

**СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ  
ЙОДИРОВАННАЯ**

**Методы определения йода и тиосульфата натрия**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Открытым акционерным обществом ВНИИ Галургии (ОАО «ВНИИГ») г. Санкт-Петербург

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 23 марта 2000 г. № 62-ст

3 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

## Содержание

1 Область применения . . . . .	1
2 Нормативные ссылки . . . . .	1
3 Отбор проб . . . . .	2
4 Методы определений . . . . .	2
4.1 Определение массовой доли йода в соли, обработанной йодистым калием . . . . .	2
4.2 Определение массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием . . . . .	5
4.3 Определение массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием . . . . .	7
5 Требования безопасности . . . . .	8
Приложение А Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодистым калием . . . . .	9
Приложение Б Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием . . . . .	10
Приложение В Контроль погрешности определения массовой доли тиосульфата натрия в соли, обработанной йодистым калием . . . . .	11
Приложение Г Библиография . . . . .	12

## СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ ПИЩЕВАЯ ЙОДИРОВАННАЯ

## Методы определения йода и тиосульфата натрия

Food common salt with content of iodine.  
Methods for determination of iodine and sodium thiosulphate

Дата введения 2001—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 —  $(20-60) \cdot 10^{-4}$  %, что соответствует 20—60 мкг/г.

Диапазон определения массовой доли тиосульфата натрия —  $(15-40) \cdot 10^{-3}$  %.

Погрешности определений приведены в 4.1.2; 4.2.2; 4.3.2.

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 Натрий углекислый. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия
- ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия
- ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия
- ГОСТ 4220—75 Калий двуххромовокислый. Технические условия
- ГОСТ 4232—74 Калий йодистый
- ГОСТ 4233—77 Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328—77 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—82 Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия
- ГОСТ 10163—76 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 Калий марганцовокислый. Технические условия
- ГОСТ 22180—76 Кислота щавелевая. Технические условия
- ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

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

ГОСТ 29169—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227—91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251—91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

### 3 Отбор проб

3.1 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 общего назначения 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го 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 нагрев 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 гидроксид по ГОСТ 4328, х.ч.

Натрия тиосульфат 5-водный по ГОСТ 27068, ч.д.а., или фиксанал [1].

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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 реактивов по качеству не ниже указанных в настоящем стандарте.

4.1.3 Подготовка к определению

4.1.3.1 Приготовление раствора марганцовокислого калия концентрации эквивалента  $c(1/5\text{KMnO}_4)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> по ГОСТ 25794.2;

4.1.3.2 Приготовление индикаторного раствора крахмала растворимого с массовой долей 1 %.

В стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> наливают цилиндром 90 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 1 г крахмала и 10 см<sup>3</sup> 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 гидроксида натрия концентрации  $c(\text{NaOH})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> по ГОСТ 25794.1;

4.1.3.4 Приготовление раствора шавелевой кислоты концентрации эквивалента  $c(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0,5$  моль/дм<sup>3</sup> по ГОСТ 4517.

4.1.3.5 Приготовление раствора калия йодистого массовой доли 1 %.

1 г калия йодистого помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, растворяют в дистиллированной воде, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

4.1.3.6 Приготовление раствора серной кислоты концентрации эквивалента  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=1$  моль/дм<sup>3</sup>.

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 600 см<sup>3</sup> дистиллированной воды цилиндром и осторожно, по стенке или по стеклянной палочке, в вытяжном шкафу, приливают цилиндром 60 см<sup>3</sup> серной кислоты плотностью 1,84 г/см<sup>3</sup> 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  $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}$ , равным 1:2.

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

4.1.3.8 Приготовление титрованного раствора натрия серноватистоокислого концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

4.1.3.8.1 Способ 1

Навеску массой 25,00 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют небольшое количество свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной воды, к полученному раствору добавляют 0,2 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , доводят объем раствора до метки свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой и перемешивают. Раствор выдерживают в течение 10—15 дней.

Раствор хранят в посуде из темного стекла не более трех месяцев.

4.1.3.8.2 Способ 2

Фиксанал  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  0,1 г-экв. переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, доводят объем раствора до метки свежeproкипяченной и охлажденной до комнатной температуры дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в посуде из темного стекла не более трех месяцев.

4.1.3.9 Приготовление установочного раствора двуххромовокислого калия концентрации эквивалента  $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

Навеску массой 4,903 г двуххромовокислого калия переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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 серноватистоокислого натрия концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>.

25 см<sup>3</sup> установочного раствора двуххромовокислого калия мерной пипеткой помещают в коническую колбу вместимостью 700 см<sup>3</sup> с притертой пробкой, добавляют 2 г йодистого калия и 10 см<sup>3</sup> серной кислоты цилиндром по 4.1.3.7, перемешивают и выдерживают в темном месте 5 мин. Раствор разбавляют до объема 400 см<sup>3</sup> дистиллированной водой и титруют выделившийся йод раствором натрия серноватистоокислого концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>. Во время

титрования цвет раствора переходит из коричневого в желтовато-зеленый, затем градуированной пипеткой прибавляют 2 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> дистиллированной воды добавляют 2 г йодистого калия, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты цилиндром по 4.1.3.7 настоящей методики, разбавляют дистиллированной водой до объема 400 см<sup>3</sup>, прибавляют 2 см<sup>3</sup> раствора крахмала пипеткой и титруют раствором серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>. Титрование проводят не менее трех раз.

Поправочный коэффициент  $K_n$  рассчитывают по формуле

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

где  $V$  — средний объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование установочного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — средний объем раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>.

4.1.3.11 Приготовление раствора натрия серноватистокислого концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>.

50 см<sup>3</sup> титрованного раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> мерной пипеткой переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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<sup>3</sup> дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют при помешивании 4 см<sup>3</sup> раствора гидроокиси натрия и по каплям 5 см<sup>3</sup> раствора марганцовокислого калия, раствор приобретает зеленовато-бурую окраску. После тщательного перемешивания в полученную смесь прибавляют градуированной пипеткой 1,5 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты по 4.1.3.6 и нагревают до 70—80 °С.

Избыток марганцовокислого калия разрушают добавлением пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора щавелевой кислоты, при этом раствор обесцвечивается. После охлаждения раствора до комнатной температуры прибавляют цилиндром 10 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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 йодированной 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  $(20 \pm 5)$  °С;
- атмосферное давление  $(101,3 \pm 10,0)$  кПа;
- относительная влажность воздуха в пределах от 30 до 80 %.

4.1.5 Обработка результатов

4.1.5.1 Массовую долю йода  $X_1$ , % вычисляют по формуле

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

где 0,0001058 — масса йода, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента точно  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

$V$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

$K_n$  — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия концентрации эквивалента  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $\Delta = \pm 7$  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 мкг/г результат измерения умножают на 10000.

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

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

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 общего назначения 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го 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 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> (см. 4.1.4.6).



4.2.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с объемным соотношением  $H_2SO_4$ :  $H_2O$ , равным 1:2 (см. 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<sup>3</sup> 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 % (см. 4.1.3.2).

4.2.3.5 Приготовление титрованного раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (см. 4.1.3.8).

4.2.3.5.1 Приготовление установочного раствора двуххромовокислого калия концентрации эквивалента  $c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (см. 4.1.3.9).

4.2.3.5.2 Установление поправочного коэффициента раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (см. 4.1.3.10).

4.2.3.6 Приготовление раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup> (см. 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<sup>3</sup> и растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, к полученному раствору прибавляют градуированной пипеткой 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты концентрации эквивалента  $c(1/2H_2SO_4) = 1$  моль/дм<sup>3</sup>, пипеткой 5 см<sup>3</sup> 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 серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup> до перехода темно-желтой окраски в соломенно-желтую. Затем в титруемый раствор градуированной пипеткой добавляют 2 см<sup>3</sup> 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  $X_2$ , %, вычисляют по формуле

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

где  $V$  — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование рабочей пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>, израсходованный на титрование контрольной пробы, см<sup>3</sup>;

0,0001058 — количество йода, образовавшегося из йодата калия, соответствующее 1 см<sup>3</sup> раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

100 — коэффициент пересчета, %;

$m$  — масса навески испытуемого образца, равная 10,000 г;

$K_n$  — коэффициент поправки раствора серноватистокислого натрия концентрации эквивалента  $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>.

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 мкг/г результат измерения умножают на 10000.

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

$$K_c = \frac{100}{100 - X_{H_2O}}, \quad (5)$$

где  $X_{H_2O}$  — массовая доля влаги, определяемая по ГОСТ 13685.

Контроль погрешности определения массовой доли йода в соли, обработанной йодноватокислым калием по приложению 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 общего назначения 2-го класса точности наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го 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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> готовят разбавлением в 20 раз раствора йода концентрации  $c(1/2 I_2) = 0,1$  моль/дм<sup>3</sup>, 10(25) см<sup>3</sup> которого помещают в мерную колбу вместимостью 200 (500) см<sup>3</sup>, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла не более 1 суток.

4.3.3.3 Раствор серной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> готовят по ГОСТ 4517;

4.3.3.4 Приготовление индикаторного раствора крахмала с массовой долей 1 % (см. 4.1.3.2).

##### 4.3.4 Проведение определения

4.3.4.1 10,000 г йодированной пищевой поваренной соли растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты и 1 см<sup>3</sup> раствора крахмала и титруют из бюретки раствором йода концентрации  $c(1/2 I_2) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup> до появления не исчезающей 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 чистому хлориду 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  $X_3$ , %, рассчитывают по формуле

$$X_3 = \frac{0,001240 \cdot K_n \cdot (V - V_1) \cdot 100}{m}, \quad (6)$$

где 0,001240 — масса серноватистокислого натрия, соответствующая 1 см<sup>3</sup> раствора йода концентрации эквивалента точно  $c(1/2 I_2) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>, г;

$V$  — объем раствора йода, израсходованный на титрование пробы, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$K_n$  — поправочный коэффициент раствора йода концентрации эквивалента  $c(1/2 I_2) = 0,005$  моль/дм<sup>3</sup>;

$m$  — 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  $D = 4 \cdot 10^{-3}$  % ( $P = 0,95$ ).

Пределы абсолютной погрешности не должны превышать значений  $\Delta = \pm 3 \cdot 10^{-3}$  %, что соответствует  $\Delta = \pm 3$  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  $K_c$ , на который умножают массовую долю йода

$$K_c = \frac{100}{100 - X_{H_2O}}, \quad (7)$$

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 соли поваренной пищевой 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 при ( $n = 2$ ) анализе пробы с нормой оперативного контроля сходимости  $d$ :

$$X_{\max} - X_{\min} \leq d.$$

**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 соли поваренной пищевой, обработанной йодидом калия.

Первичный  $X_1$  и повторный  $X_2$  результаты определений ( $m = 2$ ) не должны отличаться на значение, превышающее  $D$

$$|X_1 - X_2| \leq D.$$

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.3.2.

А.4.1 Приготовление стандартного раствора йодида калия концентрации йода  $c(1/2 I_2) = (1,000 \pm 0,002) \text{ мг/см}^3$

Навеску йодида калия массой  $0,657 \text{ г}$  взвешивают на аналитических весах и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ . 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  $(40,0 \pm 0,4) \text{ мкг/г}$ .

Навеску натрия хлористого массой  $50,00 \text{ г}$  взвешивают на лабораторных весах 4-го класса, переносят в мерную колбу вместимостью  $500 \text{ см}^3$ . Приливают цилиндром  $200\text{--}250 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой  $2 \text{ см}^3$  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.

Измерение массовой доли йода в аттестованной смеси проводят следующим образом:  $100 \text{ см}^3$  аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , проводят измерения по 4.1.4 настоящего стандарта и рассчитывают по 4.1.5.

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

$$K_k = |X - c|$$

$$K_k \leq K,$$

где  $X$  — результат определения массовой доли йода в аттестованной смеси по 4.1.5;

$c$  — массовая доля йода в аттестованной смеси.

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 определений и нормы оперативного контроля сходимости ( $d$ ), воспроизводимости ( $D$ ) и погрешности ( $K$ ) результатов измерения массовой доли йода в соли поваренной пищевой 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  $d$ :

$$X_{\max} - X_{\min} \leq d.$$

**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 соли поваренной пищевой, обработанной йодатом калия.

Первичный  $X_1$  и повторный  $X_2$  результаты определений ( $m = 2$ ) не должны отличаться на значение, превышающее  $D$

$$|X_1 - X_2| \leq D.$$

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 аттестованной смеси (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<sup>3</sup>

Навеску йодата калия массой 0,844 г взвешивают на аналитических весах и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. 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  $(40,0 \pm 0,4)$  мкг/г.

Навеску хлорида натрия массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах 4-го класса, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, приливают цилиндром 200—250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 2 см<sup>3</sup> стандартного раствора йодата калия, затем доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в герметичной посуде в течение одного месяца.

Измерение массовой доли йода в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см<sup>3</sup> аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и проводят измерения по 4.2.4 настоящего стандарта и рассчитывают по 4.2.5.

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

$$K_k = \frac{|X - c|}{K_k} \leq K,$$

где  $X$  — результат определения массовой доли йода аттестованной смеси по 4.2.5;

$c$  — массовая доля йода в аттестованной смеси.

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 измерений массовой доли тиосульфата натрия в соли поваренной при вероятности  $P=0,95$  приведены в таблице В.1.

Таблица В.1

Диапазон определения 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 определения проводят сравнением расхождения между параллельными определениями ( $n = 2$ ) при анализе пробы с нормой оперативного контроля сходимости  $d$ :

$$X_{\max} - X_{\min} \leq d.$$

**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  $D$

$$|X_1 - X_2| \leq D.$$

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 аттестованной смеси (АС), имитирующей раствор йодированной соли, обработанной тиосульфатом натрия, приготовленной по В.4.2.

В.4.1 Приготовление стандартного раствора тиосульфата натрия концентрации  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = (2,500 \pm 0,002) \text{ мг/см}^3$

Навеску тиосульфата натрия массой 0,125 г взвешивают на аналитических весах и с помощью воронки переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>, 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  $(25,0 \pm 0,4) \cdot 10^{-3} \%$ .

Навеску натрия хлористого массой 50,00 г взвешивают на лабораторных весах 4-го класса, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Приливают цилиндром 200—250 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Смесь перемешивают до полного растворения кристаллов соли. К полученному раствору приливают пипеткой 5 см<sup>3</sup> стандартного раствора тиосульфата натрия и пипеткой 2 см<sup>3</sup> раствора йодида калия по А.4.1 приложения А, доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Аттестованную смесь применяют свежеприготовленной.

Измерение массовой доли тиосульфата натрия в аттестованной смеси проводят следующим образом: 100 см<sup>3</sup> аттестованной смеси мерной пипеткой переносят в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup> и проводят измерения по 4.3.4 настоящего стандарта и рассчитывают по 4.3.5.

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

$$\frac{K_x}{K} \leq K,$$

где  $X$  — результат определения массовой доли тиосульфата натрия аттестованной смеси по 4.3.5;

$c$  — массовая доля тиосульфата натрия в аттестованной смеси.

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

---

УДК 664.41.001.4:006.354

ОКС 67.220.20

Н99

ОКСТУ 9192

Ключевые слова: соль поваренная пищевая, йодированная, сущность методов, метод определения йода в соли, обработанной йодистым калием, йодноватокислым калием, тиосульфатом натрия, сходимость, воспроизводимость, погрешность, контроль погрешности определений

---

Редактор *Р.С. Федорова*  
Технический редактор *О.И. Власова*  
Корректор *М.И. Першина*  
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 09.10.2000. Подписано в печать 28.11.2000. Усл. печ. л. 1,86.  
Уч. изд. л. 1,45. Тираж 1200 экз. С 6309. Зак. 3022.

---

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Калужская типография стандартов, 248021, Калуга, ул. Московская, 256  
ПЛР № 040138