

Группа Р31

Изменение № 2 ГОСТ 9393—69 Жиры морских млекопитающих и рыб ветеринарные. Технические условия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 10.06.81 № 2887 срок введения установлен

с 01.09.81

Пункт 1.3. Таблица. Пункт 4 изложить в новой редакции; дополнить новым пунктом — 7:

Наименование показателя	Характеристика и норма
4. Кислотное число, мг КОН/г, не более:	
для рыбного жира	6,0
для других видов жира	3,0
7. Массовая доля антиокислителя монола, %	От 0,15 до 0,2

Примечание 3 изложить в новой редакции:

«3. Для предприятий рыбной промышленности Дальнего Востока допускается в ветеринарном жире массовая доля неомыляемых веществ до 6,0% с кислотным числом не более 3,0 мг КОН/г.

Для предприятий Северного бассейна допускается вырабатывать непрозрачный ветеринарный жир с массовой долей неомыляемых веществ до 3,5% с кислотным числом не более 3,0 мг КОН/г»;

таблицу дополнить новым примечанием — 4:

(Продолжение см. стр. 230)

*(Продолжение изменения к ГОСТ 9393—69)*

«4. Рыбный жир с кислотным числом более 3 мг КОН/г вырабатывают с добавлением антиокислителя **ионола**».

Стандарт дополнить новым разделом — 1а:

**«1а. Правила приемки**

1а. Правила приемки — по ГОСТ 7631—73 со следующими изменениями. Определение витамина D, неомыляемых веществ и антиокислителя **ионола** изготовитель проводит периодически по требованию потребителя».

Раздел 2 изложить в новой редакции:

**«2. Методы испытаний**

«2.1. Метод отбора проб — по ГОСТ 7631—73, методы испытаний — по ГОСТ 7636—55».

Определение прозрачности жира и массовой доли неомыляемых веществ — по ГОСТ 8714—72.

Определение содержания витаминов А и D в жире проводят по фармакопейной статье **ФС 42—784—78**.

**2.2. Определение антиокислителя ионола**

Метод определения **ионола** основан на измерении интенсивности окраски раствора, содержащего антиокислитель, образованный при его взаимодействии с хлорным железом и дипиридиллом.

**2.2.1. Аппаратура, материалы, реактивы**

Парообразователь.

Электроплитки по ГОСТ 306—76 или песчаная баня.

Холодильник стеклянный лабораторный по ГОСТ 9499—70.

Весы технические по ГОСТ 19491—74.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 25, 200 и 250 см<sup>3</sup>.

*(Продолжение см. стр. 231)*

Колбы стеклянные по ГОСТ 10394—72.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—75.

Пипетки цилиндрические градуированные по ГОСТ 20292—74.

Трубки соединительные стеклянные по ГОСТ 9964—71.

Кальций хлористый кристаллический, х. ч. по ГОСТ 4161—76.

Железо хлорное по ГОСТ 4147—74, 0,2%-ный раствор, свежеприготовленный.

$\alpha$ — $\alpha'$ -дипиридил.

Спирт этиловый ректификованный (гидролизный, высшей очистки) 96%-ный и 50%-ный.

Ионол технический этилового спирта перекристаллизованный из 96%-ного по ГОСТ 10894—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

2.2.2. Подготовка к испытанию

2.2.2.1. Приготовление раствора  $\alpha$ — $\alpha'$ -дипиридила

0,2 г  $\alpha$ — $\alpha'$ -дипиридила растворяют в 1 мл 96%-ного этилового спирта и доводят дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>.

2.2.2.2. Приготовление основного эталонного раствора ионола

0,15 г перекристаллизованного ионола растворяют в 96%-ном этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 200 см<sup>3</sup>, доводят до метки и перемешивают.

Раствор содержит 0,75 мг ионола в 1 см<sup>3</sup>.

Основной эталонный раствор ионола годен к употреблению в течение месяца при его хранении в темном месте при температуре не выше 5°C.

2.2.2.3. Приготовление рабочего эталонного раствора ионола

Раствор готовят непосредственно перед употреблением.

2,5 мл основного эталонного раствора ионола разбавляют 96%-ным этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 25 мл.

Раствор содержит 0,075 мг ионола в 1 мг.

2.2.2.4. Приготовление шкалы эталонных растворов ионола

Шкалу, состоящую из 6 пробирок, готовят из рабочего эталонного раствора ионола.

В пробирки, тщательно промытые и высушенные, при помощи пипетки помещают рабочий эталонный раствор ионола и 96%-ный этиловый спирт в соотношениях, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Номер пробирки	Рабочий эталонный раствор, см <sup>3</sup>	Этиловый спирт 96%-ный, см <sup>3</sup>	Массовая доля ионола в жире, %
1	0,7	3,3	0,05
2	1	3	0,075
3	2	2	0,15
4	2,7	1,3	0,20
5	3,3	0,7	0,25
6	4	—	0,30

2.2.3. Проведение испытания

В колбу для отгонки помещают 16 г безводного порошкообразного хлористого кальция и 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

Присутствие воды препятствует образованию акролеина при нагревании жира, а соль (хлористый кальций) способствует повышению температуры дистилляции и удерживает в колбе некоторое количество воды, что предохраняет жир от разложения.

(Продолжение см. стр. 232)

Колбу с содержимым охлаждают примерно до комнатной температуры, после чего в колбу вносят 5 г жира. Предварительно нагретый до кипения парообразователь соединяют с колбой для отгонки при помощи пробки с соединительной стеклянной трубкой. Места соединения дистилляционной трубки с парообразователем и холодильником завертывают мягким асбестом во избежание кристаллизации ионола. Процесс отгонки ионола с паром ведут на электрической плитке или предварительно нагретой песчаной бане при температуре  $(160 \pm 10)^\circ\text{C}$ .

Дистиллят собирают в приемник, снабженный воронкой с бумажным фильтром. Отгонку (дистилляцию) прекращают после образования  $125 \text{ см}^3$  дистиллята (в течение  $30 \text{ мин} \pm 5 \text{ мин}$ ). Холодильник разъединяют с дистилляционной колбой и наклоняют для стекания жидкости в приемник. Форштосс холодильника тщательно промывают небольшими порциями (по  $10 \text{ см}^3$ ) нагретого до  $70^\circ\text{C}$  96%-ного этилового спирта, спуская его из холодильника через фильтр в приемник. Дистиллят количественно переводят в мерную колбу, охлаждают, хорошо перемешивают и объем доводят 96%-ным этиловым спиртом до  $200 \text{ см}^3$ . В чистую сухую пробирку отбирают 4 мл дистиллята и содержимое этой пробирки, а также пробирок, составляющих шкалу рабочего эталонного раствора ионола, доводят 50%-ным этиловым спиртом до 8 мл. В каждую пробирку прибавляют по  $2 \text{ см}^3$  раствора  $\alpha$ - $\alpha'$ -дипиридила, перемешивают и добавляют по  $2 \text{ см}^3$  раствора хлорного железа, содержимое пробирок снова перемешивают и ставят в темное место на 35 мин.

Все применяемые в работе растворы (испытуемый, 50%-ный спирт, раствор  $\alpha$ - $\alpha'$ -дипиридила, раствор хлорного железа) должны иметь комнатную температуру.

По истечении 35 мин сравнивают окраску испытуемого раствора с окрасками шкалы эталонных растворов ионола и, пользуясь данными приведенной выше таблицы, определяют содержание ионола в жире».

(ИУС № 8 1981 г.)