ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54345— 2011

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим 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 1 июля 2011 г. № 165-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 1
4 Общие требования к условиям выполнения измерений 2
5 Средства измерений, вспомогательные устройства, посуда, реактивы и материалы 2
6 Подготовка к выполнению измерений 2
7 Порядок выполнения измерений 3
8 Обработка результатов измерений 3
9 Оформление результатов измерений 4
10 Метрологические характеристики 4

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли нерастворимого в воде остатка гравиметрическим методом

Food common salt. Determination of water-insoluble residue mass fraction by gravimetric method

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую поваренную соль и устанавливает гравиметрический метод определения массовой доли нерастворимого в воде остатка в диапазоне измерений от 0,01 % до 0,90 %.

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 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

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 3956—76 Силикагель технический. 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 8136—85 Оксид алюминия активный. Технические условия

ГОСТ 13685—84 Соль поваренная. Методы испытаний

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

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 растворении заданной массы соли в воде, фильтровании полученного раствора, сушке и взвешивании нерастворимого остатка.

Издание официальное

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

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

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

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

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.

Тигель ТФ-32-ПОР 16 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 1-100(500)-2 по ГОСТ 1770.

Стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик СН-45/13 по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-10(25)-2, 3-250-2 по ГОСТ 1770.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Сосуд из темного стекла.

Часовое стекло.

Эксикатор 1(2)-190 по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Силикагель технический по ГОСТ 3956.

Алюминия оксид активный по ГОСТ 8136.

Кислота азотная, х. ч., по ГОСТ 4461.

Серебро азотнокислое, ч. д. а., по ГОСТ 1277.

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», «синяя лента».

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ Р 52482.

6.2 Подготовка фильтрующего тигля для определения массовой доли нерастворимого в воде остатка в диапазоне измерений от 0,01 % до 0,10 %

Вырезают бумажный фильтр диаметром, соответствующим фильтрующему тиглю. Фильтр помещают в фильтрующий тигель и устанавливают в сушильный шкаф, где сушат при температуре (105 ± 5) °С в течение 30 мин, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном абсорбентом, в течение 30 мин и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

6.3 Подготовка бумажного обеззоленного фильтра для определения массовой доли нерастворимого в воде остатка в диапазоне измерений от 0,10 % до 0,90 %

Фильтр в стаканчике для взвешивания помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 5) °С в течение 30 мин, затем охлаждают в течение 30 мин в эксикаторе, заполненном абсорбентом, и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

6.4 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. Раствор хранят в сосуде из темного стекла. Срок хранения раствора — не более одного года.

7 Порядок выполнения измерений

Около 10 г соли (для сорта «экстра» — 50 г), взвешенной с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака, переносят в стакан вместимостью 400 см^3. Цилиндром добавляют от 150 до 200 см^3 горячей (от 70 °С до 90 °С) дистиллированной воды. Стакан 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 фильтрующий фильтр с тиглем, подготовленный по 6.2, или через фильтр, подготовленный по 6.3.

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 по 6.4). Общий объем промывных вод должен составлять не менее 350 см^3.

Фильтр с нерастворимым в воде остатком переносят в стаканчик для взвешивания (или фильтр с фильтрующим тиглем), помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре (105 ± 5) °С в течение 3 ч, затем охлаждают в эксикаторе, заполненном абсорбентом, в течение 30 мин и взвешивают с записью результата взвешивания в граммах до четвертого десятичного знака.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

8 Обработка результатов измерений

Массовую долю нерастворимого в воде остатка $X_{н.о}$, %, вычисляют по формуле

$$X_{н.о} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где m_1 — масса стаканчика для взвешивания с фильтром и нерастворимым в воде остатком или масса фильтрующего тигля с фильтром и нерастворимым остатком, г;

m_2 — масса стаканчика для взвешивания с фильтром без нерастворимого в воде остатка или масса фильтрующего тигля с фильтром без нерастворимого остатка, г;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

$$m = \frac{m'(100 - X_1)}{100}, \quad (2)$$

где m' — масса навески соли, г;

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

100 — коэффициент пересчета в проценты.

Вычисления проводят с точностью до четвертого или третьего десятичного знака в зависимости от диапазона измерений массовой доли нерастворимого в воде остатка с последующим округлением до третьего или второго десятичного знака соответственно.

За результат измерения массовой доли нерастворимого в воде остатка 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 нерастворимого в воде остатка представляют в виде

$$\overline{X}_{н.о} \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95,$$

где $\overline{X}_{н.о}$ — 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 нерастворимого в воде остатка

В процентах

Диапазон измерения массовой доли нерастворимого в воде остатка $X_{н.о}$	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, $P = 0,95$) $\pm\Delta$
От 0,010 до 0,100 включ.	0,006	0,007	0,005
Св. 0,10 » 0,90 »	0,06	0,07	0,05

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 анализа статистических данных, полученных при проверке приемлемости результатов единичных измерений, лаборатория может установить собственные значения предела повторяемости, но не более указанных 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, гравиметрический метод, измерение массовой доли нерастворимого в воде остатка

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

Сдано в набор 14.02.2012. Подписано в печать 17.02.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 186 экз. Зак. 171.

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