

离子色谱法测定水质中亚硫酸根离子的含量

LC-235

摘要：本文采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪，搭载 ICDS-40A 电渗析型阴离子连续式再生膜抑制器，结合 Shim-pack IC-SA2 色谱柱对水质中 SO_3^{2-} 含量进行测定。实验结果显示：在本色谱系统下，空白溶液不干扰含量测定，方法专属性较好；对照品溶液重复进样 6 次， SO_3^{2-} 色谱峰保留时间和峰面积的 RSD 在 0.10%-0.18% 和 0.23%-3.36% 之间，仪器精密度良好；以外标法定量，在 0.5-10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内，线性相关系数均 >0.999 ，准确度在 99.4-101.8% 之间；加标回收和精密度实验测试表明，方法准确度高，重复性好，适合水中 SO_3^{2-} 离子含量的快速准确检测。

关键词：离子色谱 ICDS-40A 阴离子抑制器 SO_3^{2-}

利用离子色谱法测定水质中的无机阴离子是一种快速而有效的分析技术，具有操作简单、分析速度快、选择性好、灵敏度高、准确度高等优点，已在环境监测等各领域得到了广泛的应用。

亚硫酸根离子的结构为三角锥形，中心硫原子采取 sp^3 杂化，属于弱酸根，有较强的还原性，极易在空气中发生自动氧化成 SO_4^{2-} 离子，给样品的定量定性

分析造成了极大的不便，HJ 84-2016 国家环境保护标准建议为防止 SO_3^{2-} 氧化，在配制亚硫酸根溶液时通常加入甲醛进行固定，本研究采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪结合 Shim-pack IC-SA2 色谱柱对水质中 SO_3^{2-} 含量进行测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果满足水质中 SO_3^{2-} 离子的相关要求，供相关检测人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪，LabSolutions Ver. 5.98 色谱工作站。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack IC-SA2 色谱柱（250 mm × 4.0 mm I.D., 9 μm , P/N: 227-31020-06 岛津（上海）实验器材有限公司）

流动相：12 mmol/L NaHCO_3 , 1.2 mmol/L Na_2CO_3

流速：1 mL/min 柱温：30°C

进样体积：25 μL 洗脱方式：等度洗脱

■ 样品前处理

对照品溶液的制备：取 SO_3^{2-} 对照品适量，加入 0.1% 甲醛进行固定，用水稀释成 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 不同浓度的标准曲线溶液。

供试品溶液的制备：取自来水样品适量，滤过，取续滤液，加入 0.1% 的甲醛，记为 UNK，待分析。

■ 结果与讨论

3.1 系统适用性试验

按照 1.2 中分析条件对 2 中对照品溶液进行测定，色谱图如图 1 所示。

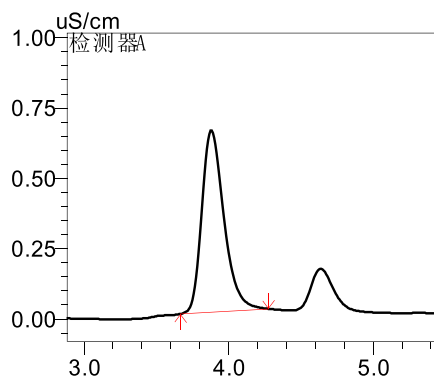


图1 对照品溶液色谱图 (5 µg/mL)

3.2 专属性试验

取空白溶剂 25 µL 进行测定，色谱图如图 2 所示。空白溶剂 SO_3^{2-} 出峰位置无明显色谱峰，不干扰含量测定。

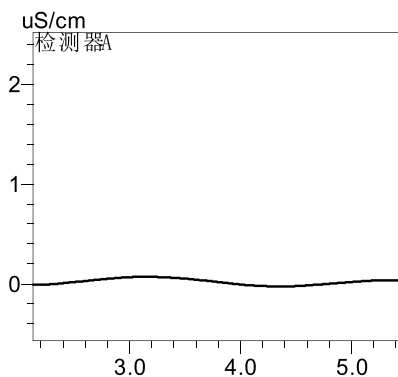


图2 空白溶剂色谱图

3.3 线性试验

将对照品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以 SO_3^{2-} 离子的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，进行线性回归分析，在 0.5-10 µg/mL 范围内，线性良好，线性相关系数均 >0.9999，准确度在 99.4-101.8% 之间，线性方程、相关系数见表 1。

表 1 SO_3^{2-} 离子标准曲线参数 (线性回归)

序号	化合物	线性范围 (µg/mL)	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	SO_3^{2-}	0.5-10	$Y=1215.61X+844.662$	99.4-101.8%	0.9999

3.4 精密度试验

按照 1.2 分析条件，分别取 0.5 µg/mL、5 µg/mL、10 µg/mL 对照品溶液上机测试，并计算各化合物保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD)，以评价系统的检测结果的重复性。表 1 结果显示，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.10%-0.18% 和 0.23%-3.36% 之间。精密度实验结果表明，HIC-ESP 离子色谱仪具有良好的精密度。

表 2 精密度试验结果 (n=6)

序号	化合物	RSD% (0.5 µg/mL)		RSD% (5 µg/mL)		RSD% (10 µg/mL)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	SO_3^{2-}	0.10	3.36	0.15	0.35	0.18	0.23

3.5 回收率试验

在样品 UNK 中添加 SO_3^{2-} 标样，配制 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 的样品，进行加标回收试验。经测试 SO_3^{2-} 离子的回收率在 95%-97.8% 之间。

表 3 回收率试验结果

化合物	加标水平 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 %
SO_3^{2-}	0.5	95
	5	97.8
	10	99.6

3.6 样品测定

对照品溶液与供试品溶液各进样 25 μL 进行测定，供试品溶液 UNK 中未检出 SO_3^{2-} 。

■ 结论

本实验中使用岛津离子色谱仪 (HIC-ESP)，搭载 ICDS-40A 电渗析型阴离子连续式再生膜抑制器，建立了一种对水质中的亚硫酸根含量的测试方法。本方法采用直接进样法，样品经 0.45 μm 滤膜过滤后直接进样进行检测，亚硫酸根在 0.5~10 mg/L 浓度范围内线性良好，相关系数为 0.9999，可以用于水质中亚硫酸根的含量测试。

岛津应用云

