результатов испытаний не должна превышать ± 0,05 $\overline{ПО}$ при доверительной вероятности P = 0,95.

6.5.4.5 Результат испытаний представляют в виде значения целого числа, округленного до десятых долей.

6.6 Определение водородного показателя (pH)

6.6.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.6.1.1 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,01 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.6.1.2 Анализатор потенциометрический или pH-метр с чувствительностью не ниже 0,01 pH.

6.6.1.3 Колбы мерные 2-500-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

6.6.1.4 Колбы конические Кн-2-150-34 ТХС по ГОСТ 25336.

6.6.1.5 Стаканы В-1-100 ТХС или Н-1-100 ТХС по ГОСТ 25336.

6.6.1.6 Воронки по ГОСТ 23932.

6.6.1.7 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

6.6.1.8 Набор реактивов для приготовления рабочих буферных растворов по ГОСТ 8.135.

6.6.1.9 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных

6.6.2 Подготовка к проведению испытания

6.6.2.1 Приготовление буферных растворов

Буферные растворы готовят из реактивов квалификации «для pH-метрии». Реактивы «для pH-метрии» выпускают в виде стандарт-титров по ГОСТ 8.135 и хранят при температуре (20 ± 3) °С не более 2 мес.

6.6.2.2 Для приготовления буферных растворов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709, предварительно прокипяченную в течение 30—40 мин для удаления растворенной углекислоты.

6.6.2.3 Подготовка приборов

Подключают потенциометрический анализатор к сети и прогревают в течение 30 мин.

В соответствии с инструкцией, прилагаемой к потенциометрическому анализатору, настраивают его по буферным растворам на диапазон измерения активной кислотности.

Перед проверкой электроды анализатора тщательно промывают дистиллированной водой. Остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой.

В стеклянный стакан наливают (40 ± 5) см^3 буферного раствора температурой (20 ± 1) °С, после чего погружают в него электроды и в течение 10—15 с записывают показания прибора. Если показания прибора отличаются от стандартного значения активной кислотности образцового буферного раствора более чем на 0,05 pH, то прибор настраивают снова.

Проверка прибора по стандартному буферному раствору должна выполняться ежедневно перед началом работы.

6.6.3 Проведение измерений

В конической колбе вместимостью 150 см^3 взвешивают (2,00 ± 0,01) перги, добавляют 100 см^3 свободной от углекислоты дистиллированной воды по ГОСТ 6709 и тщательно перемешивают в течение 5 мин. Раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Фильтрат используют для определения pH. Измерения pH повторяют 2—3 раза, каждый раз вынимая электроды из раствора и при измерении вновь погружая их в раствор.

6.6.4 Обработка и представление результатов

6.6.4.1 Статистический анализ результатов измерений по оценке точности метода проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.6.4.2 Результат измерения водородного показателя представляют в виде значения, округленного до сотой доли.

6.6.4.3 За результат испытаний водородного показателя принимают среднеарифметическое значение параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}05\ \overline{pH}$ по ГОСТ ИСО 5725-6.

6.6.4.4 Расхождение между результатами испытаний водородного показателя, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}1\overline{pH}$ по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.6.4.3, 6.6.4.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.6.4.5 Погрешность результатов испытаний водородного показателя, полученных согласно данному методу, $\Delta = \pm\ 0{,}05\ \overline{pH}$, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.7 Определение массовой доли флавоноидных соединений (в пересчете на рутин)

Метод основан на спектрофотометрическом определении оптической плотности комплексов, образующихся при взаимодействии флавоноидов, входящих в состав перги, с хлоридом алюминия. В качестве стандарта служит рутин. Определение массовой доли суммы флавоноидов в пересчете на рутин следует проводить в интервале длин волн 408—420 нм.

6.7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

6.7.1.1 Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г по ГОСТ OIML R 76-1.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.7.1.2 Спектрофотометр, позволяющий проводить измерение оптической плотности при длине волны 390—420 нм.

6.7.1.3 Кюветы кварцевые с толщиной слоя раствора, поглощающего свет, равной 1 см.

6.7.1.4 Горелка газовая, электроплитка или колбонагреватель по ГОСТ 14919.

6.7.1.5 Колбы мерные наливные 2-25-1, 2-50-1, 2-100-1 по ГОСТ 1770.

6.7.1.6 Колбы конические Кн-1-100-14/23, Кн-1-250-14/23 по ГОСТ 25336.

6.7.1.7 Воронки В-36-60 или В-36-80 по ГОСТ 25336.

6.7.1.8 Механические дозаторы 1-канальные с варьируемыми объемами дозирования 100—1000 мкл, 1—5 $см^3$ 1-го класса точности.

6.7.1.9 Пипетки 2-1-1-1, 2-2-25, 2-2-5 по ГОСТ 29227.

6.7.1.10 Баня водяная лабораторная с электрическим или огневым подогревом.

6.7.1.11 Цилиндры мерные 1-100 по ГОСТ 1770.

6.7.1.12 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

6.7.1.13 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 с массовой долей 96 %.

6.7.1.14 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.7.1.15 Алюминий хлористый 6-водный [$AlCl_3 \cdot 6H_2O$], с содержанием основного вещества не ниже 99 %, Fluka, каталожный номер 7784-13-6.

6.7.1.16 Рутин, ГСО.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных

6.7.2 Подготовка к испытанию

6.7.2.1 Приготовление 5 %-ного раствора хлористого алюминия в 60 %-ном этаноле

В конической колбе вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336 взвешивают (5,000 ± 0,001) г хлористого алюминия, растворяют в (50,0 ± 0,5) г 60 %-ного этанола, массу раствора доводят до (100,00 ± 0,01) г 60 %-ным этанолом и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора — не более одного года.

6.7.2.2 Приготовление раствора ГСО рутина

(0,050 ± 0,001) г ГСО рутина взвешивают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 1770, добавляют 40 $см^3$ 60 %-ного этанола, нагревают до 50 °С—60 °С и выдерживают до полного растворения рутина. Затем охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки 60 %-ным этанолом и тщательно перемешивают.

6.7.2.3 Построение калибровочного графика

В две мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ по ГОСТ 1770 дозатором вносят по 0,2 (0,4; 0,6; 0,8, 1,0 и 1,2) $см^3$ раствора рутина по 6.7.2.2 с концентрацией 1 мг/$см^3$; в одну колбу добавляют 4 $см^3$ раствора

хлористого алюминия по 6.7.2.1 (рабочий раствор), доводят до метки обе колбы 60 %-ным этанолом и тщательно перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность рабочих растворов относительно растворов сравнения (рутин без хлористого алюминия) в интервале 390—420 нм на длине волны максимума поглощения в кюветах с толщиной оптического слоя 1 см.

При построении калибровочного графика на оси абсцисс откладывают количество рутина в миллиграммах, содержащегося в 25 $см^3$ рабочего раствора, а по оси ординат — максимальное значение оптической плотности в указанном диапазоне.

Калибровочный график должен быть линейным и проходить через начало координат.

6.7.2.4 Подготовка пробы

(1,000 ± 0,001) г измельченной перги взвешивают в конической колбе вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336, добавляют (30,0 ± 0,5) $см^3$ 60 %-ного этанола, колбу присоединяют к обратному холодильнику и нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин, периодически встряхивая для смывания частиц перги со стенок. Надосадочную жидкость фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ так, чтобы частицы перги не попали на фильтр.

Экстракцию флавоноидов повторяют еще дважды в описанных выше условиях, прибавляя к остатку по (30,0 ± 0,1) $см^3$ 60 %-ного этанола. Фильтраты объединяют, охлаждают до (20 ± 3) °С и доводят до метки (100,00 ± 0,01) $см^3$ 60 %-ным этанолом.

6.7.3 Проведение испытаний

В две мерные колбы вместимостью 25 $см^3$ дозатором вносят по (5,00 ± 0,01) $см^3$ экстракта по 6.7.2.4. В одну колбу (анализируемый раствор) добавляют (4,0 ± 0,1) $см^3$ раствора хлористого алюминия по 6.7.2.1, обе колбы доводят до метки 60 %-ным этанолом и тщательно перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора относительно раствора сравнения (экстракт без хлористого алюминия) в интервале 390—420 нм на длине волны максимума поглощения в кюветах с толщиной оптического слоя 1 см.

По калибровочному графику, зная оптическую плотность анализируемого раствора, находят количество рутина в миллиграммах в 25 $см^3$ раствора.

6.7.4 Обработка и представление результатов испытаний

Массовую долю флавоноидов в пересчете на рутин (X_1), % , вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 5 \cdot 1000} \cdot \frac{100}{(100 - W)}, \qquad (2)$$

где C — количество рутина в 25 $см^3$, найденное по калибровочному графику, мг;

100 — объем экстракта, $см^3$;

100 — пересчет в %;

m — масса перги, взятой для анализа, г;

5 — объем экстракта, взятого для анализа, $см^3$;

1000 — перевод миллиграммов в г;

$\frac{100}{(100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений с точностью до первого десятичного знака.

6.7.4.1 Статистический анализ результатов измерений по оценке точности метода проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.7.4.2 Результат количественного содержания флавоноидных соединений (в пересчете на рутин) представляют в виде значения, округленного до десятичного знака.

6.7.4.3 За результат испытаний массовой доли флавоноидных соединений (в пересчете на рутин) принимают среднеарифметическое значение параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_1$ по ГОСТ ИСО 5725-6.

6.7.4.4 Расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}15\overline{X}_1$ по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении

этого условия приемлемы оба результата испытания, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.7.4.3, 6.7.4.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.7.4.5 Погрешность результатов испытаний массовой доли флавоноидных соединений (в пересчете на рутин), полученных согласно данному методу, $\Delta = \pm 0{,}05\overline{X}_1$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.8 Определение массовой доли сырого протеина

Принцип метода. Метод основан на количественном улавливании кислотой аммиака после гидролиза органических веществ.

6.8.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

6.8.1.1 Мельница электрическая лабораторная по нормативному документу.

6.8.1.2 Шкаф вытяжной по нормативному документу.

6.8.1.3 Весы лабораторные аналитические по ГОСТ OIML R 76-1; АДВ-200 и с разновесами по нормативному документу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.8.1.4 Горелка газовая, электроплитка, колбонагреватель или песочная баня по ГОСТ 14919.

6.8.1.5 Колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 100, 200, 1000 см^3.

6.8.1.6 Колбы Къельдаля по ГОСТ 23932, вместимостью 100—250 см^3.

6.8.1.7 Пробирки стеклянные по ГОСТ 23932.

6.8.1.8 Холодильник стеклянный лабораторный, насос водоструйный лабораторный стеклянный, колбы конические, трубки соединительные стеклянные, воронки стеклянные по ГОСТ 23932, диаметром 30—80 мм.

6.8.1.9 Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

6.8.1.10 Бюретки градуированные по ГОСТ 29251.

6.8.1.11 Колба Бунзена для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 23932.

6.8.1.12 Кислота серная по ГОСТ 4204 х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,84 г/см^3.

6.8.1.13 Кислота серная фиксонал по нормативному документу.

6.8.1.14 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а. раствор концентрации 0,1 моль/дм^3 и раствор массовой долей 40 %.

6.8.1.15 Кислота борная по ГОСТ 9656 х. ч. или ч. д. а., раствор массовой долей 2 %.

6.8.1.16 Бумага лакмусовая красная по нормативному документу.

6.8.1.17 Метиленовый голубой по нормативному документу.

6.8.1.18 Метиловый красный по нормативному документу.

6.8.1.19 Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

6.8.1.20 Фенолфталеин, раствор массовой долей 2 %.

6.8.1.21 Пергидроль по ГОСТ 177, ч. д. а.

6.8.1.22 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

6.8.1.23 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных

6.8.2 Подготовка к испытанию

6.8.2.1 Приготовление раствора серной кислоты 0,1 моль/см^3

Раствор готовят из фиксанала согласно прилагаемой инструкции. Срок хранения раствора в склянке с притертой пробкой — шесть месяцев.

6.8.2.2 Приготовление раствора натрия гидроксида (раствора натра едкого) массовой долей 40 %

В химический стакан вместимостью 200 см^3 наливают около (50,0 ± 5,0) см^3 дистиллированной воды, вносят (60,0 ± 0,1) г кристаллического едкого натра, перемешивают стеклянной палочкой и после охлаждения до температуры (20 ± 3) °С раствор через стеклянную воронку переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, дистиллированной водой объем раствора доводят до метки.

Для очистки натрия гидроокиси от углекислых солей в раствор вносят (0,10 ± 0,01) мг кристаллического хлористого бария, перемешивают и через пять-шесть дней прозрачный раствор натрия гидроо-

киси осторожно сифоном сливают с осадка в чистую сухую склянку. Уточняют удельную массу раствора при помощи ареометра.

6.8.2.3 Приготовление раствора фенолфталеина массовой долей 0,1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают (70,0 ± 5,0) см^3 этилового ректификованного спирта, вносят (0,100 ± 0,001) г фенолфталеина, перемешивают и дистиллированной водой раствор доводят до метки. Раствор фенолфталеина через бумажный фильтр фильтруют в чистую сухую склянку.

6.8.2.4 Приготовление индикатора № 1 — раствора метилового красного массовой долей 0,4 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают (70,0 ± 5,0) см^3 этилового ректификованного спирта, вносят (0,400 ± 0,001) г метилового красного, перемешивают и этиловым спиртом объем доводят до метки.

6.8.2.5 Приготовление индикатора № 2 — раствора метиленового голубого массовой долей 0,2 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают около (70,0 ± 5,0) см^3 этилового ректификованного спирта, вносят (0.200 ± 0,001) г метиленового голубого, перемешивают и этиловым спиртом доводят до метки.

6.8.2.6 Приготовление раствора борной кислоты массовой долей 2 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают (700,0 ± 50) см^3 дистиллированной воды, вносят (20,000 ± 0,001) г борной кислоты, перемешивают и дистиллированной водой объем доводят до метки.

6.8.2.7 Приготовление рабочего раствора борной кислоты с индикатором Гроака

К 1000 см^3 раствора борной кислоты по 6.8.2.6 приливают (10,00 ± 0,05) см^3 индикатора Гроака, состоящего из равных объемов индикаторов № 1 по 6.8.2.4 и № 2 по 6.8.2.5, т. е. (5,00 ± 0,01) см^3 индикатора № 1 и (5,00 ± 0,01) см^3 индикатора № 2.

Хранение раствора борной кислоты с индикатором Гроака осуществляют в склянке из темного стекла с пробкой.

6.8.3 Проведение испытания

На фильтровальную бумагу берут навеску перги (0,50 ± 0,05) г, взвешенную с погрешностью не более 0,0001 г, и в фильтровальной бумаге продукт вводят в колбу Къельдаля. Навеску продукта вычисляют по формуле

$$m = a - б, \quad (3)$$

где a — масса продукта с фильтровальной бумагой, г;

$б$ — масса фильтровальной бумаги без испытуемого продукта, г.

К навеске продукта в колбе Къельдаля приливают (3,0 ± 0,5) см^3 дистиллированной воды и через 30 мин добавляют (5,0 ± 0,1) см^3 концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3, вносят (2,0 ± 0,1) см^3 пергидроля. Содержимое колбы перемешивают и дают постоять не менее 30 мин. Колбу Къельдаля с содержимым прикрывают стеклянным баллончиком или стеклянной воронкой, наклонно ставят на электроплитку с песочной баней или в колбонагреватель в вытяжном шкафу. Нагревают, не допуская образования пены, сначала на слабом регуляторе температуры, затем усиливают нагревание так, чтобы жидкость кипела непрерывно, но равномерно. На стенках колбы не должно оставаться черных, несгоревших частиц испытуемого материала. Сжигание заканчивают, когда содержимое колбы приобретает зеленовато-голубоватый цвет без желтого оттенка.

Колбы охлаждают и содержимое без потерь порциями, ополаскивая дистиллированной водой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, перемешивают, охлаждают и дистиллированной водой объем доводят до метки.

Приступают к отгонке аммиака испытуемого раствора, который улавливают рабочим раствором борной кислоты по 6.8.2.7.

В коническую колбу вместимостью около 150 см^3 (приемная колба) из бюретки наливают 10 см^3 рабочего раствора борной кислоты по 6.8.2.7. В борную кислоту приемной колбы погружают конец трубки холодильника аппарата для отгонки летучих соединений (аммиака). В колбу для отгонки в этом аппарате через воронку наливают (10,00 ± 0,01) см^3 испытуемого раствора (из мерной колбы), добавляют две капли фенолфталеина по 6.8.2.3 и (6,00 ± 0,05) см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 % по 6.8.2.2, промывают воронку 10—15 см^3 дистиллированной воды и перемешивают легким покачиванием отгонной колбы. Появление пузырьков воздуха в приемнике свидетельствует о герметичности системы, что является необходимым условием для получения объективных результатов. В отгонную колбу впускают пар из парообразователя, который, проходя через раствор в отгонной колбе,

вытесняет аммиак. В приемной колбе рабочий раствор борной кислоты с индикатором Гроака по 6.8.2.7 улавливает аммиак. Отгонку продолжают 15—20 мин, до тех пор пока капля дистиллята из трубки холодильника аппарата для отгонки не будет окрашивать лакмусовую бумагу. Затем конец трубки холодильника промывают дистиллированной водой над приемной колбой.

Содержимое приемной колбы титруют раствором серной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 по 6.8.2.1 до изменения окраски раствора из зеленого до красно-фиолетового.

Аппарат для отгонки дважды промывают дистиллированной водой и заливают новую порцию испытуемого раствора.

6.8.4 Обработка и представление результатов испытаний

Массовую долю сырого протеина X_2, %, на абсолютно сухое вещество вычисляют, по формуле

$$X_2 = 6{,}25 \cdot \frac{V \cdot K \cdot 0{,}14 \cdot 10^{-3} \cdot 100_1 \cdot 100_2 \cdot 100_3}{m \cdot (100 - W) \cdot 10}, \quad (4)$$

где V — объем раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент к титру раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/см^3;

m — масса навески продукта, г;

W — массовая доля воды испытуемого продукта, %;

100_3 — общий объем раствора, в котором растворена навеска, см^3;

10 — количество испытуемого раствора, см^3;

$\frac{100_2}{m \cdot (100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество;

0,14, 10^{-3}; 6,25 — постоянные коэффициенты.

6.8.4.1 Статистический анализ результатов измерений по оценке точности метода проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.8.4.2 Результат массовой доли сырого протеина представляют в виде значения, округленного до 1-го десятичного знака.

6.8.4.3 За результат испытаний массовой доли сырого протеина принимают среднеарифметическое значение параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_2$ по ГОСТ ИСО 5725-6.

6.8.4.4 Расхождение между результатами испытаний массовой доли сырого протеина, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}15\overline{X}_2$ по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.8.4.3, 6.8.4.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.8.4.5 Погрешность результатов испытаний массовой доли сырого протеина, полученных согласно данному методу, $\Delta = \pm 0{,}05\,\overline{X}_2$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.9 Определение массовой доли воска

6.9.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы

Весы лабораторные 1-го и 2-го классов точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Баня водяная

Колбы конические Кн-2-100-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1-100 по ГОСТ 1770.

Воронки В-36-50 или В-36-80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.9.2 Проведение испытания

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 отвешивают (15,0000 ± 0,0001) г перги, прибавляют 50 см^3 96 %-ного этилового спирта и нагревают на водяной бане при частом перемешивании до кипения. Горячий раствор декантируют через бумажный фильтр. Остаток в колбе обрабатывают один раз 30 см^3 горячего 96 %-ного спирта, который прибавляют к ранее полученному раствору. Нерастворившийся остаток переносят на фильтр и промывают горячим 96 %-ным спиртом. Промывание считается законченным, когда в капле фильтрата на часовом стекле при охлаждении не появится белый осадок. Объединенные фильтраты охлаждают до 50 °С, при этом из раствора выпадает белый осадок — воск, который отфильтровывают через бумажный фильтр, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре окружающего воздуха.

Осадок на фильтре промывают холодным 96 %-ным спиртом, фильтр с осадком сушат при температуре окружающего воздуха до постоянной массы.

6.9.3 Обработка и представление результатов испытаний

Массовую долю воска X_3, %, в перге вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot (100 - W)}, \quad (5)$$

где m — масса воска, г;

m_1 — масса перги, г,

W — массовая доля воды в перге, %;

$\frac{100}{(100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество продукта, %.

6.9.3.1 Статистический анализ результатов измерений по оценке точности метода проводят в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.9.3.2 Результат массовой доли воска представляют в виде значения, округленного до 1-го десятичного знака.

6.9.3.3 За результат принимают среднеарифметическое значение параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_3$ по ГОСТ ИСО 5725-6.

6.9.3.4 Расхождение между результатами испытаний по количественному содержанию массовой доли воска в перге, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}20\overline{X}_3$ по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.9.3.3, 6.9.3.4 **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

6.9.3.5 Погрешность результатов испытаний, полученных согласно данному методу, $\Delta = \pm 0{,}05\ \overline{X}_3$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

6.10 Показатели — массовую долю воска, массовую долю сырого протеина — определяют при возникновении разногласий в оценке качества продукта.

6.11 Минерализацию проб для определения содержания в перге токсичных элементов проводят по ГОСТ 26929.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

6.12 Определение содержания ртути — по ГОСТ 26927.

6.13 Определение содержания мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 31266, ГОСТ 30538.

6.14 Определение содержания кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.15 Определение содержания свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.16 Отбор проб для определения радиоактивных изотопов — по ГОСТ 32164.

6.17 Определение содержания цезия Cs-137 — по ГОСТ 32161.

6.18 Определение содержания стронция Sr-90 — по ГОСТ 32163.

6.12—6.18 **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

7 Транспортирование и хранение

7.1 Транспортирование

7.1.1 Транспортирование перги осуществляют всеми видами транспорта в соответствии с действующими правилами перевозок грузов на соответствующем виде транспорта, в условиях, не допускающих ее загрязнения и порчи.

Продукт должен быть предохранен от атмосферных осадков и прямых солнечных лучей.

7.2 Хранение

7.2.1 Пергу хранят в чистых, сухих, не имеющих посторонних запахов помещениях, защищенных от прямой солнечной радиации, с относительной влажностью воздуха не более 75 %.

7.2.2 Срок хранения перги в сотах, упакованной по 4.2, при температуре от 0 °С до 10 °С — не более одного года.

7.2.3 Срок хранения извлеченной перги, фасованной в негерметично укупоренную тару, — не более одного года, фасованной в герметично укупоренную тару по ГОСТ 5717.2, вместимостью не более 1 $дм^3$, — не более двух лет.

7.2.4 Температура хранения извлеченной перги с массовой долей воды не более 15,0 % — не выше 20 °С; с массовой долей воды от 15 % до 17 % — при температуре от 0 °С до 10 °С.

8 Требования охраны окружающей среды

8.1 При производстве, переработке и контроле качества перги необходимо соблюдать санитарные правила и гигиенические требования по охране окружающей среды, действующие на территории государства, принявшего стандарт.

8.2 Промышленные отходы, полученные при извлечении перги из пчелиных сотов, используют в качестве воскового сырья или органического удобрения.

9 Требования безопасности

9.1 При производстве, переработке и контроле качества перги необходимо руководствоваться требованиями отраслевых нормативных документов по технике безопасности и инструкциями по охране труда.

9.2 Необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009, требования безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, ГОСТ 12.4.103, инструкции по эксплуатации используемых средств измерений и оборудования.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

9.3 Помещение лаборатории должно быть обеспечено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, а воздух рабочей зоны лаборатории должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

9.4 Компетентность персонала, выполняющего испытания, должна соответствовать ГОСТ ISO/IEC 17025.

9.3, 9.4 **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 — О безопасности пищевой продукции

[2] Единые ветеринарные (ветеринарно-санитарные) требования, предъявляемые к товарам, подлежащим ветеринарному контролю (надзору) от 18.06.2010 г. № 317, см изменениями, утвержденными Решением Комиссии Таможенного союза от 18.10.2011 г. № 830

[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 — О безопасности упаковки

[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 — Пищевая продукция в части ее маркировки

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

УДК 638.171:006.354 МКС 65.140

Ключевые слова: перга, сходимость, воспроизводимость, окисляемость, флавоноидные соединения

Редактор *Н.Н. Кузьмина*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 30.07.2020. Подписано в печать 12.11.2020. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,51.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

МКС 65.140

Изменение № 1 ГОСТ 31776—2012 Перга. Технические условия

Принято Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 51 от 01.06.2017)

Зарегистрировано Бюро по стандартам МГС № 13270

За принятие изменения проголосовали национальные органы по стандартизации следующих государств: BY, KG, RU, TJ, UZ [коды альфа-2 по МК (ИСО 3166) 004]

Дату введения в действие настоящего изменения устанавливают указанные национальные органы по стандартизации[1)]

По всему тексту стандарта для ГОСТ ISO 5725-1 и ГОСТ ISO 5725-6 заменить слова: «ГОСТ ISO» на «ГОСТ ИСО».

Раздел 2.

Ссылки на ГОСТ 427—75, ГОСТ 24104—2001 и их наименования исключить,

заменить ссылки: ГОСТ 5962—67 на ГОСТ 5962—2013 «Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия»; ГОСТ 25629—83 на ГОСТ 25629—2014;

ссылка на ГОСТ 8.135—2004. Наименование. Заменить слова: «pH-метрия. Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов 2-го разряда» на «Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения»,

ссылку на ГОСТ 12.1.019—79 дополнить знаком сноски — *; дополнить сноской:

«* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты»;

ссылка на ГОСТ 117—88. Заменить обозначение: ГОСТ 117—88 на ГОСТ 177—88;

ссылка на ГОСТ ISO 5725-1—2003. Заменить слова: «ГОСТ ISO» на «ГОСТ ИСО»; дополнить знаком сноски — **; дополнить сноской:

«** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения»;

ссылка на ГОСТ ISO 5725-6—2003. Заменить слова: «ГОСТ ISO» на «ГОСТ ИСО»; дополнить знаком сноски — ***; дополнить сноской:

«*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике»;

ссылка на ГОСТ 9147—80. Наименование после слова «оборудование» дополнить словом: «лабораторные»;

ссылка на ГОСТ 11354—93. Заменить слово: «многобортные» на «многооборотные»;

ссылка на ГОСТ 12026—76. Наименование после слова «фильтровальная» дополнить словом: «лабораторная»;

ссылки на ГОСТ 13512—91 и ГОСТ 13516—86 дополнить знаком сноски — *4; дополнить сноской:

«*4 На территории Российской Федерации действует ГОСТ 34033—2016 «Упаковка из картона и комбинированных материалов для пищевой продукции. Технические условия»;

ссылка на ГОСТ 14919—83. Наименование. Заменить слова: «Электроплитки, электроплиты» на «Электроплиты, электроплитки», «электрические шкафы» на «электрошкафы бытовые»;

ссылка на ГОСТ 29227—91. Заменить обозначение: «(ИСО 835-1:1981)» на «(ИСО 835-1—81)»;

ссылка на ГОСТ 29251—91. Заменить обозначение: «(ИСО 385-1:1984)» на «(ИСО 385-1—84)»,

---

[1)] Дата введения в действие на территории Российской Федерации — 2018—05—01.

дополнить ссылками:

«ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.103—83 Система стандартов безопасности труда. Одежда специальная защитная, средства индивидуальной защиты ног и рук. Классификация

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ ИСО/МЭК 17025—2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ ИСО 21571—2009*5 Продукты пищевые. Методы анализа для обнаружения генетически модифицированных организмов и производственных продуктов. Экстракция нуклеиновых кислот;

дополнить сноской:

«*5 На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 21571-2014 «Продукты пищевые. Методы анализа для обнаружения генетически модифицированных организмов и полученных из них продуктов. Экстракция нуклеиновых кислот»;

ГОСТ 23308—78 Шкафы вытяжные радиохимические. Общие технические требования

ГОСТ 26927—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения ртути

ГОСТ 26929—94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 26930—86 Сырье и продукты пищевые. Метод определения мышьяка

ГОСТ 26932—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения свинца

ГОСТ 26933—86 Сырье и продукты пищевые. Методы определения кадмия

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

ГОСТ 30178—96 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов

ГОСТ 30538—97 Продукты пищевые. Методика определения токсичных элементов атомно-эмиссионным методом

ГОСТ 31266—2004 Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения мышьяка

ГОСТ 32161—2013 Продукты пищевые. Метод определения содержания цезия Cs-137

ГОСТ 32163—2013 Продукты пищевые. Метод определения содержания стронция Sr-90

ГОСТ 32164—2013 Продукты пищевые. Метод отбора проб для определения содержания стронция Sr-90 и цезия Cs-137».

Раздел 4. Пункт 4.1.1 изложить в новой редакции:

«4.1.1 Перга в сотах и извлеченная из сотов должна соответствовать требованиям [1] и [2], а также требованиям настоящего стандарта».

Пункт 4.1.2. Таблица 1. Графа «Характеристика и нормы». Заменить слова: «Мелкие неравномерные комочки» на

«Перга, извлеченная из сотов, может быть в виде шестигранных гранул, повторяющих форму ячеек сотов

Перга в сотах в виде восковых сот с ячейками, заполненными гранулами»;

в строке «От темно-желтого до коричневого» заменить слова: «От темно- желтого» на «От светло-желтого»;

графа «Наименование показателя». Девятую строку после слов «долей 2 %» дополнить словом: «,не менее».

Пункт 4.1.3 изложить в новой редакции:

«4.1.3 Содержание токсичных элементов, пестицидов и радионуклидов в перге не должно превышать норм, установленных [1] и [2].

Подраздел 4.1 дополнить пунктом 4.1.5:

«4.1.5 В перге не допускается присутствие пыльцы ГМО организмов. Обнаружение пыльцы ГМО организмов проводят по ГОСТ ИСО 21571».

Подраздел 4.2 дополнить пунктами 4.2.5, 4.2.6:

«4.2.5 Потребительская и транспортная упаковка, упаковочные материалы, контактирующие с пергой, должны соответствовать требованиям [3].

4.2.6 Упаковка и материалы, используемые для упаковывания и укупоривания продукта, должны соответствовать требованиям [3], документов, в соответствии с которыми они изготовлены, и обеспечивать сохранность качества и безопасности продуктов при их транспортировании, хранении и реализации».

Пункт 4.3.2 после слов «по ГОСТ 14192» дополнить словами: «в соответствии с [4]»; заменить слова: «предупредительных» на «манипуляционных».

Подраздел 4.3 дополнить пунктами 4.3.3, 4.3.4:

«4.3.3 Маркировка продукта, помещенного в транспортную упаковку, должна быть нанесена на русском языке и на государственном(ых) языке(ах) государства — члена Таможенного союза.

4.3.4 Пергу в сотах и извлеченную из сотов, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, маркируют по ГОСТ 15846».

Раздел 6. Подраздел 6.2 дополнить абзацем: «Внешний вид, цвет, пораженность восковой молью, наличие посторонних примесей оценивают визуально при естественном дневном освещении».

Пункт 6.2.1 и подпункт 6.2.1.1 исключить.

Подпункты 6.4.1.1, 6.5.1.1, 6.6.1.1, 6.7.1.1, 6.8.1.3, пункт 6.9.1. Заменить ссылку: ГОСТ 24104 на ГОСТ OIML R 76-1;

пункт 6.11 изложить в новой редакции:

«6.11 Минерализацию проб для определения содержания в перге токсичных элементов проводят по ГОСТ 26929».

Раздел 6 дополнить пунктами: 6.12—6.18:

«6.12 Определение содержания ртути — по ГОСТ 26927.

6.13 Определение содержания мышьяка — по ГОСТ 26930, ГОСТ 31266, ГОСТ 30538.

6.14 Определение содержания кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.15 Определение содержания свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.16 Отбор проб для определения радиоактивных изотопов — по ГОСТ 32164.

6.17 Определение содержания цезия Cs-137 — по ГОСТ 32161.

6.18 Определение содержания стронция Sr-90 — по ГОСТ 32163».

Раздел 9. Пункт 9.2 после слов «по ГОСТ 12.1.007,» дополнить ссылкой: «ГОСТ 12.4.103,»;

дополнить пунктами 9.3, 9.4:

«9.3 Помещение лаборатории должно быть обеспечено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, а воздух рабочей зоны лаборатории должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

9.4 Компетентность персонала, выполняющего испытания, должна соответствовать ГОСТ ИСО/МЭК 17025».

Стандарт дополнить элементом — «Библиография»:

«Библиография

[1] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 021/2011 — О безопасности пищевой продукции

[2] Единые ветеринарные (ветеринарно-санитарные) требования, предъявляемые к товарам, подлежащим ветеринарному контролю (надзору) от 18.06.2010 г. № 317, с изменениями, утвержденными Решением Комиссии Таможенного союза от 18.10.2011 г. № 830

[3] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 005/2011 — О безопасности упаковки

[4] Технический регламент Таможенного союза ТР ТС 022/2011 — Пищевая продукция в части ее маркировки

».

(ИУС № 12 2017 г.)

gost.e-ecolog.ru