
**Жиры и масла животные и
растительные. Определение
содержания воды. Метод Карла
Фишера (без пиридина)**

*Animal and vegetable fats and oils — Determination of
water content — Karl Fischer method (pyridine free)*
(standards.iteh.ai)

ISO 8534:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 8534:2008(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe — торговый знак Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами – членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просим информировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8534:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO по адресу ниже или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 8534 разработан Техническим комитетом ISO/TC 34, *Пищевые продукты*, Подкомитетом SC 11, *Жиры и масла животные и растительные*.

Настоящее второе издание отменяет и заменяет первое издание (ISO 8534:1996), которое было подвергнуто техническому пересмотру.

Введение

Определение содержания воды по Карлу Фишеру в жирах и маслах выполняется по двум различным методикам. Настоящий международный стандарт устанавливает объемный метод Карла Фишера для определения высоких уровней воды в миллиграммах (высокий уровень влаги). Он применим к пробам с содержанием воды от 1 мг до 100 мг.

В Приложении В устанавливается метод кулонометрического титрования, который применим к пробам с содержанием воды от 10 мкг до 10 мг. Кулонометрический метод более чувствителен по сравнению с объемным методом и позволяет определять более низкие концентрации воды.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8534:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>

Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (без пиридина)

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания воды в животных и растительных жирах и маслах (в дальнейшем именуемых “жиры”) с использованием прибора Карла Фишера и реактива, не содержащего пиридина.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 661, Жиры и масла животные и растительные. Подготовка пробы для испытания

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

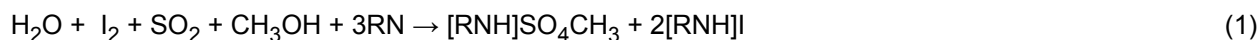
содержание воды water content

масса воды, в граммах на 100 г пробы, определенная в соответствии с методом, установленным в настоящем международном стандарте

ПРИМЕЧАНИЕ Содержание воды выражается в виде массовой доли в процентах.

4 Принцип

Растворенный жир титруют раствором йода и диоксид серы (SO₂) окисляется йодом в присутствии воды. В принципе имеет место химическая реакция, представленная Уравнением (1):



Спирт реагирует с SO₂ и азотистым основанием (RN) с образованием промежуточной соли алкилсульфита, которая затем окисляется йодом до алкилсульфата. В этой реакции окисления расходуется вода, содержащаяся в пробе. Конечная точка титрования контролируется потенциометрически.

5 Реактивы

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Следуют любым местным регламентам, устанавливающим правила обращения с опасными веществами. Должны выполняться технические, организационные и персональные меры безопасности.

Рекомендуется использовать рабочие растворители “готовые к употреблению”, либо однокомпонентные (5.1.1), либо двухкомпонентные реактивы (5.1.2). Реактивы с титром от 1 мг до 2 мг воды на миллилитр обладают приемлемыми характеристиками.

5.1 Реактивы Карла Фишера, включающие одно- или двухкомпонентные реактивы для объемного определения.

5.1.1 Однокомпонентные реактивы, содержат все реагирующие вещества в растворе титранта: йод, диоксид серы и имидазол, растворенные в соответствующем спирте. Обычно используется метанол в качестве рабочей среды в сосуде для титрования.

Абсолютный метанол является предпочтительным растворителем. Но для жиров и масел используют смесь абсолютного метанола и абсолютного хлороформа (необходимо, чтобы объемная доля метанола составляла, по меньшей мере, 25 %, или оптимально 50 %).

5.1.2 Двухкомпонентные реактивы, содержат все необходимые реагирующие вещества для титрования, но в двух различных растворах. Титрующий агент (обычно известный как титрант) содержит только йод и метанол, в то время как растворитель, содержащий другие компоненты для реакции Карла Фишера, используется в качестве рабочей среды в сосуде для титрования.

5.2 Водный стандарт, приготовленный в промышленных условиях стандарт с сертифицированным значением концентрации 10 мг/г (1,0 % массовая доля).

6 Аппаратура

Используют обычную лабораторную аппаратуру и, в частности, следующую.

6.1 Прибор Карла Фишера, отрегулированный согласно рекомендациям производителя для определения содержания воды в жирах и маслах. Регулируют и выполняют программы по текущему техническому обслуживанию в соответствии с рекомендациями производителя. Используют воздухонепроницаемый сосуд и не размещают прибор в местах с высокой влажностью. Не размещают прибор или не манипулируют с пробами вблизи источников воды, таких как краны, раковины и посудомоечные машины, в лаборатории.

6.2 Аналитические весы, с возможностью отсчета показаний с точностью до 0,1 мг.

6.3 Шприцы, вместимостью 1 мл, 2 мл, 5 мл, 10 мл и 20 мл.

Для обеспечения точных и воспроизводимых результатов для водного стандарта используют стеклянный газонепроницаемый шприц. Для водного стандарта 10,0 используют шприц вместимостью 10 мл, а для любого из водных стандартов 1,00 или 0,10 используют шприц вместимостью 5 мл. Вдобавок к соответствующему размеру шприца используют иглу, длина которой достаточна для заглубленного впрыска при вводе сквозь мембрану прибора.

7 Отбор проб

В лабораторию следует поставлять представительную пробу. Она не должна подвергаться порче или изменению во время транспортировки или хранения.

Отбор проб не включен в метод, установленный в этом международном стандарте. Рекомендуемый метод отбора проб приводится в ISO 5555.

8 Приготовление пробы для испытания

Готовят пробу для испытания в соответствии с ISO 661.

Определение содержания воды проводят путем регулирования размера пробы, чтобы она содержала от 1 мг до 100 мг воды при объемном титровании (основная часть настоящего международного стандарта) и от 10 мкг до 10 мг при кулонометрическом титровании (Приложение В), и использования приборов и реактивов Карла Фишера, которые были подвергнуты валидации относительно стандартных водных растворов в пределах требуемого диапазона. При объемном определении минимальное количество реактива Карла Фишера, израсходованного на титрование, должно составлять 0,5 мл.

9 Методика

9.1 Титр

Титр должен определяться ежедневно в каждой склянке титранта.

9.1.1 Готовят прибор в соответствии с рекомендациями производителя для калибровки.

9.1.2 Добавляют от 20 мл до 40 мл рабочего растворителя (5.1) в сосуд для титрования. Необходимо, чтобы растворитель покрывал платиновые электроды.

9.1.3 Титруют содержимое сосуда до устойчивой сухой конечной точки.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Избегают перетитрования.

9.1.4 Определяют титр титранта, используя водный стандарт (5.2) и шприц (6.3). Определяют массу пробы по разности.

9.1.4.1 Взвешивают с точностью до 0,1 мг приблизительно 1 г водного стандарта в шприце, размещенном на аналитических весах (6.2).

При вскрытии ампулы отбирают небольшую порцию водного стандарта для промывки шприца — достаточно от 1 мл до 2 мл. Промывают всю внутреннюю поверхность шприца и отбрасывают промывные воды. Затем сразу же переносят оставшийся водный стандарт в шприц и удаляют пузырьки воздуха. Определяя массу по разности, выполняют, по меньшей мере, три впрыскивания из шприца.

9.1.4.2 Если отображаемая масса остается постоянной, тарируют весы.

9.1.4.3 Вводят пробу воды в сосуд для титрования и закрывают его.

9.1.4.4 Помещают шприц обратно на весы. Записывают массу введенной воды с точностью до 0,1 мг. Масса будет отображаться как отрицательная величина.

9.1.4.5 Вводят массу пробы в прибор.

9.1.5 Начинают титрование и записывают титр при достижении устойчивой конечной точки. Для некоторых приборов может потребоваться расчет титра, исходя из отображенного процентного содержания воды.

9.1.6 Вычисляют среднее минимум трех определений титра. Записывают среднее арифметическое.

9.1.7 Корректируют значение титра прибора в результате новой регулировки.

Титр, ρ_{titrant} , в миллиграммах на миллилитр, может быть рассчитан по Формуле (2):

$$\rho_{\text{titrant}} = \frac{m_s w_{\text{H}_2\text{O},s}}{V_{\text{titrant}}} \quad (2)$$

где

m_s масса водного стандарта, в граммах;

$w_{\text{H}_2\text{O},s}$ содержание воды в сертифицированном водном стандарте;

V_{titrant} объем израсходованного титранта, в миллилитрах.

9.1.8 При обычной работе титр не должен значительно меняться изо дня в день, если только не была открыта новая склянка титранта. Может возникнуть проблема в том случае, если между днями происходит относительное изменение титра более 10 % для одной и той же склянки титранта. Если прибор был отрегулирован более чем за 12 ч до начала использования, то перед определением титра следует промыть бюретку и повторно заполнить сосуд для титранта. Меняют осушитель в склянках с реактивом, как рекомендуется производителем, чтобы минимизировать отклонение титра реактива.

9.2 Проба для анализа

9.2.1 Посредством шприца взвешивают и вводят часть пробы в прибор, используя заданные массы, указанные в Таблице 1. На титрование должно расходоваться, по меньшей мере, 0,5 мл реактива Карла Фишера.

Таблица 1 — Размеры пробы для анализа при объемном титровании

Содержание воды в пробе для анализа % массовая доля	Мин. масса пробы для анализа ^a г	Содержание воды в пробе для анализа мг
0,001	20	0,2
0,01	20	2
0,1	5	5
1	1	10
5	0,2	10
10	0,1	10
20	0,05	10

^a Точное значение массы пробы для анализа зависит от требуемой прецизионности и используемой бюретки. Однако масса пробы для анализа не должна быть больше массы растворителя. Максимальное соотношение масс пробы для анализа и растворителя составляет 1 + 1.

9.2.2 Массы пробы для анализа определяют по разности.

9.2.2.1 Помещают пробу для анализа в соответствующем по размеру шприце на весы.

9.2.2.2 При достижении постоянного веса тарируют весы.

9.2.2.3 Немедленно переносят пробу для анализа из шприца в реакционный сосуд.

9.2.2.4 Помещают шприц обратно на весы. При достижении постоянного веса записывают массу с точностью до 0,1 мг.

9.3 Определение

9.3.1 Добавляют от 20 мл до 40 мл рабочего растворителя (5.1) в сосуд для титрования. Необходимо, чтобы растворитель покрывал платиновые электроды.

9.3.2 Титруют содержимое сосуда до устойчивой сухой конечной точки.

ПРЕДОСТЕРЕЖЕНИЕ — Избегают перетитрования.

9.3.3 Взвешивают и вводят пробу для анализа в прибор согласно 9.2.

9.3.4 При достижении устойчивой сухой конечной точки записывают содержание влаги в пробе для анализа.

9.3.5 До момента замены и предварительного титрования рабочего растворителя может быть проанализировано до шести проб для анализа.

9.3.5.1 Заменяют рабочий растворитель в том случае, если образуется осадок, указывающий на неполное растворение проб для анализа.

9.3.5.2 Проводят предварительное титрование рабочего растворителя в том случае, если произошла задержка более 10 мин между проведением анализа проб в одном и том же сосуде с рабочим растворителем.

9.3.5.3 Количество растворителя в двухкомпонентной системе, добавленной в сосуд для титрования, определяет максимальное количество воды, которое может быть оттитровано. Необходимо, чтобы объем растворителя или смешанного растворителя обеспечивал от 60 мг до 100 мг влагоемкости.

9.3.5.4 Количество проб для анализа, которые могут быть оттитрованы до момента замены и повторной сушки рабочего растворителя, зависит от растворимости пробы, реакционной способности реактивов в двухкомпонентной системе и вместимости сосуда. Первоначальный объем добавленного рабочего растворителя в двухкомпонентной системе устанавливает максимальное количество воды, которое может быть оттитровано. Выборка из шести проб для анализа приводится в качестве руководящего указания, но она может меняться в зависимости от содержания воды, титра реактива и растворимости пробы.

10 Выражение результатов

В приборе расчеты полностью автоматизированы.

Содержание воды, $w_{\text{H}_2\text{O},t}$, в граммах на 100 г пробы для анализа, рассчитывают по Формуле (3):

$$w_{\text{H}_2\text{O},t} = \frac{V_{\text{titrant}} \rho_{\text{H}_2\text{O}} \times 100}{m_t \times 1000} \quad (3)$$

где

V_{titrant} объем израсходованного титранта, в миллилитрах;

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ титр (водный эквивалент реактива, в миллиграммах воды на миллилитр);

m_t масса пробы для анализа, в граммах.

11 Прецизионность метода

11.1 Межлабораторное испытание

Подробности межлабораторного испытания по определению прецизионности метода суммируются в Приложении А. Значения, полученные на основании этого межлабораторного испытания, не могут применяться к диапазонам концентраций и матрицам, отличным от приведенных здесь.

11.2 Повторяемость

Абсолютное расхождение между результатами двух независимых единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в одной лаборатории одним оператором на одном и том же оборудовании в пределах короткого промежутка времени, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения r , приведенные в Таблице А.1.

11.3 Воспроизводимость

Абсолютное расхождение между результатами двух единичных испытаний, полученными при использовании одного и того же метода на идентичном испытуемом материале в разных лабораториях разными операторами на различном оборудовании, будет не более чем в 5 % случаев превышать значения R , приведенные в Таблице А.1.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, по меньшей мере, следующую информацию:

- a) всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- b) используемый метод отбора проб, если известен;
- c) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий международный стандарт;
- d) полученный(ые) результат(ы);
- e) в случае проверки повторяемости, конечный полученный результат;
- f) все подробности, не указанные в настоящем международном стандарте, или рассматриваемые как необязательные, вместе с подробностями всех побочных обстоятельств, которые могут повлиять на результат(ы) испытания.

Относительно дополнительной информации в протоколе испытания см. ISO/IEC 17025:2005, 5.10.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8534:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45985240-45a5-4c3f-824a-176453ef272e/iso-8534-2008>