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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34253— 2017

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения витамина А

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «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 «Научно-исследовательский институт пчеловодства» (ФГБНУ «НИИ пчеловодства»)

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-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
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 ноября 2017 г. № 1638-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34253—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2017

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 2
4 Отбор и подготовка проб 2
5 Сущность метода 3
6 Требования безопасности при проведении работ 3
7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
8 Условия проведения измерений 4
9 Определение массовой доли витамина А 4
Библиография 8

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

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения витамина А

Beekeeping products. Method for determination of vitamin A

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на воск пчелиный, молочко маточное пчелиное, гомогенат трутневого расплода (далее — гомогенат), пыльцу цветочную (обножку) и устанавливает метод определения витамина А.

Диапазон измерений массовой доли витамина А:

- для пчелиного воска от 2,0 до 10,0 МЕ в 1 г продукта;
- пчелиного маточного молочка от 0,30 до 0,80 МЕ в 1 г продукта;
- гомогената от 0,5 до 1,0 МЕ в 1 г продукта;
- цветочной пыльцы (обножки) от 30,0 до 80,0 МЕ в 1 г продукта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

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

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

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

---

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

Издание официальное

ГОСТ 4919.1—2016 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5541—2002 Средства укупорочные корковые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ 5815—77 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962—2013 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21179—2000 Воск пчелиный. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25629—2014 Пчеловодство. Термины и определения

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

ГОСТ 28887—90 Пыльца цветочная (обножка). Технические условия

ГОСТ 28888—90 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ 25629.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб для проведения испытания проводят: пчелиного воска — по ГОСТ 21179; пчелиного маточного молочка — по ГОСТ 28888; гомогената — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт; цветочной пыльцы (обножки) — по ГОСТ 28887.

Для проведения измерений отбирают точечные пробы, которые затем соединяют в объединенную пробу. Общая масса объединенной пробы пчелиного воска — не менее 100 г., пчелиного маточного молочка или гомогената — не менее 40 г, цветочной пыльцы (обножки) — не менее 20 г.

Объединенную пробу делят на две равные части, упаковывают в чистую, без посторонних запахов, упаковку в соответствии с [1], обеспечивающую сохранность продукции. Одну часть плотно закрывают и хранят: пчелиный воск — в течение одного года при температуре (20 ± 5) °С, пчелиное маточное молочко и гомогенат в замороженном виде — в течение 6 мес при температуре минус 6 °С или в течение одного года при температуре минус (20 ± 2) °С, цветочную пыльцу — в течение одного года при температуре от 0 °С до плюс 5 °С, как контрольную до окончания срока годности продукта, на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта. На каждую единицу наклеивают этикетку с указанием:

- наименования продукта;

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

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

Другую часть передают в лабораторию для проведения испытаний.

4.2 Замороженное пчелиное маточное молочко и гомогенат размораживают на водяной бане лабораторной при температуре не выше 36 °С или в сушильном шкафу при тех же температурных режимах. Анализируемую пробу тщательно перемешивают не менее 2 мин для равномерного распределения жира в анализируемом продукте.

4.3 Подготовка пробы пчелиного воска — в соответствии с ГОСТ 21179.

4.4 Цветочную пыльцу измельчают на мельнице.

5 Сущность метода

Метод основан на колориметрическом измерении интенсивности окрашивания образовавшегося соединения при реакции витамина А (ретинола) с треххлористой сурьмой (реакция Карра-Прайса).

6 Требования безопасности при проведении работ

6.1 При проведении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, требования электробезопасности при работе с приборами и электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.2 Помещение лаборатории должно соответствовать санитарным правилам проектирования, оборудования, эксплуатации и содержания производственных и лабораторных помещений, предназначенных для проведения работ с веществами 1-го и 2-го классов опасности.

Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021 и вытяжным шкафом. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

Треххлористая сурьма при попадании на кожу вызывает ожоги. Место поражения промывают ацетоном, затем водой.

Работу с хлороформом, уксусным ангидридом, диэтиловым эфиром необходимо проводить в вытяжном шкафу и в хорошо вентилируемом помещении.

Посуду после раствора треххлористой сурьмы и кюветы после измерений рекомендуется промывать раствором соляной кислоты с массовой долей 50 %, нужно промывать соляной кислотой концентрированной.

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

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1—2011, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного 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.

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

Шкаф сушильный лабораторный любого типа, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима в диапазоне до 100 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ±5 °С.

Ротационный испаритель с диапазоном поддержания температур от 25 °С до 100 °.

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

Колбы мерные по 1(2)-(50,100, 200, 250,1000)-2 по ГОСТ 1770.

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

Цилиндры 3-100-2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-100(800) ТС по ГОСТ 25336.

Фарфоровая чашка № 4 номинальной вместимостью 150 см^3 по ГОСТ 9147.

Фарфоровый стакан № 5 номинальной вместимостью 400 см^3 по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

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

Воронка В-25-38 ХС или В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1-500 по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1-250 по ГОСТ 25336.

Установка воздушного холодильника, состоящая из трубки стеклянной длиной 1 м по ГОСТ 25336, колбы К-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336, корковой пробки диаметром 29/32 с отверстием под диаметр трубки по ГОСТ 5541.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага масштабно-координатная (миллиметровая) по ГОСТ 334.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч., ч. д. а.

Кислота аскорбиновая (витамин С), массовая доля основного вещества 99,4 % — по [2].

Раствор ретинола ацетата в масле 3,44 % (препарат витамина А) — по [2].

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, ч., ч. д. а.

Сурьма треххлористая, ч., ч. д. а., по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Эфир диэтиловый стабилизированный, х. ч., по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, не уступающими приведенным выше, и реактивов аналогичной квалификации по качеству.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °С . . . . . не более 80 %;

Температура рабочих растворов от 18 °С до 25 °С. Измерения проводят только со свежеприготовленными растворами анализируемой пробы. Температуру контролируют термометром.

Выполнение измерений оптической плотности продукта колориметрической реакцией следует проводить быстро, в течение 5—6 с.

Измерение должно проводиться при красном или затемненном свете в помещении в связи с разрушением витамина А под воздействием ультрафиолетовых лучей.

9 Определение массовой доли витамина А

9.1 Подготовка к проведению измерения

9.1.1 Подготовка растворов и реактивов

9.1.1.1 Приготовление безводного сернокислого натрия

Сернокислый натрий по ГОСТ 4166 нагревают в фарфоровой чашке по ГОСТ 9147 вместимостью 150 см^3 при температуре (100 ± 5) °С в сушильном шкафу 8—10 ч до тех пор, пока не образуется рыхлый порошок.

9.1.1.2 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = 2 моль/дм^3

Навеску гидроокиси калия по ГОСТ 24363 массой (112,2 ± 5,0) г растворяют в этиловом ректификованном спирте по ГОСТ 5962 в мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см^3. Объем раствора доводят до метки этиловым ректификованным спиртом и перемешивают.

Спиртовую щелочь хранят в холодильнике — не более 1 мес.

9.1.1.3 Приготовление водного раствора гидроокиси калия массовой концентрации 0,5 г/см^3

Навеску гидроокиси калия по ГОСТ 24363 массой (125,0 ± 0,4) г растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см^3, в фарфоровом стакане по ГОСТ 9147 вместимостью 400 см^3, затем охлаждают до (20 ± 5) °С и фильтруют в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

9.1.1.4 Приготовление раствора треххлористой сурьмы (реагент Карра-Прайса)

В конической колбе по ГОСТ 25336 вместимостью 200 см^3 взвешивают навеску треххлористой сурьмы массой (20,00 ± 0,01) г. Добавляют мерным цилиндром по ГОСТ 1770 100 см^3 хлороформа и растворяют, нагревая на водяной бане (температура воды не выше 50 °С), периодически встряхивая. Раствор охлаждают, добавляют пипеткой по ГОСТ 29227 вместимостью 5 см^3 2—3 см^3 уксусного ангидрида, колбу плотно закрывают и оставляют на ночь для отстаивания. Затем верхнюю прозрачную часть раствора осторожно сливают через бумажный фильтр по ГОСТ 12026 в темную склянку с притертой пробкой. Раствор годен для работы через сутки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 40 суток.

9.1.1.5 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей индикатора 1 %

В мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску фенолфталеина (1,00 ± 0,01) г и растворяют в 70 см^3 этилового спирта, отмеренного мерным цилиндром по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым ректификованным спиртом по ГОСТ 5962 и перемешивают.

9.2 Построение градуировочного графика

9.2.1 Перед построением градуировочного графика уточняют концентрацию ретинола ацетата спектрофотометрическим методом в соответствии с [2].

9.2.2 Навеску препарата витамина А — ретинол ацетата (0,10 ± 0,01) г взвешивают на весах по ГОСТ OIML R 76-1 в мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 и растворяют в хлороформе. Объем доводят хлороформом до метки, перемешивают.

Если концентрация витамина А — ретинол ацетата в масляном концентрате выражена в процентах, то концентрацию витамина А X_1, МЕ в 1 см^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot m_1 \cdot 2907000}{100}, \quad (1)$$

где m — массовая доля витамина А (ретинол ацетата) в препарате, %;

m_1 — масса навески препарата, г;

2907000 — активность 1 г витамина А (ретинол ацетата) с массовой долей 100 % в абсолютном спирте;

100 — объем хлороформенного раствора препарата витамина А, см^3.

9.2.3 Для построения градуировочного графика из полученного раствора витамина А рассчитанной массовой концентрации последовательно готовят разведения массовой концентрации 5, 10, 15 и 20 МЕ в 1 см^3.

9.2.3.1 Приготовление разведений массовой концентрации ретинол ацетата 5, 10, 15 и 20 МЕ в 1 см^3

Навеску массой (0,10 ± 0,01) г раствора витамина А растворяют в 100 см^3 хлороформа. Из колбы берут хлороформенные растворы следующих объемов: 2,5 см^3, 5,0 см^3, 7,5 см^3, 10,0 см^3 и вносят в мерные колбы по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см^3. Объем в колбе доводят до метки хлороформом.

Из каждой колбы пипеткой по ГОСТ 29227 отбирают в кювету по 0,4 см^3 полученного раствора. Кювету помещают в кюветодержатель фотоэлектроколориметра или спектрофотометра, добавляют 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы. Очень быстро (не более 5 с) измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 620 нм. В качестве контроля служит раствор, состоящий из 0,4 см^3 хлороформа и 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы.

9.2.4 Для построения градуировочного графика на оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности (D), а по оси абсцисс — соответствующую им концентрацию витамина А (c_1), МЕ/см^3. Для построения графика используют миллиметровую бумагу по ГОСТ 334.

Градуировочный график должен быть линейным в заданном диапазоне с коэффициентом корреляции не ниже 0,99.

При смене раствора треххлористой сурьмы построение градуировочного графика повторяют, используя при этом свежеприготовленный раствор витамина А в хлороформе.

Примечания

1 Градуировочный график строят для каждого спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и проверяют при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

2 В случае длительного хранения масляного концентрата витамина А необходимо один раз в полгода проверять его концентрацию по соответствующему градуировочному графику.

9.3 Проведение измерения

9.3.1 В коническую круглодонную колбу по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3 вносят взвешенную на весах навеску испытуемого продукта: пчелиного воска массой (3,00 ± 0,01) г, гомогената трутневого расплода (7,00 ± 0,01) г, маточного пчелиного молочка (5,00 ± 0,01) г, цветочной пыльцы (0,50 ± 0,01) г. Навеску гомогената трутневого расплода растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709, навеску маточного пчелиного молочка и цветочной пыльцы растворяют в 20 см^3. Затем в колбу с испытуемым продуктом добавляют (0,10 ± 0,01) г аскорбиновой кислоты, мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770 приливают для пчелиного воска 50 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c(КОН) = 2 моль/дм^3, для других продуктов — 40 см^3 этилового ректификованного спирта по ГОСТ 5962 и, перемешивая, вносят пипеткой по ГОСТ 29252 вместимостью 10 см^3 5—7 см^3 водного раствора массовой концентрации гидроокиси калия 0,5 г/см^3, приготовленного по 9.1.1.3. Колбу соединяют с водяным обратным холодильником и выдерживают в кипящей водяной бане (30 ± 2) мин.

После этого содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в делительную воронку по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см^3, дважды ополаскивая колбу порциями дистиллированной воды по 50 см^3. Неомыляемые вещества экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира по 50 см^3, после чего нижний (водный) слой отбрасывают.

Объединенный эфирный экстракт в делительной воронке по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3 промывают дистиллированной водой порциями по 50—100 см^3 до нейтральной реакции по фенолфталеину, расходуя при этом 500—700 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709.

Промытую эфирную вытяжку сливают в сухую коническую колбу с притертой пробкой по ГОСТ 25336, добавляют (10,0 ± 1,0) г сернокислого натрия, приготовленного по 9.1.1.1, и оставляют на 30 мин в темном месте, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр по ГОСТ 12026. Сернокислый натрий в колбе и фильтр промывают диэтиловым эфиром. Эфир собирают в колбе и отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом при температуре водяной бани не более 35 °С. Остаток в колбе, представляющий неомыляемые вещества, после отгонки растворителя должен быть сухим. Если остаток влажный, его растворяют в 20 см^3 диэтилового эфира, добавляют (2,00 ± 0,01) г сернокислого натрия, оставляют на 30 мин в темном месте. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр, тщательно промывая фильтр и сернокислый натрий диэтиловым эфиром. Эфир опять отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом при температуре водяной бани не более 35 °С. При испытании пчелиного воска остаток неомыляемых веществ в колбе растворяют в 10 см^3 хлороформа, при испытании маточного пчелиного молочка, гомогената и цветочной пыльцы (обножки) остаток неомыляемых веществ в колбе растворяют в 2 см^3 хлороформа.

9.3.2 Пипеткой по ГОСТ 29227 вносят в кювету 0,4 см^3 остатка неомыляемых веществ, растворенного в хлороформе. Кювету помещают в кюветодержатель фотоэлектроколориметра, добавляют 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы. Очень быстро (не более 5 с) измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 620 нм. В качестве контроля служит раствор, состоящий из 0,4 см^3 хлороформа и 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы.

9.3.3 По градуировочному графику (9.2.4) находят концентрацию витамина А(c_1) в хлороформенном растворе, соответствующую значению оптической плотности D, определенному по 9.3.2.

9.4 Обработка и предоставление результатов измерений

9.4.1 Содержание витамина А в 1 г продукта, X_2, МЕ/г, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c_1 \cdot V}{m_2}, \quad (2)$$

где c_1 — концентрация витамина А в хлороформенном растворе, определенная по градуировочному графику, МЕ в см^3;

V — объем раствора неомыляемых веществ в хлороформе (2 или 10), см^3;

m_2 — масса пробы продукта, г.

9.4.2 За окончательный результат измерений содержания витамина А в пчелином воске, в пчелином маточном молочке, в гомогенате трутневого расплода и в цветочной пыльце (обножке) принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1 (подраздел 3.14), если расхождение между ними не превышает предела повторяемости r, при доверительной вероятности P = 0,95. Значения пределов повторяемости r приведены в таблице 1.

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

9.4.3 Границы абсолютной погрешности результатов измерений содержания витамина А, полученных согласно данному методу, $\pm\Delta$, при доверительной вероятности P = 0,95, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя испытания в продукте	Диапазон измерений	Предел повторяемости r, при P = 0,95, МЕ/г	Критический диапазон при трех измерениях, $CR_{0,95}(3)$, МЕ/г	Предел воспроизводимости R, при P = 0,95, МЕ/г	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, при P = 0,95, МЕ/г
Содержание витамина А в пчелином воске X_2, МЕ/г	От 5,0 до 20,00 включ.	$0,5\overline{X}_2$	$0,3\overline{X}_2$	$0,9\overline{X}_2$	$0,34\overline{X}_2$
Содержание витамина А в пчелином маточном молочке X_2, МЕ/г	От 0,41 до 0,55 включ.	$0,04\overline{X}_2$	$0,04\overline{X}_2$	$0,09\overline{X}_2$	$0,05\overline{X}_2$
Содержание витамина А в гомогенате X_2, МЕ/г	От 1,27 до 1,50 включ.	$0,03\overline{X}_2$	$0,03\overline{X}_2$	$0,07\overline{X}_2$	$0,04\overline{X}_2$
Содержание витамина А в цветочной пыльце (обножке) X_2, МЕ/г	От 70,00 до 80,00 включ.	$0,11\overline{X}_2$	$0,14\overline{X}_2$	$0,20\overline{X}_2$	$0,14\overline{X}_2$

9.4.4 Окончательный результат определения содержания витамина А в пчелином воске и цветочной пыльце (обножке) округляют до первого десятичного знака, а в пчелином маточном молочке и гомогенате округляют до второго десятичного знака.

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

Результаты измерений представляют в виде

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений содержания витамина А, МЕ/г;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений, МЕ/г.

Библиография

[1] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»
[2] ГФ СССР Государственная фармакопея СССР, М.: Медицина, 1987

УДК 638.171:006.354 МКС 65.140 С52

Ключевые слова: витамин А, пчелиный воск, гомогенат, пчелиное маточное молочко, цветочная пыльца (обножка), аскорбиновая кислота, спиртовой раствор гидроокиси калия, неомыляемые вещества, хлороформ, треххлористая сурьма

БЗ 11—2017/186

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 08.11.2017. Подписано в печать 17.11.2017. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26. Тираж 28 экз. Зак. 2314.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru