ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ ЙОДИРОВАННАЯ

Методы определения йода и тиосульфата натрия

СТ РК ГОСТ Р 51575-2003

Издание официальное

**Комитет по техническому регулированию и метрологии
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН РГП «Казахстанский институт стандартизации и сертификации»

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 31 октября 2003 г. № 377

3 Настоящий стандарт, кроме Приложения Г, представляет собой полный аутентичный текст ГОСТ Р 51575-2000 «Соль поваренная пищевая йодированная. Метод определения йода и тиосульфата натрия» с дополнительными требованиями, отражающими потребности экономики Республики Казахстан, которые выделены в тексте курсивом.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ **2009 год**
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ **5 лет**

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Отбор проб	2
4	Методы определений	2
4.1	Определение массовой доли йода в соли, обработанной йодистым калием	2
4.2	Определение массовой доли йода в соли, обработанной йодновато-кислым калием	7
4.3	Определение массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием	10
5	Требования безопасности	12
	Приложение А (обязательное). Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодистым калием	13
	Приложение Б (обязательное). Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием	14
	Приложение В (обязательное). Контроль погрешности определения массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием	17

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ ЙОДИРОВАННАЯ

Методы определения йода и тиосульфата натрия

Дата введения 2004-09-01

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 KIO_3);

-тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием.

Диапазон определения массовой доли йода - (20-60) х 10^{-4}%, что соответствует 20-60 мкг/г.

Диапазон определения массовой доли тиосульфата натрия

- (15-40) х 10^{-3}%, *что соответствует 150-400 мкг/г.*

Погрешности определений приведены в 4.1.2; 4.2.2; 4.3.2.

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 Натрий углекислый. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.

ГОСТ 4159-79 Йод. Технические условия.

ГОСТ 4204-77 Кислота серная. Технические условия.

ГОСТ 4220-75 Калий двухромовокислый. Технические условия.

ГОСТ 4232-74 Калий йодистый.

ГОСТ 4233-77 Натрий хлористый. Технические условия.

ГОСТ 4328-77 Натрия гидроокись. Технические условия.

ГОСТ 4517-87 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

Издание официальное

ГОСТ 7328-82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия.

ГОСТ 10163-76 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 Калий марганцовокислый. Технические условия.

ГОСТ 22180-76 Кислота щавелевая. Технические условия.

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия.

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

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

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

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

ГОСТ 29251-91 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 общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с 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)400(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 нагрев до 100 °С.

Термометр жидкостный стеклянный с 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.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х.ч.

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180, х.ч.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч.

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

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Часы или таймер.

Калий двухромовокислый 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 ниже указанных в настоящем стандарте.

4.1.3 Подготовка к определению

4.1.3.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия концентрации эквивалента с (1/5 $KMnO_4$) =0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.2;

4.1.3.2 Приготовление индикаторного раствора крахмала растворимого с массовой долей 1 %. В стакан вместимостью 250 см^3 наливают цилиндром 90 см^3 насыщенного при температуре 20°С раствора хлористого натрия.

Приготовленный насыщенный раствор хлористого натрия нагревают до кипения и выливают в него при перемешивании суспензию, приготовленную смешиванием в стакане вместимостью 50 $см^3$ 1 г крахмала и 10 $см^3$ 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 с (NaOH) моль/$дм^3$ по ГОСТ 25794.1;

4.1.3.4 Приготовление раствора щавелевой кислоты концентрации эквивалента *с* (1/2 $H_2C_2O_4$ х $2H_2O$) =0,5 моль/$дм^3$ по ГОСТ 4517.

4.1.3.5 Приготовление раствора калия йодистого массовой доли 1 %.

1 г калия йодистого помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, растворяют в дистиллированной воде, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

4.1.3.6 Приготовление раствора серной кислоты концентрации эквивалента с (1/2 H_2SO_4)=1 моль/$дм^3$.

В мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ помещают 600 $см^3$ дистиллированной воды цилиндром и осторожно, по стенке или по стеклянной палочке, в вытяжном шкафу, приливают цилиндром 60 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,84 г/$см^3$ 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 H_2SO_4:H2O, равным 1:2.

100 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,84 г/$см^3$ приливают цилиндром к 200 см дистиллированной воды и перемешивают. Срок хранения раствора - 1 год.

4.1.3.8 Приготовление титрованного раствора натрия серноватистокислого концентрации эквивалента *с* (Na_2S_2O3 х $5H_2O$)=0.1 моль/$дм^3$.

4.1.3.8.1 Способ 1.

Навеску массой 25,00 г Na_2S_2O3 х $5H_2O$ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см, добавляют небольшое количество свежепрокипяченой и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды, к полученному раствору добавляют 0,2 г Na_2CO_3, доводят объем раствора до метки свежепрокипяченой и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 10-15 дней.

Раствор хранят в посуде из темного стекла не более трех месяцев.

4.1.3.8.2 Способ 2.

Фиксанал $Na_2S_2O_3$ х $5H_2O$ 0,1 г-экв. переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см, доводят объем раствора до метки свежепрокипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в посуде из темного стекла не более трех месяцев.

4.1.3.9 Приготовление установочного раствора двухромовокислого калия концентрации эквивалента с $(1/6K_2Cr_2O_7)$=0.1 моль/дм^3.

Навеску массой 4,903 г двухромовокислого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, 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 с ($Na_2S_2O_3$ х $5H_2O$)=0.1 моль/дм.

25 см^3 установочного раствора двухромовокислого калия мерной пипеткой помещают в коническую колбу вместимостью 700 см^3 с притертой пробкой, добавляют 2 г йодистого калия и 10 см^3 серной кислоты цилиндром по 4.1.3.7, перемешивают и выдерживают в темном месте 5 мин. Раствор разбавляют до объема 400 см^3 дистиллированной водой и титруют выделившийся йод раствором натрия серноватистокислого концентрации эквивалента *с* ($Na_2S_2O_3$ х $5H_2O$)=0,1 моль/дм^3. Во время титрования цвет раствора переходит из коричневого в желтовато-зеленый, затем градуированной пипеткой прибавляют 2 см^3 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 см^3 дистиллированной воды добавляют 2 г йодистого калия, 10 см^3 серной кислоты цилиндром по 4.1.3.7 настоящей методики, разбавляют дистиллированной водой до объема 400 см^3 , прибавляют 2 см^3 раствора крахмала пипеткой и титруют раствором серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3$-$5H_2O$)=0,1 моль/дм^3. Титрование проводят не менее трех раз.

Поправочный коэффициент K_n рассчитывают по формуле:

$$K_n = 25/V\text{-}V_1 \qquad (1)$$

где V - средний объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование установочного раствора, см^3;

V_1 - средний объем раствора серноватистокиелого натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3.

4.1.3.11 Приготовление раствора натрия серноватистокислого концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3$ х $5H_2O$)=0,005 моль/дм^3.

50 $см^3$ титрованного раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3$ х $5H_2O$)=0,1 моль/$дм^3$ мерной пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, 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 см дистиллированной воды. *Раствор фильтруют в коническую колбу, промывая фильтр три раза дистиллированной водой, так как на практике невозможно обойтись без фильтрации.* К полученному раствору добавляют при помешивании 4 $см^3$ раствора гидроокиси натрия и по каплям 5 $см^3$ раствора марганцовокислого калия, раствор приобретает зеленовато-бурую окраску. После тщательного перемешивания в полученную смесь прибавляют градуированной пипеткой 1,5 см раствора серной кислоты по 4.1.3.6 и нагревают до 70-80 °С.

Избыток марганцовокислого калия разрушают добавлением пипеткой 5 $см^3$ раствора щавелевой кислоты, при этом раствор обесцвечивается. После охлаждения раствора до комнатной температуры прибавляют цилиндром 10 $см^3$ 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 $см^3$ 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 *нейодированной* 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±10,0) кПа;

-относительная влажность воздуха в пределах от 30 до 80 %.

4.1.5 Обработка результатов

4.1.5.1 Массовую долю йода X_1, % вычисляют по формуле

$$X_1 = 0,0001058 * (V-V_1) \times K_n \times 100/m \qquad (2)$$

где 0,0001058 - масса йода, соответствующая 1 $см^3$ раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента точно с ($Na_2S_2O_3$ $5H_2O$)=0,005 моль/$дм^3$, г;

V - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование пробы, $см^3$;

V_1 - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, $см^3$;

K_n - поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3$ $5H_2O$)=0,005 моль/$дм^3$; +

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 *норматива* оперативного контроля сходимости $d = 5,4x10^{-4}$ %(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 $D = 10 \times 10^{-4}$ % (P = 0,95).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений А = ±7 х 10^{-4} %, что соответствует Δ= ±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 мкг/г результат измерения умножают на 10000.

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

$$K = 100/100\text{-}X_{H2O} \qquad (3)$$

Где X_{H2O} - 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 йодновато-кислым 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 общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с 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 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/см^3 по ГОСТ 4204, х.ч.

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

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, х.ч.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х.ч.

Допускается применять средства измерений с метрологическими характеристиками не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.2.3 Подготовка к определению.

4.2.3.1 Приготовление раствора серной кислоты концентрации эквивалента с (1/2 H_2SO_4)=1 моль/дм^3 (см. 4.1.4.6).

4.2.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с объемным соотношением H_2SO_4: H_2O, равным 1:2 (см. 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 см^3 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 % (см. 4.1.3.2).

4.2.3.5 Приготовление титрованного раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента *с* ($Na_2S_2O_3x5H_2O$)=0,1 моль/дм^3 (см. 4.1.3.8).

4.2.3.5.1 Приготовление установочного раствора двухромовокислого

калия концентрации эквивалента с ($1/6K_2Cr_2O_7$)=0,1 моль/дм^3 (см. 4.1.3.9).

4.2.3.5.2 Установление поправочного коэффициента раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3x5H_2O$)=0,1 моль/дм^3 (см. 4.1.3.10).

4.2.3.6 Приготовление раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3x5H_2O$)=0,005 моль/дм^3 (см. 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 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, к полученному раствору прибавляют градуированной пипеткой 1 см^3 раствора серной кислоты концентрации эквивалента с ($1/2\ H_2SO_4$)=1 моль/дм^3, пипеткой 5 см^3 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 серноватистокислого натрия концентрации эквивалента *с* ($Na_2S_2O_3x\ 5H_2O$)=0,005 моль/дм^3 до перехода темно-желтой окраски в соломенно-желтую. Затем в титруемый раствор градуированной пипеткой добавляют 2 см^3 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 %, вычисляют по формуле:

$$X_2 = (V-V_1)\ 0{,}0001058\ K_n\ 100/m \qquad (4)$$

где V- объем раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3x5H_2O$)=0,005 моль/дм^3, израсходованный на титрование рабочей пробы, см ;

V_1 - объем раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3x5H_2O$)=0,005 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

0,0001058 - количество йода, образовавшегося из йодата калия, соответствующее 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента с ($Na_2S_2O_3x5H_2O$)=0,005 моль/дм^3, г;

100 - коэффициент пересчета, %;

m - масса навески испытуемого образца, равная 10,000 г;

K_n - коэффициент поправки раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента c ($Na_2S_2O_3$-$5H_2O$)=0,005 моль/дм^3.

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 *норматива* оперативного контроля сходимости $d = 5{,}4x10^{-4}$ % (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 $D = 8\text{-}10^{-4}$ %(P=0,95).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений Δ = ±6-10"^{4} %, что соответствует Δ= ±6 мкг/г при вероятности Δ = 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 мкг/г результат измерения умножают на 10000.

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

$$K_c = 100/100\text{-}X_{H2O} \qquad (5)$$

где X_{H2O} — массовая доля влаги, определяемая по ГОСТ 13685.

Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием по приложению 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 общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с 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 ниже указанных в настоящем стандарте.

4.3.3 Подготовка к определению

4.3.3.1 Приготовление раствора йода концентрации с (1/2 I_2)-01 моль/дм^3 и установку коэффициента поправки проводят по ГОСТ 25794.2.

4.3.3.2 Раствор йода концентрации *с* (1/2 I_2)=0,005 моль/дм^3 готовят разбавлением в 20 раз раствора йода концентрации *с* (1/2 I_2)=0,1 моль/дм^3, 10(25) см^3 которого помещают в мерную колбу вместимостью 200 (500) см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 суток.

4.3.3.3 Раствор серной кислоты концентрации 1 моль/дм^3 готовят по ГОСТ 4517;

4.3.3.4 Приготовление индикаторного раствора крахмала с массовой долей 1 % (см. 4.1.3.2).

4.3.4 Проведение определения

4.3.4.1 10,000 г йодированной пищевой поваренной соли растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, добавляют 1 см^3 раствора серной кислоты и 1 см раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода концентрации с (1/2 I_2)=0,005 моль/дм^3 до появления неисчезающей 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 чистому хлориду натрия прибавляют реактивы и проводят определения 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, %, рассчитывают по формуле

$$X_3 = 0{,}001240\ K_n\ (V\text{-}V_1)\ 100/m \qquad (6)$$

где 0,001240 - масса серноватистокислого натрия, соответствующая 1 см раствора йода концентрации эквивалента точно *с* (1/2 I_2)=0,005 моль/дм^3, г;

V - объем раствора йода, израсходованный на титрование пробы, $см^3$;

V_1 -объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольного опыта, $см^3$;

K_n - поправочный коэффициент раствора йода концентрации эквивалента концентрации с $(1/21_2)$=0,005 моль/$дм^3$;

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 *норматива* оперативного контроля сходимости $d = 2{,}0 \times 10^{-3}$ % (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 $D = 4 \times 10^{-3}$ % (P=0,95).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений Δ = +3 10^{-3} %, что соответствует Δ=±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

$$K_c = 100/100\text{-}X_{H2O}$$

где X_{H2O} - 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 *(К)* результатов измерения массовой доли йода в соли поваренной пищевой при вероятности Р=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)*	*К*
20 x 10^{-4}-60 x 10^{-4}	20-60	5.4 x 10^{-4}	10 x 10^{-4}	7 x 10^{-4}

А.2 Процедуру контроля сходимости используют при каждом измерении.

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

$$X_{max} - X_{min} \leq d$$

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 соли поваренной пищевой, обработанной йодидом калия.

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

$$[X_1 - X_2] \leq D$$

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 с $(1/2I_2)$=(1,000+0,002) мг/см^3

Навеску йодида калия массой 0,657г взвешивают на аналитических весах и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500см^3. 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 ±0,4) 10^%, что соответствует (40,0+0,4) мкг/г.

Навеску натрия хлористого массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах 4-го класса, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Приливают цилиндром 200-250 см^3 дистиллированной воды, смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 2 см^3 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.

Измерение массовой доли йода в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см^3 аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, проводят измерения по 4.1.4 настоящего стандарта и рассчитывают по 4.1.5.

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

$$K_к = /X - c/$$
$$K_к \leq K$$

где X - результат определения массовой доли йода в аттестованной смеси по 4.1.5;

c - массовая доля йода в аттестованной смеси.

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 определений и нормы оперативного контроля сходимости *(d)*, воспроизводимости *(D)* и погрешности *(К)* результатов измерения массовой доли йода в соли поваренной пищевой при вероятности Р=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)*	*К*
20×10^{-4}- 60×10^{-4}	20-60	5.4×10^{-4}	8×10^{-4}	6×10^{-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:*

$$X_{max} - X_{min} \leq d$$

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 соли поваренной пищевой, обработанной йодатом калия.

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

$$[X_1 - X_2] \leq D$$

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 аттестованной смеси (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 ($1/2I_2$) = (1,000±0,002) мг/см^3

Навеску йодата калия массой 0,844 г взвешивают на аналитических весах и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500см^3. 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 ± 0,4) х 10^{-4}%, что соответствует (40,0±0,4) мкг/г.

Навеску хлорида натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах 4-го класса, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, приливают цилиндром 200-250 см^3 дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 2 см стандартного раствора йодата калия, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в герметичной посуде в течение одного месяца.

Измерение массовой доли йода в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и проводят измерения по 4.2.4 настоящего стандарта и рассчитывают по 4.2.5.

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

$$K_к = |X - c|$$
$$K_к \le K$$

где X - результат определения массовой доли йода аттестованной смеси по 4.2.5;

c - массовая доля йода в аттестованной смеси.

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 измерений массовой доли тиосульфата натрия в соли поваренной 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*
15×10^{-3} - 40×10^{-3}	$2{,}0 \times 10^{-3}$	4×10^{-3}	3×10^{-3}

В.2 Процедура контроля сходимости используется при каждом измерении.

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

$$X_{max} - X_{min} \leq d$$

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*

$$[X_1 - X_2] \leq D$$

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 аттестованной смеси (АС), имитирующей раствор йодированной соли, обработанной тиосульфатом натрия, приготовленной по В.4.2.

В.4.1 Приготовление стандартного раствора тиосульфата натрия концентрации с $(Na_2S_2O_3\text{-}5H_2O)$=(2,500±0,002) мг/см^3

Навеску тиосульфата натрия массой 0,125 г взвешивают на аналитических весах и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, 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+0,4) х 10^{-3} %.

Навеску натрия хлористого массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах 4-го класса, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Приливают цилиндром 200-250 см^3 дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 5 см стандартного раствора тиосульфата натрия и пипеткой 2 см^3 раствора йодида калия по А.4.1 приложения А, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Аттестованную смесь применяют свежеприготовленной.

Измерение массовой доли тиосульфата натрия в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см^3 аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3 и проводят измерения по 4.3.4 настоящего стандарта и рассчитывают по 4.3.5.

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

$$K_к = |X - c|$$

$$K_к \le K$$

где X - результат определения массовой доли тиосульфата натрия аттестованной смеси по 4.3.5;

c - массовая доля тиосульфата натрия в аттестованной смеси.

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

УДК 664.41.001:006.354 **МКС 67.220.20**

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

gost.e-ecolog.ru