ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54353— 2011

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли сульфат-иона гравиметрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Закрытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт Галургии» (ЗАО «ВНИИ Галургии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 июля 2011 г. № 179-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом 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, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Общие требования к условиям выполнения измерений 2
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы 2
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Порядок выполнения измерений 4
8 Обработка результатов измерений 4
9 Оформление результатов измерений 5
10 Метрологические характеристики 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли сульфат-иона гравиметрическим методом

Food common salt.
Determination of sulphate-ion mass fraction by gravimetric method

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую поваренную соль и устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли сульфат-иона в диапазоне измерений от 0,10 % до 1,60 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 52482—2005 Соль поваренная пищевая. Отбор и подготовка проб. Определение органолептических показателей

ГОСТ Р 54345—2011 Соль поваренная пищевая. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3956—76 Силикагель технический. Технические условия

ГОСТ 4108—72 Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия

ГОСТ 4223—75 Реактивы. Калий сернокислый кислый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 8136—85 Оксид алюминия активный. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9736—91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 13685—84 Соль поваренная. Методы испытаний

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18481—81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

Издание официальное

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на количественном выделении в осадок сульфат-иона раствором хлористого бария и определении массы сернокислого бария путем прокаливания и взвешивания.

4 Общие требования к условиям выполнения измерений

4.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть выполнены общие требования по технике безопасности и промышленной санитарии, предъявляемые к аналитическим лабораториям.

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 80 %;

взвешивание на весах проводят при температуре окружающего воздуха в соответствии с нормативным документом на весы.

4.3 При выполнении измерений допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и испытательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а химических реактивов и воды по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.4 К выполнению измерений допускают лаборантов, контролеров продукции, освоивших технику выполнения измерений и прошедших соответствующий инструктаж.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

Ареометр АОН-1 с диапазоном измерений от 700 до 1840 кг/м^3 по ГОСТ 18481.

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,1 мг и с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 10 мг и с наибольшим пределом взвешивания 1000 г.

Набор гирь (1—100 г) E_2 по ГОСТ 7328.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный, тип А, 1-го класса точности, с диапазоном измерений от 0 °С до 250 °С и ценой деления шкалы не более 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная лабораторная с электрическим подогревом.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С.

Печь муфельная типа ПМ-8 или другого типа, обеспечивающая температуру нагрева до 900 °С, по ГОСТ 9736.

Электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919.

Колбы 1-100(500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 3-2а-2-5 по ГОСТ 29227.

Пипетки 2-2-5(100) по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-150(400, 1000) ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-10(25, 100, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 1(2)-190 по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Склянка с притертой пробкой.
Часовое стекло.
Сосуд из темного стекла.
Тигель низкий 3 по ГОСТ 9147.
Барий хлорид 2-водный, ч. д. а. по ГОСТ 4108.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Калий сернокислый кислый, ч. д. а. по ГОСТ 4223.
Кальций хлористый по ГОСТ 450.
Силикагель технический по ГОСТ 3956.
Алюминия оксид активный по ГОСТ 8136.
Кислота азотная по ГОСТ 4461.
Кислота соляная, ч. д. а. по ГОСТ 3118.
Серебро азотнокислое, ч. д. а. по ГОСТ 1277.
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ Р 52482.

6.2 Подготовка фарфорового тигля

Тигель помещают в муфельную печь и прокаливают при температуре (750 ± 50) °С в течение 30 мин или 2 ч, если тигли новые. Затем тигель помещают в эксикатор, заполненный абсорбентом, и после охлаждения взвешивают до постоянного веса, т. е. разница между двумя последующими взвешиваниями не должна превышать 0,0005 г.

6.3 Приготовление растворов

6.3.1 Приготовление водного раствора хлористого бария с массовой долей 10 %

10,0 г кристаллического хлористого бария помещают в стакан вместимостью 150 см^3, цилиндром приливают 90 см^3 дистиллированной воды, перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения хлористого бария.

Через 18—20 ч раствор фильтруют через обеззоленный фильтр, трижды промытый горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной водой.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой и применяют в течение 3 мес.

6.3.2 Приготовление водного раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %

Объем концентрированной соляной кислоты $V_к$, см^3, необходимый для приготовления 1000 см^3 раствора, рассчитывают по формуле

$$V_к = \frac{C \cdot \rho_{20} \cdot 1000}{C' \cdot \rho'_{20}}, \qquad (1)$$

где C = 10 % — требуемая массовая доля соляной кислоты в растворе;
ρ_{20} = 1,047 г/см^3 — плотность получаемого раствора соляной кислоты;
1000 — вместимость мерной колбы, см^3;
C' — массовая доля исходной концентрированной соляной кислоты, %;
ρ'_{20} — плотность исходной концентрированной соляной кислоты, г/см^3.

Рассчитанный объем концентрированной соляной кислоты, отмеренный цилиндром, медленно приливают в стакан, в который налито примерно (950 – $V_к$) см^3 дистиллированной воды. Раствор осторожно перемешивают стеклянной палочкой, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Ареометром измеряют плотность приготовленного раствора. Она должна составлять (1,047 ± 0,002) г/см^3.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой и применяют в течение 6 мес.

6.3.3 Приготовление раствора сернокислого калия с массовой концентрацией сульфат-иона 10 мг/см^3

18,140 г сернокислого калия, предварительно высушенного в сушильном шкафу до постоянной массы при температуре от 100 °С до 105 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде и применяют в течение одного года.

6.3.4 Приготовление водного раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %

0,500 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, цилиндром наливают 20 см^3 дистиллированной воды, добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и перемешивают. Полученный раствор доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в сосуде из темного стекла. Срок хранения раствора — не более одного года.

6.4 Подготовка анализируемого раствора

10,000 г (для сорта «экстра» — 50,000 г) соли помещают в стакан вместимостью 400 см^3. Цилиндром добавляют от 150 до 200 см^3 горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной воды. Полученный раствор накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 30 мин. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 5) °С и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см^3 при помощи воронки через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Осадок на фильтре промывают горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (промывные воды не должны образовывать осадок или сильную муть при прибавлении раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %, приготовленного по 6.3.4). После охлаждения до комнатной температуры объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и интенсивно перемешивают.

Допускается определение массовой доли сульфат-иона из фильтрата, полученного после определения нерастворимого в воде остатка по ГОСТ Р 54345.

7 Порядок выполнения измерений

Пипеткой отбирают 100 см^3 фильтрата, полученного по 6.4, переносят в стакан вместимостью 150 см^3, пипеткой добавляют 3 см^3 раствора соляной кислоты с массовой долей 10 %, приготовленного по 6.3.2, и нагревают до кипения. Приливают (по каплям) пипеткой при непрерывном помешивании 5 см^3 горячего раствора хлористого бария с массовой долей 10 %, приготовленного по 6.3.1. После осаждения стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 4 ч при температуре около 40 °С.

После отстаивания осадок количественно переносят на обеззоленный фильтр «синяя лента» и промывают горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора.

Влажный фильтр с осадком помещают в фарфоровый тигель, подготовленный по 6.2. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 105 °С в течение не менее 30 мин, озоляют на плитке, избегая его воспламенения, прокаливают в муфельной печи при температуре (750 ± 50) °С в течение 2 ч. Затем помещают в эксикатор, заполненный абсорбентом, и после охлаждения взвешивают до постоянного веса, т. е. разница между двумя последующими взвешиваниями не должна превышать 0,0005 г.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

8 Обработка результатов измерений

Массовую долю сульфат-иона X_{SO_4}, %, вычисляют по формуле

$$X_{SO_4} = \frac{0{,}4116(m_2 - m_1)500 \cdot 100}{m \cdot V}, \qquad (2)$$

где 0,4116 — коэффициент пересчета сернокислого бария на сульфат-ион;

m_2 — масса фарфорового тигля с осадком после прокаливания, г;

m_1 — масса фарфорового тигля без осадка после прокаливания, г;

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г, определяемая по формуле

$$m = \frac{m'(100 - X_1)}{100}, \qquad (3)$$

где m' — масса навески соли, г;

X_1 — массовая доля влаги, %, определяемая по ГОСТ 13685 (пункт 2.2.4);

100 — коэффициент пересчета в проценты;

V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3.

Вычисления проводят с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

За результат измерения массовой доли сульфат-иона принимают среднеарифметическое значение результатов двух единичных измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), если выполняется условие приемлемости: абсолютное расхождение между результатами двух единичных измерений не превышает установленного предела повторяемости r (см. раздел 10).

9 Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой доли сульфат-иона представляют в виде

$$\overline{X}_{SO_4} \pm \Delta, \quad \text{при} \quad P = 0{,}95, \tag{4}$$

где $\overline{X}_{SO_4}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

Δ — значение абсолютной погрешности измерений, указанное в таблице 1, %.

10 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики метода измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода измерений массовой доли сульфат-иона

В процентах

Диапазон измерения массовой доли сульфат-иона X_{SO_4}	Предел повторяемости (абсолютное допускаемое расхождение результатов двух единичных измерений при P = 0,95) r	Предел воспроизводимости (абсолютное допускаемое расхождение для двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях, при P = 0,95) R	Показатель точности (границы абсолютной погрешности, при P = 0,95) $\pm \Delta$
От 0,10 до 1,00 включ.	0,06	0,08	0,06
Св. 1,00 » 1,60 »	0,15	0,20	0,15

Примечания

1 При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов единичных измерений и установления окончательного результата согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

2 По результатам анализа статистических данных, полученных при проверке приемлемости результатов единичных измерений, лаборатория может установить собственные значения предела повторяемости, но не более указанных в таблице 1.

УДК 664.41.001.4:006.354 ОКС 67.220.20 Н95 ОКП 91 9202
91 9220
91 9230
91 9240

Ключевые слова: соль пищевая поваренная, гравиметрический метод, измерение массовой доли сульфат-иона

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.01.2012. Подписано в печать 01.02.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,98. Тираж 186 экз. Зак. 140.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.