

# 离子色谱法测定生活饮用水中氯酸盐、亚氯酸盐的含量

LC-249

**摘要：** 本文使用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪建立了离子色谱法测定生活饮用水中氯酸盐和亚氯酸盐两种阴离子的分析方法。本方法采用碳酸根洗脱体系，使用岛津阴离子交换色谱柱 Shim-pack IC-SA3 以及新款阴离子膜抑制器 ICDS-40A，以电导检测器进行检测。以外标法定量，两种阴离子在各自浓度范围内标准曲线的线性相关系数 R 均高于 0.999，准确度在 92.4-104.0% 之间，亚氯酸盐和氯酸盐的检出限分别为 1.5、4.0  $\mu\text{g/L}$ 。对 0.05 mg/L 和 0.3 mg/L 的混合标准溶液进行连续分析，重复性结果 (RSD% 表示)：两种阴离子在以上浓度下的保留时间 RSD 为 0.03%-0.13%，峰面积的 RSD 为 0.18%-1.51%，仪器的重复性良好。加标回收和精密度实验测试表明，方法准确度高，重复性好，适合生活引用水中氯酸盐和亚氯酸盐的快速准确检测。

**关键词：** 离子色谱 阴离子抑制器 生活饮用水

饮用水水质安全是公共卫生体系的重要组成部分，也是关系国计民生的重要组成部分。亚氯酸盐和氯酸盐是饮用水中的消毒副产物，亚氯酸盐可导致动物的大脑和行为能力发育迟缓，产生高铁血红蛋白和溶血性贫血；氯酸盐为中等毒性化合物。目前检测亚氯酸盐、氯酸盐主要采用 GB/T 5750/10-2006 中的滴定法、离子色谱法等；与滴定法相比较，采用离子色谱法测定生活饮用水中的亚氯酸盐和氯酸盐，操作简便、快速、准确。

水样中待测的阴离子随碳酸盐淋洗液进入离子交换系统中，根据分离柱对不同离子的亲和力不同进行

分离，已分离的阴离子流经抑制器转化成具有高电导度的强酸，而淋洗液转化成弱电导度的碳酸，由电导检测器测量各种离子组分的电导率，以相对保留时间定性，峰面积定量。

本研究采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪配置新款阴离子膜抑制器 ICDS-40A，结合 Shim-pack IC-SA3 色谱柱对生活饮用水中的亚氯酸盐和氯酸盐进行测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果满足生活饮用水中亚氯酸盐和氯酸盐检测的相关要求，供相关检测人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪，LabSolutions Ver. 5.98 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack IC-SA3 色谱柱 (250 mm  $\times$  4.0 mm I.D., 9  $\mu\text{m}$ )

P/N: 228-41600-91 岛津 (上海) 实验器材有限公司

流动相：3.6 mmol/L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

流速：0.8 mL/min

进样体积：50  $\mu\text{L}$

柱温：45 $^{\circ}\text{C}$

洗脱方式：等度洗脱

## ■ 样品前处理

标准品溶液制备：取 2 种水溶性阴离子氯酸盐、亚氯酸盐适量，用水稀释成 0.05、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、1 mg/L 不同浓度标准曲线溶液。

样品溶液：将水样经 0.2 μm 滤膜过滤后，上机分析。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 典型色谱图

按照 1.2 中分析条件对 2 种标准品溶液进行测定，色谱图如图 1 中的数据 1 所示。取水中常见的 7 种阴离子 F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 标准溶液，按 1.2 方法进行测试；通过图 1 的对比图得出，生活饮用水中常见的 7 种阴离子不影响亚氯酸盐和氯酸盐的测定。

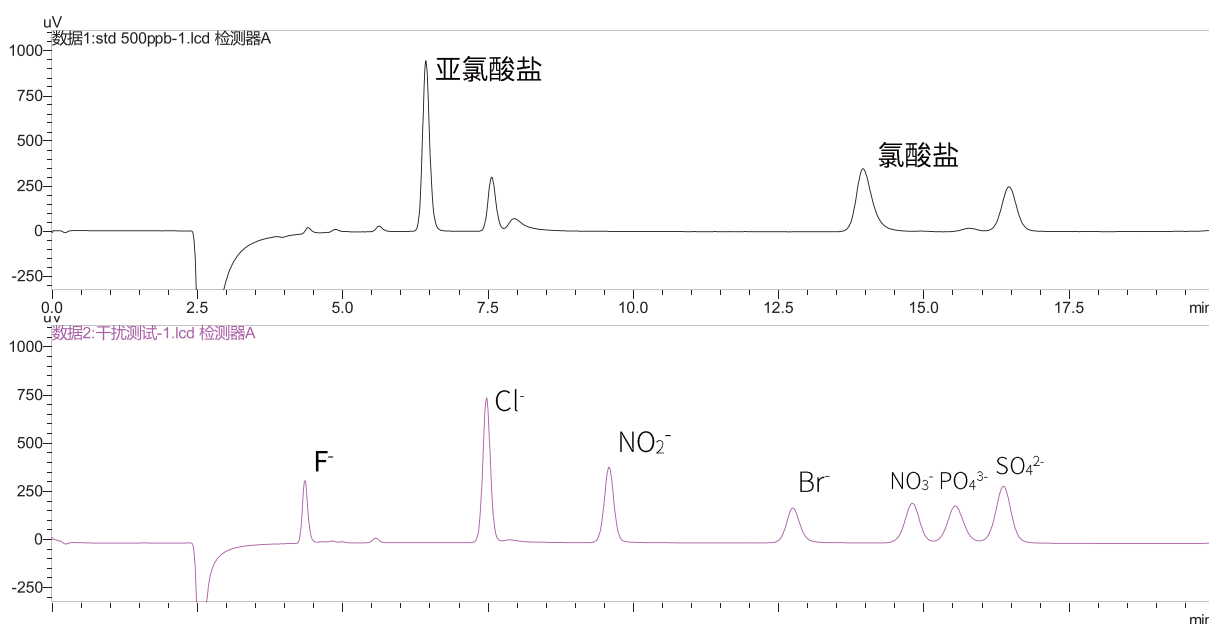


图 1 标准品和常见干扰离子色谱图

(上图：500 μg/L 标准品色谱图；下图：生活饮用水中常见的 7 种阴离子色谱图)

### 3.2 线性实验

将标准品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以阴离子的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，进行线性回归分析，在 0.05-1 mg/L 浓度范围内，相关系数均 >0.999，线性良好；准确度在 92.4-104.0% 之间，亚氯酸盐和氯酸盐检出限经计算分别为 1.5、4.0 μg/L。线性方程、相关系数和检出限见表 1。

表 1 两种离子标准曲线参数

序号	化合物	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r	检出限 (μg/L)
1	氯酸盐	Y=13246.7X-129.170	94.3-103.6	0.9994	1.5
2	亚氯酸盐	Y=15701.3X+80.3489	92.4-104.0	0.9993	4.0

### 3.3 重复性实验

按照 1.2 分析条件，分别取 0.05 mg/L、0.3 mg/L 标准品溶液上机测试，并计算各化合物保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD%)，以评价系统的检测结果的重复性，0.3 mg/L 标准品色谱图如图 3 所示。表 2 结果显示，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.03%-0.13% 和 0.18%-1.51% 之间。结果表明，HIC-ESP 离子色谱仪具有良好的精密度。

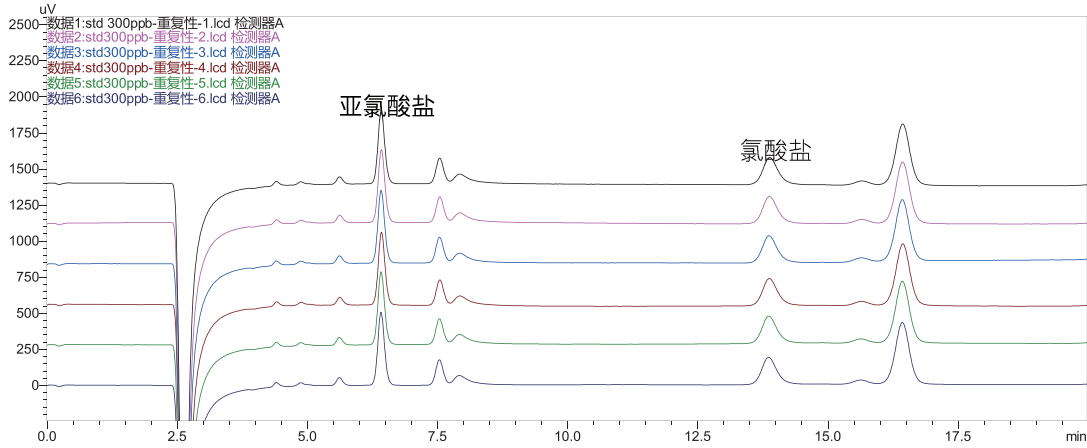


图 2 标准品溶液 (0.3 mg/L) 重复性色谱图 (n=6)

表 2 精密度试验结果

序号	化合物	RSD% (0.05 mg/L)		RSD% (0.3 mg/L)	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	亚氯酸盐	0.03	1.06	0.05	0.18
2	氯酸盐	0.13	1.51	0.06	1.03

### 3.4 样品测定与回收率实验

取生活饮用水样品，经滤膜过滤后上机分析，未检出亚氯酸盐和氯酸盐；向该样品中添加浓度为 100  $\mu\text{g/L}$  亚氯酸盐和氯酸盐标准溶液，重复 3 次，进行加标回收测试。经测试 2 种阴离子的回收率在 93%~95% 之间，RSD 为 0.62%~1.22%。

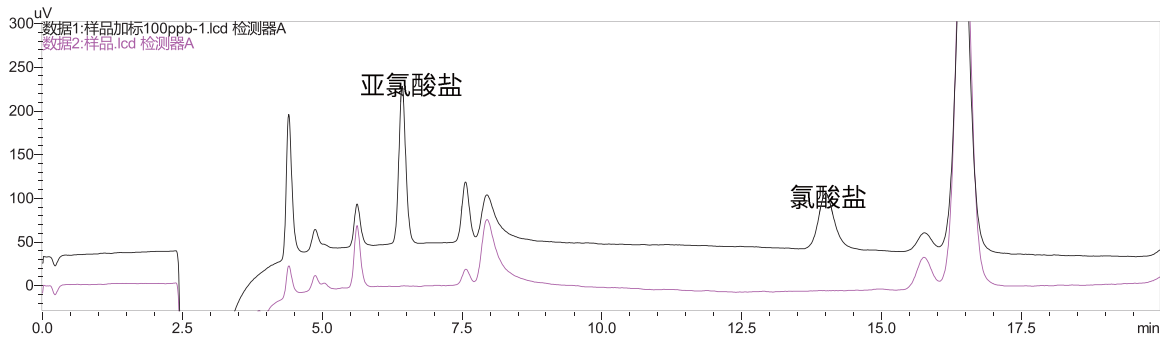


图 3 某生活饮用水样品和样品中加标色谱图

(数据 1: 饮用水加标溶液色谱图; 数据 2: 生活饮用水色谱图)

## ■ 结论

本研究采用岛津 HIC-ESP 离子色谱仪配置新款阴离子膜抑制器 ICDS-40A，结合 Shim-pack IC-SA3 色谱柱对生活饮用水中的氯酸盐、高氯酸盐进行测定。实验结果表明系统适用性试验、干扰测试、线性及精密度试验结果均满足亚氯酸盐和氯酸盐的测定要求，本色谱系统可用于对生活饮用水中亚氯酸盐和氯酸盐的含量测定，供相关检测人员参考。

岛津应用云

