ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 54351— 2011

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли хлор-иона меркуриметрическим методом

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2012

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. № 177-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 4
8 Обработка результатов измерений 4
9 Оформление результатов измерений 5
10 Метрологические характеристики 5

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ

Определение массовой доли хлор-иона меркуриметрическим методом

Food common salt.
Determination of chlor-ion mass fraction by mercurimetric method

Дата введения — 2012—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевую поваренную соль и устанавливает меркуриметрический метод определения массовой доли хлор-иона в диапазоне измерений от 58,0 % до 61,0 %.

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

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4520—78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7328—2001 Гири. Общие технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. 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 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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

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 информа-

Издание официальное

ционному 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 титровании ионов хлора раствором нитрата ртути (II) с образованием слабодиссоциирующего хлорида ртути (II).

Реакция протекает по схеме

$$2Cl^- + Hg^{+2} = HgCl_2.$$

Конечную точку титрования фиксируют с помощью индикаторов дифенилкарбазона или нитропруссида натрия.

4 Общие требования к условиям выполнения измерений

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

4.2 При выполнении анализа 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 анализа 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 анализа 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.

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 1-3-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Колба Кн-2-250-34 ТС по ГОСТ 25336.

Колбы 1-100(500,1000)-2 по ГОСТ 1770.

Пипетка 3-1-2-2 по ГОСТ 29227.

Пипетка 2-2-10(25) по ГОСТ 29169.

Стаканы В-1-100(150, 400) ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндры 1-10(50,100, 250, 500)-2 по ГОСТ 1770.

Эксикатор 1(2)-190 по ГОСТ 25336.

Капельница 2-50 ХС по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная.

Склянка из темного стекла.

Склянка с притертой пробкой.

Часовое стекло.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Нитропруссид натрия, ч. д. а.

Дифенилкарбазон, ч. д. а.
Кислота азотная, х. ч., по ГОСТ 4461.
Натрий хлористый, х. ч., по ГОСТ 4233.
Ртуть азотнокислая (П) 1-водная, х. ч., по ГОСТ 4520.
Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.
Бумага фильтровальная ФМ-1 по ГОСТ 12026.
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента».

6 Подготовка к выполнению измерений

6.1 Отбор и подготовка проб — по ГОСТ Р 52482.

6.2 Приготовление растворов

6.2.1 Приготовление спиртового раствора дифенилкарбазона с массовой долей 1 %

1,0 г дифенилкарбазона переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, цилиндром приливают 50 см^3 этилового спирта и перемешивают до растворения. Содержимое колбы доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают.

Раствор хранят в склянке из темного стекла и применяют в течение 15 сут.

6.2.2 Приготовление раствора индикатора нитропруссида натрия с массовой долей 10 %

10,00 г препарата помещают в стакан вместимостью 100 см^3, приливают цилиндром 90 см^3 дистиллированной воды, растворяют и фильтруют.

Полученный раствор хранят в герметичной посуде из темного стекла и используют в течение 3 мес.

6.2.3 Приготовление раствора азотной кислоты с массовой долей 10 %

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают небольшое количество дистиллированной воды, затем постепенно цилиндром вносят 112 см^3 концентрированной азотной кислоты (ρ = 1,4 г/см^3). Содержимое колбы осторожно перемешивают стеклянной палочкой и охлаждают. После охлаждения раствор доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Полученный раствор хранят в герметично закрытой склянке не более 6 мес.

6.2.4 Приготовление раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией эквивалента c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = 0,1 моль/дм^3

В стакан вместимостью 150 см^3 цилиндром наливают 80 см^3 дистиллированной воды, цилиндром добавляют 30 см^3 концентрированной азотной кислоты, перемешивают. Вносят 17,14 г азотнокислой ртути. Содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор годен к употреблению через 2 сут.

Раствор хранят в склянке из темного стекла и применяют в течение 3 мес.

6.2.5 Приготовление раствора хлористого натрия молярной концентрацией эквивалента c (NaCl) = 0,1 моль/дм^3

5,8443 г хлористого натрия, предварительно высушенного при температуре от 100 °С до 105 °С, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.

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

6.2.6 Установление коэффициента поправки раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией эквивалента c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = 0,1 моль/дм^3

Коэффициент поправки раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией эквивалента c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = 0,1 моль/дм^3 устанавливают по раствору хлористого натрия.

Пипеткой отбирают 10 см^3 раствора хлористого натрия, приготовленного по 6.2.5, далее титруют, как описано в 7.2 или 7.3. Одновременно проводят холостой опыт.

Для установления коэффициента поправки используют не менее трех объемов раствора хлористого натрия.

Коэффициент поправки K вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1}{V_2 - V_{хол}}, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора хлористого натрия молярной концентрацией c (NaCl) = 0,1 моль/дм^3, взятый на титрование, см^3;

V_2 — объем раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование установочного раствора, см^3;

$V_{хол}$ — объем раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование холостого опыта, см^3.

Коэффициент поправки вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака по каждому объему раствора хлористого натрия молярной концентрацией c (NaCl) = 0,1 моль/дм^3. Из определенных по формуле 1 всех значений коэффициентов поправки принимают среднеарифметическое значение, если расхождение между максимальным и минимальным значениями коэффициентов не превышает 0,001. Среднее значение коэффициента поправки должно находиться в интервале от 0,970 до 1,030.

Коэффициент поправки проверяют не реже одного раза в мес.

6.2.7 Приготовление раствора азотной кислоты молярной концентрацией эквивалента $c(HNO_3)$ = 0,2 моль/дм^3

Мерную колбу вместимостью 1000 см^3 заполняют примерно до половины объема дистиллированной водой, после чего в колбу вносят 9 см^3 азотной кислоты плотностью 1,4 г/см^3, раствор в колбе осторожно перемешивают и охлаждают. После охлаждения доводят раствор в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Полученный раствор хранят в герметично закрытой склянке не более 6 мес.

6.3 Подготовка анализируемого раствора

10,000 г соли помещают в стакан вместимостью 400 см^3. Заполняют объем стакана примерно на половину дистиллированной водой, осторожно перемешивают и накрывают часовым стеклом. Затем стакан с раствором нагревают на электроплитке до кипения и сразу же снимают. После охлаждения, фильтруя раствор через бумажный фильтр, содержимое стакана количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

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

7 Порядок выполнения измерений

7.1 25 см^3 фильтрата, приготовленного по 6.3, пипеткой помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

7.2 Титрование с индикатором нитропруссидом натрия

10 см^3 раствора, приготовленного по 7.1, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают цилиндром 10 см^3 раствора азотной кислоты с массовой долей 10 %, добавляют восемь — десять капель раствора индикатора нитропруссида натрия и титруют из бюретки раствором азотнокислой ртути до появления белой неисчезающей мути.

7.3 Титрование с индикатором дифенилкарбазоном

10 см^3 раствора, приготовленного по 7.1, переносят пипеткой в коническую колбу вместимостью 250 см^3, цилиндром приливают 10 см^3 дистиллированной воды, добавляют пять — семь капель раствора дифенилкарбазона, добавляют по каплям раствор азотной кислоты молярной концентрации 0,2 моль/дм^3 до появления светло-желтого окрашивания раствора, затем прибавляют еще 1 см^3 этого же раствора азотной кислоты и титруют из бюретки раствором азотнокислой ртути до получения сине-фиолетовой окраски.

Перед проведением измерений проводят холостой опыт по изменению окраски растворов при титровании.

Окраску растворов при титровании испытуемой пробы сравнивают с полученной окраской холостого опыта.

Проводят два параллельных определения в условиях повторяемости.

8 Обработка результатов измерений

Массовую долю хлор-иона X_{Cl}, %, вычисляют по формуле

$$X_{Cl} = \frac{(V_3 - V_4)0{,}003545K \cdot 100 \cdot 500 \cdot 100}{mV_a}, \qquad (2)$$

где V_3 — объем раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией эквивалента c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_4 — объем раствора азотнокислой ртути молярной концентрацией эквивалента c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование холостого опыта, см^3;

0,003545 — масса хлор-иона, эквивалентная массе азотнокислой ртути, содержащаяся в 1 см^3 раствора молярной концентрацией эквивалента c [$^1/_2$ $Hg(NO_3)_2$] = 0,1 моль/дм^3, г;

K — коэффициент поправки к молярной концентрации азотнокислой ртути;

100; 500 — вместимость мерных колб, см^3;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

$$m = \frac{m'(100 - X_1)}{100}, \quad (3)$$

где m' — масса навески соли, г;

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

100 — коэффициент пересчета в проценты;

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

Вычисления проводят с точностью до второго десятичного знака с последующим округлением до первого десятичного знака.

За результат измерения массовой доли хлор-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 хлор-иона представляют в виде

$$\overline{X}_{Cl} \pm \Delta, \text{ при } P = 0{,}95, \quad (4)$$

где $\overline{X}_{Cl}$ — 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 хлор-иона

В процентах

Диапазон измерения массовой доли хлор-иона X_{Cl}	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) ± Δ
От 58,0 до 61,0 включ.	0,5	0,6	0,5

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: пищевая поваренная соль, меркуриметрический метод, измерение массовой доли хлор-иона

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 23.04.2012. Подписано в печать 23.05.2012. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,21. Тираж 186 экз. Зак. 477.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

BBPS4351-2011