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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 11812— 2022

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения влаги и летучих веществ

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

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 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт жиров» (ВНИИЖиров)

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 30 сентября 2022 г. № 154-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
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 10 октября 2022 г. № 1088-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11812—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 февраля 2023 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 11812—66

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»

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022



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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Условия проведения измерения 2
5 Метод А 2
6 Метод Б 3
7 Требования безопасности и охраны окружающей среды 5

Поправка к ГОСТ 11812—2022 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

МКС 67.200.10

Поправка к ГОСТ 11812—2022 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подраздел 5.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г.
Подраздел 6.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г.

(ИУС № 12 2023 г.)

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

МАСЛА РАСТИТЕЛЬНЫЕ

Методы определения влаги и летучих веществ

Vegetable oils. Methods for determination of moisture and volatile matter content

Дата введения — 2023—02—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на растительные масла и устанавливает следующие методы определения влаги и летучих веществ или собственно влаги:

- метод А для определения влаги и летучих веществ (термогравиметрический);
- метод Б для определения собственно влаги (метод Фишера).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 2222 Метанол технический. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 20015 Хлороформ. Технические условия

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

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32190 Масла растительные. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ ISO 662 (ISO 662:2016) Жиры и масла животные и растительные. Определение массовой доли влаги и летучих веществ

ГОСТ ISO 8534 (ISO 8534:2017) Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (без пиридина)

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

массовая доля влаги и летучих веществ в растительном масле: Суммарное содержание в растительном масле воды и других веществ, способных испаряться при температуре 100 °С—105 °С.

[ГОСТ 18848—2019, статья 16]

3.2

массовая доля влаги в растительном масле: Количественное содержание воды в растительном масле.

[ГОСТ 18848—2019, статья 15]

4 Условия проведения измерения

При подготовке и проведении измерений в помещении лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 30 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . .от 20 % до 90 %.

5 Метод А

Границы абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли влаги и летучих веществ 0,06 % при доверительной вероятности P = 0,95.

5.1 Сущность метода

Высушивание пробы для анализа при температуре (103 ± 2) °С до полного удаления влаги и летучих веществ и определение потери массы.

5.2 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,0002 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Стаканчики для взвешивания СН-34/12 (45/13, 60/14) по ГОСТ 25336 или бюксы алюминиевые с крышками.

Эксикатор 2–190(250) по ГОСТ 25336.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры в рабочей камере (103 ± 2) °С.

Допускается использование других средств измерения, а также оборудования и посуды по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

5.3 Отбор проб

Отбор проб масла — по ГОСТ 32190.

5.4 Выполнение определения

В два предварительно высушенных до постоянной массы стаканчика взвешивают примерно по 5 г испытуемого масла с записью результата до четвертого десятичного знака. Открытые стаканчики и крышки помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (103 ± 2) °С (для высыхающих масел — не выше 100 °С). Через 20 мин высушивания стаканчики вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышками и помещают в эксикатор. После охлаждения в течение 40 мин стаканчики взвешивают. Последующие взвешивания производят после 15 мин высушивания. Процедуру высушивания и взвешивания повторяют до достижения постоянной массы, т. е. пока разность масс при двух последовательных взвешиваниях не будет превышать 0,0005 г.

5.5 Обработка результатов

5.5.1 Массовую долю влаги и летучих веществ (X), %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса стаканчика с маслом до высушивания, г;

m_2 — масса стаканчика с маслом после высушивания, г;

m — масса пробы масла, г.

5.5.2 За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до третьего десятичного знака и округляют до второго десятичного знака.

5.6 Допускается определять массовую долю влаги и летучих веществ по ГОСТ ISO 662.

5.7 Метрологические характеристики метода

5.7.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом на одном и том же анализируемом образце в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать предел повторяемости r 0,04 %.

5.7.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на одном и том же анализируемом образце, в разных лабораториях, разными операторами, с использованием разного оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предел воспроизводимости R 0,08 %.

6 Метод Б

Граница абсолютной погрешности результатов измерений массовой доли влаги 0,07 % при доверительной вероятности P = 0,95.

6.1 Сущность метода

В маслах, содержащих большой процент глицеридов летучих жирных кислот (кокосовое масло, пальмоядровое масло и др.), массовую долю влаги определяют методом Фишера. Метод основан на способности йода и двуокиси серы количественно взаимодействовать с водой в присутствии пиридина или имидазола. Химическая реакция может быть представлена уравнением

$$H_2O + I_2 + SO_2 + CH_3OH + 3RN \rightarrow [RNH]SO_4CH_3 + 2[RNH]I, \quad (2)$$

где RN — азотистое основание (пиридин или имидазол).

Количество йода, вступившего в реакцию, определяют прямым титрованием.

6.2 Средства измерений, реактивы и материалы

Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Колбы конические Кн-1−250−19/26 (24/29, 29/32) ТС по ГОСТ 25336.

Колба К-1-500−29/32 по ГОСТ 25336.

Холодильник ХШ-1-300(400)-29/32 ХС по ГОСТ 25336.

Бюретки автоматические или бюретки I−1(3)−2−25−0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетки 1(2)−1−1(2)−10 по ГОСТ 29227.

Трубки ТХ-П-1−17 по ГОСТ 25336.

Капельница 2-10(25, 50) по ГОСТ 25336.

Реактив Фишера (приобретается готовым). Состоит из раствора диоксида серы в метаноле с пиридином или имидазолом (раствор 1) и раствора йода в метаноле (раствор 2).

Хлороформ по ГОСТ 20015, безводный.

Метанол по ГОСТ 6995 или ГОСТ 2222, безводный.

Допускается использование других средств измерения, а также оборудования, посуды и реактивов по нормативным документам, действующим на территории государства, принявшего стандарт.

6.3 Подготовка к определению

6.3.1 Отбор проб

Отбор проб масла — по ГОСТ 32190.

Пробу испытуемого масла хорошо перемешивают.

6.3.2 Приготовление безводного метанола

В колбе вместимостью 500 см^3 взвешивают (30 ± 1) г окиси кальция, добавляют 250 см^3 метанола и кипятят с обратным холодильником в течение 6—8 ч. Затем метанол перегоняют при температуре 64,7 °С.

6.3.3 При необходимости использовать хлороформ его сушат в течение 1 сут над хлористым кальцием и перегоняют при температуре 61,2 °С.

6.3.4 Определение концентрации (титра) раствора йода

Определение титра раствора йода (раствор 2) производится с использованием стандарта с известным содержанием воды. Для определения титра используют следующие стандарты:

- чистую воду;
- кристаллогидраты (3-водный уксуснокислый натрий или 2-водный тартрат натрия).

Титр раствора 2 устанавливают одним из следующих способов.

6.3.4.1 Способ первый. Установка титра раствора 2 по чистой воде

В сухую колбу для титрования вместимостью 50—100 см^3 помещают 2—5 см^3 безводного метанола и добавляют раствор 2 до появления красновато-коричневой окраски.

Взвешивают капельницу с водой (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака).

Добавляют в колбу для титрования одну каплю воды, стараясь не потерять воду при переносе.

Капельницу с оставшейся водой снова взвешивают (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака). По разности масс устанавливают массу капли.

Раствор в колбе перемешивают и титруют раствором 2 до появления красновато-коричневой окраски.

Титр раствора 2 (T_1) — масса воды в миллиграммах, соответствующая 1 см^3 раствора 2, мг/см^3, вычисляют по формуле

$$T_1 = \frac{m \cdot 1000}{V}, \qquad (3)$$

где m — масса капли воды, г;

V — объем раствора 2, израсходованный на титрование, см^3.

6.3.4.2 Способ второй. Установка титра раствора 2 по кристаллогидрату

7—10 см^3 метанола помещают в сухую колбу для титрования вместимостью 50—100 см^3 и добавляют раствор 2 до появления красновато-коричневой окраски. Затем в колбу для титрования вносят 0,0500—0,1000 г 3-водного уксуснокислого натрия (или тщательно растертого 2-водного тартрата натрия), перемешивают и титруют раствором 2 до появления красновато-коричневой окраски.

Титр раствора 2 (T_2), мг/см^3, вычисляют по формуле

$$T_2 = \frac{m \cdot 1000}{m_k \cdot V}, \qquad (4)$$

где m — масса кристаллогидрата, г;

m_k — масса кристаллогидрата, соответствующая 1 г воды, г (2,52 — для 3-водного уксуснокислого натрия; 6,39 — для 2-водного тартрата натрия);

V — объем раствора 2, израсходованный на титрование навески кристаллогидрата, см^3.

Допускается определять титр раствора 2 по стандартному образцу содержания воды, при его наличии.

6.4 Проведение определения

Пробу масла массой около 20 г взвешивают в конической колбе вместимостью 250 см^3 с записью результата до четвертого десятичного знака. В колбу добавляют 20 см^3 раствора 1 и после растворения смесь титруют раствором 2 до появления слабой красновато-коричневой окраски.

В таких же условиях выполняют контрольный опыт без пробы масла.

Если масло полностью не растворяется в растворе 1, к пробе сначала добавляют 10 см^3 безводного хлороформа, содержимое колбы перемешивают, а затем добавляют раствор 1. В этом случае при выполнении контрольного опыта берут такое же количество хлороформа.

Предостережение — Раствор 2, находящийся в бюретке, не должен соприкасаться с воздухом. Рекомендуется пользоваться автоматическими бюретками, сообщающимися с воздухом через защитные осушительные трубки. Титрование можно также проводить и из обыкновенных бюреток, имеющих в верхней части хлоркальциевые трубки, заполненные свежепрокаленным хлористым кальцием. Необходимо следить за тем, чтобы реактив в процессе титрования как можно меньше соприкасался с воздухом. Для этого кончик бюретки в процессе титрования следует держать внутри колбы, горлышко которой плотно закрывается тампоном из гигроскопической ваты.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

Допускается определять массовую долю влаги по ГОСТ ISO 8534.

6.5 Обработка результатов

Массовую долю влаги (X_1), %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 100}{m}, \quad (5)$$

где V_1 — объем раствора 2, пошедший на титрование в основном опыте, см^3;

V_2 — объем раствора 2, пошедший на титрование в контрольном опыте, см^3;

T — титр раствора 2, г H_2O;

m — масса пробы масла, г.

6.6 Метрологические характеристики метода

6.6.1 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом на одном анализируемом образце в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования за короткий промежуток времени, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 0,005 %.

6.6.2 Приемлемость результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Расхождение между результатами двух определений, выполненных одним методом, на одном анализируемом образце в разных лабораториях разными операторами с использованием разного оборудования, при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать 0,01 %.

7 Требования безопасности и охраны окружающей среды

7.1 Метанол — особо опасная легковоспламеняющаяся жидкость. Метанол обладает политропным действием с преимущественным воздействием на нервную систему, печень и почки. Обладает выраженным кумулятивным эффектом. Метанол представляет собой опасность, вплоть до смертельного исхода, при поступлении через желудочно-кишечный тракт.

7.2 Хлороформ — не горюч, не взрывоопасен, обладает наркотическими свойствами, оказывает токсическое действие на организм человека, вызывает острую или хроническую интоксикацию.

7.3 Лабораторные помещения, в которых проводятся работы с метанолом и хлороформом, должны быть снабжены приточно-вытяжной вентиляцией, обеспечивающей состояние воздуха рабочей зоны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005.

При работе с метанолом и хлороформом необходимо применять средства индивидуальной защиты от попадания препарата на кожные покровы и слизистые оболочки, а также соблюдать правила личной гигиены.

УДК 543.062 МКС 67.200.10

Ключевые слова: растительные масла, влага и летучие вещества, метод Фишера, обработка результатов, метрологические характеристики

Редактор *З.А. Лиманская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 13.10.2022. Подписано в печать 01.11.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 11812—2022 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 7 2023 г.)

МКС 67.200.10

Поправка к ГОСТ 11812—2022 Масла растительные. Методы определения влаги и летучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Подраздел 5.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г.
Подраздел 6.2, первый абзац	Весы неавтоматического действия с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ± 0,0002 г по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия специального (I) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления не более 0,0001 г.

(ИУС № 12 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru