
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ
26811—
2014

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Йодометрический метод определения массовой доли общей сернистой кислоты

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением Научно-исследовательским институтом кондитерской промышленности Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ НИИКП Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46)

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004—97 | Код страны по МК (ISO 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|------------------------------------|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Киргизия | KG | Кыргызстандарт |
| Россия | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 18 марта 2015 г. № 135-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 26811—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2016 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 26811—86

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном 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, 2015

В Российской Федерации 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 Условия проведения измерений | 2 |
| 4 Требования безопасности | 2 |
| 5 Требования к квалификации оператора | 2 |
| 6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы | 2 |
| 7 Сущность метода | 3 |
| 8 Отбор и подготовка проб | 3 |
| 9 Подготовка к проведению измерений | 3 |
| 10 Проведение измерений | 5 |

ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ

Йодометрический метод определения массовой доли общей сернистой кислоты

Confectionery. Iodometric method for determination of mass fraction of total sulphurous acid

Дата введения — 2016—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, изготовленные на основе фруктового (овощного) сырья, консервированного сернистым ангидридом [мармелад, пастильные изделия, карамель и конфеты, изготовленные на основе фруктового (овощного) сырья], а также мучные кондитерские изделия и полуфабрикаты, изготовленные с добавлением пиросульфита натрия или калия (далее — продукт), и устанавливает йодометрический метод определения массовой доли общей сернистой кислоты в диапазоне измерений от 0,002 % до 0,100 %.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.1.019—79* Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ ОIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ISO 1042—83, ISO 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилинды, мензуры, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Реактивы. Йод. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4220—75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5904—82 Изделия кондитерские. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019—2009.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

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

ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

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

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. Бюretki. Часть 1. Общие требования

П р и м е ч а н и е — 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 ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. 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 Условия проведения измерений

При подготовке и проведении измерений должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °C;
- относительная влажность воздуха не более 75 %.

4 Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019, требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.018, а также требования, изложенные в технической документации на применяемые средства измерений и вспомогательное оборудование.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускается специалист, имеющий опыт работы в химической лаборатории, освоивший метод и прошедший инструктаж по технике безопасности при работе с вредными веществами и пожарной безопасности.

6 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,5 мг.

Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498 с диапазоном измерений температур от 0 °C до 100 °C и ценой деления 0,5 °C.

Часы электронно-механические кварцевые по ГОСТ 27752.

Мешалка магнитная.

Бюretka I-1-2-25-0,1 по ГОСТ 29251.

Цилиндр 1-250-1 или 3-250-2 по ГОСТ 1770.

Воронка лабораторная В-25-38 ХС или В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Колба 2-100 (200; 250; 1000)-2 по ГОСТ 1770.

Колба К-1-1000-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Кн-1-250(500)-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканчик для взвешивания СВ-19/9 по ГОСТ 25336.

Стакан В-1–100 ГОСТ 25336.
Пипетки 2–25–1–2, 2–50–1–2 по ГОСТ 29227.
Стекло часовое.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.
Йод по ГОСТ 4159.
Тиосульфат натрия (натрий серноватистокислый) по ГОСТ 27068 или стандарт-титр (фиксант) в ампулах концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3 (0,1\text{n})$.
Гидроокись калия по ГОСТ 24363.
Гидроокись натрия по ГОСТ 4328.
Серная кислота по ГОСТ 4204.
Соляная кислота по ГОСТ 3118.
Крахмал по ГОСТ 10163.
Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, ч. д. а.
Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Допускается применение других средств измерений и вспомогательного оборудования, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающих необходимую точность измерения, а также материалов и реактивов, по качеству не ниже указанных.

7 Сущность метода

Метод основан на переходе свободного и связанного сернистого ангидрида в натриевую соль сернистой кислоты с последующим йодометрическим титрованием.

8 Отбор и подготовка проб

Отбор и подготовка проб — по ГОСТ 5904.

9 Подготовка к проведению измерений

9.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$ или раствора гидроокиси калия молярной концентрации $c(\text{KOH}) = 1 \text{ моль/дм}^3$

40 г гидроокиси натрия или 56 г гидроокиси калия, используя меры безопасности, растворяют при перемешивании в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде при температуре от 10 °С до 20 °С — не более 30 сут.

9.2 Приготовление раствора серной кислоты 1:3 по объему

Отмеривают мерным цилиндром нужный объем концентрированной серной кислоты. Отмеривают цилиндром дистиллированную воду, объем которой должен быть в три раза больше объема взятой серной кислоты. Затем осторожно малыми порциями при охлаждении и перемешивании приливают кислоту в воду.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде при температуре от 5 °С до 20 °С — не более 6 мес.

9.3 Приготовление раствора соляной кислоты 1:5 по объему

Отмеривают цилиндром нужный объем концентрированной соляной кислоты. Отмеривают цилиндром дистиллированную воду, объем которой в пять раз больше объема взятой соляной кислоты. Затем осторожно приливают кислоту в воду.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде при температуре от 5 °С до 20 °С — не более 6 мес.

9.4 Приготовление раствора двухромовокислого калия молярной концентрации $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

4,9033 г двухромовокислого калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде при температуре от 10 °С до 20 °С — не более 30 сут.

9.5 Приготовление раствора крахмала массовой долей 1 %

В мерной колбе вместимостью 100 см³ растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды 1 г крахмала и добавляют 70—80 см³ горячей кипяченой дистиллированной воды температурой 60 °С. После охлаждения объем раствора доводят до 100 см³ дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора в плотно закрытой стеклянной посуде при температуре от 10 °С до 20 °С — не более 2 сут.

9.6 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ и определение поправочного коэффициента

9.6.1 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

25 г тиосульфата натрия растворяют в прокипяченной и охлажденной дистиллированной воде, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят содержимое колбы кипяченой охлажденной дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Допускается готовить раствор тиосульфата натрия, используя стандарт-титр (фиксант) в ампулах молярной концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла с притертой пробкой при температуре от 10 °С до 20 °С — не более 45 сут.

Поправочный коэффициент устанавливают через 8—10 сут.

9.6.2 Определение поправочного коэффициента раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

В коническую колбу вместимостью 500 см³ вносят 2 г йодистого калия, растворяют его в 2—3 см³ дистиллированной воды, добавляют 5 см³ соляной кислоты по 9.3, после чего вносят пипеткой 25 см³ раствора двухромовокислого калия по 9.4, осторожно перемешивают жидкость, прикрыв колбу часовым стеклом, через 2 мин приливают 200—250 см³ дистиллированной воды и титруют раствором тиосульфата натрия.

Как только жидкость приобретает зеленовато-желтый цвет, приливают около 3 см³ раствора крахмала по 9.5 и продолжают титровать до исчезновения синей окраски.

Поправочный коэффициент K_0 вычисляют по формуле

$$K_0 = \frac{25}{V_0}, \quad (1)$$

где 25 — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см³;

V_0 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³.

9.7 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ и определение поправочного коэффициента

9.7.1 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

40,00 г йодистого калия растворяют в 50—60 см³ дистиллированной воды в стакане вместимостью 100 см³. В полученный раствор добавляют 12,70 г йода.

Жидкость перемешивают до полного растворения йода и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, объем раствора доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Срок хранения раствора в посуде из темного стекла с притертой пробкой при температуре от 10 °С до 20 °С — не более 30 сут.

Поправочный коэффициент устанавливают не реже одного раза в 10 сут.

Допускается готовить раствор, используя 25,00 г йодистого калия, при этом поправочный коэффициент определяют не реже одного раза в двое суток.

Допускается готовить раствор йода, используя стандарт-титр (фиксант) в ампулах молярной концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

9.7.2 Определение поправочного коэффициента раствора йода молярной концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$

Поправочный коэффициент для раствора йода молярной концентрации $c(1/2 \text{I}_2) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ устанавливают по раствору тиосульфата натрия концентрации $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$.

В коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³ вносят 25 см³ раствора йода по 9.7.1, прибавляют пипеткой 25 см³ дистиллированной воды и титруют раствором тиосульфата натрия по 9.6 до перехода бурого окрашивания раствора в соломенно-желтое, а затем прибавляют 1 см³ раствора крахмала по 9.5 и продолжают титрование до полного обесцвечивания.

Поправочный коэффициент K вычисляют по формуле

$$K = \frac{V_1 \cdot K_0}{V}, \quad (2)$$

где V_1 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование, см³;

K_0 — поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия;

V — объем раствора йода, взятый для титрования, см³.

Для установления поправочного коэффициента проводят не менее трех определений. Поправочный коэффициент вычисляют с точностью до третьего десятичного знака. За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение, округленное до второго десятичного знака, если расхождение между максимальным и минимальным значением поправочных коэффициентов не превышает 0,001. Значение поправочного коэффициента должно быть равным 1,00 ± 0,03.

9.7.3 Приготовление раствора йода молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,01$ моль/дм³

10 см³ раствора йода молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,1$ моль/дм³ отмеривают пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Разбавленные титрованные растворы применяют свежеприготовленными. Поправочный коэффициент K принимают тот же, что и у раствора йода молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,1$ моль/дм³ по 9.7.2.

Допускается готовить раствор йода молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,01$ моль/дм³, используя стандарт-титр (фиксант) в ампулах молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,01$ моль/дм³. Поправочный коэффициент в этом случае определяют по 9.7.2.

10 Проведение измерений

10.1 Мучные кондитерские изделия и полуфабрикаты

10.1.1 Анализируемую пробу продукта массой 20 г, взвешенную в химическом стакане с записью результата до второго десятичного знака, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и доливают в нее дистиллированную воду до половины объема. Колбу закрывают пробкой и оставляют стоять в течение 10 мин причастом взбалтыванием. Затем содержимое колбы доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и выдерживают до образования прозрачного раствора и суспензии. Полученный раствор фильтруют в сухую колбу.

В коническую колбу вместимостью 250 см³ пипеткой вносят 50 см³ фильтрата, затем с помощью цилиндра приливают 25 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия по 9.1, колбу закрывают пробкой, смесь взбалтывают и оставляют стоять в течение 15 мин. Затем цилиндром прибавляют 10 см³ раствора серной кислоты по 9.2, 1 см³ раствора крахмала по 9.5 и сразу же титруют раствором йода молярной концентрации $c(1/2 I_2) = 0,01$ моль/дм³ до появления синего окрашивания, неисчезающего при перемешивании.

10.1.2 Контрольное титрование проводят в тех же условиях: в коническую колбу вместимостью 250 см³ вносят пипеткой 50 см³ дистиллированной воды, 25 см³ раствора гидроокиси натрия или калия по 9.1, 10 см³ раствора серной кислоты по 9.2 и титруют раствором йода по 9.7.3 в присутствии 1 см³ раствора крахмала по 9.5.

10.1.3 Обработка результатов

Массовую долю общей сернистой кислоты X , %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_3) \cdot K \cdot 0,32 \cdot 100 \cdot V_4}{m \cdot 1000 \cdot V_5}, \quad (3)$$

где V_2 — объем раствора йода, взятый для титрования исследуемого раствора, см³;

V_3 — объем раствора йода, израсходованный на контрольное титрование, см³;

K — поправочный коэффициент раствора йода;

0,32 — количество миллиграммов SO₂, соответствующее 1 см³ раствора йода концентрации $c(1/2 I_2) = 0,01$ моль/дм³, мг/см³;

V_4 — вместимость мерной колбы, см³;
 t — масса анализируемой пробы продукта, г;
1000 — коэффициент пересчета граммов в миллиграмммы;
 V_5 — объем фильтрата, взятый для титрования, см³.

Результаты измерений вычисляют с точностью до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат измерений массовой доли общей сернистой кислоты в мучных кондитерских изделиях и полуфабрикатах принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq r_{\text{отн}} \cdot 0,01 \cdot \bar{X}, \quad (4)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух параллельных измерений, %;

$r_{\text{отн}}$ — значение предела повторяемости при $P = 0,95$ (таблица 1), %;

\bar{X} — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, %.

Таблица 1

| Наименование показателя | Диапазон измерений массовой доли, % | Предел повторяемости, $r_{\text{отн}}$, %, при $n = 2$, $P = 0,95$ | Предел воспроизводимости, $R_{\text{отн}}$, %, при $m = 2$, $P = 0,95$ | Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, %, при $P = 0,95$ |
|---------------------------------------|-------------------------------------|--|--|---|
| Массовая доля общей сернистой кислоты | 0,002—0,100 | 15 | 25 | 18 |

Если абсолютное расхождение результатов измерений превышает значение предела повторяемости по формуле (4), то получают еще два результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1), а при возникновении разногласий в оценке качества продукции — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.3—5.3.4).

10.2 Кондитерские изделия, изготовленные на основе фруктового (овощного) сырья (мармелад, пастильные изделия, карамель и конфеты)

10.2.1 Анализируемую пробу продукта массой от 4 до 6 г, взвешенную в химическом стакане с записью результата до второго десятичного знака, растворяют в 50 см³ дистиллированной воды и переносят в коническую колбу с притертой пробкой вместимостью 250 см³.

Колбу закрывают пробкой, встряхивают или перемешивают на магнитной мешалке в течение 5 мин. Используя цилиндр, прибавляют 25 см³ раствора гидроокиси натрия или гидроокиси калия по 9.1, закрывают пробкой, взбалтывают и оставляют стоять в течение 15 мин. Затем в колбу вносят 10 см³ серной кислоты по 9.2, 1 см³ раствора крахмала по 9.5 и сразу же титруют раствором йода молярной концентрации с (1/2 I₂) = 0,01 моль/дм³ до появления синего окрашивания, неисчезающего при перемешивании.

10.2.2 Контрольное титрование проводят по 10.1.2.

10.2.3 Обработка результатов

Массовую долю общей сернистой кислоты X_1 , %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_2 - V_3) \cdot K \cdot 0,32 \cdot 100}{t \cdot 1000}, \quad (5)$$

где V_2 — объем раствора йода, взятый для титрования исследуемого раствора, см³;

V_3 — объем раствора йода, израсходованный на контрольное титрование, см³;

K — поправочный коэффициент раствора йода;

0,32 — количество миллиграммов SO₂, соответствующее 1 см³ раствора йода молярной концентрации с (1/2 I₂) = 0,01 моль/дм³, мг/см³;

t — масса анализируемой пробы продукта, г;

1000 — коэффициент пересчета граммов в миллиграмммы.

Вычисления проводят с точностью до четвертого десятичного знака.

За окончательный результат измерений массовой доли общей сернистой кислоты в мармеладе и пастильных изделиях, карамели и конфетах, изготовленных на основе фруктового сырья, принимают среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, если выполняется условие приемлемости:

$$|X_1 - X_2| \leq r_{\text{отн}} \cdot 0,01 \cdot \bar{X}_1, \quad (6)$$

где X_1 и X_2 — результаты двух измерений, %;

$r_{\text{отн}}$ — значение предела повторяемости при $P = 0,95$ (таблица 2), %;

\bar{X}_1 — среднеарифметическое значение результатов двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, %.

Таблица 2

| Наименование показателя | Диапазон измерений массовой доли, % | Предел повторяемости $r_{\text{отн}}$, %, при $n = 2, P = 0,95$ | Предел воспроизводимости $R_{\text{отн}}$, %, при $m = 2, P = 0,95$ | Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %, при $P = 0,95$ |
|---------------------------------------|-------------------------------------|--|--|--|
| Массовая доля общей сернистой кислоты | 0,002—0,100 | 15 | 25 | 18 |

Если абсолютное расхождение результатов измерений превышает значение предела повторяемости по формуле (6), то получают еще два результата измерений в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункт 5.2.2.1), а при возникновении разногласий в оценке качества продукции — в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6 (пункты 5.3.3—5.3.4).

10.3 Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, в процентах представляют в виде:

$$\bar{X}_1 \pm \Delta, \text{ при } P = 0,95, \quad (7)$$

где \bar{X}_1 — среднеарифметическое значение результатов, признанных приемлемыми по формулам (4) и (6), %;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, %, определяемые по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{X}_1, \quad (8)$$

где δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблицы 1 и 2).

Численное значение результата измерений должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение границ абсолютной погрешности, содержащее не более двух значащих цифр.

УДК 664.6:543.06:006.354

МКС 67.060
67.180.10

H42

Ключевые слова: изделия кондитерские, йодометрический метод определения массовой доли общей сернистой кислоты

Редактор А.Е. Попова

Технический редактор В.Н. Прусакова

Корректор М.В. Бучная

Компьютерная верстка А.Н. Золотаревой

Сдано в набор 15.04.2015. Подписано в печать 28.04.2015. Формат 60×84 ¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,95. Тираж 40 экз. Зак. 1809.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru