

示波极谱法测定食盐中微量碘

缪红文 王鲜俊 周宁
(成都市卫生防疫站,四川 成都 610021)

碘是人体生命极为重要的微量元素,由于缺乏碘引起的地方性甲状腺肿大,已越来越受到人们的关注。为防止过高或过低摄入碘而产生危害,在食盐中加入碘是最经济有效的措施。

测定碘的方法通常有滴定法、催化动力学法、离子色谱法、气象色谱法、原子吸收法、示波极谱法等。^[1~6]但在实际应用中尚存在诸多不足。文献[6]报道了水中碘的检测技术,本文在其基础上研究并应用于食盐中微量碘的分析,探讨了试剂用量及氧化温度的影响,改变了反应时间,方法简便、准确、稳定。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

JP-303 极谱分析仪(成都仪器厂)。

碘标准溶液 100 $\mu\text{g/L}$;高锰酸钾溶液 0.07%;次氯酸钠溶液 3%;无水亚硫酸钠溶液 10%,硼砂溶液 0.2 mol/L,氯化钠溶液 25%。

试验用水均为二次重蒸水。

1.2 方法

准确吸取碘标准液 20 μg 于 10 mL 具塞比色管中,加入 25% NaCl 1.0 mL,加水至 5.0 mL,混匀,加入 0.07%高锰酸钾 0.5 mL,3%次氯酸钠 0.5 mL,混匀放置 3 min,加入 10%亚硫酸钠 0.5 mL,0.2 mol/L 硼砂 0.5 mL,混匀,用水稀释至刻度。于三电极系统,原点电位 -1 000 mV,二阶导数扫描,并记录 -1 254 mV 的导数峰波,用校正曲线法计算结果。

2 结果与讨论

2.1 氧化剂的选择

试验氧化剂 高锰酸钾、饱和溴水、过氧化氢、次氯酸钠任意配对联氧化食盐中碘化物成为碘酸盐。当高锰酸钾与次氯酸钠作为氧化剂时,碘的峰电流灵敏、稳定,其还原波峰电位为 -1 254 mV,碘浓度在 0~30 $\mu\text{g}/10\text{ mL}$ 时,峰高与浓度成正比。

2.2 氧化反应温度、时间的选择及体系稳定性

研究试剂温度变化对氧化反应的影响,发现在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~35 $^{\circ}\text{C}$ 条件下,高锰酸钾与次氯酸钠对食盐中碘化物的氧化能力完全不受温度影响,本法选择在室温下进行氧化反应。

为了解室温下氧化反应时间的影响,测定了在 0~1 h 之间氧化剂与碘反应时间产生峰高的变化。发现高锰酸钾与次氯酸钠联合氧化碘化物的反应时间在瞬间完成,观察碘的峰电流可视为一平台,见图 1,并稳定 24 h 以上。本法选择氧化时间为 3 min。

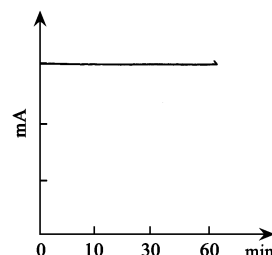


图1 氧化反应时间

2.3 试剂用量选择

在加入 0.07%高锰酸钾 0.5 mL,3%次氯酸钠 0.5 mL 时,碘的峰电流较高,峰形稳定良好,不加氧化剂无峰。

碘的峰高随硼砂用量增大缓慢降低,见图 2。本文选用 0.2 mol/L 硼砂 0.5 mL。不加硼砂峰电流不稳定。

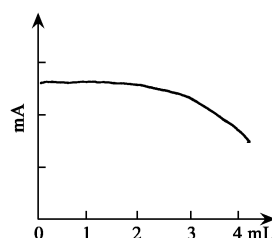


图2 0.2 mol L⁻¹硼砂用量

2.4 校正曲线及检出限

在确定的最佳条件下,碘浓度在 0~30 $\mu\text{g}/10\text{ mL}$ 范围呈良好线性关系,回归方程相关系数 $r = 0.9998$ 。对空白溶液连续测定 20 次,以测定均值加 3 倍标准差作计算,本法的检出限为 0.0158 mg/kg。

2.5 共存离子干扰

在试验条件下,测定 20 $\mu\text{g}/10\text{ mL}$ 碘标准溶液,相对标准偏差在 $\pm 5\%$ 时,以下共存离子(以 mg 计): K^+ (1 000)、 Se^{2+} (1 000)、 Mg^{2+} (100)、 Na^+ (2 500)、 Mn^{2+} (50)、 B^{2+} (500)、 Ca^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{2+} (40)、 Ba^{2+} (50)、 Pb^{2+} 、 As^{3+} 、 Cu^{2+} (10)、 Cd^{2+} 、 Cr^{3+} 、 Si^{2+} (10)、 V^{3+} 、 W^{3+} 、 Ni^{2+} (10)、 Al^{3+} (10)、 F^- (10)、 SO_4^{2-}

(100)、 $K_4[Fe(CN)_6]$ (100)均无干扰。当 $NaCl > 2\ 500\ mg$ 时,碘峰电位略有前移,但峰电流不变。为消除食盐中大量 $NaCl$ 背景干扰,本法在标准管中均加入 $25\ %\ NaCl\ 1.0\ mL$,使标准管与试样基体保持一致。

2.6 试样分析

2.6.1 精密度

食盐中加碘一般以碘酸钾形式加入。^[7] 试样可以直接溶解测定。准确称取试样 $5\ g$ 于 $50\ mL$ 烧杯中,用适量水溶解,移入 $100\ mL$ 容量瓶中,并稀释至刻度。吸取 $5\ mL$ 于 $10\ mL$ 具塞比色管中。以下按 1.2 项加入各试剂。分析结果见表 1。

表 1 试样中碘的测试结果 (n = 6)					mg/kg
试样号	测得值			平均值	RSD %
1	41.24	41.06	41.06	41.25	0.41
	41.42	41.26	41.46		
2	25.26	24.86	24.94	25.03	0.55
	24.98	25.08	25.06		
3	37.18	37.16	37.48	37.44	0.57
	37.56	37.64	37.60		

表 2 试样加标回收试验结果 (n = 6)					mg/kg
试样	试样含量	加入量	测定总量	回收率 %	
精制盐	1.38	5.0	6.37	99.8	
		10.0	11.40	100.2	
长效加碘盐	37.44	6.0	43.26	97.0	
		12.0	49.11	97.3	
锌碘盐	32.79	4.0	39.60	95.3	
		10.0	42.51	97.2	
硒碘盐	41.25	6.0	47.08	97.2	
		12.0	52.81	96.3	
核黄素碘盐	28.36	5.0	33.31	99.0	
		10.0	37.72	93.6	
螺旋藻活性碘盐	25.03	6.0	30.99	99.3	
		12.0	37.00	99.8	

2.6.2 回收率

在食盐试样中加入碘标准溶液,按试样分析步骤操作,结果见表 2。

2.7 分析方法结果对照

本法与国标 GB/T 5009.42—1996 滴定法对碘盐中碘进行分析对照,结果见表 3。经 t 检验, $P > 0.05$,两法差异无显著性。

表 3 试样测定结果对照 (n = 6)					mg/kg
试样	锌碘盐		核黄素碘盐		
	本法	滴定法	本法	滴定法	
1	32.70	32.76	28.34	28.33	
2	32.82	32.79	28.32	28.38	
3	32.75	32.83	28.37	28.31	
4	32.78	32.82	28.35	28.34	
5	32.81	32.80	28.38	28.32	
6	32.80	32.81	28.34	28.30	
均值	32.78	32.80	28.35	28.33	
RSD %	0.14	0.08	0.08	0.10	

参考文献:

[1] 张宏陶. 生活饮用水标准方法注解[M]. 重庆:中国标准出版社,1993,232.
[2] 杨惠芬. 食品卫生理化标准手册[M]. 北京:中国标准出版社,1996,485.
[3] GB/T 5009.42—1996. 食品卫生检验方法(理化部分)[S].
[4] 王光明. 火焰原子吸收光谱法间接测定碘[J]. 理化检验—化学分册,1994,22(3):270.
[5] 张爱梅. 溴酸钾氧化酸性间胺黄动力学光度法测食盐中微量碘[J]. 分析化学,1996,24(6):689.
[6] 王河川. 示波极谱在卫生检测中的应用[M]. 成都:四川人民出版社,1993,183.
[7] 食盐加碘消除碘缺乏危害管理条例[Z]. 1994—10—01.

[收稿日期:2002 - 02 - 10]

中图分类号:R15;O657.14;TS365 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2002)05 - 0021 - 002

重要启事

一、因机构改革,《中国食品卫生杂志》的银行户名改为:中国疾病预防控制中心营养与食品安全所,账号为:11 - 220201040003236,请通过银行转账单位务必注意。
二、本刊 2002 年第十四卷第一期~第三期刊登的郑云雁撰写的“食品中污染物的中国国家标准及国际法典标准对比”的三篇文章,文章编号:1004 - 8456(2002)01 - 0047 - 07,1004 - 8456(2002)02 - 0039 - 06,1004 - 8456(2002)03 - 0039 - 04 系科技部科技基础性工作专项资金项目,特此声明。

