

DB61

陕西省地方标准

DB 61/T 1496—2021

水质 碘化物的测定 砷铈催化分光光度法

Water quality Determination of iodide As^{3+} - Ce^{4+} catalytic spectrophotometry

2021 - 12 - 17 发布

2022 - 01 - 17 实施

陕西省市场监督管理局

发布

目 次

前言.....II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 原理..... 1

5 仪器..... 1

6 试剂..... 2

7 溶液配制..... 2

8 分析步骤..... 3

9 分析结果计算..... 4

10 方法特性..... 5

11 质量保证和控制要点..... 5

参考文献..... 6

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由陕西省地方病防治研究所提出。

本文件由陕西省卫生健康委员会归口。

本文件起草单位：陕西省地方病防治研究所、安康市疾病预防控制中心、西安市疾病预防控制中心、渭南市疾病预防控制中心、岐山县疾病预防控制中心、西安中检国华质量技术研究院。

本文件主要起草人：杨晓栋、张清平、陈平、姜玮、宋运龙、蔺兆星、邹斌、陈光慈、张系忠、亢连科、蒲君香、李鸽、张盼红。

本文件由陕西省地方病防治研究所负责解释。

本文件首次发布。

联系信息如下：

单位：陕西省地方病防治研究所

电话：029-88122773

地址：西安市莲湖路391号

邮编：710003

水质 碘化物的测定 铈铈催化分光光度法

警告:本文件所用的三氧化二砷剧毒!使用者应采取防护措施,并按国家有关危险化学品的规定执行。

1 范围

本文件规定了用铈铈催化分光光度法测定生活饮用水及其水源水中的碘化物。

本文件碘化物最低检测质量浓度为 $0.2\text{ }\mu\text{g/L(I)}$,测定范围为低浓度碘化物 $[0\text{ }\mu\text{g/L(I)}\sim 10\text{ }\mu\text{g/L(I)}]$ 、中浓度碘化物 $[10\text{ }\mu\text{g/L(I)}\sim 100\text{ }\mu\text{g/L(I)}]$ 和高浓度碘化物 $[100\text{ }\mu\text{g/L(I)}\sim 600\text{ }\mu\text{g/L(I)}]$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

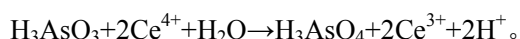
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

4.1 在酸性条件下,利用碘对铈铈氧化还原反应的催化作用:



4.2 反应中黄色的 Ce^{4+} 被亚砷酸还原成无色的 Ce^{3+} ,碘含量越高,反应速度越快,剩余的 Ce^{4+} 则越少。控制反应温度和时间,在一定波长下测定体系中剩余的 Ce^{4+} 的吸光度,计算碘化物含量。

5 仪器

5.1 恒温水浴箱: $30^\circ\text{C} \pm 0.2^\circ\text{C}$ 。

5.2 分光光度计: 1 cm 比色皿。

5.3 消化控温加热装置: $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

5.4 移液器。

5.5 玻璃试管: 15 mm×120 mm 或 15 mm×150 mm。

5.6 秒表。

5.7 天平: 0.1 mg。

5.8 干燥器。

6 试剂

- 6.1 浓硫酸 (H_2SO_4 , $\rho_{20}=1.84 \text{ g/mL}$, 优级纯)。
- 6.2 氢氧化钠 (NaOH , 优级纯)。
- 6.3 三氧化二砷 (As_2O_3)。
- 6.4 氯化钠 (NaCl , 优级纯)。
- 6.5 硫酸铈铵 ($\text{Ce}(\text{NH}_4)_4(\text{SO}_4)_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。
- 6.6 碘化钾 (KI , 优级纯)。
- 6.7 过硫酸铵 ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$)。
- 6.8 纯水 (H_2O , 符合 GB/T 6682 二级水规格)。

注：本文件所使用的试剂纯度除特别指明外均为分析纯。

7 溶液配制

7.1 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2.5 \text{ mol/L}$]

取140 mL浓硫酸缓慢加入到700 mL纯水中，冷却后用纯水稀释至1L。

7.2 低浓度碘化物 ($0 \mu\text{g/L} \sim 10 \mu\text{g/L}$) 测定试剂的配制

7.2.1 过硫酸铵溶液 [$c((\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8)=0.50 \text{ mol/L}$]:

称取57.1 g过硫酸铵，定容于500 mL纯水中。冷藏避光放置，可保存1个月。

7.2.2 亚砷酸溶液 I [$c(\text{H}_3\text{AsO}_3)=0.060 \text{ mol/L}$]

称取5.9 g三氧化二砷、20.0 g氯化钠和2.0 g氢氧化钠置于1 L的烧杯中，加纯水约500 mL，加热至完全溶解后冷至室温，再缓慢加入350 mL 2.5 mol/L硫酸溶液，冷至室温后用水稀释至1 L，贮于试剂瓶中，室温避光放置，可保存6个月。

7.2.3 硫酸铈铵溶液 I [$c(\text{Ce}^{4+})=0.012 \text{ mol/L}$]

称取8.0 g硫酸铈铵溶于700 mL 2.5 mol/L硫酸溶液，用水稀释至1 L，室温避光放置，可保存6个月。

7.3 中浓度碘化物 ($10 \mu\text{g/L} \sim 100 \mu\text{g/L}$) 测定试剂的配制

7.3.1 亚砷酸溶液 II [$c(\text{H}_3\text{AsO}_3)=0.10 \text{ mol/L}$]

称取10.0 g三氧化二砷、25.0 g氯化钠和2.0 g氢氧化钠置于1 L的烧杯中，加纯水约500 mL，加热至完全溶解后冷至室温，再缓慢加入200 mL 2.5 mol/L硫酸溶液，冷至室温后用纯水稀释至1 L，室温避光放置，可保存6个月。

7.3.2 硫酸铈铵溶液 II [$c(\text{Ce}^{4+})=0.053 \text{ mol/L}$]

称取35.4 g硫酸铈铵溶于490 mL 2.5 mol/L硫酸溶液，用纯水稀释至1 L，避光室温放置，可保存6个月。

7.4 高浓度碘化物 ($100 \mu\text{g/L} \sim 600 \mu\text{g/L}$) 测定试剂的配制

7.4.1 亚砷酸溶液 III [$c(\text{H}_3\text{AsO}_3)=0.060 \text{ mol/L}$]

称取6.0 g三氧化二砷、18.0 g氯化钠和2.0 g氢氧化钠置于1 L的烧杯中，加纯水约500 mL，加热至完全溶解后冷至室温，再缓慢加入160 mL 2.5 mol/L硫酸溶液，冷至室温后用纯水稀释至1 L，室温避光放置，可保存6个月。

7.4.2 硫酸铈铵溶液Ⅲ [$c(\text{Ce}^{4+})=0.053 \text{ mol/L}$]

配制方法同7.3.2。

7.5 碘化物标准溶液

7.5.1 贮备液

准确称取经干燥器干燥24 h的碘化钾0.1308 g于烧杯中，用0.1% NaOH溶液溶解，定量移入1000 mL容量瓶，再用0.1% NaOH溶液稀释至刻度。此溶液1 mL含碘100 μg 。冷藏放置，可保存6个月。

7.5.2 中间溶液Ⅰ (10 $\mu\text{g/mL}$)

临用时吸取10.00 mL贮备液置于100 mL容量瓶中，用0.1% NaOH水溶液稀释至刻度。

7.5.3 中间溶液Ⅱ (1 $\mu\text{g/mL}$)

临用时吸取10.00 mL中间溶液Ⅰ置于100 mL容量瓶中，用0.1% NaOH水溶液稀释至刻度。

7.5.4 中间溶液Ⅲ (0.1 $\mu\text{g/mL}$)

临用时吸取10.00 mL碘标准中间溶液Ⅱ置于100 mL容量瓶中，用0.1% NaOH水溶液稀释至刻度。

7.5.5 低浓度碘化物 (0 $\mu\text{g/L}$ ~10 $\mu\text{g/L}$) 测定标准系列溶液

临用时吸取中间溶液Ⅲ 0 mL，2.00 mL，4.00 mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00 mL分别置于100 mL容量瓶中，用0.1% NaOH水溶液稀释至刻度。此标准系列溶液的浓度分别为 0 $\mu\text{g/L}$ ，2 $\mu\text{g/L}$ ，4 $\mu\text{g/L}$ ，6 $\mu\text{g/L}$ ，8 $\mu\text{g/L}$ ，10 $\mu\text{g/L}$ 。

7.5.6 中浓度碘化物 (10 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$) 测定标准系列溶液

临用时吸取中间溶液Ⅱ 1.00 mL，2.00 mL，4.00 mL，6.00 mL，8.00 mL，10.00 mL分别置于100 mL容量瓶中，用0.1% NaOH水溶液稀释至刻度。此标准系列溶液的浓度分别为 10 $\mu\text{g/L}$ ，20 $\mu\text{g/L}$ ，40 $\mu\text{g/L}$ ，60 $\mu\text{g/L}$ ，80 $\mu\text{g/L}$ ，100 $\mu\text{g/L}$ 。

7.5.7 高浓度碘化物 (100 $\mu\text{g/L}$ ~600 $\mu\text{g/L}$) 测定标准系列溶液

临用时吸取中间溶液Ⅰ 1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL，6.00 mL分别置于100 mL容量瓶中，用0.1% NaOH水溶液稀释至刻度。此标准系列溶液的浓度分别为 100 $\mu\text{g/L}$ ，200 $\mu\text{g/L}$ ，300 $\mu\text{g/L}$ ，400 $\mu\text{g/L}$ ，500 $\mu\text{g/L}$ ，600 $\mu\text{g/L}$ 。

8 分析步骤

8.1 低浓度碘化物 (0 $\mu\text{g/L}$ ~10 $\mu\text{g/L}$) 测定

8.1.1 分别取碘标准系列溶液及水样各 2.00 mL 置于玻璃试管中，各管加入 0.5 mL 0.5 mol/L 过硫酸铵溶液，混匀后置于消化控温加热装置中，于 100 $^{\circ}\text{C}$ 消化 20 min，取下冷却至室温。

8.1.2 各管加入 1.0 mL 亚砷酸溶液Ⅰ，充分混匀后置于 30 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中温浴 15 min。

8.1.3 使用秒表计时，依顺序每管间隔时间一致（15s~30s）向各管准确加入 0.50 mL 硫酸铈铵溶液 I，立即混匀，放回水浴中。

8.1.4 待第一管加入硫酸铈铵溶液 I 后准确反应 30 min 时，依顺序每管间隔时间一致（15s~30s）于 405 nm 波长下，用 1 cm 比色皿，测定各管的吸光度。

8.2 中浓度碘化物（10 μg/L~100 μg/L）测定

8.2.1 分别取碘标准系列溶液及水样各 1.00 mL 置于玻璃试管中，然后加入 2.5 mL 亚砷酸溶液 II，充分混匀后置于 30 ℃ 恒温水浴中温浴 15 min。

8.2.2 使用秒表计时，依顺序每管间隔时间一致（15s~30s）向各管准确加入 0.50 mL 硫酸铈铵溶液 II，立即混匀，放回水浴中。

8.2.3 待第一管加入硫酸铈铵溶液 II 后准确反应 15 min 时，依顺序每管间隔时间一致（15s~30s）于 420 nm 波长下，用 1 cm 比色皿，测定各管的吸光度。

8.3 高浓度碘化物（100 μg/L~600 μg/L）测定

8.3.1 分别取碘标准系列溶液及水样各 0.20 mL 置于玻璃试管中，然后加入 3.5 mL 亚砷酸溶液 III，充分混匀后置于 30 ℃ 恒温水浴中温浴 15 min。

8.3.2 使用秒表计时，依顺序每管间隔时间一致（15s~30s）向各管准确加入 0.50 mL 硫酸铈铵溶液 III，立即混匀，放回水浴中。

8.3.3 待第一管加入硫酸铈铵溶液 III 后准确反应 15 min 时，依顺序每管间隔时间一致（15s~30s）于 405 nm 波长下，用 1 cm 比色皿，测定各管的吸光度。

9 分析结果计算

9.1 回归方程法

碘化物浓度 $c(\mu\text{g/L})$ 与吸光度值 A 的对数值成线性关系：见式(1)，求出标准曲线的回归方程，将样品管的吸光度值代入式(1)，求出所测样品中碘化物浓度，再按式(2)计算碘化物的质量浓度。

$$c = a + b \lg A \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{或 } c = a + b \ln A$$

式中：

c ——碘标准系列溶液(或所测样品)中碘化物的质量浓度，单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；

A ——碘标准系列溶液(或所测样品)测定的吸光度值；

a ——标准曲线回归方程的截距；

b ——标准曲线回归方程的斜率。

9.2 标准曲线法

以碘标准系列溶液中碘化物质量浓度为横坐标，吸光度值的对数为纵坐标，在半对数坐标系中绘制标准曲线，以样品管的吸光度值在标准曲线上查得所测样品中碘化物质量浓度，再按式(2)计算水样中碘化物的质量浓度。

$$\rho(\text{I}^-) = c \times K \dots\dots\dots (2)$$

式中：

式中:

$\rho(I)$ ——水中碘化物的质量浓度, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

K——水样稀释倍数;

c ——由标准曲线回归方程计算所得或由标准曲线查得样品中碘化物的质量浓度, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

10 方法特性

10.1 精密度

实验室对低浓度含碘化物 $7.0\mu\text{g/L} \sim 8.0\mu\text{g/L}$ 的水样各做6次重复测定, 相对标准偏差为1.3%~1.7%; 中浓度含碘化物 $67.0\mu\text{g/L} \sim 80.0\mu\text{g/L}$ 的水样各做6次重复测定, 相对标准偏差为0.2%~1.4%; 高浓度含碘化物 $340\mu\text{g/L} \sim 350\mu\text{g/L}$ 的水样各做6次重复测定, 相对标准偏差为0.2%~0.5%。

10.2 回收率

10.3.1 实验室对含碘化物 $83.7\mu\text{g/L} \sim 350\mu\text{g/L}$ 的水样做加标回收, 加入碘标准溶液, 使加标回收样品浓度增加 $2.5\mu\text{g/L} \sim 300\mu\text{g/L}$, 回收率为95.5%~108%。

10.3.2 实验室测定含碘化物 $5.0\mu\text{g/L} \sim 300\mu\text{g/L}$ 的3个水碘标准物质, 相对误差为0.2%~2.0%。

11 质量保证和控制要点

11.1 实验环境、器皿及试剂应避免碘污染。

11.2 每批样品消化、测定应同时设置标准系列。

11.3 测定前应检查比色皿空白吸光度的一致性, 样品皿与参比皿盛纯水在测定波长下比较, 吸光度值差异不超过 ± 0.002 。

11.4 标准曲线回归方程 $c=a+b\lg A$ (或 $c=a+b\ln A$) 的相关系数绝对值应 ≥ 0.999 。

11.5 宜采用水碘有证标准物质作为准确度控制手段。

参 考 文 献

- [1] WS/T 107.1-2016 尿中碘的测定 第1部分：砷铈催化分光光度法.
 - [2] 王海燕 适合缺碘及高碘地区水碘检测的方法研究(3) [J]. 中国地方病学杂志, 2007年26卷第3期: 333-336.
-