



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.167—2003

饮用天然矿泉水中氟、氯、溴离子 和硝酸根、硫酸根含量 的反相高效液相色谱法测定

Determination of F^- , Cl^- , Br^- , NO_3^- , SO_4^{2-} ions
in drinking water from natural mineral spring
by reversed HPLC

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：吉林省长春市卫生防疫站。

本标准主要起草人：齐国华、栾秀坤、陈悦鸣。

饮用天然矿泉水中氟、氯、溴离子 和硝酸根、硫酸根含量 的反相高效液相色谱法测定

1 范围

本标准规定了饮用天然矿泉水中氟、氯、溴离子和硝酸根、硫酸根含量的测定方法。

本标准适用于饮用天然矿泉水中氟、氯、溴离子和硝酸根、硫酸根含量的测定。

本方法的检出限为： F^- 0.01 mg/L, Br^- 0.01 mg/L, Cl^- 0.01 mg/L, NO_3^- 0.025 mg/L, SO_4^{2-} 0.025 mg/L。

2 原理

在正常情况下,由于阴离子不具备生色团,故不能用紫外检测器进行检测。但当流动相中加入邻苯二甲酸时则能产生高的背景吸收。当无吸收的阴离子试样通过检测器流通池时,吸收的降低导致一负的色谱信号,该信号可以由记录数据极性的改变而反转。

在此检测系统中,试样中阴离子保留时间固定不变,利用试样阴离子的这种特征可进行定性分析。同时试样中阴离子的质量浓度与负信号的高度(或峰面积)成正比,利用这种关系可进行定量分析。

3 试剂

3.1 流动相的配制:量取 810 mL 纯水置于预先洗净的 1 000 mL 带有硅胶塞的试剂瓶内,瓶内放有磁子。将试剂瓶与真空泵用胶管连接,并将试剂瓶放在电磁搅拌器上。开动搅拌器,打开真空泵,抽吸 15 min,以便除去体系中的二氧化碳。停泵,向试剂瓶内加入 50 mL 邻苯二甲酸,盖好瓶塞后再抽吸 15 min。停泵后向试剂瓶内加入 140 mL 乙腈,用真空泵抽吸 15 min。再停泵,再向试剂瓶内加入 2.1 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液,开动搅拌器进行搅拌。用预先校准的酸度计测定试剂瓶中溶液的 pH 值,此时体系的 pH 值大约为 6~7,然后逐滴加入 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调试剂瓶中溶液的 pH 值为 8.6 ± 0.1 ,备用。

3.2 氟化物离子标准储备液(1.000 mg/mL):称取在干燥器中干燥过的氟化钠 2.210 0 g 溶于少量纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中定容。

3.3 氯化物离子标准储备液(1.000 mg/mL):称取在 $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧恒重的氯化钠 1.648 0 g 溶于少量纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中定容。

3.4 溴化物离子标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.489 0 g 在干燥器中干燥过的溴化钾溶于少量纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中定容。

3.5 硝酸盐标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.631 0 g 于 $120^\circ\text{C} \sim 130^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的硝酸钾溶于少量纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中定容。

3.6 硫酸盐标准储备液(1.000 mg/mL):称取 1.814 0 g 于 105°C 干燥过 2 h 的硫酸钾溶于少量纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中定容。

3.7 氢氧化钠溶液:1.0 mol/L,0.1 mol/L。

3.8 混合标准使用溶液:分别吸取放置室温的氟化物离子、氯化物离子、溴化物离子、硝酸盐和硫酸盐标准储备溶液[3.2,3.3,3.4,3.5,3.6]10.00 mL,50.00 mL,5.0 mL,50.0 mL,50.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,用纯水定容。此溶液含氟化物、氯化物离子、溴化物离子、硝酸根离子和硫酸根离子的质量浓度分别为 10.0 mg/L,50.0 mg/L,5.0mg/L,50.0 mg/L 和 50.0mg/L。