

离子色谱法测定生活饮用水中的高氯酸根

LC-388

摘要： 本文使用岛津离子色谱仪建立了生活饮用水中高氯酸根的分析方法。使用外标法定量，在 0.025 mg/L-0.700 mg/L 浓度范围内，线性相关系数大于 0.9993，检出限为 0.007 mg/L，定量限为 0.023 mg/L。使用低、中、高浓度标准溶液分别连续进样 6 针，保留时间的 RSD 在 0.02 %-0.19% 之间，峰面积的 RSD 在 1.56%-1.72% 之间。前处理简单，加标回收率在 100.0%-106.1% 之间。该方法满足生活饮用水标准检验方法要求，可为相关从业人员提供参考。

关键词： 离子色谱 饮用水 高氯酸根

技术特点：

- ❖ 该法高氯酸根保留较好，溶剂峰对目标物测定无干扰，方法专属性强。
- ❖ 样品前处理操作简单，回收率高，重复性好。

高氯酸盐是一种有毒的无机化学物质，在自然界存在于土壤的比例很低，然而在发射航天飞船、人造卫星和导弹所用火箭的燃料，以及烟花爆竹的燃料中大量存在。其水溶性较高，可在水中解离成高氯酸根离子稳定存在，从而扩散污染环境，并对人和其他生物造成危害。是一种新型持久性环境污染物，难以通过自来水净化处理去除。

高氯酸盐在 GB 5749-2006《生活饮用水卫生标准》中没有限值要求，此次标准修订后新增高氯酸

盐限值，设为 0.07 mg/L。与之配套的 GB/T 5750.5-2023《生活饮用水标准检验方法 第 5 部分：无机非金属指标》中提供了 3 种检测方法，分别为离子色谱法-氢氧根系统淋洗液、离子色谱法-碳酸盐系统淋洗液和超高效液相色谱串联质谱法。

本实验参考该标准中的离子色谱法-氢氧根系统淋洗液，使用岛津离子色谱仪建立了生活饮用水中高氯酸根的检测方法，可为相关从业人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津离子色谱仪 HIC-ESP，配置信息如下：

系统控制器：CBM-20A

输液泵：LC-20AD SP

自动进样器：SIL-20AC XR

抑制器：盛瀚 SHY-A-6

脱气机：DGU-20A3

柱温箱：CTO-20AC

检测器：CDD-10A VP

色谱工作站：Labsolutions Ver. 5.118

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Dionex IonPac™ AS19 (250 mm×4.0 mm I.D.)

流动相：55 mmol/L 氢氧化钾水溶液

进样体积：100 μL

柱温：35℃

流速：1 mL/min

抑制电流：165 mA

1.3 标准品溶液的配制

吸取 100 mg/L 水中高氯酸根溶液标准物质适量，使用纯水稀释制成 10 mg/L 的标准中间液。分别吸取标准中间液适量，用纯水配制成 0.025 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L、0.150 mg/L、0.250 mg/L、0.350 mg/L、0.450 mg/L、0.550 mg/L、0.700 mg/L 的标准系列工作液。

1.4 样品前处理

水样经 0.22 μm 针式微孔滤膜过滤，上机测定。

■ 结果与讨论

2.1 高氯酸根标准溶液色谱图

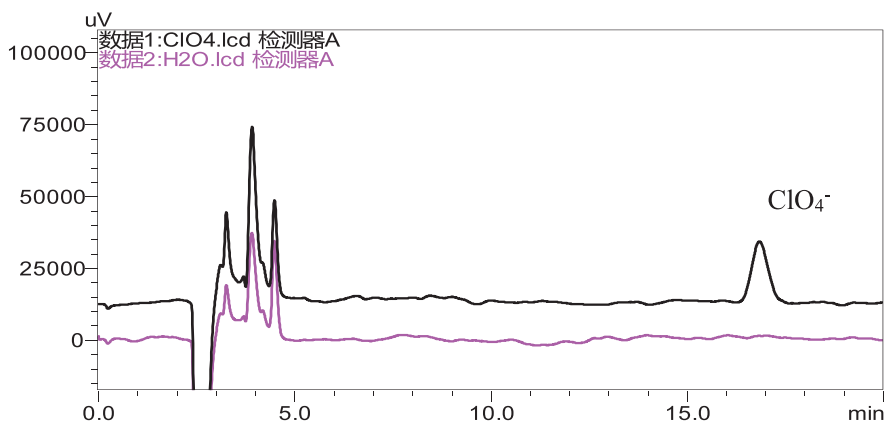


图1 高氯酸根标准溶液色谱图 (0.350 mg/L)

2.2 校准曲线、检出限和定量限

按照 1.2 项下分析条件，标准系列溶液按照浓度从低到高的顺序依次上机测定，以高氯酸根的质量浓度为横坐标，其对应的峰面积为纵坐标，绘制校准曲线，如图 3 所示。高氯酸根在 0.025 mg/L-0.700 mg/L 浓度范围内线性关系良好，相关系数 r 大于 0.9994，各校准点准确度在 95.2%-103.3% 之间。根据最低浓度点标样数据，以 3 倍信噪比计算检出限，以 10 倍信噪比计算定量限，高氯酸根的检出限和定量限分别为 0.007 mg/L 和 0.023 mg/L。

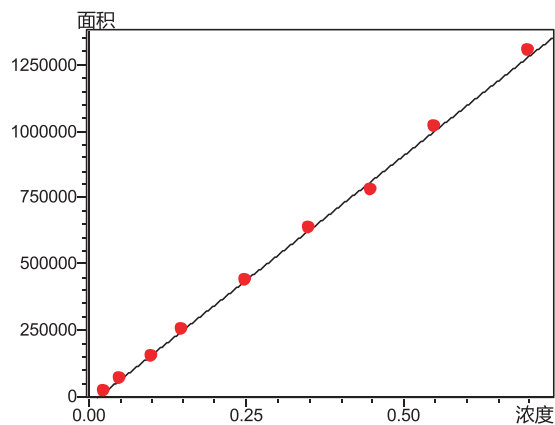


图2 校准曲线

2.3 精密度

取高氯酸根标准溶液低 (0.050 mg/L)、中 (0.350 mg/L)、高 (0.550 mg/L) 3 个浓度水平，每个浓度水平连续进样 6 次，考察仪器的重复性。结果如表 1 所示，高氯酸根的保留时间 RSD 在 0.02%-0.19% 之间，峰面积 RSD 在 1.56%-1.72% 之间，仪器精密度良好。

表 1 精密度结果 (n=6)

| 化合物名称 | 浓度水平 (mg/L) | 保留时间 RSD (%) | 峰面积 RSD (%) |
|-------|-------------|--------------|-------------|
| 高氯酸根 | 0.050 | 0.19 | 1.67 |
| | 0.350 | 0.06 | 1.56 |
| | 0.550 | 0.02 | 1.72 |

2.4 实际样品测定及准确度

按照以上建立的方法对实际水样（末梢水）进行测定，该样品未检出高氯酸根，其色谱图如图 3 所示。

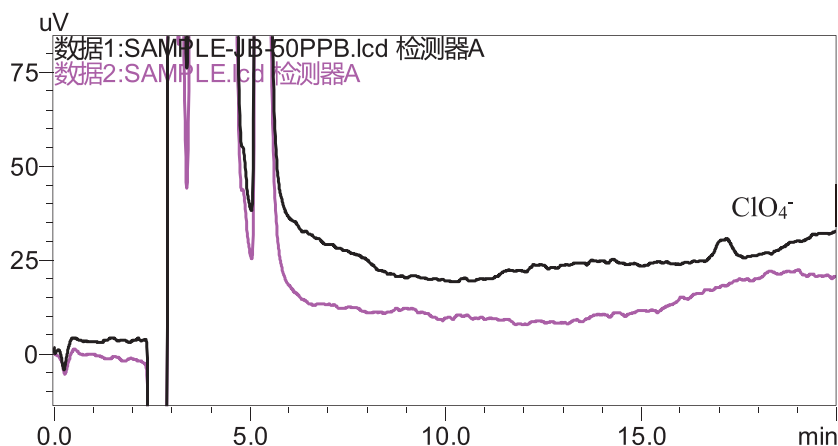


图 3 实际水样及加标 (0.050 mg/L) 色谱图

采用生活饮用水加标的方法进行准确度试验。向实际水样中分别添加低 (0.050 mg/L)、中 (0.350 mg/L)、高 (0.550 mg/L) 3 个浓度水平的高氯酸根标准溶液，按照所建立的方法进行样品处理及测定。每个浓度水平重复 6 份平行样品，计算加标回收率和相对标准偏差 (RSD)。结果如表 2 所示，高氯酸根的加标回收率在 100.0%-106.1% 之间，RSD 在 2.91%-4.40% 之间。

表 2 准确度结果

| 化合物名称 | 浓度水平 (mg/L) | 回收率 (%) | RSD (%) |
|-------|-------------|---------|---------|
| 高氯酸根 | 0.050 | 106.1 | 2.91 |
| | 0.350 | 100.4 | 4.40 |
| | 0.550 | 100.0 | 3.44 |

■ 结论

本文使用岛津离子色谱仪，参考 GB/T 5750.5-2023《生活饮用水标准检验方法 第 5 部分：无机非金属指标》，建立了生活饮用水中高氯酸根的分析方法，并进行了详尽的方法学考察。实验结果表明，该方法前处理简单，专属性强，满足标准要求，可为相关从业人员提供参考。

岛津应用云

