



中华人民共和国水产行业标准

SC/T 3010—2001

海带碘含量的测定

Determination of iodine in kelp

2001-09-27 发布

2001-11-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准中规定了海带中的碘含量的测定方法——灰化法及浸泡法。

本标准由农业部渔业局提出。

本标准由中国水产科学研究院黄海水产研究所归口。

本标准起草单位：国家水产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：翟毓秀、辛福言。

中华人民共和国水产行业标准

海带碘含量的测定

SC/T 3010—2001

Determination of iodine in kelp

1 范围

本标准规定了淡干海带中碘含量测定的组批规则、抽样方法、测定方法及结果处理。
本标准适用于海带生产企业和制碘工业淡干海带中碘含量的测定,其他淡干藻类可参照执行。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

3 组批规则

3.1 批的组成

在一定时间内同一生产单位同一等级的淡干海带为一批。

3.2 检验批的组成

3.2.1 使用单位按实际交收的海带每车为一个检验批。

3.2.2 生产单位按实际堆垛每垛为一个检验批。

4 抽样方法

4.1 使用单位根据每车的实际情况,在不同部位抽取 3~5 捆,再按每捆中海带大小,按比例抽取有代表性的 3~5 棵,合并为检验样品。

4.2 生产单位根据堆垛的实际情况,在垛的不同部位按海带的实际情况抽取 5~10 捆,再按每捆中海带的大小,按比例每捆抽有代表性的 3~5 棵,合并作为检验样品。

5 结果处理

根据每一检验批的实际数量和碘含量,整批海带的平均含碘量按式(1)计算:

$$X(\%) = \frac{X_1m_1 + X_2m_2 + \cdots + X_nm_n}{m_1 + m_2 + \cdots + m_n} \quad \cdots \cdots (1)$$

式中: X ——整批海带的平均含碘量, %;

$X_1 \cdots X_n$ ——为 1 至 n 个检验批每批的含碘量, %;

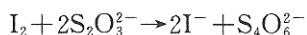
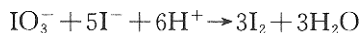
$m_1 \cdots m_n$ ——为 1 至 n 个检验批每批的实际质量, kg 或 t。

6 测定原理及试剂

6.1 原理

溴能定量地氧化碘离子为碘酸根离子,生成的碘酸根离子在碘化钾的酸性溶液中被还原析出碘,用硫代硫酸钠溶液滴定反应中析出的碘。

反应离子方程式为: $\text{I}^- + 3\text{Br}_2 + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{IO}_3^- + 6\text{H}^+ + 6\text{Br}^-$



6.2 试剂

本方法所用试剂除特别注明外均为分析纯;试验用水为蒸馏水,应符合 GB/T 6682 中三级水规定。

6.2.1 饱和溴水:取 5 mL 液溴置于涂有凡士林的塞子的棕色玻璃瓶中,加水 100 mL,充分振荡,使其成为饱和溶液(溶液底部留有少量溴液,操作应在通风橱内进行)。

6.2.2 3 mol/L 硫酸溶液:量取 180 mL 浓硫酸缓缓注入适量水中,并不断搅拌,冷却至室温后用水稀释至 1 000 mL,混匀。

6.2.3 稀硫酸溶液:按 6.2.2 操作,但硫酸量改为 57 mL。

6.2.4 15%碘化钾溶液:称取 15 g 碘化钾,溶解稀释至 100 mL。

6.2.5 20%甲酸钠溶液:称取 20 g 甲酸钠,溶解稀释至 100 mL。

6.2.6 0.01 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:按 GB/T 601 中的规定配制及标定。

6.2.7 0.1%甲基橙:溶解甲基橙粉末 0.1 g 于 100 mL 水中。

6.2.8 0.5%淀粉:称取 0.5 g 可溶性淀粉于 50 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,搅匀,注入 80 mL 沸水中,煮沸放冷(现用现配)。

7 测定方法

海带中碘含量的测定可采用灰化法或水浸泡法。如有争议时,以灰化法为仲裁法。

7.1 灰化法

7.1.1 样品的制备

将抽取的海带按纵向从中心剖开,取其一半。将每半棵海带按 30 mm 横切为数段,每隔 2 段取一段,每棵按不同顺序抽取,合并后处理成 3 mm×3 mm 的不规则小块。

7.1.2 分析步骤

准确称取 5 g(精确至 0.000 1 g)按 7.1.1 条处理的样品,置于 50 mL 瓷坩埚中,电炉碳化至无烟,然后放入 550℃~600℃马福炉中灼烧 40 min 取出(注:严格按照要求操作,灼烧时间过长,可能会使碘损失,造成结果偏低),冷却后,在坩埚中加少许蒸馏水搅动,将溶液及残渣转入 250 mL 烧杯中,坩埚用蒸馏水冲洗数次并入烧杯中,烧杯中溶液总量约为 100 mL,煮沸 5 min,将上述溶液及残渣趁热用滤纸过滤至 250 mL 容量瓶中,烧杯及漏斗内残渣用热水反复冲洗,放冷后定容。

取 25 mL 滤液于 250 mL 碘量瓶中。加入几粒玻璃球及 0.1%甲基橙 2~3 滴,用稀硫酸将溶液调至红色,在通风橱内加入 5 mL 饱和溴水,加热煮沸至黄色消失。稍冷后加入 20%甲酸钠溶液 5 mL,加热煮沸 2 min,用冷水浴冷却。

在碘量瓶中加入 5 mL 3 mol/L 硫酸溶液及 5 mL 15%碘化钾溶液,盖上瓶盖,放置 10 min,用 0.01 mol/L 的硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)溶液滴定至浅黄色,加入 0.5%淀粉指示剂 1 mL,继续滴定至蓝色消失。同时做空白试验。

7.2 浸泡法

7.2.1 浸泡法的样品制备

将抽取的海带按纵向从中心剖开,取其一半。合并每半棵海带做为浸泡法测定样品。如样品量大将每半棵海带按 30 mm 横切为数段,分别按奇、偶数间隔取样,试样量约为 500 g。

7.2.2 分析步骤

将按 7.2.1 处理的样品按其质量(精确至 0.2 g)加 15 倍的自来水浸泡海带,并不断搅动,60 min

后取出,收集浸泡液;样品中再加入 10 倍自来水第二次浸泡 20 min,取出;再用 10 倍的自来水冲洗海带,将三次浸泡液合并混匀,并用量筒量浸泡液总量。

取 10 mL 上清液置于 250 mL 碘量瓶中,加入几粒玻璃球及 0.1% 甲基橙 2~3 滴,用稀硫酸将溶液调至红色,在通风橱内加入 5 mL 饱和溴水,加热煮沸至黄色消失。稍冷后加入 20% 甲酸钠溶液 5 mL,加热煮沸 2 min,用冷水浴冷却。

在碘量瓶中加入 5 mL 3 mol/L 硫酸溶液及 5 mL 15% 碘化钾溶液,盖上瓶盖,放置 10 min,用 0.01 mol/L 的硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)溶液滴定至浅黄色,加入 0.5% 淀粉指示剂 1 mL,继续滴定至蓝色消失。同时做空白试验。

7.3 结果计算及重复性

7.3.1 结果计算

海带中碘含量按式(2)计算:

$$X(\%) = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.021\ 15 \times V_2}{m \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——海带中含碘量, %;

c ——硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)的浓度, mol/L;

V ——滴定样液消耗的硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)溶液的体积, mL;

V_0 ——试剂空白消耗硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)溶液的体积, mL;

V_1 ——移取液体积, mL;

V_2 ——溶液总体积, mL;

m ——称取海带质量, g;

0.021 15—— $\frac{126.8}{6 \times 1\ 000}$, 表示与 1 mL 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)标准液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1\ \text{mol/L}$] 相当的碘的质量, g。

7.3.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,两次平行测定结果允许相对偏差灰化法不得超过 3%,水浸泡法不超过 2%,否则重做。

中华人民共和国水产
行 业 标 准
海带碘含量的测定

SC/T 3010—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字
2002 年 3 月第一版 2002 年 3 月第一次印刷
印数 1—800

*

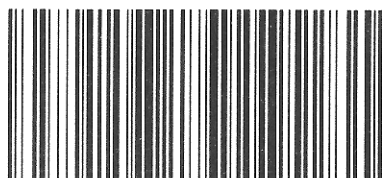
书号: 155066·2-14144 定价 8.00 元

网址 www.bzcbs.com

*

科 目 596—517

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



SC/T 3010—2001