

离子色谱法测定固定污染源废气中硝酸雾

LC-335

摘要：本文建立了一种使用离子色谱法测定固定污染源废气中硝酸雾的方法。参考 2021 年版《固定污染源废气 硝酸雾的测定 离子色谱法（征求意见稿）》标准，用 HIC-ESP 进行定性定量分析。结果显示硝酸根线性良好，标准曲线相关系数均 ≥ 0.999 ；低中高浓度连续分析 6 次，保留时间 RSD $\leq 0.03\%$ ，峰面积的 RSD $\leq 0.6\%$ ；低中高浓度加标样品回收率在 99.4%~102.3% 之间，方法准确可靠。该方法重现性好，灵敏度高，可用于固定污染源废气中硝酸雾的测定。

关键词：离子色谱 固定污染源废气 硝酸雾

硝酸雾是指空气中硝酸和颗粒物中的硝酸盐所形成的雾滴。硝酸雾排放到环境中会造成大气污染、危害人体健康。硝酸盐是 PM2.5 的重要组成部分和前体物，会增加大气细颗粒物的浓度，通过形成霾降低大气能见度以及对区域或全球的气候变化产生影响。硝酸盐还可直接沉降到地表和海洋中，形成酸雨。同时，硝酸对皮肤和粘膜有强烈的刺激及腐蚀作用，吸入硝酸烟雾可引起急性中毒等，因此有必要对其

含量进行监控。

本文参照生态环境部发布的 2021 年版《固定污染源废气 硝酸雾的测定 离子色谱法（征求意见稿）》建立了一种岛津 HIC-ESP 离子色谱系统配备抑制型电导检测器快速检测固定污染源废气中硝酸雾的分析方法。本法操作简单、快速、准确、重现性好，灵敏度高，可用于固定污染源废气中硝酸雾的检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用 HIC-ESP 系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-40lite

输液泵：LC-20AD sp

检测器：CDD-10A vp

柱温箱：CTO-40S

脱气机：DGU-403

自动进样器：SIL-20A

抑制器：ICDS-40A

色谱工作站：LabSolutions 5.114

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack IC-SA2 色谱柱 250 mm \times 4.0 mm I.D., 9 μ m,

P/N: 227-31020-06, 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：碳酸盐 / 碳酸氢盐淋洗液, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 3.2 \text{ mmol/L}$, $c(\text{NaHCO}_3) = 1.0 \text{ mmol/L}$

流速：0.7 mL/min

进样量：10 μ L

抑制电流：16 mA

洗脱方式：等度洗脱

柱温：25 $^{\circ}$ C

采集时间：15 min

1.3 样品前处理

参照生态环境部发布的 2021 年版《固定污染源废气 硝酸雾的测定 离子色谱法（征求意见稿）》方法制备，上机测定。

1.4 标准曲线制备

取硝酸根标准溶液适量，用超纯水稀释成 1 mg/L、2 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 和 50 mg/L 不同浓度的标准曲线溶液。

■ 结果与讨论

2.1 标准谱图及标准曲线

硝酸根标准溶液色谱图如图 1 所示。标准曲线信息见图 2。实验结果显示，硝酸根在其线性范围内，线性相关性良好，线性相关系数 R 大于 0.999，准确度在 95.0%~106.9% 之间。

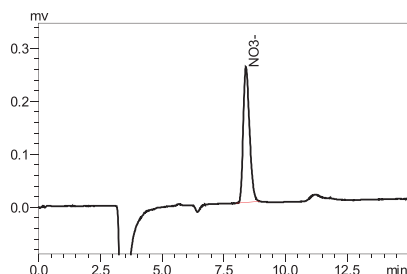


图 1 硝酸根溶液 (1 mg/L) 色谱图

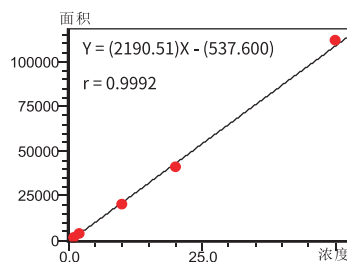


图 2 硝酸根溶液工作曲线及相关参数

2.2 重复性考察

取 2 μg/mL 对照品溶液重复分析 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。结果表明：目标物保留时间 RSD<0.3%，峰面积 RSD<0.6% 之间，系统精密度良好，汇总如表 1 所示。

表 1 硝酸根溶液保留时间和峰面积的重复性 (n=6)

目标离子	化合物浓度 (mg/L)	RSD% (R.T.)	RSD% (Area)
硝酸根	1	0.28	0.55
	10	0.06	0.11
	50	0.19	0.24

2.3 实际样品测定及回收率

按照 1.3 所述步骤处理实际样品，滤膜溶液中未检出硝酸根，图 2 为某实际滤膜样品和回收率样品叠加色谱图。对实际样品溶液三水平加标考察回收率加标结果见表 2。

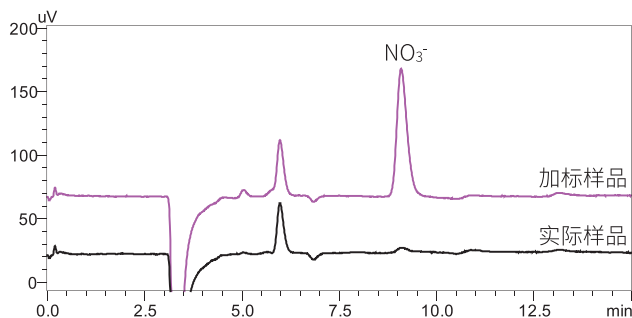


图 3 实际滤膜样品与加标样品 (浓度: 1 mg/L) 色谱图

表 2 实际样品加标不同浓度回收率结果 (n=2)

目标离子	加标浓度 (mg/L)	回收率重复 1(%)	回收率重复 2(%)	回收率均值 (%)
硝酸根	1	101.8	102.0	101.9
	10	99.31	99.47	99.4
	50	102.3	102.3	102.3

■ 结论

本实验中使用岛津离子色谱仪（IC-16），搭载阴离子电化学自再生膜抑制器，建立了一种对固定污染源废气中硝酸根的测试方法。实验结果表明：该方法校准曲线线性、仪器保留时间及峰面积的重现性、灵敏度均良好，可以定性、定量分析固定污染源废气中的硝酸根。

岛津应用云

