

离子色谱法测定矿泉水中溴酸盐含量

市场中心

青岛盛瀚色谱技术有限公司

关键词：溴酸盐、矿泉水、电导检测、离子色谱

Keywords : Bromate、Mineral water、Conductivity detection、Ion chromatography

目的：采用离子色谱抑制电导检测方式，建立一种氢氧根体系下简单、准确检测矿泉水中溴酸盐含量的方法。

引言

矿泉水是指从地下深处自然涌出的或经钻井采集的、含有一定量的矿物质、微量元素或其他成分，在一定区域未受污染并采取预防措施防止污染的水。^[1]国家标准中规定的八项界限指标包括锂、锶、锌、硒、碘化物、偏硅酸、游离二氧化碳和溶解性总固体，矿泉水中必须有一项或一项以上达到界限指标的要求。

自然界的水中并不含溴酸盐，是包装水在加工过程中产生的。臭氧作为包装水在封装时有效的杀菌、抑菌手段，产品中含有一定浓度的臭氧对微生物指标有好处。溴酸盐是自然界水中溴离子被臭氧逐步氧化形成的衍生物。溴酸盐的浓度主要取决于水中的溴离子浓度、臭氧浓度以及臭氧与水接触时间等 3 个主要方面。

离子色谱法是一种测定无机阴离子的首选方法，国标方法 GB 8538-2016 中更将离子色谱法作为检测溴酸根 (BrO_3^-) 的唯一方法。本方法采用阴离子交换色谱柱——SH-AC-10，建立一种检测矿泉水中溴酸盐含量的方法。使用氢氧根体系淋洗液，在选定的检测条件下，检测数据具有良好的重现性。方法中溴酸根的检出限为 $5\mu\text{g/L}$ ，满足样品分析需求。



仪器

青岛盛瀚 CIC-D120 离子色谱系统，配备：

- 高压低脉冲双柱塞输液泵
- 数控电磁进样阀
- 自再生电解微膜抑制器
- 控温双极电导检测器



图 1 青岛盛瀚 CIC-D120 离子色谱

耗材

一次性使用无菌注射器，1mL

前处理柱-Ag 柱、H 柱

0.22 μ m 滤膜

试剂与标准品

超纯水：电阻率大于 18.2M Ω ·cm

100mg/L 溴酸根标准储备液

氢氧化钠：优级纯

标准溶液的制备

取适量的溴酸根 (BrO_3^-) 标准储备液，加超纯水稀释为 5 μ g/L 的标准工作溶液。

样品前处理

水样经 Ag 柱、H 柱和 0.22 μ m 滤膜过滤，备用。

实验条件

分析柱：SH-AC-10

淋洗液：10.0 mM NaOH

流速：1.0mL/min

进样体积：500 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

检测：抑制电导检测（自再生阴离子抑制器）

柱压：5.0MPa

结果与讨论

SH-AC-10 阴离子交换柱可以有效分离溴酸根 (BrO_3^-)，使用氢氧根体系淋洗液以及大进样体积进样可以准确测定复杂基体样品中低含量的无机阴离子。本实验采用等度淋洗的方式，如图 2 所示，样品中的溴酸根 (BrO_3^-) 能够与其他无机阴离子有效分离，为矿泉水中检测溴酸根 (BrO_3^-) 打下坚实基础。

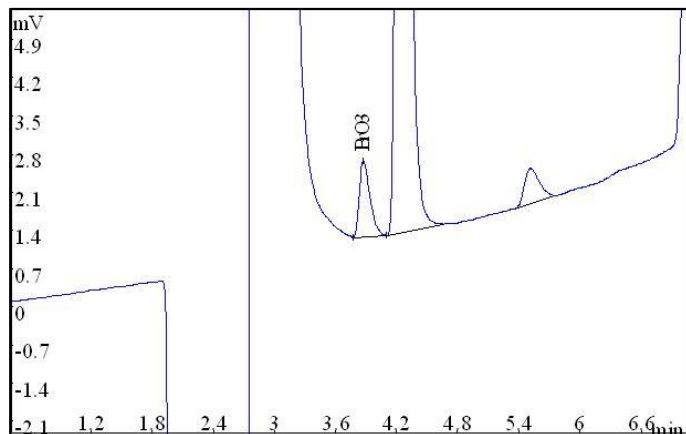


图 2 溴酸根 (BrO_3^-) 标准溶液离子色谱图

方法的重现性

为考察方法的重现性，连续进样 7 次浓度均为 5 μ g/L 的溴酸根 (BrO_3^-) 标准溶液，测得被测离子的保留时间 (t_R) 和色谱峰面积 (S) 的相对标准偏差 (RSD)，结果如表 1 所示。

表 1 溴酸根 (BrO_3^-) 保留时间和色谱峰面积的相对标准偏差

被测离子	t_R RSD (%)	S RSD (%)
BrO_3^-	0.11	2.24

方法线性范围及检出限

依次进样溴酸根 (BrO_3^-) 标准工作溶液，以溴酸根 (BrO_3^-) 浓度 (c , μ g/L) 为横坐标，以色谱峰面积 (S , μ S·min) 为纵坐标，绘制标准工作曲线，考察线性范围，如图 3 所示，结果见表 2。

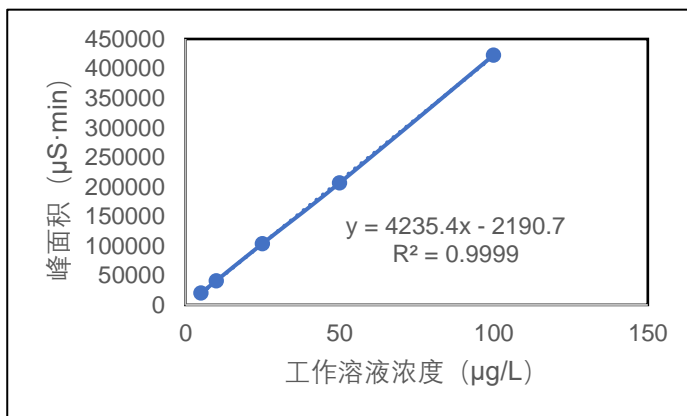


图 3 溴酸根 (BrO_3^-) 标准工作曲线

表 2 溴酸根 (BrO_3^-) 的标准工作曲线、线性范围

离子	线性方程	相关系数 (R^2)	线性范围 ($\mu\text{g/L}$)
BrO_3^-	$S=4235.4c-2190.7$	99.99	5-100

结论

本文采用离子色谱法配备抑制电导检测器，简单、准确的测定矿泉水中的溴酸根 (BrO_3^-)。方法操作简单，重复性强，线性范围宽、且重现性好，适合矿泉水样品中溴酸根 (BrO_3^-) 的分析。

参考文献

1.GB8538-2016 食品安全国家标准 饮用天然矿泉水检验方法。