

IO_3^- - I^- -吖啶红-聚乙烯醇体系分光光度法 测定食品中微量碘

彭金云, 唐宁莉

(桂林工学院材料与化学工程系, 广西 桂林 541004)

摘 要: 在磷酸介质中, IO_3^- 氧化 I^- 离子形成 I_3^- 络阴离子, I_3^- 络阴离子进一步与吖啶红(AR)阳离子形成离子缔合物, 在聚乙烯醇存在下, 溶液清亮。以试剂空白参比, 波峰 λ_{\max} 位于 584 nm 处, 吸光度 A 与 IO_3^- 的浓度成正比。表观摩尔吸收系数 $\varepsilon = 5.27 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$, IO_3^- 含量为 $0 \sim 7.0 \mu\text{g}/25\text{ml}$ 时服从比尔定律。方法用于碘盐和生物样品检测, 结果令人满意。

关键词: 碘; 吖啶红; 离子缔合物; 分光光度法

Spectrophotometric Determination of Iodine with the System of IO_3^- - I^- -Acridine Red-polyvinyl Alcohol

PENG Jin-yun, TANG Ning-li

(Department of Materials and Chemical Engineering, Guilin University of Technology, Guilin 541004, China)

Abstract: A highly sensitive spectrophotometric method was developed for the determination of trace amounts of Iodine based on the oxidation of I^- to I_3^- by IO_3^- and the further reaction of I_3^- with acridine red to form the ion-association complex $[\text{AO}][\text{I}_3]$ in dilute phosphoric acid solution. In the presence of polyvinyl alcohol the solution is transparent. The λ_{\max} of the absorption spectrum is 584 nm against reagent blank. It was discovered that the absolute value of the λ_{\max} is proportional to the IO_3^- concentration. The molar absorptivity is $\varepsilon = 5.27 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ for normal assay at 584 nm. Beer's law is obeyed in the range of $0 \sim 7.0 \mu\text{g}/25\text{ml}$. The method has been applied to the determination of iodine in biological samples with satisfactory results.

Key words iodine; acridine red; ion-association; spectrophotometry

中图分类号: Q657.32

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)04-0283-02

碘是不少生物必需的微量元素, 对人体的生长发育和大脑的智力发育起着重要的作用。因此研究食品中碘含量的检测方法具有重要意义。食品中碘的测定有容量法^[1]、催化动力学光度法^[2]和色谱法^[3]等。容量法一般用到有毒试剂, 且操作过程麻烦; 催化动力学光度法对空白和时间要求较高; 而色谱法成本高。本文提出在磷酸介质中, 过量碘化钾和聚乙烯醇存在下, 氧化生成, 再与吖啶红形成离子缔合物, 分光光度法直接在水相中测定微量碘。此反应体系将氧化还原的倍增反应与离子缔合物反应相结合, 获得更高的测定灵敏度, 表观摩尔吸收系数 $\varepsilon = 5.27 \times 10^5 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$, 含量为 $0 \sim 7.0 \mu\text{g}/25\text{ml}$ 时服从比尔定律。方法操作简单, 直接用于测定紫菜、海带、碘盐样品中的微量碘, 结果满意。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

标准溶液: 称优级纯 0.1224 g , 水溶解并定容至 1000 ml , 贮备液浓度为 $100 \mu\text{g}/\text{ml}$, 用时稀释成 $1 \mu\text{g}/\text{ml}$; KI 溶液: $50 \text{ g}/\text{L}$; 磷酸: $5.0 \text{ mol}/\text{L}$; 聚乙烯醇(PVA): 质量分数 1% ; 吖啶红(AR): 质量分数 0.025% 。

722 光栅分光光度计 上海第三分析仪器厂。

1.2 方法

取含 IO_3^- $2.0 \mu\text{g}$ 的标准溶液于 25 ml 比色管中, 依次加入 2.0 ml 磷酸、 3.0 ml KI、 2.0 ml PVA、 0.5 ml AR, 稀释至刻度, 摇匀, 暗处放置 30 min , 1 cm 比色皿, 试剂空白参比, 于 584 nm 处测吸光度。

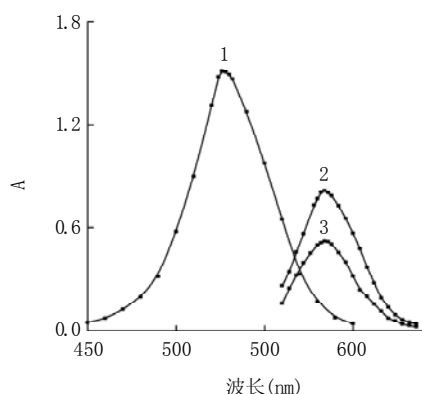
2 结果与分析

2.1 吸收光谱

收稿日期: 2006-05-13

作者简介: 彭金云(1972-), 男, 工程师, 硕士研究生, 研究方向为生物分析化学。

测定试剂空白(AR-I⁻体系,水参比)、离子缔合物(AR-I⁻-IO₃⁻体系,试剂空白参比)吸收光谱,如图1。结果表明:在磷酸介质中,吡啶红最大吸收波长位于526nm处。溶液中存在痕量IO₃⁻时,IO₃⁻氧化I⁻为I₃⁻,吡啶红与I₃⁻形成离子缔合物,吸收光谱发生变化,当以试剂空白参比,在584nm形成最大吸收峰。



1. 试剂空白(水参比); 2. IO₃⁻ 3.0 µg/25ml; 3. IO₃⁻ 6.0 µg/25ml。

图1 离子缔合物吸收光谱

Fig.1 Absorption spectra

2.2 适宜的反应条件

IO₃⁻与I⁻的氧化-还原反应,以及I₃⁻与吡啶红的离子缔合反应均需酸性介质中进行,通过对磷酸、硫酸、盐酸对比实验,发现磷酸介质优于硫酸介质,余次之;5mol/L的磷酸用量在1~3ml时,吸光度最大且稳定,本文用2ml。50g/L碘化钾的用量在2~5ml之间,缔合物吸光度最大且基本恒定,本文用3ml。吡啶红在1.5~2.5ml较合适,本文用2.0ml。I₃⁻与吡啶红的缔合反应有沉淀析出,通过比较表面活性剂PVA、OP、阿拉伯胶等,发现加入PVA效果较好,溶液清亮,1%的PVA的用量在1.5~2.5ml时较合适,本文用2ml。

2.3 体系的稳定性

在选定的最佳条件下,反应进行20min后,离子缔合物的吸光度达到最大,在室温下可稳定1h。

2.4 方法的灵敏度和重复性

取不同含量的碘酸根溶液按实验方法,测定λ_{max}=584nm处的吸光度值,并绘制标准曲线,碘酸根含量在0~7 µg/25ml范围内服从比尔定律,标准曲线方程为:Y=0.00943+0.1205X, r=0.9987,由标准曲线可得ε=5.27 × 10⁵ L/mol · cm。

2.5 方法的选择性

以2 µg/25ml的碘酸根研究共存离子干扰情况,相对误差E_r ≤ 5%时,下列倍数的离子不干扰测定:4500倍的SO₄²⁻;3000倍的K⁺、Na⁺、Mg²⁺、NO₃⁻、F⁻;1800倍的Ca²⁺、Ni²⁺;600倍的Ba²⁺、Mn²⁺、Cr(III)、

Cl⁻;500倍的Br⁻;300倍的Co²⁺;200倍的Zn²⁺、NH₄⁺;10倍的Bi(III);5倍的Pb²⁺;2倍的Cd²⁺、Al(III)、Sn(IV)、Fe(III);而Se(IV)、Cu²⁺、Ag⁺、Hg²⁺等干扰。可见,允许量较低小的是与I⁻形成配阴离子的金属离子和具有氧化性的离子,一定量的Hg²⁺、Fe³⁺可用EDTA消除。一些生物样中碘的含量远高于这些离子,适当稀释后不影响测定。

2.6 离子缔合物的组成

用连续变化法和平衡移动法测定离子缔合物组成,IO₃⁻:AR=1:3,由反应式:IO₃⁻+8I⁻+6H⁺=3I₃⁻+3H₂O,可知离子缔合物的组成为[AR]₃[I₃]₁。

3 分析应用

3.1 食盐中IO₃⁻含量分析

准确称取10g市售加碘食盐,加水溶解,定容于100ml容量瓶中,摇匀。取适量此溶液,按实验方法测定,平行测定5次,同时做淀粉-碘蓝法对照实验,分析结果见表1。

表1 样品中碘的测定结果
Table 1 Determination results of iodine in samples

样品	测定值(µg/g)					平均值 (µg/g)	淀粉- 碘蓝法	RSD (%)
食盐	28.1	27.9	29.6	29.1	28.8	28.7	29.1	2.45
海带	240.7	239.4	242.5	234.5	241.9	239.8	238.7	1.33
紫菜	41.2	40.7	42.7	41.9	41.5	41.6	43.4	1.81

3.2 海带、紫菜中碘含量分析

取一定的海带、紫菜洗净表面盐类,称取105℃烘干后碎样1~2g,移入坩埚中,加入30% K₂CO₃ 3ml,10% ZnSO₄ 2ml,搅拌均匀,低温炭化后,移入高温炉,升温至650℃灰化2h,冷后取出。用30ml水分数次将灰化物洗入小烧杯中,用稀H₂SO₄调pH1左右,加0.5ml饱和溴水,加热至沸,10min,后取下,滴加10%甲酸钠5滴,继续加热5min,冷却后加水定容至50ml,此时样品中I⁻已氧化成IO₃⁻[4]。

按实验方法测定上述待测液,平行测定5次,同时做淀粉-碘蓝法对照实验,分析结果见表1。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法(理化部分)[S]. 北京: 中国标准出版社, 1997: 207.
- [2] 涂建平. 催化动力学光度法测定食盐中碘的含量[J]. 食品科学, 2002, 23(4): 114-117.
- [3] 黄会秋. 气相色谱法测定加碘食盐中碘[J]. 食品科学, 2002, 23(1): 122-123.
- [4] 李志群, 唐宁莉. IO₃⁻-I⁻-亚甲基蓝-阿拉伯胶-聚乙烯醇体系分光光度法测定微量碘[J]. 分析测试技术与仪器, 2004(12): 238-240.