МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 11021— 2016

Масла эфирные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Метод Карла Фишера

(ISO 11021:1999, 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 Автономной некоммерческой организацией «ПАРФЮМТЕСТ» (АНО «ПАРФЮМТЕСТ») 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 28 июня 2016 г. № 49)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3168) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3168) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 сентября 2016 г. № 1131-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 11021—2016 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2018 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 11021:1999 «Масла эфирные. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера» («Essential oils — Determination of water content — Karl Fischer method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 54 «Эфирные масла» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Апрель 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, 1999 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2016, 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

Масла эфирные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Метод Карла Фишера

Essential Oils. Determination of water content. Karl Fischer method

Дата введения —2018—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод Карла Фишера для определения содержания воды в эфирных маслах.

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 content — Karl Fischer method (General method) [Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (Общий метод)].

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен используют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **содержание воды** (water content): Количество воды, содержащееся в исследуемом эфирном масле, определенное в соответствии с методом, установленным в настоящем стандарте.

Примечание — Содержание воды выражают с помощью массовой доли в процентах.

4 Сущность метода

Сущность метода, приведенного в настоящем стандарте, заключается в абсорбции воды, присутствующей в пробе, безводным метанолом. Вода вступает в реакцию с реактивом Карла Фишера без пиридина, предварительно стандартизованного титрованием с использованием оборудования для титрования. Конечную точку реакции определяют электрометрически.

5 Реакции

Во время определения содержания воды методом Карла Фишера, вода, присутствующая в пробе, реагирует в присутствии амина и спирта с йодом и диоксидом серы:

Издание официальное

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

где R — алкильная или алкоксильная группа.

Конечную точку реакции определяют электрометрически избытком йода.

6 Реактивы и материалы

Применяют только реактивы подтвержденной аналитической степени чистоты и дистиллированную или деминерализованную воду или воду эквивалентной степени чистоты.

6.1 Метанол, с массовой долей воды не более 0,05 %. Если реактив содержит большее количество воды, его обезвоживают дистилляцией в инертной атмосфере (азот, гелий и др.) с магнием, активированным йодом. Дистиллят собирают в колбу, защищенную от атмосферной влаги посредством защитной трубки с осушителем. Допускается использовать 2-метоксиэтанол (см. 6.2).

6.2 2-Метоксиэтанол (монометиловый эфир этиленгликоля или метилцеллозолы), с массовой долей воды не более 0,05 %.

Если реактив содержит большее количество воды, его обезвоживают дистилляцией, отбирая первые несколько кубических сантиметров дистиллята, содержащего воду.

6.3 Реактив Карла Фишера[1)] свободный от пиридина, с титром менее 4,0 мг/см^3; одно- или двухкомпонентный.

Титр определяют ежедневно согласно ISO 760.

Если присутствуют карбонильные соединения, то используют адаптированный реактив Карла Фишера, имеющийся в продаже.

6.4 Дикалиевая соль винной кислоты ($C_4H_4O_6K_2 \cdot 1/2H_2O$) кристаллогидрат.

7 Оборудование, посуда и вспомогательные материалы

Требования к оборудованию приведены в ISO 760.

Всю стеклянную посуду предварительно высушивают в течение 30 мин в сушильном шкафу, обеспечивающим поддержание температуры около 130 °С, затем выдерживают в эксикаторе, содержащем осушитель, затем охлаждают до комнатной температуры.

Автоматические бюретки запрещено нагревать в сушильном шкафу. Их необходимо высушивать чистым этанолом или ацетоном и системой сухого воздуха.

Используют лабораторное оборудование по 7.1—7.2.

7.1 Оборудование для титрования

Доступное для приобретения оборудование для автоматического определения содержания воды методом Карла Фишера, которое состоит из элементов, описанных в 7.1.1—7.1.5.

7.1.1 Индикатор конечной точки, для титрования в соответствии с электрометрическим методом.

7.1.2 Двойной платиновый электрод.

7.1.3 Магнитная мешалка со стеклянной палочкой для перемешивания, покрытой политетрафторэтиленом, работающая с частотой вращения от 150 до 300 об/мин.

7.1.4 Сосуд для титрования, вместимостью около 200 см^3, с тремя и более входами со шлифами из матового стекла.

Один из входов из матового стекла соединяют с автоматической бюреткой. Двойной платиновый электрод присоединяют ко второму входу, а третий вход используют для добавления реактивов и пробы. Спускное отверстие на дне сосуда оставляют свободным. Его соединяют с сосудом с помощью капиллярной трубки, объемом не более 0,5 см^3. Все вентиляционные входы в сосуде для титрования закрывают либо осушительными трубками, заполненными эффективным сушильным агентом или молекулярными ситами, либо сушильными колбами с реактивом (см. 6.3) для исключения попадания влаги из воздуха.

7.1.5 Автоматическая бюретка, вместимостью 25 см^3, с ценой деления 0,05 см^3, колба с реактивом и осушительные трубки.

Минимальный интервал градуировки зависит от данных, представленных изготовителем (например, 0,02 см^3).

[1)] Соответствующий продукт доступен для приобретения.

Колбу с реактивом, бюретку и реактив Карла Фишера (см. 6.3) защищают от влаги и света.

7.2 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (130 ± 5) °С, для хранения стеклянной посуды.

8 Отбор проб

Рекомендуемый метод отбора проб установлен в [1].

Примечание — Метод, изложенный в [2], не подходит для подготовки проб, которые требуют высушивания.

9 Проведение испытания

9.1 Подготовка оборудования для титрования

Готовят оборудование для титрования (см. 7.1) в соответствии с инструкциями изготовителя и смазывают каждое соединение смазкой. Особое значение имеет герметичность сосуда для титрования.

Помещают 25 см^3 обезвоженного метанола (см. 6.1) или 2-метоксиэтанола (см. 6.2) в сосуд для титрования (см. 7.1.4). Необходимо удостовериться, что металлические части двойного платинового электрода (см. 7.1.2) полностью погружены. Запускают автоматическое титрование.

Добавляют реактив Карла Фишера (см. 6.3), чтобы спровоцировать реакцию с остатками воды в метаноле. Титрование и идентификацию конечной точки контролируют автоматически с помощью соответствующего оборудования.

9.2 Определение титра реактива Карла Фишера

Готовят оборудование для титрования по 9.1.

Взвешивают около 0,300 г дикалиевой соли винной кислоты (см. 6.4) с точностью до 0,0001 г. Вводят как можно скорее массу (m_1) дикалиевой соли винной кислоты в сосуд для титрования (см. 7.1.4).

Для определения титра реактива титруют известное количество воды, внесенное в сосуд с дикалиевой солью винной кислоты, реактивом Карла Фишера. Титрование и конечную точку контролируют автоматически соответствующим оборудованием.

Записывают объем (V_1) реактива, использованного с дикалиевой солью винной кислоты.

Определение титра реактива также может быть проведено с известной массой чистой воды (m_2), около 0, 040 г, взятой с погрешностью 0,0001 г.

Записывают объем (V_2) реактива, использованного с водой.

Проводят серию титрований без смены сосуда для титрования. Используют среднеарифметическое значение результатов расчета водного эквивалента реактива (см. 10.1).

9.3 Определение

Готовят оборудование для титрования согласно 9.1.

В зависимости от ожидаемого содержания воды в пробе готовят анализируемую часть пробы (V_0), см^3, (10,0 см^3, если содержание воды менее 3 %, или 25 см^3,если содержание воды менее 1 %) и быстро помещают в сосуд для титрования при температуре ниже 25 °С, так как может произойти растворение и помутнение.

Запускают автоматический титратор, одновременно помешивая магнитной мешалкой (см. 7.1.3) содержимое сосуда для титрования. Титрование и обнаружение конечной точки контролируют автоматически соответствующим оборудованием.

Записывают объем (V_3) использованного реактива.

Выполняют три титрования на каждую пробу и используют среднеарифметическое значение результатов расчета (см. 10.2).

10 Выражение результатов

10.1 Водный эквивалент реактива Карла Фишера

Расчет водного эквивалента T реактива Карла Фишера (см. 6.3), выраженный в миллиграммах воды на сантиметр кубический реактива, проводят по формуле

$$T = \frac{m_1}{V_1} \cdot \frac{0,5 \cdot 18}{235,28} \text{ или } T = \frac{m_2}{V_2}, \quad (1)$$

где m_1 — масса дикалиевой соли винной кислоты (см. 6.4), израсходованной для стандартизации реактива, мг;

V_1 — объем реактива (см. 6.3), израсходованного для стандартизации реактива, см^3;

0,5 — число моль воды на моль дикалиевой соли винной кислоты;

18 — относительная молекулярная масса воды;

235,28 — относительная молекулярная масса дикалиевой соли винной кислоты;

m_2 — известная масса воды (см. 6.4), если вода использовалась для стандартизации реактива, г;

V_2 — объем реактива Карла Фишера (см. 6.3), израсходованного для титрования, см^3.

10.2 Содержание воды в эфирном масле

Содержание воды в эфирном масле W_w, выраженное в процентах к массе, определяют по формуле

$$W_w = \frac{V_3 \cdot T}{V_0 \cdot \rho \cdot 10}, \quad (2)$$

где V_0 — объем анализируемой пробы (см. 9.3), см^3;

ρ — плотность пробы при 20 °С, г/см^3;

V_3 — объем реактива Карла Фишера (см. 6.3), использованного для определения, см^3;

T — водный эквивалент реактива Карла Фишера, рассчитанный по 10.1, мг воды/см^3.

Для расчета плотности эфирного масла значение, полученное для относительной плотности, умножают на плотность воды при температуре 20 °С, которая составляет 0,99823 г/см^3.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

- использованный метод;
- полученный результат;
- любые детали, не установленные в настоящем стандарте, или рассмотренные как необязательные, а также любые обстоятельства, которые могут повлиять на результат испытания.

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

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

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

.

Библиография

[1] ISO 212, Essential oils — Sampling (Эфирные масла. Отбор проб)
[2] ISO 356, Essential oils — Preparation of test samples (Эфирные масла. Подготовка проб для испытания)

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60

Ключевые слова: эфирные масла, определение воды, метод Карла Фишера

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 04.04.2019. Подписано в печать 27.05.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
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