

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ ЙОДИРОВАННАЯ

Методы определения йода и тиосульфата натрия

СОЛЬ КУХОННАЯ ХАРЧОВАЯ ЁДАВАНАЯ

Методы вызначэння ёду і тыясульфату натрыя

(ГОСТ Р 51575-2000, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2004



УДК 664.41.001.4:006.354

МКС 67.220.20

(КГС Н99)

IDT

Ключевые слова: соль поваренная пищевая йодированная, метод определения йода в соли, обработанной йодистым калием, йодноватокислым калием, тиосульфатом натрия, сходимость, воспроизводимость, погрешность, контроль погрешности определений

ОКП 9192 00

ОКП РБ 14.40.10

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)»

ВНЕСЕН отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 30 июня 2004 г. № 29

3 Настоящий стандарт идентичен государственному стандарту Российской Федерации ГОСТ Р 51575-2000 «Соль поваренная пищевая йодированная. Методы определения йода и тиосульфата натрия».

Официальные экземпляры государственного стандарта Российской Федерации, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT).

4 ВЗАМЕН СТБ П ГОСТ Р 51575-2000/2002

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ ЙОДИРОВАННАЯ
Методы определения йода и тиосульфата натрия

СОЛЬ КУХОННАЯ ХАРЧОВАЯ ЁДАВАНАЯ
Метады вызначэння ёду і тыясульфату натрыя

FOOD COMMON SALT WITH CONTENT OF IODINE
Methods for determination of iodine and sodium thiosulphate

Дата введения 2004-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на йодированную пищевую поваренную соль и устанавливает методы определения массовой доли:

- йода в соли, обработанной йодистым калием (йодидом калия KI);
- йода в соли, обработанной йодноватокислым калием (йодатом калия KIO₃);
- тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием.

Диапазон определения массовой доли йода – $(20 - 60) \cdot 10^{-4} \%$, что соответствует 20 – 60 мкг/г. Диапазон определения массовой доли тиосульфата натрия – $(15 - 40) \cdot 10^{-3} \%$. Погрешности определений приведены в 4.1.5.2; 4.2.5.2 и 4.3.5.2. Контроль погрешности определений приведен в приложениях А, Б, В.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
- ГОСТ 83-79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4159-79 Реактивы. Йод. Технические условия
- ГОСТ 4202-75 Реактивы. Калий йодноватокислый. Технические условия
- ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4232-74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
- ГОСТ 4233-77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе
- ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7328-2001 Гири. Общие технические условия
- ГОСТ 10163-76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
- ГОСТ 13685-84 Соль поваренная. Методы испытаний
- ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
- ГОСТ 20490-75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
- ГОСТ 22180-76 Реактивы. Кислота щавелевая. Технические условия
- ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

СТБ ГОСТ Р 51575-2004

ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 27068-86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 29169-91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

ГОСТ 29251-91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

3 Отбор проб

Отбор и подготовка проб – по ГОСТ 13685.

4 Методы определений

4.1 Определение массовой доли йода в соли, обработанной йодистым калием

4.1.1 Сущность метода

Метод основан на окислении йодид-ионов марганцовокислым калием в щелочной среде до йодат-ионов, удалении избытка марганцовокислого калия щавелевой кислотой в кислой среде, восстановлении йодат-ионов до йода йодистым калием и титровании выделившегося йода тиосульфатом натрия в присутствии крахмала.

4.1.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные среднего класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные среднего класса точности наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ 24104.

Гири 2-го класса точности Г-2-210 по ГОСТ 7328.

Бюретки 1-3-2-10-0,05 и 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1-2-1-5(10) по ГОСТ 29169.

Пипетка 1-1(2)-2-1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2(25, 50, 100) по ГОСТ 29169.

Цилиндр 1(3)-10(100)-2 по ГОСТ 1770.

Колба 1(2)-100(200, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-56-80 ХС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-250-24/29 ТХС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СВ-34/12, СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Стакан В-1-50(250) ТС по ГОСТ 25336.

Стеклянная палочка.

Плитка нагревательная любого типа по ГОСТ 14919, обеспечивающая нагревание до 100 °С.

Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измерения от 0 до 100 °С, ценой деления 1 °С по ГОСТ 28498.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч. д. а., х. ч., или фиксанал [1].

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х. ч., или фиксанал [1].

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч.

Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а., или фиксанал [1].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Смеси аттестованные по [2].

Часы или таймер.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч., дважды перекристаллизованный и высушенный при 150 °С до постоянной массы.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Допускается применять средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.1.3 Подготовка к определению

4.1.3.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия концентрации эквивалента $c(1/5 \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ по ГОСТ 25794.2.

4.1.3.2 Приготовление индикаторного раствора растворимого крахмала с массовой долей 1 %. В стакан вместимостью 250 см³ наливают цилиндром 90 см³ насыщенного при температуре 20 °С раствора хлористого натрия. Раствор нагревают до кипения и выливают в него при перемешивании суспензию, приготовленную смешиванием в стакане вместимостью 50 см³ 1,0 г крахмала и 10 см³ дистиллированной воды.

Раствор хранят в герметичной посуде из темного стекла. Срок хранения – 1 мес. Допускается применять свежеприготовленный раствор крахмала массовой доли 1 % по ГОСТ 4517.

4.1.3.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации $c(\text{NaOH}) = 0,1$ моль/дм³ по ГОСТ 25794.1;

4.1.3.4 Приготовление раствора щавелевой кислоты концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,5$ моль/дм³ по ГОСТ 4517.

4.1.3.5 Приготовление раствора йодистого калия массовой доли 1 %.

1 г йодистого калия растворяют в 99,00 г дистиллированной воды. Раствор используют свежеприготовленным.

4.1.3.6 Приготовление раствора серной кислоты концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³.

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ наливают цилиндром 600 см³ дистиллированной воды и осторожно, по стенке или по стеклянной палочке, в вытяжном шкафу, приливают цилиндром 60 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ и перемешивают. После охлаждения до комнатной температуры объем раствора доводят до метки, раствор перемешивают. Срок хранения раствора – 1 год.

4.1.3.7 Приготовление раствора серной кислоты с объемным соотношением $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O}$, равным 1:2.

100 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ приливают цилиндром к 200 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора – 1 год.

4.1.3.8 Приготовление титрованного раствора натрия серноватистоокислого концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³.

4.1.3.8.1 Способ 1

Навеску массой 25,00 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют небольшое количество свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды, к полученному раствору добавляют 0,2 г Na_2CO_3 , доводят объем раствора до метки свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 10 – 15 дн.

Раствор хранят в посуде из темного стекла не более 3 мес.

4.1.3.8.2 Способ 2

Фиксанал $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,1 г-экв. переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора до метки свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в посуде из темного стекла не более 3 мес.

4.1.3.9 Приготовление установочного раствора двуххромовокислого калия концентрации эквивалента $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³.

Навеску массой 4,903 г двуххромовокислого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, доводят объем раствора до метки и перемешивают. Срок хранения раствора – 6 мес.

4.1.3.10 Установление поправочного коэффициента раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³.

25 см³ установочного раствора двуххромовокислого калия мерной пипеткой помещают в коническую колбу вместимостью 700 см³ с притертой пробкой, добавляют 2 г йодистого калия и 10 см³ серной кислоты цилиндром по 4.1.3.7, перемешивают и выдерживают в темном месте 5 мин. Раствор разбавляют до объема 400 см³ дистиллированной водой и титруют выделившийся йод раствором натрия серноватистокислого концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³. Во время титрования цвет раствора переходит из коричневого в желтовато-зеленый, затем градуированной пипеткой прибавляют 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до перехода окраски из синей в изумрудно-зеленую. Титрование проводят не менее трех раз.

Параллельно проводят контрольный опыт. К 50 см³ дистиллированной воды добавляют 2 г йодистого калия, 10 см³ серной кислоты цилиндром по 4.1.3.7, разбавляют дистиллированной водой до объема 400 см³, прибавляют 2 см³ раствора крахмала пипеткой и титруют раствором серноватистокислого натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³. Титрование проводят не менее трех раз.

Поправочный коэффициент K_n рассчитывают по формуле

$$K_n = \frac{25}{V - V_1}, \quad (1)$$

где V – средний объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование установочного раствора, см³;

V_1 – средний объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³.

4.1.3.11 Приготовление раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³.

50 см³ титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ мерной пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

4.1.4 Проведение определения

4.1.4.1 20,000 г йодированной пищевой поваренной соли помещают в коническую колбу с притертой пробкой и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют при помешивании 4 см³ раствора гидроокиси натрия и по каплям 5 см³ раствора марганцовокислого калия, раствор приобретает зеленовато-бурую окраску. После тщательного перемешивания в полученную смесь прибавляют градуированной пипеткой 1,5 см³ раствора серной кислоты по 4.1.3.6 и нагревают до 70 – 80 °С.

Избыток марганцовокислого калия разрушают добавлением пипеткой 5 см³ раствора щавелевой кислоты, при этом раствор обесцвечивается. После охлаждения раствора до комнатной температуры прибавляют цилиндром 10 см³ свежеприготовленного раствора йодида калия массовой доли 1 %, колбу закрывают пробкой и выдерживают в темном месте 10 – 15 мин. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия вначале без крахмала до соломенно-желтого цвета, затем добавляют пипеткой 1 см³ крахмала и продолжают титровать до обесцвечивания раствора.

Одновременно выполняют два параллельных определения.

4.1.4.2 Для учета влияния матрицы пробы и чистоты применяемых реактивов выполняют контрольный опыт, для этого к 20,000 г пищевой поваренной соли, не обработанной добавками йодида калия, или к химически чистому хлориду натрия прибавляют реактивы и проводят определение по 4.1.4.1.

4.1.4.3 При выполнении определений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды – (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление – $(101,3 \pm 10,0)$ КПа;
- относительная влажность воздуха – от 30 до 80 %.

4.1.5 Обработка результатов

4.1.5.1 Массовую долю йода X_1 в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{0,0001058 \cdot (V - V_1) \cdot K_n \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где 0,0001058 – масса йода, соответствующая 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента точно $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³, г;

V – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_1 – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;

K_n – поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³;

m – масса навески йодированной пищевой поваренной соли, равная 20,000 г;

100 – коэффициент пересчета, %.

За результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

4.1.5.2 Расхождение между результатами двух параллельных определений, полученными при анализе одной и той же пробы йодированной пищевой поваренной соли одним лаборантом с использованием одного и того же оборудования, не должно превышать оперативного контроля сходимости $d = 5,4 \cdot 10^{-4}$ % ($P = 0,95$).

Расхождение между результатами двух определений, полученными при анализе одной и той же пробы йодированной пищевой поваренной соли в различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости $D = 10 \cdot 10^{-4}$ % ($P = 0,95$).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений $\Delta = \pm 7 \cdot 10^{-4}$ %, что соответствует $\Delta = \pm 7$ мкг/г при вероятности $P = 0,95$.

4.1.5.3 Вычисления проводят до пятого десятичного знака и округляют до четвертого десятичного знака.

Для пересчета полученного значения из процентов в микрограммы на грамм результат измерения умножают на 10000.

В случае необходимости пересчета на сухое вещество используют коэффициент, на который умножают массовую долю йода

$$K_c = \frac{100}{100 - X_{\text{H}_2\text{O}}}, \quad (3)$$

где $X_{\text{H}_2\text{O}}$ – массовая доля влаги, определяемая по ГОСТ 13685.

Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодистым калием, приведен в приложении А.

4.2 Определение массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием

4.2.1 Сущность метода

Метод основан на титровании йода, выделившегося при взаимодействии йодата калия и йодида калия в кислой среде, раствором серноватистокислого натрия в присутствии индикатора (крахмала).

4.2.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные среднего класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные среднего класса точности наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ 24104.

Гири 2-го класса точности Г-2-210 по ГОСТ 7328.

Бюретки 1-3-2-10-0,05 и 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1-2-1-5(10,25) по ГОСТ 29169.

Пипетка 1-1(2)-2-1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2(50, 100) по ГОСТ 29169.

Воронки фильтровальные диаметром 56 – 70 см по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2-250-29(34) и Кн-2-700-29(34) по ГОСТ 25336.

Часы или таймер.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Калий йодноватокислый по ГОСТ 4202, ч. д. а.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, х. ч., дважды перекристаллизованный и высушенный при 150 °С до постоянной массы.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, х. ч.

Кислота серная плотностью 1,84 г/см³ по ГОСТ 4204, х. ч.

Натрий серноватистоокислый 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а., или фиксаж [1].

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х. ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Допускается применять средства измерений с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивы по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.2.3 Подготовка к определению

4.2.3.1 Приготовление раствора серной кислоты концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³ по 4.1.3.6.

4.2.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с объемным соотношением $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$, равным 1:2 по 4.1.3.7.

4.2.3.3 Приготовление раствора йодистого калия массовой доли 10 %. К навеске массой 10,0 г йодистого калия прибавляют цилиндром 90 см³ дистиллированной воды и перемешивают. Раствор хранят в герметичной посуде из темного стекла не более суток.

4.2.3.4 Приготовление индикаторного раствора растворимого крахмала с массовой долей 1 % по 4.1.3.2.

4.2.3.5 Приготовление титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ по 4.1.3.8.

4.2.3.5.1 Приготовление установочного раствора двухромовокислого калия концентрации эквивалента $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1$ моль/дм³ по 4.1.3.9.

4.2.3.5.2 Установление поправочного коэффициента раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$ моль/дм³ по 4.1.3.10.

4.2.3.6 Приготовление раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³ по 4.1.3.11.

4.2.4 Проведение определения

4.2.4.1 Навеску исследуемой пробы массой 10,000 г помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, к полученному раствору прибавляют градуированной пипеткой 1 см³ раствора серной кислоты концентрации эквивалента $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1$ моль/дм³, пипеткой 5 см³ раствора йодистого калия массовой доли 10 %, перемешивают, закрывают колбу пробкой и помещают на 10 мин в темное место. По истечении указанного времени колбу извлекают, обмывают внутреннюю поверхность пробки дистиллированной водой и содержимое колбы титруют раствором тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³ до перехода темно-желтой окраски в соломенно-желтую. Затем в титруемый раствор градуированной пипеткой добавляют 2 см³ индикаторного раствора крахмала массовой доли 1 % и продолжают титрование до исчезновения синей окраски раствора.

Одновременно проводят два параллельных определения.

4.2.4.2 Для учета влияния матрицы пробы и чистоты применяемых реактивов выполняют контрольный опыт, для этого к 10,000 г пищевой соли, не обработанной добавками йодата калия, или к химически чистому хлориду натрия прибавляют реактивы и проводят определение по 4.2.4.1.

4.2.4.3 Условия выполнения определений – по 4.1.4.3.

4.2.5 Обработка результатов

4.2.5.1 Массовую долю йода X_2 в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{0,0001058 \cdot (V - V_1) \cdot K_n \cdot 100}{m}, \quad (4)$$

где 0,0001058 – количество йода, образовавшегося из йодата калия, соответствующее 1 см³ раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³, г;

- V – объем раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³, израсходованный на титрование рабочей пробы, см³;
- V_1 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³, израсходованный на титрование контрольной пробы, см³;
- K_n – коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$ моль/дм³;
- m – масса навески испытуемого образца, равная 10,000 г;
- 100 – коэффициент пересчета, %.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений.

4.2.5.2 Расхождение между результатами двух параллельных определений, полученными при анализе одной и той же пробы йодированной пищевой поваренной соли одним лаборантом с использованием одного и того же оборудования, не должно превышать оперативного контроля сходимости $d = 5,4 \cdot 10^{-4}$ % ($P = 0,95$).

Расхождение между результатами двух определений, полученными для одной и той же пробы йодированной пищевой поваренной соли в различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости $D = 8 \cdot 10^{-4}$ % ($P = 0,95$).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений $\Delta = \pm 6 \cdot 10^{-4}$ %, что соответствует $\Delta = \pm 6$ мкг/г при вероятности $P = 0,95$.

4.2.5.3 Вычисления проводят до пятого десятичного знака и округляют до четвертого десятичного знака.

Для пересчета полученного значения из процентов в микрограммы на грамм результат измерения умножают на 10000.

В случае необходимости пересчета на сухое вещество используют коэффициент K_c , на который умножают массовую долю йода

$$K_c = \frac{100}{100 - X_{\text{H}_2\text{O}}}, \quad (5)$$

где $X_{\text{H}_2\text{O}}$ – массовая доля влаги, определяемая по ГОСТ 13685.

Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием, приведен в приложении Б.

4.3 Определение массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием

4.3.1 Сущность метода

Метод основан на окислении тиосульфата натрия йодом в присутствии индикатора крахмала.

4.3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы лабораторные среднего класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные среднего класса точности наибольшим пределом взвешивания 1000 г по ГОСТ 24104.

Гири 2-го класса точности Г-2-210 по ГОСТ 7328.

Бюретки 1-3-2-10-0,05 и 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Пипетка 1-2-1(5; 10, 25) по ГОСТ 29169.

Пипетка 1-1(2)-2-1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Колба 1(2)-100(200, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Колба Кн-1-250 ТХС по ГОСТ 25336.

Йод по ГОСТ 4159.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.3.3 Подготовка к определению

4.3.3.1 Приготовление раствора йода концентрации $c(1/2 I_2) = 0,1$ моль/дм³ и установку коэффициента поправки проводят по ГОСТ 25794.2.

4.3.3.2 Раствор йода концентрации $c(1/2 I_2) = 0,005$ моль/дм³ готовят разбавлением в 20 раз раствора йода концентрации $c(1/2 I_2) = 0,1$ моль/дм³, 10 (25) см³ которого помещают в мерную колбу вместимостью 200 (500) см³, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 сут.

4.3.3.3 Раствор серной кислоты концентрации 1 моль/дм³ готовят по ГОСТ 4517.

4.3.3.4 Приготовление индикаторного раствора крахмала с массовой долей 1 % по 4.1.3.2.

4.3.4 Проведение определения

4.3.4.1 10,000 г йодированной пищевой поваренной соли растворяют в 100 см³ дистиллированной воды, добавляют 1 см³ раствора серной кислоты и 1 см³ раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода концентрации $c(1/2 I_2) = 0,005$ моль/дм³ до появления не исчезающей синей окраски.

Одновременно выполняют два параллельных определения.

4.3.4.2 Для учета влияния матрицы пробы и чистоты применяемых реактивов выполняют контрольный опыт: к 10,000 г химически чистого хлорида натрия прибавляют реактивы и проводят определение по 4.3.4.1.

4.3.4.3 Условия выполнения определений – по 4.1.4.3.

4.3.5 Вычисление результатов измерений

4.3.5.1 Массовую долю тиосульфата натрия X_3 в процентах рассчитывают по формуле

$$X_3 = \frac{0,0001240 \cdot (V - V_1) \cdot K_n \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

где 0,001240 – масса тиосульфата натрия, соответствующая 1 см³ раствора йода концентрации эквивалента точно $c(1/2 I_2) = 0,005$ моль/дм³, г;

V – объем раствора йода, израсходованный на титрование пробы, см³;

V_1 – объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;

K_n – поправочный коэффициент раствора йода концентрации эквивалента $c(1/2 I_2) = 0,005$ моль/дм³;

m – масса навески йодированной соли ($m = 10,000$ г);

100 – коэффициент пересчета, %.

За результат определения принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

4.3.5.2 Расхождение между результатами двух параллельных определений, полученными при анализе одной и той же пробы йодированной пищевой поваренной соли одним лаборантом с использованием одного и того же оборудования, не должно превышать оперативного контроля сходимости $d = 2,0 \cdot 10^{-3}$ % ($P = 0,95$).

Расхождение между результатами двух определений, полученными для одной и той же пробы йодированной пищевой поваренной соли в различных лабораториях, не должно превышать норматива оперативного контроля воспроизводимости $D = 4,0 \cdot 10^{-3}$ % ($P = 0,95$).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений $\Delta = \pm 3 \cdot 10^{-3}$ %, что соответствует $\Delta = \pm 3$ мкг/г при вероятности $P = 0,95$.

4.3.5.3 Вычисления проводят до четвертого десятичного знака и округляют до третьего десятичного знака.

В случае необходимости пересчета на сухое вещество используют коэффициент K_c , на который умножают массовую долю йода

$$K_c = \frac{100}{100 - X_{H_2O}}, \quad (7)$$

где X_{H_2O} – массовая доля влаги, определяемая по ГОСТ 13685.

Контроль погрешности определения массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием, приведен в приложении В.

5 Требования безопасности

5.1 При выполнении определений должны выполняться общие требования безопасности при работе в аналитической лаборатории.

5.2 Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

Приложение А
(обязательное)

**Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли,
обработанной йодистым калием**

А.1 Диапазон определений и нормы оперативного контроля сходимости (d), воспроизводимости (D) и погрешности (K) результатов измерения массовой доли йода в поваренной пищевой соли при вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Диапазон определений массовой доли йода		Норма контроля, %		
%	мкг/г	D ($n = 2$)	D ($m = 2$)	K
$20 \cdot 10^{-4} - 60 \cdot 10^{-4}$	20 – 60	$5,4 \cdot 10^{-4}$	$10 \cdot 10^{-4}$	$7 \cdot 10^{-4}$

А.2 Процедуру контроля сходимости используют при каждом измерении.

Оперативный контроль сходимости результатов определений проводят путем сравнения расхождения между параллельными определениями ($n = 2$) при анализе пробы с нормой оперативного контроля сходимости d

$$X_{\max} - X_{\min} \leq d. \quad (\text{A.1})$$

А.3 Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости результатов измерений массовой доли йода проводят не реже одного раза в месяц.

Образцами для контроля являются рабочие пробы поваренной пищевой соли, обработанной йодидом калия.

Первичный X_1 и повторный X_2 результаты определений ($m = 2$) не должны отличаться на значение, превышающее D

$$|X_1 - X_2| \leq D. \quad (\text{A.2})$$

При превышении нормы контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанной нормы выясняют причины, приводящие к появлению неудовлетворительных результатов, и устраняют их.

А.4 Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности измерений проводят по аттестованной смеси (АС), имитирующей раствор пищевой соли, обработанной йодидом калия, приготовленной по А.4.2.

А.4.1 Приготовление стандартного раствора йодида калия концентрации йода $c(1/2 I_2) = (1,000 \pm 0,002)$ мг/см³.

Навеску йодида калия массой 0,657 г взвешивают на аналитических весах 2-го класса точности и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор применяют свежеприготовленным.

А.4.2 Приготовление аттестованной смеси, имитирующей раствор поваренной соли с массовой долей йода $(40,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$ %, что соответствует $(40,0 \pm 0,4)$ мкг/г.

Навеску хлористого натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах среднего класса точности, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³. Приливают цилиндром 200 – 250 см³ дистиллированной воды, смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 2 см³ стандартного раствора йодида калия, приготовленного по А.4.1, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Аттестованную смесь используют в день приготовления.

Данная процедура проводится в случае смены реактивов, но не реже одного раза в месяц при постоянном проведении работ по настоящему стандарту.

Измерение массовой доли йода в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см³ аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³, проводят измерения по 4.1.4 и рассчитывают по 4.1.5 настоящего стандарта.

Метод оперативного контроля погрешности состоит в сравнении результата контрольной процедуры K_k с нормой оперативного контроля погрешности $K = \Delta$

$$\begin{aligned} K_k &= |X - c| \\ K_k &\leq K, \end{aligned} \quad (\text{A.3})$$

где X – результат определения массовой доли йода в аттестованной смеси по 4.1.5 настоящего стандарта;

c – массовая доля йода в аттестованной смеси (40,0·10⁻⁴% или 40,0 мкг/г).

Если результаты контроля погрешности неудовлетворительные, то процедуру контроля повторяют. При повторном превышении нормы контроля выясняют и устраняют причины ее превышения.

Приложение Б
(обязательное)

**Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли,
обработанной йодноватокислым калием**

Б.1 Диапазон определения и нормы оперативного контроля сходимости (d), воспроизводимости (D) и погрешности (K) результатов измерения массовой доли йода в пищевой поваренной соли при вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Диапазон определений массовой доли йода		Норма контроля, %		
%	мкг/г	D ($n = 2$)	D ($m = 2$)	K
$20 \cdot 10^{-4} - 60 \cdot 10^{-4}$	20 – 60	$5,4 \cdot 10^{-4}$	$8 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-4}$

Б.2 Процедуру контроля сходимости используют при каждом измерении.

Оперативный контроль сходимости результатов определений проводят путем сравнения расхождения между параллельными определениями ($n = 2$) при анализе пробы с нормой оперативного контроля сходимости d :

$$X_{\max} - X_{\min} \leq d. \quad (\text{Б.1})$$

Б.3 Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости результатов измерений массовой доли йода проводят не реже одного раза в месяц.

Образцами для контроля являются рабочие пробы пищевой поваренной соли, обработанной йодатом калия.

Первичный X_1 и повторный X_2 результаты определений ($m = 2$) не должны отличаться на значение, превышающее D

$$|X_1 - X_2| \leq D. \quad (\text{Б.2})$$

При превышении нормы контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанной нормы выясняют причины, приводящие к появлению неудовлетворительных результатов, и устраняют их.

Б.4 Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности измерений проводят по АС, имитирующей раствор пищевой соли, обработанной йодатом калия, приготовленной по Б.4.2.

Б.4.1 Приготовление стандартного раствора йодата калия с массовой концентрацией йода $c(1/2 I_2) = (1,000 \pm 0,002)$ мг/см³.

Навеску йодата калия массой 0,844 г взвешивают на аналитических весах 2-го класса точности и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор хранят в посуде из темного стекла 1 год.

Б.4.2 Приготовление аттестованной смеси, имитирующей раствор пищевой соли с массовой долей йода $(40,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$ %, что соответствует $(40,0 \pm 0,4)$ мкг/г.

Навеску хлорида натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах среднего класса точности, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, приливают цилиндром 200 – 250 см³ дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 2 см³ стандартного раствора йодата калия, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в герметичной посуде в течение одного месяца.

Данная процедура проводится в случае смены реактивов, но не реже одного раза в месяц при постоянном проведении работ по настоящему стандарту.

Измерение массовой доли йода в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см³ аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ и проводят измерения по 4.2.4 и рассчитывают по 4.2.5 настоящего стандарта.

Метод оперативного контроля погрешности состоит в сравнении результата контрольной процедуры K_k с нормой оперативного контроля погрешности $K = \Delta$

$$\begin{aligned} K_k &= |X - c| \\ K_k &\leq K, \end{aligned} \quad (\text{Б.3})$$

где X – результат определения массовой доли йода аттестованной смеси по 4.2.5 настоящего стандарта;

c – массовая доля йода в аттестованной смеси ($40,0 \cdot 10^{-4}$ % или 40,0 мкг/г).

Если результаты контроля погрешности неудовлетворительные, то процедуру контроля повторяют. При повторном превышении нормы контроля выясняют и устраняют причины ее превышения.

Приложение В
(обязательное)

Контроль погрешности определения массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием

В.1 Диапазон определения и нормы оперативного контроля сходимости (d), воспроизводимости (D) и погрешности (K) результатов измерения массовой доли тиосульфата натрия в поваренной соли при вероятности $P = 0,95$ приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Диапазон определений массовой доли тиосульфата натрия, %	Норма контроля, %		
	D ($n = 2$)	D ($m = 2$)	K
$15 \cdot 10^{-3} - 40 \cdot 10^{-3}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	$4 \cdot 10^{-3}$	$3 \cdot 10^{-3}$

В.2 Процедура контроля сходимости используется при каждом измерении.

Оперативный контроль сходимости результатов определений проводят сравнением расхождения между параллельными определениями ($n = 2$) при анализе пробы с нормой оперативного контроля сходимости d :

$$X_{\max} - X_{\min} \leq d. \quad (\text{В.1})$$

В.3 Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости результатов измерений массовой доли тиосульфата натрия проводят не реже одного раза в месяц.

Образцами для контроля являются рабочие пробы йодированной соли, обработанной тиосульфатом натрия.

Первичный X_1 и повторный X_2 результаты определений ($m = 2$) не должны отличаться на значение, превышающее D

$$|X_1 - X_2| \leq D. \quad (\text{В.2})$$

При превышении нормы контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанной нормы выясняют причины, приводящие к появлению неудовлетворительных результатов, и устраняют их.

В.4 Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности измерений проводят по АС, имитирующей раствор йодированной соли, обработанной тиосульфатом натрия, приготовленной по В.4.2.

В.4.1 Приготовление стандартного раствора тиосульфата натрия концентрации $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = (2,500 \pm 0,002) \text{ мг/см}^3$.

Навеску тиосульфата натрия массой 1,250 г взвешивают на аналитических весах 2-го класса точности и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в дистиллированной воде, доводят до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

В.4.2 Приготовление аттестованной смеси, имитирующей раствор пищевой соли с массовой долей тиосульфата $(25,0 \pm 0,2) \cdot 10^{-3} \%$.

Навеску хлористого натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах среднего класса точности, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³. Приливают цилиндром 200 – 250 см³ дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 5 см³ стандартного раствора тиосульфата натрия и пипеткой 2 см³ раствора йодида калия по приложению А (пункт А.4.1), доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Аттестованную смесь применяют свежеприготовленной.

Данная процедура проводится в случае смены реактивов, но не реже одного раза в месяц при постоянном проведении работ по настоящему стандарту.

Измерение массовой доли тиосульфата натрия в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см³ аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см³ и проводят измерения по 4.3.4 и рассчитывают по 4.3.5 настоящего стандарта.

Метод оперативного контроля погрешности состоит в сравнении результата контрольной процедуры K_k с нормой оперативного контроля погрешности $K = \Delta$

$$\begin{aligned} K_k &= |X - c| \\ K_k &\leq K, \end{aligned} \quad (B.3)$$

где X – результат определения массовой доли тиосульфата натрия в аттестованной смеси по 4.3.5 настоящего стандарта;

c – массовая доля тиосульфата натрия в аттестованной смеси ($25,0 \cdot 10^{-3} \%$).

Если результаты контроля погрешности неудовлетворительные, то процедуру контроля повторяют. При повторном превышении нормы контроля выясняют и устраняют причины ее превышения.

Приложение Г
(справочное)

Библиография

- [1] ТУ 6-09-2450-72 Фиксанал
- [2] МИ 2334-95 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

Ответственный за выпуск И.А.Воробей

Сдано в набор 26.07.2004. Подписано в печать 19.08.2004. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,86 Уч.- изд. л. 0,92 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.