

# 紫外分光光度法测定饮用水中碘离子

陈栋勤

(徐州医学院化学教研室, 江苏 徐州 221004)

**摘要:**目的 探讨应用紫外分光光度法测定饮用水中碘离子的方法及测量条件的选择。方法 利用溴水定量氧化  $I^-$  生成  $IO_3^-$ , 再用甲酸除去过量的溴,  $IO_3^-$  在过量碘化物存在下氧化  $I^-$  产生 3 倍摩尔量的  $I_3^-$ , 在紫外光区的 286 nm 具有最大吸收, 并在 345 nm 处另有一略低的吸收峰,  $\epsilon_{286} = 1.3 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ,  $\epsilon_{345} = 8.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ , 均具有很高的灵敏度。结果  $I^-$  浓度与其吸光值在  $10 \sim 100 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  范围内成线性关系, 标准曲线的相关系数分别为 0.9990(286 nm 处) 和 0.9991(345 nm 处)。结论 用于饮用水中微量碘离子的测定, 方法简便、快速, 结果准确。

**关键词:** 紫外分光光度法; 碘离子; 碘酸根离子; 溴水; 饮用水

中图分类号: R123.1 文献标识码: A 文章编号: 1000-2065(2006)05-0426-02

## Determination of iodine ions in drinking water by using ultraviolet spectrophotometry

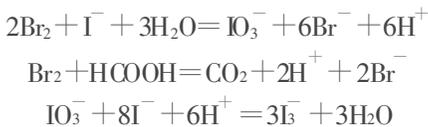
CHEN Dong-qin

(Department of Chemistry, Xuzhou Medical College, Xuzhou, Jiangsu 221004, China)

**Abstract: Objective** To evaluate the methods and measurement conditions of the ultraviolet spectrophotometry for determination of iodine ions in drinking water. **Methods**  $IO_3^-$  was prepared by quantitative oxidation of bromine water, with the excessive bromine removed with formic acid. In the presence of excessive iodide,  $I^-$  would be oxidized by  $IO_3^-$  to form 3 times of  $I_3^-$  in mol, displaying maximal absorption at 286 nm in ultraviolet zone and a slightly low apex at 345 nm.  $\epsilon_{286} = 1.3 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ ,  $\epsilon_{345} = 8.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ , with both showing high sensitivity. **Results** A linearity relationship between the concentration and the absorption value of  $I^-$  within the range of  $10 \sim 100 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ , with the correlation coefficients being 0.9990 and 0.9991 at 286 nm and 345 nm respectively. **Conclusion** This is a simple, convenient and rapid method to yield precise results in the determination of trace iodine ions in drinking water.

**Key words:** ultraviolet spectrophotometry; iodine ion;  $IO_3^-$  ion; bromine water; drinking water

GB 5749-85《生活饮用水卫生标准》规定的水碘标准为  $10.0 \mu\text{g} / \text{L}$ , 水碘是反映地区性外环境中碘水平的最重要指标。微量碘离子的测定有分光光度法<sup>[1]</sup>等。水中碘离子的测定有碘离子选择电极法<sup>[2]</sup>等分析方法。根据本地区水质状况, 要求监测方法是具有灵敏度高、线性范围宽的特点。本法利用溴水定量氧化  $I^-$  成为  $IO_3^-$ , 过量溴水用甲酸除去, 在过量碘化钾存在下,  $IO_3^-$  氧化  $I^-$  产生 3 倍摩尔量的  $I_3^-$ , 其反应方程式如下:



由于  $I_3^-$  在紫外光区 286 nm 有最大吸收,  $\epsilon_{286} = 1.3 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ , 在 345 nm 处有另一吸收峰,  $\epsilon_{345} = 8.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ , 均具有很高的灵敏度。

## 1 资料和方法

### 1.1 仪器和试剂

碘化钾标准溶液: 称取经硅胶干燥器干燥 24 h 的碘化钾 (GR) 0.1308 g 溶于纯水并定容至 1000 ml, 混匀, 此液  $\rho(I^- = 100 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1})$  贮于棕色瓶临用前用纯水稀释为  $2.5 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  的标准工作液。溴水: 用液溴配制成饱和溶液。甲酸溶液: [ $\varphi(\text{HCOOH}) = 10\%$ ]。磷酸溶液: [ $c(\text{H}_3\text{PO}_4) = 3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ]。碘化钾溶液 ( $100 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ): 临用前配制。试剂除注明者外均为分析纯; 实验用水为二次石英亚沸蒸馏水。

### 1.2 方法

1.2.1 实验方法 分别移取碘化钾标准工作溶液 0 ml、0.10 ml、0.30 ml、0.50 ml、0.70 ml、1.00 ml 于 25 ml 比色管中, 加纯水至 10 ml、溴水 2 滴, 摇匀, 放置 5 min, 加入甲酸 1.0 ml 摇震至无色, 继续摇震 1 min, 加入磷酸溶液 2.0 ml, 碘化钾溶液 2.0 ml, 加纯水至刻度, 摇匀。用 1 cm 石英比色皿于 286 nm 或 345 nm(用紫外-可见分光光度计), 或者 365 nm 处(721 型分光光度计)以实验用水为参比液, 测量

吸光度。

1.2.2 吸收光谱 取不同浓度的  $I^-$ , 按上述实验方法显色并于 TU-1810 紫外-可见分光光度计作波长扫描, 得到吸收光谱, 如图 1。

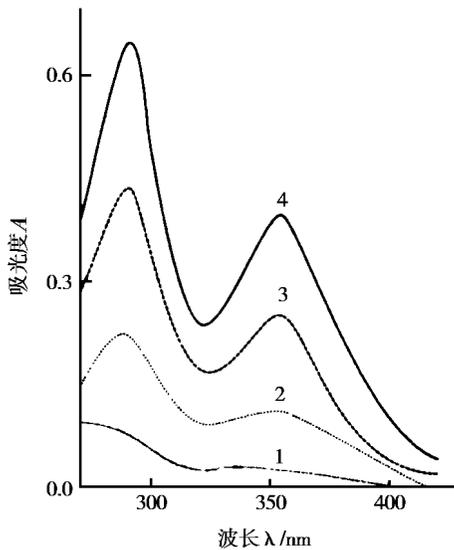


图 1 吸收光谱

1. 试剂空白; 2.  $[I_3^-] = 200 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ; 3.  $[I_3^-] = 400 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ;  
4.  $[I_3^-] = 800 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$

$I_3^-$  最大吸收波长位于 286 nm, 并在 345 nm 处有另一吸收峰, 因此可用紫外分光光度法测定, 如用 721 型分光光度计则可选择 365 nm 附近测量。

### 1.3 测量条件的选择

1.3.1 溶液酸度的影响  $IO_3^-$  氧化  $I^-$  反应在酸性介质中进行, 适宜磷酸的浓度范围为 0.18 ~ 0.36 mol·L<sup>-1</sup>。

1.3.2 氧化剂用量的选择 实验表明, 用溴水氧化  $I^-$  为  $IO_3^-$ , 当溴水用量为 1~3 滴时吸光度值最大且稳定, 本文选用 2 滴。

1.3.3 其他条件的选择 消除过量溴水, 加入甲酸的适宜用量 10% (体积分数) 甲酸 0.5 ~ 1.5 ml, 并须充分振摇, 至溶液无色。为使  $IO_3^-$  氧化  $I^-$  生成  $I_3^-$  的反应完全, 须有过量的碘化物存在, 100 g·L<sup>-1</sup> 碘化钾溶液适宜用量为 0.5 ~ 1.5 ml (即 0.012 ~ 0.036 mol·L<sup>-1</sup>)。在适宜的实验条件下, 30 min 内显色稳定, 本实验选在 10 ~ 20 min 内比色完成。

## 2 结果

2.1 标准曲线 按 1.2.1 实验方法, 得出测量吸光度值, 并以吸光度对  $I^-$  浓度作图绘制标准曲线。结果表明, 其相关系数分别为 0.999 0 (286 nm 处) 和

0.999 1 (345 nm 处), 摩尔吸光系数  $\epsilon_{286} = 1.3 \times 10^5 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ,  $\epsilon_{345} = 8.1 \times 10^4 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。灵敏度高于一些常见的吸光光度法。

2.2 检测限 以扣除空白值后的吸光度为 0.01 相对应的浓度值得出检测限。结果表明,  $I^-$  浓度与其吸光值在 10 ~ 100  $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  范围内成线性关系, 最低检出浓度为 10.0  $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

2.3 样品分析 分别抽取徐州地区地表水、地下水样品 10 份, 按实验方法显色测定, 结果见表 1。

表 1 徐州地区地表水、地下水样品测定结果

样品号	标准方法 <sup>[3]</sup> ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	本法 ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	测定总量 ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	回收率%
1	15.4	15.2	25.4	102
2	10.6	10.2	20.6	104
3	19.7	19.5	29.3	98.0
4	20.6	20.1	29.6	95.0
5	15.7	15.4	25.9	105
6	12.9	12.6	22.9	103
7	17.7	17.5	27.7	102
8	18.5	18.3	28.1	98.0
9	20.9	20.5	30.3	98.0
10	20.5	20.9	31.3	104

加入标准溶液浓度为 10.0  $\mu\text{g}/\text{L}$

## 3 讨论

将溴水定量氧化  $I^-$  生成  $IO_3^-$ , 用甲酸除去过量的溴,  $IO_3^-$  在过量碘化物存在下氧化  $I^-$  产生 3 倍摩尔量的  $I_3^-$ , 是一个倍增反应。被利用到光度分析法中测定碘离子, 实验结果表明, 摩尔吸光系数  $\epsilon_{286} = 1.3 \times 10^5 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ ,  $\epsilon_{345} = 8.1 \times 10^4 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。  $I^-$  浓度与其吸光值在 10 ~ 100  $\mu\text{g}/\text{L}$  范围内成线性关系, 标准曲线的相关系数分别为 0.999 0 (286 nm 处) 和 0.999 1 (345 nm 处)。其方法简便、快速且灵敏度高, 测定结果准确, 可广泛应用于生活饮用水中微量碘离子的快速测定。

### 参考文献:

- [1] 王晓东. 吸光光度法测定微量碘[J]. 理化检验—化学分册, 1998, 34(5): 222-223.
- [2] 梅树珍, 李智文, 刘爱萍, 等. 碘离子选择性电极测定水碘含量[J]. 中国公共卫生, 2000, 16(1): 84.
- [3] GB 5750-85 生活饮用水标准检验法 A.4 碘化物 A.4.1 硫酸高铈催化分光光度法. 中华人民共和国卫生部, 1985-08-16.

收稿日期: 2006-07-04 修回日期: 2006-09-04

本文编辑: 程春开