ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54730— 2011

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли калий-иона пламенно-фотометрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Закрытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт Галургии» (ЗАО «ВНИИ Галургии»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 154 «Пищевые добавки и ароматизаторы»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 декабря 2011 г. № 899-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2013

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

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли калий-иона пламенно-фотометрическим методом

Food common salt.
Measurement (determination) of potassium-ion mass fraction by flame-photometric method

Дата введения — 2013—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую поваренную соль и устанавливает пламенно-фотометрический метод определения массовой доли калий-иона в диапазоне измерений от 0,01 % до 0,25 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51574—2000 Соль поваренная пищевая. Технические условия

ГОСТ Р 52482—2005 Соль поваренная пищевая. Отбор и подготовка проб. Определение органолептических показателей

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 54345—2011 Соль поваренная пищевая. Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 9736—91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

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

Издание официальное

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на измерении и сравнении интенсивности излучения калия в анализируемом растворе и растворах сравнения, вводимых в пламя в виде аэрозоля.

4 Условия выполнения измерений

4.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть выполнены общие требования по технике безопасности и промышленной санитарии, предъявляемые к аналитическим лабораториям.

4.2 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 80 %;

взвешивание на весах проводят при температуре окружающего воздуха в соответствии с нормативным документом на весы.

4.3 При выполнении измерений допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками и испытательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а химических реактивов и воды — по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.4 К выполнению измерений допускаются лаборанты, контролеры продукции, освоившие технику выполнения измерений и прошедшие соответствующий инструктаж.

5 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы

Весы по ГОСТ Р 53228, обеспечивающие точность взвешивания с пределами абсолютной допускаемой погрешности $\pm 0{,}1$ мг и ± 10 мг.

Набор гирь (1—100 г) E_2 по ГОСТ 7328.

Фотометр пламенный любого типа, обеспечивающий при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ значения метрологических характеристик, представленных в таблице 2.

Вакуумная установка.

Печь муфельная типа ПМ-8 или другого типа, обеспечивающая температуру нагрева до 900 °С по ГОСТ 9736.

Электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919.

Колбы конические Кн-2-250-34 ТС, Кн-2-2000-50 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы 1-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 3-1-2-2, 3-2а-2-10 по ГОСТ 29227.

Пипетки 2-2-5(10, 20) по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-150(1000) ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-25(100, 500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Полимерная банка.

Палочка стеклянная.

Посуда стеклянная по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Калий хлористый, ч. д. а., по ГОСТ 4234.

Кислота уксусная, х. ч., по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый 3-водный, х. ч., по ГОСТ 199.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Лед.
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента».

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ Р 52482.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление раствора хлористого калия массовой концентрацией калий-иона 1 мг/см^3

Раствор хлористого калия массовой концентрацией калий-иона 1 мг/см^3 готовят согласно ГОСТ 4212.

1,910 г хлористого калия, прокаленного до постоянной массы при температуре 500 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и растворяют в дистиллированной воде. Объем раствора доводят до отметки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в полимерной посуде и применяют в течение одного года.

6.2.2 Приготовление раствора хлористого калия массовой концентрацией калий-иона 0,1 мг/см^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора хлористого калия массовой концентрацией калий-иона 1 мг/см^3, приготовленного согласно 6.2.1, и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до отметки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в полимерной посуде и применяют в течение 3 мес.

6.2.3 Приготовление раствора хлористого калия массовой концентрацией калий-иона 10 мкг/см^3

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора хлористого калия массовой концентрацией калий-иона 0,1 мг/см^3, приготовленного согласно 6.2.2, и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3. Объем раствора доводят до отметки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор применяют свежеприготовленным.

6.2.4 Приготовление перекристаллизованного раствора натрия уксуснокислого, молярной концентрацией 1 моль/дм^3

6.2.4.1 Приготовление водного раствора этилового спирта

В коническую колбу вместимостью 2000 см^3 цилиндром наливают 700 см^3 дистиллированной воды, цилиндром добавляют 370 см^3 этилового спирта.

Содержимое колбы перемешивают стеклянной палочкой.

6.2.4.2 Перекристаллизация уксуснокислого натрия

1,3 кг уксуснокислого натрия переносят в коническую колбу вместимостью 2000 см^3 с водным раствором этилового спирта, нагревают на электроплитке до полного растворения уксуснокислого натрия. Горячий раствор фильтруют через обеззоленный фильтр и охлаждают льдом. Кристаллы отфильтровывают на вакуумной установке, промывают ~ 300 см^3 этилового спирта и сушат между слоями фильтровальной бумаги.

6.2.4.3 Приготовление раствора уксуснокислого натрия молярной концентрацией 1 моль/дм^3

136,0 г перекристаллизованного уксуснокислого натрия, согласно 6.2.4.2, переносят в стакан вместимостью 1000 см^3, в который цилиндром приливают 800 см^3 дистиллированной воды. Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, объем раствора доводят до отметки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде и применяют в течение 3 мес.

6.2.5 Приготовление промывного раствора

В коническую колбу вместимостью 250 см^3 цилиндром вносят 100 см^3 этилового спирта и 100 см^3 дистиллированной воды. Раствор перемешивают.

Полученный раствор хранят в стеклянной посуде и применяют в течение одного года.

6.2.6 Приготовление растворов сравнения

В семь мерных колб вместимостью 100 см^3 пипеткой наливают по 5 см^3 раствора уксуснокислого натрия молярной концентрацией 1 моль/дм^3, приготовленного согласно 6.2.4.3, пипеткой приливают по 1,5 см^3 уксусной кислоты, пипетками добавляют необходимый объем раствора хлористого калия, указанный в таблице 1, приготовленного согласно 6.2.2 и 6.2.3.

Объем растворов доводят до отметки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Готовые растворы переливают в полимерные банки и применяют в течение 3 мес.

Таблица 1

Номер раствора	Объем раствора хлористого калия массовой концентрацией калий-иона, $см^3$		Массовая концентрация калий-иона в полученном растворе сравнения, $мкг/см^3$	Массовая доля калий-иона K_i, %
	10 $мкг/см^3$	0,1 $мг/см^3$		
1	0	—	0	0
2	2	—	0,2	0,01
3	5	—	0,5	0,025
4	10	—	1,0	0,05
5	20	—	2,0	0,10
6	—	4	4,0	0,20
7	—	6	6,0	0,30

6.3 Подготовка пламенного фотометра

Подготовка пламенного фотометра к работе, построение и проверка приемлемости градуировочного графика проводятся в соответствии с руководством по эксплуатации пламенного фотометра.

6.4 Подготовка анализируемого раствора

4,000 г соли переносят в стакан вместимостью 150 $см^3$, цилиндром добавляют 25 $см^3$ дистиллированной воды, пипеткой приливают по каплям 6 $см^3$ уксусной кислоты и тщательно перемешивают.

Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем раствора до отметки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Полученный раствор фильтруют в полимерную банку, отбрасывая первые порции фильтрата.

Допускается определение массовой доли калий-иона из фильтрата, полученного после определения нерастворимого в воде остатка по ГОСТ Р 54345.

7 Порядок выполнения измерений

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ пипеткой отбирают 5 $см^3$ анализируемого раствора, пипеткой добавляют 1,5 $см^3$ уксусной кислоты, доводят объем раствора до отметки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Перед началом измерений в распылитель вводят раствор сравнения с максимальной массовой долей калий-иона, устанавливая значение, соответствующее данному раствору сравнения по графику. При проведении измерения в распылитель вводят поочередно анализируемый раствор и два ограничивающих раствора, в одном из которых массовая доля калий-иона больше, чем в анализируемом, а в другом — меньше, распыляя после каждого раствора дистиллированную воду или промывной раствор.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

8 Обработка результатов измерений

Массовую долю калий-иона $X_К$, %, вычисляют по формуле

$$X_К = X_1 + \frac{(X_2 - X_1)\cdot(I_X - I_1)}{I_2 - I_1}, \quad (1)$$

где X_1 — массовая доля калий-иона, соответствующая раствору сравнения с меньшей концентрацией, %;

X_2 — массовая доля калий-иона, соответствующая раствору сравнения с большей концентрацией, %;

I_X — показания прибора при измерении массовой доли калий-иона в анализируемом растворе, мкА;

I_1 — показания прибора при измерении массовой доли калий-иона, соответствующей раствору сравнения меньшей концентрации, мкА;

I_2 — показания прибора при измерении массовой доли калий-иона, соответствующей раствору сравнения большей концентрации, мкА.

Вычисления проводят с точностью до четвертого или третьего десятичного знака в зависимости от диапазона измерений массовой доли калий-иона с последующим округлением до третьего или второго десятичного знака соответственно.

За результат измерения массовой доли калий-иона принимают среднеарифметическое значение результатов двух единичных измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), если выполняется условие приемлемости: абсолютное расхождение между результатами двух единичных измерений не превышает установленного предела повторяемости r (см. раздел 10).

9 Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой доли калий-иона представляют в виде

$$\overline{X}_К \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где $\overline{X}_к$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений, признанных приемлемыми, %;

Δ — значение абсолютной погрешности измерений, указанное в таблице 2, %.

10 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики метода измерений приведены в таблице 2.

Таблица 2 — Метрологические характеристики метода измерений массовой доли калий-иона

В процентах

Диапазон измерения массовой доли калий-иона $X_К$	Предел повторяемости (абсолютное допускаемое расхождение результатов двух единичных измерений при $P = 0,95$) r	Предел воспроизводимости (абсолютное допускаемое расхождение результатов двух измерений, полученных в разных лабораториях, при $P = 0,95$) R	Показатель точности (границы абсолютной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \Delta$
От 0,010 до 0,050 включ.	0,005	0,006	0,004
Св.0,05 » 0,25 »	0,03	0,04	0,02

Примечания

1 Диапазоны и показатели точности измерения калий-иона соответствуют его нормируемым значениям по ГОСТ Р 51574.

2 При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов единичных измерений и установления окончательного результата согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 5).

УДК 664.41.001.4:006.354 ОКС 67.220.20 Н95 ОКП 91 9203
91 9220
91 9230
91 9240

Ключевые слова: соль поваренная пищевая, пламенно-фотометрический метод, измерение, массовая доля калий-иона

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 10.12.2012. Подписано в печать 15.01.2013. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,75. Тираж 175 экз. Зак. 23.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru