

食鹽中碘離子之檢驗方法

Method of Test for Iodide Ion in Salt

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食鹽中碘離子(I⁻)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經溶解後，以高效液相層析儀(high performance liquid chromatograph, HPLC)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1. 檢出器：光二極體陣列檢出器(photodiode array detector)。
 - 2.1.1.2. 層析管：Halo C18，2.7 μm ，內徑 4.6 mm $\times$ 15 cm，或同級品。
 - 2.2. 試藥：磷酸二氫鉀(KH₂PO₄)、氫氧化鉀及氯化四正丁基銨(tetra-*n*-butylammonium chloride)均採用試藥等級；去離子水(比電阻於 25°C可達 18 M Ω ·cm 以上)；碘化鉀對照用標準品。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 濾膜：孔徑 0.45 μm ，Nylon 材質。
 - 2.3.2. 容量瓶：100 mL 及 200 mL。
 - 2.4. 試劑之調製：
 - 2.4.1. 0.2 M 氫氧化鉀溶液：

稱取氫氧化鉀 2.24 g，以去離子水溶解使成 200 mL。
 - 2.4.2. 10 mM 磷酸緩衝溶液：

稱取磷酸二氫鉀 1.36 g 及氯化四正丁基銨 0.278 g，加去離子水 800 mL 溶解，以 0.2 M 氫氧化鉀溶液調整 pH 值至 7，再加去離子水使成 1000 mL。
 - 2.5. 移動相溶液之調製：

取 10 mM 磷酸緩衝溶液與甲醇以 9：1 (v/v)比例混勻，經濾膜過濾，取濾液供作移動相溶液。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

取碘化鉀對照用標準品約 130 mg，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 100 mL，其濃度相當於約含碘離子 1000 $\mu\text{g/mL}$ ，冷藏貯存，供作標準原液。臨用時，取適量標準原液以去離子水稀釋至 0.1~4 $\mu\text{g/mL}$ ，供作標準

溶液。

2.7. 檢液之調製：

取檢體約 4 g，精確稱定，以去離子水溶解並定容至 100 mL，經濾膜過濾，供作檢液。

2.8. 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各 20 μ L，分別注入高效液相層析儀中，依下列條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間及吸收譜圖比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中碘離子之含量(ppm)：

$$\text{檢體中碘離子之含量(ppm)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由標準曲線求得檢液中碘離子之濃度(mg/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

高效液相層析測定條件：

光二極體陣列檢出器：波長 226 nm。

層析管：Halo C18，2.7 μ m，內徑 4.6 mm $\times$ 15 cm。

移動相溶液：依 2.5.節所調製之溶液。

移動相流速：0.4 mL/min。

附註：1. 本檢驗方法之定量極限為 2.5 ppm。

2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

參考文獻：

Wisnu, C. 2008. Determination of iodine species content in iodized salt and foodstuff during cooking. Int. Food Res. J. 15: 325-330.