

分光光度法测定食盐中的碘

杨 兵 彭传友^① 夏 兰^a

(重庆化工职业学院应用化学系 重庆市江北区嘉陵四村 100 号 400020)

^a(重庆市水产技术推广站 重庆市渝北区龙溪街道金龙路 64 号-3 400030)

摘 要 采用分光光度法对食盐中碘含量进行定量分析。对反应条件进行试验及优化,得最佳测定条件为:测定波长 565nm, 0.5mol/L 盐酸 2.00mL、3% 双氧水 3.00mL、10g/L 淀粉 1.00mL, 显色时间 10min。在此条件下测得碘含量为 29.32mg/kg, 符合国家标准。本方法操作简便,可靠,重现性好,专属性强,具有广泛的实用意义。

关键词 碘; 分光光度法; 食盐; 双氧水

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)04-1778-04

1 引言

碘是一个有多种形态的非金属元素,具有极强的亲生物性和高活动性,易氧化还原、易挥发和易吸附等特点。碘是人体内合成甲状腺素所必需的微量元素,也是合成甲状腺激素的主要成分。为了保障人民群众的健康,国家规定食用盐中必须加碘,且严格控制碘的加入量,因而对于食用盐中碘含量的测定十分重要^[1-5]。

食盐含碘量的测定方法有多种,如滴定分析法、吸光光度法、荧光及化学发射光谱法、离子选择电极法、极谱法、色谱法和专用测碘仪法等^[6-9]。本文从选择性好,操作简单方面考虑,采用双氧水氧化比色法测定食用盐中碘的含量。

2 实验部分

2.1 试剂与仪器

721 分光光度计(上海分析仪器厂); 1.0kW 电子万用炉(上虞市道墟立明公路仪器厂); JM 51020 型电子天平(余姚纪铭称重校验设备有限公司)。

100μg/mL 碘化钾, 10g/L 可溶性淀粉, 3% 过氧化氢, 0.5mol/L 盐酸, 所用试剂均为分析纯。

碘化钾标准溶液(100μg/mL): 准确称取碘化钾 0.1g(精确至 0.0001g)于 100mL 烧杯中,加水溶解,转移至 1L 棕色容量瓶中,用水定容,摇匀(用时新配)。

本实验用水均为三级蒸馏水。

2.2 实验方法

移取碘化钾标准溶液以及食用盐样品溶液于 50mL 容量瓶中,经盐酸酸化;加入过氧化氢溶

^① 联系人, 手机: (0) 13220298596; E-mail: pengchuanyou@163.com

作者简介: 杨兵(1967—),男,重庆市北碚区人,副教授,本科,主要从事分析化学方面的教学与研究工作。

彭传友(1980—),男,四川省岳池县人,讲师,硕士,主要从事分析化学方面研究及教学工作。

收稿日期: 2010-10-25; 接受日期: 2010-11-10

液, 将碘离子还原为碘单质; 加入淀粉溶液显色, 用水稀释至刻度, 摇匀; 显色稳定后测其吸光度。

2. 2. 1 校准曲线的绘制

准确移取碘化钾标准溶液于 50mL 容量瓶中, 按实验方法测定其吸光度, 并以标液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制校准曲线, 建立一元线性回归模型。

2. 2. 2 样品的测定

准确称取食盐试样 10g(精确至 0. 0001g) 于 50mL 烧杯中, 用水溶解, 并定容于 50mL 容量瓶中, 按实验方法测其吸光度。根据一元线性回归模型计算碘含量。

2. 2. 3 结果计算

利用一元线性回归方程计算样品的碘含量。

3 结果与讨论

3. 1 最佳盐酸用量的确定

从原理可知本试验需在酸性条件下进行, 改变溶液的酸度, 将对测定结果产生影响。本文通过改变 0. 5mol/L 盐酸加入量来改变溶液的酸度。通过对一系列不同盐酸用量的溶液进行测定, 测定结果见表 1。

表 1 盐酸用量对测定结果的影响

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
盐酸用量(mL)	0. 20	0. 40	0. 60	0. 80	1. 00	1. 20	1. 40	1. 60	1. 80	2. 00	2. 20	2. 40	2. 60	2. 80	3. 00
吸光度A	0. 274	0. 297	0. 302	0. 327	0. 351	0. 373	0. 404	0. 432	0. 463	0. 498	0. 500	0. 502	0. 503	0. 504	0. 505

从结果可得, 盐酸最佳用量为 2. 00mL 时。此时吸光度值趋于稳定, 结果可靠。

3. 2 最佳还原剂用量的确定

由于不同样品碘含量千差万别, 氧化剂用量对测定结果有很大影响, 须考虑氧化剂的最佳用量。由于 30% 的双氧水溶液危险性较大、容易灼烧皮肤; 且食盐中碘的含量较少, 若用 30% 的双氧水, 所需的用量很少, 容易产生操作误差导致准确度不高。故选用 3% 的双氧水作为氧化剂。结合国家规定的食盐中碘含量, 选择加入 3% 双氧水, 测定结果见表 2。

表 2 双氧水用量对测定结果的影响

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
双氧水用量(mL)	1. 00	1. 20	1. 40	1. 60	1. 80	2. 00	2. 20	2. 40	2. 60	2. 80	3. 00	3. 20	3. 40	3. 60	3. 80
吸光度A	0. 464	0. 483	0. 505	0. 514	0. 520	0. 527	0. 538	0. 546	0. 584	0. 612	0. 614	0. 615	0. 617	0. 618	0. 619

结果表明, 双氧水加入量在大于 2. 80mL 以后, 吸光度稳定, 说明样品中的碘已全部氧化, 测定结果可靠。选择 3% 双氧水 3. 00mL 为最佳用量。

3. 3 最佳显色剂用量的确定

显色剂用量会使得溶液颜色的深浅有所不同。在一定范围内溶液的颜色与显色剂用量无关。为减少误差, 保证数据的准确, 须确定显色剂的最佳用量。在其他条件不变的情况下, 分别加入不同量的 10g/L 淀粉溶液, 测其吸光度, 结果见表 3。

表 3 显色剂用量对测定结果的影响

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
淀粉用量(mL)	0. 10	0. 20	0. 30	0. 40	0. 50	0. 60	0. 70	0. 80	0. 90	1. 00	1. 10	1. 20	1. 30	1. 40	1. 50
吸光度A	0. 382	0. 391	0. 400	0. 427	0. 441	0. 464	0. 470	0. 486	0. 495	0. 499	0. 499	0. 501	0. 500	0. 501	0. 501

随着加入淀粉溶液体积的增大,吸光度值也相应增大。当加入 1.00mL 淀粉时,溶液的吸光度稳定,故选取淀粉溶液最佳用量为 1.00mL。

3.4 最佳显色时间的确定

由于碘的特殊性,要求显色时间要恰到好处,时间短显色不完全;时间长碘易升华损失,使得测定结果不准确。选取不同的显色时间,测其吸光度,结果见表 4。

表 4 显色时间对测定结果的影响

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
显色时间(min)	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60
吸光度 A	0.488	0.633	0.635	0.636	0.613	0.589	0.568	0.542	0.523	0.500	0.474	0.456

测定结果表明用本法测定碘离子含量时,在前 20min 内显色较稳定,由于碘的不稳定性,显色时间越长,越易受到环境的影响而使得吸光度值下降。所以,为了测得结果的准确性,选择显色时间 10min 为最佳显色时间。

3.5 测定结果

3.5.1 校准曲线

以碘化钾溶液为标准,按实验方法(2.2)配制标准系列,在最大吸收波长 565nm 处,用 2cm 比色皿测其吸光度,相关记录见表 5。

表 5 校准曲线绘制的有关数据记录

项目	序号								
	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	8#	9#
标液体积 V(mL)	0.00	1.00	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00
标液浓度 C($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.00	2.00	4.00	5.00	6.00	7.00	8.00	9.00	10.00
吸光度 A	0.000	0.162	0.328	0.412	0.494	0.576	0.659	0.741	0.826

利用 Q 检验法对所测数据进行可疑值分析。检验后得到以上数据均可信。建立浓度与吸光度的回归方程: $A=0.0826C-0.0017$, 相关系数 $r=1.0000$ 。

3.5.2 食盐样品的测定

根据上述实验讨论得到的最佳测定条件对食盐样品进行测定,结果见表 6。

表 6 食盐样品测定数据

编号	1#			2#			3#		
称取食盐样品质量(g)	10.0865			10.1073			10.1294		
吸光度 A	0.486	0.486	0.486	0.488	0.488	0.489	0.490	0.489	0.490
平均吸光度($\bar{A}$)	0.486			0.488			0.490		
样液中碘含量($\mu\text{g}/\text{mL}$)	5.9044			5.9286			5.9528		
食盐样品中碘含量(mg/kg)	29.27			29.32			29.38		
食盐样品中碘平均含量(mg/kg)				29.32					

测定样品得到的吸光度,根据校准曲线的回归方程计算出该食盐样品中碘的浓度,对数据进行处理后,得到该食盐样品中碘含量为 29.32mg/kg。

4 结论

最佳的实验条件:测定波长 565nm,0.5mol/L 盐酸、3% 的双氧水和 10g/L 淀粉溶液的加入体积分别为 2.00mL、3.00mL、1.00mL 最佳,而显色时间 10min 最佳。在此条件下碘含量的测定数据稳定,曲线趋于平直,可减小误差,方便操作。

国标中规定食盐中碘含量的测定方法为直接滴定法,该方法准确度高,但操作过程比较繁

琐^[10]。本实验选用双氧水氧化比色法测定食盐中的碘含量。此方法简便, 分析成本低, 且应用范围较广。作为普通化学教学实验还具有低污染和贴近日常生活等特点。

参考文献

- [1] 周爱儒. 生物化学[M]. 第 5 版. 北京: 人民卫生出版社, 2000. 396.
- [2] 刘占广. 碘盐含碘量分析综述[J]. 海湖盐与化工, 1999, 28(6): 33—35.
- [3] 王彦, 薛斌. 分光光度法测定食盐中的碘含量[J]. 辽宁化工, 1996, 21(1): 57—58.
- [4] 中华人民共和国国家标准. 制盐工业通用试验方法—碘离子的测定[S]. GB/T 13025. 7—1999. 北京: 中国标准出版社, 1999. 1—5.
- [5] 河北省食品研究所. 中国食品工业大辞典[M]. 北京: 中国食品出版社, 1989.
- [6] 黄伟坤. 食品检验与分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1989. 190—191.
- [7] 杨维强. 双氧水氧化法测定加碘食盐中碘化钾含量[J]. 理化检验(化学分册), 1998, 34(8): 373.
- [8] 宁正祥, 彭新湘, 甘霖等. 食品成分分析手册[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1997. 661—663.
- [9] 宋喜坤, 姜瑞君. 碘化食盐稳定性试验[J]. 中国地方病学杂志, 1985, 4(4): 417.
- [10] 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法(理化部分)[S]. GB/T 5009. 1—2003. 北京: 中国标准出版社, 1986. 165—166.

Determination of Iodine in Salt by Spectrophotometry

YANG Bing PENG Chuan-You XIA Lan^a

(Department of Applied Chemistry, Chongqing Chemical Industry Vocational College, Chongqing 400020, P. R. China)

^a(Aquaculture Technology Extension Station in Chongqing, Chongqing 400030, P. R. China)

Abstract The content of iodine in salt was quantitatively analyzed by spectrophotometry. The reaction conditions were tested and optimized, and optimal reaction conditions were obtained as follows: detection wavelength of 565nm, 0.5mol/L HCl dosage of 2.00mL, 3% hydrogen peroxide dosage of 3.00mL, 10g/L starch dosage of 1.00mL, coloration time of 10min and the iodine content of 29.32mg/kg under the conditions, that met national standard. The method is convenient, accurate, practicable, and has good reproducibility and good specificity, that has same advantages and practical significance.

Key words Iodine; Spectrophotometry; Salt; Hydrogen Peroxide

关于赠送作者样刊、发放稿酬和购买书刊的通知

各有关作者:

本刊赠送作者发表自己论文的当期刊物(样刊), 均按篇赠送 2 本, 用挂号印刷品邮件, 按稿件中标明的作者联系人姓名和地址邮出。样刊是赠品, 一次性的, 遗失不再补赠。若遗失或作者还需要, 请在出版之日起 2 个月之内汇款购买(2011 年, 60 元/本, 免收邮寄费), 逾期不再办理。欲购买者, 请通过电子邮件(发到 gpsys@periodicals.net.cn)与本编辑部联系。

由于普通印刷品邮寄的送达时间不稳定, 若作者急需, 最迟请在接到《发表通知》的电子邮件后, 3 日内预交特快专递费(30 元/件), 过时不候。

给作者发放的稿酬均邮寄给联系人, 在发表之日后约 20 日左右汇出。请各位联系人接到邮局通知后, 务必及时到邮局领取。若 2 个月未领[或作者联系人地址不确(如挂名的、摆设的)、姓名有误], 被邮局退回, 本刊不再补发。

由于联系人是作者签署的《论文著作权转让书》确认的, 因而变更联系人必须另签《变更《论文著作权转让书》的承诺书》。

光谱实验室编辑部