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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 11817— 2014

Кофе молотый жареный

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ

Метод Карла Фишера (контрольный метод)

(ISO 11817:1994, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

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 «Российская Ассоциация производителей чая и кофе «РОСЧАЙКОФЕ» (Ассоциация «РОСЧАЙКОФЕ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2014 г. № 68-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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 августа 2014 г. № 917-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 11817—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 11817:1994 «Кофе жареный молотый. Определение массовой доли влаги. Метод Карла Фишера (эталонный метод)» («Roasted ground coffee — Determination of moisture content — Karl Fischer method (Reference method)», IDT).

Международный стандарт разработан подкомитетом ISO TC 34/SC 15 «Кофе» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Декабрь 2019 г.

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, 1994 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

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

Кофе молотый жареный

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ

Метод Карла Фишера (контрольный метод)

Roasted ground coffee. Determination of moisture content. Karl Fischer method (Reference method)

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает требования к определению массовой доли влаги в жареном молотом кофе методом титрования Карла Фишера. Являясь точным, данный метод может применяться как контрольный.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 760 Determination of water. Karl Fischer method (General method) [Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (общий метод)]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **массовая доля влаги:** Вода, экстрагированная с помощью безводного метанола методом, установленным настоящим стандартом, 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 доступа влаги. После охлаждения аликвотную часть полученного экстракта титруют на приборе Карла Фишера до конечной точки в соответствии с биамперометрическим методом.

5 Реакция

При определении массовой доли влаги методом Карла Фишера вода, присутствующая в пробе кофе, реагирует с йодом и диоксидом серы в присутствии спирта и амина:

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

где R — алкильная или алкоксильная группа.

Конечную точку реакции устанавливают электрометрическим анализом по остатку йода.

Издание официальное

6 Реактивы

Применяют реактивы подтвержденного аналитического качества, а также дистиллированную или деминерализованную воду либо воду эквивалентной чистоты.

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

6.2 Метанол с массовой долей влаги не более 0,01 % (мас.).

6.3 Сито молекулярное с отверстиями 0,3 нм в форме зерна диаметром около 2 мм, насыпная плотность — около 75 г на 100 $см^3$.

7 Приборы и оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование, в частности:

7.1 Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры (40 ± 5) °С, для постоянного хранения стеклянной посуды.

7.2 Весы аналитические

7.2.1 Ультрамикровесы с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0001 г для определения титра реактива Карла Фишера.

7.2.2 Микровесы с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,001 г для взвешивания анализируемой пробы.

7.3 Прибор для нагревания с обратным холодильником

7.3.1 Устройство нагревающее, подходящее для круглодонной колбы вместимостью 100 $см^3$, тепловой режим поддерживается с помощью регулятора.

7.3.2 Колба круглодонная вместимостью 100 $см^3$ с коническим шлифом.

Примечание — Требуется не менее трех колб.

7.3.3 Холодильник обратный длиной 25—30 см, с коническим стеклянным шлифом.

7.3.4 Трубки осушительные, заполненные молекулярным ситом (см. 6.3) в количестве 40 г. Молекулярное сито ежедневно заменяют.

7.4 Титратор

Примечание — Для определения массовой доли влаги по методу Карла Фишера применяют имеющиеся в продаже титраторы, состоящие из отдельных частей, указанных в 7.4.1—7.4.5.

7.4.1 Индикатор для определения конечной точки титрования при титровании биамперометрическим методом.

7.4.2 Электрод платиновый двойной.

7.4.3 Мешалка магнитная с якорем, покрытым политетрафторэтиленом.

7.4.4 Сосуд для титрования вместимостью около 100 $см^3$, имеющий не менее трех входов со шлифами.

Присоединяют один из входов к бюретке, ко второму входу присоединяют платиновый двойной электрод, третий вход используют для добавления реактивов и пробы. Для этого анализа лучше использовать сосуд для титрования, снабженный сливным краном в дне сосуда. Его присоединяют к сосуду с помощью капиллярной трубки, объем которой не превышает 0,5 $см^3$. Сосуды для титрования без сливного крана должны иметь четыре входа со шлифами. Такие сосуды освобождают от содержимого с помощью стеклянной трубки, на конце которой оттянут капилляр, достигающий дна сосуда.

7.4.5 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. 6.1) защищают от света. Закрывают все вентиляционные шлифы в сосуде для титрования осушительными трубками, заполненными абсорбентом или молекулярным ситом, либо влагоуловителями, заполненными реактивом Карла Фишера (см. 6.1), для исключения попадания влаги из воздуха.

7.5 Шприц для отбора от 0,03 до 0,04 $см^3$ воды для определения титра, например микрошприц Гамильтона вместимостью 0,05 $см^3$.

7.6 Эксикатор, содержащий абсорбент, например, силикагель с индикатором влаги или молекулярное сито.

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

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

8 Отбор пробы

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

9 Подготовка пробы для анализа

9.1 Молотый жареный кофе

Тщательно перемешивают лабораторную пробу.

9.2 Молотый жареный кофе в вакуумной упаковке

Одна упаковка рассматривается как проба для анализа.

10 Процедура

10.1 Определение титра реактива Карла Фишера

Определяют титр реактива (см. 6.1) в соответствии с ISO 760.

Для точной дозировки малых количеств воды используют шприц (см. 7.5), устанавливая массу воды по разности результатов взвешивания на ультрамикровесах (см. 7.2.1).

Определяют объем реактива с помощью нескольких титрований (см. 10.6) воды массой 30—40 мг и вычисляют титр T по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса используемой воды, мг;

V — объем используемого реактива (см. 6.1), см^3.

10.2 Подготовка стеклянной посуды

Выдерживают всю необходимую стеклянную посуду в сушильном шкафу (см. 7.1) при температуре 40 °С. Перед использованием посуду охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе (см. 7.6) и хранят ее там.

10.3 Подготовка прибора для нагревания с обратным холодильником

Помещают 75 см^3 метанола (см. 6.2) в круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 (см. 7.3.2). В отсутствие подачи охлаждающей воды с помощью регулятора устанавливают скорость нагрева нагревающего устройства (см. 7.3.1) таким образом, чтобы метанол конденсировался у верхнего края обратного холодильника (см. 7.3.3). Записывают показания регулятора. Затем закрывают прибор осушительной трубкой (см. 7.3.4) и кипятят метанол с обратным холодильником при неизменной скорости нагрева в течение 30 мин. 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 абсорбентом (молекулярным ситом или силикагелем с индикатором влажности).

10.4 Проведение контрольного опыта

В сухую круглодонную колбу (см. 7.3.2) 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 закрывают.

Для контрольного титрования берут аликвотный объем этанола, равный 10,0 см^3, и титруют его в соответствии с 10.5 и 10.6. Записывают объем реактива Карла Фишера, используемого для титрования в контрольном опыте.

10.5 Экстрагирование воды из анализируемой пробы кофе

В круглодонную колбу вместимостью 100 см^3 отвешивают приблизительно 3 г пробы кофе для анализа (см. раздел 9) с точностью ± 0,001 г. Пипеткой добавляют 50,0 см^3 безводного метанола и сразу же закрывают колбу.

Присоединяют круглодонную колбу к обратному холодильнику и нагревают содержимое с той же скоростью нагрева, как описано в 10.3, 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.

10.6 Подготовка титратора

Готовят титратор (см. 7.4) согласно инструкции к прибору. 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. 7.4.2) должны быть полностью погружены в него.

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

10.7 Проведение измерения

В зависимости от ожидаемого значения массовой доли влаги в пробе молотого жареного кофе пипеткой отбирают аликвоту экстракта, полученного в соответствии с 10.5, объемом 10,0 см^3 (при массовой доле влаги менее 3 %) или 5,0 см^3 (при массовой доле влаги более 3 %) и быстро переносят в сосуд для титрования, подготовленный в соответствии с 10.6, открывая сосуд на минимальный промежуток времени.

Начинают автоматическое титрование при постоянном перемешивании с помощью магнитной мешалки (см. 7.4.3). Дозировка реактива и установление конечной точки титрования автоматически контролируются прибором.

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

Проводят три титрования на каждом экстракте (или в контрольном опыте). Безводный метанол (ресивер) не меняют (см. 10.6).

Среднеарифметическое значение результатов этих трех титрований принимают за одно значение для расчета (см. 11.1).

11 Обработка результатов

11.1 Расчет

Массовую долю влаги в жареном молотом кофе w_w, в процентах по массе, вычисляют по формуле

$$w_w = \left(V_4 - \frac{V_2 \cdot V_3}{V_5} \right) \cdot T \cdot \frac{V_1}{V_2} \cdot \frac{100}{m_E},$$

где V_4 — объем реактива Карла Фишера (см. 6.1), используемого для титрования экстракта анализируемой пробы кофе (см. 10.7), см^3;

V_2 — объем аликвоты экстракта, используемого для титрования, см^3;

V_3 — объем реактива Карла Фишера (см. 6.1), используемого для титрования в контрольном опыте (см. 10.4), см^3;

V_5 — объем аликвоты метанола, используемого для титрования в контрольном опыте (см. 10.4), $см^3$;
T — титр реактива Карла Фишера, мг/$см^3$;
V_1 — объем метанола, используемого для экстрагирования (см. 10.5), $см^3$;
m_E — масса пробы, мг.

Результат вычислений округляют до первого десятичного знака.

11.2 Прецизионность

Результаты межлабораторных испытаний приведены в приложении А. Межлабораторные испытания проведены с использованием проб кофе в вакуумной упаковке.

11.2.1 Повторяемость

Абсолютное значение разности двух независимых испытаний, проведенных с использованием одного и того же метода и на одном и том же испытуемом материале в одной и той же лаборатории на одном и том же оборудовании одним и тем же оператором в течение небольшого промежутка времени, не должно превышать 0,14 %.

11.2.2 Воспроизводимость

Абсолютное значение разности двух независимых испытаний, проведенных с использованием одного и того же метода и на одном и том же испытуемом материале в различных лабораториях на различном оборудовании разными операторами, не должно превышать 0,25 %.

12 Протокол

Протокол должен содержать:
- информацию о методе анализа;
- результаты анализа;
- полученный окончательный результат, если проводилась проверка повторяемости.

В протоколе должны быть указаны детали анализа, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, а также подробности всех обстоятельств, которые могут повлиять на результат.

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

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

В межлабораторных испытаниях, проведенных Немецким институтом стандартизации в 1988 г., в которых участвовали 9 лабораторий, каждая из которых провела два испытания проб, были получены результаты (оцененные в соответствии с ISO 5725[1)]), которые приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Содержание влаги в жареном кофе

Количество лабораторий, оставшихся после исключения выбросов	9
Среднее значение содержания влаги, % (по массе)	4,21
Стандартное отклонение повторяемости S_r	0,0506
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,2
Предел повторяемости r (= 2,8 S_r)	0,14
Стандартное отклонение воспроизводимости S_R	0,0866
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	2,5
Предел воспроизводимости R (= 2,8 S_R)	0,24

[1)] ISO 5725-2:1994 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 760	—	*
* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.		

УДК 663.93:006.354 МКС 67.140.20 IDT

Ключевые слова: кофе молотый жареный, определение содержания влаги, массовая доля влаги, метод Карла Фишера

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 02.12.2019. Подписано в печать 09.12.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.
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.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru