

高锰酸根褪色光度法测定食盐中的微量碘离子

刘凤萍 郭舜之 张馨

(湘潭师范学院化学系,湘潭 411201)

摘要 在稀硫酸介质中,碘离子能快速、定量地还原高锰酸根,在加入碘离子前后,高锰酸钾溶液在波长 525 nm 处的吸光度发生显著变化,且吸光度之差 ΔA 与加入的碘离子的浓度成正比,确定了最佳反应条件,建立了高锰酸根褪色光度法测定食盐中微量碘离子的新方法。方法的线性范围为 0 ~ 20 $\mu\text{g/mL}$,线性回归方程为 $\Delta A = 0.0165c + 0.0041$,相关系数 $r = 0.9987$,检出限为 0.17 $\mu\text{g/mL}$ 。用于食盐中微量碘离子的测定,加标回收率为 91.0% ~ 95.0%,相对标准偏差为 0.35% ~ 0.75%。

关键词 褪色光度法 碘离子 食盐 高锰酸钾 测定

碘是人体必需的一种元素,快速、准确地测定碘具有重要意义。碘离子的测定方法有火焰原子吸收法^[1]、流动注射法^[2]、催化动力学光度法^[3]等,这些方法各有特点。而根据碘离子对高锰酸根的褪色反应测定微量碘离子的方法尚未见报道。笔者试验发现,在硫酸介质中,碘离子能快速地还原高锰酸根,使高锰酸钾溶液在波长 525 nm 处的吸光度显著降低,从而建立了测定食盐中微量碘离子的高锰酸根褪色光度法。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

紫外可见分光光度计:UV-265 型,日本岛津公司;

碘化钾标准储备液:1 mg/mL。按文献[4]配制,于冰箱中保存,使用时,根据需要稀释成所需浓度的碘化钾标准溶液;

高锰酸钾溶液:3.24 g/L;

硫酸溶液:5 mol/L;

实验所用试剂均为分析纯;

实验用水为去离子水。

1.2 实验方法

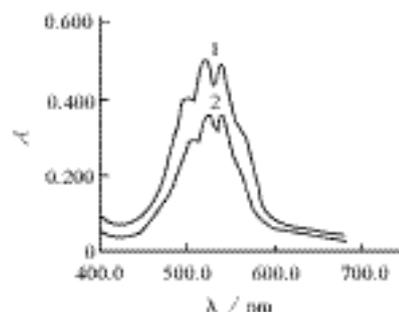
移取一定量的 50 $\mu\text{g/mL}$ 碘化钾标准溶液于 25 mL 比色管中,加入 2.0 mL 硫酸溶液、4.0 mL 高锰酸钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀,以水作参比,用 1 cm 比色皿于波长 525 nm 处测定溶液(称为还原体系)的吸光度 A_1 ,同时以水为参比,测定试剂空白(称为非还原体系)的吸光度 A_2 ,非还原体系的吸光度 A_2 与还原体系的吸光度 A_1 之差 $\Delta A = A_2 - A_1$ 。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

按实验方法,在波长 400 ~ 700 nm 范围内,分别

测定还原体系和非还原体系的吸光度,绘制吸收曲线,如图 1 所示。由图 1 可以看出,碘离子能容易地还原高锰酸根,使高锰酸钾溶液褪色,还原体系和非还原体系的最大吸收波长均在 525 nm 处,且两者在波长 525 nm 处的吸光度之差 ΔA 最大。本实验选择 525 nm 为测定波长。



1—非还原体系(高锰酸钾溶液+硫酸溶液);

2—还原体系(高锰酸钾溶液+硫酸溶液+碘化钾标准溶液)

图 1 吸收曲线

2.2 溶液的酸度

按实验方法,分别以硫酸、盐酸及磷酸为介质进行试验,结果表明,以硫酸为介质的效果最好。当加入 5 mol/L 硫酸溶液 1.0 ~ 2.0 mL 时,吸光度之差 ΔA 最大。本实验选择加入 2.0 mL 5 mol/L 硫酸溶液。

2.3 高锰酸钾溶液的用量

试验结果表明,当 3.24 g/L 高锰酸钾溶液的用量为 3.0 ~ 5.0 mL 时,吸光度之差 ΔA 最大且稳定,本实验选择加入 4.0 mL 3.24 g/L 高锰酸钾溶液。

2.4 反应温度

试验结果表明,当反应温度低于 50℃ 时,吸光度之差 ΔA 随温度的升高略有增大,反应速度加快;

当反应温度高于 70℃ 时,还原体系的吸光度急剧降低且不稳定。因此,本实验选择在室温条件下进行测定。

2.5 反应时间及还原体系的稳定性

试验结果表明,当反应开始 7 min 后,吸光度之差 ΔA 迅速增加,18 min 后达到最大。本实验选择反应时间为 20 min。

试验发现,还原体系的吸光度于室温下至少保持 2 h 不变,证明还原体系很稳定。

2.6 工作曲线及检出限

配制系列浓度的碘化钾标准溶液,按实验方法进行测定,绘制工作曲线,结果表明,碘离子的浓度在 0 ~ 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内与吸光度之差 ΔA 呈良好线性关系,线性回归方程为 $\Delta A = 0.0165c + 0.0041$,相关系数 $r = 0.9987$ 。

按照实验方法对试剂空白进行 11 次测定,得吸光度的标准偏差为 0.93%,以 3 倍标准偏差除以工作曲线的斜率进行计算,得方法的检出限为 0.17 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.7 共存离子的影响

测定 4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 碘离子标准溶液,当相对误差在 $\pm 5\%$ 范围内时,以下离子的共存允许量(倍数)为: K^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} (1 000), Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} (200)。 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Ag^+ 、 S^{2-} 、 Br^- 等干扰测定,但实际食盐样品中这些离子存在的可能性很小,不影响实际测定。

2.8 加标回收试验

按实验方法测定样品溶液,然后加入碘离子标准溶液,进行加标回收试验,计算回收率,结果见表 1。由表 1 可知,碘离子的加标回收率为 91.0% ~ 95.0%。

表 1 加标回收试验结果

样品代号	本底值/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	加入量/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	测得量/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	回收率/ %
1#	4.5	10.0	13.6	91.0
2#	5.6	10.0	14.9	93.0
3#	6.8	10.0	16.0	92.0
4#	7.9	10.0	17.1	92.0
5#	9.0	10.0	18.5	95.0

2.9 样品分析

称取 18.0 g 市售加碘精制盐样品,用适量水溶解并定容至 250 mL。移取 5.0 mL 于 25 mL 比色管中,按实验方法进行测定,测定结果见表 2。由表 2 可知,测定碘离子的相对标准偏差为 0.35% ~ 0.75%。

表 2 样品测定结果 ($n = 5$)

样品代号	测得值/ $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$					平均值/ $\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$	RSD/ %
1#	15.5	15.4	15.5	15.5	15.4	15.46	0.35
2#	15.3	15.2	15.4	15.3	15.4	15.26	0.75

3 结论

以高锰酸根褪色光度法测定食盐中的微量碘离子,方法简便、快速,灵敏度高,加标回收率为 91.0% ~ 95.0%,相对标准偏差为 0.35% ~ 0.75%。

参考文献

- 孙孝祥,修长泽,孙秀云. 火焰原子吸收光谱法间接测定食品中碘. 理化检验:化学分册,2001,37(11):521
- 郭延红,张理平,赵峭梅. 流动注射安培法快速测定食盐中碘. 理化检验:化学分册,2002,38(1):10
- 郭忠先,张淑平. 催化动力学光度法测定微量碘的研究. 分析试验室,1995,14(5):31
- 周同惠,常文保,莫述诚. 国际标准常规分析方法大全. 北京:科学出版社,1998. 372

DETERMINATION OF TRACE IODINE ION IN TABLE SALT BY PERMANGANATE FADING SPECTROPHOTOMETRY

Liu Fengping, Guo Shunzhi, Zhang Xin

(Department of Chemistry, Xiangtan Normal University, Xiangtan 411201, China)

ABSTRACT In diluent sulfuric acid medium, permanganate can be reduced by iodine ion very quickly. The absorbance of potassium permanganate solution at 525 nm would change significantly when iodine ion presents in the solution, and the difference of absorbances is in direct proportion to iodine ion concentration. The optimum reaction conditions were defined, a new method of determining iodine ion by permanganate fading spectrophotometry was set up. The linear range is 0 ~ 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$, the linear regressive equation is $A = 0.0165c + 0.0041$, the correlative coefficient is 0.9987, and the detection limit is 0.17 $\mu\text{g}/\text{mL}$. The method has been used in the determination of iodine ion in table salt, the recovery is 91.0% ~ 95.0%, the relative standard deviation is 0.35% ~ 0.75%.

KEYWORDS fading spectrophotometry, iodine ion, table salt, potassium permanganate, determination