

ГОСТ Р 50548-93  
(ИСО 5381-83)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

---

**ПРОДУКТЫ ГИДРОЛИЗА КРАХМАЛА**

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ.  
МОДИФИЦИРОВАННЫЙ МЕТОД КАРЛА ФИШЕРА**

**Издание официальное**

Б3.1-93/12

**ГОССТАНДАРТ РОССИИ  
Москва**

к ГОСТ Р 50548-93 Продукты гидролиза крахмала. Определение содержания воды. Модифицированный метод Карла Фишера

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 2	в продукте.	в продукте, предварительно растворенном в смеси метанола и формамида.
Раздел 3	$H_2O + I_2 + SO_2 + 3C_2H_5N \rightarrow 2C_2H_5NH + C_2H_5NSO_3$ $C_2H_5NO_2 + ROH$ $C_2H_5NHOSO_2OR$ 2-метоксизтила	$H_2O + I_2 + SO_2 + 3C_2H_5N \rightarrow 2C_2H_5NH + C_2H_5NSO_3$ $C_2H_5NO_2 + ROH \rightarrow C_2H_5NH-OSO_2OR$ 2-метоксизтила
Пункт 4.3. Первый абзац второй абзац	Этот продукт	Этот продукт
Пункт 6.1. Пятый абзац	Измельчают продукт размером отверстий 250 мкм.	Реактив измельчают раз- мером отверстий 250 мкм.
Пункт 6.2. Третий абзац Пункт 6.4.1	и оставлена в таком положении в течение 60 с.	которая должна поддер- живаться в течение 60 с (см. п. 6.3).
Пункт 6.4.1.2	как указано в п. 4.1. на 0,2% приготовление конт- рольного образца отверстий 500 мкм, в со- ответствии с требова- ниями	как указано в п. 6.1. не более чем на 0,2% приготовление испытуемого образца отверстий 500 мкм
Пункт 6.4.2 Пункт 6.4.2.1	Контрольная проба берут от контрольного образца	Испытуемая проба берут от испытуемого об- разца
Пункт 6.4.2.2 Пункт 6.4.3.1 Пункт 6.4.3.2 Пункт 6.4.3.3 Пункт 6.4.4 Пункты 7.1, 7.1.2	контрольного образца Помещают контрольную пока образец	испытуемого образца Помещают испытуемую пока проба
Пункт 7.2 Раздел 8. Первый абзац второй абзац Приложение А. Пункт А.2 Приложение В.	4.1 контрольном образце масса контрольной про- бы, превышать обязательства	6.1 испытуемом образце массы испытуемой пробы превышать, %: факторы
Рис. 4. Подрисуноч- ная подпись Информационные дан- ные. Разработчики	пробы Полностью извлекают	образца Полностью выдваивают
	Приложение В контрольных проб не откупоривая титро- вочный сосуд $P_1$ и $P_2$ С Г. А. Глонина, Л. П. Хорева	Приложение Б испытуемых проб без откупоривания титро- вочного сосуда $R_1$ и $R_2$ Г Г. А. Глонина, Л. Н. Чубарова, Л. П. Хорева

(ИУС № 11-12 1993 г.)

УДК 547.458.67:664.2:006.354

Груда №49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ГИДРОЛИЗА КРАХМАЛА

Определение содержания воды.  
Модифицированный метод Карла Фишера

Starch hydrolysis products  
Determination of water content  
Modified Karl Fischer method

ГОСТ Р

50548—93

(ИСО 5381—83)

ОКП 91 8821

Дата введения 01.01.94

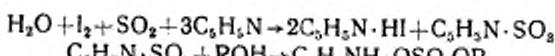
1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания воды в продуктах гидролиза крахмала.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Реакция раствора йода, двуокиси серы, пиридина и 2-метоксиэтанола (стабилизированный реагент Карла Фишера) с водой, содержащейся в продукте, предварительно растворенном в смеси метанола и формамида.

3. РЕАКЦИИ



где R — радикал 2-метоксиэтанола.

4. РЕАКТИВЫ

Во время проведения химических анализов пользуются только реагентами известного аналитического качества и только дистilledированной водой или водой эквивалентной чистоты; содержание воды во всех растворителях должно быть меньше 0,1 % (m/m).

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарт России

## С. 2 ГОСТ Р 50548—93

### 4.1. «Стабилизированный» реактив Карла Фишера

Данный стабилизированный реактив коммерчески доступен в форме готового раствора. Можно также приготовить этот реактив в лаборатории.

### 4.2. Растворитель метанол-формамид

Смешивают 700 см<sup>3</sup> безводного метанола с 300 см<sup>3</sup> безводного формамида.

С данным реактивом обращаться нужно с осторожностью.

### 4.3. Натрийтартрат кристаллический (Na<sub>2</sub>C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>·2H<sub>2</sub>O) (винно-кислый натрий)

Этот реактив коммерчески доступен в форме «специально для реактива Карла Фишера». Если данное качество не будет получено, промывают имеющийся тартрат 10 см<sup>3</sup> растворителя метанол-формамид и выполняют соответствующий контрольный холостой опыт.

Реактив измельчают таким образом, чтобы он прошел сквозь сито с名义альным размером отверстий 250 мкм. Содержание воды в этом гидрате составляет примерно 15,66% (m/m) и должно контролироваться сушкой в вакууме при температуре 150°C, пока не будет получена постоянная масса.

## 5. ОБОРУДОВАНИЕ

Обыкновенное лабораторное оборудование, а также указанное в пп. 5.1—5.4.

### 5.1. Пипетка с одним делением вместимостью 20 см<sup>3</sup>.

5.2. Приборы, в которые может вводиться образец, подлежащий химическому анализу.

5.2.1. Пробирка для взвешивания (для твердых материалов), состоящая из пробирки подходящего диаметра, чтобы позволить введение образца, и снабженная пробкой.

5.2.2. Шприц (для вязких жидкостей) вместимостью 10 см<sup>3</sup> (см. приложение А).

5.2.3. Пипетки с одной отметкой (для жидких продуктов) соответствующих вместимостей.

5.3. Аппарат Карла Фишера для титрования или аналогичный прибор (см. приложение Б).

5.4. Аналитические весы.

## 6. ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

### 6.1. Подготовка оборудования

Реактивы должны стандартизироваться для ежедневной серии опытов, а аппараты устанавливаться в полном соответствии с инструкциями фирм-изготовителей.

Если аппарат остается в собранном виде в течение более 24 ч, то рекомендуется взятый реактив слить обратно в сосуд, а бюретку несколько раз наполнить, прежде чем приступить к серии титрований.

Если титровочный баллон данного прибора не использовался до или после своего опустошения, то вливают в него 20 см<sup>3</sup> растворителя метанол-формамид с помощью пипетки или прибора, смонтированного на используемом аппарате.

Такое количество потребуется для того, чтобы погрузить концы платиновых электродов, имея в виду точную регулировку положения этих электродов, таким образом, чтобы не создавать препятствий мешалке во время ее вращения.

Регулируют скорость вращения мешалки и добавляют реактив Карла Фишера, пока не будет достигнута эквивалентная точка, которая должна поддерживаться в течение 60 с (см. п. 6.3).

В жидкость, оставшуюся в титровочном баллоне, можно добавлять последовательно образцы, которые подлежат химическому анализу. Когда баллон наполнится, опорожняют его путем отсасывания, пользуясь сифонной трубкой, введенной в круглое отверстие в крышке или через клапан на дне баллона.

#### 6.2. Стандартизация реактива Карла Фишера

Взвешивают с точностью до 0,5 мг примерно 500—700 мг натрийтартрата (в соответствии с типом аппарата) в пробирке для взвешивания и вводят его в титровочный баллон. Взвешивают трубку снова, чтобы определить точно массу ( $m_0$ ) введенного натрийтартрата.

Оставляют на 3 мин, чтобы дать натрийтартрату раствориться.

Потом титруют, пользуясь реактивом Карла Фишера, пока снова не будет достигнута эквивалентная точка, как указано в п. 6.1. Замечают объем ( $V_0$ ) использованного реактива. Повторяют определение, пока два следующих друг за другом титрования не будут отличаться от среднего не более чем на 0,2 %.

#### 6.3. Поправка

На дисперсию образцов и на экстракцию воды, содержащейся в этих образцах, требуется время, а значение титра в течение этого периода может измениться. Вот почему необходимо сделать, принимая во внимание это изменение, поправку, взяв то же самое время для стандартизации реактива.

#### 6.4. Определение

## С. 4 ГОСТ Р 50548—98

### 6.4.1. Приготовление испытуемого образца

#### 6.4.1.1. Жидкие и вязкие продукты

Смешивают лабораторный образец. Если необходимо, слегка подогревают, чтобы получить однородную смесь.

#### 6.4.1.2. Твердые продукты

Измельчают лабораторный образец таким образом, чтобы он легко проходил сквозь сито с номинальным размером отверстий 500 мкм.

#### 6.4.2. Испытуемая проба

##### 6.4.2.1. Жидкие или вязкие продукты

Пользуясь пипеткой или специальным ширицем, берут от испытуемого образца такое количество, чтобы при пользовании бюреткой вместимостью 25 см<sup>3</sup> потребовался объем реактива Карла Фишера, равный примерно 20 см<sup>3</sup>, что соответствует приблизительно 120 мг воды.

##### 6.4.2.2. Твердые продукты

В пробирку для взвешивания взвешивают с точностью до 0,1 мг такое количество испытуемого образца, чтобы потребовался, при пользовании бюреткой вместимостью 25 см<sup>3</sup>, объем реактива Карла Фишера, равный примерно 20 см<sup>3</sup>.

#### 6.4.3. Титрование

6.4.3.1. Помещают испытуемую пробу в титровочный баллон по возможности быстрее и определяют точную массу, добавляемую в случае с твердыми продуктами или с вязкими жидкостями, взвешивая заново пробирку для взвешивания или шириц.

6.4.3.2. Включают мешалку и мешают, пока проба полностью не растворится, чтобы дать возможность полностью экстрагироваться воде. Замечают время, необходимое для получения хорошей дисперсии.

6.4.3.3. Титруют реагентом Карла Фишера, как указано в п. 6.1, пока не будет достигнута эквивалентная точка.

#### Примечания:

1. Реактив Карла Фишера имеет очень темный цвет. Рекомендуется, чтобы градуировки на бюретке считывались по верху колонки жидкости, а не по дну мениска.

2. Если пользуются автоматическим прибором, бюретка наполняется таким образом, чтобы дно мениска находилось на одном и том же уровне, что и градуировка на бюретке. Следовательно, необходимо к каждому показанию добавлять 0,1 см<sup>3</sup>, чтобы принимать его во внимание.

#### 6.4.4. Число определений

Выполняют два определения на одном и том же испытуемом образце.

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

## 7.1. Метод расчета и формулы

## 7.1.1. Водный эквивалент реактива Карла Фишера

Водный эквивалент ( $T$ ) реактива Карла Фишера, выражаемый в миллиграммах воды в пересчете на кубический сантиметр реактива, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m_0 \times H}{100 \times V_0},$$

где  $m_0$  — масса натрийтартрата, использованная для стандартизации, мг;

$H$  — содержание воды, выражаемое к массе использованного натрийтартрата по п. 4.3, %;

$V_0$  — объем реактива Карла Фишера, использованный для стандартизации, см<sup>3</sup>.

## 7.1.2. Содержание воды в продукте

Содержание воды ( $H$ ), выражаемое в процентах к массе, вычисляют по формуле

$$H = \frac{V \times T \times 100}{m},$$

где  $V$  — объем реактива Карла Фишера, использованный для титрования, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса испытуемой пробы, мг;

$T$  — водный эквивалент реактива Карла Фишера, выражаемый в миллиграммах воды в пересчете на кубический сантиметр реактива.

В качестве результата берут среднее арифметическое результатов двух определений при условии, что требование на повторимость удовлетворяется.

## 7.2. Повторимость

Разница между результатами двух определений, выполненных одновременно или в быстрой последовательности одно за другим на одном и том же образце одним химиком-аналитиком, не должна превышать, %:

— 0,05 для содержания воды ниже 1 % ( $m/m$ );

— 0,1 для содержания воды между 1 и 10 % ( $m/m$ );

— 0,15 для содержания воды между 10 и 20 % ( $m/m$ );

— 0,2 для содержания воды выше 20 % ( $m/m$ ).

**8. ПРОТОКОЛ АНАЛИЗА**

В протоколе анализа должны быть указаны метод и полученные результаты. Должны быть приведены все детали, не указанные в настоящем стандарте или необязательные, а также все другие факторы, которые могли повлиять на результаты анализа.

В протокол анализа включают всю информацию, необходимую для полной идентификации образца.

**ПРИЛОЖЕНИЕ А**  
*Обязательное*

**СПЕЦИАЛЬНЫЙ ШПРИЦ ДЛЯ ДОБАВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ В ФОРМЕ ВЯЗКИХ ЖИДКОСТЕЙ И МЕТОД ЕГО ИСПОЛЬЗОВАНИЯ**

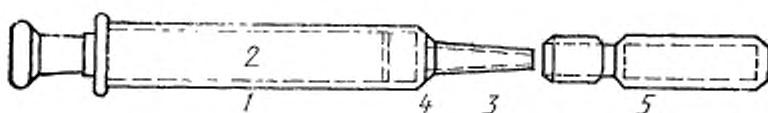
**A.1. Способ составления прибора (см. рис. 1)**

Берут шприц номинальной вместимостью 10 см<sup>3</sup> и срезают его конец. Пользуясь точилом конической формы, расширяют отверстие на маленьком конусе, пока оно не станет размером 8—9 мм.

Берут стандартное 10/24 конической формы пришлифованное охватывающее стеклянное соединение и проклеивают его большой конец эпоксидной смолой.

Насаживают патрубок, состоящий из трубы со стандартным 10/19 конической формы пришлифованным стеклянным охватывающим соединением.

Специальный шприц



1 — корпус шприца; 2 — поршень; 3 — стандартное конической формы охватываемое стеклянное соединение; 4 — шейка из эпоксидной смолы; 5 — присоединяемый патрубок с коническим стеклянным охватывающим соединением

Рис. 1

**A.2. Метод использования**

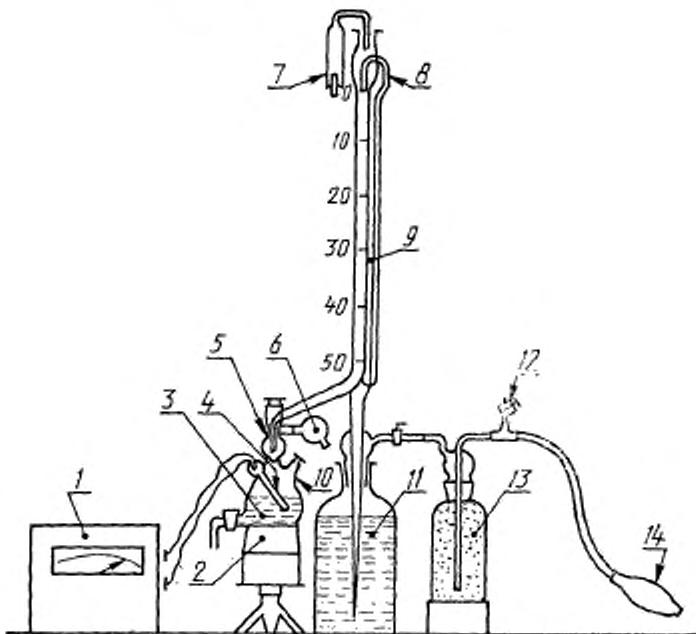
Насаживают патрубок на модифицированный шприц и погружают конец с патрубком в вязкую жидкость таким образом, чтобы конец патрубка находился непосредственно под ее поверхностью.

Полностью выдвигают поршень шприца и держат его в этом положении до тех пор, пока не вспосется в шприце требуемое количество образца. Отсоединяют поршень, освобождают шприц от образца и отсоединяют патрубок. Вытирают конец модифицированного шприца, чтобы удалить избыток жидкости, и накрывают его небольшой резиновой грушей. Взвешивают шприц с его содержимым.

Удаляют резиновую грушу и вставляют конец шприца в отверстие титровочного сосуда аппарата Карла Фишера для введения в него образца. Вдавливают поршень, чтобы выпустить содержимое шприца, вынимают шприц, закупоривают отверстие титровочного сосуда, надевают обратно резиновую грушу на конец шприца и, чтобы точно определить массу введенного в титровочный сосуд образца, взвешивают шприц повторно.

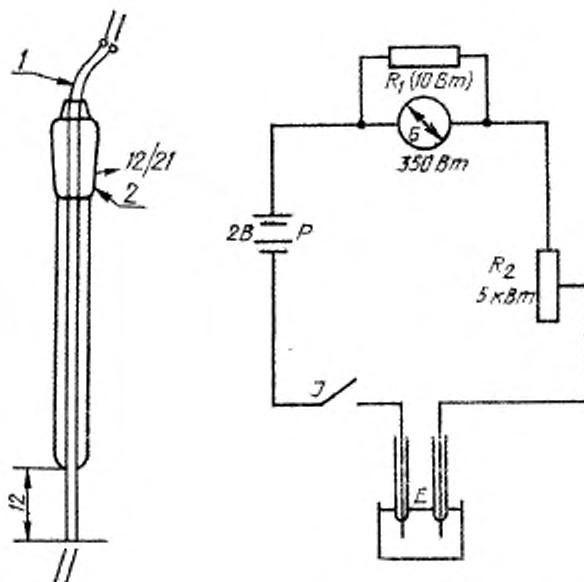
ПРИЛОЖЕНИЕ Б  
Обязательное

СХЕМА АППАРАТА КАРЛА ФИШЕРА



1 — электрометрическое устройство для обнаружения конечной точки (см. рис. 4);  
2 — электромагнитная мешалка; 3 — пластина из мягкой стали, покрытая стеклом или ПТФЭ (политетрафторэтилен); 4 — платиновые электроды (см. рис. 3); 5 — сферическое соединение из матового стекла, стандарт 29 (26/15); 6—7 — предохранительная трубка с безводным алюминий-натрийсиланом; 8 — автоматическая бюретка вместимостью 25—50 см<sup>3</sup>, градуированная на 0,6 см<sup>3</sup>; 9 — трубка, снабженная «акционным» колпачком, обеспечивающим введение жидкости в смеси проб с помощью щипцов без откручивания «титровочного» сосуда и запирания от атмосферной влаги; 10 — титровочный сосуд; 11 — бутыль с реагентом Карла Фишера; 12 — зажим винтового типа; 13 — бутыль, наполненная осушителем; 14 — резиновая груша

Рис. 2



Пластиновые электроды:  
1 — медные проволочки, одна из которых изолирована пластиковой оболочкой;  
2 — коническое соединение из стекла, стандарт 12/21

Рис. 3

Цель электрометрического устройства для обнаружения конечной точки:  
P — батарея;  
J — выключатель;  
E — пластиновые электроды;  
R<sub>1</sub> и R<sub>2</sub> — резисторы;  
G — гальванометр

Рис. 4

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Техническим комитетом ТК 250  
«Крахмал и крахмалопродукты»

### РАЗРАБОТЧИКИ

И. И. Кирюхина, канд. техн. наук, Г. А. Глонина, Л. Н. Чубарова, Л. П. Хорева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 02.04.93 № 103

Настоящий стандарт разработан методом прямого применения международного стандарта ИСО 5381—83 «Продукты гидролиза крахмала. Определение содержания воды. Модифицированный метод Карла Фишера» и полностью ему соответствует

3. Срок проверки — 1998 г., периодичность проверки — 5 лет

Редактор Т. И. Василенко  
Технический редактор В. Н. Малькова  
Корректор В. И. Кануркина

Сдано в набор 21.04.93. Подп. в печ. 19.08.93. Усл. печ. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70.  
Уч.-изд. л. 0,47. Тир. 374. С 419.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Кододезный пер., 14  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лихий пер., 6. Знак 334