МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34253—2017

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения витамина А

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пчеловодства» (ФГБНУ «НИИ пчеловодства»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 531 «Пчеловодство»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 августа 2017 г. № 102-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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 2 ноября 2017 г. № 1638-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34253—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2019 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2020 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»

© Стандартинформ, оформление, 2017, 2020

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 Сущность метода 3
6 Требования безопасности при проведении работ 3
7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3
8 Условия проведения измерений 4
9 Определение массовой доли витамина А 4
Библиография 8

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения витамина А

Beekeeping products. Method for determination of vitamin A

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на воск пчелиный, молочко маточное пчелиное, гомогенат трутневого расплода (далее — гомогенат), пыльцу цветочную (обножку) и устанавливает метод определения витамина А.

Диапазон измерений массовой доли витамина А:

- для пчелиного воска — от 2,0 до 10,0 МЕ в 1 г продукта;
- пчелиного маточного молочка — от 0,30 до 0,80 МЕ в 1 г продукта;
- гомогената — от 0,5 до 1,0 МЕ в 1 г продукта;
- цветочной пыльцы (обножки) — от 30,0 до 80,0 МЕ в 1 г продукта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

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 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 334 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

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

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5541 Средства укупорочные корковые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003[1] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

Издание официальное

ГОСТ 5815 Реактивы. Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 21179[1)] Воск пчелиный. Технические условия

ГОСТ 24363 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25629 Пчеловодство. Термины и определения

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

ГОСТ 28887 Пыльцевая обножка. Технические условия

ГОСТ 28888 Молочко маточное пчелиное. Технические условия

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29252 (ИСО 385-2—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 2. Бюретки без установленного времени ожидания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по 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 25629.

4 Отбор и подготовка проб

4.1 Отбор проб для проведения испытания проводят: пчелиного воска — по ГОСТ 21179; пчелиного маточного молочка — по ГОСТ 28888; гомогената — по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт; цветочной пыльцы (обножки) — по ГОСТ 28887.

Для проведения измерений отбирают точечные пробы, которые затем соединяют в объединенную пробу. Общая масса объединенной пробы пчелиного воска — не менее 100 г, пчелиного маточного молочка или гомогената — не менее 40 г, цветочной пыльцы (обножки) — не менее 20 г.

Объединенную пробу делят на две равные части, упаковывают в чистую, без посторонних запахов, упаковку в соответствии с [1], обеспечивающую сохранность продукции. Одну часть плотно закрывают и хранят: пчелиный воск — в течение одного года при температуре (20 ± 5) °С, пчелиное маточное молочко и гомогенат в замороженном виде — в течение 6 мес при температуре минус 6 °С или в течение одного года при температуре минус (20 ± 2) °С, цветочную пыльцу — в течение одного года при температуре от 0 °С до плюс 5 °С как контрольную до окончания срока годности продукта на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта. На каждую единицу наклеивают этикетку с указанием:

- наименования продукта;
- даты изготовления;

[1)] Действует ГОСТ 31920—2012 «Воск пчелиный. Методы определения влажности».

- наименования изготовителя;
- даты и места отбора пробы;
- массы пробы нетто;
- номера партии;
- фамилий лиц, проводивших отбор данной пробы;
- обозначения настоящего стандарта.

Другую часть передают в лабораторию для проведения испытаний.

4.2 Замороженное пчелиное маточное молочко и гомогенат размораживают на водяной бане лабораторной при температуре не выше 36 °С или в сушильном шкафу при тех же температурных режимах. Анализируемую пробу тщательно перемешивают не менее 2 мин для равномерного распределения жира в анализируемом продукте.

4.3 Подготовка пробы пчелиного воска — в соответствии с ГОСТ 21179.

4.4 Цветочную пыльцу измельчают на мельнице.

5 Сущность метода

Метод основан на колориметрическом измерении интенсивности окрашивания образовавшегося соединения при реакции витамина А (ретинола) с треххлористой сурьмой (реакция Карра — Прайса).

6 Требования безопасности при проведении работ

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

6.2 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.

Аналитическая лаборатория должна быть оснащена вентиляционной системой согласно ГОСТ 12.4.021 и вытяжным шкафом. Чистота воздуха в рабочей зоне должна соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005.

Треххлористая сурьма при попадании на кожу вызывает ожоги. Место поражения промывают ацетоном, затем водой.

Работу с хлороформом, уксусным ангидридом, диэтиловым эфиром необходимо проводить в вытяжном шкафу и в хорошо вентилируемом помещении.

Посуду после раствора треххлористой сурьмы и кюветы после измерений рекомендуется промывать раствором соляной кислоты с массовой долей 50 %, нужно промывать соляной кислотой концентрированной.

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

7 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1—2011, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности однократного взвешивания ± 0,001 г.

Спектрофотометр или колориметр фотоэлектрический концентрационный, позволяющий проводить измерение оптической плотности в диапазоне длин волн 315—900 нм.

Кюветы кварцевые с толщиной поглощающего слоя 1 см.

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

Шкаф сушильный лабораторный любого типа, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима в диапазоне до 100 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 5 °С.

Ротационный испаритель с диапазоном поддержания температур от 25 °С до 100 °С.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный, позволяющий измерять температуру от 0 °С до 100 °С, с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные по 1(2)—(50, 100, 200, 250, 1000)—2 по ГОСТ 1770.

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

Цилиндры 3—100—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—100(800) ТС по ГОСТ 25336.

Фарфоровая чашка № 4 номинальной вместимостью 150 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Фарфоровый стакан № 5 номинальной вместимостью 400 $см^3$ по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Пипетки 2—1—1—1, 2—1—1—2, 2—1—2—5, 2—1—1—10 по ГОСТ 29227.

Воронка В-25—38 ХС или В-36—50 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1—500 по ГОСТ 25336.

Воронка ВД-1—250 по ГОСТ 25336.

Установка воздушного холодильника, состоящая из трубки стеклянной длиной 1 м по ГОСТ 25336, колбы К-1—250—29/32 ТС по ГОСТ 25336, корковой пробки диаметром 29/32 с отверстием под диаметр трубки по ГОСТ 5541.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Бумага масштабно-координатная (миллиметровая) по ГОСТ 334.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

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

Кислота аскорбиновая (витамин С), массовая доля основного вещества 99,4 % — по [2].

Раствор ретинола ацетата в масле 3,44 % (препарат витамина А) — по [2].

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, ч., ч. д. а.

Сурьма треххлористая, ч., ч. д. а., по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Ангидрид уксусный по ГОСТ 5815.

Эфир диэтиловый стабилизированный, х. ч., по нормативному документу, действующему на территории государства, принявшего стандарт.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей индикатора 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, не уступающими приведенным выше, и реактивов аналогичной квалификации по качеству.

8 Условия проведения измерений

При выполнении измерений следует соблюдать следующие условия:

- температура окружающего воздуха — от 18 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха при температуре 25 °С — не более 80 %.

Температура рабочих растворов — от 18 °С до 25 °С. Измерения проводят только со свежеприготовленными растворами анализируемой пробы. Температуру контролируют термометром.

Выполнение измерений оптической плотности продукта колориметрической реакцией следует проводить быстро, в течение 5—6 с.

Измерение должно проводиться при красном или затемненном свете в помещении в связи с разрушением витамина А под воздействием ультрафиолетовых лучей.

9 Определение массовой доли витамина А

9.1 Подготовка к проведению измерения

9.1.1 Подготовка растворов и реактивов

9.1.1.1 Приготовление безводного сернокислого натрия

Сернокислый натрий по ГОСТ 4166 нагревают в фарфоровой чашке по ГОСТ 9147 вместимостью 150 $см^3$ при температуре (100 ± 5) °С в сушильном шкафу 8—10 ч до тех пор, пока не образуется рыхлый порошок.

9.1.1.2 Приготовление спиртового раствора гидроокиси калия молярной концентрации c (КОН) = = 2 моль/дм^3

Навеску гидроокиси калия по ГОСТ 24363 массой (112,2 ± 5,0) г растворяют в этиловом ректификованном спирте по ГОСТ 5962 в мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 1000 см^3. Объем раствора доводят до метки этиловым ректификованным спиртом и перемешивают.

Спиртовую щелочь хранят в холодильнике не более 1 мес.

9.1.1.3 Приготовление водного раствора гидроокиси калия массовой концентрации 0,5 г/см^3

Навеску гидроокиси калия по ГОСТ 24363 массой (125,0 ± 0,4) г растворяют в 150 см^3 дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см^3, в фарфоровом стакане по ГОСТ 9147 вместимостью 400 см^3, затем охлаждают до (20 ± 5) °С и фильтруют в мерную колбу по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

9.1.1.4 Приготовление раствора треххлористой сурьмы (реагент Карра — Прайса)

В конической колбе по ГОСТ 25336 вместимостью 200 см^3 взвешивают навеску треххлористой сурьмы массой (20,00 ± 0,01) г. Добавляют мерным цилиндром по ГОСТ 1770 100 см^3 хлороформа и растворяют, нагревая на водяной бане (температура воды не выше 50 °С), периодически встряхивая. Раствор охлаждают, добавляют пипеткой по ГОСТ 29227 вместимостью 5 см^3 2—3 см^3 уксусного ангидрида, колбу плотно закрывают и оставляют на ночь для отстаивания. Затем верхнюю прозрачную часть раствора осторожно сливают через бумажный фильтр по ГОСТ 12026 в темную склянку с притертой пробкой. Раствор годен для работы через сутки.

Срок хранения раствора при температуре (20 ± 5) °С — не более 40 суток.

9.1.1.5 Приготовление спиртового раствора фенолфталеина с массовой долей индикатора 1 %

В мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 взвешивают навеску фенолфталеина (1,00 ± 0,01) г и растворяют в 70 см^3 этилового спирта, отмеренного мерным цилиндром по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3, доводят до метки этиловым ректификованным спиртом по ГОСТ 5962 и перемешивают.

9.2 Построение градуировочного графика

9.2.1 Перед построением градуировочного графика уточняют концентрацию ретинола ацетата спектрофотометрическим методом в соответствии с [2].

9.2.2 Навеску препарата витамина А — ретинол ацетата (0,10 ± 0,01) г взвешивают на весах по ГОСТ OIML R 76-1 в мерной колбе по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 и растворяют в хлороформе. Объем доводят хлороформом до метки, перемешивают.

Если концентрация витамина А — ретинол ацетата в масляном концентрате выражена в процентах, то концентрацию витамина А X_1, МЕ в 1 см^3, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m \cdot m_1 \cdot 2\,907\,000}{100}, \qquad (1)$$

где m — массовая доля витамина А (ретинол ацетата) в препарате, %;

m_1 — масса навески препарата, г;

2 907 000 — активность 1 г витамина А (ретинол ацетата) с массовой долей 100 % в абсолютном спирте;

100 — объем хлороформенного раствора препарата витамина А, см^3.

9.2.3 Для построения градуировочного графика из полученного раствора витамина А рассчитанной массовой концентрации последовательно готовят разведения массовой концентрации 5, 10, 15 и 20 МЕ в 1 см^3.

9.2.3.1 Приготовление разведений массовой концентрации ретинол ацетата 5, 10, 15 и 20 МЕ в 1 см^3

Навеску массой (0,10 ± 0,01) г раствора витамина А растворяют в 100 см^3 хлороформа. Из колбы берут хлороформенные растворы следующих объемов: 2,5 см^3, 5,0 см^3, 7,5 см^3, 10,0 см^3 и вносят в мерные колбы по ГОСТ 1770 вместимостью 50 см^3. Объем в колбе доводят до метки хлороформом.

Из каждой колбы пипеткой по ГОСТ 29227 отбирают в кювету по 0,4 см^3 полученного раствора. Кювету помещают в кюветодержатель фотоэлектроколориметра или спектрофотометра, добавляют 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы. Очень быстро (не более 5 с) измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 620 нм. В качестве контроля служит раствор, состоящий из 0,4 см^3 хлороформа и 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы.

9.2.4 Для построения градуировочного графика на оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности (D), а по оси абсцисс — соответствующую им концентрацию витамина А(c_1), МЕ/см^3. Для построения графика используют миллиметровую бумагу по ГОСТ 334.

Градуировочный график должен быть линейным в заданном диапазоне с коэффициентом корреляции не ниже 0,99.

При смене раствора треххлористой сурьмы построение градуировочного графика повторяют, используя при этом свежеприготовленный раствор витамина А в хлороформе.

Примечания

1 Градуировочный график строят для каждого спектрофотометра или фотоэлектроколориметра и проверяют при смене партий реактивов и приборов путем измерения оптической плотности стандартных растворов двух разных концентраций.

2 В случае длительного хранения масляного концентрата витамина А необходимо один раз в полгода проверять его концентрацию по соответствующему градуировочному графику.

9.3 Проведение измерения

9.3.1 В коническую круглодонную колбу по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3 вносят взвешенную на весах навеску испытуемого продукта: пчелиного воска массой (3,00 ± 0,01) г, гомогената трутневого расплода (7,00 ± 0,01) г, маточного пчелиного молочка (5,00 ± 0,01) г, цветочной пыльцы (0,50 ± 0,01) г. Навеску гомогената трутневого расплода растворяют в 10 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709, навеску маточного пчелиного молочка и цветочной пыльцы растворяют в 20 см^3. Затем в колбу с испытуемым продуктом добавляют (0,10 ± 0,01) г аскорбиновой кислоты, мерным цилиндром вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770 приливают для пчелиного воска 50 см^3 спиртового раствора гидроокиси калия концентрации c(КОН) = 2 моль/дм^3, для других продуктов — 40 см^3 этилового ректификованного спирта по ГОСТ 5962 и, перемешивая, вносят пипеткой по ГОСТ 29252 вместимостью 10 см^3 5—7 см^3 водного раствора массовой концентрации гидроокиси калия 0,5 г/см^3, приготовленного по 9.1.1.3. Колбу соединяют с водяным обратным холодильником и выдерживают в кипящей водяной бане (30 ± 2) мин.

После этого содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в делительную воронку по ГОСТ 25336 вместимостью 500 см^3, дважды ополаскивая колбу порциями дистиллированной воды по 50 см^3. Неомыляемые вещества экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира по 50 см^3, после чего нижний (водный) слой отбрасывают.

Объединенный эфирный экстракт в делительной воронке по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3 промывают дистиллированной водой порциями по 50—100 см^3 до нейтральной реакции по фенолфталеину, расходуя при этом 500—700 см^3 дистиллированной воды по ГОСТ 6709.

Промытую эфирную вытяжку сливают в сухую коническую колбу с притертой пробкой по ГОСТ 25336, добавляют (10,0 ± 1,0) г сернокислого натрия, приготовленного по 9.1.1.1, и оставляют на 30 мин в темном месте, периодически взбалтывая. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр по ГОСТ 12026. Сернокислый натрий в колбе и фильтр промывают диэтиловым эфиром. Эфир собирают в колбе и отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом при температуре водяной бани не более 35 °С. Остаток в колбе, представляющий неомыляемые вещества, после отгонки растворителя должен быть сухим. Если остаток влажный, его растворяют в 20 см^3 диэтилового эфира, добавляют (2,00 ± 0,01) г сернокислого натрия, оставляют на 30 мин в темном месте. Затем содержимое колбы фильтруют через бумажный фильтр, тщательно промывая фильтр и сернокислый натрий диэтиловым эфиром. Эфир опять отгоняют на ротационном испарителе под вакуумом при температуре водяной бани не более 35 °С. При испытании пчелиного воска остаток неомыляемых веществ в колбе растворяют в 10 см^3 хлороформа, при испытании маточного пчелиного молочка, гомогената и цветочной пыльцы (обножки) остаток неомыляемых веществ в колбе растворяют в 2 см^3 хлороформа.

9.3.2 Пипеткой по ГОСТ 29227 вносят в кювету 0,4 см^3 остатка неомыляемых веществ, растворенного в хлороформе. Кювету помещают в кюветодержатель фотоэлектроколориметра, добавляют 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы. Очень быстро (не более 5 с) измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 620 нм. В качестве контроля служит раствор, состоящий из 0,4 см^3 хлороформа и 4 см^3 раствора треххлористой сурьмы.

9.3.3 По градуировочному графику (9.2.4) находят концентрацию витамина А(c_1) в хлороформенном растворе, соответствующую значению оптической плотности D, определенному по 9.3.2.

9.4 Обработка и предоставление результатов измерений

9.4.1 Содержание витамина А в 1 г продукта, X_2, МЕ/г, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{c_1 \cdot V}{m_2}, \qquad (2)$$

где c_1 — концентрация витамина А в хлороформенном растворе, определенная по градуировочному графику, МЕ в см^3;

V — объем раствора неомыляемых веществ в хлороформе (2 или 10), см^3;

m_2 — масса пробы продукта, г.

9.4.2 За окончательный результат измерений содержания витамина А в пчелином воске, в пчелином маточном молочке, в гомогенате трутневого расплода и в цветочной пыльце (обножке) принимают среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.14), если расхождение между ними не превышает предела повторяемости r при доверительной вероятности P = 0,95. Значения пределов повторяемости r приведены в таблице 1.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости по ГОСТ ИСО 5725-1—2003 (подраздел 3.18), не должно превышать предела воспроизводимости R при P = 0,95. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

9.4.3 Границы абсолютной погрешности результатов измерений содержания витамина А, полученных согласно данному методу, $\pm\Delta$, при доверительной вероятности P = 0,95, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя испытания в продукте	Диапазон измерений	Предел повторяемости r, при P = 0,95, МЕ/г	Критический диапазон при трех измерениях, $CR_{0,95}(3)$, МЕ/г	Предел воспроизводимости R, при P = 0,95, МЕ/г	Границы абсолютной погрешности $\pm\Delta$, при P = 0,95, МЕ/г
Содержание витамина А в пчелином воске X_2, МЕ/г	От 5,0 до 20,00 включ.	$0,5\bar{X}_2$	$0,3\bar{X}_2$	$0,9\bar{X}_2$	$0,34\bar{X}_2$
Содержание витамина А в пчелином маточном молочке X_2, МЕ/г	От 0,41 до 0,55 включ.	$0,04\bar{X}_2$	$0,04\bar{X}_2$	$0,09\bar{X}_2$	$0,05\bar{X}_2$
Содержание витамина А в гомогенате X_2, МЕ/г	От 1,27 до 1,50 включ.	$0,03\bar{X}_2$	$0,03\bar{X}_2$	$0,07\bar{X}_2$	$0,04\bar{X}_2$
Содержание витамина А в цветочной пыльце (обножке) X_2, МЕ/г	От 70,00 до 80,00 включ.	$0,11\bar{X}_2$	$0,14\bar{X}_2$	$0,20\bar{X}_2$	$0,14\bar{X}_2$

9.4.4 Окончательный результат определения содержания витамина А в пчелином воске и цветочной пыльце (обножке) округляют до первого десятичного знака, а в пчелином маточном молочке и гомогенате округляют до второго десятичного знака.

9.4.5 Результаты измерений оформляют протоколом в соответствии с требованиями ГОСТ ISO/IEC 17025.

Результаты измерений представляют в виде

$$(\bar{X} \pm \Delta),\ \text{МЕ/г, при } P = 0,95, \tag{3}$$

где $\bar{X}$ — среднеарифметическое значение результатов измерений содержания витамина А, МЕ/г;

$\pm\Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов измерений, МЕ/г.

Библиография

[1] ТР ТС 021/2011 Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»
[2] ГФ СССР Государственная фармакопея СССР. М.: Медицина, 1987

УДК 638.171:006.354 МКС 65.140

Ключевые слова: витамин А, пчелиный воск, гомогенат, пчелиное маточное молочко, цветочная пыльца (обножка), аскорбиновая кислота, спиртовой раствор гидроокиси калия, неомыляемые вещества, хлороформ, треххлористая сурьма

Редактор переиздания *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 11.05.2020. Подписано в печать 25.08.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,26.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru