

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.1~0064.80—93

地下水水质检验方法

1993-02-27 发布

1993-10-01 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

地下水水质检验方法

DZ/T 0064.51-93

离子色谱法测定氯离子、
氟离子、溴离子、硝酸根和硫酸根

1 主题内容与适用范围

本标准规定了离子色谱法测定氯离子、氟离子、溴离子、硝酸根和硫酸根的方法。

本标准适用于地下水中氯离子、氟离子、溴离子、硝酸根和硫酸根的测定。进样 $100\mu\text{L}$ 时,本方法的最低检测浓度(mol/L)为 $\text{Cl}^-0.1$ 、 $\text{SO}_4^{2-}0.2$ 、 $\text{NO}_3^-0.02$ 、 $\text{F}^-0.006$ 、 $\text{Br}^-0.03$ 。检测上限(mg/L)为 $\text{Cl}^-12.0$ 、 $\text{SO}_4^{2-}12.0$ 、 $\text{NO}_3^-10.0$ 、 $\text{F}^-1.0$ 、 $\text{Br}^-1.6$ 。

2 方法提要

水样注入仪器后,在淋洗液的携带下,流经填充了低容量阴离子交换树脂的分离柱。由于待测离子的离子半径大小、电荷多少和其它性质的不同,它们对阴离子交换树脂的亲合力各异,故在淋洗液和交换树脂之间的分配系数也不相同。在分离柱中,经过多次洗脱与交换后,按 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 的顺序依次被分离开来,然后流过阴离子抑制柱以降低溶液的背景电导,最后通过电导检测器,依次对它们进行测量。从同样条件下绘制的标准曲线上,即可求出水样中 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 的含量。

3 仪器

3.1 离子色谱仪。

3.2 双笔记录仪。

3.3 仪器工作条件。

3.3.1 阴离子保护柱。

3.3.2 阴离子分离柱。

3.3.3 阴离子抑制柱。

3.3.4 淋洗液流速 $2.3\text{mL}/\text{min}$ 。

3.3.5 抑制溶液流速 $3.0\text{mL}/\text{min}$ 。

3.3.6 $10\mu\text{S}$ 测 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} ; $30\mu\text{S}$ 测 F^- 、 Cl^- 。

4 试剂

标准溶液和淋洗液均采用电导率 $<1\mu\text{S}/\text{cm}$ 的重蒸馏水或去离子水配制。

4.1 氟离子标准溶液:称取干燥的氟化钠(NaF) 0.1490g 溶于少量水中,移入 200mL 容量瓶中,以重

4.4 硝酸根标准溶液:称取在100℃烘干1h的硝酸钾(KNO_3)0.3261g,溶于少量水中,移入200mL容量瓶中,以重蒸馏水定容。此溶液1mL含1.0mg硝酸根。

容量瓶中,以重蒸馏水定容。此溶液1mL含1.0mg硫酸根。

4.6 淋洗液:称取碳酸氢钠(NaHCO_3)2.5203g,溶于适量水中,另称取无水碳酸钠(Na_2CO_3)2.6498g,溶于适量水中,将上述两种溶液倒入10L塑料桶中(事先在10L处作好标记),以重蒸馏水冲稀至标线。

4.7 抑制溶液:量取硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)13.9mL,在不断搅拌下,慢慢倒入100mL水中,然后移入

利用 Dionex-14 型离子色谱仪,对 Cl^- 、 F^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 含量(mg/L)依次为 1.2,0.2,0.2,0.5,1.2 的混合溶液,进行 9 次平行测定,其相对标准偏差(%)分别为 1.24,0.67,2.97,0.71,0.35;当加入标准量(mg/L)为 Cl^- 1.6, F^- 1.0, Br^- 0.20, NO_3^- 0.5, SO_4^{2-} 4.0 时,其加标回收率(%) Cl^- 101~104, F^- 85~103, Br^- 95~103, NO_3^- 95~103, SO_4^{2-} 97~105。

四个实验室,分析统一分发的同一标准样品,室间总相对标准偏差为 SO_4^{2-} 2.2%, NO_3^- 9.1%, F^- 8.3%;相对误差为 SO_4^{2-} +1.2%, NO_3^- -0.63%, F^- +1%。

附 录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 增加淋洗的浓度,能缩短各离子的保留时间,但对每种离子的影响程度不同,保留时间长的 SO_4^{2-} ,缩短时间的幅度较大;而保留时间短的 F^- ,缩短的幅度就比较小。增加淋洗液的流量,也会产生上述情况,但变化程度较小。因此,通过改变淋洗液的浓度和流量,可以改变色谱图形,从而选择灵敏度高,分辨率好,速度快的最佳分析条件。但应注意不同的柱子对淋洗液的组成和浓度有不同的要求。

A2 测定水样时,如果发现水峰干扰氟离子或氯离子的测定时,可取 5.0mL 水样置于 10mL 干烧杯中,加入混合溶液 $[c(\text{NaHCO}_3)=0.15\text{mol/L}+c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=0.125\text{mol/L}]/0.1\text{mL}$,混匀后再注入仪器进行测定。标准系列也要同样处理。这样就能基本上消除水峰的干扰。当水样中离子浓度很高时,需要稀释以后才能测定,这时水样和标准系列都用淋洗液稀释也能消除水峰的干扰。

A3 水样中待测离子含量很高时,要稀释较大倍数才能测定,这样五种离子不可能一次测出,要另进一次未稀释的水样,以测定含量低的离子(如 Br^-)。另外,采用较大的主机量程(100 μS),也可以扩大测量范围。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由北京水文地质公司负责起草。

本标准主要起草人鄢龙喜、唐秀珍。