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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 28886— 2019

ПРОПОЛИС

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. № 499-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 28886—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июня 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 28886—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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 3
4 Технические требования 3
5 Правила приемки 5
6 Методы испытаний 5
7 Транспортирование и хранение 17
Библиография 18

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

ПРОПОЛИС

Технические условия

Propolis. Specifications

Дата введения — 2020—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на прополис, предназначенный для использования в пищевой, косметической и фармацевтической промышленности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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 61 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4109 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4159 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4208 Реактивы. Соль закиси железа и аммония двойная сернокислая (соль Мора). Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

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

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

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

Издание официальное

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

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6552 Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10131 Ящики из древесины и древесных материалов для продукции пищевых отраслей промышленности, сельского хозяйства и спичек. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 10931 Реактивы. Натрий молибденовокислый 2-водный. 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 17811 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 18289 Реактивы. Натрий вольфрамовокислый 2-водный.Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 20490 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. 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 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

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

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.

4 Технические требования

4.1 Характеристики

4.1.1 Прополис получают на пасеках путем соскабливания с различных частей улья и с применением специальных приспособлений, побуждающих пчел к откладыванию на них прополиса (решеток, летковых кассет, холстиков) в соответствии с требованиями [1] или нормативных правовых актов, действующих на территории государства, принявшего настоящий стандарт, требованиями ветеринарных правил.

4.1.2 Прополис по органолептическим и физико-химическим показателям должен соответствовать требованиям настоящего стандарта, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Характеристика, норма
Внешний вид	Комки, крошки или брикеты
Цвет	Темно-зеленый, бурый или серый с зеленоватым, желтым или коричневым оттенками
Наименование показателя	Характеристика, норма
Запах	Характерный смолистый (смесь запахов меда, душистых трав, хвои, тополя)
Консистенция	Плотная, в изломе неоднородная
Структура	Вязкая — при 20 °С — 40 °С, твердая — ниже 20 °С
Вкус	Горький, слегка жгучий
Окисляемость, с, не более	22,0
Массовая доля механических примесей, %, не более	20,0
Массовая доля воска, %, не более	25,0
Массовая доля флавоноидных и других фенольных соединений, %, не менее	25,0
Полифенольные соединения, мг/г, не менее	10,0
Йодное число, %, не менее	35,0
Количество окисляемых веществ в 1 $см^3$ раствора окислителя на 1 мг прополиса, $см^3$/мг, не менее	0,5

4.1.3 Йодное число, количество окисляемых веществ и количество полифенольных соединений определяют при возникновении разногласий в оценке прополиса.

4.1.4 Прополис по показателям безопасности должен соответствовать требованиям [1], [2] или нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

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

4.1.6 Прополис получают на пасеках, благополучных по санитарно-эпидемиологическому режиму (отсутствие американского и европейского гнильцов и других инфекционных болезней) в течение последних 3 мес [2].

4.1.7 Каждую партию прополиса, поступающую с пасеки для реализации населению или промышленной переработки, сопровождают документом, установленным нормативными правовыми актами, действующими на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

4.2 Маркировка

Маркировка прополиса, выпускаемого в обращение на рынке, должна соответствовать требованиям, установленным [3], или требованиям нормативных документов, действующих на территории государств, принявших настоящий стандарт.

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 прополиса — в соответствии с требованиями [3], с нанесением манипуляционных знаков по ГОСТ 14192: «Хрупкое. Осторожно», «Верх», «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 прополиса, помещенного 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 Прополис, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, маркируют по ГОСТ 15846.

4.3 Упаковка

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

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

4.3.3 Упаковка и материалы, используемые для упаковывания и укупоривания прополиса, должны соответствовать требованиям [4] или требованиям нормативных документов, действующих на территории других государств, а также документов, в соответствии с которыми они изготовлены, и обеспечивать сохранность качества и безопасности продуктов при их транспортировании, хранении и реализации.

4.3.4 Потребительскую упаковку с продуктом упаковывают в транспортную упаковку по ГОСТ 34033. Транспортная упаковка должна обеспечивать сохранность продукта при транспортировании, хранении и реализации.

4.3.5 Прополис, отправляемый в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности, упаковывают по ГОСТ 15846.

5 Правила приемки

5.1 Прополис принимают партиями. За партию принимают любое количество прополиса, но не менее 100 г, собранного в течение одного периода (календарного месяца, сезона), упакованного в тару из материалов, разрешенных для упаковывания пищевых продуктов и не пропускающих свет, сопровождаемое товаросопроводительной документацией, обеспечивающей прослеживаемость продукта.

5.2 Для проверки соответствия прополиса требованиям настоящего стандарта от каждой партии проводят выборку 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 Для проверки соответствия прополиса требованиям настоящего стандарта отбирают единицы продукта в неповрежденной упаковке.

5.4 Для проверки соответствия прополиса требованиям настоящего стандарта проводят приемочные и периодические испытания.

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

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

5.7 Контроль показателей безопасности проводят в соответствии с программой производственного контроля.

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

От каждой отобранной упаковочной единицы прополиса (согласно 5.2) отбирают точечные пробы массой не менее 5 г: для прополиса в виде крошки или комков — пять-шесть точечных проб, из брикетов пробы отбирают сверху, снизу и из середины упаковки.

Все пробы объединяют, тщательно перемешивают и составляют объединенную пробу. Масса объединенной пробы прополиса должна быть не менее 25 г.

Объединенную 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 документов, действующих на территории государств, принявших настоящий стандарт.

Одну часть пробы используют в лаборатории для проведения испытаний, другую — плотно закрывают и хранят в при температуре от 0 °С до 20 °С (как контрольную) не менее 1 года 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

Прополис охлаждают при температуре от минус 3 °С до минус 10 °С, а затем измельчают. Размолотый прополис перемешивают до однородного состояния.

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

Внешний вид, консистенцию, цвет, структуру оценивают визуально при естественном дневном освещении.

Запах и вкус — органолептически.

6.6 Определение показателя окисляемости (подлинности)

6.6.1 Сущность метода

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

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

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

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

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

Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые по ГОСТ 14919.

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

Колбы конические Кн-1—50(100,150, 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.

Цилиндр 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.

6.6.3 Подготовка к проведению измерений

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

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят навеску марганцовокислого калия массой (3,2 ± 0,001) г и мерным цилиндром вместимостью 1000 см^3 добавляют 700 см^3 дистиллированной воды. Объем доводят до метки дистиллированной водой. Раствор переносят в темную склянку и выдерживают до 10—15 дней.

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

6.6.3.2 Приготовление раствора серной кислоты массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают мерным цилиндром вместимостью 1000 см^3 700 см^3 дистиллированной воды, затем мерным цилиндром вместимостью 250 см^3 осторожно вносят 124 см^3 серной кислоты плотностью ρ = 1,84 г/см^3. Объем доводят до метки дистиллированной водой.

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

Примечание — При работе с серной кислотой используют защитные очки.

6.6.4 Проведение измерений

6.6.4.1 Навеску прополиса массой (0,02 ± 0,001) г, приготовленного по 6.4.2, помещают в коническую колбу вместимостью 100 см^3, пипеткой наливают 5 см^3 этилового спирта и выдерживают 1 ч. Затем в колбу вместимостью 150 см^3 наливают 100 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды по ГОСТ 6709, раствор тщательно перемешивают на магнитной мешалке и фильтруют через бумажный фильтр.

6.6.4.2 В колбу вместимостью 150 см^3 пипеткой вносят 10 см^3 фильтрата, мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 прибавляют 90 см^3 дистиллированной воды и перемешивают раствор.

В стакан вместимостью 50 см^3 пипеткой вносят 2 см^3 раствора прополиса, приготовленного по 6.4.2, и добавляют пипеткой 1 см^3 раствора серной кислоты массовой долей 20 % по 6.6.3.2. Раствор в стакане перемешивают плавными круговыми движениями руки, добавляют капельницей одну каплю раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 по 6.6.3.1 и одновременно включают секундомер.

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

Измерение проводят в двух повторностях.

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

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

6.6.5 Обработка результатов

6.6.5.1 За окончательный результат измерений 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 предел повторяемости r = 0,03 $\overline{ПО}$ при P = 0,95.

6.6.5.2 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 = 0,06 $\overline{ПО}$ (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.

6.6.5.3 Границы абсолютной погрешности результатов измерений — ±0,04 $\overline{ПО}$ (при P = 0,95).

6.6.5.4 Окончательный результат измерений показателя окисляемости ПО (подлинности) округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{ПО} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (1)$$

где $\overline{ПО}$ — среднеарифметическое значение результатов двух измерений показателя окисляемости, признанных приемлемыми по 6.6.5.1, с;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.6.5.3, с.

6.7 Определение массовой доли механических примесей и массовой доли воска

6.7.1 Сущность метода

Метод заключается в растворении прополиса в горячем этиловом спирте с последующим раздельным фильтрованием нерастворившихся примесей и охлажденного воска.

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

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

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

Колбы конические Кн-2—100—34 ТХ по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1—50(100)—1 по ГОСТ 1770.

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

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

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

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

6.7.3 Проведение измерения

6.7.3.1 В конической колбе вместимостью 100 $см^3$ взвешивают (1,00 ± 0,01) г прополиса, мерным цилиндром вместимостью 100 $см^3$ прибавляют 50 $см^3$ этилового спирта и нагревают до кипения на водяной бане при частом перемешивании. Работу проводят в вытяжном шкафу. Горячий раствор декантируют в коническую колбу вместимостью 150 $см^3$ через бумажный фильтр, предварительно высушенный в эксикаторе при комнатной температуре. Остаток в колбе обрабатывают один раз горячим этиловым спиртом объемом 30 $см^3$, который декантируют через бумажный фильтр с использованием мерного цилиндра вместимостью 50 $см^3$, затем закрывают часовым стеклом. Осадок на фильтре промывают горячим этиловым спиртом три раза: первый раз — 20 $см^3$, затем — два раза по 10 $см^3$ мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$. Объединенные фильтраты охлаждают до 5 °С, при этом из раствора выпадает белый осадок — воск, который отфильтровывают через бумажный фильтр, предварительно высушенный при температуре окружающего воздуха в эксикаторе.

Осадок на фильтре промывают холодным ректификованным этиловым спиртом три раза: первый раз — 20 $см^3$, затем — два раза по 10 $см^3$ мерным цилиндром вместимостью 50 $см^3$. Фильтр с осадком сушат при температуре окружающего воздуха до постоянной массы в эксикаторе, взвешивают.

Измерение проводят в двух повторностях.

Примечание — Температура кипения спирта — 78,4 °С.

6.7.4 Обработка и представление результатов измерений

6.7.4.1 Массовую долю механических примесей X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} 100, \quad (2)$$

где m_2 — масса фильтра с нерастворимыми примесями, г;

m_1 — масса фильтра, г;

m — масса навески, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты, %.

6.7.4.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}11\overline{X}_1$, % (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 $R = 0{,}2X_1$ (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 результатов измерений при определении массовой доли механических примесей — $\pm 0{,}14\overline{X}_1$, % (при $P = 0{,}95$).

6.7.4.5 Окончательный результат измерений массовой доли механических примесей округляют до второго десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_1 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (3)$$

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

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

6.7.4.6 Массовую долю воска X_2, %, в прополисе вычисляют до третьего десятичного знака по формуле

$$X_2 = \frac{(m_3 - m_1)100}{m}, \quad (4)$$

где m_3 — масса фильтра с воском, г;

m_1 — масса фильтра, г;

m — масса навески, г.

6.7.4.7 За результат принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}11\overline{X}_2$, % (при $P = 0{,}95$).

6.7.4.8 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 $R = 0{,}2\overline{X}_2$, % (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.

6.7.4.9 Границы абсолютной погрешности результатов измерений при определении массовой доли воска — $\pm 0{,}14\overline{X}_2$, % (при $P = 0{,}95$).

6.7.4.10 Окончательный результат измерений массовой доли воска округляют до второго десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_2 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (5)$$

где $\overline{X}_2$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли воска по 6.7.3.1, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.7.3.4, %.

6.8 Определение массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений

6.8.1 Сущность метода

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

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

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

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

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

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего слоя 1 см.

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

Колбы мерные 1—50—2 по ГОСТ 1770.

Воронки по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

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.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья по ГОСТ 5962.

6.8.3 Проведение измерений

6.8.3.1 Навеску прополиса, подготовленного по 6.4.2, массой (0,05 ± 0,001) г помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3, пипеткой наливают 10 см^3 этилового спирта, перемешивают на магнитной мешалке 10 мин. Смесь фильтруют через складчатый бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 50 см^3.

6.8.3.2 Пипеткой вносят в кювету полученный по 6.8.3.1 раствор. Кювету помещают в кюветодержатель фотоэлектроколориметра и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 400 нм. В качестве контроля используют этиловый спирт.

Измерение проводят в двух повторностях.

6.8.4 Обработка и представление результатов измерений

6.8.4.1 Массовую долю флавоноидных и других фенольных соединений в прополисе X_3, %, вычисляют до первого десятичного знака по формуле

$$X_3 = \frac{D24}{m8{,}37}, \qquad (6)$$

где D — оптическая плотность испытуемого раствора;

24 — объем разведения, см^3;

m — масса навески прополиса, г;

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

6.8.4.2 За окончательный результат измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_3$, % (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 $R = 0{,}19\overline{X}_3$, % (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.

6.8.4.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений в прополисе — $\pm 0{,}12\overline{X}_3$, % (при $P = 0{,}95$).

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

$$\overline{X}_3 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (7)$$

где $\overline{X}_3$ — среднеарифметическое значение результатов измерений массовой доли флавоноидных и других фенольных соединений по 6.8.4.2, %;

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

6.9 Определение полифенольных соединений

6.9.1 Сущность метода

Метод основан на реакции окисления полифенольных соединений водно-спиртового экстракта прополиса реактивом Фолина-Чокальтеу с последующим фотометрированием образующихся продуктов реакции при длине волны 765 нм. В качестве внутреннего стандарта используют галловую кислоту.

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

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с 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.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего слоя 1 см.

Воронки по ГОСТ 25336.

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

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

Колбы мерные 1—100—2, 2—100—1, 2—500(1000)—1 по ГОСТ 1770.

Колбы круглодонные К-1—100—29/32(34) по ГОСТ 25336.

Капельница 2—25 ХС по ГОСТ 25336.

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

Холодильник ХШ-1—400—29/32 ХС и трубки соединительные стеклянные по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые по ГОСТ 14919.

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

Бром по ГОСТ 4109.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289.

Натрий молибденовокислый 2-водный по ГОСТ 10931.

Литий сернокислый 1-водный, х.ч.*

Кислота галловая, моногидрат, с содержанием основного вещества не менее 99 %.

Фоллина-Чокальтеу фенольный реагент.

Кислота соляная синтетическая техническая по ГОСТ 3118, х. ч.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Склянка из темного стекла со шлифом по ГОСТ 21400.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498.

Шкафы вытяжные радиохимические по ГОСТ 23308.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники по ГОСТ 27752.

6.9.3 Подготовка к выполнению измерений

6.9.3.1 Приготовление водного раствора этилового спирта с массовой долей 70 %

В мерный цилиндр вместимостью 1000 см^3 вносят 730 см^3 этилового спирта. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

6.9.3.2 Приготовление водно-спиртового экстракта прополиса

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят навеску прополиса массой (1,0 ± 0,1) г, подготовленного по 6.4.2, и мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 добавляют 30 см^3 водного раствора этилового спирта, приготовленного с массовой долей 70 % по 6.9.3.1. Выдерживают при комнатной температуре в течение 24 ч. Содержимое колбы сливают с осадка и фильтруют через бумажный складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Процедуру экстракции прополиса повторяют еще раз с таким же объемом водного раствора этилового спирта. Осадок промывают 10 см^3 водного раствора этилового спирта. Фильтрат доводят до метки водным раствором этилового спирта с массовой долей 70 %.

Водно-спиртовой экстракт прополиса хранят в темном месте при температуре не выше 25 °С в течение 3 дней.

6.9.3.3 Приготовление реактива Фолина-Чокальтеу

В круглодонной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют вольфрамовокислый натрий массой (50,0 ± 0,01) г и молибденовокислый натрий массой (12,25 ± 0,001) г в 350 см^3 дистиллированной воды. Мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 добавляют 25 см^3 ортофосфорной кислоты и 50 см^3 концентрированной соляной кислоты. Колбу соединяют с обратным холодильником и кипятят на водяной бане в течение 10 ч, охлаждают. Затем добавляют (75,0 ± 0,01) г сернокислого лития и 25 см^3 дистиллированной воды, перемешивают и капельницей добавляют 5 капель жидкого брома, перемешивают. Для удаления избытка брома кипятят 15 мин без холодильника и снова перемешивают. Охлаждают до комнатной температуры, фильтруют через бумажный складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

Реактив хранят в склянке вместимостью 500 см^3 при температуре 4 °С не более 3 мес.

Примечание — Работу проводят в вытяжном шкафу по ГОСТ 23308.

6.9.3.4 Приготовление раствора углекислого натрия с массовой долей 20 %

В конической колбе вместимостью 750 см^3 растворяют безводный углекислый натрий массой (100,0 ± 0,01) г в 400 см^3 дистиллированной воды и доводят до кипения на электрической плитке. Охлаждают, фильтруют через бумажный складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

* В Российской Федерации действуют ТУ-09-5299—69 «Литий сернокислый 1-водный. Технические условия».

Раствор углекислого натрия годен в течение 1 мес.

6.9.3.5 Приготовление основного раствора галловой кислоты с массовой концентрацией 5 мг/см^3

В мерной колбе вместимостью 100 см^3 растворяют навеску галловой кислоты массой (0,500 ± 0,001) г в 10 см^3 этилового спирта. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Основной раствор хранят при температуре 4 °С в течение 14 с.

6.9.3.6 Приготовление рабочих растворов галловой кислоты

В пять мерных колб вместимостью 100 см^3 каждая пипеткой последовательно добавляют 1, 2, 3, 5, 10 см^3 основного раствора галловой кислоты, приготовленного по 6.9.3.5. Объем растворов в колбах доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают. Массовая концентрация галловой кислоты составляет 0,05; 0,1; 0,15; 0,25; 0,5 мг/см^3 соответственно.

Рабочие растворы используют в день приготовления.

6.9.3.7 Построение градуировочного графика

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 каждая пипеткой вносят по 1 см^3 рабочих растворов галловой кислоты, приготовленных по 6.9.3.6, и 10 см^3 дистиллированной воды. В каждую колбу пипеткой добавляют 4 см^3 реактива Фолина-Чокальтеу или приготовленного по 6.9.3.3, 6 см^3 раствора углекислого натрия, приготовленного по 6.9.3.4, перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. В шестую колбу — контрольный раствор добавляют пипеткой 1 см^3 дистиллированной воды. Через 2 ч измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре (фотоколориметре) при длине волны 765 нм по отношению к контрольному раствору.

Пипеткой вносят в кювету раствор, полученный по 6.9.3.7. Кювету помещают в кюветодержатель спектрофотометра (фотоколориметра) и измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 765 нм. В качестве контроля используют дистиллированную воду.

Выполняют два параллельных определения.

Для построения градуировочного графика берут среднеарифметическое значение результатов трех измерений оптической плотности каждого рабочего раствора галловой кислоты. Строят градуировочный график, откладывая на оси ординат значение массовой концентрации галловой кислоты, а на оси абсцисс — оптическую плотность.

Градуировочный график должен быть линейным.

Градуировочный график строят каждый раз перед проведением измерений.

6.9.4 Проведение испытаний

6.9.4.1 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 вносят 5 см^3 водно-спиртового экстракта прополиса, приготовленного по 6.9.3.2, объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом.

6.9.4.2 В мерную колбу вместимостью 50 см^3 пипеткой вносят 1 см^3 пробы, приготовленной по 6.9.4.1, и далее проводят испытания по 6.9.3.7.

Измерение проводят в двух повторностях.

6.9.5 Обработка и представление результатов испытаний

6.9.5.1 По градуировочному графику находят значение массовой концентрации галловой кислоты в растворе прополиса C (мг/см^3).

6.9.5.2 Массовую концентрацию полифенолов X_4, мг/г, в прополисе в пересчете на галловую кислоту вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{C100 \cdot 50}{m5}, \qquad (8)$$

где C — концентрация галловой кислоты, найденная по градуировочному графику, мг/см^3;

100 — объем разведения водно-спиртового экстракта прополиса, см^3;

50 — объем разведения пробы экстракта прополиса, см^3;

m — масса пробы прополиса, г;

5 — аликвота пробы, см^3.

6.9.5.3 За окончательный результат измерений массовой концентрации полифенольных соединений принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_4$, мг/г (при $P = 0{,}95$).

6.9.5.4 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 $R = 0{,}19\overline{X}_4$, 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.

6.9.5.5 Границы абсолютной погрешности (±Δ) результатов измерений массовой концентрации полифенольных соединений — ±0,04$\overline{X}_4$, мг/г (при P = 0,95).

6.9.5.6 Окончательный результат измерений количества полифенольных соединений округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_4 \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (9)$$

где $\overline{X}_4$ — среднеарифметическое значение результатов измерений количества полифенольных соединений по 6.9.5.3, мг/г;

±Δ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.9.5.5, мг/г.

6.10 Определение йодного числа

6.10.1 Сущность метода

Йодное число показывает наличие и количество ненасыщенных соединений в основном ненасыщенных жирных кислот, способных образовывать с йодом комплексы с переносом заряда.

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

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

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

Колбы мерные 1–50(100, 150, 1000)—2 — по ГОСТ 1770.

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

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

Стакан В-1—50 по ГОСТ 25336.

Склянка из темного стекла со шлифом по ГОСТ 21400.

Микробюретки исполнений 1—1—2—5—0,02 или 1—2—2—10—0,05 по ГОСТ 29251.

Капельница 2—25 ХС по ГОСТ 25336.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159, ч. д. а.

Хлороформ по ГОСТ 20015, ч.

Бром в ампулах по ГОСТ 4109.

Толуол по ГОСТ 5789.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч. д. а., раствор с массовой долей 0,5 %.

Натрий углекислый безводный (карбонат натрия) по ГОСТ 83.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Шкафы вытяжные радиохимические по ГОСТ 23308.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники по ГОСТ 27752.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498.

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

6.10.3 Подготовка к выполнению измерений

6.10.3.1 Приготовление раствора йодистого калия с массовой долей 10 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 наливают примерно 70 см^3 дистиллированной воды, вносят (10,0 ± 0,001) г йодистого калия, перемешивают и доводят объем до метки дистиллированной водой.

6.10.3.2 Приготовление раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят навески тиосульфата натрия массой (25,0 ± 0,001) г и безводного карбоната натрия массой (0,1 ± 0,001) г. Мерным цилиндром вместимостью 1000 см^3 добавляют 700 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем доводят до метки дистиллированной водой, переносят в темную склянку и выдерживают 10 сут.

Раствор тиосульфата натрия годен в течение 1 года.

6.10.3.3 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 0,5 %

Навеску растворимого крахмала массой (0,4 ± 0,001) г растирают в небольшом количестве дистиллированной воды в химическом стакане вместимостью 50 см^3 и полученную массу вливают в колбу вместимостью 150 см^3, содержащую 100 см^3 кипящей дистиллированной воды. Раствору дают

отстояться и используют верхнюю часть отстоя. Для консервирования к полученному раствору добавляют капельницей две-три капли толуола.

Раствор крахмала годен в течение 1 мес.

6.10.3.4 Приготовление смеси бром-йод

В мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см^3 помещают навеску кристаллического йода массой (13,2 ± 0,0001) г, порциями добавляют ледяную уксусную кислоту и растворяют на водяной бане при температуре 60 °С—70 °С. Раствор охлаждают, пипеткой добавляют 3 см^3 брома, затем полученный объем доводят ледяной уксусной кислотой до метки.

Смесь бром-йод хранят в темной склянке с притертой пробкой в течение 1 мес.

Примечание — Работу проводят в вытяжном шкафу.

6.10.4 Проведение испытания

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 берут навеску прополиса массой (0,050 ± 0,0001) г, пипеткой приливают 2,50 см^3 хлороформа и 6,25 см^3 смеси брома-йода по 6.10.3.4. Колбу закрывают пробкой, смоченной раствором йодистого калия по 6.10.3.1, раствор перемешивают и выдерживают в темном месте 1 ч. В колбу добавляют пипеткой 5 см^3 раствора йодистого калия с массовой долей 10 % по 6.10.3.1, мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 добавляют 50 см^3 дистиллированной воды, капельницей вносят 4—7 капель раствора крахмала по 6.10.3.3; перемешивают и титруют из бюретки раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм^3 по 6.10.3.2 до обесцвечивания раствора.

Одновременно в тех же условиях проводят титрование контрольного раствора, содержащего 2,5 см^3 хлороформа, 6,25 см^3 смеси брома-йода, по 6.10.3.4, 5 см^3 раствора йодистого калия с массовой долей 10 % по 6.10.3.1, 50 см^3 дистиллированной воды и 4—7 капель раствора крахмала по 6.10.3.3.

Измерение проводят в двух повторностях.

6.10.5 Обработка и представление результатов испытаний

6.10.5.1 Йодное число в прополисе X_5, %, вычисляют до первого десятичного знака по формуле

$$X_5 = \frac{(V - V_1)0,01269 \cdot 100}{m}, \quad (10)$$

где V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование раствора прополиса, см^3;

m — масса навески прополиса, г.

6.10.5.2 За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений йодного числа в прополисе, полученными 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 $P = 0,95$).

6.10.5.3 Расхождение между результатами измерений, полученных 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.

6.10.5.4 Границы абсолютной погрешности (±Δ) результатов измерений йодного числа в прополисе — $\pm 0,04\overline{X}_5$, % (при $P = 0,95$).

6.10.5.5 Окончательный результат измерений йодного числа в прополисе округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_5 \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (11)$$

где $\overline{X}_5$ — среднеарифметическое значение результатов измерений количества полифенольных соединений по 6.10.5.2, %;

±Δ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.10.5.4, %.

6.11 Определение количества окисляемых веществ в 1 см^3 раствора окислителя на 1 мг прополиса

6.11.1 Сущность метода

Количество окисляемых веществ в 1 см^3 раствора окислителя на 1 мг прополиса определяют титрованием рабочего раствора солью Мора в присутствии бензидина с одновременным титрованием

контрольного раствора с дистиллированной водой; количество окисляемых веществ — по разнице в титровании контрольного и опытного растворов прополиса.

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

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

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.

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

Колбы конические Кн-2—100—34 ТХ по ГОСТ 25336.

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

Цилиндры мерные 1—50(100)—1 по ГОСТ 1770.

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

Бюретки исполнения 11—1—2—5—0,02 или 1—2—2—1,0—0,05 по ГОСТ 29251.

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

Капельница 2—25 ХС по ГОСТ 25336.

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.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х. ч.

Соль Мора по ГОСТ 4208, раствор концентрации 0,01 моль/дм^3.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей 10 %.

Бензидин солянокислый, раствор с массовой долей 1 %.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники по ГОСТ 27752.

Термометры жидкостные стеклянные по ГОСТ 28498.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

6.11.3 Подготовка к выполнению измерений

6.11.3.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия концентрации 0,01 моль/дм^3

Пипеткой отмеряют 10 см^3 марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм^3, приготовленного по 6.6.3.1, растворяют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 в небольшом объеме дистиллированной воды и затем доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор годен в течение 3 мес.

6.11.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 20 % по 6.6.3.2

6.11.3.3 Приготовление раствора соли Мора концентрации 0,01 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают примерно 700 см^3 дистиллированной воды, вносят навеску соли Мора массой (39,06 ± 0,0001) г и пипеткой добавляют 5 см^3 концентрированной серной кислоты плотностью ρ = 1,84. Раствор выдерживают 2 ч на водяной бане, охлаждают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Пипеткой отмеряют 10 см^3 раствора серной кислоты по 6.6.3.2, наливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор годен в течение 3 мес.

6.11.3.4 Приготовление раствора уксусной кислоты с массовой долей 10 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 наливают 70 см^3 дистиллированной воды, пипеткой вносят 10 см^3 ледяной уксусной кислоты и после перемешивания раствора доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор уксусной кислоты годен один год.

6.11.3.5 Приготовление раствора солянокислого бензидина с массовой долей 1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 наливают примерно 70 см^3 раствора уксусной кислоты с массовой долей 10 % по 6.11.3.4, вносят навеску солянокислого бензидина массой (1,0 ± 0,001) г и перемешивают. Раствор доводят до метки раствором уксусной кислоты с массовой долей 10 % по 6.11.3.4.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой не более 3 мес.

6.12 Проведение испытания

6.12.1 Приготовление рабочего раствора прополиса

6.12.1.1 В коническую колбу вместимостью 250 см^3 отвешивают навеску прополиса (0,2 ± 0,0001) г, приготовленного по 6.4.2, пипеткой приливают 5 см^3 этилового спирта, выдерживают в течение 1 ч. Мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 наливают 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. В коническую колбу вместимостью 150 см^3 пипеткой вносят 10 см^3 фильтрата; мерным цилиндром вместимостью 100 см^3 прибавляют 90 см^3 дистиллированной воды и перемешивают.

6.12.1.2 Пипеткой переносят 5 см^3 рабочего раствора по 6.12.1 в коническую колбу вместимостью 250 см^3, пипеткой добавляют 10 см^3 дистиллированной воды, пипеткой добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 20 % по 6.6.3.2, пипеткой приливают 2 см^3 раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 по 6.11.2.1 и оставляют для реакции на 10 мин. Через 10 мин ярко-розовый раствор титруют из бюретки раствором соли Мора по 6.11.2.3 концентрацией 0,01 моль/дм^3 со скоростью примерно 30 капель в минуту до светло-розовой окраски. Затем капельницей прибавляют 5 капель раствора бензидина по 6.11.2.5 и дотитровывают со скоростью примерно 15 капель в минуту до обесцвечивания. Температура титруемых растворов должна составлять 15 °С—25 °С.

Одновременно в тех же условиях раствором соли Мора молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 по 6.11.2.3 титруют из бюретки контрольный раствор, содержащий 15 см^3 дистиллированной воды, 10 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 20 % по 6.6.3.2, 2 см^3 раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,01 моль/дм^3 по 6.11.2.1. Контрольный раствор выдерживают 10 мин.

Измерение проводят в двух повторностях.

6.12.2 Обработка и представление результатов определений

6.12.2.1 Количество окисляемых веществ X_6 в 1 см^3 раствора окислителя на 1 мг прополиса, см^3/мг, определяют по формуле

$$X_6 = V - V_1, \quad (12)$$

где V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование 5 см^3 контрольного раствора, см^3;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование 5 см^3 раствора прополиса, см^3.

6.12.2.2 За окончательный результат измерений количества окисляемых веществ в прополисе принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2002 (пункт 3.14), если расхождение между ними не превышает предел повторяемости $r = 0{,}10\overline{X}_6$, см^3/мг (при $P = 0{,}95$).

6.12.2.3 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 $R = 0{,}19\overline{X}_6$, см^3/мг (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.

6.12.2.4 Границы абсолютной погрешности результатов измерений количества окисляемых веществ в прополисе — $\pm 0{,}12\overline{X}_6$, см^3/мг (при $P = 0{,}95$).

6.12.2.5 Окончательный результат измерений количества окисляемых веществ в прополисе округляют до первого десятичного знака и представляют в виде

$$\overline{X}_6 \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (13)$$

где $\overline{X}_6$ — среднеарифметическое значение результатов измерений количества окисляемых веществ в прополисе, см^3/мг, по 6.12.2.2;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений по 6.12.2.4.

6.13 Определения токсичных элементов

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

6.13.2 Определение 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.

6.14 Определения пестицидов — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего настоящий стандарт.

6.15 Определение радионуклидов

6.15.1 Подготовка проб — по ГОСТ 32164.

6.15.2 Определение радионуклидов — по ГОСТ 32161, ГОСТ 32163.

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

6.17 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 Транспортируют прополис всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта, при соблюдении санитарных условий и требований к условиям хранения и [1].

Прополис должен быть защищен от атмосферных осадков, прямых солнечных лучей и высоких температур.

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

7.1.3 При транспортировании прополис следует сопровождать ветеринарным свидетельством, подтверждающим ветеринарно-санитарное благополучие места его получения.

7.2 Хранение

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

7.2.2 Срок хранения прополиса устанавливает изготовитель, но не более 10 лет с момента сбора.

Прополис следует хранить в сухих, чистых деревянных ящиках по ГОСТ 10131 или в мешках из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 17811 в хорошо проветриваемых и затемненных помещениях при температуре не выше 25 °С и относительной влажности воздуха не менее 65 %.

Рекомендуемый срок хранения прополиса — не более 10 лет.

7.2.3 Прополис, находящийся на хранении, сопровождают информацией об условиях хранения и сроке годности.

7.2.4 Формирование штабеля с транспортной упаковкой должно обеспечивать сохранность упаковки и качество прополиса.

7.2.5 При реализации прополиса следует соблюдать 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: прополис, технические условия, воск, механические примеси, окисляемость, окисляемые вещества, флавоноидные соединения, полифенольные соединения, йодное число

БЗ 8—2019/132

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 16.08.2019. Подписано в печать 04.09.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,59.
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