

# 离子色谱法测定水质中 7 种无机阴离子的含量

LC-287

**摘要：**本文参考国家环境保护标准 HJ 84-2016《水质 无机阴离子（F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>）的测定 离子色谱法》的相关条件，采用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪对污水中 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 含量进行测定。实验结果显示：对照品溶液重复进样 6 次，7 种无机阴离子色谱峰保留时间和峰面积的 RSD 在 0.01%-0.11% 和 0.33%-2.60% 之间，仪器精密度良好；以外标法定量，F<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup> 线性范围为 0.1-10μg/mL，Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 的线性范围为 1.0-40.0μg/mL，PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> 的线性范围为 0.5-20.0μg/mL，SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 的线性范围为 1.0-80.0μg/mL，7 种阴离子线性相关系数均大于 0.999，准确度在 82.7%-105.0% 之间；对污水样品进行加标回收实验，回收率在 91.1%-105.3% 之间。本方法准确度高，重复性好，适合污水中 7 种无机阴离子含量的快速测定。

**关键词：**离子色谱 阴离子抑制器 含量测定

随着人们环境保护意识的不断增强，对水污染问题也越来越重视。无机阴离子是水质的一项重要指标，对其含量检测是水质监测的关键部分。工业废水、生活污水对饮用水水源的污染问题依然存在，使饮用水水源中的杂质成分越来越复杂，不仅会威胁人体生命健康，还会对生态环境造成难以估计的破坏。

由于 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 离子在环境中极易氧化成 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 离子，国家环境保护标准 HJ 84-2016《水质 无机阴离子

（F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>）的测定 离子色谱法》建议为防止 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 氧化，配置 SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 时加入甲醛进行固定，SO<sub>3</sub><sup>2-</sup> 单独测定，校准曲线采用 7+1 的模式。本研究参考 HJ 84-2016 标准，采用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪对污水中 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 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 7 种无机阴离子的相关要求，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

系统控制器：CBM-20Alite

柱温箱：CTO-20A

脱气机：DGU-20A<sub>3R</sub>

检测器：CDD-10A<sub>VP</sub>

自动进样器：SIL-16i

输液泵：LC-16i

抑制器：AS-1000

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.89

### 1.2 分析条件

色谱柱：Dionex IonPac AS23（250 mm× 2 mm）

流动相：0.8 mmol/L NaHCO<sub>3</sub>，4.5 mmol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

流速：0.25 mL/min

进样体积：10 μL

抑制电流：15mA

柱温：30℃

洗脱方式：等度洗脱

## ■ 样品前处理

对照品溶液的制备：取 7 种无机阴离子  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_4^{2-}$  对照品适量，用水稀释成 0.1  $\mu g/mL$ 、0.2  $\mu g/mL$ 、0.5  $\mu g/mL$ 、1  $\mu g/mL$ 、2  $\mu g/mL$ 、5  $\mu g/mL$ 、10  $\mu g/mL$ 、20  $\mu g/mL$ 、40  $\mu g/mL$ 、80  $\mu g/mL$  不同浓度的校准曲线溶液。

供试品溶液的制备：取污水样品适量，滤过，取续滤液，记为 UNK，待分析。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 对照品及溶剂空白色谱图

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。

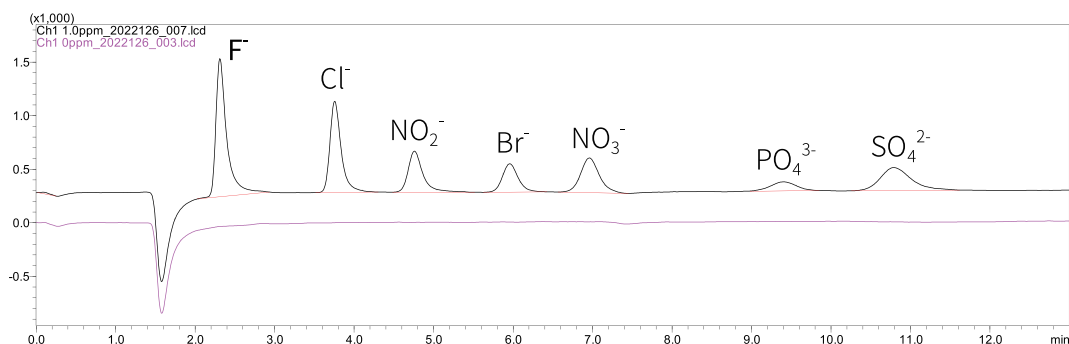


图 1 对照品溶液 (1  $\mu g/mL$ ) 及溶剂空白色谱图

### 3.2 线性

将对照品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以 7 种无机阴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， $F^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$  线性范围为 0.1-10  $\mu g/mL$ ， $Cl^-$ 、 $NO_3^-$  的线性范围为 1.0-40.0  $\mu g/mL$ ， $PO_4^{3-}$  的线性范围为 0.5-20.0  $\mu g/mL$ ， $SO_4^{2-}$  的线性范围为 1.0-80.0  $\mu g/mL$ ，线性良好，线性相关系数均大于 0.999，准确度在 82.7-105.0% 之间，线性方程、相关系数见表 1。

表 1 7 种无机阴离子校准曲线参数

序号	测定离子	线性范围 ( $\mu g/mL$ )	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	$F^-$	0.1-10	$Y=13080.7X$	91.8-101.6	0.9997
2	$Cl^-$	1.0-40	$Y=9703.88X$	86.6-102.3	0.9995
3	$NO_2^-$	0.1-10	$Y=5128.55X$	90.9-102.2	0.9996
4	$Br^-$	0.1-10	$Y=3821.63X$	92.9-105.0	0.9997
5	$NO_3^-$	1.0-40	$Y=5836.99X$	87.1-102.5	0.9994
6	$PO_4^{3-}$	0.5-20	$Y=2347.91X$	82.7-103.3	0.9995
7	$SO_4^{2-}$	1.0-80	$Y=6717.70X$	86.5-103.7	0.9994

### 3.3 重复性

按照 1.2 分析条件，分别取 1  $\mu g/mL$ 、5  $\mu g/mL$  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 2 结果显示，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.01%-0.11% 和 0.33%-2.60% 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 2 精密度试验结果 (n=6)

序号	待测离子	RSD% (1 $\mu$ g/mL)		RSD% (5 $\mu$ g/mL)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	F <sup>-</sup>	0.04	1.72	0.01	1.09
2	Cl <sup>-</sup>	0.03	0.65	0.01	0.39
3	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.03	1.65	0.01	0.46
4	Br <sup>-</sup>	0.03	2.54	0.02	0.56
5	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.02	1.39	0.02	0.33
6	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0.11	2.56	0.03	1.09
7	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.07	2.60	0.05	0.53

### 3.4 样品测定

对照品溶液与供试品溶液各进样 10  $\mu$ L 进行测定, 供试品溶液 UNK 色谱图如图 2 所示。以外标法计算供试品含量, 定量结果如表 3 所示。

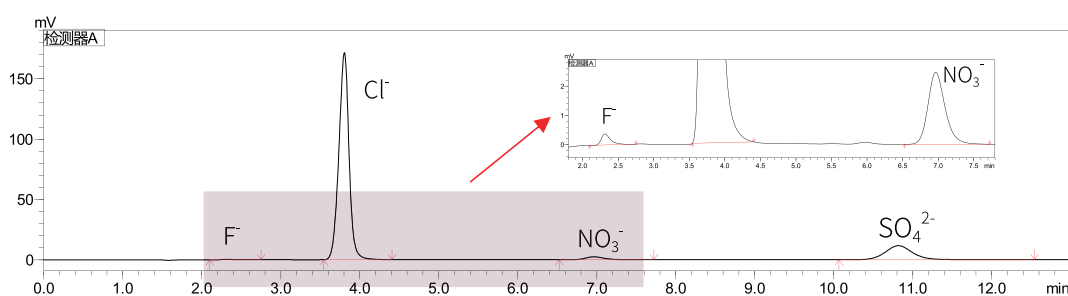


图 2 供试品溶液 UNK 色谱图

### 3.5 加标回收率

在样品 UNK 中添加 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 标样, 加标浓度为 10  $\mu$ g/mL, 进行加标回收试验。经测试 7 种无机阴离子的回收率在 91.1%-105.3% 之间, 加标回收率如表 3 所示。

表 3 供试品溶液测试结果

	7 种无机阴离子含量 ( $\mu$ g/mL) 及加标回收率 (加标浓度: 10 $\mu$ g/mL)						
	F <sup>-</sup>	Cl <sup>-</sup>	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	Br <sup>-</sup>	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
待测样品	0.201	109.7	N.D.	N.D.	6.815	N.D.	41.399
加标回收率	92.9%	105.3%	93.8%	95.1%	93.2%	91.1%	93.0%

注: N.D. 表示未检出。

## 结论

本文参考 HJ 84-2016 《水质 无机阴离子 (F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) 的测定 离子色谱法》的相关条件, 采用岛津 Essentia IC-16 离子色谱仪建立污水中 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 含量测定方法。结果显示线性、精密度及加标回收率试验结果均满足相关测定要求, 本方法可用于污水中相关离子含量测定, 供相关检测人员参考。

岛津应用云

