Методика выполнения измерений зарегистрирована в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

регистр. код ФР.1.31.2009.06237

МУ 08-47/206

(по реестру аккредитованной метрологической службы Томского Политехнического Университета)

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЙОДА

gost.e-ecolog.ru

1 Методика выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации йода **при анализе проб пищевых продуктов и продовольственного сырья** методом вольтамперометрии разработана с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725, РМГ 61 в фирме «ЮМХ» совместно с НИЛ микропримесей Томского политехнического университета.

2 МВИ аттестована аккредитованной метрологической службой Томского политехнического университета *(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-08 от 22.02.08)*

3 **Держателем подлинника МВИ является ООО «ЮМХ»**

Методики выполнения измерений считаются подлинниками при наличии печати разработчика и не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения держателя подлинника тел/факс (3822)563-860, 563-572. E-mail: gost.e-ecolog.ru

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 22.02.08)

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ
№ 08-47/206

Методика выполнения измерений массовой концентрации йода методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и регламентированная в МУ 08-47/206 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета).

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЙОДА

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что данная МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1 Диапазон измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Объект анализа	Диапазон измеряемых концентраций мг/кг (мг/дм^3)	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Йод	Напитки безалкогольные, воды питьевые, минеральные, йодированные	От 0,001 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 0,05 включ.	12 7	16 12	32 26
	Молоко и молочные, кисломолочные и жировые продукты	От 0,005 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 0,05 включ.	12 7	16 12	32 26
	Мясо (в том числе мясо птиц) и мясопродукты, рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки, яйцо	От 0,01 до 2,0 включ.	7	12	26
	Зерно, корма, крупа, хлеб, хлебобулочные изделия, дрожжи	От 0,05 до 5,0 включ.	7	12	26
	Овощи, фрукты и продукты их переработки	От 0,01 до 0,1 включ.	7	12	26
	Продукты обогащенные йодом (в том числе ламинария, кисели, БАД, гематоген и др.)	От 0,3 до 5,0 включ.	7	12	26
	Соль пищевая йодированная, сахар	От 10 до 50 включ.	7	12	26

2 Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Определяемый компонент	Объект анализа	Диапазон измеряемых концентраций мг/кг (мг/дм^3)	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	*Предел воспроизводимости, R*
Йод	***Пищевые продукты и продовольственное сырье***	От 0,001 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 50 включ.	$0,34 \cdot \overline{X}$ $0,20 \cdot \overline{X}$	$0,45 \cdot \overline{X}$ $0,34 \cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента. $\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях.				

3 Дата выдачи свидетельства **8 сентября 2008 г**

Метролог аккредитованной
метрологической службы ТПУ

Н.П. Пикула
" 8 " сентября 2008 г.

"СОГЛАСОВАНО"
Главный метролог ТПУ
Е.Н. Рузаев
"10" 09 2008 г.

"СОГЛАСОВАНО"
Директор
ФГУ "Томский ЦСМ"
М. М.Чухланцева
09 2008 г.

"УТВЕРЖДАЮ"
Проректор по НРиИ ТПУ
В.А.Власов
09 2008 г.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

«ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 22.02.08)

ООО «ЮМХ»

"УТВЕРЖДАЮ"

Проректор по НР и И ТПУ

_____ В.А.Власов

" " ноября 2008 г.

"УТВЕРЖДАЮ"

Директор ООО «ЮМХ»

_____ Г.Б.Слепченко

" 8 " сентября 2008 г.

«ЮМХ»

МУ 08-47/206

(по реестру метрологической службы Томского политехнического университета)

ПИЩЕВЫЕ ПРОДУКТЫ И ПРОДОВОЛЬСТВЕННОЕ СЫРЬЕ.

ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЙОДА

"СОГЛАСОВАНО"

Метролог аккредитованной
метрологической службы ТПУ

_____ Н.П. Пикула

" 8 " сентября 2008 г.

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ (МУ 08–47/206) устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации йода **при анализе проб пищевых продуктов и продовольственного сырья** и устанавливает порядок определения массовой концентрации йода методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ).

Перечень анализируемых объектов включает:

- Напитки безалкогольные, воды питьевые, минеральные, йодированные;
- Молоко и молочные, кисломолочные и жировые продукты ;
- Мясо (в том числе мясо птиц) и мясопродукты, рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки, яйцо;
- Зерно, корма, крупа, хлеб, хлебобулочные изделия, дрожжи;
- Овощи, фрукты и продукты их переработки;
- Продукты обогащенные йодом (в том числе ламинария, кисели, БАД, гематоген и др.);
- Соль пищевая йодированная, сахар.

Диапазоны определяемых концентраций йода в анализируемых объектах и рекомендуемые навески проб пищевых продуктов и продовольственного сырья приведены в таблице 3.

Определению йода мешают анионы (1000-кратные избытки хлорид–, сульфат-, фосфат–, карбонат–ионов; более чем 10-кратные избытки бромид– и нитрит–ионов) и катионы (железо (3+); серебро (1+); свинец (2+); ртуть (1+) и др.), а также поверхностно–активные органические вещества.

Влияние всех этих мешающих компонентов устраняется в процессе пробоподготовки и выполнения ИВ измерения подготовленной пробы.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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 976–81 Маргарин, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной промышленности. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2156–76 Реактивы. Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 2405–88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры. Общие технические условия

ГОСТ 4204–77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212–76 Реактивы. Приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4217–77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4232–77 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461–77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 5667–65 Хлеб, хлебобулочные изделия. Правила приемки, методы отбора образцов, методы определения органолептических показателей и массы изделий

ГОСТ 6687.0–86 Продукция безалкогольной промышленности. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7269–79 Мясо. Методы отбора образцов и органолептические методы определения свежести.

ГОСТ 7631–85 Рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки. Правила приемки, органолептические методы оценки качества, методы отбора проб для лабораторных испытаний.

ГОСТ 7702.0–74 Мясо птицы. Методы отбора образцов. Органолептические методы оценки качества

ГОСТ 9293–74 (ИСО 2435–73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 9736–91 Приборы электрические прямого преобразования для измерения неэлектрических величин. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 11125–84 Реактивы. Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13685–87 Соль поваренная. Методы испытаний

ГОСТ 13861–89 (ИСО 2503–83) Редукторы для газо–плазменной обработки. Общие технические условия

ГОСТ 14262–78 Реактивы. Кислота серная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 14919–83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 19908–90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 20490–75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 21400–75 Стекло химико–лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 23268.0–91 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно–столовые и природные столовые. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 23268.13–91 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно–столовые и природные столовые. Методы определения иодид–ионов

ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 25832–89 Изделия хлебобулочные диетические. Технические условия

ГОСТ 26809–86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовки проб к анализу

ГОСТ 28165–89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29225–91 (ИСО 1775–75) Посуда и оборудование фарфоровые лабораторные. Общие требования и методы испытаний

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835–1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30004.2–93 Майонезы. Правила приемки и методы испытаний

ГОСТ Р 8.563–96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 51575–2000 Соль поваренная пищевая йодированная. Методы определения йода и тиосульфата натрия

ГОСТ Р 51592–2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ Р 51593–2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р ИСО 5725–1–2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

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

РМГ 60–2003 Государственная система обеспечения единства измерений. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

РМГ 76–2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

3 СУЩНОСТЬ ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА АНАЛИЗА

Сущность количественного химического анализа проб пищевых продуктов на содержание йода заключается в переводе всех форм йода путем соответствующей подготовки в электрохимически активную форму иодида (I^-) и последующем определении его методом ИВ.

Подготовка проб зависит от вида продукта и сырья, и от содержащихся в нем форм йода (I^-, IO_3^-, йод-казеин, витайод и др.).

Для перевода всех форм йода (без потерь йода элементарного) в одну форму и устранения мешающего влияния органических веществ и неорганических элементов проводят щелочное окислительное плавление с последующей нейтрализацией раствора и восстановлением окисленных форм йода до иодида с помощью аскорбиновой кислоты.

Метод ИВ измерений основан на способности иодид-ионов накапливаться на поверхности ртутно-пленочного электрода в виде малорастворимого соединения со ртутью при определенном потенциале с последующим катодным восстановлением осадка при изменении потенциала. Аналитическим сигналом является величина катодного пика при потенциале (минус 0,30 ± 0,05) В.

Массовую концентрацию йода рассчитывают по методу добавки аттестованной смеси (АС) иодид–ионов в анализируемый раствор. Общая схема анализа проб методом ИВ представлена на рисунке 1.



Рисунок 1. Основные этапы анализа проб методом ИВ

4 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

4.1 Методика выполнения измерений массовых концентраций йода в пробах пищевых продуктов и продовольственного сырья методом инверсионной вольтамперометрии обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

элемент	Объект анализа	Диапазон измеряемых концентраций мг/кг (мг/дм^3)	σ_r,%*	σ_R ,%**	δ,%***
Йод	Напитки безалкогольные, воды питьевые, минеральные, йодированные	От 0,001 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 0,05 включ.	12 7	16 12	32 26
	Молоко и молочные, кисломолочные и жировые продукты	От 0,005 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 0,05 включ.	12 7	16 12	32 26
	Мясо (в том числе мясо птиц) и мясопродукты, рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки, яйцо	От 0,01 до 2,0 включ.	7	12	26
	Зерно, корма, крупа, хлеб, хлебобулочные изделия, дрожжи	От 0,05 до 5,0 включ.	7	12	26
	Овощи, фрукты и продукты их переработки	От 0,01 до 0,1 включ.	7	12	26
	Продукты обогащенные йодом (в том числе ламинария, кисели, БАД, гематоген и др.)	От 0,3 до 5,0 включ.	7	12	26
	Соль пищевая йодированная, сахар	От 10 до 50 включ.	7	12	26

* Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости);
** Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости);
*** Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики)

4.2 Значения показателя точности методики используют при:

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 К работе с полярографом или вольтамперометрическим анализатором, нагревательными приборами и химическими реактивами допускается персонал, изучивший инструкцию по эксплуатации прибора, правила работы с химическими реактивами и химической посудой.

5.1.2 Прибор и мешалка в процессе эксплуатации должны быть надежно заземлены.

5.1.3 При выполнении аналитических измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами.

5.1.4 Электробезопасность при работе с электроустановками – по ГОСТ 12.1.009.

5.1.5 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.2 Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений производится лаборантом или химиком–аналитиком, владеющим техникой вольтамперометрического анализа и изучившим инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

5.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводятся в нормальных лабораторных условиях:

- температура окружающего воздуха (25 ± 10) °С;
- атмосферное давление (760 ± 30) мм.рт.ст ;
- относительная влажность воздуха (65 ± 15) %;
- частота переменного тока (50 ± 5) Гц ;
- напряжение питания в сети (220 ± 22) В

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор и хранение проб проводят по нормативной документации для данной группы анализируемой однородной продукции: проб безалкогольных напитков проводится по ГОСТ 6687.0; проб воды питьевой – по

ГОСТ Р 51592, ГОСТ Р 51593; проб воды минеральной – по ГОСТ 23268.0; проб соли поваренной по ГОСТ 13685 и ГОСТ Р 51575; проб хлеба и хлебобулочных изделии по ГОСТ 5667; проб молока и кисломолочных продуктов по ГОСТ 26809; проб майонеза по ГОСТ 30004.2 ; проб маргаринов и жиров по ГОСТ 976; проб мяса по ГОСТ 7269; проб рыбы и морских млекопитающих, морских беспозвоночных по ГОСТ 7631, проб мяса птицы по ГОСТ 7702.0.

Для анализа используют две параллельных пробы и одну холостую или две параллельных и одну резервную пробы.

7 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

Комплекс аналитический вольтамперометрический СТА [1] в комплекте с IBM-совместимым компьютером или полярограф любого типа в комплекте с двухкоординатным самописцем.

Комплекс или полярограф комплектуется ячейкой электрохимической, в состав которой входят:

- стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 20 – 25 $см^3$.
- рабочий электрод – ртутно-пленочный (РПЭ) на серебряной подложке с толщиной пленки ртути 10 – 15 мкм и рабочей поверхностью около 0,2 $см^3$;
- электрод сравнения – хлорсеребряный (ХСЭ) в 1,0 $моль/дм^3$ растворе хлорида калия с сопротивлением не более 3,0 кОм;
- тефлоновые трубки для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Дозаторы пипеточные любого типа с диапазоном объема дозирования от 10 до 200 мкл и дискретностью установки не более 1 мкл [2].

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919 или других марок.

Муфельная печь типа ПМ-8 или МР-64-0215 по ГОСТ 9736

или электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 600 °С с границей погрешностью измерений ± 25 °С,

или комплекс пробоподготовки “Темос–Экспресс” с диапазоном рабочих температур от 50 °С до 650 °С с погрешностью измерений ±15 °С (изготовитель ООО “ИТМ”, г.Томск).

Аппарат для дистилляции воды АСД–4 по ГОСТ 15150 или [3].

Щипцы тигельные по [4].

Вертушка магнитной мешалки ММ4 (Польша) и стержень (мешалка), изготовленный из железной проволоки длиной 10 – 15 мм, толщиной 1 мм, герметично впаянный в термостойкую стеклянную трубку.

Допускается использовать другое оборудование и приборы, позволяющие воспроизводить технические и метрологические характеристики, указанные в данной методике анализа.

7.2 Посуда

Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2-го класса точности вместимостью 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 10,0 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336 или посуда мерная лабораторная стеклянная 2–го класса точности по ГОСТ 1770: колбы наливные вместимостью 25,0; 50,0; 100,0 и 1000,0 $см^3$; цилиндры вместимостью 10,0 $см^3$.

Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

7.3 Реактивы и материалы

Государственные стандартные образцы состава водных растворов иодид-ионов с погрешностью не более 1,0 % отн. при P=0,95. Концентрация иодид-ионов в стандартном образце должна быть не менее 1,0 мг/$см^3$. Например, ГСО 6088–91 – раствор иодид–ионов концентрации 1,0 мг/$см^3$ (1000 мг/$дм^3$).

Калий йодистый [5] или ГОСТ 4232 х.ч..

Калий азотнокислый по ГОСТ 4217 х.ч..

Калий хлористый по ос.ч. [6].

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Натрий двууглекислый (пищевая сода) по ГОСТ 2156.

Кислота аскорбиновая (витамин С) [7].

Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 11125 ос.ч или по ГОСТ 4461 х.ч..

Кислота серная концентрированная по ГОСТ 14262 ос.ч. или по ГОСТ 4204 х.ч..

Вода бидистиллированная [8] или дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в присутствии серной кислоты (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 3 $см^3$ 3 % -ного раствора калия марганцовокислого на 1 $дм^3$ дистиллированной воды).

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Бумага индикаторная универсальная (pH 1 – 10) [9].

Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026 или фильтры обеззоленные (синяя лента).

Азот газообразный по ГОСТ 9293.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка приборов к работе

Подготовку и проверку анализаторов вольтамперометрических или полярографов, а также нагревательных приборов проводят в соответствии с Инструкцией по эксплуатации и Техническому описанию соответствующего прибора.

8.2 Подготовка лабораторной посуды

Кварцевые стаканчики протирают натрием двууглекислым, промывают раствором азотной кислоты (1:1) и многократно бидистиллированной водой. Прокаливают в муфельной печи при температуре 400 °С – 550 °С и хранят закрытыми калькой или в эксикаторе в сухом виде.

8.3 Приготовление индикаторного электрода и электрода сравнения

8.3.1 Подготовка индикаторного ртутно-пленочного электрода

Индикаторный ртутно-пленочный электрод представляет собой фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 0,8 мм, выступающей наружу на 5 – 7 мм. Площадь поверхности составляет примерно 20 мм^2 (поставляется потребителю в готовом виде). Для подготовки электрода к работе на поверхность серебра наносят пленку ртути. Покрытие ртутью производят путем опускания рабочей части электрода (серебряной проволоки) в металлическую ртуть на 2 – 3 с, затем ртуть растирают фильтровальной бумагой для равномерного распределения по поверхности серебра. Электрод промывают бидистиллированной водой. Процедуру амальгамирования рабочей поверхности электрода повторяют ежедневно.

8.3.2 Подготовка к работе электрода сравнения и вспомогательного электрода

В качестве электрода сравнения и вспомогательного электрода используют хлорсеребряные электроды. Новые хлорсеребряные электроды заполняют одномолярным раствором калия хлористого и выдерживают не менее 12 ч для установления равновесного значения потенциала. После проведения анализов электроды хранят, опустив их в одномолярный раствор калия хлористого. Перед использованием электроды тщательно ополаскивают бидистиллированной водой.

8.4 Приготовление растворов

8.4.1 Основным раствором ***иодид–ионов*** является государственный стандартный образец (ГСО 6088–91 или др.) состава растворов иодид-ионов с аттестованным значением концентрации 1000,0 мг/дм^3.

Рекомендуется использовать инструкцию по применению ГСО.

8.4.2 При отсутствии ГСО раствора ***иодид–ионов*** возможно приготовление основного раствора из соли калия йодистого марки х.ч. или ос.ч. по ГОСТ 4212 следующим образом:

Реактив калий йодистый высушивают до постоянной массы при 105 °С – 110 °С. Навеску (0,1308 ± 0,0002) г калия йодистого помещают в колбу объемом 100,0 $см^3$, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Защищают от воздействия света с помощью посуды из темного стекла или посуды, обернутой светозащитной бумагой.

8.4.3 Аттестованные смеси серий АС-1, АС-2, АС-3 и АС-4 с содержанием иодид-ионов по 100,0; 10,0; 5,0; 2,5 и 2,0 мг/$дм^3$ соответственно готовят разбавлением исходных растворов в мерных колбах бидистиллированной водой, согласно таблице 2.

При повторном приготовлении растворы выливают, колбы не промывают водой, а заполняют свежеприготовленным раствором той же концентрации.

Таблица 2 - Приготовление аттестованных смесей (АС) иодид-ионов

Концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/$дм^3$	Отбираемый объем, $см^3$	Объем мерной посуды, $см^3$	Концентрация приготовленного раствора АС, мг/$дм^3$	Код полученного (АС) раствора иодид-иона
1000,0	2,50	25,00	100,0	АС-1
100,0	2,50	25,00	10,0	АС-2
10,00	1,25	25,00	5,00	АС-3
10,0	2,50	10,0	2,50	АС-4
10,0	2,00	10,0	2,00	АС-5

АС-1 устойчива в течение 3 мес. при хранении в посуде, защищенной от воздействия света.

АС-2, АС-3 - в течение 30 дней при хранении в посуде, защищенной от воздействия света;

АС-4, АС-5 - в течение 10 дней при хранении в посуде, защищенной от воздействия света.

8.4.4 Раствор калия хлористого концентрации 1,0 моль/дм^3

Навеску калия хлористого массой (7,46 ± 0,01) г помещают в колбу объемом 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.4.5 Раствор калия азотнокислого концентрации 0,1 моль/дм^3

Навеску калия азотнокислого массой (1,01 ± 0,01) г помещают в колбу объемом 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.4.6 Раствор калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/дм^3

Навеску калия азотнокислого массой (5,05 ± 0,01) г помещают в колбу объемом 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.4.7 Рабочий раствор серной кислоты концентрации 1 моль/дм^3

В колбу вместимостью 100 см^3, наполовину заполненную бидистиллированной водой, вносят 6,0 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.4.8 Раствор натрия концентрации 2,5 моль/дм^3

Навеску натрия гидроокиси массой 10,0 г помещают в колбу вместимостью 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят до метки бидистиллированной водой.

8.4.9 Азотную кислоту (марки ХЧ) рекомендуется перегонять.

8.5 Подготовка проб

Подготовка проб проводится с целью устранения мешающего влияния органических веществ и неорганических элементов, а так же для перевода всех форм йода в электрохимически определяемую форму – йодид-иона.

Рекомендуемые навески (объемы) проб пищевых продуктов и продовольственного сырья приведены в таблице 3. Навески проб берут с точностью до 0,001 г, а объемы проб – с точностью до 0,01 см^3.

Таблица 3 Рекомендуемые навески (объемы) проб пищевых продуктов и продовольственного сырья

Объект анализа	Диапазоны определяемых концентраций, мг/кг или мг/дм^3	Навеска или объем пробы, г или см^3
Напитки безалкогольные, воды питьевые, минеральные, йодированные	от 0,001 до 0,05 включ.	1 – 5
Молоко и молочные, кисломолочные и жировые продукты	от 0,005 до 0,05 включ.	0,1 – 3
Мясо (в том числе мясо птиц) и мясопродукты, рыба, морские млекопитающие, морские беспозвоночные и продукты их переработки, яйцо	От 0,01 до 2,0 включ.	0,1 – 0,5
Зерно, корма, крупа, хлеб, хлебобулочные изделия, дрожжи	от 0,05 до 5,0 включ.	0,1 – 0,5
Овощи, фрукты и продукты их переработки	от 0,01 до 0,1 включ.	0,1 - 1
Продукты обогащенные йодом (в том числе ламинария, кисели, БАД, гематоген и др.)	от 0,3 до 5,0 включ.	0,05 – 0,1
Соль пищевая йодированная, сахар	От 10 до 50 включ.	0,1 - 1

Для анализа используют две параллельных пробы и одну холостую или две параллельных и одну резервную пробы.

При подготовке проб различных объектов следует учитывать специфические особенности, отмеченные в 8.5.4.

8.5.1 Отбирают навески (или объемы) пробы согласно таблицы 3, помещают в кварцевые стаканчики объемом 20 – 25 см^3, добавляют в каждый стаканчик по 1,0 см^3 раствора натрия гидроокиси концентрации 2,5 моль/дм^3 и по 2,0 см^3 раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/дм^3.

8.5.2 Стаканчики помещают на плитку или в комплекс пробоподготовки «Темос–Экспресс» с температурой 130 °С до полного высушива-

ния пробы. После этого температуру комплекса увеличивают до **180 °С** и выдерживают 10 мин, затем увеличивают температуру до **250** °С (или стаканчик помещают в муфель с такой же температурой) и выдерживают 15 мин, затем увеличивают температуру до **320** °С и выдерживают 10 мин, затем увеличивают температуру до **580** °С и выдерживают 30 мин (крышку комплекса пробоподготовки «Темос–Экспресс» при этом закрывают).

Стаканчики с осадком пробы вынимают, охлаждают, добавляют по 1,0 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/$дм^3$ в каждый стаканчик. Температуру в комплексе устанавливают 130 – 150 °С, помещают стаканчики с пробой и заново пробу высушивают, затем увеличивают температуру до 580 °С и выдерживают пробу 15 мин при закрытой крышке комплекса «Темос-экспресс». Обработку проб с азотнокислым калием проводят 2 – 3 раза.

После такой обработки осадок в стаканчиках имеет белый цвет без вкраплений черных или серых частиц пробы.

Стаканчики с пробой охлаждают, добавляют в каждый стаканчик по 8 $см^3$ бидистиллированной воды и по 1,6 – 1,8 $см^3$ серной кислоты концентрации 1,0 моль/$дм^3$. Проверяют кислотность раствора по индикаторной бумаге; значение pH раствора должна быть от 3 до 5.

Примечание 1. Серную кислоту в стаканчики добавляют порциями: сначала добавляют 1,0 $см^3$ серной кислоты концентрации 1,0 моль/$дм^3$, перемешивают, проверяют pH раствора по индикаторной бумаге, а затем добавляют 0,6 – 0,8 $см^3$ серной кислоты концентрации 1,0 моль/$дм^3$, доводя pH раствора до значения 3 – 5.

8.5.3 Затем в каждый стаканчик добавляют примерно по 0,02 г сухого порошка аскорбиновой кислоты, тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Пробы в стаканчиках готовы к измерению.

8.5.4 Особенности подготовки проб различных групп пищевых продуктов

8.5.4.1 Подготовка проб ***жировых продуктов*** (сливочное масло, маргарин, сметана и др.) с содержание жира более 3 % масс. проводят следующим образом:

Навески пробы массой по 1,0 г, взвешенные с точностью до 0,001 г помещают в кварцевые стаканчики объемом 20 – 25 $см^3$, добавляют в каждый стаканчик по 3,0 $см^3$ раствора натрия гидроокиси концентрации 2,5 моль/$дм^3$ и по 7,0 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/$дм^3$, накрывают крышками и помещают на плитку или в комплекс пробоподготовки «Темос–экспресс» с температурой 105 °С –

110 °С на 30 мин. После этого раствор хорошо перемешивают, из полученного раствора (минерализата) отбирают пипеткой по 1,00 $см^3$ раствора с точностью до 0,01 $см^3$, помещают в чистые кварцевые стаканчики объемом 25 $см^3$.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

8.5.4.2 Подготовка проб ***напитков, йодированных калием йодистым*** проводится следующим образом:

После вскрытия бутыли с газированной водой или напитком отбирают порцию примерно 200 $см^3$ в чистый стакан, защищают от действия солнечного света и обезгаживают одним из следующих способов:

а) пропускают через раствор ток инертного газа (азота) в течение 10 – 15 мин.

б) подкисляют раствором серной кислоты концентрации 1 моль/$дм^3$, проверяют по индикаторной бумажке pH раствора (значение pH должно быть 2 -3) и перемешивают на магнитной мешалке в течение 5 - 1 0 мин для удаление углекислого газа.

Далее для анализа берут аликвоту обезгаженной пробы и приступают к измерениям.

8.5.4.3 Подготовка проб ***соли поваренной, йодированной калием йодистым***

Навеску соли массой 0,500 г, взятой с точностью до 0,001 г помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, перемешивают и доводят бидистиллированной водой до метки. Для анализа берут аликвоту пробы объемом 0,2 – 1,0 $см^3$ с точностью до 0,01 $см^3$.

8.5.4.4 Подготовка проб ***хлеба, хлебобулочных изделий (йодированных йодом любой формы) и дрожжей*** проводят следующим образом:

Навески пробы тщательно гомогенизированного образца массой 0,1 - 0,2 г, взвешенные на аналитических весах с точностью до 0,001 г, помещают в кварцевые стаканчики вместимостью 20,0 $см^3$, добавляют по 1,0 $см^3$ раствора натрия гидрокиси мольной концентрации 2,5 моль/$дм^3$, 2 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/$дм^3$ в каждый стаканчик. Тщательно перемешивают.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

8.5.4.5 Подготовка проб ***биологически активных добавок (БАД)***

Для получения гомогенизированной средней пробы содержание 5 - 10 таблеток (капсул, предварительно очищенных от оболочки) БАД рас-

тирают в фарфоровой ступке. Отбор пробы БАД для анализа соответствует СанПиН 2.3.2.1290-03 [10].

Навеску пробы массой от 0,2 до 0,05 г, взятую с точностью до 0,001 г, помещают в кварцевый стаканчик объемом по 20 – 25 $см^3$, добавляют 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды и выдерживают в течение 60 мин, время от времени перемешивая раствор. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр «синяя лента» в другой чистый кварцевый стаканчик, из отфильтрованного раствора берут аликвоту объемом 2,0 $см^3$ с точностью до 0,01 $см^3$, добавляют 1,0 $см^3$ раствора натрия гидроокиси концентрации 2,5 моль/$дм^3$ и 2,0 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/$дм^3$.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

8.5.4.6 Подготовка проб ***биологически активных добавок (БАД) – ламинария – сырье для приготовления БАД***

Навески пробы (ламинария) массой 0,050 г, взятые с точностью до 0,001 г, помещают в кварцевые стаканчики объемом по 20 – 25 $см^3$, добавляют в каждый стаканчик по 1,0 $см^3$ раствора натрия гидроокиси концентрации 2,5 моль/$дм^3$ и 2,0 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/$дм^3$.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

Затем раствор из стаканчика переносят в мерную колбу вместимостью 50,0 $см^3$, стаканчик ополаскивают бидистиллированной водой несколько раз, сливая воду в колбу. Доводят объем колбы до метки бидистиллированной водой.

Для анализа отбирают из колбы аликвоту объемом 0,1 - 0,2 $см^3$ с точностью до 0,01 $см^3$.

8.5.4.7 Отбор и подготовка ***проб молока и кисломолочных продуктов***

Аликвоты пробы объемом 1,0 $см^3$ (для молока), взятые дозатором или пипеткой с точностью до 0,01 $см^3$, или навески пробы массой 1,0 г (для молочных продуктов), взятые с точностью до 0,001 г, помещают в кварцевые стаканчики объемом 20 – 25 $см^3$, добавляют в каждый стаканчик по 1,0 $см^3$ раствора натрия гидроокиси концентрации 2,5 моль/$дм^3$ и 2,0 $см^3$ раствора азотнокислого калия концентрации 0,5 моль/$дм^3$.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

8.5.4.8 Подготовку проб ***мяса (в том числе мясо птиц) и мясопродуктов, рыбы, морских млекопитающих, морских беспозвоночных и продукты их переработки*** проводят следующим образом:

навески гомогенизированной пробы массой по 0,1 – 0,5 г, взятые с точностью до 0,001 г, помещают в кварцевые стаканчики объемом 20 –

25 см^3, добавляют в каждый стаканчик по 1,0 см^3 раствора натрия гидроокиси концентрации 2,5 моль/дм^3 и по 2,0 см^3 раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/дм^3.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

8.5.4.9 Подготовку проб ***яиц*** проводят следующим образом:

навески гомогенизированной пробы массой по 0,1 – 0,5 г, взятые с точностью до 0,001 г, помещают в кварцевые стаканчики объемом 20 – 25 см^3, добавляют в каждый стаканчик по 1,0 см^3 раствора натрия гидроокиси мольной концентрации 2,5 моль/дм^3 и по 2,0 см^3 раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/дм^3.

Далее проводят операции по разделу 8.5.2

8.5.4.10 Подготовку холостых проб проводят в тех же условиях, что и пробоподготовку анализируемых объектов, со всеми реактивами, но без внесения анализируемого объекта, используя вместо него бидистиллированную воду.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Порядок проведения измерений:

- проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту;
- оценка качества рабочих электродов (измерение фона, измерение контрольной пробы методом «введено-найдено»)
- регистрацию вольтамперограмм раствора "холостой" пробы;
- регистрацию вольтамперограмм раствора реальной пробы ;
- регистрацию вольтамперограмм раствора пробы с добавками рабочих растворов (аттестованных смесей).

9.1 *Выполнение измерений при определении массовой концентрации йода с использованием вольтамперометрического анализатора СТА (с программным обеспечением Windows)*

Фоновой электролит – раствор калия азотнокислого концентрации 0,1 моль/дм^3

Потенциал электролиза – 0,0 В.

Диапазон развертки потенциала – от 0,0 В до минус 1,2 В.

Режим развертки потенциала – дифференциально-импульсный.

Скорость развертки потенциала – 20 мВ/с.

Потенциал катодного пика – (минус 0,30 $\pm$ 0,05) В.

Электроды :

рабочий электрод – ртутно-пленочный ;

электрод сравнения – хлорсеребряный в 1,0 моль/дм^3 растворе

хлорида калия с сопротивлением не более 3,0 кОм.

Стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 20 – 25 $см^3$.

Тефлоновые трубочки для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный вольтамперометрический комплекс.

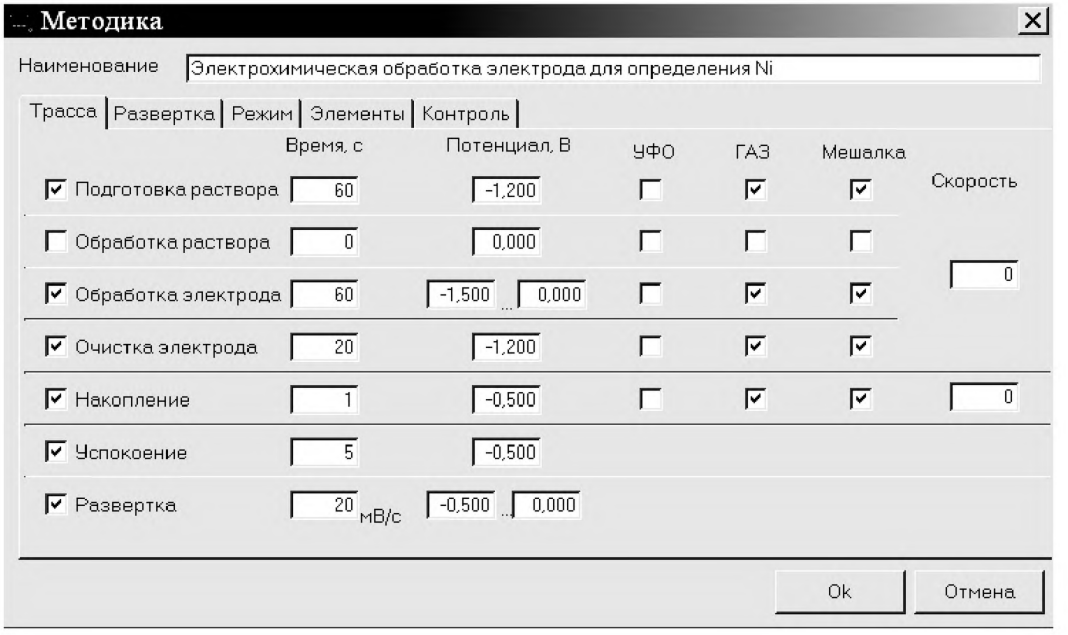
9.1.1 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту (электрохимическая очистка индикаторного электрода)

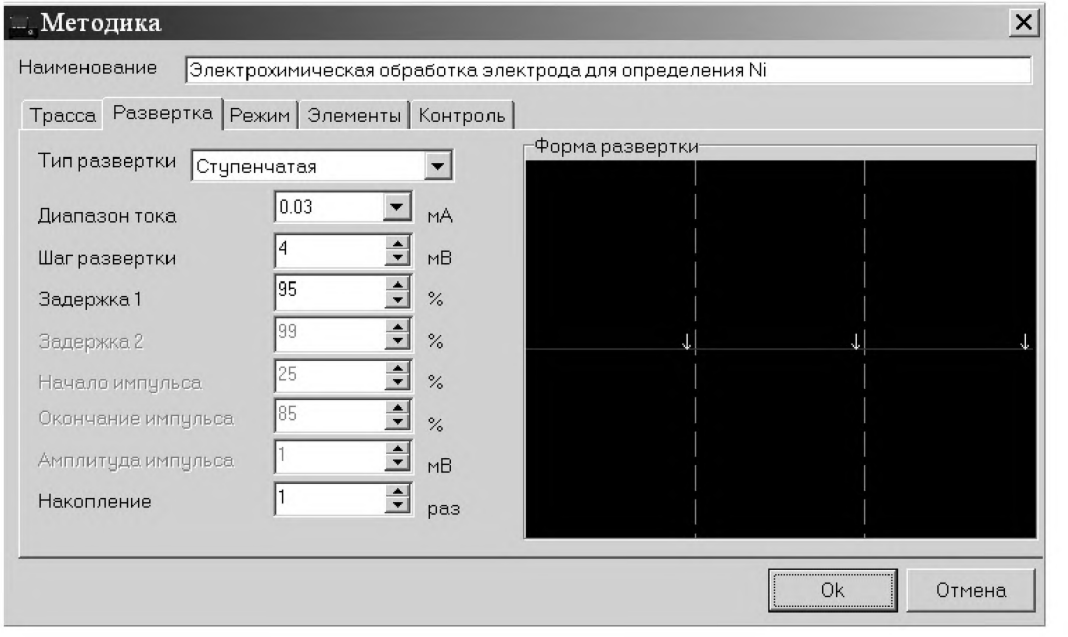
В три чистых кварцевых стаканчика вместимостью 20 – 25 $см^3$ наливают по 9 – 10 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют по 0,1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты (ос.ч.). Этот раствор служит для очистки поверхности ртутнопленочного электрода.

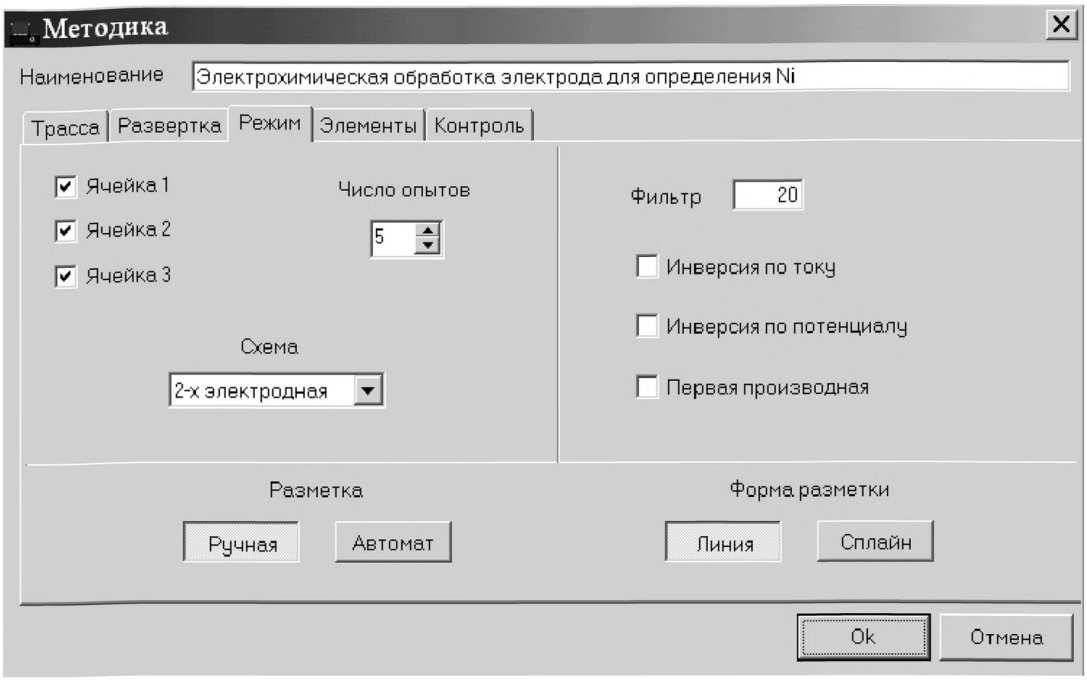
Опускают в раствор индикаторные электроды, электроды сравнения, тефлоновые трубочки для инертного газа и подключают их к соответствующим клеммам прибора в каждой ячейке.

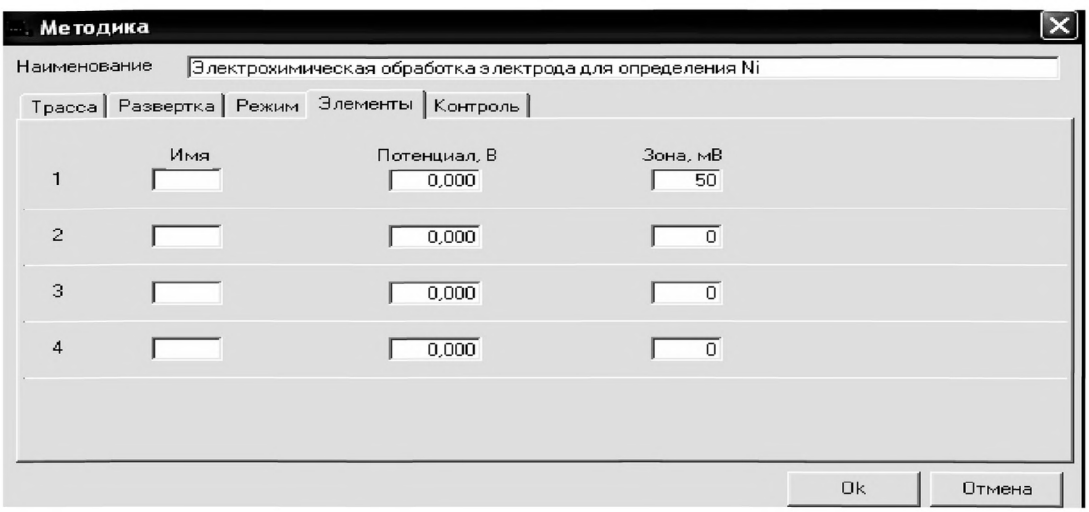
Загружают файл созданной заранее методики (***полностью подходит файл*** «Электрохимическая обработка электрода для определения Ni»), в главном меню выбирают пункт  **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ)** или создают новую методику для очистки поверхности индикаторного электрода.

Создание новой методики (см. «Руководство пользователя» раздел.3.1 «Создание новой методики»). В главном меню выбирают пункт  **Методика / Новая методика.** Вводят следующие параметры:


Методика
Наименование
Электрохимическая обработка электрода для определения Ni
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Время, с
Потенциал, В
УФО
ГАЗ
Мешалка
Скорость
Подготовка раствора
60
-1,200
Обработка раствора
0
0,000
Обработка электрода
60
-1,500
0,000
0
Очистка электрода
20
-1,200
Накопление
1
-0,500
0
Успокоение
5
-0,500
Развертка
20
мВ/с
-0,500
0,000
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Электрохимическая обработка электрода для определения Ni
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Тип развертки
Ступенчатая
Форма развертки
Диапазон тока
0.03
мА
Шаг развертки
4
мВ
Задержка 1
95
%
Задержка 2
99
%
Начало импульса
25
%
Окончание импульса
85
%
Амплитуда импульса
1
мВ
Накопление
1
раз
Ok
Отмена





Сохраняют методику: или в команде главного меню «**Сохранить методику**» или панели управления (например **«Электрохимическая обработка электрода»**).

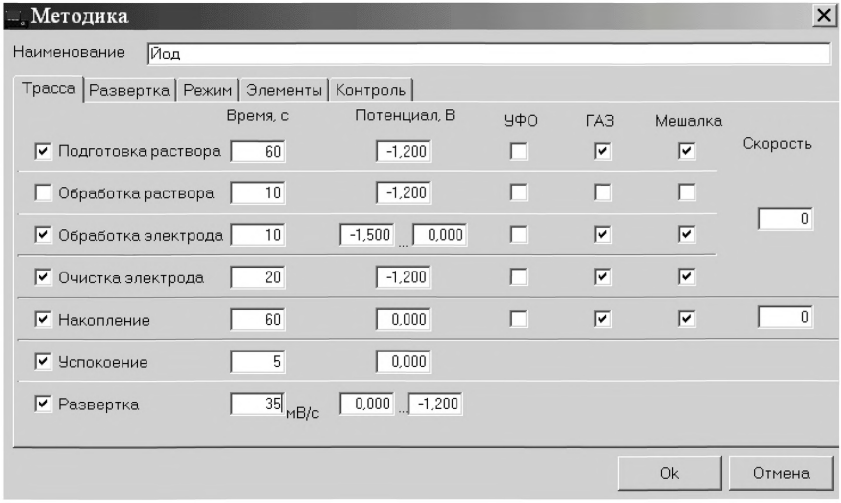
Убирают стаканчики с азотной кислотой, раствор выливают, ополаскивают электроды бидистиллированной водой. Электроды готовы для определения иодид-ионов.

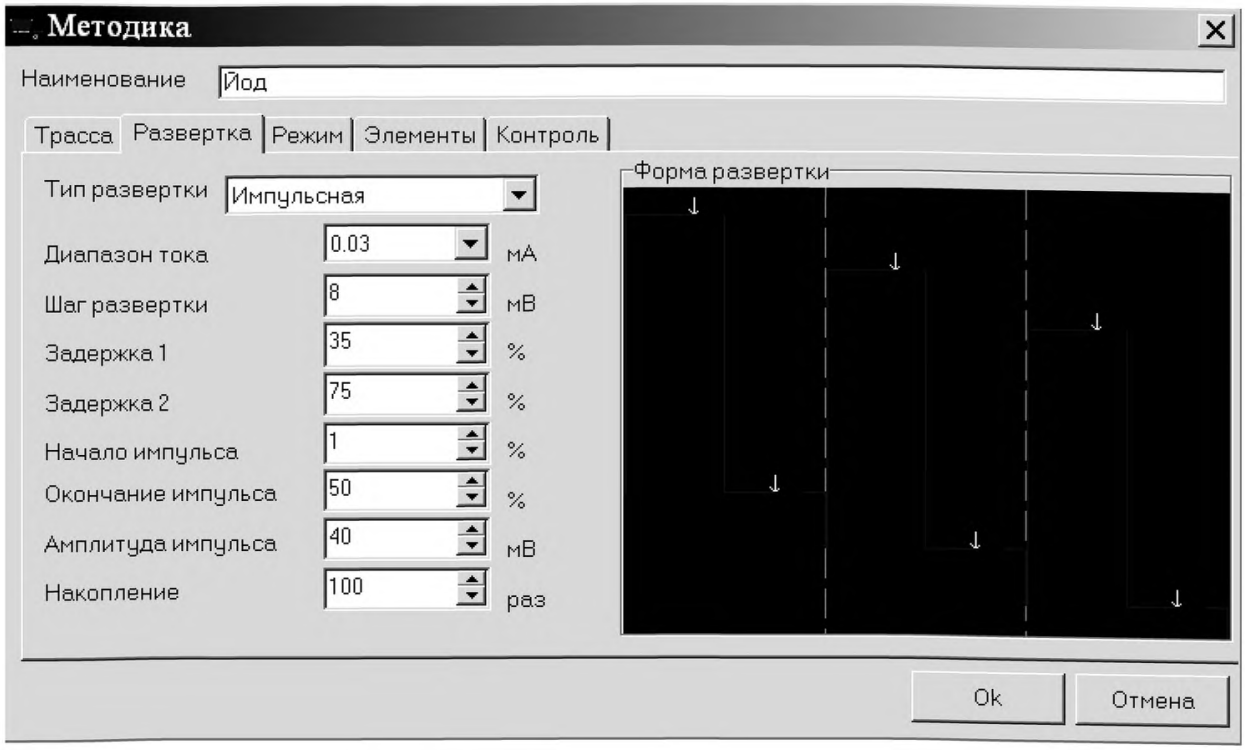
9.1.2 Оценка качества приготовленных электродов

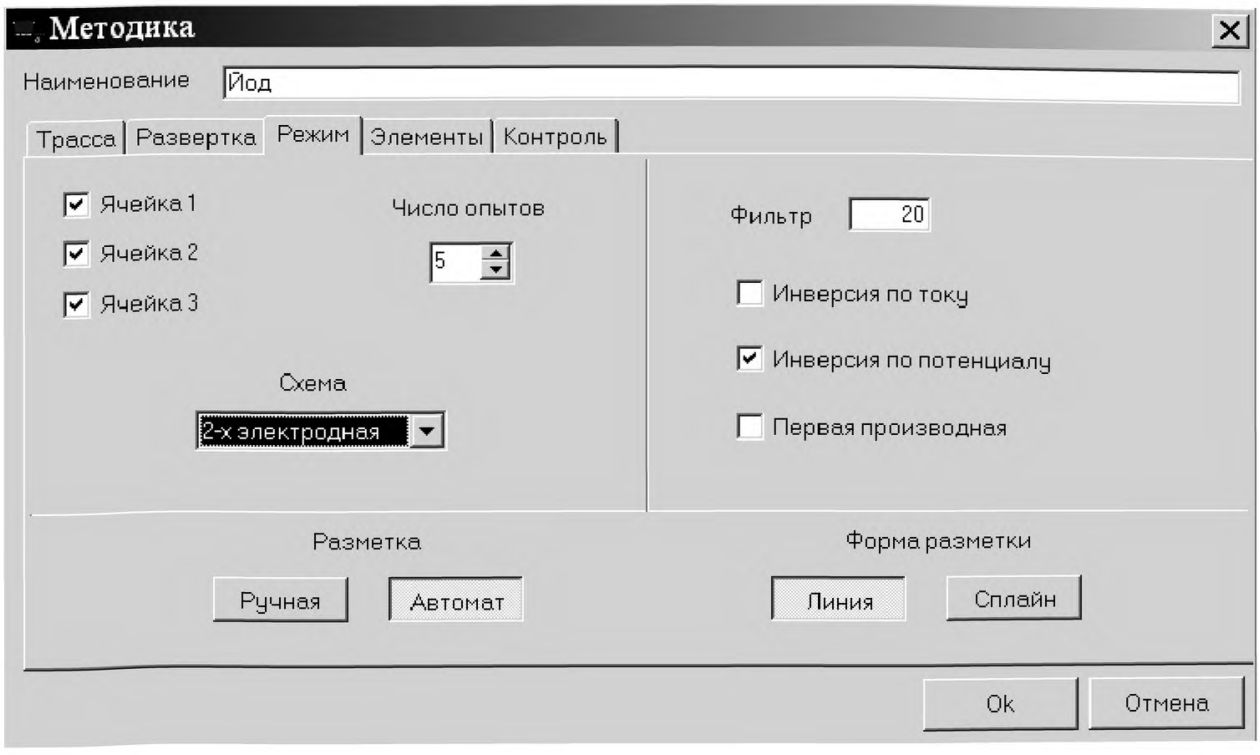
Для оценки качества приготовленных электродов проводят следующие операции:

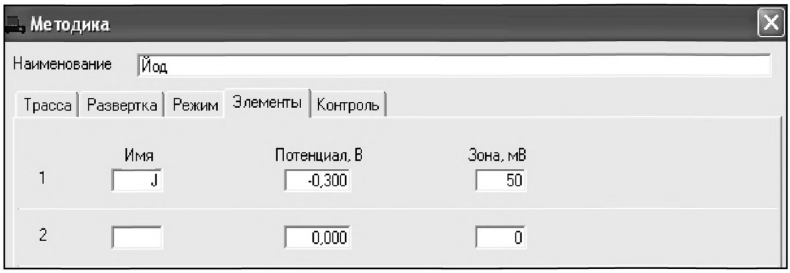
Загружают файл созданной заранее методики (например, **«Йод»**), в главном меню выбирают пункт  **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ)** или создают новую методику.

Создание новой методики (см. «Руководство пользователя» раздел.3.1 «Создание новой методики»). В главном меню выбирают пункт  **Методика / Новая методика.** Вводят следующие параметры.




Методика
Наименование
Йод
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Тип развертки
Импульсная
Диапазон тока
0.03
мА
Шаг развертки
8
мВ
Задержка 1
35
%
Задержка 2
75
%
Начало импульса
1
%
Окончание импульса
50
%
Амплитуда импульса
40
мВ
Накопление
100
раз
Форма развертки
Ok
Отмена


Методика
Наименование
Йод
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Ячейка 1
Ячейка 2
Ячейка 3
Число опытов
5
Фильтр
20
Инверсия по току
Инверсия по потенциалу
Первая производная
Схема
2-х электродная
Разметка
Ручная
Автомат
Форма разметки
Линия
Сплайн
Ok
Отмена



Сохраняют методику: в команде главного меню «**Сохранить методику**» или панели управления (например ««**Определение йода в напитках**»).

Измерение фона. В чистые стаканчики наливают по 10 см^3 раствора калия азотнокислого концентрации 0,1 моль/дм^3, стаканчики помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду « **ФОН**» (см. «Руководство пользователя» раздел 4.2 «Запуск анализа фонового раствора»).

Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»,).

При наличии на вольтамперных кривых пиков определяемого элемента высотой более 0,2 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого элемента (или были менее 0,2 мкА).

Измерение контрольной пробы (см. «Руководство пользователя» раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»)

В стаканчик с фоновым электролитом вносят пипеткой или дозатором по 0,01 см^3 АС–3 иодид-ионов концентрации 10,0 мг/дм^3. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием 0,01 мг/дм^3 при объеме пробы 10 см^3 .

Запускают команду « **Получение вольтамперограмм пробы**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимо-

стей»), удаление «выпадающих» кривых (см. раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»).

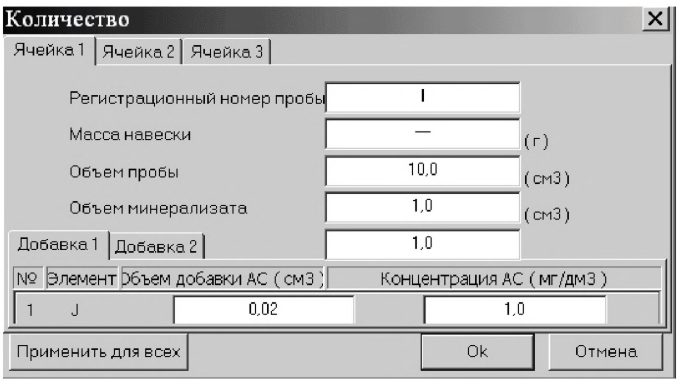
Измерение пробы с добавкой (см. «Руководство пользователя», раздел 4.7 «Запуск анализа добавки»).

Вносят в стаканчики с пробой добавки АС йодид-ионов объемом 0,01 см^3 АС–3 иодид-ионов концентрации 10,0 мг/дм^3. Запускают команду « **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку аналогично.

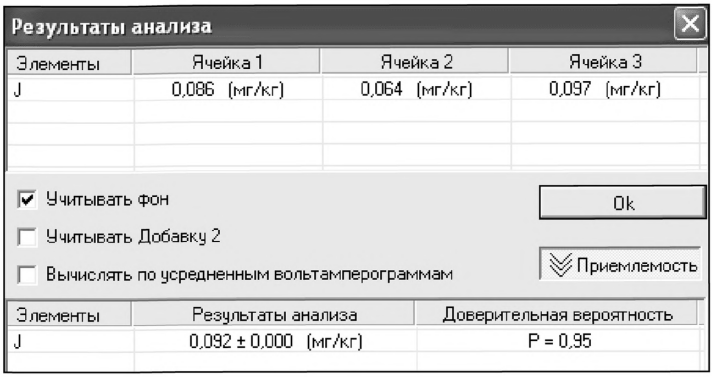
В окне «Результаты измерения сигналов» отображаются результаты разметки для всех типов вольтамперограмм.

Расчет массовой концентрации йодид-ионов в контрольной пробе

Заполняют таблицу «**Количество**» , например:



Для перехода в таблицу «**Концентрация**» в главном окне на панели управления нажимают кнопку – **Окно просмотра результаты анализа.** (См. «Руководство пользователя», раздел 4.9 «Вычисление концентрации»



Если расхождение между полученными и введенными концентрациями не превышает 20 %, ртутно-пленочные электроды считают пригодными к работе. После этого приступают к измерению при анализе проб в такой же последовательности.

9.1.3 Выполнение измерений при анализе реальной пробы анализируемого продукта (кроме проб соли, напитков, вод и БАД) на содержание йода

Одновременно рекомендуется проводить измерения при анализе двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

Стаканчики с пробой анализируемого объекта, подготовленные для измерения по разделу «Подготовка пробы» методики количественного химического анализа, помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду «**Получение вольтамперограмм пробы**» (см. Руководство пользователя раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»). Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»).

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС йодид-ионов в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза ((по 0,01 $см^3$ АС–3 иодид-ионов концентрации 10,0 $мг/дм^3$).

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

9.1.4 Выполнение измерений при анализе реальной пробы анализируемого продукта (для проб соли, напитков, воды и БАД) на содержание йода

Одновременно рекомендуется проводить измерения при анализе двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

Проводят измерение фона. В чистые стаканчики наливают по 10 см^3 раствора калия азотнокислого концентрации 0,1 моль/дм^3, стаканчики помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду «  **ФОН**» (см. «Руководство пользователя» раздел 4.2 «Запуск анализа фонового раствора»).

Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»,).

При наличии на вольтамперных кривых пиков определяемого элемента высотой более 0,2 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого элемента (или были менее 0,2 мкА).

Далее в стаканчик с раствором фонового электролита добавляют аликвоту пробы подготовленной по разделу «Подготовка проб» (для напитков по 8.5.4.2; для соли поваренной по 8.5.4.3; для БАД (ламинария) по 8.5.4.6) помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы**» (см. Руководство пользователя раздел 4.6 «Запуск анализа пробы»). Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их разметку (см. «Руководство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых» (см. «Руководство пользователя», раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»).

В стаканчики с пробой с помощью пипетки или дозатора вносят добавки АС йодид-ионов в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза ((по 0,01 см^3 АС–3 иодид-ионов концентрации 10,0 мг/дм^3).

Запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы с добавкой**». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку так же, как и при измерении пробы.

9.1.5 Вычисление массовых концентраций определяемых элементов

В таблице «**Количество**» . для каждой активной ячейки указывают: массу навески или объем пробы, объем минерализата, пошедший на растворение озолённой пробы, и объем аликвотной части подготовленной к анализу пробы.

Нажимают кнопку –  **Окно просмотра результатов анализа** в главном окне на панели управления.

В таблице представлены значения массовых концентраций йода для каждой из параллельных проб. Нажимают кнопку [**Приемлемость**], в случае, когда результаты измерений параллельных проб приемлемы, вычисляется среднее арифметическое значение, которое принимают за результат анализа.

9.1.6 Сохранение документа

Для сохранения документа на панели управления нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ/Сохранить в архиве.** (См. «Руководство пользователя», раздел 5 «Работа с документом»).

Для печати вольтамперных кривых на принтере нажимают кнопку  или в главном меню выбирают пункт **Документ / Печать графиков** (См. «Руководство пользователя», раздел 6 «Печать»).

Данные результата анализа могут быть распечатаны в виде протокола в формате Microsoft ® Word по существующему шаблону отчета (См. «Руководство пользователя», раздел 7.2). Так же возможно создание шаблона по требуемому типу оформления отчета (См. «Руководство пользователя», раздел 7.1).

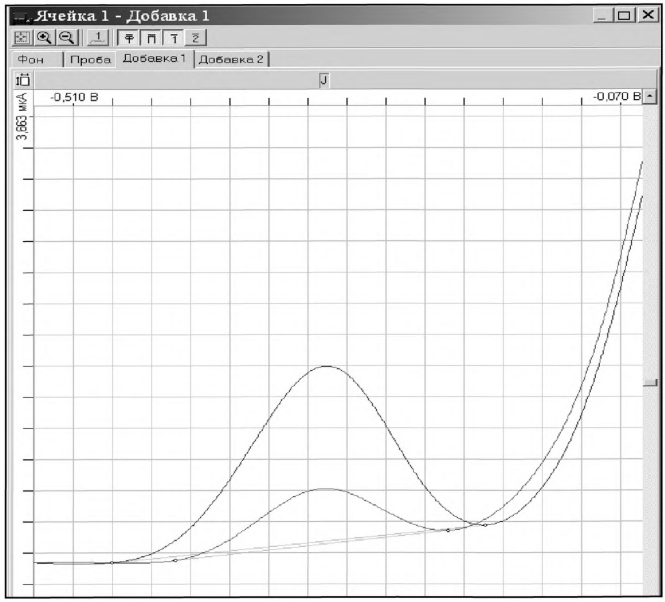


Рисунок 2. Вольтамперограммы измерения массовой концентрации йодид-ионов в пробе и в пробе с добавкой АС йодид-ионов

10 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

При использовании вольтамперометрического анализатора в комплекте с компьютером регистрацию и обработку результатов измерений аналитических сигналов и расчет массовых концентраций йода в пробе (мг/кг или мг/дм^3) выполняет система сбора и обработки данных анализатора.

При использовании полярографов в комплекте с самописцем обработку результатов измерений аналитических сигналов определяемого компонента, расчет массовых концентраций компонента в пробе (мг/кг или мг/дм^3) проводят следующим образом:

10.1 Расчет массовой концентрации компонента в пробе

10.1.1 Для определяемого компонента рассчитывают среднее арифметическое (I_1) не менее чем из трех значений воспроизводимых аналитических сигналов, полученных при регистрации вольтамперограмм раствора пробы.

Такой же расчет проводят и для вольтамперограмм при регистрации раствора анализируемой пробы с добавкой АС соответствующего компонента, получают значение I_2.

10.1.2 Вычисляют массовую концентрацию определяемого компонента (X_i) в пробе по формуле (1):

$$X_i = \frac{I_1 \cdot C_{AC} \cdot V_{AC} \cdot V_{пр}}{(I_2 - I_1) \cdot V_{ал} \cdot m}, \quad (1)$$

где: X_i – содержание компонента в анализируемой пробе, мг/кг или мг/дм^3;

C_{AC} – концентрация аттестованной смеси иодид-ионов, из которой делается добавка, мг/дм^3;

V_{AC} – объем добавки АС иодид-ионов, см^3;

I_1 – величина максимального катодного тока в анализируемой пробе, А или мм;

I_2 – величина максимального катодного тока в пробе с добавкой АС, А или мм;

m – масса анализируемой пробы, г или объем пробы, см^3;

$V_{пр}$ – объем раствора приготовленной пробы, см^3;

$V_{ал}$ – объем аликвоты раствора пробы, взятой для ВА измерения, см^3.

10.1.3 Вычисления проводят по 10.1.2 для каждой из двух параллельных анализируемых проб; получают соответственно значения X_1 и X_2

10.2 Проверка приемлемости результатов измерений

10.2.1 Проверяют приемлемость полученных результатов параллельных определений. Расхождение между полученными результатами двух параллельных анализируемых проб не должно превышать предела повторяемости r. Значение предела повторяемости для двух результатов параллельных определений приведено в таблице 4.

Таблица 4 – Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Элемент	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг или мг/дм^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Критическая разность (для четырех результатов параллельных определений), *CR(4)*
Йод	От 0,001 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 50 включ.	$0{,}34 \cdot \overline{X}$ $0{,}20 \cdot \overline{X}$	$0{,}43 \cdot \overline{X}$ $0{,}25 \cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ – среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента			

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \qquad (2)$$

Абсолютное значение предела повторяемости рассчитывается для среднеарифметического значения результатов двух параллельных определений

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} \qquad (3)$$

по выражению, приведенному в таблице 4.

При выполнении условия (2) значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого компонента в пробе.

10.2.2 При превышении предела повторяемости (*r*) необходимо дополнительно получить еще два результата параллельных определений. Если при этом размах ($X_{max} - X_{min}$) результатов четырех параллельных определений равен или меньше критическая разность *CR(4)*, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Значения критической разности *CR(4)* для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 4.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше критической разности *CR(4)*, выясняют причины появления неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости

по РМГ-76 [11] или разделу А.2 приложения А настоящего документа на методику.

10.3 Числовое значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение предела повторяемости результатов параллельных определений, содержащего не более двух значащих цифр.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Результаты измерений хранят в памяти компьютера (при использовании компьютеризированного вольтамперометрического анализатора) или оформляют записью в журнале. При этом приводят сведения об анализируемой пробе, условиях измерений, дате получения результата измерений. Запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее измерения.

11.2 Результат измерения (анализа) в документах, выдаваемых лабораторией, представляют в следующих видах :

$\left(\overline{X} \pm \Delta\right)$, мг/кг или мг/дм^3, P=0,95

или $\left(\overline{X} \pm \Delta_{Л}\right)$, мг/кг или мг/дм^3, P=0,95, при условии $\Delta_{Л} \leq \Delta$,

где: X – результат измерения, полученный в соответствии с настоящим документом на методику выполнения измерений;

$\pm\ \Delta_{Л}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики лаборатории;

$\pm\ \Delta$ – значения характеристики погрешности настоящей методики выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \qquad (4)$$

где относительное значение показателя точности (характеристики погрешности – δ) методики, приведенное в таблице 1.

Примечание: Характеристику погрешности результатов измерений при реализации методики в лаборатории допускается устанавливать по формуле

$$\Delta_{Л} = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (5)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 12.3 и 12.4 настоящего документа.

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

12.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности результатов анализа при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности, среднеквадратического отклонения повторяемости).

12.2 Оперативный контроль процедуры анализа **(выполнения измерений) проводят:**

– при внедрении методики выполнения измерений в лаборатории;

– при появлении факторов, которые могут повлиять на стабильность процесса анализа (например, при смене партии реактивов, после ремонта прибора, при длительном промежутке времени между анализами и т.д.).

Оперативный контроль процедуры анализа проводит сам исполнитель с целью проверки его готовности к проведению анализа рабочих проб.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят по РМГ 76-2004 [11] или по приложению А настоящего документа на методику.

12.3 Одной из форм *контроля стабильности результатов анализа* является контроль стабильности результатов анализа в пределах лаборатории с использованием контрольных карт, реализуемый

– путем контроля и поддержания на требуемом уровне погрешности результатов измерений;

– путем контроля и поддержания на требуемом уровне внутрилабораторной прецизионности;

– путем контроля и поддержания на требуемом уровне повторяемости результатов параллельных определений.

12.4 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований раздела 6 ГОСТ Р ИСО 5725–6 или по РМГ 76-2004.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов анализа возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

12.5 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРАТОРИЙ

13.1 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости (в двух лабораториях, m=2), проводят с учетом требований 5.3.2.1 ГОСТ Р ИСО 5725–6 по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 5, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с 5.3.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725–6.

Расхождение между результатами измерений, полученных в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений, и в качестве окончательного может быть использовано их общее среднее значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725–6.

Таблица 5 – Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Элемент	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг или мг/дм^3	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), *R*
Йод	От 0,001 до 0,01 включ. Св. 0,01 до 50 включ.	$0{,}45 \cdot \overline{\overline{X}}$ $0{,}34 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ – среднеарифметическое значение результатов анализа, полученных в двух лабораториях		

13.2 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725–6.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Алгоритмы оперативного контроля процедуры анализа

А.1 Общие положения

А.1.1 Оперативный контроль процедуры анализа осуществляет непосредственно исполнитель на основе информации, получаемой при реализации отдельно взятой контрольной процедуры с использованием средств контроля.

А.1.2 Роль средств контроля выполняют:

– образцы для контроля (АС по РМГ 60-2003 [12]);

– рабочие пробы с известной добавкой определяемого компонента;

– рабочие пробы стабильного состава.

А.1.3 Схема оперативного контроля процедуры анализа предусматривает:

– реализацию контрольной процедуры;

– расчет результата контрольной процедуры;

– расчет норматива контроля;

– сравнение результата контрольной процедуры с нормативом контроля;

– принятие решения по результатам контроля.

А.2 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов контрольных измерений

А.2.1 Получают два результата параллельных определений любого средства контроля (по А.1.2).

А.2.2 Реализуют схему контроля повторяемости (по А.1.3), получая два результата параллельных определений. Результат контрольной процедуры равен

$$r_K = |X_1 - X_2| \quad . \qquad (A.1)$$

Норматив контроля повторяемости равен пределу повторяемости r при n=2, значение которого приведено в таблице 4.

Проверяют условие

$$r_K \le r \quad . \qquad (A.2)$$

А.2.3 Если условие (А.2) выполняется, то рассчитывают результат контрольной процедуры анализа как среднее арифметическое из результатов двух параллельных определений.

Если $r_K > r$, то делают повторную контрольную процедуру, получая заново два результата параллельных определений.

При повторном превышении предела повторяемости процедуру анализа прекращают и выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

А.3 Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа в условиях внутрилабораторной прецизионности

А.3.1 Образцами для выполнения данной процедуры являются средства контроля по А.1.2. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему (массы), необходимому для проведения измерений. Отобранный объем (масса) делят на две части и анализируют в соответствии с требованиями настоящего стандарта в условиях внутрилабораторной прецизионности или различными операторами, или в различное время или с использованием различных средств измерений и т.д., при соблюдении условий и сроков хранения проб. Получают соответственно $\overline{X_1}$ и $\overline{X_2}$, мг/кг или мг/дм^3.

А.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры

$$R_{\text{ЛК}} = \left|\overline{X_1} - \overline{X_2}\right|. \qquad \text{(А.3)}$$

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

$$R_{\text{Л}} = 0{,}84 \cdot R, \qquad \text{(А.4)}$$

где R – значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 5, $\overline{\overline{X}}$ – среднее арифметическое значение результатов, полученных в условиях внутрилабораторной (промежуточной) прецизионности.

А.3.3 Результаты, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности ($\overline{X_1}, \overline{X_2}$), считают удовлетворительными при условии

$$R_{\text{ЛК}} \le R_{\text{Л}}. \qquad \text{(А.5)}$$

А.3.4 При выполнении условия (А.5) общее среднее арифметическое $\overline{\overline{X}}$ представляют в качестве результата контрольной процедуры.

При невыполнении условия (А.5) измерения повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.5) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

А.4 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием метода добавок

А.4.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры Кк с нормативом контроля Кд.

А.4.2 Результат контрольной процедуры Кк рассчитывают по формуле:

$$K_K = \left| \overline{X}^{/} - \overline{X} - C \right|, \quad \text{где} \qquad (А.6)$$

$\overline{X}^{/}$ – результат контрольного измерения массовой концентрации компонента в пробе с известной добавкой – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*. Значение *r* приведено в таблице 4.

$\overline{X}$ – результат контрольного измерения массовой концентрации компонента в пробе без добавки – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости *r*;

С – величина добавки.

Примечание. Величина добавки должна составлять от 50 до 150 % от массовой концентрации компонента в пробе без добавки.

А.4.3 Норматив оперативного контроля Кд рассчитывают по формуле

$$K_Д = \sqrt{\left(\Delta_{л\overline{X}^{/}}\right)^2 + \left(\Delta_{л\overline{X}}\right)^2}, \quad \text{где} \qquad (А.7)$$

$\Delta_{л\overline{X}^{/}}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные в лаборатории при реализации методики, соответствующие массовой концентрации компонента в пробе без добавки и в пробе с добавкой соответственно.

При установлении $\Delta_Л$ можно использовать примечание в разделе 11.2 настоящего документа.

А.4.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$Кк \le Кд\ . \qquad (А.8)$$

При невыполнении условия (А.8) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.8) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

А.5 Алгоритм оперативного контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля

А.5.1 Образцами для контроля являются рабочие пробы анализируемых объектов с отсутствием данного компонента или малой концентрацией компонента, в которые введена точная концентрация искомого компонента (аттестованная характеристика – *С*). Компонент концентрации *С* вводят в пробу до стадии пробоподготовки.

А.5.2 Алгоритм проведения контроля точности с применением образцов для контроля состоит в сравнении результата контрольной процедуры $К_к$, равного разности между результатом контрольного измерения аттестованной характеристики в образце для контроля – *Х* и его аттестованным значением – *С*, с нормативом оперативного контроля точности – *К*.

Результат контрольной процедуры равен

$$K_K = \left| \overline{X} - C \right| . \qquad (А.9)$$

Норматив контроля точности К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_П = 0{,}84 \cdot \Delta . \qquad (А.10)$$

А.5.3 Точность контрольного измерения признают удовлетворительной, если:

$$Кк \le К . \qquad (А.11)$$

При невыполнении условия (А.11) эксперимент повторяют.

При повторном невыполнении условия (А.11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(Информационное)

Библиография

[1] ТУ 4215-001-20694097-98 Комплекс СТА аналитический вольтамперометрический. Технические условия

[2] ТУ 9452-001-33189998-95 Дозаторы пипеточные. Технические условия

[3] ТУ 25-1173.103-84 Аппарат для бидистилляции воды. Технические условия

[4] ТУ 64-1.973-76 Щипцы тигельные. Технические условия

[5] ТУ 6-09-3909-88 Калий йодистый. Технические условия

[6] ТУ 6-09-3678-74 Калия хлорид ос. ч. Технические условия

[7] ФС 42-2668-95 Кислота аскорбиновая (витамин С)

[8] ТУ 25-1173.103-84 Вода бидистиллированная. Технические условия

[9] ТУ 6-09-1181-76 Бумага индикаторная универсальная (pH 1–10)

[10] СанПиН 2.3.2.1290-03 Гигиенические требования к организации производства и оборота биологически активных добавок к пище (БАД)

[11] РМГ 76-2004, МИ 2335–2003 Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[12] РМГ 60-2003, МИ 2334-2002 Рекомендация. ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

Приложение В

выполнение измерений при определении массовой концентрации йода с использованием вольтамперометрического анализатора СТА (с программным обеспечением DOS)

Анализатор СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный вольтамперометрический комплекс.

Электроды:

- стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 20 – 25 $см^3$.
- рабочий электрод – ртутно-пленочный;
- электрод сравнения – хлорсеребряный в 1,0 моль/$дм^3$ растворе хлорида натрия с сопротивлением не более 3,0 кОм;
- тефлоновые трубка для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

Проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту

Электрохимическая очистка индикаторного электрода

В три чистых кварцевых стаканчика вместимостью 20 – 25 $см^3$ наливают по 9,0 – 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют по 0,1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Этот раствор служит для очистки поверхности ртутно–пленочного электрода.

Опускают в раствор индикаторные электроды, электроды сравнения, вспомогательные электроды, азотные трубочки и подключают их к соответствующим клеммам прибора в каждой ячейке.

Из команды ВЫБОР загружают файл «Электрохимическая обработка электрода «HNO3J» или создают файл для очистки поверхности индикаторного электрода со следующими параметрами.

Ячейки	1 – Вкл.	2 – Вкл.	3 – Вкл.			Тип развертки
Этапы	Время	Потенциал	УФО	Газ	Меш.	Диф. импульсная
1. Подготовка раствора	60 с	–1,200	Выкл.	Вкл.	Выкл.	Шаг – 4 Амплитуда – 0 Задержка 1– 65 Задержка 2 – 5 Заполнение – 0 Потенциал –0,0 I рез = I 1 – I 2 График разв.
2. Обработка раствора	0 с	0,000	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
3. Обработка электрода	10 с Цикл мс 1 : –1,500 1000 2 : +0,00		Выкл.	Вкл.	Выкл.	
4. Очистка электрода	20 с	–1,200	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
5. Накопление	0 с	–0,500	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
6. Успокоение	5 с	–0,500	Отключено			
7. Развертка	Скорость 20 мВ/с	0,000	Отключено			

Число циклов – 5 Множитель – 1· 10–10 Производная – Выкл. Инверсия – Вкл. Фильтр – 20	Сплайн–разметка Выкл. Вычитание ФОНа Выкл.	
Диапазоны поиска пиков элементов: Элемент J Потенциал –0,3 Зона [+/– мВ] 50		

Запускают команду ФОН, нажимают на ПУСК и производят 5 –10 циклов поляризации электрода.

Убирают стаканчики с азотной кислотой, раствор выливают, ополаскивают электроды бидистиллированной водой. Электроды готовы для определения иодид-ионов.

Оценка качества приготовленных электродов

Для оценки качества приготовленных электродов проводят следующие операции:

Из команды ВЫБОР загружают файл «Определение йода «JMOL» или создают файл для определения йода со следующими параметрами:

Ячейки	1 – Вкл.	2 – Вкл.	3 – Вкл.			Тип разверки
Этапы	Время	Потен-циал	УФО	Газ	Меш.	Диф. импульсная
1. Подготовка раствора	60 с	–1,2	Выкл.	Вкл.	Выкл.	Шаг – 8 Амплитуда – 40 Задержка 1– 65 Задержка 2 – 25 Заполнение – 50 Потенциал – 0,0 Iрез = I 1 – I 2 График разв.
2. Обработка раствора	0 с	0,000	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
3. Обработка электрода	10 с Цикл мс 1 : –1,5 1000 2 : 0,0		Выкл.	Вкл.	Выкл.	
4. Очистка электрода	20 с	–1,200	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
5. Накопление	**60 с**	**0,000**	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
6. Успокоение	**5 с**	**0,000**	Отключено			
7. Развертка	Ско-рость 20 мВ/с	**–1,200**	Отключено			
Число циклов – 5 Множитель – 1· 10–10 Производная – Выкл. Инверсия – Вкл. Фильтр – 20			Сплайн–разметка Выкл. Вычитание ФОНа Выкл.			

Диапазоны поиска пиков элементов: Элемент J Потенциал –0,3 Зона [+/– мВ] 50	

В чистые стаканчики помещают 10 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,1 моль/$дм^3$, стаканчики помещают в ячейку, опускают электроды и запускают команду ФОН. Снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку (УСРЕДНЕНИЕ), нажимают кнопку ВЫХОД, переходят в команду ПРОБА.

В стаканчики с фоновым электролитом вносят дозатором или пипеткой по 0,01 $см^3$ АС–3 иодид-ионов концентрации 10,0 мг/$дм^3$. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием 0,01 мг/$дм^3$ при объеме пробы 10 $см^3$.

Нажимают кнопку ПУСК, проводят цикл съемок вольтамперных кривых, проводят их обработку (усреднение) и переходят в команду ДОБАВКА (см. «Руководство пользователя» команда ДОБАВКА)

Заполняют таблицу в графе КОЛИЧЕСТВО

Масса навески	0.00 [г]	
Объем пробы	10,0 [см3]	
Объем минерализата	10,0 [см3]	
Объем аликвоты	10,0 [см3]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [см3]	Концентрация АС [мг/дм3]
J	0,01	10,0

После обработки вольтамперных кривых добавки (УСРЕДНЕНИЕ) смотрят «содержание йода».

Если расхождение между полученными и введенными концентрациями не превышает 20 %, ртутно-пленочные электроды считают пригодными к работе. После этого приступают к измерению при анализе проб в такой же последовательности.

Выполнение измерений при анализе пробы на содержание йода

При определении йода в пробах на анализаторе СТА используют 2–х электродную ячейку и дифференциально-импульсный режим развертки.

Одновременно рекомендуется проводить измерения при анализе двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

Стаканчики с пробой, подготовленные для измерения по 8.5.1 или 8.5.2 методики, помещают в электрохимическую ячейку, опускают электроды.

Запускают команду ПРОБА из колонки ДЕЙСТВИЯ. Запускают команду ПУСК. После каждого цикла измерений на экран выводятся очередные вольтамперограммы характерного типа. В результате выполнения серии измерений на экране должно быть по 3 – 5 вольтамперограмм в каждом из окон вывода, соответствующим ячейкам 1, 2, 3. Невоспроизводимые вольтамперограммы исключают.

После измерения выходят из меню ПРОБА и входят в меню ДОБАВКА.

Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС иодид–иона согласно таблице 3.

Таблица 3 – Рекомендуемые условия измерения проб при различном содержании иодид-ионов

Диапазон определяемых содержаний иодид–ионов, мг/кг (или мг/дм^3)	10,0 – 0,5	0,5 – 0,2	0,2 – 0,1	0,1 – 0,05
Навеска, г	0,1	0,1 – 0,2	0,2 – 1,0	1,0
Время электролиза, с	15 – 60	60	60	60
Концентрация АС для добавки, мг/дм^3	5,0	5,0 или 2,0	2,0 или 5,0	5,0 или 2,5
Рекомендуемый объем добавки АС, см^3	0,2 – 0,01	0,01 – 0,02	0,02	0,02

Нажимают кнопку ПУСК в меню действий по ДОБАВКЕ, проводят цикл съемок вольтамперных кривых.

Заполняют таблицу КОЛИЧЕСТВО в меню действий по ДОБАВКЕ.

Например:

Масса навески	0,00 [г]	
Объем пробы	1,0 [см3]	
Объем минерализата	1,0 [см3]	
Объем аликвоты	1,0 [см3]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [см3]	Концентрация АС [мг/дм3]
J	0,01	10,0

Если к этому моменту комплекс провел измерение и разметка кривых у Вас проведена, можно сразу посмотреть результаты анализа в таблице СОДЕРЖАНИЕ (см. «Руководство пользователя»).

После завершения всех измерений, исключения выпавших кривых и усреднения результатов – анализ пробы завершен. Окончательный результат смотрят в СОДЕРЖАНИЕ и заносят в АРХИВ (см. «Руководство пользователя»

раздел Документирование результатов анализа).

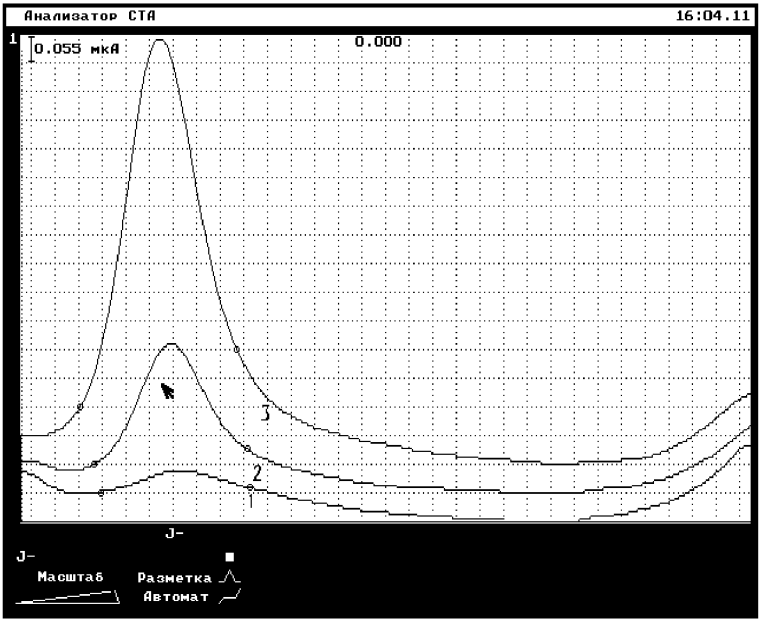


Рисунок 3. Вольтамперограмма измерения массовой концентрации йода в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой АС (3)

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

Пичугина В.М. – с.н.с. научно–исследовательской лаборатории микропримесей Томского политехнического университета, сотрудник ООО «ЮМХ»;

Филичкина О.Г. – с.н.с. научно–исследовательской лаборатории микропримесей Томского политехнического университета, сотрудник ООО «ЮМХ»;

Слепченко Г.Б. – с.н.с, д.х.н., зав.лаб. научно–исследовательской лаборатории микропримесей Томского политехнического университета, директор ООО «ЮМХ»;

Пикула Н.П. – к.х.н., доцент каф.ФАХ ТПУ, эксперт по аккредитации аналитических лабораторий (центров);

Щукина Т.И. - н.с. научно–исследовательской лаборатории микропримесей Томского политехнического университета, сотрудник ООО «ЮМХ».

*© **ООО «ЮМХ»***

(3822)563-860, 563-572,
microlab@tpu.ru, www.microlab.tpu.ru

gost.e-ecolog.ru