

# 离子色谱法检测水质中碘离子的含量

LC-080

**摘要：**本文使用岛津 HIC-SP 离子色谱仪建立了离子色谱法测定水质中碘离子含量的方法。本方法采用氢氧根系统阴离子交换色谱柱，流动相为 40 mmol/L 氢氧化钾缓冲液，以电导检测器进行检测。碘离子在 0.01–1.0 mg/L 的浓度范围内标准曲线的线性相关系数  $r=0.9999$ 。对碘离子浓度为 0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L 的六个平行标准品进行分析，重复性结果 (RSD% 表示)：碘离子在三个不同浓度下的保留时间 RSD 范围为 0.039%~0.082%，峰面积 RSD 范围为 0.59%~1.44%，结果的重复性良好。碘离子的检出限为 0.003 mg/L，定量限为 0.12 mg/L，具有较高的检测灵敏度。实际样品添加低中高不同浓度，回收率为 100.3%–108%，结果表明方法可靠。

**关键词：**离子色谱 水质 碘离子 电导检测器 阴离子电化学自再生抑制器

碘是人体必需的微量元素之一，有“智力元素”之称。健康成人体内的碘的总量为 30 mg(20~50 mg)，其中 70%~80% 存在于甲状腺。碘缺乏或过多时，机体均会出现一系列的功能、形态和代谢障碍，如：甲状腺功能减退、智力发育障碍等，严重的会导致脑损伤。主要用于制药物、染料、碘酒、试纸和碘化合物等。人体碘的来源约 80%–90% 来自食物，10%–20% 来自饮水，5% 的碘来自空气。服用碘的确可封闭甲状腺，让放射性碘无法“入侵”，但是过量的碘会导致碘中毒。在短期内可能会出现肠部不适和过敏现象及甲状腺疾病，严重甚至会导致致命。

2007 年 7 月 1 日，由国家标准委和卫生部联合发布的《生活饮用水卫生标准》(GB 5749–2006) 强制性国家标准和 13 项生活饮用水卫生检验国家标准正式实施。在标准中没有规定对碘离子含量的测定。目前正在制定碘离子测定的检测标准。

本文建立了一种岛津 HIC-SP 离子色谱系统，采用电导检测器快速检测水质中碘离子含量的离子色谱法。

## 实验部分

### 1.1 试剂与仪器

#### 1.1.1 试剂：

水：超纯水。

氢氧化钾：分析纯

碘离子储备液：1000 mg/L 碘离子标准品储备液。

1.1.2 仪器：HIC-SP，包括 CBM-20A 系统控制器，LC-20AD 高精度溶液输送泵  $\times 1$ ，DGU-20A<sub>3</sub> 在线脱气机，SIL-20AC 自动进样器，CTO-20AC 柱温箱，CDD-10Avp 电导检测器，WLK-6A 阴离子电化学自再生抑制器。

#### 1.2 分析条件

色谱柱：IonPac AS20 2  $\times$  250 mm

流动相：40 mmol/L KOH 缓冲液

梯度方式：等度洗脱

流速：0.2 mL/min

柱温：45°C

检测器：电导检测器

检测器温度：48°C；响应：6.0 sec；

极性：+；增益：1

抑制器：WLK-6A 阴离子电化学自再生抑制器

抑制电流：120 mA

进样体积：250  $\mu$ L

### 1.3 样品处理

#### 1.3.1 碘离子标准溶液的配制

取不同体积的碘离子标准品储备液，用超纯水稀释，配制成浓度为 0.01、0.05、0.1、0.5 及 1.0 mg/L 的标准系列，储存在棕色小瓶中，于 4°C 冰箱中存放。

#### 1.3.2 水质样品的制备

取适量水样品用 0.45  $\mu$ m 水系微孔滤膜过滤，滤液直接过滤到液相专用样品瓶中，备用。

## 结果与讨论

### 2.1 碘离子标准谱图及标准曲线

碘离子 0.1 mg/L 标准溶液色谱图如图 1 所示。由图 2 可以看出，碘离子在 0.01–1.0 mg/L 的浓度范围内，线性相关性良好，线性相关系数为  $R=0.9999$ 。

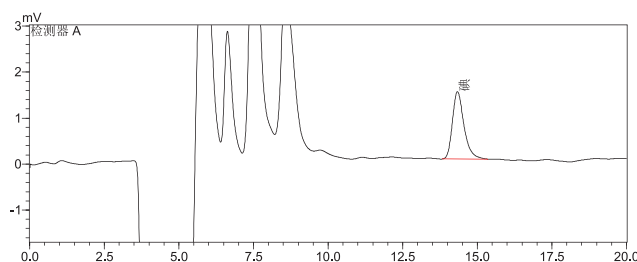


图 1 碘离子标准溶液 0.1 mg/L 色谱图

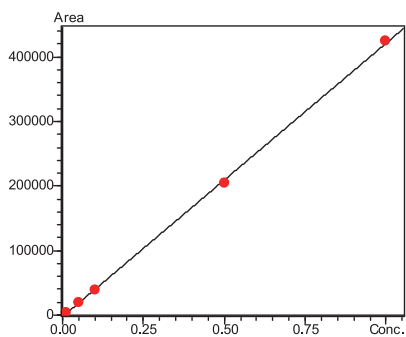


图 2 碘离子 0.01~1.0 mg/L 的校准曲线

$$Y = aX + ba = 423663.2 \quad b = -2401.07 \quad R = 0.9999$$

## 2.2 重复性考察

本文分别对碘离子浓度为 0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L 标准样品进行 6 次重复性实验, 重复性结果 (RSD% 表示): 碘离子浓度为 0.05 mg/L 的保留时间 RSD 为 0.077%, 峰面积的 RSD 为 0.59%; 0.1 mg/L 浓度下的保留时间 RSD 为 0.082%, 峰面积的 RSD 为 1.44%; 0.5 mg/L 浓度下的保留时间 RSD 为 0.039%, 峰面积的 RSD 为 0.88%, 汇总如表 1 所示。

表 1 碘离子在不同浓度下的保留时间和峰面积的重复性

No.	0.05 mg/L		0.1 mg/L		0.5 mg/L	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	14.361	19042	14.350	39578	14.302	205122
2	14.351	19298	14.326	40552	14.291	202790
3	14.341	19015	14.348	40089	14.289	202479
4	14.341	19135	14.331	40797	14.292	200044
5	14.340	19006	14.322	40687	14.285	203070
6	14.365	19165	14.330	39445	14.290	204523
RSD (%)	0.077	0.59	0.082	1.44	0.039	0.88

## 2.3 检出限和定量限

在空白水质样品中加入碘离子标准溶液, 最终浓度为 0.01 mg/L, 平行 7 份, 直接进样分析。根据 HJ 168-2010 规定对上述测定结果剔除离群值后将各自的 7 次测定结果计算其标准偏差 S, 此时检出限 MDL = 3.14 × S, 定量限 LOQ = 4 × MDL。测定结果如表 2 所示:

表 2 碘的检出限和定量限

名称	标准偏差(S)	检出限(mg/L)	定量限(mg/L)
碘离子	0.008	0.003	0.012

## 2.4 样品分析

按照 1.3.2 所述步骤处理水质样品, 检测水质中的碘离子含量。图 4 为自来水样品色谱图, 可以看出该样品没有检出碘离子。图 5 为上述空白水质样品加标 0.01 mg/L 的色谱图。该实际样品添加不同浓度计算回收率结果见表 2。

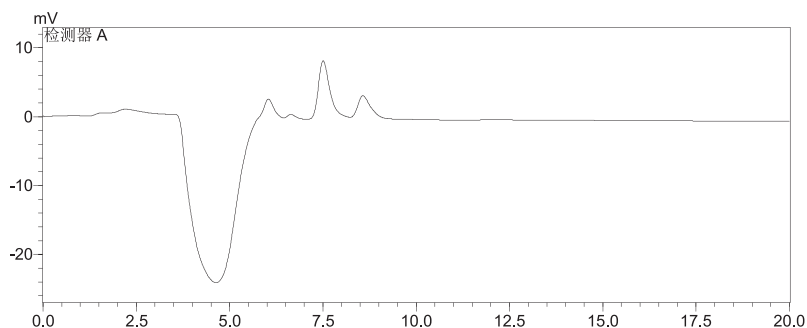


图 4 水质样品色谱图

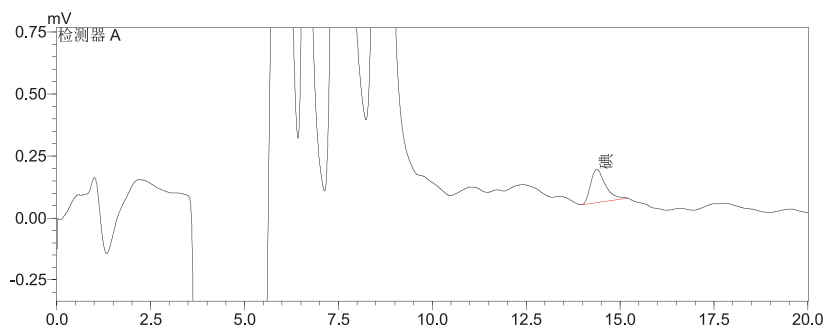


图 5 水质样品加标 0.01 mg/L 碘色谱图

表 2 水质品加标不同浓度回收率结果

项目	检出结果 (μg/mL)	加标浓度 (μg/mL)	实测浓度(μg/mL)	回收率 (%)
水质样品	N.D	0.01	0.0103	103%
水质样品	N.D	0.05	0.0512	102.4%
水质样品	N.D	0.1	0.1003	100.3%

## 讨论

本实验中使用岛津离子色谱仪 (HIC-SP)，搭载 WLK-6A 阴离子电化学自再生抑制器，建立了一种对水质中的碘离子含量的测试方法。本方法采用直接进样法，样品经 0.45 μm 滤膜过滤后直接进样进行检测，碘离子在 0.01~1.0 mg/L 浓度范围内线性良好，相关系数为 0.9999。可以用于水质中碘离子的含量测试。