











































0,25 г крахмала, взвешенного с погрешностью не более 0,001 г, размешивают в стаканчике вместимостью 50 см<sup>3</sup>. с 10 - 20 см<sup>3</sup>. дистиллированной воды и количественно переносят в коническую колбу, где не сильно кипит 80 - 90 см<sup>3</sup>. дистиллированной воды.

Кипение продолжается 2-3 мин. Колбу охлаждают до 20°С, содержимое количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. и доводят до метки.

### 6.11.3 Проведение испытания

В сухую пробирку отмеряют из бюретки 14,0 см<sup>3</sup>. комбинированного реактива. Пробирку закрывают резиновой пробкой и помещают на 10 мин в водяную баню при температуре 40°С. Затем в пробирку вносят пипеткой 1,0 см<sup>3</sup>. раствора меда. Содержимое перемешивают пятикратным перевертыванием, и пробирку вновь помещают на водяную баню, одновременно включая секундомер. Пробирку выдерживают на водяной бане в течение 15 мин при температуре  $(40 \pm 0,2) \text{ } ^\circ\text{C}$ .

Пипеткой отбирают 2,0 см<sup>3</sup>. реакционной смеси, вносят ее при перемешивании в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>., содержащую 40 см<sup>3</sup>. воды и 1 см<sup>3</sup>. раствора йода, температурой 20°С. Раствор доводят водой до метки. Колбу закрывают пробкой, содержимое хорошо перемешивают и выдерживают на водяной бане при 20°С в течение 10 мин.

Одновременно проводят контрольный опыт, заменяя раствор меда дистиллированной водой.

Оптическую плотность измеряют на фотоэлектроколориметре против воды при светофильтре длиной волны 582 или 590 нм, используя кювету рабочей длиной 1,0 см. Колориметрируя растворы, определяют значения оптической плотности испытуемого раствора  $D_{\text{исп}}$  и контрольного опыта  $D_{\text{к}}$  с точностью отсчета 0,001.

### 6.11.4 Обработка результатов

Диастазное число меда  $X_4$  в пересчете на 1 г безводного вещества вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{(D_{\text{к}} - D_{\text{исп}}) \cdot 100 \cdot 80}{D_{\text{к}}(100 - W)}, (5)$$

где  $D_{\text{к}}$  - оптическая плотность раствора, определенная контрольным опытом;

$D_{\text{исп}}$  - оптическая плотность испытуемого раствора;

80 - коэффициент пересчета;

W - массовая доля воды в меде, %.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между

результатами параллельных определений не должны превышать 0,5 ед. Готе в интервале от 0 до 10 ед.

## 6.12 Качественная реакция на оксиметилфурфурол

Метод основан на образовании в кислой среде соединения оксиметилфурфуrolа с резорцином, окрашенного в вишнево-красный цвет.

### 6.12.1 Материалы и реактивы

Ступки фарфоровые диаметром 70 мм с пестиком по ГОСТ 9147.

Чашки фарфоровые диаметром 50 мм по ГОСТ 9147.

Эфир для наркоза стабилизированный по НД.

Резорцин по ГОСТ 9970.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х.ч., концентрированная.

### 6.12.2 Подготовка к испытанию

#### 6.12.2.1 Приготовление раствора резорцина массовой долей 1%.

1 г резорцина растворяют в 100 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты. Раствор должен быть бесцветным. Раствор хранят в прохладном месте в склянке из оранжевого стекла с притертой пробкой.

### 6.12.3 Проведение испытания

В сухой фарфоровой ступке тщательно перемешивают пестиком в течение 2-3 мин около 3 г меда и 15 см<sup>3</sup> эфира. Эфирную вытяжку переносят в сухую фарфоровую чашку и повторяют перемешивание меда с новой порцией эфира. Эфирные вытяжки объединяют и дают эфиру испариться под тягой при температуре не выше 30°С. К остатку прибавляют 2-3 капли раствора резорцина.

Появление розового или оранжевого цвета в течение 5 мин свидетельствует о наличии оксиметилфурфуrolа. Быстрое исчезновение появившегося розового окрашивания в расчет не принимается.

## 6.13 Определение оксиметилфурфуrolа (ОМФ)

Метод основан на колориметрическом определении ОМФ в присутствии барбитуровой кислоты и паратолуидина.

### 6.13.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Колориметр фотоэлектрический, снабженный светофильтром максимумом пропускания при длине волны (540±10) нм.

Весы лабораторные рычажные 1-го или 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

Баня водяная на 50 - 60°С.

Часы песочные на 1 мин по НД.

Электроплитка по ГОСТ 14919 или газовая горелка.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100°С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные исполнений 1, 2, вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные исполнения 1 вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Пробирки стеклянные с притертой пробкой вместимостью 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнений 1, 2, 4, 5, 6 вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29228.

Барбитуровая кислота по БД.

Пара-толуидин по НД.

Изопропакол по ГОСТ 9805.

Кислота уксусная ледяная по ГОСТ 61, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709, освобожденная от кислорода путем кипячения.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, х.ч.

Сульфат цинка кристаллогидрат семиводный по ГОСТ 4174, х.ч.

Фильтровальная бумага по ГОСТ 12026.

#### 6.13.2 Подготовка к испытанию

##### 6.13.2.1 Приготовление раствора барбитуровой кислоты

500 мг барбитуровой кислоты, высушенной при 105°С в течение 1 ч, с 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды переносят в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют при нагревании в водяной бане, охлаждают до 20°С и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в холодильнике не более 1 мес. В случае образования кристаллов раствор нагревают на водяной бане примерно до 60°С до полного растворения кристаллов. Колба должна быть закрыта легко вынимаемой пробкой.

##### 6.13.2.2 Приготовление раствора пара-толуидина

10 г пара-толуидана растворяют в 50 см<sup>3</sup> изопропанола при температуре 44 - 45°С на водяной бане, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, добавляют 10 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты при перемешивании и при 20°С доводят изопропанолом до метки. Раствор используют через 24 ч после приготовления, хранят в прохладном и темном месте не более 1 мес.

##### 6.13.2.3 Приготовление реактива Керреса

15 г гексацианоферрата калия растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

20,4 г сульфата цинка кристаллогидрата растворяют в дистиллированной воде в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

#### 6.13.2.4 Приготовление раствора меда

(10,00±0,01) г меда растворяют приблизительно в 20 см<sup>3</sup> свежeproкипяченной и остывшей дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>. Мутные растворы просветляют реактивом Керреса. Для этого в колбу добавляют одну каплю гексацианоферрата калия, перемешивают, добавляют одну каплю сульфата цинка и при 20°С доводят водой до метки. Перемешивают и отфильтровывают через фильтровальную бумагу. Раствор используют немедленно.

#### 6.13.3 Проведение испытания

В две чистые сухие пробирки наливают по 2 см<sup>3</sup> раствора меда и 5 см<sup>3</sup> пара-толуидина. В одну пробирку добавляют 1 см<sup>3</sup> дистиллированной воды (контроль), перемешивают и содержимым этой пробирки заполняют кювету толщиной слоя раствора 1 см. Не позднее чем через 1-2 мин во вторую пробирку приливают 1 см<sup>3</sup> барбитуровой кислоты, перемешивают и заполняют вторую кювету.

Измеряют экстинкцию раствора по отношению к контрольному раствору ежеминутно в течение 6 мин.

#### 6.13.4 Обработка результатов

Оксиметилфурфурол  $X_5$ , мг на 1 кг меда вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{K}{S} \cdot 19,2 \cdot 10 \quad (6)$$

где K - максимальное значение измеренной экстинкции;

S - толщина слоя жидкости в кювете колориметра, см;

19,2 - постоянный коэффициент экстинкции;

10 - коэффициент пересчета меда в килограммы.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

### 6.14 Определение механических примесей

Метод основан на фильтровании жидкого меда через металлическую сетку. Метод применяют при наличии видимых загрязнений.

#### 6.14.1 Аппаратура и материалы

Шкаф сушильный любого типа, обеспечивающий температуру нагрева до 150°С.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный до 100°С по ГОСТ 28498.

Сетка металлическая латунная, имеющая 100 отверстий на 1 см<sup>2</sup> по НД.

Стакан стеклянный исполнения 1, вместимостью 200 см<sup>3</sup>, по ГОСТ 25336.

#### 6.14.2 Проведение испытания

На металлическую сетку положенную на стакан, помещают около 50 см<sup>3</sup> меда. Стакан ставят в сушильный шкаф, нагретый до 60 °С.

Мед должен профильтроваться без видимого остатка. Наличие на сетке нерастворившихся частиц свидетельствует о загрязнении меда механическими примесями.

6.15 Определение массовой доли олова - по ГОСТ 26935.

6.16 Определение остаточных количеств пестицидов - по методикам, утвержденным органами Госсанэпиднадзора по НД.

6.17 Определение токсичных элементов - по ГОСТ 26930, 26932, 26933.

6.18 Определение радионуклидов - по методикам, утвержденным органами Госсанэпиднадзора.

#### 6.19 Определение общей кислотности

Метод основан на титровании исследуемого раствора меда раствором гидроксида натрия концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> в присутствии индикатора фенолфталеина..

##### 6.19.1 Аппаратура, посуда и реактивы

Весы лабораторные 1-го или 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Мешалка магнитная по БД.

Колбы мерные исполнения 1, 2 вместимостью 100 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770.

Стаканы стеклянные исполнения 1 вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 20 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29228.

Колбы конические вместимостью 200 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

Лабораторная бюретка типа I вместимостью 2 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,02 см<sup>3</sup> 1 или 2 класса по ГОСТ 29252.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или ч.д.а., раствор концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Фенолфталеин, спиртовой раствор массовой долей 1% по НД.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

##### 6.19.2 Проведение испытания



Навеску меда массой 10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, растворяют в 70 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят водой до метки. В коническую колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> вносят пипеткой 20 см<sup>3</sup> раствора меда. Прибавляют 4 - 5 капель спиртового раствора фенолфталеина массовой долей 1% и титруют раствором гидроокиси натрия концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до появления розового окрашивания, устойчивого в течение 10 - 20 с.

### 6.19.3 Обработка результатов

Общую кислотность меда  $X_6$ , см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле.

$$X_6 = 50,0 \cdot 0,1V \quad (7)$$

где 50,0 - коэффициент пересчета на массу меда 100 г;

0,1 - концентрация раствора гидроокиси натрия;

$V$  - объем раствора гидроокиси натрия концентрации с (NaOH) = 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия концентрации с (NaOH) = 1,0 моль/дм<sup>3</sup>.

## 7 Транспортирование и хранение

### 7.1 Транспортирование

7.1.1 Мед транспортируют с соблюдением установленных санитарных правил.

7.1.2 При транспортировании бочки должны размещать не более чем в два-три яруса. Каждый ярус отделяют прокладкой из досок, ящики и фляга устанавливают в штабеля. Высота штабеля для фляг должна быть не более 1,5 м, для деревянных ящиков - не более 3 м, для картонных ящиков - не более 2 м.

7.1.3 Во время транспортирования ящики, фляги и бочки должны быть плотно укреплены или увязаны.

7.1.4 Мед транспортируют всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозок грузов, действующими для данного вида транспорта.

7.1.5 При перевозке автомобильным транспортом тара с медом должна быть закрыта брезентом.

### 7.2 Хранение

7.2.1 Мед хранят в помещениях, защищенных от прямой солнечной радиации. Не допускается хранение меда вместе с ядовитыми, пылящими продуктами и продуктами,

которые могут придать меду не свойственный ему запах.

7.2.2 Бочки и фляги с медом хранят в два-три яруса, наливными отверстиями (горловиной) вверх. На полу и между ярусами помещают сплошные прокладки из досок.

Ящики хранят штабелями высотой до 2 м, устанавливая их на прокладки из досок.

7.2.3 Срок хранения меда в емкостях, флягах от 25 кг и выше до 8 мес с момента проведения экспертизы.

7.2.4 Срок хранения меда, фасованного в герметично укупоренную стеклянную тару, тару из полимерных материалов - не более одного года от даты выработки, в негерметично укупоренной таре - не более 8 мес.

7.2.5 Срок хранения меда, фасованного в стаканы из парафинированной бумаги - не более 6 мес от даты выработки.

7.2.6 Срок хранения меда, закладываемого для хранения в госрезерв, - два года при температуре не выше 18°С в стеклянной таре, специальных емкостях для меда и флягах из нержавеющей стали.

7.2.7 Температура хранения меда массовой долей воды до 19,0% - не выше 20°С; массовой долей воды от 19,0% до 21,0% - от 4°С до 10°С.

## Приложение А

(справочное)

### Перечень

нормативных документов, действующих на территории Российской Федерации

СанПиН 2.3.2.560-96 Гигиенические требования к качеству и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов

ГОСТ Р 51074-97 Продукты пищевые. Информация для потребителя. Общие требования

ТУ 25-1819-0021-90 Часы песочные. Технические условия

ТУ 25-1894-003-90 Секундомеры механические

ТУ 6-09-1571-84 Метилловый оранжевый, индикатор, чистый для анализа

ТУ 25-05-11044-84 Иономер лабораторный типа И-130

ТУ 6-09-1883-72 2.4-динитрофенол, индикатор, чистый для анализа

ТУ 6-09-2540-87 Стандарт-титры (фиксаналы нормадозы). Йод 0,1 н

ФС 42-1883-82 Эфир для наркоза стабилизированный

ТУ 64-5-153-88 Кислота барбитуровая техническая

ТУ 6-09-66-70 П-толуидин

ТУ 13-028-1036-06-89 Сметки металлические тканые

Клисенко М.А. Методы определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде. М., "Колос", 1983 г.

Инструктивно-методические указания по радиохимическим методам определения радиоактивности в объектах ветнадзора. Москва, 1984 г.

ТУ 25-7415-006-90 Мешалка магнитная

ТУ 6-09-5360-87 Фенолфталеин, индикатор, чистый для анализа

ГОСТ Р 51652-2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия