ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54352— 2011

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли магний-иона и кальций-иона комплексонометрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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 12 июля 2011 г. № 178-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, 2012

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Общие требования к условиям выполнения измерений 2
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы 2
6 Подготовка к выполнению измерений 3
7 Порядок выполнения измерений 6
8 Обработка результатов измерений 6
9 Оформление результатов измерений 7
10 Метрологические характеристики 7

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли магний-иона и кальций-иона комплексонометрическим методом

Food common salt. Determination of magnesium-ion and calcium-ion mass fraction by complexonometric method

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую поваренную соль и устанавливает комплексонометрический метод определения массовой доли в диапазонах измерений: магний-иона от 0,005 % до 0,30 % и кальций-иона от 0,01 % до 0,70 %.

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

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

ГОСТ 1277—75 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

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

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Реактивы. Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4145—74 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 13685—84 Соль поваренная. Методы испытаний

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

ГОСТ 18300–87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 18481–81 Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия

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

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

Издание официальное

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

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 способности динатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилона Б) образовывать в аммиачно-буферной среде (pH ≈ 10) прочные комплексные соединения с ионами магния и кальция, а при pH ≈ 12 — с ионами кальция. Конец реакции устанавливают с помощью индикаторов.

4 Общие требования к условиям 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

Ареометр АОН-1 1000-1800 кг/м^3 по ГОСТ 18481.

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 0,1 мг и с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Весы лабораторные с пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ± 10 мг и с наибольшим пределом взвешивания 1000 г.

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

Термометр ртутный стеклянный лабораторный, тип А, 1-го класса точности, с диапазоном измерений от 0 °С до 250 °С и ценой деления шкалы не более 1 °С по ГОСТ 28498.

Баня водяная лабораторная с электрическим подогревом.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий температуру нагрева от 50 °С до 250 °С, с погрешностью регулирования температуры ± 5 °С.

Электроплитка закрытого типа по ГОСТ 14919.

Бюретка 1-2-2-5 (10)-0,02 по ГОСТ 29251.

Бюретка 1-2-1-10-0,05 по ГОСТ 29251.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Колбы Кн-2-250-34 ТС, Кн-2-1000-42 ТХС по ГОСТ 25336.

Колбы 1(2)-500 (1000, 2000)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 3-1-2-1 (2) по ГОСТ 29227.
Пипетки 2-2-5 (50) по ГОСТ 29169.
Стаканы В-1-100 (250, 400, 600, 1000) ТС по ГОСТ 25336.
Цилиндры 1-10-2, 3-25(50, 100, 250)-2, 1-10(500, 1000)-2 по ГОСТ 1770.
Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.
Склянка 3-20,0 по ГОСТ 25336.
Стакан 6 по ГОСТ 9147.
Ступка и пестик по ГОСТ 9147.
Палочка стеклянная.
Полиэтиленовая банка.
Склянка с притертой пробкой.
Сосуд из темного стекла.
Часовое стекло.
Аммиак водный, х. ч., по ГОСТ 3760.
Аммоний хлористый, х. ч., по ГОСТ 3773.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Калий сернокислый, ч. д. а., по ГОСТ 4145.
Кислота азотная, х. ч., по ГОСТ 4461.
Кислота серная, х. ч., по ГОСТ 4204.
Кислота соляная, х. ч ., по ГОСТ 3118.
Натрий хлористый, ч. д. а., по ГОСТ 4233.
Натрия гидроокись, х. ч., по ГОСТ 4328.
Серебро азотнокислое, ч. д. а., по ГОСТ 1277.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Кальцеин, ч. д. а.
Мурексид.
Трилон Б, стандарт-титр.
Тимилфталексон, ч. д. а.
Хромовый темно-синий (индикатор), ч. д. а.
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».
Эриохром черный Т (индикатор).
Триэтаноламин.

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ Р 52482.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 20 %

20,0 г гидроокиси натрия помещают в фарфоровый стакан, цилиндром добавляют 80 $см^3$ свежепрокипяченной и охлажденной дистиллированной воды. После охлаждения раствор переливают в полиэтиленовую банку.

6.2.2 Приготовление воды, не содержащей углекислоты

Дистиллированную воду в конической колбе вместимостью 1000 $см^3$ нагревают до кипения и кипятят в течение 30 мин (до появления крупных пузырей). Затем колбу закрывают пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка, соединенная с помощью резиновой трубки с промывной склянкой. Склянка содержит раствор гидроокиси натрия с массовой долей 20 %, приготовленный согласно 6.2.1.

6.2.3 Приготовление аммиачно-буферного раствора с pH ≈ 10,0

67,0 г хлористого аммония помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$, цилиндром добавляют 200 $см^3$ дистиллированной воды, приготовленной согласно 6.2.2, цилиндром приливают 570 $см^3$ раствора аммиака с массовой долей аммиака 25 %. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой, приготовленной согласно 6.2.2.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой и применяют в течение 2 мес.

6.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %

Объем концентрированного раствора соляной кислоты V_{HCl}, $см^3$, необходимый для приготовления 500 $см^3$ раствора соляной кислоты с массовой долей 25 %, вычисляют по формуле

$$V_{HCl} = \frac{C_{HCl} \cdot \rho_{HCl} \cdot 500}{C_1 \cdot \rho_1}, \quad (1)$$

где C_{HCl} = 25 %-ная массовая доля соляной кислоты в получаемом растворе;

ρ_{HCl} = 1,124 г/см^3 — плотность получаемого раствора соляной кислоты при температуре (20 ± 5) °С;

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

C_1 — массовая доля соляной кислоты в исходном концентрированном растворе, %;

ρ_1 — плотность исходной концентрированной соляной кислоты при температуре (20 ± 5) °С, г/см^3.

Рассчитанный объем концентрированной соляной кислоты цилиндром приливают в стакан вместимостью 600 см^3, в который предварительно цилиндром наливают 200 см^3 дистиллированной воды. Раствор перемешивают стеклянной палочкой. После охлаждения содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Ареометром измеряют плотность приготовленного раствора. Она должна составлять (1,124 ± 0,004) г/см^3.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой и применяют в течение 6 мес.

6.2.5 Приготовление раствора серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм^3

Объем концентрированной серной кислоты $V_{H_2SO_4}$, см^3, необходимый для приготовления 1000 см^3 раствора серной кислоты молярной концентрацией эквивалента 1 моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$V_{H_2SO_4} = \frac{M \cdot C_{H_2SO_4} \cdot 1000 \cdot 100}{1000 C_2 \cdot \rho_2}, \quad (2)$$

где M = 49,04 — молярная масса эквивалента, г/моль;

$C_{H_2SO_4}$ = 1 моль/дм^3 — молярная концентрация серной кислоты в получаемом растворе;

1000 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

1000 — коэффициент пересчета в см^3;

C_2 — массовая доля концентрированной серной кислоты, %;

ρ_2 — плотность концентрированной серной кислоты при (20 ± 5) °С, г/см^3.

Рассчитанный объем концентрированной серной кислоты приливают цилиндром в стакан вместимостью 1000 см^3, в который предварительно цилиндром наливают 500 см^3 дистиллированной воды. Раствор перемешивают стеклянной палочкой. После охлаждения содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят дистиллированной водой до отметки и перемешивают.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой и применяют в течение 6 мес.

6.2.6 Приготовление индикатора мурексида

0,100 г мурексида тщательно растирают в ступке с 10,0 г хлористого натрия. Смесь хранят в герметически закрытых банках из темного стекла не более 6 мес.

6.2.7 Приготовление смешанного индикатора

0,1 г тимолфталексона и 0,05 г кальцеина тщательно растирают в ступке с 25,0 г сернокислого калия. Смесь хранят в герметически закрытых банках из темного стекла не более 6 мес.

6.2.8 Приготовление раствора индикатора эриохрома сине-черного

0,2 г эриохрома сине-черного помещают в стакан вместимостью 100 см^3 и растворяют в смеси 20 см^3 этилового спирта и 30 см^3 триэтаноламина.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, и применяют в течение 10 сут.

6.2.9 Приготовление 0,5 %-ного раствора индикатора хромового темно-синего

0,100 г хромового темно-синего переносят в стакан вместимостью 100 см^3, пипеткой добавляют 2 см^3 аммиачно-буферного раствора, приготовленного согласно 6.2.3, цилиндром приливают 18 см^3 этилового спирта.

Раствор хранят в склянке с притертой пробкой в местах, защищенных от попадания прямых солнечных лучей, и применяют в течение 10 сут.

6.2.10 Приготовление индикатора хромового темно-синего

0,100 г хромового темно-синего тщательно растирают в ступке с 10,0 г хлористого натрия. Смесь хранят в герметически закрытых банках из темного стекла не более 6 мес.

6.2.11 Приготовление раствора индикатора эриохрома черного Т

0,25 г эриохрома черного Т помещают в стакан вместимостью 100 см^3, растворяют в 20 см^3 спирта, 30 см^3 триэтаноламина и перемешивают.

6.2.12 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 50 %

250,0 г гидроокиси натрия помещают в фарфоровый стакан, цилиндром добавляют 250 см^3 дистиллированной воды и перемешивают стеклянной палочкой. После охлаждения раствор переливают в полиэтиленовую банку, закрывают пробкой. Раствор применяют в течение 6 мес.

6.2.13 Приготовление раствора гидроокиси натрия с молярной концентрацией *c* (NaOH) = 2 моль/дм^3

Объем раствора гидроокиси натрия с массовой долей 50 % V_{NaOH}, см^3, приготовленного по 6.2.12, необходимый для приготовления 1000 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрацией эквивалента 2 моль/дм^3, вычисляют по формуле

$$V_{NaOH} = \frac{M \cdot C_{NaOH} \cdot 1000 \cdot 100}{1000 C_3 \cdot \rho_3}, \quad (3)$$

где M = 40,0 г/моль — молярная масса эквивалента;

C_{NaOH} = 2 моль/дм^3 — молярная концентрация гидроокиси натрия в получаемом растворе;

1000 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

1000 — коэффициент пересчета в см^3;

C_3 — массовая доля исходного раствора гидроокиси натрия, %;

ρ_3 — плотность исходного раствора гидроокиси натрия при (20 ± 5) °С, г/см^3.

Рассчитанный объем раствора гидроокиси натрия, приготовленного по 6.2.12, цилиндром приливают в стакан вместимостью 1000 см^3, цилиндром добавляют 500 см^3 дистиллированной воды, не содержащей углекислоты, приготовленной согласно 6.2.2. Раствор перемешивают стеклянной палочкой.

Содержимое стакана переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешивают.

Раствор переливают в полиэтиленовую банку и применяют в течение 2 мес.

6.2.14 Приготовление водного раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %

0,500 г азотнокислого серебра помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, цилиндром наливают 20 см^3 дистиллированной воды, добавляют 10 см^3 концентрированной азотной кислоты и перемешивают. Полученный раствор доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора в сосуде из темного стекла — не более одного года.

6.2.15 Приготовление раствора трилона Б с молярной концентрацией эквивалента *c* ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3

Раствор трилона Б молярной концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм^3 готовят из стандарт-титра в соответствии с инструкцией по применению с использованием мерной колбы вместимостью 2000 см^3.

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

Допускается приготовление раствора из навески трилона Б.

6.3 Подготовка анализируемого раствора

10,000 г (для сорта «экстра» — 50,000 г) соли помещают в стакан вместимостью 400 см^3, цилиндром добавляют от 150 до 200 см^3 горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной воды. Стакан с раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают на кипящей водяной бане 30 мин. Раствор охлаждают до температуры (20 ± 5) °С и фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см^3 при помощи воронки через обеззоленный фильтр «синяя лента».

Осадок на фильтре промывают горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (промывные воды не должны образовывать осадок или сильную муть при прибавлении раствора азотнокислого серебра с массовой долей 0,5 %, приготовленного в соответствии с 6.2.14). После охлаждения до комнатной температуры объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой и интенсивно перемешивают.

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

7 Порядок выполнения измерений

7.1 Выполнение измерений суммы массовой доли магний-иона и кальций-иона

Пипеткой отбирают 50 см^3 фильтрата, полученного в соответствии с 6.3, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, пипеткой добавляют 5 см^3 аммиачно-буферного раствора, приготовленного в соответствии с 6.2.3, пять — семь капель индикатора хромового темно-синего, приготовленного согласно 6.2.9, или на кончике шпателя сухой смеси индикатора, приготовленной по 6.2.10, или пять — семь капель индикатора эриохрома черного Т, приготовленного согласно 6.2.11, и титруют из бюретки раствором трилона Б молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, приготовленным в соответствии с 6.2.15, до перехода окраски из винно-красной в синюю.

7.2 Выполнение измерений массовой доли кальций-иона

Пипеткой отбирают 50 см^3 фильтрата, полученного в соответствии с 6.3, переносят в коническую колбу вместимостью 250 см^3, пипеткой добавляют 5 см^3 раствора гидроокиси натрия, приготовленного в соответствии с 6.2.13, на кончике шпателя мурексид, приготовленный в соответствии с 6.2.6, или на кончике шпателя смешанный индикатор, приготовленный в соответствии с 6.2.7, или пять — семь капель индикатора хромового темно-синего, приготовленного согласно 6.2.9. Титруют из бюретки раствором трилона Б молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, приготовленным в соответствии с 6.2.15, до перехода окраски из красной в фиолетовую при титровании с мурексидом, из зеленой в розово-серую при титровании со смешанным индикатором или из розовой в синевато-сиреневую при титровании с хромовым темно-синим.

7.3 Выполнение измерений массовой доли суммы магний-иона и кальций-иона с одним индикатором проводят по 7.3.1 или 7.3.2.

7.3.1 Пипеткой отбирают 50 см^3 фильтрата, полученного по 6.3, в коническую колбу вместимостью 250 см^3 добавляют 50 см^3 воды, 5 см^3 раствора гидроокиси натрия, приготовленного согласно 6.2.13, 0,2 см^3 раствора хромового темно-синего, приготовленного согласно 6.2.9, или на кончике шпателя сухой смеси, приготовленной согласно 6.2.10, перемешивают. Титруют из бюретки раствором трилона Б молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 до перехода розовой окраски в сиреневую.

7.3.2 В другую коническую колбу вместимостью 250 см^3 вводят пипеткой 50 см^3 воды, 50 см^3 этого же фильтрата, 5 см^3 аммиачно-буферного раствора, 0,2 см^3 раствора хромового темно-синего или на кончике шпателя сухой смеси, перемешивают. Титруют из бюретки трилоном Б молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3 до перехода из винно-красной окраски в синюю.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

8 Обработка результатов измерений

8.1 Массовую долю кальций-иона X_{Ca}, %, вычисляют по формуле

$$X_{Ca} = \frac{V_1\,0{,}001002 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V_a}, \qquad (4)$$

где V_1 — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование кальций-иона, см^3;

0,001002 — масса кальций-иона, эквивалентная массе трилона Б, содержащаяся в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, г;

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

V_a — объем анализируемого раствора, взятый на титрование, см^3;

m — масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г, определяемая по формуле

$$m = \frac{m'(100 - X_1)}{100}, \qquad (5)$$

где m' — масса навески соли, г;

X_1 — массовая доля влаги, %, определяемая по ГОСТ 13685 (пункт 2.2.4);

100 — коэффициент пересчета в проценты.

8.2 Массовую долю магний-иона X_{Mg}, %, вычисляют по формуле

$$X_{Mg} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 0,000608 \cdot 500 \cdot 100}{m \cdot V_a}, \quad (6)$$

где V_2 — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование суммы кальций-иона и магний-иона, см^3;

V_1 — объем раствора трилона Б с молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, израсходованный на титрование кальций-иона, см^3;

0,000608 — масса магний-иона, эквивалентная массе трилона Б, содержащаяся в 1 см^3 раствора с молярной концентрацией эквивалента c ($^1/_2$ ЭДТА) = 0,05 моль/дм^3, г;

500 — вместимость мерной колбы, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески соли в пересчете на сухое вещество, г, определяемая по ГОСТ 13685 (пункт 2.4.3);

V_a — объем анализируемого раствора, взятый на титрование, см^3.

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

За результат измерения массовой доли магний-иона и кальций-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 магний-иона и кальций-иона представляют в виде

$$\overline{X}_{Ca,\,Mg} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (7)$$

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

Δ — значение абсолютной погрешности измерений, указанное в таблице 1, %.

10 Метрологические характеристики

Метрологические характеристики метода измерений приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Метрологические характеристики метода измерений массовой доли магний-иона и кальций-иона

В процентах

Диапазон измерений массовой доли	Предел повторяемости (абсолютное допускаемое расхождение результатов двух единичных измерений при $P = 0,95$) r	Предел воспроизводимости (абсолютное допускаемое расхождение для двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях, при $P = 0,95$) R	Показатель точности (границы абсолютной погрешности при $P = 0,95$) $\pm \Delta$
Магний-ион X_{Mg}:			
От 0,005 до 0,020 включ.	0,003	0,004	0,003
Св. 0,020 » 0,060 »	0,010	0,014	0,01
» 0,06 » 0,30	0,03	0,04	0,03
Кальций-ион X_{Ca}:			
От 0,010 до 0,100 включ.	0,005	0,007	0,005
Св. 0,10 » 0,70 »	0,03	0,04	0,03

Примечания

1 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).

2 По результатам статистического анализа данных, полученных при проверке приемлемости результатов единичных измерений, лаборатория может установить собственное значение предела повторяемости, но не более указанного в таблице 1.

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, комплексонометрический метод, измерение, массовая доля, магний-ион, кальций-ион

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 21.02.2012. Подписано в печать 06.03.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 186 экз. Зак. 215.

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