|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ**  **(МГС)**  **INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION**  **(ISC)** | | |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ**  **СТАНДАРТ** | **ГОСТ**  *(проект,*  *первая*  *редакция)* |

**ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ**

**Определение сульфитов оптимизированным методом Монье-Вильямса**

**Москва**

**Российский институт стандартизации**

**2023**

**Предисловие**

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным научным учреждением «Федеральный научный центр пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН (ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № )

За принятие проголосовали:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Краткое наименование страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Код страны по МК(ИСО 3166) 004–97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от № межгосударственный стандарт ГОСТ

введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*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 (www.gost.ru)*

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023

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

**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**

**ИЗДЕЛИЯ КОНДИТЕРСКИЕ**

**Определение сульфитов оптимизированным методом Монье-Вильямса**

Confectionery.

Determination of sulfites by the optimized Monier-Williams method

**Дата введения –**

**1 Область применения**

Настоящий стандарт распространяется на кондитерские изделия, сырье и полуфабрикаты для их производства и устанавливает определение массовой доли общего: свободного и связанного диоксида серы (в т.ч. сульфитов сернистой кислоты) (далее – диоксида серы) оптимизированным методом Монье-Вильямса. Данный метод является арбитражным при возникновении разногласий определения диоксида серы йодометрическим и ферментативным методами.

Диапазон измерений массовой доли общего диоксида серы - от 10 мг/кг до 10000 мг/кг (от 0,001% до 1%).

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

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

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты 1)

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

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля2)

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4517 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе

ГОСТ 4919.1 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

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

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

ГОСТ 20469 Электромясорубки бытовые. Технические условия

ГОСТ 26678 Холодильники и морозильники бытовые электрические компрессионные параметрического ряда. Общие технические условия

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 25794.2 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования

ГОСТ 26678 Холодильники и морозильники бытовые электрические

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

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 12.1.019 «Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

2) В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

ГОСТ ИСО 5725-2 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений3)

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике4)

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на территории государства по соответствующему указателю стандартов, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 свободный диоксид серы: Диоксид серы в форме ангидрида сернистой кислоты  и в форме неорганических сульфитов  и , равновесие между которыми определяется величиной рН и температурой.

3.2 связанный диоксид серы: Диоксид серы, химически связанный с органическими соединениями, содержащими полярные карбонильные группы (альдегидами, кетонами, углеводами).

3.3 общий диоксид серы: Суммарное содержание всех форм свободного и связанного диоксида серы в пересчете на  .

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

3) В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-2 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений».

4) В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике».

**4 Сущность метода**

Метод основан на дистилляции в потоке инертного газа диоксида серы, выделяющегося из продукта при нагревании в кислой среде, окислении его раствором пероксида водорода (поглотительным раствором) и последующем титровании образовавшейся серной кислоты гидроокисью натрия в присутствии индикатора.

Метод не распространяется на кондитерские изделия, сырье и полуфабрикаты для их производства, содержащие в своем составе сероорганические соединения природного происхождения (диметилсульфид, метантиол и др.), такие как сублимированное (высушенное) сырье из яиц (яичный белок, желток, меланж).

**5 Требования безопасности**

5.1 При подготовке и проведении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

5.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Работу необходимо проводить, соблюдая правила личной гигиены и противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.004, и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.3 При работе с электроприборами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.019.

**6 Требования к условиям измерений**

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия эксплуатации анализатора:

- температура окружающего воздуха, оС 5 – 38;

- относительная влажность воздуха, % 20 – 85;

В помещениях, предназначенных для проведения определений, не должно быть загрязненности воздуха рабочей зоны пылью, агрессивными веществами, должны отсутствовать вибрация или другие факторы, влияющие на измерения массы и объема.

**7 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.

**8 Средства измерений, вспомогательное оборудование, материалы и реактивы**

Установка для дистилляции (см. рисунок 1), состоящая из:

- холодильника обратного шарикового ХШ или ХСН по ГОСТ 25336 с длиной кожуха 300 мм;

- склянки для промывания газов с насадкой, оснащенной сетчатым диском из спеченной стеклянной крошки 5), или склянки Дрекселя, вместимостью 100 см (см. схему сборки в приложении А).

Примечание – Допускается использовать серийно выпускаемые комплектные установки для определения сульфитов в продовольственном сырье, ингредиентах и готовых пищевых продуктах по AOAC 990.28 (AOAC Official Method 990.28), в сборе (см. фото примера системы в приложении А).

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1, с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания ±0,01 г.

Бюретки 1-2-2-10-0,02 или 1-2-2-25-0,05 по ГОСТ 29252.

Пипетки по ГОСТ 29227 или по ГОСТ 29169 с одной меткой 2-го класса точности вместимостью 5, 10 и 25 см.

Колбы мерные 2-100-2, 2-250-2 и 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1-25-2, 1-100-2 по ГОСТ 1770.

Колбонагреватель или электроплитка по ГОСТ 14919 с максимальной температурой нагрева 200°С.

Гомогенизатор типа с частотой вращения от 8000 до 24000 об/мин

Капельница для реактивов по ГОСТ 25336.

Стаканы лабораторные В-1-100 и В-1-200 по ГОСТ 25336.

Воронки стеклянные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы конические вместимостью 250 см по ГОСТ 25336.

Холодильник бытовой по ГОСТ 26678

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552, ч.д.а., или кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, ч.д.а., водный раствор объемной долей 30 %.

Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия ГОСТ 5962-2013

Индикатор метиловый красный, ч.д.а., по нормативным документам государств, принявших стандарт.

Индикатор метиленовый голубой (синий), ч.д.а., по нормативным документам государств, принявших стандарт.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х.ч. или стандарт-титр по нормативным документам государств, принявших стандарт.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696, 2-й степени чистоты.

Азот газообразный по ГОСТ 9293 повышенной чистоты, в баллоне, оснащенном редуктором и регулятором (вентилем) расхода газа.

Стеклянная или пластмассовая банка с крышкой вместимостью 200-400 см3

Шпатель или ложка по ГОСТ 9147

Емкости из темного стекла.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также материалов и реактивов по качеству, не ниже указанных в настоящем стандарте.

**8 Отбор и подготовка проб**

8.1 Отбор и подготовка проб - по

[ГОСТ 5904](kodeks://link/d?nd=1200168416"\o"’’ГОСТ 5904-2019 Изделия кондитерские. Правила приемки и методы отбора ...’’(утв. приказом Росстандарта от 04.10.2019 N 873-ст)Применяется с ...Статус: Действующий документ. Применяется для целей технического регламента (действ. c 01.07.2020)).

**9 Подготовка к измерению**

**9.1 Подготовка** **установки для дистилляции**

9.1.1 Собирают и проверяют установку для дистилляции диоксида серы как указано на рисунке 1 (Приложение А), либо в соответствии с эксплуатационной документацией в случае применения серийно выпускаемых комплектных установок.

Детали установки соединяют между собой с помощью конических взаимозаменяемых шлифов по ГОСТ 8682 и закрепляют пружинами.

**9.2 Приготовление растворов**

**9.2.1 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *с*(NaOH)=0,1 моль/дм3**

Для приготовления раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм3 содержимое ампулы стандарт-титра количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см3, доводят объем раствора до метки водой и перемешивают.

Срок хранения раствора в закрытой емкости из полимерного материала – в соответствии с паспортом на стандарт-титр. При наличии видимого осадка или помутнении раствор применению не подлежит.

Примечание – Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм3 и установление его точной концентрации допускается проводить по

[ГОСТ 25794.1](kodeks://link/d?nd=1200017569&point=mark=000000000000000000000000000000000000000000000000007D20K3"\o"’’ГОСТ 25794.1-83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования (с Изменением N 1)’’(утв. постановлением Госстандарта СССР от 23.05.1983 N 2302)Применяется с 01.07.1984Статус: Действующая редакция документа).

**9.2.2 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации *с*(NaOH)=0,01 моль/дм3**

В мерную колбу вместимостью 250 см3 вносят (25±1) см3 раствора, приготовленного по 9.2.1, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор готовят непосредственно в день проведения измерений.

**9.2.3 Приготовление раствора смешанного индикатора**

0,1 г метилового красного и 0,05 г метиленового синего растворяют в 100 см3 50%-ного раствора этилового спирта в воде. Срок хранения раствора - не более 1 мес. в емкости из темного стекла.

**9.2.4 Приготовление раствора пероксида водорода с массовой долей 3%**

Приготовление раствора пероксида водорода с массовой долей 3% - по

[ГОСТ 4517](kodeks://link/d?nd=1200141401"\o"’’ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов ...’’(утв. приказом Росстандарта от 15.11.2016 N 1688-ст)Применяется с 01.01.2018 взамен ГОСТ ...Статус: Действующая редакция документа (действ. c 01.07.2023)) (пункт 4.43).

**9.2.5 Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 25%**

Приготовление раствора серной кислоты с массовой долей 25% - по

[ГОСТ 4517](kodeks://link/d?nd=1200141401"\o"’’ГОСТ 4517-2016 Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов ...’’(утв. приказом Росстандарта от 15.11.2016 N 1688-ст)Применяется с 01.01.2018 взамен ГОСТ ...Статус: Действующая редакция документа (действ. c 01.07.2023)) (пункт 4.89).

**10 Проведение измерений**

При использовании комплектной системы для определения сульфитов измерения проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

Проводят два параллельных измерения в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725-2 (подраздел 3.14).

**10.1 Перегонка**

В зависимости от предполагаемого содержания диоксида серы (см. таблицу 1) пробу, подготовленную по разделу 8, взвешивают в стакане с точностью до 0,001 г и количественно переносят через воронку в перегонную колбу, ополаскивая стакан и воронку небольшими порциями воды так, чтобы общий объем воды в колбе составлял 200-300 см3.

Т а б л и ц а 1 - Рекомендуемая масса пробы в зависимости от ожидаемого содержания диоксида серы в продуктах

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Ожидаемое содержание в продукте, мг/кг | | | | | Масса пробы для определения,  г |
|  |  | До | 10 |  | 150-100 |
| От | 10 | " | 20 |  | 50-100 |
| " | 20 | " | 100 |  | 50-10 |
| " | 100 | " | 200 |  | 5-10 |
| " | 200 | " | 500 |  | 2-5 |
| Свыше | 500 |  |  |  | Менее 2 |

Перегонную колбу помещают в колбонагреватель, соединяют с обратным холодильником капельной воронкой и поглотителями (Приложение А рис.1, поз.6). В поглотители приливают по 30-50 см3 раствора пероксида водорода с массовой долей 3%, 1 см3 смешанного индикатора, приготовленного по 9.2.3, и нейтрализуют смесь, добавляя по каплям раствор гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм3 (п.9.2.2) до появления зеленой окраски.

В капельную воронку наливают 30-50 см3 серной кислоты.

Баллон с азотом присоединяют через вентиль точной регулировки (регулятор расхода) к перегонной колбе.

В случае применения серийно выпускаемой комплектной установки собрать ее и подготовить к анализу в соответствии с эксплуатационной документацией на нее.

Включают регулируемый нагрев и быстро добавляют из капельной воронки кислоту в колбу. Когда вся кислота будет добавлена, открывают подачу газа, устанавливая расход 0,2 дм3/мин (на редукторе к баллону), одновременно нагревая содержимое до кипения в течение 15-30 мин так, чтобы не происходило бурного вскипания или вспенивания. Выделяющийся диоксид серы увлекается потоком газа в поглотитель, о чем свидетельствует изменение окраски из зеленой в сине-зеленую или фиолетовую.

Примечания

При использовании установки для перегонки с водяным паром вместо серной кислоты используют ортофосфорную (30-50 см3) и сокращают время перегонки до 7-10 мин.

По истечении указанного времени сначала отсоединяют поглотители (во избежание всасывания содержимого из них обратно в перегонную колбу), затем прекращают нагрев и отключают подачу газа.

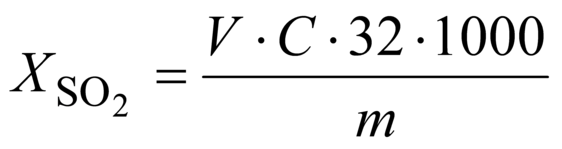
**10.2 Титрование**

Содержимое поглотителей количественно переносят в коническую колбу вместимостью 250 см3 и быстро титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия молярной концентрации 0,01 моль/дм3 или 0,1 моль/дм3, приготовленным по 9.2.1 или 9.2.2, до перехода окраски раствора из сине-зеленой (фиолетовой) в зеленую (при прогнозируемом содержании свыше 500 мг/кг- рекомендуется титровать раствором гидроксидом натрия 0,01 моль/дм3).

Регистрируют объем раствора гидроокиси натрия *V*, пошедшего на титрование содержимого поглотителей.

**11 Обработка и оформление результатов**

**11.1** Массовую долю общего диоксида серы и сульфитов (сернистой кислоты), мг/кг, вычисляют по формуле:

,                                            (1)

где V – объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование содержимого поглотителей, *V* см3;

*c*– фактическая молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, моль/дм3;

*32* – молярная масса эквивалента диоксида серы, г/моль;

*1000* – коэффициент пересчета из г в мг;

*m* – масса пробы продукта, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое значение результатов двух измерений, вычисленное до второго десятичного знака и округленное до первого десятичного знака, выполненных в условиях повторяемости, и удовлетворяющих условию приемлемости:

|х1 – х2| ≤ *r*, (2)

где х1 и х2 – значения результатов измерений массовой доли диоксида серы, полученное в условиях повторяемости, %;

*r* – значение предела повторяемости при Р= 0,95, % (таблица 2).

**11.2** Расхождение между двумя результатами измерений, выполненными в условиях воспроизводимости, не должны превышать:

|Х1  – Х2 | ≤ *R* , (3)

где Х1 – значение результата измерений массовой доли диоксида серы, полученное в одной лаборатории, %;

Х2 – значение результата измерений массовой доли диоксида серы, полученное в другой лаборатории, %;

*R*– значение предела воспроизводимости при Р= 0,95, % (таблица 2).

**11.3** Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

*Х*ср±Δ при *Р*=0,95,

где *Х*ср - среднее арифметическое значение результатов двух определений, признанных приемлемыми по 11.1, %;

Δ – границы относительной погрешности при Р=0,95, % (таблица 2).

Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение погрешности.

В случае если результат измерения массовой доли общего диоксида серы выходит за пределы границ диапазона измерений, то приводят следующую запись:

"Массовая доля общего диоксида серы - менее 10 мг/кг" или "Массовая доля общего диоксида серы - более 10000 мг/кг"

**12 Метрологические характеристики**

12.1 Метрологические характеристики метода при доверительной вероятности *P* = 0,95 приведены в таблице 2.

Т а б л и ц а 2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон  измерений,  мг/кг | Границы суммарной относительной  погрешности  ± Δ, % | Предел повторяемости  (n=2), *r* , % | Предел воспроизводимости  (m=2), *R*, % |
| Массовая доля общего диоксида серы  от 10 мг/кг до 100 мг/кг | 12 | 10 | 15 |
| Массовая  доля общего диоксида серы от 100 мг/кг до 1000 мг/кг | 8 | 8 | 12 |
| Массовая доля общего диоксида серы от 1000 мг/кг до 10000 мг/кг | 5 | 5 | 10 |

**13 Контроль точности результатов измерений**

13.1 Контроль стабильности результатов измерений (повторяемости, и погрешности) проводят в соответствии с порядком, установленным в лаборатории, по ГОСТ ИСО 5725–6 (подраздел 6.2).

13.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, осуществляют в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО 5725–2. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (*r*). Значения *r* приведены в таблице 2. Проводят для каждого определения образца.

13.3 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725–2. Расхождение между результатами измерений, полученными двумя лабораториями, не должно превышать предела воспроизводимости (*R*). Значения *R* приведены в таблице 2.

13.4 Контроль точности с использованием аттестованных смесей.

В качестве средств контроля могут быть использованы аттестованные смеси диоксида серы, приготовленные в соответствии с Приложением Б.

Контроль погрешности с применением аттестованных смесей состоит в сравнении аттестованного значения *А* с результатом измерения массовой доли диоксида серы, полученного по настоящей методике *Х*.

Результат контрольной процедуры  – оценку погрешности результата измерений массовой доли диоксида серы рассчитывают по формуле:

 (4)

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, если

 , (5)

где значения относительной погрешности измерений, приведенные в таблице 2 для соответствующего поддиапазона измерений.

При невыполнении условия (5) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (5) выясняют причины, приведшие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.5 Периодичность контроля и процедуры контроля стабильности результатов определений. Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025 (пункт 7.7)

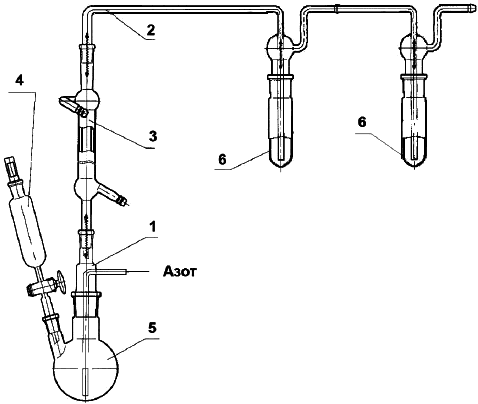
**Приложение А**

**(справочное)**

**Установки для дистилляции диоксида серы**

А.1 На рисунках А.1 и А.2 приведены примеры сбора установок для дистилляции диоксида серы в токе азота и с водяным паром соответственно.

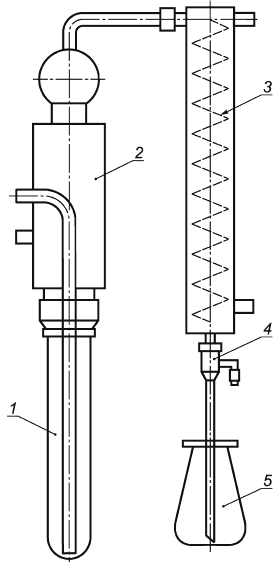
Конструкция установки для дистилляции токе азота приведена на рисунке А.1.



*1* - насадка с трубкой для подачи газа, *2* - стеклянные трубки, *3* - обратный холодильник, *4* - капельная воронка, *5* - перегонная колба, *6* - поглотители

Рисунок А.1

Конструкция установки для дистилляции с водяным паром приведена на рисунке А.2.



1 - емкость для продукта; 2 - каплеуловитель; 3 - холодильник; 4 - трубка для сбора конденсата; 5 - приемная колба

Рисунок А.2.

На рисунке А.3 представлен пример серийно выпускаемых комплектных установок для определения сульфитов в продовольственном сырье, ингредиентах и готовых пищевых продуктах по AOAC 990.28 в сборе.



Рисунок А.3 - Аппарат для выделения и дистилляции сернистой кислоты KS02 производства «Behr Labor-Technik» (Германия)

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1) или например, каталожный номер 1632442281202, SIMAX. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность применения склянок других типов.

**Приложение Б**

**(справочное)**

**Методика приготовления аттестованных смесей (АС) диоксида серы**

**Б.1 Метрологические характеристики**

Метрологические характеристики аттестованных растворов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Наименование характеристики | Значение метрологической характеристики для аттестованного раствора | |
|  | АР1 | АР2 |
| Аттестованное значение массовой доли общего диоксида серы, % | 0,01 | 0,10 |
| Границы относительной погрешности установления аттестованного значения массовой концентрации диоксида серы (0,95) | ±0,002 | ±0,020 |

Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов проводят в соответствии с требованиями [2].

**Б.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы**

Колбы мерные 2-100-2 по

[ГОСТ 1770](kodeks://link/d?nd=1200003853&point=mark=000000000000000000000000000000000000000000000000007D20K3"\o"’’ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки ...’’(утв. постановлением Госстандарта СССР от 18.11.1974 N 2547)Применяется с 01.01.1976 взамен ГОСТ ...Статус: Действующая редакция документа).

Пипетки 1-2-1-1, 1-2-1-2 по

[ГОСТ 29227](kodeks://link/d?nd=1200024087"\o"’’ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные ...’’(утв. постановлением Госстандарта СССР от 27.12.1991 N 2234)Применяется с 01.01.1994 взамен ...Статус: Действующая редакция документа (действ. c 01.01.1994)).

Кислота сернистая, водный раствор с массовой долей 5%-6%\*\*.

Вода для лабораторного анализа по ГОСТ ISO 3696, 2-й степени чистоты.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\*\* Например, каталожный номер 1.00761.000 EMSURE, Merck. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не исключает возможность применения реактивов других марок.

**Б.3 Приготовление растворов**

**Б.3.1 Приготовление аттестованного раствора** **АР1**

В мерную колбу вместимостью 100 см пипеткой вносят 0,2 см раствора сернистой кислоты (см. Б.2), доводят до метки водой при температуре (20±5)°С и перемешивают.

**Б.3.2 Приготовление аттестованного раствора АР2**

В мерную колбу вместимостью 100 см пипеткой вносят 2,0 см раствора сернистой кислоты (см. Б.2), доводят до метки водой при температуре (20±5)°С и перемешивают.

**Б.4 Условия хранения**

Аттестованные растворы АР1 и АР2 используют свежеприготовленными в течение рабочего дня.

**Библиография**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| [1] | РМГ 76-2014 | Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа |
| [2] | РМГ 60-2003 | Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке |
|  |  |  |

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

УДК 637.5.04.07:006.354 МКС 67.060

67.140.30

67.180.10

67.190

07.100.30

67.050

67.240

Ключевые слова: изделия кондитерские, сырье, полуфабрикаты, диоксид серы, сульфиты серной кислоты, титриметрический метод, метод Монье-Вильямса

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_