ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ЕАСС)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 30984— 2002 (ИСО 6463:1982)

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ БУТИЛОКСИАНИЗОЛА (БОА) И БУТИЛОКСИТОЛУОЛА (БОТ) МЕТОДОМ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

(ISO 6463:1982, MOD)

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 5509
" 13 " сентября 2006 г.
МГС

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологи и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский Совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 "Межгосударственная система стандартизации. Основные положения" и ГОСТ 1.2-97 "Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила, рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, обновления и отмены".

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всесоюзным научно-исследовательским и конструкторским институтом мясной промышленности

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 22-2002 от 6 ноября 2002 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Ростехрегулирование
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 6463:1982 «Жиры и масла животные и растительные. Определение бутилоксианизола (БОА) и бутилокситолуола (БОТ). Метод газожидкостной хроматографии» (ISO 6463:1982 «Animal and vegetable fats and oils. Determination of butylhyrdoxyanisol (BHA) and Butylhydroxytoluene (BHT). Gas-liquid chromatographic method»).

Степень соответствия – модифицированная, MOD

Настоящий стандарт идентичен ГОСТ Р 50206–92 (ИСО 6463 - 82) «Жиры и масла животные и растительные. Определение бутилоксианизола (БОА) и бутилокситолуола (БОТ). Метод газожидкостной хроматографии», который продолжает действовать в Российской Федерации в качестве национального стандарта.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах.

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в указателе (каталоге) "Межгосударственные стандарты", а текст изменений – в информационных указателях "Межгосударственные стандарты". В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе "Межгосударственные стандарты".

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

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

Animal and vegetable fats and oils.
Determination of butylhyrdoxyanisol (BHA) and Butylhydroxytoluene (BHT).
Gas-liquid chromatographic method

Дата введения -

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. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий стандарт:
ГОСТ 11254-85 Жиры животные топленые и мука кормовая животного происхождения. Методы определения антиокислителей

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.

Издание официальное

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%.

5. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 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.

7. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ

7.1. Подготовка прибора

7.1.1. *Инжектор*

---

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

[2] ДС 200 [Кинематическая вязкость 1,25 $м^2/с$ (1250О cst)] также пригоден.

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.

Отвесить с точностью 0,1 мг 30 мг метил ундеканоата в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавить растворителем до метки. Перенести 2 $см^3$ этого раствора с помощью пипетки в мерную колбу вместимостью 20 $см^3$ и довести объем растворителем до метки.

7.2.2.2. *Стандартные растворы антиокислителей*

7.2.2.3. Отвесить с точностью 0,1 мг точно 100 г антиокислителя БОА или БОТ в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Довести объем растворителем до метки. Перенести 1 $см^3$ этого раствора с помощью пипетки в мерную колбу вместимостью 10 $см^3$ и довести объем растворителем до метки.

В пять мерных колб вместимостью по 10 $см^3$ каждая перенести с помощью пипетки 0,2—0,5—0,8—1 и 1,2 $см^3$ раствора антиокислителя. Добавить с помощью пипетки в каждую колбу 2 $см^3$ внутреннего стандартного раствора и довести объем растворителем до метки.

Эти пять растворов содержат соответственно 2, 5, 8, 10, 12 мкг антиокислителя на 1 $см^3$.

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 см^3. Добавить 2 см^3 внутреннего стандартного раствора и довести объем растворителем до метки.

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

УДК 665.2.001.4:006.354 МКС 67.200.10 Н19

Ключевые слова: жиры, масла, бутилоксианизол, бутилокситолуол, степень чистоты, газовый хроматограф, калибровка

gost.e-ecolog.ru