Методика выполнения измерений зарегистрирована в Федеральном реестре методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора РФ (регистрационный код ФР.1.31.2001.00214)

МУ 08-47/112

(по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета)

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЙОДА В ЙОДИРОВАННЫХ ПРОДУКТАХ (НАПИТКИ БЕЗАЛКОГОЛЬНЫЕ, ВОДЫ ПИТЬЕВЫЕ И МИНЕРАЛЬНЫЕ, ХЛЕБ, СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ)

Издание второе. С изменением №1

Томск

gost.e-ecolog.ru

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

№ 08-47/112 А

(взамен 08-47/112)

Методика выполнения измерений массовой концентрации йода методами потенциометрического титрования и инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и ООО «ВНП Ф «ЮМХ» и регламентированная в МУ 08-47/112 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета) с Изменением №1

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЙОДА В ЙОДИРОВАННЫХ ПРОДУКТАХ (НАПИТКИ БЕЗАЛКОГОЛЬНЫЕ, ВОДЫ ПИТЬЕВЫЕ И МИНЕРАЛЬНЫЕ, ХЛЕБ, СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ)

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 Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, воспроизводимости и правильности методики при доверительной вероятности P=0,95

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний	Характеристика погрешности – показатель точности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной погрешности – показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей) $\pm\sigma(\delta)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая погрешность находится с заданной вероятностью) $\pm\delta_c$, %
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	**ЙОД** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	30	12	16
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	**ЙОД** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	26	9	16
	Хлеб	**ЙОД** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	35	17	8
	Соль поваренная	**ЙОД** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	24	10	12

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

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), *R*
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	ЙОД От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	$0,25 \cdot \overline{X}$	$0,34 \cdot \overline{\overline{X}}$
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	ЙОД От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	$0,22 \cdot \overline{X}$	$0,25 \cdot \overline{\overline{X}}$
	Хлеб	ЙОД От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	$0,36 \cdot \overline{X}$	$0,48 \cdot \overline{\overline{X}}$
	Соль поваренная	ЙОД От 1,0 до 60 мг/кг включ.	$0,17 \cdot \overline{X}$	$0,28 \cdot \overline{\overline{X}}$

$\overline{X}$ - 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 **4 октября 2004 г**

Метролог метрологической
службы ТПУ

_____Н.П.Пикула
" 4 " октября 2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Главный метролог ТПУ

_____Е.Н.Рузаев
" ____ " _____2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Зам.директора по метрологии
ФГУ «Томский ЦСМ»

_____ М.М.Чухланцева
" ____ " _____2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ

_____В.А.Власов
" ____ " _____2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»

_____Г.Б.Слепченко
" 4 " октября 2004 г.

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"

АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА ТПУ

(аттестат об аккредитации № РОСС RU 01.00143-03 от 24.12.01)

«УТВЕРЖДАЮ»
Проректор по НР ТПУ
_____ В.А.Власов
"____" _____ 2004 г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ООО «ВНПФ «ЮМХ»
_____ Г.Б.Сиделенко
" 4 " октября 2004 г.

Методика внесена в государственный Реестр методик выполнения измерений, применяемых в сферах распространения государственного метрологического контроля и надзора

ФР.1.31.2001.00214

МУ 08-47/112
(по реестру метрологической службы)

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЙОДА В ЙОДИРОВАННЫХ ПРОДУКТАХ (НАПИТКИ БЕЗАЛКОГОЛЬНЫЕ, ВОДЫ ПИТЬЕВЫЕ И МИНЕРАЛЬНЫЕ, ХЛЕБ, СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ)

Издание второе. С изменением №1

«СОГЛАСОВАНО»
Метролог метрологической
службы ТПУ
_____ Н.П.Пикула
" 4 " октября 2004 г

Томск – 2004

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методики предназначены для анализа проб йодированных продуктов (напитков безалкогольных, вод питьевых и минеральных, соли поваренной, хлеба и хлебобулочных изделий, обогащенных йодом) и устанавливают порядок определения массовой концентрации йода методами потенциометрического титрования и инверсионной вольтамперометрии.

Диапазоны содержаний определяемого компонента (йода) в анализируемых объектах приведены в таблице 1.

Определению йода в виде иодид-ионов мешают анионы: 1000-кратные избытки хлорид-, сульфат-, фосфат-, карбонат-ионов и более, чем 10-кратный избыток бромид- и нитрит-ионов.

Определению иодид-ионов мешают катионы-окислители (железо (3+) и др.) и катионы-осадители (серебро (1+); свинец (2+); ртуть (1+)) и поверхностно-активные органические вещества.

Влияние мешающих компонентов устраняется в процессе пробоподготовки и измерения.

Определение массовой концентрации йода в йодированных продуктах проводят одним их двух методов:

Метод 1 ***(напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные*** **)**

– определение массовой концентрации йода с использованием серебряного электрода методом потенциометрического титрования. Минимально определяемая концентрация йода составляет $2 \cdot 10^{-7}$ моль/дм^3 (0,03 мг/дм^3). Определению йода не мешает избыток хлорид-ионов в 1000 раз.

Метод 2 ***(напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные, соль поваренная и хлеб)***

– определение массовой концентрации йода с использованием ртутно-пленочного электрода методом инверсионной вольтамперометрии. Минимально определяемая концентрация йода составляет $2 \cdot 10^{-8}$ моль/дм^3 (0,002 мг/дм^3 или мг/кг). Определению йода не мешает избыток хлорид-ионов в 100 000 раз.

(Измененная редакция, Изм. №1)

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящей методике использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1277-55 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 2156-76 Реактивы. Натрий двууглекислый. Технические условия

ГОСТ 4204-77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4212-76 Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4228-77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461-77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

ГОСТ 6245-88 (ИСО 6557/1-86, ИСО 6557/2-84) Кислота аскорбиновая. Технические условия

ГОСТ 6687.0-86 Напитки безалкогольные, сиропы, квасы. Отбор проб и подготовка их к испытаниям.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

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

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 17792-72 Электрод сравнения хлорсеребряный насыщенный образцовый 2-го разряда

ГОСТ 19908-90 Тигли, чашки, 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 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические условия

ГОСТ 24481-80 Вода питьевая. Отбор проб

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

ГОСТ 26929-94 Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов

ГОСТ 27384-2001 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств

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 29228-91 (ИСО 835-2-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания

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

ГОСТ Р 51301-99 Продукты пищевые и продовольственное сырье. Инверсионно-вольтамперометрические методы определения содержания токсичных элементов (кадмия, свинца, меди и цинка)

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.

ГОСТ 24104 (Измененная редакция, Изм. №1)
ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 (Введен дополнительно, Изм. №1)
ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (Введен дополнительно, Изм. №1)

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ

Сущность метода 1 потенциометрического титрования заключается в измерении потенциала индикаторного серебряного электрода (относительно электрода сравнения) в процессе титрования йода в виде иодид-ионов ионами серебра с образованием малорастворимого соединения. Массовую концентрацию йода рассчитывают, определяя эквивалентный объем ионов серебра известной концентрации. Эквивалентный объем ионов серебра находят по резкому изменению потенциала в процессе титрования (точка эквивалентности).

Сущность метода 2 определения йода методом инверсионной вольтамперометрии заключается в измерении катодного пика тока, полученного при электровосстановлении осадка иодида ртути. Осадок получа-

ют при накоплении йода на поверхности индикаторного ртутно-пленочного электрода при определенном потенциале в течение определенного времени.

Массовую концентрацию йода рассчитывают по методу стандартной добавки путем введения АС иодид-ионов в анализируемую пробу.

(Измененная редакция, Изм. №1)

4 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Пределы относительной погрешности - показателей точности и её составляющих результатов определения массовой концентрации йода в анализируемых пробах методами потенциометрического титрования и инверсионной вольтамперометрии приведены в таблице 1А.

Методики обеспечивают получение результатов анализа при доверительной вероятности P=0,95 с погрешностями не превышающими значений, приведенных в таблице 1 А.

Таблица 1 А - Диапазоны измерений, относительные значения показателей точности, воспроизводимости и правильности результатов определения массовой концентрации йода в пробах методами потенциометрического титрования и инверсионной вольтамперометрии при доверительной вероятности P=0,95

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний	Характеристика погрешности - показатель точности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной погрешности - показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей) $\pm\sigma(\delta)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая погрешность находится с заданной вероятностью) $\pm\delta_C$,%
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***Йод*** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	30	12	16

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний	Характеристика погрешности - показатель точности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), $\pm\delta$, %	Характеристика случайной погрешности - показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей) $\pm\sigma(\delta)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая погрешность находится с заданной вероятностью) $\pm\delta_C$,%
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***Йод*** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	26	9	16
	Хлеб	***Йод*** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	35	17	8
	Соль поваренная	***Йод*** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	24	10	12

2.2 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.

(Измененная редакция, Изм. №1)
Таблица 1 (Исключена, Изм.№1)
Таблица 1 А (Введена дополнительно, Изм. №1)

5 ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ АНАЛИТИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 К работе с pH-метром , иономером, полярографом или вольтамперометрическим анализатором, нагревательными приборами и химическими реактивами допускается персонал, изучивший инструкцию по экс-

плуатации 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 по ГОСТ 12.4.019.

5.1.4 Электробезопасность при работе с электроустановками - по ГОСТ 12.1.019.

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 производятся 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, °С 25 ± 10
- Атмосферное давление, мм.рт.ст 760 ± 30
- Относительная влажность воздуха, % 65 ± 15
- Частота переменного тока, Гц 50 ± 5
- Напряжение питания в сети, В 220 ± 22

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Метод отбора и хранения проб указан в нормативной документации для данного типа анализируемого объекта (по ГОСТ 5667, ГОСТ 6687.0, ГОСТ 23268.0, ГОСТ 24481, ГОСТ Р 51301).

Для анализа используют две параллельные пробы.

(Измененная редакция, Изм. №1)

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

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1.1 Высокоомный pH-метр-милливольтметр типа pH-340, или pH-121, или другой модели, или иономер И-130 (И-120, И-115), или универсальный иономер ЭВ-74 и т.д. (метод 1)

7.1.2 Полярограф (ПУ или другой) в комплекте с двухкоординатным самописцем и цифровым вольтметром типа Ф-203 [1] (метод 2);

или комплекс СТА аналитический вольтамперометрический [2] в комплекте с IBM-совместимым компьютером (Приложение В) (метод 2).

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

7.1.3 Электроды:

метод 1 - серебряный и хлоридсеребряный ЭВЛ-1М3 или другой подобного типа;

метод 2 - рабочий электрод - ртутно-пленочный; электрод сравнения - хлоридсеребряный (8.3.2); вспомогательный электрод: хлоридсеребряный или платиновый;

7.1.4 Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

7.1.5 Дозаторы пипеточные емкостью 0,01 – 1,00 $см^3$ (10– 1000 мкл) с дискретностью 1 или 2 мкл.

7.1.6 Магнитная мешалка типа ММ4 (Польша) или другая подобного типа, стержень магнитной мешалки.

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

7.1.8 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 погрешностью ± 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).

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

7.1.10 Щипцы тигельные [4].

7.1.11 Азот газообразный по ГОСТ 9293.

7.2 Посуда

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

7.2.2 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 $см^3$; цилиндры вместимостью 10,0 $см^3$.

7.2.3 Стаканчики:

метод 1 - стеклянные или кварцевые стаканчики вместимостью 25; 50; 100 $см^3$;

метод 2 - кварцевые стаканчики вместимостью 25 $см^3$.

7.2.4 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.2.5 Сборник для слива солей серебра.

7.2.6 Эксикатор по ГОСТ 25336.

7.2.7 Бутыли из стекла или полиэтилена с притертыми или винтовыми пробками с номинальной вместимостью 100 - 500 $см^3$ для хранения растворов, отбора и хранения проб воды.

7.3 Реактивы и материалы

7.3.1 Государственные стандартные образцы состава водных растворов **ионов иодида** с погрешностью не более 1,0 % отн. при P = 0,95. Концентрация элемента в стандартном образце должна быть не менее 1,0 $мг/см^3$.

Например, ГСО 6088-91 - раствор иодид-ионов с концентрацией 1,0 $мг/см^3$ (1000 $мг/дм^3$).

7.3.2 Государственные стандартные образцы состава водных растворов **ионов серебра** с погрешностью не более 1,0 % отн. при P = 0,95. Концентрация элемента в стандартном образце должна быть не менее 0,01 $г/дм^3$.

Например, ГСО 3397-86 - раствор серебра с концентрацией 0,100 $г/дм^3$ (100 $мг/дм^3$).

7.3.3 Калий йодистый [5] ос.ч. или по ГОСТ 4232 х.ч.

7.3.4 Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

7.3.5 Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

7.3.6 Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277-75.

7.3.7 Калия гидроокись по ГОСТ 4228-77.

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

7.3.9 Калий хлористый [6].

7.3.10 Натрия гидроокись по ГОСТ 4228.

7.3.11 Кислота аскорбиновая (порошок) по ГОСТ 6245 .

7.3.12 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 (метод 1).

7.3.13 Вода бидистиллированная [7] или дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в присутствии серной кислоты (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты на 1 $дм^3$ дистиллированной воды) и калия марганцовокислого (3 $см^3$ 3%-ного раствора) (метод 1 и 2).

7.3.14 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

7.3.15 Бумага индикаторная универсальная (pH 1 – 10) [8].

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

7.2.7 (Введен дополнительно, Изм. №1)

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка приборов к работе

Подготовку и проверку pH-метров, полярографов, анализаторов вольтамперометрических, а также нагревательных приборов производят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующего прибора.

8.2 Подготовка лабораторной посуды

Новые стеклянные и кварцевые стаканчики промывают раствором бикарбоната натрия, азотной кислотой (1:1) и многократно бидистиллированной водой. После использования стаканчики промывают раствором бикарбоната натрия, ополаскивают многократно бидистиллированной водой и прокаливают в муфельной печи при температуре 450 °С - 500 °С. Хранят стаканчики закрытыми калькой или в эксикаторе в сухом виде.

8.3 Приготовление индикаторного электрода и электрода сравнения

Метод 1

8.3.1 Подготовка индикаторного серебряного электрода

Индикаторный серебряный электрод представляет собой фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 0,8 мм, выступающий наружу на 5 - 7 мм, площадь поверхности составляет около 0,2 $см^2$ (поставляется потребителю в готовом виде). Для подготовки нового электрода к работе рабочую поверхность электрода кратковременно опускают в азотную кислоту (1:1), промывают дистиллированной водой, зачищают поверхность серебра до блеска и снова ополаскивают бидистиллированной водой.

8.3.2 Подготовка к работе электрода сравнения

Хлорсеребряный электрод типа ЭВЛ-1М3 (или другого типа) заполняют насыщенным раствором калия хлористого и хранят в соответствии с инструкцией. Допустимо применение хлоридсеребряного электрода по ГОСТ 51301, с использованием одномолярного раствора калия хлористого.

Метод 2

8.3.3 Подготовка индикаторного ртутно-пленочного электрода

Индикаторный ртутно-пленочный электрод представляет собой фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 0,8 мм, выступающий 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, за-

тем ртуть растирают фильтровальной бумагой для равномерного распределения по поверхности серебра. В том случае, если на конце серебряной проволоки "свисает" избыточное количество ртути в виде капли, ее необходимо удалить стряхиванием в бюкс с ртутью. Электрод промывают бидистиллированной водой. Процедуру амальгамирования рабочей поверхности электрода повторяют ежедневно

8.3.4 Подготовка к работе электрода сравнения

Хлоридсеребряный электрод (электрод сравнения или вспомогательный) при первом приготовлении заполняют раствором хлористого калия концентрации 1,0 моль/дм^3 и поляризуют в течение одного - двух часов (например, в процессе проверки чистоты фона, стаканчиков и др. по 9.2.2 или В.1. приложения В). При протекании тока на поверхности серебра образуется осадок хлорида серебра и устанавливается потенциал, близкий к постоянному (равновесному) значению. После работы электроды ополаскивают бидистиллированной водой и хранят в растворе хлористого калия концентрации 1,0 моль/дм^3.

8.4 Приготовление растворов

Метод 1 основан на определении йода с помощью потенциометрического титрования подготовленного анализируемого раствора пробы раствором ионов серебра

8.4.1 Основным раствором ионов серебра является государственный стандартный образец (ГСО) состава водных растворов ионов ***серебра*** с аттестованным значением концентрации 1000,0 мг/дм^3 ($9{,}26 \cdot 10^{-3}$ моль/дм^3).

Рекомендуется использовать инструкцию по применению ГСО.

8.4.2 При отсутствии ГСО раствора ионов ***серебра,*** а также при проведении серийных анализов проб возможно приготовление раствора Ад (+) с концентрацией 1000 мг/дм^3 из серебра азотнокислого (согласно ГОСТ 4212).

Для этого на аналитических весах берут навеску 0,1575 г серебра азотнокислого, взвешенную с точностью до 0,0001 г. Навеску помещают в колбу вместимостью 100,0 см^3, добавляют бидистиллированную воду, встряхивают раствор и доводят объем раствора бидистиллированной водой до 100,0 см^3.

Растворы солей серебра хранят в склянках из темного стекла во избежание образования коллоидного серебра под воздействием света.

Основной раствор устойчив в течении 10 месяцев.

8.4.3 Аттестованную смесь серий АС-1 с содержанием 100,0 мг/дм^3 ионов серебра готовят внесением и разбавлением 2,5 см^3 раствора ионов ***серебра*** азотнокислого концентрации 1000 мг/дм^3 в мерных колбах вместимостью 25,0 см^3 бидистиллированной водой до метки. При повторном

приготовлении растворы сливают в специальный сборник, колбы не промывают водой, а заполняют свежеприготовленным раствором той же концентрации.

АС-1 устойчив в течение б месяцев при хранении в посуде из темного стекла.

8.4.4 Аттестованную смесь серий АС-2 с содержанием 10,0 мг/дм^3 ***серебра*** готовят внесением и разбавлением 2,5 см^3 раствора серебра азотнокислого концентрации 100 мг/дм^3 в мерных колбах вместимостью 25,0 см^3 бидистиллированной водой до метки. При повторном приготовлении растворы сливают в специальный сборник, колбы не промывают водой, а заполняют свежеприготовленным раствором.

АС-2 устойчив в течение 14 дней при хранении в посуде из темного стекла.

Метод 2 основан на определении йода в продуктах и напитках по методу добавок АС йодид-ионов методом инверсионной вольтамперометрии

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

Рекомендуется использовать инструкцию по применению ГСО.

8.4.6 При отсутствии ГСО раствора ***йодид-ионов*** возможно приготовление из соли калия йодистого марки хч. или ос.ч. Раствор калия йодистого с концентрацией иодид-иона 1000,0 мг/дм^3 готовится 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.

8.4.7 Аттестованную смесь серий АС-1 с содержанием 100,0 мг/дм^3 ***иодид-иона*** готовят внесением и разбавлением 2,5 см^3 раствора йодид-ионов концентрации 1000 мг/дм^3 в мерных колбах вместимостью 25,0 см^3 бидистиллированной водой до метки.

АС-1 устойчив в течение 3 месяцев при хранении в посуде из темного стекла.

8.4.8 Аттестованную смесь серий АС-2 с содержанием 10,0 мг/дм^3 ***йодид-ионов*** готовят внесением и разбавлением 2,5 см^3 раствора йодид-ионов концентрации 100 мг/дм^3 в мерных колбах вместимостью 25,0 см^3 бидистиллированной водой до метки. При повторном приготовлении рас-

творы выливают, колбы не промывают водой, а заполняют свежеприготовленным раствором.

АС-2 устойчив в течение 30 дней, при хранении в посуде из темного стекла.

8.4.9 Аттестованную смесь серий АС-3 с содержанием 5,0 мг/дм^3 ***йодид-ионов*** готовят внесением и разбавлением 1,25 см^3 раствора йодид-ионов концентрации 100,0 мг/дм^3 в колбе вместимостью 25,0 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.

АС-3 готовят в день применения.

8.4.10 Раствор калия хлористого насыщенный при температуре 20 °С

В химический стакан объемом 200,0 см^3 вносят приблизительно 40 г калия хлористого, добавляют 100 см^3 бидистиллированной воды, нагревают до температуры 80 -100 °С, охлаждают до комнатной температуры. В охлажденном растворе должны быть кристаллики калия хлористого (метод 1).

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

Навеску (7,46 ± 0,01) г калия хлористого помещают в колбу вместимостью 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой (метод 1 и 2).

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

Навеску (2,53 ± 0,01) г калия азотнокислого помещают в мерную колбу вместимостью 250 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, перемешивают и доводят объем до метки бидистиллированной водой (метод 1).

8.4.13 Рабочий раствор серной кислоты концентрации 1,0 моль/дм^3 для нейтрализации щелочи готовят путем разбавления концентрированной серной кислоты. Для этого, в колбу вместимостью 1000 см^3, наполовину заполненную бидистиллированной водой, вносят 50,0 см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и доводят объем до метки бидистиллированной водой (метод 2).

8.4.14 Раствор натрия или калия гидроокиси концентрации 10%

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 11 г раствора натрия или калия гидроокиси, растворяет в небольшом объеме бидистиллированной воды, и доводят объем до метки бидистиллированной водой. Раствор переносят в полиэтиленовую банку с крышкой (метод 2).

8.4.15 Азотную кислоту (марки ХЧ) рекомендуется перегонять. Перегнанная (при температуре 120 °С) азотная кислота должна быть концен-

трации 12,0 моль/дм^3 (метод 2).

8.4.16 Рабочий раствор калия азотнокислого 0,5 моль/дм^3

Навеску (5,02 ± 0,01) г калия азотнокислого помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3 растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят до метки этой же водой (метод 2).

8.4.17 Рабочий раствор натрия азотнокислого 0,1 моль/дм^3

Навеску (0,85 ± 0,01) г натрий азотнокислого помещают в мерную колбу вместимостью 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят до метки той же водой (метод 2).

8.5 Подготовка проб

Подготовка проб имеет целью перевести все формы йода в электрохимически определяемую форму – йодид-иона (метод 1 и метод 2).

Если продукты йодированы добавлением **калия йодистого,** то подготовка проб состоит в обезгаживании напитков и разбавлении проб.

8.5.1 Подготовка проб ***напитков (йодированных калием йодистым)*** для метода 1 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.

1. Пропускают через раствор ток инертного газа (азота) в течение 10 – 15 мин.

2. 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 5-10 мин для удаление углекислого газа. После обезгаживания приступают к измерениям.

8.5.2 Подготовка проб ***напитков (йодированных калием йодистым)*** для метода 2 проводится по 8.5.1 способ 1.

8.5.3 Подготовка проб ***соли поваренной (йодированной калием йодистым)***

Навеску соли массой 0,500 г, взятой с точностью до 0,002 г помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, перемешивают и доводят бидистиллированной водой до метки.

8.5.4 Подготовка проб ***хлеба (йодированного любой формой йода)*** (для метода 2) при определении массовой концентрации йода проводят следующим образом:

Навеску пробы тщательно гомогенизированного образца массой 0,1 - 0,2 г, взвешенной на аналитических весах с точностью до 0,0002 г, помещают в кварцевый стаканчик вместимостью 20,0 $см^3$, добавляют 1,0 $см^3$ раствора калия или натрия гидроксида концентрации 10 % масс, 2 $см^3$ раствора калия азотнокислого концентрации 0,5 моль/$дм^3$. Тщательно перемешивают.

Помещают стаканчик на плитку или в комплекс пробоподготовки «Темос-экспресс» с температурой 130 °С до полного высушивания массы. После этого температуру комплекса увеличивают до 200 °С на 10 мин, затем до 300 °С на 5 мин, затем до 480 °С на 15 мин (или стаканчик помещают в муфель с такой же температурой).

Стаканчики вынимают, охлаждают, добавляют 1,0 $см^3$ калия азотнокислого с концентрацией 0,5 моль/$дм^3$, снова помещают стаканчик в комплекс или на плитку с температурой 130 °С -150 °С, раствор упаривают досуха.

После этого температуру комплекса увеличивают до 480 °С (или стаканчик помещают в муфель с такой же температурой) на 15 мин.

Обработку нитратом калия повторяют еще раз. Для этого стаканчик охлаждают, добавляют 1,0 $см^3$ калия азотнокислого, упаривают досуха, увеличивают температуру до 480 °С и спекают пробу в течении 10 – 15 мин. После такой обработки осадок в стаканчике должен быть белым без вкраплений черных или серых частиц пробы.

Стаканчик охлаждают, добавляют 8,0 $см^3$ бидистиллированной воды, 1,6 – 1,8 $см^3$ серной кислоты концентрации 1,0 моль/$дм^3$ и примерно 0,02 г аскорбиновой кислоты, тщательно перемешивают стеклянной палочкой и проверяют кислотность раствора по индикаторной бумаге. Значение pH раствора должна быть от 2 до 3.

Проба хлеба готова к измерению.

Примечание. 1. Если продукты (кроме хлеба) йодированы добавлением иодата калия *(KIO_3),* то перед проведением измерения пробу подкисляют кислотой до значения pH 2 – 3, добавляют 0,01 г аскорбиновой кислоты и измеряют концентрацию йодид-ионов (метод 1 и 2).

2. Если продукты йодированы органическими соединениями йода (например, йод-казеин и др.), то пробоподготовку проводят путем окислительного плавления и восстановления по 8.5.4 (метод 1 и 2).

3. Если неизвестно в какой форме находится йод в продукте, то пробоподготовку проводят по 8.5.4 (метод 1 и 2).

8.6 Подготовку холостых проб проводят в тех же условиях, что и пробоподготовку анализируемых объектов, со всеми реактивами, но без внесения навески или объема пробы, используя вместо нее бидистиллированную воду.

8.2, 8.3.3., 8.3.4, 8.5, 8.6 (Измененная редакция, Изм. №1).

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Метод 1 - определение массовой доли йода с использованием серебряного электрода методом потенциометрического титрования

9.1 Условия проведения измерений:
Аппаратура: высокоомный милливольтметр (pH-метр),
Электроды - серебряный и хлоридсеребряный,
Рабочий раствор - АС ионов серебра концентрации 10,0 мг/дм^3.
Область измеряемых потенциалов - от - 20 мВ до 200 мВ.

Для проведения анализа проб напитков на содержание йода методом потенциометрического титрования выполняют следующие операции:

9.1.1 Проверку работы электродов и потенциометра (pH-метра-миливольтметра) проводят следующим образом:

В чистый стаканчик объемом 50 см^3 вносят дозатором 0,20 см^3 стандартного раствора иодид-ионов концентрации 10,0 мг/дм^3, добавляют дистиллированной воды до 10,0 см^3, вносят стеклянной лопаточкой примерно 0,05 – 0,10 г реактива – нитрата калия. Затем помещают стаканчик на магнитную мешалку, опускают в стаканчик рабочий серебряный электрод, электрод сравнения, стержень магнитной мешалки. Включают мешалку и титруют раствор иодида добавлением по 0,01 – 0,02 см^3 раствора азотнокислого серебра, концентрации 10 мг/дм^3 (0,0000926 моль/дм^3). Записывают объемы азотнокислого серебра, пошедшего на титрование, и замеренные по потенциометру значения потенциалов (мВ), установившиеся во времени.

Данные вносят в таблицу (приведен пример титрования). Титруют до резкого возрастания потенциала в области от 50 мВ до 150 мВ (см.рисунок 1). Если скачок потенциалов наблюдается в другой области, то необходимо заменить электрод сравнения или индикаторный электрод.

Далее рассчитывают $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ или ΔE и находят область максимума этих значений.

Пример:

V_{KI}, см^3	0	0,04	0,08	0,12	0,16	0,20	0,22	0,24	0,26	0,28	0,30
E, мВ	-14	-10	-4	4	14	23	40	70	140	157	164
$\frac{\Delta E}{\Delta V}$ или ΔE					9	17	30	70	17	7	

*) - при равных объемах добавляемого реагента, ΔV, можно упростить расчет, используя вместо $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ разность потенциалов ΔE.

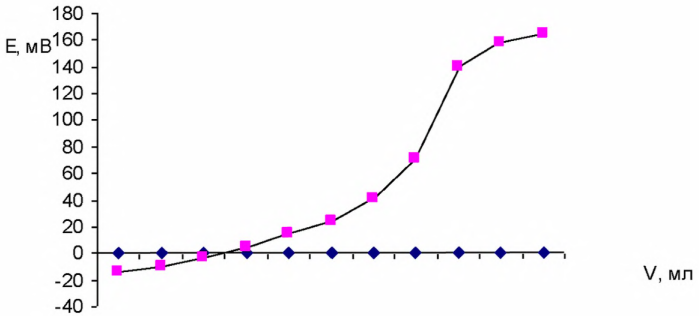


Рисунок 1.

Объем точки эквивалентности ($V_{ТЭ}$) рассчитывают как среднее арифметическое двух объемов рабочего раствора, между которыми находится максимум $\frac{\Delta E}{\Delta V}$ (или максимум ΔЕ).

Например, по данным в таблице :

$$V_{Ag} = V_{ТЭ} = \frac{0,24 + 0,26}{2} = 0,25 \text{ см}^3 \quad (1)$$

Концентрацию раствора йода (С, мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{V_{Ag} \cdot C_{Ag}}{V_{I^-}} \cdot \frac{127}{108}, \text{ мг/дм}^3 \quad (2)$$

где V_{I^-} - объем взятый для титрования, см^3;

V_{Ag} - объем раствора серебра, пошедший на титрование, см^3;

C_{Ag} - концентрация раствора серебра, равная 10,0 мг/дм^3.

127 и 108 – молярные массы, соответственно йода и серебра.

9.1.2 Измерение при анализе пробы, подготовленной по 8.5, на содержание йода (метод 1)

В чистый стаканчик вносят пипеткой 20,0 см^3 подготовленную по 8.5 пробу, помещают на магнитную мешалку, опускают в стаканчик рабочий серебряный электрод, электрод сравнения и стержень магнитной мешалки. Включают мешалку и титруют раствор пробы неизвестной концентра-

ции йода стандартным раствором ионов серебра концентрации 10 мг/дм^3, проводя операции аналогично 9.1.

Титрование в области скачка титрования раствором ионов серебра проводят малыми объемами с постоянным значением ΔV (по 0,01 или 0,02 см^3), каждый раз записывают установившееся во времени (10 – 30 с) значение потенциала (Е) в таблицу аналогично 9.1. После резкого изменения потенциала титрование прекращают.

Раствор выливают в сборник для слива солей серебра, электроды ополаскивают дистиллированной водой.

Рассчитывают точку эквивалентности $(V_{T\Theta})$ - объем пошедшего на титрование йодид-ионов, как указано в 9.1.1.

Метод 2 - определение массовой концентрации йода с использованием ртутно-пленочного электрода методом инверсионной вольтамперометрии

9.2 Условия проведения измерений:

Аппаратура – Полярограф или вольтамперометрический анализатор, подготовленный по 8.1.

Электроды:

– рабочий - ртутно-пленочный,

– электрод сравнения и вспомогательный электрод - хлоридсеребряные в одномолярном растворе калия хлорида.

Фоновой электролит – калий азотнокислый и аскорбиновая кислота.

Стандартный раствор – АС иодида калия концентрации 10,0 мг/дм^3 (свежеприготовленный)

Потенциал электролиза – 0,0 В.

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

Режим – линейная развертка потенциала.

Скорость развертки – 20 мВ/с.

Потенциал катодного пика иодид-иона: (–0,30 $\pm$ 0,05) В.

Для проведения измерений массовой концентрации йода выполняют следующие операции:

9.2.1 Электрохимическая очистка индикаторного электрода

9.2.1.1 В приготовленный по 8.2.1 кварцевый или пирексовый стаканчик вместимостью 20,0 см^3 наливают 9 – 10 см^3 бидистиллированной воды, добавляют 0,1 см^3 концентрированной азотной кислоты. Этот раствор служит для очистки поверхности ртутно-пленочного электрода.

9.2.1.2 Опускают в раствор индикаторный электрод (приготовленный по 8.3.1), вспомогательный электрод и электрод сравнения, трубочку для пропускания азота и подключают их к соответствующим клеммам при-

бора.

9.2.1.3 Включают газ и пропускают его через испытуемый раствор в течение 60 с.

9.2.1.4 Проводят процесс электроочистки поверхности индикаторного электрода при потенциале равном - 0,5 В в течение 1 - 3 с при перемешивании раствора инертным газом, вибрирующим или вращающимся электродом, или магнитной мешалкой.

9.2.1.5 Не отключая газа и перемешивания раствора изменяют напряжение от – 0,5 В до 0,0 В.

9.2.1.6 Останавливают потенциал при 0,0 В на 3 - 5 с.

9.2.1.7 Операции по 9.2.1.4 - 9.2.1.6 повторяют пять - десять раза.

9.2.2 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электрода на чистоту

9.2.2.1 После очистки индикаторного электрода раствор из стаканчика выливают, ополаскивают стаканчик бидистиллированной водой и с помощью пипетки вносят 8 - 10 $см^3$ раствора фонового электролита (калия азотнокислого концентрации 0,1 моль/$дм^3$) и добавляют примерно 0,05 г сухой аскорбиновой кислоты. Стаканчик с раствором фонового электролита помещают в электролитическую ячейку или датчик.

9.2.2.2 Опускают в раствор электроды, устанавливают потенциал - 1,2 В и пропускают газообразный азот в течение 5 мин.

9.2.2.3 Устанавливают чувствительность прибора $1 \cdot 10^{-8}$ … $2 \cdot 10^{-8}$ А/мм и проводят электронакопление при потенциале 0,0 В в течение 60 с при перемешивании раствора током азота, мешалкой.

9.2.2.4 По окончании электролиза отключают газ и через 5 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от 0,0 В до - 1,2 В. Потенциал катодного пика иодида (если он присутствует в фоне) находится в диапазоне от – 0,30 В до – 0,35 В (в зависимости от содержания иодида).

9.2.2.5 После снятия вольтамперограммы электрод выдерживают при потенциале -1,2 В в течение 20 с для десорбции иодида и операции по 9.2.2.3 - 9.2.2.5 повторяют.

9.2.2.6 При наличии на вольтамперограмме сигнала иодида с высотой пика менее 2 мм стаканчик, фоновый раствор и индикаторный электрод считают готовыми к проведению измерений. В противном случае проводят очистку электрода (или стаканчика) по 9.2.1.3-9.2.1.6.

9.2.3 ИВ измерения содержание йода в пробах напитка

9.2.3.1 Из стаканчика, подготовленного к проведению ИВ-измерений по 9.2.2, выливают примерно 2-5 $см^3$ фонового раствора и помещают пипеткой подготовленную по 8.5.2 пробу объемом 2- 5 $см^3$ (в зависимости от содержания йода), взятую с точностью 0,02 $см^3$.

9.2.3.2 Помещают стаканчик с анализируемым раствором в элек-

тролитическую ячейку, или датчик.

9.2.3.3 Повторяют последовательно операции по 9.2.2.2 - 9.2.2.5.

9.2.3.4 Если высота катодного пика иодида (потенциал пика -0,35 В) превышает 200 мм, то сокращают время электролиза. Если высота пика будет меньше 5 мм, то увеличивают чувствительность прибора или время электролиза.

9.2.3.5 Операции по 9.2.2.3 - 9.2.2.5 повторяют еще два раза.

9.2.3.6 Измеряют мерительной линейкой высоты катодных пиков определяемого вещества от вершины пика до линии остаточного тока.

9.2.3.7 В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки или дозатора вносят добавку аттестованной смеси калия йодистого в таком объеме, чтобы высота пика на вольтамперной кривой увеличилась примерно в два раза по сравнению с первоначальной.

Добавку вносят в малом объеме, чтобы предотвратить изменение концентрации фонового раствора.

9.2.3.8 Проводят электронакопление и регистрацию вольтамперограмм по 9.2.2.3- 9.2.2.5 три - пять раз.

9.2.3.9 Измеряют высоты катодных пиков иодида в пробе с добавкой аттестованных смесей.

9.2.3.10 Выливают содержимое стаканчика. Электроды ополаскивают бидистиллированной водой.

9.2.3.11 Стаканчик протирают фильтром с питьевой содой, промывают бидистиллированной водой или фоновым раствором.

9.2.3.12 Операции по 9.2.3.1 - 9.2.3.11 проводят для каждой из параллельных анализируемых проб в одинаковых условиях.

Примечание. В анализаторах СТА одновременно проводится анализ трех параллельных проб (приложение В).

9.2.4 ИВ измерения содержание йода в пробах соли поваренной

9.2.4.1 В стаканчик, подготовленный к проведению ИВ-измерений по 9.2.2, содержащий 10 $см^3$ фонового раствора, помещают пипеткой или дозатором подготовленную по 8.5 аликвоту пробы объемом 0,1 - 0,2 $см^3$ (в зависимости от содержания йода), взятую с точностью 0,02 $см^3$.

9.2.4.2. Повторить операции по п. 9.2.3.1….9.2.3.11

9.2.5 ИВ - измерения содержание йода в пробах хлеба

9.2.5.1 Стаканчик, с подготовленной для измерения пробой анализируемого хлеба по 8.5.4 помещают в электрохимическую ячейку.

9.2.5.2 Повторяют последовательность операций по 9.2.3.3 – 9.2.3.11 для каждой из двух анализируемых проб и для резервной пробы.

Таблица 3 - Рекомендуемые условия измерения проб при различном содержании йода

Диапазон определяемых концентраций йода, мг/кг (или мг/дм^3)	2,5…0,5	0,5…0,2	1,0…0,08	0,08…0,005
Навеска, г (или см^3)	0,1	0,25…0,5	0,5…5,0	5…10
Время электролиза, с	60	120	60	60…120
Концентрация АС для добавки, мг/дм^3	5	5	5…10	5
Рекомендуемый объем добавки АС, см^3	0,05…0,02	0,01 …0,05	0,01…0,08	0,08…0,01

Проводят операции по 9.2.3.1...9.2.3.11 для холостой пробы в тех же условиях.

9.1.1, 9.2, 9.2.2.1, 9.2.5.2, таблица 3 (Измененная редакция. Изм. №1).

10 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

10.1 Вычисление результатов анализа по методу 1 (метод потенциометрического титрования)

Массовую концентрацию йода в пробе напитков и питьевых вод (X, мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(V_{Ag} \cdot C_{Ag})}{V_{пр}} \cdot \frac{127}{108}, \text{ мг/дм}^3 \qquad (3)$$

где V_{Ag} - объем раствора ионов серебра, пошедший на титрование, см^3;

C_{Ag} - концентрация АС раствора ионов серебра, равная 10,0 мг/дм^3.

108 - атомная масса серебра, г ; 127 – атомная масса йода, г.

$V_{пр}$ - объем пробы, см^3

По двум параллельным определениям объема точки эквивалентности получают два значения концентрации X_1 и X_2.

10.2 Вычисление результатов анализа по методу 2 (инверсионная вольтамперометрия)

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:

10.2.1 Массовую концентрацию йода ***<u>в пробе напитка</u>*** (Х, мг/дм^3) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д}{(I_2 - I_1) \cdot V_{пр}}, \qquad (4)$$

где: *X*- содержание йода в анализируемой пробе, мг/дм^3;

$C_Д$ - концентрация аттестованной смеси йодид-ионов, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

Vд - объем добавки АС йодид-ионов, см^3;

I_1 - величина максимального катодного тока иодид-иона в анализируемой пробе, А;

I_2 - величина максимального катодного тока иодид-иона в пробе с добавкой АС, А;

$V_{пр}$ - объем пробы, см^3 для напитка, взятой для анализа.

10.2.2 Массовую концентрацию йода в **<u>пробах хлеба и хлебобулочных изделий</u>** (Х, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д}{(I_2 - I_1) \cdot m}, \qquad (5)$$

где: Х – содержание йода в анализируемой пробе, мг/кг;

$C_Д$ – концентрация АС йодид-ионов, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_Д$ – объем добавки АС иодида, см^3;

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

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

m - масса, г, навески хлеба;

10.2.3 Массовую концентрацию йода **<u>в пробе поваренной соли</u>** (Х, мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д \cdot V_{мин}}{(I_2 - I_1) \cdot m \cdot V_{ал}}, \qquad (6)$$

где: Х – содержание йода в анализируемой пробе, мг/кг ;

$C_Д$ – концентрация АС йодид-ионов, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_Д$ – объем добавки АС иодид-ионов, см^3;

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

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

m - масса, г, навеска поваренной соли

$V_{мин}$ - объем минерализата, см^3;

$V_{ал}$ - объем аликвоты пробы, взятой для анализа, см^3.

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

10.3 Проверка приемлемости результатов измерений

10.3.1 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 А.

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

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон определяемых концентраций	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел повторяемости (для четырех результатов параллельных определений), *r**
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***Йод*** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	$0{,}25 \cdot \overline{X}$	$0{,}32 \cdot \overline{X}$
Инверсионная вольтам-	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***Йод*** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	$0{,}22 \cdot \overline{X}$	$0{,}29 \cdot \overline{X}$

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон определяемых концентраций	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r	Предел повторяемости (для четырех результатов параллельных определений), r^*
перометрия	Хлеб	***Йод*** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	0,36 $\cdot \overline{X}$	0,47 $\cdot \overline{X}$
	Соль поваренная	***Йод*** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	0,17 $\cdot \overline{X}$	0,22 $\cdot \overline{X}$
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента				

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \qquad (7)$$

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

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2} . \qquad (8)$$

При выполнении условия $|X_1 - X_2| \le r$ значение $\overline{X}$ принимается за результат измерения массовой концентрации определяемого компонента в пробе.

10.3.2 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 предела повторяемости r^*, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение результатов четырех параллельных определений. Значения предела повторяемости (r^*) для четырех результатов параллельных определений приведены в таблице 4 А.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше r^*, выясняют причины появления

неприемлемых результатов параллельных определений. При этом проводят оперативный контроль повторяемости по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» или разделу А.2 приложения А настоящего документа на методику.

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

10.4 Оформление результатов измерений

10.4.1 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.

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

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

или $\overline{X} \pm \Delta_Л$, мг/дм^3 или мг/кг, P=0,95, при условии $\Delta_Л \leq \Delta$,

где: $\overline{X}$ – результат измерения, полученный в соответствии с настоящим документом на методику выполнения измерений;

$\pm \Delta_Л$ – значения характеристики погрешности результатов измерений, установленные при реализации методики в лаборатории;

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

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \qquad (9)$$

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

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

$$\Delta_Л = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (10)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделам 13.3 и 13.4 настоящего документа.

(Измененная редакция, Изм. №1).
Таблица 4 А (Введена дополнительно, Изм. №1).
11 (Исключен, Изм. №1).
Таблица 5 исключена (Изм. № 1).

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 МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» 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 МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа» [9].

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.

12 (Введен дополнительно, Изм. №1).

13 ПРОВЕРКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ДЛЯ ДВУХ ЛАБОРА ТОРИЙ

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 А.

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

Таблица 5 А - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности Р=0,95

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон определяемых концентраций	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), *R*
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***Йод*** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	$0{,}33 \cdot \overline{\overline{X}}$
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***Йод*** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	$0{,}25 \cdot \overline{\overline{X}}$
	Хлеб	***Йод*** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	$0{,}47 \cdot \overline{\overline{X}}$
	Соль поваренная	***Йод*** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	$0{,}28 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ - среднее арифметическое 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.

13 (Введен дополнительно, Изм. №1)
Таблица 5 А (Введена дополнительно, Изм. №1)

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 МИ 2334-2002 «Смеси аттестованные. Общие требования к разработке» [10]);
- 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

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

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

Проверяют условие

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

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 $\overline{X_2}$.

А.3.2 Рассчитывают результат контрольной процедуры

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

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

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

где R – значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 6,

$\overline{\overline{X}}$ - 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

$$R_{ЛК} \le R_{Л}. \qquad (А.5)$$

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 невыполнения 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:

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

$\overline{X}^{/}$ - 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 6 А.

$\overline{X}$ - 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

$$K_Д = \sqrt{\Delta_{л\overline{X}^{/}}^{\ 2} + \Delta_{л\overline{X}}^{\ 2}}, \text{ где} \tag{А.7}$$

$\Delta_{л\overline{X}^{/}}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – 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 $\Delta_П$ можно использовать примечание в разделе 11.2 настоящего документа.

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

$$Кк \le Кд . \tag{А.8}$$

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*). Элемент 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 – *X* и его аттестованным значением – *C*, 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.

(Измененная редакция, Изм. №1).

Таблица А1, А2, А3 исключены (Изм. №1).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

(Информационное)

Библиография

[1] ТУ 25-04-1696-75 Вольтметр цифровой. Технические условия

[2] ТУ 4215-001-20694097-98 Комплекс СТА аналитический вольтамперометрический. 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] ТУ 25-1173.103-84 Вода бидистиллированная. Технические условия

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

[9] МИ 2335-2003 Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

[10] МИ 2334-2002 ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

[9], [10] (Введены дополнительно, Изм. №1).

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЛЕКСА АНАЛИТИЧЕСКОГО ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЙОДА

При определении йода в напитках, хлебе и хлебобулочных изделиях, поваренной соли на анализаторе СТА используют 3-х электродную ячейку и дифференциально-импульсный режим развертки.

В качестве электродов используют: рабочий - ртутно-пленочный, электрод сравнения - хлоридсеребряный, вспомогательный электрод платиновый или хлоридсеребряный.

Подготовку электродов производят по 8.3 методики.

Подготовка и включение анализатора вольтамперометрического проводится в соответствии с «Руководством пользователя»

В.1 Проверка стаканчиков, фонового электролита и электрода на чистоту

В.1.1 В приготовленный по 8.2.1 кварцевый стаканчик вместимостью 20,0 $см^3$ наливают бидистиллированной воды (9,0... 10,0) $см^3$, добавляют 0,1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Этот раствор служит для очистки поверхности ртутно-пленочного электрода.

В.1.2 Опускают в раствор индикаторный электрод (приготовленный по п. 8.3.3), электрод сравнения, вспомогательный электрод, азотную трубочку и подключают их к соответствующим клеммам прибора.

В.1.3 Из команды ВЫБОР загрузить файл «HNO_3I», создать файл для очистки поверхности индикаторного электрода.

Ячейки	1 – Вкл.	2 – Вкл.	3 – Вкл.			Тип развертки
Этапы	Время	Потенциал	УФО	Газ	Меш.	Диф. импульсная Шаг – 4 Амплитуда – 0 Задержка 1- 65 Задержка 2 – 5 Заполнение – 0 Потенциал-0,0 I рез = 11 – 12 График разв.
1. Подготовка раствора	60 с	-1,200	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
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	3 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	

Трасса для обработки РПЭ

В.1.4 Запускают команду фон, нажимают на «ПУСК» и производят 5 – 10 циклов поляризации электрода.

В.1.5 Убирают стаканчики с азотной кислой, раствор выливают, ополаскивают электроды бидистиллированной водой. Электроды готовы для определения йода.

Для оценки качества приготовленных электродов проводят следующие операции:

В.1.6 Из команды «ВЫБОР» загружают файл «**I X**» «**I S**».

Ячейки	1 – Вкл.	2 – Вкл.		3 – Вкл.		Тип развертки
Этапы	Время	Потен-циал	УФО	Газ	Меш.	Диф. Импульсная
1. Подготовка раствора	60 с	-1,200	Выкл.	Вкл.	Выкл.	Шаг – 8 Амплитуда – 40 Задержка 1- 75 Задержка 2 – 25 Заполнение – 50 Потенциал-0,0 I рез = 11 – 12 График разв.
2. Обработка раствора	0 с	0,000	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
3. Обработка электрода	10 с Цикл мс 1 : -1,500 1000 2 : +0,000		Выкл.	Вкл.	Выкл.	
4. Очистка электрода	20 с	-1,200	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
5. Накопление	60 с	-0,100	Выкл.	Вкл.	Выкл.	
6. Успокоение	0 с	0,000	Отключено			
7. Развертка	Скорость 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						

Трасса для определения йода в пробах

В.1.7 В стаканчик наливают раствор 0,1 моль/дм^3 натрия азотнокислого объемом 10 см^3, добавляют 0,05 г аскорбиновой кислоты, 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.1.8 Вводят в стаканчик с фоновым электролитом 0,01 см^3 АС йодид-ионов концентрацией 10,0 мг/дм^3. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием 0,01 мг/дм^3 при объеме пробы 10,0 мг/дм^3.

В.1.9 Нажимают кнопку ПУСК (левой кнопкой мыши), проводят цикл съемок вольтамперных кривых, проводят их обработку (УСРЕДНЕНИЕ) и переходят в команду ДОБАВКА (см. Руководство пользователя)

В.1.10 Вводят в стаканчик с пробой добавку АС йодид-ионов объемом 0,01 см^3 концентрации 10 мг/дм^3 и нажимают кнопку ПУСК.

В.1.11 Пока комплекс проводит измерение заполняют таблицу в графе «КОЛИЧЕСТВО»

Масса навески	0.00 [г]	
Объем пробы	10,0 [см^3]	
Объем минерализата	1,0 [см^3]	
Объем аликвоты	1,0 [см^3]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [см^3]	Концентрация АС [мг/дм^3]
J	0,01	10,0

В.1.12 После обработки вольтамперных кривых добавки («УСРЕДНЕНИЕ») смотрят «содержание йода».

В.1.13 Если расхождение между введенными и полученными результатами в ячейках составляет менее 20%, ртутно-пленочный электрод считают пригодным к работе. После этого приступают к измерению проб в такой же последовательности.

В.2 Измерения при анализе пробы на содержание йода

Одновременно рекомендуется проводить анализ двух параллельных и одной резервной пробы в трех стаканчиках.

В.2.1 Стаканчики с пробами, подготовленные для измерения по 8.5 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 следует исключить.

После измерения по пробе сигнала «J» выходят из меню действий по пробе и входят в меню «ДОБАВКА». Заполняют таблицу «КОЛИЧЕСТВО» в меню действий по ДОБАВКЕ.

Например:

Масса навески	0.10 [г]
Объем пробы	0,0 [см3]
Объем минерализата	1,0 [см3]
Объем аликвоты	1,0 [см3]

ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [$см^3$]	Концентрация АС [$мг/дм^3$]
J	0,01	10,0

В.2.4 Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС йодид-ионов с такими же параметрами в каждую ячейку и запускают измерение по добавке, нажав «ПУСК» в меню действий по «ДОБАВКЕ».

Если к этому моменту комплекс провел измерение и разметка кривых проведена, можно сразу посмотреть результаты анализа в таблице «СОДЕРЖАНИЕ».

В.2.5 После завершения всех измерений, исключения выпавших кривых и усреднения результатов - анализ пробы на содержание йода завершен. Окончательный результат смотрят в «Содержание» и заносят в «АРХИВ» (см. «Руководство пользователя»).

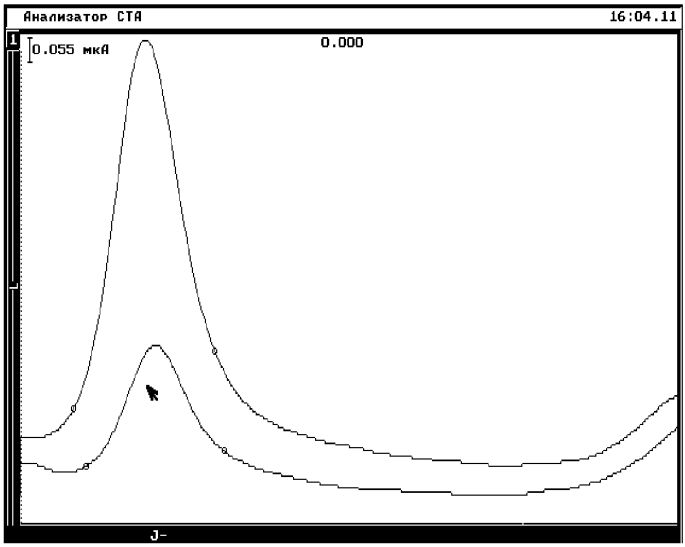


Рисунок 2. Вольтамперограмма йода в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой АС иодид-ионов (3)

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ВНЕДРЕНЧЕСКАЯ НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ ФИРМА "ЮМХ"
АККРЕДИТОВАННАЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА
НИЛ МИКРОПРИМЕСЕЙ ТПУ и ТЦСМ
(свидетельство об Аккредитации № РОСС RU 01.00017 от 25.12.95)

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ
(№ 08-47/112)

Методики выполнения измерений массовой концентрации иодид-ионов методами потенциометрического титрования и инверсионной вольтамперометрии, разработанные в Томском политехническом университете и ООО ВНП Ф "ЮМХ" и регламентированные в МУ 08-47/112 (по реестру метрологической службы)

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ИОДИД-ИОНОВ В ИОДИРОВАННЫХ ПРОДУКТАХ (НАПИТКИ БЕЗАЛКОГОЛЬНЫЕ, ВОДЫ ПИТЬЕВЫЕ И МИНЕРАЛЬНЫЕ, ХЛЕБ, СОЛЬ ПОВАРЕННАЯ)

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

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. Значения характеристики относительной погрешности и ее составляющих при доверительной вероятности P=0,95

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний, X	$\pm\,\delta$,* %	$\pm\,\sigma(\delta)$**, %	$\pm\delta_c$,*** %
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***ИОДИД-ИОН*** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	30	12	16
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	***ИОДИД-ИОН*** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	26	9	16
	Хлеб	***ИОДИД-ИОН*** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	35	17	8
	Поваренная соль	***ИОДИД-ИОН*** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	24	10	12

* Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью),

** Характеристика случайной составляющей погрешности (среднеквадратическое отклонение случайной составляющей),

*** Характеристика систематической составляющей погрешности (границы интервала, в котором систематическая составляющая погрешности находится с заданной вероятностью).

2. Значение нормативов оперативного контроля

2.1 Значения нормативов оперативного контроля случайной составляющей относительной погрешности (сходимости и воспроизводимости) при доверительной вероятности P=0,95

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний, X	*D*, % *	*d*, % **
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	**ИОДИД-ИОН** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	33	25
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	**ИОДИД-ИОН** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	25	22
	Хлеб	**ИОДИД-ИОН** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	47	36
	Поваренная соль	**ИОДИД-ИОН** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	28	17

* Норматив оперативного контроля воспроизводимости (для двух результатов измерений, m=2),
** Норматив оперативного контроля сходимости (для двух результатов параллельных определений, n=2)

2.2. Значения нормативов оперативного контроля относительной погрешности при проведении контроля с использованием образцов для контроля

Метод анализа	Объект анализа	Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых содержаний, X	К, %	К, % **
Потенциометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	**ИОДИД-ИОН** От 0,08 до 0,20 мг/дм^3 включ.	25	30
Инверсионная вольтамперометрия	Напитки безалкогольные, воды питьевые и минеральные	**ИОДИД-ИОН** От 0,005 до 1,3 мг/дм^3 включ.	22	26
	Хлеб	**ИОДИД-ИОН** От 0,2 до 2,3 мг/кг включ.	29	35
	Поваренная соль	**ИОДИД-ИОН** От 1,0 до 60 мг/кг включ.	20	24

* Норматив внутрилабораторного оперативного контроля погрешности (P=0,90),
** Норматив внешнего контроля оперативного контроля погрешности (P=0,95)

Метролог аккредитованной метрологической службы
_____ Н.П.Пикула
"20" _____ 2000 г.

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по НР ТПУ
_____ В.Я.Ушаков
"___" _____ 2000 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор ВНПФ "ЮМХ"
_____ Г.В.Глепченко
"21" _____ 2000 г.

СОГЛАСОВАНО
Зам.директора УНИИМ
_____ И.Е.Добровинский
"27" _____ 2000 г.

Инструкция №1

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

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 или калия с сопротивлением не более 3,0 кОм;
- вспомогательный электрод – хлорсеребряный в 1,0 моль/$дм^3$ растворе хлорида натрия или калия с сопротивлением не более 3,0 кОм.
- тефлоновые трубка для подвода инертного газа с целью удаления растворенного кислорода и перемешивания раствора.

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 9,0 – 10,0 $см^3$ бидистиллированной воды, добавляют по 0,1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Этот раствор служит для очистки поверхности ртутнопленочного электрода.

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

Загружают файл созданной заранее методики (**«ЭХО» - электрохимическая обработка электрода HNO3**), 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.

Трасса

Методика							
Наименование [**ЭХО**]							
Трасса		Развертка	Режим		Элемент	Контроль	
		Время, с	Потенциал, В		УФО	Газ	Мешалка
	Подготовка раствора	0	0,000				
	Обработка раствора	0	0,000				
Y	**Обработка электрода**	**120**	**-1,200**	**1,000**			Y
	Очистка электрода	0	0,000				
	Накопление	0	0,000				
	Успокоение	0	0,000				
	Развертка	0 мВ/с	0,000	0,000			

Развертка

Трасса	**Развертка**	Режим	Элемент	Контроль
Тип развертки	[**Ступенчатая**]	[**Форма развертки**]		
Диапазон тока	**3,0** мА			
Шаг развертки	**1** мВ			
Задержка 1	**75** %	↓	↓	↓
Задержка 2	%			
Начало импульса	%			
Окончание импульса	%			
Амплитуда	мВ			
Накопление	**1 раз**			

Режим

Трасса	Развертка	**Режим**	Элемент	Контроль
Y	Ячейка 1	Число опытов **[1]**	Фильтр **0**	
Y	Ячейка 2			
Y	Ячейка 3	Схема **[3-х электродная]**		Инверсия по току
				Инверсия по потенциалу
				Первая производная
Разметка			**Форма разметки**	
[Ручная]		[Автомат]	**[Линия]**	Сплайн

Элемент

Трасса	Развертка	Режим	**Элемент**	Контроль
	Имя	Потенциал, В	Зона, мВ	
1		0,000	0,000	
2		0,000	0,000	

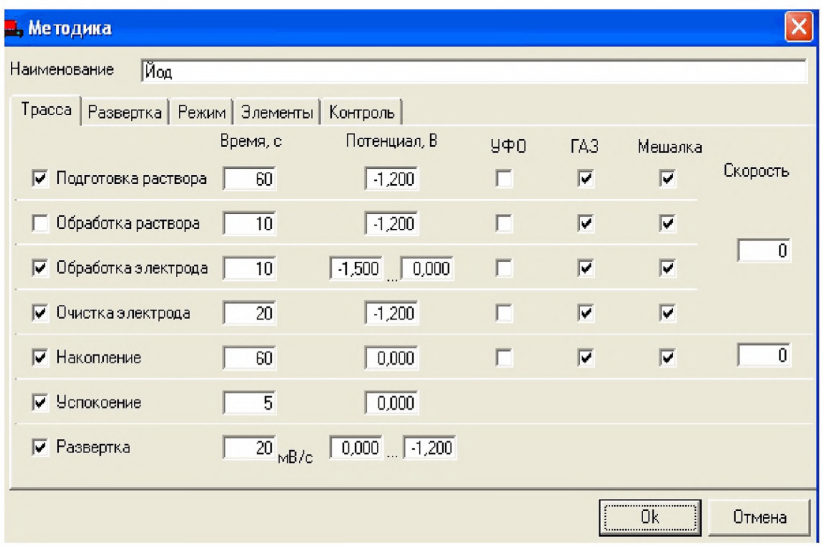
Сохраняют методику: или в команде главного меню «**Сохранить методику**» или панели управления (например **«ЭХО»**).

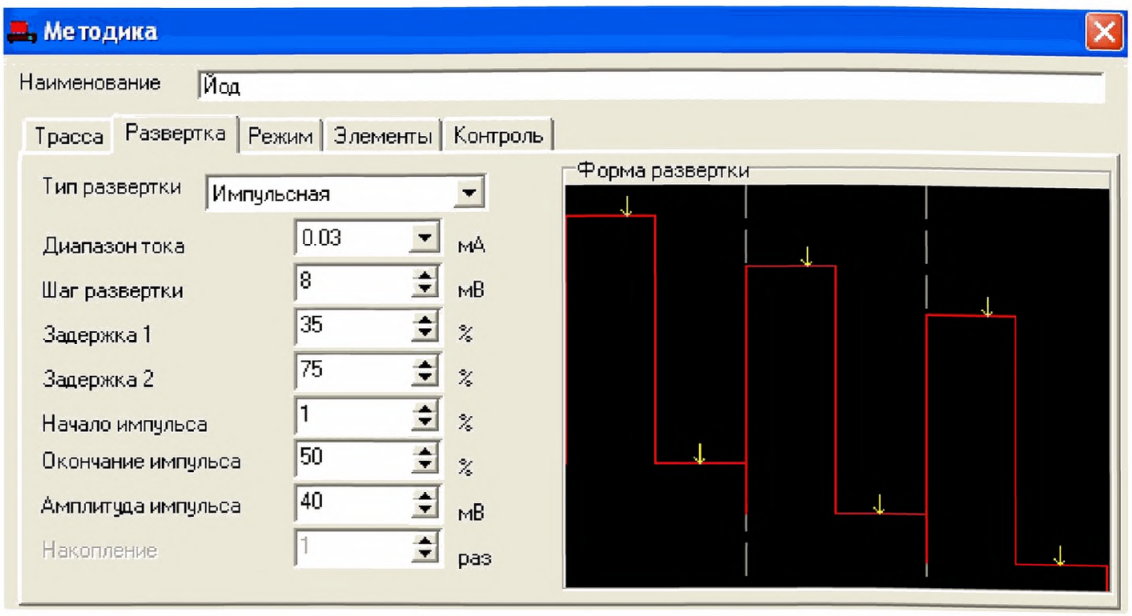
Убирают стаканчики с азотной кислотой, раствор выливают, ополаскивают электроды бидистиллированной водой. Электроды готовы для определения иодид-ионов.

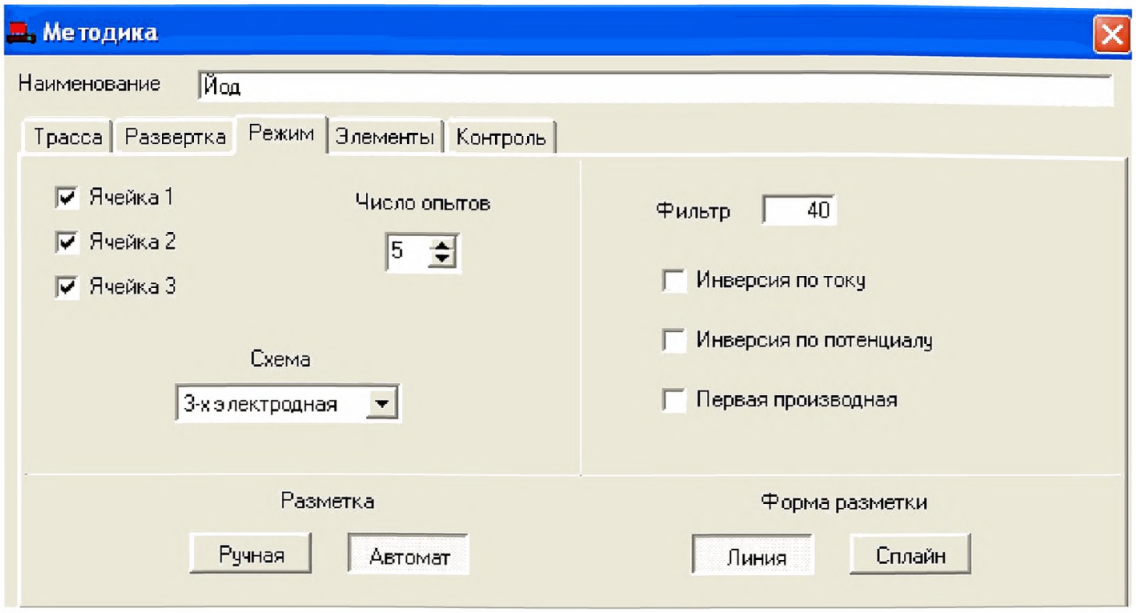
Оценка качества приготовленных электродов. Для оценки качества приготовленных электродов проводят следующие операции:

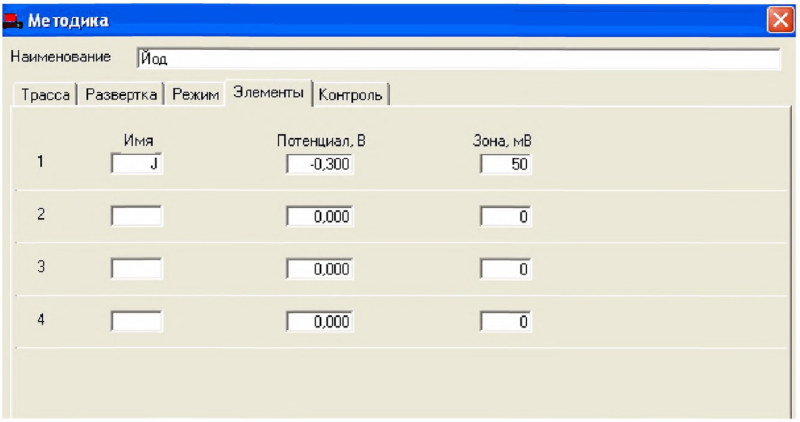
Загружают файл созданной заранее методики (например, **«Йод»**), в главном меню выбирают пункт **МЕТОДИКА / ОТКРЫТЬ)** или создают новую методику.

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
1
раз
Форма развертки


Методика
Наименование
Йод
Трасса
Развертка
Режим
Элементы
Контроль
Ячейка 1
Ячейка 2
Ячейка 3
Число опытов
5
Фильтр
40
Инверсия по току
Инверсия по потенциалу
Первая производная
Схема
3-х электродная
Разметка
Ручная
Автомат
Форма разметки
Линия
Сплайн



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. «Руково-

дство пользователя», раздел 4.3 «Разметка вольтамперных зависимостей»), удаление «выпадающих» кривых (см. раздел 4.4 «Обработка вольтамперных кривых»).

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

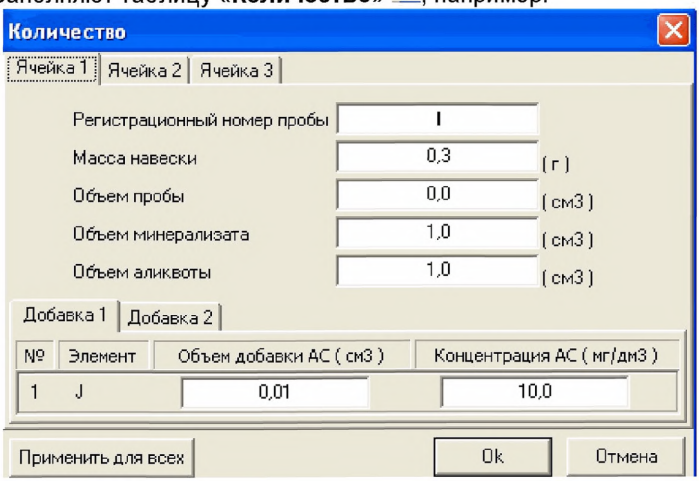
Программой предусмотрена возможность оценки концентрации по одной или двум добавкам АС элемента.

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.

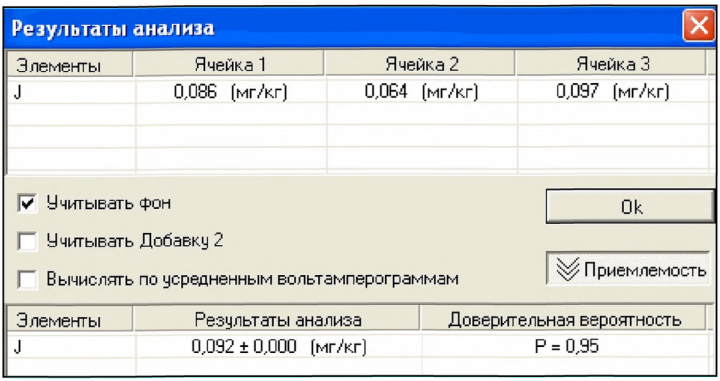
В окне «Результаты измерения сигналов» отображаются результаты разметки для всех типов вольтамперограмм.

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 30 %, ртутно-пленочные электроды считают пригодными к работе. После этого приступают к измерению при анализе проб в такой же последовательности.

Выполнение измерений при анализе реальной пробы анализируемого продукта 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.

При необходимости в стаканчики с пробой вводят такую же вторую добавку АС йодид-ионов, запускают команду «  **Получение вольтамперограмм пробы с двумя добавками»**, снимают 3 – 5 вольтамперограмм, проводят их обработку.

В окне «Просмотр результатов измерения сигнала»  смотрят результаты разметки для всех типов вольтамперограмм во всех 3-х ячейках (после второй добавки).

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 элемента 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.

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).

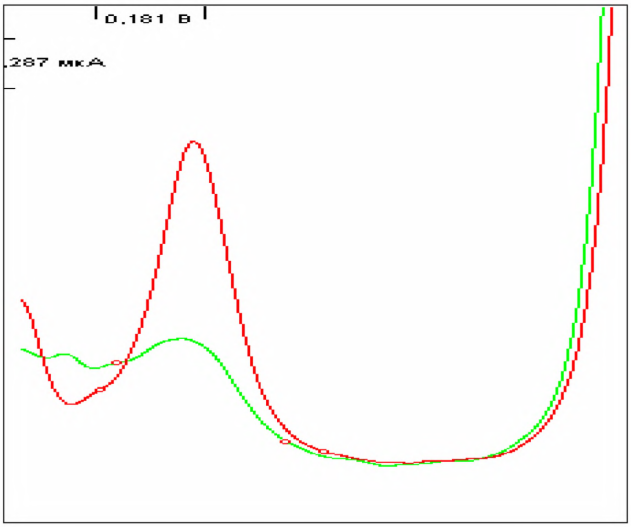


Рисунок 3. Вольтамперограммы измерения массовой концентрации йодид-ионов в фоне, в пробе и в пробе с добавкой АС йодид-ионов

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

Захарова Э.А. - с.н.с, к.х.н., научно-исследовательской лаборатории микропримесей ТПУ , ООО ВНПФ "ЮМХ"

Пичугина В.М. - с.н.с, научно-исследовательской лаборатории микропримесей ТПУ , 000 ВНПФ "ЮМХ"

Земан Л.П.- инж. научно-исследовательской лаборатории микропримесей ТПУ , 000 ВНПФ "ЮМХ"

Пикула Н.П. - к.х.н., доцент кафедры физической и аналитической химии ТПУ, эксперт по аккредитации аналитических лабораторий (центров);

© ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»

(382-2) 563-860, 563-572,

microlab@tpu.ru, www.microlab.tpu.ru

gost.e-ecolog.ru