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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32169— 2013

МЕД

Метод определения водородного показателя и свободной кислотности

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 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пчеловодства» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «НИИ пчеловодства» Россельхозакадемии) и Обществом с ограниченной ответственностью «Аналитический центр «Апис»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 19 мая 2013 г. № 56-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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 сентября 2013 г. № 1070-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32169—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5 Настоящий стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 53877—2010[1)]

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

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»

[1)] Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 сентября 2013 г. № 1070-ст ГОСТ Р 53877—2010 отменен с 15 февраля 2015 г.

© Стандартинформ, оформление, 2013, 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 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 3
9 Условия проведения измерений 4
10 Проведение измерений 4
11 Обработка и представление результатов испытаний 4

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МЕД

Метод определения водородного показателя и свободной кислотности

Honey. Method determination of pH and free acidity

Дата введения — 2014—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мед и устанавливает метод определения водородного показателя и свободной кислотности.

В соответствии с ГОСТ 31766 концентрация водородных ионов водного раствора меда массовой долей 10 % составляет 3,0—6,9 ед. pH.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 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 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 19792 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[1)]

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

ГОСТ 25629 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

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

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31766 Меды монофлорные. Технические условия

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

Издание официальное

ГОСТ ИСО 3310-1 Сита контрольные. Часть 1. Сита контрольные из металлической проволочной ткани. Технические требования и испытания

ГОСТ ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения[1)]

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

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

3.1 **водородный показатель:** Величина, характеризующая активность или концентрацию ионов водорода в растворах, выраженная в единицах pH.

3.2 **свободная кислотность:** Показатель, характеризующий содержание свободных кислот, выраженный в миллиэквивалентах соляной кислоты на один килограмм (кг) меда.

3.3 **миллиэквивалент (миллиграмм-эквивалент):** Тысячная доля грамм-эквивалента, для кислот и оснований грамм-эквивалент равен молекулярной массе, деленной на основность.

Примечание — 1 $см^3$ 0,1 N раствора NaOH эквивалентен 1 $см^3$ 0,1 N раствора HCl.

4 Отбор и подготовка пробы

4.1 Отбор проб — по ГОСТ 19792.

4.2 Закристаллизованный мед размягчают на водяной бане, предназначенной для равномерного обогрева с помощью трубчатых электрических нагревательных элементов мощностью не более 1600 Вт, напряжение сети 220 В, диапазон регулировки температуры от 20 °С до 100 °С, или в сушильном шкафу по ГОСТ 14919 при температуре не выше 40 °С и продавливают металлическим или пластмассовым шпателем с длиной рабочей поверхности не менее 20 мм через сито по ГОСТ ИСО 3310-1. Крупные механические частицы удаляют вручную.

4.3 Сотовый мед распечатывают, отделяют от сот при помощи металлического сита без нагревания.

Анализируемую пробу меда тщательно перемешивают не менее 3 мин.

5 Сущность метода

Метод заключается в потенциометрическом определении водородного показателя и нейтрализации свободных кислот раствором гидроокиси натрия до 8,3 ед. pH.

6 Требования безопасности проведения работ

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

[1)] В Российской Федерации действует также ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

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.

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

7.1 Анализатор потенциометрический с диапазоном измерений от 0,00 до 14,00 ед. pH, ценой деления 0,01 ед. pH, пределами допускаемой абсолютной погрешности измерений ± 0,05 ед. pH.

7.2 Блок титрования, совместимый с потенциометрическим титратором и имеющий дозатор раствора (бюретку) вместимостью на менее 10 $см^3$ с ценой деления шкалы не более 0,05 $см^3$.

7.3 Бюретки по ГОСТ 29251 1—1—2—5—0,02 или 1—2—2—10—0,05.

7.4 Весы лабораторные по ГОСТ 24104, предел допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,001 г.

7.5 Стакан стеклянный вместимостью 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

7.6 Сито из нержавеющей стали с диаметром отверстий 0,5 мм по ГОСТ ИСО 3310-1.

7.7 Стаканы В-1—50 ТС, В-2—50 ТС, В-1—100 ТС, В-2—100 ТС по ГОСТ 25336.

7.8 Шпатель лабораторный металлический или пластмассовый с длиной рабочей поверхности не менее 20 мм.

7.9 Термометр по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С и ценой деления 1 °С.

7.10 Палочки стеклянные оплавленные длиной 10 см.

7.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.12 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328; водный раствор молярной концентрации $c(NaOH)$ = 0,1 моль/$дм^3$ или стандарт-титр.

7.13 Стандарт-титры для приготовления образцовых буферных растворов с 3,0; 7,0 и 9,0 ед. pH по ГОСТ 8.135.

7.14 Секундомер механический однострелочный в металлическом или пластмассовом корпусе, с ценой деления шкалы: секундной — 0,2 с, счетчика минут — 1 мин. Средняя погрешность за 30 мин ± 1,0 с.

7.15 Мешалка магнитная с числом оборотов от 60 до 600 об/мин, максимальная температура 115 °С.

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

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Приготовление буферных растворов

8.1.1 Буферные растворы с 3,56, 6,86 и 9,18 ед. pH готовят из реактивов квалификации «для pH-метрии», выпускаемых в виде стандарт-титров по ГОСТ 8.135.

8.1.2 Для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH применяют дистиллированную воду по 7.11, предварительно прокипяченную в течение 30—40 мин для удаления растворенной углекислоты.

8.1.3 Рабочие эталоны pH хранят в плотно закрытой посуде в затемненном месте при температуре не выше 25 °С. Срок хранения рабочих эталонов с 6,86 и 9,18 ед. pH — 1 мес с момента приготовления, рабочий эталон с 3,56 ед. pH готовят непосредственно перед измерением pH.

8.2 Приготовление раствора натрия гидроокиси концентрации $c(NaOH)$ = 0,1 моль/$дм^3$

Натрия гидроокись концентрации $c(NaOH)$ = 0,1 моль/$дм^3$ готовят по ГОСТ 25794.1 или из стандарт-титра х. ч. по 6.11.

8.3 Подготовка приборов

Подключают потенциометрический анализатор к сети и прогревают в течение 30 мин.

Заполняют дозатор блока титрования (бюретку) по 7.2 раствором гидроокиси натрия по 8.2.

В соответствии с инструкцией, прилагаемой к потенциометрическому анализатору, проводят его градуировку по буферным растворам с 3,56, 6,86 и 9,18 ед. pH.

Перед проверкой электроды анализатора тщательно промывают дистиллированной водой по 7.11. Остатки воды с электродов удаляют фильтровальной бумагой.

В стеклянный стакан по 7.7 наливают (40 ± 5) $см^3$ буферного раствора, имеющего температуру (20 ± 1) °С, измеренную термометром по 7.9, в него погружают электроды и в течение 10—15 с снимают показания прибора. Если показания прибора отличаются от стандартного значения активной кислотности образцового буферного раствора более чем на 0,05 ед. pH, то прибор градуируют снова.

Проверку прибора по стандартному буферному раствору следует выполнять ежедневно перед началом работы.

9 Условия проведения измерений

При выполнении измерений необходимо соблюдать условия (температура и относительная влажность воздуха, напряжение и частота электрического тока, напряженность внешних магнитных полей и температура пробы раствора меда), отвечающие требованиям инструкции по эксплуатации потенциометрического анализатора.

Измерения проводят при нормальных условиях:

- температура окружающего воздуха, °С ..... 20 ± 5;
- относительная влажность воздуха, % ..... от 30 до 80;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)..... от 84 до 106 (от 630 до 795).

10 Проведение измерений

10.1 Подготовка пробы

В стакане по 7.5 взвешивают (10,00 ± 0,01) г меда, подготовленного по 4, добавляют 90 $см^3$ дистиллированной воды по 8.1.2 и перемешивают стеклянной палочкой по 7.10 до полного растворения меда.

10.2 Определение водородного показателя

В подготовленный раствор меда по 10.1 опускают стержень магнитной мешалки и устанавливают стакан на магнитную мешалку по 7.15. Включают двигатель мешалки и погружают электроды потенциометрического анализатора по 7.1. При этом электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Измерения водородного показателя проводят при непрерывном перемешивании раствора меда в стакане.

Показания прибора (pH) фиксируют через 5 с после установления результатов измерения на цифровом табло. Результат измерений водородного показателя записывают до второго десятичного знака.

10.3 Определение свободной кислотности

Не извлекая электродов из стакана после измерения водородного показателя, раствор меда титруют раствором гидроокиси натрия молярной концентрацией 0,1 моль/$дм^3$ по 8.2 до pH 8,30.

Примечание — Скорость титрования должна быть подобрана так, чтобы показатель pH 8,30 был получен ровно через 2 мин.

Объем раствора гидроокиси натрия, пошедшего на титрование, учитывают с точностью до 0,05 $см^3$.

Испытания каждой пробы меда повторяют два раза, каждый раз вынимая электроды и меняя испытуемый раствор.

В промежутках между измерениями электроды анализатора погружают в стакан с дистиллированной водой.

11 Обработка и представление результатов испытаний

11.1 Повторяемость результатов

За окончательный результат измерений водородного показателя принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости (1):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} \cdot 100 \le r_{отн}, \quad (1)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений водородного показателя, полученные в условиях повторяемости, ед. pH;

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 1, %.

Окончательный результат измерений водородного показателя округляют до первого десятичного знака.

11.2 Воспроизводимость результатов

Расхождение между результатами испытаний водородного показателя, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, должно соответствовать условию приемлемости (2):

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} \cdot 100 \le R_{отн}, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух определений водородного показателя, полученные в условиях воспроизводимости, ед. pH;

$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 1, %.

Таблица 1 — Диапазоны измерений, показатели точности и прецизионности метода определения водородного показателя и свободной кислотности при доверительной вероятности $P = 0,95$

Определяемый показатель	Диапазон измерений	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, %
Водородный показатель, ед. pH	3,0—9,0	2	8	6
Свободная кислотность, мэкв/кг	До 10 включ.	15	25	20
	Св. 10 до 25 включ.	10	20	15
	Св. 25 до 80 включ.	5	10	7

11.3 Свободную кислотность (K) в миллиэквивалентах соляной кислоты в 1 кг меда рассчитывают по формуле

$$K = V \cdot 10, \quad (3)$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

10 — коэффициент пересчета на массу меда 1 кг.

Результат измерений свободной кислотности округляют до первого десятичного знака.

11.4 За окончательный результат измерений свободной кислотности принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, полученных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости, рассчитанное по формуле (1),

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений свободной кислотности, полученные в условиях повторяемости, мэкв/кг;

$r_{отн}$ — значение предела повторяемости, приведенное в таблице 1, %.

11.5 Расхождение между результатами измерений свободной кислотности, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, должно соответствовать условию приемлемости по формуле (2),

где X_1 и X_2 — результаты двух определений свободной кислотности, полученные в условиях воспроизводимости, мэкв/кг;

$R_{отн}$ — значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 1, %.

11.6 Форма представления результатов

Результат измерений водородного показателя или свободной кислотности в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta) \text{ ед. pH при } P = 0{,}95 \text{ или } (K_{ср} \pm \Delta) \text{ мэкв/кг при } P = 0{,}95,$$

где Δ — абсолютная погрешность результатов измерений, ед. pH или мэкв/кг, вычисляют по формуле

$$\Delta = \delta \cdot X_{ср} \cdot 0{,}01 \text{ или } \Delta = \delta \cdot K_{ср} \cdot 0{,}01, \quad (4)$$

где δ — относительная погрешность измерений водородного показателя или свободной кислотности по таблице 1, %.

11.7 Результаты испытаний оформляют протоколом.

УДК 638.16:006.354 МКС 67.180.10

Ключевые слова: мед, водородный показатель, свободная кислотность, потенциометрический метод, титрование, метрологические характеристики

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 11.11.2019. Подписано в печать 21.11.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,85.

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