

## 实验技术

## 碱性容量法测盐碘

浙江省上虞县卫生防疫站 余月仙、周坚勇

酸性溴氧化容量法(简称酸法)测定加碘食盐(简称碘盐)中碘是食品卫生标准检验方法。但有资料<sup>[1]</sup>报道用该法测定碘盐中碘所得的回收率只达 50%，只有在增加溴水用量和加热条件下可使回收率提高。有的资料<sup>[2]</sup>报道，试剂磷酸的批号不同，对回收率可能有影响。我们在用酸法测定碘盐中碘时，发现用该法测定含碘酸根离子的碘盐中碘时，回收率达 99%，而测定含碘离子的碘盐中碘时，也出现了回收率低的现象，回收率只有 80%。根据我们多次实验，认为是由于样品中大量的氯离子而影响了碘离子氧化成碘酸根，导致结果偏低。为此试验在碱性条件下进行反应，发现溴氧化碘离子成碘酸根的反应瞬间完成，无需加热，因为在酸性时  $10_3^- + 6H^+ + 6e \rightleftharpoons I^- + 3H_2O$   $E_{298} = 1.09$ ，而在碱性时  $10_3^- + 6H_2O + 6e \rightleftharpoons I^- + 6OH^-$   $E_{298} = 0.26$ ，电极电位大大降低， $I^-$  的氧化不受氯离子的干扰。过量的溴在酸性时用苯酚除去，操作简便快速，方法的精密度和准确度良好，经实际应用，获得满意结果。现报告如下：

## 1 材料与方

## 1.1 仪器与试剂

1.1.1 10ml 微量滴定管, 150ml 锥形瓶

1.1.2 碘化钾标准溶液: 1ml 相当于 200mg 碘

1.1.3 氢氧化钠溶液: 1N

1.1.4 20% 苯酚冰乙酸液: 称取 20g 苯酚溶于冰乙酸中并稀释至 100ml

1.1.5 磷酸: 分析纯

1.1.6 饱和溴水

1.1.7 0.0020N 标准硫代硫酸钠溶液用 0.1000N 标准硫代硫酸钠溶液, 临用前稀释

1.1.8 5% 碘化钾: 现配制

1.1.9 淀粉指示剂: 称取 0.5g 可溶性淀粉加少量水搅拌后倒入 50ml 沸水中煮沸, 临用现配

## 1.2 操作方法

称取 10g 样品(若含量低则称取样品 20g), 置于 150ml 锥形瓶中, 用 100ml 去离子水溶解, 加入 1ml 1N 氢氧化钠液, 0.3ml 饱和溴水, 摇匀, 加入 1ml 磷酸, 溶液呈黄色, 边摇边滴加 0.3ml 20% 苯酚冰乙酸液, 使黄色褪尽, 加入 2ml 5% 碘化钾溶液, 摇匀, 立即用 0.0020N 硫代硫酸钠标准溶液滴定到溶液成淡黄色, 加入 1ml 淀粉指示剂, 继续滴定到蓝色刚消失在 0.5min 内不变蓝为终点。

## 1.3 结果计算

$$X = \frac{VN \times 21.3 \times 1000}{W}$$

式中:

X——样品中碘含量, mg/ml;

V——滴定样品消耗硫代硫酸钠体积, ml;

N——硫代硫酸钠当量浓度;

W——样品质量, g;

21.3——1ml 1N 的硫代硫酸钠溶液相当于碘酸的碘的 mg 数。

## 2 结果与讨论

2.1 1N 氢氧化钠用量 取 400ugI<sup>-</sup>于锥形瓶中,加 10gGR 级 NaCl,加入不同量的氢氧化钠,其余条件按上操作方法。结果 1N 氢氧化钠在 1~3ml 范围内对测定无影响,故选用 1ml 氢氧化钠。

2.2 饱和溴水用量 取 400ugI<sup>-</sup>于锥形瓶中,加 10gGR 级 NaCl,改变饱和溴水的加入量,其余条件按操作方法。发现加入 0.1ml 饱和溴水产生负误差,饱和溴水用量在 0.2~0.5ml 内对测定结果无影响,故选用 0.3ml。

2.3 加溴后放置时间,取 400ugI<sup>-</sup>于锥形瓶中,加 10gGR 级 NaCl,按操作方法操作,加入饱和溴水后放置不同的时间,进行测定。结果发现放置时间的长短对测定无影响,说明氧化还原反应在瞬间完成。

2.4 苯酚用量 取 400ugI<sup>-</sup>于锥形瓶中,加 10gGR 级 NaCl,改变苯酚的加入量,其余条件按操作方法,实验结果发现 0.1ml 苯酚已足以消除过量的溴,直至加入 2.5ml 对测定无影响,选用 0.1ml。

2.5 共存物质的影响 对于 200ug 碘的测定,300mgC<sub>s</sub><sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>,100mgAL<sup>3+</sup>、No<sub>3</sub><sup>-</sup>等无干扰,但 No<sub>2</sub><sup>-</sup>、F<sub>2</sub><sup>2+</sup>、F<sub>2</sub><sup>3+</sup>及 SCN<sup>-</sup>对测定有干扰(5%草酸 1ml 可掩蔽 5mgF<sub>2</sub><sup>3+</sup>及 F<sub>2</sub><sup>2+</sup>的干扰)。

2.6 本法与酸法的比较

2.6.1 两法准确度的比较 取 6 份无碘食盐样品,加入不同的标准碘量,分别用本法和酸法测定,结果见表 1,由表可知,本法对含 KI 食盐的样品的回收率达 100%,准确度化酸法大为提高。

表 1 本法与酸法准确度的比较\*

样号	测定方法	加入碘形式	加入碘量(ug)	回收碘量(ug)	回收率
1	酸法	KI	100	75	75%
	本法	KI	100	99	99%
2	酸法	KI	200	160	80%
	本法	KI	200	202	101%
3	酸法	KI	400	312	78%
	本法	KI	400	400	100%
4	酸法	KIO <sub>3</sub>	100	99	99%
	本法	KIO <sub>3</sub>	100	100	100%
5	酸法	KIO <sub>3</sub>	200	202	101%
	本法	KIO <sub>3</sub>	200	204	102%
6	酸法	KIO <sub>3</sub>	400	393	98.2%
	本法	KIO <sub>3</sub>	400	395	98.8%

\* 所得的数据是 7 次测定的平均值

2.6.2 两法对实际样品测定的比较 取市售两种碘盐样品各三份,用本方法与酸法分别测定,测定的结果见表 2,本法测定的变异系

数为 0.74%~2.64%,而用酸法测定 KI/食盐中碘比本法偏低 19%~31%。