ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ 1869-2008
(ISO 6885:2006)

Жиры и масла животные и растительные
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИЗИДИНОВОГО ЧИСЛА

Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя
ВЫЗНАЧЭННЕ АНІЗІДЗІНАВАГА ЛІКУ

(ISO 6885:2006, MOD)

Издание официальное

БЗ 2-2008



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.2+665.3[:543.862.2.062:547.564.4(083.74)(476) МКС 67.200.10 КП 03 MOD

Ключевые слова: продукты сельскохозяйственные, жиры и масла животные и растительные, анализ химический, определение анизидинового числа

ОКП РБ 15.4

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 РАЗРАБОТАН республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по продовольствию»

ВНЕСЕН Белорусским государственным концерном пищевой промышленности «Белгоспищепром»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 апреля 2008 г. № 23

3 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 6885:2006 Animal and vegetable fats and oils – Determination of anisidine value (Животные и растительные масла и жиры. Определение анизидинового числа) путем внесения технических отклонений, что обусловлено действующими в Республике Беларусь техническими нормативными правовыми актами.

В стандарт внесены редакционные изменения в виде дополнения раздела 2 техническими нормативными правовыми актами в области технического нормирования и стандартизации и разделов 6, 7, 8, 11, 14 ссылками на них.

Сравнение структуры международного стандарта со структурой государственного стандарта приведено в приложении Б.

Полный перечень технических отклонений с разъяснением причин их внесения приведен в приложении Д.А.

Технические отклонения выделены в тексте стандарта вертикальной линией, расположенной на полях слева и справа (соответственно для четных и нечетных страниц) от соответствующего текста.

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Степень соответствия – модифицированная (MOD)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Жиры и масла животные и растительные
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИЗИДИНОВОГО ЧИСЛА

Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя
ВЫЗНАЧЭННЕ АНІЗІДЗІНАВАГА ЛІКУ

Animal and vegetable fats and oils
Determination of anisidine value

Дата введения 2009-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения анизидинового числа в животных и растительных жирах и маслах. Это число характеризует количественное содержание альдегидов (преимущественно α, β-непредельных альдегидов).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТБ ISO 661-2008 Жиры и масла животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы

СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4453-74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия

ГОСТ 5471-83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 5644-75 Сульфит натрия безводный. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 8285-91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания

ГОСТ 10733-98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия

ГОСТ 11812-66 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 12433-83 Изооктаны эталонные. Технические условия

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Издание официальное

ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие технических нормативных правовых актов в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА) по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

анизидиновое число; АЧ: Стократное увеличение значения оптической плотности, измеренной при длине волны 350 нм в 10-миллиметровой кювете, раствора, полученного в результате реакции испытуемого образца с *п*-анизидином в условиях, указанных в настоящем стандарте.

Примечание – Анизидиновое число не имеет размерности и для его вычисления 1 г испытуемого образца растворяют в 100 мл смеси растворителя и реактива (подразделы 9.1 – 9.3).

4 Сущность метода

Метод основан на измерении оптической плотности испытуемого раствора в изооктане (2,2,4-триметилпентане) после реакции с раствором *п*-анизидина в уксусной кислоте. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 350 нм.

Анизидиновое число определяют расчетным путем (10.1).

5 Реактивы

5.1 Натрий сернокислый (Na_2SO_4) – по ГОСТ 4166, х.ч., безводный.

5.2 Изооктан (2,2,4-триметилпентан) – по ГОСТ 12433, имеющий оптическую плотность, не превышающую 0,01 по отношению к воде в пределах длин волн 300 – 380 нм.

5.3 4-метоксианилин (*п*-анизидин) безводные кристаллы кремового цвета по [1] и другим ТНПА, каталожный номер A8,825-5 корпорации Sigma-Aldrich.

5.4 Кислота уксусная – по ГОСТ 61, х.ч., ледяная, содержащая не более 0,1 % воды.

5.5 Сульфит натрия (Na_2SO_3) – по ГОСТ 5644, х.ч., безводный.

5.6 Вода дистиллированная – по ГОСТ 6709.

5.7 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный – по ГОСТ 4453.

5.8 Кальций хлористый безводный ($CaCl_2$) – по ГОСТ 450, х.ч.

Допускается использование других реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше.

6 Аппаратура

Применяют следующее лабораторное оборудование.

6.1 Спектрометр двух- или однолучевой, с разрешающей способностью 190 – 1100 нм, с кварцевой кюветой толщиной 10 мм, пригодный для измерения при длине волны 350 нм.

Когда применяется двухлучевой спектрометр, то рекомендуется использовать парные кварцевые кюветы толщиной 10 мм.

6.2 Колбы 2-25-1(2); 2-50-1(2) – по ГОСТ 1770.

6.3 Пробирки П-4-14/23 ХС – по ГОСТ 25336.

6.4 Пипетки 2-2-1(2)-1; 2-2-1(2)-5, оснащенные предохранительным всасывающим устройством, – по ГОСТ 29227.

6.5 Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 250 г и ценой деления 0,001 г.

6.6 Эксикатор 1 – по ГОСТ 25336.

6.7 Бумага фильтровальная лабораторная средней пористости – по ГОСТ 12026.

6.8 Термометры жидкостные стеклянные – по ГОСТ 28498, с ценой деления 1 °С, позволяющие определять температуру от 0 °С до 100 °С.

6.9 Электроплитка – по ГОСТ 14919, закрытого типа.

6.10 Часы механические – по ГОСТ 10733.

Допускается использование другой аппаратуры, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающей перечисленной выше.

7 Правила приемки и методы отбора проб

Правила приемки и отбор проб:

– растительных масел – по ГОСТ 5471;

– животных жиров – по ГОСТ 8285.

При экспортно-импортных поставках – по [2].

8 Подготовка к выполнению измерения

8.1 Подготовка анизидинового реактива

8.1.1 Очистка пара-анизидина

Пара-анизидин представляет собой безводные кристаллы кремового цвета. Окрашивание кристаллов (серый или розовый) не допускается. При окрашивании *п*-анизидин очищают следующим образом.

Растворяют 4 г *п*-анизидина в 100 мл воды, предварительно нагретой до 75 °С. Добавляют 0,5 г сульфита натрия (5.5) и 2 г древесного угля (5.7). Полученную смесь тщательно перемешивают в течение 5 мин и отфильтровывают через бумажный фильтр средней пористости, чтобы получить прозрачный раствор. Фильтрат охлаждают до 0 °С и выдерживают при этой температуре не менее 4 ч. Отфильтровывают кристаллы, предпочтительно под вакуумом, затем их промывают небольшим количеством воды, охлажденной до 0 °С. Отфильтрованные кристаллы высушивают в вакуумном эксикаторе (6.6), содержащем безводный хлористый кальций (5.8) или другой эффективный осушитель.

Очищенный *п*-анизидин хранят в бутылке темного цвета в темноте при температуре от 0 °С до 4 °С в течение 1 года.

8.1.2 Приготовление анизидинового реактива

Принимая во внимание токсичность и ограниченный срок службы реактива, его готовят в день использования в минимальном количестве, необходимом для анализа следующим образом.

В мерную колбу вместимостью 50 мл взвешивают 0,125 г *п*-анизидина (8.1.1) и растворяют в ледяной уксусной кислоте (5.4), доводя объем раствора до метки тем же растворителем, избегая попадания яркого света.

Перед проведением анализа проверяют оптическую плотность анизидинового раствора по отношению к изооктану, если она превышает 0,2, реактив считается непригодным для использования. В любом случае реактив считается непригодным для использования, если он хранился более суток.

8.2 Подготовка испытуемой пробы

Подготовка испытуемой пробы – по СТБ ISO 661.

Если содержание влаги в анализируемой пробе, определенное в соответствии с ГОСТ 11812, больше 0,10 %, ее высушивают следующим образом.

К тщательно перемешанной пробе исследуемого продукта добавляют сернокислый натрий (5.1) из расчета 1 – 2 г на 10 г пробы. Твердые жиры и масла должны быть предварительно нагреты до температуры, не более чем на 10 °С превышающей температуру плавления. Тщательно перемешивают и отфильтровывают, поддерживая температуру, чтобы предотвратить застывание.

Необходимо исключить постороннюю влагу во время подготовки пробы, так как это может воздействовать на равновесную реакцию, в течение которой вырабатывается вода.

9 Проведение анализа

9.1 Взятие навески и приготовление испытуемого раствора

В мерной колбе вместимостью 25 мл взвешивают (с точностью до 1 мг) навеску испытуемой пробы, необходимую для проведения анализа. Затем навеску растворяют в 5 – 10 мл изооктана (5.2) и доводят объем до метки тем же растворителем. Пробы твердых масел и жиров предварительно нагревают до температуры, не более чем на 10 °С превышающей температуру плавления.

Количество навески зависит от качества испытуемой пробы и характеристик используемого спектрометра и должно быть выбрано такое, чтобы избежать пограничных значений шкалы используемого спектрометра. Обычно навеска составляет 0,4 – 4,0 г (в зависимости от ожидаемой величины анизидинового числа).

9.2 Исходный раствор

В пробирку (6.3) пипеткой (6.4) переносят 5 мл испытуемого раствора (9.1). Добавляют 1 мл ледяной уксусной кислоты (5.4), закрывают пробирку пробкой и хорошо перемешивают. Пробирку выдерживают в защищенном от света месте при температуре (23 ± 3) °С в течение 8 мин.

В течение следующих 2 мин раствор переносят в чистую сухую кювету спектрометра. По истечении времени полной реакции (10 ± 1) мин анализ проводят в соответствии с 9.5.

9.3 Прореагировавший раствор

В пробирку (6.3) пипеткой (6.4) переносят 5 мл испытуемого раствора (9.1). Затем пипеткой добавляют 1 мл анизидинового реактива (8.1.2). Закрывают пробирку пробкой и хорошо перемешивают. Пробирку выдерживают в защищенном от света месте при температуре (23 ± 3) °С в течение 8 мин.

В течение следующих 2 мин раствор переносят в чистую сухую кювету спектрометра. По истечении времени полной реакции (10 ± 1) мин после добавления анизидинового реактива анализ проводят в соответствии с 9.5.

9.4 Контрольный раствор

В пробирку (6.3) пипеткой (6.4) переносят 5 мл изооктана (5.2). Затем пипеткой добавляют 1 мл анизидинового реактива (8.1.2). Закрывают пробирку пробкой и хорошо перемешивают. Пробирку выдерживают в защищенном от света месте при температуре (23 ± 3) °С в течение 8 мин.

В течение следующих 2 мин раствор переносят в чистую сухую кювету спектрометра. По истечении времени полной реакции (10 ± 1) мин после добавления анизидинового реактива анализ проводят в соответствии с 9.5.

9.5 Проведение спектрометрического измерения

Спектрометр настраивают на нулевую отметку по изооктану (5.2) при 350 нм.

Измеряют следующие величины оптической плотности по отношению к изооктану (5.2):

– A_1 прореагировавшего раствора (9.3);

– A_0 исходного раствора (9.2);

– A_2 контрольного раствора (9.4).

9.6 Диапазон измерений

Если измеренная оптическая плотность A_1 прореагировавшего раствора (9.3) выходит за пределы интервала 0,2 – 0,8, то повторяют требования 9.2 – 9.4, регулируя массу исследуемой пробы продукта.

Если измеренная оптическая плотность A_2 контрольного раствора превышает 0,2, то проводят очистку *п*-анизидина, как описано в 8.1.1, и готовят свежий анизидиновый реактив (8.1.2). Повторяют измерение со свежим анизидиновым реактивом.

10 Обработка результатов

10.1 АЧ вычисляют по формуле

$$\text{АЧ} = \frac{100QV}{m}\left[1{,}2\left(A_1 - A_2 - A_0\right)\right], \qquad (1)$$

где V – объем, в котором растворена исследуемая проба продукта, мл (V = 25 мл);

m – масса исследуемой пробы продукта, г;

Q – содержание пробы в анализируемом растворе, на основании которого рассчитывается анизидиновое число, г/мл (Q = 0,01 г/мл);

A_0 – оптическая плотность исходного раствора (9.2);

A_1 – оптическая плотность прореагировавшего раствора (9.3);

A_2 – оптическая плотность контрольного раствора (9.4);

1,2 – коэффициент пересчета разведенного исследуемого раствора 1 мл реактива или ледяной уксусной кислотой.

Вычисления проводят с точностью до первого десятичного знака.

За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

10.2 При определении окислительной порчи масла может быть полезно общее окислительное число или «totox» число (ТЧ). Оно вычисляется следующим образом (с учетом перекисного числа (ПЧ), выраженного в миллиэквивалентах O_2/кг):

$$ТЧ = (2 \times ПЧ) + АЧ. \quad (2)$$

11 Допустимая погрешность анализа

11.1 Межлабораторные испытания

Детали двух межлабораторных тестов относительно точности метода по определению анизидинового числа приведены в приложении А. Результаты, полученные в ходе этих межлабораторных испытаний, не могут быть применимы к диапазонам и матрицам, кроме тех, что указаны.

11.2 Предел повторяемости

Абсолютные расхождения между результатами двух независимых единичных измерений, выполненных при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом образце в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании за короткий промежуток времени, не должны более чем в 5 % случаев превышать число *r*, приведенное в таблице 1.

11.3 Предел воспроизводимости

Абсолютные расхождения между результатами двух единичных измерений, выполненных одним и тем же методом на идентичном испытуемом образце в двух разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, не должны более чем в 5 % случаев превышать число *R*, приведенное в таблице 1.

Таблица 1 – Предел повторяемости *r* и предел воспроизводимости *R*

Анизидиновое число	Диапазон отклонений	*r*	*R*
АЧ (среднее двух измерений)	От 0 до 100	0,034 АЧ + 0,31	0,19 АЧ + 1,41

12 Требования безопасности

При проведении изменений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

Помещение, в котором проводят работы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работы с химическими реактивами необходимо проводить в вытяжном шкафу.

13 Требования к квалификации оператора

К проведению измерений допускаются работники, изучившие методику и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

14 Отчет об анализе

Отчет об анализе должен быть оформлен в соответствии с СТБ ИСО/МЭК 17025.

В отчете по испытанию должны приводиться:

– вся информация, необходимая для полной идентификации образца;

– используемый метод отбора проб (по возможности);

– используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;

– все эксплуатационные подробности, не описанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как произвольные, совместно с описанием любых случаев, которые могут оказывать влияние на результаты испытания;

– полученные результаты испытания;

– соблюдение нормативов контроля повторяемости результатов.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторного испытания

ITERG (Франция) в 2004 году на международном уровне провела межлабораторные испытания, в которых участвовало 18 лабораторий (9 стран: Аргентина, Канада, Германия, Франция, Венгрия, Нидерланды, Португалия, Великобритания, США). Каждая лаборатория провела по два определения с каждым образцом. Статистические результаты испытаний (полученные в соответствии с [3] и [4]) указаны в таблице А.1.

Таблица А.1 – Результаты межлабораторного испытания

Показатель	Соевое масло	Сырое масло канола	Масло грецкого ореха	Рыбий жир	Рыбий жир	Жир птицы	Безводный молочный жир	Жир для жарки
Число лабораторий, оставшихся после исключения аномальных значений испытаний	16	17	17	16	17	15	14	16
Среднее значение анизидинового числа	3,46	0,95	6,86	25,46	31,54	4,59	0,33	96,80
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,09	0,08	0,17	0,31	0,72	0,28	0,07	1,22
Коэффициент вариации повторяемости, %	2,6	8,2	2,5	1,2	2,3	6,0	19,9	1,3
Предел повторяемость r $r = 2,8 \times S_r$	0,25	0,22	0,48	0,86	2,02	0,78	0,19	3,43
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,27	0,39	0,52	1,75	3,79	1,80	0,17	6,74
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	7,9	41,4	7,6	6,9	12,0	39,3	49,5	7,0
Предел воспроизводимости R $R = 2,8 \times S_R$	0,77	1,10	1,46	4,89	10,61	5,05	0,46	18,86

Приложение Б
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой государственного стандарта

Таблица Б.1

Структура международного стандарта ISO 6885:2006						Структура государственного стандарта		
Раздел 5			Раздел 6					
Подраздел	Пункт	Подпункт	Подраздел	Пункт	Подпункт	Раздел	Пункт	Подпункт
5.1		–	–			5	5.1	–
5.2		–	–				5.2	–
5.3		–	–				5.3	–
5.4		–	–				5.4	–
5.5		–	–				5.5	–
–		–	–				5.6	–
–		–	–				5.7	–
–		–	–				5.8	–
–			6.1		–	6	6.1	–
–			6.2		–		6.2	–
–			6.3		–		6.3	–
–			6.4		–		6.4	–
–			–		–		6.5	–
–			–		–		6.6	–
–			–		–		6.7	–
–			–		–		6.8	–
–			–		–		6.9	–
–			–		–		6.10	–
–			–		–	8		8.1.1
–			–		–		8.1	8.1.2
–			–		–		8.2	–
–			–		–	12	–	–
–			–		–	13	–	–

Приложение Д.А
(справочное)

Полный перечень технических отклонений с разъяснениями причин их внесения

Таблица Д.А.1

Раздел, подраздел, пункт	Модификация
2 Нормативные ссылки	Дополнить: СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия ГОСТ 4453-74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия ГОСТ 5471-83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб ГОСТ 5644-75 Сульфит натрия безводный. Технические условия ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия ГОСТ 8285-91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания ГОСТ 10733-98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия ГОСТ 11812-66 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия ГОСТ 12433-83 Изооктаны эталонные. Технические условия ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
Пояснение – Дополнен ссылками на государственные стандарты, действующие в Республике Беларусь.	
2 Нормативные ссылки	Ссылки на ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытания», заменена на ГОСТ 6709-72* «Вода дистиллированная. Технические условия», ISO 661-2008 «Масла и жиры животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы» заменена на «СТБ ISO 661-2008* Масла и жиры животные и растительные. Подготовка исследуемой пробы»
* Степень соответствия – IDT.	
Пояснение – Международные стандарты ISO 3696, ISO 661, на которые даны ссылки, приняты в качестве государственных стандартов.	

Продолжение таблицы Д.А.1

Раздел, подраздел, пункт	Модификация
2 Нормативные ссылки	Дополнить примечанием: При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие технических нормативных правовых актов в области технического нормирования и стандартизации (далее – ТНПА) по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА. Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку
Пояснение – Согласно требованиям ТКП 1.5-2004 (04100).	
5 Реактивы	Исключить: «**Внимание** – *п*-анизидин ядовит! Поэтому следует принять все меры предосторожности, чтобы избежать его контакта с кожей. *п*-анизидин хранят в бутылке темного цвета в темноте при температуре от 0 °С до 4 °С. Окрашивание кристаллов (серый или розовый) не допускается. При окрашивании *п*-анизидин очищают следующим образом. Растворяют 4 г *п*-анизидина в 100 мл воды, предварительно нагретой до 75 °С. Добавляют 0,5 г сульфита натрия (Na_2SO_3) и 2 г древесного угля. Полученную смесь тщательно перемешивают в течение 5 мин и отфильтровывают через бумажный фильтр средней пористости, чтобы получить чистый раствор. Фильтрат охлаждают до 0 °С и выдерживают при этой температуре не менее 4 ч. Отфильтровывают кристаллы, предпочтительно под вакуумом, затем их промывают небольшим количеством воды, охлажденной до 0 °С. Отфильтрованные кристаллы высушивают в вакуумном эксикаторе, содержащем эффективный осушитель. **Приготовление анизидинового реактива** Принимая во внимание токсичность и ограниченный срок службы реактива, его готовят в день использования в минимальном количестве, необходимом для анализа. Можно приготовить, например, 50 мл реактива следующим образом. В мерной колбе вместимостью 50 мл растворяют 0,125 г *п*-анизидина (5.3) в ледяной уксусной кислоте (5.4), доводя объем раствора до метки тем же растворителем, избегая попадания яркого света. Перед проведением анализа проверяют оптическую плотность анизидинового раствора, если она превышает 0,2, реактив считается непригодным для использования. В любом случае реактив считается непригодным для использования, если он хранился более суток»
Пояснение – В соответствии с правилами построения и оформления стандарта данный текст приведен в 8.1.1 и 8.1.2.	
5 Реактивы	Дополнить пунктами: 5.5 Сульфит натрия (Na_2SO_3) – по ГОСТ 5644, безводный. 5.6 Вода дистиллированная по – ГОСТ 6709. 5.7 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный – по ГОСТ 4453. 5.8 Кальций хлористый безводный ($CaCl_2$) – по ГОСТ 450, х.ч.
	Заменить: «Использовать реактивы только признанного аналитического класса» на «Допускается использование других реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше»
5.1	Дополнить 5.1 словами: «по ГОСТ 4166»
5.2	Дополнить 5.2 словами: «по ГОСТ 12433»

Продолжение таблицы Д.А.1

Раздел, подраздел, пункт	Модификация
5.3	Дополнить 5.3 словами: «по [1] и другим ТНПА, каталожный номер А8,825-5 корпорации Sigma-Aldrich»
5.4	Дополнить 5.4 словами: «по ГОСТ 61»
Пояснение – Обусловлено ТНПА Республики Беларусь.	
6 Аппаратура	Дополнить пунктами: 6.5 Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 250 г и ценой деления 0,001 г. 6.6 Эксикатор 1 – по ГОСТ 25336. 6.7 Бумага фильтровальная лабораторная средней пористости – по ГОСТ 12026. 6.8 Термометры жидкостные стеклянные – по ГОСТ 28498, с ценой деления 1 °С, позволяющие определять температуру от 0 °С до 100 °С. 6.9 Электроплитка – по ГОСТ 14919, закрытого типа. 6.10 Часы механические – по ГОСТ 10733. Допускается использование другой аппаратуры, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающей перечисленным выше
6.1	Дополнить 6.1 словами: «с разрешающей способностью 190 – 1100 нм»
6.2	Заменить: «вместимостью 25 мл» на «2-25-1(2); 2-50-1(2) – по ГОСТ 1770»
6.3	Заменить: «вместимостью 10 мл, с пришлифованной стеклянной пробкой» на «П-4-14/23 ХС – по ГОСТ 25336»
6.4	Заменить: «объемом 1 мл и 5 мл» на «2-2-1(2)-1; 2-2-1(2)-5 – по ГОСТ 29227»
Пояснение – По рекомендации Белорусского государственного института метрологии.	
7 Правила приемки и методы отбора проб	Заменить: «Правила приемки и отбор проб: – растительных масел – по ГОСТ 5471; – животных жиров – по ГОСТ 8285. При экспортно-импортных поставках – по [2]».
Пояснение – Обусловлено ТНПА Республики Беларусь.	
8 Подготовка к выполнению измерения	Дополнить: «**8.1.1 Очистка пара-анизидина** Пара-анизидин представляет собой безводные кристаллы кремового цвета. Окрашивание кристаллов (серый или розовый) не допускается. При окрашивании *п*-анизидин очищают следующим образом. Растворяют 4 г *п*-анизидина в 100 мл воды, предварительно нагретой до 75 °С. Добавляют 0,5 г сульфита натрия (5.5) и 2 г древесного угля (5.7). Полученную смесь тщательно перемешивают в течение 5 мин и отфильтровывают через бумажный фильтр средней пористости, чтобы получить прозрачный раствор. Фильтрат охлаждают до 0 °С и выдерживают при этой температуре не менее 4 ч. Отфильтровывают кристаллы, предпочтительно под вакуумом, затем их промывают небольшим количеством воды, охлажденной до 0 °С. Отфильтрованные кристаллы высушивают в вакуумном эксикаторе (6.6), содержащем безводный хлористый кальций (5.8) или другой эффективный осушитель. Очищенный *п*-анизидин хранят в бутылке темного цвета в темноте при температуре от 0 °С до 4 °С в течение 1 года. **8.1.2 Приготовление анизидинового реактива** Принимая во внимание токсичность и ограниченный срок службы реактива, его готовят в день использования в минимальном количестве, необходимом для анализа следующим образом.

Окончание таблицы Д.А.1

Раздел, подраздел, пункт	Модификация
	В мерную колбу вместимостью 50 мл взвешивают 0,125 г *п*-анизидина (8.1.1) и растворяют в ледяной уксусной кислоте (5.4), доводя объем раствора до метки тем же растворителем, избегая попадания яркого света. Перед проведением анализа проверяют оптическую плотность анизидинового раствора по отношению к изооктану, если она превышает 0,2, реактив считается непригодным для использования. В любом случае реактив считается непригодным для использования, если он хранился более суток».
Пояснение – В соответствии с требованиями ТКП 1.5-2004 (04100) в части оформления стандартов.	
12 Требования безопасности	Дополнить: «При проведении изменений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018 и электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019. Помещение, в котором проводят работы, должно быть снабжено приточно-вытяжной вентиляцией. Работы с химическими реактивами необходимо проводить в вытяжном шкафу»
Пояснение – По рекомендации Белорусского государственного института метрологии.	
13 Требования к квалификации оператора	Дополнить: «К проведению измерений допускаются работники, изучившие методику и прошедшие инструктаж по технике безопасности»
Пояснение – По рекомендации Белорусского государственного института метрологии.	
14 Отчет об анализе	Дополнить: «Отчет об анализе должен быть оформлен в соответствии с СТБ ИСО/МЭК 17025»
Пояснение – По рекомендации Белорусского государственного института метрологии.	

Библиография

[1] Технические условия Российской Федерации
ТУ 6-09-11-1228-79 Пара-анизидин

[2] ISO 5555:2001 — Animal and vegetable fats and oil – Sampling
(Животные и растительные жиры и масла. Отбор проб)

[3] ISO 5725-1:1994 — Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения)

[4] ISO 5725-2:1994 — Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
(Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения)

[5] IUPAC 2.504 — Determination of the p-anisidine value (p-A.V.)
(Определение п-анизидинового числа (п-А.Ч.)

Ответственный за выпуск *В.Л. Гуревич*

Сдано в набор 08.05.2008. Подписано в печать 09.06.2008. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,51 Уч.- изд. л. 0,77 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru