ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 23275-2 — 2013

Жиры и масла животные и растительные

ЭКВИВАЛЕНТЫ МАСЛА КАКАО В МАСЛЕ КАКАО И ШОКОЛАДЕ

Часть 2

Определение количества эквивалентов масла какао

ISO 23275-2:2006
Animal and vegetable fats and oils – Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate – Part 2: Quantification of cocoa butter equivalents (IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИКП Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

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. № 220-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 23275-2:2006 «Жиры и масла животные и растительные. Эквиваленты масла какао в масле какао и шоколаде. Часть 2. Определение количества эквивалентов масла какао» (ISO 23275-2:2006 «Animal and vegetable fats and oils – Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate – Part 2: Quantification of cocoa butter equivalents»).

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

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0–2012 (раздел 8). 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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии 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

Введение

«Эквивалентны 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 затруднено. Эквиваленты масла какао по определению должны быть жирами с низким содержанием лауриновой кислоты, высоким содержанием симметричных мононенасыщенных триацилглицеридов типа 1,3-дипалмитоил-2-олеоилглице-рида, 1-палмитоил-2-олеоил-3-стеароилглицерида и 1,3-дистеароил-2-олеоил-глицерида, 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 ISO 23275-1 приведен метод определения наличия 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 2

Определение количества эквивалентов масла какао

Animal and vegetable fats and oils.
Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate. Part 2.
Quantification of cocoa butter equivalents

Дата введения—2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод количественного определения эквивалентов масла какао (далее – ЭМК) в масле какао (далее – МК) и шоколаде путем разделения триацилглицеридов капиллярной газожидкостной хроматографией высокого разрешения и последующей оценки данных при помощи регрессионного анализа с частичным применением метода наименьших квадратов.

Примечание – Наличие ЭМК в МК и шоколаде ниже уровня 0,6 % (при допущении, что содержание жиров в шоколаде составляет 30 %) может быть определено по методу, приведенному в ISO 23275-1. Различие методов состоит в количестве отдельных триацилглицеридов, используемых для обработки данных и в математической оценке данных. Наличие ЭМК устанавливают при помощи линейного регрессионного анализа, применяемого к соотношениям трех основных триацилглицеридовых фракций анализируемого жира. Количественное содержание ЭМК оценивается при помощи регрессионного анализа с частичным применением метода наименьших квадратов, применяемого к соотношениям пяти основных триацилглицеридов.

2 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

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

2.2 **содержание эквивалентов масла какао в масле какао (cocoa butter equivalents content of cocoa butter):** Массовая доля веществ в масле какао, определяемых по методу, установленному в настоящем стандарте.

Примечание – Выражается в г/100 г масла какао.

2.3 **содержание эквивалентов масла какао в шоколаде (cocoa butter equivalents content of chocolate):** Массовая доля веществ в шоколаде, определяемых по методу, установленному в настоящем стандарте.

Примечание – Выражается в г/100 г шоколада.

3 Сущность метода

Масло какао или жир, выделенный из шоколада, разделяется при помощи газовой хроматографии высокого разрешения на триацилглицеридные фракции в соответствии с их

молекулярной массой и степенью ненасыщенности. Количественное содержание ЭМК оценивают при помощи регрессионного анализа с частичным применением метода наименьших квадратов, применяемого к отдельным триацилглицеридовым фракциям 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.

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

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

4.3 Кислота соляная с концентрацией 8 моль/дм^3.

4.4 Фильтр[1)] гофрированный бумажный с диаметром 15 см.

5 Оборудование

5.1 Весы аналитические с ценой деления 0,1 мг.

5.2 Шкаф сушильный, способный поддерживать температуру 55 °С. Может использоваться сухой нагревательный блок.

5.3 Измельчитель[2)] пищевой (т. е. кухонный блендер с расположением двигателя выше принимающего контейнера для предотвращения плавления образцов).

5.4 Колбы мерные вместимостью 20 см^3.

5.5 Пипетки вместимостью 1 см^3.

5.6 Микрошприц с максимальной вместимостью 10 мм^3, ценой деления 0,1 мм^3 или автоматический пробоотборник.

5.7 Хроматограф газовый (ГХ), оснащенный встроенной в колонку холодной инжекционной системой и пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Допускается использование альтернативных инжекционных систем [например, целевой 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 условия эксперимента:

- колонка кварцевая хроматографическая: длина от 25 до 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, кварцевое стекло, покрытое термостойким 50 %-ным фенилметилполисилоксаном 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 условия эксперимента, применяемые в международном совместном определении, приведены в приложении А. Рабочие условия можно изменять для получения оптимального разделения триацилглицеридов в масле какао.

5.8 Система хроматографическая сбора и обработки данных.

[1)] Средний бумажный фильтр S&S 589 – пример подходящего имеющегося в продаже продукта. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

[2)] Philips HR2833 – пример подходящего имеющегося в продаже оборудования. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

5.9 Аппарат Сокслета со стандартными конусными соединениями и сифоном вместимостью около 100 $см^3$ (экстракционная гильза 33 мм × 88 мм), колбой Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ и кожух с регулируемой температурой.

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 масла какао для калибровки и проверки пригодности системы

Перед вскрытием и использованием 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 ампулу в течение 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 пробы 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

8.1.1 Выделяют жир и определяют его содержание в пробе шоколада (приготовленного по 7.2) путем экстрагирования при помощи аппарата Сокслета [4], как указано ниже.

В колбу вместимостью от 300 до 500 $см^3$ взвешивают от 4 до 5 г шоколада. Медленно при помешивании добавляют 45 $см^3$ кипящей воды для получения гомогенной суспензии. Добавляют 55 $см^3$ HCl (см. 4.3) и немного обезжиренного средства (стеклянные шарики, деревянная стружка и др.) для предотвращения интенсивного кипения и перемешивают. Накрывают часовым стеклом, медленно доводят раствор до кипения и кипятят в течение 15 мин. Часовое стекло промывают 100 $см^3$ воды. Фильтруют раствор через бумажный фильтр средней плотности (см. 4.4) или аналогичный, три раза промывая колбу водой. Продолжают промывание до тех пор, пока последняя порция фильтрата не будет содержать ионов хлора. Помещают фильтр с образцом в обезжиренную экстракционную гильзу и сушат в течение 2 ч в маленькой колбе при температуре 100 °С. Колбу закрывают тампоном из стекловаты.

В колбу Эрленмейера вместимостью 250 $см^3$ помещают немного обезжиренного средства (стеклянные шарики, деревянная стружка и др.) для предотвращения интенсивного кипения и сушат в течение 1 ч при температуре 100 °С. Охлаждают колбу до комнатной температуры в эксикаторе, затем взвешивают ее. Помещают экстракционную гильзу с высушенной пробой в аппарат Сокслета (см. 5.9), закрепив ее при помощи спиральных или стеклянных держателей. Промывают колбы, использованные для гидролиза и сушки, а также часовое стекло тремя порциями петролейного эфира по 50 $см^3$, добавляют смыв в экстракционную гильзу. Гидролизованную пробу подвергают экстракции в течение 4 ч, корректируя температуру таким образом, чтобы провести более 30 циклов экстракции.

Снимают колбу и выпаривают растворитель. Сушат колбу при температуре 102 °С до постоянной массы (1,5 ч). Охлаждают колбу в эксикаторе до комнатной температуры, затем взвешивают ее. Массу считают постоянной, если в последовательных периодах сушки по одному

часу потеря жира составляет менее 0,05 %. Расхождения между параллельными определениями жира должны быть в пределах 0,10 %.

Общее содержание жира в шоколаде C_{fat}, выраженное в г/100 г, вычисляют по формуле

$$C_{fat} = \frac{m_{fat} \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_{fat} – общее количество жира, полученное при экстракции, г;

m – масса анализируемой пробы шоколада, г.

Могут использоваться альтернативные процедуры экстрагирования (например, ускоренное экстрагирование растворителем, сверхкритическим углекислым газом или микроволновая экстракция) при условии, что получаются идентичные результаты.

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

8.2 Разделение триацилглицеридов методом газовой хроматографии высокого разрешения

Анализируемые пробы [масло какао; жир, экстрагированный из шоколада; ССМ масла какао (см. 4.1)] подогревают в сушильном шкафу (см. 5.2) до полного расплавления. Если жидкая проба содержит осадок, то пробу фильтруют внутри шкафа для получения прозрачного фильтрата. Пипетки, используемые для переноса пробы 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 анализируемой пробы, 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.

Вводят 0,5–1,0 $мм^3$ конечного анализируемого раствора (концентрация анализируемой пробы 0,5 мг/$см^3$) в хроматографическую систему высокого разрешения, используя холодную встроенную инжекционную систему.

Могут использоваться альтернативные значения объема и концентрации пробы, а также инжекторы (распылители) 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)] анализируемой пробы осуществляют путем сравнения их времени удерживания со временем удерживания триацилглицеридов ССМ масла какао (см. 4.1). В целом триацилглицериды появляются в порядке возрастания числа атомов углерода и увеличения ненасыщенности для одного и того же числа атомов углерода. Порядок элюирования триацилглицеридов для ССМ масла какао показан в приведенной для примера хроматограмме (см. рисунок А.1, приложение А).

9 Вычисление

9.1 Определение коэффициентов чувствительности

Определяют коэффициенты чувствительности триацилглицеридов POP, POS, POO, SOS и SOO введением раствора ССМ масла какао при экспериментальных условиях, идентичных тем, которые используются при анализе проб. Вычисляют процентное содержание каждого из пяти триацилглицеридов по формулам:

$$P_{ref,i} = \frac{A_{ref,i}}{\sum A_{ref,i}} \cdot 100\ \%, \quad (2)$$

$$F_i = \frac{w_{ref,i}}{P_{ref,i}}, \quad (3)$$

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].

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

9.2 Вычисление процентного содержания триацилглицеридов

Вычисляют процентное содержание триацилглицеридов POP, POS и SOS в тестируемой пробе по формуле

$$w_{test,i} = \frac{F_i \cdot A_{test,i}}{\sum (F_i \cdot A_{test,i})} \cdot 100\ \%, \quad (4)$$

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

F_i – коэффициент чувствительности, определенный по 9.1;

$A_{test,i}$ – площадь пика, соответствующая триацилглицериду i в тестируемой пробе.

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

9.3 Вычисление содержания эквивалентов масла какао в масле какао

Содержание ЭМК в масле какао $C_{CBE,CB}$, выраженное в г/100 г, вычисляют с использованием регрессионного анализа с частичным применением метода наименьших квадратов (5) для относительных пропорций пяти основных триацилглицеридов,
т. е. % POP + % POS + % POO + % SOS + % SOO = 100 % по (4):

$$C_{CBE,CB} = 37{,}439 + 1{,}175 \cdot POP - 1{,}939 \cdot POS - 0{,}121 \cdot POO + 0{,}982 \cdot SOS - 0{,}097 \cdot SOO. \quad (5)$$

Вычисления проводят до третьего десятичного знака. Результат округляют до второго десятичного знака, г/100 г.

Формула (5) была выведена с использованием калибровочного набора из 798 смесей МК/ЭМК, содержащих 10 %, 15 % и 20 % ЭМК. Обязательное использование ССМ масла какао для калибровочных целей и проверки пригодности системы обеспечивает высокую сопоставимость результатов, полученных отдельными испытательными лабораториями [5].

В 99 % случаев при использовании имеющихся в продаже жиров для формирования смеси ошибка определения не превышает ± 2,60 % относительно масла какао.

9.4 Вычисление содержания эквивалентов масла какао в шоколаде

Содержание ЭМК в шоколаде $C_{CBE,choc}$, выраженное в г/100 г шоколада, рассчитывают по формуле

$$c_{CBE,choc} = \frac{c_{fat} \cdot c_{CBE,CB}}{100}, \quad (6)$$

где c_{fat} – общее содержание жира в шоколаде, г/100 г, определенное по 8.1;

$c_{CBE,CB}$ – содержание ЭМК в масле какао, г/100 г, определенное по 9.3.

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

В 99 % случаев при использовании имеющихся в продаже жиров для формирования смеси ошибка определения не превышает ± 0,78 % относительно шоколада (предполагаемое содержание жира в шоколаде составляет 30 %).

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 разных производителей, различной длины, 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 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 случае отказа хроматографические условия (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 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) меняются 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.

11.2 Повторяемость

Абсолютная разность между результатами двух независимых единичных испытаний, полученных при использовании одного и того же метода и идентичного анализируемого материала, в

одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании, в течение короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать 0,721 г/100 г относительно масла какао и 0,216 г/100 г относительно шоколада (при предположении, что содержание жиров в шоколаде составляет 30 %).

Значения предела повторяемости *r,* установленные в проверке достоверности, приведены в таблицах А.2 – А.4 (Приложение А).

11.3 Воспроизводимость

Абсолютная разность между результатами двух независимых единичных испытаний, полученных при использовании одного и того же метода и идентичного анализируемого материала в разных лабораториях, разными операторами, с использованием одного и того же оборудования, будет не более чем в 5 % случаев превышать 1,719 г/100 г относительно масла какао и 0,516 г/100 г относительно шоколада (при предположении, что содержание жиров в шоколаде составляет 30 %).

Значения предела воспроизводимости *R,* установленные в проверке достоверности, приведены в таблицах А.2 – А.4 (Приложение А).

12 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если известно;

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 результат(ы) испытаний;

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

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Достоверность настоящего метода была подтверждена в 2002 г. в европейском межлабораторном испытании с 13 участниками [6], [7]. Метод был проверен для пределов ЭМК в шоколаде приблизительно 5 %, т. е. примеси 15, 25 и 30 г ЭМК/100 г масла какао, что соответствует 4,5; 7,5 и 9,0 г ЭМК/100 г шоколада (при допущении, что содержание жиров в шоколаде составляет 30 %).

В таблице А.1 приведены приемлемые газохроматографические условия[3)]. Пример профиля триацилглицеридов ССМ масла какао приведен на рисунке А.1. Данные прецизионности приведены в таблицах А.2 – А.4.

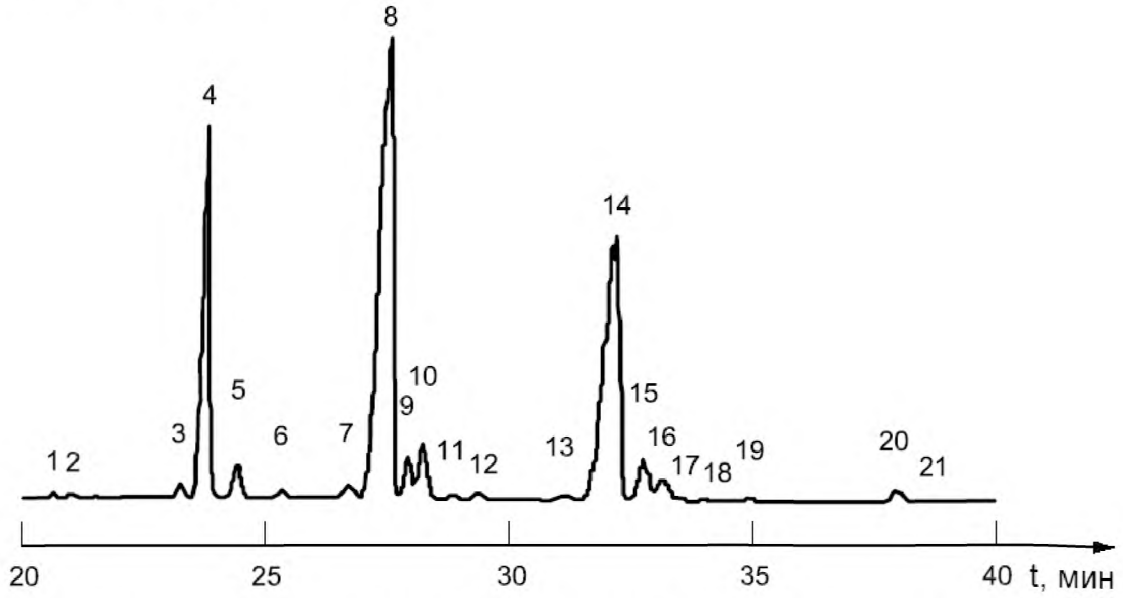
Т а б л и ц а А.1 – Приемлемые газохроматографические условия, используемые для анализа триацилглицеридов в масле какао, эквивалентах масла какао, смесях масла какао/эквивалентов масла какао и шоколаде

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	На колонку	С делением потока	С делением потока	На колонку	С делением потока
Газ-носитель:					
- тип	H_2	H_2	H_2	He	He
- давление, кПа	—	120	100	—	150
- скорость потока, мл/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

[3)] Эти типы колонок являются примерами подходящих коммерчески доступных продуктов. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Окончание таблицы А.1

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

Экспериментальные условия

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

	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 при давлении на выходе 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.
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.

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

Таблица А.2 – Данные прецизионности для проб шоколада и смесей масла какао/эквивалентов масла какао, приготовленных с использованием масла какао из Гренады и эквивалентов масла какао типа (средняя фракция пальмового масла)/(Масляное дерево + Орех бассия) (массовые доли 35 % и 65 %)

Образец	Образец шоколада	Низкий уровень	Средний уровень	Высокий уровень
Количество лабораторий	13	13	13	13
Количество выбросов	1	1	0	0
Количество приемлемых результатов	12	12	13	13
Среднее значение, г ЭМК/100 г МК	13,992	15,142	24,798	29,563
Истинное значение, г ЭМК/100 г МК	—	14,790	24,920	30,010
Смещение, г ЭМК/100 г МК	—	- 0,352	0,122	0,447
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,258	0,167	0,181	0,222
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,84	1,11	0,73	0,75
Предел повторяемости r [$r = 2,83 \cdot s_r$], г/100 г	0,721	0,469	0,506	0,623
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,614	0,357	0,410	0,541
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	4,39	2,36	1,65	1,83
Предел воспроизводимости R [$R = 2,83 \cdot s_R$], г/100 г	1,719	1,000	1,148	1,514

Таблица А.3 – Данные прецизионности для смесей масла какао/эквивалентов масла какао, приготовленных с использованием масла какао из Ганы и эквивалентов масла какао типа (средняя фракция пальмового масла (средняя фракция пальмового масла/(Масляное дерево) (массовые доли 50 % и 50 %)

Образец	Низкий уровень	Средний уровень	Высокий уровень
Количество лабораторий	13	13	13
Количество выбросов	2	1	0
Количество приемлемых результатов	11	12	13
Среднее значение, г ЭМК/100 г МК	16,627	25,871	30,686
Истинное значение, г ЭМК/100 г МК	15,070	24,900	30,010
Смещение, г ЭМК/100 г МК	- 1,557	- 0,971	- 0,676
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,214	0,258	0,158
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,29	1,00	0,51
Предел повторяемости r [$r = 2,83 \cdot s_r$], г/100 г	0,599	0,722	0,442
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,229	0,427	0,452
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	1,37	1,65	1,47
Предел воспроизводимости R [$R = 2,83 \cdot s_R$], г/100 г	0,640	1,196	1,265

Т а б л и ц а А.4 – Данные прецизионности для смесей масла какао/эквивалентов масла какао, приготовленных с использованием масла какао из Кот-д'Ивуар и эквивалентов масла какао типа (средняя фракция пальмового масла/Сал/Манго (массовые доли 50 %, 25 % и 25 %)

Образец	Низкий уровень	Средний уровень	Высокий уровень
Количество лабораторий	13	13	13
Количество выбросов	0	1	0
Количество приемлемых результатов	13	12	13
Среднее значение, г ЭМК/100 г МК	15,655	24,170	28,535
Истинное значение, г ЭМК/100 г МК	14,970	24,970	29,960
Смещение, г ЭМК/100 г МК	- 0,685	0,800	1,425
Стандартное отклонение повторяемости s_r, г/100 г	0,223	0,189	0,222
Относительное стандартное отклонение повторяемости, %	1,43	0,78	0,78
Предел повторяемости r [$r = 2,83 \cdot s_r$], г/100 г	0,625	0,530	0,621
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, г/100 г	0,309	0,356	0,406
Относительное стандартное отклонение воспроизводимости, %	1,98	1,47	1,42
Предел воспроизводимости R [$R = 2,83 \cdot s_R$], г/100 г	0,866	0,997	1,138

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] Official Methods of Analysis of AOAC International, AOAC Official Method 963.15: *Fat in Cacao Products,* 1995 (Жир в какао-продуктах)

[5] 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)

[6] 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)

[7] 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 663.91:006.034 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 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 2,33. Тираж 31 экз. Зак. 1794
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