

ГОСТ 28888—90

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МОЛОЧКО МАТОЧНОЕ ПЧЕЛИНОЕ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

БЗ 6—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

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**МОЛОЧКО МАТОЧНОЕ ПЧЕЛИНОЕ****ГОСТ
28888—90****Технические условия**Queen bee larval food.
SpecificationsМКС 65.140
ОКСТУ 9882Дата введения **01.07.91**

Настоящий стандарт распространяется на пчелиное сырое маточное молочко, заготавливаемое для промпереработки в пищевых целях.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Сырое маточное молочко должно быть получено на пасеках путем отбора его из мисочек, в которых находятся личинки не старше трехдневного возраста в соответствии с правилами ветеринарного законодательства, и по качеству соответствовать требованиям настоящего стандарта.

1.2. Характеристики

1.2.1. По органолептическим и физико-химическим показателям маточное молочко пчелиное должно соответствовать требованиям, указанным в табл. 1.

Таблица 1

| Наименование показателя | Характеристика и норма |
|--|--|
| Внешний вид и консистенция | Однородная непрозрачная сметанообразная масса |
| Цвет | Белый с желтоватым оттенком или слабо-кремовый |
| Запах | Приятный с медовым оттенком слегка жгучий, вязущий |
| Механические примеси | Не допускаются |
| Массовая доля сухих веществ, % | 30,0—35,0 |
| Массовая доля воска, %, не более | 2,0 |
| Окисляемость продукта, с, не более | 10,0 |
| Флюоресценция | Светло-голубая |
| Концентрация водородных ионов (рН) водного раствора маточного молочка с массовой долей 1 % | 3,5—4,5 |
| Массовая доля деценовых кислот, %, не менее | 5,0 |
| Массовая доля сырого протеина, % | 31,0—47,0 |
| Массовая доля восстанавливающих сахаров, %, не менее | 20,0 |
| Массовая доля сахарозы, %, не более | 10,5 |
| Антимикробная активность (бактериостатичность против стафилококка — st 209), мг/см ³ , не более | 14 |
| Обсемененность продукта непатогенными микробами, тыс./г, не более | 1,5 |
| Биологическая активность, мг, не менее | 180 |

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

1.2.2. Содержание в маточном молочке механических примесей и признаки брожения не допускаются.

1.3. Упаковка

1.3.1. Маточное молочко расфасовывают в охлажденные флаконы темного стекла вместимостью 50—300 см³, плотно закрывают пробками или навинчивающимися крышками и заливают их горячим воском. Каждый флакон завертывают в бумагу.

1.3.2. Флаконы укладывают в термос или холодильную изотермическую сумку, обеспечивающие температуру не выше минус 6 °С.

Для пересылки флаконы с маточным молочком укладывают в сухие, без посторонних запахов дощатые плотные ящики по ГОСТ 13358 или ящики для посылок. Свободное пространство в ящиках заполняют стружкой по ГОСТ 5244 или бумажной макулатурой по ГОСТ 10700.

1.4. Маркировка

1.4.1. На каждую единицу упаковки наклеивают этикетку, в которой указывают: наименование поставщика, местонахождение пасеки (край, область, район), наименование продукции, массу брутто и нетто, дату начала и конца отбора маточного молочка из мисочек, температуру хранения, обозначение настоящего стандарта.

1.4.2. Маркировку транспортной тары наносят в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

1.4.3. На крышку каждой транспортной единицы наносят предупредительные знаки по ГОСТ 14192: «Хрупкое. Осторожно», «Верх».

2. ПРИЕМКА

2.1. Маточное молочко принимают партиями. Партией считают любое, но не менее 50 г, количество маточного молочка, собранного в течение одного календарного месяца, упакованного во флаконы из темного стекла, сохранявшегося при температуре не выше минус 6 °С и не ниже минус 10 °С, оформленное документом о качестве, с указанием:

наименования, местонахождения и подчиненности поставщика, наименования продукта, времени заготовки, номера флакона или банки, номера партии, количества мест, массы брутто и нетто, температуры хранения маточного молочка, даты выдачи документа, обозначения настоящего стандарта.

2.2. Для проверки соответствия маточного молочка требованиям настоящего стандарта от каждой партии продукта проводят выборку в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

| Количество упаковочных единиц в партии (флаконов) | Количество отбираемых упаковочных единиц (флаконов), не менее | Количество упаковочных единиц в партии (флаконов) | Количество отбираемых упаковочных единиц (флаконов), не менее |
|---|---|---|---|
| 1 | 1 | 31—40 | 5 |
| 2 | 2 | 41—60 | 6 |
| 3—20 | 3 | 61—80 | 8 |
| 21—30 | 4 | 81 и более | 10 % |

2.3. Упаковочные единицы (флаконы), если их в партии более двух, отбирают из разных мест, из ящиков, отобранных сверху, из середины и снизу.

При получении неудовлетворительных результатов проводят повторно отбор проб и испытание. Результаты повторных испытаний распространяют на всю партию.

Поврежденные упаковочные единицы в выборку не включают.

2.4. Массовую долю деценовых кислот, сырого протеина, сахаров, а также антимикробную активность и бактериальную обсемененность маточного молочка определяют при возникновении разногласий в оценке его качества.

3. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

3.1. Методы отбора проб

3.1.1. Для проведения испытаний из середины каждого выбранного из партии флакона стерильным шпателем отбирают точечные пробы, соединяют в среднюю пробу, масса которой должна быть не менее 10 г. Среднюю пробу делят на две равные части, одну из которых испытывают, а

С. 3 ГОСТ 28888—90

другую помещают во флакон темного стекла и хранят в холодильнике при температуре минус 6 °С в течение 3 мес для проведения испытаний в случае возникновения разногласий в оценке качества.

3.2. Определение внешнего вида, консистенции, цвета, запаха, вкуса и признаков брожения — органолептически.

3.3. Определение массовой доли сухих веществ методом высушивания

3.3.1. Аппаратура, материалы, реактивы

Шкаф сушильный вакуумный лабораторный с температурой нагрева до 80 °С.

Электроплитка.

Термометры ртутные лабораторные по ГОСТ 28498.

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

Эксикатор по ГОСТ 23932.

Палочка стеклянная.

Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

Кальций хлористый (плавленый).

Совок.

3.3.2. Подготовка к испытанию

3.3.2.1. Эксикатор заправляют предварительно высушенным, прокаленным и охлажденным хлористым кальцием.

3.3.3. Проведение испытания

В две предварительно высушенные до постоянной массы бюксы отвешивают две навески маточного молочка массой по 0,05 г (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака). Открытые бюксы с испытуемым продуктом и крышкой от бюксы ставят в вакуумный сушильный шкаф и сушат 3 ч при температуре 60 °С. Затем бюксы с продуктом закрывают крышкой и ставят в эксикатор над хлористым кальцием, охлаждают в течение 1 ч. Каждую бюксу с испытуемым продуктом взвешивают и снова сушат в течение 1 ч. Высушивание продолжают до постоянной массы. Постоянную массу считают достигнутой, если разница между двумя последующими взвешиваниями после одночасового высушивания и одночасового охлаждения в эксикаторе не превышает 0,001 г.

3.3.4. Обработка результатов

Массовую долю сухих веществ (X) в процентах в испытуемом продукте вычисляют по формуле

$$X = 100 - W; \quad W = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 100}{m_2},$$

где m_2 — масса навески до высушивания, г;

m_1 — масса навески после высушивания, г;

W — массовая доля влажности продукта, %;

100 — постоянный коэффициент.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

3.4. Определение массовой доли сухих веществ рефрактометрическим методом (экспресс-метод)

3.4.1. Аппаратура, материалы

Рефрактометр ИРФ-454 Б или другой аналогичной марки.

Палочка стеклянная.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная.

3.4.2. Проведение испытания

На призму рефрактометра стеклянной палочкой наносят каплю маточного молочка и определяют показатель преломления. Испытание с новой каплей маточного молочка повторяют 2—3 раза. По показателю преломления определяют массовую долю влаги маточного молочка (см. табл. 3). При проведении опыта при температуре выше или ниже 20 °С к показателю преломления необходимо внести температурную поправку (см. табл. 4).

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Таблица 3

Массовая доля влаги (W) сырого маточного молочка по показателю преломления

| Коэффициент преломления при температуре 20 °С | Массовая доля влаги, % | Коэффициент преломления при температуре 20 °С | Массовая доля влаги, % |
|---|------------------------|---|------------------------|
| 1,3997 | 60,00 | 1,3865 | 67,00 |
| 992 | 25 | 860 | 25 |
| 987 | 50 | 856 | 50 |
| 982 | 75 | 851 | 75 |
| 978 | 61,00 | 847 | 68,00 |
| 973 | 25 | 842 | 25 |
| 968 | 50 | 838 | 50 |
| 963 | 75 | 833 | 75 |
| 958 | 62,00 | 829 | 69,00 |
| 954 | 25 | 825 | 25 |
| 949 | 50 | 820 | 50 |
| 944 | 75 | 815 | 75 |
| 939 | 63,00 | 811 | 70,00 |
| 934 | 25 | 807 | 25 |
| 929 | 50 | 802 | 50 |
| 924 | 75 | 798 | 75 |
| 920 | 64,00 | 793 | 71,00 |
| 915 | 25 | 788 | 25 |
| 911 | 50 | 784 | 50 |
| 906 | 75 | 779 | 75 |
| 902 | 65,00 | 775 | 72,00 |
| 898 | 25 | 771 | 25 |
| 893 | 50 | 767 | 50 |
| 888 | 75 | 762 | 75 |
| 883 | 66,00 | 758 | 73,00 |
| 879 | 25 | 754 | 25 |
| 874 | 50 | 749 | 50 |
| 869 | 75 | 745 | 75 |

Таблица 4

Поправка к показателю преломления

| Температура, °С | Поправка(–) | Температура, °С | Поправка(+) |
|-----------------|-------------|-----------------|-------------|
| 11 | 0,0012 | 21 | 0,0001 |
| 12 | 0,0010 | 22 | 0,0003 |
| 13 | 0,0009 | 23 | 0,0004 |
| 14 | 0,0008 | 24 | 0,0005 |
| 15 | 0,0007 | 25 | 0,0007 |
| 16 | 0,0005 | 26 | 0,0008 |
| 17 | 0,0004 | 27 | 0,0009 |
| 18 | 0,0003 | 28 | 0,0010 |
| 19 | 0,0001 | 29 | 0,0012 |

3.4.3. *Обработка результатов*

Массовую долю сухих веществ (X_1) в процентах в испытуемом продукте вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - W,$$

где W — массовая доля влаги испытуемого продукта, %.

3.5. *Определение механических примесей*3.5.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

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

Центрифуга со скоростью вращения рабочего органа до 5000 об/м.

Микроскоп марки МБС.

Пробирки стеклянные центрифужные по ГОСТ 25336.

Стаканы химические В-1—50 ТХС по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная.

3.5.2. Проведение испытания

В стакан вместимостью 50 см³ отвешивают 0,2 г сырого маточного молочка (результат взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака), добавляют 1 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Раствор переносят в коническую центрифужную пробирку. Стакан ополаскивают 1 см³ дистиллированной воды и переносят в эту же центрифужную пробирку. Раствор центрифугируют 15 мин со скоростью 3 тыс./об в 1 мин в течение 15 мин.

Надосадочную жидкость сливают, а осадок рассматривают под микроскопом при стократном увеличении. Осадок рассматривают в проходящем свете.

Не допускаются посторонние включения: допустимы единичные пылевые зерна.

3.6. Определение массовой доли воска

3.6.1. Аппаратура, материалы, реактивы

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

Баня водяная.

Колбы конические Кн-2—100—34 ТХС по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 1—100 по ГОСТ 1770.

Воронки В-36—50 или В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*, раствор с массовой долей 96 %.

Вода дистиллированная.

3.6.2. Проведение испытания

В коническую колбу вместимостью 100 см³ отвешивают 3 г продукта, прибавляют 50 см³ 96 %-ного этилового спирта и нагревают в водяной бане при частом перемешивании до кипения. Горячий раствор декантируют через бумажный фильтр. Остаток в колбе обрабатывают один раз 30 см³ горячего 96 %-ного спирта, который прибавляют к ранее полученному раствору. Нерастворившийся остаток переносят на фильтр и промывают горячим 96 %-ным спиртом. Промывание считают законченным, когда в капле фильтрата на часовом стекле при охлаждении не появится белый осадок. Объединенные фильтраты охлаждают до 5 °С. Из раствора выпадает белый осадок — воск, который отфильтровывают через бумажный фильтр, предварительно высушенный до постоянной массы при температуре окружающего воздуха. Осадок на фильтре промывают холодным 96 %-ным спиртом, фильтр с осадком сушат при температуре окружающего воздуха до постоянной массы.

3.6.3. Обработка результатов

Массовую долю воска (X_2) в процентах в испытуемом продукте вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1 \cdot (100 - W)},$$

где m — масса воска, г;

m_1 — масса испытуемого продукта, г;

W — массовая доля влаги в маточном молочке, %;

$\frac{100}{(100 - W)}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество продукта, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

3.7. Определение показателя окисляемости (подлинности)

3.7.1. Аппаратура, материалы, растворы

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

Секундомер.

Воронки ВД-1—250 ХС, ВД-1—500 ХС или в исполнениях 2, 3 по ГОСТ 25336.

Колбы КН-1—25—24—29 ТХС по ГОСТ 25336.

*На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000 (здесь и далее).

Колбы мерные 2—1000—1 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1—50 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 2 или 20 см³.

Бюретки вместимостью 50 см³.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Марганцовокислый калий по ГОСТ 20490, х. ч., раствор концентрации 0,1 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., раствор с массовой долей 20 %.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962, раствор с массовой долей 96 %.

Вода дистиллированная.

3.7.2. Приготовление раствора

3.7.2.1. Приготовление раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ вносят 3,2 г марганцовокислого калия, растворяют в 700—800 см³ дистиллированной воды, объем доводят до метки. Раствор переносят в темную склянку и выдерживают до 10—15 дней.

Раствор годен в течение 3 мес.

3.7.2.2. Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 20 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 700 см³ дистиллированной воды и 124 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и объем доводят дистиллированной водой до метки.

3.7.3. Проведение испытания

Навеску маточного сырого молочка массой 0,064 г помещают в химический стаканчик вместимостью 50 см³, наливают 20 см³ свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды и перемешивают в течение 3—5 мин стеклянной палочкой. 2 см³ раствора (оставшийся раствор сохраняют для флуоресцентного анализа) переносят в другой химический стакан вместимостью 50 см³ и добавляют 1 см³ раствора серной кислоты с массовой долей 20 %. Раствор перемешивают плавными круговыми движениями руки, добавляют одну каплю (0,035—0,045 см³) раствора марганцовокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³ и одновременно включают секундомер.

Время (секунды) исчезновения розовой окраски подкисленного раствора соответствует показателю окисляемости.

Показатель окисляемости вычисляют по двум параллельным измерениям двух навесок испытуемого продукта, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 1 с.

Испытание проводят при температуре раствора 18—22 °С в день его приготовления.

3.8. Определение флуоресценции (подлинности)

3.8.1. Аппаратура, материалы

Центрифуга лабораторная.

Стаканы В-1—50 по ГОСТ 25336.

Кюветы или пробирки стеклянные из нефлуоресцирующего стекла.

Ртутно-кварцевая лампа сверхвысокого давления с фильтром «УФС-3» или «УФС-6» (длина волны 366 нм).

3.8.2. Проведение испытания

В стакан вместимостью 50 см³ наливают 15 см³ раствора маточного молочка, приготовленного по п. 3.7.3 и разбавляют 20 см³ дистиллированной воды. Полученный раствор отстаивают в течение 1 ч или центрифугируют в течение 5—10 мин (при 2—3 тыс. об/мин). 5 см³ прозрачного раствора переносят в стеклянную кювету или пробирку из нефлуоресцирующего стекла и просматривают в лучах ртутно-кварцевой лампы сверхвысокого давления с фильтром «УФС-3» или «УФС-6» (длина волны 336 нм). Определение проводят в темной комнате путем визуального наблюдения свечения испытуемого раствора, установленного перпендикулярно к ходу возбуждающих флуоресценцию ультрафиолетовых лучей. Наблюдается светло-голубая флуоресценция.

3.9. Определение концентрации водородных ионов (рН) водного раствора маточного молочка с массовой долей 1 %

3.9.1. Аппаратура, материалы, реактивы

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

Потенциометр или рН-метр с чувствительностью не ниже 0,01 рН.

Колбы мерные 2—500—2 и 2—1000—1 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2—150—34 ТХС по ГОСТ 25336.

С. 7 ГОСТ 28888—90

Стаканы В-1—100 ТХС или Н-1—100 ТХС по ГОСТ 25336.

Чашки фарфоровые 4, 5, 6 по ГОСТ 9147.

Воронки по ГОСТ 23932.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Набор реактивов для приготовления рабочих буферных растворов по ГОСТ 17227.

Вода дистиллированная.

3.9.2. Проведение испытания

3.9.2.1. Градуировка прибора

Градуировку и проверку показаний прибора выполняют по стандартным буферным растворам.

3.9.2.2. Определение концентрации водородных ионов (рН)

В коническую колбу вместимостью 150 см³ вносят навеску продукта массой 1 г, добавляют 100 см³ дистиллированной воды и тщательно перемешивают в течение 5 мин. Раствор фильтруют через складчатый бумажный фильтр в сухую колбу. Фильтрат используют для определения рН.

Измерения рН повторяют 2—3 раза, каждый раз вынимая электроды из раствора и при измерении вновь погружают их в раствор.

3.9.3. Обработка результатов

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 единицы рН.

3.10. Определение массовой доли деценовых кислот

3.10.1. Аппаратура, материалы, реактивы

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

Баня водяная.

Воронки В-36—50 ХС и В-36—80 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД-2—100 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2—100—1 и 2—1000—1 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы конические и стаканчики химические по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 50 см³.

Стакан химический В-1—100 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1 или 2 см³.

Термометр ртутный лабораторный по ГОСТ 28498.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Эфир диэтиловый.

Натрия гидроксид (натр едкий) по ГОСТ 4328, ч. д. а. или х. ч., раствор концентрации 1 моль/дм³ и 0,01 моль/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,84 г/см³, раствор с массовой долей 50 % и раствор концентрации 0,01 моль/дм³.

Натрий углекислый кислый (бикарбонат натрия) по ГОСТ 4201, х. ч. или ч. д. а.

Натрий сернокислый (сульфат натрия) по ГОСТ 4166 безводный, х. ч. или ч. д. а.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962, раствор с массовой долей 96 %.

Фенолфталеин.

Тимоловый синий.

Вода дистиллированная.

3.10.2. Подготовка к испытанию

3.10.2.1. Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 50 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают около 600 см³ дистиллированной воды и 310 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и дистиллированной водой объем доводят до метки.

Примечание. При работе с серной кислотой пользуются защитными очками.

3.10.2.2. Приготовление раствора гидроксида натрия концентрации 0,01 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 700 см³ свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воды, приливают 10 см³ раствора натрия гидроксида концентрации 1 моль/дм³, перемешивают и свежeproкипяченной охлажденной дистиллированной водой доводят до метки.

Раствор готовят только в день приготовления.

3.10.2.3. Приготовление раствора серной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³

В химический стакан или колбу наливают 1020 см³ дистиллированной воды, затем медленно, при постоянном помешивании, вливают 3 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и устанавливают титр.

3.10.2.4. Приготовление раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают 700 см³ дистиллированной воды, приливают 100 см³ раствора серной кислоты концентрации 0,1 моль/дм³, дистиллированной водой объем доводят до метки и устанавливают титр.

3.10.2.5. Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают 70 см³ спирта этилового ректификованного, вносят 0,1 г фенолфталеина, перемешивают и дистиллированной водой объем доводят до метки. Раствор фенолфталеина через бумажный фильтр фильтруют в чистую сухую склянку.

3.10.2.6. Приготовление раствора тимолового синего с массовой долей 0,1 %

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают 70 см³ этилового спирта с массовой долей 20 %, вносят 0,1 г тимолового синего, перемешивают и дистиллированной водой объем доводят до метки. Раствор тимолового синего через бумажный фильтр фильтруют в чистую сухую склянку.

3.10.3. Проведение испытания

В стакан вместимостью 50 см³ вносят испытуемого продукта 0,3 г, добавляют 10 см³ дистиллированной воды, перемешивают. Содержимое стакана переносят в делительную воронку, добавляют эфир (3 раза по 20 см³), осторожно перемешивают, не допуская образования эмульсии. Эфирные извлечения отделяют, соединяют, сливая из делительной воронки в чистую сухую колбу, затем их переносят в делительную воронку и добавляют раствор натрия гидроксида концентрации 1 моль/дм³ 3 раза по 6 см³. Эфирный раствор отбрасывают. Водно-щелочное извлечение собирают в чистую сухую колбу, добавляют раствор серной кислоты с массовой долей 50 % до pH около 1 по тимоловому синему, вносят натрий углекислый кислый (бикарбонат натрия) до pH раствора около 8 по тимоловому синему. Раствор переносят в делительную воронку, приливают эфир (3 раза по 10 см³), осторожно перемешивают, не допуская образования эмульсии. Эфирные извлечения отбрасывают.

Водный экстракт переносят в коническую колбу, подкисляют раствором серной кислоты с массовой долей 50 % до pH около 1, переносят в делительную воронку, добавляют эфир (3 раза по 10 см³). Эфирные извлечения объединяют и в делительной воронке промывают водой до нейтральной реакции промывных вод.

Эфирные извлечения из делительной воронки фильтруют в коническую колбу через безводный сернокислый натрий (сульфат натрия). Делительную воронку ополаскивают 3 см³ эфира и присоединяют его через тот же сульфат натрия к основному эфирному извлечению.

Эфирные извлечения переносят в чистую, сухую колбу, подсоединяют ее к перегонному аппарату. Эфир отгоняют на водяной бане при температуре не выше 50 °С.

К сухому остатку приливают 6 см³ раствора гидроксида натрия концентрации 0,01 моль/дм³ и остаток растворяют при слабом подогревании на теплой водяной бане. К раствору добавляют каплю фенолфталеина и титруют раствором серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³ до исчезновения розовой окраски.

3.10.4. Обработка результатов

Массовую долю деценовых кислот (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - T - V_1) \cdot 0,00186 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где V — объем раствора гидроксида натрия, см³;

T — титр раствора гидроксида натрия, см³;

V_1 — объем раствора серной кислоты, см³;

m — навеска испытуемого продукта, г;

W — массовая доля влаги маточного молочка, %.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,7 %.

3.11. Определение массовой доли сырого протеина

3.11.1. *Аппаратура, материалы, реактивы*

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

Горелка газовая, электроплитка или колбонагреватель по ГОСТ 14919.

Колбы конические Кн-1—100—14/23 ТС, Кн-1—250—14/23, Кн-1—1000—29/32 и Кн-1—2500—29/32 по ГОСТ 25336.

Колбы Къельдаля 2—250—29 ТХС или 2—500—29 ТХС по ГОСТ 25336.

Аппарат для отгонки летучих соединений (аммиака).

Стаканы Н-1—200 ТХС по ГОСТ 25336.

Пробирки П 2—16—180 или П 2—19—180 по ГОСТ 25336.

Насос водоустойчивый лабораторный.

Воронки по ГОСТ 23932.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Пипетки по нормативно-технической документации.

Колба Бунзена для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 23932.

Ареометр.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,84 г/см³.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч. или ч. д. а.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор концентрации 0,1 моль/дм³ и раствор с массовой долей 40 %.

Бумага лакмусовая.

Метиленовый голубой.

Метиловый красный.

Фенолфталеин.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Пергидроль по ГОСТ 177.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная.

3.11.2. *Подготовка к испытанию*

3.11.2.1. *Приготовление раствора натрия гидроксида с массовой долей 40 %*

В химический стакан вместимостью 200 см³ наливают около 30 см³ дистиллированной воды, вносят 60 г кристаллического гидроксида натрия, перемешивают стеклянной палочкой и после охлаждения до температуры окружающего воздуха раствор через стеклянную воронку переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, дистиллированной водой доводят объем до метки.

Для очистки натрия гидроксида от углекислых солей в раствор вносят около 100 мг кристаллического хлористого бария, перемешивают и через 5—7 сут прозрачный раствор гидроксида натрия сифоном осторожно сливают с осадка в чистую сухую склянку. Плотность раствора определяют ареометром.

3.11.2.2. *Приготовление раствора фенолфталеина с массовой долей 0,1 %*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают 70 см³ этилового ректификованного спирта, вносят 0,1 г фенолфталеина, перемешивают и дистиллированной водой доводят объем до метки. Раствор фенолфталеина через бумажный фильтр фильтруют в чистую сухую склянку.

3.11.2.3. *Приготовление индикатора № 1 раствора метилового красного с массовой долей 0,4 %*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают около 70 см³ этилового спирта, вносят 0,4 г метилового красного, перемешивают и этиловым спиртом объем доводят до метки.

3.11.2.4. *Приготовление индикатора № 2 раствора метиленового голубого (метиленовая синь) с массовой долей 0,2 %*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ наливают около 70 см³ этилового спирта, вносят 0,2 г метиленового голубого, перемешивают и этиловым спиртом объем доводят до метки.

3.11.2.5. *Приготовление раствора борной кислоты с массовой долей 2 %*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают около 700 см³ дистиллированной воды, вносят 20 г борной кислоты, перемешивают и дистиллированной водой доводят объем до метки.

3.11.2.6. *Приготовление рабочего раствора борной кислоты с массовой долей 2 %*

К 1000 см³ раствора борной кислоты с массовой долей 2 % приливают 10 см³ индикатора

Гроака, состоящего из равных объемов индикаторов № 1 и 2, т. е. 5 см³ индикатора № 1 и 5 см³ индикатора № 2. Раствор борной кислоты хранят с индикатором Гроака в склянке темного стекла с пробкой.

3.11.2.7. Приготовление раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³ по пп. 3.10.2.3 и 3.10.2.4.

3.11.3. Проведение испытания

В сухую колбу Кьельдаля отвешивают 0,05 г продукта (результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака), приливают 5 см³ концентрированной серной кислоты плотностью 1,84 г/см³, перемешивают и на песочной бане нагревают в вытяжном шкафу в течение 1 ч, охлаждают, приливают 2—3 см³ перекиси водорода и продолжают нагревать (отжигая) до полного обесцвечивания содержимого колбы Кьельдаля. На стенках колбы не должно оставаться черных несгоревших частиц испытуемого материала. Сжигание заканчивают, когда содержимое колбы приобретает зеленовато-голубоватый цвет без желтого оттенка.

Колбы охлаждают и их содержимое без потерь порциями, заполаскивая дистиллированной водой, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, перемешивают, охлаждают и дистиллированной водой доводят объем до метки. Приступают к отгонке аммиака испытуемого раствора и его улавливание раствором борной кислоты.

В коническую колбу вместимостью 150 см³ (приемник) из бюретки наливают 10 см³ рабочего раствора борной кислоты с массовой долей 2 %. В приемную колбу с борной кислотой погружают конец трубки холодильника аппарата для отгонки летучих соединений (аммиака). В колбу для отгонки (в этом аппарате) через воронку наливают 10 см³ испытуемого раствора (из мерной колбы), добавляют 2 капли фенолфталеина и 1—5 см³ раствора гидроксида натрия с массовой долей 40 %, промывая воронку 10—15 см³ дистиллированной воды, и перемешивают легким покачиванием отгонной колбы. Появление пузырьков воздуха в приемнике свидетельствует о герметичности системы, что является необходимым условием при получении объективных результатов. В отгонную колбу впускают из парообразователя перегретый пар, который, проходя через раствор, в отгонной колбе увлекает аммиак. Раствор аммиака улавливает раствор борной кислоты с массовой долей 2 % в приемной колбе. Отгонку аммиака продолжают 15—20 мин. Капля дистиллята на трубке холодильника не должна окрашивать лакмусовую бумагу. Затем конец трубки холодильника промывают дистиллированной водой над приемной колбой.

Содержимое приемной колбы титруют раствором серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³ до изменения окраски раствора от зеленого до красно-фиолетового.

Аппарат для отгонки дважды промывают дистиллированной водой и заливают новую порцию испытуемого раствора.

3.11.4. Обработка результатов

Массовую долю сырого протеина (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{V \cdot K \cdot 0,14 \cdot 100_1 \cdot 100_2 \cdot 100_3}{m \cdot (100 - W) \cdot 10} \cdot 6,25,$$

где V — объем раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — поправочный коэффициент к титру раствора серной кислоты концентрации 0,01 моль/дм³;

m — масса навески маточного молочка, г;

W — массовая доля влаги в маточном молочке, %;

100_1 — общий объем раствора, в котором растворена навеска, см³;

10 — количество испытуемого раствора, см³;

$\frac{100_2}{100 - W}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество;

0,14; 100_1 ; 100_2 ; 6,25 — постоянные коэффициенты.

За окончательный результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,5 %.

3.12. Определение массовой доли восстанавливающих сахаров и сахарозы

3.12.1. Аппаратура, материалы, реактивы — по ГОСТ 19792.

3.12.2. Подготовка к испытанию — по ГОСТ 19792.

3.12.3. Проведение испытания

3.12.3.1. Колориметрирование стандартного раствора и построение калибровочного графика — по ГОСТ 19792.

3.12.3.2. Определение массовой доли восстанавливающих сахаров до инверсии

В мерную колбу вместимостью 100 см³ отвешивают 3 г маточного молочка (результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака), растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и дистиллированной водой доводят содержимое до метки. Затем 50 см³ этого раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и объем доводят дистиллированной водой до метки (получают рабочий раствор испытуемого продукта).

В коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят 20 см³ раствора феррицианида, 5 см³ раствора гидроксида натрия или калия концентрации 2,5 моль/дм³ и 10 см³ рабочего раствора испытуемого маточного молочка, нагревают до кипения и кипятят 1 мин, быстро охлаждают и определяют оптическую плотность на фотоколориметре.

3.12.3.3. Определение массовой доли общих сахаров после инверсии

В оставшийся раствор, приготовленный по п. 3.12.3.2, добавляют 5 см³ концентрированной соляной кислоты, помещают в колбу термометр и ставят в нагретую до 80—82 °С водяную баню. Содержимое колбы нагревают до 67—70 °С и выдерживают колбу при этой температуре точно 5 мин. Затем колбу с содержимым немедленно охлаждают до 20 °С, добавляют одну каплю раствора метилового оранжевого, нейтрализуют раствором гидроксида натрия с массовой долей 25 %, доводят содержимое колбы дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Содержимое общих сахаров после инверсии определяют так же как и восстанавливающих сахаров до инверсии.

3.12.4. Обработка результатов

3.12.4.1. Массовую долю восстанавливающих сахаров до инверсии (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{A_1 \cdot V_1 - V_2 \cdot 100 \cdot 2 \cdot K}{V_3 \cdot m \cdot 1000 \cdot V_4} \cdot \frac{100}{100 - W}$$

где A_1 — количество восстанавливающих сахаров, найденное по градуировочному графику, см³;

V_1 — объем мерной колбы, в которой растворена навеска, см³;

V_2 — объем мерной колбы с рабочим раствором, см³;

V_3 — объем раствора маточного молочка, израсходованный для реакции с феррицианидом, см³;

m — масса навески, г;

V_4 — объем раствора маточного молочка, израсходованный для приготовления рабочего раствора, см³;

2 — мг сахарозы в 1 см³ раствора;

K — постоянный коэффициент, равный 0,95;

$\frac{100}{100 - W}$ — пересчет на абсолютно сухое вещество;

100; 1000 — постоянные коэффициенты.

3.12.4.2. Массовую долю общих сахаров после инверсии (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{A_2 \cdot V_1 - V_2 \cdot 100 \cdot 2 \cdot K}{V_3 \cdot m \cdot 1000 \cdot V_4} \cdot \frac{100}{100 - W}$$

где A_2 — количество общих сахаров, найденное по градуировочному графику, см³.

3.12.4.3. Массовую долю сахарозы (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = X_6 - X_5$$

3.13. Определение антимикробной активности и бактериальной обсемененности непатогенными микроорганизмами

3.13.1. Аппаратура, материалы

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

Термостат.

Автоклав — паровой стерилизатор.

Чашки Петри.

Питательный агар, желточно-солевой агар, кровяной агар, среда Сабуро.

Вода дистиллированная.

3.13.2. Подготовка к испытанию

Навеску маточного молочка, в пересчете на сухой остаток, массой 5,0; 7,0; 10,5; 14,0; 17,5 мг на 1 см³ среды вносят в расплавленный и остуженный до 43—45° агар, тщательно перемешивают. Питательную среду с маточным молочком разливают в стерильные чашки Петри. После застывания агара делают посев стандартного штамма золотистого стафилококка (штамм 209 Р), внося 0,1 см³ одномиллиардной взвеси суточной бульонной культуры и распределяя ее стерильным шпателем по поверхности среды.

Чашки Петри с маточным молочком в агаре и культурой ставят в термостат и выдерживают при 37 °С в течение 18—24 ч.

Учитывают минимальную подавляющую концентрацию (МПК) маточного молочка, которая останавливает рост стафилококка.

3.13.3. Проведение испытания

Навеску маточного молочка в пересчете на абсолютно сухое вещество массой 200 мг засевают в объеме 0,1 см³ на чашки с питательным агаром, кровяным агаром, желточно-солевым агаром, средой Сабуро, в пробирку со средой Китта-Тароцци. Эти среды используют для выявления соответственно: общей бактериальной обсемененности, синегнойной палочки, стрептококка, стафилококка бактерий кишечного семейства, дрожжеподобных грибов рода Кандида, патогенных анаэробов. Посевы выдерживают в термостате при температуре 37 °С в течение 2 сут, а для грибов Кандида — при температуре 28—30 °С — в течение 6 сут.

Не допускается присутствие: стафилококков, стрептококков, синегнойной палочки, грибов рода Кандида, а также патогенных анаэробов.

Для контроля в тех же условиях выдерживают незасеянные питательные среды, которые при учете должны оставаться стерильными.

3.13.4. Обработка результатов

Общее количество бактерий в 1 г продукта подсчитывают через 48 ч, грибов Кандида — 6 сут.

3.14. Определение биологической активности

3.14.1. Аппаратура

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

Мисочки.

Шаблон.

Чашки Петри.

Термостат.

Термометр ртутный лабораторный.

Шпатель.

Пчелиная семья.

3.14.2. Подготовка к испытанию

Из расплавленного воска изготавливают с помощью шаблона мисочки диаметром 8 мм и глубиной 10 мм. Для этого шаблон трижды погружают в расплавленный воск, сначала на глубину 10 мм, затем — на 9 мм и в третий раз — на 8 мм. Мисочку осторожно снимают и используют для испытания.

3.14.3. Проведение испытания

На дно чашки Петри отверстием вверх закрепляют 10 мисочек, на дно каждой мисочки помещают по 50 мг маточного молочка. Чашки Петри ставят на 30 мин в термостат температурой 35 °С и относительной влажностью 96 %. Затем в каждый маточник стерильным шпателем вносят однодневные пчелиные личинки и чашки снова помещают в термостат. Через 24 и 48 ч в маточники вносят по 50 мг маточного молочка, а через 72 и 96 ч — по 100 мг, считая время от момента закладки личинок в маточники. На шестой день подсчитывают количество живых личинок и взвешиванием определяют их массу.

3.14.4. Обработка результатов

Живых личинок должно быть не менее семи и средняя масса их — не менее 180 мг.

4. ХРАНЕНИЕ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ

4.1. Сырое маточное молочко хранят в холодильниках при температуре не выше минус 6 °С и не ниже минус 10 °С.

4.2. Сырое маточное молочко перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки скоропортящихся грузов, действующими на данном виде транспорта.

5. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

5.1. Изготовитель гарантирует соответствие сырого маточного молочка требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и сроков хранения.

Гарантийный срок хранения сырого маточного молочка при температуре хранения от минус 6 до минус 10 °С — 6 мес и при температуре окружающего воздуха — не более 2 ч.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН НИИ пчеловодства Пчелопрора РСФСР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 29.12.90 № 3747
3. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|---|------------------------------|---|-----------------------------|
| ГОСТ 177—88 | 3.11.1 | ГОСТ 13358—84 | 1.3.2 |
| ГОСТ 1770—74 | 3.6.1; 3.7.1; 3.9.1; 3.10.1 | ГОСТ 14192—96 | 1.4.2; 1.4.3 |
| ГОСТ 4166—76 | 3.10.1 | ГОСТ 14919—83 | 3.11.1 |
| ГОСТ 4201—79 | 3.10.1 | ГОСТ 17227—71 | 3.9.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 3.7.1; 3.10.1; 3.11.1 | ГОСТ 19792—2001 | 3.12.1; 3.12.2; 3.12.3.1 |
| ГОСТ 4328—77 | 3.10.1; 3.11.1 | ГОСТ 20490—75 | 3.7.1 |
| ГОСТ 5244—79 | 1.3.2 | ГОСТ 23932—90 | 3.3.1; 3.9.1; 3.11.1 |
| ГОСТ 5962—67 | 3.6.1; 3.7.1; 3.10.1; 3.11.1 | ГОСТ 24104—88 | 3.3.1; 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; |
| ГОСТ 9147—80 | 3.3.1; 3.9.1; 3.11.1 | | 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1; |
| ГОСТ 9656—75 | 3.11.1 | | 3.13.1; 3.14.1 |
| ГОСТ 10700—97 | 1.3.2 | ГОСТ 25336—82 | 3.5.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.8.1; |
| ГОСТ 12026—76 | 3.4.1; 3.6.1; 3.7.1; 3.9.1; | | 3.9.1; 3.10.1; 3.11.1 |
| | 3.10.1; 3.11.1 | ГОСТ 28498—90 | 3.3.1; 3.10.1 |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2004 г.

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.В. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартыновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 25.10.2004. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,65. Тираж 45 экз. С 4355. Зак. 352.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов.