МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
28887—
2019**

ПЫЛЬЦЕВАЯ ОБНОЖКА

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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 Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Федеральный научный центр пчеловодства» (ФГБНУ «ФНЦ пчеловодства»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 531 «Пчеловодство»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 августа 2019 г. № 500-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 28887—2019 веден в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 28887—90

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, 2019

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

Содежание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Технические требования 3
5 Правила приемки 5
6 Методы испытаний 6
7 Транспортирование и хранение 21
Библиография 22

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

ПЫЛЬЦЕВАЯ ОБНОЖКА

Технические условия

Pollen beebred. Specifications

Дата введения — 2020—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на сухую и нативную пыльцевые обножки, предназначенные для использования в пищевых целях в чистом виде, а также для промышленной переработки.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135—2004 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 в упаковках любого вида при их производстве, расфасовке, продаже и импорте

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

ГОСТ 166 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 177 Водорода перекись. Технические условия

ГОСТ 742 Барий хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

Издание официальное

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

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

ГОСТ 5848 Реактивы. Кислота муравьиная. Технические условия

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 9805 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. 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 ИСО/МЭК 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 18481 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 21241 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 23308 Шкафы вытяжные радиохимические. Общие технические требования

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 27752 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. 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 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 содержания стронция Sr-90 и цезия Cs-137

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

---

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

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «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 на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru) указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на стандарт дана недатированная ссылка, то следует использовать стандарт, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого стандарта. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ИСО 5725-1, ГОСТ 25629, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **пыльцевая обножка:** Продукт, произведенный пчелами из пыльцевых зерен с добавлением нектара и секрета желез пчелы.

3.2 **сухая пыльцевая обножка:** Пыльцевая обножка, высушенная в сушильных шкафах с принудительной вентиляцией при температуре не выше 30 °С.

4 Технические требования

4.1 Характеристики

Пыльцевую обножку получают на пасеках путем отбора ее из специальных приспособлений — пыльцеуловителей в соответствии с требованиями [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

4.1.1 Пыльцевая обножка по органолептическим и физико-химическим показателям должна соответствовать требованиям настоящего стандарта, по показателям безопасности — требованиям соответствующих документов [1], [2].

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

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика и нормы	
	нативная	сухая
Внешний вид	Зернистая масса, легко сыпучая	Зернистая масса, легко сыпучая
Цвет	От кремового до фиолетового и черного	От кремового до фиолетового и черного
Консистенция	Мягкая, легко разминается в пальцах в пастообразную массу	Твердая, в пальцах не разминается, при надавливании твердым предметом плющится или частично крошится
Запах	Специфичный медово-цветочный, характерный для обножки	Специфичный медово-цветочный, характерный для обножки
Вкус	Приятный, сладковатый, может быть горьковатым или кисловатым	Приятный, сладковатый, может быть горьковатым или кисловатым
Размер зерна: поперечный, мм, не менее продольный, мм, не более	 1,5 5,0 Допускаются распавшиеся обножки в количестве не более 1,5 % массы пробы	 1,0 4,0 Допускаются распавшиеся обножки в количестве не более 1,5 % массы пробы

Окончание таблицы 1

Наименование показателя	Характеристика и нормы	
	нативная	сухая
Массовая доля механических примесей, %, не более	0,1	0,1
Массовая доля влаги, %	Не более 21,0	От 8,0 до 10,0
Показатель окисляемости (подлинности), с, не более	8,0	23,0
Водородный показатель (pH) водного раствора пыльцевой обножки массовой долей 2 %, ед. pH, не менее	5,0	4,0
Массовая доля сырого протеина, не менее*	21,0	21,0
Массовая доля пролина, мг/г, не менее*	2,0	2,0
Массовая доля флавоноидных соединений и других фенольных соединений, %, не менее	2,5	2,5
Массовая доля сырой золы, %, не более*	4,0	4,0
Массовая доля минеральных примесей, %, не более*	0,6	0,6
* К безводному веществу пыльцевой обножки.		

4.1.3 Показатель «массовая доля пролина» определяют при возникновении разногласий в оценке качества пыльцевой обножки по требованию потребителя или контролирующей организации.

4.1.4 Не допускается пораженность пыльцевой обножки микроорганизмами, плесенью, личинками моли и другими насекомыми.

4.1.5 Содержание токсичных элементов, остаточных количеств пестицидов, радионуклидов и микробиологические показатели в пыльцевой обножке должны соответствовать требованиям, установленным [1], [2] или нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

4.1.6 Пыльцевую обножку получают на пасеках, благополучных по санитарно-эпидемиологическому режиму (отсутствие американского и европейского гнильцов и других инфекционных болезней) в течение последних 3 мес.

4.1.7 Каждую партию пыльцевой обножки, поступающей с пасеки для реализации населению или промышленной переработки, сопровождают документом (ветеринарным свидетельством), установленным нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

4.2 Маркировка

Маркировка пыльцевой обножки, выпускаемой в обращение на рынке, должна соответствовать требованиям, установленным [3], или требованиям нормативных правовых актов, действующих на территории других государств.

4.2.1 Маркировка потребительской упаковки

4.2.1.1 Маркировку наносят на потребительскую упаковку и/или на этикетку.

4.2.1.2 Маркировка потребительской упаковки должна содержать:

- наименование продукта;
- год сбора;
- дату фасования в потребительскую упаковку;
- срок годности;
- условия хранения продукта;

- массу нетто;
- наименование и местонахождение изготовителя продукта;
- пищевую ценность;
- обозначение настоящего стандарта;
- единый знак обращения продукции на рынке;
- товарный знак изготовителя (при наличии);
- информацию о подтверждении соответствия.

Допускается наносить на потребительскую упаковку дополнительные сведения информационного (в т. ч. штриховой код) и рекламного характера, не противоречащие требованиям [3] и настоящего стандарта.

4.2.2 Маркировка транспортной упаковки

4.2.2.1 Маркировка транспортной упаковки пыльцевой обножки — по ГОСТ 14192 в соответствии с требованиями [3] с нанесением манипуляционных знаков: «Хрупкое. Осторожно», «Беречь от влаги».

4.2.2.2 Маркировка транспортной упаковки должна содержать:

- наименование изготовителя, его юридический адрес и (при несовпадении с юридическим адресом) адрес производства;
- наименование продукта;
- год сбора;
- дату упаковывания;
- массы брутто и нетто;
- количество единиц продукции в транспортной упаковке;
- срок годности;
- условия хранения;
- сведения, позволяющие идентифицировать партию продукции (например, номер партии).

4.2.2.3 Маркировку пыльцевой обножки, помещенной непосредственно в транспортную упаковку, следует наносить на транспортную упаковку и/или на этикетку, и/(или) на листок-вкладыш, помещаемый в каждую транспортную упаковку или прилагаемый к каждой транспортной упаковке, либо маркировка должна быть в документах, сопровождающих продукт.

4.2.2.4 Пыльцевую обножку, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, маркируют по ГОСТ 15846.

4.3 Упаковка

4.3.1 Пыльцевую обножку фасуют в чистую, сухую, прочную, без посторонних запахов потребительскую упаковку из стекла или других материалов, разрешенных для упаковывания пищевых продуктов и не пропускающих свет.

4.3.2 Пределы допускаемых отклонений массы продукта в одной упаковочной единице от номинальной не должны превышать норм, указанных в ГОСТ 8.579.

4.3.3 Потребительскую упаковку с продуктом упаковывают в транспортную упаковку по ГОСТ 34033. Потребительская и транспортная упаковки должны быть плотно и герметично укупорены и обеспечивать сохранность продукта при транспортировании, хранении и реализации.

4.3.4 Пыльцевую обножку, отправляемую в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

4.3.5 Упаковка и материалы, используемые для упаковывания и укупоривания пыльцевой обножки, должны соответствовать требованиям [4] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего настоящий стандарт, а также документов, в соответствии с которыми они изготовлены, и обеспечивать сохранность качества и безопасности продуктов при их транспортировании, хранении и реализации.

5 Правила приемки

5.1 Пыльцевую обножку принимают партиями. За партию принимают любое количество пыльцевой обножки, собранной одним изготовителем в определенный промежуток времени, упакованной в тару, разрешенную для использования в пищевых целях [4], сопровождаемой товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукта.

5.2 Для проверки качества пыльцевой обножки от каждой партии проводят выборку упаковочных единиц в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

В штуках

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

5.3 Продукцию отбирают в произвольном порядке из разных мест партии.

5.4 Для проверки соответствия пыльцевой обножки требованиям настоящего стандарта проводят контрольные испытания.

5.5 Контрольные испытания проводят методом выборочного контроля для каждой партии пыльцевой обножки на соответствие требованиям настоящего стандарта по качеству упаковки, правильности нанесения маркировки, массе нетто продукта, органолептическим, физико-химическим показателям и показателям безопасности.

5.6 При неудовлетворительных результатах испытаний хотя бы по одному из показателей испытания проводят повторно на удвоенном количестве выборок, отобранных от той же партии пыльцевой обножки.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

5.7 Для проверки соответствия пыльцевой обножки требованиям настоящего стандарта продукт отбирают в неповрежденной упаковке.

6 Методы испытаний

6.1 Требования безопасности при проведении работ

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

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

6.1.3 При выполнении измерений необходимо выполнять требования безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.4.103.

6.1.4 К проведению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже среднего технического образования, владеющие навыками проведения измерений.

6.1.5 Лаборатория должна быть оснащена вытяжным шкафом. Измерения проводят только со свежеприготовленными растворами анализируемой пробы.

6.2 Условия проведения измерений

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 20 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %;
- атмосферное давление. . . . . 97,1—101,1 кПа (730—760 мм рт. ст.).

6.3 Отбор проб

6.3.1 Для проведения испытаний отбирают точечные пробы пыльцевой обножки (для формирования средней пробы) в размере 1 %, если масса партии до 100 кг и 0,5 % — свыше 100 кг.

Среднюю пробу делят на две равные части, упаковывают в чистую без посторонних запахов тару, обеспечивающую сохранность продукции и разрешенную для контакта с пищевыми продуктами, соответствующую требованиям, установленным [4], или требованиям нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

Одну часть используют в лаборатории для проведения испытаний, другую (контрольную) — плотно закрывают и хранят в холодильнике при температуре минус (18 ± 2) °С для нативной пыльцевой

обножки или при температуре не выше (6 ± 2) °С — для сухой пыльцевой обножки. Контрольную часть хранят в лаборатории до окончания срока хранения продукта на случай возникновения разногласий в оценке его качества. Обе части маркируют этикеткой с указанием:

- наименования продукта;
- даты получения;
- наименования изготовителя;
- даты и места отбора пробы;
- массы нетто пробы;
- фамилий лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначения настоящего стандарта.

6.4 Подготовка пробы

6.4.1 Вспомогательные устройства

Мельница лабораторная, обеспечивающая скорость вращения не менее 16500 об/мин.

6.4.2 Подготовка пробы для испытаний

Сухую пыльцевую обножку тщательно измельчают на лабораторной мельнице до однородного состояния.

6.5 Определение внешнего вида, консистенции, цвета, запаха и вкуса

Внешний вид, консистенцию, цвет, поражение плесенью, личинками моли и другими насекомыми оценивают визуально при естественном дневном освещении.

Запах и вкус — органолептически.

6.6 Определение размера пыльцевой обножки

6.6.1 Вспомогательные устройства

Штангенциркуль по ГОСТ 166.

6.6.2 Проведение измерений

Определение размера пыльцевой обножки проводят согласно инструкции на штангенциркуль.

6.7 Определение механических примесей

6.7.1 Сущность метода

Метод основан на отделении механических примесей от пыльцевой обножки и определении массовой доли механических примесей взвешиванием. К механическим примесям относят фрагменты тел пчел, ульевой сор и др.

6.7.2 Средства измерений, вспомогательные устройства

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами абсолютной допускаемой погрешности взвешивания ±0,01 г.

Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

6.7.3 Подготовка к выполнению измерений

Навеску пыльцевой обножки массой (100,0 ± 0,01) г раскладывают на чистом листе бумаги. Пинцетом выбирают механические примеси и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

6.7.4 Обработка и представление результатов измерения

6.7.4.1 Массовую долю механических примесей X_1, %, вычисляют до второго десятичного знака по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса механических примесей, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты, %;

m — масса пыльцевой обножки, г.

6.7.4.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости $r = 0{,}03\overline{X}_1$, % (при $P = 0{,}95$).

6.7.4.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}06X_1$, % (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.7.4.4 Границы абсолютной погрешности ($\pm\Delta$) результатов измерений массовой доли механических примесей — $\pm 0{,}04\overline{X}_1$, % (при $P = 0{,}95$).

6.7.4.5 Окончательный результат измерений округляют до второго десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_1 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (2)$$

где $\overline{X}_1$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой доли механических примесей, признанных приемлемыми по 6.7.4.2, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.7.4.4, %.

К пыльцевой обножке, отделенной от механических примесей по 6.7.3, добавляют отобранные ранее по 6.7.3 механические примеси, объединяют с общей пробой, смешивают и используют для дальнейших испытаний.

6.8 Определение массовой доли влаги

6.8.1 Сущность метода

Метод основан в высушивании навески пыльцевой обножки до постоянной массы при определенной температуре и расчете потери массы после высушивания по отношению к массе навески до высушивания.

6.8.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование и посуда

Шкаф сушильный, обеспечивающий регулирование температуры до (120 ± 2) °С.

Термометр стеклянный лабораторный, диапазон измерения — от 0 °С до 150 °С, цена деления шкалы — 1 °С по ГОСТ 28498.

Весы с пределами допускаемой погрешности не более ± 0,2 мг.

Эксикатор 2—100 по ГОСТ 25336 с обезвоженным кальцием хлоридом.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Щипцы тигельные.

Стаканчики СН–60/14 для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 или бюксы металлические.

6.8.3 Проведение измерений

6.8.3.1 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, охлаждают в эксикаторе до (20 ± 2) °С в течение 40—60 мин и взвешивают. Высушивание, охлаждение и взвешивание продолжают до постоянной массы.

6.8.3.2 В подготовленном по 6.8.3.1 стаканчике (бюксе) взвешивают навеску пыльцевой обножки, подготовленной по 6.4.2, массой (1,500 ± 0,0001) г. Открытый стаканчик (или бюксу) с продуктом и крышку от бюксы сушат в сушильном шкафу 5 ч при температуре 105 °С или в вакуумном шкафу при температуре 80 °С. Затем стаканчик (или бюксу) с продуктом закрывают крышкой, ставят в эксикатор над хлористым кальцием, охлаждают в течение 1 ч, взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака и снова сушат. Каждое последующее высушивание проводят в течение 1 ч. Высушивание, охлаждение и взвешивание продолжают до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последующими взвешиваниями после одночасового высушивания и одночасового охлаждения в эксикаторе не превышает 0,001 г.

6.8.4 Обработка и представление результатов измерения

6.8.4.1 Массовую долю влаги X_2, %, вычисляют до первого десятичного знака по формуле

$$X_2 = \frac{(m - m_1)\,100}{m}, \qquad (3)$$

где m — масса навески до высушивания, г;

m_1 — масса после высушивания, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты, %.

6.8.4.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух параллельных результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает значения предела повторяемости $r = 0{,}06\overline{X}_2$, % (при $P = 0{,}95$).

6.8.4.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}13\overline{X}_2$, % (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.8.4.4 Границы абсолютной погрешности($\pm\Delta$) результатов измерений массовой доли влаги — $\pm 0{,}10\overline{X}_2$, % (при $P = 0{,}95$).

6.8.4.5 Окончательный результат измерений округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$X_2 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $\overline{X}_2$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений массовой доли влаги, признанных приемлемыми по 6.8.4.2, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.8.4.4, %.

6.9 Определение показателя окисляемости (подлинности)

6.9.1 Сущность метода

Метод основан на определении времени окисления ненасыщенных соединений, входящих в состав пыльцевой обножки, и выражается временем (в секундах), в течение которого происходит обесцвечивание раствора марганцовокислого калия.

6.9.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1с пределами абсолютной допускаемой погрешности взвешивания ±0,01 г.

Секундомер механический однострелочный, второго класса точности с ценой деления шкалы: секундной — 0,2 с, счетчика минут — 1 мин и средней абсолютной погрешностью ±1,0 с за 30 мин.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный, позволяющий измерять температуру от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Мешалка магнитная обеспечивающая скорость вращения магнитного якоря 120—1500 об/мин.

Колбы мерные 1–100–2, 2–100–1, 2–1000–1 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-1–100 (250)–14/23 по ГОСТ 25336.

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

Пипетки 2–1–1–1(2,10,25), 2–1-2–5 по ГОСТ 29227.

Капельница 2–25 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-250-1, 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1−50 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 с объемной долей 96 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, х. ч., раствор молярной концентрации $c(KMnO_4)$ = = 0,1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

6.9.3 Подготовка к проведению измерений

6.9.3.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия молярной концентрации $c(KMnO_4)$ = = 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят (3,200 ± 0,001) г марганцовокислого калия и мерным цилиндром вместимостью 1000 см^3 добавляют 700 см^3 дистиллированной воды, объем доводят до метки дистиллированной водой. Раствор переносят в склянку из темного стекла и выдерживают до 10—15 дней.

Срок хранения раствора при температуре от 18 °С до 23 °С — не более 3 мес.

6.9.3.2 Приготовление раствора серной кислоты массовой долей 20 %.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770 700 см^3 дистиллированной воды, затем мерным цилиндром вместимостью 250 см^3 осторож-

но вносят 124 см^3 серной кислоты плотностью ρ = 1,84 г/см^3 по ГОСТ 4204, объем доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при температуре от 18 °С до 23 °С — не более 6 мес.

6.9.3.3 Приготовление дистиллированной воды, не содержащей углекислоту

Дистиллированную воду в колбе нагревают до кипения и кипятят в течение 30 мин (до появления крупных пузырьков). Затем колбу закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, соединенная резиновой трубкой с промывной склянкой. Склянка содержит раствор гидроксида натрия или гидроксида калия с массовой долей 20 %.

Примечание — При работе с серной кислотой используют защитные очки.

6.9.4 Проведение измерений

6.9.4.1 Навеску пыльцевой обножки, подготовленной по 6.4.2, массой (1,0 ± 0,01) г помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, пипеткой наливают 20 см^3 свежекипяченой (свободной от углекислоты) и охлажденной дистиллированной воды и перемешивают в течение 3—5 мин на магнитной мешалке при скорости вращения магнитного якоря 120—1500 об/мин, затем пипеткой добавляют 5 см^3 этилового спирта, перемешивают, закрывают крышкой и выдерживают в течение 1 ч в темном месте. Раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3. Фильтр промывают дистиллированной водой, и объем раствора доводят до метки.

6.9.4.2 В стакан вместимостью 50 см^3 вносят пипеткой 2 см^3 раствор пыльцевой обножки по 6.9.4.1 и добавляют пипеткой 1 см^3 раствора серной кислоты массовой долей 20 % по 6.9.3.2. Раствор в стакане перемешивают плавными круговыми движениями руки, добавляют капельницей одну каплю раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 и одновременно включают секундомер.

Время (секунды) исчезновения розовой окраски раствора соответствует величине показателя окисляемости (*ПО*).

За результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, если расхождение между результатами двух измерений не превышает 1,0 с.

Испытание проводят только со свежеприготовленным (в день испытания) раствором пыльцевой обножки.

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

6.9.5 Обработка результатов

6.9.5.1 За окончательный результат измерений принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости r = 0,04 $\overline{ПО}$, с (при P = 0,95).

6.9.5.2 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости R = 0,08 $\overline{ПО}$, с (при P = 0,95) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.9.5.3 Границы абсолютной погрешности результатов измерений — ±0,05 $\overline{ПО}$, с (при P = 0,95).

6.9.5.4 Окончательный результат измерений показателя окисляемости $\overline{ПО}$ (подлинности) округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{ПО} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (5)$$

где $\overline{ПО}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений показателя окисляемости, признанных приемлемыми по 6.9.5.1, с;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.9.5.3, с.

6.10 Определение водородного показателя (pH)

6.10.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1с пределами абсолютной допускаемой погрешности ±0,01 г.

pH-метр с набором электродов любой марки с чувствительностью не ниже 0,01 ед. pH или анализатор потенциометрический преобразующий измерительные значения ЭДС в pH с пределом допускаемой абсолютной погрешности прибора ±0,05 ед. pH.

Мешалка магнитная, обеспечивающая скорость вращения магнитного якоря 120—1500 об/мин.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный, позволяющий измерять температуру от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы мерные 2–500(1000)–2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2–250–34 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1–50 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1–100–1 по ГОСТ 1770.

Стандарт-титры по ГОСТ 8.135 для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH с номинальными значениями от 1,65 до 12,43 ед. pH при температуре 25 °С.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.10.2 Подготовка к проведению измерений

6.10.2.1 Приготовление буферных растворов — рабочих эталонов pH

Для градуировки прибора используют два стандартных буферных раствора, значения pH которых при определенной температуре известны. Буферные растворы выбирают так, чтобы численное значение pH анализируемой пробы продукта находилось между численными значениями pH соответствующих буферных растворов.

Буферные растворы, используемые в качестве рабочих эталонов pH, готовят из комплекта стандарт-титров в соответствии с ГОСТ 8.135—2004 (приложение В) или инструкцией изготовителя.

Для приготовления буферных растворов применяют дистиллированную воду, предварительно прокипяченную в течение 30—40 мин для удаления растворенной углекислоты. Срок хранения рабочих эталонов pH в плотно закрытой стеклянной или пластмассовой (полиэтиленовой) посуде в затемненном месте при температуре (20 ± 3) °С — не более 2 мес.

6.10.2.2 Подготовка прибора

Подготовку потенциометрического анализатора или pH-метра (далее — прибор), электродов и их эксплуатацию проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.10.2.3 Проверка и градуировка прибора по рабочим эталонам pH

Перед проведением проверки и градуировки прибора электроды тщательно промывают дистиллированной водой. Остатки дистиллированной воды удаляют с электродов фильтровальной бумагой.

Градуировку прибора проводят по буферным растворам, приготовленным по 6.10.2.1.

В стакан вместимостью 50 $см^3$ наливают мерным цилиндром 40 $см^3$ буферного раствора температурой (20 ± 1) °С (температуру контролируют термометром), после чего погружают в него электроды, включают секундомер и в течение 10—15 с регистрируют показания прибора. Если хотя бы для одного из буферных растворов отклонение результата измерения от номинального значения pH будет превышать 0,05 ед. pH, то прибор настраивают согласно инструкции.

Проверку правильности градуировки прибора по рабочим эталонам pH следует выполнять ежедневно перед началом проведения измерений.

6.10.3 Проведение измерений

В коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ взвешивают навеску пыльцевой обножки массой (2,0 ± 0,01) г, подготовленную согласно 6.4.2, добавляют мерным цилиндром 100 $см^3$ дистиллированной воды, свободной от углекислоты, и тщательно перемешивают на магнитной мешалке при скорости вращения магнитного якоря 120—1500 об/мин в течение 30 мин. Раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Фильтрат используют для определения pH, при этом концы электродов погружают в исследуемую жидкость. Электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Значение pH определяют по шкале прибора. Измерение pH повторяют 3 раза, каждый раз вынимая электроды из раствора и вновь погружая их в раствор. За результат измерений принимают среднеарифметическое значение трех измерений.

6.10.4 Обработка и представление результатов измерений

6.10.4.1 За окончательный результат измерений водородного показателя принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторя-

емости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14.), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости r = 0,05 $\overline{pH}$, ед. pH (при P = 0,95).

6.10.4.2 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пнкт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости R = 0,1$\overline{pH}$, ед. pH (при P = 0,95) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.10.4.3 Границы абсолютной погрешности измерений водородного показателя — ±0,06$\overline{pH}$, ед. $\overline{pH}$ (при P = 0,95).

6.10.4.4 Окончательный результат измерений водородного показателя округляют до второго десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{pH} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (6)$$

где $\overline{pH}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений водородного показателя, признанных приемлемыми по 6.10.4.1, ед. pH;

±Δ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.10.4.3, ед. pH.

6.11 Определение массовой доли сырого протеина

6.11.1 Сущность метода

Метод основан на количественном поглощении раствором серной кислоты аммиака после гидролиза органических веществ.

6.11.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы с пределами допускаемой погрешности взвешивания не более ±0,2 мг.

Шкаф вытяжной по ГОСТ 23308.

Электроплитка по ГОСТ 14919, горелка газовая колбонагреватель или песочная баня.

Ареометр общего назначения для измерения плотности жидкости от 700 до 2000 кг/м^3 по ГОСТ 18481.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный, позволяющий измерять температуру от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Колбы конические Кн-1–100–34 ТС, Кн-1–250–34 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1–50 ТС, В-1–150 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы Къельдаля 1–100–29/32 ТС; 1–250–29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1–25 (50,100,1000)–1 по ГОСТ 1770.

Холодильник стеклянный лабораторный и трубки соединительные стеклянные по ГОСТ 25336.

Воронки В–36–60 по ГОСТ 25336.

Бюретка по ГОСТ 29251 исполнения 1–1–2–5–0,02.

Пипетки исполнений 1–1–1–2, 1–1–1– 5, 2–2–1–10 по ГОСТ 29227.

Колбы конические Кн-1(2,3)–100 (250)–29/32(34) по ГОСТ 25336.

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

Кислота серная 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) (фиксанал).

Колбы мерные 2–100–2 или 2–100–1, 2–1000–2 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

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

Бумага лакмусовая красная по технической документации.

Метиленовый голубой по технической документации.

Метиловый красный по технической документации.

Барий хлористый по ГОСТ 742.

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

Фенолфталеин, раствор с массовой долей 2 %.

Перекись водорода по ГОСТ 177 медицинская.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.11.3 Подготовка к проведению измерений

6.11.3.1 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят из фиксанала согласно прилагаемой инструкции.

Срок хранения раствора серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) = 0,1 моль/дм^3 — не более трех месяцев при температуре (20 ± 3) °С.

Примечание — При работе с серной кислотой используют защитные очки.

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 70 см^3 дистиллированной воды, приливают мерным цилиндром вместимостью 25 см^3 10 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрации 0,1 моль/дм^3, дистиллированной водой объем доводят до метки, устанавливают титр, рассчитывают поправочный коэффициент.

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

6.11.3.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %

В стакан вместимостью 150 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 примерно 45 см^3 дистиллированной воды, вносят (60,000 ± 0,001) г кристаллической гидроокиси натрия, 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 гидроокиси натрия от углекислых солей в раствор вносят (0,100 ± 0,001) г кристаллического хлористого бария, перемешивают и через пять — шесть дней прозрачный раствор гидроокиси натрия осторожно сифоном сливают с осадка в чистую сухую склянку. Уточняют плотность раствора с использованием ареометра.

Срок хранения раствора при температуре от 18 °С до 23 °С — 6 мес.

6.11.3.4 Приготовление раствора фенолфталеина массовой долей 0,1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 70 см^3 ректификованного этилового спирта, вносят (0,100 ± 0,0001) г фенолфталеина, перемешивают и доводят объем до метки этиловым ректификованным спиртом. Раствор фенолфталеина через бумажный фильтр фильтруют в чистую сухую склянку.

Срок хранения раствора фенолфталеина массовой долей 0,1 % во флаконе с притертой пробкой в холодильнике — не более одного месяца при температуре (20 ± 3) °С.

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 70 см^3 этилового ректификованного спирта, вносят (0,400 ± 0,0001) г метилового красного, перемешивают и доводят объем до метки этиловым ректификованным спиртом.

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

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 70 см^3 этилового ректификованного спирта, вносят (0,200 ± 0,0001) г метиленового голубого, перемешивают и этиловым ректификованным спиртом доводят до метки.

6.11.3.7 Приготовление раствора борной кислоты массовой долей 2 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают мерным цилиндром 700 см^3 дистиллированной воды, вносят (20,00 ± 0,001) г борной кислоты, перемешивают и дистиллированной водой объем доводят до метки. Срок хранения раствора — 3 мес при комнатной температуре.

6.11.3.8 Приготовление рабочего раствора борной кислоты с индикатором Гроака

К 1000 см^3 раствора борной кислоты массовой долей 2 % добавляют пипеткой 10 см^3 индикатора Гроака, состоящего из равных объемов индикаторов № 1 по 6.11.3.5 и № 2 по 6.11.3.6 (пипетками вместимостью 5 см^3 вносят 5 см^3 индикатора № 1 и 5 см^3 индикатора № 2).

Примечание — Раствор переливают в склянку из темного стекла, закрывают пробкой и используют в день приготовления.

6.11.4 Проведение измерения

Навеску пыльцевой обножки, подготовленной по 6.4.2, массой (0,15 ± 0,01) г количественно переносят в колбу Къельдаля, добавляют пипеткой 3 см^3 дистиллированной воды и через 30 мин добавляют 5 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью ρ = 1,84 г/см^3. Содержимое колбы перемешивают покачиванием колбы и оставляют не менее чем на 30 мин. Колбу Къельдаля с содержимым прикрывают стеклянным баллончиком или стеклянной воронкой, наклонно укрепляют под углом примерно 40° на электроплитке с песочной баней или в колбонагревателе. Работы проводят в вытяжном шкафу.

Нагревают в течение одного часа и остужают также в течение одного часа. Затем пипеткой вносят 3 см^3 перекиси водорода, нагревают в течение одного часа осторожно, не допуская образования пены, сначала на слабом регуляторе температуры, а затем усиливают нагревание так, чтобы жидкость кипела интенсивно, но равномерно. Остужают в течение одного часа. Добавление перекиси и отжиг повторяют до тех пор, пока на стенках колбы перестанут образовываться черные, несгоревшие частицы испытуемого продукта. Сжигание заканчивают, когда содержимое колбы не станет прозрачным и бесцветным или приобретет зеленовато-голубоватый цвет.

Если при кипячении происходит сильное пенообразование, то рекомендуется снять колбу Къельдаля с нагревательного прибора и дать пене осесть, затем снова продолжить нагревание, не допуская попадания пены в горлышко колбы.

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

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

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 (приемная колба) из бюретки наливают 10 см^3 рабочего раствора борной кислоты. В рабочий раствор борной кислоты приемной колбы погружают конец трубки холодильника аппарата для отгонки летучих соединений. В колбу для отгонки в этом аппарате через воронку наливают пипеткой 10 см^3 испытуемого раствора (из мерной колбы), добавляют капельницей две капли фенолфталеина и пипеткой вносят 6 см^3 раствора гидроокиси натрия массовой долей 40 %, приготовленного по 6.11.3.3, 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 при получении 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, приготовленного по 6.11.3.8, поглощает 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 0,01 моль/дм^3 до изменения окраски раствора из зеленой до красно-фиолетовой.

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

6.11.5 Обработка и представление результатов измерений

6.11.5.1 Массовую долю сырого протеина в пыльцевой обножке X_3, %, на абсолютно сухое вещество вычисляют до второго десятичного знака по формуле

$$X_3 = 6{,}25\,\frac{V_1 \cdot K \cdot 0{,}14 \cdot 10^{-3} \cdot 100\,V_2}{m V_3} \cdot \frac{100}{(100 - W)}, \qquad (7)$$

где 6,25 — коэффициент пересчета общего содержания азота на сырой протеин;

V_1 — объем раствора серной кислоты молярной концентрации 0,01 моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

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

$0{,}14 \cdot 10^{-3}$ — масса азота, эквивалентная массе серной кислоты, содержащейся в 1 см^{3}раствора, г/см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты, %;

V_2 — общий объем раствора, в котором растворена навеска (100 см^3);

m — масса навески пыльцевой обножки, г;

V_3 — объем анализируемого раствора (10 см^3);

$\frac{100}{(100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество, где W — массовая доля влаги пыльцевой обножки по 6.8, %.

6.11.5.2 За результат измерений массовой доли сырого протеина принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}08\bar{X}_3$, % (при $P = 0{,}95$).

6.11.5.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}16\overline{X}_3$, % (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.11.5.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли сырого протеина в пыльцевой обножке $\pm 0{,}10\overline{X}_3$, % (при $P = 0{,}95$).

6.11.5.5 Окончательный результат измерений массовой доли сырого протеина округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_3 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (8)$$

где $\overline{X}_3$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли протеина по 6.11.5.1, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.11.5.4, %.

6.12 Определение массовой доли пролина

6.12.1 Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса в результате взаимодействия пролина с нингидрином. Его количество измеряют колориметрически после добавления изопропилового спирта. Содержание пролина в меде определяют по калибровочной кривой, построенной при взаимодействии стандартного раствора пролина с нингидрином.

6.12.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда реактивы и материалы

Весы с пределами допускаемой погрешности не более ±0,2 мг.

Спектрофотометр, позволяющий проводить измерение оптической плотности при длине волны 500—520 нм.

Кюветы стеклянные или кварцевые с рабочей длиной 10 мм.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Баня водяная лабораторная с электрическим подогревом диапазоном поддержания температуры от 0 °С до 100 °С и погрешностью ±0,5 °С.

Термометр технический стеклянный диапазоном температур от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Цилиндр 1–250–2 — по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1–50(100,1000)–2 по ГОСТ 1770.

Пробирки 1–14–120 по ГОСТ 25336.

Стаканы химические В-1–50(500) по ГОСТ 25336.

Пипетки 1–2–1–1(5,10), 2–1–1–25 по ГОСТ 29227.

Пролин с содержанием основного вещества не менее 99,0 %.

Нингидрин 1-водный с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Монометиловый эфир этиленгликоля с массовой долей основного вещества не менее 99,0 %.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848, ч. д. а.

Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.12.3 Подготовка к проведению измерений

6.12.3.1 Приготовление раствора пролина

В стакан вместимостью 50 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 примерно 40 см^3 дистиллированной воды, вносят (0,040 ± 0,001) г пролина, перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения кристаллов. Раствор через стеклянную воронку количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят при температуре 4 °С в течение 180 сут.

6.12.3.2 Приготовление 50 %-ного (объемного) водного раствора изопропилового спирта в соотношении 1:1

В химический стакан вместимостью 500 см^3 отмеряют мерным цилиндром по 250 см^3 дистиллированной воды и изопропилового спирта, перемешивают.

Раствор хранят при комнатной температуре в течение 180 сут.

6.12.3.3 Приготовление раствора нингидрина в монометиловом эфире этиленгликоля массовой концентрацией 30 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят (3,0 ± 0,1) г нингидрина и мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 добавляют 70 см^3 монометилового эфира этиленгликоля, растворяют нингидрин до полного исчезновения кристаллов, после чего объем в колбе доводят до метки монометиловым эфиром этиленгликоля, тщательно перемешивают.

Раствор используют свежеприготовленным.

6.12.3.4 Приготовление раствора пыльцевой обножки

Навеску пыльцевой обножки, подготовленной по 6.4.2, массой (0,50 ± 0,001) г помещают в химический стакан вместимостью 50 см^3, пипеткой наливают 20 см^3 дистиллированной воды, перемешивают на магнитной мешалке 10 мин и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, дистиллированной водой доводят объем до метки, тщательно перемешивают.

6.12.4 Проведение измерения

6.12.4.1 Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 каждая отбирают пипетками по 1,0; 2,5; 5; 10,0 см^3 раствора пролина, приготовленного по 6.12.3.1, дистиллированной водой доводят объем до метки, тщательно перемешивают. При этом получают растворы массовой концентрацией пролина 0,004; 0,01; 0,02 и 0,04 мг/см^3 соответственно. Из полученных растворов пипеткой отбирают по 0,5 см^3 и вносят в пробирки. Одновременно готовят раствор сравнения: 0,5 см^3 дистиллированной воды, 0,25 см^3 концентрированной муравьиной кислоты, 1 см^3 раствора нингидрина, приготовленного по 6.12.3.3, и 5 см^3 50 %-ного изопропилового спирта, приготовленного по 6.12.3.2. В каждую пробирку добавляют по 0,25 см^3 концентрированной муравьиной кислоты и 1 см^3 раствора нингидрина по 6.12.3.3; закрывают, перемешивают и ставят на 15 мин в кипящую водяную баню. Пробирки с растворами переносят в водяную баню температурой 70 °С, в каждую добавляют по 5 см^3 50 %-ного водного раствора изопропилового спирта по 6.12.3.2, закрывают пробками, тщательно перемешивают и выдерживают в течение 10 мин. Вынимают и охлаждают до комнатной температуры. Перемешивают и измеряют на спектрофотометре экстинкцию при длине волны 510—520 нм. В качестве контроля используют раствор сравнения. Оптическую плотность каждого раствора определяют не менее трех раз. Вычисляют среднеарифметическое значение оптической плотности для каждого раствора.

Градуировочный график строят, откладывая на оси абсцисс массу пролина (мг): в 0,002; 0,005; 0,010; 0,020/0,5 см^3 исследуемого раствора, на оси ординат — среднеарифметическое значение оптической плотности соответствующего раствора.

Градуировочный график должен быть линейным в указанном диапазоне с коэффициентом корреляции не менее 0,98.

Градуировочный график проверяют после смены каждого реактива, но не реже одного раза в 3 мес.

6.12.4.2 Выполнение измерений

Параллельно с построением градуировочного графика пипеткой в две пробирки вносят по 0,5 см^3 раствора пыльцевой обножки по 6.12.3.4. В каждую добавляют по 0,25 см^3 концентрированной муравьиной кислоты, 1 см^3 раствора нингидрина по 6.12.3.3 и 5 см^3 50 %-ного изопропилового спирта. Процедуру измерения проводят по 6.12.4.1.Измерения проводят относительно раствора сравнения: 0,5 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709, 0,25 см^3 концентрированной муравьиной кислоты по ГОСТ 5848, 1 см^3 раствора нингидрина по 6.12.3.3 и 5 см^3 50 %-ного изопропилового спирта.

По графику градуировочной зависимости определяют количество пролина в 0,5 см^3 исследуемого раствора (мг).

6.12.5 Обработка и представление результатов измерений

6.12.5.1 Массовую долю пролина X_4, мг/г, вычисляют до второго десятичного знака по формуле

$$X_4 = A\,200\frac{100}{(100-W)}, \qquad (9)$$

где A — количество пролина в 0,5 см^3 исследуемого раствора (или 0,005 г пыльцевой обножки) согласно градуировочному графику, мг;

200 — коэффициент пересчета на 1 г пыльцевой обножки (1/0,005);

$\frac{100}{(100-W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество, где W — массовая доля влаги пыльцевой обножки по 6.8, %.

6.12.5.2 За результат измерений массовой доли пролина в пыльцевой обножке принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}09\overline{X}_4$, мг/г (при $P = 0{,}95$).

6.12.5.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}18\overline{X}_4$, мг/г (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.12.5.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли пролина в пыльцевой обножке — $\pm 0{,}11\overline{X}_4$, мг/г (при $P = 0{,}95$).

6.12.5.5 Окончательный результат измерений массовой доли пролина округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_4 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (10)$$

где $\overline{X}_4$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли пролина по 6.12.5.1, мг/г;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.12.5.4, мг/г.

6.13 Определение массовой доли флавоноидных соединений

Метод основан экстракции флавоноидных и других фенольных соединений из пыльцевой обножки и колориметрическом измерении интенсивности окрашивания образовавшегося соединения.

6.13.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1с пределами абсолютной допускаемой погрешности взвешивания ±0,001 г.

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический концентрационный, позволяющий проводить измерение оптической плотности в диапазоне длин волн 315—900 нм.

Мешалка магнитная, обеспечивающая скорость вращения магнитного якоря 120—1500 об/мин.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего слоя 1 см.

Колбы конические Кн-2–50–14/23 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1–50 ТХС по ГОСТ 25336.

Воронки по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнений 1–1–1–5, 2–1–1–25 по ГОСТ 29227.

Колбы конические Кн-1(2,3)–100 (250)–29/32(34) по ГОСТ 25336.

Ацетон по ГОСТ 2603.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

6.13.2 Проведение измерений

6.13.2.1 Навеску пыльцевой обножки, подготовленной по 6.4.2, массой (0,20 ± 0,001) г помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3. Пипеткой наливают 4 см^3 дистиллированной воды, перемешивают на магнитной мешалке до растворения продукта. Пипеткой наливают 20 см^3 ацетона, перемешивают, закрывают колбу притертой пробкой и оставляют в темном месте на один час. Затем перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 50 см^3.

6.13.2.2 Пипеткой вносят в кювету полученный по 6.13.2.1 раствор. Кювету помещают в кюветодержатель спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400 нм. В качестве контроля используют дистиллированную воду.

6.13.3 Обработка и представление результатов измерений

6.13.3.1 Массовую долю флавоноидных и других фенольных соединений в пыльцевой обножке X_5, %, вычисляют до первого десятичного знака по формуле

$$X_5 = \frac{D \cdot 24}{m \cdot 8{,}37} \cdot \frac{100}{(100 - W)}, \qquad (11)$$

где D — оптическая плотность испытуемого раствора;

24 — объем разведения, см^3;

m — масса навески пыльцевой обножки, г;

8,37 — коэффициент пропорциональности оптической плотности раствора и концентрации флавоноидных и других фенольных соединений пыльцевой обножки для фотоэлектроколориметра при длине волны 400 нм;

$\frac{100}{(100-W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество, где W — массовая доля влаги пыльцевой обножки по 6.8, %.

6.13.3.2 За результат измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_5$, % (при $P = 0{,}95$).

6.13.3.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1–2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}19\overline{X}_5$, % (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.13.3.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений в пыльцевой обножке — $\pm 0{,}12\overline{X}_5$, % при ($P = 0{,}95$).

6.13.3.5 Окончательный результат измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_5 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (12)$$

где $\overline{X}_5$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений по 6.13.3.1, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.13.3.4, %.

6.14 Определение массовой доли сырой золы и минеральных примесей

6.14.1 Сущность метода

Метод основан на определении массы остатка после сжигания продукта и последующего прокаливания пробы.

6.14.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1с пределами абсолютной допускаемой погрешности взвешивания ±0,001 г.

Баня водяная лабораторная с электрическим подогревом диапазоном поддержания температуры от 0 °С до 100 °С и с погрешностью ±0,5 °С.

Электроплитка или газовая горелка по ГОСТ 14919.

Печь муфельная лабораторная, обеспечивающая поддержание рабочей температуры до 900 °С.

Тигли низкие № 5 фарфоровые по ГОСТ 9147.

Эксикатор 2–140 по ГОСТ 25336 с кальцием хлоридом, обезвоженным.

Цилиндры мерные 1–100 (250,500)–1 по ГОСТ 1770.

Пипетки исполнений 1–1–1–5 по ГОСТ 29227.

Щипцы тигельные.

Стекла часовые с оплавленными краями диаметром от 40 до 80 мм по технической документации.

Колбы мерные 2– (100,500)–1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1–500 ТХС по ГОСТ 25336.

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

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 10 %.

Серебро азотнокислое по 1277, ч. д. а., раствор с массовой долей 2 %.

Бумага фильтровальная лабораторная (фильтр беззольный) по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.14.3 Подготовка к выполнению измерений

6.14.3.1 Приготовление раствора соляной кислоты массовой долей 10 %

В термостойкий стакан вместимостью 500 $см^3$ наливают 200 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют мерным цилиндром вместимостью 100 $см^3$ 59,0 $см^3$ соляной кислоты плотностью ρ = 1,19 $г/см^3$, и после охлаждения до температуры (20 ± 3) °С раствор через стеклянную воронку коли-

чественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Дистиллированной водой объем раствора доводят до метки.

Срок хранения 10 %-ного раствора соляной кислоты — 6 мес при температуре (20 ± 3) °С.

Примечание — Работы с соляной кислотой проводят в вытяжном шкафу.

6.14.3.2 Приготовление раствора азотнокислого серебра массовой долей 2 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают 70 см^3 дистиллированной воды, вносят (2,00 ± 0,001) г азотнокислого серебра, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Срок хранения 2 %-ного раствора азотнокислого серебра — 3 мес при температуре (5 ± 2) °С.

6.14.4 Проведение измерения

6.14.4.1 Определение массовой доли сырой золы

Прокаливают пустой фарфоровый тигель в муфельной печи при температуре примерно 700 °С в течение 30 мин, охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием в течение одного часа и взвешивают. В фарфоровый тигель берут навеску массой (3,00 ± 0,001) г испытуемого продукта, подготовленного по 6.4.2, и ставят на асбестовую сетку электроплитки для обугливания пыльцевой обножки. Для полного сжигания угля тигли ставят в муфельную печь с использованием тигельных щипцов. Прокаливание ведут при красном калении при температуре 700 °С до белого или слегка сероватого цвета золы. Муфельную печь выключают и остывающие, но еще горячие тигли тигельными щипцами ставят в эксикатор над хлористым кальцием, охлаждают примерно один час и взвешивают с точностью 0,001 г.

Золу используют для определения минеральных примесей.

6.14.5 Обработка и представление результатов измерений

6.14.5.1 Массовую долю сырой золы в пыльцевой обножке на абсолютно сухое вещество X_6, %, вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(m_2 - m_1)100}{m} \cdot \frac{100}{(100 - W)}, \qquad (13)$$

где m_2 — масса тигля с золой, г;

m_1 — масса пустого тигля, г;

m — масса навески, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты, %;

$\frac{100}{(100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество, где W — массовая доля влаги пыльцевой обножки по 6.8, %.

6.14.5.2 За результат принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}09\overline{X}_6$, % (при $P = 0{,}95$).

6.14.5.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}19\overline{X}_6$ (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.14.5.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений при определении массовой доли сырой золы — $\pm 0{,}11\overline{X}_6$, % (при $P = 0{,}95$).

6.14.5.5 Окончательный результат измерений массовой доли сырой золы округляют до второго десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_6 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (14)$$

где $\overline{X}_6$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли сырой золы по 6.14.5.1, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.14.5.4, %.

6.14.6 Определение массовой доли минеральных примесей

6.14.6.1 В фарфоровые тигли с золой (6.14.4.1) испытуемого продукта приливают пипеткой 2—3 см^3 раствора соляной кислоты массовой долей 10 % (6.14.3.1), тигли накрывают часовым стеклом и нагревают 10 мин на кипящей водяной бане, затем тигли снимают и охлаждают при комнатной температуре. В тигли вносят пипеткой 5 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и фильтруют через

беззольный фильтр. Тигли и фильтр промывают дистиллированной водой до прекращения появления помутнения в промывных водах от одной капли раствора азотнокислого серебра с массовой долей 2 % (6.14.3.2). Тигли и фильтры высушивают при температуре окружающего воздуха. Фильтры в тиглях осторожно сжигают в вытяжном шкафу на электроплите, а затем прокаливают в муфельной печи до постоянной массы. Массу считают постоянной, если разница между двумя последующими взвешиваниями после одночасового высушивания и одночасового охлаждения в эксикаторе не превышает 0,001 г.

6.14.7 Обработка и представление результатов измерений

6.14.7.1 Массовую долю минеральных примесей X_7, %, в пыльцевой обножке в пересчете на абсолютно сухое вещество вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{m_1 100}{m} \cdot \frac{100}{(100 - W)}, \quad (15)$$

где m_1 — масса золы минеральных примесей, г;

m — масса навески испытуемого продукта, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты, %;

$\frac{100}{(100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество, где W — массовая доля влаги пыльцевой обножки по 6.8, %.

6.14.7.2 За результат принимают среднеарифметическое значение двух результатов параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_7$, % (при $P = 0{,}95$).

6.14.7.3 Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости $R = 0{,}2\overline{X}_7$, % (при $P = 0{,}95$) по ГОСТ ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

6.14.7.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений при определении массовой доли минеральных примесей — $\pm 0{,}12\overline{X}_7$, % (при $P = 0{,}95$).

6.14.7.5 Окончательный результат измерений массовой доли минеральных примесей округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_7 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (16)$$

где $\overline{X}_7$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли минеральных примесей по 6.14.7.1, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.14.7.4,%.

6.15 Определение токсичных элементов

6.15.1 Подготовку проб и минерализацию для определения содержания токсичных элементов проводят по ГОСТ 26929.

6.15.2 Определения токсичных элементов:

- ртути — по ГОСТ 26927;
- свинца — по ГОСТ 26932, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538;
- мышьяка — по ГОСТ 26930;

кадмия — по ГОСТ 26933, ГОСТ 30178, ГОСТ 30538.

6.16 Определения пестицидов проводят по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

6.17 Определение радионуклидов

6.17.1 Подготовка проб — по ГОСТ 32164.

6.17.2 Определение радионуклидов — по ГОСТ 32161, ГОСТ 32163.

6.18 Проверка маркировки

Проводится визуально методом сличения с техническими условиями.

6.19 Проверка упаковки

Проводится внешним осмотром.

6.20 При проведении испытаний допускается использование других средств измерений, лабораторного оборудования и реактивов, по метрологическим и техническим характеристикам не уступающим указанным в разделе 6.

6.21 Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

7 Транспортирование и хранение

7.1 Транспортирование

7.1.1 Пыльцевую обножку транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, при соблюдении требований к условиям хранения и [1].

Пыльцевая обножка должна быть защищена от атмосферных осадков, прямых солнечных лучей и высоких температур.

7.1.2 В районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности пыльцевую обножку транспортируют в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

7.1.3 При транспортировании пыльцевая обножка должна сопровождаться ветеринарным свидетельством, подтверждающим благополучие места ее получения.

7.2 Хранение

7.2.1 Хранение пыльцевой обножки осуществляют в условиях, обеспечивающих предотвращение порчи и защиту пыльцевой обножки от загрязняющих веществ. Не допускается хранение продукта вместе с ядовитыми, пылящими продуктами и продуктами, которые могут придать продукту не свойственный ему запах.

7.2.2 Срок хранения устанавливает изготовитель (но не более одного года от даты сбора).

7.2.3 Рекомендуемый срок хранения нативной (несушеной) пыльцевой обножки, фасованной в плотно укупоренную упаковку из стекла или другого материала, при температуре не выше минус (18 ± 2) °С — один год со дня сбора при соблюдении условий транспортирования и хранения.

Рекомендуемый срок хранения сухой пыльцевой обножки, фасованной в плотно укупоренную упаковку из стекла или другого материала, при температуре (6 ± 2) °С — один год со дня сбора при соблюдении условий транспортирования и хранения.

7.2.4 Пыльцевая обножка, находящаяся на хранении, должна сопровождаться информацией об условиях хранения и сроке годности.

7.2.5 Формирование штабеля с транспортной упаковкой должно обеспечивать сохранность упаковки и качество пыльцевой обножки.

7.2.6 При реализации пыльцевой обножки должны соблюдаться условия хранения и сроки годности, установленные изготовителем.

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 от 18 июня 2010 г. № 137, с изменениями, утвержденными Решением Комиссии Таможенного союза от 18 октября 2011 г. № 830 и от 2 марта 2011 г. № 569

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

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

УДК 638.17:006.354 ОКС 65.140

Ключевые слова: пыльцевая обножка, нативная пыльцевая обножка, сухая пыльцевая обножка, окисляемость, пролин, сырой протеин, флавоноидные соединения, сырая зола, минеральные примеси

БЗ 8—2019/133

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 02.09.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 3,03.
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.

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

gost.e-ecolog.ru