



离子色谱园地

离子色谱法检测饮用水中的无机阴离子 ——美国国家环保局(U.S. EPA)方法300.1简介(上)

(美国 DIONEX (戴安) 公司中国服务中心, 100085)

1 应用范围

该方法适用于检测地表水、地下水和饮用水中的无机阴离子, 分为 A, B 两部分. 进样体积的大小取决于样品中阴离子的浓度和检测器的动态范围.

(1) A 部分: 普通阴离子 (图 1) F^- , Cl^- , NO_2^- , Br^- , NO_3^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} .

(2) B 部分: 无机消毒副产物 (图 2) BrO_3^- , ClO_2^- , ClO_3^- .

仪 器: Dionex DX-500 离子色谱仪

分离柱: Dionex AG9-HC/AS9-HC(2mm)阴离子分离柱

检测器: Dionex CD20 电导检测器

抑制器: ASRS 自身再生抑制器

淋洗液: $9.0\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$

流 速: $0.40\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$

进样量: $10\mu\text{l}$

样品峰:	(1) F^-	$3.20\text{mg} \cdot \text{l}^{-1}$
	(2) Cl^-	32.0
	(3) NO_2^-	3.20
	(4) $Cl_2\text{CHCOO}^-$	5.00
	(5) Br^-	3.20
	(6) NO_3^-	3.20
	(7) PO_4^{3-}	8.00
	(8) SO_4^{2-}	36.8

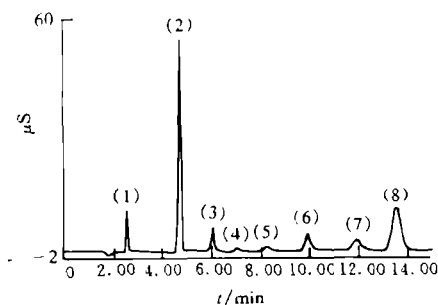


图 1 普通阴离子的分离测定

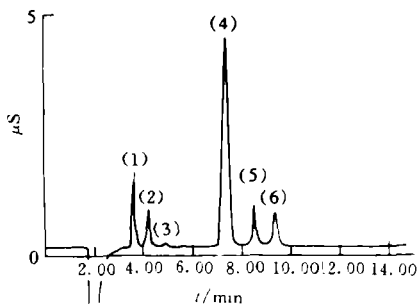


图 2 无机消毒副产物的分离测定

仪 器: Dionex DX-500 离子色谱仪

分离柱: Dionex AG9-HC/AS9-HC(2mm)阴离子分离柱

检测器: Dionex CD20 电导检测器

抑制器: ASRS 自身再生抑制器

淋洗液: $9.0\text{mmol} \cdot \text{l}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$

流 速: $0.40\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$

进样量: $50\mu\text{l}$

样品峰:	(1) ClO_2^-	$500\mu\text{g} \cdot \text{l}^{-1}$
	(2) BrO_3^-	500
	(3) Cl^-	
	(4) $Cl_2\text{CHCOO}^-$	5000
	(5) Br^-	500
	(6) ClO_3^-	500

- * 上述阴离子的检出限受样品形态、基体状况和仪器设备影响。
- * 为了获得满意的实验结果,必须采用化学抑制型电导检测,基线漂移 $<5\text{nS}\cdot\text{min}^{-1}$ 。
- * 此方法要求使用者熟练掌握离子色谱操作技能和实验数据的处理。
- * 分析时应当明确目标离子的定量范围,并运用实验论证数据结果的准确性。
- * Br^- 和 NO_2^- 的测量结果必须考虑它们容易与许多消毒过程中的氯化物发生反应所造成的影响。

2 方法概述

A 部分的进样体积 $10\mu\text{l}$, B 部分的进样体积 $50\mu\text{l}$ 。目标离子的分离与检测应使用配备有保护柱、分离柱、抑制器和电导检测器的离子色谱系统。

A, B 两部分的区别仅仅在于进样体积的不同,而保护柱、分离柱以及淋洗条件均相同。

3 名词解释

- * 校正标准:由标准溶液的储备液稀释而成,用于校正响应值。
- * 重复样品:在同一时间对同一样品分别收集两次,放置在相同的环境中,进行相同的样品前处理。
- * 重复实验:从一个样品瓶中取两个水样,在相同条件下分别进行分析,无需考虑样品采集、保存和处理过程中可能影响精密度的因素。
- * 线性校准范围:仪器响应值呈线性的浓度范围。
- * 方法检出限:大于 0,置信度 99% 通过分析能够识别、测量和报告的最小浓度值。
- * 标准储备液:含有一个或几个离子的高浓度溶液,可以由实验室自行配制或订购。

4 干扰

干扰可以分为三个方面:色谱峰共淋洗——某一离子的保留时间非常接近目标离子;浓度共淋洗——相邻峰峰的高度差别较大,对目标离子出现遮蔽现象;高离子强度基体导致分离柱过载,使目标离子的保留时间明显缩短。

* 解决色谱峰共淋洗的问题可以更换分离柱,改变淋洗强度,在淋洗液中加入有机改进剂,改变检测系统等。

* 稀释样品可以解决某些与样品浓度有关的共淋洗问题。

* 预处理柱可以消除基体干扰。校正标准应与样品具有相同的预处理步骤,采用高容量阴离子交换分离柱将降低预处理柱的作用。

* 使用预处理柱应注意其中填充物的渗出,污染分离柱/保护柱,造成柱容量下降,保留时间缩短。

* 样品处理过程中造成的污染表现为方法干扰,会使目标离子的分析结果出现偏差或者检出限下降。

* 样品中含有 $>0.45\mu\text{m}$ 的,或者淋洗液中含有 $>0.2\mu\text{m}$ 的固体颗粒将对分离柱和流路造成损坏。

* F^- 浓度小于 $1.5\text{mg}\cdot\text{l}^{-1}$ 时,与 F^- 共淋洗的弱保留的阴离子将对样品分析的精密度和准确度产生影响。

* 正常情况下, SO_4^{2-} 的淋洗标志着一次色谱分析的结束,如果样品中含有氯氧化物,大约在 23min 时出现一个响应值约为 200nS 的峰,因此,运行时间定为 25min 较为合适。