

# 离子色谱法测定固体废弃物中水溶性阴离子的含量

LC-234

**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固体废弃物中  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_3^{2-}$ 、 $SO_4^{2-}$  7 种水溶性阴离子的分析方法。本方法采用碳酸钠洗脱体系，使用岛津阴离子交换色谱柱 Shim-pack IC-SA2 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，7 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 92.0-116.4% 之间。对 0.5 mg/L 和 5 mg/L 的混合标准溶液进行连续分析，重复性结果（RSD% 表示）：七种阴离子在以上浓度下的保留时间 RSD 为 0.03%-0.08%，峰面积的 RSD 为 0.07%-3.08%，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，适合固体废弃物中 7 种水溶性阴离子的快速准确检测。

**关键词：** 离子色谱 阴离子抑制器 固体废弃物

固体废物是指在生产，生活和其他活动过程中产生的丧失原有的利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或者放弃的固体、半固体和置于容器中的气态物品、物质以及法律、行政法规规定纳入废物管理的物品、物质。伴随着人类工业化生产的发展，我国固废环境污染问题日益严重。许多废渣中含有易溶于水的物质，可能造成水体及土壤的二次污染，影响生物生长，危害人体健康，因此对有害工业固体废物的监测显得尤

为重要。与化学法相比较，采用离子色谱法测定固体废弃物浸出液中的无机阴离子，操作简便、快速、准确。

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-SA2 色谱柱对环境废弃中水溶性阴离子进行测定。该系统稳定性好，重复性高，测定结果满足固体废弃物中 7 种水溶性阴离子的相关要求，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-SA2 色谱柱（250 mm× 4.0 mm I.D.，9  $\mu$ m，

P/N: 227-31020-06 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：12 mmol/L  $NaHCO_3$ ，0.6 mmol/L  $Na_2CO_3$

流速：1 mL/min 柱温：30°C

进样体积：25  $\mu$ L 洗脱方式：等度洗脱

## ■ 样品前处理

对照品溶液的制备：取 7 种水溶性阴离子  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $Br^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_4^{2-}$  对照品适量，用水稀释成 0.1  $\mu$ g/mL、0.2  $\mu$ g/mL、0.5  $\mu$ g/mL、0.8  $\mu$ g/mL、1  $\mu$ g/mL、2  $\mu$ g/mL、5  $\mu$ g/mL、8  $\mu$ g/mL、10  $\mu$ g/mL 不同浓度的标准曲线溶液。

供试品溶液：某检测公司参照 GB 5085.3-2007《危险废弃物鉴别标准固体废弃物水溶性阴离子的检测标准》进行制备样品，记为 UNK；由于样品 UNK 中  $Cl^-$  含量过高，因此取 UNK 样品适量，用水稀释 20 倍，即为 UNK (f=20)，待分析。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 系统适用性试验

按照 1.2 中分析条件对 2 中对照品溶液进行测定，色谱图如图 1 所示。

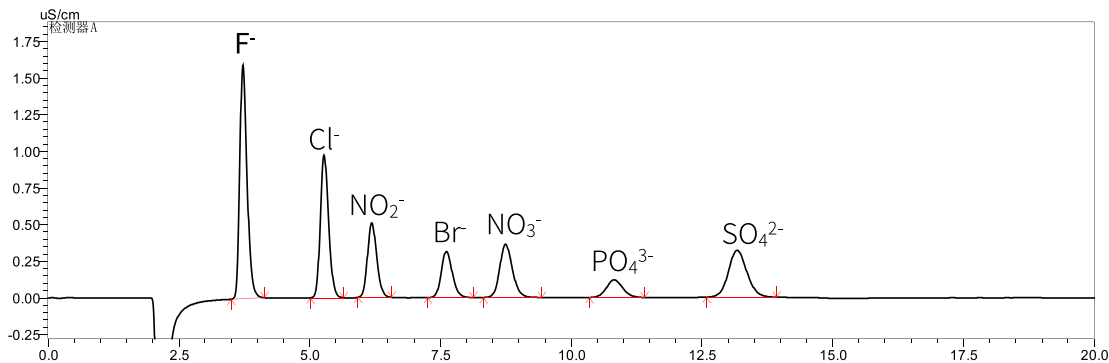


图 1 对照品溶液色谱图 (1 µg/mL)

### 3.2 专属性试验

取空白溶剂 25 µL 进行测定，色谱图如图 2 所示。空白溶剂 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> 出峰位置无明显色谱峰，不干扰含量测定。

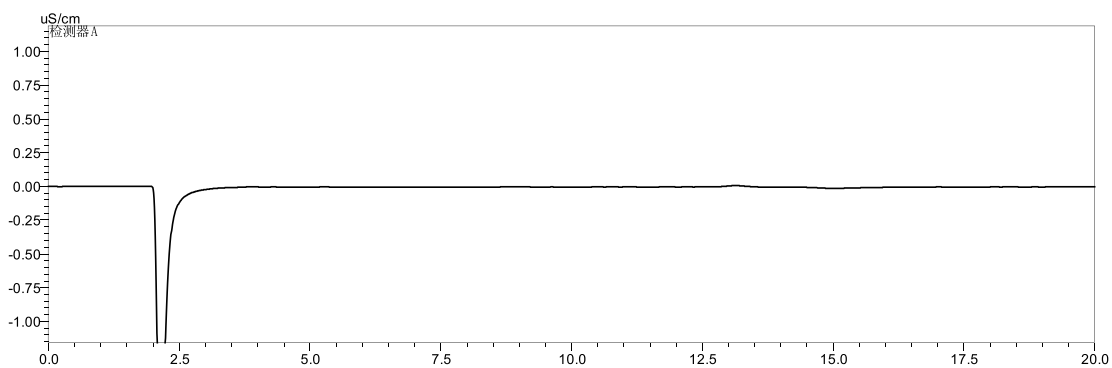


图 2 空白溶剂色谱图

### 3.3 线性试验

将对照品溶液按照 1.2 分析条件进行测定，以 7 种水溶性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 0.1-10 µg/mL 范围内，线性良好，线性相关系数均 >0.999，准确度在 92.0-116.4% 之间，线性方程、相关系数见表 1。

表 1 7 种水溶性阴离子标准曲线参数 (线性回归)

序号	化合物	线性范围 (µg/mL)	校准曲线	准确度 (%)	相关系数 r
1	F <sup>-</sup>	0.1-10	Y=17343.9X -469.475	93.1-115.8	0.9996
2	Cl <sup>-</sup>	0.1-10	Y=11608.0X -147.647	93.8-111.2	0.9996
3	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.1-10	Y=6848.16X -204.185	95.5-110.2	0.9998
4	Br <sup>-</sup>	0.1-10	Y=4937.26X -81.1288	96.5-106.1	0.9999
5	NO <sub>3</sub>	0.1-10	Y=6540.15X -105.901	96.6-106.0	0.9999
6	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0.1-10	Y=3132.73X -235.791	92.0-116.4	0.9994
7	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.1-10	Y=8109.11X +181.532	95.3-108.1	0.9998

### 3.4 精密度试验

按照 1.2 分析条件，分别取 0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、5  $\mu\text{g/mL}$  对照品溶液上机测试，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，色谱图如图 3、图 4 所示。表 1 结果显示，目标物保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.03%-0.08% 和 0.07%-3.08% 之间。精密度实验结果表明，HIC-ESP 离子色谱仪具有良好的精密度。

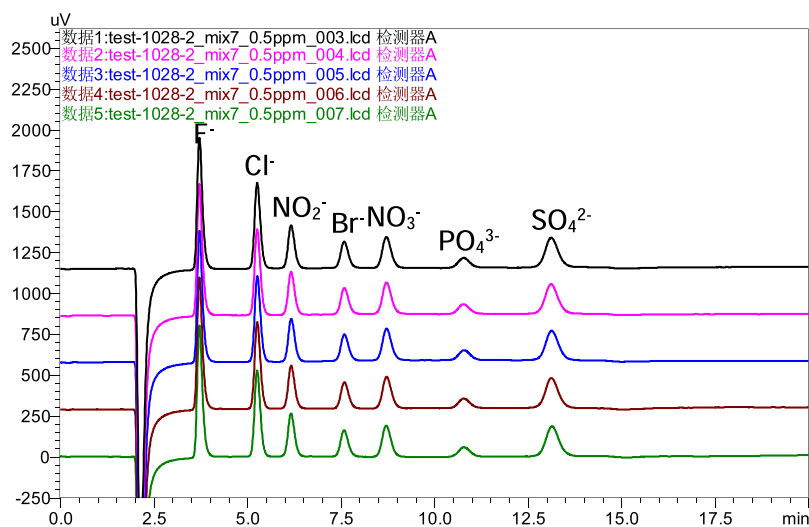


图 3 对照品溶液 (0.5  $\mu\text{g/mL}$ ) 重复性色谱图 (n=6)

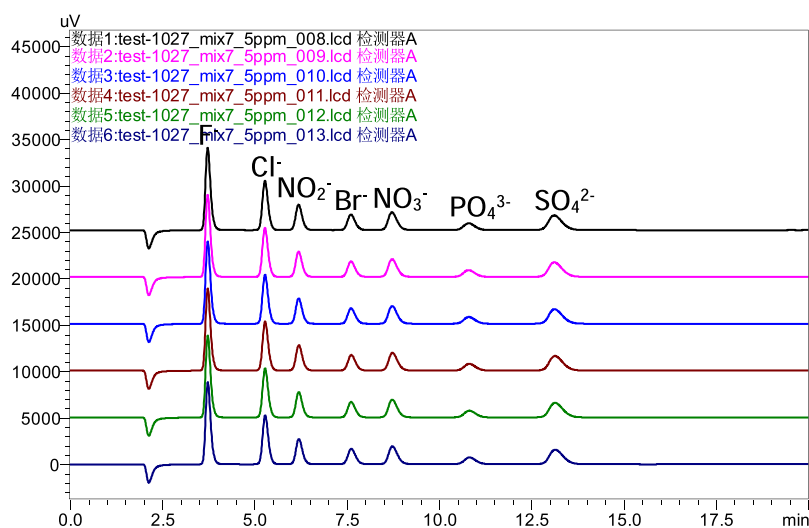


图 4 对照品溶液 (5  $\mu\text{g/mL}$ ) 重复性色谱图 (n=6)

表 2 精密度试验结果

序号	化合物	RSD% (0.5 $\mu\text{g/mL}$ )		RSD% (5 $\mu\text{g/mL}$ )	
		保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	F <sup>-</sup>	0.04	0.41	0.04	0.07
2	Cl <sup>-</sup>	0.04	0.64	0.04	0.07
3	NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0.04	0.30	0.05	0.08
4	Br <sup>-</sup>	0.03	0.79	0.05	0.17
5	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	0.03	1.50	0.06	0.27
6	PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	0.06	3.08	0.08	0.17
7	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	0.04	1.50	0.08	0.07

### 3.5 样品测定

对照品溶液与供试品溶液各进样 25  $\mu\text{L}$  进行测定，供试品溶液 UNK、UNK (f=20) 色谱图分别如图 5、如图 6 所示。以外标法计算供试品含量，定量结果如表 3 所示。

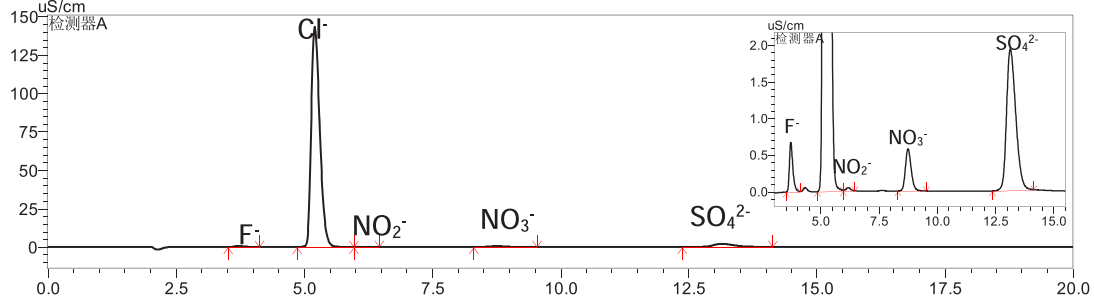


图 5 供试品溶液 UNK 色谱图

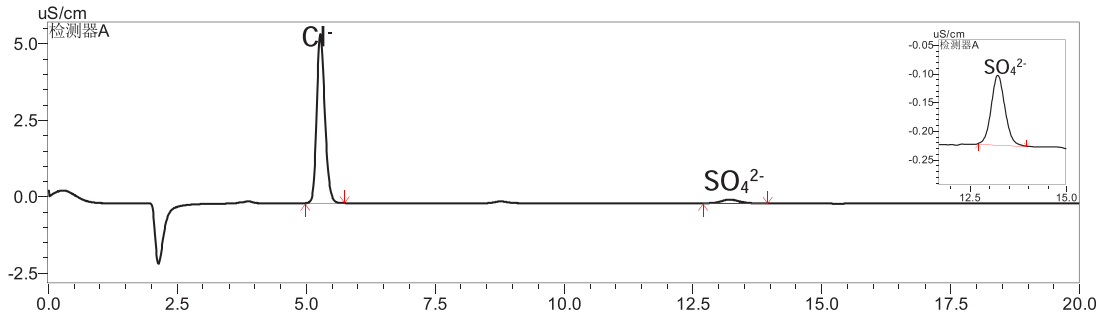


图 6 供试品溶液 UNK (f=20) 色谱图

表 3 供试品溶液测试结果

样品名称	7 种水溶性阴离子含量 ( $\mu\text{g/mL}$ )						
	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>
UNK	0.437	-	0.123	N.D.	1.549	N.D.	6.537.
UNK(f=20)	N.D.	5.241	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.341

注：N.D. 表示未检出，样品中 Cl<sup>-</sup> 含量过高，采用稀释 20 倍后定量。

### 3.6 回收率试验

在样品 UNK、UNK (f=20) 中添加 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> 标样，配制 1  $\mu\text{g/mL}$  的样品，进行加标回收试验。经测试 7 种水溶性阴离子的回收率在 84%-116.2% 之间，色谱图如图 7、图 8 所示。

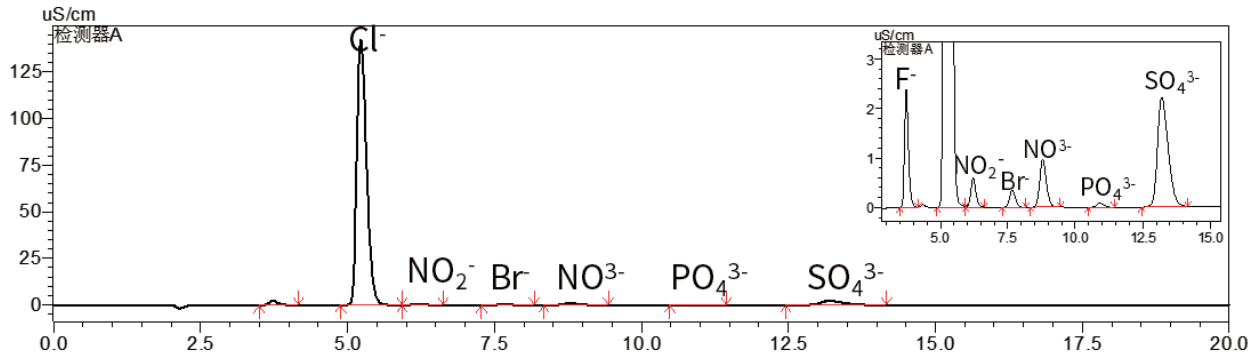


图 7 1  $\mu\text{g/mL}$  UNK 色谱图

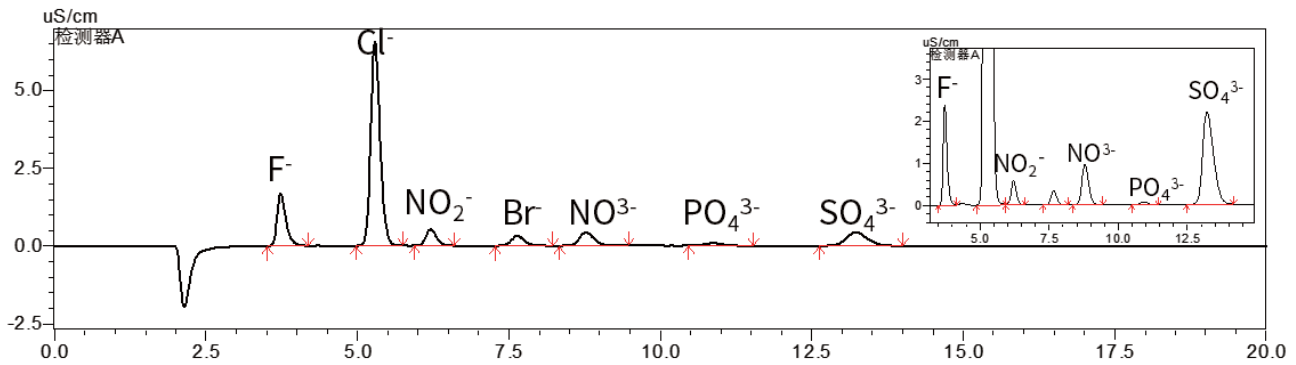


图 8 1 µg/mL UNK (f=20) 色谱图

表 4 供试品溶液测试结果

样品名称	7 种水溶性阴离子回收率 (加标浓度: 1 µg/mL)						
	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>
UNK	98.6%	-	101%	105.5%	101.2%	84%	95.2%
UNK(f=20)	102.7%	96.5%	99.6%	100.7%	116.2%	85.6%	98%

## ■ 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-SA2 色谱柱对环境废弃中水溶性阴离子进行测定。实验结果表明系统适用性试验、专属性、线性及精密度试验结果均满足 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> 测定要求, 本色谱系统可用于对固体废弃物浸出液中 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> 含量测定, 供相关检测人员参考。

岛津应用云

