

# 双波长导数光谱法同时测定溴和碘

王保莉 曲东

(西北农业大学, 712100, 陕西杨陵)

**摘要** 依据溴和碘的二阶导数光谱,选择217.0 nm的 $I^-$ 等吸收点波长和242.4 nm的 $I^-$ 吸收峰波长,用于 $Br^-$ 和 $I^-$ 的同时测定。溴和碘标准混合液测定的误差为: $Br^-$  -0.483%~+0.714%; $I^-$  -0.405%~+0.983%。对21种离子做了干扰试验。并测定了食盐样品中 $I^-$ 和 $Br^-$ 的含量。样品中的回收率分别为: $Br^-$  97.2%~101%; $I^-$  99.6%~102%。

**关键词** 二阶导数光谱;分光光度法;碘;溴

**中图分类号** O657.32

导数分光光度法测定混合体系中相互干扰组分的含量近年来已有很多报道。利用干扰组分二阶导数光谱的等吸收点波长测定(Nobuhiro et al, 1987)或两个等吸收值波长双波长测定(陈怡婷, 1988)可排除干扰组分的影响。我们将上述方法应用到土壤中 $NO_2^-$ 和 $NO_3^-$ 的同时测定中,也取得了满意的结果(曲东等, 1991)。杨强等(1990)提出的“系数倍率导数分光光度法”,又将双波长算法引入具有光谱加和性的导数光谱体系。本文结合上述特点,提出紫外二阶导数双波长同时测定 $Br^-$ 和 $I^-$ 的方法。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

UVIKON 810紫外可见分光光度计。工作状态:二阶导数功能,导数灵敏度2,导数采样时间3。溴化钾(A.R)标准溶液:40 mg/L  $Br^-$ ;碘化钾(A.R)标准溶液:40 mg/L  $I^-$ ;氯化钠(A.R)标准溶液:40 g/L NaCl。

### 1.2 测定波长选择

$Br^-$ 和 $I^-$ 的二阶导数光谱曲线如图1所示。在190~270 nm区间中,找出 $I^-$ 导数值为零的等吸收点波长217.0 nm作为 $Br^-$ 的测定波长。选择 $I^-$ 有较大吸收峰的242.2 nm测定 $I^-$ ,且 $Cl^-$ 和 $Br^-$ 不干扰测定。

### 1.3 标准工作曲线制备

将40 mg/L的 $Br^-$ 和 $I^-$ 标准溶液分别配成1.6, 3.2, 4.8, 6.4和8.0 mg/L的 $Br^-$ 和 $I^-$ 标准系列,测定270~190 nm的二阶导数吸收曲线,量取242.4 nm处不同浓度的 $I^-$ 的峰高值和217.0 nm处不同浓度 $Br^-$ 标准溶液的峰高值。按峰高与浓度制作标准工作曲线。

### 1.4 标准混合液测定

1993-04-10 收稿

按不同比例配制成  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  的标准混合液,分别绘制二阶导数光谱曲线,量取 217.0 nm 和 242.4 nm 处的峰高值,代入标准曲线,计算  $\text{I}^-$  和  $\text{Br}^-$  的浓度。

### 1.5 干扰离子影响

在含 3.2 mg/L 的  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  的混合液中分别添加  $\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{Ac}^-$ 、 $\text{Cl}^-$ 、酒石酸根、柠檬酸根、草酸根、苯酚及  $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Ba}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$  等离子,测定其二阶导数吸收值,考查对  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  测定的干扰情况。

### 1.6 食盐样品中溴和碘的测定

称取碘盐样品 10.000 g,溶于 250 mL 容量瓶中,取 10.00 mL 稀释至 25 mL。在 270~190 nm 波长下绘制二阶导数吸收曲线,量取 217.0 和 242.4 nm 处峰高值,代入工作曲线中计算  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  的浓度。

### 1.7 碘盐样品中溴和碘的回收试验

取上述碘盐溶液 10.00 mL,分别加入 40, 80, 120, 160  $\mu\text{g}$  的  $\text{Br}^-$  和 160, 120, 80, 40  $\mu\text{g}$  的  $\text{I}^-$ ,定容至 25 mL。测定二阶导数吸收曲线,并计算  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  的回收率。

## 2 结果与讨论

从图1的二阶导数光谱可以看出,  $\text{I}^-$  在 242.4 nm 和 205.4 nm 有两个强正吸收峰。  $\text{Br}^-$  在 207.4 nm 有一强正吸收峰。  $\text{Cl}^-$  的吸收在 195 nm 以下。在 242.4 nm  $\text{Cl}^-$  和  $\text{Br}^-$  均无吸收,不影响  $\text{I}^-$  的测定。同时,不同浓度的  $\text{I}^-$  的二阶导数吸收值与其浓度成很好的相关性。在 207 nm 左右,  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  有严重重叠峰,且分别服从 Beer 定律。但实验证明,此波长下的  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  混合物的吸收不具加和性。所以,选择 217.0 nm  $\text{I}^-$  的二阶导数值为零的等吸收点波长测定  $\text{Br}^-$ ,并且  $\text{Br}^-$  浓度与二阶导数吸收值 ( $D^2$ ) 成正比。

不同浓度的  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  标准溶液的测定结果列于表1中。表中所列数据为3次平行测定的平均值。

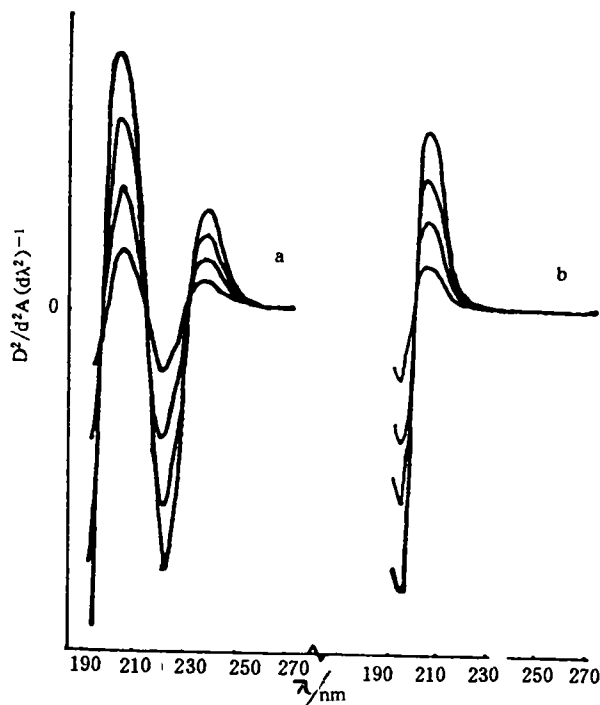


图1  $\text{Br}^-$  和  $\text{I}^-$  的二阶导数吸收光谱曲线  
a.  $\text{I}^-$  标准系列 b.  $\text{Br}^-$  标准系列

表1 不同浓度 Br<sup>-</sup> 和 I<sup>-</sup> 标准溶液测定

No	溴		碘	
	浓度/mg·L <sup>-1</sup>	测得峰高/格	浓度/mg·L <sup>-1</sup>	测得峰高/格
1	1.6	6.0	1.6	9.5
2	3.2	12.0	3.2	18.9
3	4.8	18.0	4.8	28.5
4	6.4	23.8	6.4	38.1
5	8.0	30.0	—	—

标准工作曲线回归方程分别为:

$$D_{217.0\text{nm}}^2 = 3.738 C_{\text{Br}^-} + 0.020 \quad r > 0.9999 \quad (1)$$

$$D_{242.4\text{nm}}^2 = 5.963 C_{\text{I}^-} - 0.100 \quad r > 0.9999 \quad (2)$$

利用(1)和(2)式计算 Br<sup>-</sup> 和 I<sup>-</sup> 的浓度。

标准混合物测定结果如表2所示。Br<sup>-</sup> 和 I<sup>-</sup> 的测定误差分别为: I<sup>-</sup> -0.405%~+0.983%; Br<sup>-</sup> -0.483%~+0.714%。

表2 标准混合物测定结果

mg·L<sup>-1</sup>

No	溴			碘		
	理论值	测得值	误差/%	理论值	测得值	误差/%
1	7.2	7.165	-0.483	0.8	0.797	-0.405
2	5.6	5.640	+0.714	2.4	2.416	+0.675
3	4.0	4.008	+0.290	4.0	3.987	-0.324
4	2.4	2.403	+0.125	5.6	5.655	+0.983
5	0.8	0.797	-0.188	7.2	7.194	-0.083

干扰离子的影响列于表3中。Fe<sup>3+</sup> 在242.4 nm 对 I<sup>-</sup> 有干扰,其它离子主要在217.0 nm 对测定 Br<sup>-</sup> 有干扰。当溶液 pH>9时,对溴测定有较大干扰。实验中控制 pH<9。

食盐样品中因含有大量的 Cl<sup>-</sup>,对测定有一定影响。实验中选用与样品液中 Cl<sup>-</sup> 含量接近的 NaCl 标准溶液作为空白,以消除 Cl<sup>-</sup> 的干扰。样品及空白的测定结果列于表4中。

表3 干扰离子的影响

mg·L<sup>-1</sup>

干扰离子	允许浓度	干扰离子	允许浓度	干扰离子	允许浓度
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	500	C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1	Mn <sup>2+</sup>	100
Cl <sup>-</sup>	500	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1	Cu <sup>2+</sup>	10
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	50	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.5	Ba <sup>2+</sup>	10
Ac <sup>-</sup>	50	苯酚	0.2	Al <sup>3+</sup>	10
SO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	25	Cd <sup>2+</sup>	200	Cr <sup>3+</sup>	5
柠檬酸根	10	Mg <sup>2+</sup>	200	Fe <sup>3+</sup>	1
酒石酸根	10	Zn <sup>2+</sup>	200	Hg <sup>2+</sup>	0.1

表4 碘盐溶液中 Br<sup>-</sup>和 I<sup>-</sup>的测定

No	样 品	217.0 nm 峰值 /格	242.4 nm 峰值 /格	C <sub>Br<sup>-</sup></sub> /mg·L <sup>-1</sup>	C <sub>I<sup>-</sup></sub> /mg·L <sup>-1</sup>
1	空 白	1.20±0.28	0.00	—	—
2	碘盐溶液* (n=6)	1.22±0.20	2.98±0.04	未检出	0.517±0.001

\* 样品为西安产雁塔牌精碘盐。

食盐样品中 Br<sup>-</sup>和 I<sup>-</sup>的回收试验结果见表5。Br<sup>-</sup>和 I<sup>-</sup>的回收率分别为:Br<sup>-</sup> 97.2%~101%,I<sup>-</sup> 99.6%~102%。表中数据为3次平行测定的平均值。

表5 食盐溶液中 Br<sup>-</sup>和 I<sup>-</sup>的回收

μg

No	溴			碘		
	添加量	回收量	回收率/%	添加量	回收量	回收率/%
1	40	38.86	97.2	160	159.3	99.6
2	80	80.80	101	120	122.9	102
3	120	119.6	99.7	80	81.76	102
4	160	158.4	99.0	40	40.25	101

总之,双波长导数光谱法同时测定溴和碘具有准确、方便、快速的特点。

## 参 考 文 献

- 曲 东,王保莉. 1991. 土壤浸提液中 $\text{NO}_2^-$ 和 $\text{NO}_3^-$ 的同时测定. 西北农业大学学报, 19(2):78~81
- 陈怡婷,卓宗亮. 1988. 导数光度法分析混合合成食用色素. 分析化学, 16(1):9~12
- 杨强,夏仕文,薛际深. 1990. 系数倍率导数分光光度法测定邻氯苯亚甲基丙二腈和邻氯苯甲醛. 分析化学, 18(3):254~256
- Nobuhiro Suzuki, Rokuro Kuroda. 1987. Dire simultaneous determination of nitrate and nitrite by ultraviolet second-derivative spectrophotometry. Analyst, 112: 1077~1079

## SIMULTANEOUS DETERMINATION OF BROMIDE AND IODIDE WITH SECOND-DERIVATE SPECTROPHOTOMETRY

Wang Baoli    Qu Dong

(Central Lab. ,Northwestern Agr. Univ. ,Shanxi, 712100)

**Abstract** Based on second-derivate spectrum of bromine and iodine, a 217.0 nm wave-length isoabsorption point was selected for  $\text{I}^-$  and a 242.4 nm peak absorption wave-length for  $\text{Br}^-$  to carry out simultaneous determination of these two elements. The error incurred in the determination of bromine and iodine in a standard mixtore was  $-0.483\% \sim +0.714\%$  for  $\text{Br}^-$  and  $-0.405\% \sim +0.983\%$  for  $\text{I}^-$ . Interference tests were done with 21 kind of electrolytes and the  $\text{I}^-$  and  $\text{Br}^-$  content in common salf sample determined. The recovery rate from the sample was  $97.2\% \sim 101\%$  for  $\text{Br}^-$  and  $96.6\% \sim 102\%$  for  $\text{I}^-$ .

**Key words** Second-derivate spectrum; Spectrophotometry; Bromide; Iodide; Simultaneous determination