Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.3. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДА В СОЛИ ПОВАРЕННОЙ ПИЩЕВОЙ, ЙОДИРОВАННОЙ ЙОДАТОМ КАЛИЯ (KIO_3)

Методические указания
МУК 4.1.699 - 98

Издание официальное

Минздрав России
Москва
1998

gost.e-ecolog.ru

ББК 36.98 (О 62)
УДК 664.41.014:543.621

О 62 Определение йода в соли поваренной пищевой, йодированной йодатом калия (KIO3): Методические указания.- М.: "Интерсэн",1998

1. Разработаны: Институтом питания РАМН (Тутельян В .А., Спиричев В.Б., Переверзева О.Г.) на основе официально принятого международными организациями ВОЗ, ЮНИСЕФ, РАММ, МИ, ICCIDD руководства "Мониторинг программ всеобщего йодирования соли" (М., 1997)

2. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г.Г.Онищенко 14.04.98.

3. Введены впервые.

ISBN 5-89834-011-4

© Минздрав России
© «Интерсэн»

СОДЕРЖАНИЕ

1. Область применения..... 4

2. Сущность метода..... 4

3. Средства измерения, вспомогательные устройства, реактивы..... 4

4. Приготовление реактивов..... 5

5. Проведение анализа..... 5

6. Требования к безопасности..... 6

7. Обработка результатов..... 6

8. Приложение. Переводная таблица..... 7

УТВЕРЖДЕНО

Главным Государственным санитарным врачом Российской Федерации
Г.Г. Онищенко от "14" апреля 1998г.
МУК 4.1.699 - 98
Дата введения: с момента утверждения.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДА В СОЛИ ПОВАРЕННОЙ ПИЩЕВОЙ, ЙОДИРОВАННОЙ ЙОДАТОМ КАЛИЯ (KIO_3).

Методические указания

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Необходимость контроля за содержанием йода в йодированной поваренной соли обусловлена существованием интервала допустимого и достаточного потребления этого элемента человеком, составляющего 150-200 мкг/сут.

Методические указания предназначены для предприятий соляной промышленности, учреждений Госсанэпиднадзора и других ведомств, осуществляющих контроль качества и безопасности продовольственного сырья и пищевых продуктов.

2. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на взаимодействии йодата калия с йодидом калия в кислой среде (1) титровании выделившегося йода тиосульфатом натрия (2).

(1) IO_3^- (из соли) + $5I^-$ (изKI) + $6H^+$ (из H_2SO_4) $\rightarrow$ $3I_2$ + $3H_2O$

(2) $2Na_2S_2O_3$ (тиосульфат натрия) + I_2 $\rightarrow$ 2NaI (иодат натрия) + $Na_2S_4O_6$ (тетратионат натрия)

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

1. Весы лабораторные по ГОСТ 24104-88, 2-го класса с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допустимой погрешностью взвешивания не более 0,002 г.

2. Пипетки стеклянные по ГОСТ 29227-91, вместимостью 10 см^3, 5 см^3, 1см^3.

3. Колбы конические по ГОСТ 25226-82, вместимостью 250 см^3.

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента Госсанэпиднадзора Минздрава России.

4. Бюретки по ГОСТ 29251-91, вместимостью 25см^3, 5см^3.

5. Фильтры бумажные диаметром 9 мм.

6. Вода дистилированная по ГОСТ 6709-72.

7. Калий йодистый (KI) по ГОСТ 4232-74.

8. Кислота серная (H_2SO_4) по ГОСТ 4204-77.

9. Натрий серноватистокислый пятиводный (тиосульфат натрия, $Na_2S_2O_3$ $5H_2O$) по ГОСТ 27068-86 или фиксанал 0,1 г - экв.

10. Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76.

11. Натрия хлорид, ЧДА, ГОСТ 4233-77.

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РЕАКТИВОВ

1. **0,005 М тиосульфат натрия** ($Na_2S_2O_3$. $5H_2O$). 1,24г $Na_2S_2O_3$. $5H_2O$ развести в 1000 мл дистиллированной свежепрокипяченой воды. Т.к. кристаллический тиосульфат при хранении набирает влагу, что требует введения поправки на его титр, то в случае возникновения сомнений рекомендуется использовать фиксанал $Na_2S_2O_3$. $5H_2O$ 0.1г - эквивалент, который растворяют в дистиллированной воде, доводя конечный объем до 1000 мл, и полученный раствор разводят в 20 раз (50 мл раствора + 950 мл воды) до конечной концентрации 0.005М.

Полученный раствор хранят в прохладном темной месте. Его объем достаточен для анализа 100-200 проб в зависимости от содержания в них йода. При соблюдении условий хранения раствор стабилен не менее одного месяца.

2. **2 н. серная кислота** (H_2SO_4). 6 мл концентрированной H_2SO_4 медленно доливают в 90 мл воды, затем доводят раствор водой до конечного объема 100 мл. Полученное количество достаточно для анализа 100 проб. Раствор сохраняет свои свойства неопределенно долгое время.

Примечание. Во всех случаях кислоту надо наливать в воду, а не наоборот, во избежание чрезмерного повышения температуры смеси и разбрызгивания кислоты. Во время добавления кислоты раствор следует непрерывно перемешивать.

3. **10% йодид калия** (KI) свежеприготовленный. 10 г KI растворяют в 100 мл воды. Хранят в прохладном темном месте. Его количества достаточно для анализа 20 проб.

4. **Насыщенный раствор хлорида натрия** (NaCl). В колбу объемом 250 мл с 80 мл воды постепенно добавляют при перемешивании и/или нагревании NaCl до тех пор, пока не прекратится его растворение. Хранят под пробкой. Раствор сохраняет свои свойства по крайней мере в течение года.

5. **Индикаторный раствор крахмала.** В колбу объемом 250 мл вносят 1 г растворимого крахмала, добавляют 10 мл воды и нагревают до растворения крахмала. В полученную горячую смесь добавляют 90 мл насыщенного раствора NaCl и перемешивают. Полученного объема достаточно для анализа 50 проб. Готовый раствор хранят в прохладном темном месте. Раствор остается стабильным на протяжении месяца.

Примечание. В день проведения анализа раствор необходимо прогреть (но не кипятить) для ресуспендирования возможного осадка.

5. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА.

Этап 1. Навеску исследуемой пробы массой 10 г растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды в конической колбе объемом 250 см^3. Если полученный раствор мутный, его необходимо профильтровать.

Этап 2. К полученному раствору добавляют 1 см³ 2 н. H_2SO_4, перемешивают, добавляют 5 мл 10% раствора KI, перемешивают, закрывают колбу пробкой и помещают на 10 мин. в темное место.

Этап 3. К исследуемому раствору, приобретшему темно-желтую окраску, добавляют из бюретки при перемешивании 0,005 М $Na_2S_2O_3$ до перехода окраски в светло-желтую. Добавляют в исследуемый раствор примерно 2 мл индикаторного раствора крахмала, от чего смесь должна приобрести темно-синюю окраску, и продолжают титрование до тех пор, пока последняя не исчезнет.

Отмечают объем раствора тиосульфата, пошедший на титрование.

6. ТРЕБОВАНИЯ К БЕЗОПАСНОСТИ

- до начала титрования реакционную смесь следует хранить в темном месте ввиду возможности побочного процесса под воздействием света, который вызывает окисление ионов йодида до йода;

- при использовании не вполне остывшего раствора крахмала точность определений понижается;

- если индикаторный раствор добавлен слишком рано, происходит образование прочного, очень медленно реагирующего комплекса йода с крахмалом, что приводит к завышению результатов анализа;

- реакция должна проходить при умеренной комнатной температуре (ниже 30°С), поскольку йод характеризуется повышенной летучестью, а индикаторный раствор при нагревании теряет чувствительность.

7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Количество йода в мг на 1кг исследуемой соли вычисляют по формуле:

$$x = \frac{V \cdot 0{,}1057 \cdot 1000}{10} = V \cdot 10{,}57 \text{ (мг/кг)},$$

где V - объем 0.005М $Na_2S_2O_3$, пошедший на титрование, см³;

10 - навеска соли, взятой на анализ, г;

1000 - пересчет на 1 кг соли;

0,1057- количество йода из иодата калия исследуемого образца соли, соответствующее 1 см³ пошедшего на титрование этого образца 0,005 М $Na_2S_2O_3$.

Примечание. Из уравнений реакций (1)и (2), лежащих в основе данного метода определения йода в соли, обогащенной KIO_3, следует, что из общего количества йода, оттитровываемого тиосульфатом натрия в исследуемой пробе, на долю йода, происходящего из KIO_3, приходится 1/6 часть, т.е. не 0,6345, а 0,1057 мг.

Для облегчения расчета количества йода в исследуемой соли можно также пользоваться переводной таблицей (см. Приложение).

Приложение.

Таблица для перевода показаний шкалы бюретки в мг/кг соли

Показания шкалы	мг/кг	Показания шкалы	мг/кг
0,0	0,0	5,0	52,9
0,1	1,1	5,1	54,0
0,2	2,1	5,2	55,0
0,3	3,2	5,3	56,1
0,4	4,2	5,4	57,1
0,5	5,3	5,5	58,2
0,6	6,3	5,6	59,2
0,7	7,4	5,7	60,3
0,8	8,5	5,8	61,4
0,9	9,5	5,9	62,4
1,0	10,6	6,0	63,5
1,1	11,6	6,1	64,5
1,2	12,7	6,2	65,6
1,3	13,8	6,3	66,7
1,4	14,8	6,4	67,7
1,5	15,9	6,5	68,8
1,6	16,9	6,6	69,8
1,7	18,0	6,7	70,9
1,8	19,0	6,8	71,9
1,9	20,1	6,9	73,0
2,0	21,2	7,0	74,1
2,1	22,2	7,1	75,1
2,2	23,3	7,2	76,2
2,3	24,3	7,3	77,2
2,4	25,4	7,4	78,3
2,5	26,5	7,5	79,4
2,6	27,5	7,6	80,4
2,7	28,6	7,7	81,5
2,8	29,6	7,8	82,5
2,9	30,7	7,9	83,6
3,0	31,7	8,0	84,6
3,1	32,8	8,1	85,7
3,2	33,9	8,2	86,8
3,3	34,9	8,3	87,8
3,4	36,0	8,4	88,9
3,5	37,0	8,5	89,9
3,6	38,1	8,6	91,0
3,7	39,1	8,7	92,0
3,8	40,2	8,8	93,1
3,9	41,3	8,9	94,2
4,0	42,3	9,0	95,2
4,1	43,4	9,1	96,3
4,2	44,4	9,2	97,3
4,3	45,5	9,3	98,4
4,4	46,6	9,4	99,5
4,5	47,6	9,5	100,5
4,6	48,7	9,6	101,6
4,7	49,7	9,7	102,6
4,8	50,8	9,8	103,7
4,9	51,9	9,9	104,7

gost.e-ecolog.ru