

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

УДК 636.085/.087:546.15:547

А.М. Булгаков

НОВАЯ МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЙОДА В КОРМАХ И ТКАНЯХ ОРГАНИЗМА

В точности определения йода в органических материалах большое значение имеет изучение путей их подготовки к определению.

Для подготовки жидких материалов для определения в них количества йода вполне достаточно провести их экстрагирование и озоление [1,2].

Другой метод, предложенный В.В. Ковальским [3], включающий: измельчение, смешивание материала с сухим поташем, смачивание водой, подсушивание при температуре 105-110°C, озоление при температуре 500-550°C с 2-3-кратным остыванием и смачиванием водой, экстрагирование в объеме воды, фильтрация, 4-5-кратное промывание осадка водой, выпаривание фильтрата и промывных вод, сушка при температуре 105-110°C, не дает высокой точности определения количества йода в органическом веществе. Это связано с неполным озолением органического вещества из-за слипания частиц при смачивании водой и неполной замедленной реакцией обмена между поташем и органически связанным йодом в материале.

Для достижения результата нами разработан способ, который включает подготовку материала к озолению (измельчение, смешивание с поташем, смачивание, подсушивание при температуре 105-110°C, озоление при температуре 500-550°C) с последующим экстрагированием, фильтрацией, выпариванием и сушкой осадка; в процессе подготовки материала к озолению поташ берётся в виде 10%-ного раствора, смешанного с этиловым спиртом в пропорции 7:1 с последующей выдержкой в нем материала в течение 20-30 часов, а смачивание материала перед подсушиванием и экстрагирование после озоления осуществляется этиловым спиртом. При этом экстрагирование проводится 3-кратным действием этилового спирта.

Способ осуществляется таким образом. Навеску 10 г помещают в фарфоровую чашку и добавляют 24 мл 10%-ного раствора поташа (замачивание), предварительно смешанного с 3 мл этилового спирта (21 мл раствора с 3 мл этилового спирта), тщательно перемешивают и оставляют на 20-25 часов для набухания. После этого пробы ставят на песчаную баню, постоянно помешивая стеклянной палочкой, чтобы содержи-

мое было рыхлым и не приставало к стенкам (подсушивание при температуре 105-110°C). Держат до появления дыма. Дают слегка остыть, добавляют 1-2 мл этилового спирта, подсушивают на электрической плитке. Озоляют в муфельной печи при температуре 500-550°C.

Если имеются несгоревшие частички, после остывания чашек, то содержимое тщательно растирают пестиком, прибавляют 1-2 мл этилового спирта, вновь подсушивают на электрической плитке и вновь помещают в муфель, где держат до полного сгорания углеводов. Остывшую золу экстрагируют 3 раза в 10 мл этилового спирта по 10 минут. После каждого добавления экстракт сливают в колбочку емкостью 100 мг. Собранный фильтрат вновь помещают в плоские фарфоровые чашки, упаривают досуха в сушильном шкафу при температуре 100-105°C.

Вышеизложенный способ был разработан и испытан нами в сравнительном аспекте (табл. 1).

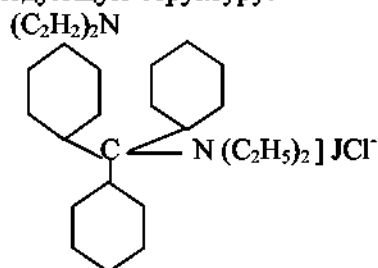
Как следует из данных таблицы 1, содержание йода в одних и тех же образцах в зависимости от способа их подготовки было разным. При подготовке материала по методу разработанному В.В. Ковальским [3], концентрация йода была ниже в горохе на 25%, в смеси (овес + пшеница 1:1) - на 29, в ячмене - на 37, в пшенице - на 34, в мышечной ткани свиньи - на 63%.

Отклонение в результатах между образцами при подготовке материала по методу разработанному В.В. Ковальским [3], составляло: в горохе - 13,4%; в смеси (овес + пшеница 1:1) - 14,6; в ячмене - 11,8; в пшенице - 18,6; в мышечной ткани - свиньи - 22,1%.

Наибольшей сходимостью результатов отличался нами предлагаемый способ, так как отклонение в результатах между образцами при подготовке материала составляло: в горохе - 1,3%; в смеси (овес + пшеница 1:1) - 0,5; в ячмене - 0,8; в пшенице - 0,6; в мышечной ткани свиньи - 0,3%. Высокая точность результата обеспечивается более полным озолением органического вещества и более быстрой реакцией обмена между поташем и органически связанным йодом в материале.

После подготовки материала к определению йода проводится цветная реакция, которая ос-

нована на способности полигаллоидного комплексного йода (JCI) реагировать с красителями ди- и триаминотрифенил метанового ряда, в частности с бриллиантовой зеленью с образованием солеобразного соединения, имеющего следующую структуру:



Выполняется данная методика следующим образом: к исходному раствору образца приливают 0,5 мл раствора бриллиантового зеленого, встряхивают и немедленно добавляют к окрашенной в оранжево-желтый цвет жидкости 5 мл толуола.

После этого содержимое пробирки тщательно встряхивают в течение 30 секунд. Отстоявшийся на поверхности жидкости толуол, окрашенный в сине-зеленый цвет, осторожно переносят в кювету фотоколориметра и измеряют оптическую плотность образовавшейся окраски при длине волны 650 нм против толуола.

Для приготовления стандартного раствора KI с содержанием 500 мкг/мл необходимо 131 мг KI довести до 250 мл бидистиллированной водой. Затем следует приготовить запасной стандартный раствор с содержанием 10 мкг/мл (раствор N2). Для этого необходимо взять один миллилитр основного стандартного раствора и довести объем до 50 мл бидистиллированной

водой. Серия стандартных растворов показана в таблице 2.

Эти объемы помещают в плоские фарфоровые чашки, выпаривают досуха в сушильном шкафу при температуре 150°C и прокаливают в муфеле при температуре 500±25°C в течение 2-3 минут. Остальное проделывают так же, что и с основными пробами.

Расчет результатов проводят по формуле:

$$X = \frac{a \cdot Po}{H \cdot Pст}$$

где X – количество йода, мг/кг;

a – содержание йода, найденное по графику, мкг;

Po – показатель фотометра опытного образца;

Pст – показатель фотометра стандарта;

H – навеска, г.

$$H \cdot Pст$$

где X - количество йода, мг/кг;

a - содержание йода, найденное по графику, мкг;

Po - показатель фотометра опытного образца;

Pст - показатель фотометра стандарта;

H - навеска, г.

Библиографический список

1. Березиков П.К. Содержание связанного с белком йода в крови коров в зависимости от породы и физиологического состояния // Вопросы химизации сельского хозяйства Алтай. Барнаул, 1968. С. 165-167.

2. Березиков П.К. Роль йодной недостаточности в этиологии бесплодия коров и его профилактика в условиях Горного Алтая: Дис. канд. биол. наук. Барнаул, 1970. 227 с.

3. Ковальский В.В., Голубов А.Д. Методы определения микроэлементов в органах и тка-

Содержание йода в кормах, мышечной ткани свиньи и отклонение результатов в образцах при разных способах их подготовки

Наименование корма	Количество образцов	наименование способа			
		по Ковальскому (1969)		разработанный	
		йод, мкг/кг	откл., %	йод, мкг/кг	откл., %
Горох	20	29,1	13,4	38,9	1,3
Овес + пшеница	20	58,3	14,6	81,8	0,5
Ячмень	20	56,8	11,8	90,9	0,8
Пшеница	20	39,3	18,6	59,7	0,6
Мышечная ткань свиньи	20	512,5	22,1	1374,6	0,3

Таблица 2

Серия стандартных растворов

Номер пробирки	Количество раствора N ₂ , мл	Количество бидистил. воды, мл	Содержание J, мкг/мл
1	1	9	1
2	2	8	2
3	3	7	3
4	4	6	4
5	5	5	5

