ГОСТ 13685—84

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ

МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2010

УДК 664.41.001.4:006.354 Группа Н99

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ

Методы испытаний

Common salt. Test methods

ГОСТ 13685—84

МКС 67.220.20
ОКСТУ 9109

Дата введения 01.01.85

Настоящий стандарт распространяется на поваренную соль, предназначенную для пищевых целей, на кормовую соль, хлористый натрий для промышленного потребления и рассолы хлорида натрия и устанавливает методы отбора проб для испытаний и методы испытаний.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. МЕТОДЫ ОТБОРА И ПОДГОТОВКИ ПРОБ*

1.1. Отбор проб

Пробы поваренной соли отбирают от каждой единицы продукции, включенной в выборку.

Пробы отбирают щупом либо с использованием пробоотборников любой конструкции, обеспечивающих сохранность гранулометрического состава продукта.

Массу проб определяют взвешиванием на лабораторных весах по ГОСТ 24104** 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1,0 кг и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Отобранные пробы объединяют, перемешивают и сокращают до получения средней пробы (черт. 1).

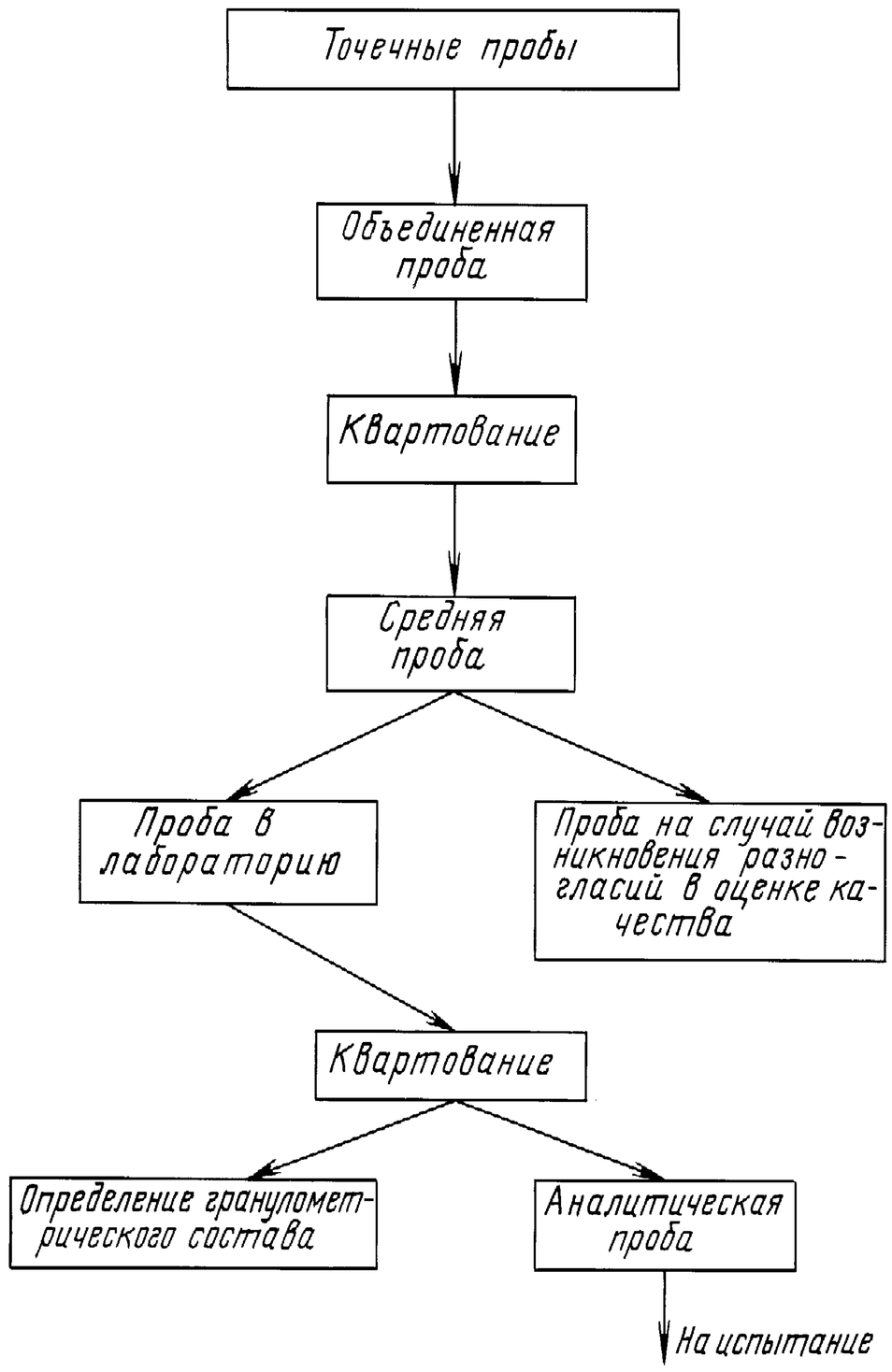
* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52482—2005.

** С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1984
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2010

Схема отбора и подготовки проб



Черт. 1

1.1.1. Отбор проб от неупакованного продукта, находящегося в движении

Точечные пробы отбирают из расчета одна проба от 15—20 т продукта методом полного пересечения струи через равные интервалы времени. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

1.1.2. Отбор проб от неупакованного продукта из судов, вагонов, автомашин

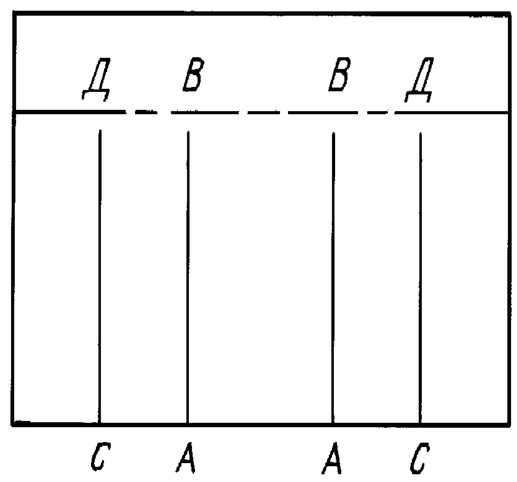
Точечные пробы из судов, вагонов отбирают по п. 1.1.1 или в два этапа по схеме (черт. 2). На первом этапе пробы отбирают после выгрузки продукта у дверного проема, на втором — после выгрузки половины продукта. Масса точечной пробы не должна быть менее 0,5 кг.

Точечные пробы из автомашин отбирают по п. 1.1.1 или по схеме (черт. 3). Масса точечной пробы должна быть не менее 200 г.

1.1.3. Отбор проб от неупакованного продукта на складе

Из поверхности соли, предварительно очищенной от загрязнений, вырубают полосу сверху вниз по поверхности шириной не менее 0,5 м и глубиной не менее 0,5 м. Полученный продукт смешивают и щупом отбирают пять точечных проб по схеме конверта. Масса точечной пробы должна быть не менее 0,5 кг.

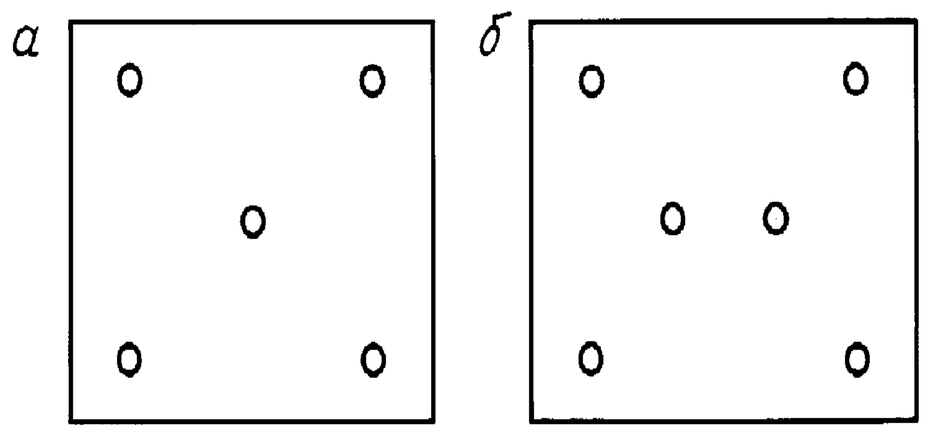
Расположение соли в судне и в вагоне



АВ — первый этап отбора
СД — второй этап отбора

Черт. 2

Схемы отбора проб (в плане)



а — из автомашины до 5 т; *б* — из автомашины свыше 5 т

Черт. 3

1.1.4. Отбор проб от упакованного продукта

Точечные пробы отбирают любым средством, обеспечивающим сохранность гранулометрического состава, вводя его на $^3/_4$ высоты упаковки.

1.1.5. Отбор проб от рассола

Точечные пробы рассола отбирают из расчета одна проба объемом 0,5 дм^3 от 30 т продукта.

1.2. Подготовка средней пробы

1.2.1. Подготовку средней пробы проводят по схеме, приведенной на черт. 1.

Из отобранных точечных проб составляют объединенную пробу, которую после тщательного перемешивания сокращают методом последовательного квартования. Масса средней пробы должна быть не менее 2,5 кг.

Квартование осуществляют следующим способом. Соль насыпают на чистую поверхность конусом, уплотняют, нажимая пластиной, до $^1/_4$ высоты. Затем двумя взаимно перпендикулярными сечениями делят на четыре части. Для приготовления средней пробы используют две противолежащие части. Операцию квартования повторяют до тех пор, пока масса средней пробы не составит 2,5 кг.

Допускается использовать делитель типа ДМП-2 или другого типа, обеспечивающий равномерность разделения пробы по массе с относительной погрешностью не более 15 %.

1.2.2. Подготовка средней пробы рассола

Из отобранных точечных проб рассола после тщательного перемешивания выделяют среднюю пробу объемом 1 дм^3.

1.2.3. Полученную среднюю пробу делят на две равные части, помещают в емкости, закрывают пробками и герметично упаковывают. Обе пробы маркируют этикетками, указывая наименова-

ние продукта, сорт, обозначение стандарта, наименование предприятия-изготовителя, массу партии, дату отбора пробы и фамилию должностного лица, отбиравшего пробу.

Одну из проб передают для испытаний в лабораторию, а вторую хранят в течение 6 мес на случай возникновения разногласий в оценке качества продукта.

1.3. Подготовка аналитической пробы

Аналитическую пробу получают методом квартования пробы, переданной для испытаний в лабораторию. Масса аналитической пробы должна быть не менее 300 г. Пробу растирают на механических истирателях или вручную в фарфоровой ступке и просеивают через сито с отверстиями 0,25 мм по ГОСТ 6613 до полного прохождения продукта через сито.

2. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

2.1. Определение органолептических показателей*

2.1.1. Сущность метода заключается в оценке вкуса, запаха, внешнего вида соли.

Оценку осуществляют органолептическим методом.

2.1.2. Аппаратура и материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 1,0 кг и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Часы любой марки, обеспечивающие точность измерения ± 2 мин.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 100 $см^3$.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.1.3. Подготовка к испытанию

Помещение, в котором проводят органолептические испытания, а также посуда, используемая при испытаниях, должны быть без посторонних запахов.

Освещенность рабочих мест должна быть не менее 500 лм рассеянным дневным светом или светом люминесцентных ламп по ГОСТ 6825.

Готовят раствор соли, растворяя навеску соли массой (5 ± 0,02) г в 100 $см^3$ дистиллированной воды при температуре 15 °С—25 °С.

2.1.4. Проведение испытания

Вкус соли определяют по вкусу ее водного раствора с массовой долей NaCl 5 %.

Запах соли определяют непосредственно после растирания ее в чистой фарфоровой ступке. Количество соли должно быть не менее 20 г.

При температуре окружающего воздуха ниже 15 °С пробу соли перед растиранием выдерживают при нормальных условиях (при температуре плюс 20 °С, атмосферном давлении 10^5 Па и относительной влажности 75 %) в закрытом сосуде 10—15 мин.

Внешний вид соли определяют следующим образом.

(0,5 ± 0,02) кг пробы неизмельченной соли, полученной по п. 1.2.2 для испытаний, рассыпают тонким слоем на чистый лист бумаги или на предварительно очищенную поверхность размером 500 × 500 мм и визуально определяют внешний вид.

2.2. Определение массовой доли влаги

Метод основан на высушивании взвешенной пробы соли и определении потери массы при высушивании.

2.2.1 Аппаратура

Шкаф сушильный типа 2В-151 или другого типа, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100 °С—200 °С.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 45—50 мм, высотой 40—50 мм.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Термометр стеклянный ртутный электроконтактный по ГОСТ 9871 с ценой деления шкалы не более 2 °С.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 52482—2005.

Шпатель, щипцы.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

2.2.2. Подготовка к испытанию

Сушильный шкаф перед началом испытаний нагревают до 160 °С—170 °С.

2.2.3. Проведение испытания

Из аналитической пробы соли в высушенную бюксу берут навеску массой 10 г и помещают на верхнюю полку сушильного шкафа открытую бюксу, а крышку от бюксы — на нижнюю полку. Навеску высушивают до постоянной массы при 140 °С—150 °С. Первое взвешивание проводят через 1 ч после помещения навески в шкаф, каждое последующее — через 0,5 ч. Постоянную массу считают достигнутой, если разница между двумя последующими взвешиваниями не превышает 0,0005 г.

По окончании процесса сушки бюксу с навеской вынимают из шкафа, закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, после чего взвешивают.

2.2.4. Обработка результатов

Массовую долю влаги (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 100}{m},$$

где m — масса навески соли, г;

m_1 — масса бюксы с навеской соли до высушивания, г;

m_2 — масса бюксы с навеской соли после высушивания, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,01 % в интервале содержания влаги 0 %—0,1 % и 0,2 % — в интервале 1 %—10 %.

2.3. Определение массовой доли не растворимого в воде остатка

Метод основан на растворении заданного количества пробы соли в воде, фильтровании полученного раствора, сушке и взвешивании нерастворимого остатка.

2.3.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Баня водяная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см^3.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 300 см^3.

Стекла часовые по ГОСТ 25336.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

Фильтры беззольные «синяя лента».

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 4461 плотностью 1400 кг/м^3.

Шкаф сушильный типа 2В-151 или другого типа, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100 °С—200 °С.

Термометр стеклянный ртутный электроконтактный по ГОСТ 9871 с ценой деления шкалы не более 2 °С.

Бюксы стеклянные по ГОСТ 25336 диаметром 45—50 мм, высотой 40—50 мм.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч.д.а., водный раствор с массовой долей $AgNO_3$ около 0,5 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.3.2. Подготовка к испытанию

2.3.2.1. Приготовление водного раствора азотнокислого серебра

Навеску азотнокислого серебра массой 0,5 г растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды, приливают 10 см^3 азотной кислоты, перемешивают и к полученному раствору добавляют 70 см^3 дистиллированной воды.

2.3.3. Проведение испытания

От аналитической пробы, приготовленной по п. 1.3, отбирают и взвешивают в предварительно высушенную и взвешенную бюксу навеску поваренной соли массой 10 г, количественно переносят в стакан вместимостью 300 см^3 и добавляют 150—200 см^3 горячей дистиллированной воды. При испытании соли сорта «Экстра» масса навески должна быть не менее (50 ± 0,0002) г.

Полученный раствор накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане 30 мин. Раствор охлаждают до температуры 20 °С—25 °С и фильтруют в мерную колбу через беззоль-

ный фильтр «синяя лента», предварительно высушенный при температуре 100 °С—105 °С, охлажденный в эксикаторе и взвешенный.

Осадок на фильтре промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром). Объем раствора в колбе доводят водой до метки и интенсивно перемешивают — получают раствор А. Раствор хранят для дальнейших испытаний.

Фильтр с нерастворимым остатком переносят в бюксу и высушивают при температуре 100 °С—105 °С до постоянной массы. Первое взвешивание проводят через 1 ч после помещения осадка в шкаф, последующие — через 0,5 ч. Сушку считают законченной, если разница между двумя взвешиваниями не превышает 0,0002 г.

2.3.4. Обработка результатов

Массовую долю не растворимых в воде веществ (X_2) в процентах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2)\cdot 100\cdot 100}{m\,(100 - X_1)},$$

где m — масса навески соли, г;

m_1 — масса бюксы с фильтром и не растворимым в воде остатком, г;

m_2 — масса бюксы с фильтром без остатка, г;

X_1 — массовая доля влаги, определенная по п. 2.2.4.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 % при массовой доле нерастворимого остатка до 1 %, 0,25 % — при массовой доле нерастворимого остатка от 1,1 % до 3 % и 0,3 % — при массовой доле нерастворимого остатка свыше 3 %.

2.4. Определение массовой доли хлор-иона меркуриметрическим методом

Метод основан на титровании хлоридов после отделения веществ, не растворимых в воде, раствором азотнокислой ртути в присутствии дифенилкарбазона в качестве индикатора.

2.4.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

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

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3.

Капельницы лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 10 и 25 см^3.

Пипетки вместимостью 1, 10, 20 и 50 см^3.

Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.

При проведении испытания применяют реактивы квалификации ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Дифенилкарбазон или дифенилкарбазид, спиртовой раствор с массовой долей вещества 1 % готовят по ГОСТ 4919.1 следующим образом: 1 г дифенилкарбазона или дифенилкарбазида растворяют в 96 %-ном этиловом спирте и доводят объем раствора этим же спиртом до 100 см^3.

Раствор хранят в темной склянке в холодильнике и меняют, когда уже не появляется окрашивание.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, не содержащая окислов азота; х.ч., концентрированная, плотностью 1300 кг/м^3 и (1:4).

Ртуть азотнокислая (двухвалентная) по ГОСТ 4520, раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3; готовят растворением 8,57 г соли ртути (II) в 2—3 см^3 концентрированной азотной кислоты, разбавляют и доводят объем водой до 1 дм^3, после чего фильтруют.

Коэффициент молярной концентрации (K) для раствора азотнокислой ртути (II) устанавливают по раствору хлористого натрия. Для этого 10 см^3 0,05 моль/дм^3 раствора хлористого натрия разбавляют дистиллированной водой до 10 см^3, добавляют по каплям раствор азотной кислоты (1:4) по универсальной лакмусовой бумаге до pH 2,5—3,0 и 2 см^3 раствора дифенилкарбазона и затем титруют раствором азотнокислой ртути до получения сине-фиолетовой окраски.

Коэффициент молярной концентрации (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где V — объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см^3.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч., раствор с молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3 готовят растворением в воде 2,922 г хлористого натрия, предварительно высушенного при 105 °С, и доводят объем водой до 1 дм^3 при 20 °С.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

2.4.2. Проведение испытания

1,5 г соли по п. 1.3, предварительно высушенной при 105 °С до абсолютно сухого состояния, растворяют и доводят объем раствора водой в мерной колбе вместимостью 500 см^3. 10 см^3 полученного раствора переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют по каплям азотную кислоту (1:4) до pH 2,5—3,0, 50 см^3 воды и 2 см^3 раствора дифенилкарбазона, затем титруют раствором азотнокислой ртути до получения сине-фиолетовой окраски.

При слабо заметной окраске приливают еще 2—3 капли индикатора и, если окраска усиливается, титрование считают законченным.

Перед проведением испытания проводят контрольный опыт по изменению окраски растворов при титровании. Для этого в коническую колбу вместимостью 500 см^3 вносят 50 см^3 воды, подкисляют раствором азотной кислоты (1:4), добавляют 2 см^3 дифенилкарбазона и титруют раствором азотнокислой ртути до появления сине-фиолетового окрашивания (обычно одна капля). Окраску растворов при титровании испытуемой пробы сравнивают с полученной окраской.

2.4.3. Обработка результатов

Массовую долю хлор-иона (X_3) в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V - V_1) \cdot 0{,}001772 \cdot K \cdot 100 \cdot 500}{m \cdot V_2},$$

где V — объем 0,05 моль/дм^3 раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование, см^3;

V_1 — объем азотнокислой ртути 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольного опыта, см^3;

K — коэффициент молярной концентрации раствора азотнокислой ртути (II);

0,001772 — массовая доля хлор-иона, соответствующая 1 см^3 раствора азотнокислой ртути концентрации 0,05 моль/дм^3;

V_2 — объем анализируемого раствора в испытуемой пробе, см^3;

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

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

где m' — масса навески соли, г;

X_1 — массовая доля влаги, % (п. 2.2.4).

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,01 %.

2.4.1—2.4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.5. Определение массовой доли кальций-иона

Метод основан на титровании кальций-иона в растворе хлористого натрия (поваренной соли) в присутствии мурексида в качестве индикатора раствором трилона Б (соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная).

2.5.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Баня водяная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см^3.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 300 см^3.

Стекла часовые по ГОСТ 25336.

Капельницы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Бюретки стеклянные вместимостью 5 см^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 300 см^3.

Пипетки стеклянные вместимостью 5, 10, 50 см^3.

При проведении испытания применяют реактивы квалификации ч.д.а.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 М раствор которого готовят следующим образом: 80 г кристаллического натрия гидроокиси растворяют в 200—300 см^3 воды, перемешивают и доводят водой до 1,0 дм^3, pH раствора должен быть равен 12.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Магний сернокислый по ГОСТ 4523, раствор магния сернокислого с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм^3.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, водный раствор с массовой долей хлористого аммония 20 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей аммиака 20 %.

Аммиачно-буферный раствор готовят по ГОСТ 4919.2 следующим образом: в мерную колбу вместимостью 1,0 дм^3 помещают 67 г хлористого аммония, добавляют 200 см^3 воды, 570 см^3 водного раствора аммиака с массовой долей аммиака 25 %, затем смесь доводят дистиллированной водой до 1,0 дм^3, pH раствора должен быть равен 10,0—10,5.

Мурексид (индикатор). Растирают в ступке сухую смесь индикатора с солью в соотношении 1:100.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3 готовят следующим образом: 9,3 г трилона Б растворяют в 500-800 см^3 дистиллированной воды. Если раствор получился мутным, то его необходимо профильтровать, перемешать и довести объем до 1,0 дм^3. pH раствора близок к 5.

Раствор трилона Б устойчив — за 4 мес хранения титр раствора трилона Б изменяется не более чем на 0,6 %.

Для установки коэффициента молярной концентрации трилона Б в коническую колбу вместимостью 250 см^3 пипеткой отбирают 50 см^3 раствора сернокислого магния, добавляют 5 см^3 буферного раствора и 5—7 капель индикатора хром темно-синего, интенсивно перемешивая, медленно титруют раствором трилона Б до изменения цвета от винно-красного до синего.

Коэффициент молярной концентрации эквивалента трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{50}{V},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование раствора сернокислого магния, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.5.2. Проведение испытания

Для проведения испытания из фильтрата по п. 2.3.3 отбирают пипеткой аликвотную часть раствора в количестве 50 см^3, переносят в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, прибавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия и 2—3 мг мурексида до появления красного цвета.

Полученный раствор титруют раствором трилона Б до перехода окраски от красной до фиолетовой.

2.5.3. Обработка результатов

Массовую долю кальций-иона (X_5) в процентах вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{V_5 \cdot 0{,}001002 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где V — объем аликвотной части анализируемого раствора;

V_5 — объем 0,05 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г;

0,001002 — массовая доля кальций-иона, соответствующая 1 см^3 0,05 М раствора трилона Б.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 % при массовой доле кальций-иона до 0,8 % и 0,01 % — при массовой доле кальций-иона до 0,02 %.

2.6. Определение массовой доли магний-иона

Метод основан на титровании суммы кальция и магния раствором трилона Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) в присутствии кислотного хром темно-синего в качестве индикатора и последующем пересчете на содержание иона магния.

2.6.1. Реактивы и растворы

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, раствор трилона Б с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 с массовой долей аммиака 20 %.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, водный раствор с массовой долей аммония хлористого 20 %.

Хром темно-синий кислотный (индикатор). Раствор готовят растворением 0,1 г индикатора в 2 см^3 буферного раствора и разбавлением этиловым спиртом до 20 см^3. Раствор пригоден в течение не более 10 сут.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Аммиачно-буферный раствор.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.6.2. Проведение испытания

Аликвотную часть фильтрата по п. 2.3.3 в количестве 50 см^3 отбирают пипеткой и переносят в коническую колбу вместимостью 250—300 см^3, прибавляют 5 см^3 буферного раствора, 5—7 капель индикатора хром темно-синего и титруют (при малом содержании кальция и магния желательно из микробюретки) раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в синюю.

2.6.3. Обработка результатов

Массовую долю магния (X_6) в процентах вычисляют по формуле

$$X_6 = \frac{(V_6 - V_5) \cdot 0{,}000608 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где V_6 — объем 0,05 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы кальций- и магний-ионов, см^3;

V_5 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальций-иона, см^3;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г;

0,000608 — масса магний-иона, соответствующая 1 см^3 0,05 М раствора трилона Б;

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

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 % при массовой доле магний-иона свыше 0,8 % и 0,02 % — при массовой доле до 0,05 %.

2.7. Определение массовой доли кальций-иона и магний-иона с одним индикатором

Метод основан на последовательном титровании вначале кальций-иона, а затем магний-иона раствором трилона Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) в присутствии кислотного хром темно-синего в качестве индикатора.

2.7.1. Реактивы

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, водный раствор с содержанием NaOH 2 М.

Трилон Б по ГОСТ 10652, водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Аммиачный буферный раствор, pH = 10,0 ÷ 10,5.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Хром темно-синий кислотный (индикатор), готовят следующим образом: растворяют 0,5 г индикатора в 10 см^3 буферного раствора и доводят объем этиловым спиртом до 100 см^3.

2.7.2. Проведение испытания

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 вводят пипеткой 50 см^3 фильтрата по п. 2.3.3, добавляют 50 см^3 воды, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия, 0,2 см^3 раствора кислотного хром тем-

но-синего и перемешивают. Титруют из микробюретки раствором трилона Б до перехода розовой окраски в синюю.

В другую коническую колбу вместимостью 250 см^3 вводят пипеткой 50 см^3 воды, 50 см^3 этого же фильтрата, 5 см^3 аммиачно-буферного раствора, 0,2 см^3 раствора кислотного хром темно-синего и продолжают титрование, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.7.3. Обработка результатов

Массовую долю кальций-иона (X_7) в процентах вычисляют по формуле

$$X_7 = \frac{V_7 \cdot 0{,}001 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{V_7}{m},$$

где V_7 — объем 0,05 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальций-иона (первое титрование), см^3;

0,001 — масса кальций-иона, эквивалентная 1 см^3 0,05 М раствора трилона Б, г;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г.

Массовую долю магний-иона (X_8) в процентах вычисляют по формуле

$$X_8 = \frac{(V_8 - V_7) \cdot 0{,}0006 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot 50} = \frac{V_8 - V_7}{m} \cdot 0{,}6,$$

где V_7 — объем 0,05 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальций-иона (первое титрование), см^3;

V_8 — объем 0,05 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование суммы кальций-иона и магний-иона (второе титрование), см^3;

0,0006 — масса магний-иона, эквивалентная 1 см^3 0,05 М раствора трилона Б, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать для кальций-иона 0,05 % при массовой доле кальций-иона до 0,8 % и 0,01 % — при массовой доле до 0,02 %, а для магний-иона 0,2 % при массовой доле магний-иона свыше 0,8 % и 0,02 % — при массовой доле до 0,05 %.

2.8. Определение массовой доли сульфат-иона

Метод основан на осаждении сульфатов хлористым барием с последующим взвешиванием осадка сульфата бария.

2.8.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью не более 0,2 г.

Шкаф сушильный типа 2В-151 или другого типа, обеспечивающий температуру нагрева 100 °С—200 °С.

Термометр стеклянный ртутный электроконтактный по ГОСТ 9871 с ценой деления шкалы не более 2 °С.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

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

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147.

Пипетки стеклянные вместимостью 100 см^3.

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 350 см^3.

Стекла часовые диаметром 100 мм по ГОСТ 25336.

Фильтры беззольные «синяя лента».

При приготовлении растворов и проведении испытания применяют реактивы квалификации не ниже ч.д.а.

Барий хлористый по ГОСТ 4108, водный раствор с массовой долей хлористого бария 10 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, водный раствор с массовой долей соляной кислоты 10 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.8.2. Проведение испытания

Из фильтрата по п. 2.3.3 отбирают пипеткой аликвотную часть раствора в количестве 100 см^3 и переводят в стакан вместимостью 350 см^3, подкисляют 3 см^3 соляной кислоты, нагревают до кипения и приливают (по каплям) при непрерывном помешивании 5 см^3 горячего раствора хлористого бария. После осаждения стакан накрывают часовым стеклом и выдерживают 4 ч в теплом месте. Затем раствор декантируют через плотный фильтр «синяя лента». Осадок в стакане дважды промывают декантацией горячей дистиллированной водой, приливая каждый раз по 10 см^3. Осадок переводят на фильтр, промывают горячей водой до отрицательной реакции на ион хлора.

Влажный фильтр с осадком помещают в предварительно прокаленный и взвешенный фарфоровый тигель. Тигель с фильтром высушивают в сушильном шкафу при 100 °С—105 °С, озоляют на небольшом пламени горелки или в муфельной печи и прокаливают при 600 °С—800 °С. Прокаливание осадка проводят до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе осадок взвешивают.

2.8.3. Обработка результатов

Массовую долю сульфат-иона (X_9) в процентах вычисляют по формуле

$$X_9 = \frac{0{,}4114\,(m_1 - m)\cdot 500\cdot 100}{m_2\cdot V},$$

где V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

m — масса тигля, г;

m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г;

0,4114 — масса сульфат-иона, эквивалентная 1 г сульфата бария, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,005 %.

2.9. Определение массовой доли оксида железа фотоколориметрическим методом

Метод основан на восстановлении трехвалентного железа в двухвалентное при помощи солянокислого гидроксиламина, образовании комплекса железа с *о*-фенантролином и фотометрическом измерении окрашенного комплекса при длине волны около 510 нм.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

2.9.1. Аппаратура, материалы и реактивы

При проведении испытания применяют реактивы квалификации ч.д.а.

Спектрофотометр или фотоколориметр с кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 4 и 5 см или другого типа, обеспечивающего точность определения 0,0001 %.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью не более 0,2 мг.

Светофильтр зеленый — при длине волны 500—540 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919 или другой нагревательный прибор, обеспечивающий нагрев до 100 °С.

Бюретки вместимостью 5, 10 и 25 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100, 250, 500, 1000 см^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см^3.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см^3.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456, водный раствор с массовой долей вещества 10 %.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280, водный раствор с массовой долей лимоннокислого натрия 25 %.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, 2 М раствор.

о-Фенантролин, водный раствор с массовой долей вещества 0,25 %.

Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1840 кг/м^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118 плотностью 1190 кг/м^3.

Железо, раствор 1, содержащий 0,2 мг Fe в 1 см^3 раствора, готовят по ГОСТ 4212 следующим образом: 1,4043 г железоаммониевого шестиводного сульфата $(NH_4)_2 \cdot Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ по ГОСТ 4208 растворяют в 200 см^3 воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3, добавляют 20 см^3 серной кислоты плотностью 1840 кг/м^3 по ГОСТ 4204, охлаждают до комнатной температуры, разбавляют водой до метки и перемешивают.

Железо, раствор 2, содержащий 0,01 мг Fe в 1 см^3 раствора, готовят следующим образом: 25 см^3 раствора 1 разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 500 см^3 до метки и перемешивают. Раствор свежеприготовленный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.9.2. Проведение испытания

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают раствор 2 в объемах, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Количество раствора 2, см^3	Соответствующие массы железа, мг
0*	—
2,5	0,025
5,0	0,050
10,0	0,100
15,0	0,150

*Контрольный раствор.

Растворы в колбах разбавляют водой до объемов 50 см^3, добавляют 0,5 см^3 соляной кислоты, 2 см^3 раствора солянокислого гидроксиламина и раствора гидроокиси натрия до получения pH 2—4 (проба индикаторной бумажкой). Добавляют 5 см^3 раствора *о*-фенантролина, доливают раствор до метки и перемешивают. Через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 510 нм в присутствии контрольного раствора в качестве раствора сравнения. На основании полученных данных строят калибровочную кривую, наносят на ось ординат значения оптической плотности, а на ось абсцисс — соответствующие им количества железа в миллиграммах.

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 отбирают пипеткой такой объем раствора А по п. 2.3.3, чтобы содержание железа в нем составляло от 0,025 до 0,150 мг. Раствор разбавляют водой до объема 50 см^3. На основании измеренной оптической плотности по калибровочной кривой проводят отсчет содержания железа в испытуемом растворе в миллиграммах. Одновременно таким же способом, используя только реактивы, проводят измерение контрольной пробы (раствора сравнения).

2.9.3. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_{10}) в процентах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X_{10} = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 50}{m \cdot V\,(100 - X_1)},$$

где m — масса навески соли, г;

m_1 — массовая доля железа, определенная по калибровочной кривой, мг;

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

X_1 — массовая доля влаги, определенная по п. 2.2.

Массовую долю оксида железа (X_{11}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{11} = 1{,}4297 \cdot X_{10},$$

где 1,4297 — коэффициент пересчета на Fe_2O_3.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,0005 % при массовой доле оксида железа до 0,005 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2.10. Определение массовой доли оксида железа трилонометрическим методом

Метод основан на способности трилона Б образовывать с трехвалентным железом устойчивый комплекс при pH = 2. В качестве индикатора применяют раствор роданистого аммония и сульфосалициловой кислоты.

2.10.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью не более 0,02 г.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или другой нагревательный прибор, обеспечивающий нагрев до 80 °С.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 150, 250 см^3.

Пипетки вместимостью 1, 5, 10 и 100 см^3.

Бюретки вместимостью 1, 5 см^3.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, водный раствор с массовой долей HNO_3 15 %.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3.

Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, водный раствор с массовой долей вещества 20 %.

Аммоний надсернистый (персульфат), х.ч.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478, водный раствор с массовой долей вещества 10 %.

Раствор, содержащий 0,1 мг железа в 1 см^3, готовят по ГОСТ 4212.

Бумага индикаторная конго красная или лакмусовая.

Трилон Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652, водные растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,025 моль/дм^3 и 0,005 моль/дм^3.

Растворы готовят следующим образом: 9,35 и 1,86 г трилона Б взвешивают, растворяют в воде и доводят объемы водой до 1000 см^3. Коэффициенты молярности устанавливают по типовому раствору соли трехвалентного железа при pH 1—1,5. Индикатором служит типовой раствор в количестве 3 см^3 при работе с роданистым аммонием, при работе с сульфосалициловой кислотой — типовой раствор, взятый в количестве 25 см^3.

2.10.2. Проведение испытания

Из аналитической пробы по п. 1.3 берут навеску массой 50 г, растворяют в 180 см^3 дистиллированной воды и добавляют 5 см^3 азотной кислоты. Раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 250 см^3, фильтр промывают, объем раствора доводят до метки и тщательно перемешивают.

От приготовленного раствора отбирают 100 см^3 в коническую колбу вместимостью 150 см^3, добавляют 0,5 см^3 азотной кислоты, нагревают пробу до кипения и осторожно нейтрализуют щелочью по лакмусовой бумажке или бумажке конго красная.

Получают нейтрализованный раствор.

При содержании железа от 0,1 до 1,0 мг в нейтрализованную пробу вводят 5 см^3 соляной кислоты. Затем путем упаривания или разбавления доводят объем раствора до 100 см^3, нагревают до 60 °С—70 °С, вводят 5 см^3 раствора роданида аммония и титруют 0,005 М раствором трилона Б (из микробюретки) до исчезновения розовой окраски роданида железа. В процессе титрования добавляют 3—4 кристалла персульфата аммония или калия.

При содержании железа свыше 1 г в нейтрализованную пробу вводят 9 см^3 соляной кислоты, объем раствора доводят до 100 см^3, нагревают до 60 °С—70 °С, прибавляют 1 см^3 раствора сульфасалициловой кислоты и титруют 0,025 М раствором трилона Б до исчезновения лиловой окраски сульфосалицилата железа.

2.10.3. Обработка результатов

Массовую долю железа (X_{12}) в процентах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формулам:

с индикатором — сульфосалициловая кислота

$$X_{12} = \frac{V_2 \cdot 0{,}001396 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

V_2 — объем 0,025 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование железа, см^3;

0,001396 — масса железа, эквивалентная 1 см^3 0,025 М раствора трилона Б, г;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г;

250 — общий объем исследуемого раствора, см^3;

с индикатором — роданистый аммоний

$$X_{13} = \frac{V_1 \cdot 0{,}0002792 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V},$$

где V — объем аликвотной части анализируемого раствора, см^3;

V_1 — объем 0,005 М раствора трилона Б, израсходованный на титрование железа, см^3;

0,0002792 — массовая доля железа, соответствующая 1 см^3 0,005 М раствора трилона Б, г;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г;

250 — общий объем исследуемого раствора, см^3.

Пересчет на массовую долю оксида железа (Fe_2O_3) проводят по п. 2.9.3.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %.

2.11. Определение йодистого калия фотоколориметрическим методом

Метод основан на окислении йодидов при помощи брома в йодаты, удалении избытка брома действием фенола, переводе йодатов в йод в кислой среде в присутствии йодистого калия, определении выделившегося йода при добавлении крахмала фотоколориметрическим методом при длине волны 590 нм.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

2.11.1. Аппаратура, реактивы и растворы

При приготовлении растворов и проведении анализа применяют реактивы квалификации не ниже ч.д.а.

Фотоколориметр типа ФЭК-М с кюветами с толщиной поглощающего свет слоя 1 см или другого типа, обеспечивающий погрешность измерения 0,001 %.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Светофильтр зеленый при длине волны 500—510 нм.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3 и 1 дм^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 100 см^3.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 см^3.

Капельницы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, раствор 20 г в 100 см^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, водный раствор с массовой долей йодистого калия 0,5 %, свежеприготовленный.

Фенол, раствор в ледяной уксусной кислоте с массовой долей фенола 20 %.

Йодид, основной раствор — раствор 1, содержащий 1 мг йода в 1 см^3 раствора, готовят по ГОСТ 4212 следующим образом: 1,3100 г йодистого калия по ГОСТ 4232, не содержащего йодатов, растворяют в воде и разбавляют в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 до метки.

Раствор хранят в темном месте.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йодид, раствор сравнения — раствор 2, содержащий 0,01 мг йода в 1 см^3 раствора, готовят следующим образом: 10 см^3 раствора 1 разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 водой до метки.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 2 М раствор.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей крахмала 1 %.

Вода бромная насыщенная, приготовленная по ГОСТ 4212.

2.11.2. Построение градуировочного графика

В семь мерных колб вместимостью по 100 см^3 отбирают раствор 2 в соответствии с табл. 2.

Таблица 2

Количество раствора 2, см^3	Соответствующая масса йода, мг
0*	0
0,5	0,005
1,0	0,010
2,0	0,020
3,0	0,030
4,0	0,040
5,0	0,050

*Контрольный раствор.

В колбы добавляют по 10 см^3 раствора хлористого натрия и разбавляют раствор водой до объема около 50 см^3. Затем добавляют по 3 см^3 раствора серной кислоты и 3 капли бромной воды. Растворы перемешивают и оставляют на 1 мин. Затем добавляют 3 капли раствора фенола, перемешивают, а через 1 мин добавляют 2 см^3 раствора йодистого калия, 2 см^3 крахмала и доливают содержимое колбы водой до метки. Оптическую плотность растворов измеряют по отношению к контрольному раствору, который готовят в тех же условиях и с теми же количествами реактивов, но без содержания йода, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 1 см и длиной волны 590 нм.

На основании полученных данных строят калибровочную кривую, откладывая на оси абсцисс количество йода в миллиграммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

2.11.3. Проведение испытания

В колбу вместимостью 100 см^3 отбирают такой объем фильтрата по п. 2.3.3, чтобы он содержал от 0,005 до 0,05 мг йода. Добавляют воду до объема (50 ± 2) см^3 и далее проводят испытание по п. 2.11.2. На основании измеренной оптической плотности по калибровочной кривой определяют массовую долю йодидов в испытуемом растворе в миллиграммах.

2.11.4. Обработка результатов

Количество йодистого калия (X_{14}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{14} = \frac{m_2 \cdot 1{,}3081 \cdot 100}{m_1 \cdot 2},$$

где m_1 — масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г;

m_2 — количество йодидов, определенное по калибровочной кривой, мг;

1,3081 — коэффициент пересчета йода в йодистый калий.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,01 %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.12. Определение йодистого калия перманганатным методом

Метод основан на окислении йодида калия марганцовокислым калием, удалении избытка марганцовокислого калия при помощи щавелевой кислоты и титровании выделившегося йода тиосульфатом натрия.

2.12.1. Аппаратура, материалы и растворы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или другой нагревательный прибор, обеспечивающий нагрев до 90 °С—100 °С.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 300 см^3.

Пипетки стеклянные вместимостью 1, 5 и 10 см^3.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 25 см^3.

Фильтр диаметром 9 мм.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм^3.

Кислота щавелевая, водный раствор с молярной концентрацией 1 моль/дм^3.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, водный раствор с массовой долей KJ 1 %.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, водный раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,005 моль/дм^3. Раствор готовят из 0,1 М раствора путем разбавления. Титр периодически контролируют.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей вещества 0,4 %. Раствор готовят следующим образом: 4 г растворимого крахмала, взятого с погрешностью 0,1 г, смешивают с 30—50 см^3 насыщенного раствора хлорида натрия (поваренной соли) при комнатной температуре до получения однородной суспензии и приливают 950—970 см^3 насыщенного раствора

хлорида натрия, нагретого до кипения. Не допускается для приготовления раствора применять картофельный крахмал.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.12.2. Проведение испытания

Из аналитической пробы берут навеску соли массой 20 г, растворяют в 80 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор фильтруют в коническую колбу, промывая фильтр три раза дистиллированной водой. К полученному фильтрату добавляют при помешивании 4 $см^3$ гидроокиси натрия и 5 $см^3$ марганцовокислого калия. После тщательного перемешивания в полученную смесь добавляют 1,5 $см^3$ серной кислоты и подогревают до 70 °С—80 °С.

Избыток марганцовокислого калия разрушают щавелевой кислотой, добавляя 5 $см^3$ указанного реактива. Если раствор не обесцвечивается, добавляют еще несколько капель щавелевой кислоты, интенсивно перемешивая содержимое колбы.

После охлаждения раствора до комнатной температуры добавляют 10 $см^3$ свежеприготовленного раствора йодистого калия. Колбу закрывают пробкой и выдерживают 10—15 мин в темном месте. Далее титруют раствором тиосульфата натрия вначале без крахмала до светло-желтого цвета, затем добавляют 1 $см^3$ крахмала и титруют до исчезновения окраски.

2.12.3. Обработка результатов

Количество йодистого калия (X_{15}) в г/т соли вычисляют по формуле

$$X_{15} = \frac{V \cdot 0{,}0001384 \cdot 10^6}{m},$$

где V — объем 0,005 М раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,0001384 — массовая доля железа, соответствующая 1 $см^3$ 0,005 М раствора тиосульфата натрия, г;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г;

10^6 — коэффициент пересчета на 1 т соли.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 20 %.

2.13. Определение массовой доли бромидов

Метод основан на окислении бромидов гипохлоридом натрия в броматы, удалении избытка гипохлорида натрия при помощи муравьиной кислоты, титровании выделившегося из добавленного йодида калия свободного йода тиосульфатом натрия.

2.13.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,02 г.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или другого типа, обеспечивающая нагрев до 90 °С.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 250 $см^3$.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 750 $см^3$.

Пипетки стеклянные вместимостью 5, 10 и 25 $см^3$.

Цилиндры стеклянные мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 $см^3$.

Бюретки стеклянные по ГОСТ 1770 вместимостью 25 $см^3$.

При проведении испытаний применяют реактивы квалификации не ниже ч.д.а.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, водный раствор с массовой долей NaOH 10 %.

Натрий фосфорнокислый трехзамещенный по ГОСТ 342, водный раствор с массовой долей фосфорнокислого натрия 50 %.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия) по ГОСТ 27068, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/$дм^3$.

Гипохлорид натрия по ГОСТ 11086, 0,4 М раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, водный раствор с массовой долей йодистого калия 30 %.

Кислота муравьиная по ГОСТ 5848, концентрированная.

Кислота серная по ГОСТ 4204, раствор 1:4.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, водный раствор с массовой долей крахмала 1 %.

2.13.2. Подготовка к испытанию

Раствор гипохлорида готовят следующим образом: в колбу вместимостью 750 см^3 наливают 500 см^3 раствора гидроокиси натрия с массовой долей NaOH 10 % и помещают колбу в сосуд со снегом или истолченным льдом. После охлаждения до 1 °С—2 °С в раствор подают хлор со скоростью, позволяющей считать пузырьки газа в промежуточной склянке с водой. Хлор пропускают в течение 1,5—2 ч до содержания остаточной щелочности 6—10 г/л.

При хлорировании температура раствора не должна подниматься выше 4 °С. После прекращения подачи хлора в растворе определяют массовую долю хлората (NaClO) и щелочи (NaOH) и на основании результатов анализа подсчитывают объем воды, который необходимо добавить для получения раствора гипохлорида натрия требуемой концентрации.

Массовую долю хлората определяют следующим образом: в мерную колбу вместимостью 250 см^3 вводят пипеткой 10 см^3 раствора гипохлорида натрия, добавляют воду до метки и перемешивают. Переносят пипеткой 10 см^3 приготовленного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 15 см^3 раствора йодида калия с массовой долей KJ 10 %. Раствор перемешивают, приливают 40 см^3 серной кислоты при постоянном перемешивании. Прикрывают колбу часовым стеклом и оставляют в темном прохладном месте на 10 мин. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия, добавляя в конце титрования 1 см^3 раствора крахмала.

К обесцвеченному раствору добавляют 2—3 капли метилового оранжевого и титруют раствором щелочи до перехода розовой окраски раствора в светло-желтую.

Массовую долю активного хлора (X_{16}) в г/л вычисляют по формуле

$$X_{16} = \frac{V_1 \cdot 0{,}003545 \cdot 250 \cdot 1000}{10 \cdot 10} = V_1 \cdot 8{,}86,$$

где V_1 — объем 0,1 М раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см^3;
0,003545 — масса активного хлора, эквивалентная 1 см^3 0,1 М раствора тиосульфата натрия, г.

2.13.3. Проведение испытания

Из аналитической пробы взвешивают 20 г и растворяют в 100 см^3 воды, добавляют 12 см^3 раствора фосфорнокислого натрия и 20 см^3 раствора гипохлорида натрия, нагревают до кипения и выдерживают при этой температуре в течение 10 мин. Затем добавляют 2 см^3 муравьиной кислоты и нагревают еще в течение 5 мин. После охлаждения добавляют 3 см^3 раствора йодистого калия, 10 см^3 раствора серной кислоты и титруют выделившийся йод раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала. Одновременно таким же способом проводят титрование контрольной пробы.

2.13.4. Обработка результатов

Массовую долю бромидов (X_{17}) в процентах вычисляют по формулам:

при массовой доле бромидов в соли от 0,002 % до 0,02 %

$$X_{17} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0001332 \cdot 100 \cdot 100}{m\,(100 - X_1)} - \frac{X_2}{2},$$

где V_1 — объем тиосульфата натрия, израсходованный на титрование испытуемой пробы, см^3;
V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;
0,0001332 — массовая доля бромидов, соответствующая 1 см^3 0,01 М раствора тиосульфата натрия, г;
m — масса навески соли, г;
X_1 — массовая доля влаги, %;
X_2 — массовая доля хлористого натрия, %;

при массовой доле бромидов в соли от 0,02 % до 0,2 %

$$X_{18} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0{,}0001332 \cdot 100 \cdot 100}{m\,(100 - X_1)} - \frac{X_5}{20},$$

где V_1 — объем 0,01 М раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование пробы, см^3;
V_2 — объем 0,01 М раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;
0,0001332 — массовая доля бромидов, соответствующая 1 см^3 0,01 М раствора тиосульфата натрия, г;

X_1 — массовая доля влаги, %;
X_5 — массовая доля хлористого натрия, %.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,004 %.

2.14. Определение массовой доли калий-иона пламенно-фотометрическим методом

Метод основан на фотометрировании калия с использованием ограничивающих растворов.

Метод применяется при возникновении разногласий в оценке качества.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.14.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Фотометр пламенный или спектрофотометр на основе спектрофотографа ИСП-II (или универсального монохроматора) с фотоэлектрической приставкой ФЭП-1.

Фотоэлектронный умножитель типа ФЭУ-22.

Распылительное устройство и горелка для ацетилено-воздушного пламени.

Компрессор или баллон со сжатым воздухом.

Редукторы, игольчатые краны и манометры.

Флаконы полиэтиленовые вместимостью 100 см^3.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью не более 0,02 г.

Капельницы стеклянные по ГОСТ 25336.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 см^3.

Стаканы полиэтиленовые вместимостью 100 см^3.

Пипетки стеклянные вместимостью 2, 5, 10 и 25 см^3.

Ацетилен по ГОСТ 5457.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота уксусная по ГОСТ 61 ледяная, перегнанная в стеклянном приборе.

Раствор образцовый готовят по ГОСТ 4212.

Раствор сравнения, содержащий 10 мкг калия в 1 см^3, готовят разбавлением в 100 раз образцового раствора.

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199 перекристаллизованный, раствор с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм^3. При отсутствии уксуснокислого натрия, не содержащего примеси калия, для приготовления растворов сравнения используют препарат с минимальным содержанием калия, определенным методом добавок.

Все исходные растворы и растворы сравнения, а также воду, применяемую для их приготовления, необходимо хранить в полиэтиленовой или кварцевой посуде.

2.14.2. Приготовление растворов сравнения

В пять мерных колб помещают по 5 см^3 раствора уксуснокислого натрия, 1,5 см^3 уксусной кислоты и второй объем раствора калия, указанный в табл. 3.

Объем раствора доводят водой до метки, перемешивают и переливают в полиэтиленовые флаконы. При необходимости учитывают содержание примеси калия в образце уксуснокислого натрия, используемого в качестве основы. По полученным данным для растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю калия в процентах, а на оси ординат — соответствующее значение интенсивности излучения.

Таблица 3

Номер раствора	Объем раствора калия, см^3	Концентрация калия в растворе сравнения, мкг/см^3	Массовая доля калия, %
1	0	0	—
2	5	0,5	0,025
3	10	1,0	0,05
4	20	2,0	0,10
5	40	4,0	0,20

2.14.3. Проведение испытания

От аналитической пробы берут три навески массой 4 г, переносят в три полиэтиленовых стакана, растворяют в 25 см^3 воды, приливают по каплям 6 см^3 уксусной кислоты и тщательно перемеши-

вают. Пробы количественно переносят в мерные колбы, доводят объем водой до метки и после тщательного перемешивания переносят в полиэтиленовые флаконы.

Отбирают в мерные колбы по 5 $см^3$ полученных растворов, приливают 1,5 $см^3$ уксусной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и после тщательного перемешивания переносят в другие полиэтиленовые флаконы.

Проводят фотометрирование растворов сравнения и анализируемых растворов при длине волны 769,9 нм, распыляя после каждого раствора воду. Таким же образом определяют величину фона пламени по обе стороны от линии калия. Среднее из трех значений вычитают из всех отсчетов.

2.14.4. Обработка результатов

Массовую долю калий-иона (X_{19}) в процентах в пересчете на сухое вещество находят по графику.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,01 %.

2.15. Определение массовой доли калий-иона кобальтинитритным методом

Метод основан на малой растворимости комплексного соединения $K_2Na[Co(NO_2)_6]\cdot H_2O$, образующегося при взаимодействии испытуемого раствора, содержащего ион калия, с раствором кобальтинитритного реактива.

2.15.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или песочная баня.

Тигель стеклянный № 4.

Шкаф сушильный типа 2В-151 или другого типа, обеспечивающий нагрев в диапазоне температур 100 °С—200 °С.

Эксикатор стеклянный по ГОСТ 25336.

Вакуум-насос, обеспечивающий вакуум 8000 Па (600 мм рт. ст.).

Стаканы стеклянные по ГОСТ 25336 вместимостью 200 $см^3$.

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336.

Фильтры диаметром 9 мм или фильтровальная бумага.

Пипетки стеклянные вместимостью 1, 2, 10 и 25 $см^3$.

Цилиндр стеклянный по ГОСТ 1770 вместимостью 50 $см^3$.

Стекла часовые диаметром 70 мм.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, раствор с массовой долей вещества 15 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрия (калия) кобальтинитрит, водный раствор с массовой долей вещества 20 %.

2.15.2. Подготовка к испытанию

Раствор кобальтинитрита натрия готовят при отсутствии готового реактива следующим образом: 30 г азотнокислого кобальта растворяют в 60 $см^3$ дистиллированной воды.

В другом стакане растворяют в 100 $см^3$ воды навеску азотнокислого натрия в количестве 50 г.

Оба раствора сливают в один стакан, к смеси добавляют 10 $см^3$ ледяной уксусной кислоты и оставляют в темном месте на сутки, затем фильтруют и хранят в темной склянке в прохладном месте.

2.15.3. Проведение испытания

От аналитической пробы по п. 1.3 берут навеску массой 200 г, переносят в стакан и растворяют в 80 $см^3$ воды. Полученный раствор фильтруют, осадок на фильтре промывают водой до отрицательной реакции на ион хлора. Фильтрат упаривают до объема 80—100 $см^3$ и охлаждают.

В охлажденный раствор добавляют 2—3 $см^3$ уксусной кислоты и при постоянном помешивании 25 $см^3$ раствора кобальтинитрита натрия. Стакан накрывают часовым стеклом и оставляют в темном месте на 15—18 ч.

Отстоявшийся раствор осторожно декантируют в стакан такой же вместимости, накрывают часовым стеклом и сохраняют для последующего фильтрования.

К оставшемуся после декантации осадку снова приливают 15 $см^3$ раствора кобальтинитрита натрия, ставят на водяную баню и выпаривают при помешивании до сиропообразного состояния. В процессе выпаривания к раствору дважды добавляют по 1 $см^3$ уксусной кислоты.

После охлаждения к содержимому в стакане приливают 50 см^3 воды и, накрыв часовым стеклом, отстаивают в течение 1 ч при постоянном помешивании.

Раствор декантируют и фильтруют при разрежении через предварительно взвешенный стеклянный тигель № 4. Раствор, слитый ранее в стакан, фильтруют через тот же фильтр. Затем осадок из стакана количественно переносят на фильтр и промывают дистиллированной водой до полного обесцвечивания промывных вод. При промывке не допускается просасывание воздуха через осадок, по окончании промывки оставшуюся воду максимально удаляют отсасыванием.

Тигель с осадком сушат при температуре (110 ± 3) °С до постоянной массы.

2.15.4. Обработка результатов

Массовую долю калий-иона (X_{20}) в процентах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле

$$X_{20} = \frac{0{,}1722 \cdot 100(m_1 - m)}{m_2},$$

где m — масса тигля, г;

m_1 — масса тигля с осадком, г;

m_2 — масса навески соли, г;

0,1722 — массовая доля калия, соответствующая 1 см^3 раствора кобальтинитрита натрия (калия).

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,005 % при массовой доле калия до 0,1 %.

2.16. Определение гранулометрического состава методом ситового анализа

Метод основан на количественном определении фракций, полученных при рассеве соли на ситах, с последующим вычислением массовой доли каждой фракции.

2.16.1. Аппаратура

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г и допускаемой погрешностью не более 0,02 г.

Шкаф сушильный типа 2В-151 или другого типа, обеспечивающий диапазон температур в рабочей зоне 100 °С—200 °С.

Кисть мягкая № 18 и 20.

Шпатель.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Сита с сетками по ГОСТ 6613.

2.16.2. Подготовка к испытанию

Пробу в лаборатории (полученную из средней пробы, отобранной по п. 1.2.1) высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С—110 °С до постоянной массы и охлаждают до комнатной температуры. Затем на предварительно взвешенное часовое стекло отвешивают навеску соли массой 200 г для соли сорта «Экстра», помолов № 1 и 2 и 500 г — для всех остальных видов соли.

Допускается определять гранулометрический состав соли без предварительного высушивания аликвотной части средней пробы с параллельным определением содержания в ней влаги по п. 2.2 и последующим пересчетом на сухую массу.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.16.3. Проведение испытания

Навеску соли количественно переносят на верхнее сито набора и просеивают на механическом анализаторе в течение 15—20 мин или вручную встряхиванием.

Остаток на каждом сите, начиная с верхнего, количественно переносят на часовое стекло и взвешивают.

2.16.4. Обработка результатов

Массовую долю остатка на каждом сите после просева (X_{21}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{21} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m},$$

где m — масса навески соли, г;

m_1 — масса часового стекла с остатком, г;

m_2 — масса часового стекла, г.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %.

2.17. Испытания рассола поваренной соли

2.17.1. Определение плотности рассола

Пикнометрический метод основан на определении массы известного объема рассола.

2.17.1.1. Аппаратура, материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью не более 0,2 мг.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

Пикнометры стеклянные по ГОСТ 22524 вместимостью 25 см^3.

Пипетки стеклянные вместимостью 25 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 500 см^3.

2.17.1.2. Проведение испытания

В предварительно высушенный, откалиброванный и взвешенный пикнометр берут навеску рассола, выдерживают при постоянной температуре (20 ± 1) °С в течение 20 мин и, доводя уровень рассола в пикнометре до метки, взвешивают не менее трех раз.

Навеску количественно переносят из пикнометра в мерную колбу и определяют массу пикнометра без навески. Колбу доливают до метки дистиллированной водой, раствор тщательно перемешивают и отбирают аликвотные части для определения массовых долей отдельных компонентов.

Объем пикнометра измеряют следующим образом. Сухой и взвешенный пикнометр вместимостью 25 см^3 заполняют дистиллированной водой при температуре (20 ± 1) °С, выдерживают 20 мин при постоянной температуре и взвешивают. Трижды повторяют взвешивание с интервалом около 5 мин и вычисляют среднюю массу воды в объеме пикнометра.

Объем пикнометра (V) вычисляют по формуле

$$V = \frac{m_2}{m_1},$$

где m_1 — масса 1 см^3 воды при температуре взвешивания, г;

m_2 — масса воды в пикнометре, г.

Взвешенный сухой пикнометр несколько раз заполняют немного выше метки подготовленным к испытанию раствором так, чтобы исключить образование пузырьков воздуха в пикнометре. Пикнометр с раствором выдерживают в термостате около 40 мин, и, не вынимая его, доводят уровень раствора до метки, отбирая излишки раствора жгутиком из фильтровальной бумаги.

Пикнометр закрывают пробкой, обтирают полотенцем, помещают в футляр весов и после выдерживания в течение 15 мин взвешивают.

2.17.1.3. Обработка результатов

Разность массы пикнометра с раствором m_4 и пустого m_5 дает массу раствора m_3 в объеме пикнометра в г.

$$m_3 = m_4 - m_5.$$

Найденную массу раствора m_3 делят на объем пикнометра V и получают плотность раствора (ρ) в кг/м^3.

$$\rho = \frac{m_3}{V}.$$

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,001 %.

2.17.2. Определение общей щелочности

Метод основан на титровании испытуемого рассола соляной кислотой в присутствии метилового оранжевого.

2.17.2.1. Аппаратура и материалы

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см^3.

Пипетки стеклянные вместимостью 10 см^3.

Капельницы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336 вместимостью 25 см^3.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм^3.

Метиловый оранжевый (индикатор), спиртовой раствор, приготовленный по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2.17.2.2. Проведение испытания

От пробы рассола пипеткой отбирают 10 см^3 рассола, переносят в коническую колбу, приливают 40 см^3 дистиллированной воды, 2—4 капли метилового оранжевого и при постоянном помешивании титруют раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в оттенок чайной розы.

2.17.2.3. Обработка результатов

Общую щелочность рассола, выраженную в г/дм^3 гидрокарбонатного иона (HCO_3^-), вычисляют по формуле

$$X_{HCO_3^-} = \frac{V_1 \cdot 100 \cdot K}{V},$$

где V — навеска рассола, см^3 ;

V_1 — объем раствора HCl, израсходованный на титрование, см^3;

K — коэффициент молярной концентрации эквивалента соляной кислоты.

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,001 %.

2.17.3. Определение компонентов в рассоле

Определение компонентов в рассоле проводят по пп. 2.4—2.10.

2.18. Определение pH раствора электрометрическим методом

Компенсационный метод основан на сравнении э.д.с. элемента с другой известной и постоянной э.д.с.

2.18.1. Аппаратура и материалы

pH-метр типа pH-673 М или другого аналогичного типа, обеспечивающий измерение в пределах pH 6—12 с точностью 0,04 ед. pH.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2 и 3-го классов точности.

Колбы 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Цилиндр мерный вместимостью 100 см^3 по ГОСТ 1770.

Мешалка лабораторная типа ММЗМ.

Набор стандарт-титров по ГОСТ 8.135 для приготовления образцовых буферных растворов для pH-метрии.

Стаканы стеклянные В2—150 ТС; В2—50 ТС по ГОСТ 25336.

Электрод стеклянный типа ЭСП—01—14 или другого аналогичного типа, позволяющий измерять pH растворов с высоким содержанием ионов натрия.

Электроды сравнения типов ЭВЛ 1М1, ЭВЛ 1М3 или ЭВЛ 1М5.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый х.ч. для спектрального анализа.

2.18.2. Проведение испытания

2.18.2.1. Определение pH 5 %-ного раствора поваренной соли

От аналитической пробы (п. 1.3) берут навеску соли массой 5 г с погрешностью не более 0,2 мг в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют в 95 см^3 воды и перемешивают магнитной мешалкой до полного растворения соли.

Стандартные буферные растворы готовят из стандарт-титров, pH которых соответствует pH испытуемых проб.

Для приготовления солевых буферных растворов для спектрального анализа в стаканы вместимостью 150 см^3 берут две навески хлористого натрия массой по 5 г с погрешностью не более 0,2 мг, приливают по 95 см^3 соответствующего буферного раствора, тщательно перемешивают до полного растворения хлорида натрия.

Настраивают pH-метр согласно инструкции по эксплуатации, устанавливают величину pH, соответствующую указанной на стандарт-титре, после чего электроды тщательно промывают водой и остатки влаги удаляют фильтровальной бумагой.

Измеряют pH раствора испытуемой пробы, для чего приготовленный раствор помещают в стакан вместимостью 50 см^3, опускают электроды и проводят измерение в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

2.18.2.2. Определение pH рассолов

От средней пробы рассола (п. 1.2.2) в стакан вместимостью 150 см^3 берут 100 см^3 рассола. Для приготовления солевых буферных растворов для спектрального анализа в стаканы вместимостью 150 см^3 берут навески хлористого натрия массой по 26,4 г с погрешностью 0,1 г, приливают по 74 см^3 соответствующего буферного раствора и тщательно перемешивают магнитной мешалкой до полного растворения хлорида натрия.

По приготовленным солевым буферным растворам настраивают pH-метр и проводят измерение pH испытуемых рассолов, как описано в п. 2.18.2.1.

2.18.3. Обработка результатов

Отсчет показаний pH-метра проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации до первого десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 10 % отн. при pH 5—10.

2.18—2.18.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

2.18.4. **(Исключен, Изм. № 2).**

2.19. Определение pH колориметрическим методом

Метод основан на сравнении окраски лакмусовой бумажки, смоченной испытуемым раствором, со шкалой сравнения.

2.19.1. Проведение испытания

Опуская в полученный по п. 2.18.2 раствор красную и синюю лакмусовые бумажки, отмечают изменение окраски бумажек и соответственно определяют реакцию раствора «кислая по лакмусу», «нейтральная по лакмусу», «слабокислая по лакмусу» или «слабощелочная по лакмусу».

2.20. Определение ферроцианида калия (железистосинеродистый 3-водный калий) фотоколориметрическим методом

Метод основан на разрушении комплекса $[Fe(CN)_6]^{-4}$ в кислой среде при кипячении и определении выделившегося железа в виде окрашенной соли при добавлении сульфосалициловой кислоты в аммиачной среде фотоколориметрическим методом при длине волны 420—430 нм.

2.20.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Колориметр фотоэлектрический лабораторный или другого аналогичного типа, обеспечивающий точность определения 0,3 %.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.

Светофильтр синий при длине волны 400—440 нм.

Кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или другого аналогичного типа, обеспечивающая нагрев до 90 °С—100 °С.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

Фильтр диаметром 9 мм или фильтровальная бумага по ГОСТ 12026.

Стаканы Н-2—100 по ГОСТ 25336.

Колбы 2—100—2, 2—250—2 и 2—500—2 по ГОСТ 1770, объем наливной.

Колбы конические Кн-2—250—34 по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3.

Бюретки вместимостью 50 см^3.

Цилиндры 1—1000 по ГОСТ 1770, объем наливной.

При приготовлении растворов и проведении испытаний применяют реактивы квалификации х.ч.

Калий железистосинеродистый 3-водный по ГОСТ 4207, стандартный раствор 2.

Стандартный раствор 2 железистосинеродистого 3-водного калия готовят следующим образом. Вначале готовят раствор 1: 1 г железистосинеродистого 3-водного калия по ГОСТ 4207 растворяют в воде и разбавляют в мерной колбе вместимостью 500 см^3 до метки.

Раствор 2, содержащий 0,1 мг железистосинеродистого 3-водного калия в 1 см^3 раствора, готовят из раствора 1 следующим образом: 5 см^3 раствора 1 разбавляют в мерной колбе вместимостью 100 см^3 водой до метки.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, водный раствор с массовой долей вещества 0,02 %.

Кислота серная по ГОСТ 4207 плотностью 1836 кг/м^3.

Кислота сульфосалициловая 2-водная по ГОСТ 4478, водный раствор с массовой долей вещества 10 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой долей вещества 25 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

2.20.2. Построение градуировочного графика

В 12 стаканов помещают по 10 г хлористого натрия, приливают по 50 см^3 дистиллированной воды. Полученные растворы фильтруют в конические колбы вместимостью по 250 см^3 каждая. К фильтрату добавляют раствор 2 в объемах, указанных в табл. 3а, и 4 см^3 серной кислоты.

Таблица 3а

Объем раствора 2, см^3	Соответствующие массы железистосинеродистого 3-водного калия, мг
0*	—
0,5	0,05
1,0	0,10
2,0	0,20
2,5	0,25
3,0	0,30
4,0	0,40
5,0	0,50
6,0	0,60
7,0	0,70
8,0	0,80
9,0	0,90
10,0	1,00

*Контрольный раствор.

Растворы кипятят 20—25 мин для разрушения железистосинеродистого 3-водного калия, затем охлаждают до комнатной температуры, добавляют 4 см^3 раствора марганцовокислого калия, 1 см^3 сульфосалициловой кислоты и небольшими порциями аммиак при постоянном помешивании до появления устойчивой желтой окраски. Работу проводят под тягой в связи с выделением паров синильной кислоты.

Растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см^3 каждая, доводят объем до метки водой и перемешивают. Через 5—10 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 420—430 нм по отношению к контрольному раствору (раствор сравнения), который готовят в тех же условиях и с теми же реактивами, но без добавления раствора железистосинеродистого 3-водного калия.

Для каждой точки графика проводят не менее трех параллельных определений. За результат испытания принимают среднеарифметическое результатов этих измерений.

На основании полученных данных строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массу железистосинеродистого 3-водного калия в миллиграммах, на оси ординат — соответствующие им значения оптической плотности.

2.20.3. Проведение испытания

Из аналитической пробы берут навеску соли массой 10 г и растворяют в 50 см^3 воды. Раствор отфильтровывают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 4 см^3 серной кислоты и кипятят 20—25 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 4 см^3 раствора марганцовокислого калия, 1 см^3 сульфосалициловой кислоты и небольшими порциями аммиак при помешивании до появления устойчивой желтой окраски.

Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, объем доводят водой до метки и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют через 5—10 мин на фотоколориметре. На основании измеренной оптической плотности по градуировочному графику определяют массу железистосинеродистого 3-водного калия в поваренной соли в миллиграммах.

При массовой доле железистосинеродистого 3-водного калия в соли свыше 0,010 % определение проводят из испытуемой пробы, разбавленной в 5 раз.

2.20.4. Обработка результатов

Массовую долю железистосинеродистого 3-водного калия (X_{22}) в процентах вычисляют по формуле

$$X_{22} = \frac{m_1 \cdot 100}{m \cdot 1000},$$

где m — масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г;

m_1 — масса железистосинеродистого 3-водного калия, определенная по градуировочному графику, мг;

1000 — коэффициент пересчета мг в г.

За результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности 0,95 не должно превышать 5 % отн.

Результаты параллельных определений вычисляют до четвертого десятичного знака, результат анализа округляют до третьего десятичного знака.

Минимально определяемая масса железистосинеродистого 3-водного калия — 0,0005 %.

2.20—2.20.4. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

2.21. Определение массовой доли тиосульфата натрия

2.21.1. Аппаратура, материалы и реактивы

Бюретки вместимостью 5 см^3.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности.

Колбы конические Кн—1—250—34/35 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки вместимостью 1, 50 см^3.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Йод по ГОСТ 4159, водный раствор с молярной концентрацией йода 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.).

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей крахмала 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

2.21.2. Проведение испытания

Из аналитической пробы (п. 1.3) берут навеску йодированной соли массой 10 г с погрешностью не более 0,2 мг, растворяют в 500 см^3 воды, прибавляют 10 см^3 раствора крахмала и титруют раствором йода до появления синей окраски.

2.21.3. Обработка результатов

Массовую долю тиосульфата натрия (X_{23}) в процентах в пересчете на $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ вычисляют по формуле

$$X_{23} = \frac{0{,}0248 \cdot 100 \cdot V}{m},$$

где 0,0248 — массовая доля тиосульфата натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, соответствующая 1 см^3 0,1 моль/дм^3 раствора йода, г;

V — объем 0,1 моль/дм^3 раствора йода, израсходованный на титрование, см^3;

m — навеска соли в пересчете на сухое вещество, г.

За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 % отн.

2.21—2.21.3. **(Введены дополнительно, Изм. № 2).**

3. ТОЧНОСТЬ ВЫЧИСЛЕНИЙ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЙ

Расчет массовой доли компонентов в поваренной соли и ее рассолах, кроме массовой доли оксида железа, проводят до третьего десятичного знака. Расчет массовой доли оксида железа проводят до четвертого десятичного знака.

Запись окончательных результатов по всем показателям необходимо выполнять с точностью до второго десятичного знака, оксида железа — до третьего десятичного знака.

4. ПОРЯДОК ВЫЧИСЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИСТОГО НАТРИЯ И СУЛЬФАТА НАТРИЯ

Для определения массовой доли хлористого натрия и сульфата натрия проводят пересчет данных испытаний отдельных ионов в порядке, указанном в табл. 4 и в приложении.

Таблица 4

Анион	Катион			
	Ca^{2+}	Mg^{2+}	K^{+}	Na+
SO_4^{2-}	1—$CaSO_4$	2—$MgSO_4$	—	3—Na_2SO_4
Cl^{-}	4—$CaCl_2$	5—$MgCl_2$	6—KCl	7—NaCl

Пример пересчета результатов анализа на солевой состав приведен в приложении.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. Общие санитарно-гигиенические требования к температуре, влажности, скорости движения воздуха и содержанию вредных веществ в воздухе рабочей зоны лабораторных помещений должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

5.2. Требования пожарной безопасности при работе в лабораторных помещениях должны соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.4.009.

5.3. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работы с кислотами, щелочами и органическими реактивами должны выполняться в вытяжном шкафу.

5.4. Работающие должны быть в спецодежде и иметь защитные очки в соответствии с установленными нормами.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

ПРИЛОЖЕНИЕ
Рекомендуемое

ПРИМЕР ПЕРЕСЧЕТА ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОВАРЕННОЙ СОЛИ, ВЫРАЖЕННОГО В МАССОВЫХ ПРОЦЕНТАХ ИОНОВ, НА СОЛЕВОЙ СОСТАВ

Пример 1

	Массовая доля ионов компонентов, %	Молярная масса эквивалентов, г/моль
SO_4^{2-}	0,987	48,03
Cl^-	59,738	35,453
Ca^{2+}	0,287	20,04
Mg^{2+}	0,238	12,16
K^+	—	39,02
Na^+	—	23,03
н.о.	0,107	—

Пересчет на молярную массу эквивалентов, г/моль

кальций-иона $M\left(\frac{1}{2}Ca^{2+}\right) = \frac{0,287 \cdot 100}{20,04} = 1,435$

магний-иона $M\left(\frac{1}{2}Mg^{2+}\right) = \frac{0,238 \cdot 100}{12,16} = 1,958$

сульфат-иона $M\left(\frac{1}{2}SO_4^{2-}\right) = \frac{0,987 \cdot 100}{48,03} = 2,055$

хлор-иона $M(Cl^-) = \frac{59,738 \cdot 100}{35,453} = 168,499$

сумма катионов, г/моль

$$\Sigma_к(Ca^{2+} + Mg^{2+}) = 1,435+1,958= 3,394$$

Сумма анионов, г/моль

$$\Sigma_а(SO_4^{2-}+Cl^-)=2,055+168,499=170,554$$

Вычисляют количество натрий-иона

молярная масса эквивалентов Na

$$M(Na^+) = \Sigma_к - \Sigma_а = 170,555-3,394 = 167,161 \text{ г/моль}$$

$$\text{или } \% \text{ Na} = \frac{167,161 \cdot 23,03}{100} = 38,447 \ \%.$$

Вычисляют солевой состав

молярная масса эквивалентов, г/моль

$CaSO_4$	68,072
$MgSO_4$	60,188
$MgCl_2$	47,609
NaCl	58,457

Массовая доля

$$CaSO_4, \ \% \ M\left(\frac{1}{2}SO_4^{2-}\right) - M\left(\frac{1}{2}Ca^{2+}\right) = 2,055-1,435=0,62$$

$$\%CaSO_4 = \frac{1,435 \cdot 68,072}{100} = 0,977 \ \%.$$

Массовая доля

$$MgSO_4,\ \%\ M\left(\frac{1}{2}Mg^{2+}\right) - M\left(\frac{1}{2}SO_4^{2-}\right) = 1{,}958 — 0{,}62 = 1{,}338$$

$$\%MgSO_4 = \frac{0{,}62 \cdot 60{,}188}{100} = 0{,}373\ \%.$$

Массовая доля

$$MgCl_2,\ \%\ M(Cl^-) - M\left(\frac{1}{2}Mg^{2+}\right) = 168{,}499 — 1{,}338 = 167{,}161$$

$$\%MgCl_2 = \frac{1{,}338 \cdot 47{,}609}{100} = 0{,}637\ \%.$$

Массовая доля

$$NaCl,\ \%\quad NaCl = \frac{167{,}161 \cdot 58{,}457}{100} = 97{,}71\ \%.$$

Сумма ионов равна сумме солей

$$\Sigma_{ион} = \Sigma_{сол} = 99{,}70\ \%.$$

Сумма анализа $\Sigma_{ан} = 99{,}807\ \%$.

Пример 2

	Массовая доля ионов компонентов, %	Молярная масса эквивалентов, г/моль
SO_4^{2-}	1,020	48,01
Cl^-	59,3009	35,453
Ca^{2+}	0,397	20,04
Mg^{2+}	0,0135	12,16
K^+	—	39,02
Na^+	—	23,03
н.о.	0,19	—

Пересчет на молярную массу эквивалентов, г/моль

кальций-иона $$M\left(\frac{1}{2} - Ca^{2+}\right) = \frac{0{,}397 \cdot 100}{20{,}04} = 1{,}982$$

магний-иона $$M\left(\frac{1}{2} - Mg^{2+}\right) = \frac{0{,}0135 \cdot 100}{12{,}16} = 0{,}111$$

сульфат-иона $$M\left(\frac{1}{2} - SO_4^{2-}\right) = \frac{1{,}020 \cdot 100}{48{,}01} = 2{,}123$$

хлор-иона $$M(Cl^-) = \frac{59{,}3009 \cdot 100}{35{,}453} = 167{,}265.$$

Сумма катионов, г/моль

$$\Sigma_к = 1{,}982 + 0{,}111 = 2{,}0936.$$

Сумма анионов, г/моль

$$\Sigma_а = 167{,}265 + 2{,}123 = 169{,}389.$$

Вычисляют количество натрий-иона:

молярная масса эквивалента Na

$$M(Na^+) = \Sigma_к - \Sigma_а = 169{,}389 — 2{,}0936 = 167{,}295\ г/моль$$

$$или\ \%Na = \frac{167{,}295 \cdot 23{,}03}{100} = 38{,}473\ \%.$$

Вычисляют солевой состав

молярная масса эквивалентов, г/моль

$CaSO_4$	68,072
$MgSO_4$	60,188
$MgCl_2$	47,609
Na_2SO_4	71,032
NaCl	58,457

Массовая доля

$$CaSO_4,\ \%\ M\left(\frac{1}{2}SO_4^{2-}\right) - M\left(\frac{1}{2}Ca^{2+}\right) = 2{,}123—1{,}982=0{,}141$$

$$\%CaSO_4 = \frac{1{,}982 \cdot 68{,}072}{100} = 1{,}349\ \%.$$

Массовая доля

$$MgSO_4,\ \%\ M\left(\frac{1}{2}SO_4^{2-}\right) - M\left(\frac{1}{2}Mg^{2+}\right) = 0{,}141—0{,}111=0{,}03$$

$$\%MgSO_4 = \frac{0{,}111 \cdot 60{,}188}{100} = 0{,}067\ \%.$$

Массовая доля

$$Na_2SO_4,\ \%\ M(Na^+)\ —\ M\left(\frac{1}{2}SO_4^{2-}\right) = 167{,}295—0{,}03=167{,}265$$

$$M\left(\frac{1}{2}Na_2SO_4\right) = \frac{0{,}03 \cdot 71{,}032}{100} = 0{,}0213\ \%.$$

Массовая доля

$$NaCl,\ \%\ M(NaCl)=167{,}265$$

$$\%NaCl = \frac{167{,}265 \cdot 58{,}457}{100} = 97{,}714\ \%.$$

Сумма ионов равна сумме солей

$$\Sigma_{ион} = \Sigma_{сол} = 99{,}21\ \%.$$

Сумма анализа $\Sigma_{ан} = 99{,}34\ \%$.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством пищевой промышленности СССР**
   РАЗРАБОТЧИКИ:

   Г.С. Крашенинин, канд.техн.наук; **В.Б. Голик**; **Т.А. Матвеева**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.03.84 № 737**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 13685—68**

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.135—2004	2.18.1
ГОСТ 12.1.004—91	5.2
ГОСТ 12.1.005—88	5.1
ГОСТ 12.1.007—76	5.1
ГОСТ 12.4.009—83	5.2
ГОСТ 61—75	2.14.1; 2.15.1
ГОСТ 199—78	2.14.1
ГОСТ 342—77	2.13.1
ГОСТ 1277—75	2.3.1
ГОСТ 1770—74	2.1.2; 2.3.1; 2.4.1; 2.5.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1; 2.14.1; 2.15.1; 2.17.1.1; 2.18.1; 2.20.1
ГОСТ 3118—77	2.8.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.17.2.1
ГОСТ 3760—79	2.5.1; 2.6.1; 2.20.1
ГОСТ 3773—72	2.5.1; 2.6.1
ГОСТ 4108—72	2.8.1
ГОСТ 4159—79	2.21.1
ГОСТ 4204—77	2.9.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1
ГОСТ 4207—75	2.20.1
ГОСТ 4208—72	2.9.1
ГОСТ 4212—76	2.9.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.14.1
ГОСТ 4232—74	2.11.1; 2.12.1; 2.13.1
ГОСТ 4233—77	2.4.1; 2.5.1; 2.11.1; 2.20.1
ГОСТ 4328—77	2.5.1; 2.7.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.12.1; 2.13.1
ГОСТ 4461—77	2.3.1; 2.4.1; 2.10.1
ГОСТ 4478—78	2.10.1; 2.20.1
ГОСТ 4520—78	2.4.1
ГОСТ 4523—77	2.5.1
ГОСТ 4919.1—77	2.4.1; 2.17.2.1; 2.21.1
ГОСТ 4919.2—77	2.5.1
ГОСТ 5456—79	2.9.1
ГОСТ 5457—75	2.14.1
ГОСТ 5848—73	2.13.1
ГОСТ 6613—86	1.3; 2.16.1
ГОСТ 6709—72	2.1.2; 2.3.1; 2.4.1; 2.5.1; 2.6.1; 2.7.1; 2.8.1; 2.9.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.14.1; 2.15.1; 2.17.2.1; 2.18.1; 2.20.1; 2.21.1
ГОСТ 6825—91	2.1.3
ГОСТ 9147—80	2.1.2; 2.4.1; 2.8.1
ГОСТ 9871—75	2.2.1; 2.3.1; 2.8.1
ГОСТ 10163—76	2.11.1; 2.12.1; 2.13.1; 2.21.1
ГОСТ 10652—73	2.5.1; 2.6.1; 2.7.1; 2.10.1
ГОСТ 11086—76	2.13.1
ГОСТ 12026—76	2.4.1; 2.20.1
ГОСТ 14919—83	2.8.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.12.1; 2.13.1; 2.15.1; 2.20.1
ГОСТ 18300—87	2.4.1; 2.5.1; 2.6.1; 2.7.1
ГОСТ 20490—75	2.12.1; 2.20.1
ГОСТ 22280—76	2.9.1
ГОСТ 22524—77	2.17.1.1
ГОСТ 24104—88	1.1; 2.1.2; 2.2.1; 2.3.1; 2.4.1; 2.5.1; 2.8.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1; 2.14.1; 2.15.1; 2.16.1; 2.17.1.1; 2.18.1; 2.20.1; 2.21.1
ГОСТ 25336—82	2.1.2; 2.2.1; 2.3.1; 2.4.1; 2.5.1; 2.8.1; 2.9.1; 2.10.1; 2.11.1; 2.12.1; 2.13.1; 2.14.1; 2.15.1; 2.16.1; 2.17.2.1; 2.18.1; 2.20.1; 2.21.1
ГОСТ 27067—86	2.10.1
ГОСТ 27068—86	2.12.1; 2.13.1

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

6. ИЗДАНИЕ (октябрь 2009 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в декабре 1985 г., марте 1987 г. (ИУС 3—86, 7—87)

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 24.12.2009. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд.л. 3,30. Тираж 74 экз. Зак. 4.

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