

# The Method of Measuring Nitrite by Iodometry

Xiuhong Tian, Yanying Yan, Feng Yan\*

College of Preschool Education, Hebei Normal University, Shijiazhuang Hebei  
Email: tianxiuh@126.com, yjing.zhai@163.com

Received: Jul. 23<sup>rd</sup>, 2020; accepted: Aug. 5<sup>th</sup>, 2020; published: Aug. 12<sup>th</sup>, 2020

---

## Abstract

The purpose for this article is to analyze the influence for the recovery rate by using iodometry to measuring the nitrite under different conditions. In general, Ph value, starch amount, temperature and time are all key points to influence this experiment. After test on these points, we find the optimal experimental conditions: adjust the Ph value of the nitrite solution to 4, add an excess of 0.01 mg/ml potassium iodide, react for 4 minutes, add sodium thiosulfate until the yellow color becomes light, then add 4 ml 0.5% starch solution, and continue to add sodium hyposulfite until blue turns to colorless. In this paper, we further studied that the application range of nitrite under the optimum conditions was to be 0.01 - 0.2 g/l.

## Keywords

Iodine Quantity Method, The Determination of Nitrite, Recovery Rate

---

# 碘量法测亚硝酸盐的方法研究

田秀红, 颜艳英, 闫峰\*

河北师范大学, 学前教育学院, 河北 石家庄  
Email: tianxiuh@126.com, yjing.zhai@163.com

收稿日期: 2020年7月23日; 录用日期: 2020年8月5日; 发布日期: 2020年8月12日

---

## 摘要

本文主要是对碘量法测亚硝酸盐的方法进行了研究, 分析了碘量法测亚硝酸盐在不同条件下对回收率的影响, 一般来说, 影响碘量法测亚硝酸盐的因素主要有: Ph值、淀粉的用量、温度、时间等。通过实验

\*通讯作者。

对各个因素进行研究, 得出了最佳实验条件为: 调节亚硝酸盐溶液的Ph为4, 加入过量的0.01 mg/ml碘化钾, 反应4分钟, 滴加硫代硫酸钠至黄色变为浅色, 再加入4 ml 0.5%的淀粉, 继续滴加硫代硫酸钠至蓝色变为无色。本文进一步研究了在最佳条件下亚硝酸盐的适用范围为0.01~0.2 g/l。

## 关键词

碘量法, 亚硝酸盐的测定, 回收率

Copyright © 2020 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 绪论

亚硝酸钠化学式为  $\text{NaNO}_2$ , 白色粉末, 有些也呈微黄色, 易溶于水, 是食品中一种很常用的添加剂。主要被用在腌菜和熟肉制品中, 它可以抑制肉毒芽孢杆菌, 对其他细菌也有一定的抑制作用; 同时起防腐、着色、增强风味等的作用, 鉴于亚硝酸盐对肉类、腌制品具有多种有益的功能, 现在世界各地都允许使用。在一定的范围内食用不会对人体造成中毒, 但一次食用太多会其人体具有致癌作用, 3 g 就会造成重度中毒; 而一次性摄入 0.2~0.5 g 会造成轻度中毒, 中毒的症状有头晕、头疼、身体无力、气短、恶心呕吐等[1] [2], 这给消费者的健康带来极大地危害, 但目前还没有理想的代替物, 因此用量需严加限制。如今, 随着国内外的经济和科技的快速发展, 测定亚硝酸盐的方法也越来越多, 如离子色谱法、分光光度法、荧光光度法、催化光度法等[3]-[9], 虽然精确度比较高, 但大多是采用了大型实验仪器、方法复杂不好操作, 而碘量法简单易做, 实验设备简单、试剂使用少、成本低、方法简单、快速, 可以满足到相应邻域的准确分析要求, 有一定的实际意义。

滴定法主要应用了酸性下亚硝酸钠的氧化性, 通过硫代硫酸钠滴定碘单质来间接测定亚硝酸钠的含量。本文主要对碘量法测亚硝酸盐的方法进行研究, 通过控制实验变量, 来得出最佳的实验方案。

## 2. 材料与方法

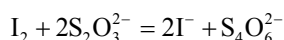
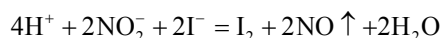
### 2.1. 试剂与仪器

- 1) 乙酸溶液: (分析纯)天津市北辰方正试剂厂。
- 2) 盐酸溶液(1:1): (分析纯, 石家庄市试剂厂)取 250 毫升的盐酸, 稀释至 500 毫升。
- 3) 碘化钾溶液(0.01 g/ml): (分析纯, 天津永晟精细化工厂有限公司)称取碘化钾 2.5 克, 置于 50 毫升烧杯中加水溶解, 然后洗入 250 毫升容量瓶中, 定溶, 摇匀, 备用。
- 4) 淀粉溶液(0.5%): (分析纯, 天津永大化学试剂有限公司)称取 2.5 克的淀粉, 用水稀释至 500 毫升, 加热溶解。
- 5) 硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L): (分析纯, 天津市大茂化学试剂厂)称取 16 克硫代硫酸钠置于 1000 ML 新煮沸经冷却的蒸馏水中, 待完全溶解后加入约 0.2 克的碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), 摇匀, 置于棕色瓶中, 放于暗处 7 天后标定。
- 6) 亚硝酸钠: 天津市大茂化学试剂厂。
- 7) 分析天平: 北京赛多利斯仪器系统有限公司(110 g, d = 0.1 mg)。

## 2.2. 实验原理和方法

### 2.2.1. 实验原理

采用碘量法滴定间接地测定亚硝酸盐含量，主要是利用了亚硝酸盐在酸性条件下具有一定的氧化性，可以把负一价的碘离子还原成为碘单质。碘单质与淀粉溶液形成蓝色络合物，同时碘单质可以与硫代硫酸钠发生还原反应，使蓝色变成无色。根据这个特点，用硫代硫酸钠来滴定还原出来的碘单质，通过硫代硫酸钠的所用量，再间接计算出亚硝酸盐的含量。



### 2.2.2. 实验方法

取不同浓度的亚硝酸盐的标准溶液，用盐酸(1:1)调节其 Ph 值为 4 左右，加入浓度为 0.01 mg/ml 的碘化钾至过量，反应约 4 分钟后，用硫代硫酸钠滴加溶液至黄色变为浅色，再加入 0.5% 的淀粉 4 ml，随后继续滴加硫代硫酸钠，直至蓝色变为无色，并且在半分钟内不变色。记录硫代硫酸钠的总量。并做空白实验对照。

## 3. 结果与分析

### 3.1. 确定最佳实验条件

#### 3.1.1. PH 值

由于亚硝酸盐在酸性条件下才与碘负离子反应，并生成碘单质，而且淀粉与碘单质的显色反应也需要酸性条件，故酸性化学试剂的选择与 Ph 值得控制极为重要。由于硝酸的氧化性太强不易使用，硫酸的酸性太强反应太快，也不易使用[10]，因此，我们主要研究盐酸和乙酸对回收率的影响。通过考察不同 Ph 下亚硝酸盐的回收率，来选择最佳的酸性物质和 Ph。其他实验条件不变，改变酸性物质及调节 PH 值，测定其回收率。结果如图所示：

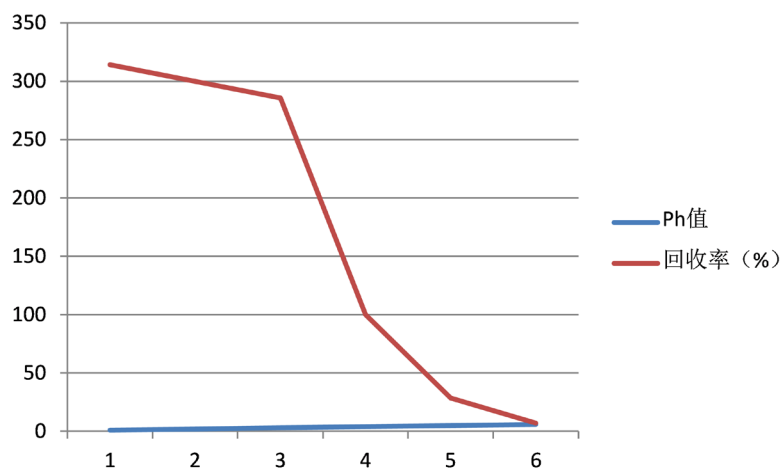


Figure 1. Effect of Ph value on recovery

图 1. Ph 对回收率的影响

由图 1 可知，在酸性太强时，会加速碘化钾的氧化，导致回收率偏大，而当酸性太弱，亚硝酸盐的氧化性不足以增强，导致回收率偏低，因此，应该选择适当的 Ph 值。如图在用 10% 的盐酸时，Ph

值为 4 时, 效果最好, 回收率约为 100%。而用乙酸时, 因其 Ph 调动范围为 2.4~4.8, 在不要求很精确的条件下, 乙酸酸度应调节为 Ph = 3、Ph = 4, 当 Ph = 3 时, 效果最好, 并且回收率接近 100%。所以在常温常压情况下, 两种都可以用, 但严格上说, 盐酸溶液中的  $\text{Cl}^-$  有还原性[10], 所以最好用乙酸, 但又由于乙酸的 Ph 范围太小, 不容易调节, 综合这两个试剂的利弊, 本实验采用盐酸来调节 Ph 到 4 左右。

### 3.1.2. 反应时间

对于此实验时间的选择也是很重要的。如果反应时间过短, 反应不彻底, 则会导致回收率偏低; 如果时间过长, 过量的碘化钾会被氧化, 导致测量偏差过大, 导致回收率偏大。因此, 时间的选择应该适当, 才能确保测量结果准确。

同样的实验条件测不同时间下的亚硝酸钠的量。结果如图所示:

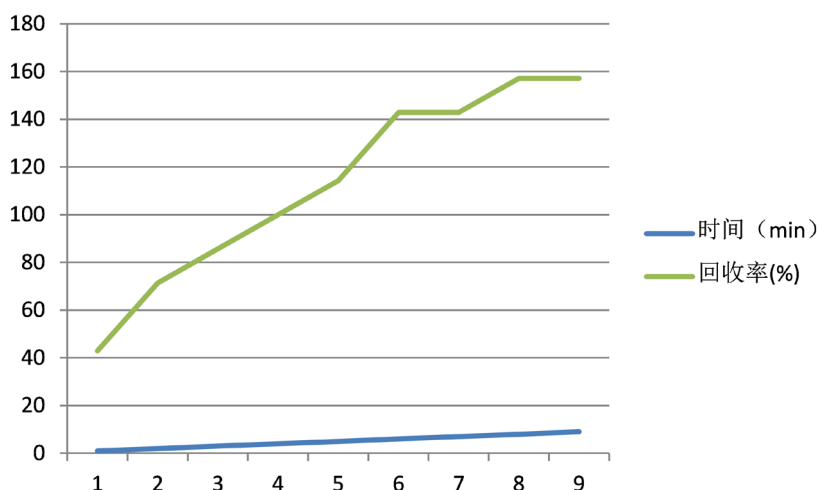


Figure 2. Effect of time on recovery

图 2. 时间对回收率的影响

由图 2 可知, 回收率随着时间的增加在逐渐的增大, 随后趋于不变。这是由于时间过长, 导致碘化钾的氧化, 使回收率增加, 最后趋于不变。如需准确的测得亚硝酸盐的含量, 需将回收率控制在 100%, 如图在反应时间为 4 分钟时, 回收率约为 100%, 因此, 确定最佳反应时间为 4 分钟。

### 3.1.3. 淀粉的用量

由其他文献可知, 过量的淀粉可以将碘包裹起来, 在用硫代硫酸钠滴定碘时, 由于碘被淀粉包裹了起来, 而无法释放出来与其反应, 从而使测定结果偏低; 但是用量过少, 则不容易显色或显色不彻底, 而对反应有一定的误差, 使回收率偏低[11]。因此, 在此实验中淀粉溶液的用量很重要。由其他文献可知, 不同浓度的淀粉所用的量不同, 此处我们选用 0.5% 的淀粉。

常温下取 20 mg/kg 的亚硝酸钠 50 ml, 加盐酸至 Ph 为 4 左右, 再加入 0.01 g/ml 碘化钾过量, 反应 4 min 后滴加标定后浓度为 0.01035 mol/L 的硫代硫酸钠至黄色变为浅色, 滴加入不同量的 0.5% 的淀粉, 继续滴加硫代硫酸钠至蓝色变为无色, 记录所用硫代硫酸钠的总量。结果如下图所示。

由图 3 可知, 起初回收率随着淀粉用量的增加而升高, 当回收率达到 100% 后, 又随着淀粉用量的增加而减少。0.5% 的淀粉在用量为 4 ml 时回收率为 100%, 最接近亚硝酸盐的真实含量, 因此, 此处最佳的淀粉用量为 4 ml。

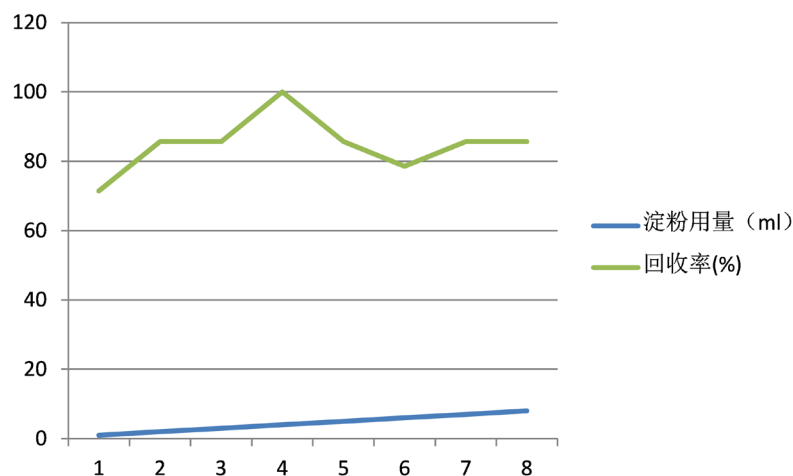


Figure 3. Effect of starch dosage on recovery

图 3. 淀粉用量对回收率的影响

#### 3.1.4. 反应温度

经其他文献可知, 碘量法测亚硝酸盐温度一般控制在常温(25℃), 现为查找最佳实验温度, 通过做一系列不同温度下用碘量法测浓度为 20 mg/kg 亚硝酸钠的实验, 来得出最佳实验温度。

取亚硝酸钠 50 ml, 保持溶液 Ph 值为 4 (用盐酸控制溶液酸度为 4), 滴加浓度为 0.01 g/ml 的碘化钾过量, 反应时间都为 4 分钟, 然后滴加 0.01035 mol/硫代硫酸钠至黄色变为浅色, 再加 0.5%的淀粉 4 ml, 继续滴加硫代硫酸钠至蓝色变为无色, 记录所用硫代硫酸钠的总量。结果如图所示:

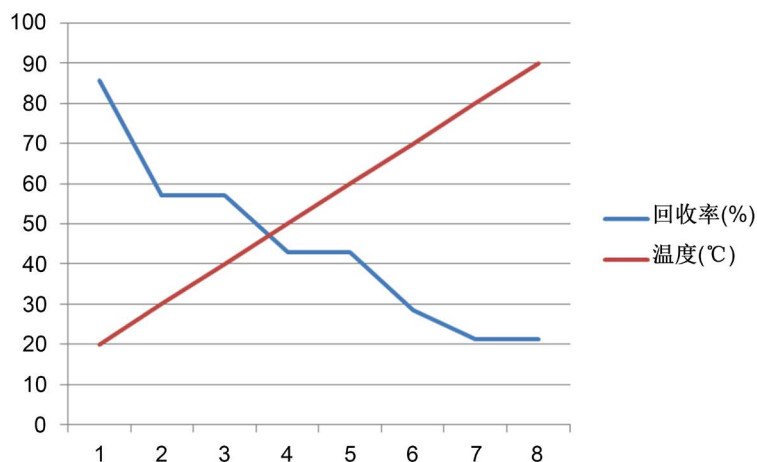


Figure 4. Effect of temperature change on recovery

图 4. 回收率随温度的变化

如图 4 可知, 亚硝酸盐的回收率随着温度的增加而逐渐的降低。那是因为温度过高, 会导致酸的挥发和反应的加速, 因此随着温度的升高, 硫代硫酸钠的消耗量在逐渐的减少, 从而导致回收率的下降。由其实验可知, 保持温度在常温时, 反应的效果最好, 且常温温度波动不是很大, 因此, 反应温度控制在常温即可。

#### 3.1.5. 灵敏度

通过以上实验条件的确定(酸性物质为盐酸, Ph 值为 4, 反应时间为 4 min, 淀粉用量为 4 ml, 反应温度为常温), 配置不同浓度的亚硝酸钠, 测其回收率, 以确定碘量法测亚硝酸盐的适用范围。结果如图所示:

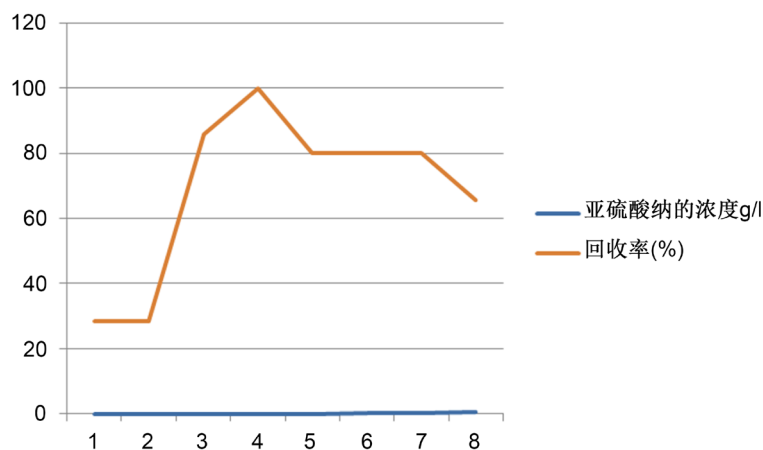


Figure 5. Effect of nitrite concentration on recovery  
图 5. 亚硝酸盐的浓度对回收率的影响

由图 5 可知, 亚硝酸盐的浓度过高或者过低回收率都不高, 碘量法测定亚硝酸盐的含量对亚硝酸盐的浓度有一定的要求, 为了保持回收率在 70% 以上, 由图 5 可知亚硝酸盐的浓度应控制在 0.01 g/l 至 0.2 g/l 内。因此, 亚硝酸盐浓度的适用范围大约为 0.01~0.2 g/l。

#### 4. 结论

本文对碘量法测亚硝酸盐的全过程进行了研究, 探讨了 Ph 值、碘化钾浓度、淀粉用量、温度、反应时间等主要实验条件, 确定的最佳实验条件为用盐酸调节酸度, 最佳 Ph 值为 4, 反应时间为 4 min, 淀粉用量为 4 ml, 反应温度为常温。碘量法测亚硝酸盐这种方法与其他方法相比较, 使用仪器简单、快速、便捷, 即便是小型的实验室也可以快速的测定食物中的亚硝酸盐的含量, 准确度也很高, 具有一定的实际意义。

#### 参考文献

- [1] 朱效兵, 石晶红. 亚硝酸盐与人体健康[J]. 河套大学学报, 2007, 4(4): 66-69.
- [2] He, Z.Y. (2007) Management of the Food Safety and the Safety Crisis of Food. *Management of the Safety Crisis of Food*, 2, 394-397.
- [3] 郭金全, 李富兰. 亚硝酸盐检测方法研究进展[J]. 当代化工, 2009, 38(5): 546-549.
- [4] 于淼, 邢凤兰, 翟丽萍. 食品中亚硝酸盐的测定[J]. 精细与专用化学品, 2011, 19(4): 35-38.
- [5] 魏敬, 党文玲. 亚硝酸盐测定方法的比较与分析[J]. 肉类工业, 2004(7): 37-38.
- [6] 刘晓艳, 白卫东. 食品中亚硝酸盐的测定方法研究进展[J]. 农产品加工·学刊, 2009(8): 54-57.
- [7] 杜红霞, 贺稚非, 李洪军. 食品中亚硝酸盐检测技术研究进展[J]. 肉类研究, 2006(18): 42-45.
- [8] 彭卫芳, 凌志明, 王学涛, 等. 亚硝酸盐测定方法的研究进展[J]. 中国卫生检验杂志, 2007(8): 1535-1536.
- [9] 于村, 浦惠莉, 俞莎. 食品中亚硝酸盐国标测定方法的探讨[J]. 中国卫生检验杂志, 1999(1): 68-69.
- [10] 聂峰, 吴迎春, 陈德径. 一种新的食品中亚硝酸盐含量测定方法研究[J]. 食品科学, 2009(4): 221-223.
- [11] 周石洋, 陈玲, 袁月华. 滴定法测定食品中亚硝酸盐含量的研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2012, 4(2): 28-30.