

酸性茜素兰褪色光度法测定食盐中碘含量

马占玲, 曾凌施鑫 (渤海大学化学化工学院, 辽宁锦州 121013)

摘要 [目的] 介绍加碘盐中碘含量测定的新方法。[方法] 根据碘酸银氧化酸性茜素兰使其褪色, 且褪色前后溶液的吸光度差 ΔA 与碘含量成正比的原理, 在最佳褪色条件下测定食盐样品 A、B 中的碘含量; 在样品液中加入碘酸钾标准溶液, 测定碘的回收率。[结果] 酸性茜素兰在 517 nm 处有最大吸光度, 其最佳褪色条件为温度 40℃, 时间 10 min, 0.5 mol/L 溴化钾用量 4.00 mL, 硫酸用量 2.00 mL, 0.50 g/L 酸性茜素兰用量 5.0 mL; 10.029 0 g 样品 A 和 10.030 2 g 样品 B 中碘的含量分别为 26.52 和 32.83 ng; 样品液 A、B 中碘的加样回收率分别为 95.0% 和 104.2%。[结论] 酸性茜素兰褪色光度法测定食盐中的碘含量具有稳定性好, 准确度、灵敏度高, 操作简便等优点, 具有推广应用价值。

关键词 酸性茜素兰; 褪色; 测定; 碘含量

中图分类号 O655 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)09-03871-01

Determination on Iodine Content in Salt by Discoloring Spectrophotometry with Acid Alizarine Blue

MA Zhanling et al (College of Chemistry and Chemical Engineering, Bohai University, Jinzhou, Liaoning 121013)

Abstract [Objective] The aim was to introduce a new method on determination of iodine content in iodized salt. [Method] According to the principle that silver iodate could oxidize and discolor acid alizarine blue and the difference value (ΔA) of absorption of the solution pre and post discoloring was proportional to iodine content, the iodine contents in salt sample A, B were determined under the optimum discoloring condition. The potassium iodate standard solution was added into the sample solution to determine the recovery of iodine. [Result] Acid alizarine blue had the biggest absorption at 517 nm and the optimum discoloring condition was that temperature of 40℃, reaction time of 10 min, 0.5 mol/L potassium bromide of 4.00 mL, sulfuric acid of 2.00 mL, 0.50 g/L acid alizarine blue of 5.0 mL. The iodine content in 10.029 0 g sample A and 10.030 2 g sample B were 26.52 and 32.83 ng resp. The average recovery of iodine in sample A, B were 95.0% and 104.2% resp. [Conclusion] Determination on iodine content in salt by discoloring spectrophotometry with acid alizarine blue had good stability, high accuracy and sensitivity with simple operation. So the method had popularization using value.

Key words Acid alizarine blue; Discoloration; Determination; Iodine content

碘是人体不可缺少的营养元素, 当其摄入量不足时, 人体的代谢活动将受到阻碍。但摄入过量的碘, 也会影响人体健康。有专家认为甲亢病人增多可能与食盐过量加碘有关, 因此, 2000 年国家技术监督局颁布了国家食用盐碘含量的新标准, 新标准改变了过去碘含量无明确上限的状况, 规定食盐中碘的含量必须在 20~50 ng/kg 之间。快速准确测定食盐中碘含量具有重要意义。中华人民共和国国家标准采用硫代硫酸钠滴定的方法测定碘含量, 但该方法存在碘升华等因素带来的误差。比色法^[1], 气相色谱法^[2], 酸性铬蓝 K^[3], 二甲酚橙褪色光度法^[4], 偶氮胂^[5] 氧化褪色吸光度法测定碘含量的研究也有少量报道。但有关酸性茜素兰褪色光度法测定食盐中碘含量的研究尚未见报道, 笔者根据碘酸根可氧化酸性茜素兰使其褪色, 且褪色前后溶液的吸光度差 ΔA 与碘含量成正比这一原理, 采用酸性茜素兰褪色光度法测定食盐中的碘含量, 为准确、快速测定碘含量提供了一种新方法。

1 材料与方 法

1.1 材 料

1.1.1 材料与试剂。 食盐样品 A、B 均为辽宁省盐务管理局监制加碘盐。碘酸钾、酸性茜素兰、溴化钾均为分析纯, 硫酸溶液(5.0 mol/L), 碘工作液(40 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 溴化钾溶液(0.5 mol/L), 酸性茜素兰指示剂的酒精溶液(0.50 g/L)。

1.1.2 仪器。 UV-1600 紫外可见分光光度计, HH2 型数显恒温水浴锅, 电子天平。

1.2 方法 取 2 支 25 mL 比色管, 分别向其中加入一定量的溴化钾溶液、硫酸溶液、酸性茜素兰指示剂的酒精溶液; 在其

中 1 支比色管中加入碘标准溶液(或样品溶液)。稀释至刻度后在一定条件下褪色, 以空白试剂为参比, 用 UV-1600 紫外-可见分光光度计在 517 nm 波长处测定其吸光度, 并求两者的吸光度差 ΔA 。

2 结果与分析

2.1 酸性茜素兰的最大吸收波长 研究了氧化褪色体系中酸性茜素兰的吸收曲线结果表明, 在波长 400~600 nm 范围内, 酸性茜素兰在 517 nm 处有最大吸收, 故选择 517 nm 为测定波长。

2.2 最佳试验条件的确定

2.2.1 加热温度的确定。 其他条件不变, 只改变温度, 考查加热温度与 ΔA 之间的关系。结果表明, 在 20~40℃ 范围内, 吸光度差 ΔA 随温度升高呈缓慢上升趋势。温度大于 40℃ 时 ΔA 变化不明显。故选择褪色温度为 40℃。

2.2.2 加热时间的确定。 在 5~10 min 范围内, 吸光度差 ΔA 随加热时间的延长而增大。当加热时间为 10~30 min 时, ΔA 变化幅度不大, 故选择最佳反应时间为 10 min。

2.2.3 溴化钾用量的确定。 试验结果表明, 褪色反应体系中不加溴化钾时反应速度较慢, 加入适量溴化钾可大大加快褪色反应速度, 溴化钾在褪色反应体系中具有催化作用。0.5 mol/L 溴化钾溶液的最佳用量为 4.00 mL。

2.2.4 硫酸用量的确定。 试验结果表明, 当 5.0 mol/L 硫酸用量在 0~2.00 mL 范围内时, 吸光度差 ΔA 随硫酸用量的增加而增大, 且在 2.00 mL 时达到最大。当硫酸用量大于 2.00 mL 时, 吸光度差值基本稳定。故硫酸溶液的最佳用量为 2.00 mL。

2.2.5 酸性茜素兰指示剂用量的确定。 考察酸性茜素兰的用量对 ΔA 的影响。结果显示, 0.50 g/L 酸性茜素兰的用量

(下转第 3919 页)

基金项目 锦州市科技计划项目(2005 B1 B20)。

作者简介 马占玲(1969-), 女, 辽宁朝阳人, 硕士, 副教授, 从事商品检验与分析的教学和研究。

收稿日期 2008-12-22

多所致。

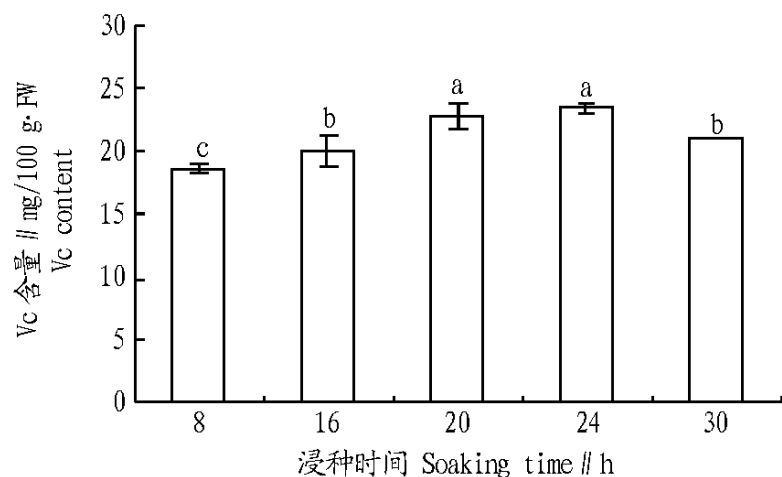


图2 浸种时间对豌豆芽苗菜 Vc 含量的影响

Fig.2 Effects of soaking time on Vc content of pea bud seedling vegetable

2.3 浸种时间对豌豆芽苗菜蛋白质含量的影响 由图3可知,随浸种时间的延长,豌豆芽苗菜蛋白质含量呈增加趋势,浸种24和30h的芽苗菜蛋白质含量分别达到3.9和3.8g/100g·FW,均极显著高于浸种8、16和20h的处理。

3 结论与讨论

浸种时间对豌豆芽苗菜的产量和品质具有重要影响,适当延长浸种时间可提高芽苗菜的产量和蛋白质、Vc含量。综合考虑产量与品质指标,豌豆芽苗菜的适宜浸种时间为24h。该试验中浸种30h时芽苗菜产量最高,继续延长浸种时

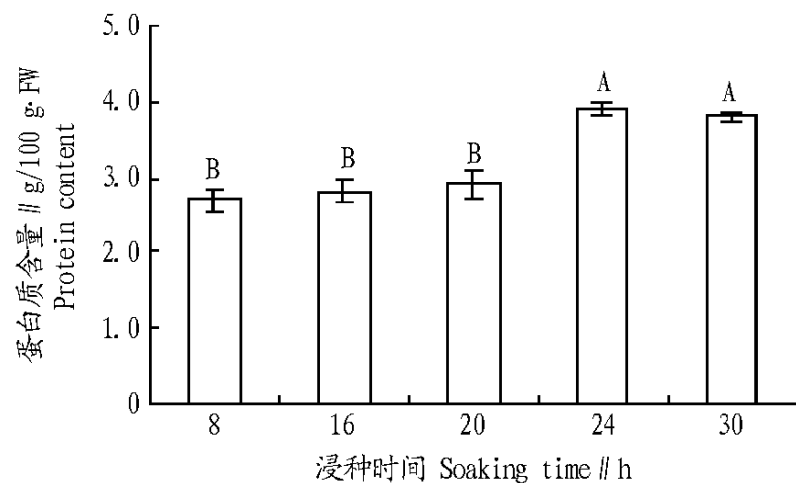


图3 浸种时间对豌豆芽苗菜蛋白质含量的影响

Fig.3 Effects of soaking time on protein content of pea bud seedling vegetable

间是否可以进一步提高其产量还有待于研究。

参考文献

- [1] 林蒲田. 活体蔬菜——芽苗菜[J]. 湖南农业, 2005(10): 9.
- [2] 顾卫红, 宋荣浩, 孙丽珍, 等. 光照和温度对豌豆芽质量和产量的影响[J]. 上海农业科技, 1997(1): 32-34.
- [3] 王玉彦, 党选民, 李添发, 等. 几种芽苗菜不同生长期主要营养成分变化[J]. 营养学报, 2003(2): 167-168.
- [4] 曾翔云. 维生素C的生理功能与膳食保障[J]. 中国食物与营养, 2005(4): 52-53.
- [5] 张余洋, 胡全凌, 李汉霞. 不同处理对豌豆和萝卜芽苗菜生长、产量及品质的影响[J]. 华中农业大学学报, 2008, 27(2): 289-293.
- [6] 陈毓荃. 生物化学实验方法和技术[M]. 北京: 科学出版社, 2002: 95-97.

(上接第3871页)

为5.0 ml时显色、褪色效果最佳。

2.3 工作曲线的绘制 取6支25 ml比色管,分别加入0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 ml碘酸钾工作液;按试验确定的最佳用量加入4.00 ml溴化钾溶液,2.00 ml硫酸溶液,5.00 ml酸性茜素兰指示剂;稀释至刻度后摇匀,40℃显色10 min后于517 nm处测定溶液吸光度值。对褪色前后吸光度差A与碘含量进行一元线性回归,得回归方程 $A = 0.0099C + 0.0088$, $r = 0.9825$ 。

2.4 样品中碘含量的测定 称取市售碘盐样品A(锦州市盐业公司)10.0290 g,样品B(锦州市盐业公司)10.0302 g,溶解后分别移至100 ml容量瓶中,用去离子水定容至刻度,摇匀;准确吸取样品溶液4.00 ml置于25 ml容量瓶中,在最佳褪色条件下测定其吸光度;平行测定6次,计算样品中的碘含量和相对标准偏差RSD。在上述样品溶液中加入碘酸钾标准溶液,测定碘的回收率,结果见表1。

由表1可知,碘含量测定结果符合国家规定标准(>20 ng/kg)。

表1 样品中碘含量及碘酸钾标准液中碘的回收率

Table 1 The content of iodine and recovery rate

样品	碘含量 ng/kg	RSD %	KIO ₃ 加入量 ng	回收率 %
Samples	Iodine content	%	Content of KIO ₃	Recovery rate
A	26.52	0.57	10	95.0
B	32.83	0.74	10	104.2

3 结论与讨论

在强酸条件下,碘酸根可氧化酸性茜素兰使之褪色,褪色前后溶液的吸光度差与碘含量成正比。酸性茜素兰褪色光度法测定加碘盐中的碘含量具有稳定性好,准确度高,操作简便等优点,因此该方法具有推广应用价值。

参考文献

- [1] 黄伟坤. 食品检验与分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1993: 251.
- [2] 黄会秋. 气相色谱法测定加碘食盐中的碘[J]. 食品科学, 2002, 23(1): 122-123.
- [3] 黄典文, 叶雪芬. 酸性铬蓝K褪色光度法测定食盐中微量碘的研究[J]. 理化检验: 化学分册, 2001, 37(4): 170.
- [4] 王明, 罗大莉. 二甲酚橙褪色光度法测定微量碘的研究[J]. 理化检验: 化学分册, 2000, 36(3): 114.
- [5] 韩长秀. 偶氮胂(Ⅲ)褪色分光光度法测定食盐中碘[J]. 光谱实验室, 2002, 19(6): 827-829.