

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

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

Издание официальное

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 butylhydroxyanisol (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.

П р и м е ч а н и е — 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 ундеcanoат, 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 пылью¹, обработанной 10 %-ным раствором метилполисилоксана².

5.2 Колбы мерные вместимостью 10, 20 и 100 см³.

5.3 Пипетки градуированные вместимостью 1 и 2 см³.

5.4 Весы аналитические.

6 Обнаружение

См. ГОСТ 11254³.

7 Методика определения

7.1 Подготовка прибора

7.1.1 Инжектор

Температура — 250 °С

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

П р и м е ч а н и е — 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 см³/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 стандарта стандартного раствора раствор 30 мкг/см³ метил ундека-ноата, приготовленный следующим образом.

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

² ДС 200 [Кинематическая вязкость 1,25 м²/с (12500 cst)] также пригоден.

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