

离子色谱法分析加碘食盐中的微量碘

傅厚墩* 赵俐敏 张艳丽

(江汉大学城建环境保护系, 武汉 430010)

摘要 研究了离子色谱法分析加碘食盐中的微量碘的分析方法。用硫化钠将加碘盐中的碘酸根还原成碘离子, 用乙醇提取碘离子, 用较高浓度的碳酸钠-碳酸氢钠淋洗液; 紫外检测波长 215 nm; 碘的回收率在 96.1% ~ 99.8% 之间。方法简便、快速。

关键词 离子色谱, 加碘盐, 碘

1 引言

有关专家认为, 防治碘缺乏病最简单、有效、安全的方法是食用加碘盐。因此, 测加碘盐中的碘的含量对保证加碘盐的质量非常重要。国家标准^[1]是用容量法测加碘盐中的碘。离子色谱法测加碘食盐中的微量碘国内外早有报道^[2,3], 但他们是直接测加碘盐中的碘离子, 由于国标 GB5461-92(食用盐)的实施, 加碘盐中所加的碘不再是碘化钾而是碘酸钾。因此, 我们先需设法将加碘盐中碘酸根转化成碘离子。他们是采用脉冲安培检测器检测离子, 由于脉冲安培检测器碘离子灵敏度特别高, 可将碘盐高倍稀释后直接进样。但由于脉冲安培检测器的应用范围较窄等原因, 离子色谱用户很少配置, 故我们尝试用应用范围较广的紫外检测器检测。由于紫外检测碘离子的灵敏度低于脉冲安培检测器, 将碘盐高倍稀释后用紫外检测碘离子检测不出来, 如果碘盐稀释不够, 基体大量的氯离子又会超过色谱柱的柱容量, 使分析无法进行。我们选用乙醇作为提取剂, 将加碘盐中的由碘酸根转化成的碘离子提取, 适当稀释后进行分析, 获得了令人满意的结果。

2 实验部分

2.1 仪器及主要试剂

2010i 型离子色谱仪(美国戴安公司), WLS-1 型往复式螺旋双柱塞泵(自制)。

氯化钠、碘化钾、碘酸钾、硫化钠、乙醇、碳酸钠、碳酸氢钠均为分析纯。

2.2 色谱条件

HPIC-AS3 阴离子分离柱, 柱长 250 mm, 内径 3 mm; 淋洗液: 10 mmol/L 的碳酸钠-2 mmol/L 的碳酸氢钠水溶液, 淋洗液流速: 1 mL/min; 检测器: 紫外, 检测波长: 215 nm; 进样量: 50 μ L。

2.3 实验方法

准确称取加碘食盐 5 g, 加 10 mL 去离子水, 5% 硫化钠 3 滴, 搅拌, 超声震荡 25 min, 用小火烘干。称取经还原处理了的干燥加碘盐 5 g, 加 95% 乙醇 50 mL, 搅拌, 超声震荡 25 min, 取 25 mL 提取液用孔径为 0.45 μ m 的微孔滤膜过滤, 加去离子水定容到 50 mL, 进样, 记录色谱图。

3 结果与讨论

3.1 加碘盐中碘离子的提取

符合国家标准的加碘盐中氯化钠的含量接近 100%, 碘的含量在 20 ~ 40 mg/kg^[1]。大量的

氯离子注入色谱柱会超过柱容量而无法准确分析加碘盐中的微量碘,因此需设法将加碘盐中的微量碘提取出来。由于碘离子的疏水性^[3]远远大于氯离子,则碘离子在有机溶剂中的溶解度远远大于氯离子在有机溶剂中的溶解度,又由于乙醇无毒、价廉,我们选用乙醇作提取剂,实验证明,乙醇提取效果很好,排除了氯离子的干扰。

3.2 还原剂的选择

我们选用了水合肼、对苯二酚、硫化钠、硫代硫酸钠作为还原剂进行实验,实验证明,水合肼、对苯二酚不行;硫化钠及硫代硫酸钠还原碘酸钾都有很好的还原效果。但实验证明(文献[3]亦报道)硫代硫酸钠与阴离子交换柱的亲合力太大,过量的硫代硫酸根(这是还原完全所必须的)会大大延长分析时间;用硫化钠作为还原剂时,过量的硫离子保留时间短,也不会干扰碘离子的检出,见图1。用自制加碘盐做硫化钠还原碘酸钾试验,硫化钠还原碘酸钾的转化率在98%以上。

3.3 超声震荡提取时间的选择

为了加快从加碘盐中提取碘离子的速度,我们选用超声波震荡提取。实验证明,当震荡时间在0~20 min之间,提取液中碘离子的浓度随提取时间的加长增加较明显。当震荡时间超过20 min,提取液中碘离子的浓度无明显增加,用自制加碘盐做乙醇提取碘的回收率试验,乙醇提取碘的回收率在98.2%~99.9%之间,我们选用25 min的震荡时间。

3.4 检测器的选择

脉冲安培检测器测碘离子的灵敏度最高^[3],但脉冲安培检测器一般用户很少配置,紫外检测较电导检测测碘离子灵敏度高,故我们选择紫外检测器。碘化钾水溶液的紫外光谱图显示,碘离子在波长215 nm处有较强吸收,故我们选择检测波长为215 nm。

3.5 方法的回收率、重现性、线性范围及检测限

将市售加碘盐按上述方法处理后进行离子色谱分析,结果见表1。与国标测定法^[1]的测定结果对照,非常接近。5次平行实验,相对标准偏差在1%以下。将淋洗液配制在碘离子含量为0.2、0.5、1、2、4、6、10 mg/L的标准溶液进样检测,峰面积与浓度线性关系良好;回归方程为 $Y = 153.81 + 4920.69X$;相关系数为0.9994。以噪音的2倍作为检测限的标志,测得此条件下碘离子的最小检测浓度为 6.71×10^{-5} g/L,根据预处理过程,通过换算,此法测加碘盐中的碘的最小含量为1.34 mg/kg。

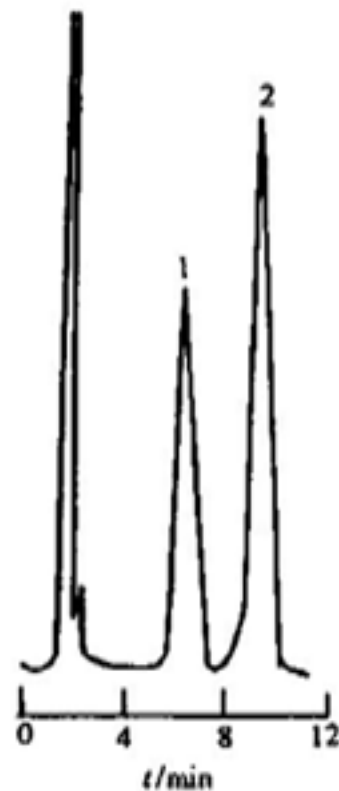


图1 加碘食盐的离子色谱图
Fig. 1 Ion chromatogram of iodized salt
1. S²⁻; 2. I⁻。

表1 样品测定的结果

Table 1 Analytical results of the sample

样号 Sample No.	碘含量 Obtained of iodine (mg/kg)	加标量 Added (mg/kg)	加标后碘含量 Obtained of iodine after addition (mg/kg)	回收率 Recovery (%)
1	20.07	20	39.69	98.1
2	45.18	35	80.11	99.8
3	14.20	16	29.58	96.1

References

- 1 *National Standard of P. R. China*(中华人民共和国国家标准)(GB5461-92), *Edible Salt* (食用盐). 1992
- 2 Rocklin R D, Johnson Edward L. *Anal. Chem.*, 1983, 55(1):4~7
- 3 Mou Shifen(牟世芬), Liu Kailu(刘开录). *Ion Chromatography*(离子色谱). Beijing(北京): Science Press(科学出版社), 1986

High Performance Ion Chromatographic Determination of Iodine in Iodized Salt

Fu Houtun*, Zhao Limin, Zhang Yanli

(Department of Urban and Environmental Protection, Jiangnan University, Wuhan 430010)

Abstract A high performance ion chromatographic (HPIC) system was developed for the determination of iodine in iodized salt. Iodate was reduced into I^- by Na_2S and extracted by ethanol. Concentrated Na_2CO_3 - $NaHCO_3$ solution was selected as eluents and the detection was completed by using an UV detector at 215 nm. The recovery of iodine was 96.1% ~ 99.8% and RSD was < 1%. The method is simple and rapid.

Keywords Ion chromatography, iodized salt, iodine

(Received 15 August 1998; accepted 10 November 1998)