ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДА ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Л.Л. Бозаджиев, Д.Г.Скрипник

Медицинский радиологический научный центр РАМН, ООО НПП МЕДБИОФАРМ г.Обнинск, Россия.

В России более 50 миллионов человек проживает на территориях с недостаточным содержанием йода в почве и в воде. В результате йодной недостаточности до 25% взрослого населения России страдает различными заболеваниями щитовидной железы, в некоторых регионах этот показатель доходит до 50%.

В последнее время на потребительский рынок поступает большой ассортимент продуктов и пищевых добавок, в состав которых наряду с различными микроэлементами и витаминами входит и йод. Поэтому знание содержания йода в них имеет большое значение для определения уровня поступления его в организм человека.

До настоящего времени для определения содержания йода в пищевых продуктах предлагалось использовать титриметрические и кинетический методы. Титриметрический метод определения йодата калия в поваренной соли не обладает достаточной чувствительностью [1]. Минимальное определяемое количество йода составляет 54 мг/кг, что на два-три порядка выше содержания йода, например, в хлебобулочных изделиях. Кроме того, в продуктах питания йод может находиться как в виде йодатов, так и в виде йодидов. титриметрический метод, разработанный корпорацией МДТ [2], также не обладает достаточным пределом обнаружения. Кинетический роданидно-нитритный методы определения йода продуктах [3], хотя и обладает достаточным пределом обнаружения и точностью, является косвенным и трудоемким. Кроме того, он имеет удовлетворительных метрологических характеристик.

Наиболее точным и современным методом определения йода является метод масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой [4]. Однако применение этого метода требует наличия дорогостоящего оборудования.

Авторами статьи для определения содержания йода в пищевых продуктах и биологически активных добавках был применен полярографический метод, который применялся ранее только для установления содержания тяжелых металлов в различных объектах. Метод основан на электрохимическом осаждении йода с

образованием на поверхности электрода нерастворимой пленки йодида ртути при изменении потенциала электрода от отрицательных до положительных значений. В работе применялся современный вольтамперометрический анализатор «Экотест ВА», производимый отечественной фирмой «Эконикс», полностью управляемый компьютером. В качестве рабочего электрода персональным использовали стационарный малортутный электрод (электрод висящей капли). Для повышения чувствительности и снижения предела обнаружения линейно изменяемый потенциал модулировали по частоте и амплитуде. Точность определения йода контролировали определением йода параллельным на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой (модель PU7450 фирмы Philips Scientific, Англия).

Пик йода наблюдали при длине волны 206,161 нм. В качестве пробоподготовки использовался стандартный метод сухого озоления при температуре 480-500°С, отличающийся только тем, что озоление проводили в щелочной среде, предварительно добавляя в пробу гидроокись калия. Для ускорения полного озоления золу периодически смачивали раствором нитрата калия. Применять в данном случае автоклавную минерализацию нецелесообразно, так как гидролиз в кислой среде приводит к восстановлению йода до атомарного состояния и, соответственно, к его потерям.

Применение вольтамперометрии дало хорошие результаты. Метод обладает широким динамический диапазоном измерения за счет того, что при больших концентрациях йода в образце используется прямая полярография, а при низких концентрациях применяется инверсионная вольтамерометрия - с предварительным накоплении йода на рабочем электроде при потенциале 100-200 мВ и последующей разверткой потенциала от 0 до –700 мВ. При этом, на вольтамперограмме наблюдается отрицательный пик йода в области отрицательных потенциалов (см. рисунок).

Таким методом удалось снизить предел обнаружения йода в анализируемом растворе до величины 10 мкг/дм³ (или 0,02 мг/кг в пищевых продуктах). Наиболее точные результаты показал метод стандартных добавок, при применении которого погрешность составляла в среднем 5%. Использование метода калибровки увеличивало погрешность измерений до 30%. Расчет содержания йода можно проводить как по площади, так и по высоте пика. Однако вычисления по высоте пика дают более достоверные результаты.

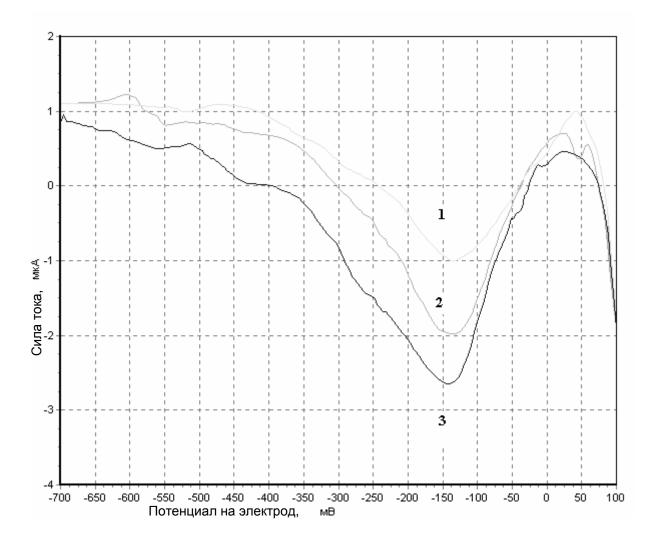


Рис. 1. Пример переменнотоковой вольтамперограммы анализируемого раствора, содержащего йод в концентрации 0,02 мг/дм³. 1-фоновая кривая; 2- проба хлеба, обогащенного йодированным белком; 3- проба с добавкой.

Метод опробован на образцах различных видов продуктов – хлебобулочных и кондитерских изделиях, сырах и молочнокислых продуктах, в состав которых вводились йодсодержащие пищевые добавки, а также на образцах колбасных изделий. Получена хорошая воспроизводимость и сходимость метода. Кроме того, данная методика прошла метрологическую аттестацию во Всероссийском научно-исследовательском институте метрологической службы при Госстандарте РФ (свидетельство №7-00).

Список литературы

^{1.} Определение йода в соли поваренной пищевой, йодированной йодатом калия. МУК 4.1.699-98.

^{2.} ТУ 9110-273-05747152-98

^{3.} Проскурякова Г.В., Еремин Ю.Н. //Вопросы питания, 1982. №1, С. 59-61.

^{4.} Gelinas Y., Krushevska A., Barnes R.M. // Anal. Chem., 1998. V. 70. P. 1021-1025.