

文章编号: 1000-5471(2007)05-0168-03

海带中提取碘的微型实验研究^①

胡小莉, 李原芳, 凌莉莎, 马学兵, 杨梅, 王淑英

西南大学 化学化工学院, 重庆 400715

摘要: 采用自行研制的微型实验装置, 探讨了微型化学实验——海带中提取碘的蒸馏水用量、熬煮时间、熬煮次数、酸度、氧化剂种类等反应条件对碘的提取率的影响, 提出成套的实验方案和适宜的操作步骤, 可供大学相关实验课程开设本实验选用。本法提取的碘单质晶粒大、晶型好、提取率高, 具有金属光泽, 易于收集, 便于称量, 达到较好实验效果。

关键词: 微型化学实验; 海带; 碘

中图分类号: O613.44

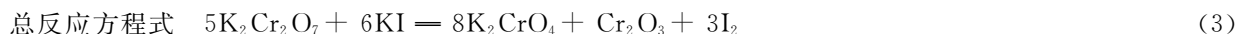
文献标识码: A

微型化学实验, 就是以尽可能少的化学试剂在微型化的仪器中来获取所需化学信息的实验方法与技术^[1,2]。它是化学实验方法创新性的变革, 是化学教育中实施素质教育的有效途径。作为化学实验改革的一种重要手段, 微型化学实验引起了各国化学家的日益重视, 不仅在化学教学中得到了迅速发展和广泛应用, 还有望成为绿色化学的一种研究方法^[3,4]。海带中提取碘是一个十分有趣的实验, 目前, 尚未见海带中提取碘的微型实验研究, 而在已有的常规实验方法中, 有的实验现象不够明显^[5], 有的需要加入有机溶剂四氯化碳萃取^[6,7], 有的则只能定性地观察到淀粉遇碘变蓝的这一现象^[8]。本实验采用自行研制的微型实验装置, 探讨了海带中提取碘的适宜反应条件, 总结出整套科学合理、简便实用的实验方案。通过多个年级数千名学生的实践证明, 本实验方法的实验现象十分明显, 升华的碘蒸汽被冷凝时容易集中于微型试管外底部, 且凝集的碘量多、晶粒大、金属光泽好, 易于收集, 便于称量, 海带中碘的提取率可达91.4%。

1 实验部分

1.1 实验原理

海带中的碘主要以碱金属碘化物形式存在, 将海带灰化, 用蒸馏水浸出, 制成固体碘盐(含碘化物), 再与固相氧化剂(如重铬酸钾)反应即可得到碘单质。反应式如下:



1.2 仪器、材料与试剂

仪器: 烧杯, 玻璃棒, 量筒, 酒精灯, 蒸发皿, 抽滤装置, 微型冷凝升华装置(由硬质试管、具支试管组成)。

材料与试剂: 干海带, $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$, 重铬酸钾(固体), pH 试纸。

1.3 实验流程^[9]

海带 $\xrightarrow{\text{洗净, 烘干, 灰化}}$ 海带灰 $\xrightarrow{\text{加盖熬煮, 抽滤}}$ 碘盐溶液 $\xrightarrow{\text{调酸度, 蒸发浓缩, 炒干}}$ 碘盐固体 $\xrightarrow{\text{氧化剂, 加热升华}}$ 碘单质

—→称量, 实验装置见图1。

① 收稿日期: 2007-03-26

基金项目: 重庆市科委自然科学基金计划资助项目。

作者简介: 胡小莉(1963-), 女, 重庆人, 教授, 主要从事无机及分析化学教学和科研工作。

2 结果与讨论

2.1 蒸馏水用量对提取碘的影响

称取 2.0 g 海带灰 6 份,分别加入 30,40,50,60,70,80 mL 蒸馏水熬煮 5 min,按照实验方法提取碘单质,结果(表 1)显示,碘单质的产量随着加水量的增大而增大,但是当蒸馏水体积超过 50 mL 时,提取率变化不大,考虑到节省加热时间,选择加入 50 mL 水量熬煮为宜。

表 1 蒸馏水用量对碘的提取率的影响

	蒸馏水用量/mL					
	30	40	50	60	70	80
I ₂ 的质量/g	0.131 2	0.158 3	0.172 5	0.174 7	0.176 5	0.177 3
I ₂ 提取率/%	65.8	79.3	86.5	87.6	88.5	88.8

注:实验条件是 2.0 g 海带灰,熬煮 1 次,时间为 5 min, pH 为 5~7, K₂Cr₂O₇ 作氧化剂。

2.2 酸化时 pH 值的选择

海带灰中含有 K₂CO₃ 等碱性物质,因而熬煮液呈强碱性(pH>13),为有利于下一步氧化析出碘单质,需加入稀硫酸调节熬煮滤液酸度.实验了不同 pH 条件下碘的产量,结果列于表 2.可见, pH 为 5~7 时,碘的产量最高,超过此范围,产量降低。

从不同酸度下反应的实验现象看出:①当碘盐溶液呈酸性(pH<5)时,可观察到蒸发炒干过程中大量的紫色刺激性气体生成,这是碘离子(或 HI)被空气氧化生成碘单质,继而受热升华所致.酸性越强,升华逸失的碘越多.②当碘盐溶液呈碱性时,碘盐与氧化剂混合后,碘离子不易被完全氧化,而使生成的碘量减少.碱性越强,碘盐越难被氧化.因此,碘盐溶液的 pH 值维持在 5~7 之间,实验效果较好。

表 2 不同酸度条件对碘的提取率的影响

pH	2~3	4~5	5~7	7~8	8~9	直接浓缩
I ₂ 的质量/g	0.077 4	0.118 2	0.172 5	0.108 0	0.061 23	0.020 6
I ₂ 提取率/%	38.8	59.2	86.5	54.1	30.7	10.3

注:实验条件是 2.0 g 海带灰,加蒸馏水 50 mL,熬煮 1 次,熬煮时间为 5 min, K₂Cr₂O₇ 作氧化剂。

2.3 熬煮次数及时间对提取碘的影响

实验了海带灰的熬煮次数对碘产量的影响,结果见表 3。

表 3 熬煮次数对碘提取率的影响

熬煮次数	1 (50 mL)	2 (30,20 mL)	3 (20,15,15 mL)	4 (20,10,10,10 mL)
I ₂ 的质量/g	0.122 3	0.182 3	0.185 5	0.189 1
I ₂ 提取率/%	61.3	91.4	93.0	94.8

注:实验条件是 2.0 g 海带灰,蒸馏水总体积为 50 mL,每次熬煮时间为 5 min, pH 为 5~7, K₂Cr₂O₇ 作氧化剂。

由表 3 看出,在总水量一定(50 mL)时,熬煮次数越多,碘的产量越高,综合考虑产量和实验时间等因素,选择熬煮 2 次为宜,每次加水量分别为 30 mL,20 mL,提取率可达 91.4%。

以总水量 50 mL 为例,实验了熬煮时间对提取碘的影响,结果表明,熬煮时间 5 min 较合适。

2.4 氧化剂的选择

试验了 K₂Cr₂O₇, NaBiO₃, PbO₂, KMnO₄, MnO₂, (NH₄)₂S₂O₈, KClO₃, CrO₃ 等常用氧化剂对提取碘的影响.结果显示: K₂Cr₂O₇ 作氧化剂时,实验现象明显,碘的产量高;而 NaBiO₃, PbO₂, MnO₂, CrO₃ 与碘盐反应生成的碘量均较少; KMnO₄, (NH₄)₂S₂O₈, KClO₃ 与碘盐混合加热时,由于氧化剂自身发生剧烈的分解反应,得到的碘很少.因此,本实验选用 K₂Cr₂O₇ 作氧化剂。

2.5 K₂Cr₂O₇ 用量的选择

根据反应方程式, K₂Cr₂O₇ 与 KI 的质量比应为 1.5 比 1,但由于提取的碘盐中不可避免含有杂质,碘盐的质量不等于 KI 的质量.实验结果表明,适宜的氧化剂(K₂Cr₂O₇)用量是碘盐质量的 1/3 至 1/2。

2.6 原料的选择

由于海带的不同部位含碘量不同^[10],其中,海带头含碘最少.为提高碘的产量,以达到更好的实验效



1. 碘盐和重铬酸钾混合物;
2. 升华冷凝出的碘。

图 1 微型实验装置图

果, 本实验选用去掉海带头部的优质海带叶为提取碘的原料. 海带中碘的含量采用文献方法^[11]测定, 干海带中碘含量为 3.52%.

2.7 实验操作中的几个关键问题

①固体碘盐必须用小火炒干; ②临用前, 将 $K_2Cr_2O_7$ 在 105 °C 条件下于烘箱中烘干水份; ③碘盐和 $K_2Cr_2O_7$ 均需研细并混合均匀; ④微型升华装置中硬质试管和冷凝管外壁需保持干燥; ⑤装反应物的硬质试管应留出 4~5 cm 的升华空间, 既有利于实验现象的观察, 又便于收集碘单质.

3 结 论

综上所述, 用微型实验提取海带中碘的操作步骤是: ①称取 2.0 g 海带灰于 100 mL 的小烧杯中, 加蒸馏水 50 mL 分 2 次(依次加水 30 mL 和 20 mL)熬煮, 抽滤; ②加稀硫酸调节滤液 pH 值为 5~7; ③将滤液蒸发浓缩, 炒干, 得碘盐固体; ④研细碘盐, 称重; ⑤加入碘盐质量 1/3 至 1/2 的 $K_2Cr_2O_7$, 混匀; ⑥混合物转入升华冷凝装置中, 加热, 观察碘的升华, 凝装管外壁析出碘单质, 称量.

参考文献:

- [1] Ma T S, Horak V. *Microscale Manipulations in Chemistry* [M]. New York: John Wiley & Sons, 1976: 2.
- [2] 周宁怀. 微型化学实验 [J]. 大学化学, 1990, 5(5): 37-41.
- [3] 肖德超. 制备 $[Cr(H_2O)_4Cl_2]Cl$ 的微型实验探讨 [J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 1998, 23(3): 363-366.
- [4] 肖德超. 制备氢气及测定铜原子量的微型实验探讨 [J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 1998, 23(1): 129-132.
- [5] 北京师范大学无机化学教研室. 无机化学实验 [M]. 第 2 版. 北京: 高等教育出版社, 1991: 151-153.
- [6] 贺廷莲. 关于海带中提取碘的实验研究及改进 [J]. 青海师范大学学报(自然科学版), 2001(3): 52-53.
- [7] 周令芬. 新法从海带中提取碘 [J]. 海南大学学报(自然科学版), 1997, 15(3): 236-238.
- [8] 张力平, 吕俊芳, 刘启瑞. 对海带中提取碘的实验改进 [J]. 延安大学学报, 1996, 15(2): 77-79.
- [9] 彭 秧, 李天安. 化学基础实验 [M]. 重庆: 西南师范大学出版社, 2007: 185-186.
- [10] 吕建洲, 张冬玲, 李 晶. 海带和裙带菜碘及微量元素含量的测定 [J]. 微量元素与健康研究, 2005, 22(2): 33-34.
- [11] 焦琳娟, 张振林. 中性红氧化褪色光度法测定海带中的微量碘 [J]. 分析试验室, 2006, 25(7): 112-114.

Study on Microscale Experiment of the Extracting Iodine from Kelp

HU Xiao-li, LI Yuan-fang, LING Li-sha,
MA Xue-bing, YANG Mei, WANG Shu-ying

School of Chemistry and Chemical Engineering, Southwest University, Chongqing 400715, China

Abstract: Different reaction conditions such as the volume of distilled water, the heating time, the extraction frequency, the acidity, and the types of antioxidants have different effects on extraction rates of iodine from kelp were discussed by using the microscale experiment apparatus which is self-designed. A whole experimental program and feasible operation procedures were proposed which could be used on chemical experiment courses in university. This method could get satisfactory results because extracting iodine in this way it has big crystalline grain, good crystal type, high yield, metallic luster, and it is easy to collect and quantify.

Key words: microscale experiment; kelp; iodine

责任编辑 潘春燕