

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
54652—
2011

**ЭКВИВАЛЕНТЫ МАСЛА КАКАО,
УЛУЧШИТЕЛИ МАСЛА КАКАО SOS-ТИПА,
ЗАМЕНИТЕЛИ МАСЛА КАКАО POP-ТИПА**

Метод определения температуры застывания

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров Российской академии сельскохозяйственных наук» (ГНУ «ВНИИЖ» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 238 «Масла растительные и продукты их переработки»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 801-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

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 применения1
2 Нормативные ссылки1
3 Термины и определения2
4 Сущность метода2
5 Средства измерений, вспомогательное оборудование2
6 Методы отбора проб2
7 Подготовка пробы для испытания2
8 Проведение испытания3
9 Оценка результатов измерения3
10 Метрологическая характеристика метода4
11 Оформление результатов измерений4
12 Требования безопасности при проведении работ4
13 Требования к квалификации оператора4
Приложение А (справочное) Прибор Дженсена5
Библиография6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ЭКВИВАЛЕНТЫ МАСЛА КАКАО, УЛУЧШИТЕЛИ МАСЛА КАКАО SOS-ТИПА,
ЗАМЕНители МАСЛА КАКАО POP-ТИПА

Метод определения температуры застывания

Cocoa butter equivalents, cocoa butter improvers of SOS-type, cocoa butter extenders of POP-type.
Method of determination of solidification point

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на эквиваленты масла какао, улучшители масла какао SOS-типа и заменители масла какао POP-типа и устанавливает метод определения в них температуры застывания в диапазоне измерений от 18 °С до 50 °С.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ Р 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 52179—2003 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля*

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

П р и м е ч а н и е — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

* Действует ГОСТ 32189—2013.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по [1], а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 затравочные кристаллы: Кристаллы жира в нужном полиморфном состоянии, вносимые в объем расплавленного жира для формирования центров кристаллизации.

4 Сущность метода

4.1 Метод заключается в определении температуры жира, соответствующей максимальному выделению скрытой теплоты кристаллизации при определенных условиях охлаждения и при введении затравочных кристаллов.

4.2 Условия проведения определения

При подготовке и проведении определения должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды от 19 °C до 21 °C;
- относительная влажность воздуха от 20 % до 80 %.

5 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Прибор Дженсена (см. приложение А) в том числе:

- пробирка стеклянная длиной $(190,00 \pm 0,25)$ мм, внутренним диаметром $(38,00 \pm 0,25)$ мм, внешним диаметром $(43,00 \pm 0,25)$ мм:
 - мешалка стеклянная длиной (350 ± 5) мм, диаметром стержня $(5,25 \pm 0,25)$ мм, диаметром кольца на нижнем конце $(25,00 \pm 0,25)$ мм (центр кольца соответствует центру стержня мешалки);
 - пробка резиновая длиной $(40,00 \pm 0,25)$ мм, нижним диаметром — $(38,00 \pm 0,25)$ мм, верхним диаметром — $(45,00 \pm 0,25)$ мм с центральным отверстием для термометра и боковым отверстием для мешалки;
 - сосуд стеклянный цилиндрический, использующийся в качестве воздушной рубашки, внешним диаметром $(100,00 \pm 0,25)$ мм, высотой $(228,00 \pm 0,25)$ мм с сужением в верхней части; размеры сужения: длина — $(50,00 \pm 0,25)$ мм, внешний диаметр — $(57,00 \pm 0,25)$ мм, внутренний диаметр — $(50,00 \pm 0,25)$ мм, с наличием слоя свинцовой дроби на его дне высотой $(20,5 \pm 2,5)$ мм;
 - пробка корковая диаметром $(70,00 \pm 0,25)$ мм с отверстием для пробирки;
 - стакан стеклянный или другой сосуд, использующийся в качестве водяной бани, высотой не менее 230 мм, внешним диаметром не менее 160 мм.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 — 2 шт., диапазон измерения 0 °C — 100 °C, цена деления 0,1 °C.

Секундомер.

Стаканы В-1-250, В-1-500 по ГОСТ 25336.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919, закрытого типа.

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности $\pm 0,1$ г или другие весы с тем же классом точности.

Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже и реактивов по качеству не ниже указанных.

6 Методы отбора проб

Отбор проб эквивалентов масла какао, улучшителей масла какао SOS-типа и заменителей масла какао РОР-типа осуществляют по ГОСТ Р 52179 (подраздел 5.1).

7 Подготовка пробы для испытания

Пробу эквивалентов масла какао, улучшителей масла какао SOS-типа или заменителей масла какао РОР-типа в количестве не менее 80 г помещают в высушенный стакан, нагревают до $(60,0 \pm 0,5)$ °C и выдерживают при этой температуре в течение 5 мин.

8 Проведение испытания

8.1 Переносят 75 г расплавленного жира из стакана в стеклянную пробирку, предварительно нагретую до $(47,5 \pm 2,5)$ °С.

Пробирку закрывают резиновой пробкой со вставленными в нее мешалкой и термометром так, чтобы центр ртутного шарика находился в жире на глубине $(40,0 \pm 2,5)$ мм от его поверхности, и помещают в воду, имеющую температуру $(57,5 \pm 2,5)$ °С, не менее чем на 15 мин (для полного расплавления жира).

8.2 Стеклянный сосуд, использующийся в качестве воздушной рубашки, на дне которого находится свинцовая дробь, помещают в стакан, использующийся в качестве водяной бани, наполненный водой температурой $(16,75 \pm 0,25)$ °С. Уровень воды в водяной бане должен достигать середины плеч воздушной рубашки. Воздушная рубашка должна находиться в водяной бане не менее 30 мин до начала тестирования.

8.3 Пробирку с жиром охлаждают на воздухе до температуры $(40,0 \pm 0,1)$ °С, после чего энергичным движением стеклянной мешалки добиваются слизывания жиром отверстия для мешалки в резиновой пробке для формирования затравочных кристаллов.

8.4 Пробирку с жиром помещают в воздушную рубашку, находящуюся в водяной бане температурой $(16,75 \pm 0,25)$ °С, закрепляя ее с помощью корковой пробки так, чтобы дно пробирки находилось на расстоянии (66 ± 5) мм от дна рубашки.

8.5 Поддерживая температуру водяной бани $(16,75 \pm 0,25)$ °С, продолжают охлаждение образца жира до $(35 \pm 0,1)$ °С без перемешивания, а затем включают секундомер и каждые 15 с (на 5-й, 20-й, 35-й и 50-й секунде каждой минуты) производят одно перемешивающее движение мешалкой (вверх и вниз) так, чтобы при движении вверх кольцо мешалки поднималось на $(32,5 \pm 7,5)$ мм выше уровня жира в пробирке (это необходимо для того, чтобы затравочные кристаллы, образовавшиеся на поверхности резиновой пробки, со стержнем мешалки попали в объем расплавленного жира для формирования центров кристаллизации). При перемешивании следует избегать попадания капель жира на стенки пробирки.

8.6 Когда температура жира опустится до 32 °С, начинают отмечать показания термометра каждую минуту, последовательно отмечая точки первого появления кристаллов, температурного минимума, температурного максимума. Перемешивание продолжают до тех пор, пока скорость подъема температуры жира не составит менее 0,1 °С в минуту или пока застывающий жир не станет слишком вязким для перемещения мешалки. Показания термометра регистрируют до тех пор, пока температура после достижения максимума не начнет падать или сохранится неизменной в течение более 5 мин.

9 Оценка результатов измерения

Строят кривую охлаждения, откладывая по оси ординат температуру (в масштабе 2 мм — 0,1 °С), а по оси абсцисс — время (в масштабе 2 мм — 1 мин).

Температурой застывания считают температуру, соответствующую максимуму на кривой охлаждения.

Наряду с температурой застывания по кривой охлаждения можно определять температурный минимум, продолжительность достижения температурных минимума и максимума (считая от исходного момента регистрации, когда температура жира составляла 32 °С), а также подъем температуры как разность между температурными максимумом и минимумом.

Результат измерения температуры застывания записывают с точностью до первого десятичного знака.

За окончательный результат измерения температуры застывания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений.

10 Метрологическая характеристика метода

10.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух измерений температуры застывания, выполненных одним методом на идентичном анализируемом продукте в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же оборудовании за короткий промежуток времени, не должно превышать значений пределов повторяемости, составляющих 1,8 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

10.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух измерений, выполненных одним методом на идентичном анализируемом продукте в двух различных лабораториях разными операторами с использованием различного оборудования, не должно превышать значений пределов воспроизводимости, составляющих 3,5 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

10.3 Показатели точности

Границы абсолютной погрешности Δ измерений температуры застывания составляет $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ при доверительной вероятности $P = 0,95$.

11 Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$t \pm \Delta, \quad (1)$$

где t — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений температуры застывания, $^{\circ}\text{C}$;

$\pm \Delta$ — абсолютная погрешность измерений температуры.

12 Требования безопасности при проведении работ

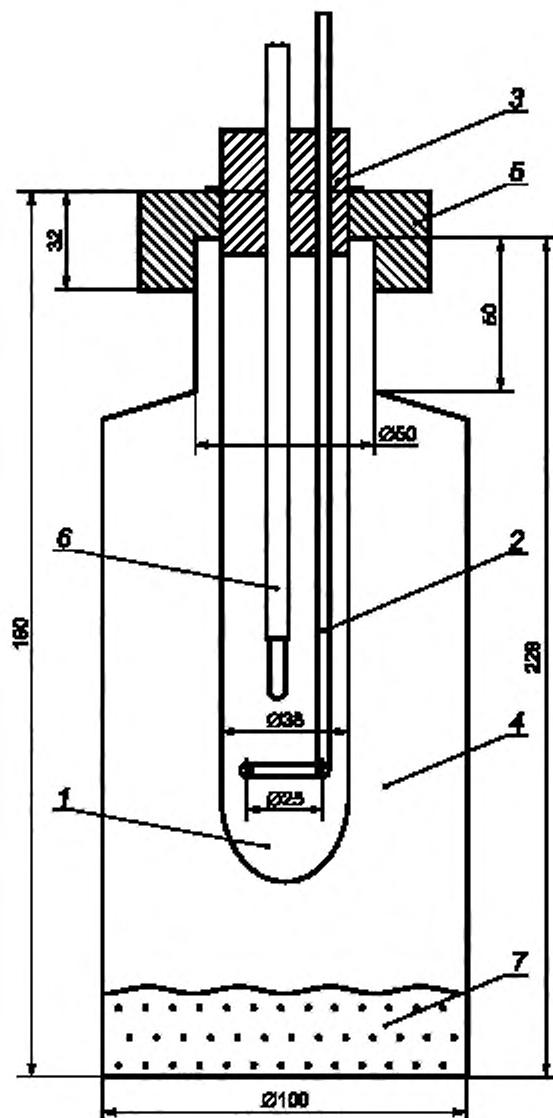
При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности и пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.018, электробезопасности при работе с электроустановками — по ГОСТ Р 12.1.019.

13 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений допускаются специалисты, изучившие методики и прошедшие обучение работе на приборах и инструктаж по технике безопасности, пожарной безопасности и электробезопасности при работе с электроустановками.

Приложение А
(справочное)

Прибор Дженсена



1 — пробирка стеклянная; 2 — мешалка стеклянная; 3 — пробка резиновая;
4 — сосуд стеклянный; 5 — пробка корковая; 6 — термометр; 7 — свинцовая дробь

Рисунок 1 — Прибор Дженсена

Библиография

[1] Федеральный закон Российской Федерации от 24 июня 2008 г. № 90-ФЗ. «Технический регламент на масложи-ровую продукцию»

УДК 665.334.94:006.354

ОКС 67.200.10

Ключевые слова: температура застывания, эквиваленты масла какао, улучшители масла какао SOS-типа, заменители масла какао POF-типа, затравочные кристаллы, прибор Дженсена.

Редактор *Ю.А. Растрогуева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 05.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84%. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,65.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru