

**TCVN 6350 : 1998
ISO 6463 - 1982 (E)**

**DẦU, MỠ ĐỘNG VẬT VÀ THỰC VẬT - XÁC ĐỊNH
BUTYLHIDROXYANISOL (BHA) VÀ
BUTYLHYDROXYTOLUEN (BHT) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ LỎNG**

*Animal and vegetable fats and oils – Detection of butylhydroxyanisol (BHA) and
butylhydroxytoluen (BHT) – Gas-liquid chromatographic method*

HÀ NỘI – 1998

Lời nói đầu

TCVN 6350 : 1998 hoàn toàn tương đương với ISO 6463 : 1982 (E)

TCVN 6350 : 1998 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC/F2 Dầu, mỡ động vật và thực vật biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Dầu, mỡ động vật và thực vật - Xác định butylhydroxyanisol (BHA) và butylhydroxytoluen (BHT) – Phương pháp sắc ký khí lỏng

Animal and vegetable fats and oils – Determination of butylhydroxyanisole (BHA) and butylhydroxytoluene (BHT) – Gas-liquid chromatographic method

1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp sắc ký khí lỏng để xác định butylhydroxyanisol (tert-butyl-4-methylphenol) (BHA) và butylhydroxytoluene (BHT) (2,6-di-tert-butyl-4-methylphenol) được sử dụng làm chất chống oxy hoá, trong dầu mỡ động vật và thực vật.

Chú thích – Phương pháp này cũng cho phép xác định định lượng tertibutylhydroquione (TBQH)

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6349 : 1998 (ISO 5558 - 1982) Mỡ và dầu động vật và thực vật phát hiện và xác định chất chống oxy hoá phương pháp sắc ký lớp mỏng.

3 Nguyên tắc

Hoà tan mỡ hoặc dầu trong dung môi thích hợp, bơm trực tiếp vào sắc ký khí lỏng và sử dụng phương pháp nội chuẩn.

4 thuốc thử

4.1 Khí mang : một khí trơ (thí dụ như nitơ, heli hoặc argon) đã được sấy cẩn thận và chứa dưới 10 mg oxy trong một kilôgam.

4.2 Các khí phụ trợ :

– Hydro, độ tinh khiết ít nhất là 99,9 % không lẫn tạp chất hữu cơ;

TCVN 6350 : 1998

- Khí hoặc oxy, không lẫn tạp chất hữu cơ.

4.3 Diclorometan hoặc, nếu thiếu, cacbon disunfua không chứa tạp chất có thể làm cản trở việc xác định BHA hoặc BHT bằng sắc ký khí.

Cảnh báo : *Diclorometan và cacbon disunfua là chất độc, ngoài ra cacbon disufua dễ bay hơi và dễ nổ, phải đặc biệt cẩn thận khi tiếp xúc.*

4.4 Metyl undecanoat, độ tinh khiết ít nhất là 99 %.

4.5 Hydroxyanisol butylic, độ tinh khiết ít nhất là 98 %.

4.6 Hydroxytoluen butylic, độ tinh khiết ít nhất là 98 %.

5 Thiết bị

Dụng cụ thí nghiệm thông thường và đặc biệt :

5.1 Sắc ký khí, với một detector ion hoá ngọn lửa và máy ghi, bao gồm :

5.1.1 Bộ bơm mẫu, cùng với một trong các hệ thống sau nhằm giữ lại những mỡ và dầu không bay hơi :

- tiền cột được nhồi bông thuỷ tinh silicon hoá hoặc hạt thuỷ tinh;
- ống được nhồi bông thuỷ tinh silicon hoá trong ống phun (chỉ trong trường hợp ống phun nằm ngang).

5.1.2 Cột được làm bằng thép không gỉ hoặc bằng thuỷ tinh đảm bảo tốt cho việc phân tách của BHA và BHT, chiều dài khoảng 2 m và đường kính bên trong từ 2 đến 4 mm, được nhồi pha tĩn, ví dụ, với metyl polysiloxan 10 % tẩm trên bột gạch đã rửa axit.

5.2 Bình định mức, dung tích 10 ml, 20 ml, 100 ml.

5.3 Pipet có chia độ, dung tích 1 ml và 2 ml.

5.4 Cân phân tích.

6 Phát hiện

Xem TCVN 6349 : 1998 (ISO 5558 - 1982).

7 Cách tiến hành

7.1 Chuẩn bị thiết bị

7.1.1 Bộ bơm mẫu

Nhiệt độ : 250 °C

Ống lót và tiền cột (5.1.1) sẽ được lấy ra sau mỗi ngày phân tích để luyện qua đêm ở nhiệt độ thử.

Chú thích — Kiểm tra lại điều kiện thích hợp của ống lót hoặc tiền cột bằng cách thỉnh thoảng cho dầu hay mỡ đã biết thành phần qua sắc ký.

7.1.2 Lò và cột

Nhiệt độ dưới điều kiện đẳng nhiệt : 160 °C.

Lưu lượng dòng khí mang : giá trị tối ưu được xác định bởi người thao tác.

Trước khi sử dụng lần đầu, luyện cột đã nhồi 24^h ở 220 °C với dòng khí mang thổi qua cột.

7.1.3 Detector

Nhiệt độ : 250 °C

Lưu lượng dòng của các khí phụ :

Hydro : khoảng 20 ml/phút

Không khí hoặc oxy : tuân theo các hướng dẫn của nhà sản xuất.

7.2 Hiệu chuẩn

7.2.1 Phương pháp

Sử dụng phương pháp nội chuẩn, trong đó một lượng hợp chất đã biết, có pic tương ứng phù hợp không làm cản trở những pic khác, được thêm vào mẫu và đo kích thước pic của các thành phần khác nhau, sử dụng hệ số hiệu chuẩn tương ứng, được so sánh với việc đo pic của hợp chất đã biết.

7.2.2 Hỗn hợp chuẩn

7.2.2.1 Dung dịch nội chuẩn

Sử dụng dung dịch metyl undecanoat 30 µg/ml làm nội chuẩn và được chuẩn bị như sau :

Cân 30 mg metyl undecanoat (4.4), chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức 100 ml (5.2). Pha loãng bằng dung môi (4.3) đến vạch mức. Dùng pipet (5.3) chuyển 2 ml dung dịch này vào bình định mức 20 ml (5.2) và pha loãng bằng dung môi đến vạch mức.

7.2.2.2 Dung dịch chống oxy hoá chuẩn

Cân chính xác 100 mg chất chống oxy hoá (BHA hoặc BHT) (4.5 hoặc 4.6), chính xác đến 0,1 mg, cho vào bình định mức 100ml (5.2). Pha loãng bằng dung môi đến vạch mức (4.3). Dùng pipet (5.3) cho 1 ml dung dịch này vào bình định mức 10 ml (5.2) và pha loãng bằng dung môi đến vạch mức.

Dùng pipet (5.3) lần lượt cho vào 5 bình định mức dung tích 10 ml các lượng dung dịch chống oxy hoá như sau 0,2 - 0,5 - 0,8 -1 và 1,2 ml. Dùng pipet thêm vào mỗi bình 2 ml dung dịch nội chuẩn (7.2.2.1) và pha loãng bằng dung môi đến vạch mức.

5 dung dịch này chứa tương ứng là 2,5,8,10,12 µg chất chống oxy hoá trong 1 ml.

Chú thích — Kiểm tra lại bằng phương pháp thử trắng mà không có chất cản trở đối với metyl undecanoat. Nếu có chất cản trở thì sử dụng metyl myristat làm nội chuẩn.

TCVN 6350 : 1998

7.2.3 Xác định hệ số hiệu chuẩn và vẽ đồ thị hiệu chuẩn

Bơm từng dung dịch (7.2.2.2) vào máy sắc ký và tính hệ số tỉ lệ K theo công thức

$$K = \frac{A_a}{A_s} \times \frac{m_s}{m_a}$$

Trong đó :

A_a là diện tích của pic tương ứng với chất chống oxy hoá;

A_s là diện tích của pic tương ứng với dung dịch nội chuẩn;

m_a là khối lượng chất oxy hoá trong dung dịch chuẩn, tính bằng gam;

m_s là khối lượng dung dịch nội chuẩn được thêm vào, tính bằng gam.

Nếu cần, vẽ đồ thị có trục tung là tỉ lệ giữa diện tích pic tương ứng với chất chống oxy hoá và diện tích tương ứng với dung dịch nội chuẩn và trục hoành là nồng độ của chất chống oxy hoá trong dung dịch bơm vào.

7.3 Xác định

Cân 1 g dầu hoặc mỡ, chính xác đến 1 mg, sau đó cho vào bình định mức dung tích 10 ml (5.2). Thêm vào 2 ml dung dịch nội chuẩn (7.2.2.1) và pha loãng bằng dung môi đến vạch (4.3).

Đảm bảo bình được đậy kín.

Phun từ 1 µl đến 7 µl hỗn hợp vào máy sắc ký.

8 Biểu thị kết quả

Hàm lượng của BHA hoặc BHT biểu thị bằng miligam trên kilôgam sản phẩm (ppm), được tính theo công thức :

$$\frac{m_s \times A_s}{m \times A_a \times K}$$

trong đó :

m là khối lượng của phần mẫu thử (7.3), tính bằng gam;

m_s là khối lượng của dung dịch nội chuẩn được thêm vào (khoảng 60 µg), tính bằng gam;

A_s là diện tích của pic tương ứng với chất chống oxy hoá;

A_a là diện tích của pic tương ứng với dung dịch chất nội chuẩn;

K là hệ số tỉ lệ tương ứng giữa chất chống oxy hoá với dung dịch chất nội chuẩn.

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả thử phải chỉ ra phương pháp đã sử dụng và kết quả thu được. Bản báo cáo này cũng phải đề cập đến mọi điều kiện thao tác mà không quy định trong tc1 này hoặc bất kỳ sự tùy ý nào cũng như các tình huống có thể ảnh hưởng đến kết quả.

Báo cáo kết quả phải bao gồm tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết mẫu một cách đầy đủ.
