ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 23275-1– 2013

Жиры и масла животные и растительные
ЭКВИВАЛЕНТЫ МАСЛА КАКАО В МАСЛЕ КАКАО И ШОКОЛАДЕ
Часть 1
Определение наличия эквивалентов масла какао

ISO 23275-1:2006

Animal and vegetable fats and oils – Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate – Part 1: Determination of the presence of cocoa butter equivalents

(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИКП Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода на русский язык, указанного в пункте 4 стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 149 «Кондитерские изделия»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 июня 2013 г. № 219-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 23275-1:2006 Animal and vegetable fats and oils – Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate – Part 1: Determination of the presence of cocoa butter equivalents (Жиры и масла животные и растительные. Эквиваленты масла какао в масле какао и шоколаде. Часть 1. Определение наличия эквивалентов масла какао)

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO TC 34/SC 5 «Молоко и молочные продукты» технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 Следует иметь ввиду, что некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектом патентных прав

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

Введение
1 Область применения
2 Термины и определения
3 Сущность метода
4 Реактивы и материалы
5 Оборудование
6 Отбор проб
7 Приготовление анализируемой пробы
7.1 Приготовление сертифицированного стандартного материала масла какао для калибровки и проверки пригодности системы
7.2 Приготовление образца шоколада
8 Методика определения
8.1 Экстрагирование жиров
8.2 Разделение триацилглицеридов методом газовой хроматографии высокого разрешения
8.3 Идентификация
9 Вычисления
9.1 Определение факторов отклика (коэффициентов чувствительности)
9.2 Вычисление процентного содержания триацилглицеридов
9.3 Заключение, является ли образец чистым маслом какао
10 Процедурные требования
10.1 Общие положения
10.2 Пригодность (хроматографической) системы
11 Прецизионность
11.1 Межлабораторные испытания
11.2 Повторяемость
11.3 Воспроизводимость
12 Протокол испытаний
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний
Библиография

Введение

«Эквивалентны масла какао» – это общий термин для жиров, используемых для замены масла какао в шоколаде. Они очень близко напоминают масло какао по химическому составу и физическим свойствам, в результате чего их количественное определение (в некоторых случаях и качественное) очень затруднено. Эквиваленты масла какао по определению должны быть маслами с низким содержанием лауриновой кислоты, высоким содержанием симметричных мононенасыщенных триацилглицеридов типа 1,3-дипалмитоил-2-олеоилглицерида, 1-палмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерида и 1,3-дистеароил-2-олеоилглицерида, способными смешиваться с маслом какао и получаемыми только путем очистки и фракционирования.

В соответствии с [1] в Европейском союзе по отдельности или в смесях могут использоваться следующие растительные жиры, полученные из перечисленных ниже плодов и растений:

- орех бассия, борнейский жир или жир тенгкаванг (вид рода *Shorea*);
- пальмовое масло *(Elaeis guineensis, Elaeis olifera)*;
- сал *(Shorea robusta)*;
- масляное дерево *(Butyrospermum parkii)*;
- масло гарцинии индийской *(Garcinia indica)*;
- косточка манго *(Mangifera indica)*.

В настоящем стандарте приведен метод качественного определения этих жиров (исключение делается только для образцов чистого ореха бассия) в масле какао и шоколаде. В ISO 23275-2 приведен метод, позволяющий провести надежное количественное определение этих жиров при концентрации 5 %, соответствующей установленному пределу, утвержденному в [1].

Для более удобного пользования серией стандартов ISO 23275 был разработан набор инструментальных средств под названием «CoCal-1», состоящий из валидированных методов качественного и количественного

определения эквивалентов масла какао в шоколаде, сертифицированного стандартного материала масла какао (IRMM-801) для калибровки аналитических инструментов, и электронной оценочной таблицы для вычисления окончательного результата. При проведении качественного и количественного определения эквивалентов масла какао требуется откалибровать газохроматографическую систему с использованием IRMM-801, разделить триацилглицериды анализируемого образца и применить электронную оценочную таблицу для последующей обработки данных.

Информация относительно «CoCal-1» доступна на вебсайте института стандартных материалов и измерений: gost.e-ecolog.ru .

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Жиры и масла животные и растительные
ЭКВИВАЛЕНТЫ МАСЛА КАКАО В МАСЛЕ КАКАО И ШОКОЛАДЕ
Часть 1
Определение наличия эквивалентов масла какао

Animal and vegetable fats and oils.
Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate.
Part 1. Determination of the presence of cocoa butter equivalents

Дата введения – 2014–07–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод качественного определения эквивалентов масла какао (далее – ЭМК) в масле какао (далее – МК) и шоколаде методом высокоразрешающей капиллярной газожидкостной хроматографии триацилглицеридов и последующей оценки данных методом регрессионного анализа.

Данный метод применим для обнаружения 2 % примесей ЭМК в масле какао, что соответствует примерно 0,6 % ЭМК в шоколаде (при допущении, что содержание жиров в шоколаде составляет 30 %).

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

2.1 **эквиваленты масла какао (cocoa butter equivalents):** Жиры, определяемые в масле какао и шоколаде в соответствии с методом, описанным в настоящем стандарте.

Примечание – Результат представляется как качественный, т. е. ЭМК присутствуют/ЭМК не присутствуют (ДА/НЕТ).

3 Сущность метода

Масло какао или жир, выделенный путем экстракции растворителем из шоколада, разделяют методом высокоразрешающей капиллярной газожидкостной хроматографии фракций триацилглицеридов в соответствии с их молекулярной массой и степенью ненасыщенности.

Наличие ЭМК определяют при помощи линейного регрессионного анализа, применяемого к отдельным триацилглицеридам анализируемого жира.

4 Реактивы и материалы

Используют только реактивы признанной аналитической чистоты, если не указано иное.

Предупреждение – Необходимо уделять внимание пунктам, которые устанавливают правила обращения с опасными веществами. Должны соблюдаться технические, организационные и индивидуальные меры безопасности.

4.1 Сертифицированный стандартный материал масла какао (далее – ССМ) IRMM-801 [2] для калибровки и проверки пригодности системы.

4.2 Растворитель жиров, не содержащий хлор (например, диэтиловый эфир, н-гептан, изооктан).

5 Оборудование

5.1 Аналитические весы с ценой деления 0,1 мг.

5.2 Сушильный шкаф, способный поддерживать температуру 55 °С. Может использоваться сухой нагревательный блок.

5.3 Пищевой измельчитель (т. е. кухонный блендер с расположением двигателя выше принимающего контейнера для предотвращения плавления образцов).

5.4 Ротационный испаритель.

Могут использоваться альтернативные методы испарения.

5.5 Пипетки вместимостью 1 $см^3$.

5.6 Мерные колбы вместимостью 20 $см^3$.

5.7 Микрошприц вместимостью 10 $мм^3$, ценой деления 0,1 $мм^3$ или автоматический пробоотборник.

5.8 Газовый хроматограф (ГХ), оснащенный встроенной в колонку холодной инжекционной системой и пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Можно использовать альтернативные инжекционные системы [например, щелевой инжектор, испаритель с программируемой температурой (ИПТ) или инжектор с движущейся иглой)] при условии, что получаемые результаты идентичны указанным в 10.2.

Разделение и обнаружение будут удовлетворительными, если соблюдаются следующие экспериментальные условия:

- кварцевая хроматографическая колонка: длина от 25 до 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, кварцевое стекло, покрытое термостойким 50 %-ным фенилметилполисилоксана с толщиной пленки от 0,1 до 0,15 мкм;

- программирование температуры: 100 °С (начальная температура), программируемая скорость изменения 30 °С/мин до получения 340 °С (конечная температура);

- транспортирующий газ: гелий или водород (чистота ≥ 99,999 %).

Примечание – Подходящие колонки и альтернативные экспериментальные условия, применяемые в международном совместном исследовании, приведены в

приложении А. Рабочие условия можно изменять для получения оптимального разделения триацилглицеридов в масле какао.

5.9 Хроматографическая система сбора и обработки данных.

6 Отбор проб

Представительную пробу направляют в лабораторию. Она не должна быть повреждена или изменена в ходе транспортирования и хранения.

Отбор проб не является частью метода описанного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в [3].

7 Приготовление анализируемой пробы

7.1 Приготовление сертифицированного стандартного материала (ССМ) масла какао для калибровки и проверки пригодности системы

До вскрытия и использования ССМ масла какао (см. 4.1) ампулу нагревают в сушильном шкафу (см. 5.2) до плавления содержимого. После получения прозрачного раствора перемешивают содержимое, многократно переворачивая ампулы в течение не менее 20 с. Затем ампулу вскрывают и переносят содержимое в чистую емкость, которую плотно закрывают и хранят в прохладном месте для последующего использования.

7.2 Приготовление образца шоколада

Охлаждают около 200 г шоколада до затвердевания и натирают на мелкие гранулы при помощи механического устройства (см. 5.3). Тщательно перемешивают и хранят в плотно закрытой емкости в холодильнике.

8 Методика определения

8.1 Экстрагирование жиров

Из пробы тертого шоколада (см. 7.2) массой от 10 до 40 г путем экстрагирования при помощи двух или трех порций растворителя по 100 $см^3$

(см. 4.2) выделяют жир. Центрифугируют и декантируют. Объединяют экстракты и выпаривают большую часть растворителя (см. 5.4), затем окончательно высушивают в токе азота.

Могут использоваться альтернативные процедуры экстрагирования (например, в аппарате Сокслета, сверхкритическим углекислым газом или микроволновой экстракцией) при условии, что получаются идентичные результаты.

8.2 Разделение триацилглицеридов методом газовой хроматографии высокого разрешения

Анализируемые образцы [масла какао; жир, экстрагированный из шоколада; ССМ масла какао (см. 4.1)] подогревают в сушильном шкафу (см. 5.2) до полного плавления. Если расплавленный образец содержит осадок, то образец фильтруют внутри шкафа для получения чистого фильтрата. Пипетки, используемые для переноса образца в процессе взвешивания, нагревают примерно до температуры 55 °С в сушильном шкафу (см. 5.2), чтобы избежать частичного фракционирования жиров.

Взвешивают около 0,2 г анализируемого образца, помещают в мерную колбу вместимостью 20 $см^3$ (см. 5.4), доводят до отметки подходящим растворителем для жиров (см. 4.2). 1 $см^3$ полученного раствора переносят пипеткой (см. 5.5) в другую мерную колбу вместимостью 20 $см^3$ и доводят до метки тем же растворителем.

Инжектируют от 0,5 до 1,0 $мм^3$ конечного анализируемого раствора (концентрация анализируемого образца 0,5 $мг/см^3$) в хроматографическую систему высокого разрешения, используя систему холодного ввода на колонку.

Могут использоваться альтернативные значения объема и концентрации пробы, а также инжекторы при условии, что система детектирования дает

линейную зависимость и удовлетворяются требования пригодности системы (см. 10.2).

8.3 Идентификация

Идентификацию пяти основных триацилглицеридов [1,3-дипалмитоил-2-олеоилглицерид (POP), 1-палмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерид (POS), 1-пальмитоил-2,3-диолеоилглицерид (POO), 1,3-дистеароил-2-олеоилглицерид (SOS) и 1-стеароил-2,3-диолеоилглицерид (SOO)] анализируемого образца осуществляют путем сравнения их времени удерживания с временем удерживания триацилглицеридов ССМ масла какао (см. 4.1). В целом триацилглицериды появляются в порядке увеличения количества атомов углерода и увеличения числа двойных связей при одинаковом числе атомов углерода. Порядок выхода триацилглицеридов масла какао приведен на рисунке А.1 (приложение А).

9 Вычисления

9.1 Определение коэффициентов чувствительности

Определяют коэффициенты чувствительности триацилглицеридов POP, POS, POO, SOS и SOO инжекцией раствора ССМ масла какао при экспериментальных условиях, идентичных используемым при анализе образцов. Вычисляют процентное содержание каждого из пяти триацилглицеридов по следующим формулам:

$$P_{ref,i} = \frac{A_{ref,i}}{\sum A_{ref,i}} \cdot 100\ \%, \qquad (1)$$

$$F_i = \frac{w_{ref,i}}{P_{ref,i}}, \qquad (2)$$

где $P_{ref,i}$ – процент i-го триацилглицерида в ССМ масла какао (по площадям пиков);

$A_{ref,i}$ – площадь пика i-го триацилглицерида в ССМ масла какао;

$\Sigma A_{ref,i}$ – сумма площадей пиков POP, POS, POO, SOS и SOO в ССМ масла какао;

F_i – коэффициент чувствительности i-го триацилглицерида в ССМ масла какао;

$w_{ref,i}$ – значение массовой доли i-го триацилглицерида в ССМ масла какао, %, указанное в сертификате [2].

Результаты указывают до второго десятичного знака.

9.2 Вычисление процентного содержания триацилглицеридов

Вычисляют процентное содержание триацилглицеридов POP, POS и SOS в тестируемом образце по формуле

$$w_{test,i} = \frac{F_i \times A_{test,i}}{\sum(F_i \times A_{test,i})} \cdot 100\ \%, \qquad (3)$$

где $w_{test,i}$ – массовая доля i-го триацилглицерида в тестируемом образце, %;

$A_{test,i}$ – площадь пика соответствующего i-го триацилглицерида в тестируемом образце;

F_i – коэффициент чувствительности i-го триацилглицерида, определенный по 9.1.

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Результат округляют до второго десятичного знака.

9.3 Заключение, является ли образец чистым маслом какао

Вариативность триацилглицеридного состава масла какао выражается формулой (4) при использовании нормализированного содержания триацилглицеридов, т. е. содержание % POP + содержание % POS + содержание % SOS = 100 %, определяемого по формуле (3)

$$POP = 43{,}734 - 0{,}733 \cdot SOS, \qquad (4)$$

(остаточное стандартное отклонение = 0,125).

Сущность метода состоит в том, что содержание POS в образцах масла какао практически постоянно при большой вариативности содержания POP и

SOS, связанных линейной зависимостью [так называемая «МК-линия», формула (4)]. Все смеси МК/ЭМК приводят к отклонению от «МК-линии» в той степени, в которой их значение POS отличается от значения POS масла какао.

Формула (4) была выведена с использованием стандартизованной базы данных профилей триацилглицеридов 74 проанализированных и валидированных подлинных образцов масла какао [4]. Для стандартизации применяемого аналитического метода при определении профилей триацилглицеридов был использован ССМ масла какао (см. 4.1).

В 99 % случаев чистое масло какао соответствует

$$POP < 44{,}025 - 0{,}733 \cdot SOS . \quad (5)$$

Значение POP, большее, чем определяемое (5), означает, что образец не является чистым маслом какао. Преимущество разработанного подхода состоит в том, что при использовании ССМ масла какао для калибровочных целей приведенное математическое выражение может использоваться для проверки чистоты масла какао отдельными испытательными лабораториями, без необходимости предварительного установления «МК-линии». Калибровка с использованием ССМ масла какао автоматически связывает полученные в лаборатории результаты с базой данных триацилглицеридов масла какао и разработанным правилом (5).

10 Процедурные требования

10.1 Общие положения

Результаты хроматографического анализа, помимо других факторов, зависят от оборудования, типа, степени износа, производителя колонки, способа введения анализируемого раствора, объема вводимой пробы и детектора. Могут использоваться колонки разных производителей, различной

длины, а также варьироваться объемы вводимых проб, если выполняются требования пригодности системы (см. 10.2).

10.2 Пригодность хроматографической системы

Для проверки пригодности хроматографической системы должен использоваться ССМ масла какао (см. 4.1).

a) Разрешение

Хроматографическая система должна быть способной разделять критические пары POS/POO и SOS/SOO с хроматографическим разрешением не менее 1,0. В противном случае условия хроматографирования (например, объем вводимой пробы, температура колонки, скорость потока газа-носителя) должны быть оптимизированы.

b) Определение факторов отклика детектора

Для проверки предположения, что факторы отклика пламенно-ионизационного детектора для триацилглицеридов незначительно отличаются от единицы, необходимо проанализировать ССМ масла какао, применяя стандартные условия хроматографирования. Опыт показывает, что для нормально функционирующей системы факторы отклика пяти основных триацилглицеридов (POP, POS, POO, SOS, SOO) варьируют в диапазоне 0,80–1,20.

11 Прецизионность

11.1 Межлабораторные испытания

Результаты межлабораторных испытаний относительно прецизионности метода приведены в приложении А. Значения, полученные в ходе проведенных межлабораторных испытаний, не могут быть применимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от указанных.

Примечание – В качестве вспомогательного средства для проверки надлежащего функционирования хроматографической системы в 11.2, 11.3 приведены

данные о прецизионности для трех триацилглицеридов POP, POS, SOS (нормализованных к 100 %).

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух независимых единичных испытаний, полученных при использовании одного метода и идентичного анализируемого материала в одной и той же лаборатории тем же оператором на одном и том же оборудовании в течение короткого промежутка времени, не более чем в 5 % случаев (при доверительной вероятности P = 0,95) будет больше чем:

r = 0,514 г/100 г – для значений POP в диапазоне от 18,99 г/100 г до 25,37 г/100 г;

r = 0,293 г/100 г – для значений POS в диапазоне от 43,76 г/100 г до 47,73 г/100 г;

r = 0,621 г/100 г – для значений SOS в диапазоне от 30,87 г/100 г до 33,80 г/100 г.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между результатами двух независимых единичных испытаний, полученных при использовании одного метода и идентичного анализируемого материала в разных лабораториях разными операторами с использованием одного и того же оборудования, не более чем в 5 % случаев будет больше чем:

R = 0,741 г/100 г – для значений POP в диапазоне от 18,99 г/100 г до 25,37 г/100 г;

R = 0,588 г/100 г – для значений POS в диапазоне от 43,76 г/100 г до 47,73 г/100 г;

R = 0,782 г/100 г – для значений SOS в диапазоне от 30,87 г/100 г до 33,80 г/100 г.

Примечание – Пределы повторяемости и воспроизводимости, полученные в ходе межлабораторных испытаний, являются индикативными и могут применяться для

значений содержания триацилглицеридов за пределами указанных диапазонов (данные расширенных исследований [4]).

12 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны содержаться:

a) вся информация, необходимая для полной идентификации образца;

b) метод отбора образцов, если известен;

c) использованный метод тестирования со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все подробности работы, не указанные в настоящем стандарте или считающиеся дополнительными, а также детали любых обстоятельств, которые могут повлиять на результаты испытаний;

e) полученные результаты испытаний или конечный полученный результат, если проверялась повторяемость.

Приложение А
(справочное)
Результаты межлабораторных испытаний

Метод был валидирован в 2002 г. в ходе европейских межлабораторных испытаний, в которых принимало участие 13 лабораторий [5], [6]. Результаты, полученные в ходе этих межлабораторных испытаний, указывают на то, что методика работает хорошо с пределом обнаружения не менее 2 % примеси ЭКМ в МК, что соответствует 0,6 % ЭМК в шоколаде (при допущении, что содержание жиров в шоколаде 30 %) без ошибочно-положительных или ошибочно-отрицательных результатов.

В таблице А.1 приведены приемлемые газохроматографические условия*. Пример профиля триацилглицеридов ЭМК масла какао приведен на рисунке А.1. Данные прецизионности приведены в таблицах А.2 – А.4.

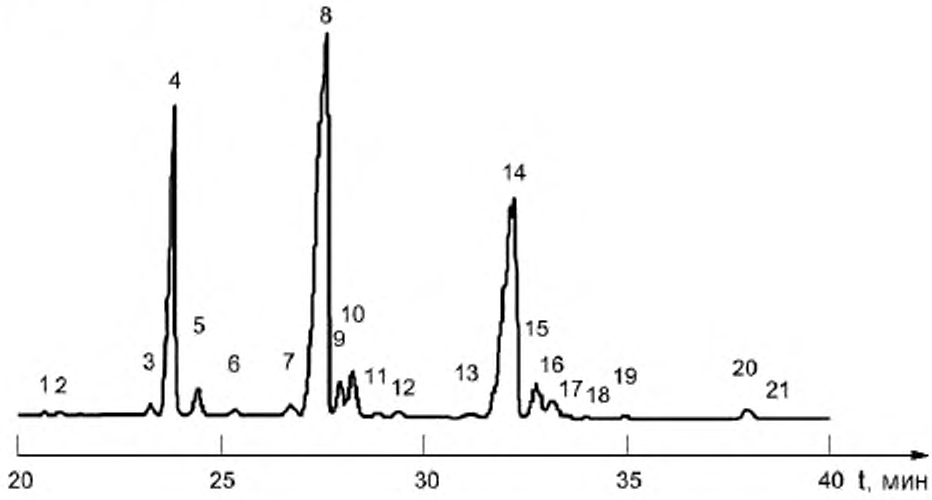
* Эти типы колонок являются примерами подходящих коммерчески доступных продуктов. Данная информация является рекомендуемой и предоставлена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Т а б л и ц а А.1 – Приемлемые газохроматографические условия, используемые для анализа триацилглицеридов масла какао, эквивалентов масла какао, смесей масла какао/эквивалентов масла какао и шоколада

Возможный метод	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Характеристики колонки:											
- неподвижная фаза	DB-17HT	RTx-65TG	CB-TAP	RTx-65TG	CB-TAP	RTx-65TG	CB-TAP	DB-17HT	CB-TAP	CB-TAP	CB-TAP
- длина, м	30	30	25	30	25	30	25	30	25	25	25
- внутренний диаметр, мм	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
- толщина пленки, мкм	0,15	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,15	0,1	0,1	0,1
Температурный режим (термостат):											
- начальная температура, °С/время поддержания, мин	80/2	340/1	280/0	100/0,5	340/0	200/0	100/0,1	50/2	200/2	100/1	200/2
- программируемая скорость 1, °С/мин	50	1	10	50	1	15	70	50	20	30	12
- температура 1, °С/время поддержания, мин	300/0	—	320/0	330/2	—	360/0	—	300/1	320/0	300/2	—
- программируемая скорость 2, °С/мин	30	—	2	1	—	1	—	10	1	30	—
- температура 2, °С/время поддержания, мин	—	—	—	—	—	—	—	340/2	—	—	—

Окончание таблицы А.1

Возможный метод	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
- программируемая скорость 3, °С/мин	—	—	—	—	—	—	—	0,5	—	—	—
- конечная температура, °С/время поддержания, мин	350/30	360/3	360/6	350/5	360/10	370/0	370/0	345/26	360/10	340/35	350/10
- температура инжектора, °С	Термостат	390	370	Термостат	360	390	Термостат	50	65-220-370	100	—
- температура детектора, °С	360	370	370	355	360	390	360	360	370	360	360
Режим введения	На колонку	С делением потока	С делением потока	На колонку	С делением потока	С делением потока	На колонку	На колонку	На колонку	На колонку	На колонку (горячий)
Газ-носитель:											
- тип	H_2	H_2	H_2	He	He	H_2	H_2	H_2	He	H_2	H_2
- давление, кПа	—	120	100	—	150	150	—	120	90	150	—
- скорость потока, $см^3$/мин	0,8	—	—	0,8	—	—	1	—	—	—	2,4
Проба:											
- концентрация, мг/$см^3$	0,3	50	12,5	0,3	—	10	15	0,5	1 – 2	0,5	0,65
- вводимый объем, $мм^3$	0,5	0,1	0,6	0,5	1	0,5	0,5	0,5	0,1	0,4	0,3



Идентификация пиков: *1*, PPP; *2*, MOP; *3*, PPS; *4*, POP; *5*, PLP; *6*, не идентифицирован; *7*, PSS; *8*, POS; *9*, POO; *10*, PLS; *11*, PLO; *12*, не идентифицирован; *13*, SSS; *14*, SOS; *15*, SOO; *16*, SLS + OOO; *17*, SLO; *18*, не идентифицирован; *19*, не идентифицирован; *20*, SOA; *21*, AOO.

Рисунок А.1 – Профиль триацилглицеридов сертифицированного стандартного материала масла какао

Экспериментальные условия:

Газохроматографическая колонка: 25 м × 0,25 мм кварцевая капиллярная колонка, 0,1 мкм Chrompack TAP.

Температура термостата колонки: 100 °С поддерживается в течение 1 мин; 30 °С/мин до 340 °С, поддерживается в течение 35 мин.

Ввод пробы: холодный на колонку.

Детектор (ПИД): 360 °С.

Газ-носитель: H_2, 1,6 бар.

Вводимое количество: 0,5 $мм^3$ раствора концентрацией 0,5 мг/мл.

Сокращения:
PPP – трипалмитин.
MOP – 1-маргароил-2-олеоил-3-палмитоилглицерид.
PPS – 1,2-дипалмитоил-3-стеароилглицерид.
POP – 1,3-дипалмитоил-2-олеоилглицерид.
PLP – 1,3-дипалмитоил-2-линолеоилглицерид.
PSS – 1-палмитоил-2,3-дистеароилглицерид.

POS – 1-палмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерид.
POO – 1-палмитоил-2,3-диолеоилглицерид.
PLS – 1-палмитоил-2-линолеоил-3-стеароилглицерид.
PLO – 1-палмитоил-2-линолеоил-3-олеоилглицерид.
SSS – тристеарин.
SOS – 1,3-дистеароил-2-олеоилглицерид.
SOO – 1-стеароил-2,3-диолеоилглицерид.
SLS – 1,3-дистеароил-2-линолеоилглицерид.
OOO – триолеин.
SLO – 1-стеароил-2-линолеоил-3-олеоилглицерид.
SOA – 1-стеароил-2-олеоил-3-арахидоилглицерид.
AOO – 1-арахидоил-2,3-диолеоилглицерид.

Таблица А.2 – Данные прецизионности для образцов чистого масла какао

	Чистое МК[a]			Чистое МК[b]			Чистое МК[c]		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
Количество лабораторий	13	13	13	13	13	13	13	13	13
Количество выбросов	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Количество приемлемых результатов	12	12	12	12	12	12	12	12	12
Среднее значение, г/100 г	20,396	47,731	31,873	19,491	47,421	33,089	18,991	47,210	33,799
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,057	0,056	0,093	0,069	0,095	0,097	0,092	0,084	0,154
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,28	0,12	0,29	0,36	0,20	0,29	0,49	0,18	0,45
Предел повторяемости r[= 2,83 × s_r], г/100 г	0,160	0,157	0,261	0,194	0,265	0,271	0,258	0,236	0,430
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,142	0,108	0,169	0,081	0,148	0,166	0,120	0,090	0,168
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	0,70	0,23	0,53	0,42	0,31	0,50	0,63	0,19	0,50

Окончание таблицы А.3

	Чистое МК[a]			Чистое МК[b]			Чистое МК[c]		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
Предел воспроизводимости R [= 2,83 × s_R], г/100 г	0,397	0,302	0,473	0,227	0,413	0,464	0,337	0,253	0,471

[a] Страна происхождения Гренада.
[b] Страна происхождения Гана.
[c] Страна происхождения Кот-д'Ивуар.

Т а б л и ц а А.3 – Данные прецизионности для реальных образцов шоколада

	Шоколад с ЭМК			Шоколад без ЭМК		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
Количество лабораторий	13	13	13	13	13	13
Количество выбросов	2	2	2	1	1	1
Количество приемлемых результатов	11	11	11	12	12	12
Среднее значение, г/100 г	25,375	43,757	30,868	19,740	47,401	32,859
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,128	0,101	0,180	0,089	0,070	0,074
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,50	0,23	0,58	0,45	0,15	0,23
Предел повторяемости r [= 2,83 × s_r], г/100 г	0,358	0,282	0,503	0,250	0,195	0,208
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,265	0,210	0,198	0,120	0,106	0,111
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	1,04	0,48	0,64	0,61	0,22	0,34
Предел воспроизводимости R [= 2,83 × s_R], г/100 г	0,741	0,588	0,553	0,335	0,298	0,310

Т а б л и ц а А.4 – Данные прецизионности для масла какао с 2 % примеси эквивалентов масла какао

	2,06 % ЭМК/МК[a]			1,98 % ЭМК/МК[b]			2,04 % ЭМК/МК[c]			2,09 % ЭМК/МК[d]		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
Количество лабораторий	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
Количество выбросов	0	0	0	1	1	1	2	2	2	1	1	1
Количество приемлемых результатов	13	13	13	12	12	12	11	11	11	12	12	12
Среднее значение, г/100 г	20,611	47,082	32,307	19,938	46,795	33,267	19,698	46,619	33,682	19,859	46,646	33,495
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,184	0,095	0,222	0,050	0,070	0,082	0,093	0,063	0,137	0,029	0,083	0,077
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,89	0,20	0,69	0,25	0,15	0,25	0,47	0,14	0,41	0,14	0,18	0,23
Предел повторяемости r [= 2,83 × s_r], г/100 г	0,514	0,267	0,621	0,140	0,196	0,230	0,261	0,177	0,383	0,080	0,233	0,217
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,193	0,132	0,250	0,118	0,091	0,181	0,113	0,142	0,149	0,094	0,118	0,185
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	0,94	0,28	0,77	0,59	0,19	0,54	0,57	0,31	0,44	0,47	0,25	0,55
Предел воспроизводимости R [= 2,83 × s_R], г/100 г	0,540	0,368	0,701	0,331	0,254	0,506	0,317	0,399	0,417	0,262	0,330	0,517

[a] МК из Гренады смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/(Масляное дерево + Орех бассия) [35/65].

[b] МК из Ганы смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/Масляное дерево [50/50].

[c] МК из Кот-д'Ивуар смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/Сал/Манго [50/25/25].

[d] МК из Кот-д'Ивуар смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/Масляное дерево/Орех бассия [50/25/25].

Таблица А.5 – Данные прецизионности масла какао с 4 % примеси эквивалентов масла какао

	4,0 % ЭМК/МК[a]			3,96 % ЭМК/МК[b]			4,04 % ЭМК/МК[c]			4,00 % ЭМК/МК[d]		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
Количество лабораторий	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13	13
Количество выбросов	0	0	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Количество приемлемых результатов	13	13	13	12	12	12	12	12	12	12	12	12
Среднее значение, г/100 г	20,747	46,341	32,912	20,348	46,176	33,475	20,421	46,075	33,504	20,765	46,100	33,135
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,141	0,077	0,171	0,075	0,053	0,075	0,115	0,105	0,134	0,109	0,079	0,126
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	0,68	0,17	0,52	0,37	0,11	0,22	0,56	0,23	0,40	0,53	0,17	0,38
Предел повторяемости r [= 2,83 × s_r], г/100 г	0,395	0,215	0,478	0,209	0,148	0,209	0,322	0,293	0,377	0,306	0,221	0,354
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,156	0,182	0,279	0,214	0,066	0,213	0,157	0,148	0,196	0,164	0,125	0,226
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	0,75	0,39	0,85	1,05	0,14	0,64	0,77	0,32	0,59	0,79	0,27	0,68
Предел воспроизводимости R [= 2,83 × s_R], г/100 г	0,437	0,510	0,782	0,601	0,183	0,596	0,441	0,414	0,549	0,459	0,351	0,633

[a] МК из Гренады смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/(Масляное дерево + Орех бассия) [35/65].

[b] МК из Ганы смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/Масляное дерево [50/50].

[c] МК из Кот-д'Ивуар смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/Сал/Манго [50/25/25].

[d] МК из Кот-д'Ивуар смешано с ЭМК вида – средняя фракция пальмового масла/Масляное дерево/Орех бассия / [50/25/25].

Библиография

[1] Directive 2000/36/EC of the European Parliament and of the Council of 23 June 2000 relating to cocoa and chocolate products intended for human consumption. Official Journal, L 197, 03/08/2003, 19-25
(Директива Европейского парламента и Совета ЕС 2000/36 от 23 июня 2000 г., касающаяся продуктов из какао и шоколада, предназначенных для потребления в пищу)

[2] KOEBER, R., BUCHGRABER, M., ULBERTH, F., BACAROLO, R-, BERNREUTHER, A., SCHIMMEL, H., ANKLAM, E. and Pauwels, J. *The certification of the content of five triglycerides in cocoa butter,* 2003, EUR 20781 EN, ISBN 92-894-6036-9
(Сертификация содержания пяти триацилглицеридов в масле какао)

[3] ISO 5555:2001 Animal and vegetable fats and oils – Sampling
(Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)

[4] BUCHGRABER, M., SENALDI, Ch., ULBERTH, F. and ANKLAM, E. *Detection and quantification of cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate by gas liquid chromatography of triacylglycerols.* J. AOAC Internat, 87, 2004, pp. 1153-1163
(Определение наличия и количественное определение эквивалентов масла какао в масле какао и шоколаде путем разделения триацилглицеридов газожидкостной хроматографией)

[5] BUCHGRABER, M, ULBERTH, F. and ANKLAM, E. Method validation for detection and quantification of cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate. J. AOAC Internat, 87, 2004, pp. 1164-1172
(Валидация метода определения наличия и количественного определения эквивалентов масла какао в масле какао и шоколаде)

[6] BUCHGRABER, and ANKLAM, E. *Validation of a method for the detection of cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate,* 2003, EUR 20685 EN, ISBN 92-894-5510-1
(Валидация метода определения наличия эквивалентов масла какао в масле какао и шоколаде)

УДК 663.918:006.354 ОКС 67.190

67.200.10

Ключевые слова: жиры растительные, жиры животные, масла растительные, масла животные, масло какао, эквиваленты масла какао, шоколад, триацилглицериды, метод газовой хроматографии

Подписано в печать 30.04.2014. Формат 60x84 1/8.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru