

МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗ ЯЙСТВА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«КУБАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ФАКУЛЬТЕТ ПЕРЕРАБАТЫВАЮЩИХ ТЕХНОЛОГИЙ

Методические указания
по дисциплине

«Технология функциональных продуктов питания»

на тему: «Методы определения содержания йода в пищевом сырье и продуктах питания»

для обучающихся по направлению подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре

19.06.01 Промышленная экология и биотехнология

Краснодар
2014

Методические указания одобрены методической комиссией факультета перерабатывающих технологий, протокол №2 от «16» октября 2014г.

Методические указания подготовили сотрудники кафедры технологии хранения и переработки растениеводческой продукции:

д.т.н., профессор Сокол Н.В.
д.т.н., профессор Родионова Л.Я.,
д.т.н., профессор Щербакова Е.В.,
к.т.н., доцент Степовой А.В.

Рецензент – академик РАСХН, д.т.н., профессор Надыкта В.Д.

Содержание

| | |
|---|-----------|
| Введение | 4 |
| ГЛАВА I. ОСНОВНЫЕ ПОДХОДЫ В ПРОИЗВОДСТВЕ ЙОДИРОВАННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ | 6 |
| ГЛАВА II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЙОДА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ | 13 |
| Техника безопасности | 13 |
| Подготовка эксикатора и правила работы с ним | 13 |
| 1. Качественный анализ | 15 |
| 1.1. Материалы, аппаратура, химические реактивы, посуда, используемые при работе | 16 |
| 1.1.1. Приготовление реактивов | 16 |
| 1.1.2. Нормы расхода реактивов на одно определение | 17 |
| 1.2. Порядок выполнения работы | 17 |
| 1.2.1. Подготовка пробы | 17 |
| 2. Количественное определение йода титрометрическим методом | 19 |
| 2.1. Материалы, аппаратура, химические реактивы, посуда, используемые при работе | 19 |
| 2.2. Приготовление реактивов | 20 |
| 2.3. Порядок выполнения работы | 21 |
| 2.3.1. Подготовка пробы | 21 |
| 2.3.2. Дистилляция и титрование | 22 |
| 2.3.3. Обработка результатов | 23 |
| 3. Колориметрический метод количественного определения йода | 24 |
| 3.1. Материалы, аппаратура, химические реактивы, посуда, используемые при работе | 25 |
| 3.2. Приготовление реактивов | 26 |
| 3.3. Порядок выполнения работы | 26 |
| 3.3.1. Подготовка пробы | 26 |
| 3.3.2. Подготовка пробы для измерения оптической плотности | 27 |
| 3.3.3. Измерение оптической плотности | 28 |
| 3.3.4. Построение калибровочного графика | 28 |
| 3.4. Обработка результатов | 29 |
| Вопросы для самоконтроля | 30 |
| Список использованных источников | 31 |

ВВЕДЕНИЕ

В XXI веке во всех странах мира отмечено резкое увеличение интереса к здоровому питанию. Создаются продукты с использованием животного и растительного сырья, обогащенные биологически активными веществами, несомненная полезность которых в том, что они могут сбалансировать и улучшить рацион, благодаря введению белков, витаминов, макро- и микронутриентов и других полезных веществ.

Микронутриенты относятся к незаменимым веществам пищи. Они абсолютно необходимы для нормального осуществления обмена веществ, роста и развития организма, защиты от болезней и вредных факторов окружающей среды, надежного обеспечения всех жизненных функций.

Организм человека не синтезирует микронутриенты впрок, поэтому они должны поступать регулярно, в полном наборе и количестве, соответствующем физиологической потребности организма человека.

Анализ результатов исследования состояния питания и здоровья населения, выполненных Институтом питания РАМН и учреждениями Минздрава России, свидетельствует о том, что в Российской Федерации около 100 млн. человек проживает на территориях с дефицитом природного йода. Это является причиной широкого распространения эндемического зоба, нарушений интеллектуального и физического развития детей и подростков, увеличения частоты патологий среди беременных.

Пищевые продукты – это главные источники йода, на долю которых приходится около 90 % его общего количества, поступающего в организм. Задача в восполнении йода может быть решена путем обогащения им основных продуктов питания: соли, хлебобулочных изделий, мясных продуктов, консервов, продуктов детского питания и др.

Суточная потребность в йоде зависит от возраста человека /7/.

| Возраст | Суточная потребность в йоде, мг |
|--------------------|---------------------------------|
| 1-3 года | 0,06 |
| 4-6 лет | 0,07-0,08 |
| 7-10 лет | 0,1 |
| 11-17 лет | 0,1-0,13 |
| От 17 лет и старше | 0,2 |

Однако чрезмерно высокое потребление йода может иметь отрицательные последствия и привести к развитию ряда заболеваний. Поэтому при создании йодобогащенных продуктов питания необходимо осуществлять строгий контроль за содержанием этого микроэлемента в готовом изделии.

ГЛАВА I. ОСНОВНЫЕ ПОДХОДЫ В ПРОИЗВОДСТВЕ ЙОДИРОВАННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

В XXI веке во всех странах мира отмечено резкое увеличение интереса к здоровому питанию. Это связано, прежде всего, с тем, что организм современного человека, потребляющего все больше рафинированных и подвергнутых глубокой переработке продуктов питания, испытывает серьезный дефицит витаминов, макро- и микроэлементов и других веществ. Недостаток витаминов, макро- и микроэлементов, пищевых волокон формирует факторы риска хронических заболеваний, снижает функциональную активность иммунной системы. Одна из важных проблем – йододефицитные состояния, для устранения которых необходимо поступление йода в организм человека.

Биологическая роль йода связана с его участием в образовании гормонов щитовидной железы – трийодтиронина и тироксина. Йод – единственный из известных в настоящее время микроэлементов, участвующих в биосинтезе гормонов. До 90% циркулирующего в крови органического йода приходится на долю тироксина /1/.

Для предотвращения развития и распространения йодной недостаточности проводят ряд массовых профилактических мероприятий. Это прежде всего связано с обеспечением населения фармацевтическими таблетированными препаратами, биологически активными добавками (БАД) разных форм, а также пищевыми продуктами, богатыми йодом.

Пищевые продукты являются главным источником йода. На их долю приходится около 90% общего количества йода, поступающего в организм. Содержание йода в одних и тех же продуктах значительно колеблется в зависимости от уровня йода в почве и воде. Самое высокое содержание йода в морских водорослях: в сухой ламинарии – 160-800 мг % (мкг/100г), сухой морской капусте – 200-220 мг %. Большое количество йода обнаружено в морской рыбе (от 88,8 до 100,7 мкг%) и других продуктах моря. Морская вода содержит наибольшие количества йода – около 20 мг/л. Питьевая вода содержит 0,2 – 2 мкг/л и вносит незначительный вклад в обеспечение человека йодом (до 5 – 10 %). Однако содержание в ней йода может послужить показателем его уровня в злаках, овощах и фруктах, выращиваемых в данной местности. Кроме того, важным поставщиком йода является молоко. Так, в США в рацион для взрослых с молочными продуктами поступает 58 % йода, для детей 2 лет – 67 % , для 6 – месячных детей – 80 % /1/. Природа сконцентрировала содержание йода в молочной железе и молоке во время лактации. Йодирование молочных белков происходит по аминокислотным остаткам тирозина. Этому способствует фермент лактопероксидаза, под действием которого и образуется органическая форма йода, необходимая для нашего организма /2/.

Хранение и кулинарная обработка пищевых продуктов ведут к значительным потерям йода.

При несоблюдении правил хранения (нарушение температурно – влажностного режима, вентиляции картофелехранилищ, несвоевременная

отсортировка загнивших клубней) потери йода в период с октября по май составляют до 65 %. Величина потерь йода при кулинарной обработке продуктов зависит от степени измельчения продукта и способа тепловой обработки: при жарке мяса потери йода составляют 65 %, при варке – 48 %, при варке картофеля в измельченном виде – 48 %, целыми клубнями – 32 % /1/.

В связи с тем, что многие пищевые продукты обеднены йодом, из-за низкого содержания этого микроэлемента в почвах и водах, используют биологический способ их обогащения путем повышения содержания элемента в пищевых и кормовых растениях. Для этой цели используют йодистые микроудобрения, которые вносятся в почву. При этом происходит аккумуляция йода прежде всего в корневой системе. Использование некорневой обработки 0,02% раствором йодида калия приводит к накоплению йода в стеблях и листьях растений. При подкормке кур морскими водорослями было отмечено увеличение концентрации йода в яйцах в 10 раз. В Иркутской области выпускают йодированные яйца, полученные путем введения в корм специальной добавки – концентрата из пекарских дрожжей – йод – дрожжелизина. Каждое яйцо, согласно данным производителя, содержит 45 мкг йод – почти полную суточную дозу для ребенка, половину нормы для подростков, треть для взрослого. При введении в корм животных йодида калия, было обнаружено в молоке 10-15– ти кратное увеличение содержания микроэлемента /2/.

В настоящее время учеными разработан ряд пищевых продуктов, обогащенных разными препаратами йода, которые выпускаются пищевыми предприятиями в различных регионах России.

В ряде стран успех профилактики йодированных состояний достигается добавлением препаратов йода к таким продуктам, как соль, хлеб, кондитерские изделия, продукты детского питания, безалкогольные напитки, сыр, чай, крахмал, мясопродукты и т.д. Йодирование хлеба проводят путем добавления йодидов, чтобы каждый потребитель хлеба мог получить в день 180 – 200 мкг йода. Разработан способ обогащения йодом хлеба и хлебобулочных изделий через использование йодированных хлебопекарных дрожжей, что также позволяет обеспечить равномерное распределение обогащающей добавки по всей массе продукта /3/.

Были получены йодированные мясные, колбасные изделия, пельмени и другие продукты при использовании добавки из йодированной эластической связки убойных животных /4/. В последнее время много говорят о лечебных свойствах синего йода. Синий йод – это йодированный крахмал, его легко получить в домашних условиях. Синий йод открыли несколько раз. Но наиболее полное описание его лечебных свойств дал ученый О. В. Мохнач. Синий йод рекомендуется применять для лечения самых разных заболеваний, в том числе и для профилактики йодной недостаточности.

Источником йода для синтеза гормонов щитовидной железы могут быть как неорганические, так и органические соединения йода.

Для йодирования пищевой соли повсеместно используют неорганические источники йода – йодиды и / или йодаты. Однако как йодиды, так, и йодаты недостаточно стабильны. Кроме того, в силу различных причин применение

этих соединений йода у части населения может вызвать гипертиреоидные состояния.

Современный метод восполнения дефицита йода в организме – употребление продуктов, обогащенных биопрепаратами, которые получают синтетическим путем за счет йодирования по аминокислотным остаткам белков с высоким содержанием тирозина и фенилаланина, необходимых для синтеза гормонов щитовидной железы. Установлено, что реакционноспособны в отношении йода серосодержащие (цистин и метионин) и ароматические аминокислоты (триптофан и тирозин), что подтверждает известный механизм замещения водорода в ароматическом кольце и образование в том числе йодид тирозина /5/. Йод находится в них в химически связанной форме. Поэтому продукты питания, обогащенные йодом, обладают высокой физиологичностью и хорошо усваиваются. А это приводит к оптимизации йодного метаболизма в организме человека. Органическая форма йода уменьшает опасность его передозировки, гарантирует нормированное потребление нутриента.

Обогащенные йодированными белками продукты – удобное и простое средство профилактики йоддефицитных заболеваний.

Для пищевой промышленности используются йодированные белки на основе белков коровьего молока, соевых белков, яичного альбумина. Их можно использовать при производстве хлеба, хлебобулочных, макаронных, кондитерских мучных и сахарных изделий, масложировых продуктов, молока и молочной продукции, мороженого, мясных изделий, безалкогольных напитков.

Несмотря на возросшее потребление йода с продуктами питания в последние 20 лет во всем мире отмечается тенденция к увеличению заболеваемости эндемическим зобом. Это, в первую очередь, связано с нерациональностью, несбалансированностью питания. Поэтому именно рационализация питания – одна из наиболее важных мер профилактики зубной болезни. Огромное значение при этом имеет содержание в пище белка с оптимальным содержанием тирозина и фенилаланина.

Кроме того, известно, что непредельные жирные кислоты, присоединяя к себе йод, легко переносят его через стенки кишечника. Однако для дальнейшего усвоения жирных кислот и высвобождения йода необходима аминокислота – метионин. Вот поэтому на фоне белковой недостаточности йодпрофилактика антисруммином, йодированными солью, хлебом и т. д. может оказаться неэффективной.

В связи с вышеизложенным оптимальным для йодирования являются продукты, содержащие в необходимом количестве аминокислоты тирозин и фенилаланин (предшественник тирозина), метионин для утилизации жирных кислот и, наконец, сами непредельные жирные кислоты /6/.

Таким образом, мясо и мясопродукты являются перспективными объектами для йодирования.

ГЛАВА II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЙОДА В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Техника безопасности

Для безопасного проведения лабораторной работы является обязательным и аккуратное обращение с реактивами и растворами, используемыми в анализе.

Отбор жидких реактивов осуществляется пипетками, оснащенными дозирующими насадками. Особую осторожность следует соблюдать при обращении с серной кислотой и раствором азотистокислого натрия. Если они попали на кожу, необходимо немедленно удалить их, а кожу промыть большим количеством проточной воды.

Отбор серной кислоты и хлороформа следует проводить в шкафу принудительной вытяжной системы, чтобы пары, образующиеся при испарении данных реактивов, не распространились по объему лаборатории.

Подготовка эксикатора и правила работы с ним

Эксикаторы – приборы, применяемые для медленного высушивания, охлаждения и предотвращения поглощения влаги продуктом из воздуха.

Эксикаторы закрывают стеклянными крышками, края которых притерты к верхней части цилиндра. Внутри эксикатора на дно цилиндра, над конусообразной частью, обычно кладут фарфоровую вкладку, под которую помещают поглотители влаги.

При работе с эксикатором необходимо следить, чтобы притертые части всегда были слегка смазаны вазелином или другой смазкой. Эксикаторы очень часто приходится переносить с места на место, при этом нередки случаи, когда крышка соскальзывает и разбивается. Поэтому при переносе эксикатора обязательно нужно придерживать крышку. Если в эксикатор ставят горячие тигли, бюксы и т.д., то вследствие нагревания воздуха крышка иногда приподнимается. Поэтому, поместив горячий тигль в эксикатор и накрыв его крышкой, ее некоторое время притирают, т.е. двигают вправо и влево.

При остывании тигля, бюкса и т.д. внутри эксикатора создается небольшой вакуум, и крышка держится очень плотно. Чтобы открыть эксикатор, нужно не поднимать крышку, а сначала подвинуть ее в сторону, после чего она легко снимается.

В качестве водопоглощающих веществ для снаряжения эксикаторов применяют различные поглотители. Ниже приведены наиболее распространенные из них.

- хлористый кальций (CaCl_2);
- гидроксид калия (KOH);
- оксид кальция (CaO);
- перхлорат магния (ангидрон($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$);
- гидроксид натрия (NaOH);
- силикагель (SiO_2);
- оксид алюминия (Al_2O_3);
- оксид фосфора (P_2O_5);

1. Качественный анализ

Метод основан на взаимодействии йода с крахмалом и образовании комплексного соединения, окрашенного в синий цвет.

1.1. Материалы, аппаратура, химические реактивы, посуда, используемые при работе

Материалы и аппаратура: электропечь сопротивления лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 до 500 С⁰; электроплитка бытовая; весы технические лабораторные; весы аналитические класса 2 с пределом измерений от 0 до 200 г; шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 до 150 С⁰; термометр лабораторный шкальный; термометр ртутный стеклянный лабораторный с пределом измерений от 0 до 200 С⁰; бумага фильтровальная лабораторная; бумага лакмусовая.

Химические реактивы: натрий углекислый безводный, х.ч.; натрий азотистокислый, х.ч.; кислота серная концентрированная, х.ч.; крахмал растворимый; вода дистиллированная.

Химическая посуда: тигли фарфоровые; палочки стеклянные; цилиндры конические с притертой пробкой вместимостью 100 см³; пипетки градуированные на 1 и 25 см³; воронки стеклянные лабораторные; колбы мерные на 1000 см³.

1.1.1. Приготовление реактивов

Приготовление 200г/дм³ раствора углекислого натрия: 200 г углекислого натрия (Na₂CO₃) взвешивают на технических весах, растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды и охлаждают раствор до комнатной температуры.

Приготовление 250 г/дм³ раствора серной кислоты: 250 г концентрированной серной кислоты (H₂SO₄) растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды и охлаждают раствор до комнатной температуры.

Приготовление насыщенного раствора азотистокислового натрия. К 100 см³ дистиллированной воды постепенно добавляют азотистокислый натрий (NaNO₂), раствор тщательно перемешивают, реактив считается готовым для проведения опыта в случае образования нерастворимого осадка азотистокислового натрия.

Приготовление 10 г/дм³ раствора крахмала: 1г крахмала взвешивают на технических весах и растворяют в 100 мл дистиллированной воды. Предварительно навеску крахмала растворяют в небольшом количестве холодной воды, оставшуюся воду нагревают в стеклянном стакане до кипения. В кипящую воду при перемешивании приливают подготовленный раствор крахмала до загустения. Раствор охлаждают до комнатной температуры.

1.1.2. Нормы расхода реактивов на одно определение:

- раствор углекислого натрия – 5 см³;
- раствор серной кислоты – не более 0,5 см³;
- раствор азотистокислого натрия – 0,2 см³;
- раствор крахмала – 1 см³;

1.2. Порядок выполнения работы

1.2.1. Подготовка пробы

Одним из главных условий подготовки пробы к анализу является ее гомогенность и однородность. Для приготовления пробы исследуемого продукта с неоднородной структурой (в т. ч. мясного, рыбного, и т. п.), его подвергают 2-кратному измельчению на мясорубке.

Паштеты и другие виды пастообразных продуктов при подготовке пробы подвергают обработке на гомогенизаторе или перетиранию в фарфоровой ступке с использованием пестика до получения гомогенной структуры.

Минерализация пробы

Навеску подготовленного продукта массой 0,5-1 г, взвешенную в тигле с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, смачивают 5 см³ раствора углекислого натрия. Содержимое тигля подсушивают в сушильном шкафу, постепенно увеличивая температуру от 50 до 150 °С. Общая продолжительность сушки – 40 мин.

Затем тигли переносят в электропечь сопротивления, где осторожно обугливают навеску продукта, периодически смачивая ее дистиллированной водой, при слабом калении (400-450 °С) до появления сероватого цвета. (температуру в электропечи сопротивления следует увеличивать постепенно от 200 до 450 °С с интервалом в 30 мин). По завершению процесса минерализации тигли охлаждают в эксикаторе.

Уголь в тигле измельчают стеклянной палочкой в порошок, заливают дистиллированной водой в количестве 25см³, после чего перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр. Затем навеску промывают на фильтре еще 25см³ дистиллированной воды. Промывные воды собирают вместе в стакан или колбу, подкисляют серной кислотой до кислой реакции на лакмус, приливают 1-2 капли насыщенного раствора азотистокислого натрия и 1см³ свежеприготовленного крахмала.

Посинение раствора указывает на присутствие йода в продукте.

2. Количественное определение йода титрометрическим методом

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения йода с азотистокислым натрием в кислой среде и его титрометрическом определении.

2.1. Материалы, аппаратура, химические реактивы, посуда, используемые при работе

Материалы и аппаратура: электропечь сопротивления лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 до 500 °С; электроплитка бытовая; бумага фильтровальная лабораторная; весы технические лабораторные; весы аналитические класса 2 с пределами измерений от 0 до 200 г; шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 до 150 °С, термометр лабораторный шкальный.

Химические реактивы: калия гидроксид, х.ч.; хлороформ, х.ч.; кислотасоляная концентрированная, х.ч.; натрий азотистокислый, х.ч.; калий йодистый, х.ч.; вода дистиллированная.

Химическая посуда: тигли фарфоровые; палочки стеклянные; цилиндры конические с притертой пробкой вместимостью 100см³; пипетки градуированные на 1 и 10см³; воронки стеклянные; микробюретка на 1см³; колбы мерные на 1000см³.

2.2. Приготовление реактивов

Приготовление 330 г/дм³ раствора гидроксида калия: 330 г гидроксида калия (KOH) взвешивают на технических весах, растворяют в 1000 см³ дистиллированной воды и охлаждают раствор до комнатной температуры.

Приготовление 0,29 М раствора азотистокислого натрия: 0,5 гр. нитрита натрия доводят до 25 мл бидистиллированной водой.

Приготовление раствора йодистого калия: 5 г йодистого калия (KI), 1 дм³ дистиллированной воды. В 1 см³ полученного раствора содержится 0,00382 г йода.

Приготовление 3% раствора K₂CO₃. 3 гр. K₂CO₃ растворяют в 97 мл бидистиллированной воды (колба на 100 мл).

Приготовление 6М роданида калия (KCNS) на воде: 60 мг роданида калия доводят в мерной колбе на 100 мл бидистиллированной воды. Берут 0,4 мг роданида.

Приготовление железоаммонийных квасцов (NH₄Fe(SO₄)*12H₂O в 2М HNO₃; А. Приготовление 2М HNO₃.

65% HNO₃ => 48,45 мл HNO₃ доводят до 25 мл бидистиллированной водой (или 193,846 мл 65% HNO₃ до 1 мл бидистиллированной воды). Б. 100 мл 2М HNO₃+10гр. квасцов.

Норма расхода реактивов на одно определение:

- раствор гидроксида калия – 1 см³ ;
- раствор йодистого калия – не более 0,5 см³;
- раствор азотистокислого натрия – не более 0,5 см³;
- хлороформ – 10 см³;
- кислота серная концентрированная – не более 1 см³.

2.3. Порядок выполнения работы

2.3.1. Подготовка пробы

Подготовка пробы аналогична процессу, описанному в п.1.2.1. на стр.17.

Минерализация пробы

Навеску измельченного продукта массой (0,5ч1) г, взвешенную в тигле с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, смачивают 5-10 каплями раствора гидроксида калия. Содержимое тигля подсушивают в сушильном шкафу, постепенно увеличивая температуру от 50 до 150 °С. Общая продолжительность сушки – 40 мин.

Затем тигли переносят в электропечь сопротивления, где осторожно обугливают навеску продукта, периодически смачивая ее дистиллированной водой, при слабом калении (400-450 °С) до появления черно-стального оттенка. (Температуру в электропечи сопротивления следует увеличивать постепенно от 200 до 450 °С с интервалом в 30 мин). По окончании процесса минерализации тигли охлаждают в эксикаторе.

2.3.2. Дистилляция и титрование

Уголь измельчают стеклянной палочкой в порошок, обливают кипящей дистиллированной водой в количестве 10 см³, после чего перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 100 см³.

Уголь промывают кипящей дистиллированной водой на фильтре последовательно пять-шесть раз, причем общее количество фильтрата не должно превышать 60 см³. После охлаждения фильтрата объем жидкости в фильтрате доводят дистиллированной водой до 60 см³ и добавляют 10 см³ хлороформа, 6-7 капель концентрированной серной кислоты и 3-4 капли раствора азотистокислого натрия. Смесь интенсивно взбалтывают в течение 2 мин и титруют.

Одновременно проводят контрольный опыт, используя вместо исследуемого образца дистиллированную воду и все реактивы, как в опыте.

Титрование осуществляют следующим образом. Из бюретки по каплям приливают раствор йодистого калия в колбу с контрольным опытом до появления розовой окраски; фиксируют объем йодистого калия, пошедшего на титрование. Затем титруют опытный раствор до одинаковой окраски в рабочем и контрольном опытах. По разнице в объемах, пошедших на титрование контрольного и опытного образцов, определяют расчетный объем йодистого калия.

2.3.3. Обработка результатов

Массовую долю йода в продукте вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0.00382 \cdot 100 \cdot 100}{m},$$

где X – массовая доля йода, %;
V – объем раствора йодистого калия,
израсходованный на титрование, см³;
m – масса образца, г.

При определении содержания йода в сухих йодсодержащих добавках необходимо учитывать процентное содержание влаги в такого рода продуктах и проводить вычисления в пересчете на сухое вещество.

Массовую долю йода в продукте, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot 0.00382 \cdot 100 \cdot 100}{m (100 - m_1)},$$

где m₁ – массовая доля влаги в продукте, %.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

3. Колориметрический метод количественного определения йода

Метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения йода с азотистокислым натрием в кислой среде и колориметрическом определении его количества.

3.1. Материалы, аппаратура, химические реактивы, посуда, используемые при работе

Материалы и аппаратура: электропечь сопротивления лабораторная, обеспечивающая поддержание заданного температурного режима от 150 до 500 °С; фотоэлектроколориметр с пределами измерений оптической плотности от 0 до 1,3; бумага фильтровальная лабораторная; весы технические лабораторные; весы аналитические класса 2 с пределами измерений от 0 до 200 г; шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 до 150 °С; термометр лабораторный шкальный.

Химические реактивы: калия гидроксид, х.ч.; бензин (хлороформ), х.ч.; кислота серная концентрированная, х.ч.; натрий азотистокислый, х.ч.; калий йодистый, х.ч.; вода дистиллированная.

Химическая посуда: тигли фарфоровые; палочки стеклянные; цилиндры мерные с притертой пробкой вместимостью 100 см³; пипетки градуированные на 1 и 10 см³; воронки стеклянные; колбы мерные на 1000 см³.

3.2. Приготовление реактивов

Подготовка реактивов осуществляется так же, как при титрометрическом методе.

Нормы расхода реактивов на одно определение

- раствор гидроксида калия – 1 см³;
- раствор йодистого калия – не более 0,5 см³;
- раствор азотистокислого натрия – не более 0,5 см³;
- кислота серная концентрированная – не более 1 см³;

- хлороформ (или чистый бензин) – 10 см³.

3.3. Порядок выполнения работы

3.3.1. Подготовка пробы

Подготовка пробы аналогична процессу, описанному в п.1.2.1. на стр.6.

Минерализация пробы

Навеску измельченного продукта массой 0,5-1 г, взвешенную в тигле с абсолютной погрешностью не более 0,001 г, смачивают 5-10 каплями раствора гидроксида калия. Содержимое тигля подсушивают в сушильном шкафу, постепенно увеличивая температуру от 50 до 150 °С. Общая продолжительность сушки – 40 мин.

Затем тигли переносят в электропечь сопротивления, где осторожно обугливают навеску продукта, периодически смачивая ее дистиллированной водой, при слабом калении (400-450 °С) до появления черно-стального оттенка. (Температуру в электропечи сопротивления следует увеличивать постепенно от 200 до 450 °С с интервалом в 30 мин). По окончании процесса минерализации тигли охлаждают в эксикаторе.

3.3.2. Подготовка пробы для измерения оптической плотности

Уголь измельчают стеклянной палочкой в порошок, обливают кипящей дистиллированной водой в количестве 10 см³, после чего перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в мерный цилиндр с притертой пробкой вместимостью 100 см³.

Уголь промывают кипящей дистиллированной водой на фильтре последовательно пять-шесть раз, причем общее количество фильтрата не должно превышать 60 см³ и добавляют 10 см³ бензина (хлороформа), 6-7 капель концентрированной серной кислоты и 3-4 капли раствора азотистокислого

натрия. Смесь интенсивно взбалтывают в течение 2 мин.

3.3.3. Измерение оптической плотности

Оптическую плотность окрашенного бензинового слоя измеряют фотоэлектроколориметром в кюветах с рабочей длиной 10 мм при длине волны 490 нм против чистого бензина (хлороформа). Параллельно необходимо проводить контрольный опыт с использованием вместо фильтрата 60 см³ дистиллированной воды.

Измерения повторяют три раза и по полученным результатам определяют среднее арифметическое значение оптической плотности.

Количество йода, соответствующее определенной оптической плотности, рассчитывают по калибровочному графику.

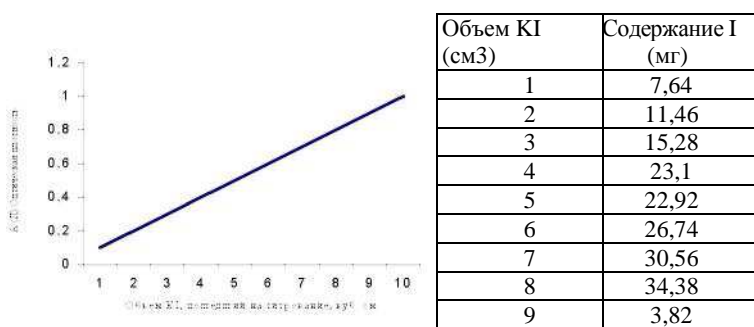
3.3.4. Построение калибровочного графика

Готовят раствор йодистого калия с содержанием его 0,00382 г/см³. Для этого навеску 5 г свежеперекристаллизованного йодистого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 см³ дистиллированной водой.

В 5 пробирок с притертыми пробками вносят 1 см³ 3 % раствора калия углекислого. В пробирки добавляют последовательно 0,2; 0,6; 1,0; 1,4; 1,8 см³ стандартного раствора калия йодистого (0,2 мкг йода на см³) и воды до общего объема в 5 см³. Затем добавляют 0,4 см³ 6М раствора роданистого калия, 1 см³ 0,29М азотнокислого натрия; 1,6 см³ раствора квасцов в азотной кислоте.

Содержимое цилиндров энергично встряхивают. Оптическую плотность окрашенного бензинового слоя измеряют фотоэлектроколориметром в кюветах с рабочей длиной 10 мм при длине волны 490 нм.

Пример градуировочного графика представлен на рисунке.



3.4. Обработка результатов

Массовую долю йода в продукте вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1},$$

где X — массовая доля йода в продукте, %;

m-масса йода, найденная по градуировочному графику, мг;
m₁-масса исследуемого продукта, г;

Массовую долю йода в продукте, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot 100 \cdot 100}{m_1(100 - m_2)},$$

где m₂ – массовая доля воды в продукте.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,01%.

Вопросы для самоконтроля

1. Роль йода в физиологии человека.
2. Нормы содержания йода в пищевом сырье и продуктах питания.
3. Способы обогащения йодом продуктов питания
4. Влияние технологической обработки сырья на содержание йода в пищевых продуктах.
5. На чем основан метод качественного определения йода?
6. На чем основан метод титрометрического определения йода?
7. На чем основан метод колориметрического определения йода?
8. Как происходит процесс титрования?
9. Как определить содержание йода в продукте с использованием титрометрического метода?
10. Как определить содержание йода в продукте при его колориметрическом определении?

Список использованных источников

1. Сухина С. Ю. Йод и его значение в питании человека/ С.Ю. Сухина, Г.И. Бондарев, В.М. Позняковский // Вопросы питания. – 2005. - №3 – 12 с.
2. Драчева Л. В. Органический йод и питание человека/ Л.В. Драчева// Пищевая промышленность – 2004. - №10. – 60 с.
3. Гореликова Г. А. Изучение отношения к йодированным пищевым продуктам/ Г.А. Гореликова, Л.А. Маюрников, Н.И. Давыденко // Пищевая промышленность – 2010. - №10. – 92 с.
4. Пикус Б. И. Производство экологически чистых продуктов витаминизированных/ Б.И. Пикус // Масложировая промышленность. – 2008. - №2. – 20 с.
5. Дудкин М. С. Комплексы белков и пищевых волокон, обогащенные йодом/ М.С. Дудкин, Т.В. Сагайдак, Л.Ф. Щелкунов // Известия вузов. Пищевая промышленность – 2009. -№2-3. – 29 с.

6. Харьбина Е. К. Разработка рецептур и технологии производства вареных колбас с использованием белково – йодированного комплекса. – М.: МГУПБ, 2009. – 180с.

7. Де Мейер Е. Н., Лоденстейн Ф. У., Тийн К.Г. Борьба с эндемическим зобом/ Всемирная организация здравоохранения – Женева, 2008.

Тип. КубГАУ. Заказ _____. Тираж 100 экз.