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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 6321— 2024

ЖИРЫ И МАСЛА ЖИВОТНЫЕ И РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Определение температуры плавления в открытых капиллярах. Температура скольжения

(ISO 6321:2021, 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 Некоммерческой организацией «Ассоциация производителей и потребителей масложировой продукции» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 31 июля 2024 г. № 175-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 1 августа 2024 г. № 1012-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 6321—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2025 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 6321:2021 «Жиры и масла животные и растительные. Определение температуры плавления в открытых капиллярах. Температура скольжения» («Animal and vegetable fats and oils — Determination of melting point in open capillary tubes — Slip point», 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).

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

Дополнительная сноска в тексте стандарта, выделенная курсивом, приведена для пояснения текста оригинала

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 6321—2019

7 Некоторые элементы настоящего стандарта могут быть объектом патентных прав. Международная организация по стандартизации (ISO) не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех патентных прав

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, 2021
© 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

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 температуры плавления в открытых капиллярах. Температура скольжения

Animal and vegetable fats and oils. Determination of melting point in open capillary tubes. Slip point

Дата введения — 2025—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает два метода определения температуры плавления в открытых капиллярах, широко известной как температура плавления (скольжения), животных и растительных жиров и масел (далее — жиры).

Метод А применим только к животным и растительным жирам, которые при комнатной температуре находятся в твердом состоянии и не проявляют выраженного полиморфизма.

Метод В применим ко всем животным и растительным жирам, которые при комнатной температуре находятся в твердом состоянии и свойства полиморфизма которых неизвестны.

Метод определения температуры плавления проб пальмового масла приведен в приложении А.

Примечания

1 Применительно к жирам с выраженным полиморфизмом метод А будет давать различные и менее удовлетворительные результаты, чем метод В.

2 Жиры, проявляющие выраженный полиморфизм, представлены в основном маслом какао и жирами, содержащими заметные количества 2-ненасыщенных, 1,3-насыщенных триацилглицеринов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 661, Animal and vegetable fats and oils — Preparation of test sample (Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **температура плавления (скольжения) в открытых капиллярах** (slip melting point in open capillary tube): Температура, при которой столбик жира в открытом капилляре начинает подниматься в соответствии с условиями, установленными в настоящем стандарте.

4 Сущность метода

Капилляр, в котором находится столбик жира, кристаллизовавшегося в контролируемых условиях, погружают на установленную глубину в воду, температуру которой увеличивают с заданной скоростью. Температуру, при которой наблюдается начало подъема столбика жира в капилляре, регистрируют.

Издание официальное

5 Оборудование

Используют стандартное лабораторное оборудование*, в том числе перечисленное ниже.

5.1 Капилляры, открытые с обеих сторон, внутренним диаметром от 0,9 до 1,2 мм, наружным диаметром от 1,2 до 1,6 мм, толщиной стенки от 0,15 до 0,30 мм и длиной от 50 до 70 мм[2)].

Перед применением капилляры тщательно промывают последовательно хромовой смесью, водой, ацетоном или альтернативным подходящим очищающим раствором, например, можно использовать перекись водорода. Капилляры сушат в сушильном шкафу. Рекомендуется использовать новые капилляры.

5.2 Термометр, с ценой деления 0,1 °С, градуированный в диапазоне ожидаемых температур плавления.

5.3 Мешалка электрическая.

5.4 Охлаждающая баня, с термостатическим контролем, наполненная соляным раствором или другой незамерзающей жидкостью, температура в которой поддерживается термостатом в диапазоне от минус 10 °С до минус 12 °С, или наполненная смесью дробленого льда и соли (в соотношении 2 : 1 по массе) с температурой от минус 10 °С до минус 12 °С.

5.5 Нагревательное оборудование, состоящее из следующих элементов:

a) водяная рубашка, изготовленная из стекла, оснащенная входной и выходной трубками, имеющая форму и размеры, соответствующие рисунку 1;

b) нагреватель водяной, обеспечивающий подачу в водяную рубашку [5.5a)] медленной струи воды, скорость увеличения температуры которой можно регулировать в диапазоне от 0,5 °С/мин до 4 °С/мин.

Пример подходящего нагревателя показан на рисунке 2.

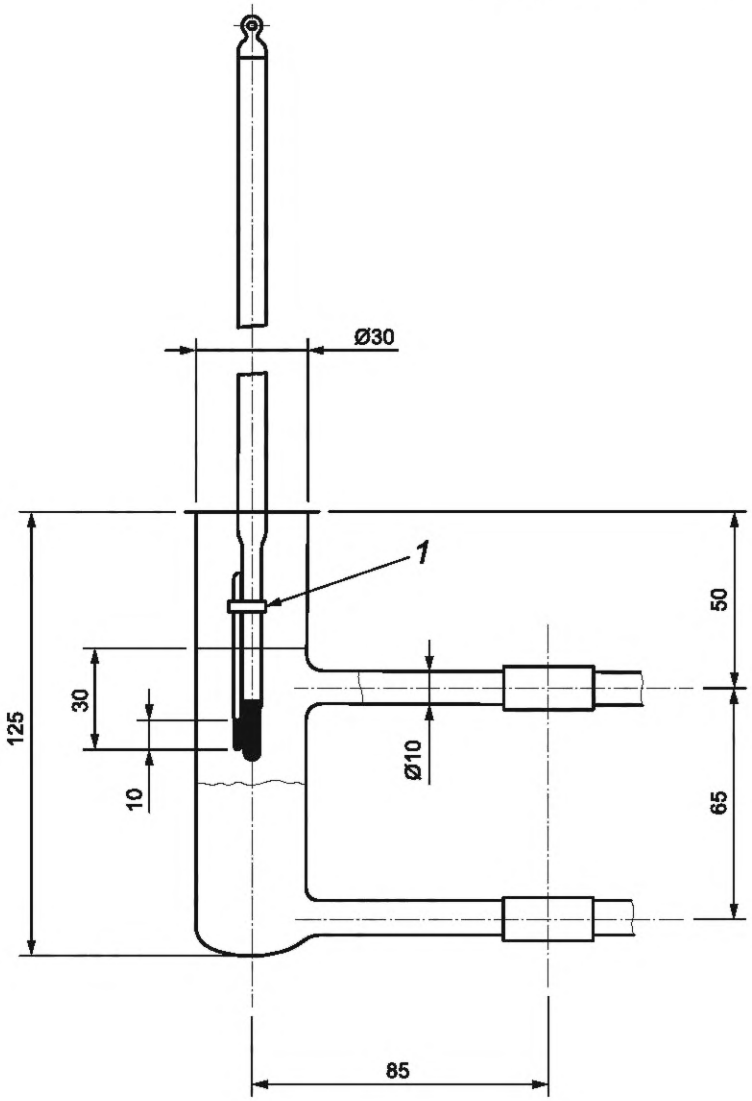
Также могут быть использованы нагреватели других типов, такие как, например, водяная баня с магнитной мешалкой, обеспечивающие регулирование повышения температуры с заданной скоростью [5.5b)].

---

* *При проведении исследования могут быть использованы приборы для определения температуры плавления фирмы «Mettler Toledo AG» типов MP55 и MP80. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламной поддержкой данных приборов. При проведении исследования также могут быть использованы аналогичные приборы для определения температуры плавления, при условии, что характеристики метрологической точности приборов удовлетворяют точности метода.*

[1)] Артикул 1411022 от Hilgenberg (gost.e-ecolog.ru), артикул 2930201 от Marienfeld (gost.e-ecolog.ru) и артикул 9201570 от Hirschmann (gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru ляются примерами подходящей продукции от поставщиков капилляров. Эта информация приведена для удобства пользователей настоящего документа и не является рекламной поддержкой продукции данных поставщиков.

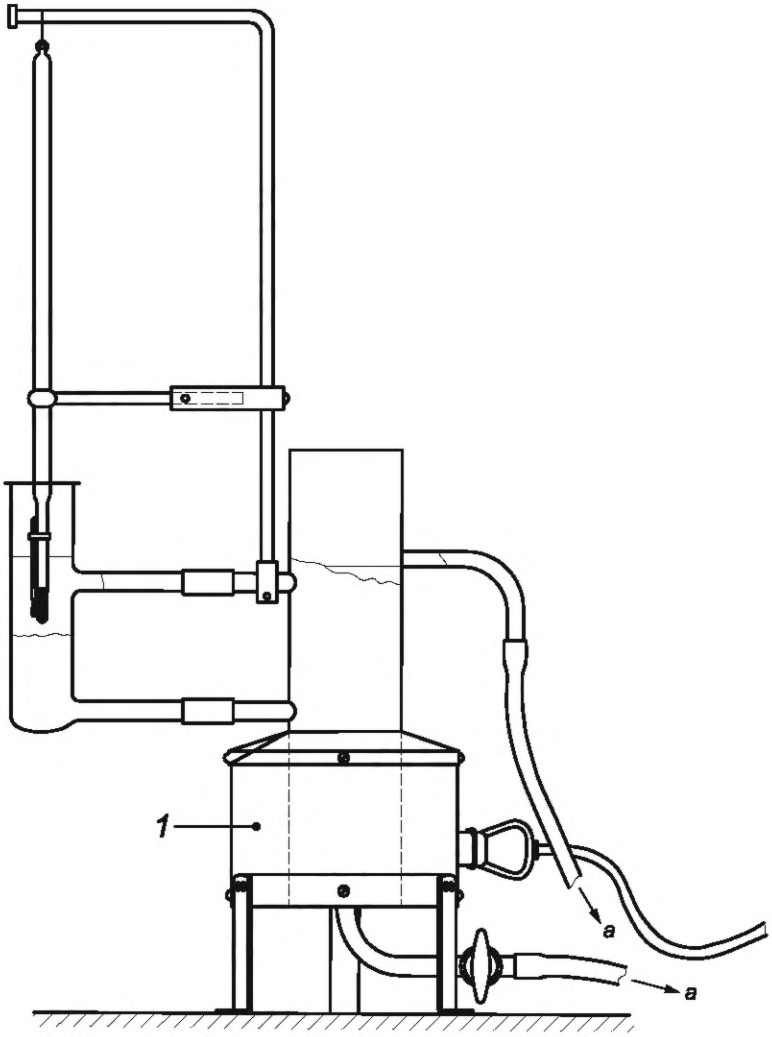
Размеры в миллиметрах



1 — резиновая лента

Рисунок 1 — Водяная рубашка

Размеры в миллиметрах



1 — нагревательный элемент (220 Вт); *a* — в слив

Рисунок 2 — Пример нагревателя (нагревание с помощью естественной конвекции)

6 Отбор проб

В лабораторию следует направлять представительную пробу. Она не должна быть повреждена или изменена во время транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приведен в ISO 5555 [1].

7 Подготовка пробы для испытания

Анализируемую пробу подготавливают в соответствии с ISO 661.

8 Проведение испытания

8.1 Подготовка капилляров для метода А

Расплавляют часть испытуемой пробы максимально быстро при температуре, не менее чем на 5 °С и не более чем на 10 °С превышающей температуру, при которой происходит полное расплавление.

Погружают два капилляра (5.1) в расплавленную пробу, пока в них не поднимутся столбики жира высотой (10 ± 2) мм. Сразу после наполнения капилляров быстро стирают жир, попавший на наружную поверхность капилляров, фильтровальной бумагой (впитывающей тканью). Затем помещают наполненные капилляры на несколько секунд в стакан со льдом, чтобы жир застыл.

Помещают капилляры в охлаждающую баню (5.4) на 5 мин.

Продолжают в соответствии с 8.3.

8.2 Подготовка капилляров для метода В

Расплавляют часть испытуемой пробы максимально быстро при температуре, не менее чем на 5 °С и не более чем на 10 °С превышающей температуру, при которой происходит полное расплавление.

Охлаждают расплавленную пробу при периодическом помешивании, пока ее температура не достигнет 32 °С — 34 °С, затем непрерывно перемешивают с помощью мешалки (5.3), давая жиру остыть до появления первых признаков мутности.

Продолжают перемешивание вручную, пока жир не приобретет консистенцию пасты, затем переносят его в химический стакан вместимостью 100 $см^3$ при температуре (17 ± 2) °С.

Выдерживают жир при этой температуре в течение не менее 24 ч.

Вдавливают четыре капилляра (5.1) в подготовленный жир так, чтобы столбик жира достиг (10 ± 2) мм. После этого быстро стирают жир, попавший на наружную поверхность капилляров, фильтровальной бумагой (впитывающей тканью).

Хранят капилляры при температуре (17 ± 2) °С до проведения определения.

8.3 Определение

8.3.1 Стараясь не нагреть жир от тепла рук, берут по два капилляра, подготовленные для метода А (8.1) или для метода В (8.2) и соединяют с термометром (5.2) с помощью небольших резиновых полосок (или другого подходящего средства, например, резинового кольца) так, чтобы столбики жира располагались в нижней части капилляров, рядом с шариком термометра.

8.3.2 Наполняют водяную рубашку [5.5a)] и водяной нагреватель [5.5b)] предварительно прокипяченной водой, охлажденной до 15 °С. Подвешивают или вставляют в зажим термометр с присоединенными к нему капиллярами посередине водяной рубашки так, чтобы нижние концы капилляров располагались на расстоянии 30 мм от поверхности воды.

8.3.3 Включают нагреватель (5.5) так, чтобы медленная струя воды проходила через водяную рубашку, регулируя нагревание таким образом, чтобы скорость повышения температуры воды, измеряемой термометром в водяной рубашке, составляла от 3 °С/мин до 4 °С/мин для метода А и 1 °С/мин для метода В.

8.3.4 Для каждого из пары капилляров регистрируют значение температуры, показанное термометром сразу после того, как столбик жира начнет подниматься в капилляре.

8.3.5 Вычисляют среднее арифметическое двух полученных показаний. Для метода А среднее арифметическое берут как результат одного определения.

8.3.6 Для метода В повторяют операции, описанные в 8.3.1—8.3.3, используя оставшиеся два капилляра (8.2), снижая скорость повышения температуры до 0,5 °С/мин, начиная с момента когда температура воды будет на 5 °С ниже среднего показания, определенного по 8.3.5. Для каждого из двух капилляров регистрируют значение температуры, показанное термометром сразу после того, как столбик жира начнет подниматься в капилляре. Записывают среднее арифметическое двух полученных показаний и берут его как результат одного определения.

8.4 Количество определений

Выполняют два определения на одной и той же пробе [т. е. получают два средних показания для метода А (8.3.5) и два средних показания для метода В (8.3.6)].

9 Представление результатов

За результат принимают среднее арифметическое от двух определений.

Результат температуры плавления в открытых капиллярах выражают с точностью до 0,1 °С.

10 Точность

10.1 Межлабораторные испытания

Информация о межлабораторных испытаниях по определению точности метода приведена в приложении В. Значения, полученные в результате данных межлабораторных испытаний, не могут быть применимы к другим образцам, кроме тех, которые указаны в данном приложении.

10.2 Повторяемость

Абсолютное значение разности между двумя независимыми результатами одного испытания, полученными при применении одного и того же метода, на одном и том же испытуемом материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, с использованием одного и того же оборудования в течение короткого промежутка времени, не должно более чем в 5 % случаев превышать значения 0,5 °С для метода А и 1,0 °С для метода В.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующее:

a) наименование пробы;

b) настоящий стандарт, включая год издания;

c) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

d) сведения об используемом методе отбора проб, если известно;

e) сведения об используемом методе испытания (т.е. метод А или метод В по ISO 6321);

f) любые детали, не указанные в настоящем стандарте или рассматриваемые как необязательные, а также все особенности, которые могли повлиять на результат(ы) испытания;

g) информацию о полученном(ых) результате(ах) или, если выполнены условия повторяемости, информацию о полученном окончательном результате;

h) любые отклонения от процедуры;

i) любые наблюдаемые необычные особенности;

j) дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Метод для проб пальмового масла

Расплавляют пробу и фильтруют ее через фильтровальную бумагу. Фильтрование проводят в сушильном шкафу, установленном на температуру 60 °С, чтобы избежать кристаллизации пробы. Оставляют профильтрованную пробу в сушильном шкафу на 10 мин, пока из нее не выйдут все пузырьки воздуха.

Погружают три чистых капилляра в расплавленную пробу так, чтобы в них поднялись столбики жира на высоту приблизительно 10 мм. Сразу же охлаждают капилляры с жиром, прижимая их к куску льда и поворачивая, пока жир не застынет. Не допускают соприкосновения открытого конца капилляра со льдом. Быстро протирают капилляры тонкой фильтровальной бумагой. Помещают капилляры в пробирку, которая стоит в стакане с водой, находящейся в равновесии при температуре (10 ± 1) °С в водяной бане с термостатом. Стакан в водяной бане выдерживают в течение 16 ч при температуре (10 ± 1) °С.

Для определения выполняют процедуры в соответствии с 8.3.1—8.3.3. Регулируют скорость повышения температуры в водяной рубашке на уровне 1 °С/мин, снижая ее до 0,5 °С/мин по мере достижения температуры плавления. Регистрируют значения температуры, показанные термометром, как только жир начинает подниматься в каждом из капилляров.

Берут среднее арифметическое из трех полученных показаний как результат одного определения.

Приложение В
(справочное)

Результаты межлабораторного исследования

Два межлабораторных исследования были выполнены на международном уровне в 1982 г. и 1986 г. Техническим комитетом ISO/TC 34/SC 11, в которых приняли участие 20 лабораторий [каждая из которых выполнила по три определения на каждой пробе (колонки 2, 3 и 8)] и 15 лабораторий [каждая из которых выполнила по три определения на каждой пробе (колонки 4—7)], и дали статистические результаты в соответствии с ISO 5725:1986[2)], показанные в таблице В.1.

Результаты межлабораторных испытаний на пробах пальмового масла приведены в таблицах В.2 и В.3.

Таблица В.1 — Статистические результаты

	Метод А		Метод В				
	Пальмоядровое масло	Гидрогенизированное соевое масло	Масло какао	Пальмовое масло	Гидрогенизированное кокосовое масло	Гидрогенизированное пальмовое масло	Гидрогенизированное пальмовое масло
1	2	3	4	5	6	7	8
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	18	18	14	14	13	13	18
Среднее значение, °С	27,6	35,4	31,4	36,3	37,1	45,5	47,5
Стандартное отклонение повторяемости s_r, °С	0,15	0,14	0,29	0,35	0,30	0,13	0,15
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,5	0,4	0,9	1,0	0,8	0,3	0,3
Предел повторяемости r ($2{,}8s_r$), °С	0,4	0,4	0,8	1,0	0,8	0,4	0,4
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, °С	0,31	0,75	2,0	2,5	0,9	0,5	0,77
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	1,1	2,1	6,4	6,9	2,5	1,1	1,7
Предел воспроизводимости R ($2{,}8s_R$), °С	0,9	2,1	5,7	7,1	2,6	1,4	2,2

[2)] ISO 5725:1986 (в настоящее время отменен) был использован для получения показателей точности.

Таблица B.2 — Сопоставление методов, использующих пробы пальмового масла

Пробы		Температура плавления		
		MS 817:1989 AOCS Cc 3-25[a]	ISO 6321	
			Метод A	Метод B
Пальмовое масло, RBD (рафинированное, отбеленное и дезодорированное)	1	36,8	38,2	36,5
	2	35,3	37,4	35,5
	3	35,2	37,7	35,5
	4	36,6	38,0	36,5
	5	35,6	37,5	35,5
Пальмовый олеин, RBD	1	22,3	24,4	25,5
	2	22,2	24,4	25,5
	3	22,5	24,3	25,5
	4	22,5	24,2	24,9
	5	22,3	24,2	24,9
Пальмовый стеарин, RBD	1	51,6	51,8	51,5
	2	52,8	51,8	52,8
	3	46,0	44,8	45,0
	4	52,3	52,8	53,4
	5	51,0	51,0	51,5
Сырое пальмовое масло	1	35,8	35,6	
	2	35,3	36,6	
	3	35,8	36,4	
	4	35,0	35,8	
	5	35,8	36,8	
Сырое пальмоядровое масло	1	27,8	27,7	27,6
	2	26,6	27,8	27,6
	3	26,7	26,7	27,0
	4	26,8	26,7	27,0
	5	27,0	27,5	27,4
Пальмоядровое масло, RBD	1	27,8	27,8	28,2
	2	27,8	27,6	27,6
	3	27,7	27,5	28,0
	4	27,8	27,2	28,0
	5	27,6	27,3	27,8
Пальмоядровый олеин, RBD	1	26,2	25,8	26,0
	2	23,4	23,3	23,8
	3	23,5	23,4	23,8
	4	23,4	23,4	23,8
	5	24,6	24,4	24,5
Пальмоядровый стеарин, RBD	1	32,2	32,2	33,0
	2	32,2	32,8	33,0
	3	39,3	38,5	39,4
	4	33,3	33,0	33,2
	5	32,3	33,6	33,2

[a] Малазийский стандарт MS 817:1989 [3]. AOCS Official Method Cc 3-25 [4].

Таблица В.3 — Сопоставление методов, использующих пробы пальмового масла

	Пальмовое масло	Пальмовый олеин	Пальмовый стеарин
Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	10	11	11
Среднее значение, °С	37,4	20,5	52,1
Стандартное отклонение повторяемости s_r, °С	0,23	0,15	0,09
Коэффициент вариации повторяемости, %	0,6	0,7	0,2
Предел повторяемости r (2,8s_r), °С	0,64	0,42	0,25
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, °С	0,78	0,98	0,54
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	2,1	4,8	1,0
Предел воспроизводимости R (2,8s_R), °С	2,2	2,7	1,5

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственым стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 661	IDT	ГОСТ ISO 661—2016 «Жиры и масла животные и растительные. Приготовление пробы для испытания»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] ISO 5555 — Animal and vegetable fats and oils — Sampling
(Жиры и масла животные и растительные. Отбор проб)

[2] ISO 5725:19861* — Precision of test methods — Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests
(Прецизионность методов испытаний. Определение повторяемости и воспроизводимости результатов стандартного метода с помощью межлабораторных испытаний)

[3] MS 817:1989 — The determination of melting point in open capillary tubes (slip point) for palm oil products
[Определение температуры плавления в открытых капиллярах (температура скольжения) для продукции на основе пальмового масла]

[4] AOCS Official Method Cc 3-25 — Slip melting point AOCS standard open tube melting point (updated 1992)
[Температура плавления (скольжения) в открытых капиллярах (издание 1992)]

* Заменен на ISO 5725-1:2023, ISO 5725-2:2019, ISO 5725-3:2023, ISO 5725-4:2020, ISO 5725-5:1998, ISO 5725-6:1994.

УДК 536.4.032:006.354 МКС 67.200.10 IDT

Ключевые слова: масла растительные, жиры животные, температура плавления, капилляр, столбик жира

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 05.08.2024. Подписано в печать 13.08.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40.

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