

使用抑制型离子色谱法测定 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 等阴离子

■说明

在 2007 年新颁布的《生活饮用水卫生标准》中,规定了生活饮用水中硫酸盐,氯化物,氟化物、硝酸盐的检测指标。指定的最低检测质量分别为 0.25mg、0.05mg、0.002mg、0.0005mg,岛津的抑制型离子色谱仪可同时分析这四种无机阴离子。

■仪器

岛津 HIC-20A 抑制型离子色谱仪:LC-20ADsp 泵, DGU-20A₃,HIC-20ASuper 柱温箱,SIL-20A 自动进样器,CDD-10Avp 电导检测器,LCsolution 软件。

■试剂

F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 标准品;实验用水(超纯水),碳酸钠、碳酸氢钠(和光一级)。

■标准品配制

以水为溶剂配制 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 混合标准溶液,浓度分别为 0.1、1.0、10 和 100 mg/L,进样 50 μL 。

■无机阴离子的分析条件:

分析柱: Shim-pack IC-SA2(250mmL×4.0mmID)
流动相: 0.6mM Na_2CO_3 /12mM NaHCO_3
流速: 1.0mL/min
温度: 30℃
检测器: 电导检测器

■水样的预处理

自来水经 0.45 μm 的滤膜过滤后,直接进样 50 μL

■表 1.实验室自来水检测浓度

组分名	F^-	Cl^-	NO_3^-	SO_4^{2-}
浓度 (mg/L)	0.51	14.34	28.78	23.89

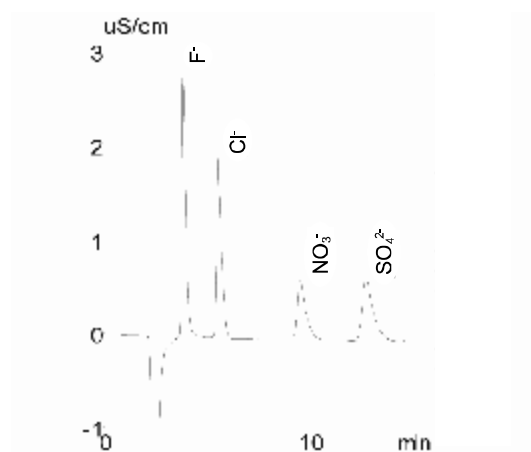


图 1.无机阴离子的标准品谱图(1mg/L,50 μL 进样)

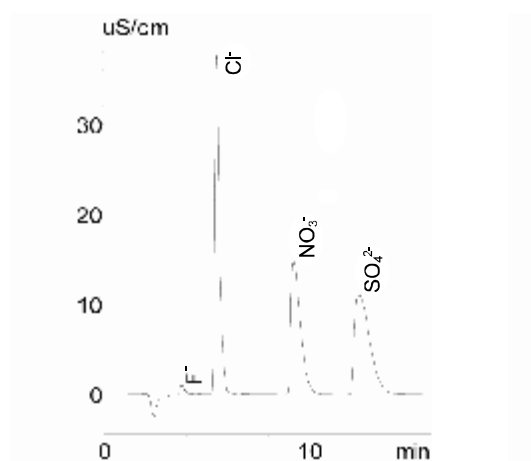
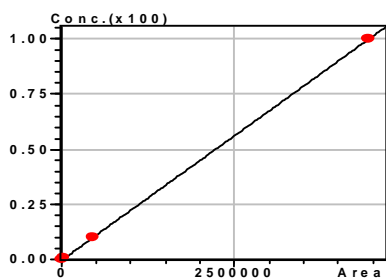


图 2. 实验室自来水的色谱图

■方法线性

F⁻



$$Y = aX + b$$

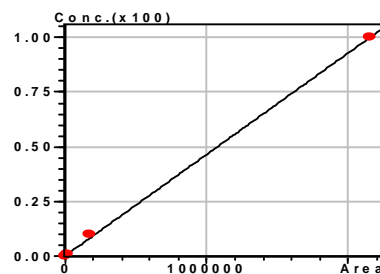
$$a = 2.276935e-005$$

$$b = 0.1168482$$

$$R^2 = 0.9999941$$

$$R = 0.9999971$$

NO₃⁻



$$Y = aX + b$$

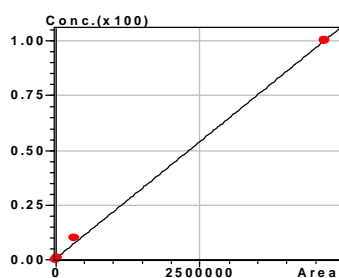
$$a = 5.834427e-005$$

$$b = 1.150362e-002$$

$$R^2 = 0.9999988$$

$$R = 0.9999994$$

Cl⁻



$$Y = aX + b$$

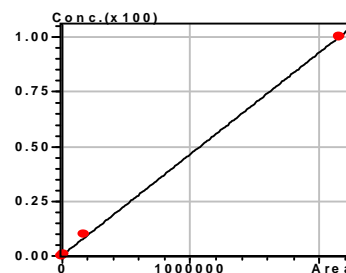
$$a = 2.174307e-005$$

$$b = 1.083314$$

$$R^2 = 0.9992492$$

$$R = 0.9996245$$

SO₄²⁻



$$Y = aX + b$$

$$a = 4.108215e-005$$

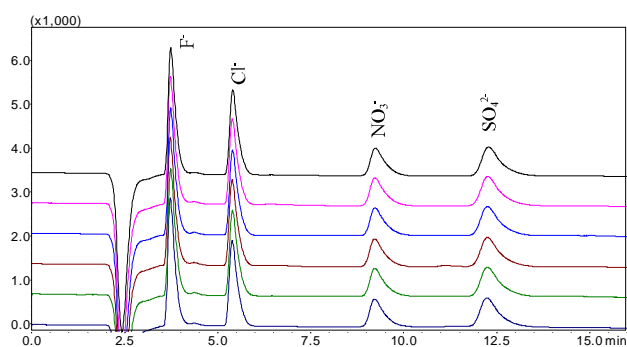
$$b = 4.484382e-002$$

$$R^2 = 0.9999913$$

$$R = 0.9999956$$

■精密度

以 1mg/L 的混合标准品为代表进行方法精密度分析, n=6。



■各无机阴离子测定方法的重现性

组分名	氟化物	氯化物	硝酸盐	硫酸盐
保留时间 (RSD%)	0.159	0.143	0.135	0.117
峰面积 (RSD%)	0.554	0.357	0.909	0.966