

离子色谱法测定环境水中阴离子

郝原芳¹, 吴英杰², 何 炼¹

(1. 沈阳地质矿产研究所 辽宁 沈阳 110033; 2. 辽宁金融职业学院 辽宁 沈阳 110122)

摘 要 建立了测定环境水中阴离子的方法。以 1.8 mmol/L Na_2CO_3 和 1.7 mmol/L NaHCO_3 为淋洗液, 36 mmol/L 的 H_2SO_4 为微膜抑制器的再生液, 用 Pac AS-14A 阴离子分离柱, 一次进样 10 μL , 8 min 内检测出 7 种阴离子。详细讨论了色谱的工作条件及其影响因素。该方法简便、快速、准确度高, 能够满足环境水样中阴离子的分析要求。

关键词 离子色谱法 环境水样 阴离子

离子色谱 (IC) 自 1975 年问世以来, 因其具有分析速度快、灵敏度高、能实现多成分同时分离等优点, 很快成为分析液体样品中阴离子的首选方法^[1]。

用离子色谱法测定水样中阴离子极为有效。但环境水样来源广泛, 成分复杂而且多变, 其基体有较大的未知性, 并且含有能与淋洗液生成沉淀的物质, 堵塞柱系统。不同环境水样间各无机阴离子组分含量差别很大, 因此, 增加了离子色谱法测定环境水中无机阴离子的难度。

本文以活性炭和氢氧化铝对环境水样进行脱色等预处理, 用碳酸钠和预处理柱除去样品中与淋洗液生成沉淀的阳离子。在选定的色谱条件下, 对环境水样进行分析, 结果令人满意。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

实验采用 DX-80 离子色谱仪, Pac AC-14A 阴离子分离柱。实验用试剂为 YXA05 型吸附树脂和 YZX08 型离子交换树脂。

1.2 色谱条件

淋洗液为浓度 1.8 mmol/L 的 Na_2CO_3 + 浓度 1.7 mmol/L 的 NaHCO_3 , 流速为 0.5 mL/MIN; 再生液为浓度 36 mmol/L 的 H_2SO_4 , 进样量 10 μL 。

1.3 色谱分析

取处理好的水样, 经 0.45 μm 的滤膜过滤后, 在上述色谱条件下, 进行色谱分析。

2 结果与讨论

2.1 样品处理效果的测定

2.1.1 脱色效果

我们对 5 种环境水样分别用氢氧化铝和活性炭进行脱色处理。活性炭脱色效果较好, 脱色率均大于 85%, 脱色后的浊度均小于 19 NTU。

2.1.2 活性炭的加入量和放置时间对测定的影响

取合成水样, 分别加入不同量的活性炭, 搅拌静置后, 做色谱分析。结果表明, 活性炭加入量在不大于 3.0 g 时, 所测阴离子组分的浓度没有太大变化, 当活性炭加入量大于 3.0 g 时, 阴离子浓度稍有降低。

2.1.3 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的去除效果

用 Na_2CO_3 和内填 YXA05 型吸附树脂和 YZX08 型树脂的预处理柱处理环境水样中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 。结果表明: 经预处理柱处理的水样 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量比 Na_2CO_3 处理的更低, 且处理柱中的 YXA05 型吸附树脂能吸附水样中对离子色谱有害的有机物^[2]。因此, 可采用预处理柱处理水样, 进行色谱分析。

2.2 淋洗液组成对保留时间的影响

通过对各种淋洗液的筛选, 选用 HCO_3^- 和 CO_3^{2-} 混合物为淋洗液。当淋洗液浓度选择 1.8 mmol/L Na_2CO_3 - 1.7 mmol/L Na_2CO_3 时, 分离效果较好。

2.3 标准曲线

取 6 组不同浓度的标准溶液, 进行色谱分析, 作出各阴离子的校准曲线, 结果见表 1。

表 1 七种阴离子的校准曲线方程

Table 1 The equations of calibration curves for anions

阴离子	校准曲线	相关系数
F^-	$y = 0.204x + 0.009$	0.9998
Cl^-	$y = 0.158x + 0.073$	0.9976
NO_2^-	$y = 0.082x + 0.027$	0.9988
Br^-	$y = 0.056x + 0.012$	0.9987
NO_3^-	$y = 0.076x + 0.017$	0.9984
PO_4^{3-}	$y = 0.04x + 0.025$	0.9989
SO_4^{2-}	$y = 0.13x + 0.04$	0.9993

2.4 检测限

对空白溶液连续测定 15 次, 按 $L_D = 3\sigma/k$ 计算, F^- 、 Cl^- 、

表 2 七种阴离子的检出限

Table 2 The determining limitation of anions

阴离子	F ⁻	Cl ⁻	NO ₂ ⁻	Br ⁻	NO ₃ ⁻	PO ₄ ³⁻	SO ₄ ²⁻
检出限/(μg/L)	1.2	5.0	0.6	6.01	5.6	1.0	2.0

NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻最低检出限见表 2。

2.5 精密度

在色谱条件相同的情况下,对同一水样重复测定 10 次,所得结果的相对标准偏差均小于 2.3%。

2.6 准确度

对环境水样进行标准加入回收实验,结果表明各离子的回收率均在 98.0%~102% 之间(见表 3)。

2.7 环境水的样品分析

水样的色谱分析要求各离子的峰高应不超过标准溶液谱图中任一离子的峰高。故某一浓度的水样也需经稀释后才能测定。但是,稀释后的水样中,浓度较低离子的波峰又不能较好地显示,给定量测定带来困难。本文采用加入适量的标准溶液于待测的水样(经稀释)中,测定浓度减去加入的标准量即得实际离子浓度。图 1 为水样稀释 5 倍,经加入标准溶液后的谱图。

3 结语

用离子色谱测定环境水中的阴离子,在选定的色谱条件下,

表 3 样品回收实验

Table 3 Experiment for sample recovery

阴离子	原结果/(μg/L)	加入量/(μg/L)	测定值/(μg/L)	回收率/%
F ⁻	735	100	833	98.0
Cl ⁻	1328	100	1430	102
NO ₂ ⁻	2.37	1.00	3.35	98.0
Br ⁻	1021	100	1119	98.0
NO ₃ ⁻	7385	100	7486	101
PO ₄ ³⁻	153	100	254	101
SO ₄ ²⁻	579	100	678	99.0

一次进样 10 μL,在 8 min 内,可检测 F⁻、Cl⁻、NO₂⁻、Br⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻七种阴离子,分辨率高,准确度高,能够满足对环境水样中微量阴离子的测定要求。

参考文献:

- [1]陶钢,等.离子色谱法测定地表水中阴离子的研究[J].理化检验——化学分册,2000,(10):459—461.
- [2]Clifford D,Subramonian S. Removing dissolved inorganic contaminants from water[J]. Environ Sci Technol, 1986, (11): 1072—1078.
- [3]戴希林.高效离子色谱法检测 F⁻、CH₃COO⁻、HCOO⁻、Cl⁻的方法研究[J].环境监测管理与技术,2000,(6):19—21.

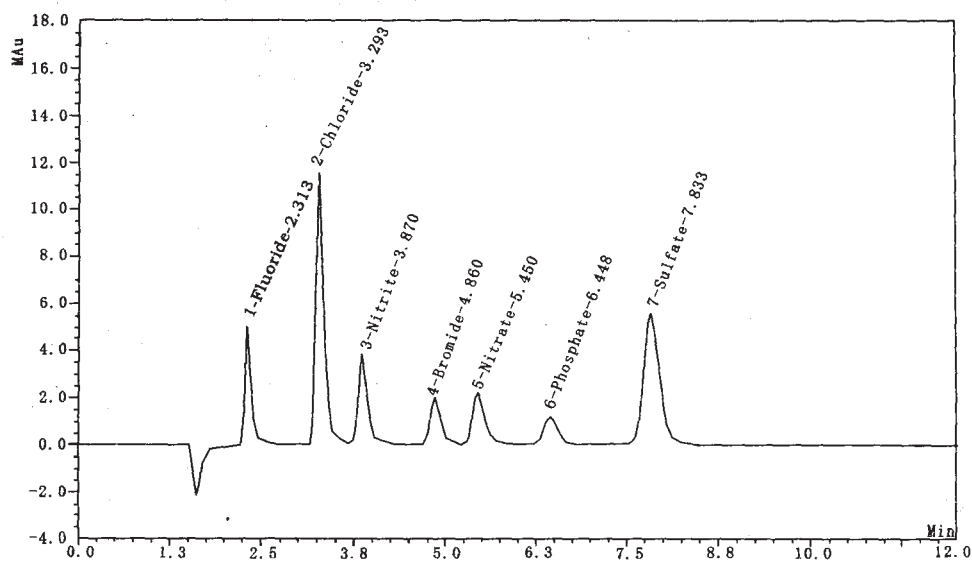


图 1 环境水样稀释 5 倍,经加入标准溶液后的谱图

Fig. 1 The chromatogram of anions in environmental water sample

(下转第 148 页)

THE ESTABLISHMENT OF PROVINCIAL GPS NETWORK OF GRADE C AND THE GEOID PRECISION

WANG Rong-bao

(*The First Surveying and Mapping Institute of Liaoning Province, Jinzhou 121003, China*)

Abstract: Spatial data are involved in broad fields such as geology, mining, transportation, land, surveying and mapping. The base frame of spatial data controls the accuracy, unity and practicability of the data. Based on the actual situation of both China and the world, the problems existed in the current national reference frame are reviewed. The role and significance of building up the provincial GPS-C network and precise geoid are discussed. The technological plan and related matters are also suggested.

Key words: GPS-C Network; quasi-geoid; precision

作者简介: 王荣宝(1969—),男,辽宁省朝阳县人,高级工程师,1993年毕业于武汉大学,现就读吉林大学研究生,辽宁省第一测绘院总工程师,从事测绘技术研究与应用工作,通讯地址 辽宁省锦州市重庆路6段7号,邮政编码 121003, E-mail//wrb@lnch.com.cn

(上接第 150 页)

THE METHOD RESEARCH TO DETERMINE ANIONS IN ENVIRONMENTAL WATER SAMPLES WITH ION CHROMATOGRAPHY

HAO Yuan-fang¹, WU Ying-jie², HE Lian¹

(*1. Shenyang Institute of Geology and Mineral Resources, Shenyang 110033, China; 2. Liaoning Vocational College of Finance, Shenyang 110122, China*)

Abstract: In the analysis for anions in environmental water with ion chromatography (IC), the drip washing liquid with 1.8 mmol/L Na₂HCO₃ and 1.7 mmol/L NaHCO₃ is adopted. The regenerative liquid is 36 mmol/L H₂SO₄. The system is composed of series chromatography of PacAs-14 and conductivity detector. For 10 μ L sample, within 8 min, seven kinds of anions can be detected. The working condition and the affecting factors of IC is discussed. Its relative standard deviation is between 1.9% and 6.0%, with a recovery above 97%. The method is practical, rapid and reliable. It can completely meet the demand of the analysis for anion in environmental water samples.

Key words: ion chromatography; environmental water sample; anion

作者简介: 郝原芳(1965—),女,工程师,1990年毕业于辽宁大学分析化学专业,现从事岩矿分析测试工作,通讯地址 沈阳市北陵大街25号,邮政编码 110033.