

四种方法测定碘盐含碘量的比较

邹挽危 毛建琼 四川省凉山州卫生防疫站 615000

碘盐中测定碘含量的方法,直接关系到防治碘缺乏病效果的客观评价。目前,测定碘盐含碘量的方法是 GB 5009.42-85,^[1]该法溴水滴加量难以掌握。测定结果不满意。为此,我们选用直接滴定法,^[2]硫酸—溴氧化法;碱性高锰酸钾法,^[3]并进行了改进和对比试验。结果满意。

1 测定方法

1.1 甲法 GB 5009.42—85,磷酸—溴氧化法

1.2 乙法 直接滴定法,除不加饱和溴水加热煮沸处理外,其余同甲法。

1.3 丙法 硫酸—溴氧化法,样液中加 0.5mol/L H₂SO₄ 液 2~4 滴(呈酸性),加饱和溴水 4~6 滴混匀(呈淡黄色),放置 5min。加热至沸后煮沸 5min,立即冷却。加 0.5mol/L H₂SO₄

和 1% KI 溶液各 2.0mL,混匀置暗处 5min,滴定同上。

1.4 丁法 碱性高锰酸钾法。样液加 0.1mol/L NaOH 液 4mL, 0.02mol/L KMnO₄ 2mL 混匀,置室温 30min,加 0.5mol/L H₂SO₄ 1mL,于室温或 40~60℃ 水浴中加微温的 0.05mol/L H₂C₂O₄ 液 2mL,褪色并冷却后加 5% KI 2mL,滴定同上。

1.5 所用试剂均为 AR 或 GR,测定用水为无碘蒸馏水。

2 结果与讨论

2.1 重现性试验 5g 分析纯 NaCl 溶于 50mL 蒸馏水中,加含碘为 0.100mg/mL 的标准液 1.0mL 乙法和丁法只能分别加 KIO₃ 和 KI 标准液)。按方法测定,同时作试剂空白,表 1。

表 1 四种方法重现性试验的比较 μg

方法	测定份数	加入量	测定结果			标准差	相对标准偏差 %	空白管 (10 份)
			最高值	最低值	平均值			
甲法	32	100	132.67	67.42	87.59	15.3738	17.58	1 份检出
乙法	20	100	103.55	98.16	100.91	1.8832	1.87	无 1 份检出
丙法	20	100	101.39	98.16	99.85	0.9916	1.00	无 1 份检出
丁法	20	100	106.49	96.00	99.91	2.5123	2.51	无 1 份检出

甲、乙、丙法测同一碘酸盐及甲、丙、丁法测同一碘化盐含碘量结果见表 2,表 3。可见,甲法的精密度最差,尤其是测碘化盐含量。相对标准偏差 4.40%~16.88%;乙、丙、丁法精密度好,相对标准偏差均小于 3%。

2.2 回收试验 于样液中加入标准碘 (4~20mg/kg) 进行回收,见表 4。甲法回收差,回收率 67.4%~132.3%,平均 87.9%,其他三法回收好,均接近 100%。

2.3 铁对丙、丁二法测定的干扰 于样液中加

硫酸铁至含铁为 500mg kg,所用硫酸量不干扰 测定。

表 2 测定碘酸盐含碘量结果

方法	测定份数	测定结果 碘 mg kg)			标准差	相对标准偏差 (%)
		测定范围	平均值	全 距		
甲法	14	20.33~18.08	18.90	2.65	0.8314	4.40
乙法	14	19.46~18.40	18.88	1.06	0.4224	2.24
丙法	14	19.67~18.61	19.14	1.06	0.4088	2.14

表 3 测定碘化盐含碘量结果

方法	测定份数	测定结果 碘 mg kg)			标准差	相对标准偏差 (%)
		测定范围	平均值	全 距		
甲法	8	12.77~8.30	10.81	4.47	1.8244	16.88
丙法	8	14.02~13.11	13.53	0.91	0.2607	1.93
丁法	8	13.77~13.19	13.62	0.58	0.2401	1.76

表 4 四种方法加碘回收结果 %

方法	测定次数	回收范围	全距	平均值
甲法	33	132.3~67.4	64.9	87.9
乙法	20	103.6~98.2	5.4	100.9
丙法	26	101.4~98.2	3.2	99.7
丁法	34	106.5~97.1	9.4	99.5

2.4 在实际工作中,我们发现,甲法因 H₃PO₄ 产地、批号不同,加饱和溴水量差别较大,致使结果难以达到稳定可靠。

3 小结

试验结果表明,甲法除操作繁杂有污染危

害外,在方法的精密度和准确度方面均较差,乙、丁二法操作无污染危害、简便、快速;乙、丙、丁三法精密度好,准确度高。

因此盐样经定性,单纯碘酸盐测定采用乙法;单纯碘化盐测定采用丁法;混合盐样采用丙法为好。

4 参考文献

1 中华人民共和国卫生部,食品卫生检验方法(理化部分). 北京:中国标准出版社,1986; 165~166

2 李健群,等主编,地方性甲状腺肿与地方性克汀病防治实用大全,中国环境科学出版社,1987;122

3 张亚平,高锰酸钾氧化碘量法测定碘盐含碘量. 中华预防医学杂志,1989,23:243