

БИАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИЙ ЙОДОМЕТРИЧЕСКИЙ ДАТЧИК В АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ ИЗМЕРИТЕЛЬНОЙ СИСТЕМЕ

BIAMPEROMETRIC IODOMETRIC SENSING ELEMENT IN AUTOMATIZED MEASURING SYSTEM

г. Краснодар, Кубанский государственный
технологический университет
Krasnodar, Kuban State University of Technology

A new instrumental technique was elaborated which allows determination of iodine concentration in aqueous solutions. The technique was based on using of the amperometric method with two indicator electrodes (the biampereometric method). To realize the technique a specialized iodometric sensing element was elaborated as a part of an automatized measuring system for the purposes of iodine determination in solutions. The system was based on the currents measuring which appeared in the electrochemical cell when the certain potential was established. The possibility of using the elaborated system in the industrial conditions for express serial analyses on iodine determination in foods was shown.

В России существует ряд регионов, где из-за недостаточного естественного содержания йода в пищевых продуктах имеется угроза эндокринных заболеваний. Для профилактики йодной недостаточности промышленностью выпускается ряд продуктов питания (хлебобулочные изделия, молочные продукты) с добавлением йода в виде различных его соединений. Поэтому актуальной научно-технической задачей является создание экспрессного контроля содержания йода в пищевых продуктах. Для этих целей нами разработана новая инструментальная аналитическая методика, позволяющая определять концентрацию йода в водных растворах, в том числе в пищевых средах.

Методика основана на применении амперометрического метода с двумя индикаторными электродами (биамперометрический метод). Ранее этот прием использовался для индикации окончания процесса в кулонометрии [1] и амперометрическом титровании [2]. В разработанной методике измерения проводились следующим образом. В ячейку помещали испытуемый раствор с неизвестным содержанием йодид-ионов, доводили pH раствора до единицы добавлением нескольких капель концентрированной серной кислоты. Далее включали магнитную мешалку и в раствор погружали два одинаковых «точечных» платиновых электрода (марки ЭПВ-1) с внешней наложенной разностью потенциалов 0,5 В. При этом в цепи фиксировалось некоторое значение фоновых токов (I_0). Затем в ячейку добавляли избыточное количество реагента – йодата калия – в результате чего происходило выделение йода из раствора йодида, эквивалентное содержанию последнего. Далее происходило катодное восстановление свободного йода на платиновом электроде, что обуславливало резкое возрастание тока в цепи до определенной величины (I_{max}), а затем наблюдалось плавное снижение значений силы тока. Прибор фиксировал величину тока I_{max} , пропорциональную содержанию йодида в исходном растворе. Затем, вводя в исследуемый раствор известное количество йодида калия, с помощью метода стандартной добавки, рассчитывали концентрацию йода в продукте, взятом для анализа. Также был исследован вариант проведения анализа, при котором исходный раствор содержал бы не йодид-, а йодат-ионы. При этом несколько удлиняется время пробоподготовки, однако чувствительность метода возрастает на порядок.

Для количественных определений, проводимых с помощью биамперометрического метода, первоначально использовали полярограф марки ПУ-1 в режиме измерения тока при фиксированном значении потенциала. Из полученных на самописце кривых рассчитывались концентрации определяемого вещества (йода) в растворе. Однако полярограф является достаточно сложным и дорогим прибором, а ручная обработка кривых весьма трудоемка, поэтому использование полярографа не рационально для серийных определений йода в производственных условиях. В связи с этим в ходе работы возникла необходимость создания специализированного средства измерения для определения содержания йода в растворах, основанного на измерении токов, возникающих в электрохимической ячейке при наложении определенного потенциала на платиновые измерительные электроды. Была разработана опытная модель прибора измерителя содержания йода (ИСИ-1), представляющая собой устройство, состоящее из источника измерительного напряжения, ряда преобразователей, вычислительно-управляющего модуля и жидкокристаллического индикатора, отражающего значения силы тока в электрохимической ячейке в двух режимах: текущее значение силы тока (I_0 для фоновых токов и I_1 для токов

электровосстановления вещества на электроде) и максимальное значение силы тока, зафиксированное в данном акте проведенного измерения (I_{m0} для фоновых токов и I_{m1} для токов электровосстановления вещества на электроде). Питание прибора осуществляется от сети 220 В или от внутреннего источника. При помощи устройства ИСИ-1 возможно измерение силы тока в двух диапазонах: 0 – 0,5 мкА и 0 – 5 мкА с разрешающей способностью соответственно 0,001 мкА и 0,01 мкА. Измерительное напряжение устанавливается в пределах от –1 В до +1 В с дискретностью 0,1 В. Измеритель имеет аналоговый выход для подключения самописца. Управление осуществляется при помощи двух кнопок: К1 и К2. Последовательным нажатием кнопки К2 устанавливается необходимое рабочее напряжение. Затем в ячейку вводится исследуемый раствор и нажатием кнопки К1 устройство переводится в режим измерения фоновых токов. Когда дрейф значения текущего фонового тока (I_0) становится минимальным (как правило, это требует порядка 10 – 15 с), нажатием кнопки К2 устройство переводится в режим измерения токов электрохимических реакций, протекающих на электродах (I_1). При этом устройство запоминает и выводит на индикатор значение максимального возникшего в системе тока (I_{m1}) при одновременном отображении текущего тока (I_1). После этого повторным нажатием кнопки К2 устройство переводится в режим установки рабочего напряжения. Далее процедура повторяется, но вместо исследуемого раствора в ячейку помещается исследуемый раствор со стандартной добавкой определяемого вещества. Значения максимальных токов I_{m1} , возникших в ходе электрохимических реакций исследуемого раствора и раствора со стандартной добавкой, используются для расчета концентрации йода в исходном образце с применением формулы для расчета содержания вещества по стандартной добавке [3]. В целом, продолжительность одного анализа занимает около 5 мин. Прибор компактен (180×90×50 мм) и удобен для выполнения серийных экспрессных определений йода в условиях производственной лаборатории.

Измерительное устройство ИСИ-1 было опробовано на модельных растворах йодид- и йодат-ионов и растворах йода, а также на пробах минеральной воды с содержанием йода и вытяжках из йодированных образцов хлебобулочных изделий. Чувствительность метода составила 10^{-6} моль/дм³ при проведении анализа по исходным растворам йодида и 10^{-7} моль/дм³ при проведении анализа по исходным растворам йодата. Исследованы зависимости «ток – потенциал» и «ток – рН раствора» для модельных смесей с различными концентрациями йодид- и йодат-ионов. Получены результаты с удовлетворительными метрологическими характеристиками. Планируется проведение массовых испытаний разработанной методики определения йода с использованием опытной модели прибора ИСИ-1 и дальнейшая его аттестация на тип средства измерения.

1. Васильев В.П. Аналитическая химия. Ч.2. Физ.-хим. методы анализа: – М.: Высш. шк., 1989.
2. Сонгина О.А., Захаров В.А. Амперометрическое титрование. – М.: Химия, 1979.
3. Ляликов Ю.С. Физико-химические методы анализа. – М.: Химия, 1974.