

解决方案 | 《GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准》 生活饮用水中十种阴离子的检测

前言

水是人类赖以生存和日常不可或缺的资源，被称为“生命之源”。人们食物有多元化，只有水是不可代替的。我们每天都要接触到水，打开水龙头，水哗啦啦地流出，看起来十分清澈干净，但是，实际上真的很干净吗？据世界卫生组织（WHO）调查，全世界 80% 的疾病都与饮用水水质不良有关！2022 年 3 月 15 日发布的《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2022)对水的质量提出了明确的要求。



近年来，离子色谱法在水质检测领域大放异彩，已广泛地应用于饮用水、地表水、工业废水、生活用水和海水等样品的分析。采用离子色谱法能同时测定多种离子，具有灵敏度高、准确、快速的特点。本文根据 GB/T 5750.10-2023（生活饮用水标准检验方法 第 10 部分：消毒副产物指标）的方法，经过检测条件的优化，建立了 IC-2800 离子色谱仪测定生活饮用水中的十种阴离子的方法（氟化物、氯化物、硝酸盐、硫酸盐、氯酸盐、亚氯酸盐、高氯酸盐、溴酸盐、二氯乙酸和三氯乙酸）。该方法重复性好，准确度高，可供相关人员参考。



IC-2800 离子色谱仪

仪器与试剂

IC-2800 离子色谱；

EG-100 淋洗液发生器；

二氯乙酸（DCAA）：1000mg/L 的二氯乙酸标准储备液；

三氯乙酸（TCAA）：1000mg/L 的三氯乙酸标准储备液；

氟化物（F⁻）：1000mg/L 的氟离子标准储备液；

氯化物（Cl⁻）：1000mg/L 的氯离子标准储备液；

硝酸盐（NO₃⁻）：1000mg/L 的硝酸盐标准储备液；

硫酸盐（SO₄²⁻）：1000mg/L 的硫酸盐标准储备液；

氯酸盐（ClO₃⁻）：1000mg/L 的氯酸盐标准储备液；

亚氯酸盐（ClO₂⁻）：1000mg/L 的亚氯酸盐标准储备液；

高氯酸盐（ClO₄⁻）：1000mg/L 的高氯酸盐标准储备液；

溴酸盐（Br⁻）：1000mg/L 的溴酸盐标准储备液。

实验条件

色谱柱：EW-AP-1（4.0×250）；

保护柱：EW-GP-2（4.0×50）；

淋洗液：KOH 梯度洗脱；

淋洗液流速：0.7 ml/min；

抑制器电流：50mA；

进样量：500 μL

样品处理

样品经针式微孔滤膜过滤器（0.22 μm）过滤后直接进样测定。

实验结果

标准色谱图

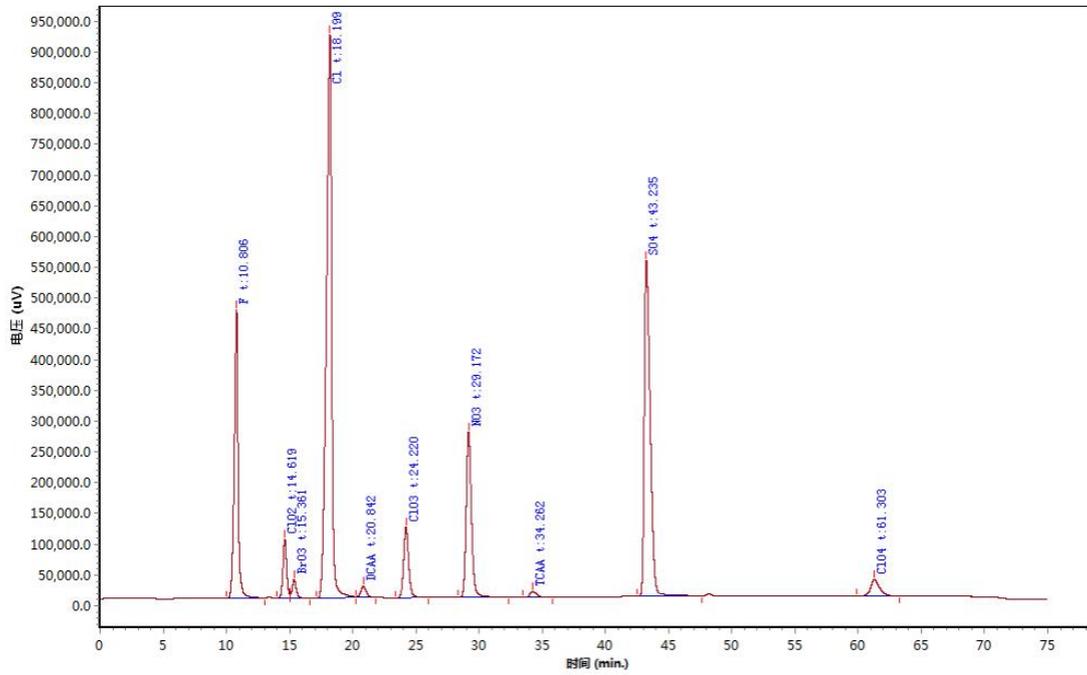


图 1 标准溶液谱图

标准曲线

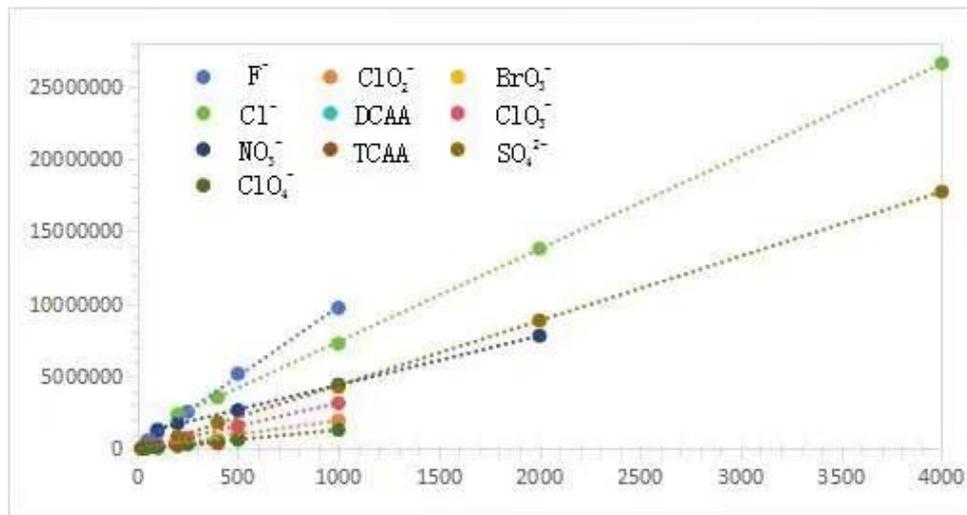


图 2 标准曲线

表 1 标准曲线及相关系数

离子	相关系数	曲线方程
F ⁻	0.999538	$y = 9634.12 * x + 153998$
ClO ₂ ⁻	0.999946	$y = 1957.22 * x - 11812.2$
BrO ₃ ⁻	0.999971	$y = 1662.2 * x - 10820.8$
Cl ⁻	0.999958	$y = 6388.66 * x + 986091$
DCAA	0.999298	$y = 1337.88 * x - 14243.4$
ClO ₃ ⁻	0.999954	$y = 3169.91 * x - 24808.1$
NO ₃ ⁻	0.999833	$y = 3390.52 * x + 998863$
TCAA	0.999745	$y = 949.941 * x - 8018.56$
SO ₄ ²⁻	0.999947	$y = 4444.26 * x - 67223.7$
ClO ₄ ⁻	0.999316	$y = 1322.67 * x - 32411.3$

精密度

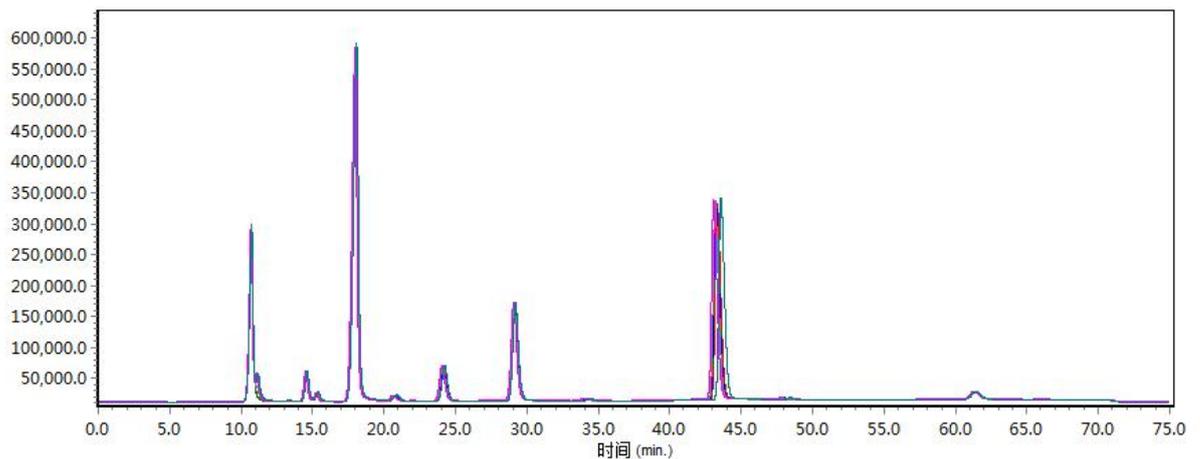


图 3 谱图叠加

表 2 重复性及峰面积

离子	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	RSD%
F ⁻	5164464.91	5189764.89	5018724.27	5048643.58	4908489.27	4987463.07	2.122
ClO ₂ ⁻	907271.83	904012.45	974722.06	977134.32	964149.55	978879.38	3.737
BrO ₃ ⁻	320542.23	321199.87	315195.14	317032.62	319188.70	323267.57	0.916
Cl ⁻	14245544.42	14281234.21	14029780.27	14077713.99	14333873.71	14728598.27	1.74
DCAA	213850.96	211295.23	242620.97	243678.57	228393.18	223385.39	6.087
ClO ₃ ⁻	1579771.09	1584835.17	1559410.67	1568406.41	1561950.61	1596877.47	0.922
NO ₃ ⁻	4445091.52	4470062.92	4432704.53	4442798.67	4507661.57	4596068.34	1.38
TCAA	176469.28	177429.92	175797.00	169998.75	172828.68	182549.77	2.428
SO ₄ ²⁻	8868349.88	8853507.14	8837599.03	8875505.96	8924391.75	9082433.78	1.02
ClO ₄ ⁻	602902.27	609765.42	614148.53	612142.50	589680.83	587473.09	1.923

准确度

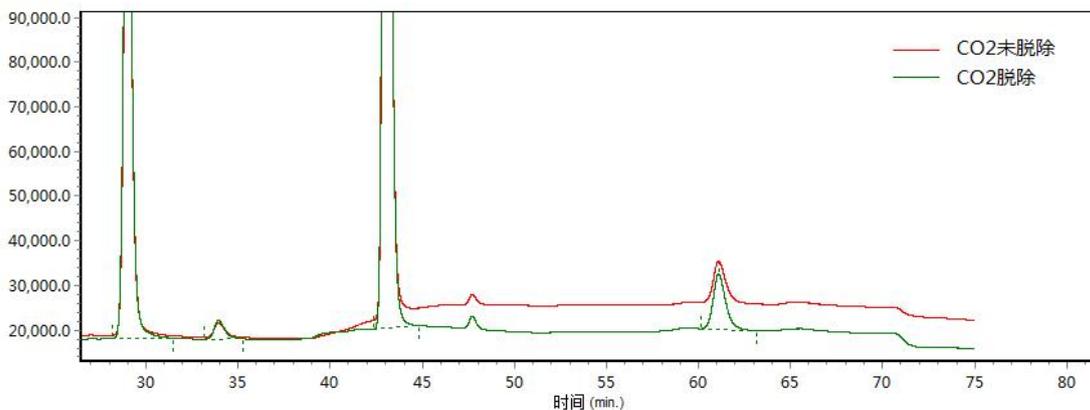
表 3 回收率

	F ⁻	ClO ₂ ⁻	BrO ₃ ⁻	Cl ⁻	DCAA	ClO ₃ ⁻	NO ₃ ⁻	TCAA	SO ₄ ²⁻	ClO ₄ ⁻
自来水浓度 (ppb)	255.86	0	0	898.88	0	102.27	91.31	10.31	1815.91	27.86
加标浓度(ppb)	1000	1000	400	200	400	1000	100	400	200	1000
测定值(ppb)	1237.22	969.64	406.73	1089.49	320.61	1112.26	185.91	414.83	2008.89	1100.27
加标回收率/%	98.14	96.96	101.68	95.31	80.15	101.00	94.60	101.13	96.49	107.24

表 4 检测限

离子	浓度(ppb)	峰高	检测限(ppb)
F ⁻	50	36028.10	0.12
ClO ₂ ⁻	50	4463.40	0.94
BrO ₃ ⁻	20	1277.20	1.32
Cl ⁻	200	103559.20	0.16
DCAA	20	818.30	2.05
ClO ₃ ⁻	50	5332.70	0.79
NO ₃ ⁻	100	45780.70	0.18
TCAA	20	411.70	4.08
SO ₄ ²⁻	200	34186.80	0.49
ClO ₄ ⁻	50	1248.20	3.36

二氧化碳脱除装置



结 论

本文参考 GB/T 5750.10-2023 标准建立离子色谱法测定生活饮用水中的十种离子：氟化物、氯化物、硝酸盐、硫酸盐、氯酸盐、亚氯酸盐、高氯酸盐、溴酸盐、二氯乙酸和三氯乙酸。实验过程中，标准曲线可以十种离子同时测定，但在实际样品测试时，需要注意，因为一般水质中氯离子、硝酸根和硫酸根离子含量很高，为了防止色谱柱过载及色谱峰平头，需要稀释进样。本文实验表明，该方法操作简单、线性及重复性良好，测试结果准确，可以满足生活饮用水中消毒副产物及常见离子的测定需求，供相关人员参考。