

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32483—
2013

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения массовой доли золы

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

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

Сведения о стандарте

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

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

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 марта 2014 г. № 273-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32483—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2015 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

В каком месте	Напечатано			Должно быть		
Таблица 1	14 $\overline{M}$	24 $\overline{M}$	18 $\overline{M}$	0,14 $\overline{M}$	0,24 $\overline{M}$	0,18 $\overline{M}$
	9 $\overline{M}$	20 $\overline{M}$	15 $\overline{M}$	0,09 $\overline{M}$	0,20 $\overline{M}$	0,15 $\overline{M}$

(ИУС № 4 2019 г.)

ПРОДУКТЫ ПЧЕЛОВОДСТВА

Метод определения массовой доли золы

Beekeeping products. Method for determination of ash mass fraction

Дата введения — 2015—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты пчеловодства и устанавливает метод определения массовой доли золы в меде, пыльце цветочной (обножке), пчелином маточном молочке, прополисе и перге.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 19792—2001 Мед натуральный. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2003 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения».

- ГОСТ 21204—97 Горелки газовые промышленные. Общие технические требования
 ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
 ГОСТ 25629—83 Пчеловодство. Термины и определения
 ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний
 ГОСТ 28886—90 Прополис. Технические условия
 ГОСТ 28887—90 Пыльца цветочная (обножка). Технические условия
 ГОСТ 28888—90 Молочко маточное пчелиное. Технические условия
 ГОСТ 31776—2012 Перга. Технические условия

П р и м е ч а н и е — При использовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при использовании 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 25629, ГОСТ ИСО 5725-1.

4 Сущность метода

Метод заключается в полном разложении органических веществ продукта пчеловодства путем сжигания пробы в электропечи при контролируемом температурном режиме и количественном определении полученного остатка.

5 Требования безопасности проведения работ

5.1 При работе в лаборатории необходимо соблюдать все правила техники безопасности и производственной санитарии: пожарной безопасности — по ГОСТ 12.1.004, электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ 12.1.019, при работе с химическими реактивами — по ГОСТ 12.1.007, иметь средства пожаротушения — по ГОСТ 12.4.009.

6 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 окружающего воздуха от $(22 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность воздуха не более 70 %
при температуре $25 ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление 97,3—101,3 кПа
(730—760 мм рт. ст.)

7 Отбор проб

- 7.1 Отбор проб меда натурального по ГОСТ 19792.
- 7.2 Отбор проб пыльцы цветочной (обножки) по ГОСТ 28887.
- 7.3 Отбор проб прополиса по ГОСТ 28886.
- 7.4 Отбор проб молочка маточного пчелиного по ГОСТ 28888.
- 7.5 Отбор проб перги по ГОСТ 31776.

8 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

8.2 Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919 или горелка газовая по ГОСТ 21204.

8.3 Электропечь камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 700 °С при отклонениях от номинального значения, не превышающих ± 25 °С.

8.4 Щипцы тигельные.

8.5 Чаша или тигли кварцевые вместимостью 50, 100, 250 см³ по ГОСТ 19908 или чашки (тигли) фарфоровые № 2—4 по ГОСТ 9147.

8.6 Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима 40 °С—150 °С, при отклонениях температуры от номинального значения, не превышающих ± 5 °С.

8.7 Эксикатор по ГОСТ 25336.

8.8 Термометр технический стеклянный с диапазоном температур от 0 °С до 100 °С, ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

8.9 Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч. концентрированная и раствор (1:1) по объему.

9 Подготовка проб и посуды к минерализации

9.1 Лабораторную посуду после обычной мойки в растворе любого моющего средства промывают водопроводной водой и ополаскивают дистиллированной водой по ГОСТ 6709.

Непосредственно перед использованием посуду дополнительно обрабатывают горячим раствором азотной кислоты в соотношении 1:1 (по объему) по ГОСТ 4461, ополаскивают 3—4 раза дистиллированной водой и сушат.

9.2 Фарфоровый тигель по ГОСТ 9147 выдерживают в сушильном шкафу при температуре 103 °С—105 °С в течение 1 ч, помещают в эксикатор, охлаждают до температуры 20 °С, взвешивают с точностью до 0,0001 г, процедуру повторяют до достижения постоянного веса тигля.

10 Проведение испытаний

10.1 В высушенной до постоянного веса тигле (чашке) по 9.2 взвешивают аналитическую пробу продукта, масса которой для каждого продукта пчеловодства должна иметь следующие значения:

- для меда — $5,0000 \pm 0,001$ г;
- пыльцы цветочной (обножки) — $3,0000 \pm 0,001$ г;
- пчелиного маточного молочка — $3,0000 \pm 0,001$ г;
- прополиса — $1,0000 \pm 0,001$ г;
- перги — $3,0000 \pm 0,001$ г.

10.2 Тигель с анализируемой пробой помещают на электроплитку по ГОСТ 14919, осторожно проводят обугливание до прекращения выделения дыма, затем чашу помещают в электропечь, отрегулированную ранее на температуру около 250 °С.

10.3 Минерализацию проб в электропечи проводят постепенно (на 50 °С через каждые 30 мин), повышая температуру до 600 °С при минерализации меда и маточного молочка, до — 700 °С для прополиса, пыльцы цветочной и перги.

Продолжают минерализацию при этой температуре в течение одного часа.

10.4 Чашу вынимают из электропечи тигельными щипцами, переносят в эксикатор по ГОСТ 25336, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до температуры 20 °С и взвешивают.

10.5 После взвешивания чашу снова помещают в охлажденную электропечь, постепенно доводят температуру до 600 °С или 700 °С в зависимости от вида продукта, и выдерживают при этой температуре в течение одного часа.

Затем чашу с пробой охлаждают в эксикаторе до 20 °С и снова взвешивают. Продолжают процедуру сжигания до достижения постоянного веса.

11 Обработка результатов испытаний

11.1 Массовую долю золы в продуктах пчеловодства M , % вычисляют по формуле

$$M = (m_1 - m_0) \cdot 100 \cdot m_2^{-1}, \quad (1)$$

где m_1 — масса чаши с пробой после озоления, г;

m_0 — масса пустой чаши, г;

100 — коэффициент пересчета в %.

m_2 — масса пробы меда в г.

Вычисления проводят с записью результата до второго десятичного знака.

11.2 За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений массовой доли золы, полученных в условиях повторяемости, если абсолютное расхождение между двумя параллельными определениями не превышает предела повторяемости r , значение которого приведено в таблице 1.

11.3 Абсолютное расхождение между результатами определений массовой доли золы, полученными в двух лабораториях в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости R , значение которого приведено в таблице 1. При выполнении этого условия приемлемы оба результата определений и в качестве окончательного результата может быть использовано их среднеарифметическое значение.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой доли золы M , %	Предел повторяемости при $P = 0,95$ г, %	Предел воспроизводимости при $P = 0,95$ R, %	Границы абсолютной погрешности при $P = 0,95$, $\pm \Delta$, %
От 0,05 до 1,99 включ.	14 $\bar{M}$	24 $\bar{M}$	18 $\bar{M}$
От 2,00 до 4,00 включ.	9 $\bar{M}$	20 $\bar{M}$	15 $\bar{M}$

11.4 Результат определений, округленный до третьего десятичного знака, в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

где $\bar{M}$ — среднеарифметическое значение результатов определений массовой доли золы по 11.1, %

$\pm \Delta$ — границы абсолютной погрешности результатов определений по 12.1, %.

12 Характеристика погрешности испытаний

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

УДК 638.16:006.354

МКС 07.100.30

С52

Ключевые слова: продукты пчеловодства, массовая доля золы, электропечь, проведение испытаний, результаты испытаний

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 29.05.2014. Подписано в печать 05.06.2014. Формат 60×84 $\frac{1}{2}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60. Тираж 43 экз. Зак. 2226.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru