

根据 ASTM D6919-03 分析饮用水及废水中的阳离子

01-00103-CN

悴田 朋佳

使用益处

- ◆ 在根据 ASTM D6919-03 进行的分析中可以获得具有良好线性度和重现性的数据。
- ◆ 可以对饮用水及废水中的阳离子进行定量。
- ◆ 在流动相中加入 18-冠-6-醚，可以提高钠离子、铵离子的分离度。

前言

离子色谱仪可广泛用于水溶液中离子成分的检测和定量。美国的 ASTM International 发行的 ASTM D6919-031) 中规定了使用离子色谱仪分析饮用水及废水中的 6 种阳离子的试验方法。

在本文中，我们将介绍使用非抑制型离子色谱仪根据 ASTM D6919-03 分析饮用水及废水中的 6 种阳离子成分的示例。

标准溶液的分析

ASTM D6919-03 中所示的 6 种阳离子（锂离子、钠离子、铵离子、钾离子、镁离子、钙离子）标准溶液的分析结果如图 1 所示，分析条件如表 1 所示。

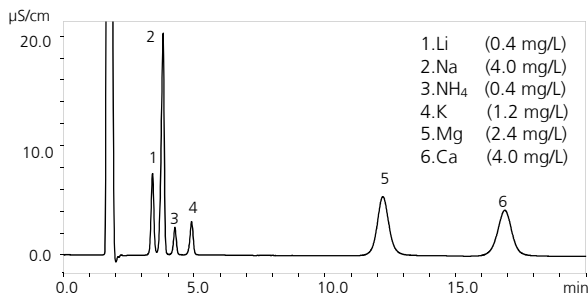


图 1 6 种阳离子成分的色谱图

表 1 分析条件

色谱柱	: Shim-pack™ IC-C4* ¹ (150 mm×4.6 mm I.D., 7 µm)
Guard Column	: Shim-pack IC-GC4* ² (8 mm×3 mm I.D., 7 µm)
流动相	: 2.5 mmol/L Methanesulfonic Acid
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 40 °C
进样量	: 50 µL
样品瓶	: Shimadzu Vial, LC, 4mL, Polypropylene* ³
检测	: Conductivity Detector

* 1 P/N: 228-41616-91 * 2 P/N: 228-59900-91
* 3 P/N: 228-31537-91

线性度和重现性

为根据 ASTM D6919-03 分析的 6 种阳离子成分在符合标准的浓度范围内创建 5 点标准曲线。如果是铵离子的标准曲线，采用抑制方式时推荐二次式，非抑制方式则可用线性标准曲线进行定量。

表 2 所示为标准曲线的可决系数。ASTM D6919-03 中规定为 0.995 以上，但在本次分析结果中，所有成分的值都在 0.999 以上。

表 2 6 种阳离子成分的标准曲线范围和可决系数

	Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
标准曲线范围 (mg/L)	0.4-10	4.0-40	0.4-10	1.2-20	2.4-40	4.0-40
可决系数 (%)	≥0.999	≥0.999	≥0.999	≥0.999	≥0.999	≥0.999

此外，通过连续 7 次分析标准曲线下限浓度时的保留时间及面积值的相对标准偏差 (%RSD) 对反复重现性作了评估。表 3 所示为各组分的浓度、保留时间以及面积值的重现性。保留时间及面积值均证实具有良好的重现性。

表 3 6 种阳离子成分的浓度和相对标准偏差

	Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
浓度 (mg/L)	0.4	4.0	0.4	1.2	2.4	4.0
保留时间 %RSD	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02
面积值 %RSD	0.16	0.17	0.94	0.69	0.47	0.52

饮用水及自来水分析

使用 0.2 µm 过滤器对两种市售饮用水和自来水进行过滤后，进行分析。图 2-1 至图 2-3 所示为各自的分析结果，表 4 中所示为饮用水及自来水中各离子的定量值。

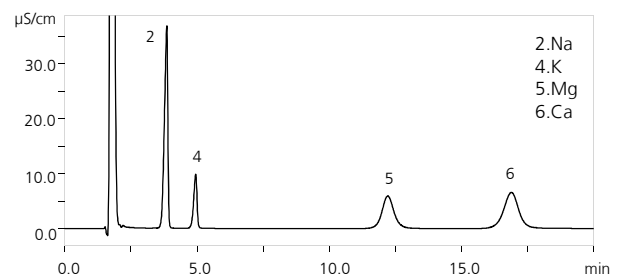


图 2-1 市售饮用水 A 的色谱图

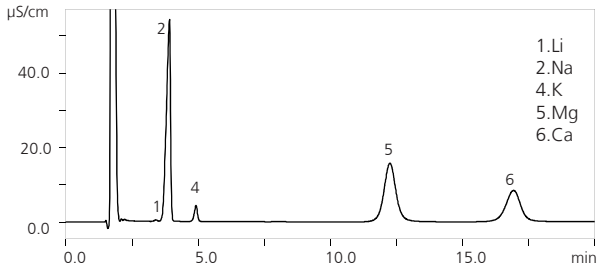


图 2-2 市售饮用水 B 的色谱图

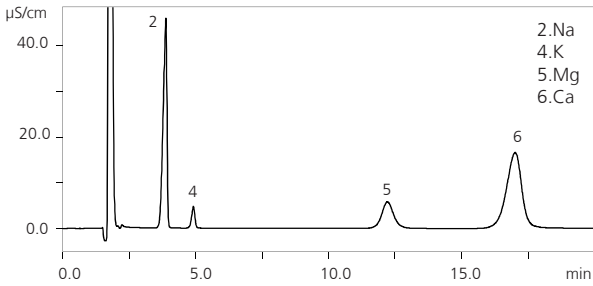


图 2-3 自来水的色谱图

表 4 饮用水及自来水的定量值

	Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
饮料水A	N.D.	6.61	N.D.	3.16	2.11	5.10
饮料水B	0.01	11.70	N.D.	1.37	5.63	6.44
水道水	N.D.	9.12	0.05	1.51	2.06	12.79

单位: mg/L (N.D.=Not Detected)

工厂废水分析

使用 0.2 μm 过滤器对工厂废水进行过滤后, 使用超纯水稀释 2 倍, 然后再进行分析。图 3 所示为分析结果。此外, 表 5 所示为工厂废水中各离子的定量值。

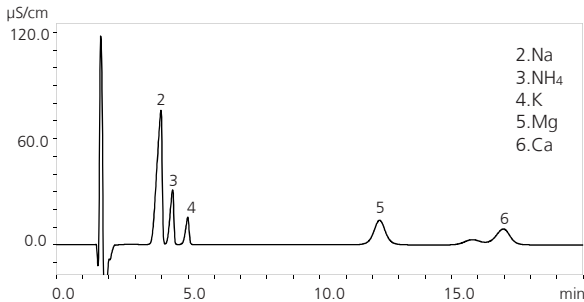


图 3 工厂废水的色谱图

表 5 工厂废水的定量值 (原液换算后)

Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
N.D.	42.27	9.91	10.61	9.98	14.18

单位: mg/L (N.D.=Not Detected)

加标回收试验

根据 ASTM D6919-03 对自来水进行了加标回收试验。添加的标准溶液浓度和加标回收率如表 6 所示。加标回收率采用下面的公式计算。

Shim-pack 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。

表 6 加标回收试验加标浓度以及回收率

	Li	Na	NH ₄	K	Mg	Ca
加标浓度 (mg/L)	0.40	9.00	0.01	1.50	2.00	13.00
回收率* (%)	96.5	100.1	105.6	99.3	100.8	101.2

*: 回收率 (%) =

$$\frac{\text{加标后定量值 (mg/L)}}{\text{定量值 (mg/L) + 加标浓度 (mg/L)}} \times 100$$

钠离子和铵离子的分离

ASTM D6919-03 指出, 如果存在高浓度的钠离子, 钠离子则会对铵离子的定量产生很大的影响。其中一个对策就是在流动相中添加 18-冠-6-醚, 可延迟铵离子的洗脱, 改善两者的分离情况。

图 4 所示为在流动相中添加 18-冠-6-醚时, 含 20mg/L 钠离子和 0.02mg/L 铵的标准溶液的分析结果, 分析条件如表 7 所示。即使浓度比为 1000:1, 也可以充分分离和检测。

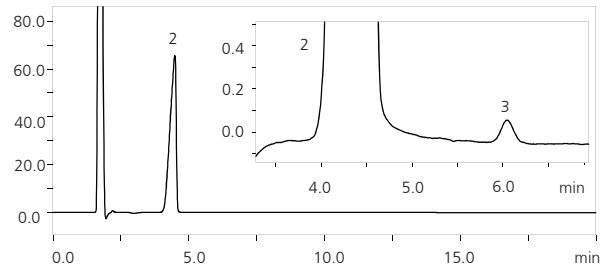


图 4 添加 18-冠-6-醚时的色谱图及其放大图

表 7 添加 18-冠-6-醚时的分析条件

色谱柱	: Shim-pack IC-C4 ¹ (150 mm × 4.6 mm I.D., 7 μm)
Guard Column	: Shim-pack IC-GC4 ² (8 mm × 3 mm I.D., 7 μm)
流动相	: 2.5 mmol/L Methanesulfonic Acid 5.0 mmol/L 18-Crown 6-ether
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 40 °C
进样量	: 50 μL
样品瓶	: Shimadzu Vial, LC, 4mL, Polypropylene ³
检测	: Conductivity Detector

结论

在本文中, 我们介绍了使用非抑制型离子色谱仪根据 ASTM D6919-03 分析饮用水及废水中的阳离子的情况。

使用该方法分析 ASTM D6919-03 中所示的 6 种阳离子时, 均可获得标准范围内的线性度和良好的重现性。

在饮用水及废水的分析中, 在与杂质成分的分离、加标回收率方面均取得了良好的结果。

< 参考文献 >

1) ASTM D6919-03, Standard Test Method for Determination of Dissolved Alkali and Alkaline Earth Cations and Ammonium in Water and Wastewater by Ion Chromatography, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003, www.astm.org

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

http://www.shimadzu.com.cn

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2021 年 3 月