ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55314— 2012

МОЛОЧКО МАТОЧНОЕ ПЧЕЛИНОЕ

Метод определения деценовых кислот

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом пчеловодства Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИ пчеловодства Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1582-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «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 (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2018, 2019

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОЧКО МАТОЧНОЕ ПЧЕЛИНОЕ

Метод определения деценовых кислот

Royal jelly. Method for determination of decenoic acids

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пчелиное маточное молочко и устанавливает метод определения деценовых кислот.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

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

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

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4201 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 17299 Спирт этиловый технический. Технические условия

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

ГОСТ 25629 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 28888 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

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

Издание официальное

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

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

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

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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте приведены термины по ГОСТ Р ИСО 5725-1, ГОСТ 25629.

4 Требования безопасности проведения работ

4.1 При проведении измерений необходимо соблюдать требования электробезопасности при работе с приборами по ГОСТ 12.1.019.

4.2 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

4.3 При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.4.103.

4.4 К проведению анализов допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже среднего технического образования, владеющие навыками проведения анализов и изучившие инструкции по эксплуатации используемой аппаратуры.

5 Сущность метода

Метод заключается в поэтапном фракционировании липидов и выделении деценовых кислот диэтиловым эфиром с последующим титрованием.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Отбор проб по ГОСТ 28888.

6.2 Маточное нативное замороженное молочко оттаивают на водяной бане при температуре 36 °С, предназначенной для равномерного обогрева при помощи трубчатых электрических нагревательных элементов мощностью не более 1600 Вт, напряжение сети 220 В, диапазон регулировки температуры от 20 °С до 100 °С, или в сушильном шкафу по ГОСТ 14919 при температуре не выше 36 °С.

Анализируемую пробу маточного молочка тщательно перемешивают не менее 3 мин.

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

7.1 Бюретки по ГОСТ 29251 1-1-2-5-0,02 или 1-2-2-10-0,05.

7.2 Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

7.3 Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,001 г.

7.4 Воронки В-36-50 ХС и В-36-80 ХС, воронки делительные ВД-2-100 ХС по ГОСТ 25336.

7.5 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.6 Колбы или стаканы В-1-50 ТС, В-2-50 ТС, В-1-100 ТС, В-2-100 ТС по ГОСТ 25336.

7.7 Колбы мерные 2-100-1 и 2-1000-1 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

7.8 Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а. ρ = 1,84 г/см^3, раствор массовой долей 50 % и раствор молярной концентрации 0,01 моль/дм^3.

7.9 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328; водный раствор молярной концентрации c (NaOH) = = 1 моль/дм^3 или стандарт-титр.

7.10 Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201, х. ч. или ч. д. а.

7.11 Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч. или ч. д. а.

7.12 Палочки стеклянные оплавленные длиной 10 см.

7.13 Пипетки по ГОСТ 29227.

7.14 Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299, раствор массовой долей 96 %.

7.15 Термометр по ГОСТ 28498 диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

7.16 Бумага индикаторная универсальная 0—12 ед. pH.

7.17 Эфир диэтиловый.

7.18 Шкаф вытяжной.

7.19 Фенолфталеин.

7.20 Секундомер механический однострелочный в металлическом или пластмассовом корпусе, с ценой деления шкалы: секундной — 0,2 с, счетчика минут — 1 мин. Средняя погрешность за 30 мин ±1,0 с.

7.21 Мешалка магнитная с числом оборотов от 60 до 600 об/мин, максимальная температура 115 °С.

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже вышеуказанных.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 50 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают около 600 см^3 дистиллированной воды и 310 см^3 серной кислоты ρ = 1,84 см^3 и дистиллированной водой объем доводят до метки.

Срок хранения раствора — не более одного года.

Примечание — При работе с серной кислотой пользуются защитными очками.

8.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 70 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды, приливают 1 см^3 раствора натрия гидроокиси молярной концентрации 1 моль/дм^3, перемешивают и свежепрокипяченной охлажденной дистиллированной водой доводят до метки.

Раствор готовят только в день использования.

8.3 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) = = 0,1 моль/дм^3

В химический стакан или колбу наливают 1020 см^3 дистиллированной воды, затем медленно, при постоянном помешивании, вливают 3 см^3 серной кислоты ρ = 1,84 г/см^3 и устанавливают титр по ГОСТ 25794.1.

Срок хранения раствора серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 — не более 1 мес.

8.4 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации *c* (H_2SO_4) = = 0,01 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают 700 см^3 дистиллированной воды, приливают 100 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, дистиллированной водой объем доводят до метки и устанавливают титр.

Срок хранения раствора серной кислоты молярной концентрации *c* (H_2SO_4) = 0,01 моль/дм^3 — не более 1 сут.

8.5 Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 70 см^3 спирта этилового ректификованного, вносят 0,1 г фенолфталеина, перемешивают и дистиллированной водой объем доводят до метки. Раствор фенолфталеина через бумажный фильтр фильтруют в чистую сухую склянку.

Срок хранения раствора с фенолфталеина с массовой долей 0,1 % во флаконе с притертой пробкой, в холодильнике — не более 1 мес.

9 Проведение измерений

9.1 Подготовка пробы

В стакане по 7.5 взвешивают (0,30 ± 0,01) г нативного маточного пчелиного молочка, подготовленного по 6, или (1,3 ± 0,01) г молочка маточного пчелиного адсорбированного, затем добавляют 10 см^3 дистиллированной воды по 7.4 и перемешивают стеклянной палочкой по 7.11 до полного растворения.

9.2 Проведение определения

Водный раствор маточного молочка без потерь переносят в делительную воронку. Липиды экстрагируют эфиром (3 раза по 30 см^3), осторожно перемешивая, не допуская образования эмульсии. Эфирные фракции (верхний слой) после каждой экстракции сливают в сухую колбу, объединяя их. Водный раствор после последней экстракции (нижний слой) отбрасывают. Объединенную эфирную фракцию переносят в делительную воронку и проводят омыление раствором натрия гидроокиси концентрации 1 моль/дм^3, 3 раза по 6 см^3. Омыляемые жирные кислоты (водно-щелочные извлечения в нижней фракции) объединяют в чистую сухую колбу, неомыляемые жирные кислоты эфирной фракции (верхний слой) отбрасывают.

К объединенным омыляемым жирным кислотам, добавляют раствор серной кислоты с массовой долей 50 % до 1 ед. pH (pH в ходе проведения испытания контролируют по универсальной индикаторной бумаге). Затем вносят натрий углекислый кислый (бикарбонат натрия) до 8 ед. pH, нагревая на водяной бане до температуры не выше 40 °С, осторожно перемешивая, не допуская образования эмульсии и осадка натрия углекислого кислого. Содержимое колбы охлаждают, после чего удаляют фенольные соединения, извлекая их эфиром 3 раза по 10 см^3. Эфирные извлечения отбрасывают.

Омыляемую липидную фракцию, свободную от фенольных соединений, подкисляют раствором серной кислоты с массовой долей 50 % до 1 ед. pH, переносят в делительную воронку и обрабатывают эфиром 3 раза по 10 см^3. Эфирные извлечения объединяют и в делительной воронке промывают водой (30—50 см^3) до нейтральной реакции промывных вод, затем фильтруют в сухую колбу через безводный сернокислый натрий (сульфат натрия). Делительную воронку ополаскивают 3 см^3 и присоединяют его через тот же сульфат натрия к основному эфирному извлечению; присоединяют к перегонному аппарату.

Эфир отгоняют на водяной бане при температуре воды не выше 40 °С.

К сухому остатку приливают 6 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 и остаток растворяют при слабом подогревании на теплой водяной бане. К раствору добавляют каплю фенолфталеина и титруют раствором серной кислоты молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 до исчезновения розовой окраски.

10 Обработка и представление результатов определений

10.1 Массовую долю деценовых кислот *X*, % в 1 г маточного молочка, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V \cdot T - V_1) \cdot 18{,}6}{m \cdot (100 - w)}, \quad (1)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия, см^3;
T — титр раствора гидроокиси натрия, см^3;
V_1 — объем раствора серной кислоты, см^3;
18,6 — коэффициент пересчета;
m — масса пробы анализируемого продукта, г;
$100 - w$ — содержание сухих веществ в продукте, г.

Результат измерений массовой доли деценовых кислот округляют до первого десятичного знака.

10.2 За окончательный результат определения деценовых кислот принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости, рассчитанное по формуле

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн}, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений деценовых кислот, полученных в условиях повторяемости, %;
$r_{отн}$ — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 1, %.

10.3 Расхождение между результатами измерений деценовых кислот, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, должно соответствовать условию приемлемости по формуле

$$|X_1 - X_2| \le R_{отн}, \quad (3)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений деценовых кислот, полученных в условиях воспроизводимости, мэкв/кг,
$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 1, %.

Таблица 1 — Диапазоны измерений, показатели точности и прецизионности метода определения деценовых кислот при доверительной вероятности $P = 0{,}95$

Наименование показателя	Диапазон измерений	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %
Массовая доля деценовых кислот	3,0—9,0	2	8	6

10.4 Форма представления результатов

Результат массовой доли деценовых кислот в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta)\ \%\ при\ P = 0{,}95, \quad (4)$$

где Δ — абсолютная погрешность результатов измерений, %, вычисляемая по формуле

$$\Delta = \delta \cdot X_{ср} \cdot 0{,}01 \text{ или } \Delta = \delta \cdot K_{ср} \cdot 0{,}01, \quad (5)$$

где δ — относительная погрешность измерений деценовых кислот по таблице 1, %.

10.5 Результаты испытаний оформляют протоколом.

УДК 638.16:006.354 ОКС 67.180.10

Ключевые слова: молочко маточное пчелиное, деценовые кислоты, термины и определения, обработка результатов, титрование, метрологические характеристики

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 03.11.2019 Подписано в печать 06.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93 Уч.-изд. л. 0,74.
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

gost.e-ecolog.ru