ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52689— 2006

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации йода

Издание официальное

БЗ 2—2007/408

Москва
Стандартинформ
2007

1—2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Аккредитованной научно-исследовательской лабораторией микропримесей и метрологической службой Томского политехнического университета, Внедренческой научно-производственной фирмой «ЮМХ» при участии ФГУП ВНИИССагропродукт (г. Краснодар) и научно-производственного предприятия ООО «Эконикс-Эксперт»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 335 «Методы испытаний агропромышленной продукции на безопасность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 декабря 2006 г. № 460-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© Стандартинформ, 2007

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сокращения 3
4 Сущность метода 3
5 Показатели точности метода и результатов измерений 3
6 Требования к условиям выполнения измерений 4
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы 4
8 Подготовка к выполнению измерений 5
9 Отбор и подготовка проб 7
10 Выполнение измерений 8
11 Обработка результатов измерений 10
12 Оформление результатов измерений 11
13 Проверка приемлемости результатов измерений для двух лабораторий 11
14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории 12
15 Требования безопасности 12
Приложение А (рекомендуемое) Вольтамперограммы йода 13
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПРОДУКТЫ ПИЩЕВЫЕ

Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации йода

Foods. Anodic stripping voltammetric method of iodine mass concentration determination

Дата введения — 2008—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на пищевые продукты: безалкогольные напитки, минеральные питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые воды, хлеб и хлебобулочные изделия, дрожжи, поваренную и лечебно-профилактическую соль, молоко и молочные продукты, кисломолочные и жировые продукты, в том числе на пищевые йодированные продукты, и устанавливает инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации йода (всех форм) в диапазонах, указанных в таблице 1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

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

ГОСТ Р 51593—2000 Вода питьевая. Отбор проб

ГОСТ Р 52179—2003 Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля

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

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

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

ГОСТ 171—81 Дрожжи хлебопекарные прессованные. Технические условия

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

ГОСТ 2156—76 Натрий двууглекислый. Технические условия

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

ГОСТ 4168—79 Реактивы. Натрий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

Издание официальное

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

ГОСТ 4217—77 Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

ГОСТ 11125—84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13685—84 Соль поваренная. Методы испытаний

ГОСТ 13861—89 (ИСО 2503—83) Редукторы для газоплазменной обработки. Общие технические условия

ГОСТ 14262—78 Кислота серная особой чистоты. Технические условия

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

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

ГОСТ 20490—75 Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия

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

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

ГОСТ 23268.16—78 Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения иодид-ионов

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

ГОСТ 24363—80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия

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

ГОСТ 25832—89 Изделия хлебобулочные диетические. Технические условия

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

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

ГОСТ 28483—90 Дрожжи хлебопекарные сушеные. Технические условия

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

ГОСТ 30004.2—93 Майонезы. Правила приемки и методы испытаний

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

3 Сокращения

В настоящем стандарте применяют следующие сокращения:

ИВ — инверсионно-вольтамперометрический (-ое, -ие);
ВА — вольтамперная (кривая);
ГСО — государственный стандартный образец;
КХА — количественный химический анализ;
АС — аттестованная смесь;
ХСЭ — хлорсеребряный электрод;
РПЭ — ртутно-пленочный электрод.

4 Сущность метода

КХА проб пищевых продуктов на содержание йода основан на ИВ измерении массовой концентрации элемента в растворе подготовленной пробы. Предварительную подготовку пробы проводят для устранения влияний органических веществ и перевода всех химических форм йода в электрохимически активную форму иодида.

Для перевода всех форм йода (иодид-ион, иодат-ион, йод-казеин, витайод и другие без потерь йода элементарного) в одну электрохимически активную форму и устранения мешающего влияния присутствующих в пробе органических веществ проводят щелочное окислительное плавление с последующей нейтрализацией раствора и восстановлением аскорбиновой кислотой окисленных форм йода до иодида.

ИВ метод измерений основан на способности иодид-ионов накапливаться на поверхности РПЭ в виде малорастворимого соединения со ртутью при определенном потенциале с последующим катодным восстановлением осадка при изменении потенциала. Аналитическим сигналом является величина катодного тока пика при потенциале минус (0,30 ± 0,05) В, который пропорционален концентрации иодид-ионов. Массовую концентрацию иодид-ионов рассчитывают по методу добавки АС иодид-ионов. Общая схема анализа проб ИВ методом представлена на рисунке 1.

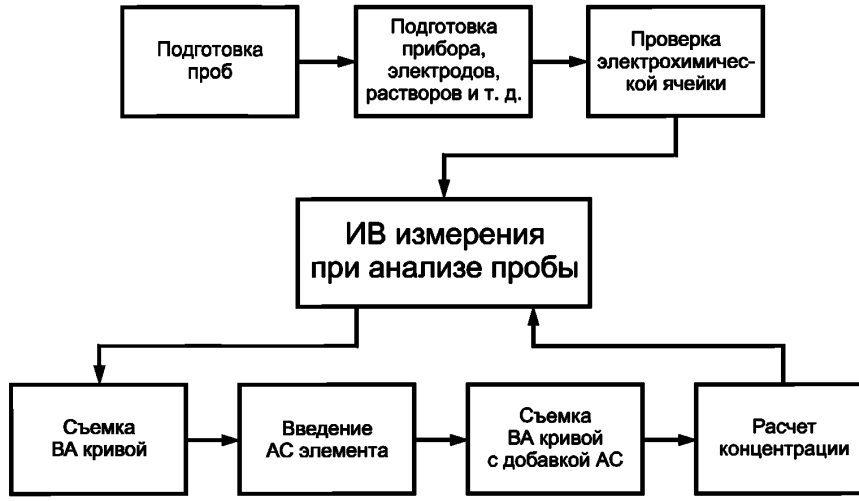

Рисунок 1 — Основные этапы анализа проб ИВ методом

5 Показатели точности метода и результатов измерений

5.1 При соблюдении всех регламентируемых настоящим стандартом условий показатели точности метода и результатов измерений массовой концентрации йода в продуктах в указанном диапазоне измеряемых концентраций при доверительной вероятности $P = 0,95$ соответствуют значениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1— Диапазоны измерений массовых концентраций йода и значения показателей точности метода и результатов измерений

Наименование продукта	Диапазон измерения массовой концентрации йода	Показатели точности		
		Границы относительной погрешности ±δ, %	Предел повторяемости (сходимости) r, мг/кг или мг/дм^3	Предел воспроизводимости R, мг/кг или мг/дм^3
Безалкогольные напитки, минеральные питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые воды	От 0,005 до 1,5 мг/дм^3 включ.	26	0,22 X	0,25 $\overline{X}$
Хлеб и хлебобулочные изделия	От 0,2 до 2,5 мг/кг включ.	35	0,36 X	0,47 $\overline{X}$
Дрожжи	От 5,0 до 100 мг/кг включ.	30	0,30 X	0,40 $\overline{X}$
Поваренная и лечебно-профилактическая соль	От 1,0 до 60 мг/кг включ.	24	0,17 X	0,28 $\overline{X}$
Молоко, кисломолочные и жировые продукты	От 0,05 до 10,0 мг/кг или мг/дм^3 включ.	35	0,22 X	0,42 $\overline{X}$

Примечание — X — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений; $\overline{X}$ — среднеарифметическое значение двух результатов измерений, полученных в разных лабораториях.

5.2 Результаты измерений массовой концентрации йода в контрольных пробах продуктов X, полученные в соответствии с настоящим стандартом, могут отклоняться от результатов измерений не более:

0,05 X по ГОСТ 13685;

0,03 X по ГОСТ 23268.13;

0,10 X по ГОСТ 25832;

0,05 X по ГОСТ Р 51575.

6 Требования к условиям 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.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы и материалы

7.1 Средства измерений и вспомогательное оборудование

7.1.1 Комплекс вольтамперометрический аналитический СТА по [1] или вольтамперометрический анализатор Экотест-ВА в комплекте с IBM-совместимым компьютером или полярограф в комплекте с двухкоординатным самописцем.

7.1.2 Электроды:

- индикаторный электрод — ртутно-пленочный;

- вспомогательный электрод и электрод сравнения — хлорсеребряные в одномолярном растворе хлорида калия с сопротивлением не более 3,0 кОм.

7.1.3 Редуктор по ГОСТ 13861 с манометром (250 ± 1) атм. по ГОСТ 2405.

7.1.4 Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

7.1.5 Дозаторы пипеточные любого типа с дискретностью установки доз 1,0 или 2,0 мкл.

7.1.6 Шланги резиновые или силиконовые для подвода газа к ячейке (при использовании инертного газа).

7.1.7 Аппарат для бидистилляции воды по ГОСТ 28165 или по [2].

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

7.1.9 Печь муфельная по ГОСТ 9736 или электропечь сопротивления камерная лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 °С до 600 °С с погрешностью измерений ± 25 °С или комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» с диапазоном рабочих температур от 50°С до 650 °С с погрешностью измерений ± 15 °С (изготовитель ООО «ИТМ», г.Томск).

Допускается использовать другое оборудование и приборы, позволяющие воспроизводить технические и метрологические характеристики, указанные и в настоящем стандарте.

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; 50,0 см^3.

7.2.3 Стаканчики кварцевые вместимостью 20 — 25 см^3 или тигли, или чаши по ГОСТ 19908.

7.2.4 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.2.5 Эксикатор по ГОСТ 25336.

7.2.6 Емкости из темного стекла для хранения АС иодид-ионов и анализируемых проб.

7.3 Реактивы и материалы

7.3.1 ГСО состава растворов иодид-ионов с погрешностью не более 1,0 % отн. при $P = 0,95$.

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

7.3.2 Калий йодистый по [3], ос. ч. или по ГОСТ 4232, х.ч.

7.3.3 Натрий азотнокислый по ГОСТ 4168.

7.3.4 Калий азотнокислый по ГОСТ 4217.

7.3.5 Калия гидроокись по ГОСТ 24363.

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

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

7.3.8 Калий хлористый по [4].

7.3.9 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

7.3.10 Натрий двууглекислый (сода пищевая) по ГОСТ 2156.

7.3.11 Вода бидистиллированная по [5] 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).

7.3.12 Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

7.3.13 Азот газообразный по ГОСТ 9293.

7.3.14 Бумага индикаторная универсальная (pH 1 - 10) по [6].

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

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Подготовка приборов к работе

Подготовку и проверку полярографов, вольтамперометрического анализатора проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации и техническому описанию соответствующего прибора.

Устанавливают режим работы средств измерения в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 — Параметры измерений аналитических сигналов йодида методом ИВ

Параметры измерений	Значение
Трехэлектродная система измерений	Обеспечивается средством измерения
Постояннотоковый или дифференциально-импульсный режим	Обеспечивается средством измерения
Поляризующее напряжение для электронакопления, В	0,0
Потенциал начала регистрации вольтамперной кривой, В	0,0
Конечное напряжение развертки, В	–1,2
Потенциал максимума аналитического сигнала (катодного пика), В	–(0,30 ± 0,05)
Скорость линейного изменения потенциала, мВ/с	20—30
Чувствительность прибора при регистрации вольтамперограммы, А/мм	$1 \cdot 10^{-8}$ — $1 \cdot 10^{-7}$*
Время электролиза, с	30—180*
* В зависимости от содержания элемента в анализируемой пробе.	

8.2 Подготовка лабораторной посуды

Кварцевые стаканчики протирают сухим порошком натрия двууглекислого с помощью фильтровальной бумаги, промывают раствором (1 : 1) азотной кислоты и многократно бидистиллированной водой, прокаливают при температуре 450 °С — 500 °С и хранят закрытыми под стеклянным колпаком или в эксикаторе по ГОСТ 25336 в сухом виде.

8.3 Приготовление индикаторного, вспомогательного электродов и электрода сравнения

8.3.1 Подготовка индикаторного РПЭ

Индикаторный РПЭ представляет собой фторопластовый стержень с запрессованной серебряной проволокой диаметром 0,8 мм, рабочей длиной 5 — 7 мм (площадь поверхности составляет примерно 20 мм^2). Для подготовки электрода к работе на поверхность серебра наносят пленку ртути. Покрытие ртутью проводят путем опускания рабочей части электрода (серебряной проволоки) в металлическую ртуть на 2 — 3 с, затем ртуть растирают фильтровальной бумагой для равномерного распределения по поверхности серебра. Электрод промывают бидистиллированной водой. Процедуру амальгамирования рабочей поверхности электрода повторяют при появлении незаамальгамированных участков (серого цвета) на поверхности электрода. Электрод хранят, погрузив рабочую часть в бидистиллированную воду.

8.3.2 Подготовка электрода сравнения и вспомогательного электрода

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

8.4 Приготовление растворов

8.4.1 Основным раствором иодид-ионов является ГСО состава водных растворов иодид-ионов с аттестованным значением массовой концентрации 1000,0 мг/дм^3.

Рекомендуется использовать инструкцию по применению ГСО.

8.4.2 При отсутствии ГСО раствора йодид-ионов основной раствор с массовой концентрацией иодид-иона 1000,0 мг/дм^3 готовят по ГОСТ 4212 из реактива калия йодистого марки х.ч. или ос.ч.

Для этого реактив калий йодистый высушивают до постоянной массы при 105 °С — 110 °С. Навеску (0,1308 ± 0,0002) г высушенного реактива калия йодистого помещают в колбу объемом 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

Защищают основной раствор иодид-ионов от воздействия света с помощью посуды из темного стекла или посуды, обернутой светозащитной бумагой.

8.4.3 АС-1, АС-2, АС-3, АС-4 с содержанием 100,0; 10,0; 5,0 и 1,0 мг/дм^3 иодид-иона соответственно готовят разбавлениями растворов в мерных колбах вместимостью 25 см^3 бидистиллированной водой согласно таблице 3.

Таблица 3 — Приготовление АС иодид-ионов

Массовая концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/дм^3	Отбираемый объем, см^3	Объем мерной посуды, см^3	Массовая концентрация приготовленной АС, мг/дм^3	Шифр полученной АС
1000,0	2,50	25,0	100,0	АС-1
100,0	2,50	25,0	10,0	АС-2
100,0	1,25	25,0	5,0	АС-3
10,0	2,50	25,0	1,0	АС-4

При хранении в посуде из темного стекла АС-1 устойчива в течение 3 мес, АС-2 — в течение 30 дней.

АС-3 и АС-4 готовят в день применения.

8.4.4 Раствор азотнокислого калия молярной концентрации c (KNO_3) = 0,5 моль/дм^3

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

8.4.5 Раствор азотнокислого калия молярной концентрации c (KNO_3) = 0,1 моль/дм^3

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

8.4.6 Раствор хлористого калия молярной концентрации c (KCl) = 1,0 моль/дм^3

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

8.4.7 Рабочий раствор серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) ≈ 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100,0 см^3, наполовину заполненную бидистиллированной водой, вносят (6,0 ± 0,1) см^3 концентрированной серной кислоты, перемешивают и доводят объем до метки бидистиллированной водой.

8.4.8 Раствор гидроокиси натрия или калия молярной концентрации 2,5 моль/дм^3

Навеску (10,00 ± 0,01) г гидроокиси натрия помещают в колбу вместимостью 100,0 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят до метки бидистиллированной водой.

Навеску (13,00 ± 0,01) г гидроокиси калия помещают в колбу вместимостью 100 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды и доводят до метки бидистиллированной водой.

8.4.9 Раствор натрия азотнокислого молярной концентрации c ($NaNO_3$) = 0,1 моль/дм^3

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

8.4.10 Азотную кислоту (марки х.ч.) рекомендуется перегонять с использованием аппаратуры по ГОСТ 28165.

9 Отбор и подготовка проб

Отбор проб анализируемых продуктов для определения массовой концентрации йода проводят согласно национальному стандарту или другому документу, утвержденному в установленном порядке, регламентирующему отбор проб конкретного продукта.

При проведении аналитических измерений одновременно используют две параллельные пробы и одну холостую.

9.1 Отбор и подготовка проб напитков и вод

Отбор проб безалкогольных напитков проводят по ГОСТ 6687.0; проб питьевой воды — по ГОСТ Р 51593; проб минеральной воды — по ГОСТ 23268.0.

Пробы защищают от воздействия света с помощью емкостей из темного стекла или светозащитной бумаги.

После вскрытия бутылки с газированным напитком или минеральной водой отбирают порцию примерно 50 см^3 в чистый стакан, защищают от воздействия света и дегазируют, пропуская через раствор ток инертного газа (азота) в течение 10 — 15 мин. После дегазации приступают к ИВ измерениям.

9.2 Отбор и подготовка проб поваренной соли

Отбор проб поваренной соли проводят по ГОСТ Р 51575 и ГОСТ 13685.

Навеску поваренной йодированной соли массой (0,5 ± 0,002) г помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в небольшом количестве бидистиллированной воды, перемешивают и доводят до метки бидистиллированной водой. Значение навески зависит от содержания йода в соли и может быть увеличено до 1 — 2 г для нейодированной соли.

9.3 Отбор и подготовка проб хлеба, хлебобулочных изделий и дрожжей

Отбор проб хлеба и хлебобулочных изделий проводят по ГОСТ 5667.

Отбор проб дрожжей проводят по ГОСТ 171, ГОСТ 28483.

9.3.1 Навеску (0,1 ± 0,002) — (0,2± 0,002) г тщательно гомогенизированной пробы помещают в кварцевый стаканчик объемом 25 см^3, добавляют 1,0 см^3 раствора гидроокиси калия или натрия молярной концентрации 2,5 моль/дм^3 и 2 см^3 раствора азотнокислого калия молярной концентрации 0,5 моль/дм^3. Пробу оставляют на 30 мин, накрыв стаканчики.

9.3.2 Пробу в стаканчике хорошо перемешивают стеклянной палочкой и помещают стаканчик на плитку или в комплекс пробоподготовки «Темос-Экспресс» с температурой 130 °С до полного высушивания массы. После этого температуру увеличивают до 200 °С, выдерживают при этой температуре в течение 10 мин, затем увеличивают до 300 °С, выдерживая пробу 10 мин, и наконец до 480° С, выдерживая пробу при этой температуре 15 мин. Стаканчики с осадком вынимают и охлаждают. К оставленному осадку добавляют 1,0 см^3 азотнокислого калия молярной концентрации 0,5 моль/дм^3. Операции по обработке пробы азотнокислым калием с высушиванием при температуре 130 °С и прокаливанием при температуре 480 °С в течение 15 мин повторяют еще два раза, чтобы осадок в стаканчике стал белым, без вкраплений черных или серых частиц.

Стаканчик с осадком пробы охлаждают, добавляют 6 — 7 см^3 бидистиллированной воды, 1,1 — — 1,3 см^3 серной кислоты молярной концентрации 1 моль/дм^3, доводя кислотность раствора до pH 3 — 4, контролируя по индикаторной бумаге. К полученному раствору добавляют 0,02 г сухого порошка аскорбиновой кислоты [7], раствор тщательно перемешивают стеклянной палочкой.

9.4 Отбор и подготовка проб молока и кисломолочных продуктов

Отбор проб молока и кисломолочных продуктов проводят по ГОСТ 26809.

Аликвоту пробы объемом (1,0 ± 0,05) см^3 (для молока), взятую пипеткой, или навеску массой (1,0 ± 0,002) г (для молочных продуктов) помещают в кварцевый стаканчик объемом 25 см^3, добавляют 1,0 см^3 раствора гидроокиси калия или натрия молярной концентрации 2,5 моль/дм^3 и 2,0 см^3 раствора азотнокислого калия молярной концентрации 0,5 моль/дм^3. Пробу оставляют на 30 мин, накрыв стаканчики. Далее подготовку пробы проводят по 9.3.2.

9.5 Отбор и подготовка проб жировых молочных продуктов

Отбор проб майонеза проводят по ГОСТ 30004.2, проб маргаринов, жиров — по ГОСТ Р 52179.

Навеску пробы массой (1,0 ± 0,002) г помещают в кварцевый стаканчик объемом 25 см^3, добавляют 3,0 см^3 раствора гидроокиси калия или натрия молярной концентрации 2,5 моль/дм^3, 7,0 см^3 раствора азотнокислого калия молярной концентрации 0,5 моль/дм^3. Содержимое стаканчика растворяют при нагревании при температуре 105 °С — 110 °С в течение 30 мин. Раствор, не охлаждая, перемешивают стеклянной палочкой, отбирают с помощью пипетки или дозатора аликвоту объемом 1,0 см^3 и помещают в чистый кварцевый стаканчик. Далее с аликвотой пробы проводят операции по 9.3.2.

9.6 Подготовка холостой пробы

Подготовку холостой пробы проводят в тех же условиях, что и подготовку проб анализируемых объектов, со всеми реактивами, но без внесения навески или объема проб, взяв вместо нее бидистиллированную воду. Анализ холостой пробы проводят только при смене партии реактивов, поскольку йод практически отсутствует в реактивах.

10 Выполнение измерений

При проведении анализов проб пищевых продуктов после их подготовки к ИВ измерениям для определения массовой концентрации йода проводят следующие операции:

10.1 Электрохимическая очистка РПЭ

10.1.1 Электрохимическую очистку РПЭ проводят в электрохимической ячейке с подготовленными по 8.3 электродами. Для этого в помещенный в ячейку чистый кварцевый стаканчик вместимостью 25 $см^3$ вносят 10 $см^3$ бидистиллированной воды и 0,06 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Этот раствор служит для очистки рабочей поверхности РПЭ. Включают газ и пропускают его через испытуемый раствор в течение 60 с.

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

Не отключая газа и не прекращая перемешивания раствора, изменяют напряжение от минус 0,5 до 0,0 В. Останавливают потенциал при 0,0 В на 3 — 5 с.

10.1.3 Операции по 10.1.2 повторяют пять — десять раз.

10.1.4 Раствор из стаканчиков выливают, электроды ополаскивают бидистиллированной водой.

10.2 Проверка электрохимической ячейки

10.2.1 Проверку электрохимической ячейки, включающую проверку стаканчиков, раствора фонового электролита и электродов на чистоту, проводят путем регистрации вольтамперограмм в данной электрохимической ячейке с фоновым электролитом после двух-, трехкратного ополаскивания стаканчиков бидистиллированной водой и фоновым электролитом.

Программу для работы вольтамперометрических анализаторов или режим работы полярографов задают по 8.1 согласно таблице 2.

10.2.2 В стаканчик вместимостью 25 $см^3$ с помощью пипетки вносят 8 — 10 $см^3$ раствора фонового электролита, которым является раствор азотнокислого калия молярной концентрации 0,1 моль/$дм^3$, добавляют примерно 0,02 г сухого порошка аскорбиновой кислоты. Стаканчик с раствором помещают в электролитическую ячейку.

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

10.2.4 Проводят электронакопление при потенциале 0,0 В в течение 180 с при перемешивании раствора. По окончании электролиза отключают газ и через 5 с начинают регистрацию вольтамперограммы в диапазоне потенциалов от 0,0 до минус 1,2 В. Потенциал катодного пика иодида находится в диапазоне от минус 0,30 до минус 0,35 В в зависимости от содержания иодида.

10.2.5 После снятия вольтамперограммы электроды выдерживают при потенциале минус 1,2 В в течение 20 с для десорбции иодида и операции по 10.2.4 повторяют два-три раза.

10.2.6 При наличии на вольтамперограмме сигнала иодид-иона с высотой пика менее 2 мм стаканчик, фоновый электролит и электроды считают готовыми к проведению измерений. В противном случае проводят очистку электрода по 10.1 или стаканчика по 8.2.

10.3 ИВ измерения массовой концентрации йода в пробах анализируемых напитков или воды

10.3.1 Из стаканчика после проведения операций по 10.2.1 — 10.2.6 отливают примерно 2 — 3 $см^3$ раствора фонового электролита и вместо него вносят пипеткой подготовленную по 9.1 аликвоту ($V_{ал}$) пробы безалкогольных напитков, питьевой или минеральной воды объемом 2 — 5 $см^3$ (в зависимости от содержания йода). Аликвоту вносят с точностью 0,02 $см^3$. Помещают стаканчик с раствором анализируемой пробы в электрохимическую ячейку.

10.3.2 Повторяют последовательно операции по 10.2.3, 10.2.4 для раствора с анализируемой пробой. Если высота катодного пика иодид-иона [потенциал пика — при минус (0,30 ± 0,05) В] превышает 100 мм при чувствительности прибора $1 \cdot 10^{-8}$ А/мм, то сокращают время электролиза. Если высота пика будет меньше 5 мм, то увеличивают чувствительность прибора или время электролиза.

10.3.3 Операции по 10.2.3 — 10.2.5 повторяют еще два-три раза. Измеряют величину аналитического сигнала катодного пика иодид-ионов. Вид катодных пиков йода приведен в приложении А на рисунке А.1.

10.3.4 В стаканчик с анализируемым раствором с помощью пипетки или дозатора вносят добавку АС ($C_{АС}$) иодид-иона в таком объеме ($V_{АС}$), чтобы высота пика на вольтамперной кривой увеличилась примерно в два раза по сравнению с первоначальной. Добавку вносят в малом объеме, чтобы предотвратить изменение концентрации раствора фонового электролита. Рекомендуемые условия и добавки АС иодид-ионов приведены в таблице 4.

Таблица 4 — Рекомендуемые условия ИВ измерения проб при различной массовой концентрации йода в пищевых продуктах

Диапазон измерения массовых концентраций йода в пробе, мг/кг (или мг/дм^3)	Навеска или объем пробы, г или см^3	Время электролиза, с	Концентрация АС йода для добавки, мг/дм^3	Объем добавки АС йода, см^3
От 5,0 до 60,0 включ.	0,1 — 0,2	30 — 60	10,0	0,02 — 0,1
От 0,50 до 5,0 включ.	0,2 — 0,5	60	5,0	0,02 — 0,1
От 0,05 до 0,5 включ.	0,5 — 1,0	60 — 180	5,0 или 1,0	0,02 — 0,05
От 0,005 до 0,05 включ.	1,0 — 5,0	180	1,0	0,02 — 0,05

10.3.5 Проводят электронакопление и регистрацию вольтамперограмм по 10.2.4, 10.2.5. Измеряют высоты катодных пиков иодида-иона в пробе с добавкой АС.

10.3.6 Выливают содержимое стаканчика. Электроды ополаскивают бидистиллированной водой.

10.4 ИВ измерения массовых концентраций иодид-ионов в пробах поваренной соли

В стаканчик, содержащий 10 см^3 раствора фонового электролита, проверенного на чистоту по 10.2, помещают пипеткой подготовленную по 9.2 аликвоту пробы поваренной соли объемом 0,1 — 0, 2 см^3 (в зависимости от содержания йода), взятую с точностью до 0,02 см^3. Повторяют операции по 10.3.2 — 10.3.6.

10.5 ИВ измерения массовых концентраций йода в пробах хлеба, хлебобулочных изделий и дрожжей

Стаканчик с подготовленной для измерения по 9.3 анализируемой пробой хлеба, хлебобулочных изделий или дрожжей помещают в электрохимическую ячейку.

Повторяют операции по 10.3.2 — 10.3.6.

10.6 ИВ измерения массовых концентраций йода в пробах молока, кисломолочных и жировых продуктов

Стаканчик с подготовленной для измерения по 9.4 анализируемой пробой молока, кисломолочных или жировых продуктов помещают в электрохимическую ячейку. Повторяют операции по 10.3.2 — 10.3.6.

10.7 Операции по 10.3 — 10.5 или 10.3 — 10.6 проводят для каждой из параллельных анализируемых проб в одинаковых условиях.

11 Обработка результатов измерений

При использовании вольтамперометрического анализатора в комплекте с компьютером регистрацию и обработку результатов измерений проб пищевых продуктов (безалкогольные напитки, минеральные питьевые, лечебные, лечебно-столовые и природные столовые воды, хлеб и хлебобулочные изделия, дрожжи, поваренная и лечебно-профилактическая соль, молоко и молочные продукты, кисломолочные и жировые продукты), в том числе пищевых йодированных продуктов, а также расчет массовой концентрации йода в пробе выполняет система сбора и обработки данных анализатора.

При использовании полярографов в комплекте с самописцем обработку результатов измерений аналитических сигналов йода, а также расчет концентрации йода в анализируемой пробе проводят следующим образом:

11.1 Для определяемого элемента рассчитывают среднеарифметическое (I_1) не менее чем из двух значений воспроизводимых аналитических сигналов, полученных при регистрации вольтамперограмм пробы.

Такой же расчет проводят и для вольтамперограмм при регистрации анализируемой пробы с добавкой АС йодид-иона. Получают значение I_2.

11.2 Массовую концентрацию X, мг/кг или мг/дм^3, йода в анализируемой пробе вычисляют по формуле

$$X = \frac{I_1 \, C_{АС} \, V_{АС} \, V_{мин}}{(I_2 - I_1) \, m \, V_{ал}}, \qquad (1)$$

где I_1 — максимальный катодный ток иодид-ионов в анализируемой пробе, А;

$C_{АС}$ — массовая концентрация АС иодид-иона, из которой делают добавку к анализируемой пробе, мг/дм^3;

$V_{АС}$ — объем добавки АС иодид-иона, см^3;

$V_{мин}$ — объем минерализата, см^3 (объем, в котором разводят навеску пробы);

I_2 — максимальный катодный ток иодид-ионов в пробе с добавкой АС иодид-ионов, А;

m — масса навески пробы (г) или объем пробы (см^3), взятой для анализа.

$V_{ал}$ — объем аликвоты пробы, взятой для ИВ измерений, см^3.

11.3 Вычисления проводят по 11.2 для каждой из двух параллельных анализируемых проб; получают соответственно значения X_1 и X_2.

11.4 Проверяют приемлемость полученных результатов параллельных определений. Расхождение между полученными результатами двух параллельных определений анализируемой пробы не должно превышать предела повторяемости (сходимости), приведенного в таблице 1.

Результаты считают приемлемыми при выполнении условия

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

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

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

по выражению, приведенному в таблице 1 для пробы анализируемого продукта.

При выполнении условия (3) значение X принимают за окончательный результат измерения.

11.5 Если условие (3) не выполняется, то проводят повторные измерения (8.2 — 8.4) и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости), в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

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

12 Оформление результатов измерений

Результат измерений (анализа) в выдаваемых документах представляют в виде:

$(X \pm \Delta)$, мг/кг или мг/дм^3 при доверительной вероятности $P = 0{,}95$,

где X — результат измерений (анализа), полученный в соответствии с настоящим стандартом;

Δ — абсолютная погрешность определения массовой концентрации йода, мг/кг или мг/дм^3. Значение Δ вычисляют по формуле

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

где δ — границы относительной погрешности определения массовой концентрации йода по таблице 1.

Примечание — Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при реализации методики в лаборатории устанавливать по формуле

$$\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta \quad (5)$$

с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений по разделу 14 настоящего стандарта.

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 ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.3.2.1) по отношению к пределу воспроизводимости, приведенному в таблице 1, или к критической разности для двух среднеарифметических результатов измерений в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (подпункт 5.3.2.2).

13.2 Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6 (пункт 5.3.3).

14 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

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

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, погрешности).

14.2 Контроль качества результатов измерений, полученных в конкретной лаборатории в условиях промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности, проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6.

14.3 Процедуры и периодичность контроля точности (контроля стабильности) получаемых результатов измерений в пределах лаборатории проводят с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-6 (раздел 6).

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

15 Требования безопасности

15.1 Условия безопасного проведения работ

При выполнении аналитических измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами и с инертными газами.

Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

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

15.2 Требования к квалификации операторов

Выполнение измерений проводит лаборант или химик-аналитик, владеющий техникой вольтамперометрического анализа и изучивший инструкцию по эксплуатации используемой аппаратуры.

Приложение А
(рекомендуемое)

Вольтамперограммы йода

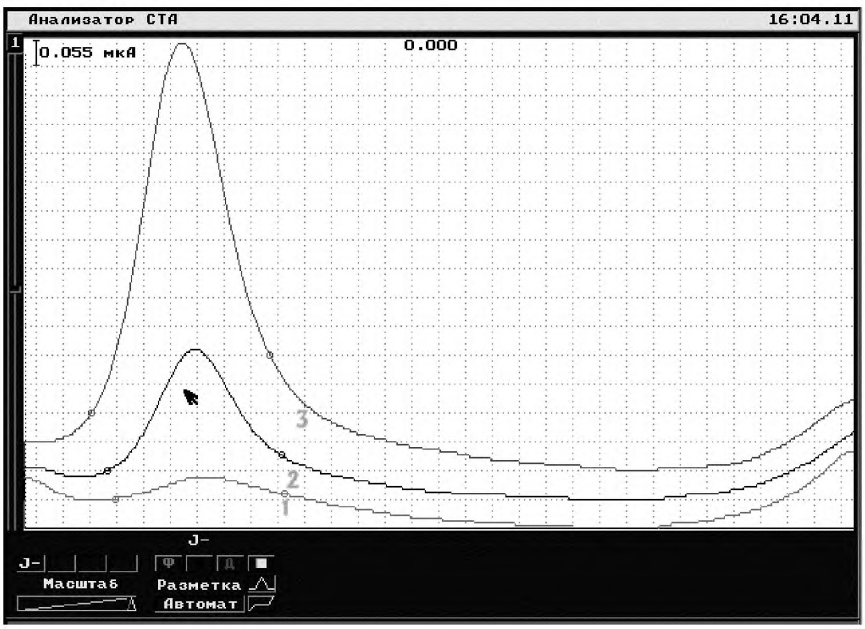

Рисунок А.1 — Вольтамперограмма ВА измерения массовой концентрации йода в фоновом электролите (1), пробе (2) и пробе с добавкой АС (3)

Библиография

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

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

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

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

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

[6] ТУ 6-09-1181—76 Бумага индикаторная универсальная (pH 1—10). Технические условия

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

УДК 663/.664:543.06:006.354 ОКС 67.040 Н09 ОКСТУ 9109

Ключевые слова: продукты пищевые, напитки безалкогольные, вода минеральная, вода питьевая, молоко, хлеб, дрожжи, соль поваренная, метод анализа, инверсионно-вольтамперометрический анализ, содержание элементов йода

Редактор *Л. В. Коретникова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *З. И. Мартыновой*

Сдано в набор 25.07.2007. Подписано в печать 11.09.2007. Формат 60·84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,65. Тираж 412 экз. Зак. 2016.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru