

盛瀚 SH-AP-2 型阴离子色谱柱分析应用介绍

黄选忠, 方黄琳

(湖北省兴山县疾病预防控制中心, 湖北 兴山 443700)

摘要: SH-AP-2 型阴离子色谱柱是青岛盛瀚色谱技术有限公司开发生产的一款疏水型阴离子色谱柱, 烷基季胺基质, 碳酸盐分离体系。主要用于分析 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 $H_2PO_4^-$ 、 SO_4^{2-} 及部分消毒副产物。

关键词: 硫代巴比妥酸; 烷基季胺基质; 阴离子色谱柱

1 微量硫代巴比妥酸 (TBA) 的测定

色谱及仪器工作条件: 淋洗液: 20.0% 丙酮-25.0mmol/L Na_2CO_3 溶液, 流量为 0.80mL/min, 柱箱温度: 35°C, 电流: 75mA, 量程: 1 档。

方法应用: 测定了自来水、实验室废水和巴比妥酸 (BA) 样品中微量 TBA, 加标回收率为 95.2%~100.6%, 5 次平行测定的 RSD 为 1.20%~3.43%, 方法的检出限 0.025mg/L, 线性范围: 0.05~40.0mg/L, 相关系数为 0.9999。

图 1 是 TBA 标准色谱图 (A)、TBA 与常见阴离子和 BA 分离效果 (B) 及 BA 加标样品 (C) 色谱图 (在本实验条件下 NO_3^- 、 $H_2PO_4^-$ 、 SO_4^{2-} 及 BA 四者合并为一个峰)。

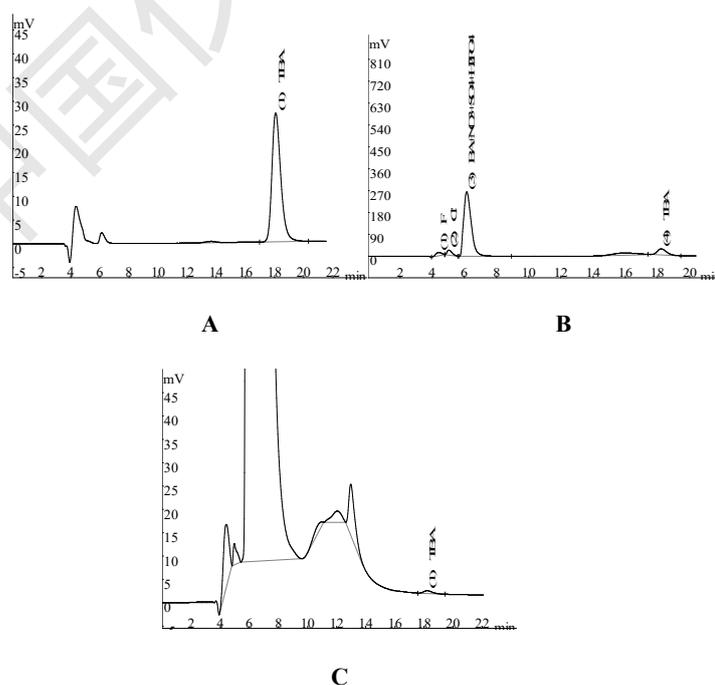


图 1 标准、共存物质和加标样品离子色谱图

2 药品中 BA 和 5 种无机阴离子的同时测定

色谱及仪器工作条件：淋洗液：6.0mmol/LNa₂CO₃-1.0mmol/LNaHCO₃ 溶液，流量为 0.80mL/min，柱箱温度：35℃，电流：75mA，量程：1 档。

线性范围：BA 和 SO₄²⁻、NO₃⁻、Cl⁻和 H₂PO₄⁻、F⁻的线性范围分别为 0.10~20.0mg/L、0.05~10.0mg/L 和 0.04~8.0mg/L，相关系数在 0.9994~0.9999。

方法应用：同时测定了巴比妥、苯巴比妥和维生素 B₁₂ 等样品中的 F⁻、Cl⁻、NO₃⁻、BA、H₂PO₄⁻和 SO₄²⁻的含量。加标回收率在 92.6%~104.0%，5 次平行测定的 RSD 小于 4%，方法的检出限在 0.01mg/L~0.06mg/L。

图 2 是标准色谱图 (A)、BA 与常见阴离子分离效果 (B) 及苯巴比妥加标样品 (C) 色谱图。

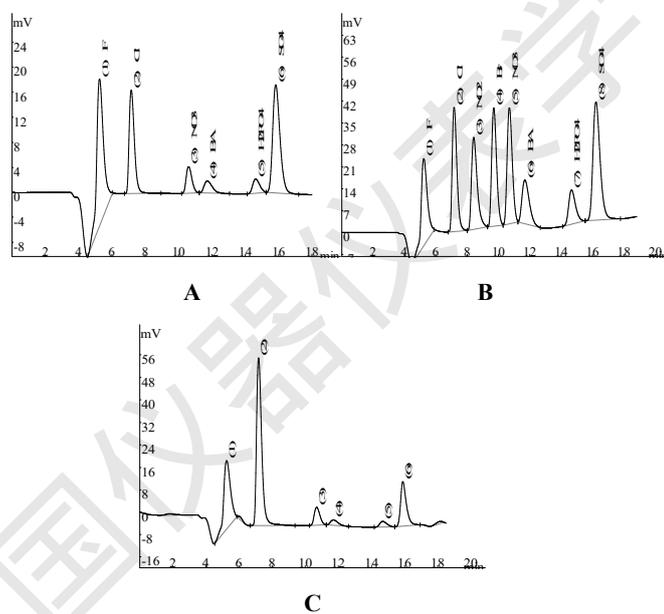


图 2 标准、共存物质和加标样品离子色谱图

3 水样中 TACC、ClO₄⁻的同时测定

色谱及仪器工作条件：淋洗液：5%甲醇-15.0mmol/LNa₂CO₃ 溶液，流量为 0.80mL/min，柱箱温度：35℃，电流：75mA，量程：1 档。

线性范围：TACC、ClO₄⁻的线性范围均为 0.05~5.0mg/L，相关系数分别为 0.9996 和 0.9999。

方法应用：同时测定了自来水和溪沟水等样品中的 TACC、ClO₄⁻含量。加标回收率分别为：98.2%~101.3%和 98.3%~102.7%，测定结果的相对标准偏差(n=5)分别为 3.30%~5.45% 和 2.04~5.20%。方法的检出限分别为 0.04mg/L 和 0.02mg/L。

图3是标准色谱图(A)、TACC、ClO₄⁻与常见阴离子分离效果(B)及自来水加标样品(C)色谱图(在本实验条件下NO₃⁻、H₂PO₄⁻、SO₄²⁻三者合并为一个峰)。

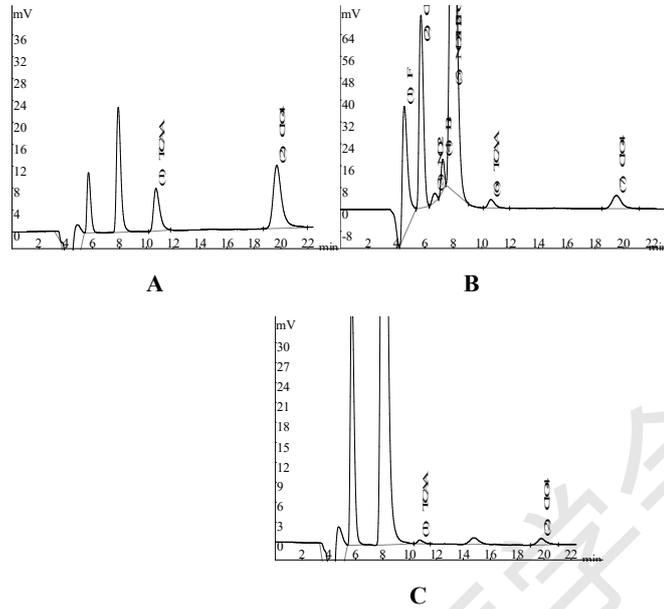


图3 标准、共存物质和加标样品离子色谱图

4 饮水中亚氯酸盐、溴酸盐、氯酸盐和氟化物等5种常见阴离子的同时测定

色谱及仪器工作条件：淋洗液：10.0mmol/LNaHCO₃溶液，流量为0.80mL/min，柱箱温度：30℃，电流：75mA，量程：1档。

线性范围：F⁻、NO₂⁻和Br⁻，Cl⁻和NO₃⁻，BrO₃⁻，ClO₂⁻和ClO₃⁻的线性范围分别为0.10~4.0mg/L、0.25~10.0mg/L、0.025~1.0mg/L和0.05~2.0mg/L，相关系数在r在0.9995~0.9999。

方法应用：同时测定了直饮水和纯净水等样品中F⁻、ClO₂⁻、BrO₃⁻、Cl⁻、NO₂⁻、ClO₃⁻、Br⁻和NO₃⁻的含量。加标回收率在：92.0%~105.2%，测定结果的相对标准偏差(n=5)小于5%。检出限在0.01mg/L~0.03mg/L。

图4是标准色谱图(A)及直饮水加标样品(B)色谱图。

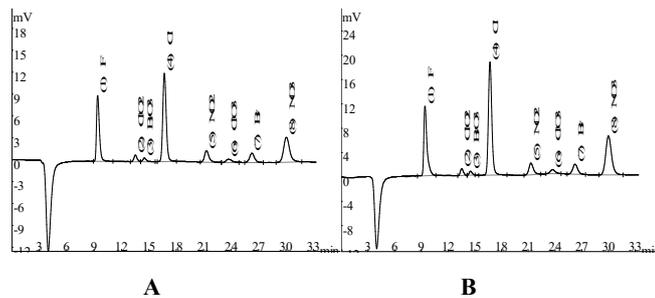


图4 标准及加标样品离子色谱图

5 饮水中 F⁻、ClO₂⁻、Cl⁻、NO₂⁻、ClO₃⁻、Br⁻、NO₃⁻、H₂PO₄⁻和 SO₄²⁻等阴离子的同时测定

色谱及仪器工作条件：淋洗液：4.0mmol/L Na₂CO₃-4.0mmol/L NaHCO₃ 溶液，流量为 0.80mL/min，柱箱温度：30℃，电流：75mA，量程：1 档。

线性范围：F⁻、NO₂⁻和 Br⁻，Cl⁻、NO₃⁻和 H₂PO₄⁻，SO₄²⁻，ClO₂⁻和 ClO₃⁻的线性范围分别为 0.10~4.0mg/L、0.25~10.0mg/L、1.0~40.0mg/L 和 0.05~2.0mg/L，相关系数在 r 在 0.9993~0.9999。

方法应用：同时测定了自来水、直饮水和纯净水等水样中 F⁻、ClO₂⁻、Cl⁻、NO₂⁻、ClO₃⁻、Br⁻、NO₃⁻、H₂PO₄⁻和 SO₄²⁻的含量。加标回收率在：94.4%~105.6%，测定结果的相对标准偏差（n=5）小于 5%，方法的检出限在 0.01mg/L~0.04 mg/L。

图 5 是标准色谱图（A）及直饮水加标样品（B）色谱图。

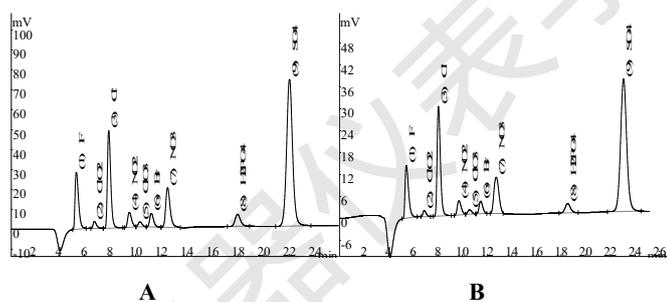


图 5 标准及加标样品离子色谱图