ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54377— 2011

ВОСК ПЧЕЛИНЫЙ

Методы определения подлинности и температуры плавления (каплепадения)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью Центром исследований и сертификации «Федерал» (ООО Центр «Федерал»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 432 «Пчеловодство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 августа 2011 г. № 224-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2013

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 Требования безопасности проведения работ 2
5 Условия измерений 2
6 Методы определения подлинности 3
7 Метод определения температуры плавления (каплепадения) 9

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОСК ПЧЕЛИНЫЙ

Методы определения подлинности и температуры плавления (каплепадения)

Beeswax. Methods for determination of authenticity and drop melting point

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пчелиный воск и устанавливает:

1) методы определения его подлинности по отсутствию фальсифицирующих примесей (парафина, церезина, канифоли, живицы, стеарина), включающие определение органолептических показателей (цвета, структуры в изломе, запаха и внешнего вида); проведение химических реакций для определения фальсифицирующих примесей; определение массовой доли углеводородов в воске гравиметрическим методом в диапазоне измерений от 11,00 % до 20,00 %; определение массовой доли углеводородов в воске газохроматографическим методом в диапазоне измерений от 11,00 % до 20,00 %;

2) метод определения температуры плавления (каплепадения) воска в диапазоне измерений от 60,0 °С до 70,0 °С.

Требования к контролируемым показателям установлены в ГОСТ 21179.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 52001—2002 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

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 400—80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1012—72 Бензины авиационные. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 3145—84 Часы механические с сигнальным устройством. Общие технические условия

ГОСТ 4201—79 Реактивы. Натрий углекислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4517—87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 5556—81 Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

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

ГОСТ 17433—80 (СТ СЭВ 1704—79) Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 19213—73 (СТ СЭВ 2963—81) Сероуглерод синтетический технический. 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 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

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 ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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 Р 52001, ГОСТ Р ИСО 5725-1.

4 Требования безопасности проведения работ

При проведении измерений необходимо соблюдать требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, требования электробезопасности при работе с 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.

5 Условия измерений

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, органическими растворителями. Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021.

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;

относительная влажность воздуха при температуре 25 °С . . . . . не более 80 %;

атмосферное давление . . . . . от 97 до 101 кПа (730—760 мм рт. ст.).

6 Методы определения подлинности

Установление подлинности пчелиного воска проводят следующими методами:

1) определение органолептических показателей (цвета, структуры в изломе, запаха и внешнего вида);

2) проведение химических реакций для определения фальсифицирующих примесей;

3) определение массовой доли углеводородов в воске гравиметрическим методом;

4) определение массовой доли углеводородов в воске газохроматографическим методом.

6.1 Отбор пробы

Пробу пчелиного воска отбирают по ГОСТ 21179.

6.2 Определение органолептических показателей (цвета, структуры в изломе, запаха и внешнего вида)

6.2.1 Проведение испытаний

6.2.1.1 Цвет, структуру в изломе, запах, внешний вид воска определяют органолептически.

6.2.1.2 Пчелиный нефальсифицированный воск по цвету, структуре в изломе, запаху должен соответствовать требованиям ГОСТ 21179.

6.2.1.3 Пчелиный воск не должен иметь слоя грязи и эмульсии на нижней поверхности слитка или куска.

6.2.1.4 У пчелиного нефальсифицированного воска поверхность слегка волнистая или ровная. Примесь церезина или парафина приводит к появлению на поверхности фальсификата муарового рисунка (пятен, разводов).

6.3 Проведение химических реакций для определения фальсифицирующих примесей

6.3.1 Определение фальсифицирующих примесей (парафина, церезина) с помощью пробы Бюхнера

6.3.1.1 Сущность метода

Метод основан на различии химических свойств и растворимости парафина и церезина по сравнению с пчелиным воском в горячем спиртовом растворе щелочи, в котором воск растворяется полностью, а парафин и церезин собираются в виде кольца.

6.3.1.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228 среднего класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или таймер.

Водяная баня, позволяющая производить равномерный нагрев до температуры 80 °С.

Штатив для пробирок.

Пробиркодержатель.

Кювета эмалированная.

Спиртовка по ГОСТ 25336.

Пробирки П 1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1-10(100)-1 по ГОСТ 1770.

Стакан В 1-500 ХС по ГОСТ 25336.

Склянка из темного стекла вместимостью 200 $см^3$.

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

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652, «люкс».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.3.1.3 Подготовка к испытанию

В стакан вместимостью 500 $см^3$ помещают 100 $см^3$ этилового спирта по ГОСТ Р 51652, закрывают стеклом и ставят на водяную баню, нагретую до температуры 70 °С—80 °С. В спирт осторожно, небольшими порциями, добавляют (28,00 ± 0,01) г гидроокиси калия по ГОСТ 24363, перемешивая до полного ее растворения. Полученный насыщенный раствор оставляют охлаждаться до комнатной температуры в темном месте. Затем переливают в склянку с пробкой, обернутой фольгой. Все операции по переливанию растворов проводят над эмалированной кюветой.

6.3.1.4 Проведение испытания

В пробирку помещают воск массой (1,00 ± 0,01) г, добавляют 5 см^3 спиртового раствора щелочи, приготовленного по 6.3.1.3. Пробирку зажимают в пробиркодержателе, смесь осторожно доводят до кипения над пламенем спиртовки и кипятят в течение 2—3 мин.

6.3.1.5 Обработка результатов

При наличии парафина или церезина по всему объему раствора образуются мелкие шарики, которые при охлаждении собираются вверху в виде кольца.

6.3.2 Определение примеси канифоли

6.3.2.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228 среднего класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или таймер.

Штатив для пробирок.

Пробиркодержатель.

Спиртовка по ГОСТ 25336.

Пробирки П 1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1-10-1 по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652, «люкс».

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.3.2.2 Проведение испытания

В пробирку помещают воск массой (1,00 ± 0,01) г, добавляют 6 см^3 этилового спирта по ГОСТ Р 51652, 3 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709. Пробирку зажимают в пробиркодержателе, смесь осторожно доводят до кипения над пламенем спиртовки и кипятят в течение 2—3 мин. Горячий раствор сливают в другую пробирку, прибавляют равное количество дистиллированной воды.

6.3.2.3 Обработка результатов

При наличии канифоли по всему объему раствора образуется белая муть.

6.3.3 Определение примеси живицы

6.3.3.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228 среднего класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или таймер.

Штатив для пробирок.

Пробиркодержатель.

Спиртовка по ГОСТ 25336.

Пробирки П 1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1-10-1 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1(2)-100-2(ПМ) по ГОСТ 1770.

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.3.3.2 Подготовка к испытанию

Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201 массой (1,00 ± 0,01) г растворяют в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

6.3.3.3 Проведение испытания

В пробирку помещают воск массой (1,00 ± 0,01) г, добавляют 5 см^3 раствора углекислого кислого натрия, приготовленного по 6.3.3.2. Пробирку зажимают в пробиркодержателе, смесь осторожно доводят до кипения над пламенем спиртовки и кипятят в течение 2—3 мин. Полученный раствор медленно охлаждают в горячей воде.

6.3.3.4 Обработка результатов

При наличии примеси живицы раствор расслаивается, на поверхность поднимается и застывает воск, а на дно в виде хлопьев осаждается живица.

6.3.4 Определение примеси стеарина

6.3.4.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228 среднего класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или таймер.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100 °С по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

Штатив для пробирок.

Пробиркодержатель.

Спиртовка по ГОСТ 25336.

Пробирки П 1-16-150 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1-10-1 по ГОСТ 1770.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.3.4.2 Подготовка к испытанию

Готовят известковую воду по ГОСТ 4517 (пункт 2.40).

6.3.4.3 Проведение испытания

В пробирку помещают воск массой (1,00 ± 0,01) г, добавляют 5 см^3 известковой воды, приготовленной по 6.3.4.2. Пробирку зажимают в пробиркодержателе, смесь нагревают до температуры 30 °С—40 °С над пламенем спиртовки.

6.3.4.4 Обработка результатов

При наличии примеси стеарина раствор мутнеет, после отстаивания на дно пробирки осаждается муть.

6.4 Определение массовой доли углеводородов в воске гравиметрическим методом

6.4.1 Сущность метода

Метод основан на разделении компонентов пчелиного воска на хроматографической колонке, элюировании углеводородов и количественном определении их методом гравиметрии.

6.4.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.4.2.1 Колонка хроматографическая стеклянная 150 × 15 мм, снабженная в нижней части стеклянным фильтром и на выходе краном.

6.4.2.2 Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.

6.4.2.3 Весы по ГОСТ Р 53228 высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,1 мг.

6.4.2.4 Водяная баня, позволяющая производить равномерный нагрев до температуры 40 °С.

6.4.2.5 Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева (250 ± 2) °С.

6.4.2.6 Эксикатор по ГОСТ 25336.

6.4.2.7 Термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100 °С по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

6.4.2.8 Роторный испаритель.

6.4.2.9 Палочки стеклянные лабораторные оплавленные длиной от 15 до 20 см.

6.4.2.10 Колбы конические Кн-1(2,3)-50-14/23 ТС по ГОСТ 25336.

6.4.2.11 Круглодонные колбы К-1-100-14/23(19/26) по ГОСТ 25336.

6.4.2.12 Цилиндр 1-50-1 по ГОСТ 1770.

6.4.2.13 Силикагель для колоночной хроматографии с размером частиц 150—300 мк.

6.4.2.14 Сероуглерод синтетический технический по ГОСТ 19213.

6.4.2.15 Бензин авиационный по ГОСТ 1012, фракция, перегоняющаяся при температуре от 50 °С до 80 °С.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.4.3 Подготовка к испытанию

6.4.3.1 Подготовка силикагеля

Силикагель по 6.4.2.13 сушат при температуре (250 ± 2) °С в течение 12 ч, охлаждают и хранят в эксикаторе по ГОСТ 25336.

6.4.3.2 Подготовка колонки

Хроматографическую колонку по 6.4.2.1 заполняют на 10 см силикагелем, подготовленным по 6.4.3.1, каждый раз утрамбовывая порцию наполнителя постукиванием колонки. Сверху кладут кусочек ваты по 6.4.2.2. В колонку при открытом кране заливают 25 см^3 сероуглерода по ГОСТ 19213 или бензина по ГОСТ 1012 таким образом, чтобы фронт растворителя начал равномерно продвигаться вниз по колонке. После того, как растворитель полностью без пузырьков воздуха заполнит колонку, кран колонки закрывают. В случае необходимости добавляют такой объем растворителя, чтобы над ватой был слой высотой 3—5 см.

6.4.3.3 Подготовка раствора пробы

Пчелиный воск массой (0,2000 ± 0,0001) г растворяют в 25 см^3 сероуглерода по ГОСТ 19213 или авиационного бензина по ГОСТ 1012 при температуре 30 °С—40 °С в конической колбе вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 25336. Раствор охлаждают до комнатной температуры.

6.4.4 Проведение испытания

6.4.4.1 Круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336 взвешивают с записью результата до четвертого десятичного знака.

6.4.4.2 Открывают кран и устанавливают скорость истечения жидкости от 60 до 70 капель в минуту, собирая фильтрат в круглодонную колбу по 6.4.4.1. Когда уровень растворителя в колонке снизится до высоты 1 см над уровнем ваты, в колонку заливают раствор пробы, подготовленный по 6.4.3.3.

6.4.4.3 Колбу из-под раствора пробы споласкивают три раза порциями по 5 см^3 сероуглерода по ГОСТ 19213 или авиационного бензина по ГОСТ 1012, каждый раз сливая раствор в колонку после того, как уровень жидкости в колонке достигнет отметки на 0,5 см выше слоя ваты.

Затем колонку промывают еще три раза порциями по 5 см^3 сероуглерода или бензина, при этом уровень жидкости в колонке не должен опускаться ниже слоя ваты. Все порции фильтрата собирают в круглодонную колбу по 6.4.4.2 до тех пор, пока последняя порция растворителя не дойдет до уровня 1 см над слоем ваты.

6.4.4.4 Растворитель отгоняют на роторном испарителе по 6.4.2.8 при температуре (45 ± 2) °С до постоянного веса круглодонной колбы (разность между двумя последовательными взвешиваниями не превышает 0,0001 г).

6.4.4.5 При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения.

6.4.5 Обработка и представление результатов испытаний

6.4.5.1 Значение массовой доли углеводородов в воске X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \cdot 100, \qquad (1)$$

где m — масса навески воска, г;

m_1 — масса пустой колбы по 6.4.4.1, г;

m_2 — масса колбы с остатком после отгона растворителя по 6.4.4.4, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

6.4.5.2 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если абсолютное расхождение между параллельными определениями не превышает предела повторяемости r по ГОСТ Р ИСО 5725-6. Значение предела повторяемости r приведено в таблице 1.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли углеводородов X, %	Предел повторяемости r при P = 0,95, %	Критический диапазон при трех измерениях $CR_{0,95}(3)$, %	Предел воспроизводимости при R P = 0,95, %	Границы абсолютной погрешности при P = 0,95 ± Δ, %
От 11,00 до 20,00 включ.	0,20 $\overline{X}$	0,30 $\overline{X}$	0,40 $\overline{X}$	0,30 $\overline{X}$

При превышении предела повторяемости r целесообразно провести дополнительное определение значения массовой доли углеводородов и получить еще один результат. Если при этом абсолютное расхождение ($X_{макс} - X_{мин}$) результатов трех определений не превосходит значения критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений. Значение критического диапазона $CR_{0,95}(3)$ приведено в таблице 1.

При невыполнении этого условия проводят повторные испытания.

6.4.5.3 Абсолютное расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости R по ГОСТ Р ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение. Значение предела воспроизводимости R приведено в таблице 1.

6.4.5.4 Результат испытаний, округленный до второго десятичного знака, в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов определений по 6.4.5.2, %;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов определений по 6.4.6, %.

6.4.5.5 Содержание углеводородов в нефальсифицированном пчелином воске должно быть не более 20,00 %.

6.4.6 Характеристика погрешности испытаний

Границы абсолютной погрешности результатов испытаний, получаемых согласно данному методу, $\pm\Delta$ при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ приведены в таблице 1.

6.5 Определение массовой доли углеводородов в воске газохроматографическим методом

6.5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении испытуемой пробы в сероуглероде, газохроматографическом разделении компонентов пчелиного воска, регистрации углеводородов с помощью пламенно-ионизационного детектора и их количественном определении методом внутреннего стандарта.

Метод применяется при возникновении разногласий.

6.5.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

6.5.2.1 Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования не более $5 \cdot 10^{-12}$ г/с.

6.5.2.2 Колонка газохроматографическая капиллярная длиной 50 м, внутренним диаметром 0,3 мм и неподвижной фазой SE-54.

6.5.2.3 Система регистрации хроматографических данных (самописец-регистратор, интегратор, компьютер с программным обеспечением).

6.5.2.4 Микрошприцы любого типа вместимостью 1 мм^3.

6.5.2.5 Весы класса по ГОСТ Р 53228 высокого класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm$ 0,1 мг.

6.5.2.6 Водяная баня, позволяющая производить равномерный нагрев до температуры 40 °С.

6.5.2.7 Линейка измерительная металлическая, диапазон измерения от 0 до 250 мм по ГОСТ 427.

6.5.2.8 Термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100 °С по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 1 °С.

6.5.2.9 Палочки стеклянные лабораторные оплавленные длиной от 15 до 20 см.

6.5.2.10 Колбы мерные 1(2)-25-2(ПМ) по ГОСТ 1770.

6.5.2.11 Газ-носитель — азот о. ч. по ГОСТ 9293.

6.5.2.12 Водород технический марки А по ГОСТ 3022.

6.5.2.13 Воздух сжатый по ГОСТ 17433.

6.5.2.14 Н-гексан, х. ч.

6.5.2.15 Сероуглерод синтетический технический по ГОСТ 19213.

6.5.2.16 Н-гептадекан с содержанием основного вещества не менее 99,9 %.

6.5.2.17 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

6.5.3 Подготовка к испытанию

6.5.3.1 Подготовка стеклянной посуды для анализа

Стеклянную посуду моют хромовой смесью, проточной водой, ополаскивают дистиллированной водой по ГОСТ 6709, сушат при температуре 150 °С—200 °С.

Шприцы моют н-гексаном по 6.5.2.14, сушат в потоке инертного газа.

6.5.3.2 Подготовка хроматографа и хроматографической колонки

Газовый хроматограф по 6.5.2.1 готовят к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации прибора.

Хроматографическую колонку по 6.5.2.2 кондиционируют при температуре на 50 °С ниже максимальной рабочей температуры неподвижной жидкой фазы.

6.5.3.3 Подбор условий хроматографического разделения

Условия газохроматографического разделения подбирают индивидуально для каждой колонки. Определяют оптимальные температуры испарителя и детектора, температуру колонки, расход газа-носителя через хроматографическую колонку и коэффициент деления потока газа-носителя.

Рекомендуемые условия хроматографирования:

температура колонки — градиент: (150 ± 2) °С (1 мин) — скорость нагрева 20 °С/мин до (290 ± 2) °С (в зависимости от типа применяемой колонки);

температура испарителя — (280 ± 2) °С;

температура детектора — (300 ± 2) °С;

скорость прохождения газа-носителя через капиллярную колонку — 1,2 см^3/мин, деление потока — 1:20;

объем вводимой пробы — 1 мм^3;

пламенно-ионизационный детектор.

6.5.3.4 Приготовление раствора воска

Пчелиный воск массой (1,2500 ± 0,0001) г растворяют в сероуглероде по ГОСТ 19213 при температуре 30 °С—40 °С в мерной колбе вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770. Объем раствора в колбе доводят до метки сероуглеродом, перемешивают.

6.5.3.5 Приготовление раствора внутреннего стандарта

н-гептадекан по 6.5.2.16 массой (0,2500 ± 0,0001) г растворяют в сероуглероде по ГОСТ 19213 при температуре 30 °С—40 °С в мерной колбе вместимостью 25 см^3 по ГОСТ 1770. Объем раствора в колбе доводят до метки сероуглеродом, перемешивают.

6.5.4 Проведение испытания

Раствор внутреннего стандарта, приготовленный по 6.5.3.5, и раствор пчелиного воска, приготовленный по 6.5.3.4, последовательно хроматографируют в условиях хроматографического анализа по 6.5.3.3.

Диапазон времени выхода углеводородов — от 10 до 30 мин.

Примечание — Объемы инжекции раствора внутреннего стандарта и раствора воска должны быть одинаковыми.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения.

6.5.5 Обработка и представление результатов испытаний

Определение содержания углеводородов в воске осуществляют методом внутреннего стандарта по площадям пиков углеводородов на хроматограммах раствора пробы воска по отношению к площади пика внутреннего стандарта.

6.5.5.1 Площадь пика внутреннего стандарта S, мм^2, рассчитывают по формуле

$$S = h\,a, \tag{2}$$

где h — высота пика, мм;

a — ширина пика, измеренная на половине высоты, мм.

6.5.5.2 Сумму площадей пиков углеводородов воска $\sum_i S_i$, мм^2, рассчитывают по формуле

$$\sum_i S_i = \sum (h_i \cdot a_i), \tag{3}$$

где h_i — высота пика, мм;

a_i — ширина пика, измеренная на половине высоты, мм.

6.5.5.3 Массовую долю углеводородов в воске X, %, рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\sum_i S_i \cdot V_1 \cdot m_2}{S \cdot V_2 \cdot m_1} \cdot 100, \tag{4}$$

где $\sum_i S_i$ — сумма площадей пиков углеводородов в растворе воска, рассчитанная по формуле (3), мм^2;

V_1 — общий объем раствора воска, см^3;

m_2 — масса внутреннего стандарта, содержащаяся в V_2, г;

S — площадь пика внутреннего стандарта, рассчитанная по формуле (2), мм^2;

V_2 — общий объем внутреннего стандарта, см^3;

m_1 — масса навески воска, г.

Вычисление проводят до второго десятичного знака.

6.5.5.4 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если абсолютное расхождение между параллельными определениями не превышает предела повторяемости *r* по ГОСТ Р ИСО 5725-6. Значение предела повторяемости *r* приведено в таблице 2.

Таблица 2

Диапазон измерений массовой доли углеводородов *X*, %	Предел повторяемости *r* при *P* = 0,95, %	Критический диапазон при трех измерениях $CR_{0,95}$ (3), %	Предел воспроизводимости *R* при *P* = 0,95, %	Границы абсолютной погрешности при *P* = 0,95 ± Δ, %
От 11,00 до 20,00 включ.	0,10 $\overline{X}$	0,20 $\overline{X}$	0,30 $\overline{X}$	0,20 $\overline{X}$

При превышении предела повторяемости *r* целесообразно провести дополнительное определение значения массовой доли углеводородов и получить еще один результат. Если при этом абсолютное расхождение ($X_{макс} - X_{мин}$) результатов трех определений не превосходит значения критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений. Значение критического диапазона $CR_{0,95}(3)$ приведено в таблице 2.

При невыполнении этого условия проводят повторные испытания.

6.5.5.5 Абсолютное расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости *R* по ГОСТ Р ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение. Значение предела воспроизводимости *R* приведено в таблице 2.

6.5.5.6 Результат испытаний, округленный до второго десятичного знака, в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов определений по 6.5.5.4, %;

± Δ — границы абсолютной погрешности результатов определений по 6.5.6, %.

6.5.5.7 Содержание углеводородов в нефальсифицированном пчелином воске должно быть не более 20,00 %.

6.5.6 Характеристика погрешности испытаний

Границы абсолютной погрешности результатов испытаний, получаемых согласно данному методу, ± Δ при доверительной вероятности *P* = 0,95 приведены в таблице 2.

7 Метод определения температуры плавления (каплепадения)

7.1 Отбор пробы

Пробу пчелиного воска отбирают по ГОСТ 21179.

7.2 Сущность метода

Сущность метода заключается в определении температуры, при которой происходит падение первой капли расплавленного воска.

7.3 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

7.3.1 Термометр ТН4-1 М по ГОСТ 400.

7.3.2 Весы по ГОСТ Р 53228 среднего класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,01 г.

7.3.3 Часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145 или таймер.

7.3.4 Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

7.3.5 Штатив для пробирок.

7.3.6 Чашка фарфоровая выпарительная по ГОСТ 9147.

7.3.7 Пробирка стеклянная диаметром 40—45 мм, высотой 180—200 мм.

7.3.8 Стакан В 1-500 ТС по ГОСТ 25336.

7.3.9 Асбест листовой.

7.3.10 Нож или скальпель.

7.3.11 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование других средств измерений, вспомогательного оборудования по метрологическим, техническим характеристикам не хуже указанных в настоящем стандарте.

Допускается использование других реактивов по качеству и чистоте не ниже вышеуказанных.

7.4 Подготовка к испытанию

Воск массой (10,00 ± 0,01) г расплавляют в фарфоровой чашке по 7.3.6 и вливают в капсюль термометра по 7.3.1, срезая излишки воска ножом по 7.3.10. Вставляют заполненный воском капсюль в гильзу термометра так, чтобы верхний край капсюля соприкасался с бортиком гильзы, и оставляют на 10—15 мин до приобретения воском комнатной температуры.

На дно сухой чистой пробирки по 7.3.7 помещают кружок белой бумаги так, чтобы он прилегал ко дну пробирки. Термометр с капсюлем, заполненным воском, вставляют на пробке в пробирку так, чтобы нижний край капсюля находился на расстоянии 5 мм от кружка бумаги на дне пробирки, а деление шкалы, при котором фиксируется температура каплепадения, находилось ниже пробки.

Пробирку помещают в стакан по 7.3.8, установленный на асбестированную сетку, и укрепляют с помощью держателя штатива в строго вертикальном положении так, чтобы дно пробирки находилось на расстоянии 10—20 мм от дна стакана.

7.5 Проведение испытания

В стакан с пробиркой, подготовленными по 7.4, наливают дистиллированную воду по ГОСТ 6709 до высоты 120—150 мм от дна стакана. Жидкость нагревают с такой интенсивностью, чтобы температура, начиная с температуры на 20 °С ниже ожидаемой температуры плавления (каплепадения), повышалась со скоростью 1 °С в минуту.

За температуру плавления (каплепадения) воска (T) принимают температуру, при которой упадет первая капля расплавленного воска.

При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения.

7.6 Обработка и представление результатов испытаний

7.6.1 За результат испытаний принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, полученных в условиях повторяемости, если абсолютное расхождение между ними не превышает предел повторяемости r по ГОСТ Р ИСО 5725-6. Значение предела повторяемости r приведено в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений температуры плавления (каплепадения) T, °С	Предел повторяемости r, при P = 0,95, °С	Критический диапазон при трех измерениях $CR_{0,95}$ (3), °С	Предел воспроизводимости R, при P = 0,95, °С
От 60,0 до 70,0 включ.	0,01 $\overline{T}$	0,02 $\overline{T}$	0,02 $\overline{T}$

При превышении предела повторяемости r целесообразно провести дополнительное определение температуры плавления (каплепадения) воска и получить еще один результат. Если при этом абсолютное расхождение ($T_{макс} - T_{мин}$) результатов трех определений не превышает значения критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата принимают среднеарифметическое значение результатов трех определений. Значение критического диапазона $CR_{0,95}(3)$ приведено в таблице 3.

При невыполнении этого условия проводят повторные испытания.

7.6.2 Абсолютное расхождение между результатами испытаний, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости R по ГОСТ Р ИСО 5725-6. При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытания и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение. Значение предела воспроизводимости R приведено в таблице 3.

7.6.3 Результат испытаний, округленный до первого десятичного знака, в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$(\overline{T} \pm \Delta),\ °С,\ при\ P = 0,95,$$

где $\overline{T}$ — среднеарифметическое значение результатов определений по 7.6.1, °С;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов определений по 7.7, °С.

7.7 Характеристика погрешности испытаний

Границы абсолютной погрешности результатов испытаний, получаемых согласно данному методу, при доверительной вероятности P = 0,95 $\Delta = \pm 1,0$ °С.

УДК 638.16:006.354 ОКС 65.140 С52

Ключевые слова: воск пчелиный, подлинность, фальсифицирующие примеси, гравиметрический метод, газохроматографический метод, температура плавления (каплепадения), метрологические характеристики

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.11.2012. Подписано в печать 14.01.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,45. Тираж 150 экз. Зак. 20.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru