

隐色结晶紫法测定水中的碘化物

张建萍, 沈燕军, 谢 争, 潘 虹
(上海市环境监测中心, 上海 200030)

摘要: 采用隐色结晶紫法测定水中的碘化物, 检出限为 0.022 mg/L, 精密度和准确度均较好。该方法稳定性强, 干扰少, 操作快速简便, 适用于地表水、地下水和废水样品中碘化物的测定。

关键词: 碘化物; 分光光度法; 隐色结晶紫; 水质

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2005)06-0034-02

Determination of Iodide in Water by Leuco Crystal Violet Method

ZHANG Jian-ping, SHEN Yan-jun, XIE Zheng, PAN Hong
(Shanghai Environmental Monitoring Center, Shanghai 200030, China)

Abstract To detect iodide in water by leuco crystal violet method. The detection limit was 0.022 mg/L, and accuracy was good. This method was simple and fast, and was suitable for determination of iodide in surface water, underground water and wastewater.

Key words Iodide; Spectrophotometry; Leuco crystal violet; Water

碘化物主要存在于自然界的水中, 较高浓度的碘主要存在于海水、工业废水及用碘处理过的水中。碘化物的测定目前通常采用催化氧化法^[1], 在测定过程中要求严格控制时间, 且涉及到剧毒物品三氧化二砷。现采用隐色结晶紫法^[2]测定水中的碘化物, 准确灵敏, 稳定性强, 干扰少, 操作快速简便, 适用于地表水、地下水和废水样品中碘化物的测定。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

分光光度计; 1 cm 比色皿。

10 mg/mL KI 标准储备溶液: 准确称取 1.3081 g KI 溶于水, 稀释至 100 mL。柠檬酸缓冲溶液 (pH = 3.8): 称取 210.2 g 柠檬酸 ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) 溶于水, 稀释至 1000 mL, 得柠檬酸溶液; 将 131 mL 浓氨水加入 700 mL 水中, 稀释至 1000 mL, 得 2 mol/L 氨水 (贮于聚乙烯瓶中); 将 175 mL 2 mol/L 氨水缓慢加入 335 mL 柠檬酸溶液中, 加 40 g $NH_4H_2PO_4$, 搅拌至溶解, 得柠檬酸缓冲溶液。隐色结晶紫指示剂 (leuco crystal violet

$C_{25}H_{31}N_3$): 在 200 mL 水中加 3.2 mL 浓硫酸, 待稍冷却后移入 1 L 棕色瓶中, 加 1.5 g 隐色结晶紫, 使其完全溶解, 得隐色结晶紫溶液; 在 800 mL 水中加入 2.5 g 氯化汞, 搅拌至溶解, 得氯化汞溶液; 在搅拌下将氯化汞溶液加入隐色结晶紫溶液中, 得隐色结晶紫指示剂。为了使其更稳定, 必要时逐滴加入浓硫酸, 调节 pH 值至 1.5 或更低, 贮于棕色玻璃瓶中 (不能使用橡皮塞), 可存放 6 个月。过硫酸钾 ($KHSO_5$) 溶液: 市售品为含 $KHSO_5$ 、 $KHSO_4$ 和 K_2SO_4 的稳定粉末状混合物 (其中 $KHSO_5$ 质量分数为 42.8%), 取 1.5 g 粉末溶于水, 稀释至 1 L。试验用水为去离子水。

1.2 试验原理

通过加入 $KHSO_5$ 氧化剂, 有选择地将 I^- 氧化成 I_2 , 利用 I_2 与隐色结晶紫瞬时产生有色的结晶紫染料, 在 pH 值 3.5~4.0 条件、波长 592 nm 处比色。

1.3 试验步骤

收稿日期: 2005-04-19; 修订日期: 2005-09-06

作者简介: 张建萍 (1965-), 女, 上海人, 工程师, 大学, 从事环境监测工作。

量取 100 mL 水样于具塞比色管中, 分别加入 1.0 mL 柠檬酸缓冲溶液和 0.5 mL KHSO_5 溶液, 旋摇使混匀, 放置约 1 min, 再加入 1.0 mL 隐色结晶紫指示剂, 混匀, 用分光光度计测量其吸光度, 同时绘制标准曲线。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

按试验步骤测量 0.0 μg ~200.0 μg 标准系列吸光度, 绘制标准曲线, 回归方程为 $Y = 0.0034x - 0.0052$, 相关系数 $r = 0.9999$ 。

2.2 呈色溶液的稳定性

取 0.200 mg/L KI 标准溶液 100 mL, 按试验步骤显色完全后, 在不同时间测定, 结果见表 1。

表 1 呈色溶液稳定性测试结果

时间 t/min	5	15	30	60	90	120
吸光度	0.058	0.058	0.056	0.056	0.059	0.057

2.3 检出限

每天平行测定两次空白, 连续测定 5 d 按照《环境水质监测质量保证手册》(第二版)中规定的方法计算, 检出限为 0.022 mg/L。

2.4 精密度

测定 7 份 0.100 mg/L KI 标准溶液, 相对标准偏差为 0.68%。

2.5 准确度

分别对空白和样品作加标回收试验, 结果见表 2。

表 2 准确度测试结果

样品	1	2	3	4
样品量 $m/\mu\text{g}$	0.0	0.0	62.4	73.7
加标量 $m/\mu\text{g}$	110	110	110	110
回收率 $\%$	98.0	97.2	119	103

2.6 干扰

在 0.800 mg/L、1.00 mg/L KI 标准溶液中分别加入不同浓度的氯化物标准溶液, 经试验证明, 氯化物质量浓度 < 1.000 mg/L 时对测定无干扰。浑浊样品可采用絮凝方法预处理。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 第四版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002.
- [2] APHA, AWWA, WEF. Standard methods for the examination of water and wastewater [M]. 第二十版, Glen Burnie MD: Maryland composition company, 1998.

本栏目责任编辑 姚朝英

• 简讯 •

《环境监测管理与技术》第四届编委会在南京召开

《环境监测管理与技术》第四届编委会于 2005 年 11 月 10 日在南京召开。主编朱琦琦同志代表编委会向会议作了工作报告, 总结了办刊情况, 提出了今后的办刊意见。

会议讨论通过了第四届编委会工作条例, 颁发了第四届编委会顾问和编委聘书。

出席会议的同志围绕本刊办刊方针、宗旨和如何进一步提高质量进行了热烈讨论, 对本刊所取得的成绩给予充分的肯定, 对今后的工作提出了宝贵的意见和建议。

《环境监测管理与技术》第一届理事会在南京召开

《环境监测管理与技术》第一届理事会于 2005 年 11 月 10 日在南京召开。副理事长徐小占首先对理事会章程和期刊理事会服务细则作了说明, 与会理事单位代表对理事会章程和服务细则进行了讨论, 并提出修改意见。最后, 理事长张丹宁作了总结发言。与会代表一致认为, 应充分发挥环保权威媒体作用, 加强各理事单位在环保领域的交流与合作, 共同促进环保事业的发展。