

ИКРА И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ И МОРЕПРОДУКТОВ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНСЕРВАНТОВ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2012

ИКРА И ПРЕСЕРВЫ ИЗ РЫБЫ И МОРЕПРОДУКТОВ**Методы определения консервантов**

Caviar and preserves from fish and sea products.

Methods for determination of preservatives

**ГОСТ
27001—86**

МКС 67.120.30

ОКСТУ 9209

Дата введения **01.01.88**

Настоящий стандарт устанавливает методы определения консервантов: бензойнокислого натрия в пресервах из рыбы и морепродуктов, а также буры и борной кислоты в икре разных видов рыб.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб и подготовка к испытанию пресервов — по ГОСТ 8756.0*; отбор проб и подготовка к испытанию икры — по ГОСТ 7631 и ГОСТ 7636**.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЙНОКИСЛОГО НАТРИЯ**2.1. Сущность метода**

Метод основан на титровании бензойной кислоты, экстрагированной хлороформом или этиловым эфиром из безбелковой водной вытяжки, щелочью в присутствии фенолфталеина.

2.2. Аппаратура, реактивы, материалы

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 1 кг IV класса точности.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г не ниже 2-го класса точности.

Колбы мерные 2—500—2; 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1—25; 1—50; 1—100 по ГОСТ 1770.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Воронки В—25—38—ХС по ГОСТ 25336.

Воронки делительные ВД—1—500—ХС по ГОСТ 25336.

Колбы круглодонные К—1 (2)—250 ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1 (2,3)—2—25—0,1; 1 (2, 3)—2—50—0,1 по нормативно-технической документации.

Пипетки 1 (2)—2—2; 6 (7)—2—5; 6 (7)—2—10; 2—2—20; 2—2—100 по нормативно-технической документации.

Капельницы по ГОСТ 25336.

Баня водяная.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026 или фильтры бумажные.

* Заменен на ГОСТ 26313—84 в части плодоовощных консервированных продуктов; ГОСТ 26671—85 в части разд. 4 в части продуктов переработки плодов и овощей, консервов мясных и мясорастительных.

** Заменен на ГОСТ 13496.15—85 в части п. 3.7.1 в части определения сырого жира в кормовой рыбной муке и из морских млекопитающих и ракообразных, предназначенной для производства комбикормов; ГОСТ 26927—86 в части п. 3.8; ГОСТ 26657—85 в части п. 8.12.1.

Марля медицинская по ГОСТ 9412.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Бумага индикаторная лакмусовая или универсальная по ГОСТ 4919.1.

Цинк сернистый по ГОСТ 4174, ч. д. а., раствор массовой концентрации 300 г/дм³.

Калий железистосинеродистый по ГОСТ 4207, ч. д. а., раствор массовой концентрации 150 г/дм³.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч., раствор 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., раствор массовой концентрации 100 г/дм³ и раствор концентрации с (NaOH) = 0,05 моль/дм³.

Фенолфталеин по нормативно-технической документации, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм³, готовят по ГОСТ 4919.1.

Хлороформ по ГОСТ 20015.

Эфир этиловый, ч. д. а., не содержащий перекисей.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 или спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Кислота бензойная по ГОСТ 10521, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а., раствор массовой концентрации 20 г/дм³.

Калия гидроокись по ГОСТ 24363, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, х. ч., раствор с массовой долей 10 %, плотностью 1050 кг/м³.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор массовой концентрации 10 г/дм³.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Колбы конические или плоскодонные вместимостью 250 и 500 см³ по ГОСТ 25336.

Испаритель ротационный с ловушкой по нормативно-технической документации.

Допускается использовать другую стеклянную посуду и оборудование, обеспечивающие требуемую точность измерений.

(Изменения редакция, Изм. № 1).

2.3. Подготовка к испытанию

При работе с этиловым эфиром его проверяют на присутствие перекисей и при наличии их проводят очистку.

Присутствие перекисей обнаруживают по выделению йода из подкисленного раствора йодистого калия.

В пробирку с 2—3 см³ эфира добавляют равный объем раствора йодистого калия, подкисленного 3—5 каплями раствора соляной кислоты плотностью 1050 кг/м³, и хорошо встряхивают в течение 1—2 мин. При наличии перекисей выделяющийся йод может быть обнаружен по бурому окрашиванию эфирного слоя или по появлению синего окрашивания при добавлении к пробе 1 см³ раствора крахмала.

Для очистки этилового эфира от перекисей в колбу с 65—70 г порошкообразной гидроокиси калия добавляют около 1 дм³ этилового эфира.

Содержимое встряхивают в течение 3 мин. После отстаивания проверяют эфир на отсутствие перекисей, фильтруют через бумажный складчатый фильтр и хранят в темном месте.

Допускается проводить очистку этилового эфира от перекисей по ГОСТ 26829.

2.4. Проведение испытания

Из подготовленной пробы отвешивают 100 г в выпарительную чашку и количественно переносят ее дистиллированной водой в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводя объем в колбе до 250—300 см³.

Содержимое колбы подщелачивают до pH 7,5—8,0 (по лакмусу или универсальной индикаторной бумаге) раствором гидроокиси натрия массовой концентрации 100 г/дм³, нагревают на кипящей водяной бане в течение 30 мин, затем охлаждают до комнатной температуры.

В колбу приливают 20 см³ водного раствора железистосинеродистого калия и 20 см³ водного раствора сернистого цинка, осторожно перемешивая содержимое после прибавления каждого реактива, и оставляют на 30 мин. Объем в колбе доводят дистиллированной водой до метки, хорошо перемешивают и фильтруют в сухую колбу сначала через двойной слой марли, а затем через бумажный складчатый фильтр. Фильтрат должен быть прозрачным.

100 см³ полученного фильтрата количественно переносят в делительную воронку, нейтрализуют (по лакмусу или универсальной индикаторной бумаге) раствором серной кислоты и добавляют еще 2 см³ указанного раствора серной кислоты при экстракции эфиром. При экстракции хлороформом допускается подкисление соляной кислотой.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

При использовании этилового эфира экстракцию бензойной кислоты проводят три раза последовательно 40, 30 и 30 см³ эфира осторожными вращательными движениями делительной воронки в течение 5 мин.

Объединенные в делительной воронке эфирные вытяжки промывают дистиллированной водой три раза по 15 см³, удаляя каждый раз нижний водный слой после отстаивания. Водная фаза последней промывки должна иметь нейтральную реакцию по лакмусу или универсальной индикаторной бумаге.

Эфир из делительной воронки сливают в колбу и отгоняют или выпаривают досуха при температуре водяной бани не выше 40 °С.

При использовании хлороформа экстракцию проводят четыре раза, последовательно 35; 25; 20 и 15 см³ хлороформа.

Каждую экстракцию проводят в течение 5 мин осторожными вращательными движениями делительной воронки. После разделения слоев хлороформ сливают в сухую перегонную колбу, не захватывая водного слоя.

При попадании водного слоя в хлороформную вытяжку ее переносят из колбы в чистую делительную воронку и промывают 15 см³ дистиллированной воды.

Хлороформный слой из делительной воронки сливают в сухую перегонную колбу и отгоняют 3/4 объема хлороформа на водяной бане при температуре 65—70 °С, остаток выпаривают досуха при температуре (55 ± 5) °С.

К сухому остатку в колбе после удаления эфира или хлороформа добавляют 30—50 см³ этилового спирта, нейтрального по фенолфталеину, 7—10 см³ дистиллированной воды, 2 капли фенолфталеина и титруют раствором гидроокиси натрия с (NaOH) = 0,05 моль/дм³.

2.5. Обработка результатов

Массовую долю бензойнокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K - 0,0071 \cdot V_1 - 100 \cdot K_1}{V_2 \cdot m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия 0,05 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент пересчета на точно 0,05 моль/дм³ раствор гидроокиси натрия;

0,0071 — количество бензойнокислого натрия, соответствующее 1 см³ точно 0,05 моль/дм³ раствора гидроокиси натрия, г;

V_1 — объем, до которого доведена навеска, см³;

K_1 — коэффициент, учитывающий открываемость методики, для этилового эфира — 1,25, для хлороформа — 1,43;

V_2 — объем фильтрата, взятый для экстракции, см³;

m — масса навески продукта, г.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака. За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,005. Результат округляют до второго десятичного знака.

Предел абсолютной погрешности результата $\Delta_b = \Delta_k = 0,003$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2.4, 2.5. (Измененная редакция, Изм. № 1).

2а. СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЙНОКИСЛОГО НАТРИЯ

2а.1. Сущность метода

Метод основан на извлечении бензойной кислоты этиловым эфиром из безбелковой водной вытяжки, хроматографическом разделении в тонком слое сорбента и спектрофотометрическом определении содержания бензойной кислоты из элюата.

2а.2. Аппаратура, реактивы, материалы

Аппаратура, реактивы, материалы — по п. 2.2, кроме бюреток, каплеуловителей, натрия гидроокиси, фенолфталеина, спирта этилового, а также указанные ниже.

Колбы мерные 2—25—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1—10; 2—5 (10) по ГОСТ 1770.

Пробирки мерные П-2—5 (10)—0,2 ХС по ГОСТ 1770.

Пробирки П 4—15 (20)—ХС по ГОСТ 25336.

Колбы круглодонные К-1 (2)—50-ТХС; К-1 (2)—100-ТХС по ГОСТ 25336.

Баня песчаная.

Камера для тонкослойной хроматографии.

Пластины «Силуфол UV 254 нм» 20 × 20 см.

Микрошприц МШ-10 вместимостью 10 мкл или калиброванные стеклянные капилляры.

Карандаш простой М или 2М.

Источник ультрафиолетового излучения с рабочей длиной волны 254 нм.

Фен или вентилятор.

Спектрофотометр.

Натрий серноокислый безводный по ГОСТ 4166.

Эфир этиловый уксусной кислоты (этилацетат), х. ч., по ГОСТ 22300.

Эфир петролейный, фракция с температурой кипения от 40 до 70 °С.

Кислота муравьиная, ч., по ГОСТ 5848.

Допускается использовать другую стеклянную посуду и лабораторное оборудование с техническими характеристиками, обеспечивающими требуемую точность измерения.

2а.3. Подготовка к испытанию

2а.3.1. Подготовка к испытанию — по п. 2.3.

2а.3.2. Приготовление стандартного раствора бензойной кислоты

Отвешивают 100 мг бензойной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят до метки этиловым эфиром. Допускается использование этилацетата. Массовая концентрация полученного раствора должна быть 4 мг/см³.

2а.4. Проведение испытания

Экстракт, полученный по п. 2.4 с использованием этилового эфира, сушат в течение 2 ч над 6 г безводного серноокислого натрия, затем фильтруют через сухой складчатый фильтр в сухую колбу с притертой пробкой.

20 см³ экстракта упаривают на ротационном испарителе или в выпарительной чашке на песчаной бане при температуре не более 40 °С почти досуха. Остаток экстракта количественно переносят в мерный цилиндр или мерную пробирку и доводят объем этиловым эфиром до 2 см³.

Пластины силуфола размечают простым мягким карандашом и на линию старта микрошприцем или калиброванным капилляром наносят 4—5 точек по 10 мкл (1 × 10⁻² см³) полученного экстракта с постоянным поддувом холодного воздуха феном или вентилятором. Диаметр наносимого пятна не должен превышать 2—3 мм.

Одновременно на пластинку наносят 2—3 точки по 10 мкл стандартного раствора бензойной кислоты. Пластины подсушивают и опускают в камеру для тонкослойной хроматографии, куда предварительно наливают смесь растворителей, состоящую из 20 см³ петролейного эфира, 12 см³ хлороформа, 2,8 см³ этилового эфира и 1,2 см³ муравьиной кислоты.

После прохождения фронтом растворителей около 15 см от линии старта пластинку вынимают, подсушивают в вытяжном шкафу с использованием фена или вентилятора без подогрева воздуха до исчезновения резкого запаха муравьиной кислоты и рассматривают в ультрафиолетовом свете.

Обводят карандашом темные пятна бензойной кислоты, выделенной из экстракта и стандартного раствора бензойной кислоты. Обведенные зоны вырезают ножницами и помещают в пробирки, в которые приливают по 3 см³ этилового эфира. Пробирки закрывают пробками и встряхивают 1 мин.

Полученные элюаты сливают в кварцевые кюветы и на спектрофотометре, используя длину волны 272 нм, измеряют оптическую плотность экстракта и стандартного раствора бензойной кислоты относительно этилового эфира.

2а.5. Обработка результатов

Массовую долю бензойнокислого натрия (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_{\text{ст}} \cdot D_0 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot V_3 \cdot 100 \cdot 1,18 \cdot 1,25}{D_{\text{ст}} \cdot V_0 \cdot V_4 \cdot V_5 \cdot m \cdot 10^6}, \quad (1)$$

где $m_{\text{ст}}$ — количество бензойной кислоты в стандартном растворе, нанесенное на пластинку, мкг;

D_0 — оптическая плотность экстракта относительно этилового эфира, усл. ед.;

$D_{\text{ст}}$ — оптическая плотность стандартного раствора бензойной кислоты относительно этилового эфира, усл. ед.;

V_0 — объем экстракта, нанесенный на пластинку, см³;

V_1 — объем, до которого доведена навеска, см³;

V_2 — объем этилового эфира, используемый для экстракции бензойной кислоты, см³;

V_3 — объем, до которого упаривают экстракт, см³;

V_4 — объем экстракта, используемого для упаривания, см³;

- V_5 — объем фильтрата, используемого для экстракции, см³;
 m — масса навески продукта, г;
 1,18 — коэффициент пересчета на бензойноокислый натрий;
 1,25 — коэффициент, учитывающий открываемость методики.

При использовании объемов и навески, указанных в пп. 2.4 и 2а.4, формулу (1) можно упростить:

$$X = \frac{5 \cdot m_{\text{ст}} \cdot D_0}{10^5 \cdot D_{\text{ст}} \cdot V_0} \cdot 1,18 \cdot 1,25. \quad (1a)$$

Вычисления проводят до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,005.

Результат округляют до второго десятичного знака.

Раздел 2а. (Введен дополнительно, Изм. № 1).

3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БОРНОЙ КИСЛОТЫ И БУРЫ

3.1. Сущность метода

Метод основан на способности борной кислоты образовывать с многоатомными спиртами или инвертированным сахаром более сильные комплексные кислоты с кольцевой структурой, которые определяются титрованием.

3.2. Аппаратура, реактивы, материалы

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104* с наибольшим пределом взвешивания 500 г 4-го класса точности.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Шкаф сушильный по нормативно-технической документации.

Электропечь сопротивления по нормативно-технической документации.

Баня водяная.

Чашки выпарительные по ГОСТ 9147.

Щипцы тигельные.

Воронки В-25—38 ЖХС по ГОСТ 25336.

Колбы конические Кн-1—100—34ХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1—2—50—0,1 по нормативно-технической документации.

Пипетки 4—2—1 или 5—2—1; 4—2—2 или 5—2—2 по нормативно-технической документации.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч., растворы концентрации $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5$ моль/дм³ и $c = 1,5$ моль/дм³.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а., растворы концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³, $c = 1,0$ моль/дм³ и $c = 3,0$ моль/дм³.

Сахар-рафинад по ГОСТ 22**.

Глицерин по ГОСТ 6824.

Маннит по ТУ 6-09-5484.

Фенолфталеин по нормативно-технической документации, спиртовой раствор массовой концентрации 10 г/дм³.

Натрий тетраборнокислый 10-водный (бура).

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использование другой стеклянной посуды и лабораторного оборудования, обеспечивающих точность измерения.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Подготовка к испытанию

Приготовление инвертированного сахара

0,5 кг сахара-рафинада растворяют в 166 см³ дистиллированной воды, кипятят в луженой, стеклянной или фарфоровой посуде до получения прозрачного раствора, приливают 4,2 см³ раство-

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001. На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53396—2009.

ра серной кислоты с (H_2SO_4) 1,5 моль/дм³, перемешивают 30 с, снимают с плиты, добавляют 250 см³ дистиллированной воды, содержащей 4,2 см³ раствора гидроокиси натрия с (NaOH) 3 моль/дм³, и хорошо перемешивают.

Охлажденный раствор должен быть нейтральным (по фенолфталеину), прозрачным и бесцветным. Чтобы сохранить раствор на длительное время, его стерилизуют в мелкой посуде.

3.4. Проведение испытания

Из подготовленной пробы отвешивают 25 г, помещают в выпарительную чашку, добавляют 4 см³ раствора гидроокиси натрия с (NaOH) = 1,0 моль/дм³, хорошо перемешивают стеклянной палочкой, высушивают и осторожно озолжают.

Если уголь долго не сгорает, его смачивают несколькими каплями дистиллированной воды, разрыхляют стеклянной палочкой, подсушивают и озолжают.

К полученной золе приливают 5 см³ дистиллированной воды и 5 см³ раствора серной кислоты с (H_2SO_4) 0,5 моль/дм³, перемешивают, через 3—5 мин добавляют 15 см³ горячей дистиллированной воды, снова перемешивают и фильтруют через складчатый бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100—150 см³. Чашку с золой и фильтр смывают три раза небольшим количеством горячей дистиллированной воды, собирая промывные воды в ту же колбу.

Для удаления углекислого газа фильтрат нагревают до кипения, затем охлаждают, прибавляют три капли раствора фенолфталеина и нейтрализуют раствором гидроокиси натрия с (NaOH) 1 моль/дм³ до слабо-розового окрашивания. В колбу добавляют 25 см³ нейтрального глицерина, или 1—2 г маннита, или 1—2 см³ инвертированного сахара и титруют обесцветившийся раствор раствором гидроокиси натрия с (NaOH) 0,1 моль/дм³ до появления розового окрашивания. Чтобы точнее уловить перемену окраски, рекомендуется добавить небольшое количество нейтрального водного спирта.

В колбу добавляют еще 10 см³ глицерина или 0,5 г маннита и при обесцвечивании снова титруют раствором гидроокиси натрия указанной концентрации до розового окрашивания, повторяя эту процедуру до тех пор, пока жидкость в колбе после добавления новой порции нейтрального глицерина или маннита не перестанет обесцвечиваться.

Титрование следует вести при комнатной температуре, так как устойчивость комплексной маннитоборной кислоты снижается с повышением температуры.

3.5. Обработка результатов

Массовую долю борсодержащих соединений в пересчете на натрий тетраборнокислый 10-водный ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot K \cdot 0,0095 \cdot 100}{m},$$

где V — объем раствора гидроокиси натрия 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

K — коэффициент пересчета на точный раствор 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия;

0,0095 — количество тетраборнокислого натрия, соответствующее 1 см³ раствора 0,1 моль/дм³ гидроокиси натрия, г;

m — масса исследуемого продукта, г.

Вычисление проводят до третьего десятичного знака.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,04.

Результат округляют до второго десятичного знака. Предел абсолютной погрешности результата $\Delta_b = \Delta_t = 0,01$ % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством рыбного хозяйства СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.А. Исаев, А.Н. Головин, С.Г. Кириченко, В.Е. Астахов, Н.Н. Жайворонок,
Н.И. Веселова, Ю.Н. Арсеньев

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 24.09.86 № 2790

3. ВЗАМЕН ГОСТ 5431—50, кроме разд. 2—4

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложения
ГОСТ 22—94	3.2	ГОСТ 8756.0—70	1.1
ГОСТ 1770—74	2.2, 2а.2	ГОСТ 9147—80	2.2, 3.2
ГОСТ 3118—77	2.2	ГОСТ 9412—93	2.2
ГОСТ 4166—76	2а.2	ГОСТ 10163—76	2.2
ГОСТ 4174—77	2.2	ГОСТ 10521—78	2.2
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2	ГОСТ 12026—76	2.2, 3.2
ГОСТ 4207—75	2.2	ГОСТ 14919—83	3.2
ГОСТ 4232—74	2.2	ГОСТ 18300—87	2.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	2.2, 3.2	ГОСТ 20015—88	2.2
ГОСТ 4919.1—77	2.2	ГОСТ 21400—75	2.2, 3.2
ГОСТ 5848—73	2а.2	ГОСТ 22300—76	2а.2
ГОСТ 5962—67	2.2	ГОСТ 24104—88	3.2
ГОСТ 6709—72	2.2, 3.2	ГОСТ 24363—80	2.2
ГОСТ 6824—96	3.2	ГОСТ 25336—82	2.2, 2а.2, 3.2
ГОСТ 7631—2008	1.1	ГОСТ 26829—86	2.3
ГОСТ 7636—85	1.1	ТУ 6-09-5484—90	3.2

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ИЗДАНИЕ (март 2012 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1990 г. (ИУС 6—90)