МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
ISO 12779—
2014**

ЛАКТОЗА

Определение содержания влаги. Метод Карла Фишера

(ISO 12779:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

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
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2014 г. № 858-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 12779—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 12779:2011 Lactose — Determination of water content — Karl Fischer method (Лактоза. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера).

Международный стандарт разработан подкомитетом SC 5 «Молоко и молочные продукты» Технического комитета по стандартизации ISO/TC 34 «Пищевые продукты» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, имеется в Федеральном агентстве по техническому регулированию и метрологии.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном 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, 2015

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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЛАКТОЗА

Определение содержания влаги. Метод Карла Фишера

Lactose. Determination of water content. Karl Fischer method

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания влаги в лактозе по Карлу Фишеру (KF).

2 Сущность метода

Метод основан на титровании анализируемой пробы лактозы двухкомпонентным реактивом Карла Фишера и расчете содержания влаги в зависимости от израсходованного на титрование реактива.

Для титрования при температуре 40 °С и выше, имеющего меньшую продолжительность и более резко выраженные конечные точки, допускается использование однокомпонентного реактива Карла Фишера (3.1).

3 Реактивы

Используют реактивы только признанной аналитической степени чистоты и только дистиллированную или деминерализованную воду, либо воду эквивалентной чистоты. Следует избегать поглощения влаги из окружающей среды.

3.1 Реактив Карла Фишера (KF)[1)]

Реактив KF — двухкомпонентный реактив, не содержащий пиридина и состоящий из компонента для титрования (3.2) и компонента-растворителя. Компонент для титрования (3.2) — раствор йода в метаноле, компонент-растворитель — раствор диоксида серы и соответствующего основания (например, имидазола) в метаноле.

Допускается использование однокомпонентного реактива KF, не содержащего пиридина и состоящего только из компонента для титрования. Компонентом для титрования (3.2) является раствор йода, диоксида серы и соответствующего основания (например, имидазола) в соответствующем растворителе (например, моноэтиловом эфире диэтиленгликоля). Компонент-растворитель (3.3) — метанол (3.5). Данное сочетание однокомпонентного реактива для титрования и метанола рекомендуется лишь в том случае, когда титрование проводят при температуре приблизительно 40 °С или более высокой.

[1)] Hydranal®-Titrant 2/Hydranal®-Solvent фирмы Sigma-Aldrich и apura® Titrant 2/apura® Solvent фирмы Merck — примеры имеющихся в продаже двухкомпонентных систем. Hydranal®-Composite 2 фирмы Sigma-Aldrich и apura® CombiTitran 2 фирмы Merck — примеры имеющихся в продаже однокомпонентных реактивов. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта.

Издание официальное

3.2 Компонент для титрования

Компонент для титрования реактива KF (3.1) должен иметь водный эквивалент 2 мг/см^3.

Допускается применение реактива KF с водным эквивалентом 5 мг/см^3 при использовании аппарата Карла Фишера с бюреткой вместимостью 5 см^3 (4.1).

3.3 Компонент-растворитель

Компонент-растворитель реактива KF указан в 3.1.

3.4 Стандарт воды, $w(H_2O)$ = 10 мг/г

Для определения водного эквивалента компонента для титрования используют жидкий стандарт воды с содержанием воды 10 мг/г.

3.5 Метанол (CH_3OH), содержащий не более 0,05 % воды по массе.

4 Оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование. При использовании оборудование должно быть абсолютно сухим.

4.1 Аппарат Карла Фишера. Используют автоматический волюмометрический аппарат Карла Фишера с бюреткой вместимостью 10 см^3.

При применении реактива KF с водным эквивалентом 5 мг/см^3 используют бюретку вместимостью 5 см^3 (см. 3.2).

Для ускоренного титрования при температуре приблизительно 40 °С используют сосуд для титрования с водяной рубашкой, с входным и выходным отверстиями для воды.

4.2 Баня водяная, обеспечивающая поддержание температуры воды в диапазоне (40 ± 5) °С, с термостатическим регулированием, снабженная насосом для термостатирования с помощью водяной рубашкой сосуда для титрования аппарата Карла Фишера (4.1).

Примечание — Использование водяной бани с термостатическим регулированием необходимо для титрования при температуре выше комнатной.

4.3 Весы, имеющие точность взвешивания 1 мг и возможность считывания показаний 0,1 мг.

4.4 Шприцы одноразовые, вместимостью 5 и 10 см^3, для количественного отбора стандарта воды (3.4).

4.5 Ложка стеклянная для взвешивания, для дозирования анализируемой пробы.

5 Отбор проб

В лабораторию необходимо доставить репрезентативную пробу. Она не должна быть повреждена или изменена в процессе транспортирования или хранения.

Отбор проб не является частью метода, установленного в настоящем стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб установлен в [1].

6 Проведение анализа

6.1 Дрейф аппарата Карла Фишера

6.1.1 Ежедневно и/или при изменении рабочих условий определяют дрейф (герметичность) аппарата Карла Фишера (4.1).

Для этого в сосуд для титрования аппарата Карла Фишера (4.1) добавляют 30 см^3 компонента-растворителя (3.3) и проводят его предварительное титрование. Затем проводят титрование в течение 5 мин (без добавления анализируемой пробы).

Если определение (6.5) проводят при температуре 40 °С, то до предварительного титрования компонента-растворителя и проведения титрования без добавления анализируемой пробы сосуд с содержимым нагревают при помощи водяной бани (4.2) до 40 °С.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При проведении титрования электроды аппарата Карла Фишера должны быть полностью покрыты используемым компонентом-растворителем.

6.1.2 Дрейф аппарата Карла Фишера q_v, см^3 в минуту, рассчитывают по формуле

$$q_v = \frac{V_d}{t}, \quad (1)$$

где V_d — объем компонента для титрования (3.2), израсходованный при титровании (6.1.1), см^3;

t — продолжительность титрования, мин.

Дрейф аппарата Карла Фишера q_m, мг воды в минуту, допускается рассчитывать по формуле

$$q_m = \frac{V_d \cdot \rho_e}{t}, \quad (2)$$

где ρ_e — водный эквивалент (6.2) компонента для титрования (3.2), используемого в процессе титрования (6.1.1), мг воды на 1 см^3.

6.2 Водный эквивалент компонента для титрования реактива KF

6.2.1 Титрование

Для расчета водного эквивалента компонента для титрования ρ_e проводят стадии титрования и вычисления (6.2.2) не менее пяти раз.

В сосуд для титрования аппарата Карла Фишера (4.1) добавляют 30 см^3 компонента-растворителя (3.3) (см. также 6.1.1) и проводят предварительное титрование компонента-растворителя.

Примечание — Водный эквивалент компонента для титрования не зависит от температуры, поэтому при его определении нагрев сосуда для титрования не проводят. Если определение (6.5) проводят при 40 °С, то водный эквивалент определяют при этой температуре. До проведения титрования сосуд и его содержимое нагревают до 40 °С на водяной бане (4.2).

В одноразовый шприц (4.4) отбирают 0,6—0,9 г стандарта воды (3.4) (6—9 мг воды). Взвешивают шприц и его содержимое, записывают массу с точностью до 0,1 мг.

Допускается проводить отбор большего количества стандарта воды при использовании содержимого шприца для нескольких титрований, проводимых непосредственно одно после другого. В этом случае для каждого титрования используют также 0,6—0,9 г стандарта воды. При этом точное количество стандарта воды рассчитывается каждый раз путем взвешивания шприца и оставшегося в нем содержимого.

Примечание — Только очень опытные испытатели могут использовать малые количества (приблизительно одна капля из шприца) чистой воды вместо коммерческого стандарта воды. Даже незначительная погрешность при взвешивании может привести к существенным отклонениям результата.

Необходимое количество стандарта воды, содержащееся в шприце, добавляют в сосуд для титрования. Снова взвешивают пустой шприц, записывают его массу с точностью до 0,1 мг. Вычитают массу пустого шприца из массы шприца со стандартом воды до момента внесения стандарта воды в сосуд и получают массу стандарта воды, который добавляют в сосуд для титрования. Для каждого титрования (i = 1 … 5) записывают массу $m_{H_2O,i}$ добавленного стандарта воды с точностью до 0,1 мг.

Проводят титрование, используя критерий временной остановки, равный задержке 10 с, указанный в 6.3. Для каждого титрования (i = 1 … 5) записывают объем $V_{\rho e,i}$ израсходованного компонента для титрования.

Проводят не более трех титрований одной массы компонента-растворителя.

После проведения трех титрований одной массы опорожняют сосуд для титрования и проводят дополнительные титрования, повторно добавляя в сосуд для титрования аппарата Карла Фишера 30 см^3 компонента-растворителя, предварительно титруя компонент-растворитель и действуя аналогичным образом, как это описано выше.

6.2.2 Обработка результатов

Водный эквивалент компонента для титрования $\rho_{e,i}$, мг воды на 1 см^3, рассчитывают по формуле

$$\rho_{e,i} = \frac{m_{H_2O,i} \cdot w_{H_2O,s}}{V_{\rho e,i}}, \quad (3)$$

где $m_{H_2O,i}$ — масса стандарта воды, используемого для каждого i-го титрования (6.2.1), г;

$w_{H_2O,s}$ — массовая доля воды в стандарте воды, мг/г;

$V_{\rho e,i}$ — объем компонента для титрования (3.2), израсходованный в каждом i-м титровании (6.2.1), см^3.

6.2.3 Среднее значение

Водный эквивалент компонента для титрования ρ_e, мг воды на 1 см^3, рассчитывают как среднее значение пяти (i = 1 … 5) отдельных титрований (6.2.1) по формуле

$$\rho_e = \frac{\sum_{i=1}^{5} \rho_{e,i}}{5}. \quad (4)$$

6.2.4 Выражение водного эквивалента

Среднее значение водного эквивалента компонента для титрования рассчитывают с точностью до третьего десятичного знака.

6.3 Критерий временной остановки

С учетом характеристик используемого оборудования критерий остановки — временный перерыв, равный 10 с, или прерывающий дрейф, незначительно превышающий измеряемый (6.1).

6.4 Приготовление анализируемой пробы

Анализируемую пробу гомогенизируют посредством тщательного перешивания продукта.

6.5 Определение

В сосуд для титрования аппарата Карла Фишера (4.1) добавляют около 30 см^3 компонента-растворителя (3.3). В случае использования однокомпонентного реагента KF (3.1) или при коротком титровании сосуд с содержимым нагревают на водяной бане (4.2) до 40 °С.

Помещают в стеклянную ложку для взвешивания (4.5) 0,3 г анализируемой пробы (6.4). Взвешивают ложку с пробой. Записывают массу с точностью до 0,1 мг.

Анализируемую пробу вносят в сосуд для титрования путем быстрого открывания и закрывания пробки с резиновой прокладкой. Взвешивают пустую ложку, записывая ее массу с точностью до 0,1 мг. Вычитают массу ложки из массы ложки и анализируемой пробы для получения массы анализируемой пробы m, которую записывают с точностью до 0,1 мг.

Выполняют титрование и записывают израсходованный объем компонента для титрования V. Проводят не менее двух титрований одной массы компонента-растворителя.

Если титратор автоматически не рассчитывает результат (см. 7.1), записывают время титрования t.

С целью получения более точных результатов рекомендуется проводить несколько испытаний каждой пробы. Для каждого i-го испытания записывают индивидуальную массу компонента-растворителя m_i, израсходованный объем компонента для титрования V_i и время титрования t_i.

7 Расчеты и выражение результатов

7.1 Расчеты

Расчет может быть произведен самим прибором при соответствующем его исполнении.

7.1.1 Содержание влаги в анализируемой пробе w_{H_2O}, в процентах по массе, рассчитывают по формулам:

$$w_{H_2O} = \frac{(V - q_V \cdot t) \cdot \rho_e}{m} \cdot 100, \quad (5)$$

$$w_{H_2O} = \frac{V_{\rho_e} - q_m \cdot t}{m} \cdot 100, \quad (6)$$

где V — объем компонента для титрования (6.5), см^3;

q_V — численное значение дрейфа (6.1.2), см^3/мин;

q_m — численное значение дрейфа (6.1.2), мг воды в минуту;

t — время титрования (6.5), мин;

ρ_e — водяной эквивалент компонента для титрования (6.2.3), мг воды на 1 см^3;

m — масса анализируемой пробы, мг (6.5).

7.1.2 Если было проведено n испытаний для определенной пробы, рассчитывают для каждого i-го испытания индивидуальное содержание влаги в анализируемой пробе $w_{H_2O,i}$, в виде массовой доли в процентах, по формулам:

$$w_{H_2O,i} = \frac{(V_i - q_V \cdot t_i) \cdot \rho_e}{m_i} \cdot 100, \quad (7)$$

$$w_{H_2O,i} = \frac{V_i \cdot \rho_e - q_m \cdot t_i}{m_i} \cdot 100, \quad (8)$$

где V_i — объем компонента для титрования в каждом i-м испытании (6.5), см^3;

t_i — время титрования для каждого i-го испытания (6.5), мин;

m_i — масса анализируемой пробы для каждого i-го испытания (6.5), мг;

i — номер испытания, $i = 1 \ldots n$.

7.1.3 Среднее значение содержания влаги $\overline{w}_{H_2O}$, в виде массовой доли в процентах, в анализируемой пробе для n экспериментов, рассчитывают по формуле

$$\overline{w}_{H_2O} = \frac{\sum_{i=1}^{n} w_{H_2O,i}}{n}. \quad (9)$$

7.2 Выражение результатов анализа

Результаты анализа выражают с точностью до второго десятичного знака.

8 Прецизионность

8.1 Межлабораторные испытания

Значения повторяемости и воспроизводимости получены на основе межлабораторных испытаний в тех случаях, когда они определены в соответствии с [2] и [3].

Значения пределов повторяемости и воспроизводимости выражены при уровне вероятности 95 % и могут быть не применимы к диапазонам концентраций и матрицам, отличных от приведенных. Подробности межлабораторных испытаний [4], касающиеся прецизионности метода, приведены в приложении А.

8.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между двумя отдельными результатами испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, идентичного испытуемого материала, в одной и той же лаборатории, одним и тем же оператором с использованием одного и того же оборудования в течение короткого интервала времени, должно превышать 0,15 % не более чем в 5 % случаев.

8.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между двумя отдельными результатами испытаний, полученными при использовании одного и того же метода, идентичного испытуемого материала, в различных лабораториях, различными операторами с использованием различного оборудования, должно превышать 0,16 % не более чем в 5 % случаев.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;

b) используемый метод отбора проб, если он известен;

c) используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;

d) все детали проведения анализа, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые в качестве альтернативных, вместе с деталями, способными повлиять на результаты анализа;

e) полученные результаты анализа;

f) в случае проверки повторяемости, окончательный полученный зарегистрированный результат.

Приложение А
(справочное)

Межлабораторные испытания

Международные совместные испытания с привлечением 15 лабораторий были проведены с использованием восьми проб лактозы из Германии (четыре пробы были не обозначены). Три лаборатории не соблюдали инструкции, две продемонстрировали существенное расхождение по сравнению с другими: одна показала существенные различия значений для дубликатов проб, другая — большое отклонение значений. Таким образом, они были исключены из статистической оценки. Наблюдаемая однородность в значениях индивидуальной прецизионности позволяет рассчитать средние значения прецизионности $r = 0,15$ г/100 г и $R = 0,16$ г/100 г. Данные значения рекомендуются для использования.

Таблица А.1 содержит объединенные результаты для идентичных проб. Приведенные значения рассчитаны на основе средних значений отдельных проб, предоставленных каждой лабораторией.

Таблица А.1 — Результаты межлабораторных испытаний, объединяющие идентичные пробы

Наименование показателя	Проба				Среднее
	1 и 4	2 и 7	3 и 6	5 и 8	
Число лабораторий после исключения выбросов	10	10	10	10	—
Среднее значение, %	4,805	5,100	5,140	5,022	—
Стандартное отклонение повторяемости s_r, %	0,053	0,045	0,062	0,049	0,053
Коэффициент вариации повторяемости, %	1,1	0,9	1,2	1,0	1,0
Предел повторяемости $r = 2,8s_r$, %	0,148	0,125	0,174	0,137	0,147
Стандартное отклонение воспроизводимости s_R, %	0,060	0,045	0,065	0,059	0,058
Коэффициент вариации воспроизводимости, %	1,2	0,9	1,3	1,2	1,1
Предел воспроизводимости $R = 2,8s_R$, %	0,168	0,125	0,182	0,164	0,161

Библиография

[1] ISO 707|IDF 50 Milk and milk products — Guidance on sampling
[2] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions
[3] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
[4] ISENGARD, H.-D., HASCHKA, E., MERKH, G. Lactose — Determination of water content by Karl Fischer titration — Interlaboratory collaborative study. Bull. Int. Dairy Fed. 2011, (450)

УДК 637.345:006.354 МКС 67.100.99 IDT

Ключевые слова: лактоза, определение содержания влаги, метод Карла Фишера, реактив Карла Фишера (KF), компонент для титрования, компонент-растворитель, аппарат Карла Фишера, стандарт воды, водный эквивалент компонента для титрования

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 24.03.2015. Подписано в печать 08.04.2015. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,85. Тираж 35 экз. Зак. 1539.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru