

# 离子色谱法测定生活饮用水中的无机非金属指标

LC-251

**摘要：**本文参考 GB 5750.5-2006《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》的相关条件，采用离子色谱对生活饮用水中的 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 含量进行测定。实验结果显示：F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 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 0.04%~0.07%，峰面积 RSD 范围为 0.14%~1.61%；低、高浓度加标样品回收率均在 95.0%~112.2% 之间，相对标准偏差 < 1.26%，方法准确可靠；检出限在 0.005-0.027 μg/mL 之间，定量限在 0.016-0.089 μg/mL 之间。该方法重现性好，灵敏度高，可用于生活饮用水中的 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 含量测定。

**关键词：**离子色谱 生活饮用水 无机非金属指标

无机阴离子是水质的一项重要指标，其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。例如：氟化物可能是动物和人的必需元素，具有防龋作用，但饮水中含有高浓度氟化物可引起氟中毒，表现为氟骨症和氟斑牙，严重影响人体健康。

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 5750.5-2006《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》标准，采用岛津 IC-16 离子色谱仪结合 Shodex IC SI-36 4D 色谱柱对生活饮用水中的 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 含量进行测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果满足生活饮用水中 4 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 Essentia IC-16 系统，具体配置为：

系统控制器：CBM-20Alite

输液泵：Essentia LC-16i

检测器：CDD-10A vp

柱温箱：Essentia CTO-16L

脱气机：DGU-20A<sub>3R</sub>

自动进样器：Essentia SIL-16i

抑制器：AS-1000

色谱工作站：LabSolutions Essentia

### 1.2 分析条件

液相条件

色谱柱：Shodex IC SI-36 4D (150 mm × 4.0 mm I.D., 3.5 μm; P/N: F6999361)

流动相：10 mM 氢氧化钾

抑制电流：20 mA

柱温：30°C

洗脱方式：等度洗脱，采集时间 14 min

检测器：33°C

流速：0.7 mL/min

进样量：50 μL

### 1.3 样品前处理

水样过 0.22  $\mu\text{m}$  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  $\text{F}^-$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$  的单标储备液，用去离子水稀释成系列混标溶液，其中  $\text{F}^-$  浓度为 0.1、0.2、0.5、1、1.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ， $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  浓度为 0.15、0.3、1、1.5、2.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ， $\text{SO}_4^{2-}$  的浓度为 0.75、1.5、5、10、12  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## ■ 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，4 种阴离子线性相关性良好，线性相关系数  $R$  均高于 0.999。

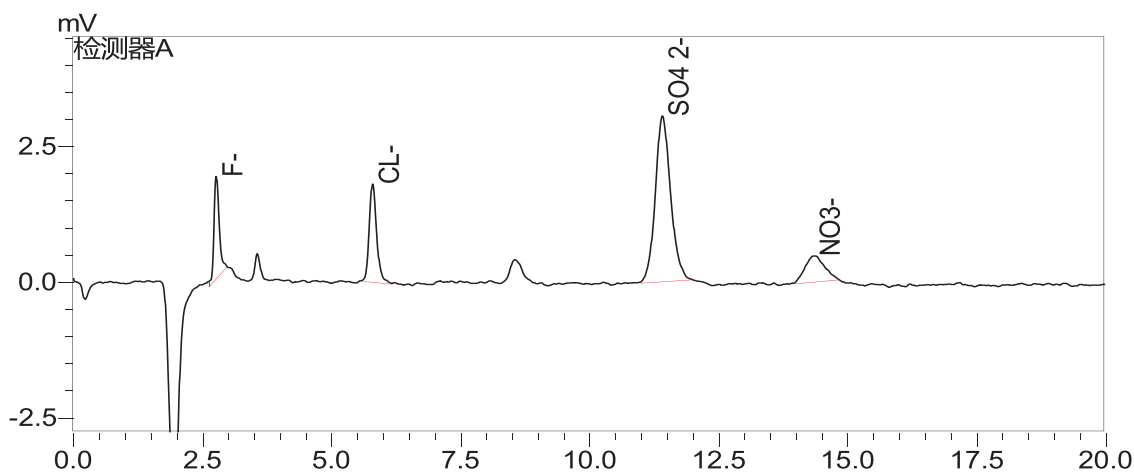


图 1 四种阴离子混标溶液 ( $\text{F}^-$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$  浓度分别为 0.2、0.3、0.3、1.5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 色谱图

表 1 四种阴离子工作曲线及相关系数

NO.	名称	线性范围 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	线性方程	相关系数
1	$\text{F}^-$	0.1~1.5	$Y = (73283.6)X + (-2285.01)$	0.9996
2	$\text{Cl}^-$	0.15~2.5	$Y = (60945.7)X + (-1151.44)$	0.9996
3	$\text{SO}_4^{2-}$	0.75~12	$Y = (42511.7)X + (-883.366)$	1.0000
4	$\text{NO}_3^-$	0.15~2.5	$Y = (31797.4)X + (2832.84)$	0.9997

### 2.2 重复性考察

对四种阴离子混合标准溶液 ( $\text{F}^-$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$  浓度分别为 0.5、1、1、5  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 进行 6 次重复性实验，其中保留时间 RSD 范围为 0.04%~0.07%，峰面积 RSD 范围为 0.14%~1.61%，结果的重复性良好，汇总结果如表 2 所示。

表 2 四种阴离子混标溶液的保留时间和峰面积重复性 (n=6)

化合物	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)
F <sup>-</sup>	0.04	1.61
Cl <sup>-</sup>	0.06	0.29
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.07	0.14
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.07	0.41

### 2.3 检出限和定量限

对低点混合标准溶液 (F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 浓度分别为 0.2、0.3、0.3、1.5 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) 确定其检出限和定量限, 结果如表 3 所示。

表 3 四种阴离子的检出限和定量限

No.	名称	检出限 (μg/mL)	定量限 (μg/mL)
1	F <sup>-</sup>	0.005	0.016
2	Cl <sup>-</sup>	0.007	0.025
3	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.021	0.070
4	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.027	0.089

### 2.4 回收率

选取空白饮用水样品, 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 4, 不同浓度下四种阴离子的加标回收率范围均在 95.0%-112.2% 之间, 相对标准偏差 < 1.26%, 方法准确可靠。

表 4 加标回收实验结果 (n=2)

名称	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%
F <sup>-</sup>	0.2	108.7	1.26	1.5	109.3	0.03
Cl <sup>-</sup>	0.3	108.7	0.61	2.5	100.4	0.03
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1.5	102.8	0.46	12	95.1	0.19
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.3	112.2	0.51	2.5	95.0	0.57

### 2.5 实际样品分析

取某饮用水进行检测, 其中饮用水中四种阴离子含量见表 5。色谱图见图 2。

表 5 饮用水中四种阴离子测定结果

化合物	浓度 (μg/ml)
F <sup>-</sup>	0.106
Cl <sup>-</sup>	0.201
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.849
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.286

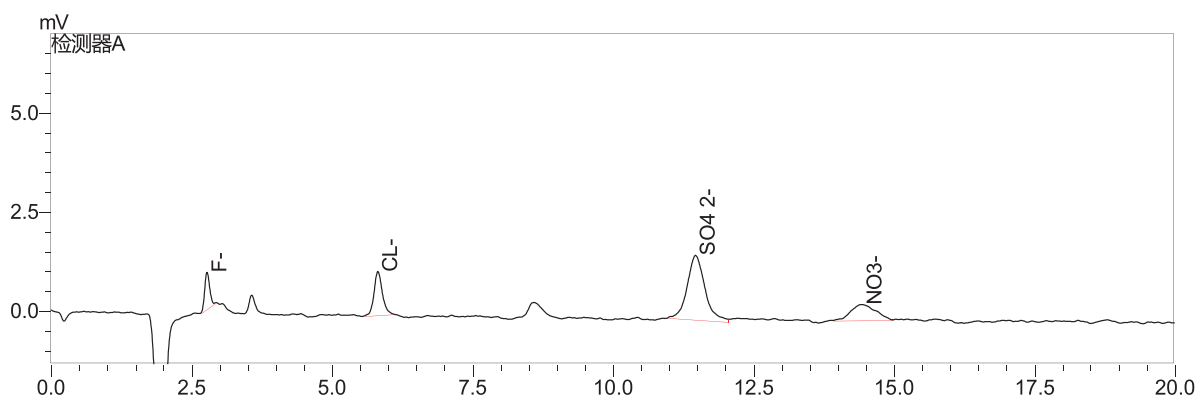


图 2 饮用水中四种阴离子的色谱图

## ■ 结论

本实验中使用岛津离子色谱仪 (IC-16), 搭载阴离子电化学自再生膜抑制器, 建立了一种对生活饮用水中的 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 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、定量分析生活饮用水中的 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 提供准确、有效的检测方法。

岛津应用云

