

---

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  
2019

## 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 Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») 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 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 «Лактоза. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера» («Lactose — Determination of water content — Karl Fischer method», IDT).

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

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 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, 2011 — Все права сохраняются  
© Стандартинформ, оформление, 2015, 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

**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)<sup>1)</sup>**

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.

<sup>1)</sup> 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® CombiTitrant 2 фирмы Merck — примеры имеющихся в продаже однокомпонентных реактивов. Данная информация приводится для удобства пользователей настоящего стандарта.

### 3.2 Компонент для титрования

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

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

### 3.3 Компонент-растворитель

Компонент-растворитель реактива KF указан в 3.1.

### 3.4 Стандарт воды, $w(\text{H}_2\text{O}) = 10 \text{ мг/г}$

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

3.5 Метанол ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), 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<sup>3</sup>.

При применении реактива KF с водным эквивалентом 5 мг/см<sup>3</sup> используют бюретку вместимостью 5 см<sup>3</sup> (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  $(40 \pm 5) \text{ °С}$ , 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<sup>3</sup>, для количественного отбора стандарта воды (3.4).

4.5 Ложка стеклянная ложка 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;  
 $t$  — 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  $\rho_e$  — водный эквивалент (6.2) компонента для титрования (3.2), используемого в процессе титрования (6.1.1), мг воды на 1 см<sup>3</sup>.

## 6.2 Водный эквивалент компонента для титрования реактива KF

### 6.2.1 Титрование

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

В сосуд для титрования аппарата Карла Фишера (4.1) добавляют 30 см<sup>3</sup> 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 ( $i = 1 \dots 5$ ) 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 ( $i = 1 \dots 5$ ) 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, 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  $i$ -того 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<sup>3</sup>.

### 6.2.3 Среднее значение

Водный эквивалент компонента для титрования  $\rho_e$ , мг воды на 1 см<sup>3</sup>, рассчитывают как среднее значение пяти ( $i = 1 \dots 5$ ) 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<sup>3</sup> 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:

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

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

где  $V$  — объем компонента для титрования (6.5), см<sup>3</sup>;

$q_V$  — численное значение дрейфа (6.1.2), см<sup>3</sup>/мин;

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

$t$  — время титрования (6.5), мин;

$\rho_e$  — водной эквивалент компонента для титрования (6.2.3), мг воды на 1 см<sup>3</sup>;

$m$  — 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<sup>3</sup>;

$t_i$  — 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,  $i = 1 \dots n$ .

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

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

## 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.

- всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы;
- используемый метод отбора проб, если он известен;
- используемый метод испытаний со ссылкой на настоящий стандарт;
- все детали проведения анализа, не установленные в настоящем стандарте или рассматриваемые в качестве альтернативных, вместе с деталями, способными повлиять на результаты анализа;
- полученные результаты анализа;
- 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.

Т а б л и ц а 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 $r = 2,8 s_r$ , %	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 $R = 2,8 s_R$ , %	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)

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 *Г.Н. Симонова*  
Технический редактор *В.Н. Прусакова*  
Корректор *М.В. Бучная*  
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 19.11.2019. Подписано в печать 05.12.2019. Формат 60×84<sup>1/8</sup>. Гарнитура Ариал  
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,24.

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.  
[www.gostinfo.ru](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)