

吸光光度法测定卤水、油田水中微量碘的研究

陈玉锋^{1,2}, 冉广芬¹, 马海州¹, 孟庆芬^{1,2}, 杜秀月¹, 田 润^{1,2}

(1. 中国科学院青海盐湖研究所, 青海 西宁 810008; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘 要:研究了利用亚硝酸钠为氧化剂,在酸性条件下将碘离子氧化为游离的碘,游离的碘遇淀粉形成蓝色化合物,采用分光光度法测定微量碘。试验结果表明:碘含量在4~18μg/mL范围符合朗伯比耳定律,标准偏差S=0.068%,平均回收率可达90%。利用该法对卤水、油田水中微量碘的测定结果满意。该方法简便、快速、准确。

关键词:吸光光度法;测定;卤水;碘

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** A **文章编号:** 1008-858X(2006)02-0042-04

0 引 言

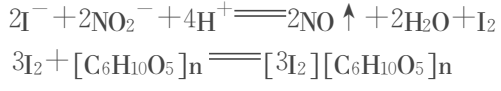
目前对微量碘测定的报道较多,有砷-铈接触催化法^[1]、硫氰化铁比色法^[2]、碘-碘化钾-结晶紫多元络合物水相显色比色法^[3]、离子选择电极法^[4]、安培检测-离子色谱法^[5]。盐湖卤水中碘的分析方法常采用硫酸铈-亚砷酸盐氧化还原催化法测定,这种方法标准曲线范围较窄0~1μg/mL,方法条件严格,操作烦琐。因此我们建立了以亚硝酸钠为氧化剂,采用分光光度法测定卤水中微量碘,该方法在4~18μg/mL范围符合朗伯比耳定律,标准曲线范围较宽,标准偏差S=0.068%,平均回收率可达90%,该方法简便、快速、准确。本方法可适用于卤水、油田水及其它含碘样品中微量碘测定。

1 试验部分

1.1 原 理

亚硝酸盐在酸性溶液中能快速氧化碘离子

为游离的碘,游离的碘遇淀粉形成蓝色化合物^[6],显色的深浅与含碘量成线性关系。其反应式为:



1.2 试剂与仪器

KI 标准液,准确称取 KI(GR)0.130 8 g溶于水中,定容至1 000 mL,即得 I⁻标准溶液浓度为100 μg/mL;10%NaNO₂ 溶液,称取分析纯 NaNO₂ 10 g溶于水中,定容至100 mL;20%NaCl 溶液,称取分析纯 NaCl 20 g溶于水中,定容至100 mL;1%甘油-淀粉溶液,称去 1g 淀粉,加入 5mL 蒸馏水搅拌成混浊液,再缓慢倒入 50 mL沸水,然后加入50 mL甘油,加热并微沸片刻,此淀粉溶液清亮透明,可以保存数星期不发生变化;0.5 mol/L HCl,VIS7200 可见分光光度计,上海天美科学仪器有限公司生产。

1.3 试验方法

移取碘含量在 100~450 μg之间于25 mL容

量瓶中, 加入 20% 氯化钠溶液 2.5 mL, 0.5 mol/L 盐酸 2 mL 酸化, 加入 1% 淀粉溶液 1 mL, 10% 亚硝酸钠 1 mL, 摇匀, 放入通风橱中。20 min 后, 稀释至刻度, 摇匀, 30 min 后开始测定 (加入亚硝酸钠溶液后记时)。用 1 cm 比色皿和试剂空白作参比, 于波长 590 nm 处测定吸光值。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线的绘制

取一试样液 I⁻ 含量在 4~18 μg/mL 范围内, 试验方法同上, 在 570~630 nm 范围内每隔 5 nm 测一次吸光值, 由此选取最佳吸收波长为 590 nm。

2.2 标准曲线的制作

准确吸取 100 μg/mL I⁻ 标准液 0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、3.5、4.0、4.5、5.0 mL 于 25 mL 容量瓶中, 其它方法同上, 记录实验数据如表 1, 并绘制标准曲线, 见图 1。

表 1 I⁻ 标准溶液的吸光度

Table 1 Absorbance of the iodine standards

I ⁻ /(μg/mL)	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0
ABS	0	0.057	0.197	0.344	0.494
I ⁻ /(μg/mL)	12.0	14.0	16.0	18.0	20.0
ABS	0.619	0.770	0.896	1.071	1.084

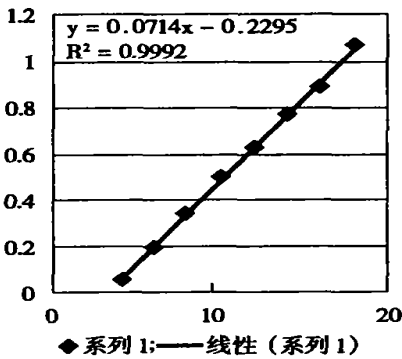


图 1 I⁻ 标准曲线
Fig. 1 Iodine calibration curve

从表 1, 图 1 可知, 本方法最低检出 I⁻ 浓度 4 μg/mL; I⁻ 浓度在 4~18 μg/mL 范围内符合朗伯比耳定律。其相关系数 R²=0.9992。

2.3 溶液酸度的影响

取 I⁻ 标准溶液 12 μg/mL, 改变 HCl 用量, 其它条件同上述试验方法, 测定其吸光值。HCl 用量为 2 mL 时吸光值最大, 本文 HCl 用量选 2 mL。

2.4 氧化剂用量的选择

取 I⁻ 标准溶液 12 μg/mL, 改变氧化剂的用量, 其它条件同上述试验方法, 测定其吸光值。结果见表 2。

表 2 不同 NaNO₂ 加入量对测定 I⁻ 含量的影响

Table 2 Influence of the quantity of sodium nitrite on the sensitivity of iodine measurement

NaNO ₂ /mL	0.5	1.0	1.5	2.0	
ABS	0.465	0.556	0.340	0.244	
NaNO ₂ /mL	2.5	3.0	4.0	5.0	6.0
ABS	0.142	0.051	0.008	0.000	0.000

从表 2 可知, 10% NaNO₂ 的加入量对吸光值有较大的影响, NaNO₂ 的加入量为 1 mL 时吸光度最大, 本文选择 NaNO₂ 加入量为 1 mL。应准确控制氧化剂用量。

2.5 氯化钠用量的选择

改变氯化钠的用量, 其它条件同上述试验方法, 测定其吸光值。试验结果 NaCl 加入量在 0.5~3.0 mL 用量时吸光度比较接近, 本文选取 NaCl 用量 2.5 mL。

2.6 显色时间的选择

取一试样液 I⁻ 浓度在 4~18 μg/mL 范围内, 试验方法同上述, 测定其吸光值。从加入 NaNO₂ 溶液后开始记时, 结果见表 3。从表 3 可知, 30 min 后吸光度基本稳定, 本文选择显色时间为 30 min。

表 3 显色时间对吸光度的影响

Table 3 Influence of the development time on the obsorbance						
Time/min	5	10	15	20	25	30
ABS	0.376	0.374	0.367	0.361	0.356	0.352
Time/min	35	40	45	50	55	60
ABS	0.349	0.348	0.347	0.348	0.348	0.348

2.7 样品测定

准确移取碘含量在 100~450 μg 之间于 25 mL 容量瓶中(如果样品中 I⁻ 浓度低于 4 μg/mL, 可以通过向样品溶液中加入定量 I⁻

标准溶液的方法测得), 使溶液中氯化钠大约 0.5 g(如所取分析试样中已含有约 0.5 g NaCl, 则不必再加 20%NaCl 溶液), 用 0.5 mol/L 盐酸 2 mL 酸化, 加入 1% 淀粉溶液 1 mL, 10% 亚硝酸钠 1 mL, 摇匀, 放入通风橱中 20 min 后, 稀释至刻度, 摇匀, 30 min 后开始测定(加入亚硝酸钠溶液后记时)。用 1 cm 比色皿和试剂空白作参比, 于波长 590 nm 处测定吸光值。

2.8 精密度试验

取 6 个同一卤水试样液 I⁻ 在 100~450 μg, 测定方法样品测定。结果见表 4。

表 4 精密度试验结果

Table 4 Results of the Precision experiments								
次数	1	2	3	4	5	6	均值 X	标准差 S
实测值/(mg/L)	34.25	34.20	34.30	34.30	34.30	34.30	34.275	
误差	-0.025	-0.075	0.025	0.025	0.025	0.025		0.04183
d _i ²	0.000625	0.005625	0.000625	0.000625	0.000625	0.000625		

由表 4 可知, 其标准偏差 S=0.068%。结果表明, 采用此方法测定卤水中微量碘, 结果较稳定, 精密度较高。

2.9 加标回收试验

取卤水试样液(碘含量在 100~450 μg), 向试样液中加入不同的 I⁻ 标准液, 方法同样品测定。结果见表 5。

表 5 加标回收率试验

Table 5 Recovery results of the standard addition experiment				
I ⁻ 原含量/(μg/mL)	I ⁻ 加入量/(μg/mL)	I ⁻ 测得量/(μg/mL)	回收率/%	平均回收率/%
6.94	1	7.82	88.0	
6.94	2	8.69	87.5	
6.94	4	10.60	91.5	90.3
8.15	2	9.97	91.0	
5.75	4	9.49	93.5	

从表 5 可知, 以亚硝酸钠为氧化剂, 分光光度法测定卤水中微量的碘, 平均回收率可达 90.3%。说明该方法具有较高的准确度。

参考文献:

[1] 中国科学院青海盐湖研究所分析室编著. 卤水和盐的分析方法[M]. 北京: 科学技术出版社, 1973.

[2] 池建新. 生活饮用水微量碘的测定——硫氰化铁比色法[J]. 中国地方医学杂志, 1990, 9(4): 234—235.

[3] 周坚勇. 碘—碘化钾—结晶紫多元络合物水相显色的研究及碘盐中碘的测定[J]. 光谱仪器与分析, 1991(1): 22—23.

[4] 宋永年. 碘离子选择电极法测定加碘盐中的碘[J]. 盐湖盐与化工, 1998, 27(3): 33—36.

[5] 柴成文, 刘克纳, 牟世芬. 安培检测—离子色谱法测定乳品中的微量碘[J]. 色谱, 2001, 19(1): 94—96.

[6] 陈寿椿. 重要无机化学反应[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1963.

Study on the Determination of Iodine in Brines and Oil-field Waters by Spectrophotometry

CHEN Yu-Feng^{1, 2}, RAN Guang-fen¹, MA Hai-zhou¹, MENG Qing-fen^{1, 2}, DU Xiu-yue¹, TIAN Run^{1, 2}
(1. Qinghai Institute of Salt Lakes· Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, China;
2. Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

Abstract:The determination of iodine by spectrophotometry was studied using sodium nitrite as the oxidant. Results indicated that the Lambert-Beer's Law was followed in the range of 4~18ug/mL iodine content, The average recovery was 90%with a precision of 0.068% RSD (n=6). The application of this method to the determination of trace iodine in brines, oil-field waters obtained satisfactory results. The method features with simplicity, rapidness and good accuracy.

Key words:Spectrophotometry; Determination; Brine; Iodide

《盐湖研究》合订本征订启事

《盐湖研究》是原国家科委批准的学术类自然科学期刊,由中国科学院青海盐湖研究所主办,科学出版社出版,1993 年创刊并在国内外公开发行。《盐湖研究》自公开发行以来,深受广大读者的厚爱,为了便于我刊读者和文献情报服务单位系统收藏,编辑部已完成 2000 年—2003 年《盐湖研究》的合订本装订工作。合订本共计 3 册,每册仅收取工本费 90 元。数量有限,欲购者请与《盐湖研究》编辑部联系,联系电话:0971—6301683。