

# 离子色谱碳酸体系测定饮用水中高氯酸盐和碘离子含量

陈洁, 吴国权, 郑洪国

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

**关键词:** 高氯酸盐( $\text{ClO}_4^-$ ), 碘离子( $\text{I}^-$ ), 污染物, AS22色谱柱, 离子色谱

**Keywords:** Perchlorate ( $\text{ClO}_4^-$ ), Iodide ( $\text{I}^-$ ), Pollutants, IonPac AS22 column, Ion chromatography

## 引言

高氯酸盐作为添加剂、推进剂等被广泛的应用于各个领域, 如航空航天、烟火制造、军火工业、橡胶制品、染料涂料等<sup>[1]</sup>。由于高氯酸盐与碘离子具有相似的电荷和离子半径, 能够与碘离子竞争而进入人体甲状腺, 引起甲状腺荷尔蒙生成量的减少, 从而影响大脑组织的发育, 危害人类的健康, 尤其是孕妇、胚胎、婴儿最容易受到危害<sup>[2,3]</sup>。高氯酸盐具有高水溶性, 低吸附性, 高流动扩散和稳定性, 在环境中能够持久存在, 是一种新的持久性污染物。目前是环境科学领域研究高氯酸盐的热点。我国最新的饮用水规范《GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准》<sup>[4]</sup>中规定生活饮用水中高氯酸盐的最高允许含量为70  $\mu\text{g/L}$ , 碘离子最高允许含量为0.1 $\text{mg/L}$ 。

离子色谱作为液相色谱的分支, 适用于分析水溶性强极性的离子型化合物。本文采用高容量的IonPac AS22阴离子交换色谱柱, 在30°C的柱温下, 可同时分析饮用水中碘离子及高氯酸盐, 目标物及与常规离子之间分离度良好, 无相互干扰。本方法分析碘离子及高氯酸盐无需衍生化等复杂的前处理操作, 直接进样即可, 方便、快捷、高效; 同时本方法采用碳酸盐体系, 符合国标的测试方法及要求。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器、试剂与材料

- Thermo Scientific™ Dionex™ Aquion离子色谱仪
- Thermo Scientific™ Dionex™ AS-DV自动进样器
- Thermo Scientific™ Chromeleon™ Chromatography Data System (CDS) software, version 7.3
- Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS22分析柱, 4 × 250 mm, (P/N 064141)

- Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AG22保护柱, 4 × 50 mm, (P/N 064139)
- Thermo Scientific™ Dionex™ ADRS600 (4mm)抑制器, (P/N 088666)
- 超纯水(18.2 M $\Omega$ ·cm)
- 标准品: 高氯酸盐, 碘离子

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 色谱条件

色谱柱: IonPac AG22(4 × 50 mm)+ IonPac AS22(4 × 250 mm);

淋洗液: 4.5mM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ /1.4mM  $\text{NaHCO}_3$ 等度洗脱;

流速: 1.2 mL/min;

柱温: 30°C;

进样量: 500  $\mu\text{L}$ ;

检测: 抑制电导, ADRS600, 自循环模式。

#### 1.2.2 前处理条件

水样0.22  $\mu\text{m}$ 滤膜过滤后直接上机测试。

## 2. 结果与讨论

### 2.1 线性和稳定性

用2mM NaOH配制20、50、150、200  $\mu\text{g/L}$ 的系列 $\text{I}^-$ 及 $\text{ClO}_4^-$ 混合标准工作溶液, 在选定色谱条件下进样分析(各组份混合标准溶液分离谱图, 如图1), 以目标物的峰面积(y,  $\mu\text{S}\cdot\text{min}$ )为纵坐标, 标准溶液浓度(x,  $\mu\text{g/L}$ )为横坐标, 建立标准曲线。 $\text{I}^-$ 及 $\text{ClO}_4^-$ 线性范围、

线性方程和相关系数如表1所示。I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>在20~200 μg /L范围内均具有良好的线性，线性相关系数R > 0.999。选中间浓度点混合标准工作溶液，连续进样6次，I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>保留时间相对标准偏差RSD < 0.04%，峰面积相对标准偏差RSD < 0.71%，说明仪器方法具有良好的稳定性。

表1 I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>线性方程、线性范围和相关系数

目标物	线性方程	线性范围 (μg/L)	相关系数 (R)
I <sup>-</sup>	y = 0.0007x + 0.0002	20~ 200	0.99994
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	y = 0.0007x + 0.0010	20~ 200	0.99964

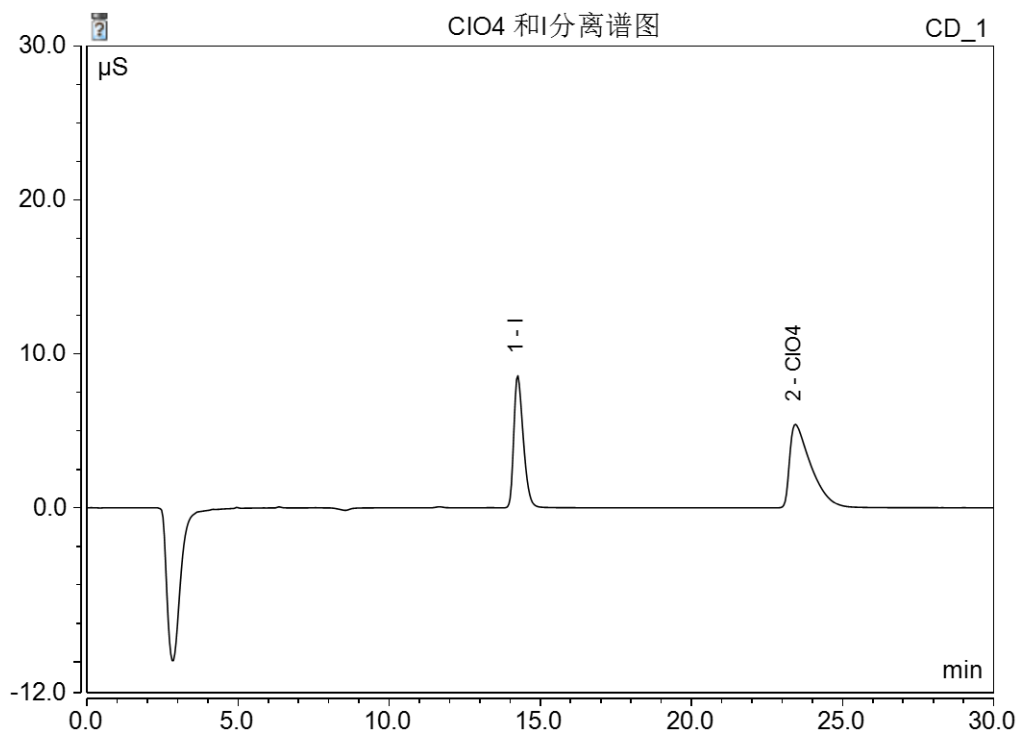


图1 I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>混合标准溶液分离谱图

## 2.2 方法检出限和定量限

分别以3倍信噪比 (S/N=3) 和10倍信噪比(S/N=10)所对应的目标物浓度作为仪器检出限和仪器定量限。根据以下公式计算方法检出限和方法定量限。

$$\text{方法检出限} = (W \times 3) / [(S/N)]$$

式中：W—— 目标物浓度，μg /L；

S/N—— 仪器信噪比；

$$\text{方法定量限} = (W \times 10) / [(S/N)]$$

式中：W—— 目标物浓度，μg /L；

S/N—— 仪器信噪比；

I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>方法检出限和定量限如表2所示。

表2 I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>检出限和定量限

目标物	仪器检出限 μg/L	仪器定量限 μg/L	方法检出限 μg/L	方法定量限 μg/L
I <sup>-</sup>	2.6087	8.6087	2.6087	8.6087
ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	5.0000	16.5000	5.0000	16.5000

### 2.3 加标回收率和精密度

本方法选择自来水样本底，分别对I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>进行了20 μg/L、100 μg/L及200 μg/L，低中高3水平加标测试，每种试样取6个平行样，加标谱图见图2。结果表明，I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>回收率均在90.4%~96.2%之间，证明该方法的准确度较高；检测结果的标准偏差均在2.21%以内，证明该方法稳定性好。其详细加标回收率和变异系数（RSD）如表3所示。

表3 自来水中I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>加标回收及变异系数

I <sup>-</sup>			
次数	添加浓度 20 μg/L 回收率 (%)	添加浓度 100 μg/L 回收率 (%)	添加浓度 200 μg/L 回收率 (%)
1	93.5	92.8	94.5
2	90.4	92.2	94.4
3	94.5	92.2	94.2
4	93.5	92.4	94.2
5	90.4	91.6	94.4
6	91.9	92.6	93.8
均值	92.4	92.3	94.3
RSD%	2.21	0.67	0.25

ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>			
次数	添加浓度 20 μg/L 回收率 (%)	添加浓度 100 μg/L 回收率 (%)	添加浓度 200 μg/L 回收率 (%)
1	93.5	93.4	93.5
2	93.5	92.3	94.0
3	96.2	93.0	93.9
4	95.6	94.1	92.6
5	96.2	93.8	92.2
6	94.6	96.3	91.2
均值	94.9	93.8	92.9
RSD	1.15	0.80	1.18

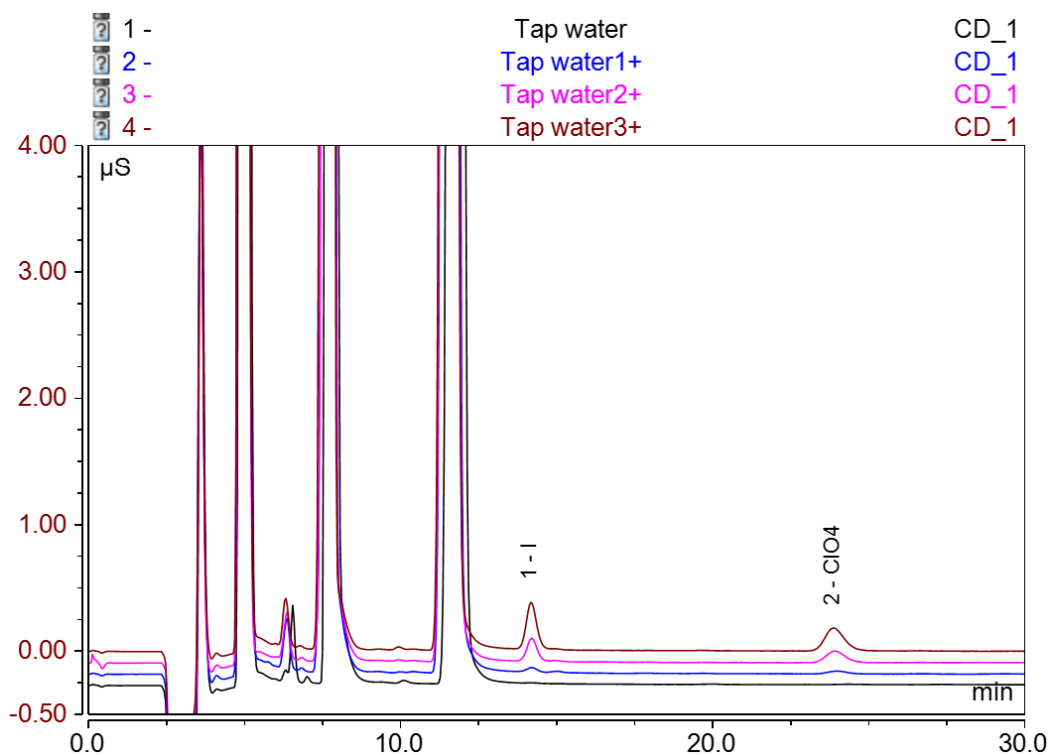


图2 自来水样品I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>加标分离谱图

## 2.4 实际样品测定

在选定方法条件下，测定自来水样中I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>含量，结果如表4所示。

表4自来水样中I<sup>-</sup>及ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>含量

样品名称	目标物含量(μg/L)	
	I <sup>-</sup>	ClO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
广州自来水	1.39	1.98
上海自来水	1.02	2.15

×: 表示未检出。

## 结论

本文建立了碳酸体系--抑制电导离子色谱同时检测自来水样中I<sup>-</sup>和ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>的方法，该方法前处理简单、无需任何处理，直接进样即可，方便、快捷；采用AS22色谱柱，在1.2mL/min的柱流速及30° C柱温下待测离子和水质中常规阴离子分离良好。本方法适用于水质中I<sup>-</sup>和ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>的检测，为《GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准》中高氯酸盐和碘离子的同时测定的测试提供了准确、可靠的测试方法。

## 参考文献

- [1] Motzer W E. Environ. Forensics, 2001, 2: 301 ~ 311
- [2] Collette TW, Williams T L, Urbansky E D, Magnuson M L, Hebert G N, Strauss S H. Analyst, 2003, 128: 88 ~ 97
- [3] Kirk A B, Smith E E, Tian K, Anderson T A, Dasgupta P K. Environ. Sci. Technol., 2003, 37: 4979 ~ 4981
- [4] 国家市场监督管理总局. GB/T 5749-2022 生活饮用水卫生标准[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.



赛默飞  
官方微信

热线 800 810 5118  
电话 400 650 5118  
www.thermofisher.com

thermo scientific