

# 离子色谱法测定体外检材中的氯离子、硫酸根和硝酸根离子

LC-391

**摘要：**本文参照中华人民共和国公共安全行业标准《GA/T 1946-2021 法庭科学 盐酸、硫酸和硝酸检验 化学和离子色谱法》，使用 IC-16 建立了一种使用离子色谱法测定体外检材中氯离子、硫酸根和硝酸根离子的方法。结果显示：3 种离子定量限分别为 0.022, 0.031 和 0.073 mg/L；在其线性范围内，线性相关性良好，线性相关系数 R 在 0.9991~0.9995 之间，精确度在 93.4%~106.9% 之间；混合标准溶液连续 5 次进样分析，保留时间 RSD 均不超过 0.17%，峰面积 RSD 均不超过 2.19%，重复性良好；加标回收率在 92.1~95.8% 之间。

**关键词：**离子色谱 体外检材 氯离子 硫酸根 硝酸根

检测体外检材如衣物，墙壁等表面附着的氯离子、硫酸根离子和硝酸根离子等爆炸残留物，可以为侦破相关案件提供线索和证据。

中华人民共和国公共安全行业标准《GA/T 1946-2021 法庭科学 盐酸、硫酸和硝酸检验 化学和离子色谱法》中，检测这 3 种阴离子可使用化学方

法（化学沉淀或显色反应）或者离子色谱法。相较于前者，离子色谱法检测更为简单快捷和灵敏。

本文参照该标准，使用岛津 Essential IC-16 离子色谱仪，搭载阴离子电化学自再生膜抑制器，建立了体外检材中 3 种阴离子的检测方法。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用 Essential IC-16 离子色谱仪，具体配置为：

系统控制器：CBM-20Alite

脱气机：DGU-20A

输液泵：LC-16i

自动进样器：SIL-16i

检测器：CDD-10A vp

抑制器：SHY-A-6

柱温箱：CTO-20A

色谱工作站：LabSolutions 5.113

### 1.2 分析条件

色谱柱：Shodex IC SI-36 4D 色谱柱 150 mm× 4.0 mm I.D., 3.5 μm

流动相：17 mM KOH 溶液

流速：0.7 mL/min

洗脱方式：等度洗脱

进样量：20 μL

柱温：35°C

抑制电流：16 mA

采集时间：12 min

### 1.3 样品前处理

参照《GA/T 1946-2021 法庭科学 盐酸、硫酸和硝酸检验 化学和离子色谱法》方法制备样品，上机测定。

### 1.4 校准曲线标准溶液

取氯离子、硫酸根和硝酸根标准溶液适量，用超纯水稀释成不同浓度的混合标准溶液，其中氯离子和硫酸根的浓度为 0.2~5 mg/L，硝酸根离子的浓度为 0.4~10 mg/L。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准谱图与灵敏度

混合标准溶液（氯离子和硫酸根：0.1 mg/L，硝酸根：0.2 mg/L）和空白溶剂色谱图如图 1 所示，空白溶剂无干扰，标准混合溶液该浓度下各离子色谱峰 S/N 分别为 45.9，31.8 和 27.3，以 S/N=10 计算，其定量限分别为 0.022，0.031 和 0.073 mg/L。

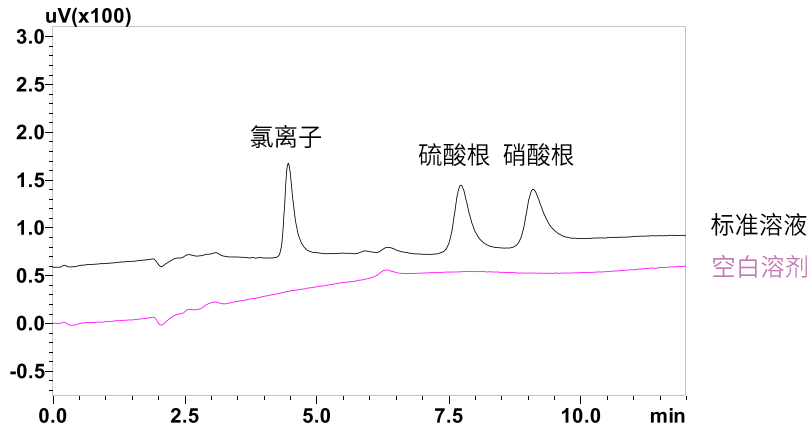


图 1 混合标准溶液（氯离子和硫酸根：0.1 mg/L，硝酸根：0.2 mg/L）和溶剂色谱图

### 2.2 校准曲线

以“1.4 校准曲线标准溶液”部分得到的各浓度混标分别进样分析，得 3 种阴离子的标准曲线如图 2 所示。结果显示：3 种阴离子在其线性范围内，线性相关性良好，线性相关系数 R 在 0.9991~0.9995 之间，精确度在 93.4%~106.9% 之间。

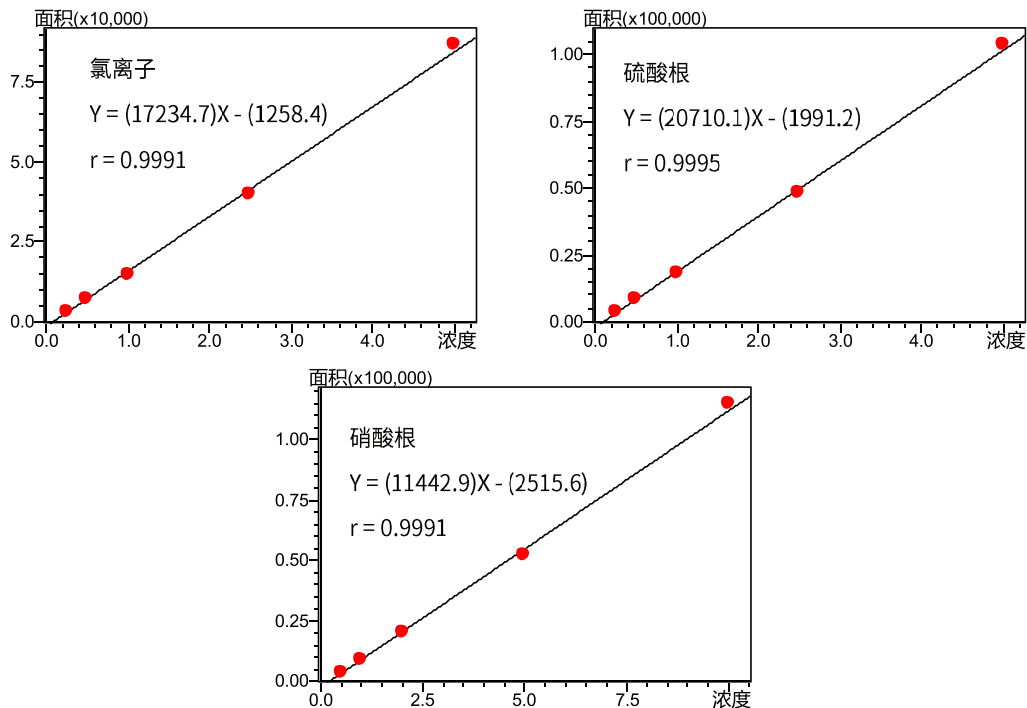


图 2 校准曲线

表 1 校准曲线信息

No.	目标物	线性范围 (mg/L)	线性方程	相关系数 R	精确度 (%)
1	氯离子	0.2~5	$Y = (17234.7)X - (1258.4)$	0.9991	94.4~107.8
2	硫酸根	0.2~5	$Y = (20710.1)X - (1991.2)$	0.9995	96.6~105.3
3	硝酸根	0.4~10	$Y = (11442.9)X - (2515.6)$	0.9991	95.5~106.9

### 2.3 重复性考察

取混合标准溶液(氯离子和硫酸根: 2.5 mg/L, 硝酸根: 5 mg/L)重复分析6次, 考察仪器的重复性, 结果表明: 各目标物保留时间 RSD 均不超过 0.17%, 峰面积 RSD 均不超过 2.19%, 重复性良好。具体结果如表 2 所示。

表 2 重复性结果 (n=5)

No.	目标物	浓度 (mg/L)	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)
1	氯离子	2.5	0.05	2.19
2	硫酸根	2.5	0.17	1.01
3	硝酸根	5	0.05	1.44

### 2.4 回收率考察

参照 GA/T 1946-2021 中样品前处理方法处理样品, 并加标考察回收率, 结果如表 3 所示。

表 3 回收率考察

No.	样品	目标物	检测值 (μg/g)	加标量 (μg/g)	回收率 (%)
1	待测样品	氯离子	N.D.	/	/
		硫酸根	N.D.	/	/
		硝酸根	N.D.	/	/
2	加标样品	氯离子	92.1	100	92.1
		硫酸根	95.8	100	95.8
		硝酸根	184.8	200	92.4

注: N.D. 表示未检出

## ■ 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, 建立了一种体外检材中氯离子、硫酸根和硝酸根的测试方法。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复性、灵敏度以及加标回收率良好, 可满足分析要求。

岛津应用云

