

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Определение йода  
и трийодметана (йодоформа) в воде**

**Сборник методических указаний  
МУК 4.1.2223—4.1.2225—07**

Издание официальное

Москва • 2008

**УТВЕРЖДАЮ**

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

18 июня 2007 г.

Дата введения: 18 сентября 2007 г.

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Хемилюминесцентное определение йода  
(по йодид-иону) в воде**

**Методические указания  
МУК 4.1.2224—07**

---

**1. Область применения**

Настоящие методические указания устанавливают количественный хемилюминесцентный анализ питьевой воды, воды, расфасованной в емкости, и воды поверхностных и артезианских водоисточников для определения в них содержания йода (по йодид-иону) в диапазоне концентраций 0,02—0,14 мг/дм<sup>3</sup>.

**2. Физико-химические свойства, токсикологическая характеристика и гигиенические нормативы**

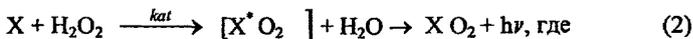
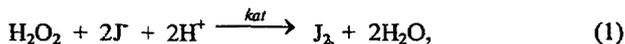
(См. п. 2 МУК 4.1.2223—07 «Спектрофотометрическое определение йода (по йодид-иону) в воде».)

**3. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью  $\pm 24\%$  ( $\delta_{\text{отн}}$ ) при доверительной вероятности 0,95.

**4. Метод измерений**

Измерение концентраций йода в воде (по йодид-иону) основано на окислении йодидов перекисью водорода в кислой среде в присутствии катализатора (молибдата аммония) (реакция 1) и измерении интенсивности хемилюминесцентного излучения, инициируемой фталгидразидом (люминолом) в присутствии катализатора (гемина) непрореагировавшей (избыточной) перекисью водорода (реакция 2):



X — хемилуминесцентное вещество (люминол) в стабильном и X\* — возбужденном состояниях;  
hν — квант света.

Содержание йодид-иона в исследуемой пробе воды устанавливается по убыли в ней величины интенсивности хемилуминесценции относительно контрольной пробы, не содержащей йодида, регистрируемой хемилуминесцентным анализатором жидкостей «ЛИК».

Нижний предел обнаружения составляет 0,02 мг/дм<sup>3</sup> йодид-ионов в анализируемой пробе. Определению не мешают: альдегиды (формальдегид) и другие галогены (фториды и хлориды), мешают катионы металлов с переходной валентностью (Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup>), если в пробе содержание Cu<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup>, Cr<sup>3+</sup> превышает 2,0; 0,1; 1,0; 0,5; 0,05 мг/дм<sup>3</sup>, соответственно, то методика не применима.

## 5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

### 5.1. Средства измерений

Анализатор жидкостей хемилуминесцентный «ЛИК» сертификат РФ от 27.03.03 № 14437	ТУ 9443-001-428443
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—01
Меры массы	ГОСТ 7328—01
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 29227—91
Колбы мерные, вместимостью 100, 250, 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74
Пробирки градуированные, вместимостью 10 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74

### 5.2. Вспомогательные устройства

Колбы плоскодонные, вместимостью 250 см <sup>3</sup>	ТУ 92-891-029—91
Воронки лабораторные стеклянные	ГОСТ 25336—82
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79
Колонка стеклянная 200 × 0,3 см	ГОСТ 25336—82
Электроплитка бытовая или горелка газовая	ГОСТ 14919—83

### 5.3. Материалы

Бумага фильтровальная	ГОСТ 12026—76
Катионит марки КУ-2-8	ГОСТ 20298—74

#### 5.4. Реактивы

Калий йодистый, хч	ГОСТ 4232—74
Перекись водорода 30 %-я, осч 8—4	ТУ 6-02-570—75
Гемин $C_{34}H_{32}ClFeN_4O_4$ , ч	ТУ ЛБЗ-18—67
Люминольный реактив с рН 12,5	ТУ 6-09-30-3784—81
Кислота соляная, стандарт-титр 0,1 моль/дм <sup>3</sup>	ТУ 6-09-2540—87
Молибдат аммония, хч	ГОСТ 3765—78
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—77

Допускается применение лабораторной посуды, приборов и реактивов других типов и марок, по метрологической аттестации и техническим характеристикам не ниже указанных.

#### 6. Требования безопасности

При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

Требования электрической безопасности при работе с электроустановками в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79.

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

Организацию обучения безопасности труда персонала проводят в соответствии с ГОСТ 12.0.004—90.

#### 7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и оформлению результатов анализа могут быть допущены лица со специальным химическим образованием, имеющие квалификацию не ниже техника-химика, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие методику и уложившиеся в норматив оперативного контроля погрешности.

#### 8. Условия выполнения измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20 \pm 5)$  °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт.ст. и влажности воздуха не более 80 % при 25 °С.

8.2. Выполнение измерений на анализаторе жидкостей хемиллюминесцентном «ЛИК» проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору и настоящими методическими указаниями.

#### 9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку измерительной аппаратуры, установление градуировочной характеристики и отбор проб.

### 9.1. Подготовка рабочих растворов и реактивов

*Исходный раствор йодида калия* ( $c = 1,0 \text{ мг/см}^3$  по йодид-иону). В мерную колбу вместимостью  $1\,000 \text{ см}^3$  вносят  $1,308 \text{ г}$  йодида калия, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения 3 месяца в холодильнике.

*Рабочий раствор йодида калия* ( $c = 2,0 \text{ мкг/см}^3$  по йодид-иону). В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $0,2 \text{ см}^3$  основного раствора и доводят до метки дистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

*Раствор гемина в люминольном реактиве*. В мерную колбу вместимостью  $1\,000 \text{ см}^3$  вносят  $0,908 \text{ мг}$  гемина и доводят до метки люминольным реактивом. Раствор хранят в темном месте в полиэтиленовой посуде.

*Раствор соляной кислоты, 0,1 н*. Готовят из стандарт-титра. Содержимое ампулы количественно переносят в мерную колбу вместимостью  $1\,000 \text{ см}^3$  и разбавляют дистиллированной водой.

*Молибдата аммония 30 %-й раствор*.  $30 \text{ г}$  молибдата аммония помещают в мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , добавляют  $70 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и растворяют при нагревании на водяной бане.

*Молибдата аммония 3 %-й раствор*. К  $10 \text{ см}^3$  30 %-го раствора молибдата аммония приливают  $90 \text{ см}^3$  дистиллированной воды.

*Перекись водорода, 3 %-й раствор*. В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  приливают  $10 \text{ см}^3$  30 %-го раствора перекиси водорода и доводят дистиллированной водой до метки. Хранить в темном месте.

*Раствор перекиси водорода* ( $c = 0,003 \%$ ). В мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$  вносят  $0,1 \text{ см}^3$  3 %-го раствора перекиси водорода и доводят до метки дистиллированной водой. Перемешивают в течение 30 с. Используют свежеприготовленный раствор.

*Подготовка ионообменной смолы*. Катионит помещают в колонку на  $1/5$  объема, заливают колонку 0,1 н раствором соляной кислоты, выдерживают в течение 10 мин, сливают кислоту и промывают смолу 5-кратным объемом дистиллированной воды.

### 9.2. Подготовка измерительной аппаратуры

Подготовку анализатора жидкостей хемиллюминесцентного «ЛИК» проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

### 9.3. Установка градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость убыли величины интенсивности хемиллюминесценции от содержания йодид-ионов ( $\text{мг/дм}^3$ ), устанавливают на градуировочных растворах по 5 сериям растворов для градуировки.

Градуировочные растворы готовят в соответствии с таблицей в мерных колбах вместимостью  $250 \text{ см}^3$ . Объем колб доводят до метки

дистиллированной водой, пропускают через колонку с ионообменной смолой и 0,1 н раствором соляной кислоты доводят значение водородного показателя до  $\text{pH } 3 \pm 0,5$ .

Таблица

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентраций йодид-ионов в воде**

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6	7	8
Объем рабочего раствора йодида калия ( $c = 2,0$ мг/см <sup>3</sup> ), см <sup>3</sup>	0	2,5	5,0	7,5	10,0	12,5	15,0	17,5
Концентрация йодид-ионов, мг/дм <sup>3</sup>	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14

В мерную пробирку вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят 10 см<sup>3</sup> соответствующего градуировочного раствора и пипеткой-дозатором прибавляют 0,01 см<sup>3</sup> 0,003 %-го раствора перекиси водорода, перемешивают в течение 30 с, а затем вносят 1 каплю 3 %-го раствора молибдата аммония и повторно перемешивают 10 с. Через 3,5 мин из пробирки отбирают 0,1 см<sup>3</sup> реакционного раствора и переносят в кювету анализатора жидкостей хемиллюминесцентного «ЛИК». Кювету с раствором помещают в реакционную камеру прибора, закрывают крышкой-дозатором. В полость крышки-дозатора наливают 0,1 см<sup>3</sup> раствора гемина в люминольном реактиве, закрывают крышку реакционной камеры и запускают прибор. С индикатора прибора снимают показания интенсивности хемиллюминесценции.

Градуировочную характеристику устанавливают по средним значениям (5 серий) интенсивности хемиллюминесценции растворов для градуировки. При этом на оси абсцисс откладывают значения концентрации йодид-иона ( $C$ ) в мг/дм<sup>3</sup>, на оси ординат – значения разности между интенсивностью хемиллюминесценции контрольного и градуировочного растворов в условных единицах.

Градуировочный коэффициент  $K_i$  рассчитывают по формуле:

$$K_i = \frac{C_i}{I_i}, \text{ где}$$

$C_i$  – концентрация градуировочного раствора, мг/дм<sup>3</sup>;

$I_i$  – разность интенсивностей хемиллюминесценции.

Рабочий градуировочный коэффициент  $K$  рассчитывают как среднеарифметическое значение единичных градуировочных коэффициентов:

$$K = \frac{\sum K_i}{5}$$

Числовое значение рабочего градуировочного коэффициента округляют до трехзначной цифры.

#### 9.4. Отбор проб воды

Пробы воды объемом 0,25 дм<sup>3</sup> отбирают в емкости из темного стекла в соответствии с ГОСТ Р 51592—2000 и ГОСТ Р 51593—2000. Хранение проб допускается в холодильнике, анализ проводят в течение суток.

### 10. Выполнение измерений

Пробу исследуемой воды в объеме 250 см<sup>3</sup> анализируют одновременно с контрольной пробой дистиллированной воды, не содержащей йодид-ионов по п. 9.3. Определение содержания йодид-ионов в анализируемой пробе воды проводят по градуировочной характеристике.

Для получения результата измерений концентрации вещества, проводят анализ двух параллельных проб.

### 11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию йодид-ионов в воде  $C$  (мг/дм<sup>3</sup>) определяют по формуле:

$$C = K \cdot I, \text{ где}$$

$K$  – рабочий градуировочный коэффициент;

$I$  – разность интенсивностей хемилюминесценции анализируемой и контрольной проб.

За окончательный результат измерения принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных измерений, выполняемое до первого десятичного знака. Вычисляют среднее значение концентрации йодид-иона:

$$\bar{C} = 0,5 \sum_{i=1}^2 C_i$$

Рассчитывают относительную разницу результатов двух параллельных измерений одной пробы:

$$|C_1 - C_2| \leq 0,01 \cdot d \cdot \bar{C}, \text{ где}$$

$d$  – оперативный контроль сходимости, равный 18 %.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении выявляют причины неудовлетворительного результата и устраняют их, в необходимых случаях производят новый отбор проб и анализ.

## 12. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций йодид-ионов оформляют протоколом в виде  $\bar{C} \pm 0,24 \bar{C}$  (мг/дм<sup>3</sup>) с указанием даты проведения анализа, места отбора пробы, названия лаборатории, юридического адреса организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории.

## 13. Контроль погрешности измерений

Контроль погрешности измерения концентраций йодид-ионов в воде проводят на градуировочных растворах в соответствии с п.п. 9.3 и 11.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений йодид-ионов в градуировочных растворах:

$$\bar{C}_m = \frac{1}{n} \cdot \left( \sum_{i=1}^n C_{ni} \right), \text{ где}$$

$n$  – число измерений концентраций йодид-ионов в растворе;

$C_{ni}$  – результат измерения концентрации йодид-ионов в  $i$ -й градуировочной серии, мг/дм<sup>3</sup>.

Рассчитывают среднее квадратичное отклонение результата измерения концентрации йодид-ионов в градуировочном растворе по формуле:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_{ni} - \bar{C}_m)^2}{n-1}},$$

а доверительный интервал:

$$\Delta C_{ni} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \text{ где}$$

$t$  – коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблицам Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

Погрешность определения содержания рассчитывают:

$$\delta = \frac{\Delta C_i}{C_m} \cdot 100, \%$$

Если  $\delta \leq 24 \%$ , то погрешность измерений удовлетворительная. Если данное условие не выполняется, то выясняют причину и повторяют измерения.

Методические указания разработаны Д. Б. Каменецкой, к.б.н. Е. М. Севостьяновой, к.х.н. А. А. Беззубовым, д.б.н., проф. А. Г. Малышевой, д.м.н., проф. Р. И. Михайловой.