**《碘盐的制备与检验》实验项目操作规程**

**【实验目的】**

(1)学习重结晶的操作；

(2)复习抽滤的操作；

(3)了解“食盐”的成分及生产步骤

【**实验原理**】

日常生活中，我们所说的“食盐”均为碘盐。碘是人体甲状腺素的重要成分，对人体的大脑发育、身体成长和新陈代谢起着极其重要的影响。碘盐的制备，其实质是粗盐重结晶提纯，加入含碘活性成分的过程。

重结晶是提纯固体的重要方法．即将被提纯物质完全溶解在适当溶剂中，过滤，使不溶的杂质与液相分离。再通过加热蒸发液相使其浓缩后冷却手段使被提纯物质达到过饱和而重新结晶析出，而液相中杂质因未饱和而仍然留在液相中，从而达到提纯的目的。经多次重结晶，可以得到纯度在99.9％以上的晶体。母液的多少、晶体的大小以及结晶的次数决定着产物的纯度。

碘盐中碘的活性成分主要是KIO3或KI。因为KIO3具有化学性质稳定，常温下不挥发、不分解、不潮解，活性效果好，口感舒适，易生产等优点而被广泛采用。KIO3为无臭、无味、无色的晶体，溶于水，含碘量为59.3％。由于KIO3加热超过560℃时开始分解，且在酸性介质中氧化性较强，遇到食品中某些还原性物质，如Fe2+、C2O42-，易被还原为单质碘，所以应注意其生产条件。





纯KIO3晶体是有毒的，但微量(＜60mg/kg)足有益而无害的。

【**仪器与试剂**】

仪器：台称，烧杯，抽滤装置，蒸发皿，电炉，电热板，坩埚，玻棒，试管，点滴板；

试剂：粗盐，无水乙醇，合碘200mg·mL－1的标准KIO3溶液(称取KIO30.0676g，溶于200mL的去离子水中)，市售碘盐、碘检测液〔将800mL 1％淀粉指示剂、8mL85％的H3PO4利14g KSCN混合), 1％淀粉指示剂，85％的H3PO4，KSCN晶体，0.1mol·L－1BaCl2，铬黑T，饱和(NH4)2C2O4。

【**实验内容**】

1)粗盐提纯(重结晶)

用台秤称取粗盐15g，放人烧杯中，加入 50 mL去离子水，加热，使粗盐全部溶解后迅速抽滤。将滤液转入另一干净烧怀，继续加热，使溶液浓缩至25mL左右，要注意搅拌，以防烧杯底结垢。稍加冷却后再次抽滤，把所得自制精盐用玻棒转入蒸发皿，放列电热板上烘干，冷却后称重，计算产率。

2)食盐加碘

用台秤称取自制精盐5 g，放人一干燥、洁净的坩埚中，逐滴加入1mL含碘200mg·mL－1的标准KIO3溶液，在加入3mL无水乙醇并搅拌均匀后，点燃酒精，待酒精燃尽并冷却后，即得加碘食盐。

3)碘盐与母液成分比较

同取0.5g自制碘盐与粗盐，加入10mL人离子水，搅拌配成碘盐液与母液。各取1mL碘盐液与母液(取三次)入试管，进行以下检验，比较重结晶前后晶体成分的不同。

① Ca2+离子的检验 在2支试管中分别加入5滴饱和(NH4)2C2O4，观察白色CaC2O4沉淀产生的多少，从而判断碘盐液与母液Ca2+含量的不同。

② Mg2+离子的检验 在2支试管中分别加入1～2滴饱和氨水和1滴铬黑T指示剂，观察溶液变红的程度，从而判断碘盐液与母液Mg2+含量的不同。

③ SO42－离子的检验 自行设计方案，通过实验判断碘盐液与母液SO42－离子含量的不同。

4）含碘浓度的测定

①标淮色板的制备

取10 g精盐5份，分别加入标准碘溶液0.5、1.0、1.5、2.0、2.5mL，低温烘干。再各取1g成品，放入点滴扳5格中。分别加入2滴检测液，做成标准色板，合碘量分别为10、20、30、40、50mg·mL－1。

②含碘量的测定

分别各取1g自制精盐、自制碘盐和市售碘盐，放人点滴板3格中。分别加入2滴碘检测液，与教师做好的标准色板相比较，估计三者台碘量(注意点滴板孔径孔深要与教师的一致)。计算自制碘盐的理论含碘量，与实测值相比较，分析其差距产生的原因。