

探讨生活饮用水中碘化物的两种检测方法

碘作为人体必需的微量元素之一，虽然在人体的含量极低，但作用却很重要。人体缺碘会造成不同程度的损害，如地方性甲状腺肿、地方性克汀病和对儿童智力发育的潜在性损伤。我国曾是全球碘缺乏病严重流行的国家之一，大部分地区外环境缺碘，部分省份存在水源性高碘地区。人体碘元素的来源主要是水和食物，在无外来碘食物的环境下，水碘含量是衡量当地居民碘摄入量的重要指标。环境中水碘含量过低会导致碘缺乏病的发生，水碘含量过高时，则可引起高碘甲状腺肿。因此准确测定饮用水中碘化物的含量对人类的健康有着至关重要的作用。

水中碘化物的测定方法较多，相关报道也比较多，主要有催化还原光谱法、气相色谱法、离子色谱法、电感耦合等离子体质谱法和分光光度法，本文从测定范围、检出限、精密度、准确度等方面对比研究了离子色谱法和硫酸铈催化分光光度法两种测定方法，通过对比发现，两种不同的方法都存在各自的利弊，实验过程中可根据样品量、样品浓度范围，实验室条件等选择合适的方法。

一、材料与方法

1.1 仪器与试剂

UV-1500 紫外可见分光光度计；

离子色谱；0.45 μ m 滤膜；碘标准溶液（100 μ g/mL）；碳酸钠（优级纯）；氢氧化钠（优级纯）；三氧化二砷；氯化钠（优级纯）；硫酸铈铵；碘化钾（优级纯）；过硫酸铵；纯水（重蒸水或去离子水，电导率 < 1.0 μ S/cm）。

1.2 方法原理

1.2.1 硫酸铈催化分光光度法测定生活饮用水中碘化物的原理

利用碘对砷钼氧化还原反应的催化作用 $\text{H}_3\text{AsO}_3 + 2\text{Ce}^{4+} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{H}_3\text{AsO}_4 + 2\text{Ce}^{3+} + 2\text{H}^+$

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，求出碘含量。

1.2.2 离子色谱法测定生活饮用水中碘化物的原理

水样注入仪器后，在淋洗液的携带下流经阴离子分离柱，由于水样中各种阴离子对分离柱中阴离子交换树脂的亲合力不同，移动速度亦不同，从而使碘化物与其他离子得以分离，分离出来的碘离子流经脉冲安培检测器，在一定的电极电位下，发生电极反应，所产生的电流强度在一定范围内与碘离子含量成正比。

1.3 方法

1.3.1 水样前处理硫酸铈催化分光光度法：直接取样；离子色谱法：水样过 $0.45\mu\text{m}$ 滤膜。

1.3.2 标准溶液的配制将碘标准溶液（ $100\mu\text{g/mL}$ ）用纯水稀释成 $1\mu\text{g/mL}$ 标准使用液，再配置相应的标准系列。硫酸铈催化分光光度法系列（ $\mu\text{g/L}$ ）20、40、60、80、100；离子色谱法标准溶液系列（ $\mu\text{g/L}$ ）5、10、20、50、100、200。

1.3.3 仪器条件

可见分光光度计：分析波长 420nm 。

离子色谱工作条件：泵流速 0.7mL/min ，抑制器电流 75mA ，阴离子交换柱，淋洗液浓度为 $3.2\text{mmol/LNa}_2\text{CO}_3 + 1.0\text{mmol/LNaHCO}_3 + 15\%$ 丙酮。进样量 $25\mu\text{L}$ 。

二、结果与讨论

2.1 标准曲线与线性回归方程硫酸铈催化分光光度法测定生活饮用水中碘化物的线性范围为 0~100μg/L，相关系数为 0.9998，离子色谱法测定生活饮用水中碘化物的线性范围为 0~200 μg/L，相关系数为 0.9999，线性范围内线性关系均良好。

2.2 方法检出限

分光光度法的检出限是以吸光度（扣除空白）为 0.01 相对应的浓度值为检出限，硫酸铈催化分光光度法最低检测质量浓度为 0.2μg/L，若取 2mL 水样，最低检测质量为 0.4ng。根据公式 $QL=3Sb/S$ （ Sb 为空白多次测量的标准偏差， S 为方法的灵敏度即标准曲线的斜率），计算离子色谱法测定水中碘化物的检出限，本实验空白测量次数 $n=20$ ，计算其检出限为 2μg/L。

2.3 加标回收和精密度实验

选取高、中、低浓度的三份水样，分别用分光光度法、离子色谱法平行测定 6 次，计算其相对标准偏差（RSD），RSD 分别为 0.09%~0.61%，0.13%~0.50%，RSD 均小于 5.00%，三样品分别加与本底浓度相当的碘标准溶液，再用三种方法分别做加标回收实验，加标回收率在 99.2%~102.7%之间，结果见表 1。说明两种方法都具有较好的精密度和准确度。

表 1 碘化物测定结果精密度和加标回收率比对										
检测方法		浓度 (μg/L, n=6)					平均值 (μg/L)	RSD (%)	加标量 (μg/L)	加标回收率 (%)
硫酸铈催化分 光光度法	7.40	7.35	7.42	7.38	7.40	7.43	7.40	0.61	7.00	99.4
	21.62	21.55	21.58	21.64	21.60	21.68	21.61	0.21	20.00	101.2
	47.84	47.79	47.78	47.82	47.85	47.90	47.83	0.09	40.00	98.9
离子色谱法	7.38	7.41	7.45	7.44	7.36	7.44	7.41	0.50	7.00	100.4
	21.65	21.59	21.63	21.62	21.60	21.50	21.60	0.24	20.00	102.7
	47.85	47.88	47.88	47.79	47.76	47.74	47.82	0.13	40.00	99.2

三、小结

硫酸铈分光光度法，离子色谱法分析生活饮用水中碘化物都有很高的精密度和准确度。硫酸铈分光光度法操作麻烦，操作过程条件要求苛刻，恒温水浴，加试剂，比色时间精确到秒，稍有不慎就会造成结果偏差，试剂用量大，且要用到强腐蚀性的浓硫酸和剧毒的三氧化二砷试剂，

对实验室环境和人体造成危害。离子色谱法线性范围宽，灵敏度高，操作简便，试剂用量少，对环境污染小，分析一个样品需要 17min 左右对大批量样品不太适用。综上所述，两种不同的方法都存在各自的利弊，各实验室可根据样品量、样品浓度范围，实验室条件等选择合适的方法。