ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 53751— 2009

МОЛОКО, МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ И ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА МОЛОЧНОЙ ОСНОВЕ

Методы определения содержания йода

Издание официальное

БЗ 1—2010/1040

Москва
Стандартинформ
2010

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения».

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Государственным научным учреждением «Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности» Российской академии сельскохозяйственных наук (ГНУ «ВНИМИ» Россельхозакадемии)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 470 «Молоко и продукты переработки молока»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 декабря 2009 г. № 1238-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2010

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 Термины и определения . . . 2
4 Отбор проб исследуемого продукта . . . 2
5 Условия проведения измерений . . . 3
6 Определение содержания йода титриметрическим методом . . . 3
6.1 Сущность метода . . . 3
6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы . . . 3
6.3 Подготовка к проведению измерений . . . 4
6.4 Проведение измерений . . . 5
6.5 Обработка результатов измерений . . . 5
7 Определение содержания йода методом инверсионной вольтамперометрии . . . 6
7.1 Сущность метода . . . 6
7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы . . . 6
7.3 Подготовка к проведению измерений . . . 7
7.4 Проведение измерений . . . 11
7.5 Обработка результатов измерений . . . 12
8 Проверка приемлемости результатов измерений . . . 12
9 Оформление результатов . . . 14
10 Требования, обеспечивающие безопасность . . . 14
Библиография . . . 15

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МОЛОКО, МОЛОЧНЫЕ ПРОДУКТЫ И ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ НА МОЛОЧНОЙ ОСНОВЕ

Методы определения содержания йода

Milk, milk products and infant milk products. Methods of iodine determination

Дата введения — 2011—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молоко, молочные продукты и продукты детского питания на молочной основе (далее — продукт) и устанавливает титриметрический метод и метод инверсионной вольтамперометрии определения содержания йода.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ Р 51652—2000 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ Р 53228—2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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

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

ГОСТ 12.4.009—83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 83—79 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

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

ГОСТ 3622—68 Молоко и молочные продукты. Отбор проб и подготовка их к испытаниям

ГОСТ 4109—79 Реактивы. Бром. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4221—76 Реактивы. Калий углекислый. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4234—77 Реактивы. Калий хлористый. Технические условия
ГОСТ 4520—78 Реактивы. Ртуть (II) азотнокислая 1-водная. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия
ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
ГОСТ 13928—84 Молоко и сливки заготовляемые. Правила приемки, методы отбора проб и подготовка их к анализу
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечник из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия
ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия
ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25593—83 Пасты алмазные. Технические условия
ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу
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 29169—91 (Исо 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29227—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины, установленные нормативным правовым актом Российской Федерации [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **титриметрический метод:** Метод, основанный на измерении объема реактива точно известной концентрации, затраченного на реакцию взаимодействия с определяемым веществом.

3.2 **метод инверсионной вольтамперометрии:** Метод, основанный на предварительном концентрировании определяемого компонента раствора на поверхности электрода с последующей регистрацией вольтамперограммы.

4 Отбор проб исследуемого продукта

Отбор проб — по ГОСТ 3622, ГОСТ 13928 и ГОСТ 26809.

5 Условия проведения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

температура окружающего воздуха . . . . . (20 ± 5) °С;

относительная влажность воздуха . . . . . от 30 % до 80 %;

атмосферное давление . . . . . от 84 до 106 кПа.

Для проведения измерений применяют бидистиллированную воду, которую приготавливают следующим образом: дистиллированную воду фильтруют через мембранный фильтр (диаметр пор 0,45 мкм), затем кипятят для удаления растворенного воздуха и охлаждают до комнатной температуры.

6 Определение содержания йода титриметрическим методом

6.1 Сущность метода

Метод основан на окислении йодида в йодат и выделении свободного йода, оттитровываемого серноватистокислым натрием, по расходу которого расчетным путем определяют содержание йода в пробе.

6.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Весы по ГОСТ Р 53228 с пределами абсолютной погрешности однократного взвешивания ± 0,2 мг.

Термометр жидкостной (нертутный) с диапазоном измерений от 0 °С до 100 °С с ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Часы электронно-механические по ГОСТ 27752.

Бюретки 1-1-2-2-0,01, 1-3-2-2-0,01 по ГОСТ 29251.

Колбы 1-100 ХС, 2-100 ХС, 1-1000 ТС, 2-1000 ТС по ГОСТ 1770.

Пипетки 1-2-10, 2-2-10 по ГОСТ 29169.

Пипетки 2-1-2-1 по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1-10-2, 1-100-2, 1-1000-2 по ГОСТ 1770.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (105 ± 2) °С.

Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий поддержание температур от 150 °С до 200 °С с отклонением ± 2 °С.

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры в интервале от 250 °С до 500 °С с отклонением ± 25 °С.

Баня водяная термостатируемая.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Устройство перемешивающее лабораторное по технической документации.

Колбы Кн-2-50-24/29, Кн-2-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50, В-1-600 ТС по ГОСТ 25336.

Эксикатор 2-250 по ГОСТ 25336.

Посуда фарфоровая по ГОСТ 9147.

Тигли низкие № 5, № 6 по ГОСТ 9147.

Воронка В-75-110 ХС по ГОСТ 25336.

Воронки ВД-1-100 ХС, ВД-3-100 ХС, ВД-1-2000 ХС, ВД-3-2000 ХС по ГОСТ 25336.

Палочки стеклянные оплавленные.

Фильтры беззольные «синяя лента», диаметром 5—7 см.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бром, х.ч., по ГОСТ 4109.

Изобутанол, х.ч., с содержанием основного вещества не менее 90,0 %.

Калий йодистый, х.ч., по ГОСТ 4232.

Калий углекислый, х.ч., по ГОСТ 4221.

Кислота серная, х.ч., по ГОСТ 4204.

Крахмал растворимый, х.ч., по ГОСТ 10163.

Натрий серноватистокислый, х.ч., по ГОСТ 27068.

Натрий углекислый, х.ч., по ГОСТ 83.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.

Фенол, х.ч., с содержанием основного вещества не менее 90,0 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

6.3 Подготовка к проведению измерений

6.3.1 Приготовление растворов

6.3.1.1 Раствор серноватистокислого натрия молярной концентрацией 0,1 моль/дм^3.

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (25,000 ± 0,001) г серноватистокислого натрия и растворяют в 400 см^3 свежепрокипяченной и охлажденной до температуры (20 ± 2) °С бидистиллированной воды. Для повышения стойкости раствора рекомендуется добавлять на 1000 см^3 0,2 г углекислого натрия или 10 см^3 изобутанола. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и оставляют на 10—15 дней.

Раствор хранят в темном месте в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

Коэффициент поправки к титру полученного раствора определяют в соответствии с требованиями ГОСТ 25794.2 (2.11.3).

6.3.1.2 Раствор серноватистокислого натрия молярной концентрацией 0,001 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 раствора серноватистокислого натрия, приготовленного по 6.3.1.1. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Для измерений используют только свежеприготовленный раствор.

6.3.1.3 Раствор крахмала 0,5 %-ный свежеприготовленный

(0,50 ± 0,01) г крахмала размешивают в 10 см^3 бидистиллированной воды температурой (20 ± 2) °С. Полученную смесь приливают тонкой струйкой при непрерывном помешивании к 90 см^3 кипящей бидистиллированной воды и кипятят 2 мин. Горячий готовый крахмал отфильтровывают в бутылку, охлаждают и закрывают пробкой.

6.3.1.4 Углекислый калий

а) Очистка углекислого калия от йода

В делительную воронку вместимостью 2000 см^3 помещают 1 кг углекислого калия, добавляют 810 см^3 бидистиллированной воды и 100 см^3 этилового спирта, встряхивают 30 мин на лабораторном перемешивающем устройстве. Экстракцию спиртом проводят до тех пор, пока слой растворителя не станет бесцветным.

Верхнюю водную фракцию переносят в фарфоровую чашку и высушивают в сушильном шкафу при температуре 150 °С — 200 °С. Высушенную массу помещают в муфельную печь и выдерживают 15—20 мин при температуре 400 °С—450 °С, охлаждают ее в эксикаторе и растирают фарфоровым пестиком. Полученный углекислый калий хранят в склянке с притертой пробкой.

б) Насыщенный раствор углекислого калия

(138,00 ± 0,01) г углекислого калия, подготовленного по 6.3.1.4 а), помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды температурой (55 ± 5) °С. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки. Раствор тщательно перемешивают, фильтруют и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

6.3.1.5 Бромная вода

При работе с бромом необходимо соблюдать особую осторожность, всю работу проводят в вытяжном шкафу. Небольшое количество химически чистого жидкого брома несколько раз промывают бидистиллированной водой в делительной воронке и переносят в склянку с притертой пробкой, заполненную до половины бидистиллированной водой. На дне склянки должен оставаться нерастворенный жидкий бром. Верхний слой — это раствор воды, насыщенный бромом (или бромная вода).

Используют свежеприготовленный раствор.

6.3.1.6 Раствор фенола 3 %-ный

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (3,00 ± 0,01) г фенола, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

6.3.1.7 Йодистый калий перекристаллизованный

Йодистый калий перекристаллизовывают из насыщенного раствора йодистого калия. Выход соли увеличивается, если к охлажденному раствору с кристаллами йодистого калия добавить этиловый спирт. Выпавшую соль отфильтровывают из раствора, промывают небольшим количеством этилового спирта, просушивают между листами фильтровальной бумаги, а затем — на воздухе в затемненном месте.

Срок хранения в склянке из темного стекла — 1 мес.

6.3.2 Подготовка пробы исследуемого продукта

Молоко и жидкие молочные продукты отбирают по ГОСТ 26809, продукт освобождают от упаковки, тщательно перемешивают, нагревают до температуры (40 ± 2) °С и охлаждают до температуры (20 ± 2) °С.

Творог и творожные продукты отбирают по ГОСТ 3622, ГОСТ 26809 из нескольких упаковок или емкостей, помещают в фарфоровую ступку, тщательно перемешивают.

Сухие молочные продукты отбирают по ГОСТ 26809, пробу массой около 500 г помещают в фарфоровую ступку, тщательно перемешивают.

6.3.3 Минерализация проб

В фарфоровую чашку отбирают (25,000 ± 0,001) г продукта, приготовленного по 6.3.2. добавляют (4,00 ± 0,01) г углекислого калия, приготовленного по 6.3.1.4 а), и оставляют на 24 часа. Смесь осторожно выпаривают на плитке или в сушильном шкафу при температуре (102 ± 2) °С. Необходимо следить, чтобы нагревание было постепенным, не допуская выплескиваний из чашки. Затем прибавляют 10—12 $см^3$ насыщенного свободного от йода раствора углекислого калия, приготовленного по 6.3.1.4 б) и продолжают выпаривать на плитке до прекращения выделения дыма.

Смесь выщелачивают свободной от йода бидистиллированной водой и фильтруют в колбу через сухой обеззоленный фильтр. Фильтрат имеет желтоватый цвет. Озоление или минерализацию проводят в муфельной печи, нагретой до температуры 250 °С, постепенно повышая температуру на 50 °С каждые 30 мин. Температуру доводят до 500 °С. Зола должна быть серо-белого цвета, что указывает на полное удаление органических веществ.

6.4 Проведение измерений

6.4.1 Экстракция и выделение свободного йода

Золу, полученную по 6.3.3, смешивают с небольшим количеством бидистиллированной воды до получения клееобразной массы, затем обрабатывают ее пять раз по 30 $см^3$ этиловым спиртом, сливая вытяжки в фарфоровую чашку.

Если после первого или второго приливания спирта масса становится твердой, то прибавляют еще углекислого калия, приготовленного по 6.3.1.4 б), доводя массу до состояния клея, и продолжают обработку ее спиртом. Спирт отгоняют на слабокипящей водяной бане, не допуская кипения, а остаток растворяют в бидистиллированной воде, фильтруют в фарфоровый тигель и высушивают. Сухой остаток смачивают раствором углекислого калия, приготовленного по 6.3.1.4 б), еще раз высушивают и осторожно прокаливают.

Остаток смывают 10 $см^3$ бидистиллированной воды, используя стеклянную палочку, в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ и смешивают с 0,3 $см^3$ бромной воды, приготовленной по 6.3.1.5 а). При этом йод переходит в свободное состояние и окисляется в йодноватистую кислоту. Жидкость кипятят для удаления избытка брома.

6.4.2 Титрование

После охлаждения жидкости до температуры (20 ± 2) °С для удаления следов брома к раствору прибавляют 10 капель 3 %-ного раствора фенола, приготовленного по 6.3.1.6. Добавляют кристаллик химически чистого йодистого калия, полученного по 6.3.1.7, и подкисляют двумя каплями серной кислоты. Прибавляют три капли 0,5 %-ного раствора крахмала, приготовленного по 6.3.1.3, и титруют 0,001 моль/$дм^3$ раствором серноватистокислого натрия, приготовленного по 6.3.1.2 до изменения окраски раствора, не исчезающей в течение 1 мин.

6.4.3 Контрольная проба

Готовят пробу, как указано в 6.3.3, используя вместо 25 г пробы продукта 25 $см^3$ бидистиллированной воды. Далее проводят титрование, как описано в 6.4.2.

6.5 Обработка результатов измерений

6.5.1 Содержание йода X, мкг/кг, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot 21{,}15 \cdot K}{m} 1000, \qquad (1)$$

где V_1 — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрацией 0,001 моль/$дм^3$, израсходованного на титрование в анализируемой пробе, $см^3$;

V_0 — объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрацией 0,001 моль/$дм^3$, израсходованного на титрование в контрольной пробе, $см^3$;

21,15 — масса йода, соответствующая 1 $см^3$ раствора серноватистокислого натрия молярной концентрацией 0,001 моль/$дм^3$, мкг;

K — коэффициент поправки к титру 0,001 моль/$дм^3$ раствора серноватистокислого натрия;

m — проба продукта по 6.3.2, г;

1000 — коэффициент пересчета результатов на 1000 г продукта.

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по разделу 8.

6.5.2 Метрологические характеристики метода

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания йода при $P = 0,95$ приведены в таблице 1.

Таблица 1

В мкг/кг

Диапазон измерений содержания йода мкг/кг	Предел повторяемости r	Предел воспроизводимости R	Границы абсолютной погрешности $\pm$ δ
От 1,0 до 50,0 включ.	0,6	1,4	1,0
Св. 50,0 до 250,0 включ.	2,3	6,3	5,0

7 Определение содержания йода методом инверсионной вольтамперометрии

7.1 Сущность метода

Метод основан на реакции образования галогенида ртути (Hg_2J_2) на торце рабочего электрода и его последующего растворения с регистрацией величины тока восстановления иона Hg (1+) до металлической ртути.

7.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда и реактивы

Анализатор вольтамперометрический или установка вольтамперометрическая в комплектации, соответствующей технической документации, с программным обеспечением для обработки полученных результатов измерений.

Весы по ГОСТ Р 53228 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания $\pm$ 0,0001 г.

Электроплитка по ГОСТ 14919.

Печь муфельная, обеспечивающая поддержание температуры в интервале от 250 °С до 500 °С с отклонением $\pm$ 25 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима в диапазоне от 50 °С до 150 °С с отклонением $\pm$ 2,5 °С.

Центрифуга лабораторная с частотой вращения не менее 1500 $мин^{-1}$.

Пипетки мерные, пипетки градуированные вместимостью 0,5 $см^3$, 5 $см^3$, 10 $см^3$ 2-го класса точности по ГОСТ 29169, ГОСТ 29227.

Микропипетки переменного объема от 0,02 до 0,20 $см^3$.

Колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-25, 1-50 по ГОСТ 1770.

Колбы конические Кн-2-25-14/23, Кн-2-100-29/32, Кн-2-250-29/32, Кн-2-500-29/32 по ГОСТ 25336.

Воронка В-75-110 по ГОСТ 25336.

Стаканы В-1-50, В-1-100 по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные кварцевые по ГОСТ 19908.

Чашки выпарительные фарфоровые по ГОСТ 25336.

Груши резиновые объемом 30 $см^3$.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Фильтры бумажные обеззоленные по ГОСТ 12026.

Бумага шлифовальная 5/0.

ГСО состава водного раствора ионов йода массовой концентрацией 1 $г/дм^3$ $\pm$ 1,0 %.

Паста алмазная по ГОСТ 25593.

Калий йодистый по ГОСТ 4232.

Калий азотнокислый, ос.ч., по ГОСТ 4217.

Калия гидроокись, ч.д.а., по ГОСТ 24363.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.
Калий тетраоксалат, содержание основного вещества не менее 99,5 %.
Калий хлористый по ГОСТ 4234.
Кислота азотная, ос.ч., по ГОСТ 11125.
Кислота аскорбиновая, содержание основного вещества не менее 99,99 %.
Ртуть азотнокислая, х.ч., по ГОСТ 4520.
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ Р 51652.
Стандартный буферный раствор тетраоксалата калия (молярной концентрацией 0,05 моль/дм^3).
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Допускается применение других средств измерений и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, а также реактивов, не ниже указанных.

7.3 Подготовка к проведению измерений

7.3.1 Подготовка стеклянной посуды

Новую стеклянную химическую посуду первоначально промывают смесью концентрированной серной кислоты и перекиси водорода в соотношении примерно 10:1 (по объему), затем — раствором концентрированной азотной кислоты, разбавленной бидистиллированной водой в соотношении примерно 1:10 (по объему).

После обработки растворами кислот посуду промывают бидистиллированной водой несколько раз.

При последующем использовании стеклянную посуду промывают раствором концентрированной азотной кислоты, разбавленной бидистиллированной водой в соотношении примерно 1:10 (по объему), затем бидистиллированной водой.

7.3.2 Подготовка кварцевых стаканчиков и фарфоровых чашек

Новые стаканчики или чашки обрабатывают раствором концентрированной азотной кислоты, разбавленной бидистиллированной водой в соотношении примерно 1:10 (по объему), затем прокаливают в муфельной печи при температуре (550 ± 50) °С в течение (30 ± 1) мин. При последующем использовании посуду обрабатывают по 7.3.1.

7.3.3 Приготовление раствора гидроксида натрия молярной концентрацией 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (40,000 ± 0,001) г гидроксида натрия, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3.4 Приготовление раствора марганцовокислого калия

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (10,000 ± 0,001) г марганцовокислого калия, добавляют небольшое количество раствора гидроксида натрия с молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (7.3.3) и перемешивают. Объем раствора доводят раствором гидроксида натрия до метки.

7.3.5 Приготовление раствора азотнокислого калия молярной концентрацией 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 250 см^3 помещают (25,300 ± 0,001) г азотнокислого калия, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3.6 Приготовление раствора азотной кислоты

В мерную колбу вместимостью 500 см^3, с небольшим количеством бидистиллированной воды вносят 200 см^3 концентрированной азотной кислоты и аккуратно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

7.3.7 Приготовление рабочего раствора для нанесения пленки ртути

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 100 см^3 раствора азотнокислого калия молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (7.3.5) и 1,7 см^3 раствора азотной кислоты (7.3.6). Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

7.3.8 Приготовление раствора ртути массовой концентрацией ионов ртути 1 г/дм^3 (молярной концентрацией 0,005 моль/дм^3)

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 10 см^3 раствора азотной кислоты (7.3.6) и (0,840 ± 0,001) г азотнокислой ртути, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки и перемешивают.

7.3.9 Приготовление раствора гидроксида калия молярной концентрацией 2 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают (56,100 ± 0,001) г гидроксида калия, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

7.3.10 Приготовление раствора хлористого калия молярной концентрацией 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 помещают (7,450 ± 0,001) г хлористого калия, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

7.3.11 Приготовление фонового раствора

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают (12,700 ± 0,001) г тетраоксалата калия, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

7.3.12 Приготовление градуировочных растворов йодистого калия

Градуировочные растворы йодистого калия приготавливают, используя государственный стандартный образец (ГСО) массовой концентрацией ионов йода 1 г/дм^3, в соответствии с таблицей 2.

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают соответствующее количество раствора государственного стандартного образца в объеме, указанном в таблице 2, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

Таблица 2

Массовая концентрация градуировочных растворов, мг/дм^3	Массовая концентрация ГСО, мг/дм^3	Отбираемый объем ГСО, см^3	Вместимость мерной колбы, используемой для приготовления градуировочных растворов, см^3
100	1000	5,0	50
10	1000	0,5	50
1	100	0,5	50
0,1	10	0,5	50
0,01	1	0,5	50
Примечание — Градуировочный раствор массовой концентрацией 10 мг/дм^3 хранят в посуде из темного стекла в течение 30 дн, остальные готовят непосредственно перед определением.			

При приготовлении раствора йодистого калия массовой концентрацией 1 г/дм^3 из реактива в мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают (0,650 ± 0,001) г йодистого калия, добавляют небольшое количество бидистиллированной воды и тщательно перемешивают. Объем раствора доводят бидистиллированной водой до метки.

Из приготовленного раствора путем последовательного разбавления согласно таблице 2 готовят градуировочные растворы.

7.3.13 Минерализация проб

В два кварцевых стаканчика или фарфоровые чашки помещают по (0,500 ± 0,001) г анализируемой пробы, добавляют по 1 см^3 гидроокиси калия молярной концентрацией 2 моль/дм^3 (7.3.9) и по 1 см^3 раствора азотнокислого калия молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (7.3.5). Накрывают стаканчики и оставляют на (60 ± 5) мин.

Открытые стаканчики с пробами помещают в сушильный шкаф, выдерживают при температуре (150,0 ± 2,5) °С до полного высыхания, помещают на электроплитку и проводят обугливание до прекращения выделения паров.

По окончании обугливания пробы проводят ее минерализацию в муфельной печи, постепенно повышая температуру через каждые 30 мин с 50 °С до 450 °С. По достижении температуры 450 °С мине-

рализацию продолжают в течение (60 ± 5) мин. Пробы охлаждают до температуры (20 ± 2) °С, добавляют 10 см^3 фонового раствора (7.3.11) и выдерживают в течение (30 ± 1) мин.

В случае, если полученная зола окажется не белого цвета, добавляют по 1 см^3 азотнокислого калия молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (7.3.5) и высушивают в сушильном шкафу при температуре (150 ± 2,5) °С до прекращения выделения паров. Далее пробы снова помещают в муфельную печь, нагретую до температуры 450 °С, и выдерживают в течение (60 ± 5) мин. Минерализацию проводят до тех пор, пока зола не станет белой.

Пробы центрифугируют в течение 20 мин при скорости вращения 1000 мин$^{-1}$. Центрифугат помещают в мерные колбы вместимостью 25 см^3. Объем раствора доводят фоновым раствором до метки. К каждой пробе добавляют по 0,2 г аскорбиновой кислоты.

7.3.14 Контрольная проба

Готовят контрольную пробу по 7.3.13, используя вместо анализируемой пробы продукта бидистиллированную воду.

7.3.15 Подготовка хлорсеребряного электрода сравнения

7.3.15.1 Для подготовки электрода проводят следующие действия:

- резиновое кольцо сдвигают вниз;
- полость электрода промывают бидистиллированной водой и заполняют насыщенным раствором хлористого калия;
- электрод выдерживают в насыщенном растворе хлористого калия в течение 48 ч для установления равновесного значения потенциала.

Следят за тем, чтобы полость электрода была на 2/3 объема заполнена насыщенным раствором хлористого калия.

7.3.15.2 Совместно с электродом сравнения используют втулку с мембраной, подготовленную следующим образом. Во внутреннюю полость втулки помещают 0,2 см^3 раствора хлористого калия молярной концентрацией 1 моль/дм^3 (7.3.10). Втулку на 10—12 ч погружают в бидистиллированную воду таким образом, чтобы ее нижний конец был опущен на глубину 15—20 мм. При этом с обеих сторон мембраны не должно быть пузырьков воздуха. После этого втулка с мембраной готова к работе.

Электрод сравнения помещают во втулку с мембраной, хранят погруженным в бидистиллированную воду, не допуская высыхания мембраны.

7.3.16 Подготовка ртутно-пленочного рабочего электрода

7.3.16.1 Подготовку ртутно-пленочного рабочего электрода проводят в следующей последовательности:

- подготавливают поверхность рабочего электрода: полируют торцевую часть рабочего электрода алмазной пастой, обезжиривают этиловым спиртом, промывают бидистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой, торец электрода должен быть без царапин, зеркально-гладким;
- в электрохимическую ячейку помещают 10 см^3 рабочего раствора, подготовленного по 7.3.7, добавляют 0,3 см^3 раствора ртути (7.3.8) и 0,1 см^3 раствора йодистого калия массовой концентрацией 10 мг/дм^3 (7.3.12).

Устанавливают следующие режимы измерений:

- E_1 (регенерация): 200 мВ, длительность — 5 с;
- E_2 (накопление): 1200 мВ, » — 120 с;
- E_3 (успокоение): 1200 мВ, » — 5 с;
- количество измерительных циклов — 3;
- скорость развертки — 500 мВ/с.

Электрохимическую ячейку устанавливают в держатель, закрепляют электроды и погружают их в раствор, проводят электрохимическое накопление ртути на торце рабочего электрода при заданных режимах (три измерительных цикла).

7.3.16.2 Проверка работоспособности электрода

После подготовки электрода проверяют его работоспособность на контрольных пробах.

а) В стаканчик электрохимической ячейки помещают 10 см^3 фонового раствора. Электроды (вспомогательный, сравнения и рабочий) погружают в раствор, устанавливают режимы измерений и проводят регистрацию равновесного (бестокового) потенциала между электродом сравнения и рабочим электродом. Проводят три цикла измерений фонового раствора.

б) В фоновый раствор ячейки вводят добавку объемом 0,2 см^3 из градуировочного раствора йодистого калия массовой концентрацией 1 мг/дм^3. Таким образом, массовая концентрация йода в электрохимической ячейке составляет 20 мкг/дм^3. Проводят три цикла измерений контрольной пробы с добавкой.

в) В раствор с контрольной пробой вводят добавку из градуировочного раствора йодистого калия так, чтобы удвоить массовую концентрацию йода в контрольной пробе, т.е. добавляют вновь 0,2 $см^3$ из градуировочного раствора йодистого калия массовой концентрацией 1 $мг/дм^3$. Проводят три цикла измерений контрольной пробы с добавкой.

г) Проводят обработку зарегистрированных вольтамперных кривых и расчет массовой концентрации йода в контрольной пробе.

д) Относительную погрешность измерения массовой концентрации йода в контрольной пробе P, %, вычисляют по формуле

$$P = \frac{|C_x - C|}{C} 100, \qquad (2)$$

где C_x — измеренная массовая концентрация йода в контрольной пробе, $мкг/дм^3$;

C — заданная массовая концентрация йода в контрольной пробе, $мкг/дм^3$ (20 $мкг/дм^3$).

Если $P \leq 20$ %, то электрохимическая аппаратура работает нормально и приступают к анализу проб. Если $P > 20$ %, то измерения проводят заново по 7.3.16.2. Измерения проводят с новой порцией фонового раствора. В случае повторного превышения $P > 20$ % заново подготавливают рабочий электрод по 7.3.16.1 и повторяют измерения с новой порцией раствора.

7.3.16.3 Между измерениями проб торец рабочего электрода промывают бидистиллированной водой, не протирая, и хранят, погруженным в бидистиллированную воду.

7.3.17 Подготовка вспомогательного электрода

Перед эксплуатацией индикаторную часть электрода обрабатывают спиртом, тщательно промывают бидистиллированной водой. При последующем использовании электрод обрабатывают в соответствии с 7.3.1.2 и осушают фильтровальной бумагой.

Вспомогательный электрод хранят на воздухе.

7.3.18 Подготовка электрохимической ячейки

Электрохимическую ячейку промывают бидистиллированной водой, обрабатывают в соответствии с 7.3.1.2. Электроды устанавливают в держатели и подсоединяют контакты.

7.3.19 Подготовка вольтамперометрического анализатора

Подготовку и проверку работы анализатора проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

7.3.20 Проверка фонового раствора и электрохимической ячейки на чистоту

7.3.20.1 В электрохимическую ячейку помещают 5—10 $см^3$ фонового раствора, добавляют 0,05 г аскорбиновой кислоты. Ячейку устанавливают в держатель, закрепляют электроды и погружают их в раствор.

7.3.20.2 Устанавливают следующие режимы измерений:

- E_1 (регенерация): 600 мВ, длительность — 5 с;
- E_2 (накопление): 0 мВ; » — 30 с;
- E_3 (успокоение): 0 мВ; » — 5 с;
- количество измерительных циклов — 2;
- скорость развертки — от 2000 до 20000 мВ/с.

7.3.20.3 Измеряют равновесный (бестоковый) потенциал между электродом сравнения и рабочим электродом. Значение потенциала должно установиться в пределах от 100 до 650 мВ.

Если значение бестокового потенциала не устанавливается в требуемых пределах, необходимо проверить, заполнен ли электрод сравнения насыщенным раствором хлористого калия, а также подсоединение электрода сравнения.

7.3.20.4 Проводят два цикла измерений фонового раствора, регистрируя две вольтамперные кривые.

7.3.20.5 Зарегистрированные вольтамперные кривые могут иметь пики тока в области потенциалов (–100...–350) мВ, вызванные наличием следов йода в используемых реагентах, воде и посуде. Если зарегистрированные вольтамперные кривые не имеют пиков йода, то стаканчик электрохимической ячейки, электроды, используемые растворы и посуду считают чистыми, рабочий электрод — готовым к работе.

В противном случае заново подготавливают ртутно-пленочный рабочий электрод в соответствии с 7.3.16, промывают стаканчик электрохимической ячейки и электроды раствором азотной кислоты по 7.3.1.2 и выполняют проверку на чистоту по 7.3.20.

7.4 Проведение измерений

7.4.1 В стаканчик электрохимической ячейки вносят 5,0 см^3 фонового раствора (7.3.11). Стаканчик устанавливают в держатели, закрепляют электроды и погружают их в раствор.

7.4.2 Устанавливают режимы измерений:

- E_1 (регенерация): 600 мВ; длительность — 5 с;
- E_2 (накопление): 0 мВ; » —10—120 с;
- E_3 (успокоение): 0 мВ; » — 5 с;
- скорость развертки потенциала — от 2000 до 20000 мВ/с;
- количество циклов — 2.

Время накопления выбирают таким образом, чтобы пик йода на вольтамперной кривой был заметен.

7.4.3 Проводят измерение равновесного (бестокового) потенциала между электродом сравнения и рабочим электродом в соответствии с 7.3.20.3.

7.4.4 Регистрируют усредненную вольтамперную кривую фонового раствора в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

7.4.5 Фоновый раствор удаляют. В стаканчик электрохимической ячейки помещают 5,0 см^3 пробы, подготовленной по 7.3.13. Электроды погружают в раствор и регистрируют усредненную вольтамперную кривую пробы в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

7.4.6 Идентификацию пика проводят на усредненной вольтамперной кривой, проведя к ней касательную от точки начала пика до его конца. Область потенциалов, в которой должен находиться пик (–100...–350) мВ. Определяют высоту пика путем измерения перпендикуляра, опущенного из вершины пика на касательную.

7.4.7 В раствор с пробой вводят добавку градуировочного раствора, приготовленного по 7.3.12, значение массовой концентрации которой должно составлять от 50 % до 150 % от предварительного значения массовой концентрации йодид-ионов в растворе пробы.

Объем добавки градуировочного раствора, вводимого в пробу, $V_Д$, см^3, вычисляют по формуле

$$V_Д = \frac{C_Д \cdot V_{яч}}{C_{яч}}, \qquad (3)$$

где $C_{яч}$ — предварительная массовая концентрация йодид-ионов в пробе, мкг/дм^3;

$V_{яч}$ — общий объем раствора в стаканчике электрохимической ячейки, см^3;

$C_Д$ — массовая концентрация йодид-ионов в градуировочном растворе, используемом для добавки, мкг/дм^3.

7.4.8 Проводят анализ пробы с добавкой и регистрируют усредненную вольтамперную кривую в соответствии с руководством по эксплуатации прибора.

На усредненной вольтамперной кривой пробы с добавкой проводят идентификацию пика йодид-ионов, как описано в 7.4.7.

7.4.9 Массовую концентрацию йодид-ионов в первой части пробы C_1, мкг/ дм^3, вычисляют по формуле

$$C_1 = \frac{C_Д \ V_Д \cdot (h_1 - h_Ф)}{V_{яч} \cdot (h_2 - h_1) + V_Д \cdot (h_2 - h_Ф)}, \qquad (4)$$

где $C_Д$ — массовая концентрация йодид-ионов в градуировочном растворе, используемом для введения добавки, мкг/ дм^3;

$V_Д$ — объем добавки, введенной в пробу из градуировочного раствора, см^3;

$V_{яч}$ — общий объем раствора в электрохимической ячейке, см^3;

h_1 — среднеарифметическое значение высоты пика йодид-ионов в растворе пробы, мм или мкА;

h_2 — среднеарифметическое значение высоты пика йодид-ионов в растворе пробы с добавкой, мм или мкА;

$h_Ф$ — среднеарифметическое значение высоты пика йодид-ионов в фоновом растворе, мм или мкА.

7.4.10 Повторяют операции по 7.4.1—7.4.9 со второй частью пробы и вычисляют массовую концентрацию йодид-ионов во второй части пробы C_2, мкг/дм^3, по формуле (4).

7.4.11 Вычисляют среднеарифметическое значение результатов двух измерений массовой концентрации йодид-ионов, полученных для одной из параллельных проб, C_{x1}, мкг/ дм^3 по формуле

$$C_{x1} = (C_1 + C_2)/2. \quad (5)$$

7.4.12 Измерения по 7.4.1—7.4.11 проводят со второй параллельной пробой и с холостой пробой. По формулам (4), (5) вычисляют среднеарифметическое значение результатов двух измерений массовой концентрации йодид-ионов, полученных для второй параллельной пробы (C_{x2}), а также значение массовой концентрации йодид-ионов в контрольной пробе ($C_{хол}$).

7.4.13 Окончательную массовую концентрацию йодид-ионов в параллельных пробах (C_1' и C_2', мкг/ дм^3) определяют по формулам:

$$C_1' = C_{x1} - C_{хол}, \quad (6)$$

$$C_2' = C_{x2} - C_{хол}. \quad (7)$$

7.5 Обработка результатов измерений

7.5.1 Содержание йодид-ионов в исследуемом продукте первой пробы X_1, мкг/кг, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{C_1' V_1 \cdot V_3}{V_2 \cdot m}, \quad (8)$$

где C_1' — массовая концентрация йодид-ионов в растворе первой параллельной пробы, мкг/дм^3;

V_1 — объем раствора в стаканчике электрохимической ячейки до ввода добавки, см^3;

V_3 — объем подготовленного раствора пробы, после минерализации, см^3 (7.3.12);

V_2 — объем раствора пробы, введенный в стаканчик электрохимической ячейки, см^3;

m — масса пробы, отобранная для минерализации (7.3.13), г.

Аналогично рассчитывают массовую концентрацию йодид-ионов для второй параллельной пробы (X_2).

За окончательный результат принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака, если выполняется условие приемлемости по 8.

7.5.2 Контроль точности результатов измерений

Приписанные характеристики погрешности и ее составляющих метода определения содержания йода при P = 0,95 приведены в таблице 3.

Таблица 3

Диапазон измерений содержания йода, мкг/кг	Предел повторяемости $r_{отн}$, %	Предел воспроизводимости $R_{отн}$, %	Границы относительной погрешности ± δ, %
От 1,0 до 250,0 включ.	17	50	35

8 Проверка приемлемости результатов измерений

8.1 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (титриметрическим методом)

Проверку приемлемости результатов измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, n = 2), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r,$$

где X_1', X_2' — значения двух параллельных определений содержания йода в исследуемых продуктах, полученные в условиях повторяемости;

r — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 1.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

8.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (титриметрическим методом)

Проверку приемлемости результатов измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1' - X_2'| \le R,$$

где X_1', X_2' — значения двух параллельных измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

R — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 1.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

8.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (методом инверсионной вольтамперометрии)

Проверку приемлемости результатов измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученных в условиях повторяемости (два параллельных определения, $n = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

Результаты измерений считаются приемлемыми при условии:

$$|X_1 - X_2| \le r_{отн} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},$$

где X_1, X_2 — значения двух параллельных измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученные в условиях повторяемости;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений;

$r_{отн}$ — предел повторяемости (сходимости), значение которого приведено в таблице 3.

Если данное условие не выполняется, то проводят повторные измерения и проверку приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа.

8.4 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (методом инверсионной вольтамперометрии)

Проверку приемлемости результатов измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, $m = 2$), проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.2.1).

Результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, считаются приемлемыми при условии:

$$|X'_1 - X'_2| \le R_{отн} \cdot 0{,}01 \cdot X_{ср},$$

где X_1', X_2' — значения двух параллельных измерений содержания йода в исследуемых продуктах, полученные в двух лабораториях в условиях воспроизводимости;

$X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений;

$R_{отн}$ — предел воспроизводимости, значение которого приведено в таблице 3.

Если данное условие не выполняется, то выполняют процедуры в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

9 Оформление результатов

9.1 Оформление результатов (титриметрический метод)

Результат определения содержания йода в исследуемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \Delta, \text{ мкг/кг, при } P = 0,95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, мкг/кг;

Δ — границы абсолютной погрешности измерений, мкг/кг (таблица 1).

9.2 Оформление результатов (метод инверсионной вольтамперометрии)

Результат определения содержания йода в исследуемых продуктах представляют в документах, предусматривающих его использование, в виде:

$$X_{ср} \pm \delta \cdot 0,01 \cdot X_{ср}, \text{ мкг/кг, при } P = 0,95,$$

где $X_{ср}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, мкг/кг;

δ — границы относительной погрешности измерений, % (таблица 3).

10 Требования, обеспечивающие безопасность

При выполнении работ необходимо соблюдать следующие требования:

- помещение лаборатории должно быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных требованиями ГОСТ 12.1.005;
- требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.007;
- требования техники безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ 12.1.019.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004 и быть оснащено средствами пожаротушения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.009.

Библиография

[1] Федеральный закон № 88-ФЗ от 12 июня 2008 г. «Технический регламент на молоко и молочную продукцию»

УДК 637.12.04/07:576.8:006.354 ОКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: молоко, молочные продукты, продукты детского питания на молочной основе, обогащенные продукты, йодид, йодат, свободный йод, экстракция, титрование, инверсионная вольтамперометрия, содержание йода

Редактор *М.Е. Никулина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 09.11.2010. Подписано в печать 24.11.2010. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,05. Тираж 276 экз. Зак. 935.

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

gost.e-ecolog.ru