МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 23275-1— 2020

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, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июня 2020 г. № 131-П)

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	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 июня 2024 г. № 861-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 23275-1—2020 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 23275-1:2006 «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», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 11 «Животные и растительные жиры и масла» Технического комитета ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2006
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации 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

1 Область применения 1
2 Термины и определения 1
3 Сущность метода 1
4 Реактивы и материалы 1
5 Оборудование 2
6 Отбор образцов 2
7 Приготовление анализируемой пробы 2
8 Методика определения 3
9 Вычисления 3
10 Процедурные требования 5
11 Прецизионность 5
12 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 7
Библиография 14

Введение

«Эквиваленты масла какао» — это общий термин для жиров, используемых для замены масла какао в шоколаде. Они очень близко напоминают масло какао по своему химическому составу и физическим свойствам, в результате чего их количественное определение (в некоторых случаях и качественное определение) является очень сложным. Эквиваленты масла какао по определению должны быть жирами с низким содержанием лауриновой кислоты, высоким содержанием симметричных мононенасыщенных триацилглицеролов (триглицеридов) типа 1,3-дипальмитоил-2-олеоилглицерола, 1-пальмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерола и 1,3-дистеароил-2-олеоилглицерола, способными смешиваться с масло 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 приведенных ниже растений:

- масло мадуки длиннолистной (иллипе), борнейский жир или жир тенгкаванг (вид рода Shorea);
- пальмовое масло (Elaeis guineensis, Elaeis olifera);
- сал (шорея кистевая) (Shorea robusta);
- масло плодов масляного дерева (ши) (Butyrospermum parkii);
- масло кокум (Garcinia indica);
- масло косточек манго (Mangifera indica).

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

Для более удобного пользования серией стандартов ISO 23275 был разработан набор инструментальных средств под названием CoCal-1. CoCal-1 состоит из валидированных методов качественного и количественного определения эквивалентов масла какао в шоколаде, сертифицированного стандартного образца масла какао (IRMM-801) для калибровки аналитических инструментов и электронной оценочной таблицы в Microsoft Excel© для вычисления окончательного результата. При проведении качественного и количественного определения эквивалентов масла какао требуется откалибровать газохроматографическую систему с использованием IRMM-801, разделить триглицериды анализируемого образца и применить электронную оценочную таблицу для последующей обработки данных.

Информация относительно CoCal-1 доступна на веб-сайте Института стандартных материалов и измерений: gost.e-ecolog.ru.

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

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 — 2025—07—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод качественного определения эквивалентов масла какао (ЭМК) в масле какао (МК) и шоколаде путем разделения триацилглицеролов капиллярной газожидкостной хроматографией высокого разрешения с последующей оценкой данных при помощи регрессионного анализа.

Метод применим для детектирования 2 % ЭМК в масле какао, что соответствует около 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 представляют как качественный, т. е. ЭМК присутствуют/ЭМК не присутствуют (ДА/НЕТ).

3 Сущность метода

Масло какао или жир, выделенные путем экстракции растворителем из шоколада, разделяются при помощи газовой хроматографии высокого разрешения на триацилглицеролы в соответствии с их молекулярной массой и степенью ненасыщенности. Наличие ЭМК определяют при помощи линейного регрессионного анализа, применяемого к отдельным триацилглицеролам анализируемого жира.

4 Реактивы и материалы

Используют только реактивы признанного аналитического класса, если не указано иное.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Необходимо уделять внимание пунктам, которые описывают процедуры обращения с опасными веществами. Должны соблюдаться технические и организационные меры безопасности, а также меры личной безопасности.

Издание официальное

4.1 Сертифицированный референсный материал (СРМ) масла какао IRMM-801 [2] для калибровки и проверки пригодности системы.

4.2 Растворитель жиров, не содержащий хлора (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[1)] (т. е. кухонный блендер с расположением двигателя выше принимающего контейнера для предотвращения плавления образцов).

5.4 Ротационный испаритель.

Могут использоваться альтернативные методы упаривания.

5.5 Пипетки вместимостью 1 $см^3$.

5.6 Мерные колбы вместимостью 20 $см^3$.

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

5.8 Газовый хроматограф (ГХ), оборудованный системой холодного ввода в колонку и пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Могут использоваться альтернативные системы ввода (например, инжектор с делением потока, температурно-программируемый испаритель (ТПИ) или инжектор с подвижной иглой) при условии, что получаемые результаты идентичны указанным в 10.2.

Удовлетворительные разделение и детектирование достигаются при соблюдении следующих экспериментальных условий:

- кварцевая хроматографическая колонка: длина — от 25 до 30 м, внутренний диаметр — 0,25 мм, толщина пленки термостабильного 50 %-ного фенилметилполисилоксана — от 0,1 до 0,15 мкм;
- температурная программа: начальная температура — 100 °С, скорость нагрева — 30 °С/мин, конечная температура — 340 °С;
- газ-носитель: гелий или водород (чистота ≥99,999 %).

Примечание — Подходящие колонки и альтернативные экспериментальные условия, использованные в международном совместном исследовании, приведены в приложении А. Рабочие условия могут быть изменены для получения оптимального разделения триацилглицеролов масла какао.

5.9 Хроматографическая система сбора и обработки данных.

6 Отбор образцов

Репрезентативную пробу направляют в лабораторию без повреждения или изменения в ходе транспортирования и хранения.

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

7 Приготовление анализируемой пробы

7.1 Приготовление СРМ масла какао для калибровки и проверки пригодности системы

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

[1)] Philips HR2833 — пример подходящего, имеющегося в продаже изделия. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не подразумевает одобрения этого продукта со стороны ISO.

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 Экстракция жира

Из навески тертого шоколада (см. 7.2) массой от 10 до 40 г выделяют жир путем экстрагирования при помощи двух или трех порций растворителя (см. 4.2) по 100 $см^3$ каждая, центрифугирования, декантации, выпаривания (см. 5.4) растворителя из объединенной порции всех полученных экстрактов и окончательного высушивания в токе азота.

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

8.2 Разделение триацилглицеролов методом газовой хроматографии высокого разрешения

Анализируемые образцы [масло какао; жир, экстрагированный из шоколада; СРМ 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 или аналогичное оборудование, 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 примерно 0,2 г анализируемого образца, помещают в мерную колбу объемом 20 $см^3$ (см. 5.6), доводят до отметки подходящим растворителем для жиров (см. 4.2). 1 $см^3$ полученного раствора переносят пипеткой (см. 5.5) в другую мерную колбу объемом 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 выполняются требования пригодности системы (см. 10.2).

8.3 Идентификация

Идентификацию пяти основных триацилглицеролов [1,3-дипальмитоил-2-олеоилглицерол (POP), 1-пальмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерол (POS), 1-пальмитоил-2,3-диолеоилглицерол (POO), 1,3-дистеароил-2-олеоилглицерол (SOS) и 1-стеароил-2,3-диолеоилглицерол (SOO)] анализируемого образца осуществляют путем сравнения их времени удерживания со временем удерживания триацилглицеролов СРМ масла какао (см. 4.1). В целом триацилглицеролы выходят в порядке увеличения количества атомов углерода и увеличения числа двойных связей при одинаковом числе атомов углерода. Порядок выхода триацилглицеролов масла какао приведен на рисунке А.1 (приложение А).

9 Вычисления

9.1 Определение факторов отклика

Определяют факторы отклика триацилглицеролов POP, POS, POO, SOS и SOO инжекцией раствора СРМ масла какао при экспериментальных условиях, идентичных тем, которые используются при анализе образцов. Вычисляют процентное содержание каждого из пяти триацилглицеролов по следующим формулам:

$$P_{\text{ref},i} = \frac{A_{\text{ref},i}}{\Sigma A_{\text{ref},i}} \cdot 100\ \%, \quad (1)$$

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

где $P_{\text{ref},i}$ — процент i-го триацилглицерола в СРМ масла какао (по площадям пиков);

$A_{\text{ref},i}$ — площадь пика i-го триацилглицерола в СРМ масла какао;

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

F_i — фактор отклика i-го триацилглицерола в СРМ масла какао;

$w_{\text{ref},i}$ — значение массовой доли i-го триацилглицерола в СРМ масла какао, %, указанное в сертификате [2]. Результаты округляют до двух десятичных знаков.

9.2 Вычисление процентного содержания триацилглицеролов

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

$$w_{\text{test},i} = \frac{F_i \cdot A_{\text{test},i}}{\Sigma(F_i \cdot A_{\text{test},i})} \cdot 100\ \%, \quad (3)$$

где $w_{\text{test},i}$ — массовая доля i-го триацилглицерола в тестируемом образце, %;

$A_{\text{test},i}$ — площадь пика соответствующего i-го триацилглицерола в тестируемом образце;

F_i — фактор отклика i-го триацилглицерола, определенный по 9.1.

Результаты округляют до двух десятичных знаков.

9.3 Заключение, является ли образец чистым маслом какао

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

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

(остаточное стандартное отклонение = 0,125).

Принцип 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 приведут 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 триацилглицеролов 74 проанализированных и валидированных подлинных образцов какао-масел [4]. Для стандартизации применяемого аналитического метода при определении профилей триацилглицеролов был использован СРМ масла какао (см. 4.1).

В 99 % случаев чистое масло какао соответствует

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

Значение POP, большее чем определяемое (5), означает, что образец не является чистым маслом какао. Преимущество разработанного подхода состоит в том, что при использовании СРМ 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 СРМ масла какао автоматически связывает полученные в лаборатории результаты с базой данных триацилглицеролов масла какао и разработанным правилом [см. формулу (5)].

10 Процедурные требования

10.1 Общие положения

Процедура хроматографического анализа, помимо других факторов, зависит от оборудования, типа, степени износа, производителя колонки, способа введения анализируемого раствора, объема инжектируемой пробы и детектора. Могут использоваться колонки различной длины и производителей, а также варьироваться объемы инжектируемых проб, если выполняются требования пригодности системы (см. 10.2).

10.2 Пригодность хроматографической системы

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

a) Разрешение

Хроматографическая система должна быть способной разделять критические пары POS/POO и SOS/SOO с разрешением не менее 1,0. В противном случае условия хроматографирования (например, объем инжектируемой 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 триацилглицеролов незначительно отличаются от единицы, необходимо проанализировать СРМ масла какао, применяя стандартные условия хроматографирования. Опыт показывает, что для нормально функционирующей системы факторы отклика пяти основных триацилглицеролов (POP, POS, POO, SOS, SOO) варьируются в диапазоне от 0,80 до 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 триацилглицеролов — POP, POS, SOS (нормализованных к 100 %).

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными 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 до 25,37 г/100 г;

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

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

11.3 Воспроизводимость

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

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

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

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

Примечание — Пределы повторяемости и воспроизводимости, полученные в ходе межлабораторных испытаний, являются индикативными и могут применяться для значений содержания триацилглицеролов за пределами указанных диапазонов (данные расширенных исследований [4]).

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

a) всю информацию, необходимую 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, вместе с подробностями любых инцидентов, 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 году 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 ЭМК 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[1)]. Пример профиля триацилглицеролов ЭМК масла какао приведен на рисунке А.1. Данные прецизионности приведены в таблицах А.2—А.5.

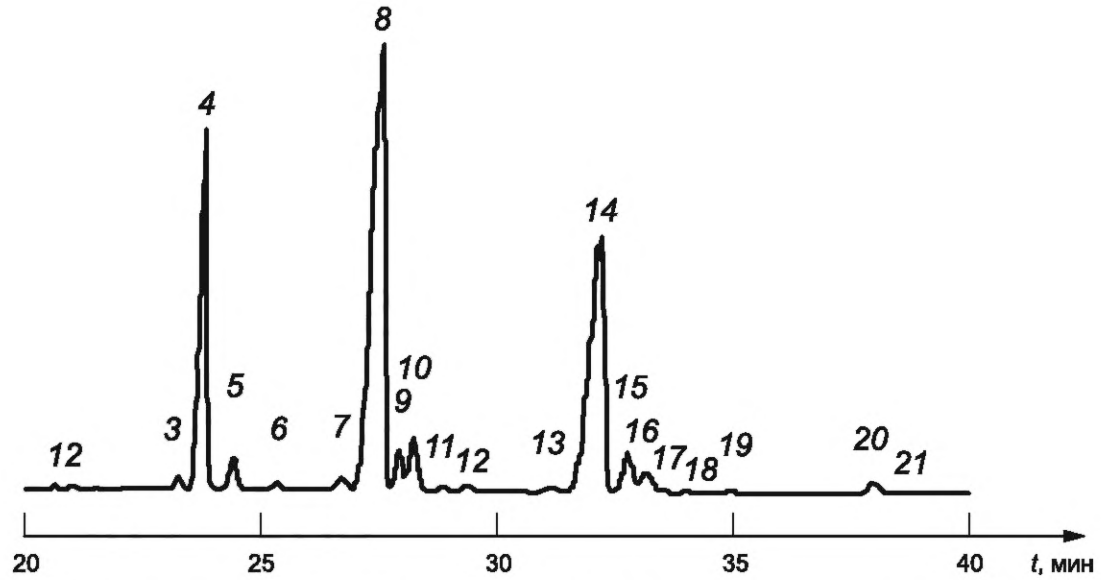
Таблица А.1 — Приемлемые газохроматографические условия, используемые для анализа триацилглицеролов масла какао, эквивалентов масла какао, смесей масла какао/эквивалентов масла какао и шоколада

Возможный метод	1	2	3	4	5
Характеристики колонки:					
- неподвижная фаза	DB-17HT	RTx-65TG	CB-TAP	RTx-65TG	CB-TAP
- длина, м	30	30	25	30	25
- внутренний диаметр, мм	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
- толщина пленки, мкм	0,15	0,1	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
- программируемая скорость 1, °С/мин	50	1	10	50	1
- температура 1, °С/время поддержания, мин	300/0	—	320/0	330/2	—
- программируемая скорость 2, °С/мин	30	—	2	1	—
- температура 2, °С/время поддержания, мин	—	—	—	—	—
- программируемая скорость 3, °С/мин	—	—	—	—	—
- конечная температура, °С/время поддержания, мин	350/30	360/3	360/6	350/5	360/10
- температура инжектора, °С	Термостат	390	370	Термостат	360
- температура детектора, °С	360	370	370	355	360
Режим введения	В колонку	С делением потока	С делением потока	В колонку	С делением потока
Газ-носитель:					
- тип	H_2	H_2	H_2	He	He
- давление, кПа	—	120	100	—	150
- скорость потока, $см^3$/мин	0,8	—	—	0,8	—
Проба					
- концентрация, мг/$см^3$	0,3	50	12,5	0,3	—
- вводимый объем, $мм^3$	0,5	0,1	0,6	0,5	1

[1)] Эти типы колонок являются примерами подходящих коммерчески доступных изделий. Данная информация приведена для удобства применения настоящего стандарта, не является рекламной поддержкой ISO данных изделий и не исключает возможность использования других изделий с аналогичными свойствами.

Окончание таблицы А.1

Возможный метод	6	7	8	9	10	11
Характеристики колонки:						
- неподвижная фаза	RTx-65TG	CB-TAP	DB-17HT	CB-TAP	CB-TAP	CB-TAP
- длина, м	30	25	30	25	25	25
- внутренний диаметр, мм	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25	0,25
- толщина пленки, мкм	0,1	0,1	0,15	0,1	0,1	0,1
Температурный режим (термостат):						
- начальная температура, °С/время поддержания, мин	200/0	100/0,1	50/2	200/2	100/1	200/2
- программируемая скорость 1, °С/мин	15	70	50	20	30	12
- температура 1, °С/время поддержания, мин	360/0	—	300/1	320/0	300/2	—
- программируемая скорость 2, °С/мин	1	—	10	1	30	—
- температура 2, °С/время поддержания, мин	—	—	340/2	—	—	—
- программируемая скорость 3, °С/мин	—	—	0,5	—	—	—
- конечная температура, °С/время поддержания, мин	370/0	350/21	345/26	360/10	340/35	350/10
- температура инжектора, °С	390	Термостат	50	65-220-370	100	—
- температура детектора, °С	390	360	360	370	360	360
Режим введения	С делением потока	В колонку	В колонку	В колонку	В колонку	В колонку (горячий)
Газ-носитель:						
- тип	H_2	H_2	H_2	He	H_2	H_2
- давление, кПа	150	—	120	90	150	—
- скорость потока, $см^3$/мин	—	1	—	—	—	2,4
Проба						
- концентрация, мг/$см^3$	10	15	0,5	1—2	0,5	0,65
- вводимый объем, $мм^3$	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 триацилглицеролов сертифицированного стандартного образца масла какао

Экспериментальные условия

Газохроматографическая колонка:	кварцевая капиллярная колонка 25 м × 0,25 мм с 0,1 мкм Chrompack TAP.
Температура термостата колонки:	100 °С поддерживается в течение 1 мин; от 30 °С/мин до 340 °С поддерживается в течение 35 мин.
Ввод пробы:	холодный в колонку.
Детектор (ПИД):	360 °С.
Газ-носитель:	Н, 1,6 бар.
Вводимое количество:	0,5 мкл раствора концентрацией 0,5 мг/см^3.

Сокращения

PPP — трипальмитин.

MOP — 1-маргароил-2-олеоил-3-пальмитоилглицерол.

PPS — 1,2-дипальмитоил-3-стеароилглицерол.

POP — 1,3-дипальмитоил-2-олеоилглицерол.

PLP — 1,3-дипальмитоил-2-линолеоилглицерол.

PSS — 1-пальмитоил-2,3-дистеароилглицерол.

POS — 1-пальмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерол.

POO — 1-пальмитоил-2,3-диолеоилглицерол.

PLS — 1-пальмитоил-2-линолеоил-3-стеароилглицерол.

PLO — 1-пальмитоил-2-линолеоил-3-олеоилглицерол.

SSS — тристеарин.

SOS — 1,3-дистеароил-2-олеоилглицерол.

SOO — 1-стеароил-2,3-диолеоилглицерол.

SLS — 1,3-дистеароил-2-линолеоилглицерол.

OOO — триолеин.

SLO — 1-стеароил-2-линолеоил-3-олеоилглицерол.

SOA — 1-стеароил-2-олеоил-3-арахидоилглицерол.

AOO — 1-арахидоил-2,3-диолеоилглицерол.

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
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.

Таблица 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

Окончание таблицы А.3

	Шоколад с ЭМК			Шоколад без ЭМК		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
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

Таблица 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/КМ[c)]			2,09 % ЭМК/КМ[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

Окончание таблицы А.4

	2,06 % ЭМК/МК[a]			1,98 % ЭМК/МК[b]			2,04 % ЭМК/КМ[c]			2,09 % ЭМК/КМ[d]		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
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 × sR], 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/(ши + иллипе) [35/65].
[b] МК из Ганы смешано с ЭМК вида — средняя фракция пальмового масла/ши [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/ши/иллипе [50/25/25].

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

	4,0 % ЭМК/МК[a]			3,96 % ЭМК/МК[b]			4,04 % ЭМК/КМ[c]			4,00 % ЭМК/КМ[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

Окончание таблицы А.5

	4,0 % ЭМК/МК[a)]			3,96 % ЭМК/МК[b)]			4,04 % ЭМК/КМ[c)]			4,00 % ЭМК/КМ[d)]		
	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS	POP	POS	SOS
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/(ши + иллипе)» [35/65].
[b)] МК из Ганы смешано с ЭМК вида «средняя фракция пальмового масла/ши» [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/ши/иллипе» [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

[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

[3] ISO 5555:2001[1)], 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

[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

[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

[1)] Официальный перевод этого стандарта находится в национальных фондах стандартов.

УДК 663.918:006.354 МКС 67.190 IDT
67.200.10

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

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 24.06.2024. Подписано в печать 15.07.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

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

gost.e-ecolog.ru