

**HZ-HJ-SZ-0140**

水质—碘化物的测定—催化比色法

**1 范围**

本方法适用于测定饮用水、地下水和清洁地面水中的碘化物，其最低检出浓度为  $1 \mu\text{g/L}$ 。加入过量的具敏化反应的氯化钠，可降低碘的非催化型的生成和银与汞的抑制作用。

**2 原理**

在酸性条件上，碘离子对亚砷酸与硫酸铈的氧化还原反应具有催化能力，而且此作用与碘离子存在量呈非线性比例。在间隔一定时间后，加入硫酸亚铁铵以终止反应。残存的高铈离子与亚铁反应，成正比例的生成高铁离子，后者与硫氰酸钾生成稳定的红色络合物。

**3 试剂**

实验用水应为无碘水。必要时，于每升水中加 2g 氢氧化钠，并经蒸馏后供用。

3.1 氯化钠溶液：称取 200g 氯化钠溶于水，稀释至 1L。如含碘较高，可用水-乙醇混合液将氯化钠进行重结晶。

3.2 亚砷酸溶液：称取 4.946g 三氧化二砷( $\text{As}_2\text{O}_3$ )于少量水中，加入 0.2mL 浓硫酸使溶解，稀释至 1L。

3.3 1+3 硫酸溶液。

3.4 硫酸铈铵溶液：称取 13.38g 硫酸铈铵  $[\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  溶于水，加 44mL 浓硫酸，稀释至 1L。

3.5 硫酸亚铁铵溶液：称取 1.50g 硫酸亚铁铵  $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  溶于含 0.6mL 硫酸的 100mL 水中，当天配制。

3.6 硫氰酸钾溶液：称取 4g 硫氰酸钾(KSCN)溶于 100mL 水中。

3.7 碘化物标准贮备液：称取 0.6540g 碘化钾溶于水，移入 500mL 容量瓶中，稀释至标线。此溶液每毫升含 1.00mg 碘离子( $\text{I}^-$ )。

3.8 碘化物标准使用液：分取上述碘化物标准贮备液，逐级稀释至每毫升含  $0.010 \mu\text{g}$  碘离子( $\text{I}^-$ )的标准使用液。临用前配制。

**4 仪器**

4.1 秒表。

4.2 分光光度计。

4.3 恒温水浴，可控制温度为  $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

4.4 25mL 具塞比色管。

**5 水样保存**

水样在采集后应尽快进行测定。必要时，保存于  $2\sim 5^\circ\text{C}$ ，并在 24h 内完成测定。

**6 操作步骤**

**6.1 校准曲线的绘制**

吸取 0、1.00、3.00、5.00、7.00 和 10.0mL 碘化物标准使用液于 25mL 比色管中，加水至 10.0mL，顺次加入 1.00mL 氯化钠溶液、0.5mL 亚砷酸溶液和 1mL 1+3 硫酸溶液；混匀。置于  $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$  恒温水浴中，待温度达到平衡后，每隔 30s(以秒表计)分别加入 1.0mL 硫酸铈铵溶液。放回水浴中，经  $15\text{min} \pm 5\text{s}$  后取出，按原顺序每隔 30s 加入 1.00mL 硫酸亚铁铵溶液，混匀。此时黄色高价铈离子的颜色应消失，随即按顺序每隔 30s 加入 1.0mL 硫氰酸钾溶液，混匀。放置 15min 后，于 510nm 波长处，以水为参比，用光程长 10mm 比色皿，继续按顺序每隔 30s，测量吸光度。

由减去空白试验后的校准吸光度对应碘化物量( $\mu\text{g}$ )绘制校准曲线。

**6.2 水样的测定**

取 10.0mL 水样(或分取适量, 加无碘水至 10.0mL)于 25mL 比色管中, 按校准曲线绘制相同操作步骤测量吸光度。

### 6.3 空白试验

以无碘水代替水样, 以相同操作步骤进行空白测定。

## 7 结果计算

$$c_{\text{碘化物}} (\text{mg/L}) = m/V$$

式中:  $m$ ——由水样减去空白试验后的校正吸光度, 从校准曲线上查得碘化物量( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——分取水样体积(mL)。

注意事项:

- (1) 催化反应与温度、时间极为有关, 故应严格按照规定时间操作。在测定水样的同时, 绘制校准曲线。
- (2) 本法所绘制的校准曲线, 碘离子浓度与测得吸光度成反比。但不呈直线关系, 而两端向上弯曲。

## 8 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编, 水和废水监测分析方法 (第三版), pp. 305~306, 中国环境科学出版社, 北京, 1997。