



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **68543** (13) **U**
(51) МПК (2012.01)
C01B 9/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2011 11788</p> <p>(22) Дата подання заявки: 06.10.2011</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 26.03.2012</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 26.03.2012, Бюл.№ 6</p>	<p>(72) Винахідник(и): Євлаш Вікторія Владленівна (UA), Аксьонова Олена Федорівна (UA), Отрошко Наталія Олександрівна (UA), Михайленко Володимир Григорович (UA), Торяник Дмитро Олександрович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ХАРКІВСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧУВАННЯ ТА ТОРГІВЛІ, вул. Клочківська, 333, м. Харків, 61051 (UA)</p>
-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

(54) СПОСІБ ОЦІНКИ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ЙОДУ В СОЛІ КУХОННІЙ ХАРЧОВІЙ З ДОБАВКОЮ ЙОДНОВАТОКИСЛОГО КАЛІЮ

(57) Реферат:

Спосіб оцінки масової концентрації йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію включає підготовку водного розчину солі кухонної харчової з добавкою йодноватокислого калію. Потім відновлюють йодат-іону натрій тіосульфатом до йодид-іону. Окислюють йодид-іони хлором. При цьому індикацію завершення кулонометричного титрування здійснюється за допомогою вимірювання окисно-відновного потенціалу.

UA 68543 U

Корисна модель належить до харчової промисловості та може використовуватися для оцінки масової концентрації йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію.

Йод - необхідний елемент для нормального зростання та розвитку. Фізіологічна потреба в йоді складає 100-200 мкг на добу. Недостатність йоду в людини призводить до розвитку ендемічного зобу, порушення функцій мозку, зниження неспецифічної резистентності організму [1].

Для визначення вмісту йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію застосовується титриметричний метод [2]. Недоліком цього методу є низька чутливість і мала відтворюваність результатів аналізу. Цей недолік особливо суттєвий, коли треба визначити масову концентрацію йоду не на початку, а наприкінці терміну зберігання.

Відомий спосіб визначення вмісту йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію також інверсійно-вольтамперометричним методом. Метод базується на здатності йодид-іонів накопичуватися на поверхні ртутно-плівкового електрода у вигляді малорозчинного з'єднання зі ртуттю при певному потенціалі з подальшим катодним відновленням осаду при зміні потенціалу. Аналітичним сигналом є величина струму катодного піку при потенціалі -0.3 ± 0.5 В, яка пропорційна концентрації йодид-іонів. Масову концентрацію йодид-іонів розраховують за методом добавки атестованої суміші йодид-іонів [3].

Основним недоліком цього методу є використання індикаторного ртутно-плівкового електрода, експлуатація якого є дуже складною та небезпечною, оскільки потребує жорстких вимог до приміщення лабораторії, до виконання правил техніки безпеки та до рівня підготовки персоналу.

Найбільш близьким до корисної моделі є спосіб кулонометричного визначення нітрит-іонів за допомогою електрогенерованого броду. Під час реалізації цього методу як робочий електрод виступає Pt-пластинка з поверхнею біля 8 см^2 ; протиелектрод - Pt-спіраль, відділений від досліджуваного розчину перетинкою з пористого скла [4].

Недоліками цього способу є великі витрати платини, що значно збільшує вартість установки, необхідність введення титранту ззовні, а також вимірювання кінця титрування зміною кольору індикатору або амперметричним шляхом.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробки способу оцінки масової концентрації йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію шляхом кулонометричного титрування її розчинів електрогенерованим хлором в електрохімічній комірці з високою точністю і відтворюваністю.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі оцінки масової концентрації йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію, що включає підготовку водного розчину солі повареної харчової з добавкою йодноватокислого калію, відновлення йодат-іону натрій тіосульфатом до йодид-іону, окислення йодид-іонів хлором, що генерується в електрохімічній комірці і розрахунок масової концентрації йоду за законом Фарадея, згідно з корисною моделлю, індикація завершення кулонометричного титрування здійснюється за допомогою вимірювання окисно-відновного потенціалу.

Відміна даного способу полягає у тому, що замість платиного електрода для генерації титранту використовується графітовий електрод, титрант-окиснювач - молекулярний хлор, який генерується безпосередньо з аналізованого продукту - повареної солі, замість амперметричної використовується потенціометрична індикація для реєстрації завершення експерименту.

Підготовка аналізованих проб здійснюється шляхом приготування водних розчинів солі кухонної харчової з добавкою йодноватокислого калію. Для проведення кулонометричного визначення масової частки йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію спочатку калій йодат переводиться в калій йодид. Для цього як відновник використовується натрій тіосульфат. Отриманий йодид у подальшому титрується електрогенерованим хлором. Хлор генерується з хлорид-іонів, які містять зразок кухонної солі, взятий на аналіз.

Кулонометричне титрування проводиться за умови постійної сили струму. За допомогою електронного мілівольтметра фіксується зміна електричного потенціалу анода та ведеться спостереження за динамікою його зростання.

Для проведення визначення йоду було зібрано установку для кулонометричного титрування. Установка складається з джерела постійного струму, мілівольтметра, електрохімічної комірки та електронного мілівольтметра. Анодом, на якому отримується електрогенерований титрант, служить графітовий електрод. Як катод виступає графітовий електрод, вміщений в капіляр Лугіна (капіляр було використано, щоб уникнути розрядження хлору на катоді). Для індикації потенціалу використовується платиновий та хлорсрібний електроди, підключені до електронного мілівольтметра.

Масова концентрація йоду прямо пропорційна часу, що пройшов, та струму, який є постійним. Виходячи з цього, розраховується кількість електрики, Кл, що пройшла крізь розчин до моменту стрибка потенціалу та відносять цю кількість до наважки солі. Розрахунок виконують за формулою:

$$N_j = \frac{I \cdot t \cdot 1000 \cdot 1000 \cdot 127}{F \cdot 100} = \frac{I \cdot t \cdot 10000 \cdot 127}{F},$$

де N_j - концентрація йоду в солі, г/кг;

I - сила струму, А;

t - час електролізу, с;

100 - маса наважки солі, г;

10 F - число Фарадея, 96500 Кл/моль;

127 - атомна маса йоду.

Таким чином, за результатами проведених досліджень запропоновано використовувати метод кулонометричного титрування для оцінки вмісту калій йодату в йодованій солі. Перевагою цього способу є відсутність дорогого та складного обладнання, а також велика точність визначення малих концентрацій йоду; додатковою перевагою способу є менша витрата реагентів у порівнянні з титриметричним методом, оскільки відсутня необхідність введення титранту зовні, тому що необхідний для окиснення йодид-іонів хлор генерується із солі кухонної харчової.

20 Спосіб оцінки масової концентрації йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію проілюстровано наступними прикладами.

Приклад 1. Підготовка аналізованих проб здійснюється шляхом приготування водних розчинів солі кухонної харчової з добавкою йодноватокислого калію із масовою часткою солі 30 %.

25 Для проведення кулонометричного визначення масової частки йоду в солі повареній харчовій з добавкою йодноватокислого калію спочатку калій йодат переводиться в калій йодид. Для цього як відновник використовується натрій тіосульфат з молярною концентрацією еквівалента 0,100 моль/дм³. Натрій тіосульфат додається до 30 % розчину солі при постійному перемішуванні до моменту набуття розчином світло-жовтого кольору. Після чого стакан накривається скляною пластинкою та поміщається в темне місце. Після витримування протягом 30 5-7 хвилин у стакан додається 1-2 краплі 1 %-го розчину крохмалю. Набуття розчином синього кольору свідчить про наявність у розчині I₂. Титрування тіосульфатом натрію продовжують до зникнення синього кольору. Момент зникнення забарвлення вважається моментом, коли весь йод переведено у стан йодиду.

35 Залежність потенціалу індикаторних електродів від часу електролізу наведено на кресленні. При аналізі залежності виявлено два стрибки потенціалу (на 4 і на 19 хвилині).

Враховуючи умови проведення дослідів, на 4 хвилині весь надлишок тіосульфату відновлюється і починається процес окиснення йоду, а на 19 хвилині цей процес закінчується і починається виділення вільного хлору.

40 Таким чином розраховується значення Δt , яке складає 15 хвилин. Далі, виходячи з закону Фарадея, розраховується масова концентрація йоду у солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію, яка складає $9,74 \cdot 10^{-4}$ %, що відповідає масовій частці солі, задекларованій виробником.

Таким чином, запропонований спосіб має такі переваги перед прототипом:

45 1. Застосування методу кулонометричного титрування із потенціометричною індикацією завершення титрування дозволяє визначати масову концентрацію йоду, користуючись доступним та недорогим обладнанням та реактивами.

2. Спосіб відрізняється експресністю та відтворюваністю результатів.

3. Не потрібне додаткове введення титранту у систему, оскільки хлор генерується із зразка кухонної солі.

50 4. Наявність можливості використання як робочих електродів для електрогенерації хлору графіту замість платини, що дозволяє значно здешевити установку для визначення антиоксидантної активності.

Джерела інформації:

55 1. Оценка йодной недостаточности в отдельных регионах России [Текст] / Дедов И.И. [та ін.] // Проблемы эндокринологии. - 2000. - № 6. - С. 3.

2. Уильямс, У. Дж. Определение анионов [Текст] / У. Дж. Уильямс. - М.: Химия. - 1982. - 624 с.

3. ГОСТ Р 52689-2006. Продукты пищевые. Инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации йода [Текст]. - М.: Стандартинформ, 2007. - 19 с.

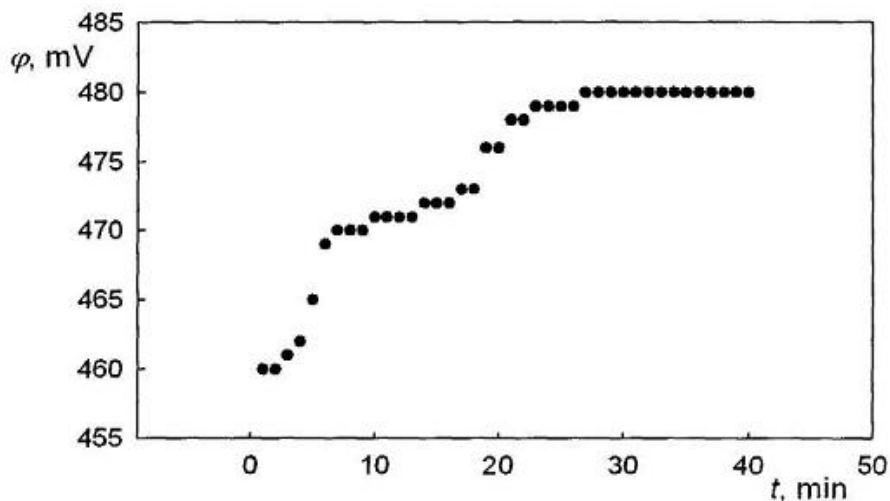
4. Волюнец, В.Ф. Аналитическая химия азота [Текст] / В.Ф. Волюнец, М.Л. Волюнец. - М.: Наука, 1977. - 308 с.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

5

Спосіб оцінки масової концентрації йоду в солі кухонній харчовій з добавкою йодноватокислого калію, що включає підготовку водного розчину солі кухонної харчової з добавкою йодноватокислого калію, відновлення йодат-іону натрій тіосульфатом до йодид-іону, окислення йодид-іонів хлором, що генерується в електрохімічній комірці і розрахунок масової концентрації йоду за законом Фарадея, який **відрізняється** тим, що індикація завершення кулонометричного титрування здійснюється за допомогою вимірювання окисно-відновного потенціалу.

10



Комп'ютерна верстка М. Ломалова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601