

# 丁基罗丹明 B 氧化褪色光度法测定食盐中的碘含量 Spectrophotometric Determination of Iodine in Table Salt by Oxidation-Decoloration of Butyl Rhodamine B

唐宁莉

TANG Ning-li

(桂林工学院材料与化学工程系, 广西桂林 541004)

(Department of Material and Chemical Engineering, Guilin Institute of Technology, Guilin, Guangxi, 541004, China)

**摘要:**在  $H_2SO_4$  介质中, KBr 存在下, 碘酸根氧化丁基罗丹明 B 使之褪色, 褪色程度与碘酸根的量有关, 据此建立了褪色光度法测定碘的新方法。新方法用于测定加碘食盐中碘含量的最大吸收波长为 560nm, 碘浓度在 0~400 $\mu g/L$  范围内与丁基罗丹明 B 褪色程度呈线性关系, 表观摩尔吸光系数  $\epsilon_{560} = 9.27 \times 10^4 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ 。新方法的灵敏度高, 室温可以进行反应, 操作简便, 用于加碘食盐中碘含量测定的结果令人满意。

**关键词:**碘 食盐 丁基罗丹明 B 氧化褪色 分光光度法

**中图分类号:** O657.32 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-9164(2006)02-0121-03

**Abstract:** A new sensitive method has been developed for the determination of iodine by oxidation-decoloration of butyl rhodamine B. The colour system has a maximum absorption at 560nm in the medium of  $H_2SO_4$ -KBr with a molar absorptivity of  $9.27 \times 10^4 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ . Beer's law is obeyed in the range of 0~400 $\mu g/L$  of iodine. The method has been applied to the determination of iodine in table salt with satisfactory results.

**Key words:** iodine, table salt, butyl rhodamine B, oxidation-decoloration, spectrophotometry

碘是人体生长发育、新陈代谢不可缺少的营养元素。人体缺碘会引起甲状腺肿大, 导致甲状腺功能紊乱, 身体免疫功能下降。防止碘缺乏病, 最简单的方法是在食用盐中加碘。食用盐中加入的是碘酸钾, 利用碘酸钾的氧化性测定碘酸根的方法已有很多<sup>[1~3]</sup>, 文献[2]以罗丹明 B 为显色剂, 建立了加碘食盐中微量碘的测定方法, 其表观摩尔吸光系数为  $2.27 \times 10^4 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ 。我们通过实验发现, 在  $H_2SO_4$  介质中, KBr 存在下, 碘酸根对丁基罗丹明 B 有较强的氧化褪色作用, 碘浓度在 0~400 $\mu g/L$  范围内与吸光度的减少值呈正比, 表观摩尔吸光系数为  $9.27 \times 10^4 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$ , 灵敏度是文献[2]的 4 倍, 是氧化褪色光度法中灵敏度较高的方法, 且反应在室温就可进行, 操作简便, 用于加碘食盐中微量碘的测定, 获得满意结果。利用碘酸钾对丁基罗丹明 B 的氧化褪色作用所建立的方法尚未见文献报道。

收稿日期: 2005-06-29

修回日期: 2005-09-19。

作者简介: 唐宁莉(1965-), 女, 广东龙川人, 副教授, 主要从事分子光谱分析。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

722 型光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂生产)。

$H_2SO_4$  溶液: 4.5mol/L; KBr 溶液: 0.4mol/L; 碘标准液: 精确称取 0.1686g 优级纯碘酸钾, 用适量水溶解后, 定容于 100ml 容量瓶中, 制成含碘 1mg/ml 的溶液, 用时稀释至 10  $\mu g/ml$  的标准工作溶液; 丁基罗丹明 B 溶液(BRB):  $2.5 \times 10^{-4}$  mol/L; 食盐(市售)。以上溶液均由分析纯试剂及蒸馏水配制。

### 1.2 实验方法

取 2 支刻度相同的 25ml 比色管, 分别加入  $2.5 \times 10^{-4}$  mol/L 丁基罗丹明 B 溶液 1ml, 4.5mol/L  $H_2SO_4$  溶液 2ml, 0.4mol/L KBr 溶液 1.5ml, 然后在 1 支比色管中加入 1ml 的碘标准工作液(含碘为 10 $\mu g$ )。2 支比色管用水定容至 25ml 刻度, 摇匀, 于室温下放置 30min 后, 在 722 型光栅分光光度计上, 用 1cm 比色皿, 以蒸馏水作参比, 于 560nm 处分别测定空白溶液与含碘溶液的吸光度  $A_0$  和  $A_1$ , 计算  $\Delta A =$

$A_0 - A_1$ 。

## 2 结果与分析

### 2.1 反应体系的吸收光谱

按实验方法操作,分别测定空白溶液与含碘溶液在波长 500~600nm 之间的吸光度值  $A_0$ 、 $A_1$ , 作出吸收光谱如图 1。由图 1 可知,两者的最大吸收波长均在 560 nm 处,所以选择 560nm 作为测定波长。

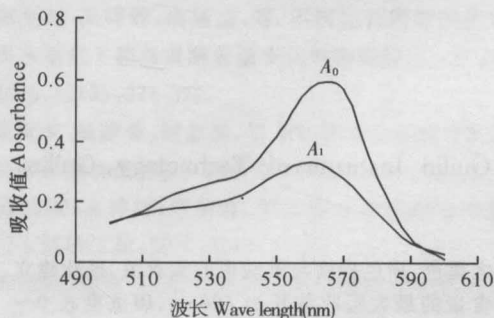


图 1 吸收光谱

Fig. 1 Absorption spectra

$A_0$ :空白溶液,水为参比; $A_1$ :含碘溶液,水为参比。

$A_0$ :Blank, water as CK;  $A_1$ :Blank + 10 $\mu$ g iodine, water as CK.

### 2.2 硫酸用量

由表 1 可知,当硫酸用量为 1~1.5ml 时, $\Delta A$  值随硫酸用量的增大而增大,当硫酸加入量在 1.5~2.5ml 范围内, $\Delta A$  值较大且稳定,大于 2.5ml 后, $\Delta A$  值随硫酸用量的增大而减小,本文选择硫酸加入量为 2ml。

表 1 硫酸用量的影响

Table 1 Effect of sulfuric acid concentration

$V_{H_2SO_4}$ (ml)	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$	$V_{H_2SO_4}$ (ml)	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$
1.0	1.030	1.137	0.107	3.0	0.598	0.763	0.165
1.5	0.862	1.060	0.198	4.0	0.495	0.628	0.133
2.0	0.714	0.936	0.222	5.0	0.436	0.514	0.078
2.5	0.653	0.864	0.211				

### 2.3 丁基罗丹明 B 用量

从表 2 可知当丁基罗丹明 B 用量为 0.5~1.0ml 时, $\Delta A$  值随其用量的增大而增大,当加入量为 1.0ml 时, $\Delta A$  值最大,大于 1.0ml 后, $\Delta A$  值随其用量的增大而减小,选择丁基罗丹明 B 用量为 1.0ml。

表 2 丁基罗丹明 B 用量的影响

Table 2 Effect of butyl rhodamine B

$V_{BRB}$ (ml)	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$	$V_{BRB}$ (ml)	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$
0.5	0.055	0.277	0.222	1.5	0.502	0.742	0.240
0.8	0.169	0.434	0.265	1.8	0.652	0.879	0.227
1.0	0.246	0.530	0.284	2.0	0.750	0.960	0.210
1.2	0.337	0.616	0.279	2.5	0.960	1.110	0.150

### 2.4 溴化钾用量

表 3 结果表明,褪色体系的反应速度与溴化钾的用量有密切的关系,加入适量的溴化钾后,反应速度大大加快。当 0.4mol/L KBr 用量在 1~2.5ml 时吸光度差值  $\Delta A$  最大且稳定。本实验溴化钾用量选用 1.5ml。

表 3 溴化钾用量的影响

Table 3 Effect of potassium bromide

$V_{KBr}$ (ml)	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$	$V_{KBr}$ (ml)	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$
0.5	0.420	0.612	0.192	2.5	0.354	0.616	0.262
1.0	0.345	0.613	0.268	3.0	0.364	0.616	0.252
1.5	0.356	0.616	0.260	3.5	0.360	0.611	0.251
2.0	0.352	0.620	0.268				

### 2.5 反应温度

由表 4 可知,反应体系在 30~70 $^{\circ}$ C 范围内,温度对吸光度的影响不大。本实验选择在室温反应,便于操作。

表 4 反应温度对  $\Delta A$  的影响

Table 4 Effect of temperature

$T(^{\circ}C)$	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$	$T(^{\circ}C)$	$A_1$	$A_0$	$\Delta A$
30	0.358	0.567	0.207	70	0.353	0.568	0.215
40	0.355	0.569	0.214	80	0.382	0.574	0.192
50	0.356	0.565	0.209	100	0.408	0.584	0.176
60	0.356	0.569	0.213				

### 2.6 反应时间及体系的稳定性

实验结果表明反应进行 30min 后, $\Delta A$  值基本稳定,并在 3h 内基本保持不变。本实验选择在室温放置 30min 后进行测定。

### 2.7 标准曲线及灵敏度

由于测定的样品是食盐,而食盐中含有大量的 NaCl,为了消除 NaCl 引起的干扰,在实验过程中,按实验方法操作,在每支比色管中加入 0.1g 的 NaCl,然后分别测定加入不同量碘标准溶液的吸光度,以  $\Delta A$  对浓度绘制标准曲线显示,碘含量在 0~400 $\mu$ g/L 范围内与  $\Delta A$  呈良好的线性关系,其线性回归方程为: $\Delta A = 0.731 C(\mu\text{g/L}) - 0.0054$ ,  $r = 0.9916$ 。

由回归方程的斜率计算得表观摩尔吸光系数  $\epsilon_{560} = 9.27 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

### 2.8 体系的精密度

按实验方法操作,分别平行测定 9 次空白和含 10 $\mu$ g 碘标液的吸光度,其相对标准偏差分别为 0.56% 和 1.5%。说明此方法的精密度较好。

### 2.9 共存离子的影响

按实验方法操作,在 25ml 溶液中,对 10 $\mu$ g 碘进行测定,当相对误差  $\leq \pm 5.0\%$  时,各种常见离子的允许量 ( $\mu\text{g}$ ) 为:  $\text{Cl}^- (2.0 \times 10^4)$ ,  $\text{Na}^+ (1.0 \times 10^4)$ ,  $\text{Ni}^+$

(150),  $\text{NH}_4^+$  (100),  $\text{Zn}^{2+}$  (75),  $\text{Fe}^{3+}$  (62),  $\text{Mg}^{2+}$  (40),  $\text{Ca}^{2+}$  (34),  $\text{Pb}^{2+}$  (30),  $\text{Al}^{3+}$  (25),  $\text{Cu}^{2+}$  (20),  $\text{MnO}_4^-$  (1.0),  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  (0.6),  $\text{Ag}^+$  (0.4),  $\text{Ce}^{4+}$  (0.05)。干扰较大的主要是  $\text{Ag}^+$  和有氧化性的  $\text{MnO}_4^-$ 、 $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ 、 $\text{Ce}^{4+}$ 。食盐中不存在这些离子,因此不予考虑。

### 3 实例分析

准确称取市售加碘食盐样品10g于烧杯中,加少量水溶解后定容至100ml。吸取3ml样品溶液,按实验方法测定(空白中加入0.1gNaCl)碘的含量,平行测定5次的结果见表5。再吸取1ml样品溶液,加入5 $\mu\text{g}$ 碘标液,按实验方法测定(空白中加入0.1gNaCl)碘的含量。平行测定5次,并计算回收率,结果见表6。

表6 回收率测定结果

Table 6 Determination results of recovery

样品 Sample	本底值 Original ( $\mu\text{g}$ )	加标量 Added ( $\mu\text{g}$ )	测定值 Found( $\mu\text{g}$ )					平均值 Average	回收率 Recovery(%)					RSD (%)	
			1	2	3	4	5		1	2	3	4	5		平均 Average
食盐1 Table salt 1	3.01	5	8.27	8.01	8.13	8.11	7.88	8.08	105	100	95	102	97	99.8	4.0
食盐2 Table salt 2	2.78	5	7.94	7.69	7.98	8.04	7.59	7.85	103	98	104	105	96	101.2	3.9

#### 参考文献:

- [1] 韩长秀,冯尚彩. 二甲基黄褪色光度法测定微量碘[J]. 理化检验:化学分册,2004,40(7):384-386.  
 [2] 黄典文,殷连寿,罗丹明 B 褪色光度法测定加碘盐中碘

表5 样品分析结果

Table 5 Analytical results of samples

样品 Sample	测定值 Found( $\mu\text{g}$ )					平均值 Average	RSD (%)	含碘量 Content of iodine (mg/kg)
	1	2	3	4	5			
食盐1 Table salt 1	9.02	9.12	8.99	9.09	8.99	9.04	0.66	30.1
食盐2 Table salt 2	8.34	8.40	8.34	8.23	8.40	8.34	0.83	27.8

由表5和表6可以看出,样品分析结果的 RSD 为 0.66%~0.83%,平均回收率为100.5%,符合微量分析的要求。

[J]. 冶金分析,2004,24(1):55-56.

- [3] 黄典文,尚红霞,陈哲冲. 氧化邻苯三酚红褪色光度法测定食盐中碘[J]. 分析化学,2000,28(7):917.

(责任编辑:邓大玉)

## 法国开发出液体“露珠”镜头

透过一滴露珠,可以看清整个世界,人们在日常生活中往往忽视的细节被法国科学家捕捉到,并突发奇想,开发出不用机械部件就可对焦的液体“露珠”镜头。

液体镜头是将水溶液和油密封在金属筒中,通过控制两种液体交界面的曲面半径调节焦距。当需要聚焦和变焦时,电子程序只需改变两极电压来修改两滴液体的外形,就可达到目的。与传统镜头相比,这种镜头体积很小、价格低、耗电量小、变焦速度只有0.02s、成像质量好。目前,全球许多手机生产厂商都已经准备广泛采用这种液体“露珠”镜头,推出可自动对焦拍照的手机。

一些专业媒体认为,法国科学家的这个奇想,有望改变光学领域的研究方向。液体“露珠”镜头由于省却了机械镜头大量的机械动作,可以大大延长使用寿命。此外,由于体积非常小,它有望在未来取代相机、内窥镜、光网络设备、遥测设备、军用光学设备以及其他市场中的小型玻璃和塑料镜头。

(据《科学时报》)