

食盐中碘的定量分析

王 中 一

加碘—碘化物或碘酸盐——食盐中碘的定量分析所见报导甚少。硫酸接触测碘法虽具有高灵敏度之优点,但其操作甚烦,要求甚苛,又不适用于碘酸盐的分析。因此作为加碘食盐中碘的常量分析也并非十分理想。

最近我们对既适用于 I^- 又适用于 IO_3^- 的溴氧化比色法⁽¹⁾进行了探索和改进,发现效果较好,现将所得结果报导于后。

一、原理:在酸性条件下,过量的 Br_2 将 I^- 氧化成 IO_3^- 。以酚钠除去过量的 Br_2 后,使 IO_3^- 与 I^- 反应生成为原来样品中六倍的 I_2 ,再以淀粉显色定量。

二、实验方法:

1.试剂:

(1) 1:2 H_3PO_4 溶液

(2) 饱和溴水

(3) 10% NaCl (AR) 溶液

(4) 碱性酚钠溶液:取苯酚 1g, NaOH 2g 共溶于 20ml 水中。溶液变黄后应重新配制。

(5) 显色剂:取 KI 0.5g, NaOH 0.5g, 共溶于新配制并已冷却的 2% 淀粉液 50ml 中。

(6) 碘标准溶液 (KI 20 $\mu\text{g}/\text{ml}$, KIO_3 25.8 $\mu\text{g}/\text{ml}$, I^- 15.3 $\mu\text{g}/\text{ml}$):取 KI 0.1000g 溶于水成 100ml, 溶解混匀后取此液 2.0ml, 加水至 100ml。

2.操作:

(1) 取测定水不溶物的滤液 (即透明的 5% 食盐溶液) 10ml 于比色管中;另取标准液 0.5ml 于二支比色管中,再加入 10% NaCl 液各 5ml, 并加水至 10ml。

(2) 各加入 1:2 H_3PO_4 液 4 滴。

(3) 各加入饱和溴水 2 滴,混匀并放置 5 分钟后,逐管加入碱性酚钠液 1 滴,加一管混匀一管,使溴的黄色褪尽 (若被测物为碘酸盐,此步可省略)。

(4) 各加入显色剂 5 滴,混匀。十分钟后在 580nm 下以空白作参比进行比色。

(5) 若样品吸光度高于标准一倍,应将样液作适当稀释并用 10% NaCl 补足其含盐量后再重新操作。

3. 计算:碘 (KI 或 KIO_3 或 I^- , mg/kg)

$$= \frac{\text{样品吸光度}}{\text{标准吸光度}} \times \frac{\text{标准物用量}(\mu\text{g})}{1000} \times \frac{1000}{\text{样品用量}(g)}$$

三、主要实验和讨论:

1. Cl^- 的影响和标准曲线:取二组含有相同 KI 的标准系列,一组各加入 10% NaCl 液 5ml,另一组不加 NaCl 液。分别用蒸馏水定容至 10ml 后按操作 (2)~(4) 项进行分析。所得吸光度列于表 1,由此可以看出 Cl^- 的存在可使灵敏度获得一定程度的提高。另外本法在 0~20mg (KI) 范围内具有良好的线性关系。

Cl^- 的影响 表 1

KI 量 (μg)	1	2	3	4	8	12	16	20
含 Cl^- 组吸光度	0.040	0.085	0.135	0.175	0.350	0.530	0.700	0.850
不含 Cl^- 组吸光度				0.150	0.295	0.450	0.590	0.710

2. 方法的精确度:取本底含 KI 2.7 $\mu\text{g}/10\text{ml}$ 的盐液 200ml,加入 KI 100 μg 后按法连续分析 10 次,得结果于表 2。精密密度为 8.0 ± 0.1

方法的精确度 表 2

本底值 (μg)	加入量 (μg)	重复测得值 (μg)	均值 (μg)	回收率 (%)	偏差 (μg)	偏差 (%)
2.7	5.0	8.2 8.2 7.9 8.2 8.0 8.0 7.9 8.2 7.9 8.0	8.0	106	± 0.1	1.25

食品中亚硝酸盐测定的条件 以及排除干扰离子试验

黄 伟 坤

目前食品中硝酸盐的测定方法是先将硫酸盐通过铜柱还原为亚硝酸盐,而亚硝酸盐可以通过分光光度计进行比色测定。这方法是根据在酸性溶液中,亚硝酸盐与对氨基苯磺酸作用并与1-萘胺基盐酸盐偶合成重氮化的对氨基苯磺酸化合物,产物是一种红色染料,它的最大吸收波长为540毫微米。但是我们实验中常常出现非重现性结果,彼此测定结果差别较大,误差的原因是由于没有正确地选择测定条件以及有些样品中存在着亚硫酸盐所致。本文通过食品中亚硝酸盐测定的条件以及排除干扰离子试验,阐明了本法测定中的温度、作用时间、酸碱度和样品中存在亚硫酸盐对它的影响,以及测定样品溶液加入一定量的甲醛溶液后能排除亚硫酸盐的干扰,以致能准确、简单、快速地测定食品中亚硝酸盐的含量。

一、试验方法:

1. 试剂:

①硼砂饱和溶液:溶解25克硼砂($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)于500毫升热的重蒸水中。

μg ,偏差1.25%;准确度为106%,误差+6%。

3. 样品分析与比较:将同一份加碘食盐,在生产单位以容量法⁽²⁾、在我站以本法各自

本法与容量法的比较 表 3

编号	容量法(mg/kg)	本 法 (mg/kg)
1	41.43	42.73
2	28.75	27.73
3	31.79	31.82
4	15.22	15.45

②硫酸锌溶液:溶解150克硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)于500毫升重蒸水中。

③果蔬抽提液:溶解50克氯化钡和50克氯化钡于1000毫升重蒸水中并用浓盐酸(2毫升左右)调整到pH1。

④0.4%对氨基苯磺酸溶液:溶解0.4克对氨基苯磺酸 $[\text{C}_6\text{H}_4(\text{NH}_2) \cdot (\text{SO}_3\text{H})]$ 于100毫升重蒸水中。

⑤0.2%1-萘胺基盐酸盐溶液:溶解0.2克1-萘胺基盐酸盐于100毫升重蒸水中。

⑥1:1的盐酸溶液。

⑦氢氧化铝乳浊液:溶解125克硫酸铝 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ 于100毫升重蒸水中,滴加氨水使氢氧化铝全部沉淀(使溶液呈微碱性)。用蒸馏水反复洗涤,真空抽滤直至洗液分别用氯化钡、硝酸银溶液检验不发生混浊。取下沉淀物,加适量重蒸水使呈薄浆糊状,捣均备用。

⑧2%的甲醛溶液:吸取40%的甲醛溶液5毫升,用重蒸水稀释到100毫升。

进行独立分析,然后对照所得数据,结果一致,见表3。

四、小结:

本文对溴氧化比色测碘法进行了改良,使之适用于加碘食盐中碘化物或碘酸盐的全能性定量分析。本法准确度为106%,精密密度为 $8.0 \pm 0.1\mu\text{g}$,具有快速准确等优点。

主要参考资料:

- [1] 中国医科院卫研所:水质分析法,第四版,第186~188页,人民卫生出版社,1972。
- [2] 中华人民共和国轻工部:盐及食盐的检验方法部标准,北京,1977。