

离子色谱法测定水中四种无机阴离子系统检测条件优化研究

李莉莉, 阎善信

辽宁省瓦房店市疾病预防控制中心, 辽宁 瓦房店 116300

【摘要】对于地表水的元素, 需要利用离子色谱的方式来进行测定, 在测定的过程当中需要进行测定溶液的配制, 以此来对水中包含的四种无机阴离子进行检测, 利用离子色谱法来对无机阴离子进行分析的方式比较简便且容易操作, 不会对人体或者环境造成上海, 比较符合绿色化学的概念理念, 在推广价值方面比较良好。

【关键词】离子色谱法; 无机阴离子; 系统检测

【中图分类号】R446

【文献标识码】A

【文章编号】1008-0430(2020)17-0045-02

引言

生活中, 很多的饮用水含有大量的无机阴离子, 比如氟化物、氯化物、硫酸盐、硝酸盐和亚硝酸盐等物质, 由于工业的排放, 对当地的环境造成了极大的影响。对于部分地区来说, 存在着离子超标的情况和现象。因此需要对无机阴离子进行测定分析, 在大多数的方法当中其测定比较繁琐, 不利于进行实验室的分析。需要值得注意的是, 原子吸收光度法来对无机阴离子进行测定的时候, 其灵敏程度较高, 如果水质当中存在多种无机阴离子, 则方式操作比较复杂, 分光光度法和离子选择电极法也面临相同的现象, 对于无机阴离子的数量可以进行准确的检测, 但是在实际的操作过程当中, 手工操作的方式比较复杂, 因此可以实现对一种待测的无机阴离子进行测量。在环保行业内部的环境检测领域当中, 一般都需要测定水体当中包含的4种到5种无机阴离子。在此种情况下, 离子色谱分析法无机阴离子具有一定的优点, 可以同时测定多种无机阴离子, 比如氟离子、氯离子、硫酸根、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、磷酸根等, 可以对高基体的浓度当中实现对低浓度组分的检测, 在灵敏程度方面较高, 具有一定的稳定性且智能化程度也较高, 可以很大程度的提升其工作效率。

1 离子色谱法

离子色谱法, 主要是借助于不同的离子来对定离子的交换柱部分的离子交换树脂所产生的亲和力差异现象进行分离, 这一原理来进行运作, 在连续的对多种阴离子进行定性和定量分析的过程当中需要实现科学化的运行。在实际的测量过程当中, 需要借助于碳酸盐-碳酸氢盐溶液来进行操作, 将其当做淋洗液进行测定, 对于水样当中的待测离子来说, 随着淋洗液进入到离子的交换系统内部当中, 经过离子交换树脂操作之后, 电荷本身的数量在相同的情况下, 其离子的半径也就越大, 对于离子交换树脂的亲和力也就越大。分离之

后的阴离子, 在经过强酸性的阴离子树脂抑制器之后, 就会被转化成为高电导的酸型, 其碳酸盐-碳酸氢盐就会被转化成为弱电导的碳酸。利用电导检测仪器来进行对应的酸型阴离子和标准作出对比和分析, 在时间定性方面做出科学化的保留, 最终可以根据其出峰面积来进行积分, 进行含量的推测和判断。

2 实验测定

在本文当中, 主要借助于Dione(戴安)ICS-1500的离子色谱仪来对地表水当中的种阴离子进行分析, 其中包含了氟离子、氯离子、硫酸根、硝酸盐氮这四种离子, 样品方面可以利用水库水或者河流水等进行测定, 不需要利用前期的处理方式来进行地表水的清洁, 借助于有证标准物质来进行混合标准溶液的配制, 基于此进行氢氧根淋洗液体系的最优的系统检测条件来进行分析查找, 借助于平行样的方式进行精密程度的验证, 对于标准物质来说也需要进行准确度的验证。

2.1 实验原理

在实验原理部分, 离子色谱分析方式主要是对色谱柱当中进行离子交换树脂的填充, 以此来将其作为离子分离的固定相进行应用, 对于样品离子和固定相基团之间所存在的相互作用来说, 需要根据不同的样品离子来进行不同作用的分析和研究。对于随流动向借助于色谱柱进行分析的过程当中, 作用力相对较强的样品离子区别于作用较弱的离子来说, 其保留时间要相对较长, 基于流动相本身的数量具备一定的优势条件, 因此对于不同的样品来说, 其离子都需要依次顺序流出色谱柱, 将其达到检测器当中, 进行离子的检测, 最终实现样品离子的分离和测定。针对于离子色谱来说, 在分离的机理方面可以划分为离子交换色谱法、高效离子排斥色谱、流动相离子色谱法这三种类型。

2.2 实验材料与方法

在该实验部分, 需要利用到去离子水作为实验用水, 其

中需要保证 $EC < 0.5 \mu S/cm$, 对标准物质来说, 包含氟离子、氯离子、硫酸根离子、硝酸盐氮离子有证单标准物质, 且浓度都需要达到 $1000mg/L$ 。在仪器设备方面, 借助于上文提到的离子色谱仪来进行操作, 该仪器设备包含着色谱柱、ASRS300 (4mm) 的抑制器、电导检测器、OH-型的淋洗液自动发生器, 其中色谱柱当中包含着 AS19-HC 的阴离子分离柱和 AG19-HC 的保护柱。还需要使用到 $1000mL$ 的容量瓶、注射器、 $0.20 \mu m$ 的微孔滤膜、胖肚吸管 (10mL 两支, 25mL 一支, 50mL 一支) 以及洗耳球等。

2.3 绘制校准曲线

将氟离子、氯离子、硫酸根离子、硝酸盐氮离子各单标准物质进行配置为混合标准的中间液, 其中混合标准中间液分别为氟离子、氯离子、硫酸根离子、硝酸盐氮离子, 其中的浓度计量单位为每升, 依次分别为 $4mg$ 、 $100mg$ 、 $100mg$ 、 $40mg$ 。将 3 个容量为 $100mL$ 的容量瓶洗干净进行编号, 分别取 $10mL$ 、 $25mL$ 、 $50mL$ 的标准中间液放置, 利用水进行稀释到标线范围之后摇匀。之后就可以进行进样操作, 并通氟离子样品含量到仪器响应值之后就可以进行各个离子的标准曲线绘制。其中对于绘制的标准曲线来说, 种阴离子的对应关系系数分别为氟离子 0.9993 、氯离子 0.9998 、硫酸根离子 0.9999 、硝酸盐氮离子 0.9993 , 范围都处于 0.9993 到 0.9999 区间范围内, 其相关性也相对较高。

2.4 样品处理分析

在实验当中选择清洁地表水来作为实验用水, 需要根据要求来进行水样微孔滤膜的过滤操作。在对水样品进行精密程度验证的时候需要借助于平行样的方式, 利用 4 种混合离子的有证标准物质来进行准确性的验证, 此种方式的精密程度和准确程度属于要求范围内。

2.5 色谱条件分析

在色谱条件的选择方面, 需要对标准曲线浓度的最低点下 4 种无机阴离子的色谱分离条件做出研究, 以此来对阴离子之间在浓度较低的状态下也可以实现良好分离, 其中需要利用离子之间的分离度来进行分离效果的表示, 如果分离度和相邻的离子分离程度大于 1.5 的范围是, 可以进行准确的定量分析, 在系统条件下的流速、柱温以及抑制器电流的调整方面都需要保证其分离度在 1.5 之上。

在流速方面, 离子色谱的本质属于阴离子和阳离子在相互交换的一个过程。平流泵利用平稳的流速进行淋洗液的运输, 淋洗液进入到分离柱之后, 其各个离子的亲和力有所不同, 因此可以在分离柱当中实现分离。对于每一个阴离子进行组分之后, 依次流进背景抑制器内部, 经过电导检测器之后出现对应的电信号。各个阴离子的出峰时间和分离时间都会受到淋洗液的流速影响, 因此需要在淋洗液浓度和配比合适的情况下, 对不同的淋洗液流速造成的各个阴离子分离效

果进行分析和研究。在不同的流速实验下, 当流速为每分钟 $1.0mL$ 的时候, 其各个阴离子的分离效果最好。

对于柱温来说, 上述找到最佳流速之后就需对柱温和抑制电流进行调整, 以此来找出最佳的流速状态下, 对柱温条件在 30° 的时候进行测试, 还需要调整至 32 摄氏度和 34 摄氏度来进行离子分离情况的分析。柱温在 32 度的情况下, 各离子可以实现完全分离, 但是种离子的出峰时间都整体的向前推移, 在分析时间方面得到了缩小, 但是对于系统本身的压力也较高, 对于硝酸盐氮离子的基线在整体方面都得到了向上飘逸的现象。如果在 34 摄氏度的情况下, 各离子也可以实现完全分离状态, 但是对于系统造成的压力也相对较高, 在硝酸盐氮离子的基线向上飘逸方面也过高; 因此得出了最佳柱温为 30 摄氏度。针对于系统检出限的测试和水样的测试来说, 需要对空白水样进行连续的测定, 以此来实现对其检出限进行验证和检测, 对于水样借助于平行测定的方式来进行精密程度的验证和测定, 都达到了标准的要求范围内, 在水样的检测当中, 没有出现杂峰和拖尾的现象, 完全满足其实验的分析需求。除此之外, 还需要在实验的过程当中, 对多个方面的问题进行注意, 比如实验室的恒温、系统的平衡调节、淋洗液的清洁状态、水样中进行除去不溶性颗粒物质等。

3 结束语

综上所述, 在对离子色谱测定法进行无机阴离子检测的过程当中, 需要对色谱条件当中的流速、柱温、抑制器电流等条件来做出反复的测试, 以此来获取最佳的系统条件, 保持系统压力处于可控的范围内。对于检测条件下所包含的分离氟离子、氯离子、硝酸盐氮离子、硫酸根离子这种阴离子的分离需要 8 分钟的时间实现完全分离, 在其检出限、精密程度以及准确程度方面都满足其要求。因此, 对于当下形式, 在环保、疾控、水利等部门进行企事业单位内部, 都进行离子色谱分析仪的配备, 对于工作效率可以得到极大的提升。

参考文献:

- [1] 赵云. 离子色谱法测定辽河口水中无机阴离子[J]. 陕西水利, 2014(1):150-151.
- [2] 李宏鹏, 王明森. 离子色谱仪单一无机阴离子柱同时测量水中无机阴离子和柠檬酸根[J]. 分析仪器, 2020(3):63-66.
- [3] 振兴, 王希英, 谢振华. 离子色谱法测定五大连池矿泉水中无机阴离子[J]. 食品工业, 2019, 40(4):309-311.
- [4] 薛智凤, 胡智杰, 王亚娇, 贾娟丽. 离子色谱法测定水中无机阴离子检测条件的优化与探索[J]. 分析仪器, 2020(06): 133-136.
- [5] 刘冰冰, 刘佳, 张辰凌, 贾娜, 张永涛. 离子色谱法同时测定地下水中 8 种无机阴离子[J]. 化学分析计量, 2020, 29(06): 28-32.