Методика зарегистрирована в
Федеральном реестре методик выполнения измерений,
применяемых в сферах распространения
государственного метрологического контроля и надзора
(регистр. код ФР.1.31.2001.00251)

МУ 08-47/113

(по реестру метрологической службы ТПУ)

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ, СОКИ, ФРУКТЫ, ЯГОДЫ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИТАМИНА С

Издание третье (с Изменением №1)

Томск - 2007

gost.e-ecolog.ru

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

№ 08-47/113 А

(взамен 08-47/113)

Методика выполнения измерений массовой концентрации витамина С методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная в Томском политехническом университете и ООО «ВНП Ф «ЮМХ» и регламентированная в МУ 08-47/113 (по реестру аккредитованной метрологической службы Томского политехнического университета) с Изменением №1

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ, СОКИ, ФРУКТЫ, ЯГОДЫ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИТАМИНА С

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, повторяемости и воспроизводимости методики при доверительной вероятности P=0,95

Наименование определяемого компонента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ, %
Витамин С	От 2 до 3000 включ.	7	9	18

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

Наименование определяемого компонента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений),r	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений), R
Витамин С	От 2 до 3000 влюч.	$0{,}20 \cdot \overline{X}$	$0{,}25 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{X}$ - 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 __27 июля__2004 г

Метролог метрологической
службы ТПУ

_____Н.П.Пикула
"_27_" _июля_ _2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Главный метролог ТПУ

_____Е.Н.Рузаев
"____" _____2004 г.

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель органа ГМС,
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
"_27_" _июля_ _2004 г.

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»
_____ Н.Б.Слепченко
" 27 " июля 2004 г.

МЕТОДИКА ВНЕСЕНА В ГОСУДАРСТВЕННЫЙ РЕЕСТР МЕТОДИК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В СФЕРАХ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ И НАДЗОРА
ФР.1.31.2001.00251

МУ 08-47/113
(по реестру метрологической службы)

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ, СОКИ, ФРУКТЫ, ЯГОДЫ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИТАМИНА С

Издание третье (с Изменением №1)

«СОГЛАСОВАНО»
Метролог метрологической
службы ТПУ
_____ Н.П.Пикула
" 27 " июля 2004 г

Томск - 2004

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Методика предназначена для анализа проб продуктов детского питания, соков, фруктов, ягод и устанавливает порядок определения массовой концентрации ***витамина С*** (аскорбиновой кислоты) методом вольтамперометрии (ВА). Методика предназначена для использования в испытательных, пищевых и химических лабораториях, а также в органах контролирующих служб.

Диапазон содержаний определяемого вещества (витамина С) составляет от 2 до 3000 мг/кг. Если содержание вещества в пробе выходит за верхнюю границу диапазона определяемых содержаний, допускается разбавление подготовленной к измерению пробы или уменьшения навески анализируемой пробы.

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

ГОСТ 2156-76 Натрий двууглекислый. Технические условия

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

ГОСТ 3118-77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5381-72 Редуктор. Технические условия

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7047-55 Витамины А, С, Д, B_1, B_2 и РР. Отбор проб, методы определения витаминов и испытания качества витаминных препаратов

ГОСТ 8625-77 Манометр. Технические условия

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

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 15150-69 Машины, приборы и другие технические изделия. Исполнения для различных климатических районов. Категории, условия экс-

плуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды

ГОСТ 17435-72 Линейки чертежные. Технические условия

ГОСТ 18300-87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

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

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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 Р 1.12-99 Государственная система стандартизации. Стандартизация и смежные виды деятельности. Термины и определения

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

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.

3 СУЩНОСТЬ МЕТОДИКИ И ОСОБЕННОСТИ ПРОБОПОДГОТОВКИ

Сущность методики состоит в переводе проб продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод в раствор путем растворения навесок соответствующих проб в воде или растворе соляной кислоты с последующим вольтамперометрическим (ВА) определением массовой концентрации витамина С (аскорбиновая кислота).

Пробоподготовка продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод имеет свои особенности для группы однородной продукции:

- при анализе ***соков*** пробу переводят в раствор путем растворения в растворе хлорида калия концентрации 0,1 моль/дм^3, фильтровании полученного раствора через двойной бумажный фильтр с последующим

вольтамперометрическим определением массовой концентрации витамина С в фильтрате;

- при анализе ***ягод и фруктов*** пробу измельчают в кварцевой или фарфоровой чашке, затем измельченную навеску пробы переводят в раствор путем растворения в бидистиллированной воде и соляной кислоте концентрации 0,1 моль/дм^3 при перемешивании, отделяют осадок фильтрованием полученного раствора через двойной бумажный фильтр с последующим вольтамперометрическим определением массовой концентрации витамина С в фильтрате;

- при анализе ***овощных, фруктовых и фруктово-молочных пюре*** навеску пробы переводят в раствор путем растворения в растворе соляной кислоте концентрации 0,1 моль/дм^3 с добавлением кристаллического хлорида калия, отделяют осадок фильтрованием полученного раствора через двойной бумажный фильтр с последующим вольтамперометрическим определением массовой концентрации витамина С в фильтрате;

- при анализе ***сухих молочных смесей*** пробу переводят в раствор путем растворения в бидистиллированной воде и растворе соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, затем проводят высаливание белка добавлением кристаллического хлорида калия, отделяют осадок фильтрованием полученного раствора через бумажный фильтр с последующим вольтамперометрическим определением массовой концентрации витамина С в фильтрате;

- при анализе ***жидких молочных смесе***й пробу переводят в раствор путем растворения навески пробы в растворе соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, затем проводят высаливание белка добавлением кристаллического хлорида калия, отделяют осадок фильтрованием полученного раствора через бумажный фильтр с последующим вольтамперометрическим определением массовой концентрации витамина С в фильтрате;

- при анализе ***сухих крупяных смесей*** для детского питания пробу растирают в фарфоровой чашке, затем навеску измельченной пробы переводят в раствор путем растворения в растворе соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3, выдерживают 10 мин, добавляют бидистиллированную воду, вновь выдерживают 10 мин, изредка перемешивая, затем отделяют осадок фильтрованием полученного раствора через двойной бумажный фильтр с последующим вольтамперометрическим определением массовой концентрации витамина С в фильтрате.

Метод ВА измерения основан на способности витамина С окисляться на индикаторном стеклоуглеродном электроде при определенном потенциале, характерном для данного органического вещества.

Процесс электрохимического окисления витамина С проводят в растворе хлорида калия концентрации 0,1 моль/дм^3, подкисленном соляной

кислотой до pH примерно 3 – 4, на индикаторном стеклоуглеродном электроде при потенциале, равном (0,45 ÷ 0,60) В относительно насыщенного хлоридсеребряного электрода (нас.х.с.) в зависимости от pH среды. Регистрация аналитического сигнала на вольтамперограмме проводится при линейно-меняющемся (в сторону положительных значений) потенциале на приборах ПУ-1 и при накопительной развертке потенциала с использованием комплекса СТА в дифференциальном режиме записи вольтамперограмм. Массовая концентрация витамина С в пробе определяется методом добавок аттестованных смесей витамина С.

Общая схема анализа проб методом вольтамперометрии представлена на схеме 1.

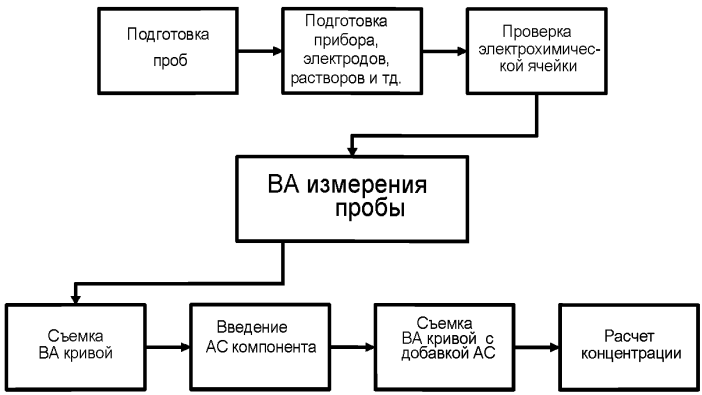


Схема 1 - Основные этапы анализа проб методом ВА

4 ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1 Методика выполнения измерений массовых концентраций витамина С в пробах продуктов детского питания, фруктов, соков, ягод методом инверсионной вольтамперометрии обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведенных в таблице 1А.

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

Наименование определяемого элемента	Диапазон определяемых концентраций, мг/кг	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R\left(\overset{0}{\delta}\right)$, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики), δ,%
Витамин С	От 2 до 3000 включ.	7	9	18

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.

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1 Условия безопасного проведения работ

5.1.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами.

5.1.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

5.1.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.2 Требования к квалификации операторов

Измерения может проводить химик-аналитик, владеющий техникой вольтамперометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

5.3 Условия выполнения измерений

Измерения проводят в нормальных лабораторных условиях:

- Температура окружающего воздуха (25 ± 10) °С;
- Атмосферное давление (97 ± 10) кПа;
- Относительная влажность (65 ± 15) %;
- Частота переменного тока (50 ± 5) Гц;
- Напряжение в сети (220 ± 10) В.

6 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб проводится согласно требованиям по ГОСТ 7047.

Растворы проб продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод хранят под темным колпаком и анализируют в течение рабочего дня, так как витамин С со временем в растворе разлагается на свету (происходит уменьшение его концентрации).

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

При проведении количественного химического анализа применяют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, посуду, материалы и реактивы:

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

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

– или комплекс аналитический вольтамперометрический СТА [2] в комплекте с IBM-совместимым компьютером (порядок работы описан в Приложении Б);

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

7.1.2 Электроды, изготовленные фирмой "ЮМХ":

- индикаторный электрод - стеклоуглеродный с рабочей поверхностью 25 - 30 мм^2;

- электрод сравнения – насыщенный хлоридсеребряный (нас.х.с.) в насыщенном растворе хлорида калия [3] с сопротивлением не более 3,0 кОм.

- вспомогательный электрод - насыщенный хлоридсеребряный (нас.х.с.) в насыщенном растворе хлорида калия [3] с сопротивлением не более 3,0 кОм.

7.1.3 Электролитическая ячейка, в состав которой входят:

- сменные стаканчики из кварцевого стекла вместимостью 15...20 $см^3$;

- стеклянная или тефлоновая трубка с оттянутым концом для подвода инертного газа для удаления кислорода из раствора и его перемешивания.

7.1.4 Редуктор по ГОСТ 5381 с манометром (250±1) атм. по ГОСТ 8625.

7.1.5 Весы лабораторные аналитические общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, 2-го класса точности по ГОСТ 24104.

7.1.6 Дозаторы типа ДП-1-50 или ДП-1-200 или ДП-1-1000 с дискретностью установки доз 1,0 или 3,0 мкл и погрешностью не более 5 % отн.

7.1.7 Шланги резиновые для подвода газа к ячейке (при использовании инертного газа).

7.1.8 Линейка чертежная мерительная по ГОСТ 17435.

7.1.9 Темный бокс или светозащитная бумага.

7.2 Посуда

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

7.2.2 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2-го класса точности по ГОСТ 1770: колбы вместимостью 50,0, 25,0; 100,0 $см^3$ цилиндры вместимостью 25,0 $см^3$.

7.2.3 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.2.4 Воронки лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336.

7.2.5 Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 29225.

7.3 Реактивы и материалы

7.3.1 Вода бидистиллированная по ТУ 6-09-2502 или дистиллированная по ГОСТ 6709, перегнанная в присутствии серной кислоты (0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 3,0 $см^3$ 3-%-ного раствора перманганата калия на 1,0 $дм^3$ дистиллированной воды).

7.3.2 Хлорид калия по [3].

7.3.3 Кислота аскорбиновая (порошок) по ГОСТ СТСЭВ 6245-88 (Международные стандарты ИСО 6557/1-86 и ИСО 6557/2-84) Кислота аскорбиновая в ампулах жидкая Гос.фармакопея -10. ст.N6

7.3.4 Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 14261 ос.ч. или ГОСТ 3118 х.ч.

7.3.5 Азот газообразный по ГОСТ 9293 с массовой долей кислорода не более 0,03 %.

7.3.6 Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

7.3.7 Фильтры беззольные любой марки по ГОСТ 12026.

7.3.8 Бумага масштабно-координатная.

7. 3. 1 (Измененная редакция, Изм. №1).

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Подготовка приборов к работе

Подготовку и проверку полярографа, самописца и цифрового вольтметра проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующего прибора.

8.1.1 Устанавливают режим работы приборов (на примере серийных полярографов):

- трехэлектродная система измерений;
- постояннотоковый дифференциальный режим регистрации вольтамперограмм;
- поляризующее напряжение для электронакопления витамина С – 0,30 В;
- скорость линейного изменения потенциала 15 мВ/с;
- чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы $4 \cdot 10^{-9} ... 1 \cdot 10^{-9}$ А/мм (в зависимости от содержания витамина в анализируемой пробе);
- время электронакопления 30 с.

8.2 Проверка и подготовка лабораторной посуды

8.2.1 Лабораторную стеклянную посуду, сменные наконечники дозаторов, пипетки протирают фильтром с питьевой содой, промывают многократно дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу.

8.2.2 Проверку стаканчиков для анализа на чистоту проводят путем регистрации вольтамперограмм раствора фонового электролита по 9.1 после многократного ополаскивания их дистиллированной водой и раствором фонового электролита.

Оптимальными по чистоте являются реактивы и посуда, когда регистрируются аналитические сигналы органического соединения в растворе фонового электролита по высоте, равные или близкие к нулю (пик менее 2 мм при чувствительности прибора $1 \cdot 10^{-9}$ А/мм).

8.3 Приготовление и проверка работы индикаторного электрода и электрода сравнения

8.3.1 Подготовка индикаторного стеклоуглеродного электрода (СУЭ)

В работе используют игольчатый или торцевой электрод.

Игольчатый индикаторный электрод изготавливают из стекловидного графита, вклеенного в тефлоновую трубку. Индикаторный стеклоуглеродный электрод представляет собой стеклоуглеродный стержень диаметром 2 мм и длиной 10 - 15 мм, запрессованный в фторопластовый держатель (поставляется потребителю в готовом виде).

Перед работой электрод шлифуют на фильтре; выдерживают 2 - 5 мин в этиловом спирте (для удаления поверхностно-активных органиче-

ских веществ, а также для очистки от адсорбированных частиц).

8.3.2 Подготовка к работе электрода сравнения

В качестве электрода сравнения используют насыщенный хлорид-серебряный электрод.

Электрод сравнения заполняют насыщенным раствором хлорида калия. При первом заполнении электрод выдерживают не менее 2 час.

8.3.3 Проверку работы индикаторного стеклоуглеродного электрода и электрода сравнения проводят в соответствии с 9.1 настоящей методики.

8.4 Приготовление растворов

8.4.1 Основной раствор (ОР), содержащий 1000 мг/дм^3 витамина С

а) Приготовление из ампул, выпускаемых медицинской промышленностью (5% раствора 1,0 см^3)

В мерную колбу вместимостью 25,0 см^3 вводят 0,5 см^3 аскорбиновой кислоты из ампулы и доводят объем до метки бидистиллированной водой;

б) Приготовление из сухого порошка аскорбиновой кислоты

На аналитических весах берут навеску (0,025±0,001) г витамина С и переносят в мерную колбу вместимостью 25,0 см^3 и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

Стандартные растворы, приготовленные из ампул и сухого порошка витамина С, идентичны.

Основной раствор готовят не более, чем за 2 час до проведения анализа. Хранить долго не рекомендуется, т.к. аскорбиновая кислота неустойчива и с течением времени разлагается. Поэтому стандартный раствор готовят в малых объемах для работы с ним в течение одних суток.

8.4.2 Аттестованные смеси серий АС-1, АС-2, АС-3 с содержанием по 100,0; 300,0; 500,0 мг/дм^3 витамина С готовят соответствующими разбавлениями растворов в мерных пробирках (цилиндрах) вместимостью 10,0 см^3 бидистиллированной водой согласно таблице 2.

Т а б л и ц а 2 - Приготовление аттестованных смесей витамина С

Компонент	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 раствора (АС)
Витамин С	1000,0	1,0	10,0	100,0	АС-1
	1000,0	3,0	10,0	300,0	АС-2
	1000,0	5,0	10,0	500,00	АС-3

АС-1, АС-2 и АС-3 используют в течение рабочего дня.

8.4.3 Фоновый электролит - раствор хлорида калия концентрации 0,1 моль/дм^3, подкисленный раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 до pH 3 ÷ 4

На аналитических весах взвешивают навеску (7,5 ± 0,01) г хлорида калия, переносят в мерную колбу вместимостью 1,0 дм^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, приливают 20,0 см^3 соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 и доводят бидистиллированной водой до метки.

8.4.4 Раствор соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100,0 см^3 вносят 0,80 см^3 концентрированной соляной кислоты, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.4.3 (Измененная редакция, Изм. №1).

8.5 Подготовка проб

Подготовка проб продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод отличается.

В таблице 3 приведены необходимые навески для каждой из параллельных проб продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод для анализа при определения массовых концентраций витамина С методом вольтамперометрии.

Т а б л и ц а 3 - Навески проб продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод для определения массовых концентраций витамина С

Анализируемый объект	Содержание витамина С в 100 г продукта, мг	Навеска, г
Соки	От 200 до 1000	0,1 ÷ 2,0
Овощные, фруктовые, фруктово-молочные пюре	От 10 до 60	5,0 ÷ 10,0
Фрукты и ягоды	От 200 до 1000	5,0 ÷ 10,0
Молочные смеси сухие	От 40 до 50	0,2 ÷ 2,0
Молочные смеси жидкие	От 4 до 60	5,0 ÷ 50,0
Крупяные смеси сухие	От 40 до 60	0,1 ÷ 1,0

Навески анализируемых проб берутся с точностью до 0,001 г.

8.5.1 ***Подготовка проб соков***

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ вносят навеску анализируемой пробы в соответствии с данными, приведенными в таблице 3. Навеску пробы растворяют в растворе хлорида калия концентрации 0,1 моль/$дм^3$, подкисленного раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до pH раствора 3 – 4. Доводят объем до метки раствором хлорида калия концентрации 0,1 моль/$дм^3$, выдерживают 20 – 30 мин и отфильтровывают полученный раствор через двойной бумажный фильтр. Фильтрат является подготовленной пробой для вольтамперометрического измерения.

8.5.2 ***Подготовка проб фруктов и ягод***

В кварцевую чашку или фарфоровый тигель помещают 5 – 10 г фруктов или ягод, измельчают, после чего переносят в мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$, смывая со стенок чашки или тигля остатки измельченной пробы бидистиллированной водой. Добавляют 30 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$, доводят объем колбы до метки бидистиллированной водой, выдерживают 20 – 30 мин и отфильтровывают полученный раствор через двойной бумажный фильтр. Фильтрат является подготовленной пробой для вольтамперометрического измерения.

8.5.3 ***Подготовка проб овощных, фруктовых и фруктово-молочных пюре***

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ вносят навеску анализируемой пробы 5 – 10 г, добавляют 30 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ и 1 – 2 г кристаллов хлорида калия и доводят объем до метки бидистиллированной водой, выдерживают 20 – 30 мин и отфильтровывают полученный раствор через двойной бумажный фильтр. Фильтрат является подготовленной пробой для вольтамперометрического измерения.

8.5.4 ***Подготовка проб сухих молочных смесей***

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ вносят навеску анализируемой пробы 0,2 – 2 г, добавляют 30 - 50 $см^3$ бидистиллированной воды, перемешивают до полного растворения смеси. Затем добавляют в колбу 1 – 2 г кристаллов хлорида калия и доводят объем колбы до метки раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют на 20 – 30 мин, затем отфильтровывают полученный раствор через бумажный фильтр. Фильтрат является подготовленной пробой для вольтамперометрического измерения.

8.5.5 ***Подготовка проб жидких молочных смесей***

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ вносят 5 - 50 г жидкой молочной смеси, предварительно измельченной в кварцевой чашке или фарфоровом тигле, добавляют 1 – 2 г кристаллов хлорида калия и доводят объем колбы до метки раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$. Содержимое колбы тщательно перемешивают и оставляют на 20 – 30 мин, затем отфильтровывают полученный раствор через бумажный фильтр. Фильтрат является подготовленной пробой для вольтамперометрического измерения.

8.5.6 ***Подготовка проб сухих крупяных смесей для детского питания***

В мерную колбу вместимостью 100,0 $см^3$ вносят 0,1 – 1,0 г сухой крупяной смеси, предварительно измельченной в кварцевой чашке или фарфоровом тигле, добавляют 10 $см^3$ раствора соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ выдерживают 20 – 30 мин, изредка перемешивая. Содержимое колбы доводят до метки бидистиллированной водой, тщательно перемешивают и отфильтровывают полученный раствор через двойной бумажный фильтр. Фильтрат является подготовленной пробой для вольтамперометрического измерения.

8.5.7 При анализе проб продуктов детского питания, соков, фруктов и ягод «холостую» пробу делать не обязательно, так как витамин С как загрязнение ни в реактивах, ни в воде не обнаружен. Посуда отмывается от витамина С очень легко.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Выполнение измерений ***с использованием вольтамперометрического комплекса СТА проводят по приложению Б и Инструкции №1.***

При проведении анализов проб продуктов детского питания, соков, фруктов, ягод для определения массовой концентрации витамина С методом ВА выполняют следующие операции (на примере серийного полярографа):

Полярограф предварительно должен быть подготовлен по 8.1.1.

9.1 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электрода на чистоту

9.1.1 В прокаленный в муфельной печи кварцевый стаканчик вместимостью 15...20 $см^3$ с помощью пипетки вносят 10,0 $см^3$ раствора фонового электролита (хлорида калия концентрации 0,1 моль/$дм^3$, подкисленного раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до pH 3 ÷

4). Стаканчик с раствором фонового электролита помещают в электролитическую ячейку или датчик.

9.1.2 Опускают в раствор индикаторный электрод, вспомогательный электрод и электрод сравнения. Подключают к прибору электроды, устанавливают потенциал -0,30 В.

9.1.3 Устанавливают чувствительность прибора $4 \cdot 10^{-9} ... 1 \cdot 10^{-9}$ А/мм. Включают газ и в течение 180 с удаляют из раствора кислород пропусканием азота.

9.1.4 Проводят процесс электронакопления при потенциале -0,30 В в течение 30 с при перемешивании раствора.

9.1.5 По окончании электролиза отключают газ и через 10 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от -0,30 В до +1,10 В. Потенциал анодного пика витамина С находится в диапазоне от +0,45 В до +0,60 В (в зависимости от содержания витамина С и pH раствора подготовленной пробы).

9.1.6 После снятия вольтамперограммы стеклоуглеродный электрод вынимают из электрохимической ячейки, ополаскивают дистиллированной водой, опускают на 2 – 3 с в стаканчик с этиловым спиртом и протирают рабочую поверхность электрода фильтрованной бумагой.

9.1.7 Подключают индикаторный электрод и повторяют операции по п. 9.1.4...9.1.6 три раза.

9.1.8 При наличии на вольтамперограмме сигнала определяемого компонента с высотой пика менее 2 мм стаканчик, фоновый раствор и электроды считают готовыми к проведению измерений. В противном случае проводят очистку электродов или стаканчика и повторяют операции по 9.1.1...9.1.7.

9.1.9 Отключают электроды от прибора, вынимают стаканчик с раствором из ячейки или датчика и выливают содержимое стаканчика.

9.2 ВА измерения пробы продуктов детского питания, соков, фруктов, ягод

9.2.1 В кварцевый стаканчик, подготовленный к проведению ВА измерений по 9.1, помещают точно отмеренную аликвоту (0,1 – 3,0) $см^3$ полученного фильтрата анализируемой пробы, подготовленного к измерению по 8.5.1...8.5.6. Доводят объем пробы до 10 $см^3$ раствором фонового электролита (раствор хлорида калия концентрации 0,1 моль/$дм^3$, подкисленный раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/$дм^3$ до pH 3÷ 4).

9.2.2 Помещают стаканчик с анализируемым раствором в электролитическую ячейку или датчик.

9.2.3 Повторяют последовательно операции по 9.1.2... 9.1.7.

9.2.4 Если высота анодного пика витамина С превышает 200 мм, то изменяют чувствительность прибора (загрубить). Если высота анодного пика витамина С будет меньше 5 мм, то увеличивают чувствительность прибора.

9.2.5 Операции по 9.1.4...9.1.7 повторяют три раза.

9.2.6 Измеряют линейкой высоты анодных пиков определяемого компонента.

9.2.7 В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки или дозатора вносят добавку аттестованной смеси витамина С 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. Рекомендуемые добавки аттестованной смеси известной концентрации приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Рекомендуемые добавки аттестованных смесей при анализе проб ***продуктов детского питания, соков, фруктов, ягод***

Диапазон определяемых концентраций вещества, мг/кг	3,0....30,0	30,0...300	300...3000
Время электролиза, с	30	30	30
Навеска пробы, г	50,0...10,0	5,0...1,0	1,0...0,1
Объем аликвоты, $см^3$	1,5...1,0	4,0...2,0	2,5
Концентрация аттестованной смеси для добавок, $мг/дм^3$	100	300	500
Рекомендуемый объем добавок, $см^3$	0,02...0,03	0,02	0,02

9.2.8 Проводят электронакопление и регистрацию вольтамперограмм по 9.1.4...9.1.7 три раза.

9.2.9 Измеряют высоты анодных пиков витамина С в пробе с добавкой аттестованных смесей.

9.2.10 Выливают содержимое стаканчика.

9.2.11 Стаканчик протирают фильтром с питьевой содой, промывают дистиллированной водой или фоновым раствором.

9.2.12 Операции по 9.2.1 ... 9.2.11 проводят для каждой из параллельных анализируемых проб в одинаковых условиях.

9.2.13 При выполнении анализа по настоящей методике рекомендуется ведение записей условий анализа в рабочем журнале и регистрация вольтамперограммы на ленте самописца с указанием пробы и условий анализа согласно таблице 5.

Таблица 5 - Рекомендуемая форма записи результатов измерений при анализе проб

Определяемый компонент	Анализируемая проба (характеристика, номер, дата...)	Условия измерений (чувствительность; время электролиза; объем аликвоты)	Высота пика компонента в пробе, мм, или ток, А	Добавка АС: Vд $см^3$, $С_{доб}$ $мг/дм^3$.	Высота пика компонента после Добавки АС, мм, или ток, А

10 ВЫЧИСЛЕНИЕ И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

10.1 Расчет величин максимальных анодных токов (аналитических сигналов)

10.1.1 Для определяемого компонента рассчитывают среднее из трех значений аналитических сигналов, полученных при трехкратной регистрации вольтамперограммы пробы.

10.1.2 По средней высоте анодного пика для данного компонента вычисляют значение максимального анодного тока витамина С по формуле (1):

$$I_i = h_i \cdot \alpha \ , \qquad (1)$$

где индекс i относится к анализируемой пробе (i =1) и к пробе с добавкой АС компонента (i =2);

I_i - величина максимального анодного тока данного компонента в данной пробе, А;

h_i - средняя высота пика компонента на вольтамперограмме, мм;

α - чувствительность прибора при регистрации данного пика, А/мм.

Такой расчет проводят как для вольтамперных кривых при регистрации анализируемой пробы (i =1), так и для анализируемой пробы с добавкой аттестованной смеси компонента (i =2).

10.1.3 Если регистрация вольтамперограмм пробы и пробы с добавкой АС компонента проводится без изменения чувствительности прибора и самописца, то операции по 10.1.2 не проводят, используют в дальнейших расчетах величины высот пиков вместо токов пиков.

10.2 Расчет содержания компонента в пробе

10.2.1 Расчет содержания ***витамина С*** в анализируемой пробе проводится по формуле (2):

$$X_i = \frac{I_1 \cdot C_Д \cdot V_Д \cdot V_{пр}}{(I_2 - I_1) \cdot m \cdot V_{ал}}, \quad (2)$$

где: X_i – содержание ***витамина С*** в анализируемой пробе, мг/кг;

$C_Д$ – концентрация аттестованной смеси витамина С, из которой делается добавка к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_Д$ – объем добавки АС витамина С, см^3;

I_1 – величина максимального анодного тока витамина С в анализируемой пробе, А;

I_2 – величина максимального анодного тока витамина С в пробе с добавкой АС, А;

m – масса анализируемой пробы, г;

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

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

Таким образом получен результат анализа первой параллельной пробы – X_1.

10.2.2. Аналогичные вычисления проводят для второй параллельной анализируемой пробы. Получают соответственно значения X_2.

10.2.3 Таким образом по двум параллельным определениям получают два значения концентрации X_1 и X_2.

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 6 А.

Таблица 6 А - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Компонент	Диапазон измеряемых концентраций	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), *r*	Предел повторяемости (для четырех результатов параллельных определений), *r* *
Витамин С	От 2 до 3000 мг/кг включ.	0,20 · $\overline{X}$	0,25 · $\overline{X}$
$\overline{X}$ - среднее арифметическое значение результатов параллельных определений массовой концентрации компонента			

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

$$|X_1 - X_2| \le r. \quad (3)$$

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

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}. \quad (4)$$

При выполнении условия (3) 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 6 А.

Если размах ($X_{max} - X_{min}$) больше, 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 Б.2 приложения Б настоящего документа на методику.

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/кг , P=0,95

или $\overline{X} \pm \Delta_{Л}$, 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;

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

± Δ – значения характеристики погрешности настоящей методики выполнения измерений, которые рассчитываются по формуле

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}, \qquad (6)$$

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

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

$$\Delta_{Л} = 0{,}84 \cdot \Delta \qquad (7)$$

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

10.3 (Измененная редакция, Изм. №1).
10.4 (Введен дополнительно, Изм. №1).
11 (Исключен, Изм. №1).
Таблица 6 (Исключена, Изм. №1).
Таблица 6 А (Введена дополнительно, 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 Б 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 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике» или по МИ 2335-2003 «Рекомендация. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

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 6 А, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с разделом 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 7 А.

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

Таблица 7 А - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Компонент	Диапазон измеряемых концентраций	Предел воспроизводимости (для двух результатов), R
Витамин С	От 2 до 3000 мг/кг, включ.	$0{,}25 \cdot \overline{\overline{X}}$
$\overline{\overline{X}}$ - 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».

12, 13 (Введены дополнительно, Изм. №1).

Таблица 7 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»);
- 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 6 А.

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

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

Рассчитывают или устанавливают норматив контроля внутрилабораторной прецизионности

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

где R – значение предела воспроизводимости, приведенное в таблице 7А,

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

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

$\overline{X}^{/}$ - 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 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

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

$\Delta_{л\overline{X}^{/}}$, $\Delta_{л\overline{X}}$ – 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 $\Delta_П$ можно использовать примечание в разделе 10.3.2 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 элемента или малой концентрацией компонента, в которые введена точная концентрация искомого компонента (аттестованная характеристика – *С*). Компонента 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 А (Измененная редакция, Изм. №1).

Таблицы А1, А2 Исключены (Изм. №1).

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КОМПЛЕКСА АНАЛИТИЧЕСКОГО ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОГО СТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВИТАМИНА С (с программным обеспечением DOS)

Комплекс СТА должен быть предварительно подготовлен к работе в соответствии с «Руководством пользователя» на данный прибор.

Б.1 Проверяют работу стеклоуглеродного электрода ***по контрольным пробам витамина С.***

Для этого проводят следующие операции:

Из команды «ВЫБОР» выбирают или создают файл «Вит.С».

Б.1.1 Загружают или создают трассу анализа со следующими параметрами:

<table>
<tr><td>Ячейки</td><td colspan="2">1 - Вкл.</td><td colspan="2">2 – Вкл.</td><td colspan="2">3 - Вкл.</td><td>Тип развертки</td></tr>
<tr><td>Этапы</td><td>Время</td><td>Потен-циал</td><td>УФО</td><td>Газ</td><td>Меш.</td><td rowspan="6">Накопительная

Шаг - 4
Амплитуда – 0
Задержка 1 -5
Задержка 2 - 0
Заполнение - 0
Потенциал – 0,0

Iрез = 11 – 12
График разв.</td></tr>
<tr><td>1. Подготовка раствора</td><td>180 с</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>2. Обработка раствора</td><td>0</td><td>0,000</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>3. Обработка электрода</td><td colspan="2">0 с
Цикл мс 1: 0,000
0 2 : 0,000</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>4. Очистка электрода</td><td>30 с</td><td>+1,200</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл.</td></tr>
<tr><td>5. Накопление</td><td>30 с</td><td>-0,300</td><td>Выкл.</td><td>Вкл.</td><td>Выкл</td></tr>
<tr><td>6. Успокоение</td><td>10 с</td><td>+0,100</td><td colspan="3">Отключено</td><td rowspan="4"></td></tr>
<tr><td>7. Развертка</td><td>Скорость 15 мВ/с</td><td>+1,10</td><td colspan="3">Отключено</td></tr>
<tr><td colspan="4">Число циклов – 5
Множитель - 1· 10^{-10}
Производная – Вкл. Циклическая- Выкл.
Инверсия – Выкл. Реверс – Выкл.
Фильтр – 30</td><td colspan="3">Сплайн-разметка
Выкл.
Вычитание ФОНа
0%</td></tr>
<tr><td colspan="7">Диапазоны поиска пиков элементов:
Элемент С
Потенциал 0,450
Зона [+/- мВ] 150</td></tr>
</table>

Б.1.2 Стаканчик с раствором фонового электролита (раствор хлорида калия концентрации 0,1 моль/дм^3, подкисленный раствором соляной

кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 до pH 3 ÷ 4) объемом 10,0 см^3 поместить в анализатор.

Б.1.3 Устанавливают электроды:

- Стеклоуглеродный (катод) – в гнездо РЭ,
- Хлорсеребряный (анод) – в гнездо ХСЭ,
- Вспомогательный ХСЭ – в гнездо ВЭ,
- Трубочки для подачи газа.

Б.1.4 Погружают электроды в раствор фонового электролита и запускают команду «ФОН» (См. «Руководство пользователя» команда ФОН).

Б.1.5 Снимают 3 – 5 вольтамперограмм (первые две исключают), проводят их обработку («УСРЕДНЕНИЕ»).

Б.1.6 Проводят команду «ВЫХОД».

Б.1.7 Переходят в команду «ПРОБЫ».

Б.1.8 Вводят в стаканчики с фоновым электролитом 0,02 см^3 аттестованного раствора витамина С концентрации 1000 мг/дм^3. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием витамина С 2,0 мг/дм^3 при объеме пробы 10,0 см^3.

Б.1.9 Запускают команду «ПРОБА» (устанавливают курсор на «ПУСК/СТОП», щелкают левой клавишей мыши один раз), производят несколько съемок вольтамперных кривых, и проводят их обработку («УСРЕДНЕНИЕ») (См. «Руководство пользователя»). Переходят в команду «ДОБАВКА» (см. «Руководство пользователя» команда ДОБАВКА).

Б.1.10 Вводят в стаканчик с пробой еще одну добавку витамина С объемом 0,02 см^3 концентрации 1000 мг/дм^3 и запускают команду «ДОБАВКА».

Б.1.11 Пока комплекс проводит измерения, заполняют таблицу в графе «КОЛИЧЕСТВО».

Масса навески	0.00 [г]	
Объем пробы	10,00 [см^3]	
Объем минерализата	10,00 [см^3]	
Объем аликвоты	10,00 [см^3]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [см^3]	Концентрация АС [мг/дм^3]
C	0,02	1000

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

Если расхождение между результатами в ячейках составляет менее 30%, электроды считают пригодными к работе. После этого приступают к измерению проб в такой же последовательности.

Б.2 Измерения при анализе пробы на содержание витамина С

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

Б.2.1 В проверенные на чистоту кварцевые стаканчики вносят аликвоты проб, подготовленных по 8.5.1….8.5.6 настоящей методики, и доводят объем пробы до 10 $см^3$ фоновым электролитом.

Б.2.2 Запускают команду «ПРОБА» из колонки «ДЕЙСТВИЯ». Затем 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.

Б.2.3 После измерения сигнала витамина С в пробе выходят из меню действий по пробе и входят в меню "ДОБАВКА". Заполняют таблицу "КОЛИЧЕСТВО" в меню действий по «ДОБАВКЕ»

Например:

Масса навески	0,20 [г]	
Объем пробы	0,00 [$см^3$]	
Объем минерализата	100,00 [$см^3$]	
Объем аликвоты	10,00 [$см^3$]	
ДОБАВКА		
Элемент	Объем добавки АС [$см^3$]	Концентрация АС [$мг/дм^3$]
Вит С	0,02	1000

Б.2.4 Вносят с помощью пипетки или дозатора добавку АС витамина С с такими же параметрами в каждую ячейку и запускают измерение по добавке, нажав "ПУСК" в меню действий по «ДОБАВКЕ».

Если к этому моменту времени комплекс провел измерение и разметка кривых проведена, смотрят результаты анализа в таблице «СОДЕРЖАНИЕ» (см. «Руководство пользователя»).

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

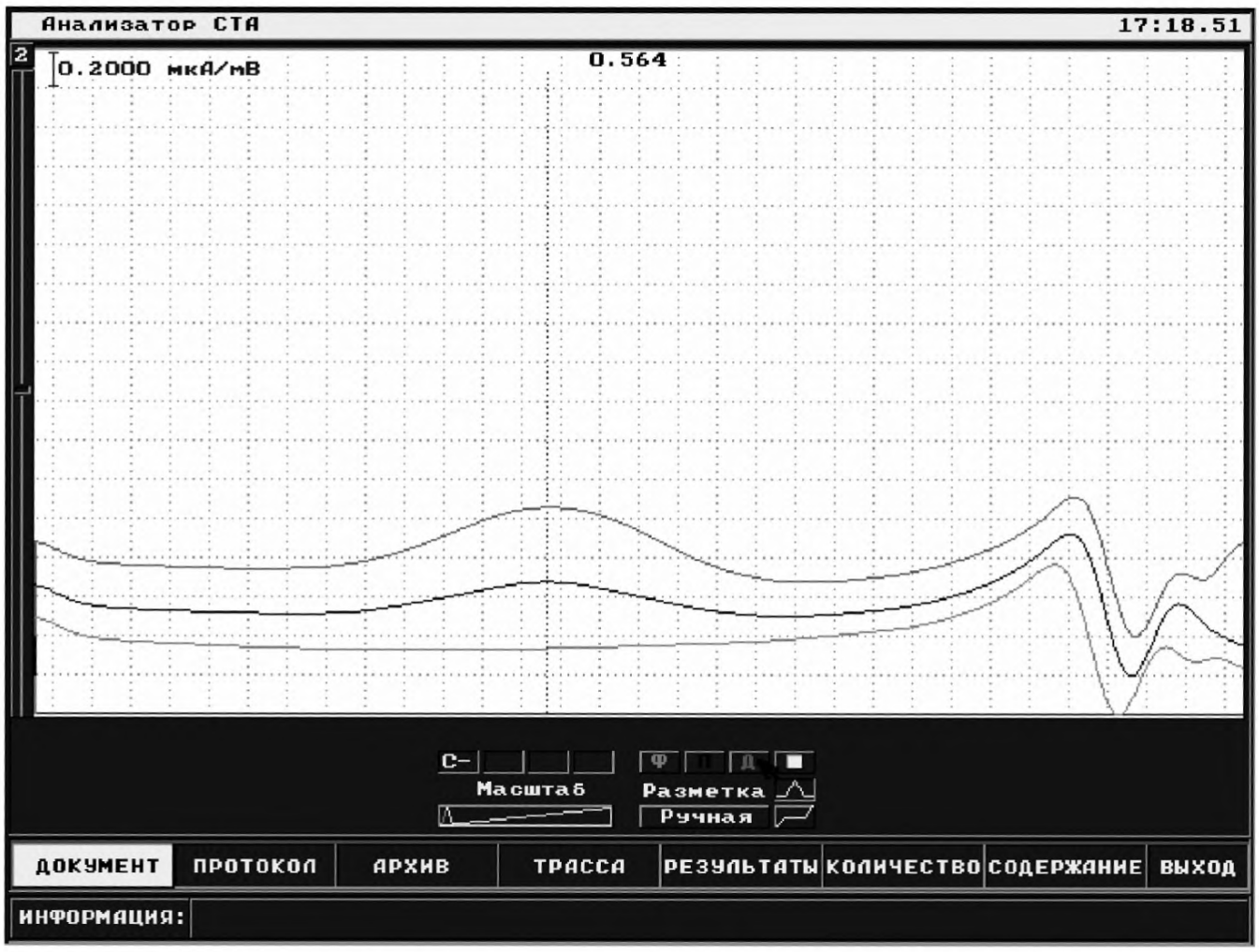


Рисунок 1. Вольтамперограммы витамина С в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой (3) АС

Приложение В (Исключено, Изм. №1).

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

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

(№ 08-47/113)

Методика выполнения измерений массовой концентрации витамина С методом вольтамперометрии, разработанная в НИЛ микропримесей Томского политехнического университета и ООО ВНПФ "ЮМХ" и регламентированная в МУ 08-47/113 (по реестру метрологической службы)

ПРОДУКТЫ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ, СОКИ, ФРУКТЫ, ЯГОДЫ. ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИТАМИНА С

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам теоретического и экспериментального исследования методики выполнения измерений.

В результате аттестации установлено, что данная методика обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Диапазон измерений, значения характеристики относительной погрешности при доверительной вероятности P=0,95

Объект анализа	Наименование определяемого компонента	Диапазон измеряемых концентраций, X, мг/кг	Характеристика погрешности (границы интервала, в котором погрешность находится с заданной вероятностью), ± δ, %
Продукты детского питания, соки, фрукты, ягоды	**Витамин С**	От 2 до 3000 включ.	18

2. Значение нормативов оперативного контроля

2.1 Значения нормативов оперативного контроля сходимости и воспроизводимости при доверительной вероятности P=0,95

Объект анализа	Наименование определяемого компонента	Диапазон измеряемых концентраций, X, мг/кг	Норматив оперативного контроля воспроизводимости (для двух результатов измерений, m=2); *D*, %	Норматив оперативного контроля сходимости (для двух результатов параллельных определений, n=2). d , %
Продукты детского питания, соки, фрукты, ягоды	**Витамин С**	От 2 до 3000 включ.	24	20

2.2 Значения норматива оперативного контроля погрешности при проведении контроля методом добавок

Норматив оперативного контроля погрешности (допускаемое значение разности между результатом контрольного измерения пробы с добавкой - X', пробы - X и величиной добавки - C) рассчитывают по формулам:

- при проведении внутрилабораторного контроля (P = 0.90)

$$K_д = 0.84 \sqrt{(\Delta_{x'})^2 + (\Delta_x)^2}, \text{ мг/кг};$$

- при проведении внешнего контроля (P = 0.95)

$$K_д = \sqrt{(\Delta_{x'})^2 + (\Delta_x)^2}, \text{ мг/кг},$$

где Δ_x, $\Delta_{x'}$, (мг/кг) - значения характеристики погрешности (без учета знака), соответствующие содержанию витамина С в пробе, пробе с добавкой, соответственно;
$\Delta_x = 0.18\ X$ (X – содержание витамина С в пробе);
$\Delta_{x'} = 0.18\ X'$ (X'- содержание витамина С в пробе с добавкой).

3 Дата выдачи свидетельства 05.03. 2001 г.
Срок действия до 05.03. 2006 г.

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по НР ТПУ
_____В.Я.Ушаков
"____" _____ 2001 г

Метролог аккредитованной
метрологической службы
_____Н.П.Пикула
"5" марта 2001 г.

УТВЕРЖДАЮ
Директор ООО ВНПФ "ЮМХ"
_____Г.Б.Слепченко
"5" марта 2001 г.

СОГЛАСОВАНО
Зам.директора УНИИМ
_____И.Е.Добровинский
"05" 04 2001 г.

Инструкция №1

выполнение измерений
при определении массовой концентрации витамина С
с использованием вольтамперометрического анализатора СТА
(программное обеспечение Windows)

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

Электроды:

- индикаторный электрод - стеклоуглеродный с рабочей поверхностью 25 - 30 мм^2;
- электрод сравнения – хлоридсеребряный, заполненный раствором хлорида калия, концентрации 1 моль/дм^3 с сопротивлением не более 3,0 кОм.
- вспомогательный электрод - хлоридсеребряный, заполненный раствором хлорида калия, концентрации 1 моль/дм^3 с сопротивлением не более 3,0 кОм.

Фоновый электролит: раствор хлорида калия концентрации 0,1 моль/дм^3, подкисленный раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 до pH 3 ÷ 4

1.1 Загружают файл созданной заранее методики «**Витамин С**» (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.

Трасса

Методика

Наименование [**Витамин С**]

	Трасса	Развертка	Режим		Элемент	Контроль		
		Время, с	Потенциал, В		УФО	Газ	Мешалка	Скорость
Y	**Подготовка раствора**	**60**	**+1,100**			Y	Y	
	Обработка раствора	0	0,000					0
	Обработка электрода	0	0,000	0,000				
Y	**Очистка электрода**	**10**	**1,100**			Y	Y	0
Y	**Накопление**	**30**	**-0,300**			Y	Y	
Y	**Успокоение**	**5**	**-0,300**					
Y	**Развертка**	**30мВ/с**	**0,10**	**1,200**				

Развертка

Трасса	**Развертка**	Режим	Элемент	Контроль
Тип развертки	[**Ступенчатая**]	[**Форма развертки**]		
Диапазон тока	**0,3** мА			
Шаг развертки	**4** мВ			
Задержка 1	**10** %			
Задержка 2	%			↓
Начало импульса	%			
Окончание импульса	%		↓	
Амплитуда	мВ			
Накопление	**50**	↓		

Режим

Трасса	Развертка	**Режим**	Элемент	Контроль

Y	Ячейка 1	Число опытов **[3]**	Фильтр **70**	
Y	Ячейка 2			
Y	Ячейка 3	Схема **[3-х электродная]**		Инверсия по току
				Инверсия по потенциалу
			Y	Первая производная
Разметка			**Форма разметки**	
[Ручная]		[Автомат]	**[Линия]**	Сплайн

Элемент

Трасса	Развертка	Режим	**Элемент**	Контроль

	Имя	Потенциал, В	Зона, мВ
1	**C**	0,45	100
2		0,000	0,000

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

1.2 Проверка стаканчиков, фонового раствора и электродов на чистоту

Измерение фона. В три чистых кварцевых стаканчика вносят по 10,0 см^3 раствора фонового электролита (**раствор хлорида калия концентрации 0,1 моль/дм^3, подкисленный раствором соляной кислоты концентрации 0,1 моль/дм^3 до pH 3 ÷ 4)**. Стаканчики с раствором фонового электролита помещают в электролитическую ячейку, 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 компонента высотой более 0,2 мкА содержимое стаканчиков выливают, отмывают стаканчики и электроды так, чтобы в чистом фоне отсутствовали пики определяемого компонента (или были менее 0,2 мкА).

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

В стаканчики с фоновым электролитом вносят пипеткой или дозатором по 0,01 см^3 витамина С концентрации 1000,0 мг/дм^3. Полученный раствор является контрольной пробой с содержанием 1,0 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 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 витамина С.

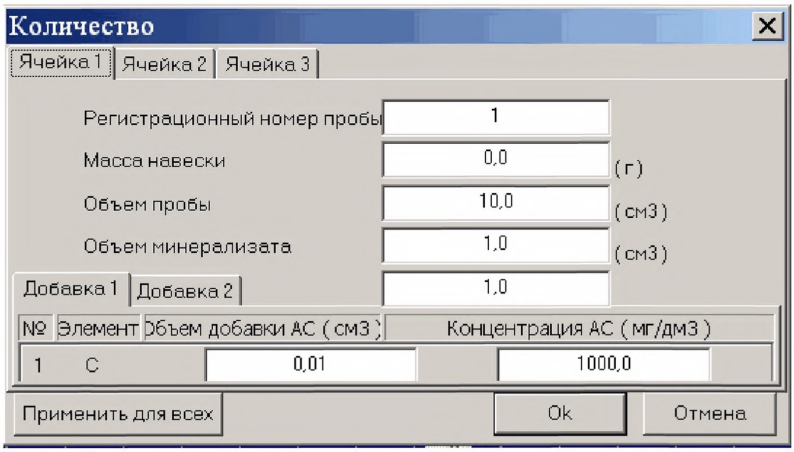
Вносят в стаканчики с пробой добавки АС витамина С объемом 0,01 см^3 концентрации 1000,0 мг/дм^3. Запускают команду **«**  **Получение**

вольтамперограмм пробы с добавкой». Снимают по 3 – 5 вольтамперограмм. Проводят их обработку.

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

Расчет массовой концентрации витамина С 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»

Например:

Результат анализа				
Элемент		Ячейка 1	Ячейка 2	Ячейка 3
C		0,98	0,96	0,92
Y	**Учитывать фон**			
	Учитывать Добавку 2			
	Вычислять по усредненным вольтамперограммам			**Приемлемость**
Элемент		Результат анализа	Доверительная вероятность	
C		0,95 ± 0,095 (мг/кг)	P=0,95	

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.

1.3 Выполнение измерений при анализе реальной пробы анализируемого продукта на содержание витамина С

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 витамина С в таких объемах, чтобы высоты пиков на вольтамперограмме увеличились примерно в 2 раза ((по 0,01 см^3 концентрации 1000,0 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 витамина С, 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 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 витамина С 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).

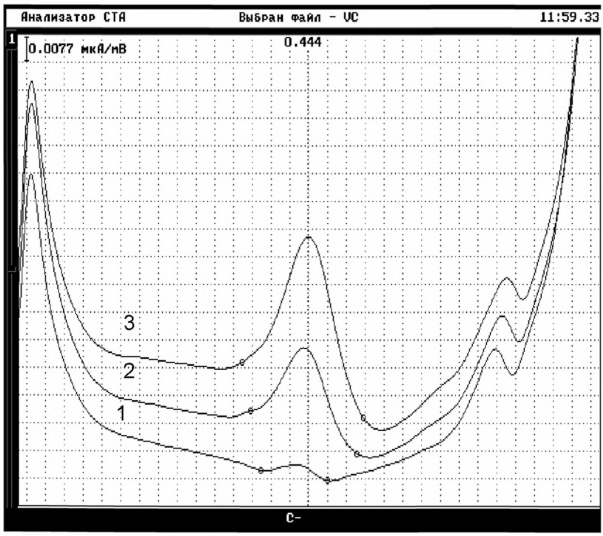


Рисунок 2. Вольтамперограмма определения витамина С в фоновом электролите (1), в пробе (2) и в пробе с добавкой (3) АС витамина С

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

РАЗРАБОТЧИКИ:

1. *Филичкина О.Г.* – н.с. НИЛ микропримесей Томского политехнического университета, ООО ВПФ «ЮМХ»
2. *Слипченко В.Ф.* – к.х.н., н.с. НИЛ микропримесей Томского политехнического университета, ООО ВНПФ «ЮМХ»;
3. *Анисимова* Л.С. - к.х.н., доцент каф. ФАХ Томского политехнического университета;
4. *Слепченко* Г.Б. – д.х.н., с.н.с., зав. НИЛ микропримесей Томского политехнического университета
5. *Пикула* Н.П. - к.х.н., доцент каф. ФАХ ТПУ, эксперт по аккредитации аналитических лабораторий.

© ООО «Внедренческая научно-производственная фирма «ЮМХ»

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

microlab@tpu.ru, gost.e-ecolog.ru