

海水中碘的动力学分光光度法测定*

——砷(Ⅲ)-铈(Ⅳ)-番木鳖碱直接法

王尊本 郑朱梓

(厦门大学化学系)

测定海水中碘含量的方法很多,利用砷(Ⅲ)-铈(Ⅳ)氧化还原体系的动力学分光光度法其中之一。Dubravčić^[1,2]用亚铁离子抑制该反应,生成的高铁离子用KCNS显色,然后以测得的吸光度的对数值对碘含量作图得标准曲线。此法的缺点是要制作高碘含量和低碘含量两条标准曲线,而且受氯度、酸度、温度等条件的影响较严重,使得标准曲线经常变动。后来, Barkley等^[3]用番木鳖碱作抑制剂,通过测定经不同反应时间后剩余量的铈(Ⅳ)与番木鳖碱形成的红色络合物的吸光度求出反应速率常数,并以多次测得的反应速率常数对碘含量作图绘制标准曲线。此法虽克服了前法标准曲线容易变动的弱点,但操作十分繁琐,而且水样和试剂的用量都比前法大得多。

我们综合上述两种方法的长处,克服它们的弱点,提出用番木鳖碱作抑制剂,并直接测定它与铈(Ⅳ)形成的络合物的吸光度,以吸光度的对数值对碘含量作图得标准曲线。本方法与上述两方法比较,只需作一条标准曲线就可测定含量范围为0—100ppb的碘,而且标准曲线稳定,操作步骤简单,水样和试剂用量少,应用于实际海水样品测定,获得满意的结果。

实 验 部 分

(一) 主要仪器与试剂

1. 751G型分光光度计。
2. 0.025mol/l亚砷酸溶液: 4.946g As_2O_3 溶于500ml内含2.0g氢氧化钠的热水中,用1.7ml浓硫酸酸化,冷却后用水稀释至1 l。
3. 0.02mol/l高铈溶液: 13.38g $Ce(SO_4)_2 \cdot 2(NH_4)_2SO_4 \cdot 4H_2O$ 溶于水中,加入44ml浓硫酸,用水稀释至1 l。
4. 1.5%番木鳖碱溶液: 3.00g番木鳖碱溶于200ml内含5.6ml浓硫酸的水中。
5. 碘标准溶液: 每毫升含碘量为1.0 μ g。

本文1984年7月1日收到,修改稿1985年3月16日收到。

*参加本文实验工作的有林国顺、李丽华。

(二) 操作步骤

于6个30ml大试管中依次加入6.00、5.90、5.80、5.60、5.40和5.20ml二次蒸馏水，各加入2ml10%NaCl溶液、0.5ml亚砷酸溶液和0.5ml60% H_2SO_4 溶液，然后按序加入0.00、0.10、0.20、0.40、0.60和0.80ml碘标准溶液。用注射器每间隔半分钟依次加1ml高铈溶液于各试管。准7分钟时（室温较高时可适当缩短时间），注2ml番木鳖碱溶液于各试管，摇匀。以蒸馏水为参比，用5ml吸收池于445nm波长处测各份溶液的吸光度。以吸光度的对数值对碘量作图得标准曲线。

测定海水样品时，取8ml水样代替蒸馏水、10%NaCl溶液和碘标准溶液，按绘制标准曲线的步骤进行测定。从标准曲线上找出相应的含碘量。

(三) 讨论

干扰试验结果表明，当海水中常见的19种元素以最高含量存在时也不干扰碘的测定。用含碘量为45.0和44.0ppb的水样进行准确度试验，结果表明回收率均为95%。六次平行测定的相对标准偏差为3.8%。本方法也与Dubravčić法及极谱法作过对比试验，结果十分相近。

参 考 文 献

- (1) Dubravčić, M. et al., Micro-determination of Iodides by Arresting the Catalytic Reduction of Ceric Ions, *Analyst*, 78 (1953), 594.
- (2) Dubravčić, M., Determination of Iodine in Common Salt by the Catalytic Reduction of Ceric Ions, *Analyst*, 80 (1955), 146., Determination of Iodine in Natural Waters (Sodium Chloride as a Reagent in the Catalytic Reduction of Ceric Ions), *Analyst*, 80 (1955), 295.
- (3) Barkley, R.A. et al., Determination of Chemically Combined Iodine in Sea Water by Amperometric and Catalytic Methods, *Anal. Chem.*, 32 (1960), 154.