第 6 卷第 1 期
2016 年 3 月

中国无机分析化学
Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry

Vol. 6, No. 1
14～16

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2016.01.004

离子色谱法测定貂场养殖水中 6 种阴离子

娄 丽　郭雨时　宁 双　郝陶光

(丹东出入境检验检疫局,辽宁 丹东 118000)

摘　要　采用离子色谱法同时测定养殖水中 6 种阴离子,淋洗液为 $Na_2CO_3/NaHCO_3$,流速为 1.0 mL/min,各标准物质的线性相关系数大于 0.999,进样在 30 min 内,分离完全,操作简单,灵敏度高,方法可同时测定 6 种阴离子。

关键词　阴离子;离子色谱法;养殖水

中图分类号:O657.63;TH843　　**文献标志码**:A　　**文章编号**:2095-1035(2016)01-0014-03

Determination of Six Anions in Aquaculture Water of Mink Farms by Ion Chromatography

LOU Li, GUO Yushi, NING Shuang, HAO Taoguang

(*Dandong Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dandong, Liaoning* 118000, *China*)

Abstract　A method for direct determination of six anions in aquaculture water by ion chromatography was established. A mixed solution of $NaHCO_3$ and Na_2CO_3 was used as eluent with a flow rate of 1.0 mL/min. The results showed that a good linear relationship ($r>0.999$) was obtained. The proposed method has simple operation, good resolution and high sensitivity with 30 min pre test. It can be suit for the determination of six anions in aquaculture water of mink farms.

Keywords　ion chromatography; aquaculture water; anion

0　前言

水貂是一种小型珍贵毛皮兽类,近几年,我国水貂养殖业的发展迅速,水貂养殖过程中对水的质量要求很高,如果养殖水被污染,易使水貂患呼吸道疾病,因此,貂场水的质量是养好貂的基础。

自然界的水中几乎没有溴酸盐,水在消毒过程中易引进溴酸盐、氯酸盐[1-2]。溴酸盐对人体具有潜在的致癌作用,氯酸盐可引起溶血性贫血,而其它阴离子如氟、氯、硝酸盐和硫酸盐的含量过高也会对水貂的皮毛产生影响。目前,检测这些离子的方法有滴定法,电化学法,分光光度法等[3-4]。这些方法的灵敏度低,很难满足养殖水痕量离子分析的要求,并且化学方法检测干扰因素多,测定误差大[5-6]。本文采用离子色谱法同时测定养殖水中 6 种阴离子含量,一次进样 50 μg,30 min 内分离完全,准确检测养殖场水的阴离子含量。

1　实验部分

1.1　仪器与试剂

ICS-5000 离子色谱仪(Thermo 公司,美国);高纯氮气($\omega_{N_2}\geqslant 99.99\%$);0.22 μm 水相滤膜。

1.2　标准物质与试剂

氟(0.500 mg/L)、氯(20.00 mg/L)、硝酸盐(5.00 mg/L)、硫酸盐(20.00 mg/L)标准溶液,上海市计量测试技术研究所;氯酸盐标准(1 000 mg/L)

收稿日期:2015-08-28　　修回日期:2015-09-27

作者简介:娄丽,女,工程师,主要从事食品检验研究。E-mail:louli1002@163.com

溶液,农业部环境保护科研检测所;溴酸盐标准(1 000 mg/L)溶液,中国计量科学研究所。

碳酸钠(中国计量科学研究院),碳酸氢钠(Fluka),超纯水(Millipore,电阻率 18.2 MΩ.cm);养殖水(养貂场提供)。

1.3　淋洗液和标准溶液的配制

淋洗液配制:称取 0.742 g 碳酸钠和 0.042 g 碳酸氢钠溶于水,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

配制混合标准工作溶液,各浓度如表 1 所示。

表 1　6 种离子标准曲线

Table 1　Standard curves of six anions

项目 Items	浓度/(mg·L^{-1}) Concentration			
F^-	0.10	0.20	0.40	0.50
Cl^-	2.00	4.00	6.00	10.00
SO_4^{2-}	2.00	4.00	6.00	10.00
NO_3^-	1.00	2.00	4.00	5.00
BrO_3^-	0.50	1.00	2.00	4.00
ClO_3^-	0.50	1.00	2.00	4.00

1.4　色谱条件

柱温:30 ℃;电导池温度:30 ℃;抑制器电流:67 mA;进样体积:50 μL;柱流速:1.00 mL/min;淋洗液碳酸钠浓度为 7.0 mmol/L,碳酸氢钠浓度为 0.50 mmol/L;电导检测,外标法以峰面积定量。

1.5　水样采集

使用处理过的样品瓶采集养貂场地下水和自来水,水样采集后密封,置于 0 ℃冰箱中保存,一般不超过 24 h,否则各离子浓度会有所下降。水样经滤膜过滤,含有机物水先经过 C_{18} 柱过滤。按仪器条件进样,体积为 50 μL。

2　结果与讨论

2.1　标准曲线与检出限

将配制好的 6 种阴离子混合标准系列溶液逐一进样,以进样浓度(X)为横坐标,色谱峰面积(Y)为纵坐标,绘制校准曲线。方法的检出限、回归方程、相关系数见表 2。对接近空白浓度溶液测定 10 次,计算标准偏差和检出限,各组分浓度均为 1.0 mg/L 时的出峰顺序及保留时间见图 1,在实验条件下,各组份分离良好,分离度高,互不干扰。

表 2　检出限及相关系数

Table 2　Detection limits and correlation coefficients

项目 Items	回归方程 Lineare quations	相关系数 Coefficients	检出限/% Detection limits
F^-	$Y=0.326X+0.303$	0.995 9	0.01
Cl^-	$Y=0.212X-0.046$	0.999 2	0.05
SO_4^{2-}	$Y=0.153X-0.096$	0.992 3	0.01
NO_3^-	$Y=0.084X+0.069$	0.999 5	0.05
BrO_3^-	$Y=0.041X-0.001$	0.999 7	0.02
ClO_3^-	$Y=0.177X-0.065$	0.999 0	0.025

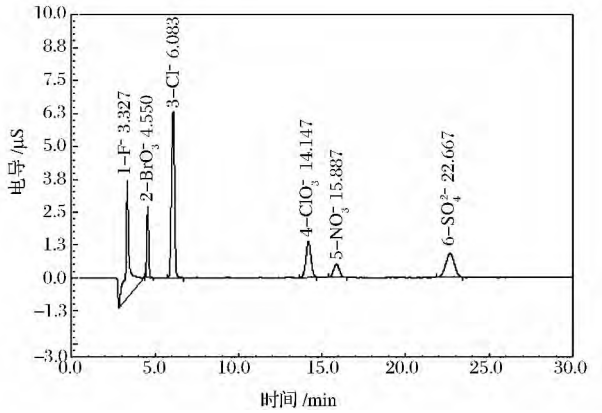

图 1　6 种离子的色谱图

Figure 1　Chromatograms of six anions

2.2　方法的精密度及加标回收实验

在水中加入一定浓度的混合标准溶液,测定 6 次,计算加标回收率和精密度,结果见表 3。

由表 3 得出,水中加入 6 种离子混合标准溶液,得出的相对标准偏差均小于 4.0%,表明方法的重现性好。加标回收率均在 90%～110%,准确度高,满足分析要求。

表 3　精密度和加标回收率

Table 3　Precisions and recovery tests of the method

项目 Items	加入量/(mg·L^{-1}) Added standard	测定值/(mg·L^{-1}) Amount	回收率/% Recovery rate	精密度/% RSD
F^-	0.2	0.195 0	97.5	1.6
Cl^-	2.0	2.010 5	100.5	1.9
SO_4^{2-}	2.0	2.012 6	100.6	2.1
NO_3^-	2.0	2.015 6	100.8	1.8
BrO_3^-	1.0	0.950 8	95.1	3.4
ClO_3^-	1.0	0.940 7	94.1	3.1

2.3 样品测定

对养殖场送检的井水、自来水，采用离子色谱法进行阴离子检测，检测结果见表 4。

表 4 样品检测结果

Table 4 Analytical results of four anions in tap water and well water samples of mink farms /(mg·L^{-1})

样品名称 Sample name	F^-	Cl^-	NO_3^-	SO_4^{2-}	BrO_3^-	ClO_3^-
自来水 Tap water	0.4	13.0	10.15	10.70	-	-
井水 Well water	0.35	51.77	6.09	57.23	-	-

检测结果表明，氟、氯、硝酸盐和硫酸盐结果低于国家标准要求，能确保喂养水貂使用的饮用水质量，保证水貂皮毛价值。

3 结语

实验采用离子色谱法对水貂场不同水样进行检测，能同时快速对 6 种阴离子进行测定，并且在 30 min内分离完全，重现性好，具有灵敏度高等特点。

参考文献

[1] 傅生会. 离子色谱法同时测定饮用水中 5 种无机阴离子[J]. 环境科学与技术(*Environmental Science & Technology*),2013,36(6):265-267.

[2] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5750.6—2006 生活饮用水卫生标准检验方法[S]. 北京:中国标准出版社,2006.

[3] 胡红美,郭远明,孙秀梅,等. 离子选择电极法测定生活饮用水中氟化物[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2013,3(3):13-16.

[4] 杨笑,杨毅华,陈波. 离子色谱法同时测定饮用水中溴酸盐、亚氯酸盐、氯酸盐、亚硝酸盐氮、磷酸盐含量[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*),2015,5(3):20-23.

[5] 赵海霞. 离子色谱法测定饮用水中 9 种常见阴离子[J]. 现代医疗与仪器(*Modern Instruments and Medical Treatment*),2013,19(5):66-68.

[6] 戚荣平,邱晓风,孟琪,等. 离子色谱法测定水中消毒副产物[J]. 中国卫生检验杂志(*Chinese Journal of Health Laboratory Technology*),2012,22(8):1785-1787.