

离子色谱法测定地表水中可溶性阳离子的含量

LC-264

摘要： 本文使用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪建立了离子色谱法测定地表水中 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 6 种水溶性阳离子的分析方法。本方法参考《HJ812-2016》，以外标法定量，6 种阳离子在各自浓度范围内标准曲线的线性相关系数 R 均高于 0.998，准确度在 88.6-118.8% 之间。对高中低三个水平的混合标准溶液连续进样 6 次，重复性结果（RSD% 表示）：6 种阳离子在以上浓度下的保留时间 RSD 在 0.02-0.05% 之间，峰面积的 RSD 在 0.20-8.62% 之间，仪器的重复性良好。加标回收率在 95.2 ~107.0% 之间，上述方法验证结果表明：该方法准确度高，重复性好，适合地表水中 6 种水溶性阳离子的快速准确检测。

关键词： 离子色谱 地表水 阳离子

近年来随着工业化进展加快，用水量加剧，地表水受到一定污染。水中可溶性阳离子（ K^+ 、 NH_4^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等）在一定程度上反映水质，并与人民健康息息相关。因此建立快速高效的环境水中阳离子检测方法对环境监控及保护有着十分重要的意义。

目前阳离子的测定方法有络合滴定法、原子吸收分光光度法、离子色谱法等，其中离子色谱法是一种高选择性、高灵敏度的分析方法，在水质分析中发挥

着重要作用，近年来离子色谱法广泛应用于饮用水、海水、环境水样等样品中的阳离子测定。

本研究参考《HJ812-2016》，采用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪配置阳离子抑制器，对地表水中 6 种可溶性阳离子进行测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果满足《HJ812-2016》阳离子检测的相关要求，供相关检测人员参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪，LabSolutions Ver. 5.99 色谱工作站。

1.2 分析条件

色谱柱：IonPac™ CS12A 阳离子色谱柱（250 mm × 2.0 mm I.D., 6 μm）

流动相：20 mmol/L 甲磺酸

流速：0.2 mL/min

柱温：30°C

进样体积：5 μL

洗脱方式：等度洗脱

■ 样品前处理

对照品溶液的制备：取 6 种水溶性阳离子 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 对照品适量，用水逐级稀释成不同浓度的标准曲线溶液，具体浓度见下表。

表 1 6 种水溶性阳离子标准溶液浓度 (μg/mL)

#	化合物	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5	水平 6	水平 7
1	Li ⁺	0.02	0.1	0.2	0.5	1	2	5
2	Na ⁺	0.08	0.4	0.8	2	4	8	20
3	NH ₄ ⁺	0.1	0.5	1	2.5	5	10	25
4	K ⁺	0.2	1	2	5	10	20	50
5	Mg ²⁺	0.1	0.5	1	2.5	5	10	25
6	Ca ²⁺	0.2	1	2	5	10	20	50

供试品溶液：样品经过 0.22 μm 滤膜过滤后直接上机分析。

■ 结果与讨论

3.1 系统适用性试验

按照 1.2 中分析条件进行测定，对照品色谱图如图 1 所示。

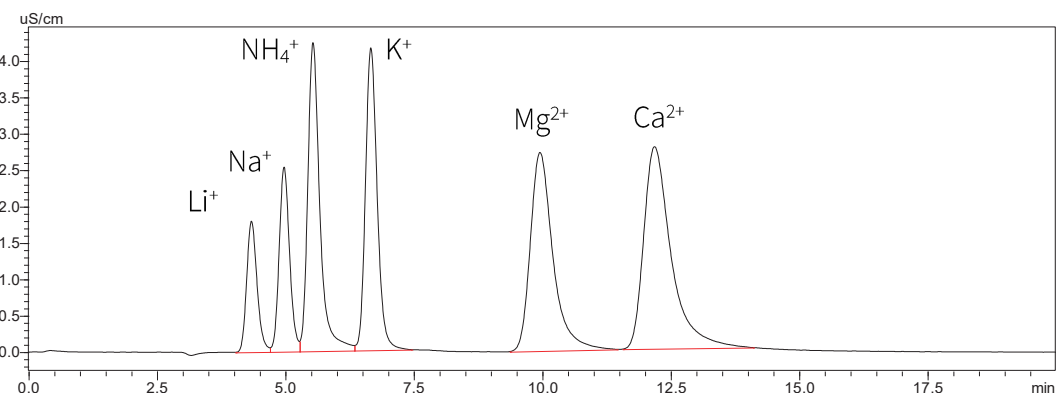


图 1 对照品溶液色谱图 (1μg/mL 以 Li⁺ 计)

3.2 专属性试验

取空白溶剂 5 μL 进行测定，色谱图如图 2 所示。空白溶剂在 Li⁺、Na⁺、NH₄⁺、K⁺、Mg²⁺、Ca²⁺ 出峰位置无明显色谱峰，不干扰含量测定。

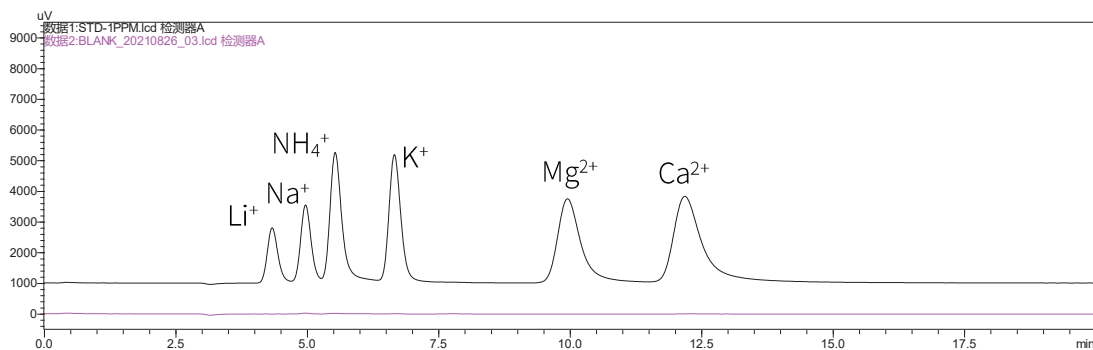


图 2 标准品和空白溶剂色谱重叠图

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 6 种水溶性阳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，在线性测定范围内，线性良好，线性相关系数均 >0.998，准确度在 88.6-118.8% 之间，线性方程、相关系数见表 2。

表 2 6 种水溶性阳离子标准曲线 (1/C)

序号	化合物	线性范围 (μg/mL)	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	Li ⁺	0.02-5	Y = (24477.7)X + (-70.9573)	95.6-106.7	0.9998
2	Na ⁺	0.08-20	Y = (8600.84)X + (45.8963)	94.3-105.8	0.9998
3	NH ₄ ⁺	0.1-25	Y = (12556.0)X + (186.432)	88.6-110.0	0.9988
4	K ⁺	0.2-50	Y = (6450.07)X + (-379.143)	94.1-109.1	0.9997
5	Mg ²⁺	0.1-25	Y = (16098.3)X + (-313.822)	94.2-112.7	0.9997
6	Ca ²⁺	0.2-50	Y = (10304.8)X + (-1565.48)	90.9-118.8	0.9995

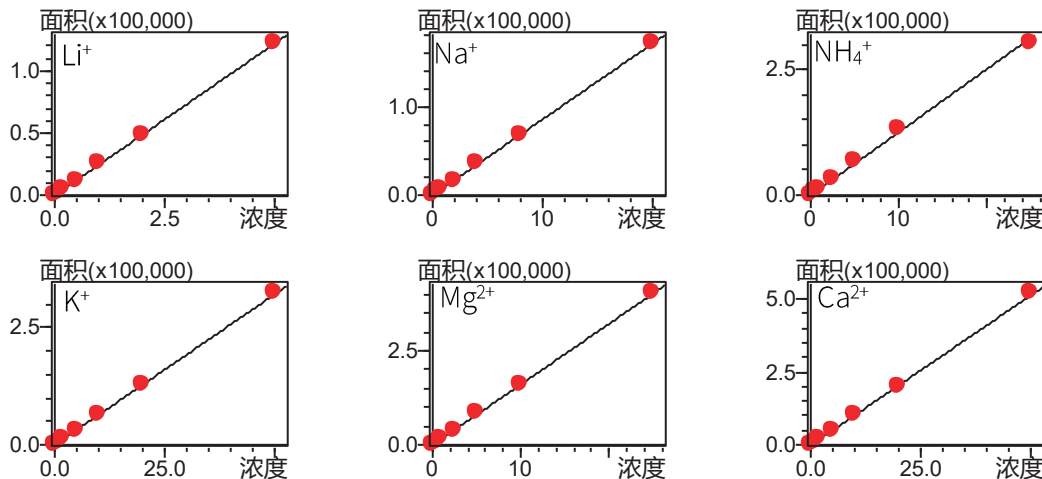


图 3 6 种水溶性阳离子校准曲线

3.4 精密度试验

按照 1.2 分析条件，分别取校准曲线水平 2、水平 4、水平 6 对照品溶液上机重复测试 6 次，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，结果见表 3，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.02-0.05% 和 0.20-8.62% 之间。精密度实验结果表明，Essentia IC-16 离子色谱仪具有良好的精密度。

表 3 精密度试验结果 (n=6)

序号	化合物	RSD% (水平 2)		RSD% (水平 4)		RSD% (水平 6)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	Li ⁺	0.02	1.22	0.03	0.54	0.04	0.59
2	Na ⁺	0.04	8.62	0.03	0.27	0.03	0.54
3	NH ₄ ⁺	0.02	1.40	0.02	0.51	0.03	0.20
4	K ⁺	0.02	0.83	0.02	0.57	0.03	0.61
5	Mg ²⁺	0.05	1.75	0.03	0.37	0.04	0.42
6	Ca ²⁺	0.03	2.63	0.03	0.67	0.03	0.56

3.5 回收率试验

取地表水样品，按照 1.2 步骤制备样品和加标样品，加标浓度为校准曲线水平 4 和水平 6，各加标样品平行测定 3 次。测试结果显示：各阳离子加标回收率在 95.2 ~107.0% 之间，相对标准偏差在 0.13~ 1.20% 之间，说明本方法准确性良好。

表 4 加标回收实验结果 (n=3)

序号	名称	样品浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	加标 (水平 4)		加标 (水平 6)	
			回收率 %	RSD%	回收率 %	RSD%
1	Li^+	N.D.	97.2	0.56	105.4	0.63
2	Na^+	2.70	99.0	0.49	105.3	0.51
3	NH_4^+	N.D.	107.0	0.84	105.2	0.13
4	K^+	0.34	95.2	1.20	103.8	0.58
5	Mg^{2+}	0.87	97.9	0.98	106.2	0.49
6	Ca^{2+}	3.60	95.4	0.25	106.8	0.37

注：N.D. 表示未检出。

3.6 样品测定

取对照品溶液与供试品溶液各进样 5 μL 进行测定，以外标法计算供试品含量，定量结果如表 5 所示。

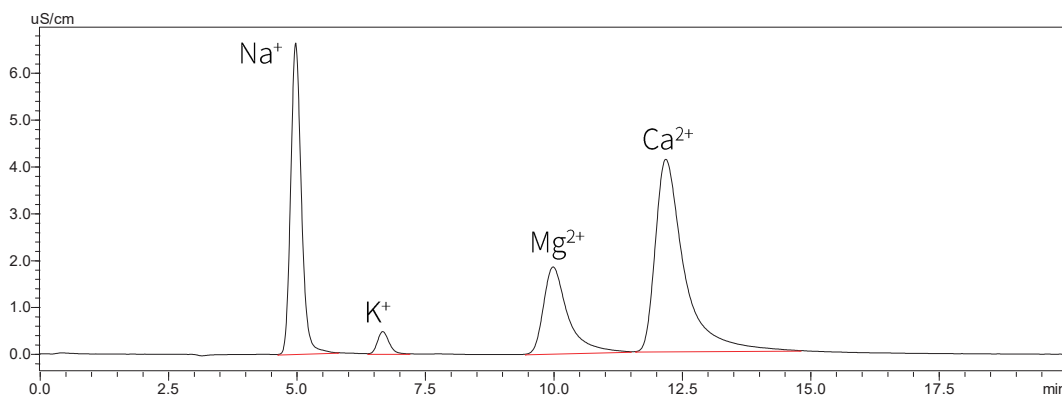


图 4 样品色谱图

表 5 供试品溶液测试结果

样品	Li^+	Na^+	NH_4^+	K^+	Mg^{2+}	Ca^{2+}
清洗用水	N.D.	11.08	N.D.	1.19	3.77	15.68

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本研究采用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪配置阳离子膜抑制器 CS-1000，对地表水中 6 种水溶性阳离子进行测定。实验结果表明系统适用性试验、专属性、线性及精密度试验结果均满足 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 测定要求，本色谱系统可用于对地表水中 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 含量测定，供相关检测人员参考。

岛津应用云

