

放大反应光度法测定蔬菜中的微量碘

周 权, 张 娜

(黄山学院 化学系, 安徽 黄山 245041)

摘 要:在酸性条件下,加饱和溴水氧化待测液中 I^- 为 IO_3^- ,与显色剂中过量的 I^- 反应生成 I_2 使碘的含量放大, I_2 与淀粉作用使溶液呈蓝色,最后用分光光度法测定碘含量。该法具有较高的灵敏度,测定 I^- 的线性范围为 $0.02\text{--}0.8\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$,检出限为 $0.017\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$,用于蔬菜样品碘含量分析时, $RSD\leq 4.7\%$,回收率为 $90\%\text{--}110\%$ 。

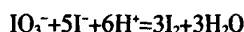
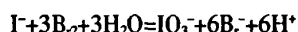
关键词:碘;光度法;放大反应

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1672-447X(2009)03-0056-03

碘是人体生长发育所必需的微量元素之一,是人体合成甲状腺激素必不可少的重要原料,人体若缺碘,可引起甲状腺肿大、免疫系统功能下降、植物性神经功能失调,严重时将导致发育停滞、智力低下、甚至痴呆等。蔬菜中碘含量将直接影响人体中碘的营养水平。^[1]测定蔬菜中微量碘的方法很多,如放大反应滴定法,放大反应比色法,催化比色法等,这些方法各有优缺点,其中放大反应滴定法检出限低,操作繁琐,耗时长,且放大次数增多会使误差也放大。催化比色法需特殊的仪器设备和使用不常见试剂,难以普及推广。^[2,3]为此,本文通过实验,提出了一种省时、易于操作的测定蔬菜中微量碘的预处理方法,并用一次放大反应光度法测定分析试液中碘的含量。

1 测定原理

在酸性条件下,加饱和溴水氧化待测液中 I^- 为 IO_3^- ,以碱性苯酚钠溶液除过量 B_2 后,加入淀粉 KI 显色剂, IO_3^- 与显色剂中过量的 I^- 反应生成 I_2 , I_2 遇淀粉显蓝色,最后用分光光度法测定。主要反应的化学方程式为:



整个过程中 I^- 被放大了 6 倍,从而提高了分析的灵敏度。^[4]

2 仪器及试剂

2.1 仪器

721 分光光度计(上海第三分析仪器厂),烘箱,马福炉,精密 pH 试纸等。

2.2 试剂

$10\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ KOH 溶液, $H_3PO_4(1+2)$ 溶液,饱和溴水,碱性苯酚钠溶液(取苯酚 5.0g, NaOH 10.0g 溶于 100mL 去离子水中),淀粉 KI 显色剂(取 KI 0.5g, NaOH 0.5g 溶于 50mL 2% 淀粉溶液中), $10\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ KI 标准溶液, $0.1\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 碘标准溶液。

3 测定条件试验

3.1 吸收曲线

吸取 $0.1\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 碘标准溶液 10mL,转移至 50mL 容量瓶中,加 1.5mL $H_3PO_4(1+2)$ 溶液和 0.30mL 淀粉

收稿日期:2009-02-22

作者简介:周 权(1965-),安徽绩溪人,黄山学院化学系副教授,从事分析化学教学及科研。

KI 显色剂,定容并静置 10min 充分反应。用 721 分光光度计于波长 400nm-700nm 范围内以空白试液作参比间隔 10nm-20nm 测一次吸光度值,其最大吸收波长为 590nm,故选择在 590nm 波长处测定。

3.2 酸度的影响

分别吸取 5mL 0.1mg·L⁻¹ 碘标准溶液 6 份,移入 6 只 25mL 容量瓶中,编号后依次滴加 H₃PO₄(1+2) 溶液,使 6 只瓶中 pH 分别为 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5(用精密 pH 试纸调节),再分别加入 0.15mL 淀粉 KI 显色剂,定容并静置 10min 充分反应。以空白试液作参比测定吸光度。测定结果为:PH=3.0 时吸光度有最大值,且 PH=1.5-3.0 之间吸光度变化不大,PH 超过 3.5 时吸光度则显著降低。故测定较适宜的酸度为 PH=1.5-3.0。

3.3 显色时间的确定

吸取 0.1mg·L⁻¹ 碘标准溶液 10mL 转移至 50mL 容量瓶中,按 5.1 方法显色,并以空白试液作参比,分别于 5、10、15、20、30、60min 测定其吸光度。结果表明:吸光度在 0-10min 内随时间延长而增大,10min 后吸光度基本保持不变,到 60min 时有下降趋势。故定容 10min 后是测定的理想时间,且测定过程应在 60min 内完成。

3.4 氧化剂的选择及最佳用量的确定

分别用 KMnO₄、H₂O₂、饱和溴水等氧化剂进行实验,结果发现用饱和溴水做氧化剂效果较好,其优点是反应时间短,多余的 B₂ 除去方法简便。且当饱和溴水用量达 0.15mL 时,吸光度接近最大值,当溴水用量继续增加时,吸光度基本保持不变,故以 0.15mL(3 滴)作为饱和溴水的最佳用量。

3.5 除溴剂最佳用量的确定

用过量的溴水氧化待测液中 I⁻ 后,多余的 B₂ 必须除去,否则 B₂ 将与显色剂中过量 KI 反应,从而使测定结果偏高。本方法选用碱性苯酚钠溶液作为除溴剂,除溴快速且完全。碱性苯酚钠溶液用量在 0.10mL-0.20mL 之间,吸光度相对稳定,故以 0.15mL(3 滴)作为碱性苯酚钠溶液的最佳用量。

4 蔬菜样品预处理

4.1 蔬菜样品灰化

称取 0.50g 左右烘干粉碎好的小青菜样品,放入坩埚中,加入 2mL 10mg·L⁻¹ KOH 溶液,混匀,使样品全部被 KOH 溶液浸润;将坩埚放入烘箱中于

105℃ 下将样品烘干后继续升温至 180℃,使样品呈黑色胶状;再将坩埚置于电炉上加热,使样品炭化呈黑色固体状(伴有少量灰白色和淡黄色物质);将坩埚再次放入马福炉中,升温至 650℃ 灰化 40 min,冷却后将坩埚取出,样品呈灰白色。^[14]

4.2 碘待测液的制备

向坩埚中加入 10mL 去离子水充分溶解样品并转移至 50mL 容量瓶中,定容;将容量瓶中的溶液过滤,收集滤液即为碘的待测液。^[14]

5 碘的测定

5.1 操作步骤

吸取 10mL 待测液至 50mL 容量瓶中,加入 1.5 mL H₃PO₄(1+2) 溶液,使溶液 pH 在 1.5 左右(用精密 pH 试纸调节),然后依次加入 0.15mL 饱和溴水,0.15mL 碱性苯酚钠溶液和 0.30mL 淀粉 KI 显色剂,每加一种试剂均需充分摇匀,并静置 10min 充分反应。摇匀后定容,根据 I₂ 淀粉溶液吸收曲线可知,选择最大吸收波长 590nm 处测定吸光度。

5.2 标准曲线的制作

分别吸取 0、1、2、3、4mL 10mg·L⁻¹ KI 标准溶液,转移至 50mL 容量瓶中,按 5.1 方法加入试剂显色,测定吸光度值依次为 0、0.132、0.215、0.365、0.529,列表绘标准曲线图。

表 1 不同浓度 I⁻ 溶液吸光度的数值

I ⁻ 的浓度(mg·L ⁻¹)	吸光度(A)
0	0
0.2	0.132
0.4	0.215
0.6	0.365
0.8	0.529

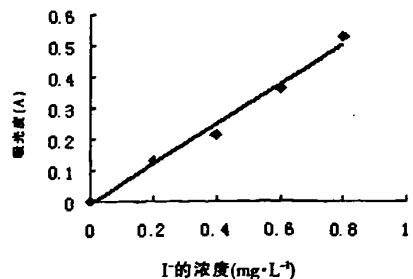


图 1 标准曲线

经回归处理得标准曲线方程为:

$$y=0.6455x-0.01 \quad r=0.053$$

式中 y 为吸光度值, x 为待测液中 I^- 的浓度 ($mg \cdot L^{-1}$)。本法测定碘的线性范围为 $0.02-0.8 mg \cdot L^{-1}$, 检出限为 $0.017 mg \cdot L^{-1}$ 。

5.3 结果计算

测 4.1 中待测液显色体系吸光度值为 0.053, 根据标准曲线方程先求出显色体系中碘浓度 $Cx (mg \cdot L^{-1})$:

$$Cx = \frac{0.053 + 0.01}{0.6455} = 0.098 mg \cdot L^{-1}$$

则 50mL 待测液中含碘量:

$$m = Cx \times 50 \times 10^{-3} \times 5 = 0.098 mg \cdot L^{-1} \cdot 50 \cdot 10^{-3} L \cdot 5 = 0.0245 mg$$

则样品中碘含量:

$$C = \frac{m}{W} = \frac{0.0245 mg}{0.50 g} = 0.049 mg \cdot g^{-1}$$

式中 W 为样品的干重 (g)。

6 RSD 测定及回收率试验

取小青菜分析试液, 测定其中的碘含量, 重复操作 4 次, 相对标准偏差 $\leq 4.7\%$, 同时做对应的加标回收试验, 方法是先向样品中加入一定量的碘, 然后按同样的方法处理、测定, 测得回收率为 $90\%-110\%$ 。

参考文献:

- [1] 刑素芝, 汪建飞, 范宝荣, 等. 快速测定植物样品含碘量的新方法[J]. 广东微量元素科学, 1999, (6): 9.
- [2] 薛宏基, 汤大卫, 丁贵平. 放大反应滴定法测定食品中微量碘[J]. 食品科学, 1995, 16: 53.
- [3] 汪建飞, 邢素芝, 刘乃会. 放大反应比色法测定土壤中碘[J]. 安徽农业技术师范学院学报, 1999, 13: 51.
- [4] 靳万贵, 周道品, 李子霞, 等. 市售食盐中含碘量的测定及测定方法探讨[J]. 石河子大学学报, 1997, (1): 62.

责任编辑: 胡德明

Determination of trace iodine (I^-) in vegetables by amplified spectrophotometry

Zhou Quan, Zhang Na

(Department of Chemistry, Huangshan University, Huangshan 245041, China)

Abstract: Under the acidic conditions, I^- in sample generated to IO_3^- using saturated bromine water as the oxidizer, and then IO_3^- reacted with sufficient I^- in chromogenic reagent to produce I_2 which made the content of I^- increase. Blue complex was formed between iodine and starch, so an amplified spectrophotometry method with high sensitivity for determining trace iodine in vegetables was developed. The limit of detection is $0.017 mg \cdot L^{-1}$, with a linear range from 0.02 to $0.8 mg \cdot L^{-1}$. The recovery of this method is over the range of 90 to 110% and the relative standard deviation is less than 4.7%. And it has been proved to be simple and rapid.

Key words: Iodine (I_2); Spectrophotometry; Amplified reaction

放大反应光度法测定蔬菜中的微量碘

作者: [周权, 张娜, Zhou Quan, Zhang Na](#)
 作者单位: [黄山学院化学系, 安徽, 黄山, 245041](#)
 刊名: [黄山学院学报](#)
 英文刊名: [JOURNAL OF HUANGSHAN UNIVERSITY](#)
 年, 卷(期): 2009, 11(3)
 引用次数: 0次

相似文献(10条)

1. 期刊论文 [黄典文, 黄晓洁, 李宁, HUANG Dian-wen, HUANG Xiao-jie, LI Ning](#) [邻联甲苯胺显色光度法测定微量碘的](#)

[研究—理化检验—化学分册](#)2005, 41(7)

研究了在盐酸介质中,利用碘酸钾氧化使邻联甲苯胺显色,建立了光度法测定碘的方法.在选定的条件下,有色溶液的最大吸收波长为426 nm,碘的含量在0~20 μg/25 mL范围内符合比耳定律,表观摩尔吸光系数为 $1.13 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.方法简单、快速、准确、选择性好、灵敏度高,用于测定加碘食盐中的碘,结果满意.

2. 期刊论文 [闫涛, 李燕, 王淑萍, 魏琴](#) [光度法测定碘的研究综述—济南大学学报\(自然科学版\)](#)2005, 19(1)

食品中的碘与人们的身体健康密切相关,综述了近年来国内外光度法测定碘的各种方法,主要有常规光度法、催化动力学光度法、萃取光度法、褪色光度法、溶剂浮选光度法、双波长光度法、荧光光度法、染料络合物光度法和紫外光度法等.

3. 期刊论文 [王庭坚, 冯桂菊, 陆晓华, 闫永胜](#) [N2-苯浮选缔合光度法测定碘的研究—光谱实验室](#)2001, 18(5)

本文依据在强酸性磷酸介质中,Br₂氧化I⁻为I₂,进而与I⁻生成配阴离子I₃⁻,利用溴化十六烷基三甲胺(CTMAB)与I₃⁻发生等离子对缔合物反应,生成缔合物CTMA⁺I₃⁻,该缔合物易溶于苯,且在苯中稳定,从而建立了溶剂浮选光度法测碘新方法.本法灵敏度高,选择性强,精密度高,实测了天然水及加碘的盐中碘,结果令人满意.

4. 期刊论文 [杜丽燕, 郎春燕, 张惠媛, 范长利, DU Liyan, LANG Chunyan, ZHANG Huiyuan, FAN Changli](#) [放大反应—氯化](#)

[钠增敏光度法测定食品中的微量碘—广东微量元素科学](#)2008, 15(12)

样品中的有机碘高温灰化后,在酸性条件下,经饱和溴水将I⁻氧化为IO₃⁻.在0.06%的磷酸度条件下,以KI还原KI₂,使样品中的碘放大六倍.系统优化选择了测定波长、磷酸度、氯化钠质量浓度、淀粉用量、碘化钾用量等.在选定的最佳实验条件下,碘质量浓度在0~3.2 μg/mL范围呈良好线性关系,相关系数为0.999 5;方法检出限为0.028 μg/mL;回收率为96.27%~106.43%.

5. 期刊论文 [刘丽萍](#) [FIA光度法快速测定加碘盐中的微量碘—微量元素与健康研究](#)2002, 19(3)

根据I⁻对Ge⁴⁺—As³⁺氧化还原反应的催化作用,建立了快速测定加碘盐中碘的流动注射分析(FIA)光度法.碘的检出限为0~5 μg/mL.

6. 期刊论文 [曾云龙, 唐春然, 刘志强, 黄兰芬, 樊楨](#) [增敏光度法测定粮食中微量碘—分析实验室](#)2004, 23(10)

研究了NaCl增敏碘—淀粉显色反应.NaCl用量为0.24 g/mL, H₃PO₄(3+97)为0.5 mL的酸度条件下以KI还原KI₂与淀粉显色, λ_{max}=483 nm, λ_{max}=2.7×10⁵ L·mol⁻¹·cm⁻¹.在483 nm处,测得碘在大米、小麦和玉米中的回收率在96.3%~99.1%, RSD 2.5%.该法已用于大米、小麦、玉米等食品中微量碘的分析.

7. 期刊论文 [沙鸥, 马卫兴, 钱保华, 曹磊, 郭研, SHA Ou, MA Wei-xing, QIAN Bao-hua, CAO Lei, GUO Yan](#) [碘—淀粉光度](#)

[法测定水中溶解氧含量—理化检验—化学分册](#)2009, 45(4)

根据碘与淀粉反应生成蓝色络合物以及此络合物在574 nm波长处有吸收峰,提出了水样中溶解氧的光度测定法.为固定样品中的溶解氧,于碱性介质中加入硫酸锰与之形成三氧化二锰沉淀物.测定时加入硫酸使与沉淀物反应而释出所固定的氧,并立即与同时由溶液中已加入的碘化钾与硫酸反应而释出碘而使溶液中呈现蓝色.用光度法在574 nm波长处测得其吸光度.由碘酸钾标准溶液作为溶解氧标准所制作的标准曲线上查得试样中溶解氧的含量,对显色的条件作了系统试验并选定了优化的反应条件,溶解氧的质量浓度在0.027~0.80 mg·L⁻¹之间符合比耳定律.取3种不同来源的水样按此方法测定其溶解氧含量,所得结果与碘量法及溶解氧测定仪所测得的结果相符.

8. 期刊论文 [翟好英, 李红, 黄成华, 王碧, ZHAI Hao-ying, LI Hong, HUANG Cheng-hua, WANG Bi](#) [光度法测定食盐中碘](#)

[——基于溴化钾催化的茜素红与碘酸钾的氧化褪色反应—理化检验—化学分册](#)2009, 45(3)

在0.30 mol·L⁻¹盐酸介质中,碘酸钾在溴化钾的催化作用下氧化茜素红而使之褪色,且褪色程度与碘酸根含量呈线性关系,据此建立了测定食盐中痕量碘的方法.试验结果表明:茜素红的最大吸收波长为420 nm,在1.07~19.3 mg·L⁻¹叫范围内,碘酸钾的质量浓度与吸光度变化值符合比耳定律.表观摩尔吸光率为2.47×10⁴ L·mol⁻¹·cm⁻¹.应用此方法测定了食盐样品中碘量,并测得方法的相对标准偏差(n=6)在3.4%~4.2%之间,回收率在95.1%~97.3%之间.

9. 期刊论文 [周君, 孙嘉彦, 吴海燕, 马建丰, 陈晓娟](#) [二安替比林苯乙烷光度法测定加碘盐中的碘\(V\)—光谱实验](#)

[室](#)2004, 21(3)

在磷酸介质中,Mn(II)和吐温-40存在下,二安替比林苯乙烷(DAPVM)与I(V)生成红色产物, λ_{max}=540nm, ε=2.11×10⁵ L·mol⁻¹·cm⁻¹,碘含量在0~168 μg·L⁻¹范围内符合比耳定律.体系灵敏度高,稳定性好.用于加碘盐中碘的测定,结果令人满意.

10. 期刊论文 [黄章杰, 胡秋芬, 王家强, 杨光宇](#) [5-碘\[杯\(4\)芳烃偶氮\]氨基喹啉光度法测钼—分析实验室](#)2004, 23(6)

合成了新试剂5-碘[杯(4)芳烃偶氮]氨基喹啉(ICAQ),并研究了该试剂与钼显色反应条件.结果表明,在pH 10.2~11.0的Na₂CO₃-NaHCO₃缓冲介质中,在Triton X 100存在下,试剂与钼发生显色反应,生成1:1稳定络合物.建立了测定钼的光度法新体系, λ_{max}=625 nm, ε=1.42×10⁵ L·mol⁻¹·cm⁻¹,钼质量浓度在0~80 μg/mL内符合比耳定律.方法用于钼催化剂中钼的测定,结果与原子吸收法相符,平行6次测定的RSD在2.5%~3.0%.