ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56150— 2014

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения показателя окисляемости

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 08 октября 2014 г. № 1278–ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2015

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 пробы 2
5 Сущность метода 2
6 Требования безопасности проведения работ 2
7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
8 Подготовка к выполнению измерений 4
9 Проведение измерений 5
10 Обработка и представление результатов измерений 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения показателя окисляемости

Beekeeping products.
Method determination of oxidability indicator

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пчеловодства и устанавливает метод определения показателя окисляемости

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

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

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

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

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

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетенции испытательных и калибровочных лабораторий.

ГОСТ 19792–2001 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия.

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

ГОСТ 28498–90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие техничес-кие требования. Методы испытания

ГОСТ 28886–90 Прополис. Технические условия

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

ГОСТ 31767–2012 Молочко маточное пчелиное адсорбированное. Технические условия

ГОСТ 31776–2012 Перга. Технические условия

ГОСТ Р 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

Издание официальное

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

ГОСТ Р ИСО 5725-6–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52001–2002 Пчеловодство. Термины и определения.

ГОСТ Р 53228–2008 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте приведены термины по ГОСТ Р ИСО 5725–1, ГОСТ Р ИСО 5725–6, ГОСТ Р 52001.

4 Отбор и подготовка пробы

4.1 Отбор проб по ГОСТ 19792, ГОСТ 28886, ГОСТ 28887, ГОСТ 28888, ГОСТ 31767, ГОСТ 31776.

4.2 Замороженное маточное молочко оттаивают на водяной бане (см. 7.9) при температуре 36 °С. Анализируемую пробу тщательно перемешивают не менее 3 мин.

4.3 Пыльцу цветочную (обножку), пергу, прополис измельчить при помощи лабораторной мельницы.

5 Сущность метода

Метод основан на определении времени окисления ненасыщенных соединений, входящих в состав продуктов пчеловодства и выражается временем (с), в течение которого происходит обесцвечивание раствора марганцевокислого калия.

6 Требования безопасности проведения работ

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

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

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

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

6.5 Лаборатория должна быть оснащена вытяжным шкафом, температура окружающей среды и рабочих растворов от 18 °С до 23 °С. Испытание проводят только со свежеприготовленными растворами анализируемой пробы. Температуру контролируют термометром.

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ± 0,001 г.

Секундомер механический однострелочный СОСпр–26–2–000 в металлическом или пластмассовом корпусе, 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.

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

Колбы конические Кн–1–50–14/23, Кн–1–100–14/23, Кн–1–250–14/23 по ГОСТ 25336.

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

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

Капельница 2-25 хс по ГОСТ 25336.

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

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

Магнитная мешалка по обеспечивающая скорость вращения магнитного якоря 120-1500 об/мин.

Стакан В–1–50 по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений температур от 1 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

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

Шкаф сушильный электрический круглый обеспечивающий поддержание температурного режима 40 °С — 150 °С при отклонениях температуры от номинального значения не превышающих ± 5 °С.

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

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1. Приготовление молярного раствора марганцовокислого калия молярной концентрации *c*(KMnO4) = 0,1 моль/см3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770 вносят (3,200 ± 0,001) г марганцовокислого калия по ГОСТ 20490 и мерным цилиндром по ГОСТ 1770 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 комнатной температуре (18 — 23) °С — не более 3 мес.

8.2 Приготовление раствора серной кислоты массовой долей 20 %.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770 наливают мерным цилиндром, вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770, 700 см^3 дистиллированной воды, затем мерным цилиндром на 250 см^3 осторожно вносят 124 см^3 серной кислоты ρ=1,84 г/см^3 по ГОСТ 4204, объем доводят дистиллированной водой до метки.

Срок хранения раствора при комнатной температуре (18 — 23) °С — не более 6 мес.

Примечание – При работе с серной кислотой пользуются защитными очками.

8.3 Приготовление раствора испытуемого продукта

8.3.1 Анализируемую пробу:

(0,064 ± 0,001) г нативного маточного молочка по ГОСТ 28888 или (0,280 ± 0,001) г адсорбированного сухого маточного молочка по ГОСТ 31767 или (0,320 ± 0,001) г. адсорбированного сырого молочка помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336, пипеткой по ГОСТ 29227 наливают (20,0 ± 0,1) см^3 свежекипяченой и охлажденной дистиллированной воды по ГОСТ 6709 и перемешивают в течение 3–5 мин стеклянной палочкой.

8.3.2 Анализируемую пробу:

(1,000 ± 0,001) г пыльцы цветочной (обножки) по ГОСТ 28887 или (0,700 ± 0,001) г перги по ГОСТ 31776 помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336, пипеткой наливают (20,0 ± 0,1) см^3 свежекипяченой и охлажденной дистиллированной воды растворяют и перемешивают на магнитной мешалке в течение 3–5 мин, добавляют (5,00 ± 0,05) см^3 спирта этилового по ГОСТ 5962, перемешивают и выдерживают в течение одного часа в темном месте. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3. Фильтр промывают дистиллированной водой, и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

8.3.3 (0,20 ± 0,01) г анализируемой пробы прополиса по ГОСТ 28886; помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336, пипеткой по ГОСТ 29227 добавляют (5,00 ± 0,05) см^3 спирта этилового по ГОСТ 5962, перемешивают 10 минут на магнитной мешалке и выдерживают в течение 1 часа в темном месте. Затем раствор тщательно перемешивают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 через бумажный фильтр по ГОСТ 12026 и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709, перемешивают. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770 вносят пипеткой по ГОСТ 29227 (10 ± 0,05) см^3 полученного раствора и доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.4 (5,00 ± 0,01) г анализируемой пробы меда по ГОСТ Р 54644 помещают в коническую колбу вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336, наливают 20,0 см^3 мерным цилиндром по ГОСТ 1770 свежекипяченой и охлажденной дистиллированной воды, растворяют и перемешивают на магнитной мешалке в течение 5 мин. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр по ГОСТ 12026 в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770. Фильтр промывают дистиллированной водой, и объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

9 Проведение измерений

В стакан вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336 вносят пипеткой по ГОСТ 29227 (2,00 ± 0,01) $см^3$ раствора анализируемого продукта по 8.3.1. — 8.3.4., и добавляют пипеткой по ГОСТ 29227 (1,000 ± 0,006) $см^3$ раствора серной кислоты массовой доли 20 % по 8.2. Раствор в стакане перемешивают плавными круговыми движениями руки, добавляют капельницей одну каплю раствора марганцовокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/$см^3$ по 8.1 и одновременно включают секундомер.

Время исчезновения розовой окраски подкисленного раствора соответствует показателю окисляемости (*ПО*±0,5) с.

Примечание – Испытание проводят при температуре растворов 18 °С — 23 °С. Температуру растворов контролируют термометром по ГОСТ 28498.

10 Обработка и представление результатов измерений

10.1 За окончательный результат измерений показателя окисляемости принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le r \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср}. \quad (1)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений показателя окисляемости, полученные в условиях повторяемости, с

r — предел повторяемости при P = 0,95 (таблица 1), %

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений, с.

10.2 Расхождение между двумя результатами измерений показателя окисляемости, полученными в условиях воспроизводимости должно соответствовать условию приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le R \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср} \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений показателя окисляемости, полученные в условиях воспроизводимости, с;

R –предел воспроизводимости при P = 0,95 (таблица 1), %

Таблица 1 Диапазон измерений, показатели точности и прецизионности метода определения показателя окисляемости при P = 0,95

Диапазон измерений с	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %
от 4,0 до 30,0	9	12	9

10.3 Результат измерений показателя окисляемости в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta \text{ при } P{=}0{,}95, \quad (3)$$

где ±Δ — границы абсолютной погрешности измерений при P = 0,95, С, определяемые по формуле

$$\pm \Delta = \delta \cdot X_{ср} \cdot 0{,}01; \quad (4)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений при P = 0,95 (таблица 1), %

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, с.

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

УДК 638.16:006.354 ОКС 65.140 С52

Ключевые слова: показатель окисляемости, продукты пчеловодства, секундомер, проведение испытаний, результаты испытаний

Подписано в печать 24.03.2015. Формат 60x84⅛.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 39 экз. Зак. 1411

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»,
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru