

**Жиры и масла животные и растительные
ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИЗИДИНОВОГО ЧИСЛА**

**Тлушчы і маслы жывёльныя і раслінныя
ВЫЗНАЧЭННЕ АНІЗІДЗІНАВАГА ЛІКУ**

(ISO 6885:2006, MOD)

Издание официальное

Б3 2/2008



**Госстандарт
Минск**

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, мензуры, 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

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: Стотрехкратное увеличение значения оптической плотности, измеренной при длине волны 350 нм в 10-миллиметровой кювете, раствора, полученного в результате реакции испытуемого образца с *l*-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 *l*-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 (*l*-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 °C, позволяющие определять температуру от 0 °C до 100 °C.

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 реагтива

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 °C. 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 °C и выдерживают при этой температуре не менее 4 ч. Отфильтровывают кристаллы, предпочтительно под вакуумом, затем их промывают небольшим количеством воды, охлажденной до 0 °C. 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 °C до 4 °C в течение 1 года.

8.1.2 Приготовление анизидинового реагтива

Принимая во внимание токсичность и ограниченный срок службы реагтива, 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, реагент считается непригодным для использования. В любом случае реагент 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 °C 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 °C 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 $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ 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 реагента (8.1.2). Закрывают пробирку пробкой и хорошо перемешивают. Пробирку выдерживают в защищенном от света месте при температуре $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ 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 реагента 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 реагента (8.1.2). Закрывают пробирку пробкой и хорошо перемешивают. Пробирку выдерживают в защищенном от света месте при температуре $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ 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 реагента 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 реагент (8.1.2). Повторяют измерение со свежим анизидиновым реагентом.

10 Обработка результатов

10.1 АЧ вычисляют по формуле

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

где V – объем, в котором растворена исследуемая пробы 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 реагента 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 «*тотох*» число (ТЧ). Оно вычисляется следующим образом (с учетом перекисного числа (ПЧ), выраженного в миллиэквивалентах О₂/кг):

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

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	<i>r</i>	<i>R</i>
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	Сое- вое масло	Сыре- е масло канола	Масло грец- кого ореха	Рыбий жир	Рыбий жир	Жир птицы	Безвод- ный молоч- ный жир	Жир для жарки
Число лабораторий, остав- шихся после исключения ано- мальных значений испытаний	16	17	17	16	17	15	14	16
Среднее значение анизиди- нового числа	3,46	0,95	6,86	25,46	31,54	4,59	0,33	96,80
Стандартное отклонение по- вторяемости S_r	0,09	0,08	0,17	0,31	0,72	0,28	0,07	1,22
Коэффициент вариации по- вторяемости, %	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 воспроизведимости S_R	0,27	0,39	0,52	1,75	3,79	1,80	0,17	6,74
Коэффициент вариации вос- произведимости, %	7,9	41,4	7,6	6,9	12,0	39,3	49,5	7,0
Предел воспроизведимости 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		Раздел	Пункт
Подраздел	Пункт	Подпункт	Подраздел	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		6.1	—
—		6.2		6.2	—
—		6.3	6	6.3	—
—		6.4		6.4	—
—		—		6.5	—
—		—		6.6	—
—		—		6.7	—
—		—		6.8	—
—		—		6.9	—
—		—		6.10	—
—		—	8	8.1.1	
—		—		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	<p>Дополнить:</p> <p>СТБ ИСО/МЭК 17025-2007 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий</p> <p>ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности</p> <p>ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования</p> <p>ГОСТ 12.1.019-79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты</p> <p>ГОСТ 61-75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия</p> <p>ГОСТ 450-77 Кальций хлористый технический. Технические условия</p> <p>ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия</p> <p>ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия</p> <p>ГОСТ 4453-74 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный. Технические условия</p> <p>ГОСТ 5471-83 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб</p> <p>ГОСТ 5644-75 Сульфит натрия безводный. Технические условия</p> <p>ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия</p> <p>ГОСТ 8285-91 Жиры животные топленые. Правила приемки и методы испытания</p> <p>ГОСТ 10733-98 Часы наручные и карманные механические. Общие технические условия</p> <p>ГОСТ 11812-66 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ</p> <p>ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия</p> <p>ГОСТ 12433-83 Изооктаны эталонные. Технические условия</p> <p>ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия</p> <p>ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования</p> <p>ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры</p> <p>ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний</p> <p>ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования</p>
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, принятые в качестве государственных стандартов.	

Продолжение таблицы Д.А.1

Раздел, подраздел, пункт	Модификация
2 Нормативные ссылки	<p>Дополнить примечанием:</p> <p>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.</p> <p>Если ссылочные ТНПА заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененными (измененными) ТНПА.</p> <p>Если ссылочные ТНПА отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку</p>
Пояснение – Согласно требованиям ТКП 1.5-2004 (04100).	
5 Реактивы	<p>Исключить:</p> <p>«Внимание – <i>п</i>-анизидин ядовит! Поэтому следует принять все меры предосторожности, чтобы избежать его контакта с кожей.</p> <p><i>п</i>-анизидин хранят в бутылке темного цвета в темноте при температуре от 0 °С до 4 °С.</p> <p>Окрашивание кристаллов (серый или розовый) не допускается. При окрашивании <i>п</i>-анизидин очищают следующим образом.</p> <p>Растворяют 4 г <i>п</i>-анизидина в 100 мл воды, предварительно нагретой до 75 °С. Добавляют 0,5 г сульфита натрия (Na₂SO₃) 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 экскаторе, содержащем эффективный осушитель.</p> <p>Приготовление анизидинового реактива</p> <p>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.</p> <p>В мерной колбе вместимостью 50 мл растворяют 0,125 г <i>п</i>-анизидина (5.3) в ледяной уксусной кислоте (5.4), доводя объем раствора до метки тем же растворителем, избегая попадания яркого света.</p> <p>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»</p>
Пояснение – В соответствии с правилами построения и оформления стандарта данный текст приведен в 8.1.1 и 8.1.2.	
5 Реактивы	<p>Дополнить пунктами:</p> <p>5.5 Сульфит натрия (Na₂SO₃) – по ГОСТ 5644, безводный.</p> <p>5.6 Вода дистиллированная по – ГОСТ 6709.</p> <p>5.7 Уголь активный осветляющий древесный порошкообразный – по ГОСТ 4453.</p> <p>5.8 Кальций хлористый безводный (CaCl₂) – по ГОСТ 450, х.ч.</p> <p>Заменить:</p> <p>«Использовать реактивы только признанного аналитического класса» на «Допускается использование других реактивов, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающих перечисленным выше»</p>
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 A8,825-5 корпорации Sigma-Aldrich»
5.4	Дополнить 5.4 словами: «по ГОСТ 61»
Пояснение – Обусловлено ТНПА Республики Беларусь.	
6 Аппаратура	<p>Дополнить пунктами:</p> <p>6.5 Весы лабораторные – по ГОСТ 24104, высокого класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 250 г и ценой деления 0,001 г.</p> <p>6.6 Эксикатор 1 – по ГОСТ 25336.</p> <p>6.7 Бумага фильтровальная лабораторная средней пористости – по ГОСТ 12026.</p> <p>6.8 Термометры жидкостные стеклянные – по ГОСТ 28498, с ценой деления 1 °C, позволяющие определять температуру от 0 °C до 100 °C.</p> <p>6.9 Электроплитка – по ГОСТ 14919, закрытого типа.</p> <p>6.10 Часы механические – по ГОСТ 10733.</p> <p>Допускается использование другой аппаратуры, по качеству и метрологическим характеристикам не уступающей перечисленным выше</p>
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	<p>Заменить:</p> <p>«Правила приемки и отбор проб:</p> <ul style="list-style-type: none"> – растительных масел – по ГОСТ 5471; – животных жиров – по ГОСТ 8285. <p>При экспортно-импортных поставках – по [2]».</p>
Пояснение – Обусловлено ТНПА Республики Беларусь.	
8 Подготовка к выполнению измерения	<p>Дополнить:</p> <p>«8.1.1 Очистка пара-анизидина</p> <p>Пара-анизидин представляет собой безводные кристаллы кремового цвета. Окрашивание кристаллов (серый или розовый) не допускается. При окрашивании п-анизидин очищают следующим образом.</p> <p>Растворяют 4 г п-анизидина в 100 мл воды, предварительно нагретой до 75 °C. 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 °C и выдерживают при этой температуре не менее 4 ч. Отфильтровывают кристаллы, предпочтительно под вакуумом, затем их промывают небольшим количеством воды, охлажденной до 0 °C. Отфильтрованные кристаллы высушивают в вакуумном эксикаторе (6.6), содержащем безводный хлористый кальций (5.8) или другой эффективный осушитель.</p> <p>Очищенный п-анизидин хранят в бутылке темного цвета в темноте при температуре от 0 °C до 4 °C в течение 1 года.</p> <p>8.1.2 Приготовление анизидинового реагента</p> <p>Принимая во внимание токсичность и ограниченный срок службы реагента, его готовят в день использования в минимальном количестве, необходимом для анализа следующим образом.</p>

Окончание таблицы Д.А.1

Раздел, подраздел, пункт	Модификация
	В мерную колбу вместимостью 50 мл взвешивают 0,125 г <i>l</i> -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, реагент считается непригодным для использования. В любом случае реагент 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 реагентами 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 реагентами 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.