ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ГОСТ Р 51575-2004

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ ЙОДИРОВАННАЯ

Методы определения йода и тиосульфата натрия

СОЛЬ КУХОННАЯ ХАРЧОВАЯ ЁДАВАНАЯ

Метады вызначэння ёду і тыясульфату натрыя

(ГОСТ Р 51575-2000, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2004



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

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 KIO_3);

– тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием.

Диапазон определения массовой доли йода – $(20 – 60)\cdot10^{-4}$ %, 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 двухромовокислый. 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

Издание официальное

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 серноватистокислый (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 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 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 $c(1/5\ KMnO_4)$ = 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.2.

4.1.3.2 Приготовление индикаторного раствора растворимого крахмала с массовой долей 1 %. В стакан вместимостью 250 см^3 наливают цилиндром 90 см^3 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 см^3 1,0 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 $c(NaOH)$ = 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 25794.1;

4.1.3.4 Приготовление раствора щавелевой кислоты концентрации эквивалента $c(1/2\ H_2C_2O_4{\cdot}2H_2O)$ = 0,5 моль/дм^3 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 $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 1 моль/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 наливают цилиндром 600 см^3 дистиллированной воды 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: H_2O, равным 1:2.

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

4.1.3.8 Приготовление титрованного раствора натрия серноватистокислого концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3.

4.1.3.8.1 Способ 1

Навеску массой 25,00 г $Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O$ переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют небольшое количество свежепрокипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды, к полученному раствору добавляют 0,2 г Na_2CO_3, доводят объем раствора до метки свежепрокипяченной 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 $Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O$ 0,1 г-экв. переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки свежепрокипяченной 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 двухромовокислого калия концентрации эквивалента $c(1/6\ K_2Cr_2O_7)$ = 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 $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3.

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 $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 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, разбавляют дистиллированной водой до объема 400 см^3, прибавляют 2 см^3 раствора крахмала пипеткой и титруют раствором серноватистокислого натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3. Титрование проводят не менее трех раз.

Поправочный коэффициент $K_п$ рассчитывают по формуле

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

где V – средний объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование установочного раствора, см^3;

V_1 – средний объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3.

4.1.3.11 Приготовление раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,005 моль/дм^3.

50 см^3 титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 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^3 дистиллированной воды. 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^3 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 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 – от 30 до 80 %.

4.1.5 Обработка результатов

4.1.5.1 Массовую долю йода X_1 в процентах вычисляют по формуле

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

где 0,0001058 – масса йода, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 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;

$K_п$ – поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 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 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 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 микрограммы на грамм результат измерения умножают на 10000.

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

$$K_с = \frac{100}{100 - X_{H_2O}}, \quad (3)$$

где X_{H_2O} – 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/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 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 $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 1 моль/дм^3 по 4.1.3.6.

4.2.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с объемным соотношением H_2SO_4:H_2O, 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 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 % по 4.1.3.2.

4.2.3.5 Приготовление титрованного раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 по 4.1.3.8.

4.2.3.5.1 Приготовление установочного раствора двухромовокислого калия концентрации эквивалента $c(1/6\ K_2Cr_2O_7)$ = 0,1 моль/дм^3 по 4.1.3.9.

4.2.3.5.2 Установление поправочного коэффициента раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 по 4.1.3.10.

4.2.3.6 Приготовление раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = 0,005 моль/дм^3 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 см^3 и растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, к полученному раствору прибавляют градуированной пипеткой 1 см^3 раствора серной кислоты концентрации эквивалента $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 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 тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = 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 в процентах вычисляют по формуле

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

где 0,0001058 – количество йода, образовавшегося из йодата калия, соответствующее 1 см^3 раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3{\cdot}5H_2O)$ = 0,005 моль/дм^3, г;

V – объем раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = = 0,005 моль/дм^3, израсходованный на титрование рабочей пробы, см^3;

V_1 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = = 0,005 моль/дм^3, израсходованный на титрование контрольной пробы, см^3;

$K_п$ – коэффициент поправки раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,005 моль/дм^3;

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 $K_с$, на который умножают массовую долю йода

$$K_с = \frac{100}{100 - X_{H_2O}}, \qquad (5)$$

где X_{H_2O} – 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/дм^3 и установку коэффициента поправки проводят по ГОСТ 25794.2.

4.3.3.2 Раствор йода концентрации $c(1/2\ I_2)$ = 0,005 моль/дм^3 готовят разбавлением в 20 раз раствора йода концентрации $c(1/2\ I_2)$ = 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 сут.

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 % по 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^3 раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода концентрации $c(1/2\ I_2)$ = 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 чистого хлорида 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 в процентах рассчитывают по формуле

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

где 0,001240 – масса тиосульфата натрия, соответствующая 1 см^3 раствора йода концентрации эквивалента точно $c(1/2\ I_2)$ = 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;

$K_п$ – поправочный коэффициент раствора йода концентрации эквивалента $c(1/2\ I_2)$ = 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 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 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 $K_с$, на который умножают массовую долю йода

$$K_с = \frac{100}{100 - X_{H_2O}}, \qquad (7)$$

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

$$X_{max} - X_{min} \le d. \qquad (А.1)$$

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

$$|X_1 - X_2| \le D. \qquad (А.2)$$

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/см^3.

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 см^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 $(40,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$ %, что соответствует (40,0 ± 0,4) мкг/г.

Навеску хлористого натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах среднего класса точности, 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.

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 $см^3$ аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, проводят измерения по 4.1.4 и рассчитывают по 4.1.5 настоящего стандарта.

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

$$K_к = |X - c|$$
$$K_к \le K, \qquad (A.3)$$

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

c – массовая доля йода в аттестованной смеси ($40{,}0 \cdot 10^{-4}$ % 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 Б
(обязательное)

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

Б.1 Диапазон определении 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:

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

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

$$|X_1 - X_2| \le D. \quad (Б.2)$$

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/см^3.

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 см^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 $(40,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-4}$ %, что соответствует (40,0 ± 0,4) мкг/г.

Навеску хлорида натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах среднего класса точности, 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 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 $см^3$ аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ 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 $K_к$ с нормой оперативного контроля погрешности $K = \Delta$

$$K_к = |X - c|$$
$$K_к \le K, \qquad (Б.3)$$

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:*

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

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*

$$|X_1 - X_2| \le D. \quad (В.2)$$

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 $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = (2,500 \pm 0,002)$ 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 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 $(25,0 \pm 0,2) \cdot 10^{-3}$ %.

Навеску хлористого натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах среднего класса точности, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Приливают цилиндром 200 – 250 см^3 дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 5 см^3 стандартного раствора тиосульфата натрия и пипеткой 2 см^3 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 $см^3$ аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$ 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 $K_к$ с нормой оперативного контроля погрешности $K = \Delta$

$$K_к = |X - c|$$
$$K_к \le K, \qquad \text{(В.3)}$$

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.

gost.e-ecolog.ru