

一种新的海带提取碘的实验方法探析

伏劲松, 李树伟, 彭蜀晋, 王萍*

(四川师范大学化学与材料科学学院, 四川成都 610068)

摘要: 对海带中提取 I_2 实验中存在的灰化、过滤操作时间长、萃取剂毒性大等不足进行了实验探析。实验采用蒸馏水直接浸泡海带、浸泡液 H_2SO_4 酸化、 H_2O_2 氧化、石油醚萃取、碱水反萃取酸化提取的方法。实验时间由原来的 1.5h 缩短至 10min, 实验现象明显、重现性好, 非常适用于课堂演示及学生实验。

关键词: 海带; 碘的提取; 实验改进; 化学实验教学

文章编号: 1005-6629(2015)1-0049-02

中图分类号: G633.8

文献标识码: B

从海带中提取碘的实验在高中化学课程标准(2003)中的必修与选修模块均有要求。人教版高中化学教材《化学 2》实验 4-2 和选修 6《实验化学》实验 2-3 就是两个实例。这两个实验在教学实践中存在一些问题, 经检索 2002-2014/02 期间的文献, 共有 7 篇相关的实验改进的文章。然而这些文章的共同问题是实验耗时过长, 不宜作为演示实验来进行。本实验采用新的提取和检验方法, 在较短的时间内即可完成, 并且以实验中提取碘的浓度、实验操作时间作为评价指标, 对改进前后的实验方案做了比较研究。

1 实验过程

1.1 仪器及药品

海带(福州海林有限公司生产)样品, 石油醚(AR), 蒸馏水(自制), 10% H_2O_2 , 3 mol/L H_2SO_4 , NaOH, 烧杯, 分液漏斗, 胶头滴管, 北京普析通用 UV-1901 紫外-可见分光光度计。

1.2 实验流程图

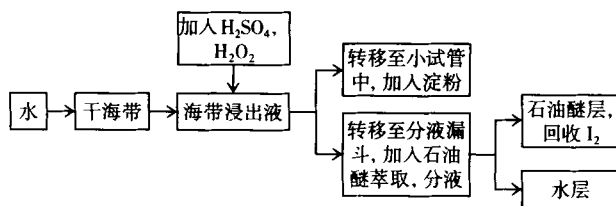


图 1 实验流程图

1.3 操作步骤

取 5g 干海带用剪刀剪碎成黄豆粒大小, 25℃ 下 20mL 水于 50mL 烧杯中浸泡 2min, 获得海带浸提液, 用胶头滴管将烧杯中浸提液 15mL 全部转移到另一 50mL 烧杯中, 向该烧杯中分别滴加 10 滴 3 mol/L 的 H_2SO_4 和 1mL 10% 的 H_2O_2 溶液, 混匀, 静置 2min。量取 2mL 该溶液于小试管中加入淀粉溶液, 将前面烧杯

中剩余的溶液转移至分液漏斗中, 将 10mL 石油醚分 3 次加入分液漏斗中, 振摇, 静置分层后的石油醚溶液转移至 500mL 大烧杯中。

1.4 碘含量的测定

为了便于比较改进后的实验方案与教材原实验方案的优劣, 以提取碘的浓度和实验时间(实验时间以 iPhone-4 手机秒表作为计时工具)作为考察标准, 进行评价。在浓度评价中采用紫外-可见分光光度计, 在 200~800nm 范围内测定经 H_2SO_4 酸化和 H_2O_2 氧化后的 I_2 的水溶液的吸收光谱, 确定最佳吸收波长为 460nm, 再于 460nm 处测定 I_2 的水溶液的吸光度值。利用标准曲线法确定所提取 I_2 的浓度。

2 海带提取方式的实验探析

根据文献^[1], 海带中碘的含量一般在 0.3% 以上, 最高可达 0.9%。存在于海带植物细胞中的碘 88.3% 为碘离子, 10.3% 为有机碘, 1.4% 为 IO_3^- 的形式。我们通过反复实验, 确定了用水浸提的方案, 研究结果表明: 控制好实验条件, 水可以有效地穿过细胞壁, 提取的效果完全可以达到实验的要求。

人教版《化学 2》的实验 4-2 中提取的碘离子的浓度不高, 实验效果不明显, 实验的操作时间较长, 不宜作为课堂演示实验, 而改进后的实验操作时间仅为数分钟。

表 1 提取方式比较

实验编号	提取方法	平行实验次数	平均含量 / $g \cdot L^{-1}$	实验时间 / min
1	灼烧灰化	3	0.0025	40
2	蒸馏水浸提	3	0.0090	2

由表 1 中的数据可以看出, 灼烧灰化的方法提取出的 I_2 的平均含量, 较蒸馏水浸提法提取的 I_2 含量要

* 通讯作者: 王萍, 副教授, 研究方向为化学学科教学论, wangp839@163.com。

低。因此用蒸馏水浸提代替灼烧法能满足实验的要求。

3 海带过滤方法的实验探析

人教版《化学2》(必修)的实验4-2方案采用煮沸溶解和过滤,过滤操作的时间长,需要20min左右^[2],同时滤纸会不同程度地吸附溶液中的碘,造成碘离子的损失,在定性实验中这种损失不会造成实验的失败,但是在定量实验中将使得定量准确性降低。

改进后的方案:无需煮沸,无需过滤,不使用酒精灯和滤纸,直接用胶头滴管从烧杯中吸取浸出液转移到小烧杯中备用, I₂的损失明显减少,同时实验时间明显缩短。

表2 过滤方式比较

实验编号	提取方式	过滤方式	平行实验次数	平均含量 /g·L ⁻¹	实验时间 /min
1	灼烧灰化	滤纸过滤	3	0.0019	19
2	灼烧灰化	滴管直接吸取	3	0.0023	1
3	蒸馏水浸泡	滤纸过滤	3	0.0084	19
4	蒸馏水浸泡	滴管直接吸取	3	0.0090	1

4 H₂SO₄ 和 H₂O₂ 溶液加入量的实验探析

人教版《化学2》的实验4-2方案中H₂SO₄的量(浓度及体积)未做规定,同时H₂O₂只规定了体积没有规定浓度。这在实验的过程中容易造成H₂O₂过量,从而使氧化生成的碘有可能进一步氧化成IO₃⁻,从而导致实验的失败^[3]。

改进后的方案:滴加10滴3 mol/L的H₂SO₄,加入10%的H₂O₂溶液1mL。提取效果好,实验现象明显。在实验的过程中规定用量既减少了药品的浪费,也避免了因为药品过量产生的副反应干扰实验,同时增加了实验的重现性。

表3 加入不同量H₂SO₄和H₂O₂溶液获取碘的浓度

实验编号	3 mol/L H ₂ SO ₄ /滴	10% H ₂ O ₂ /mL	平行实验次数	平均含量 /g·L ⁻¹
1	8	1	3	0.0085
2	10	1	3	0.0090
3	12	1	3	0.0083
4	10	0.5	3	0.0075
5	10	1.5	3	0.0081

5 萃取剂的选择及I₂的回收实验探析

人教版《化学2》的实验4-2方案中采用CCl₄作萃取剂的缺点在于CCl₄具有较高毒性和挥发性,是一种强烈的能够引起肝细胞坏死的化合物。溶解在CCl₄

中的碘,需要经过减压蒸馏的方式进行回收利用。对于中学化学实验室来说减压蒸馏的常用仪器如旋转蒸发器几乎没有,因此通常采用NaOH强碱反萃取CCl₄中的碘,此时发生的化学反应是 $3I_2+6OH^- \rightleftharpoons 5I^-+IO_3^-+3H_2O$,然后用硫酸酸化的方式将CCl₄中的碘进行回收,此时发生的化学反应是 $5I^-+IO_3^-+6H^+ \rightleftharpoons 3I_2+3H_2O$ 。这种回收方式增大了人与CCl₄的接触时间,使得CCl₄急性或者慢性中毒的几率增加。同时调查发现一般的处理方式是倒入下水道,这种处理方式一方面污染水资源,另一方面造成碘资源的浪费。

改进后的方案:加入石油醚作萃取剂,萃取后的上层溶液(石油醚层),转移至回收烧杯中,用NaOH强碱反萃取石油醚中的碘,然后用硫酸酸化的方式将石油醚中的碘进行回收(发生的化学反应与从CCl₄中反萃取然后酸化一致)或者敞口放置。

表4 不同萃取剂比较

实验编号	萃取剂	萃取次数	平行实验次数	平均含量 /g·L ⁻¹
1	CCl ₄	3	3	0.0090
2	石油醚	3	3	0.0091

从表中的数据可以看出,用CCl₄和石油醚萃取效果基本一致,因此可以用石油醚代替CCl₄且保证了实验者的健康。同时由于石油醚良好的挥发性,敞口放置一段时间,碘单质就能很好地从石油醚中分离出来,有利于碘单质的回收利用,避免了不必要的浪费。

6 结论

本文通过大量的实验,建立了一种新的从海带中提取碘的实验方法。通过改变提取方式、过滤方法、控制H₂SO₄和H₂O₂溶液加入量和萃取剂的变化,节省了时间,整个实验过程所用时间大约10min。环境污染物排放少,实验现象明显,结果具有较好的重现性,实验成本大大降低,有利于中学化学课堂进行演示实验、分组实验以及学生实验。

参考文献:

- [1] 金俊,林美娇主编. 海藻的利用与加工[M]. 北京: 科学出版社, 1998: 18, 131.
- [2] 蒲生财. 海带中碘的提取与检验实验改进[C]. 中国化学会第三届关注中国西部地区中学化学教学发展论坛论文集, 兰州: 2011, 296~297.
- [3] 盖利刚, 段秀全等. 电位滴定-双氧水氧化法从海带中提取碘[J]. 无机盐工业, 2011, 43(1): 52~55.