

## 解决方案 | 离子排斥色谱法分析饮用矿泉水中总的碳酸盐

### 引言

传统检测碳酸盐的方法为滴定法和电位滴定法，但是这些方法对样品的需求量比较大，一般一次测定最少需要 50mL 左右，而且滴定终点不易准确判断，实际操作中存在一定困难。

本实验利用阳离子交换分离柱对弱酸阴离子具有离子排斥作用这一特性，以稀盐酸为淋洗液，抑制型电导检测，直接进样快速测定饮用矿泉水中的碳酸盐，并获得满意的结果。

### 实验部分

#### 仪器与试剂

IC-2800 离子色谱仪（配电导检测器）；

盐酸，化学纯；

碳酸氢钠，优级纯；

去离子水（ $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ）。

#### 色谱条件

色谱柱：EW-CS01 阳离子交换分离柱

保护柱：

淋洗液：0.1mmol/L 盐酸；

流速：1.0mL/min；

抑制器电流：5.4mA；

检测器温度：30℃；

柱温：室温；

进样量：20 $\mu\text{L}$ 。

## 样品处理

市售的矿泉水样品过滤后直接进行检测。

## 实验结果

### 色谱柱的选择

本文选用容量较低亲水性较强的 EW-CS01 (北京东西分析仪器公司) 阳离子交换分离柱, 该柱常用于样品溶液中碱金属和碱土金属阳离子的分离, 常用的淋洗液为甲基磺酸。本方法中, 用稀盐酸作淋洗液, 色谱柱填料中的磺酸基处于解离状态而带有负电荷, 因此具有一定的阴离子排斥作用, 我们可以利用这一作用对样品溶液中的某些弱酸阴离子进行排斥分离。

### 淋洗液的选择

当淋洗液中  $H^+$  浓度较高时 ( $PH < 5$ ), 样品溶液中的阳离子和氢离子对固定相都具有较强的亲和性, 被测溶液中的阳离子通过  $H^+$  浓度升高而被逐渐洗脱。需要注意的是, 重碳酸盐在此 PH 条件下主要以  $H_2CO_3$  的形式存在, 其可以通过 Donnan 膜与固定相作用, 在固定相上具有较强的保留。

另外, 使用稀盐酸 ( $0.1\text{mmol/L}$ ) 作淋洗液时, 样品溶液中的  $CO_3^{2-}$  转化为  $HCO_3^-$  的形式, 进而以  $H_2CO_3$  的形式被保留。同时, 以加标的方法向重碳酸根标准溶液中添加等量的碳酸根, 得到的结果是重碳酸根的峰面积加倍, 进一步证明  $CO_3^{2-}$  确以  $H_2CO_3$  的形式被保留, 因此, 本方法的检测结果是样品溶液中重碳酸根 ( $HCO_3^-$ ) 和碳酸根 ( $CO_3^{2-}$ ) 的总和。

### 线性范围、精密度和最小检出浓度

在选定的色谱条件下,  $122\text{mg/L}$  重碳酸盐连续 10 次进样, 重碳酸根离子的保留时间、峰面积和峰高的相对标准偏差分别为 0.78%、0.43% 和 1.2%, 表明重现性良好。以

6.1—976mg/L 之间 7 个浓度的标准溶液绘制标准曲线，线性良好，线性方程为  $y=2474.45x+0.00$  ( $r=0.99999$ )，其中  $y$  为峰面积 ( $\mu V \cdot S$ )， $x$  为质量浓度 (mg/L)。

该条件下，基线平稳，按 3 倍信噪比计算，得到重碳酸根的最小检出浓度为 0.86mg/L。

### 样品测试结果及回收率实验

为考察本方法的可靠性，采用标准加入法进行了回收率实验，其结果列于表 1。在选定的色谱条件下，对 4 种市售饮用矿泉水样品进行分析，结果见表 1。图 1 为重碳酸根标准曲线，图 2 为 4 种市售饮用矿泉水的色谱图。

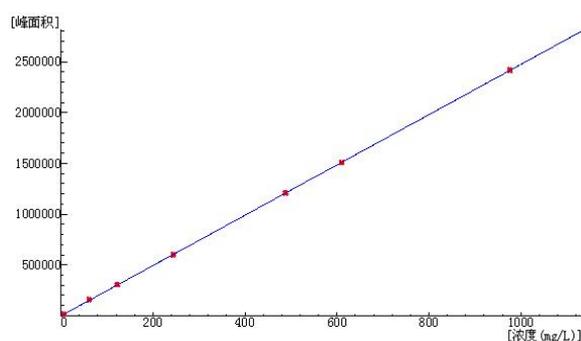


图 1 重碳酸根标准曲线

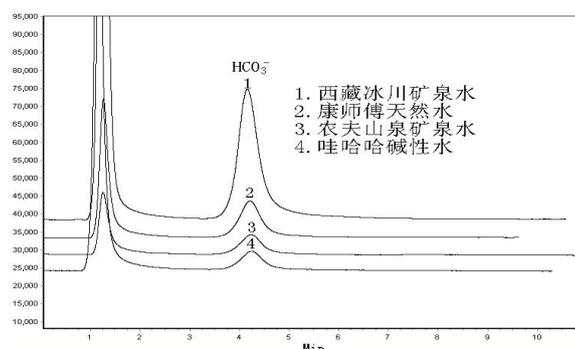


图 2 4 种市售矿泉水的碳酸盐色谱图

表 1 样品测试结果及回收率

样品	本底值 (mg/L)	添加值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
哇哈哈碱性水	93.4	30.5	123.6	99.1
农夫山泉矿泉水	96.2	61	158.2	101.6
康师傅矿泉水	164.8	122	291.1	103.5
西藏冰川矿泉水	612.2	305	922.4	101.7

### 实验总结

采用阳离子分离柱，抑制型电导检测，以重碳酸盐为标准，对 mg/L 级的总碳酸盐进行分离和检测的方法，选择性好，操作简单，适用性广，节省时间，对四种市售矿泉水进行直接进样分析，结果表明，此方法可以用于饮用矿泉水中总碳酸盐的检测。