

离子色谱法测定再生水水质中的无机阴离子

LC-278

摘要：本文参考 GB/T 39305-2020《再生水水质 氟、氯、亚硝酸根、硝酸根、硫酸根的测定 离子色谱法》的相关条件，采用离子色谱对再生水水质中的 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 含量进行测定。实验结果显示： F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 线性良好，标准曲线相关系数均 ≥ 0.999 ；混合标准溶液连续分析 6 次，保留时间 RSD 范围为 0.05%~0.17%，峰面积 RSD 范围为 0.33%~1.04%；低、高浓度加标样品回收率均在 89.7%~114.1% 之间，相对标准偏差 $< 3.71\%$ ，方法准确可靠；检出限在 0.005-0.017 $\mu g/mL$ 之间，定量限在 0.015-0.050 $\mu g/mL$ 之间。该方法重现性好，灵敏度高，完全满足 GB/T 39305-2020 的测定要求，可用于再生水水质中的 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 含量测定。

关键词：离子色谱 再生水水质 无机阴离子

近年来，在我国城镇化建设过程中，水资源短缺问题日益凸显，再生水作为一种合法的替代水源，正在得到越来越广泛的利用，并成为城市水资源的重要组成部分，有效地缓解了我国城市用水的供需紧张难题。但是再生水回用中需要注意其可能会对生活，生产和生态产生现实的和潜在的危害。其中无机阴离子 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 是水质评价的一项重要指示，在水中的含量过多或过少不仅会给人体健康和生命带来危害，并且会对生态环境造成难以估计的破坏。

传统阴离子检测方法有容量法、分光光度法等，

实际检测过程中操作繁琐、灵敏度低。运用离子色谱法检测只需经过简单的过滤处理就可以直接检测，可以实现一次进样分析多个组分，且具有灵敏度高、检测快速高效的优点。

本研究参考 GB/T 39305-2020《再生水水质 氟、氯、亚硝酸根、硝酸根、硫酸根的测定 离子色谱法》的相关条件，采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪结合 Shim-pack IC-SA2 色谱柱对再生水水质中的 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 含量进行测定。该系统稳定性好，重复性好，测定结果满足再生水水质中 5 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

本实验使用 HIC-ESP 系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-20A

输液泵：LC-20AD_{SP}

检测器：CDD-10A vp

柱温箱：CTO-20AC

脱气机：DGU-20A₃

自动进样器：SIL-20AC_{XR}

抑制器：盛瀚 SHY-A-6

色谱工作站：LabSolutions 5.98

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shim-pack IC-SA2 (250 mm x 4.0 mm I.D., 9 μm ; P/N:228-38983-91)

岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：3.2 mmol/L 碳酸钠，1.0 mmol/L 碳酸氢钠

抑制电流：16 mA

柱温：40°C

洗脱方式：等度洗脱，采集时间 20 min

流速：0.7 mL/min

进样量：20 μL

检测器：43°C

1.3 样品前处理

水样过 0.22 μm 水系滤膜后进样分析。

1.4 标准曲线制备

用去离子水配制 100 μg/mL 的 F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 的单标储备液，并稀释成系列浓度的混标溶液，其中 F⁻、NO₂⁻、NO₃⁻ 浓度为 0.1、0.2、0.5、1、2 μg/mL，Cl⁻、SO₄²⁻ 浓度为 0.5、1、2.5、5、10 μg/mL。

■ 结果与讨论

2.1 标准谱图及标准曲线

混合标准溶液色谱图如图 1 所示。标准曲线信息见表 1。实验结果显示，5 种阴离子线性相关性良好，线性相关系数 r 均高于 0.999。

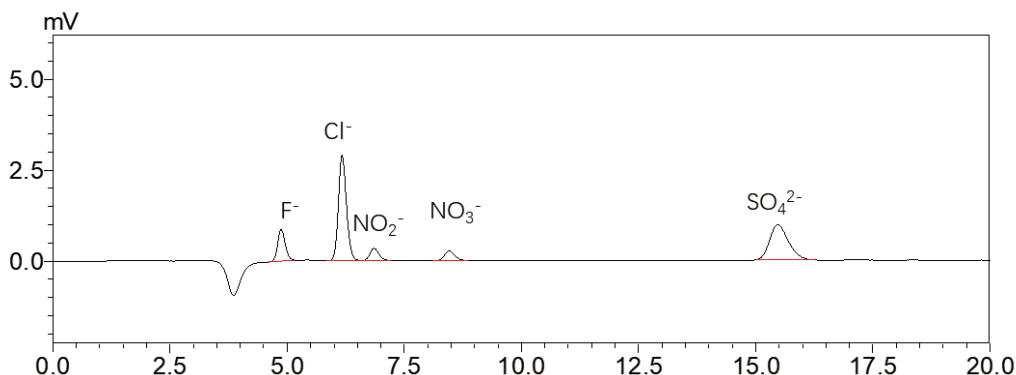


图 1. 五种阴离子混标溶液色谱图

(F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 浓度分别为 0.5、2.5、0.5、0.5、2.5 μg/mL)

表 1 五种阴离子工作曲线信息

No.	测试离子	线性范围 (μg/mL)	线性方程	相关系数	准确度 (%)
1	F ⁻	0.1~2.0	Y = (15175.6)X + (-96.4081)	0.999	96.4-102.7
2	Cl ⁻	0.5~10.0	Y = (10962.0)X + (-144.590)	0.999	95.1-104.9
3	SO ₄ ²⁻	0.5~10.0	Y = (8224.60)X + (1179.58)	0.999	95.4-103.5
4	NO ₂ ⁻	0.1~2.0	Y = (7686.42)X + (-75.6648)	0.999	96.7-101.8
5	NO ₃ ⁻	0.1~2.0	Y = (5904.81)X + (350.973)	0.999	94.8-103.6

2.2 重复性考察

对五种阴离子混合标准溶液 (F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 浓度分别为 0.5、2.5、0.5、0.5、2.5 μg/mL) 进行 6 次重复性实验，其中保留时间 RSD 范围为 0.05%~0.17%，峰面积 RSD 范围为 0.33%~1.04%，结果的重复性良好，汇总结果如表 2 所示。

表 2 五种阴离子混标溶液的保留时间和峰面积重复性 (n=6)

No.	测试离子	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)
1	F ⁻	0.05	0.33
2	Cl ⁻	0.06	0.33
3	SO ₄ ²⁻	0.17	1.04
4	NO ₂ ⁻	0.07	0.69
5	NO ₃ ⁻	0.09	0.50

2.3 检出限和定量限

对低点混合标准溶液 (F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 浓度分别为 0.1、0.5、0.1、0.1、0.5 μg/mL) 进样分析, 分别以 3 倍信噪比 (S/N=3) 和 10 倍信噪比 (S/N=10) 计算其检出限和定量限, 结果如表 3 所示。

表 3 五种阴离子的检出限和定量限

No.	测试离子	检出限 (μg/mL)	定量限 (μg/mL)
1	F ⁻	0.005	0.015
2	Cl ⁻	0.007	0.022
3	SO ₄ ²⁻	0.017	0.050
4	NO ₂ ⁻	0.011	0.033
5	NO ₃ ⁻	0.012	0.036

2.4 实际样品分析

取再生水水样进行检测, F⁻、NO₂⁻ 可直接测定。Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 浓度超过线性范围, 对其进一步稀释 15 倍后再进行检测。再生水水样中五种阴离子含量见表 4。

表 4 再生水水样中五种阴离子含量

No.	测试离子	浓度 (mg/L)	试样稀释倍数	含量 (mg/L)
1	F ⁻	0.404	1	0.404
2	Cl ⁻	1.463	15	21.945
3	SO ₄ ²⁻	3.221	15	48.315
4	NO ₂ ⁻	0.00	1	0
5	NO ₃ ⁻	0.955	15	14.325

2.5 回收率

取以上再生水水样, 加入低、高浓度标品, 按照 1.3 中方法制备, 不同浓度下五种阴离子的加标回收率范围均在 89.7%-114.1% 之间, 相对标准偏差 < 3.71%, 方法准确可靠。

表 5 加标回收实验结果 (n=3)

No.	测试离子	低水平			高水平		
		加标浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	加标回收 率 %	加标回收率 RSD%	加标浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	加标回收 率 %	加标回收率 RSD%
1	F ⁻	0.1	109.0	2.75	1.0	106.7	1.37
2	Cl ⁻	0.5	110.5	0.93	5.0	114.1	0.99
3	SO ₄ ²⁻	0.5	113.1	3.71	5.0	92.3	0.90
4	NO ₂ ⁻	0.1	95.3	2.64	1.0	112.5	0.81
5	NO ₃ ⁻	0.1	89.7	3.41	1.0	112.2	2.63

■ 结论

本实验中使用岛津离子色谱仪搭载阴离子电化学自再生膜抑制器，建立了一种对再生水水质中的 F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 含量测定的方法。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，可以为定性、定量分析再生水水质中的 F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻ 提供准确、有效的检测方法。

岛津应用云

