

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 778-2015

水质 碘化物的测定 离子色谱法

Water quality-Determination of iodide-Ion chromatography

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2015-12-04 发布

2016-01-01 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算与表示.....	3
10 精密度和准确度.....	4
11 质量保证和质量控制.....	4
附录 A（资料性附录）碳酸盐淋洗液体系参考条件.....	6

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中碘化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水和地下水中碘化物的离子色谱法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：湖南省环境监测中心站。

本标准的验证单位：长沙市环境监测中心站，株洲市环境监测中心站，衡阳市环境监测站，四川省环境监测总站，邵阳市环境监测站，岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心。

本标准环境保护部 2015 年 12 月 4 日批准。

本标准自 2016 年 1 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 碘化物的测定 离子色谱法

1 适用范围

本标准规定了测定水中碘化物的离子色谱法。

本标准适用于地表水和地下水中碘化物的测定。

当进样体积为 250 μl 时，本方法的检出限为 0.002 mg/L，测定下限为 0.008 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 方法原理

样品随淋洗液进入阴离子分离柱，分离出碘离子 (I^-)，用电导检测器检测。根据碘离子保留时间定性，外标法定量。

4 干扰和消除

常见阴离子如 F^- ， Cl^- ， NO_2^- ， NO_3^- ， PO_4^{3-} ， SO_4^{2-} 等对碘化物的测定没有干扰；某些金属离子如 Ag^+ ， Fe^{3+} ， Cu^{2+} ， Zn^{2+} 等可能会影响碘化物的测定，可采用阳离子交换柱 (Na型或H型) 去除干扰物质；样品中含有表面活性剂、油脂、色素等大分子有机物时，可选择C18或RP固相萃取柱去除有机物。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂。实验用水为无碘化物高纯水，电导率值小于 1.0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ，并经过 0.45 μm 水系微孔滤膜 (5.10) 过滤。

5.1 碘化钾 (KI)：优级纯，临用前在 110 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重。

5.2 氢氧化钾 (KOH)：优级纯。

5.3 氢氧化钠 (NaOH)：优级纯。

5.4 碘化物标准贮备液： $\rho(\text{I}^-) = 1000 \text{ mg/L}$

称取 1.3080 g 碘化钾 (5.1)，用水溶解并定容至 1000 ml；于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏、避光可保存一年。或使用市售有证标准溶液。

5.5 碘化物标准中间液： $\rho(\text{I}^-) = 100 \text{ mg/L}$

移取 10.00 ml 碘化物标准贮备液 (5.4)，用水稀释定容至 100 ml，临用现配。

5.6 碘化物标准使用液： $\rho(\text{I}^-) = 10 \text{ mg/L}$

移取 10.00 ml 碘化物标准中间液 (5.5)，用水稀释定容至 100 ml，临用现配。

5.7 氢氧化钾溶液： $c(\text{KOH}) = 40 \text{ mmol/L}$

称取 2.24 g 氢氧化钾 (5.2)，用水溶解并定容至 1000 ml，混匀，贮存于聚乙烯瓶中备用。

5.8 氢氧化钠饱和溶液：在室温下，取适量氢氧化钠固体（5.3）溶解于 100 ml 水中，搅拌使其溶解，再继续加入氢氧化钠固体（5.3），搅拌，直至有固体析出不再继续溶解为止。静置，取澄清溶液，备用。

5.9 载气：高纯氮气（ $\geq 99.99\%$ ）。

5.10 水系微孔滤膜：0.45 μm 。

6 仪器和设备

6.1 离子色谱仪（具电导检测器）。

6.2 色谱柱：阴离子分离柱（聚二乙烯基苯/乙基乙烯苯基质、具有烷醇季铵功能团、亲水性、高容量色谱柱）和阴离子保护柱。

6.3 连续自再生的阴离子膜抑制器或同等性能抑制器。

6.4 一次性注射器：5 ml。

6.5 微孔滤膜过滤器：装有 0.45 μm 水系微孔滤膜（5.10）。

6.6 聚乙烯瓶或棕色玻璃瓶：500 ml。

6.7 预处理柱：阳离子交换柱（Na 型或 H 型）、固相萃取柱（C18 或 RP）。

6.8 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集与保存

样品的采集按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行。水样采集后立即置于聚乙烯瓶或棕色玻璃瓶（6.6）中，加入氢氧化钠饱和溶液（5.8）调节 pH 约为 12，尽快分析。如不能及时分析，应于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏、避光保存，并于 24 h 内完成测定。

7.2 试样的制备

采集后的样品（7.1）经 0.45 μm 水系微孔滤膜（5.10）过滤，弃去初滤液 10 ml，收集后续滤液待测。

注1：对于未知浓度的样品，可先将试样（7.2）稀释 100 倍进样分析，再根据测定结果选择适当的稀释倍数重新进样分析。

注2：对于可能存在干扰的样品，应进行预处理。可选择 Na 型或 H 型阳离子交换柱（6.7）去除金属离子干扰，选择 C18 或 RP 固相萃取柱（6.7）去除高含量有机物。具体操作为用 5 ml 注射器（6.4）抽取试样（7.2），共需抽取 15 ml，在注射器（6.4）前端套上预处理柱（6.7），将试样（7.2）轻推过柱。此过程应弃去初始滤液 3 ml，收集后续过柱滤液，待测。

8 分析步骤

8.1 色谱分析参考条件

根据仪器说明书设定仪器。色谱条件根据色谱柱选择。采用氢氧化钾淋洗液体系等度洗脱参考条件如下：淋洗液为 40 mmol/L 的氢氧化钾溶液（5.7），流速为 1.00 ml/min，抑制器电流为 99 mA，检测器温度 30 $^{\circ}\text{C}$ ，进样体积可根据样品浓度的高低选择 50 μl ~ 250 μl 。

注3：若采用以烷醇基为填料的色谱柱，也可用碳酸盐淋洗液体系分离、测定碘化物，其色谱分析参考

条件详见附录A。

注4：应在淋洗液使用前进行脱气处理，避免气泡进入离子色谱系统。

8.2 标准曲线的绘制

分别准确吸取 0.00 ml、0.10 ml、0.20 ml、0.50 ml、1.00 ml、5.00 ml、10.00 ml 碘化物标准使用液（5.6）置于一组 100 ml 容量瓶中，用水稀释至标线并混匀。标准系列中碘化物的浓度分别为：0.000 mg/L，0.010 mg/L，0.020 mg/L，0.050 mg/L，0.100 mg/L，0.500 mg/L，1.00 mg/L。以碘化物浓度为横坐标，以其对应的峰高或峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。碘离子参考色谱图见图 1。

8.3 测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件和步骤进行试样的测定，记录色谱峰的保留时间、峰面积或峰高。

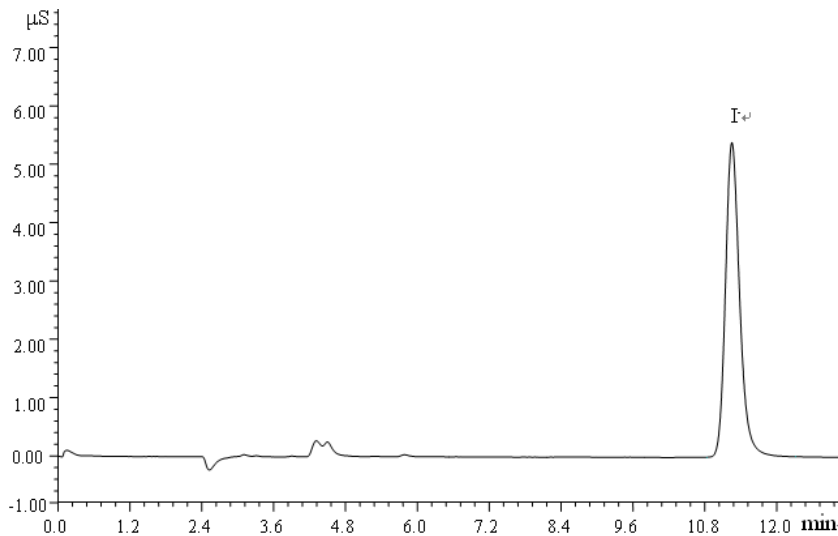


图 1 碘离子色谱图

8.4 空白试验

在分析试样的同时，应做空白试验。用实验用水代替样品，按与样品的保存（7.1）、试样制备（7.2）和测定（8.3）相同的步骤进行分析。

9 结果计算与表示

9.1 定性结果

根据色谱图中碘离子的保留时间确定被测试样中的待测组分。

9.2 定量结果

9.2.1 结果计算

水样中碘化物的浓度 ρ (mg/L)，按照公式（1）进行计算。

$$\rho = \frac{h - h_0 - a}{b} \times f \quad (1)$$

式中：

ρ ——水样中碘化物的浓度，mg/L；

- h ——试样的峰面积（或峰高）；
 h_0 ——空白试样的峰面积（或峰高）；
 b ——回归方程的斜率；
 a ——回归方程的截距；
 f ——试样的稀释倍数。

9.2.2 结果表示

当样品含量小于 1 mg/L 时，结果保留小数点后三位；当样品含量大于或等于 1 mg/L 时，结果保留三位有效数字。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室对碘化物浓度为 0.010 mg/L，0.100 mg/L 和 1.00 mg/L 的标准溶液进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为：3.1%~4.6%，0.7%~3.6%和 0.4%~1.6%；实验室间相对标准偏差分别为：4.5%，4.0%和 2.0%；重复性限 r 分别为：0.001 mg/L，0.005 mg/L 和 0.025 mg/L；再现性限 R 分别为：0.002 mg/L，0.014 mg/L 和 0.060 mg/L。

六家实验室分别对 3 种不同类型的实际样品加标样（每种实际样品加标量分别为 0.050 mg/L，0.100 mg/L 和 1.00 mg/L）进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为：0.6%~5.5%，0.3%~3.1%和 0.6%~6.0%；实验室间相对标准偏差分别为：4.0%~5.2%，4.2%~6.2%和 0.8%~1.0%；重复性限 r 分别为：0.003 mg/L~0.004 mg/L，0.003 mg/L~0.005 mg/L 和 0.058 mg/L~0.115 mg/L；再现性限 R 分别为：0.006 mg/L~0.008 mg/L，0.014 mg/L~0.020 mg/L 和 0.060 mg/L~0.122 mg/L。

10.2 准确度

六家实验室分别对 3 种不同类型的实际样品进行了 6 次加标回收率重复测定，加标浓度分别为 0.050 mg/L，0.100 mg/L 及 1.00 mg/L。加标回收率范围分别为：87.7%~102%，87.1%~100%，92.3%~103%；加标回收率最终值分别为：94.6%±10.0%~99.1%±1.4%，91.5%±11.4%~98.8%±1.8%，95.9%±8.0%~102%±2.0%。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批试剂做一次试剂空白试验，试剂空白试验结果应低于方法检出限。每分析一批（≤20 个）样品至少做一个全程序空白试验，空白试验结果应低于方法检出限。否则应查明原因，重新分析直至合格之后才能测定样品。

11.2 校准

标准曲线的相关系数应大于或等于 0.999。

每分析一批（≤20 个）样品，应分析一个标准曲线中间点浓度的标准溶液，其测定结果与标准曲线该点浓度之间的相对误差应≤10%。否则，应重新绘制标准曲线。

11.3 平行样测定

每批样品应至少测定 10%的平行样品，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双

样。平行双样测定结果的相对偏差应在 10%以内。

11.4 样品加标回收实验

每批样品 (≤ 20 个) 至少做一个加标回收率测定, 样品加标回收率应在 80%~120%之间。

附录 A

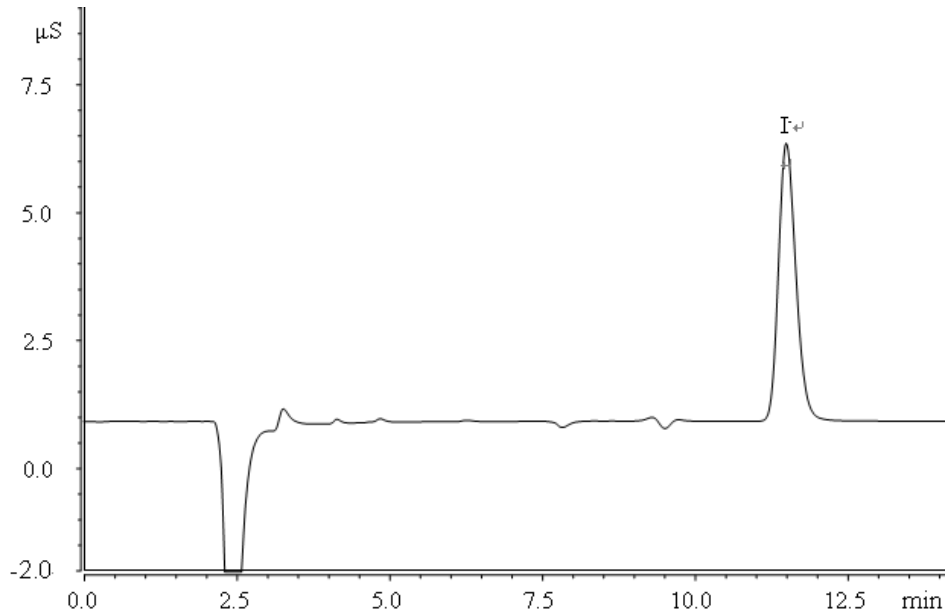
(资料性附录)

碳酸盐淋洗液体系参考条件

碳酸盐淋洗液体系也可用于碘化物分析，但与之配套的色谱柱的性能应满足要求。采用以烷醇基为填料的色谱柱，可用碳酸盐淋洗液体系分离、测定碘化物。参考色谱条件如下：

色谱柱为阴离子分离柱（聚二乙烯基苯/乙基乙烯苯基质、具有烷基和烷醇季铵功能团）和阴离子保护柱；检测器类型为电导检测器；检测器温度 30 °C；淋洗液/流动相组成为碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液，其中，碳酸钠浓度为 4.5 mmol/L，碳酸氢钠浓度为 1.4 mmol/L；流速为 1.2 ml/min；抑制器电流为 31 mA；进样体积可根据样品浓度的高低选择 50 μ l ~ 250 μ l。

碘化物分析参考色谱图如下：



附图 A.1 碘离子色谱图