

离子色谱法测定水质中 8 种无机阴离子的含量

LC-396

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⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₃²⁻、SO₄²⁻）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⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₃²⁻、SO₄²⁻ 含量进行测定。实验结果显示：对照品溶液重复进样 6 次，8 种无机阴离子色谱峰保留时间和峰面积的 RSD 在 0.01%-0.16% 和 0.11%-3.06% 之间，仪器精密度良好；以外标法定量，F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、SO₃²⁻、SO₄²⁻ 的线性范围为 0.1-40.0 μg/mL，PO₄³⁻ 线性范围为 0.5-40.0 μg/mL，8 种阴离子线性相关系数均大于 0.999，准确度在 86.7-114.8% 之间；对污水样品进行加标回收实验，回收率在 88.2%-109.8% 之间。本方法准确度高，重复性好，适合污水中 8 种无机阴离子含量的快速测定。

关键词：离子色谱 HJ 84-2016 含量测定

技术特点：

- ❖ 使用离子色谱法实现水中包括亚硫酸根在内的 8 种无机阴离子的同时定量测定。
- ❖ 丰富 Essentia IC-16 离子色谱仪的应用范围。

水污染指污染物进入河流、湖泊、海洋或地下水中，使水质和底泥的物理、化学性质或生物群落组成发生变化，造成水质恶化，降低水体的使用价值和功能，危害人体健康或者破坏生态环境的现象。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。

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⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₃²⁻、SO₄²⁻ 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 8 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	自动进样器	: SIL-16i
柱温箱	: CTO-20A	输液泵	: LC-16i
脱气机	: DGU-20A _{3R}	抑制器	: AS-1000
检测器	: CDD-10A _{VP}	色谱工作站	: LabSolutions Ver. 5.118

1.2 分析条件

色谱柱	: Shodex IC SI-40D (150 mm× 4.0 mm)	柱温	: 30°C
流动相	: 28 mmol/L KOH 溶液	洗脱方式	: 等度洗脱
流速	: 0.7 mL/min		
进样体积	: 25 μL		
抑制电流	: 60 mA		

■ 样品前处理

对照品溶液的制备：取 8 种无机阴离子 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_3^{2-} 、 SO_4^{2-} 对照品适量，用水稀释成 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、40 $\mu\text{g/mL}$ 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。

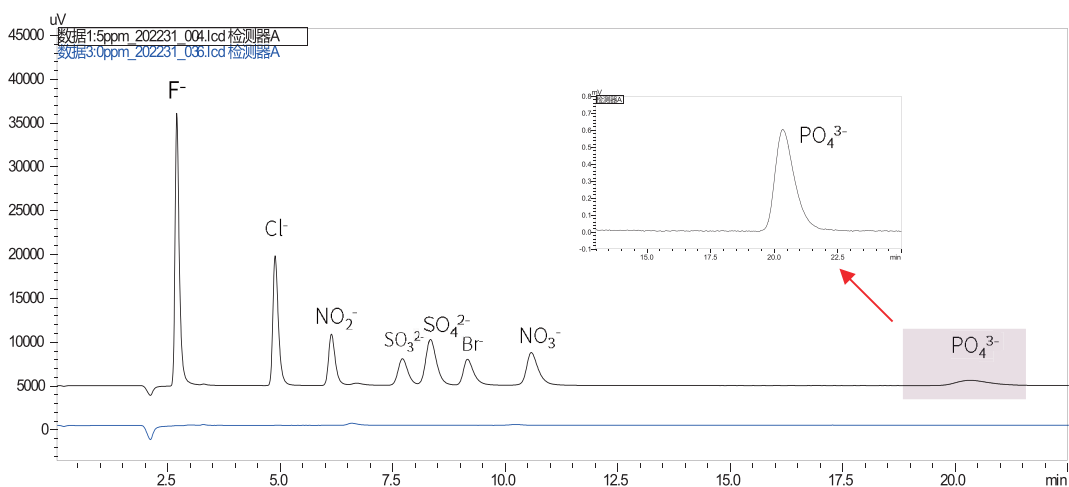
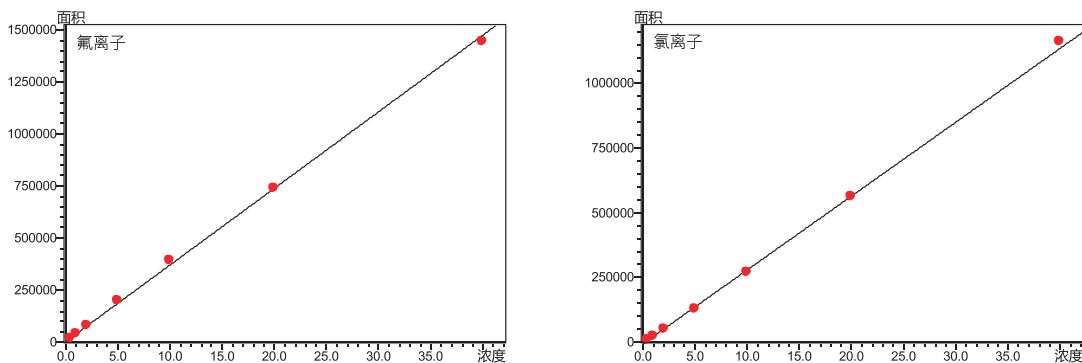


图 1 对照品溶液 (5 $\mu\text{g/mL}$) 及溶剂空白色谱图

3.2 线性

将对照品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以 8 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^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 SO_3^{2-} 的线性范围为 0.1-40.0 $\mu\text{g/mL}$ ， PO_4^{3-} 的线性范围为 0.5-40.0 $\mu\text{g/mL}$ ，线性良好，线性相关系数均大于 0.999，标准曲线见图 2。准确度在 86.7-114.8% 之间，线性方程、相关系数见表 1。



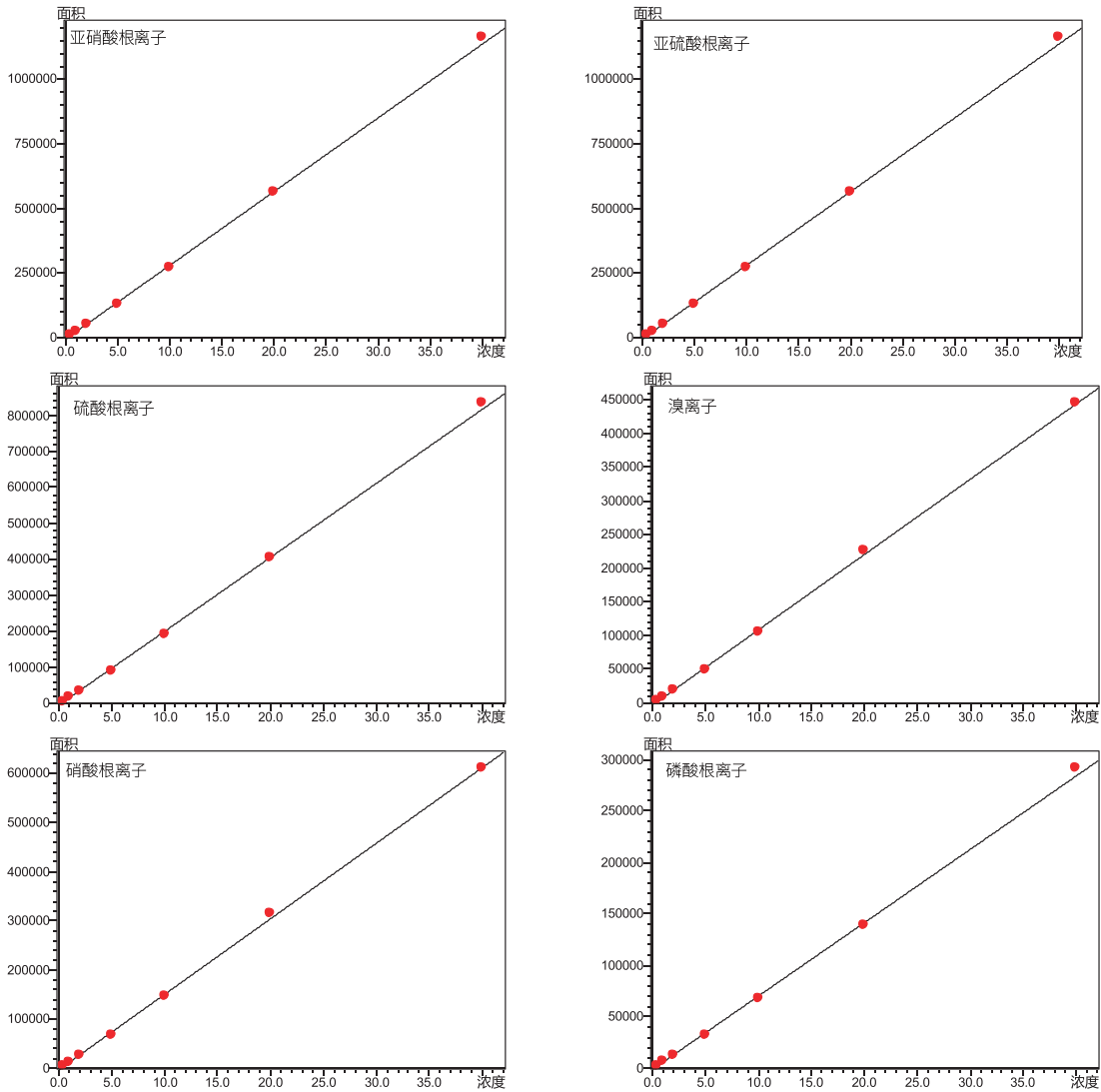


图 2 八种阴离子标准曲线

表 1 8 种无机阴离子校准曲线参数

序号	测定离子	线性范围 (µg/mL)	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	F ⁻	0.1-40	Y = 37014.7X + 1002.72	86.7-105.8	0.9991
2	Cl ⁻	0.1-40	Y = 28,580.3X - 5,814.46	92.4-114.8	0.9993
3	NO ₂ ⁻	0.1-40	Y = 14308.5X - 931.011	91.9-114.5	0.9992
4	SO ₃ ²⁻	0.1-40	Y = 10644.7X - 1285.22	92.7-112.6	0.9991
5	SO ₄ ²⁻	0.1-40	Y = 20133.9X - 778.937	91.5-106.6	0.9995
6	Br ⁻	0.1-40	Y = 10981.9X - 867.790	92.3-105.0	0.9993
7	NO ₃ ⁻	0.1-40	Y = 15262.7X - 1819.83	92.5-106.1	0.9994
8	PO ₄ ³⁻	0.5-40	Y = 7118.92X - 979.365	92.4-106.2	0.9992

3.3 重复性

按照 1.2 分析条件，分别取 1 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 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%-0.16% 和 0.11%-3.06% 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 $\mu\text{g/mL}$)		RSD% (5 $\mu\text{g/mL}$)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	F ⁻	0.01	0.32	0.01	0.12
2	Cl ⁻	0.02	0.42	0.02	0.11
3	NO ₂ ⁻	0.02	0.40	0.02	0.40
4	SO ₃ ²⁻	0.07	0.94	0.08	0.74
5	SO ₄ ²⁻	0.08	0.43	0.09	0.30
6	Br ⁻	0.02	1.90	0.02	0.72
7	NO ₃ ⁻	0.02	2.85	0.02	0.59
8	PO ₄ ³⁻	0.16	3.06	0.15	1.97

3.4 样品测定

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

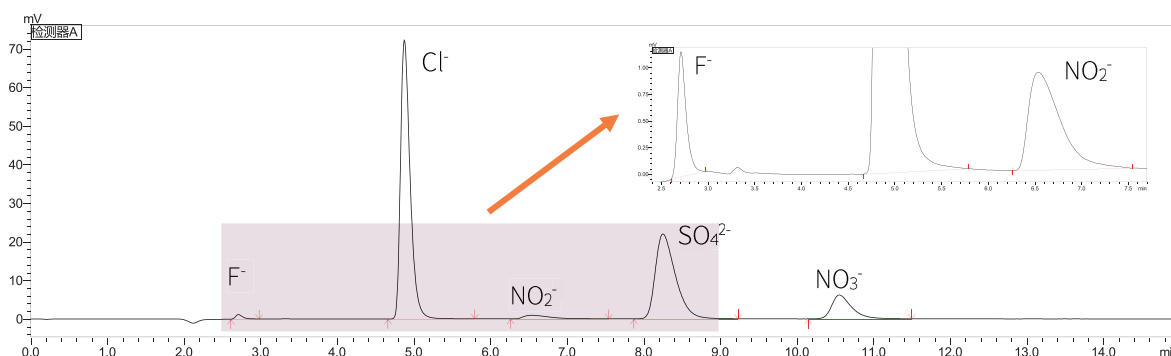


图 3 供试品溶液 UNK 色谱图

3.5 加标回收率

在样品 UNK 中添加 F⁻、Cl⁻、SO₃²⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻ 标样，加标浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ ，进行加标回收试验。经测试 8 种无机阴离子的回收率在 88.2%-109.8% 之间，加标回收率如表 3 所示。

表 3 供试品溶液测试结果

离子	F ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	SO ₃ ²⁻	SO ₄ ²⁻	Br ⁻	NO ₃ ⁻	PO ₄ ³⁻
待测样品 ($\mu\text{g/mL}$)	0.33	20.00	5.90	N.D.	18.77	N.D.	8.53	N.D.
加标回收率 % (加标浓度: 10 $\mu\text{g/mL}$)	105.8%	109.8%	95.7%	94.0%	106.8%	89.7%	104.5%	88.2%

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⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₃²⁻、SO₄²⁻) 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⁻、Cl⁻、NO₂⁻、SO₃²⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻ 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

