

饮用水中碘化物、高氯酸盐的测定

1. 引言

水是生命之源，人体的70%由水分构成。为了保证正常的生理代谢，人每天必须适量饮水。然而科学研究证明人类所患疾病的80%是由饮水不当引起的。更甚者随着工业的发展水的污染越来越严重，健康洁净的饮用水越来越受到青睐。

碘是人类所必需的微量元素，碘的摄入对人类健康是非常重要的。然而碘的缺少和过量都会对身体产生一定的危害。例如当饮用水中的碘含量在0.02 ppm到0.05 ppm时对人体有益，大于0.05 ppm时则会引发碘中毒。HJ778-2015提供了饮用水中碘化物的检测离子色谱法。

高氯酸盐是一种甲状腺毒素，它会干扰碘的吸收，阻碍甲状腺产生，影响胎儿、儿童脑部的发育，甚至造成脑部的损伤。随着检测技术的发展。其在世界范围内的水体中陆续检出。牛奶、瓶装饮料、土壤、植物中检出高氯酸盐也随之出现。碘和其它常规阴离子对高氯酸盐的检测不产生干扰，我们介绍了离子色谱法检测水中的高氯酸盐

2. 实验

2.1 仪器和设备

离子色谱仪（IC1820,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
万分之一分析天平（AE224,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
超声波清洗仪
常规的实验室仪器

2.2 试剂

碳酸钠（优级纯）、碳酸氢钠（优级纯）、碘的标准液（1000 ppm）
高氯酸钠（优级纯）、超纯水（电阻率 $\geq 18.25 \text{ M}\Omega$ ）

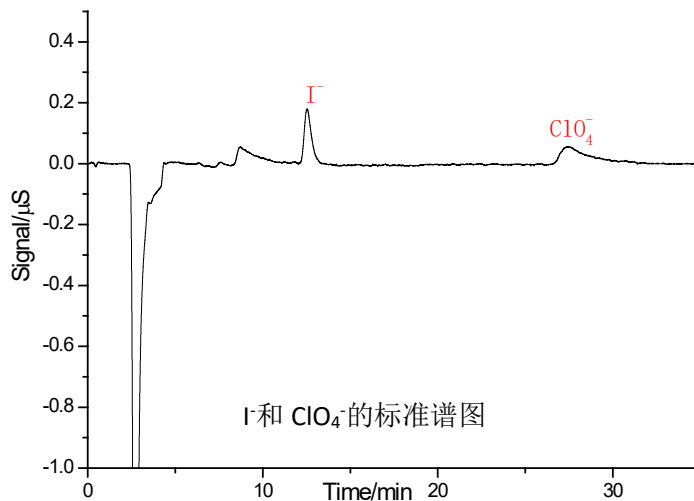
2.3 离子色谱测定条件

色谱柱：阴离子色谱柱，Shodex IC SI-90 4E
流动相：3.6 mM Na_2CO_3 + 1.8 mM NaHCO_3 aq.
流速：1.0 mL/min
检测器：抑制型电导检测器（温度，40 $^\circ\text{C}$ ）
抑制器电流：60 mA
柱温：25 $^\circ\text{C}$
进样量：25 μL （可根据离子含量改变）

2.4 样品预处理

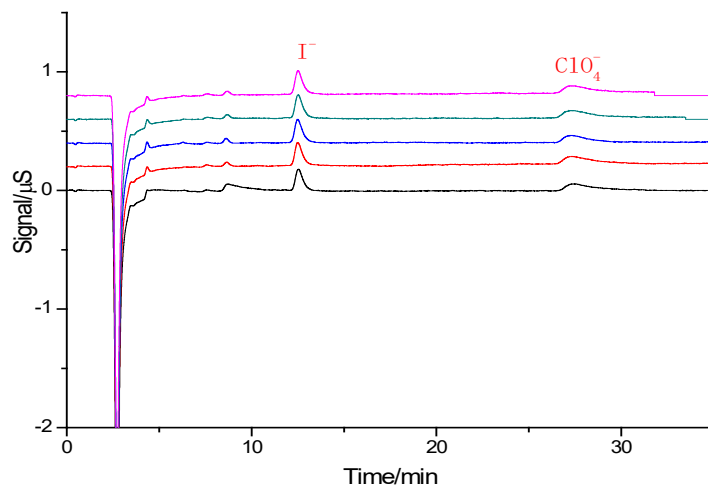
水样过 0.22 μm 的一次性针头过滤器，然后直接离子色谱测定，如果样品中重金属、有机物含量过多的话，样品还需过 H 柱和 C18 小柱。

2.5 样品谱图



2.6 稳定性

0.5 ppm 的 I⁻ 和 0.5 ppm ClO₄⁻ 连续进样 5 次测定峰面积和保留时间的重复性，结果如下图。

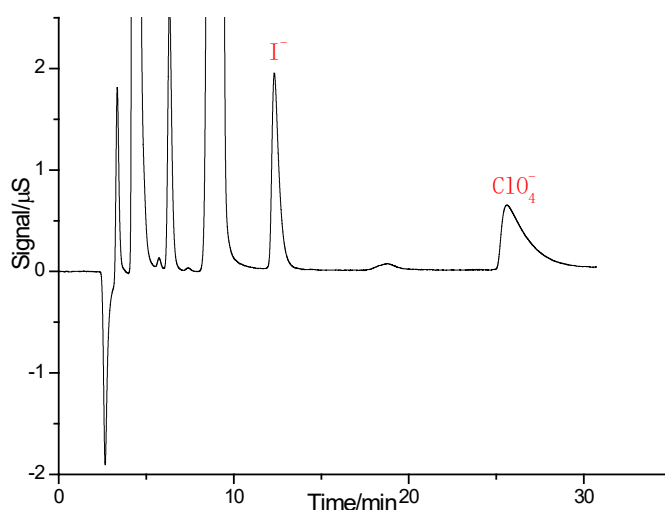


| 碘化物 | 保留时间 (min) | 峰面积 (μS.s) | 高氯酸根 | 保留时间(min) | 峰面积 (μS.s) |
|------|------------|------------|------|-----------|------------|
| 1 | 12.546 | 5.263 | 1 | 27.426 | 5.700 |
| 2 | 12.506 | 5.567 | 2 | 27.337 | 5.508 |
| 3 | 12.512 | 5.402 | 3 | 27.408 | 5.754 |
| 4 | 12.518 | 5.513 | 4 | 27.410 | 5.504 |
| 5 | 12.524 | 5.620 | 5 | 27.302 | 5.699 |
| RSD% | 0.12 | 2.60 | RSD% | 0.20 | 2.10 |

上述列表为连续进样五次测得的保留时间和峰面积的相对标准偏差 (RSD), 由结果可知此方法保留时间和峰面积都有良好的重复性。

2.7 实际样品的分析

我们采集了实验室的自来水进行分析, 并进行了加标实验。自来水中未检出碘化物和高氯酸根。下图为自来水的加标谱图



自来水中碘化物加标回收率

| 序号 | 样品本底 (mg/L) | 加标量 (mg/L) | 测得量 (mg/L) | 回收率 (%) |
|----|-------------|------------|------------|---------|
| 1 | 0 | 0.2 | 0.187 | 93.5 |
| 2 | 0 | 0.5 | 0.465 | 93.0 |
| 3 | 0 | 1.0 | 0.936 | 93.6 |

自来水中高氯酸根加标回收率

| 序号 | 样品本底 (mg/L) | 加标量 (mg/L) | 测得量 (mg/L) | 回收率 (%) |
|----|-------------|------------|------------|---------|
| 1 | 0 | 0.2 | 0.191 | 95.5 |
| 2 | 0 | 0.5 | 0.458 | 91.6 |
| 3 | 0 | 1.0 | 0.924 | 92.4 |

3.结论

采用 Shodex IC SI-90 4E 的色谱柱，碳酸盐体系的淋洗液，抑制型电导检测器，离子色谱法完全可以检测饮用水中的碘化物以及高氯酸盐。且重复性好、加标回收率高。而且此方法中各阴离子不互相干扰，可达到同时检测几种阴离子的目的。

注：Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标