МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34552— 2019

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения диоксида серы

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности — филиалом Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ВНИИКП — филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 августа 2019 г. № 503-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 34552—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2020 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Условия проведения измерений 2
4 Требования безопасности 2
5 Требования к квалификации оператора 2
6 Йодометрический метод определения диоксида серы 3
7 Ферментативный метод определения диоксида серы 7

МКС 67.050

Поправка к ГОСТ 34552—2019 Изделия кондитерские. Методы определения диоксида серы

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Методы определения диоксида серы

Confectionery. Methods for determination of sulfur dioxide

Дата введения — 2020—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, сырье и полуфабрикаты для их производства, изготовленные с применением диоксида серы, и устанавливает йодометрический и ферментативный методы определения диоксида серы.

В случае возникновения разногласий определение диоксида серы проводят ферментативным методом.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты.

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 195 Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия

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

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 5904 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

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

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

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

Издание официальное

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

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

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

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

ГОСТ 32711 Продукты переработки фруктов и овощей. Определение общего диоксида серы ферментативным методом

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление. . . . . (93,3—107) кПа;
- относительная влажность воздуха. . . . . не более 75 %;
- напряжение в сети. . . . . (220 ± 10) В.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

6 Йодометрический метод определения диоксида серы

6.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Полуавтоматическая или автоматическая установка, позволяющая проводить отгонку летучих компонентов с паром.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,2 мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,001 г.

Термометр жидкостный с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С с ценой деления 1 °С, с пределом допускаемой погрешности ±2 °С по ГОСТ 28498.

Аквадистиллятор для получения дистиллированной воды.

Плитка электрическая закрытого типа, обеспечивающая нагрев в диапазоне температуры от 120 °С до 200 °С по ГОСТ 14919.

Ультразвуковая ванна, обеспечивающая нагрев воды до температуры 80 °С, мощностью ультразвуковой обработки 250 Вт.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 1—5 $см^3$ с относительной погрешностью дозирования ±1 % с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5 и 10 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 29227.

Колбы мерные 2-50-1, 2-100-1 и 2-1000-1 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1(3)-25-1, 1(3)-50-1, 1(3)-250, 1-500-1 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1-10 ТС, В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретки вместимостью 25 и 50 $см^3$ 1-го класса точности по ГОСТ 29251.

Воронки ВФ-1-56 ХС по ГОСТ 25336.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочки стеклянные.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч.

Йод кристаллический по ГОСТ 4159, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232—74, х.ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163.

Натрий серноватистокислый по ГОСТ 27068, ч. д. а.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$.

Стандарт-титр (фиксанал) для приготовления раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и посуды с техническими характеристиками, обеспечивающих необходимую точность измерения, не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

6.2 Сущность метода

Метод основан на дистилляции диоксида серы, выделяющегося из продукта при нагревании в кислой среде в приемную колбу с раствором гидроксида натрия, с последующим титрованием образовавшегося сульфита натрия раствором йода.

6.3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

6.4 Подготовка к проведению измерений

6.4.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/$дм^3$ (0,1 н)

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ приливают 400—500 $см^3$ дистиллированной воды, при перемешивании добавляют 4,0 г гидроокиси натрия. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

6.4.2 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 15,5 %

В коническую мерную колбу вместимостью 250 см^3 приливают 200 см^3 дистиллированной воды и 20 см^3 концентрированной серной кислоты и перемешивают.

Срок хранения раствора — не более 2 мес.

6.4.3 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ J_2)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

40,00 г йодистого калия растворяют в 50—60 см^3 дистиллированной воды в стакане вместимостью 100 см^3. В полученный раствор добавляют 12,70 г кристаллического йода.

Раствор перемешивают до полного растворения йода, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Для определения точной концентрации полученного раствора устанавливают коэффициент поправки в соответствии с ГОСТ 25794.2—83 (пункт 2.3.3).

Примечание — Допускается приготовление раствора йода молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Срок хранения раствора — не более 1 мес.

6.4.4 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ J_2)$ = 0,002 моль/дм^3 (0,002 н)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2,0 см^3 раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ J_2)$ = 0,1 моль/дм^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

6.4.5 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ J_2)$ = 0,0002 моль/дм^3 (0,0002 н)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10,0 см^3 раствора йода молярной концентрации $c(1/2\ J_2)$ = 0,002 моль/дм^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

6.4.6 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

24,8 г тиосульфата натрия растворяют в 500—600 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см^3.

Раствор перемешивают до полного растворения тиосульфата натрия и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

Для определения точной концентрации полученного раствора устанавливают коэффициент поправки в соответствии с ГОСТ 25794.2—83 (пункт 2.11.3).

Примечание — Допускается приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм^3 из стандарт-титра (фиксанала) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Срок хранения раствора — не более 2 мес.

6.4.7 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,002 моль/дм^3 (0,002 н)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 2,0 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,1 моль/дм^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

6.4.8 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,0002 моль/дм^3 (0,0002 н)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10,0 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3)$ = 0,002 моль/дм^3. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

6.4.9 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1 %

1 г крахмала перемешивают с 2—3 см^3 дистиллированной воды, полученный раствор вливают при перемешивании в 100 см^3 кипящей дистиллированной воды. Кипятят 1 мин, после чего охлаждают.

Используют свежеприготовленный раствор.

Для хранения растворов используется стеклянная тара.

6.5 Построение градуировочных графиков

6.5.1 Приготовление стандартного раствора сульфита натрия с массовой долей 0,05 % (10,0 мг диоксида серы на 100 см^3 раствора)

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 вносят 49,2 мг Na_2SO_3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Используют свежие реактивы. При необходимости определение массовой доли сульфита натрия (сернистокислого натрия) проводят по ГОСТ 195.

6.5.2 Приготовление стандартного раствора сульфита натрия с массовой долей 0,005 % (1,0 мг диоксида серы на 100 см^3 раствора)

25 см^3 раствора сульфита натрия с массовой долей 0,05 % вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

6.5.3 В сосуды для отгонки диоксида серы поочередно добавляют 5, 10, 20, 40 см^3 стандартного раствора сульфита натрия с массовой долей 0,005 % и 6,0; 8,0; 10,0 см^3 раствора сульфита натрия с массовой долей 0,05 %, что соответствует содержанию 0,05; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг диоксида серы, затем в каждый сосуд добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 15,5 %.

Проводят отгонку диоксида серы с паром в приемные колбы вместимостью 250 см^3, в которые предварительно добавлены 50 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3.

Полученные растворы диоксида серы титруют раствором йода молярной концентрации 0,002 моль/дм^3.

Если исследуемые образцы, обработанные в соответствии с 6.7.2, растворяются в воде, образуя прозрачный и/или слабоокрашенный раствор, возможно построение градуировочного графика и титрование раствора сульфита натрия без отгонки диоксида серы с паром.

6.5.4 Проводят контрольный опыт. Для этого в сосуд для отгонки диоксида серы добавляют 30 см^3 дистиллированной воды и проводят отгонку и титрование, как указано выше. Полученные результаты учитывают при расчете диоксида серы по 6.8.1.

На графике по оси абсцисс X откладывают массу диоксида серы m, мг, по оси ординат объем раствора йода V, см^3, молярной концентрации 0,002 моль/дм^3, израсходованный на титрование отогнанного диоксида серы.

6.5.5 В сосуды для отгонки диоксида серы поочередно добавляют 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см^3 стандартного раствора сульфита натрия с массовой долей 0,005 %, что соответствует содержанию 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,04; 0,05 мг диоксида серы, затем в каждый сосуд добавляют 10 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора серной кислоты с массовой долей 15,5 %.

Проводят отгонку диоксида серы с паром в приемные колбы вместимостью 250 см^3, в которые предварительно добавлены 50 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3.

Полученные растворы диоксида серы титруют раствором йода молярной концентрации 0,0002 моль/дм^3.

6.5.6 Проводят контрольный опыт. Для этого в сосуд для отгонки диоксида серы добавляют 30 см^3 дистиллированной воды и проводят отгонку и титрование, как указано выше. Полученные результаты учитывают при расчете диоксида серы по 6.8.1.

На графике по оси абсцисс X откладывают массу диоксида серы m, мг; по оси ординат объем раствора йода V, см^3, молярной концентрации 0,0002 моль/дм^3, израсходованный на титрование отогнанного диоксида серы.

6.5.7 Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят не реже одного раза в неделю.

6.6 Подготовка образцов

Навеску образца, предварительно измельченного в фарфоровой ступке, массой 1—5 г (в зависимости от предполагаемого содержания диоксида серы) взвешивают с записью результата до третьего десятичного знака.

6.7 Проведение измерений

6.7.1 Подготовка установки для отгонки диоксида серы

Перед исследованиями рекомендуется провести один или несколько циклов отгонки без добавления образца для обеспечения стабильной работы системы.

6.7.2 Порядок выполнения измерений

В колбу вместимостью 50 $см^3$ помещают навеску исследуемого образца, добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают пробкой и обрабатывают содержимое колбы в ультразвуковой ванне при температуре 50 °С—55 в течение 20 мин.

Затем содержимое колбы количественно переливают в сосуд для отгонки, ополаскивают колбу 10 $см^3$ дистиллированной воды и устанавливают сосуд в прибор для дистилляции.

10 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 15,5 % автоматически дозируется в сосуд. Проводят отгонку диоксида серы в приемную колбу вместимостью 250 $см^3$, в которую добавлены 50 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(NaOH) = 0,1$ моль/$дм^3$.

Скорость нагрева и температура контролируются автоматически.

Продолжительность отгонки составляет 5 мин.

Далее в приемную колбу с дистиллятом вносят 5 $см^3$ раствора серной кислоты с массовой долей 15,5 % и хорошо перемешивают. После чего приливают 1—2 $см^3$ раствора крахмала и титруют раствором йода молярной концентрации 0,002 моль/$дм^3$ до появления темно-синего окрашивания. Объем раствора йода V_1, израсходованный на титрование отгона, используют в расчете содержания диоксида серы.

Избыток йода титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,002 моль/$дм^3$ до обесцвечивания раствора. Объем раствора тиосульфата V_2 используют для уточнения расчета содержания диоксида серы: $V = V_1 - V_2$.

По уточненному объему V по градуировочному графику (см. 6.5.3) определяют содержание диоксида серы в исследованном образце.

Для образцов с содержанием диоксида серы в диапазоне 5—50 мг/кг следует повторить отгонку и последующее титрование раствором йода молярной концентрации 0,0002 моль/$дм^3$.

Избыток йода титруют раствором тиосульфата натрия молярной концентрации 0,0002 моль/$дм^3$ до обесцвечивания раствора. Объем раствора тиосульфата V_2 используют для уточнения расчета содержания диоксида серы: $V = V_1 - V_2$.

По уточненному объему V по градуировочному графику (см. 6.5.2) определяют содержание диоксида серы в исследованном образце.

Для учета содержания диоксида серы в реактивах проводят холостой опыт. Вместо навески исследуемого образца добавляют 10 $см^3$ дистиллированной воды. При этом допускается не обрабатывать содержимое колбы в ультразвуковой ванне. Полученный результат учитывают при расчете содержания диоксида серы.

6.8 Обработка результатов

6.8.1 Массовую долю диоксида серы в образце X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 1000}{m_н}, \quad (1)$$

где m_1 — содержание диоксида серы, определенное по градуировочному графику, мг;

$m_н$ — масса навески образца, г;

1000 — коэффициент пересчета.

6.8.2 За окончательный результат определения содержания диоксида серы принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le 0,01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 1,%;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение X_1 и X_2, %.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений массовой доли диоксида серы, мг/кг	Предел повторяемости (сходимости) при P = 0,95 (n = 2) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости при P = 0,95 (m = 2) $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при P = 0,95 ±δ, %
От 5 до 1000 включ.	14	25	17

6.8.3 Результат определения массовой доли диоксида серы представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta) \text{ при } P = 0,95, \quad (3)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ — значение абсолютной погрешности измерений массовой доли диоксида серы, %, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \quad (4)$$

где δ — границы относительной погрешности, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности P = 0,95, приведенными в таблице 1.

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

6.9 Контроль точности результатов измерений

Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (подраздел 6.2).

7 Ферментативный метод определения диоксида серы

Ферментативный метод используют при содержании аскорбиновой кислоты в пробе менее 100 мг/кг.

При содержании аскорбиновой кислоты в пробе более 100 мг/кг используют обработку аскорбатоксидазой в соответствии с ГОСТ 32711.

7.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр со светофильтром, обеспечивающие измерение при длинах волн 334, 340, 365 нм с допускаемой относительной погрешностью измерений коэффициента пропускания ±1 %.

Кюветы фотометрические кварцевые или полимерные с длиной оптического пути 10 мм, вместимостью 3,5 $см^3$.

Шпатели пластиковые или стеклянные палочки диаметром 1 мм для перемешивания содержимого кюветы.

Дозаторы пипеточные переменного объема дозирования 0,005—0,05; 0,100—1,000 и 1,0—5,0 $см^3$ с соответствующими наконечниками по ГОСТ 28311 или пипетки градуированные 1-2-1-1, 1-2-1-2 по ГОСТ 29227 с допускаемой относительной погрешностью измерений ±1 %.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,2 мг.

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 специального (I) класса точности с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,001 г.

Центрифуга лабораторная медицинская со скоростью вращения не менее 3000 об/мин.

Баня ультразвуковая, обеспечивающая поддержание температуры до 70 °С, с генератором ультразвука мощностью не менее 200 Вт.

Колбы мерные 2-100-1 по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 1 вместимостью 100 $см^3$ по ГОСТ 25336;

Стаканы стеклянные вместимостью 50 $см^3$ по ГОСТ 25336;

Воронки стеклянные по ГОСТ 25336;

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

Набор реактивов для определения диоксида серы (сульфита), включающий:

- триэтаноламиновый буферный раствор с pH 8;
- таблетки, содержащие 0,4 мг НАДН (NADH);
- суспензия НАДН-пероксидазы (NADH-POD) с активностью 3 ед.;
- суспензия сульфитоксидазы (SO_2-OD) с активностью 4 ед.

Перед исследованием готовят буферный раствор НАДН, при этом для растворения одной таблетки НАДН используют 1,0 $см^3$ триэтаноламинового буферного раствора.

Буферный раствор НАДН допускается хранить одну неделю при температуре 2 °С—8 °С или раствор готовят в необходимом объеме непосредственно перед определением диоксида серы.

Набор реактивов хранится в соответствии с требованиями производителя (как правило, при температуре 2 °С—8 °С).

Способ самостоятельного приготовления реактивов указан в ГОСТ 32711.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования и посуды с техническими характеристиками, обеспечивающих необходимую точность измерения, не хуже, а также материалов и реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

7.2 Сущность метода

Метод основан на окислении иона сульфита до сульфата ферментом сульфитоксидазой с образованием перекиси водорода, которая восстанавливается ферментом НАДН-пероксидазы в присутствии НАДН, количество которого пропорционально массовой концентрации общего диоксида серы и определяется по изменению оптической плотности раствора.

7.3 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

7.4 Выполнение измерений

Навеску измельченного образца, взвешенную с точностью до 0,001 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Массу навески предварительно рассчитывают так, чтобы содержание диоксида серы составляло от 0,03 до 0,3 $г/дм^3$.

Измельчают или гомогенизируют твердые или полутвердые образцы, экстрагируют водой или растворяют в дистиллированной воде. Проводят экстракцию образцов дистиллированной водой (температура экстракции должна быть выше температуры плавления жира для жиросодержащих кондитерских изделий).

Для этого в мерную колбу добавляют 40—60 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают и обрабатывают содержимое колбы на ультразвуковой бане при температуре 55 °С—60 °С в течение 10 мин. Охлаждают колбу до комнатной температуры, доводят объем дистиллированной водой до метки и центрифугируют в течение 10 мин при скорости центрифуги 3000 об/мин. При необходимости проводят повторное центрифугирование и фильтрование.

Для исследований содержания диоксида серы используют прозрачные, бесцветные экстракты. При необходимости проводят разбавление экстрактов. Мутные растворы фильтруют и/или центрифугируют. При необходимости нейтрализуют экстракты до pH 7—8 растворами гидроксида натрия или калия.

Образцы готовят непосредственно перед исследованиями.

Подготавливают кюветы для измерений, одну кювету оставляют для контрольного измерения. Добавляют в каждую кювету по 1,00 см^3 буферного раствора НАДН. Затем добавляют по 0,100 см^3 раствора пробы. В контрольную кювету раствор пробы не добавляют. Далее в кюветы с рабочими растворами добавляют по 1,900 см^3, а в контрольную кювету 2,000 см^3 дистиллированной воды.

В каждую кювету добавляют по 0,010 см^3 суспензии НАДН-пероксидазы. Осторожно перемешивают шпателем растворы, обеспечивая отсутствие пузырьков воздуха на стенках кювет. Через 5 мин проводят измерения оптической плотности A_1 каждого раствора относительно оптической плотности воздуха.

Добавляют по 0,050 см^3 суспензии сульфитоксидазы, осторожно перемешивают содержимое кювет, обеспечивая отсутствие пузырьков воздуха на их стенках. Через 25—30 мин проводят измерения оптической плотности растворов. Для контроля окончания ферментативных реакций через 5 мин проводят повторные измерения оптической плотности растворов A_2. При изменении оптической плотности проводят повторные измерения через каждые 5 мин до получения стабильных результатов, свидетельствующих об окончании ферментативных реакций.

7.5 Обработка результатов

7.5.1 Разность оптической плотности контрольного и рабочего растворов рассчитывают по формуле

$$\Delta A = (A_1 - A_2)_р - (A_1 - A_2)_к, \quad (5)$$

где $(A_1 - A_2)_р$ — разность оптической плотности рабочего раствора, е. о. п.;

$(A_1 - A_2)_к$ — разность оптической плотности контрольного раствора, е. о. п.

Концентрацию общего диоксида серы C, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$C = \frac{V \cdot F \cdot M \cdot \Delta A}{\varepsilon \cdot d \cdot v}, \quad (6)$$

где V — объем реагентов в каждой кювете, см^3;

F — фактор разбавления;

M — молекулярная масса диоксида серы (64,06 г/моль);

ΔA — разность оптической плотности контрольного и рабочего растворов;

ε — молярный коэффициент поглощения НАДФН, дм^3 · моль$^{-1}$ · см$^{-1}$:

6,3 — при длине волны 340 нм;

3,5 — при длине волны 365 нм (ртутная лампа);

6,18 — при длине волны 334 нм (ртутная лампа);

d — длина оптического пути кюветы (1 см);

v — объем рабочего раствора пробы (0,100 см^3).

7.5.2 Массовую долю диоксида серы X, мг/кг, в образце вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 1000 \cdot 1000}{m_н}, \quad (7)$$

где V — объем раствора пробы (100 см^3);

C — концентрация общего диоксида серы, мг/дм^3;

1000 — коэффициент пересчета диоксида серы г на мг;

1000 — коэффициент пересчета навески г на кг;

$m_н$ — масса навески образца, г.

7.5.3 За окончательный результат определения содержания диоксида серы принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot r_{отн} \cdot X_{ср}, \quad (8)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных определений, %;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости) двух параллельных определений, приведенный в таблице 2, %;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение X_1 и X_2, %.

Таблица 2 — Метрологические характеристики метода

Диапазон измерений массовой доли диоксида серы, мг/кг	Предел повторяемости (сходимости) при P = 0,95 (n = 2) $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости при P = 0,95 (m = 2) $R_{отн}$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности) при P = 0,95 ±δ, %
От 5,0 до 100 включ.	8	11	9
Св. 100	6	10	8

7.5.4 Результат определения массовой доли диоксида серы представляют в виде:

$$(X_{ср} \pm \Delta) \text{ при } P = 0{,}95, \quad (9)$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, %;

Δ — значение абсолютной погрешности измерений массовой доли диоксида серы, %, рассчитываемое по формуле

$$\Delta = \delta \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср}, \quad (10)$$

где δ — границы относительной погрешности, %.

Числовое значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение абсолютной погрешности измерений, содержащее не более двух значащих цифр.

Настоящий метод выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений в диапазонах, с пределами повторяемости и воспроизводимости и показателем точности при доверительной вероятности P = 0,95, приведенными в таблице 2.

При возникновении разногласий в оценке качества продукции за окончательный результат принимают среднеарифметическое значение не менее четырех параллельных определений (ГОСТ ИСО 5725-6).

УДК 664.863.001.4:006.354 МКС 67.050

Ключевые слова: изделия кондитерские, сырье, полуфабрикаты, диоксид серы, йодометрический метод, ферментативный метод, предел повторяемости, предел воспроизводимости

БЗ 7—2019/118

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 19.08.2019. Подписано в печать 10.09.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru