|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(ЕАСС)**  **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(EASC)** | | |
| Picture in Документ1 | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ ISO 6463 –**  *(проект,*  *первая редакция)* |

**ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ.**

**Определение бутилгидроксианазола (БОА) и бутилгидрокситолуола (БОТ).**

**Метод газожидкостной хроматографии**

**(ISO 6463:1982, IDT)**

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

20\_\_\_\_\_

**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 1.0–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

**Сведения о стандарте**

1 ПОДГОТОВЛЕНФедеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт мясной промышленности имени В.М. Горбатова» (ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова») на основе официального перевода на русский язык англоязычной версии указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен Федеральным государственным унитарным предприятием «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандартом)

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № от )

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 |

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6463:1982 «Животные и растительные жиры и масла. Определение бутилгидроксианазола (БОА) и бутилгидрокситолуола (БОТ). Метод газожидкостной хроматографии» (ISO 6463:1982 «Animal and vegetable fats and oils – Determination of butylhydroxyanisole (BHA) and butylhydroxytoluene (BHT) – Gas-liquid chromatographic method», IDT).

Международный стандарт подготовлен Техническим комитетом ISO/TK 34 «Сельскохозяйственные пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

5 Стандарт подготовлен на основе применения [ГОСТ Р 50206-92](http://docs.cntd.ru/document/1200030327) (ИСО 6463-82).

*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 этих 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.

**Введение**

ISO (Международная организация по стандартизации) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (организаций-членов ISO). Разработка международных стандартов осуществляется техническими комитетами ISO. Каждая организация-член, заинтересованная в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленной в этом комитете ISO. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе.

Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются организациям-членам для одобрения до принятия их Советом ISO в качестве международных стандартов.

Международный стандарт ISO 6463 подготовлен Техническим комитетом ISO/ТК 34 "*Сельскохозяйственные пищевые продукты*" и направлен организациям-членам в марте 1981.

Он был утвержден организациями-членами следующих стран:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Австралия  Австрия  Канада  Чили  Чехословакия  Доминиканская республика  Египет, Арабская Респ.  Эфиопия  Франция  Германия, Ф.Р.  Венгрия | Индия  Иран  Ирак  Израиль  Италия  Кения  Корея, Респ.  Мексика  Нидерланды  Новая Зеландия  Португалия | Румыния  Южная Африка, Респ.  Шри Ланка  Танзания  Тайланд  Объединенное Королевство  США  СССР  Югославия |

Никто из организаций-членов не выразил неодобрения данного документа.

Данный Международный Стандарт был одобрен также Международным Союзом Чистой и Прикладной Химии (ИЮПАК).

**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 бутилгидроксианазола (БОА) и бутилгидрокситолуола (БОТ).**

**Метод газожидкостной хроматографии**

Animal and vegetable fats and oils.

Determination of butylhydroxyanisole (BHA) and butylhydroxytoluene (BHT).

Gas-liquid chromatographic method

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Дата введения –

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает метод газожидкостной хроматографии для определения бутилгидроксианизола (трет-бутил-4-метоксифенол) (БОА) и бутилгидрокситолуола (2,6-ди-трет-бутил-4-метилфенол) (БОТ), используемых в качестве антиоксидантов в животных и растительных жирах и маслах.

П р и м е ч а н и е – Метод также позволяет проводить качественное определение трет-бутилгидрохинона (ТБГХ).

**2 Нормативные ссылки**

ISO 55581), Animal and vegetable fats and oils *–* Detection and identification of antioxidants – Thin-layer chromatographic method (Животные и растительные жиры и масла. Определение и идентификация антиоксидантов. Метод тонкослойной хроматографии).

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1) Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

**3 Сущность метода**

Метод основан на растворении жира или масла в подходящем растворителе, последующем вводе пробы в газовый хроматограф с использованием метода внутреннего стандарта при калибровке.

**4 Реактивы**

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

4.2 **Дополнительные газы**:

– водород, минимальная чистота 99,9 %, свободный от органических соединений;

–воздух или кислород, свободный от органических соединений.

4.3 **Дихлорметан** или, при его отсутствии, **дисульфид углерода**, не содержащий примесей, которые могут повлиять на газохроматографическое определение БОА или БОТ.

П р е д у п р е ж д е н и е – Дихлорметан и дисульфид углерода являются токсичными. Кроме того дисульфид углерода очень летуч и взрывоопасен, при его использовании необходимо работать с осторожностью.

4.4 **Метилундеканоат,** содержание основного вещества не менее 99,0 %.

4.5 **Бутилгидроксианизол,** содержание основного вещества не менее 98,0 %.

4.6 **Бутилгидрокситолуол,** содержание основного вещества не менее 98,0%.

**5 Аппаратура**

Обыкновенное лабораторное оборудование, и в частности:

5.1 **Газовый хроматограф** с пламенно-ионизационным детектором и регистратором, включающий:

5.1.1 **Инжектор**, вместе с одной из следующих систем задержки нелетучих жиров и масел:

a) предколонка, заполненная силанизированной стекловатой или стеклянными гранулами;

b) переходник, укомплектованный силанизированной стекловатой, помещенный в инжектор (только в случае горизонтального инжектора).

5.1.2 **Колонку** из нержавеющей стали или стекла, обеспечивающую хорошее разделение БОА и БОТ, длиной примерно 2 м и внутренним диаметром 2 – 4 мм, заполненную, например, 10 % метилполисилоксана1) , нанесенного на промытую кислотой силилированную кирпичную пыль2).

5.2 **Мерные колбы** вместимостью 10, 20 и 100 мл.

5.3 **Градуированные пипетки** вместимостью 1 и 2 мл.

5.4 **Аналитические весы**.

**6 Обнаружение (экстракция)**

См. ISO 5558.

**7 Методика определения**

**7.1 Подготовка аппаратуры**

**7.1.1 Инжектор**

Температура: 250 ºС.

Переходник или предколонка (5.1.1) должны быть очищены после каждого рабочего дня и прокондиционированы в течение ночи при температуре 220 ºС.

П р и м е ч а н и е – Необходимо проверять переходник или предколонку периодическим вводом в хроматограф жира или масла известного состава.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1) В настоящем стандарте используется DC 200 [кинематическая вязкость 1,25 м2/с (12500 теоретических тарелок)].

2) В настоящем стандарте используется Gas/Chrom Q с размерами частиц от 150 до 180 мкм (от 80 до 100 Меш).

**7.1.2 Термостат и колонка**

Температура при изотермических условиях: 160 ºС.

Скорость потока газа-носителя: оптимальное значение устанавливается оператором.

Перед первым использованием кондиционируют заполненную колонку пропусканием газа-носителя в течение 24 ч при 220 ºС .

**7.1.3 Детектор**

Температура: 250 ºС.

Скорость потока дополнительных газов:

водород: примерно 20 мл/мин;

воздух или кислород: согласно инструкции производителя.

**7.2 Калибровка**

**7.2.1 Метод калибровки**

Используют метод внутренней калибровки, в котором определенное количество известного вещества, соответствующий пик которого не накладывается на другие пики, добавляют в образец, и результаты измерения пиков разных составляющих, скорректированных с помощью их относительных калибровочных коэффициентов, сравниваются с результатом измерения пика известного вещества.

**7.2.2 Приготовление стандартных смесей**

7.2.2.1 Приготовление раствора внутреннего стандарта

Используют в качестве внутреннего стандарта раствор метилундеканоата концентрацией 30 мкг/мл, приготовленный следующим образом.

Взвешивают с точностью до 0,1 мг 30 мг метилундеканоата (4.4) в мерной колбе вместимостью 100 мл (5.2). Доводят до метки растворителем (4.3). Переносят пипеткой (5.3) 2 мл раствора в мерную колбу вместимостью 20 мл (5.2) и доводят до метки растворителем.

7.2.2.2 Приготовление стандартных растворов антиоксидантов

Взвешивают с точностью до 0,1 мг ровно 100 мг антиоксиданта (БОА или БОТ) (4.5 или 4.6) в мерную колбу вместимостью 100 мл (5.2). Доводят до метки растворителем (4.3). Пипеткой (5.3) перенесят 1 мл этого раствора в мерную колбу вместимостью 10 мл (5.2) и доводят до метки растворителем.

В пять мерных колб вместимостью 10 мл (5.2) пипеткой (5.3) вносят 0,2; 0,5; 0,8; 1,0 и 1,2 мл раствора антиоксиданта. Добавляют пипеткой в каждую колбу 2 мл внутреннего стандарта (7.2.2.1) и доводят до метки растворителем.

Эти растворы содержат соответсвенно 2, 5, 8, 10 и 12 мкг антиоксиданта в 1 мл.

П р и м е ч а н и е – Проверяют с помощью холостой пробы отсутствие наложения пиков с с метилундеканоатом. В случае обнаружения наложения пиков используют в качестве внутреннего стандарта метилмиристат.

**7.2.3 Определение калибровочных коэффициентов и построение калибровочного графика**

Вводят каждый раствор (7.2.2.2) в хроматограф и рассчитывают коэффициент линейной корреляции ***К***по формуле

*K* = **∙** ,

где *Aa*– площадь пика, соответствующего антиоксиданту;

*As* – площадь пика, соответствующего внутреннему стандарту;

*ma* – масса антиоксиданта в стандартном растворе, г;

*ms* – масса добавленного внутреннего стандарта, г.

При необходимости строят график с ординатой в виде отношения площади пика, соответствующего антиоксиданту, к площади пика, соответствующего внутреннему стандарту, и абсциссой в виде концентрации антиоксиданта в веденном в инжектор растворе.

**7.3 Определение**

Взвешивают с точностью до 1,0 мг 1,0 г жира или масла и переносят в мерную колбу вместимостью 10 мл (5.2). Добавляют 2 мл внутреннего стандарта (7.2.2.1) и доводят до метки растворителем (4.3).

Необходимо, чтобы колба была постоянно закрыта.

Вводят в хроматограф от 1 до 7 мкл смеси.

**8 Обработка результатов**

Содержание БОА или БОТ, выраженное в миллиграммах на килограмм продукта (ppm)\*, равно

,

где *m* – масса пробы (7.3), г;

*ms* – масса добавленного внутреннего стандарта (примерно 60 мкг), мкг;

*Aa*– площадь пика, соответствующего антиоксиданту;

*As* – площадь пика, соответствующего внутреннему стандарту;

*К* – коэффициент линейной корреляции для антиоксиданта по отношению к внутреннему стандарту.

**9 Оформление результатов испытаний**

В протоколе испытаний должны быть указаны используемый метод и полученные результаты. В нем так же должны быть отражены условия, не обозначенные в настоящем стандарте или рассматриваемые как дополнительные, а так же любые обстоятельства, которые могли бы повлиять на результаты.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\* В соответствии с ГОСТ 8.417-2002 (пункт 6.2, таблица 6) единица относительной величины – миллионная доля (мг/кг) имеет международной обозначение «ppm», русское обозначение – «млн-1».

**Приложение ДА**

(справочное)

**Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов**

**ссылочным межгосударственным стандартам**

Т а б л и ц а ДА.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Обозначение ссылочного международного**  **стандарта** | **Степень**  **соответствия** | **Обозначение и наименование**  **соответствующего**  **межгосударственного**  **стандарта** |
| ISO 5558 | – | \* |
| \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  \* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык международного стандарта ISO 5558. Официальный перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов Российской Федерации. | | |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

УДК 637.5.04.07:006.354 МКС 67.200.10

Ключевые слова: жиры и масла животные, жиры и масла растительные, бутилгидроксианазол (БОА), бутилгидрокситолуол (БОТ), метод, газожидкостная хроматография

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_