

## 痕量高碘酸银(III)盐的分光光度法测定

张琴<sup>1</sup> 陈康<sup>2</sup> 焦莉莉<sup>2</sup> 周国光<sup>1</sup>

(1. 华东理工大学资源与环境工程学院 上海 200237)

(2. 上海多佳水处理科技有限公司 上海 200237)

**摘要** 建立一种高碘酸银盐含量的分光光度测定方法。最大吸收波长为 360nm, 表观摩尔吸光系数  $\varepsilon = 1.58 \times 10^4 \text{L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ , Ag(III) 含量在 0.2~10 mg/L 范围内, 含量与吸光度符合比尔定律, 与原子吸收分光光度法相比, 相对偏差  $\leq 3\%$ , 具有简便、准确的特点。

**关键词** 分光光度法 高碘酸银钾 原子吸收分光光度法

高价银化合物通常均具有独特的杀菌性能, 可作为一种高效、广谱、安全、绿色的无机杀菌材料广泛应用于纺织、制药、材料、建筑、水处理及分析测试等领域<sup>[1-4]</sup>; 同时具有强氧化性, 可作为某些元素分析的氧化剂<sup>[5,6]</sup>, 如铜、锰、银等。高碘酸银盐是高价银化合物中应用较多的一种, 对于高碘酸银盐含量的测定通常采用原子吸收分光光度法, 目前尚无简便、快捷的其它分析方法。本文以高碘酸银钾为例, 利用 722s 分光光度计, 测定其含量, 并与原子吸收分光光度法进行比较, 发现该方法具有操作简便快速、干扰少、结果准确可靠、应用价值高的特点。

## 1 实验部分

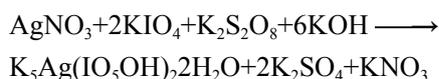
### 1.1 仪器及试剂

仪器: Cary500 紫外-可见光-近红外分光光度计(美国 Varian), 722s 分光光度计(上海精科), FA2004N 电子天平(上海精科)、AA320 原子吸收分光光度计(上海仪器总厂), D/max 2550 VB/PC X 射线多晶体衍射仪(日本 Rigaku), FALCON 型能谱仪(美国 EDAX)。

试剂: 高碘酸钾(AR)、过硫酸钾(AR)、氢氧化钾(AR)、硝酸银(AR)。

### 1.2 标准物制备

无高碘酸银钾标准物, 自行制备。其反应方程式如下:



取 400mL 纯水, 加入 5.376gKOH, 溶解后加入 21.298gKIO<sub>4</sub>, 升温搅拌至 80℃, 恒温, 加入 30.928gK<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, 搅拌至完全溶解后, 加入 1.574gAgNO<sub>3</sub>, 定容至 500mL, 继续搅拌, 反应约 2h, 直至沉淀物完全转化, 得到橙红色溶液。冷却、

过滤、洗涤、结晶、干燥, 重复多次, 得到橘红色晶体即为高碘酸银钾。

### 1.3 标准物鉴定

将制得的高碘酸银钾晶体进行 X 衍射测定(见图 1)。与文献[6]报道的高碘酸银钾 X 衍射图谱一致。同时进行 Ag(I) 定性分析, 在高碘酸银钾晶体的水溶液中加入大量 Cl<sup>-</sup>, 溶液仍澄清, 无 AgCl 沉淀生成, 排除 Ag(I) 存在的可能性, 结合 X 衍射图谱, 判定其中的 Ag(I) 已完全转化为 Ag(III)。

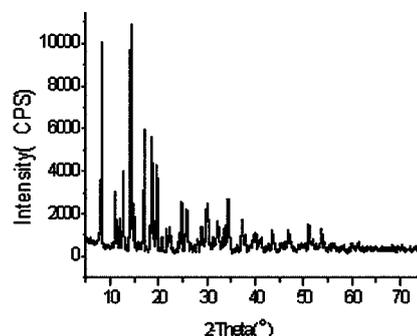


图 1 高碘酸银钾晶体 X 射线衍射图谱

将制得的高碘酸银钾晶体进行能谱微区元素成分分析(见图 2)。由能谱测定结果, 该晶体中仅含有 O、Na、Ag、I 4 种元素(H 除外), 质量分数分别为 26.15%、17.39%、16.53%、39.93%, 以 Ag 为标准, 计算得到实验制得的晶体分子式为:

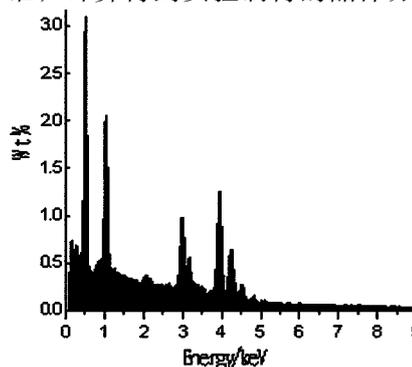


图 2 高碘酸银钾晶体能谱图

$\text{Na}_5\text{AgI}_2\text{O}_{11}$ , 与文献 [7, 8] 报道一致。综上所述, 认为所得晶体可作为标准物质的分析。

#### 1.4 测试方法

取待测样品, 稀释至  $\text{Ag}(\text{III})$  含量在 0.2~10 mg/L 范围内, 以纯水为参比, 用 1cm 比色皿于 360nm 波长处, 测定吸光度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收光谱

在波长  $\lambda$  220~400nm 范围内, 以纯水为参比, 测试样品的吸收峰 (见图 3)。由图 3 可知, 样品在  $\lambda=250\text{nm}$  和 360nm 处均有吸收峰, 相比较  $\lambda=360\text{nm}$  时的吸收峰更为明显。因此, 选用 360nm 作为测定波长。

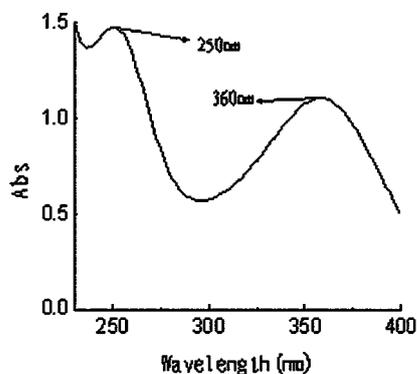


图 3 吸收光谱

### 2.2 标准曲线

称取 2.9148g 高碘酸银钾晶体, 溶于 100mL 水中, 配成银含量为 2000mg/L 的标准溶液, 用纯水稀释成 0.2mg/L、0.5mg/L、1.0mg/L、1.5mg/L、2.0mg/L、3.0mg/L、4.0mg/L、5.0mg/L、6.0mg/L、8.0mg/L、10.0mg/L (以 Ag 计)。用 1cm 比色皿于 360nm 波长处, 以纯水为参比, 测定吸光度 (见图 4)。

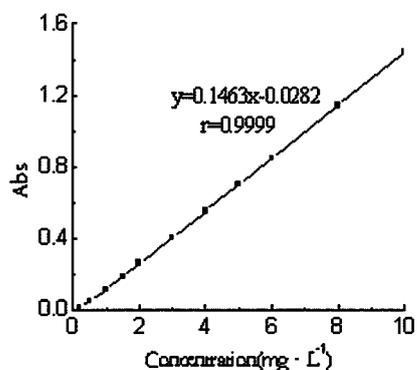


图 4 标准曲线

由图 4 可知银含量在 0.2 ~ 10mg/L 范围内, 吸光度和银浓度的线性回归方程为  $A=0.1463C-0.0282$ , 符合比尔定律, 相关系数  $r=0.9999$ , 表观

摩尔吸光系数  $\epsilon=1.58 \times 10^4 \text{L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

### 2.3 影响因素讨论

**2.3.1 碱度对吸光度的影响** 根据文献 [7] 报道, 高碘酸银钾 (III) 配合物在  $\text{pH} \geq 13$  时能稳定存在, 因此, 待测介质溶液 pH 值需达到 13, 此时测得吸光度最大且稳定。实验表明在介质  $\text{pH} = 8$  时, 3h 样品吸光度降低在 3% 以内, 若测定样品的碱度无法达到  $\text{pH} \geq 13$ , 3h 内误差小于 3%。

**2.3.2  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  对吸光度的影响** 取标准液, 稀释至测定范围内, 改变  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  的浓度, 实验结果表明, 在  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  浓度为 0.036~0.055mol/L 时, 测得吸光度最大且稳定。

**2.3.3  $\text{KIO}_4$  对吸光度的影响** 取标准液, 稀释至测定范围内, 改变  $\text{KIO}_4$  的浓度, 实验结果表明, 在  $\text{KIO}_4$  浓度为 0.017~0.034mol/L 时, 测得吸光度最大且稳定。

### 2.4 干扰试验

按测试方法测定银, 对含 4mg/L Ag 的高碘酸银盐溶液, 试验共存离子的干扰情况 (见表 1)。

表 1 共存离子干扰情况

离子	无干扰范围 *	离子	无干扰范围
$\text{Cl}^-$	0~1000	$\text{PO}_4^{3-}$	0~700
$\text{NO}_3^-$	0~700	$\text{Na}^+$	0~700
$\text{SO}_4^{2-}$	0~600	$\text{K}^+$	0~700
$\text{CO}_3^{2-}$	0~300	$\text{Fe}^{3+}$	0~3
$\text{Br}^-$	0~700	$\text{Ca}^{2+}$	0~3

\*注: 无干扰范围为共存离子与银质量浓度之比

由表 1 可看出,  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$ 、 $\text{Br}^-$ 、 $\text{PO}_4^{3-}$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$  等离子对测定结果干扰小,  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$  在较低浓度时干扰小。

### 2.5 与原子吸收分光光度法对比

采用本分析方法与原子吸收分光光度法测试同一样品, 进行结果对比 (见表 2)。由表 2 可以看出, 在检测浓度范围内, 分光光度法与原子吸收法的检测结果相对偏差  $\leq 3\%$ , 在允许误差范围内, 因此, 利用分光光度法测定是可行的。

表 2 原子吸收与分光光度法比较试验结果

原子吸收 $C_{\text{Ag}(\text{III})}$ (mg/L)	分光光度法 $C_{\text{Ag}(\text{III})}$ (mg/L)	相对偏差 (%)
2.000	1.986	0.70
3.053	3.001	1.70
4.105	3.982	3.00
5.099	5.023	1.49
6.094	5.998	1.58
8.199	8.014	2.26
10.129	9.984	1.43

## 3 结论

利用分光光度法测定高碘酸银(Ⅲ)盐浓度,具有简便、快速、干扰少、测定结果准确可靠的特点,有很好的应用价值。

## 参考文献

- 1 Marvin S. Antelman, Rehovot, Israel. Divalent silver bactericide for water treatment[P]. US5017295
- 2 蒋华德, 彭祥莲, 蒋澄. 含银杀菌剂的制备方法[P], CN1214867
- 3 黄汉生. 游泳池用二价与三价银消毒剂[J], 日用化学科学, 1996, 4(2): 7~8

- 4 Richard L. Davies, Samuel F. Etris. The development and functions of silver in water purification and disease control. Catalysis Today, 1997, 36: 107~114
- 5 石生勋, 鲍所言, 李晖. 高碘酸钾分光光度法同时测定铅合金中的铜和银[J], 仪器仪表与分析检测, 1991, (2): 38~39
- 6 王金星, 邢大荣. 高碘酸银钾(Ⅲ)分光光度法测定饮用水汇中锰[J], 预防医学文献信息, 2004, 10(1): 65~66
- 7 董丹. 高价银军团菌特效杀菌剂的研制及杀菌性能评价[D], 上海: 华东理工大学, 2008
- 8 R. Masse, A. Simon. An inorganic complex of silver(III):  $K_5Ag(IO_3OH)_2 \cdot 8H_2O$ . Journal of Solid State Chemistry, 1982, 44:201~207

### Mensurating concentration of diperiodatoargentate by spectrophotometry

Zhang Qin<sup>1</sup> Chen Kang<sup>2</sup> Jiao Lili<sup>2</sup> Zhou Guoguang<sup>1</sup>

(1.College of Recourse and Environment Engineering ECUST, Shanghai 200237)

(2.Shanghai Duo Jia water treatment Sci &Tech Co.Ltd, Shanghai 200237)

**Abstract** This article established a method of mensurating diperiodatoargentate by using 722s spectrophotometer. Its maximum absorption wavelength is 360nm, and the apparent molar absorptivities  $\epsilon=1.58 \times 10^4 L/(mol \cdot cm)$ . In the range of 0.2~10mg/L. The relationship between adsorption and concentration of Ag(III) obeys Beer's law. Compared to atomic absorption spectrophotometry(AAS), this method is convenient and exact with the relative deviation of less than 3%.

**Key words** Spectrophotometry Diperiodatoargentate Atomic absorption spectrophotometry(AAS)

(下接第22页)

## 3 讨论

利用高效液相色谱法测定动物组织中磺胺类药物残留的方法有不少报道,但同时测定磺胺嘧啶、磺胺噻唑、磺胺吡啶、磺胺甲基嘧啶、磺胺甲噻二唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺氯吡嗪、磺胺甲恶唑、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺二甲异恶唑、磺胺喹恶琳、磺胺间二甲氧嘧啶、磺胺甲氧吡嗪的方法有关文献国内鲜有报道。本文建立同时测定以上13种磺胺类药物的高效液相色谱法色谱条件,但实验回收率较低,其原因可能是前处理方法有待改进,今后会继续这

方面工作,进一步研究,希望获得较高的回收率。

## 参考文献

- 1 郭伟, 张春晖, 臧勇军. 高效液相色谱法测定肉类食品中苯并芘残留的研究, 食品研究与开发, 2006, 27(10): 120~123
- 2 潘葳, 饶秋华, 苏德森. 鳊鱼中五种磺胺类药物残留的测定, 色谱, 2004, 22(2): 186~187
- 3 刘宏程, 黎其万, 仵注等. HPLC测定动物组织中己烯雌酚、呋喃唑酮、磺胺类药物残留, 化学通报 2006, (1): 66~69
- 4 曹芳, 王茜, 谢世红等. 高效液相色谱法测定鸡肉中的磺胺类药物残留, 江西饲料 2005, (1): 25~26

### Determination of thirteen residual sulfa drugs in fish by HPLC

Wang Ying Jia Li Xia Min Feng Yuechao

(Beijing Center for Physical and Chemistry Analysis, Beijing 100089)

**Abstract** The determination of sulfa drugs residues in fish, including sulfadiazine, sulfathiazole, sulfapyridine, sulfamerazine, sulfamethizol, sulfamethazine, sulfachloropyridazine, sulfamethoxazole, sulfamonomethoxine, sulfisoxazole, sulfaquinoxaline, sulfadimethoxine, sulfamethoxypyridazine was studied. The chromatographic conditions were: column, Agilent ZORBAX SB- C<sub>18</sub>( i.d. 4.6mm x 250mm, 5  $\mu$ m)(at 40  $^{\circ}$ C )with 1% acetate acid-methanol as mobile phase; flow rate, 1.0 mL/min; detector UV -270 nm.

**Key words** High performance liquid chromatography Fish Sulfa drugs Residues