ГОСТ Р 50206—92
(ИСО 6463—82)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение бутилоксианизола (БОА) и бутилокситолуола (БОТ) методом газожидкостной хроматографии

Издание официальное

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение бутилоксианизола (БОА) и бутилокситолуола (БОТ) методом газожидкостной хроматографии

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of butylhyrdoxyanisol (БНА) and Butylhydroxytoluene (БНТ). Gas-liquid chromatographie method

ГОСТ Р 50206—92
(ИСО 6463—82)

ОКС 67.120.1
ОКСТУ 9209

Дата введения 1994—01—01

1 Назначение и область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли бутилоксианизола (*трет*-бутил-4-метоксифенол) (БОА) и бутилокситолуола (2,6-ди-*трет*-бутил-4-метоксифенол) (БОТ), используемых в качестве антиокислителей в животных и растительных жирах и маслах, с помощью газожидкостной хроматографии.

Примечание — Настоящий метод позволяет также выполнять количественное определение содержания третбутилгидрохинона (ТБГХ).

2 Ссылка

ГОСТ 11254.

3 Сущность метода

Растворение жира или масла в соответствующем растворителе, прямое введение в газовый хроматограф и использование метода калибрования с внутренним стандартным раствором.

4 Реактивы

4.1 Газ-носитель; инертный газ (такой как азот, гелий или аргон), тщательно высушенный и содержащий менее 10 мг кислорода на 1 кг.

4.2 Вспомогательные газы:

водород, минимальная степень чистоты 99,9 %, без органических примесей;

воздух или кислород без органических примесей.

4.3 Дихлорметан или, в случае его отсутствия, сероуглерод, не содержащий примесей, которые могут повлиять на результаты при определении БОА и БОТ методом газожидкостной хроматографии.

Предупреждение. Дихлорметан и дисульфид углерода — токсичны. Кроме того, сероуглерод очень летуч и взрывоопасен. Необходимо соблюдать осторожность при работе с ними.

4.4 Метил ундеканоат, минимальная степень чистоты 99 %.

4.5 Бутилоксианизол, минимальная степень чистоты 98 %.

4.6 Бутилокситолуол, минимальная степень чистоты 98 %.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

5 Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в 5.1—5.4.

5.1 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором и записывающим устройством, включающий:

5.1.1 Инжектор вместе с одной из нижеописанных систем для удерживания нелетучих жиров и масел:

а) форколонка, заполненная силанизированной стеклянной ватой или стеклянными шариками;

б) трубка, заполненная силанизированной стеклянной ватой, помещенная в инжектор (только в случае горизонтального инжектора).

5.1.2 Колонку из нержавеющей стали или стекла, позволяющую разделять БОА и БОТ, длиной приблизительно 2 м, с внутренним диаметром 2—4 мм, заполненную, например, промытой в кислоте силилированной кирпичной пылью[1], обработанной 10 %-ным раствором метилполисилоксана[2].

5.2 Колбы мерные вместимостью 10, 20 и 100 см^3.

5.3 Пипетки градуированные вместимостью 1 и 2 см^3.

5.4 Весы аналитические.

6 Обнаружение

См. ГОСТ 11254[3].

7 Методика определения

7.1 **Подготовка прибора**

7.1.1 Инжектор

Температура — 250 °С

Трубка или форколонка должна извлекаться после каждого рабочего дня и подготовляться накануне при температуре испытания.

Примечание — Проверять время от времени работу форколонки, пропуская через хроматограф жир или масло известного состава.

7.1.2 Печь и колонка

Температура при изотермических условиях: 160 °С.

Скорость потока газа-носителя: оптимальное значение устанавливает оператор.

Перед первым использованием через заполненную колонку пропускают газ-носитель в течение 24 ч при температуре 220 °С.

7.1.3 Детектор

Температура — 250 °С.

Скорость потока вспомогательных газов:

водорода — приблизительно 20 см^3/мин;

воздуха или кислорода — в соответствии с инструкцией изготовителя.

7.2 Калибрование

7.2.1 Сущность метода

Используют метод внутреннего калибрования, при котором известное количество известного вещества, соответствующий пик которого не сближается с другими пиками, вводится в образец и проводится измерение пиков различных составляющих, которые корректируются с использованием соответствующих им калибровочных коэффициентов и сравниваются с полученным результатом измерения пика известного вещества.

7.2.2 Стандартные смеси

7.2.2.1 Внутренний стандартный раствор

Использовать в качестве внутреннего стандартного раствора раствор 30 мкг/см^3 метил ундеканоата, приготовленный следующим образом.

---

[1] Gas/Chrom с размером частиц 150—180 мкм (80—100 меш) также пригоден.

[2] ДС 200 [Кинематическая вязкость 1,25 м^2/с (12500 cst)] также пригоден.

[3] Допускается применение ГОСТ 11254 до введения ИСО 5558 в качестве государственного стандарта.

Отвесить с точностью 0,1 мг 30 мг метил ундеканоата в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавить растворителем до метки. Перенести 2 см³ этого раствора с помощью пипетки в мерную колбу вместимостью 20 см³ и довести объем растворителем до метки.

7.2.2.2 Стандартные растворы антиокислителей

Отвесить с точностью 0,1 мг точно 100 г антиокислителя БОА или БОТ в мерную колбу вместимостью 100 см³. Довести объем растворителем до метки. Перенести 1 см³ этого раствора с помощью пипетки в мерную колбу вместимостью 10 см³ и довести объем растворителем до метки.

В пять мерных колб вместимостью по 10 см³ каждая перенести с помощью пипетки 0,2—0,5—0,8—1 и 1,2 см³ раствора антиокислителя. Добавить с помощью пипетки в каждую колбу 2 см³ внутреннего стандартного раствора и довести объем растворителем до метки.

Эти пять растворов содержат соответственно 2, 5, 8, 10, 12 мкг антиокислителя на 1 см³.

Примечание — Проверить с помощью контрольного метода отсутствие интерференции с метил ундеканоатом. Если она имеет место, следует использовать в качестве внутреннего стандартного раствора метилмиристат.

7.2.3 Определение калибровочного коэффициента и построение калибровочного графика

Ввести каждый раствор в хроматограф и вычислить коэффициент (K) по формуле

$$K = \frac{A_a}{A_s} \cdot \frac{m_s}{m_a},$$

где A_a — площадь пика, соответствующего антиокислителю;

A_s — площадь пика, соответствующего внутреннему стандартному раствору;

m_a — масса стандартного раствора антиокислителя, г;

m_s — масса внутреннего стандартного раствора, г.

Если требуется, то построить график, откладывая на оси ординат отношения площадей пиков, соответствующих антиокислителю, к площади пика, соответствующего внутреннему стандартному раствору, а на оси абсцисс — концентрации антиокислителя во введенных растворах.

7.3 Определение

Отвесить с точностью до 1 мг 1 г жира или масла и перенести его в мерную колбу вместимостью 10 см³. Добавить 2 см³ внутреннего стандартного раствора и довести объем растворителем до метки.

Убедиться, что мерная колба каждый раз закрыта пробкой. Ввести $1 \cdot 10^{-3}$—$7 \cdot 10^{-3}$ см³ смеси в хроматограф.

8 Выражение результатов

Массовую долю БОА или БОТ (X), мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_s \cdot A_a}{m \cdot A_s \cdot K},$$

где m — масса навески, г;

m_s — масса добавленного внутреннего стандартного раствора (приблизительно 60 мкг), мкг;

A_a — площадь пика, соответствующего антиокислителю;

A_s — площадь пика, соответствующего внутреннему стандартному раствору;

K — коэффициент пропорциональности, учитывающий внутренний стандартный раствор.

9 Протокол испытания

В протоколе испытания должны быть указаны:

используемый метод и полученные результаты;

все условия испытания, не оговоренные в настоящем стандарте;

другие факторы, которые могут повлиять на результаты.

Протокол испытания должен содержать необходимую информацию для полной идентификации образца.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторским институтом мясной промышленности

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 28.08.92 № 1062

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 6463—82 «Жиры и масла животные и растительные. Определение бутилоксианизола (БОА) и бутилокситолуола (БОТ). Метод газожидкостной хроматографии» и полностью соответствует ему

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

4 ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 11254—85	2; 6

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ

gost.e-ecolog.ru