

鸡蛋中有机碘含量测定方法的探讨

李 薇 丁宇清 徐州市卫生防疫站 (221003)

随着市场经济的大潮,各种保健食品应运而生。作为食疗的高碘鸡蛋已走进市场。但对其中含碘量的测定方法目前国家尚无统一规定,本文对高碘鸡蛋中碘测定的前处理及测定方法进行了摸索,取得了满意的效果。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂 马弗炉;碘化钾标准溶液(1mL=100 μ g);碳酸钾溶液(300g/L);硫酸锌溶液(100g/L);磷酸;碘化钾溶液(50g/L);饱和溴水;淀粉溶液(10g/L);0.0010mol/L 硫代硫酸钠溶液。

1.2 方 法

1.2.1 原理 样品中有机碘在碳酸钾、硫酸锌固定下,经灰化变为无机碘。无机碘在酸性条件下用饱和溴水氧化成碘酸盐,再于酸性条件中氧化碘化钾而游离出碘,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。计算含量。

1.2.2 样品处理 取5枚鸡蛋去壳,于烧杯中充分混匀,称取2.5g于坩埚中,加碳酸钾溶液1.0mL,硫酸锌溶液1.0mL,然后置90 \pm 5 $^{\circ}$ C烤箱中烘烤8h,充分干燥后取出,放电炉上用小火炭化至无烟后移入马弗炉中,加热至550 $^{\circ}$ C4h,如果一次灰化不完全,可加入少量的无碘水溶解炭粒,再灰化至完全。同时做空白试验。

样品灰化后,用1mL磷酸及无碘水溶液残渣移入50mL容量瓶至刻度备用。

1.2.3 测定 取样品处理液50mL,置于250mL三角烧瓶中,加水50mL摇匀。滴加饱和溴水至溶液呈浅黄色,边加边振摇至黄色不褪为止。室温放置15min,在放置期间如果黄色褪去,再加几滴溴水至淡黄色。

三角瓶中放入玻璃珠4~5粒,加热煮沸至黄色褪去,再继续煮沸5min,立即冷却。加2mL碘化钾溶液,摇匀,立即用0.0010mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定至浅黄色,加入淀粉溶液1mL继续滴定,至蓝色刚消失为终点。

1.2.4 计算

$$x = \frac{v \times c_B \times 21.3 \times 1000}{m}$$

x ——样品中碘的含量 μ g/g; v ——测定用样品消耗硫代硫酸钠的体积mL; c_B ——硫代硫酸钠标准溶液浓度; m ——样品质量g;21.3——1mL1mol/L硫代硫酸钠溶液相当碘酸钾的毫克数。

2 结果与讨论

2.1 回收率 取5份样品,分别加入不同量碘化钾标准液,用上述方法消化并测定平均回收率为94.26%,见表1。

表1 碘化钾的回收试验 μ g

样品号	加入量	测得量	回收率(%)
1	200	187.8	93.9
2	400	377.6	94.4
3	600	565.8	94.3
4	800	750.4	93.8
5	1000	949.0	94.9

2.2 精密度 对同一加标样品连续测定7次,测得范围在551~578 μ g之间,均值为564 μ g,相对标准偏差为1.70。

2.3 最低检出量 本法最低检出量为20 μ g。

2.4 碳酸钾、硫酸锌的加入量 碳酸钾溶液和硫酸锌溶液的加入量对回收率影响较大,5份加标样品各加这两种试剂0.5mL,结果回收率仅80%,且发生瓷效应,而各加入1.0mL,得上述回收率,且无瓷效应发生。再继续加量加入这两种溶液,回收率又降低。

2.5 高碘鸡蛋未经灰化直接测测不出,同一份样品经上述灰化消化后,则能测出一定的含量,由此可见高碘鸡蛋中的碘为有机碘。

2.6 5份高碘鸡蛋样品消化后测得有机碘平均含量为1200 μ g/枚,而日常鸡蛋仅为150 μ g/枚。