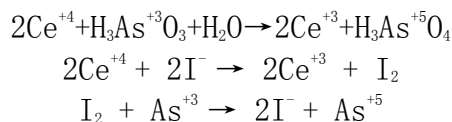


# 上海洪纪仪器设备有限公司

## 食物中碘的测定方法

### 1. 原理

砷铈接触法是利用在酸性环境中碘对亚砷酸与硫酸铈氧化还原反应的催化作用来测定碘含量：



由于 Ce+4 氧化碘离子成元素碘，然而元素碘又被 As+3 还原成碘离子，如此反复直至 As+3、Ce+4 全部消耗为止，当反应条件加以控制时，则反应速度与碘离子浓度成一定数值关系，碘离子越多反应速度越快，根据硫酸铈的退色程度来进行比色定量分析，从而测定出碘的含量。本方法最低检出限 0.001 μg。

### 2. 适用范围

适用于检测各类食物、饲料及生物样品中的碘含量。

### 3. 仪器与设备

- (1) 恒温水浴
- (2) 马福炉
- (3) 烤箱
- (4) 离心机
- (5) 秒表
- (6) 722 分光光度计

### 4. 试剂

本试验所用试剂规格必需在分析纯以上，水为无碘水或去离子水，电阻率在 500 万欧姆以上。

(1) 0.44mol/L 硫酸锌：称取 100g 优级纯硫酸锌溶于少量水中，完全溶解后至于 1L 容量瓶中，加水稀释至刻度。

(2) 0.5mol/L 氢氧化钠：称取 20g 优级纯氢氧化钠溶于少量水中，完全溶解后移入 1L 容量瓶中加水稀释至刻度。

(3) 2.17mol/L 碳酸钾溶液：称取 30g 优级纯碳酸钾溶于少量水中，完全溶解后移入 100ml 容量瓶中，加水稀释至刻度。

(4) 0.005mol/L 亚砷酸溶液：准确称取三氧化二砷 0.986g，溶于温热的 15ml 0.5mol/L 氢氧化钠中，将此液加入 850ml 水中，再加入优级纯浓硫酸 39.6ml，浓盐酸 20ml，加热条件下不断搅拌直至完全溶解，冷却后移入 1L 容量瓶，加水定容至 1000ml。

？三氧化二砷的溶解性较差，如果当时不能完全溶解，可放至过夜后再定容。

(5) 0.02mol/L 硫酸铈：称取硫酸铈 8.087g，溶于水中，加优级纯浓硫酸 44ml，冷却后加水定容至 1000ml。此溶液为杏黄色。

(6) 4.44mol/L 氯化钠：称取优级纯氯化钠 26g，溶解后定容至 100ml。

(7) 碘标准溶液：

A) 碘标准储备液(0.1mg/ml)：准确称取在 110℃ 烘至恒重的优级纯碘酸钾 0.1686g，用少量水溶解后移入容量瓶，最后定容至 1000ml。

B) 碘标准中间液(1 μg/ml)：吸取 1ml (4.1.) 溶液定容至 100ml。

C) 碘标准使用液(0.1 μg/ml)：吸取 1ml (4.2.) 溶液定容至 10ml，用时现配。

# 上海洪纪仪器设备有限公司

## 5. 操作步骤

5.1 称取适量样品放入坩埚中，加入 0.44mol/L 硫酸锌 0.5ml，2.17mol/L 碳酸钾 0.5ml 混匀后放置 1 小时，然后至于 110℃ 烤箱中，烤 14~16 小时，直至完全干燥。  
? 注意：（1）加 ZnSO<sub>4</sub> 和 K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 的目的是为了在灰化时起到固定碘并促进消化的作用，称样量较大时，硫酸锌溶液和碳酸钾溶液的用量可加倍；但称样量不宜过大，否则会造成灰化不完全。（2）在 110℃ 条件下烘烤的目的是为了固定样品中的碘，因此一定要控制好温度，当温度过高时会导致碘的升华，导致测定结果偏低。

5.2 将坩埚置于灰化炉中 550℃ 灰化 4~8 小时，灰化后的样品必须无明显炭粒，呈灰白色，如仍有炭粒，可加一至二滴水再于 110℃ 烤箱中烤干后，进行第二次灰化，直至完全呈灰白色。

? 注意：（1）一般情况下，植物样品灰化 5-6 小时即可呈灰白色，而动物样品尤其是脂肪含量较高的样品需要灰化 8 小时以上方可呈灰白色。（2）灰化炉的升温过程最好分为两个阶段：250℃ 2 小时，550℃ 2-6 小时

5.3 加 5ml 亚砷酸溶液溶解坩埚内的样品，溶液无炭粒悬浮，并且清亮、透明，将液体移入离心管中，3000rpm 离心 5 分钟，取上清液。

? 注意：在坩埚中加入亚砷酸溶液后，要用玻璃棒不断搅拌，使得灰化后的样品完全溶于亚砷酸溶液中。

5.4 在 6 支标准系列管中依次加入 0、0.2ml、0.4ml、0.6ml、0.8ml、1.0ml 碘标准使用液，相当 0、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10 μg 碘。在样品管中加入适量样品液，在标准管和样品管中分别加入亚砷酸溶液，使管中溶液总体积为 5ml，然后均加入 4.44mol/L 氯化钠 0.5ml。

? 注意：如果样品碘含量过高，要用亚砷酸溶液进行一定量的稀释，注意不要用去离子水。

5.5 将以上各管摇匀后，置于 32±0.2℃ 恒温水浴中，同 0.02mol/L 硫酸铈溶液一并保温 10 分钟。

5.6 每隔 30 秒将 0.5ml 0.02 mol/L 硫酸铈加入一管中，迅速摇匀，放回到 32±0.2℃ 恒温水浴中，在第一管加入硫酸铈溶液 15 分钟后每隔 30 秒比色一管，波长为 410nm，比色前用水将仪器调零，读取标准系列管和样品管的吸光度值。

? 注意：加入的硫酸铈溶液的量要准确，否则硫酸铈的褪色速度与碘含量不呈相关性。

## 6. 结果计算

根据该反应原理，在反应中碘化物的催化反应速度随样品中碘化物含量的增多而加快，在半对数坐标中呈直线，故采用标准曲线回归法计算、分析结果，并根据样品吸光度值的对数查出各测定管的碘含量。

$$\log Y = -Bc + \log A$$

式中：

log Y —— 测定样品的吸光度值的对数值

c —— 测定样品管中的碘含量（由计算器直接得出），μg；

B —— 曲线的斜率

log A —— 曲线的截距

测得样品管及试剂空白管的碘含量后，根据下式计算样品中的碘浓度：

$$X = \frac{f \cdot (c - c_0)}{M} \times 100$$

# 上海洪纪仪器设备有限公司

---

式中：

X——测定样品中的碘浓度， $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；

c——测定样品管中的碘含量（由计算器直接得出）， $\mu\text{g}$ ；

c0——试剂空白液的碘含量， $\mu\text{g}$ ；

f——稀释倍数；

m—样品质量，g。

## 7. 注意事项

（1）实验所用的各种玻璃容器，如试管、坩埚、刻度吸管、移液管等要用 2 mol/L 的盐酸浸泡 2 小时，然后再用无碘水进行冲洗。

（2）实验台及烤箱内壁要定期用硫代硫酸钠溶液清洗，以便去除残留在实验台表面或烤箱内壁的碘。

（3）碘测定实验台要相对独立，尽量和其他实验台隔离开，以免造成污染；实验所用各种容器不要与其他实验容器混用，以免造成污染。