

# 离子色谱法测定生活饮用水中溴酸盐含量

LC-410

**摘要：**本文参考新水法国标《GB/T 5750.10-2023 生活饮用水标准检验方法第 10 部分：消毒副产物指标》，使用岛津离子色谱仪 IC-16，建立了生活饮用水中溴酸盐的检测方法。本方法中溴酸盐与水中常见的阴离子分离良好；在 5~1000  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内建立校准曲线，溴酸盐的线性相关系数在 0.999 以上，线性良好。溴酸盐的检出限为 1  $\mu\text{g/L}$ ，定量限为 3  $\mu\text{g/L}$ ，满足国标要求。6 次重复测试，溴酸盐的保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，在 3 个浓度水平下溴酸盐回收及精密度良好。

**关键词：**生活饮用水 离子色谱 溴酸盐 GB/T 5750-2023

## 技术特点：

- ❖ 溴酸盐与氯化物分离良好，在高浓度氯化物水样中也可分离出痕量溴酸盐
- ❖ 溴酸盐优于国标中 5  $\mu\text{g/L}$  的检出限水平。

溴酸盐是生活饮用水生产过程中的消毒副产物，在臭氧消毒过程中与水中溴化物反应生成副产物。溴酸盐是 2B 级潜在致癌物，我国现行生活饮用水标准规定，溴酸盐的限量标准为 10  $\mu\text{g/L}$ 。为保证生活饮用水的安全使用，需要对水中溴酸盐的含量进行监控。新版生活饮用水国标 GB/T 5750.10-2023 中，规定了生活饮用水中溴酸盐的检测方法。该方法采

用离子色谱法对水中溴酸盐进行检测，可使用氢氧根体系或碳酸根体系。

本文参照新水法 GB-5750.10-2023，建立了一套快速、准确分析生活饮用水中溴酸根含量的检测方法，该方法专属性好、检出限低，重现性好，回收率高，为生活饮用水中溴酸根含量的监测提供依据。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本文使用岛津 IC-16 离子色谱仪，配置信息如下：

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 <sub>3R</sub>	抑制器：	SHY-A-6
检测器：	CDD-10A <sub>VP</sub>		

### 1.2 分析条件

色谱柱：	Dionex IonPac AS23 (250 mm× 2 mm)	柱温：	40℃
流动相：	1.0 mmol/L Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 和 0.5 mmol/L NaHCO <sub>3</sub> 混合溶液	洗脱方式：	等度洗脱
流速：	0.25 mL/min		
进样体积：	300 $\mu\text{L}$		
抑制电流：	15 mA		

### 1.3 标准溶液的配制

水中溴酸盐分析标准物质 (1000 mg/L) 购自上海安谱。将标准品用纯水逐级稀释成浓度为 5、20、50、100、200、1000  $\mu\text{g/L}$  的标准工作溶液，待上机分析。

### 1.4 样品前处理方法

将样品过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜后，上机分析。

## ■ 结果讨论

### 2.1 专属性

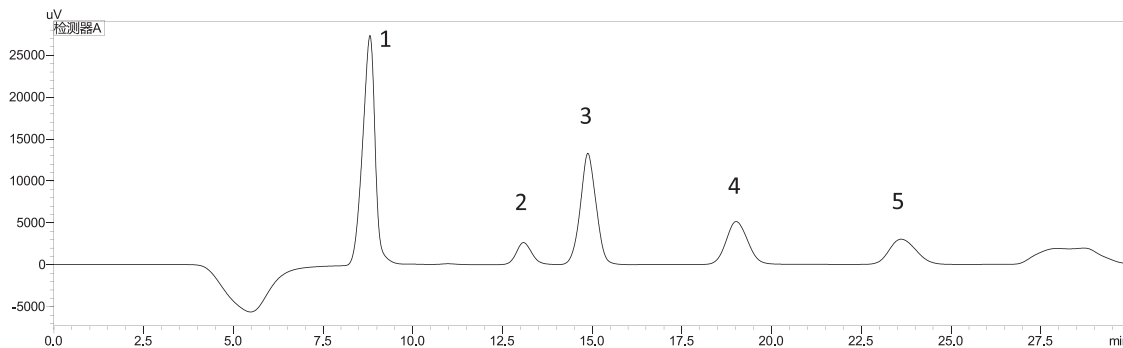


图1 溴酸盐和水中7种阴离子溶液色谱图 (0.5 mg/L)  
(1、氟化物, 2、溴酸盐, 3、氯化物, 4、溴化物, 5、硝酸盐)

如图1所示, 在指定的色谱条件下, 溴酸盐与水中常见的阴离子分离良好。

### 2.2 线性范围

取1.3的标准工作溶液, 按照1.2分析条件进样分析, 以目标物浓度为横坐标, 目标物峰面积为纵坐标, 以外标法绘制标准曲线, 线性范围在5~1000  $\mu\text{g/L}$ 内, 线性相关系数为0.9998, 准确度为93.7-106.9%, 线性关系良好。溴酸盐的检出限为1  $\mu\text{g/L}$ ; 定量限为3  $\mu\text{g/L}$ 。曲线结果如下图。

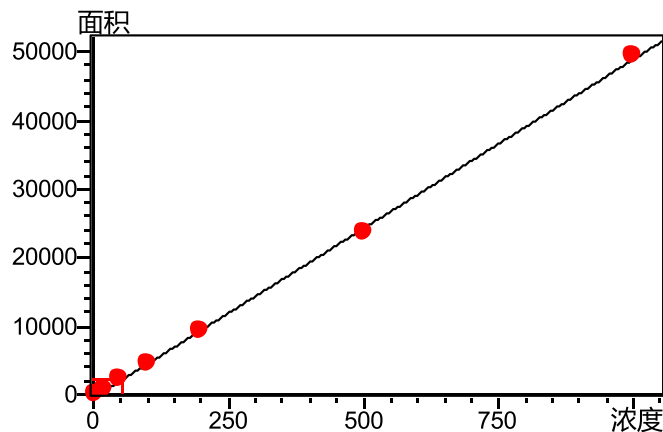


图2 溴酸盐校准曲线

### 2.3 重复性结果

取5、40、80  $\mu\text{g/L}$ 三种浓度的溴酸盐标准工作溶液重复进样6次, 考察仪器重复性。结果表明, 溴酸盐保留时间相对标准偏差在0.02~0.08%间, 峰面积的相对标准偏差在0.95~2.15%间, 方法重复性良好, 仪器精密度良好, 结果见表1。

表1 重复性测试 (n=6)

化合物名称	RSD% (5 $\mu\text{g/L}$ )		RSD% (40 $\mu\text{g/L}$ )		RSD% (80 $\mu\text{g/L}$ )	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
溴酸盐	0.08	2.15	0.06	1.34	0.02	0.95

## 2.4 实际样品测试及加标回收率结果

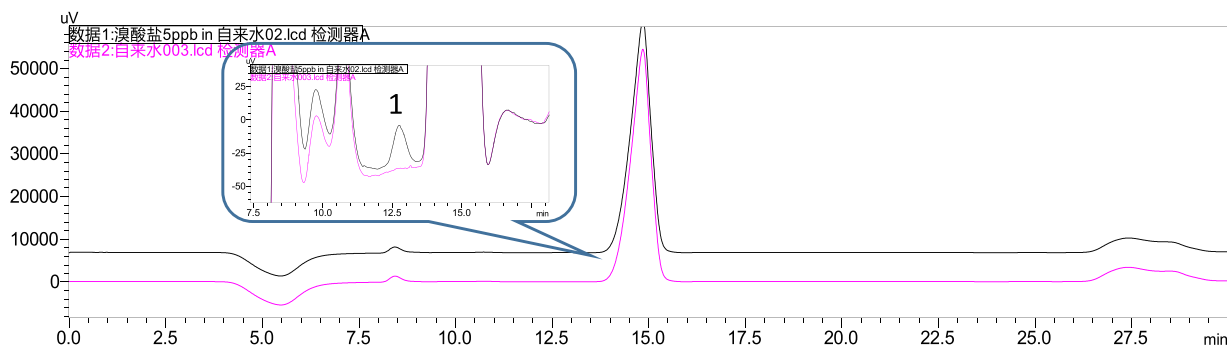


图3 自来水样品色谱图（粉色）和加标低点（5 μg/L）样品色谱图（黑色）（1、溴酸盐）

按照 1.4 的前处理方法处理样品和加标样品，三个水平加标浓度如下表 2 所示。结果表明，各水平的加标回收率在 93.8~98.8% 之间，相对标准偏差 RSD% 在 0.45~2.53% 之间。

表 2 实际样品中溴酸盐浓度和加标回收率 (n=6)

化合物名称	加标量 (μg/L)	平均回收率 (%)	RSD (%)
溴酸盐	5	95.7	2.53
	40	93.8	1.62
	80	98.8	0.45

## ■ 结论

本文利用岛津离子色谱仪，建立一种简便、快速、准确检测生活饮用水中溴酸盐含量的方法。该方法采用外标法定量，保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，溴酸盐的回收率在 93.8~98.8% 之间，回收及精密度良好。本方法中检出限、线性、重复性等均满足标准相关要求。

岛津应用云

