

离子色谱法测定矿泉水中 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-}

刘耀华, 杨文武

(泰州市环境监测中心站, 江苏 泰州 225300)

摘要: 采用离子色谱法同时测定矿泉水中的 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} , 方法线性良好, 检出限为 $0.01\text{ mg/L} \sim 0.09\text{ mg/L}$, 实际水样平行测定的 $RSD \leq 8\%$, 加标回收率为 $91.7\% \sim 105\%$, 标准样品的测定结果符合要求。

关键词: K^+ ; Ca^{2+} ; Na^+ ; Mg^{2+} ; Cl^- ; SO_4^{2-} ; 离子色谱法; 矿泉水

中图分类号: O657.7+5

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2010)04-0053-02

矿泉水中的 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 等离子对人体有益, 但若摄入过量, 则对健康有害, 如饮用水中 SO_4^{2-} 超过 250 mg/L , 易致人腹泻^[1]。离子色谱法利用离子交换树脂填充的分离柱和电化学或光学检测器, 分离和检测阴阳离子, 具有分析速度快、灵敏度高、能实现多成分同时分离等优点^[2-3]。离子色谱法分别测定水中阴阳离子已多见报道, 今用一台离子色谱仪, 通过切换不同的分离柱, 实现矿泉水中 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 的同时测定, 结果令人满意。

1 试验

1.1 方法原理

离子色谱法利用水样流经系列的离子交换树脂, 基于待测阴阳离子对阴阳离子树脂(分离柱)的相对亲和力不同而彼此分开(扣除背景电导), 用电导检测器测量信号值, 并与标准相比较, 根据保留时间定性、峰面积定量, 主要优点是可同时检测样品中的多种成分^[1,4]。该方法采用 Metrohm 881 型离子色谱仪, 配置阴阳离子分析色谱柱, 阴离子分析完毕, 换上阳离子色谱柱, 配制相应的淋洗液, 切换进样, 即可实现阴阳离子的同时测定。

1.2 主要仪器与试剂

Metrohm 881 型离子色谱仪, 配 Metrosep C4 150 阳离子分析色谱柱, Metrosep C4 guard 阳离子分析色谱柱保护柱, Metrosep A Supp 5 阴离子分析色谱柱, Metrosep A Supp 4/5 阴离子分析色谱柱保护柱、抑制器、电导检测器、881 compact IC pro(主机)、863 compact Autosampler(自动进样器)、Mag IC Net 1.1 色谱工件站, 瑞士万通公司。

$500\text{ mg/L } K^+$ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 标准储备液, 国家环境保护部标样研究所; 再生液: 将 40 mL 浓硫酸定容至 1 L (阴离子); 淋洗液: 在 23 mL 浓硝酸中加入 2.3397 g 吡啶二羧酸, 定容至 1 L (阳离子), 将 0.3392 g 碳酸钠和 0.084 g 碳酸氢钠用超纯水定容至 1 L (阴离子); 标样 202603 国家环境保护部标样研究所; 标样 204715 中国环境监测总站; 浓硫酸、浓硝酸, 优级纯; 试验用水为超纯水。

1.3 色谱工作条件

淋洗液流量 $0.7\text{ mL/min} \sim 0.9\text{ mL/min}$; 进样环体积 $20\text{ }\mu\text{L}$; 温度 $10\text{ }^\circ\text{C} \sim 30\text{ }^\circ\text{C}$; 相对湿度 $25\% \sim 85\%$ 。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线与方法检出限

在阳离子分析柱上, 将 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 标准储备液配制成 20.0 mg/L 混合标准溶液, 并稀释至相应梯度 (0.200 mg/L 、 0.400 mg/L 、 0.800 mg/L 、 1.40 mg/L 、 2.00 mg/L), 以保留时间定性、峰面积定量, 绘制校准曲线; 切换到阴离子分析柱, 将 Cl^- 、 SO_4^{2-} 标准储备液配制成 20.0 mg/L 混合标准溶液, 并稀释至相应梯度 (Cl^- 为 0.200 mg/L 、 0.400 mg/L 、 0.800 mg/L 、 1.40 mg/L 、 2.00 mg/L , SO_4^{2-} 为 0.500 mg/L 、 1.00 mg/L 、 2.00 mg/L 、 3.50 mg/L 、 5.00 mg/L), 以保留时间定性、峰面积定量, 绘制校准曲线, 结果见表 1。

连续测定 20 次空白溶液, 计算标准偏差, 以

收稿日期: 2010-01-07 修订日期: 2010-04-08

作者简介: 刘耀华(1971-), 男, 江苏泰州人, 工程师, 大学, 从事仪器分析工作。

3.5 K 确定方法检出限, 结果见表 1。

表 1 校准曲线与方法检出限

Table 1 Standard curve and detection limits of method

离子	回归方程	相关系数 r	检出限 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$
K^+	$y = 0.0053x - 0.0065$	0.9999	0.01
Ca^{2+}	$y = 0.0090x + 0.0542$	0.9998	0.02
Na^+	$y = 0.0101x - 0.0076$	0.9999	0.01
Mg^{2+}	$y = 0.0189x - 0.0159$	0.9999	0.01
Cl^-	$y = 0.0097x - 0.0459$	0.9996	0.03
SO_4^{2-}	$y = 0.0072x - 0.1631$	0.9995	0.09

2.2 精密度试验

取适量 ($> 10 mL$) 矿泉水样品, 用该方法平行测定 6 次, 结果见表 2。

表 2 精密度试验结果

Table 2 Test results of precision

离子	测定结果 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$						RSD /%
K^+	0.230	0.235	0.229	0.231	0.231	0.230	0.2
Ca^{2+}	3.40	3.39	3.40	3.39	3.39	3.40	0.8
Na^+	7.90	7.91	7.90	7.91	7.90	7.90	0.4
Mg^{2+}	1.38	1.39	1.37	1.38	1.38	1.38	0.7
Cl^-	1.61	1.61	1.60	1.60	1.61	1.61	0.2
SO_4^{2-}	1.45	1.44	1.45	1.44	1.45	1.44	0.6

2.3 准确度试验

2.3.1 加标回收试验

吸取 2 mL 矿泉水样品, 加入 20.0 mg/L K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 混合标准溶液 0.5 mL, 稀释至 10 mL, 做加标回收试验, 结果见表 3。

表 3 加标回收试验结果

Table 3 Test results of spiked recoveries

离子	加标量 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	回收量 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	回收率 /%
K^+	1.00	0.973	97.3
Ca^{2+}	1.00	0.925	92.5
Na^+	1.00	0.981	98.1
Mg^{2+}	1.00	0.917	91.7
Cl^-	1.00	1.05	105
SO_4^{2-}	1.00	0.954	95.4

2.3.2 标准样品测定

用该方法测定标准样品 202603 和 204715, 结果见表 4。

表 4 标准样品测定结果

mg/L

Table 4 Test results of standard samples

mg/L

标准样品	离子	测定值	保证值
202603	K^+	1.53	1.51 ± 0.09
	Ca^{2+}	4.12	4.03 ± 0.22
	Na^+	1.95	1.98 ± 0.13
	Mg^{2+}	0.278	0.290 ± 0.029
204715	Cl^-	8.39	8.48 ± 0.66
	SO_4^{2-}	20.2	19.9 ± 0.9

2.4 样品测定

取适量 ($> 10 mL$) 不同品牌矿泉水样品, 用该方法测定, 结果见表 5。

表 5 样品测定结果

mg/L

Table 5 Test results of samples

mg/L

样品	K^+	Ca^{2+}	Na^+	Mg^{2+}	Cl^-	SO_4^{2-}
1	5.71	0.226	0.135	6.53	5.58	8.33
2	0.231	3.40	7.90	1.38	1.61	1.45
3	0.982	11.9	7.88	2.04	9.62	8.25
4	3.29	0.930	0.708	0.320	3.07	4.04
5	7.91	0.402	0.180	0.695	7.43	3.84
6	2.37	4.37	6.16	1.63	1.24	2.43
7	3.42	8.82	32.4	5.24	9.11	2.87
8	1.98	2.14	0.355	3.24	2.56	3.45
9	0.936	0.834	0.117	0.126	1.96	3.04
10	7.61	65.3	38.1	9.71	6.83	28.6
11	5.85	40.2	23.0	4.87	7.09	14.1

3 结语

采用 Metrohm 881 型离子色谱仪同时测定矿泉水中的 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} , 仪器分辨率高, 基线稳定, 系统具有脱气预处理功能, 操作简便、快速, 可实现多个组分的同时测定^[5]。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 156-157.
- [2] 陶钢, 牛星梅, 许立峰. 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.
- [3] 袁英贤. 离子色谱技术在环境监测中的应用 [J]. 环境监测管理与技术, 1997, 9(3): 14.
- [4] 牟世芬. 离子色谱方法及应用 [M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 2005: 6.
- [5] 朱民, 陆幽芳, 陈守建. 离子色谱法测定水中 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 的实践 [J]. 环境监测管理与技术, 1994, 6(3): 28-30.

本栏目责任编辑 姚朝英