ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53125— 2008

МЕД

Метод определения оптической активности

Издание официальное

БЗ 12—2008/557

Москва
Стандартинформ
2009

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 Рабочей группой, состоящей из представителей Государственного научного учреждения Научно-исследовательского института пчеловодства Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИП Россельхозакадемии) и Общества с ограниченной ответственностью Центр 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 18 декабря 2008 г. № 545-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, 2009

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕД

Метод определения оптической активности

Honey. Method for determination of optical activity

Дата введения — 2010—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на мед и устанавливает метод определения удельного вращения водного раствора меда в диапазоне измерений от минус 100,00 град до плюс 100,00 град для характеристики его оптической активности.

Требования к контролируемому показателю установлены в ГОСТ 19792, ГОСТ Р 52451.

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 ИСО/МЭК 17025—2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 51568—99 (ИСО 3310-1—90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 52001—2002 Пчеловодство. Термины и определения

ГОСТ Р 52451—2005 Меды монофлорные. Технические условия

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 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

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

ГОСТ 4207—75 Реактивы. Калий железистосинеродистый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 5823—78 Реактивы. Цинк уксуснокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19792—2001 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 23778—79 Измерения оптические поляризационные. Термины и определения

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

Издание официальное

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

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 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, ГОСТ 23778.

4 Отбор и подготовка пробы

Репрезентативную пробу меда массой не менее 200 г отбирают по ГОСТ 19792.

Закристаллизованный мед размягчают в термостате по 7.4 или на термостатируемой водяной бане по [1] при температуре не выше 40 °С. Пробу охлаждают до комнатной температуры.

Мед с примесями процеживают при комнатной температуре через сито по 7.12. Закристаллизованный мед продавливают через сито шпателем по 7.15. Крупные механические частицы удаляют вручную.

Сотовый мед (без перговых ячеек) отделяют от сот при помощи сита без нагревания.

Пробу интенсивно и тщательно перемешивают не менее 3 мин.

5 Сущность метода

Метод основан на растворении меда в воде, осаждении белковых веществ и последующем поляриметрическом измерении угла вращения плоскости поляризации водного раствора меда определенной концентрации.

6 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.

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

7.1 Поляриметр круговой СМ-3, имеющий поляриметрические кюветы рабочей длиной 200 мм и обеспечивающий измерение при длине волны λ = 589,3 нм с погрешностью в диапазоне измерений от минус 35 град до плюс 35 град с погрешностью измерений не более ± 0,04 град.

7.2 Гигрометр психрометрический ВИТ-2, абсолютная погрешность термометров гигрометра с учетом введения поправок не более ± 0,2 °С в диапазоне значений от 15 °С до 40 °С.

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

7.4 Термостат или другое устройство, позволяющее производить равномерный нагрев до 40 °С.

7.5 Водяная баня по [1].

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

7.7 Пипетки 2(3)-2-2-10 по ГОСТ 29227.

7.8 Цилиндры 3-50 по ГОСТ 1770.

7.9 Стаканы В-1-100 ТС по ГОСТ 25336.

7.10 Воронка лабораторная В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

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

7.12 Сито из нержавеющей стали, диаметр отверстий 0,5 мм по ГОСТ Р 51568.

7.13 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026, марки Ф или ФС или фильтры обеззоленные (синяя лента).

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

7.15 Шпатель лабораторный по [2].

7.16 Кислота уксусная по ГОСТ 61, х.ч. ледяная.

7.17 Цинк уксуснокислый 2-водный по ГОСТ 5823, х.ч.

7.18 Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, х.ч.

7.19 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

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

8 Подготовка к испытаниям

8.1 Приготовление раствора Карреза I

Железистосинеродистый калий по ГОСТ 4207 массой (10,60 ± 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.

Раствор при необходимости хранят при температуре 4 °С 1 мес.

8.2 Приготовление раствора Карреза II

Уксуснокислый цинк по ГОСТ 5823 массой (24,00 ± 0,01) г растворяют в дистиллированной воде по ГОСТ 6709 в мерной колбе вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770. Добавляют 3 см^3 ледяной уксусной кислоты по ГОСТ 61. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Раствор хранят в темном месте при комнатной температуре 6 мес.

8.3 Проводят определение массовой доли воды в меде, подготовленном по разделу 4, по ГОСТ 19792 (6.9).

8.4 Необходимую для испытания массу навески меда p, г рассчитывают по формуле

$$p = 10 \cdot 100\ (100 - W)^{-1}, \qquad (1)$$

где 10 — масса безводного вещества навески меда, г;

100 — коэффициент пересчета процентов в абсолютную долю;

W — массовая доля воды в меде, определенная по 8.3, %.

9 Проведение испытаний

9.1 В стакан вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 25336 взвешивают навеску меда, подготовленного по разделу 4, p, рассчитанную по 8.4, с точностью до второго десятичного знака. К навеске приливают 10—20 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709, мед тщательно растирают стеклянной палочкой и переносят жидкость в мерную колбу вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770. Обработку пробы повторяют два — три раза до полного растворения меда, затем стакан несколько раз обмывают небольшими порциями дистиллированной воды, которые также сливают в мерную колбу, при этом объем жидкости не должен превышать 2/3 объема колбы.

Вносят по 10 см^3 раствора Карреза I, приготовленного по 8.1, и раствора Карреза II, приготовленного по 8.2, перемешивая после внесения каждого реактива в течение 30 с. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и оставляют при комнатной температуре на 24 ч.

На следующий день содержимое колбы фильтруют через бумажный складчатый фильтр в коническую колбу вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.

9.2 Фильтратом заполняют поляриметрическую кювету рабочей длиной 200 мм, и проводят не менее пяти отсчетов по шкале поляриметра при длине волны λ = 589,3 нм и температуре 20 °С.

Примечание — Поляриметрическую кювету перед заполнением ополаскивают не менее двух раз испытуемым раствором.

Вычисляют среднеарифметическое значение показаний поляриметра $[\alpha]^{20}$ при условии, если абсолютное расхождение ($[\alpha]^{20}_{макс} - [\alpha]^{20}_{мин}$) результатов пяти определений значений угла вращения плоскости поляризации водного раствора меда не превосходит значения критического диапазона $CR_{0,95}$ (5),

приведенного в таблице 1. При невыполнении этого условия проводят повторные испытания. Вычисление проводят до второго десятичного знака.

9.3 При анализе каждой пробы выполняют два параллельных определения.

Таблица 1

Диапазон измерений угла вращения плоскости поляризации водного раствора меда $[\alpha]^{20}$, град	Критический диапазон при пяти измерениях, $CR_{0,95}$ (5), град
От –20,00 до –1,01 включ.	0,03 $[\alpha]^{20}$
Св. –1,01 до 1,00 включ.	0,15 $[\alpha]^{20}$
Св. 1,00 до 20,00 включ.	0,03 $[\alpha]^{20}$

10 Обработка и представление результатов испытаний

10.1 Значение удельного вращения водного раствора меда при температуре 20 °С $[\alpha]_D^{20}$, град, рассчитывают по формуле

$$[\alpha]_D^{20} = 100\,[\alpha]^{20} \cdot L^{-1} \cdot 10^{-1}, \qquad (2)$$

где 100 — объем, в котором растворена навеска меда, $см^3$;

$[\alpha]^{20}$ — угол вращения плоскости поляризации водного раствора меда, град;

L — длина поляриметрической кюветы, дм;

10 — масса безводного вещества навески меда, г.

10.2 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 2.

При превышении предела повторяемости r целесообразно провести дополнительное определение значения угла вращения плоскости поляризации водного раствора меда $[\alpha]^{20}$ и получить еще один результат значения удельного вращения $[\alpha]_D^{20}$. Если при этом абсолютное расхождение ($[\alpha]_{D,\,макс}^{20} - [\alpha]_{D,\,мин.}^{20}$) 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.

Таблица 2

Диапазон измерений удельного вращения водного раствора меда $[\alpha]_D^{20}$, град	Предел повторяемости, при $P = 0,95$, r, град	Критический диапазон при трех измерениях, $CR_{0,95}$ (3), град	Предел воспроизводимости, при $P = 0,95$, R, град	Границы абсолютной погрешности, при $P = 0,95$, $\pm\,\Delta$
От –100,00 до –5,01 включ.	0,10 $[\alpha]_D^{20}$	0,15 $[\alpha]_D^{20}$	0,25 $[\alpha]_D^{20}$	0,25 $[\alpha]_D^{20}$
Св. –5,01 до 5,00 включ.	0,40 $[\alpha]_D^{20}$	0,45 $[\alpha]_D^{20}$	0,34 $[\alpha]_D^{20}$	0,40 $[\alpha]_D^{20}$
Св. 5,00 до 100,00 включ.	0,10 $[\alpha]_D^{20}$	0,15 $[\alpha]_D^{20}$	0,25 $[\alpha]_D^{20}$	0,25 $[\alpha]_D^{20}$

10.3 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 2.

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

$$([\overline{\alpha}]_D^{20} \pm \Delta),\ \text{град, при } P = 0{,}95,$$

где $[\overline{\alpha}]_D^{20}$ — среднеарифметическое значение результатов определений по 10.2, град;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов определений по 11.1, град.

11 Характеристика погрешности испытаний

11.1 Границы абсолютной погрешности результатов испытаний, получаемых согласно данному методу, $\pm\Delta$, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$, приведены в таблице 2.

11.2 Результаты испытания оформляют протоколом в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

Библиография

[1] ТУ 64-1.2850—80 Баня водяная лабораторная с электрическим или огневым подогревом

[2] ТУ 10-23-72—88 Шпатель лабораторный ШЛ

УДК 638.16:006.354 С52 ОКС 67.180.10

Ключевые слова: мед, оптическая активность, удельное вращение раствора, угол вращения плоскости поляризации, поляриметр, метрологические характеристики

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 03.07.2009. Подписано в печать 05.08.2009. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 263 экз. Зак. 482.

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