

生活饮用水中碘化物的检测—气相色谱法

本方法适用于生活饮用水及其水源水中碘化物的测定，适宜测定范围为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。本方法水样中余氯、有机氯化物不干扰测定。参考标准 GB/T5750.5-2005《生活饮用水标准检验方法无机非金属指标》。

1、方法原理

在酸性条件下，水样中的碘化物与重铬酸钾发生氧化还原反应析出碘，它与丁酮生成 3-碘丁酮-2，用气相色谱法电子捕获检测器进行定量测定。

2、主要仪器设备

- 1) 气相色谱仪 GC126N，带毛细柱进样口，FID 检测器；
- 2) 电子天平（上海精科天平 FA2004）；
- 3) 毛细管色谱柱：DB-1，30m*0.25mm*0.25 μm ；

3、实验方法

3.1 碘化物标准溶液制备：

碘化物标准储备溶液 $[\rho(\text{I}^-)=100\mu\text{g}/\text{mL}]$ ：称取 0.1308 g 经硅胶干燥器干燥 24 h 的碘化钾（KI），溶于纯水并定容至 1000 mL。

碘化物标准使用溶液 I $[\rho(\text{I}^-)=1.00\mu\text{g}/\text{mL}]$ ：临用时，吸取碘化物标准储备溶液 5.00 mL，于 500mL 容量瓶中用纯水稀释至刻度。

碘化物标准使用溶液 II $[\rho(\text{I}^-)=0.01\mu\text{g}/\text{mL}]$ ：临用时，吸取碘化物标准使用溶液 I 5.00 mL，于 500 mL 容量瓶中用纯水稀释至刻度。

3.2 标准曲线的绘制：

取 6 个 60 mL 分液漏斗，分别加入 0 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、10 mL 碘化物标准使用溶液（水样中碘化物的含量 1 $\mu\text{g}/\text{L}$ ~10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 时使用 1.00 mL=0.01 μg 的碘化物标准使用溶液；水样中碘化物含量在 10 $\mu\text{g}/\text{L}$ ~100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 时使用 1.00

mL=0.10 μ g 的碘化物标准使用溶液。补加纯水至 10 mL，分别向各分液漏斗中加硫代硫酸钠溶液 0.2 mL，混匀，加入硫酸溶液 0.1 mL，丁酮 0.5 mL，混匀。再加入重铬酸钾溶液 1 mL，振荡 1 min，放置 10 min，加入 10.0 mL 环己烷，振荡萃取 2 min，弃去水相，环己烷萃取液用纯水洗涤 2 次，每次 5 mL，弃去水相，环己烷萃取液经无水硫酸钠脱水干燥后收集于 10 mL 具塞比色管中供色谱测定。

3.3 实际水样

取 10.0 mL 水样于 60 mL 分液漏斗中，加硫代硫酸钠溶液 0.2 mL，混匀，加入硫酸溶液 0.1 mL，丁酮 0.5 mL，混匀。再加入重铬酸钾溶液 1 mL，振荡 1 min，放置 10 min，加入 10.0 mL 环己烷，振荡萃取 2 min，弃去水相，环己烷萃取液用纯水洗涤 2 次，每次 5 mL，弃去水相，环己烷萃取液经无水硫酸钠脱水干燥后收集于 10 mL 具塞比色管中供色谱测定。

4、实验谱图

气相色谱仪参考条件：

色谱柱：DB-1，30m*0.25mm*0.25 μ m；

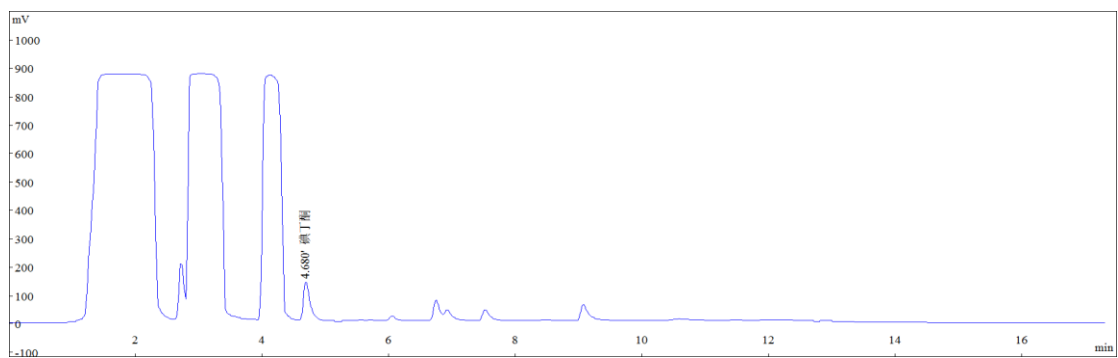
柱前压：0.1 Mpa；

进样器温度：230 $^{\circ}$ C；

检测器温度：230 $^{\circ}$ C；

程序升温：50 $^{\circ}$ C (2min, 5 $^{\circ}$ C/min) 100 $^{\circ}$ C (2min) ；

1、70 μ g/L 碘化物标准工作液气相色谱图



2、自来水中碘化物色谱图：

