ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52795— 2007 (ИСО 11817:1994)

КОФЕ ЖАРЕНЫЙ МОЛОТЫЙ

Определение массовой доли влаги Метод Карла Фишера

ISO 11817:1994
Roasted ground coffee — Determination of moisture content — Karl Fischer method (Reference method)
(MOD)

Издание официальное

БЗ 11—2007/410

Москва
Стандартинформ
2008

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Государственным научным учреждением «Научно-исследовательский институт пищеконцентратной промышленности и специальной пищевой технологии» Россельхозакадемии (ГНУ НИИПП и СПТ Россельхозакадемии) на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, который выполнен ФГУП «Стандартинформ»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 152 «Пищевые концентраты, натуральные ароматизаторы и красители»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2007 г. № 400-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11817:1994 «Кофе молотый жареный. Определение содержания влаги. Метод Карла Фишера (эталонный метод)» (ISO 11817:1994 «Roasted ground coffee — Determination of moisture content — Karl Fischer method (Reference method)». При этом дополнительные положения и требования, включенные в текст стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены в тексте стандарта курсивом.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок, указанные в дополнительном приложении Б

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом указателе «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

© Стандартинформ, 2008

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 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 1
4 Сущность метода . . . 1
5 Реактивы . . . 2
6 Средства измерений и оборудование . . . 2
7 Отбор проб . . . 3
8 Метод анализа . . . 3
8.1 Определение титра реактива Карла Фишера . . . 3
8.2 Подготовка стеклянной посуды . . . 3
8.3 Подготовка прибора для нагревания с обратным холодильником . . . 3
8.4 Проведение контрольного опыта . . . 3
8.5 Экстрагирование воды из анализируемой пробы кофе . . . 4
8.6 Подготовка прибора для титрования . . . 4
8.7 Проведение измерения . . . 4
8.8 Число измерений . . . 4
9 Обработка результатов измерений . . . 4
10 Требования к точности результатов измерений . . . 5
11 Протокол испытаний . . . 5
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний . . . 6
Приложение Б (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок . . . 7
Библиография . . . 8

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КОФЕ ЖАРЕНЫЙ МОЛОТЫЙ

Определение массовой доли влаги
Метод Карла Фишера

Roasted ground coffee. Determination of moisture content. Karl Fischer method

Дата введения — 2009—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к определению массовой доли влаги в жареном молотом кофе методом титрования Карла Фишера.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения (ISO 5725-1:1994, IDT)

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений (ISO 5725-2:1994, IDT)

ГОСТ Р 52089—2003 Кофе. Термины и определения (ИСО 3509:1989 «Кофе и продукты его переработки. Словарь», MOD)

ГОСТ 15113.0—77 Концентраты пищевые. Правила приемки, отбор и подготовка проб

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

Примечание — 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 ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по *ГОСТ Р 52089* и *ИСО 3509 [1]*, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля влаги:** Вода, экстрагированная с помощью безводного метанола методом, указанным в настоящем стандарте, выраженная в процентах (по массе).

4 Сущность метода

Метод основан на экстрагировании воды из анализируемой пробы кофе с помощью безводного метанола при температуре 65 °С (температура кипения) с обратным холодильником для исключения

Издание официальное

доступа влаги. После охлаждения аликвотную часть полученного экстракта титруют на приборе Карла Фишера до конечной точки реакции в соответствии с биамперометрическим методом.

Конечную точку реакции устанавливают электрометрическим анализом по остатку йода.

При определении массовой доли влаги методом Карла Фишера протекают следующие реакции: вода, присутствующая в пробе кофе, вступает в реакцию с йодом и диоксидом серы в присутствии спирта и амина.

$$H_2O + I_2 + SO_2 + ROH + 3R_nNH_{3-n} \rightarrow$$
$$2R_nNH_{3-n} \cdot HI + R_nNH_{3-n} \cdot HSO_4R,$$

где R — алкиловая или алкоксиловая группа.

5 Реактивы

Следует применять реактивы удостоверяемого аналитического качества, дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

5.1 Реактив Карла Фишера без пиридина, одно- или двухкомпонентная система.

5.2 Метанол с массовой долей влаги не более 0,01 %.

5.3 Молекулярное сито с отверстиями 0,3 нм, в форме зерна диаметром около 2 мм; насыпная плотность около 75 г/100 см^3.

6 Средства измерений и оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, в частности:

6.1 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (40 ± 5) °С, для постоянного хранения стеклянной посуды.

6.2 Весы лабораторные по *ГОСТ 24104*.

6.2.1 Весы лабораторные с дискретностью отсчета не более 0,0001 г для определения титра реактива Карла Фишера.

6.2.2 Весы лабораторные с дискретностью отсчета не более 0,001 г для взвешивания анализируемой пробы.

6.3 Прибор для нагревания с обратным холодильником.

6.3.1 Нагревающее устройство (например, электроплитка), подходящее для круглодонной колбы вместимостью 100 см^3; тепловой режим поддерживается с помощью регулятора тиристора.

6.3.2 Колба круглодонная вместимостью 100 см^3, с коническим шлифом.

Примечание — Требуется не менее трех колб.

6.3.3 Обратный холодильник длиной 25—30 см, с коническим стеклянным шлифом.

6.3.4 Осушительные трубки, заполненные молекулярным ситом (см. 5.3), около 40 г. Молекулярное сито ежедневно заменяют.

6.4 Прибор для титрования.

Примечание — Для определения массовой доли влаги по методу Карла Фишера применяют имеющиеся в продаже укомплектованные приборы для титрования, которые состоят из отдельных частей, указанных в 6.4.1—6.4.5.

6.4.1 Индикатор для определения конечной точки реакции при титровании биамперометрическим методом.

6.4.2 Платиновый двойной электрод.

6.4.3 Магнитная мешалка со стеклянной палочкой для перемешивания, покрытой политетрафторэтиленом.

6.4.4 Сосуд для титрования вместимостью не менее 100 см^3, имеющий три стеклянных шлифа.

Подсоединяют один из шлифов к бюретке, платиновый двойной электрод ко второму шлифу, а третий используют для добавления реактивов и пробы. Для этого испытания необходим сливной кран в днище сосуда. Его подсоединяют к сосуду с помощью капиллярной трубки, объем которой не более 0,5 см^3. Сосуды для титрования без сливного крана должны иметь четыре шлифа из матового стекла. Их освобождают от содержимого с помощью стеклянной трубки, входящей в капилляр, доходящий до дна сосуда.

6.4.5 Бюретка с ценой деления 0,05 см^3, колба с реактивом и осушительные трубки.

При использовании автоматических приборов для титрования минимальный интервал градуировки зависит от данных, представленных изготовителем (например, 0,02 см^3).

Колбу с реактивом, бюретку и реактив Карла Фишера (см. 5.1) защищают от света. Закрывают все вентиляционные шлифы в сосуде для титрования либо осушительными трубками, заполненными эффективным сушильным агентом, либо сушильными колбами с реактивом (см. 5.1) для исключения попадания влаги из воздуха.

6.5 Шприц вместимостью 50 мкл (например, микрошприц Гамильтона) для определения титра, обеспечивающий заполнение водой от 30 до 40 мкл.

6.6 Эксикатор, содержащий эффективный влагопоглотитель, например силикагель с индикатором влаги или молекулярное сито.

6.7 Цилиндр мерный вместимостью 100 см^3, с ценой деления 1,0 м^3.

6.8 Пипетки вместимостью 5, 10 и 50 см^3.

7 Отбор проб

7.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 15113.0.

Проба не должна быть повреждена или изменена при транспортировании и хранении.

Для жареного молотого кофе в вакуумной упаковке одна оригинальная упаковка рассматривается как проба для анализа.

8 Метод анализа

8.1 Определение титра реактива Карла Фишера

Определяют титр реактива (см. 5.1) согласно ИСО 760 *[2]*.

Для точной дозировки малых количеств воды используют шприц (см. 6.5), устанавливая массу воды по разности результатов взвешивания на лабораторных весах (см. 6.2.1).

Определяют объем реактива с помощью нескольких титрований (см. 8.6) воды массой 30—40 мг и рассчитывают титр T по формуле

$$T = \frac{m}{V}, \qquad (1)$$

где m — масса используемой воды, мг;

V — объем используемого реактива (см. 5.1), см^3.

8.2 Подготовка стеклянной посуды

Выдерживают всю необходимую стеклянную посуду в сушильном шкафу (6.1) при температуре (40 ± 5) °С. Перед использованием посуду охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе (6.6) и хранят ее там.

8.3 Подготовка прибора для нагревания с обратным холодильником

Помещают 75 см^3 метанола (см. 5.2) в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 6.3.2).

Регулируют скорость нагрева нагревающего устройства (см. 6.3.1) без подачи охлаждающей воды регулятором тиристора так, чтобы метанол конденсировался у верхнего края обратного холодильника (см. 6.3.3). Записывают показания регулировки. Затем накрывают прибор осушительной трубкой (см. 6.3.4) и кипятят метанол при неизменной скорости нагрева в течение 30 мин с обратным холодильником. Затем открывают подачу охлаждающей воды и дают прибору охладиться. Колбу не снимают до тех пор, пока прибор не охладится до комнатной температуры.

После этой подготовки удаляют всю собравшуюся воду с внутренней поверхности обратного холодильника. К подготовленному таким образом прибору сразу же после снятия колбы присоединяют круглодонную колбу с эффективным влагопоглотителем (молекулярное сито или силикагель с индикатором влажности).

8.4 Проведение контрольного опыта

В сухую круглодонную колбу (см. 6.3.2) вместимостью 100 см^3 с помощью пипетки помещают 50 см^3 безводного метанола и кипятят с проточной охлаждающей водой в течение 30 мин. Затем колбу охлаждают, снимают ее с прибора и сразу же накрывают.

Для титрования берут аликвотный объем метанола, равный 10,0 см^3, и титруют его, как описано в 8.5 и 8.6. Записывают объем реактива Карла Фишера, используемого для титрования в контрольном опыте.

8.5 Экстрагирование воды из анализируемой пробы кофе

В круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 помещают приблизительно 3 г анализируемой пробы кофе (см. раздел 7), взвешенной с точностью до 0,001 г. Пипеткой добавляют 50,0 см^3 безводного метанола и сразу же накрывают колбу.

Подсоединяют круглодонную колбу к обратному холодильнику и нагревают содержимое с той же скоростью нагрева, как описано в 8.3 (записывая показания тиристора), подавая проточную охлаждающую воду до начала кипения. Кипятят с обратным холодильником в течение последующих 30 мин. Затем охлаждают круглодонную колбу до комнатной температуры, отсоединяют ее от обратного холодильника и сразу же закрывают пробкой.

8.6 Подготовка прибора для титрования

Готовят прибор для титрования (см. 6.4) согласно инструкциям изготовителя. Особое значение имеет герметичность сосуда для титрования.

Примечание — На отсутствие герметичности указывает скорость утечки в системе (мкг H_2O в мин). Она может быть от 10 до 60 мкг/мин, в зависимости от влажности окружающего воздуха. Определение скорости утечки проводят в соответствии с инструкциями изготовителя используемого титратора Карла Фишера; скорость утечки не должна превышать 60 мкг/мин.

Помещают 35 см^3 безводного метанола (ресивера) в сосуд для титрования. Металлические части платинового двойного электрода (см. 6.4.2) должны быть полностью погружены в него.

Перед первым ежедневным применением выдерживают систему в режиме так называемого вспомогательного титрования в течение 20 мин, пока полностью не будет удалена вся вода.

8.7 Проведение измерения

В зависимости от ожидаемого значения массовой доли влаги в пробах жареного молотого кофе берут аликвотный объем экстракта, равный 10,0 см^3 (при массовой доле влаги менее 3 %) или 5,0 см^3 (при массовой доле влаги более 3 %), полученного согласно 8.5. Пипеткой быстро переносят его в сосуд для титрования в соответствии с 8.6, открывая сосуд как можно быстрее.

Начинают автоматическое титрование, перемешивая пробу магнитной мешалкой (см. 6.4.3). Количество реактива и установление конечной точки титрования автоматически контролируется прибором.

Регулируют прибор так, чтобы автоматическое титрование считалось законченным, если в течение 20 с не произошло изменения потенциала более чем на 15 мВ.

8.8 Число измерений

Проводят три титрования на каждом экстракте и в контрольном опыте. Безводный метанол (ресивер) не меняют (см. 8.6). Среднеарифметическое значение результатов этих трех титрований берут как одно значение для расчета (см. 9.1).

9 Обработка результатов измерений

9.1 Массовую долю влаги в жареном молотом кофе W, %, вычисляют по формуле

$$W = (V_4 - \frac{V_3 V_2}{V_5}) T \frac{V_1}{V_2} \frac{100}{m}, \quad (2)$$

где T — титр реактива Карла Фишера, мг/см^3;

m — масса анализируемой пробы кофе, мг;

V_1 — объем безводного метанола, используемого для экстрагирования (см. 8.5), см^3;

V_2 — аликвотный объем экстракта (см. 8.7), используемого для титрования, см^3;

V_3 — объем реактива Карла Фишера (см. 5.1), используемого для титрования в контрольном опыте (см. 8.4), см^3;

V_4 — объем реактива Карла Фишера (см. 5.1), используемого для титрования экстракта анализируемой пробы кофе (см. 8.7), см^3;

V_5 — аликвотный объем метанола, используемого для титрования в контрольном опыте (см. 8.4), см^3.

Результат *вычислений* округляют до второго десятичного знака.

10 Требования к точности результатов измерений

10.1 Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Межлабораторные испытания проводят исключительно на пробах в вакуумной упаковке.

10.2 Предел повторяемости

Абсолютное значение разности результатов двух независимых единичных испытаний, полученное при использовании одного и того же метода, на одном и том же испытуемом материале, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором, на одном и том же оборудовании в короткий промежуток времени, не должно превышать 0,14 % при $P = 0,95$.

10.3 Предел воспроизводимости

Абсолютное значение разности результатов двух независимых единичных испытаний, проведенных по одному и тому же методу, на одном и том же испытуемом материале, в различных лабораториях, разными операторами, на различном оборудовании, не должно превышать 0,25 % при $P = 0,95$.

10.4 Границы относительной погрешности определения массовой доли влаги в жареном молотом кофе методом Карла Фишера — ± 5 % при $P = 0,95$.

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть указаны использованный метод, полученный результат и, если проверен предел повторяемости, то окончательные полученные и объявленные результаты.

Протокол испытаний должен содержать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Межлабораторные испытания, проведенные в 1988 г. Германским институтом стандартов, в которых участвовало девять лабораторий, каждая из которых выполнила два определения на каждой пробе, дали статистические результаты (оцененные в соответствии с *ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2*), указанные в таблице А.1.

Таблица А.1 — *Массовая доля влаги в жареном молотом кофе*

Наименование показателя	Значение показателя
Число лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	9
Среднее значение массовой доли влаги, %	4,21
Стандартное отклонение повторяемости S_r, % Коэффициент вариации повторяемости, % Предел повторяемости (2,83S_r), %	0,0506 1,2 0,14
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R, % Коэффициент вариации воспроизводимости, % Предел воспроизводимости (2,83S_R), %	0,0866 2,5 0,24

Приложение Б
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок

Таблица Б.1

Обозначение ссылочного межгосударственного и национального стандарта Российской Федерации	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта и условное обозначение степени его соответствия ссылочному национальному стандарту
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002	ИСО 5725-1:1994 «Точность (достоверность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения» (IDT)
ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002	ИСО 5725-2:1994 «Точность (достоверность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения» (IDT)
ГОСТ Р 52089—2003 (ИСО 3509—89)	ИСО 3509:1989 «Кофе и продукты его переработки. Словарь» (MOD)
ГОСТ 15113.0—77	—
ГОСТ 24104—2001	—

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

*[1] ИСО 3509:2005** — *Кофе и продукты его переработки. Словарь*

*[2] ИСО 760:1978** — *Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (общий метод)*

---

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 663.938.8:006.354 ОКС 67.140.20 Н39 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: кофе жареный молотый, отбор и подготовка проб, определение массовой доли влаги, метод Карла Фишера, предел повторяемости, предел воспроизводимости, границы относительной погрешности

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 05.02.2008. Подписано в печать 26.02.2008. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,80. Тираж 368 экз. Зак. 147.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru in|gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru