

离子色谱法测定饮用天然矿泉水中的 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+

LC-276

摘要：本文参考 GB 8538—2016《食品安全国家标准 饮用天然矿泉水检验方法》，采用离子色谱法对饮用天然矿泉水中的 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 含量进行测定。实验结果显示： Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 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 0.85%~1.31%，峰面积 RSD 范围为 0.40%~0.83%；低、高浓度加标样品回收率均在 90.6%~113.3% 之间，相对标准偏差 $< 4.23\%$ ，方法准确可靠；检出限在 0.0001~0.0009 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之间，定量限在 0.0003~0.0029 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之间。该方法重现性好，灵敏度高，完全满足 GB 8538—2016 的测定要求，可用于饮用天然矿泉水中的 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 含量测定。

关键词：离子色谱 饮用天然矿泉水 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+

随着人们生活水平的提高，矿泉水已成为日常生活中常备的纯天然饮料。由于矿泉水中含有大量的矿物盐类和多种微量元素，与人体健康有着密切关系，因此测定其离子含量是矿泉水质量评价的重要指标之一。传统的检测方法如原子吸收法在实际检测过程中存在操作繁琐、灵敏度低的问题。运用离子色谱法检测可以实现一次进样分析多个组分，且具有灵敏度高、

检测速度快的优点。

本文参考 GB 8538—2016《食品安全国家标准 饮用天然矿泉水检验方法》，采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪结合相关色谱柱对饮用天然矿泉水中的 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 含量进行测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果满足饮用天然矿泉水中 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 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-C-5

色谱工作站：LabSolutions 5.98

1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Dionex IonPac™ CS16 (250 mm x 5.0 mm I.D.)

流动相：30 mmol/L 甲基磺酸

抑制电流：89 mA

柱温：40°C

洗脱方式：等度洗脱，采集时间 15 min

检测器：43°C

流速：1 mL/min

进样量：100 μL

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 的单标储备液，并稀释成系列浓度的混标溶液，其中 Li^+ 浓度为 0.001、0.005、0.01、0.02、0.05、0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ， Na^+ 浓度为 0.1、0.5、1、2、5、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ， K^+ 浓度为 0.02、0.10、0.20、0.40、1.00、2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

■ 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，3 种阳离子线性相关性良好，线性相关系数 r 均高于 0.999。

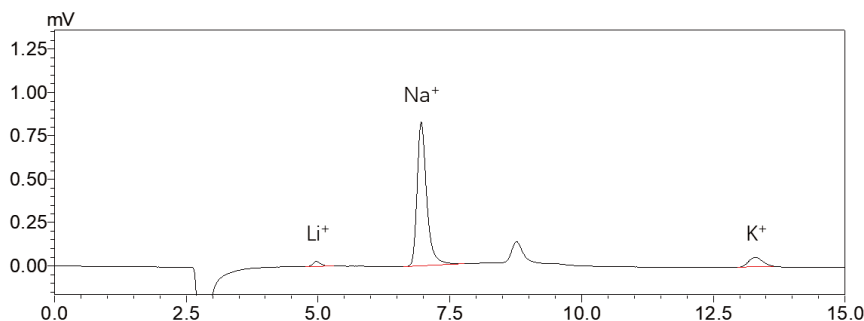


图 1 三种阳离子混标溶液 (Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 浓度分别为 0.001、0.1、0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 色谱图

表 1 三种阳离子工作曲线信息

No.	测试离子	线性范围 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	线性方程	相关系数	准确度 (%)
1	Li^+	0.001~0.10	$Y = (278428)X + (18.2171)$	0.999	93.9-108.8
2	Na^+	0.1~10.0	$Y = (85069.0)X + (1950.50)$	1.000	95.4-103.2
3	K^+	0.02~2.0	$Y = (50357.3)X + (-7.02487)$	0.999	94.3-104.6

2.2 重复性考察

对三种阳离子混合标准溶液 (Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 浓度分别为 0.05、5、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 进行 6 次重复性实验，其中保留时间 RSD 范围为 0.85%~1.31%，峰面积 RSD 范围为 0.40%~0.83%，结果的重复性良好，汇总结果如表 2 所示。

表 2 三种阳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	Li^+	0.85	0.83
2	Na^+	1.06	0.60
3	K^+	1.31	0.40

2.3 检出限和定量限

对低点混合标准溶液 (Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 浓度分别为 0.001、0.1、0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 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 三种阳离子的检出限和定量限

No.	测试离子	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	定量限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
1	Li^+	0.0001	0.0003
2	Na^+	0.0003	0.0010
3	K^+	0.0009	0.0029

2.4 实际样品分析

取饮用天然矿泉水进行检测，三种阳离子含量见表 4。

表 4 饮用天然矿泉水中三种阳离子含量

No.	测试离子	含量 (µg/mL)
1	Li ⁺	0.002
2	Na ⁺	0.120
3	K ⁺	0.287

2.5 回收率

取以上饮用天然矿泉水，加入低，高浓度标品，按照 1.3 中方法制备，通过计算测得量与加入量的比值，计算回收率，回收率数据见下表 5，不同浓度下三种阳离子的加标回收率范围均在 90.6%-113.3% 之间，相对标准偏差 < 4.23%，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 (µg/mL)	加标回收率 %	加标回收率 RSD%	加标浓度 (µg/mL)	加标回收率 %	加标回收率 RSD%
1	Li ⁺	0.001	98.0	4.23	0.10	95.7	0.02
2	Na ⁺	0.1	92.3	2.50	10.0	99.8	0.01
3	K ⁺	0.02	113.3	2.55	2.0	90.6	0.29

■ 结论

本实验中使用岛津离子色谱仪搭载阳离子电化学自再生膜抑制器，建立了一种对饮用天然矿泉水中的 Li⁺、Na⁺、K⁺ 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、定量分析饮用天然矿泉水中的 Li⁺、Na⁺、K⁺ 提供准确、有效的检测方法。

岛津应用云

