

李攀攀, 崔琬晶, 侯红芳, 等. 自制 Z - II 碘探针应用于快速测定食盐及海带中的无机碘和有机碘[J]. 岩矿测试, 2020, 39(1): 108 - 114.

LI Pan - pan, CUI Wan - jing, HOU Hong - fang, et al. Rapid Determination of Inorganic and Organic Iodine in Edible Salt and Kelp Samples by a Z - II Iodine Probe[J]. Rock and Mineral Analysis, 2020, 39(1): 108 - 114.

【DOI: 10. 15898/j. cnki. 11 - 2131/td. 201904260049】

自制 Z - II 碘探针应用于快速测定食盐及海带中的无机碘和有机碘

李攀攀¹, 崔琬晶¹, 侯红芳¹, 郑静雨¹, 潘秀云², 郭亚飞^{1*}, 邓天龙¹

(1. 天津市海洋资源与化学重点实验室, 天津科技大学化工与材料学院, 天津 300457;
2. 益盐堂(应城)健康盐制盐有限公司, 湖北 武汉 432400)

摘要: 目前食盐和海带产品中碘含量分析主要是总碘含量测定, 而无机碘与有机碘形态分析主要依靠大型精密仪器联用技术。本文研制了一种基于硫化碘化银法研制的全固态、无内参液的晶体膜电极(Z - II 碘探针), 采用聚四氟乙烯消化罐微波消解技术, 建立了食用盐及海带中的无机碘及有机碘含量测定方法。实验结果表明: 食盐中无机碘含量为 20mg/kg, 有机碘含量为 2mg/kg, 海带中有机碘含量为 2.9×10^3 mg/kg。无机碘及有机碘含量分别在 10 ~ 100mg/kg 范围内线性关系良好, 加标回收率为 97.1% ~ 101.0%, 检出限均为 1mg/kg。本方法应用于食盐和海带实际样品中的碘含量测定, 无机碘和有机碘测定结果的相对标准偏差(RSD)分别小于 0.92% 和 2.49%, 且测定结果与国家标准方法和紫外分光光度法的测定结果基本一致。该方法具有试剂耗量少、成本低的特点, 操作方便, 可应用于有机碘和无机碘含量的测定。

关键词: 探针; 快速测定; 有机碘; 无机碘; 食盐; 海带

要点:

- (1) 将碘感应材料电镀在金属上制作了新型 Z - II 碘探针。
- (2) 碘探针应用于食盐与海带中有机碘及无机碘含量的快速准确测定。
- (3) 使用密闭聚四氟乙烯消化罐微波加热消解有机碘, 避免了消解有机碘过程中碘损失。

中图分类号: O657.15 文献标识码: A

碘作为人体的必需微量元素之一, 在营养学研究中具有重要意义。在人体中, 甲状腺激素具有影响机体代谢、生长发育和脑发育的生理作用, 而碘是合成甲状腺激素不可或缺的重要原料^[1-2], 它的缺乏会导致甲状腺肿大等疾病出现以及会损害身体和大脑的早期发育, 甚至影响正常的生理、心理活动的发展^[3]。碘在食物中的含量低且不均一, 导致人群

普遍缺碘, 而且碘不能在体内合成, 只能通过机体从外界获取。联合国儿童基金会(UNICEF)和世界卫生组织(WHO)宣布食盐普遍性碘化是解决缺碘的一种安全、具有成本效益和可持续性的方法。我国一些地区仍然存在非碘盐流通, 以及碘盐储存方法不当问题, 出现碘缺乏、碘过量等引发的疾病^[4-6]。因此, 加强食盐及食用海带中碘的含量检测至关重要。

收稿日期: 2019 - 04 - 26; 修回日期: 2019 - 08 - 06; 接受日期: 2019 - 10 - 21

基金项目: 国家自然科学基金项目“离子膜烧碱生产中高盐卤水体系微量碘净化的热力学与热动力学研究”(21773170); 湖北省技术创新专项重大项目“特种食用盐绿色生产关键技术研究”(2019ACA149); 天津市自然科学基金重点项目“离子膜烧碱生产中原盐水净化除碘关键技术研究”(18JCZDJC10040); 教育部创新研究团队“卤水资源综合利用”(IRT - 17R81)

作者简介: 李攀攀, 硕士研究生, 化学工程与技术专业。E - mail: lipanpan0627@163.com。

通信作者: 郭亚飞, 博士, 副教授, 硕士生导师, 从事卤水资源综合利用研究。E - mail: guoyafei@tust.edu.cn。

目前碘的测定方法较为成熟,主要有:分光光度法,该方法简单快速,但线性范围窄(1~5mg/L)、干扰因素多^[7-10];容量法适用于常量总碘含量的测定^[11];原子光谱法的精密度较高,但灵敏度较低^[12];电感耦合等离子体质谱法的灵敏度高、检出限低,但仪器昂贵,操作复杂、不易于携带^[13-15]。对于海藻碘盐以及含海藻碘的食品中的有机碘含量没有统一的测试标准,在现有的总碘含量测定中,样品中有机碘消解常采用碱石灰法、强酸消化、双氧水等方法,但碱石灰法操作繁琐,温度高且不易掌握,污染大,碘损失大;强酸消化采用发烟酸,碘单质易随挥发性酸一起挥发升华;双氧水分解出来的氧可氧化碘离子成为游离碘^[16-21]。本文利用电极法测试碘含量的优势,采用新型工艺将碘感应材料电镀在金属上制作了新型 Z-Ⅱ 碘探针,并采用磷酸使用密闭聚四氟乙烯消化罐微波加热消解有机碘(磷酸既是腐蚀性的中强酸,氧化性很低,也不挥发不分解),建立了一种新型的食用盐及海带中的碘含量测定方法^[22-25]。

1 碘探针的工作原理及结构

自制的 Z-Ⅱ 探针为采用硫化碘化银法制作的全固态,无内参液晶体膜电极,具有成本低、操作简单、高精密度的特点。探针为指示探针和参比探针组合的复合探针,由引线分别引出,电线红线为碘探针,黄线为氯化银参比电极探针,多余一根(白线)接屏蔽线,屏蔽线注意要接好离子计仪器的屏蔽端子。电极具有记忆效应和漂移,用自来水冲洗可加快探针电压回归,每完成一次测试,用冲洗粉抛光一次直到把金属丝露出,电极寿命完结。

2 实验部分

2.1 仪器及工作参数

Z-Ⅱ 型碘探针;聚四氟乙烯消解罐;美国 CEM 公司 MARS-X 微波消解仪;电子天平(FA2104N,上海精密科学仪器有限公司);精密 pH 计(pH7310,德国 WTW);电化学工作站(LK2010,天津市兰力科化学电子高科技有限公司);艾科浦超纯水机(重庆颐洋公司,中国);紫外分光光度计(UV-2000,尤尼柯仪器有限公司,上海)。

2.2 标准溶液和主要试剂

2.2.1 标准溶液

无机碘标准溶液。①无机碘标准储备液(1mg/mL)配制:精密称取 0.16860g 碘酸钾,用二次水稀释至 100mL,倒入高密度聚乙烯瓶中。②无机

碘标准工作溶液配制:取 5 个 100mL 容量瓶中,用 20g/L 氯化钠溶液作为稀释剂,分别稀释获得 1mg/L、0.6mg/L、0.4mg/L、0.2mg/L、0.1mg/L 的不同无机碘标准溶液。

有机碘标准溶液:不同浓度的有机碘标准溶液配制方法同无机碘标准工作溶液。标准溶液微波消解方法:取不同浓度的有机碘标准溶液 10mL,分别置于 50mL 消解罐中,加入消解液 1mL,再放入微波炉,在微波炉温 180℃、压力 0.2MPa 条件下消解 6min,冷却至室温。

高含量有机碘标准溶液:有机碘标准储备液配制方法同无机碘标准储备液。有机碘标准溶液配制:取有机碘标准储备液 20mL,用蒸馏水液稀释至 1L,浓度为 20mg/L,再用蒸馏水逐级稀释至 1mg/L、2mg/L、3mg/L、5mg/L、10mg/L,消解方法同上。

2.2.2 主要试剂

碘酸钾(优级纯,天津一方科技有限公司);氯化钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);无水亚硫酸钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);85%磷酸(分析纯,天津一方科技有限公司);氢氧化钾(分析纯,上海迈瑞尔化学技术有限公司);总离子强度调节缓冲液 TISAB(无水亚硫酸钠 1g,用二次水稀释至 1L,加入磷酸 2mL);消解液(氢氧化钾 10g,用二次水 100mL 稀释);还原液(无水亚硫酸钠 1g,用二次水稀释至 100mL);pH 值调节液(85%磷酸 7mL,用二次水稀释至 93mL)。

实验所用水均为二次水(电阻率 $\leq 1 \times 10^{-4}$ S/m,pH=6.60)。

2.3 样品分析

2.3.1 实验样品

食盐(中盐舞阳盐化有限公司):包括加碘精制盐、低钠盐、海藻加碘食盐三种。海带取于福建省霞浦(无添加且自然晾晒),用二次水洗去表面盐颗粒及其他附着物,直至干净,晾干,置于烘箱中在 60℃ 下干燥 48h,于高速粉碎机粉碎后取 1g 样品置于烘箱中 60℃ 下保持 20h,取出置于干燥器中冷却至室温。

2.3.2 样品前处理

食盐有机碘测定样品前处理^[26]:精确称取三种食盐样品各 0.20000g 分别倒入微波消解罐,加入二次水 10mL 完全溶解碘盐,加入消解液 1mL,微波消解后有机碘转化为无机碘,加入还原液 1mL,pH 值调节液 3mL,定容至 15mL,待测定。

海带有机碘测定样品前处理^[27]:精确称取 1.00000g 海带样品倒入微波消解罐,加入 10mL 消

解液进行微波消解,待冷却至室温再次消解,如此反复两三次后,取已消解样品溶液的上清液 0.1mL,加二次水 9.9mL 稀释,再加入消解液 1mL、还原液 1mL、pH 值调节液 3mL,定容至 15mL,待测定。

2.4 标准溶液曲线测定

将碘探针垂直插在待测溶液中,使用电化学工作站开路电势测其电势,待其电势值稳定后 3min 读取数值并记录,绘制标准曲线。每完成一次测试,用自来水冲洗加快探针电压回归,再用蒸馏水冲洗后擦干待使用。

2.4.1 无机碘标准溶液工作曲线

取配制的不同浓度无机碘标准溶液 10mL,加入总离子强度调节缓冲液 (TISAB) 5mL,分别放置在高密度聚乙烯瓶中,配制成无机碘工作标准溶液浓度分别为:0.1、0.2、0.4、0.6、1.0、2.0mg/L^[28]。使用探针和电化学工作站对无机碘标准工作溶液进行测定并记录电压值,测定数据列于表 1。可以得出食盐中无机碘标准溶液工作曲线的回归方程为 $y = 23.03\ln(x) + 9.62$,线性范围为 10 ~ 100mg/kg,相关系数为 0.9934,线性良好。并绘制无机碘标准溶液工作曲线如图 1a 所示。

2.4.2 有机碘标准溶液工作曲线

取消解好的各浓度有机碘标准溶液,加入还原液 1mL、pH 值调节液 3mL,酸碱反应冷却后定标,定容容量为 15mL,分别放置在高密度聚乙烯瓶中进行测定并记录电压值,测定数据列于表 1。可以得出食盐中有机碘含量标准曲线回归方程为 $y = 22.28\ln(x) + 18.32$,线性范围为 10 ~ 100mg/kg,相关系数为 0.9960,线性良好。并绘制无机碘标准溶液工作曲线如图 1b 所示。

2.4.3 高浓度有机碘标准溶液工作曲线

取消解好的各浓度含碘物质碘标准溶液 10mL,加入还原液 1mL、pH 值调节液 3mL,酸碱反应冷却后定标,定容容量为 15mL,分别放置在高密度聚乙烯瓶中进行测定并记录电压值,测定数据列于表 1,工作曲线如图 1c 所示。高浓度有机碘工作曲线回归方程为 $y = 15.17\ln(x) + 318.89$,线性范围为 1 ~ 20g/L,相关系数为 0.9994,线性关系良好。

3 结果与讨论

3.1 方法精密度

取三个食盐样品,按照上述 2.3.2 节的方法,每个样品重复测定 3 次并记录电压,按标准曲线法计算无机碘含量。由表2测定结果可见,碘测定结果

表 1 无机碘和有机碘标准溶液工作溶液中碘含量的相关测定数据

Table 1 Determination data of iodine content in iodine standard working solution

标准溶液浓度 (mg/L)	食盐样品		标准溶液浓度 (mg/L)	含碘物质样品 高浓度有机碘 (mV)
	无机碘 (mV)	有机碘 (mV)		
0.1	58.90	-	1	318.92
0.2	64.39	71.11	2	329.90
0.4	77.82	83.32	3	335.40
0.6	86.37	93.69	5	342.72
1.0	98.58	105.29	10	353.71
2.0	117.50	121.79	20	364.70

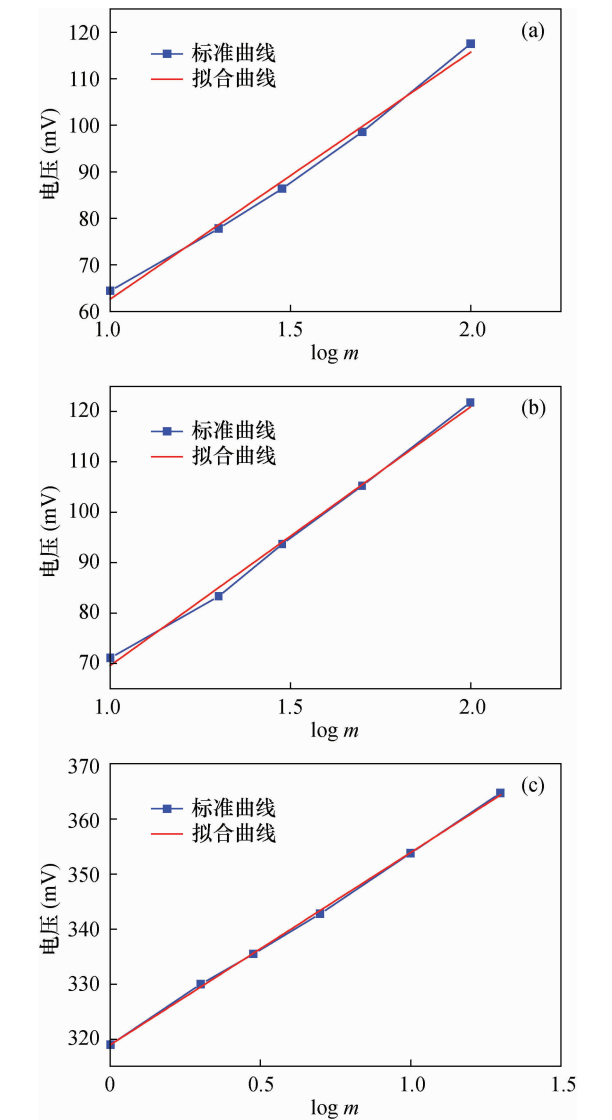


图 1 无机碘 (a)、有机碘 (b) 和高浓度有机碘 (c) 标准溶液工作曲线

Fig. 1 Calibration curves of (a) inorganic iodine, (b) organic iodine and (c) high concentrations of organic iodine standards solutions

的相对标准偏差(RSD)均小于 0.92%,说明该方法对碘测定的精密度良好。同样的,通过测定海藻加碘食盐中的无机碘含量,再用微波消解同样质量的海藻加碘盐中总碘含量测定,差减法即可求得有机碘含量。由表 3 测定结果可见,有机碘离子测定结果的 RSD 均小于 2.49%,说明该方法精密度良好。同时,将测定结果与 GB/T 13025.7—1999《制盐工业通用试验方法 碘离子的测定》和紫外分光光度计法^[29]测定结果对照见表 4 和表 5,表明建立的测定方法可靠。

表 2 食盐中无机碘离子含量测定结果

Table 2 Analytical results of inorganic iodine contents in eatable salt samples

样品	无机碘离子含量(mg/kg)				RSD (%)
	本法分次测定值			平均值	
加碘精制盐	19.87	19.99	20.23	20.03	0.92
低钠盐	21.41	21.20	21.22	21.28	0.77
海藻加碘食盐	19.87	20.06	20.07	20.00	0.56

表 3 食盐和海带中有机碘离子含量测定结果

Table 3 Analytical results of organic iodine contents in eatable salt and kelp samples

样品	有机碘离子含量(mg/kg)				RSD (%)
	本法分次测定值			平均值	
低钠盐	2.12	2.08	2.10	2.10	0.95
海藻加碘食盐	1.96	2.06	2.01	2.01	2.49
海带	2.4×10 ³	2.9×10 ³	3.4×10 ³	2.9×10 ³	—

表 4 食盐中无机碘离子含量标准加入测定结果

Table 4 Standard results of inorganic iodine contents in eatable salt samples

样品	无机碘离子含量(mg/kg)			加标后测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
	碘探针法	标准方法	紫外分光光度法		
加碘精制盐	20.03	20.22	18.56	30.13	101.0
低钠盐	21.28	21.26	18.39	30.99	97.1
海藻加碘食盐	20.00	—	21.94	30.01	100.1

表 5 食盐中有机碘离子含量标准加入测定结果

Table 5 Standard results of organic iodine contents in eatable salt samples

样品	有机碘离子含量 (mg/kg)		加标后测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
	碘探针法	标准方法		
低钠盐	2.10	2.32	3.10	100.0
海藻加碘食盐	2.01	1.92	3.00	99.0

3.2 方法回收率

为了检验本法测定结果的可靠性,本实验在试样溶液中采用标准加入法^[30],在无机碘样品中分别加入 10mL 0.2mg/L 无机碘标准溶液,由表 4 测定结果可见,在三种食盐样品中无机碘的回收率在 97.1%~101.0%。同理,由表 5 测定结果可见,在两种食盐样品中有机碘的回收率在 99.0%~100.0%,表明采用自制 Z-Ⅱ 碘探针建立的快速测定食盐中碘含量的方法可靠。

4 结论

相较于常见的同类压片式离子选择电极,自制的 Z-Ⅱ 探针避免了电极的性能不佳、抗干扰能力差等问题;测定的有机碘采用聚四氟乙烯消解罐微波消解技术具有操作简单、碘损失小,无污染的特点。本实验方法中碘离子检出限均为 1mg/kg,离子电位呈线性关系,相关系数均大于 0.99,线性良好;样品中无机碘和有机碘测定结果的相对标准偏差分别小于 0.92% 和 2.49%,且测定结果与国标方法和紫外分光光度法的测定结果对比可靠;方法加标回收率为 97.1%~101.0%。本实验使用自制的 Z-Ⅱ 电极测碘含量方法稳定准确,成本低廉,操作简单,可用于大量生产,并且电极法可发展成电极片甚至全自动的形式(如血糖仪)用于食盐及海带中碘含量的测定。

5 参考文献

[1] Liu J F,Wang C G,Tang X L,et al. Correlation analysis of metabolic syndrome and its components with thyroid nodules [J]. Targets and Therapy, 2019, 12: 1617 – 1623.

[2] 王晓岑,佟丽娟. 通过对食用碘盐质量的检测分析防治碘缺乏病的措施探讨[J]. 中国医药指南,2019,17(1):295.

Wang X C,Tong L J. The measures to prevent and cure iodine deficiency disease were discussed by analyzing the quality of edible iodized salt [J]. Chinese Medical Guide,2019,17(1):295.

[3] Chailapakul O,Amatatongchai M,Wilairat P,et al. Flow – injection determination of iodide ion in nuclear emergency tablets, using boron – doped diamond thin film electrode[J]. Talanta,2004,64(5):1253 – 1258.

[4] Cauduroa V H,Morgana D,Barin J S,et al. Successive digestions for pre – concentration and ultra – trace determination of Br and I by plasma – based atomic

- spectrometry and ion chromatography[J]. *Microchemical Journal*, 2019, 147: 239–244.
- [5] Kim S Y, Park J M, Hwang J P. Analysis of iodine content in salts and Korean sauces for low – iodine diet education in Korean patients with thyroid cancer preparing for radioiodine therapy[J]. *Nuclear Medicine and Molecular Imaging*, 2018, 52(3): 229–233.
- [6] Xu L R, Zhu X F, Yu X Z, et al. Rapid and simultaneous determination of the iodine value and saponification number of edible oils by FTIR spectroscopy[J]. *Lipid Science and Technology*, 2018, 120(4): 1–20.
- [7] 金钦汉, 陈焕文, 曹彦波, 等. 高灵敏度光度计[P]. 中国专利, ZL 99254233. 2.
Jin Q H, Chen H W, Cao Y B, et al. Photometer of High Sensitivity[P]. Chinese Patent, ZL 99254233. 2.
- [8] Ajenesh C, Matakite M, Surendra P. Determination of iodine content in Fijian foods using spectrophotometric kinetic method[J]. *Microchemical Journal*, 2019, 148: 475–479.
- [9] Tavassoli – Kafrani M H, Voort F R, Curtis J M. The use of ATR – FTIR spectroscopy to measure changes in the oxirane content and iodine value of vegetable oils during epoxidation[J]. *Lipid Science and Technology*, 2017, 119(7): 1–25.
- [10] Ryabukhina T S, Bazel Y R. Spectrophotometric determination of the total iodine content in drinking and mineral waters using the microextraction preconcentration[J]. *Journal of Water Chemistry and Technology*, 2018, 40(4): 228–233.
- [11] 连宁. 容量法测定加碘盐中的碘[J]. *青海科技*, 2000(1): 29–30.
Lian N. Volumetric determination of iodine in iodized salt[J]. *Qinghai Science and Technology*, 2000(1): 29–30.
- [12] Lu J P, Tan F W, Tang Q, et al. Novel method for indirect determination of iodine in marine products by atomic fluorescence spectrometry[J]. *Chemical Research in Chinese Universities*, 2013, 29(1): 26–29.
- [13] Cui W J, Hou H F, Chen J J, et al. The speciation analysis of iodate and iodide in high salt brine by high performance liquid chromatography and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. *Royal Society of Chemistry*, 2019, 34: 1374–1379.
- [14] 陈俊良, 杨红霞, 刘崴, 等. HPLC – ICP – MS 法研究内蒙古锡盟和新疆塔城高碘地区地下水的总碘及碘形态特征[J]. *岩矿测试*, 2017, 36(6): 614–623.
Chen J L, Yang H X, Liu W, et al. Study on the total iodine and iodine speciation characteristics in Xilingol League, Inner Mongolia and Tacheng, Xinjiang high iodine area by high performance liquid chromatography – inductively coupled plasma – mass spectrometry[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2017, 36(6): 614–623.
- [15] Vance K A, Makhmudov A, Shakirova G, et al. Determination of iodine content in dairy products by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. *Atomic Spectroscopy*, 2018, 39(3): 95–99.
- [16] 侯小琳, 冯向前, 李春生, 等. 碘在生物样品消解和灰化过程中的丢失研究[J]. *核化学与放射化学*, 1998, 20(4): 242–246.
Hou X L, Feng X Q, Li C S, et al. Study on iodine loss in biological sample digestion and ashing[J]. *Journal of Nuclear and Radiochemistry*, 1998, 20(4): 242–246.
- [17] Christine D, Sarah M, Olivier G. Determination of iodine in polyamide by inductively – coupled plasma/mass spectrometry[J]. *Talanta*, 2018, 189: 568–572.
- [18] Gorbunova M O, Baulina A A, Kulyaginova M S, et al. Dynamic gas extraction of iodine in combination with a silver triangular nanoplate – modified paper strip for colorimetric determination of iodine and of iodine – interacting compounds[J]. *Microchimica Acta*, 2019, 186(3): 2–9.
- [19] 李洪伟, 刘晓端, 李保山. 地下水和土壤中不同形态碘的分离测定[J]. *岩矿测试*, 2009, 28(4): 337–341.
Li H W, Liu X D, Li B S. Separation and determination of different iodine species in ground water and soil samples[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2009, 28(4): 337–341.
- [20] 李艳红. 离子选择性电极在化工分析领域中的应用[J]. *云南化工*, 2018, 45(6): 49–50.
Li Y H. Application of ion selective electrode in chemical analysis[J]. *Yunnan Chemical Industry*, 2008, 45(6): 49–50.
- [21] 王鹏, 张国联. 含电解质的干式离子选择电极的内建[J]. *化学与生物工程*, 2019, 36(8): 59–61.
Wang P, Zhang G L. Construction of dry ion selective electrode containing electrolyte[J]. *Chemistry & Bioengineering*, 2019, 36(8): 59–61.
- [22] 代鸿章, 王登红, 刘丽君, 等. 电子探针和微区 X 射线衍射研究陕西镇安钨 – 铍多金属矿床中祖母绿级绿柱石[J]. *岩矿测试*, 2018, 37(3): 336–345.
Dai H Z, Wang D H, Liu L J, et al. Study on emerald – level beryl from the Zhen’ an W – Be polymetallic deposit in Shaanxi Province by electron probe microanalyzer and micro X – ray diffractometer[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2018, 37(3): 336–345.
- [23] Li J X, Wang Y Y, Qian Y, et al. Iodine in ground – water of the North China Plain: Spatial patterns and

hydrogeochemical processes of enrichment[J]. Journal of Geochemical Exploration,2013,135:40 - 53.

[24] Small L J,Krumhansl J L,Rademacher D X,et al. Iodine Detection in Ag - mordenite Based Sensors: Charge Conduction Pathway Determinations [M]. Microporous and Mesoporous Materials,2019.

[25] de O. Costa G,Feiteira F N,de M. Schuenck H,et al. Iodine determination in table salts by digital images analysis[J]. Analytical Methods,2018,10:4463 - 4470.

[26] 刘烨,杨丽梅,张磊,等. 海藻食盐碘含量测定新方法研究[J]. 中国井矿盐,2017,48(2):31 - 33.
Liu Y,Yang L M,Zhang L,et al. A new method for the determination of iodine in algal salt [J]. China Mine Salt,2017,48(2):31 - 33.

[27] 周贤亚. 海带中碘含量的测定[J]. 广东化工,2018,45(13):276.
Zhou X Y. Determination of iodine content in kelp[J]. Guangdong Chemical Industry,2008,45(13):276.

[28] 陈翔. 利用 Execl 图表功能绘制离子选择电极法标准曲线[J]. 中国卫生检验杂志,2002,12(2):236 - 237.
Chen X. The standard curve of ion selective electrode method is drawn by using the chart function of Execl [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2002,12(2):236 - 237.

[29] Aydin I,Temel Z,Gunduz B,et al. Comparative determination of phosphorus fractions in coastal surface sediment (NE Mediterranean Sea) by ICP - OES and UV/Vis spectrometry[J]. Atomic Spectroscopy,2018,39(5):193 - 197.

[30] 宋树成,郭如侠. 浅谈样品加标回收率[J]. 水科学与工程技 术,2011,11(4):92 - 93.
Song S C,Guo R X. A brief discussion on the standard recovery rate of samples [J]. Water Sciences and Engineering Technology,2011,11(4):92 - 93.

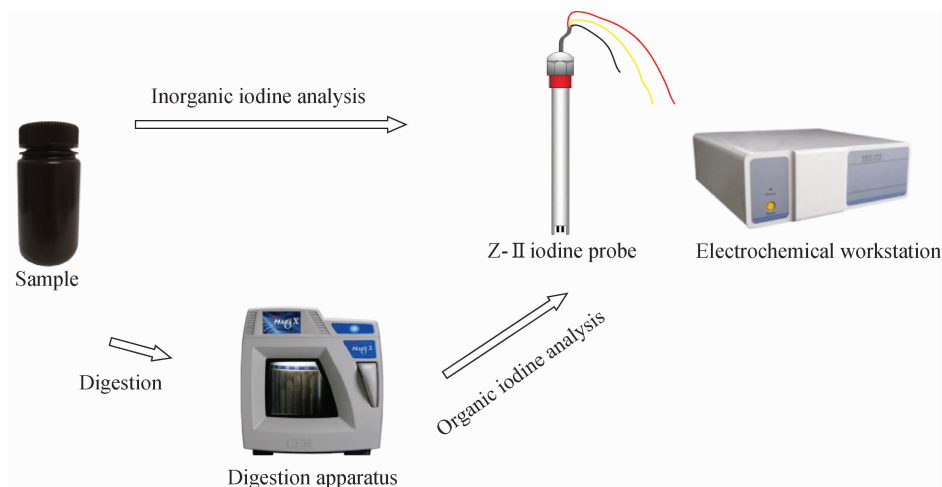
Rapid Determination of Inorganic and Organic Iodine in Edible Salt and Kelp Samples by a Z - II Iodine Probe

*LI Pan - pan*¹, *CUI Wan - jing*¹, *HOU Hong - fang*¹, *ZHENG Jing - yu*¹, *PAN Xiu - yun*²,
GUO Ya - fei^{1*}, *DENG Tian - long*¹

- (1. College of Chemical Engineering and Materials Science, Tianjin University of Science and Technology, Tianjin 300457, China;
2. Eontop (Yingcheng) Healthy Salt Production Co. , LTD, Wuhan 432400, China)

HIGHLIGHTS

- (1) A new Z - II iodine probe was prepared by electroplating iodine - sensing material on metals.
(2) The Z - II iodine probe can be used for determination of organic and inorganic iodine contents in edible salt and kelp samples.
(3) Excessive iodine loss during digestion of organic iodine was avoided by microwave heating in a closed PTFE digestion tank.



ABSTRACT

BACKGROUND: At present, iodine content in edible salt and kelp products is mainly determined as the form of total iodine content, but the speciation analysis of inorganic iodine and organic iodine mainly relies on the hyphenated techniques of large – scale instruments.

OBJECTIVES: To establish the determination method of iodine content in edible salt and kelp as well as the digestion method for the organic iodine in the closed PTFE bomb.

METHODS: Rapid determination of inorganic and organic iodine content in edible salt and kelp products by using crystal membrane electrode technique with a solid – state and no internal reference liquid crystal film electrode (Z – II iodine probe) developed by silver sulfide iodide method, combined with PTFE bomb microwave digestion technique.

RESULTS: Table salt contained 20mg/kg of inorganic iodine, and 2mg/kg of organic iodine. The concentration of organic iodine was 2.9×10^3 mg/kg in kelp. The linear correlation of inorganic and organic iodine contents in the range of 10 – 100mg/kg was good. The standard – addition recoveries were 97.1% – 101.0%, and the detection limit was up to 1mg/kg. This method was applied to the determination of iodine content in actual edible salt and kelp on the market, the relative standard deviation of inorganic and organic iodine in the samples was less than 0.92% and 4.20%, respectively. The analytical results were in agreement with those of the national standard method and ultraviolet spectrophotometry method, which indicated that the established method was reliable.

CONCLUSIONS: The analytical method has the advantages of low reagent consumption, low cost and convenient operation, which can be used for the determination of inorganic and organic iodine contents.

KEY WORDS: probe; rapid determination; organic iodine; inorganic iodine; edible salt; kelp