

# 低压离子色谱法测定环境水样中的过渡金属离子

王照丽, 张新申, 蒋小萍, 罗娅君

(四川大学 皮革化学与工程教育部重点实验室, 四川 成都 610065)

关键词: 低压离子色谱法; 过渡金属离子; 环境水

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-8713(2004)05-0565-01

本文讨论了通过一次进样同时测定环境水样中的6种过渡金属离子的低压离子色谱法的条件, 并将该法用于环境水样中实际样品的测定, 取得了满意的结果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和试剂

ZJ-1a 金属元素自动分析仪(四川大学轻纺与食品学院现代分离分析研究室研制); HL-2 恒流泵(上海沪西分析仪器厂); S54 紫外-可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司)。酒石酸、柠檬酸、氨水、氢氧化锂、醋酸、吡啶(2-偶氮-4)雷琐辛(PAR)均为分析纯; 标准溶液:  $Fe^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Co^{2+}$  和  $Fe^{2+}$  均为 1 000 mg/L, 使用时用去离子水稀释到所需质量浓度。

### 1.2 实验条件

低压阳离子色谱分离柱(本实验室研制), 填料为苯乙烯-二乙烯基苯聚合物, 带有阳离子官能团, 粒径为 10 ~ 20  $\mu m$ , 柱尺寸为 35 mm  $\times$  5 mm i. d.。进样量: 50  $\mu L$ ; 洗脱液流速: 1.6 mL/min; 柱后衍生试剂流速: 0.8 mL/min; 检测波长: 500 nm; 洗脱液: 40 mmol/L 酒石酸-20 mmol/L 柠檬酸(用 LiOH 固体调节 pH 4.30); 柱后衍生试剂: 0.75 mol/L  $NH_3 \cdot H_2O$ -0.25 mol/L  $CH_3COOH$ -0.05 mmol/L PAR。

### 1.3 实验方法

参考实际样品中过渡金属离子各自的含量, 用标准溶液配制混合标准溶液, 过滤后进样。 $Fe^{3+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Co^{2+}$  和  $Fe^{2+}$  的保留时间分别为 2.6, 5.0, 9.8, 15.2, 19.6, 26.8 min。

## 2 结果与讨论

### 2.1 检测波长的选择

以试剂空白为参比, 分别扫描了上述 6 种离子与 PAR 的配合物, 扫描波长为 450 ~ 600 nm。从扫描光谱图可以看

出这些离子与 PAR 形成的有色配合物的最大吸收均在 500 nm 左右处, 因此, 本实验选择的检测波长为 500 nm。

### 2.2 洗脱体系的选择

根据低压分离柱的分离行为, 考察了柠檬酸-草酸、乙二胺-柠檬酸、酒石酸-柠檬酸这几种洗脱体系。实验结果表明, 前两个体系不能很好地分离这 6 种过渡金属离子, 而酒石酸-柠檬酸体系则可以很好地分离这 6 种过渡金属离子, 其分离色谱图见图 1。因此本实验选择的洗脱体系为 40 mmol/L 酒石酸与 20 mmol/L 柠檬酸的混合溶液, 用 LiOH 固体调节洗脱液的 pH。

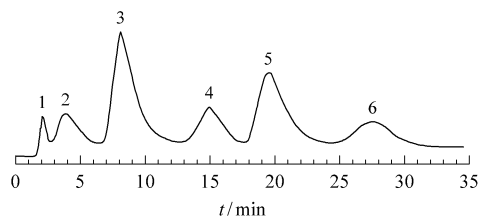


图 1 色谱分离图

1.  $Fe^{3+}$  (2 mg/L); 2.  $Cu^{2+}$  (1 mg/L); 3.  $Ni^{2+}$  (1 mg/L); 4.  $Zn^{2+}$  (1 mg/L); 5.  $Co^{2+}$  (1 mg/L); 6.  $Fe^{2+}$  (1 mg/L)。

### 2.3 方法的线性及精密度

把 6 种过渡金属离子的标准溶液配制成一系列的混合标准溶液, 分别进样, 测定其信号强度峰高与质量浓度的关系, 结果表明其线性关系良好, 相关系数都大于 0.998 6, 其峰高的相对标准偏差为 0.83% ~ 1.46%。

### 2.4 样品分析

将从不同地方采集到的水样各 100 mL 过滤, 根据实际样品中各种离子的浓度, 按适当倍数稀释, 然后按照实验方法进行分析, 分析结果及回收率列于表 1。

表 1 样品的分析结果

被测离子	绵阳某化工厂污水				湖水				池水			
	背景值/ (mg/L)	加入值/ (mg/L)	测定值/ (mg/L)	回收率/ %	背景值/ (mg/L)	加入值/ (mg/L)	测定值/ (mg/L)	回收率/ %	背景值/ (mg/L)	加入值/ (mg/L)	测定值/ (mg/L)	回收率/ %
$Fe^{3+}$	1.56	5.0	6.50	98.8	2.82	5.0	8.10	105.6	1.26	5.0	6.36	102.0
$Cu^{2+}$	6.34	5.0	11.54	104.0	3.54	5.0	8.40	97.2	4.54	5.0	9.62	101.6
$Ni^{2+}$	-	5.0	4.80	96.0	1.28	5.0	6.30	100.4	2.28	5.0	7.18	98.0
$Zn^{2+}$	5.33	5.0	10.60	105.4	6.80	5.0	12.0	104.0	7.10	5.0	12.0	98.0
$Co^{2+}$	0.70	5.0	5.80	102.0	0.80	5.0	5.61	96.2	-	5.0	5.20	104.0
$Fe^{2+}$	1.56	5.0	5.68	102.4	0.56	5.0	5.42	96.8	1.24	5.0	6.12	97.6

收稿日期: 2003-11-05

作者简介: 王照丽, 女, 博士研究生, E-mail: w. joly@163. com.

通讯联系人: 张新申, 男, 教授, 主要研究方向为离子色谱, Tel (028) 85407553, E-mail: zhangxinshen@126. net.

基金项目: 国家“863”项目(No. 2002AA639290).