

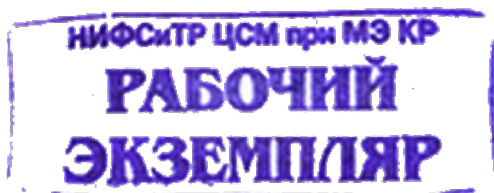


МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
ISO 11021—  
2016

Масла эфирные  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

Метод Карла Фишера



(ISO 11021:1999, IDT)

Издание официальное

Зарегистрирован  
№ 12411  
1 июля 2016 г.



## Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «ПАРФЮМ-ТЕСТ» (АНО «ПАРФЮМТЕСТ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 28 июня 2016 г. №49-2016)

За принятие стандарта 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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 11021:1999 Essential oils – Determination of water content – Karl Fischer method «Масла эфирные. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера» [« Es-sential 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

### 5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

## Масла эфирные

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ

## Метод Карла Фишера

Essential Oils. Determination of water content. Karl Fischer method

Дата введения —

## 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, которые являются обязательными. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая все его изменения).

ISO 760 Essential oils — Determination of water content — Karl Fischer method [(Эфирные масла. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (Общий метод)].

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен 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.

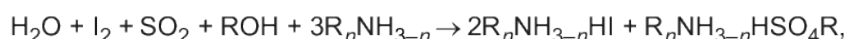
П р и м е ч а н и е — Содержание воды выражают с помощью массовой доли в процентах.

## 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:



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<sup>1)</sup>, свободный от пиридина, с титром менее 4,0 мг/см<sup>3</sup>; 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 оборудования 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<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>, с ценой деления 0,05 см<sup>3</sup>, колба с реактивом и осушительные трубки.

Минимальный интервал градуировки зависит от данных, представленных изготовителем (например, 0,02 см<sup>3</sup>).

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.

<sup>1)</sup> Соответствующий продукт доступен для приобретения.