



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 111678879 A

(43)申请公布日 2020.09.18

(21)申请号 202010007813.9

(22)申请日 2020.01.05

(71)申请人 天津大学

地址 300072 天津市南开区卫津路92号

(72)发明人 孙佩哲 李娜 张若纯 李志鹏

(74)专利代理机构 天津市北洋有限责任专利代
理事务所 12201

代理人 程小艳

(51)Int.Cl.

G01N 21/33(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法

(57)摘要

本发明涉及一种利用KI测定水中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,主要包括PBS(磷酸盐缓冲溶液)、KI、Mo(VI)以及待处理水样的加入,溶液的混合,紫外分光光度计测定吸光度以及根据公式计算,通过计算总过氧化物浓度与过氧甲酸浓度,两者的差值即为共存过氧化氢的浓度,可以有效且精确的测定水中过氧甲酸和共存过氧化氢的浓度。

1. 一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,其特征在于,包括以下步骤:

- 1) 将1.4mL的PBS (磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5) 加入到烧杯中;
- 2) 将0.1mL的KI (1.2M) 缓缓计入到烧杯内;
- 3) 向烧杯内加入1mL待测定的水样,混合均匀;
- 4) 溶液反应30秒后,利用紫外分光光度计,测定其在350nm波长下的吸光度,为 A_1 (350nm);

$$[\text{过氧甲酸}]_{\text{水样}} = \frac{A_1(350\text{nm}) \times V_{\text{final}}}{k_{\text{PFA}} \times V_{\text{水样}}} \quad \text{公式(1)}$$

- 5) 另取烧杯,加入1.4mL的PBS (磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5);
- 6) 随后加入0.1mL的KI (1.2M) 和0.05ml的Mo (VI);
- 7) 最后将1mL待测定的水样加入进去,混合均匀,测定其在350nm波长下的吸光度,记为 A_2 (350nm);

$$[\text{总过氧化物}]_{\text{水样}} = \frac{A_2(350\text{nm}) \times V_{\text{final}}}{k_{[\text{H}_2\text{O}_2 + \text{PFA}]} \times V_{\text{水样}}} \quad \text{公式(2)}。$$

2. 根据权利要求1所述的一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,其特征在于,所述步骤4)中所得的 A_1 (350nm) 以及由公式(1)计算得出水样中过氧甲酸的浓度。

3. 根据权利要求1所述的一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,其特征在于,所述步骤7)中所得的 A_2 (350nm) 以及由公式(2)计算得出水样中总过氧化物的浓度。

4. 根据权利要求1所述的一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,其特征在于,通过计算总过氧化物浓度与过氧甲酸浓度,两者的差值即为共存过氧化氢的浓度。

5. 根据权利要求1所述的一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,其特征在于,上述公式(1)中的 k_{PFA} 为 $4.1 \times 10^3 \text{M}^{-1}$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,其特征在于,上述公式(2)中的 $k_{[\text{H}_2\text{O}_2 + \text{PFA}]}$ 为 $1.11 \times 10^4 \text{M}^{-1}$ 。

一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法

技术领域

[0001] 本发明属于环境中水质监测领域,具体是一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,利用KI快速测定水样中的过氧甲酸和共存过氧化氢浓度。

背景技术

[0002] 过氧甲酸具有较强的氧化性能,通常作为氧化剂被应用于水处理中。该酸以过氧甲酸、过氧化氢、甲酸和水的混合物形式存在,其性质极不稳定,制备完成后会在120分钟后开始分解。

[0003] 过氧甲酸的制备工艺极其简单,其反应过程不需要任何有机或者无机催化剂的添加,而且在反应条件合适时,制备成的过氧甲酸的浓度最高能够达到3M,此外,过氧甲酸还可代替氯气和过氧乙酸,用于水消毒过程。因此,有必要开发一种可靠、准确、廉价、快速的方法来定量测定水样中PFA的浓度。

[0004] 滴定法是最常用的检测过氧甲酸含量的方法,包括铈滴定法,酸碱滴定法等,然而这些方法的工作量较大,耗费时间长,且难以准确测定微摩尔级别的浓度;此外,也有一些方法是通过分光光度法来对过氧甲酸的浓度进行测定,比如N,N-二乙基对苯二胺(DPD)为指示剂,以3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸盐(ABTS)为催化剂,分别对2,2'-偶氮二(3-乙基苯并噻唑啉-6-磺酸盐)进行氧化,从而对过氧甲酸的浓度进行测定计算。虽然上述分光光度法测定有机酸时,对低浓度的有机酸测定也比较准确,但测定成本较高,耗时较长。总而言之,有许多通用的方法可以用来测定过氧乙酸的浓度,但专门用于测定水样中过氧甲酸浓度的方法相对缺乏。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有测定水中过氧甲酸和过氧化氢方法的不足,提供一种利用KI测定水中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法。

[0006] 本发明为解决背景技术中的技术问题,采用的技术方案是一种利用KI测定水样中过氧甲酸和共存过氧化氢的方法,包括以下步骤:

[0007] 1) 将1.4mL的PBS(磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5)加入到烧杯中;

[0008] 2) 将0.1mL的KI(1.2M)缓缓计入到烧杯内;

[0009] 3) 向烧杯内加入1mL待测定的水样,混合均匀;

[0010] 4) 溶液反应30秒后,利用紫外分光光度计,测定其在350nm波长下的吸光度,为A₁(350nm);

[0011] [过氧甲酸]_{水样} = $\frac{A_1(350nm) \times V_{final}}{k_{PFA} \times V_{水样}}$ 公式(1)

[0012] 5) 另取1烧杯,加入1.4mL的PBS(磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5);

[0013] 6) 随后加入0.1mL的KI(1.2M)和0.05ml的Mo(VI);

[0014] 7) 最后将1mL待测定的水样加入进去,混合均匀,测定其在350nm波长下的吸光度,记为A₂(350nm);

[0015] [总过氧化物]_{水样} = $\frac{A_2(350\text{nm}) \times V_{\text{final}}}{k_{[\text{H}_2\text{O}_2 + \text{PFA}]} \times V_{\text{水样}}}$ 公式(2)

[0016] 所述步骤4)中所得的A₁(350nm)以及由公式(1)计算得出水样中过氧甲酸的浓度。

[0017] 所述步骤7)中所得的A₂(350nm)以及由公式(2)计算得出水样中总过氧化物的浓度。

[0018] 通过计算总过氧化物浓度与过氧甲酸浓度,两者的差值即为共存过氧化氢的浓度。

[0019] 上述公式(1)中的k_{PFA}为4.1 × 10³M⁻¹。

[0020] 上述公式(2)中的k_[H₂O₂+PFA]为1.11 × 10⁴M⁻¹。

[0021] 以KI为指示剂利用分光光度法测定过氧甲酸是一种快速、廉价的测定过氧化物和有机酸浓度的方法,反应是通过过氧甲酸和过氧化氢氧化多余的KI形成碘酸离子。因为Mo(VI)是一种催化剂,在其存在的情况下,过氧化氢与碘离子反应更快,并与过氧化氢竞争,因为它是一种催化剂。因此,使用波长为350nm的紫外分光光度计检测黄色的形成。通过这种方法,能够有效的测定水样中的过氧化氢和过氧甲酸的浓度,且这种方法耗时短、成本低,利于推广。

[0022] 有益效果

[0023] 1. Mo(VI)存在的情况下,过氧甲酸和过氧化氢氧化多余的KI形成碘酸离子,使用波长为350nm的紫外分光光度计检测黄色的形成;

[0024] 2. 本方法测定过氧甲酸和总过氧化物的浓度,然后根据两者的差值计算过氧化氢的浓度;

[0025] 3. 灵敏度高,测定速度快。

具体实施方式

[0026] 以下结合具体实施例来对本发明作进一步的说明。

[0027] 实施例1

[0028] 对于含有杂质的水样,具体实施方式如下:

[0029] 1) 需要先对水样进行预处理,利用抽滤装置进行过滤,滤膜采用0.22um滤膜;

[0030] 2) 将水样稀释10倍、50倍、100倍;

[0031] 3) 将1.4mL的PBS(磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5)加入到100mL烧杯中;

[0032] 2) 将0.1mL的KI(1.2M)缓缓计入到100mL烧杯内;

[0033] 3) 向烧杯内加入1mL步骤2)中稀释完成待测定的水样,混合均匀;

[0034] 4) 溶液反应30秒后,利用紫外分光光度计,测定其在350nm波长下的吸光度,为A₁(350nm);

[0035] [过氧甲酸]_{水样} = $\frac{A_1(350\text{nm}) \times V_{\text{final}}}{k_{\text{PFA}} \times V_{\text{水样}}}$ 公式 1

[0036] 5) 另取1烧杯,加入1.4mL的PBS(磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5);

[0037] 6) 随后加入0.1mL的KI(1.2M)和0.05ml的Mo(VI);

[0038] 7) 最后将1mL待测定的水样加入进去,混合均匀,测定其在350nm波长下的吸光度,记为A₂(350nm);

[0039] [总过氧化物]_{水样} = $\frac{A_2(350nm) \times V_{final}}{k[H_2O_2 + PFA] \times V_{水样}}$ 公式 2

[0040] 根据公式1和公式2进行计算,得出过氧甲酸和总过氧化物的浓度,两者差值即为过氧化氢浓度。

[0041] 实施例2

[0042] 对于pH较高的水样,具体实施方式如下:

[0043] 1) 通过滴加稀盐酸的方式,使水样pH接近7;

[0044] 2) 将水样稀释10倍、50倍、100倍;

[0045] 2) 将0.1mL的KI (1.2M) 缓缓计入到100mL烧杯内;

[0046] 3) 向烧杯内加入1mL步骤2) 中稀释完成待测定的水样,混合均匀;

[0047] 4) 溶液反应30秒后,利用紫外分光光度计,测定其在350nm波长下的吸光度,为A₁ (350nm);

[0048] [过氧甲酸]_{水样} = $\frac{A_1(350nm) \times V_{final}}{kPFA \times V_{水样}}$ 公式 1

[0049] 5) 另取1烧杯,加入1.4mL的PBS (磷酸盐缓冲溶液,0.5M,pH4.5);

[0050] 6) 随后加入0.1mL的KI (1.2M) 和0.05ml的Mo (VI);

[0051] 7) 最后将1mL待测定的水样加入进去,混合均匀,测定其在350nm波长下的吸光度,记为A₂ (350nm);

[0052] [总过氧化物]_{水样} = $\frac{A_2(350nm) \times V_{final}}{k[H_2O_2 + PFA] \times V_{水样}}$ 公式 2

[0053] 根据公式1和公式2进行计算,得出过氧甲酸和总过氧化物的浓度,两者差值即为过氧化氢浓度。