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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 32476— 2013**

# ВОСК ПЧЕЛИНЫЙ

## Метод определения неомыляемых веществ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

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

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 531 «Пчеловодство» (ТК 432)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-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 |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 марта 2014 г. № 272-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32476—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 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*

© Стандартинформ, 2014

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 Определение неомыляемых веществ . . . . . 2

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ВОСК ПЧЕЛИНЫЙ

## Метод определения неомыляемых веществ

Bee's wax. Method of unsaponifiable matters determination

Дата введения — 2015—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пчелиный воск, получаемый переработкой воскового сырья по различным технологиям, и устанавливает метод определения неомыляемых веществ.

Метод применяют при экспортировании и для научных исследований пчелиного воска.

Диапазон измерения массовой доли неомыляемых веществ воска от 2,0 % до 7,0 %.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

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 ИСО 5725-6—2003* Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17299—78 Спирт этиловый технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 21179—2000 Воск пчелиный. Технические условия

ГОСТ 21240—89 Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25629—83 Пчеловодство. Термины и определения

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2003 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

Издание официальное

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

Термины и определения — по ГОСТ 25629.

## 4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб и подготовку аналитических проб проводят по ГОСТ 21179.

## 5 Определение неомыляемых веществ

### 5.1 Качественная реакция

(2,0 ± 0,01) г воска помещают в пробирку по ГОСТ 25336, добавляют горошину едкого калия по ГОСТ 24363 и 5 $см^3$ спирта этилового по ГОСТ 18300. Смесь кипятят 1 мин, после чего прибавляют пипеткой по ГОСТ 29252 5 $см^3$ дистиллированной воды по ГОСТ 6709. При содержании более 1 % неомыляемых веществ раствор мутнеет.

### 5.2 Количественное определение

Основано на омылении воска пчелиного спиртовым раствором КОН и обработке мыла серным (диэтиловым) эфиром. Из полученной вытяжки отгоняют эфир, остаток взвешивают.

### 5.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания не более ±1 мг.

Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева до 100 °С, с погрешностью измерения ± 2 °С.

Скальпель медицинский по ГОСТ 21240.

Колбы конические КН 2-250-34, 2-150-34 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-50-1, 2-100-1 по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный 1-50 по ГОСТ 1770.

Воронка делительная ВД-2-100 ХС по ГОСТ 25336.

Пипетка 1-2-1-1 (5,10) по ГОСТ 29252.

Чашка фарфоровая выпарительная по ГОСТ 9147.

Спиртовка по ГОСТ 25336.

Пробирки П 1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Секундомер по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Стакан стеклянный СВ 1-50 ХС по ГОСТ 25336.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, спиртовой раствор молярной концентрации $c$ (КОН) = 2 моль/$дм^3$ и $c$ = 1 моль/$дм^3$.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.

Фенолфталеин спиртовой раствор, массовой долей 1 % по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Соляная кислота молярной концентрации 1 моль/$дм^3$ по ГОСТ 3118.

Эфир серный (диэтиловый) М = 74,12 г/моль по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Сетка асбестовая по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт

Баня водяная, вместимостью 1,5 дм$^3$ и высотой 80 мм.

**5.3.1 Приготовление реактивов**

5.3.1.1 Приготовление спиртового раствора КОН молярной концентрации $c$ (КОН) = 2 моль/дм$^3$

В стаканчик на 50 см$^3$ вносят 6,6 г гидроокиси калия, растворяют в небольшом количестве этилового спирта, переносят в мерную колбу на 50 см$^3$. Стаканчик споласкивают небольшим количеством спирта и переносят в колбу. Доводят объем в колбе до 50 см$^3$ и перемешивают. Раствор готовят накануне и хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения раствора — не более 1 недели.

5.3.1.2 Приготовление спиртового раствора КОН молярной концентрации $c$ (КОН) = 1 моль/дм$^3$

Готовится из спиртового раствора молярной концентрации $c$ (КОН) = 2 моль/дм$^3$ путем разведения его в два раза спиртом.

Срок хранения раствора — не более 1 недели.

5.3.1.3 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина 1 %

1 г фенолфталеина по НД помещают в мерную колбу вместительностью 100 см$^3$, в которую наливают этиловый ректификованный спирт и доводят объем до метки.

5.3.1.4 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации $c$ (HCl) = 1 моль/дм$^3$ из стандарт-титра.

Содержимое 1 ампулы молярной концентрации 0,1 моль/дм$^3$ переносят в мерную колбу на 100 см$^3$ и доливают дистиллированной водой до метки.

**5.4 Проведение испытания**

Отвешивают на аналитических весах (2 ± 0,001) г воска пчелиного в коническую колбу на 250 см$^3$ по ГОСТ 25336, добавляют 10 см$^3$ спиртового раствора едкого калия молярной концентрации $c$ (КОН) = 2 моль/дм$^3$ и нагревают на электроплитке с асбестовой сеткой при непрерывном помешивании до полного испарения спирта. Остаток растворяют в 5 см$^3$ спирта и снова нагревают до полного испарения. Затем добавляют мерным цилиндром по ГОСТ 1770 50 см$^3$ дистиллированной воды, подогревают на плитке и добавляют пипеткой по ГОСТ 29252 10 см$^3$ этилового спирта, который необходим для предотвращения возможной диссоциации мыла. Спирта должно быть не более 20 %, в противном случае он растворит много эфира.

Остудить до комнатной температуры, перемешать. В полученный раствор мыла вливают цилиндром по ГОСТ 1770 50 см$^3$ серного эфира, взбалтывают колбу с раствором, отстаивают. Серный эфир сливают в чистую коническую колбочку на 150 см$^3$. Затем в раствор мыла добавляют цилиндром на 50 см$^3$ еще 2 раза по 25 см$^3$ эфира, снова взбалтывают и сливают эфирный слой в колбочку по ГОСТ 25336.

Переносят в делительную воронку по ГОСТ 25336 эфирные вытяжки, приливают пипеткой по ГОСТ 29252 5 см$^3$ соляной кислоты концентрации 1 моль/дм$^3$ и 10 см$^3$ дистиллированной воды и легким вращением делительной воронки взбалтывают раствор. После осветления отделяют нижний слой от эфирного, а в оставшийся эфирный слой добавляют пипеткой по ГОСТ 29252 7 см$^3$ дистиллированной воды, 2 см$^3$ этилового спирта и 1 см$^3$ раствора едкого калия молярной концентрации 1 моль/дм$^3$, добавляют 2—3 капли фенолфталеина, перемешивают легким взбалтыванием и оставляют смесь для отстаивания на ночь. После отстаивания сливают розовый слой эфира в предварительно взвешенную фарфоровую чашку и упаривают эфир на кипящей водяной бане, остаток после упаривания растворяют в 10 см$^3$ горячего спирта (при температуре около 40 °С) и нагревают на кипящей водяной бане до испарения. Затем остаток сушат в сушильном шкафу при температуре (100 ± 2) °С до постоянной массы.

**5.5 Обработка результатов испытаний**

5.5.1 Массовую долю неомыляемых веществ в воске пчелином $X$ в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a-b)}{c} \cdot 100,$$

где $(a-b)$ — разность в массе между чашкой с неомыляемыми веществами и пустой, г;

$c$ — масса анализируемой пробы воска, г.

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака.

5.5.2 За массовую долю неомыляемых веществ принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости (одна и та же методика, идентичный объект испытания, одна и та же лаборатория, один и тот же оператор, одно и то же оборудование, короткий промежуток времени), если расхождение между ними не превышает абсолют-

ного предела повторяемости $r$ при $P = 0,95$ по ГОСТ ИСО 5725-6. Значение предела повторяемости $r$ приведено в таблице 1.

При превышении предела повторяемости $r$ проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

5.5.3 Расхождение между результатами двух независимых измерений, полученных в условиях воспроизводимости (одна и та же методика, идентичный объект испытания, разные лаборатории, разное оборудование) не должно превышать предела воспроизводимости $R$ при $P = 0,95$. Значение предела воспроизводимости $R$ приведено в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазон измерений, показатели прецизионности и точности при доверительной вероятности $P = 0,95$

| Диапазон измерений массовой доли неомыляемых веществ в воске $x$, % | Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений) $r$, % | Предел воспроизводимости (для двух результатов, полученных в разных лабораториях) $R$, % | Показатель точности (границы абсолютной погрешности) $\pm \Delta$, % |
|---|---|---|---|
| От 2,00 до 7,00 | $0,20\,\overline{X}$ | $0,40\,\overline{X}$ | $0,30\,\overline{X}$ |

5.5.4 Результат определений представляют в виде:

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов определений по 5.5.2, %;

$\pm \Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов определений, таблица 1, %.

5.5.5 Результаты определений оформляют протоколом.

УДК 638.171:006.354 МКС 65.140 С52

Ключевые слова: воск пчелиный, неомыляемые вещества, эфир серный, экстрагирование, выпаривание, высушивание, взвешивание

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 29.05.2014. Подписано в печать 03.06.2014. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 43 экз. Зак. 2208.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

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

gost.e-ecolog.ru