

离子色谱法测定饮用水中 溴酸根离子含量

No.LC-033

摘要：溴酸盐在国际上被定为2B级的潜在致癌物。在国际上，世界卫生组织和美国环保局所规定的饮用水中溴酸盐最高允许浓度在0.01mg/L以内。本文应用岛津离子色谱仪及Merck SeQuant阴离子抑制器，开发了自来水中溴酸根离子的检测方法，供水质检测相关人员参考。

关键词：离子色谱 溴酸根离子 饮用水

本实验使用岛津Prominence HIC-20A抑制型离子色谱仪。HIC-20A是岛津制作所开发的新一代离子色谱仪，具有以下特点：加装了SeQuant阴离子抑制器，可以进行高灵敏度分析，具有抑制效果好和性价比高的特点；采用高性能电导检测器，实用低噪声电子部件，彻底实现低噪声化；装上双系统组件后可以同时分析阴阳离子；可以方便地在抑制型和非抑制型之间切换。

本次实验所用仪器的具体配置为LC-20ADsp输液泵，DGU-20A3在线脱气机，SIL-20AC自动进样器，CTO-20AC柱温箱，CDD-10Avp电导检测器，CBM-20Alite系统控制器，SeQuant阴离子抑制器和LCSolution色谱工作站。

■ 分析方法

色谱柱：Shim-pack IC-SA3 (4.0 mm ID × 250mmL) 阴离子分析柱
保护柱：Shim-pack IC-SA3 (G) (4.6 mm ID × 10 mm L) 阴离子分析保护柱
流动相：3.6 mM碳酸钠
流速：0.8 mL/min

洗脱方式：等度
柱温：45℃
池温：48℃
进样量：50 μL
阴离子抑制柱：SeQuant 1120-100

■ 分析结果

1、保留时间与峰形

图1为本方法检测溴酸根离子的典型色谱图（溴酸根离子浓度为10 mg/L）

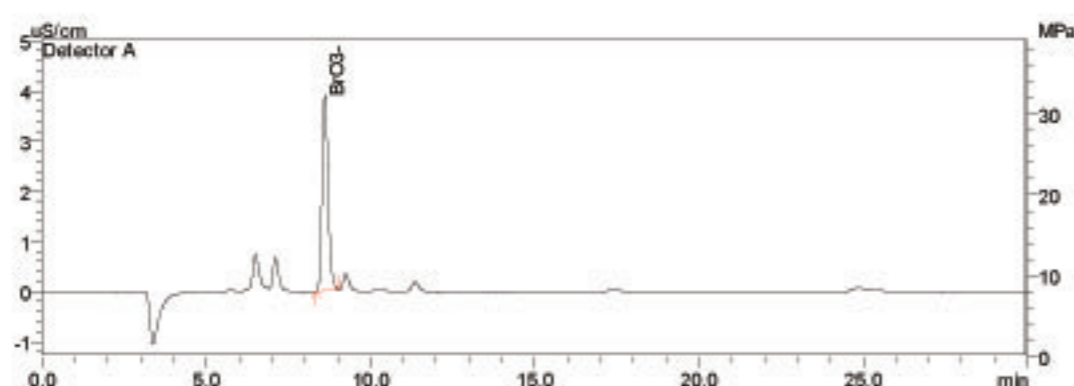


图1 溴酸根标样图谱

由图1可见，本方法所测溴酸根离子保留时间为8.61 min，峰形正常。

2、精密度

取浓度为0.5 mg/L标样（溴酸根浓度），连续进样7次，结果如表1所示。

编号	保留时间(min)	峰面积(uV·S)
1	8.612	4370
2	8.606	4455
3	8.615	4353
4	8.607	4477
5	8.614	4424
6	8.606	4451
7	8.606	4346
Average	8.610	4411
%RSD	0.05	1.22

表1 保留时间与峰面积的重现性
由表1结果，本方法具有良好的重现性。

3、标准曲线

称取118mg溴酸钠，用100mL容量瓶加Milli-Q水定容，配成1180mg/L的溴酸钠标准储备溶液，折合成溴酸根离子浓度为1000mg/L。再取上述母液1mL用Milli-Q水稀释到100mL，配置为10mg/L溶液。再稀释为0.10mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、2.00 mg/L和5.00 mg/L的标准工作溶液（溴酸根浓度），得到校准曲线（见图2）。

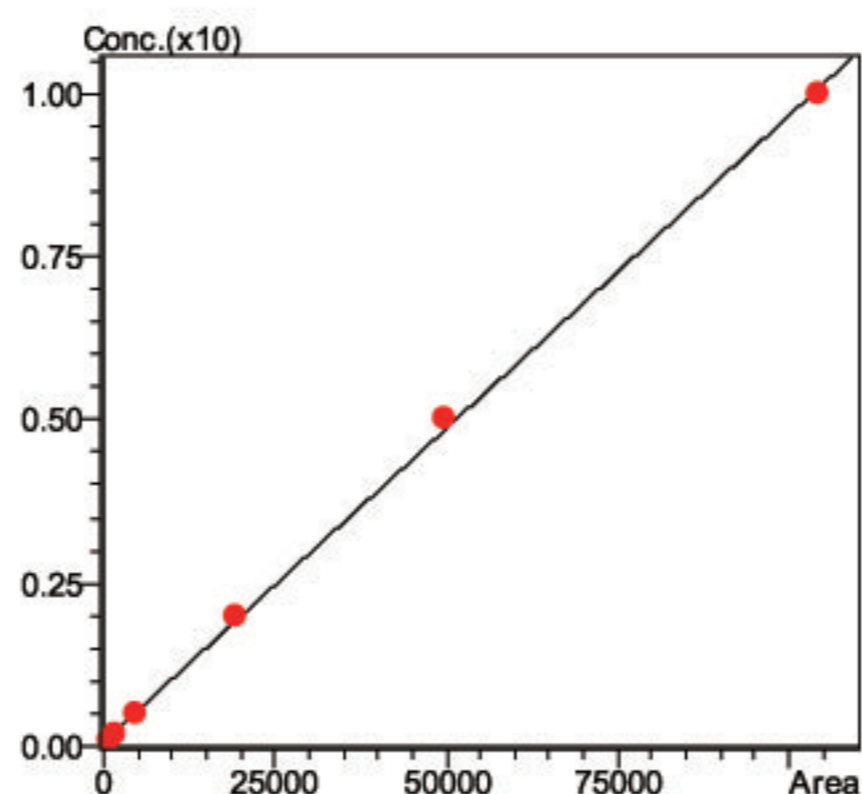


图2 校准曲线

结果表明，相关系数为0.9998。

4、加标回收率

取自来水样品，添加溴酸根离子1000mg/L工作液100 μ L，用自来水定容到25mL，样品中溴酸根离子含量为4mg/L，3次取样检测结果如表2所示。

表2 加标样品3次取样测定结果

样品	测定结果 (mg/L)	平均值 (mg/L)	回收率%
自来水	4.18	4.16	104.0
	4.16		
	4.13		

5、检测限和定量限

表3 溴酸根各浓度级别标样信噪比

级别	1	2	3	4	5
S/N	52.0	159	613	1513	4864

标样各浓度级别信噪比如表3所示。用软件多点校正

计算出对于自来水中溴酸根离子的定量限为0.01mg/L。

6、实际样品分析结果

八种常见阴离子混标为F⁻（10ppm）、BrO₃⁻（10ppm）、Cl⁻（10ppm）、NO₂⁻（10ppm）、Br⁻（10ppm）、NO₃⁻（20ppm）、PO₄³⁻（10ppm）和SO₄²⁻（20ppm）。自来水样品、1号矿泉水样、2号矿泉水样及八种阴离子混标的色谱图如图3所示：

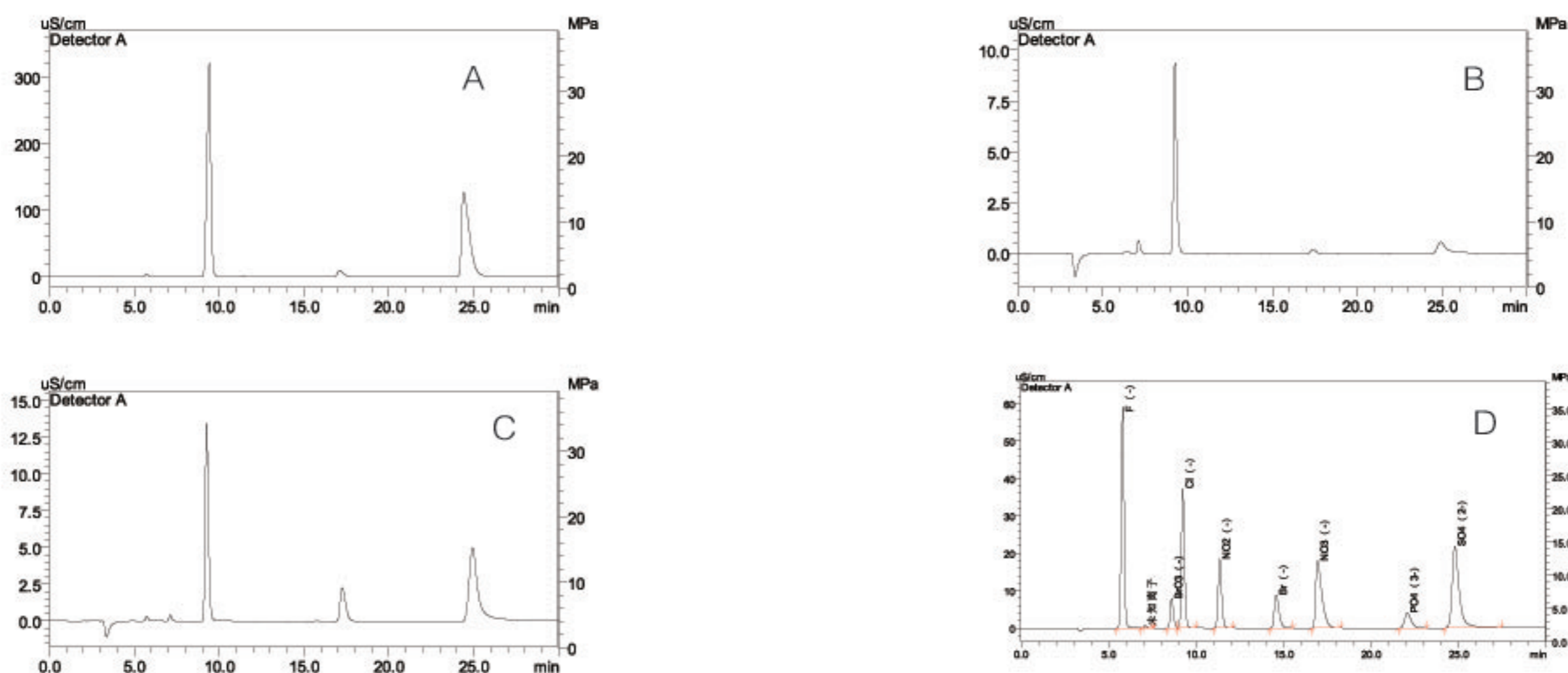


图3 实际样品检测图谱

(A: 自来水样品; B: 1号矿泉水样; C: 2号矿泉水样, D: 阴离子混标)

自来水样及两种矿泉水样中均未检出溴酸根离子。与混标色谱图对照可知，自来水样主要含有 Cl^- 、 NO_3^- 、和 SO_4^{2-} 及少量 F^- 、 NO_2^- 及 Br^- 。1号矿泉水样主要含有 NO_3^- 及少量 Cl^- 、 SO_4^{2-} 。2号矿泉水样主要含有 NO_3^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 和少量的 F^- 。

■ 结论

使用岛津离子色谱仪开发了饮用水中溴酸根离子的检测方法。溴酸根离子保留时间约为8.61分钟，0.5mg/L样品连续7针进样保留时间和峰面积重现性佳。校准曲线线性良好。方法定量限为0.01mg/L。测定了自来水加标样品，重复3次取样，结果重现性良好，回收率为104.0%。结果表明使用岛津离子色谱仪可以很好地检测饮用水中溴酸根离子的含量。