

Determination of Iodide in Drinking Water by Ion Chromatography

Deju Hu

Yunnan Provincial Department of Ecology and Environment in Zhaotong City Ecological Environment Monitoring Station, Zhaotong, Yunnan, 657000, China

Abstract

An innovative iodide detection technology for drinking water is proposed based on ion chromatography. In this paper, a dedicated anion separation column of IonPac AS19 model is used, and a 40mmol/L concentration potassium hydroxide solution is prepared as the eluent. The operation is carried out at a constant flow rate of 1.00mL/min. This new method demonstrates excellent performance, with a minimum detectable concentration of 0.35 μ g/L. The experiment verified its excellent spiked recovery rate, ranging from 97.2% to 99.6%. The precision was evaluated by the relative standard deviation (RSD) of 7 repeated measurements, and the results were between 1.4% and 7.4%, demonstrating extremely high stability. The correlation coefficient r value is as high as 0.9999, indicating that the linear relationship of the method remains consistent over a wide range (10.0 μ g/L to 1000.0 μ g/L). The experimental data strongly confirms that this method has high accuracy, efficiency, and sensitivity, and is particularly suitable for the precise determination of iodide in daily drinking water. It is easy to operate and has extremely high time efficiency.

Keywords

ion chromatography; drinking water; iodide; determination

离子色谱法测定生活饮用水中碘化物

胡德菊

云南省生态环境厅驻昭通市生态环境监测站, 中国·云南 昭通 657000

摘要

提出一种创新的饮用水碘化物检测技术基于离子色谱法, 论文利用IonPacAS19型号的专用阴离子分离柱, 并配置40mmol/L浓度的氢氧化钾溶液作为淋洗液, 以恒定的流速1.00mL/min进行操作。该新型方法展现出卓越的性能, 其最低可检测浓度达到0.35 μ g/L。实验验证其优异的加标回收率, 范围在97.2%~99.6%, 精密度通过7次重复测量的相对标准偏差(RSD)评估, 结果在1.4%~7.4%, 显示出极高的稳定性。相关系数 r 值高达0.9999, 证明方法的线性关系在宽泛的量程内(10.0 μ g/L~1000.0 μ g/L)保持一致。实验数据强有力地证实, 此法具有高度的精确性、高效性和灵敏度, 特别适合于日常饮用水中碘化物的精确测定, 操作简便且时间效率极高。

关键词

离子色谱; 生活饮用水; 碘化物; 测定

1 引言

碘化物为二元离子化合物, 其碘元素呈现负一价的氧化状态, 通常表现为水溶性的电解质。作为最早被认定对生命至关重要的元素之一, 碘在自然水源中的浓度极低, 成年人每日所需的碘摄入量大约在 100~300 μ g。若水中碘浓度低于 10 μ g/L, 或者人均每日碘摄入量不足 40 μ g, 即可定义为碘缺乏状况, 这可能导致一系列健康问题, 如认知障碍和甲状腺肿大。反之, 碘化物过量也会引发高碘甲状腺肿。因此, 精确检测饮用水中的碘化物水平至关重要。

【作者简介】胡德菊(1977-), 女, 中国云南昭通人, 本科, 高级工程师, 从事环境监测研究。

2 检测原理解析

离子色谱法测定生活饮用水中碘化物的检测原理主要基于离子交换的原理, 其原理具体内容如下:

①水样被注入离子色谱仪中, 并随着淋洗液进入阴离子分离柱。在阴离子分离柱中, 由于水样中各种阴离子对分离柱中阴离子交换树脂的亲合力不同, 其各自的移动速度也各不相同。因此, 碘化物可以与其他离子得以有效分离。

②分离出的碘离子流经电导检测器。在一定的电极电位下, 碘离子发生电极反应, 所产生的电流强度在一定范围内与碘离子含量成正比^[1]。这样, 通过测量电导检测器中的电流强度, 就可以推断出水样中碘离子的含量。

③根据碘离子在分离柱中的保留时间, 还可以对碘离子进行定性分析。而定量分析则通常采用外标法, 通过与已知

浓度的标准样品进行比较,确定水样中碘离子的具体含量。

在离子色谱法通过离子交换、分离、检测和定量等步骤实施过程中,可实现对生活饮用水中碘化物的准确测定。这种方法具有高灵敏度、高分辨率和高选择性的优点,适用于多种水质的分析,对于保障饮用水安全具有重要意义。

3 试验仪器和材料

高效色谱分析平台:本次试验采用 Dionex 品牌的高端型号 ICS-900 离子色谱系统,其核心配备包括电导率检测器——EG50 型在线生成器,确保精确的信号读取。此外,ASRS-300 阴离子抑制模块以及 AS40 自动样品加载器的集成,提升了操作效率。色谱柱的选择极其严谨,阴离子分析采用 IonPacAS19 型(4×250mm)柱,而保护层则选用 IonPacAG19 型(4×50mm),确保分离效果的稳定^[2]。

实验用水采用超纯净水源,电阻值高达 18.2MΩ·cm,保证测试环境的纯净度。碘化物的标准储备溶液是从经过认证的市场供应品中获取,其浓度定为 $\rho(I^-)=1000\text{ mg/L}$ 。为保障日常使用,从储备液中取 1mL,稀释至 100mL,得到浓度为 10mg/L 的标准使用溶液,以满足实验需求。

4 试验方案及实施步骤

在样品预处理阶段,未经任何中间步骤,水样直接通过 0.22μm 精密水过滤装置导入分析系统。在色谱分析的研究中,为确保实验结果的准确性和可靠性,本研究采用特定的实验条件和参数设置。

①在色谱柱的选择上,选用 AS19 分离柱,这款柱子以其高效分离能力和良好的稳定性在色谱分析中得到广泛应用。在实验过程中,保持柱温恒定在 30℃,以维持稳定的分离效果和延长柱子的使用寿命。且在本研究中,采用浓度为 40mmol/L 的氢氧化钾溶液作为淋洗液。这种溶液具有良好的溶解性和电离能力,有助于目标物质的分离和检测。淋洗液的流速被设定为 1mL/min,以确保样品在柱子中的平稳流动,从而得到清晰、准确的色谱峰。此外,抑制器的电流设置也是影响色谱分析结果的关键因素之一。在本实验中,将抑制器的电流设置为 99mA,以优化离子的抑制效果,减少背景干扰,提高检测灵敏度。

②在样品的处理方面,本研究采用 500μL 的样品注入量。这一注入量既保证足够的样品量以进行准确的定量分析,又避免因注入量过大而导致的柱子过载和色谱峰失真。

为验证实验方法的准确性和可靠性,本试验制作出不同浓度的碘化物标准溶液。从碘化物标准溶液中分别取样 10μg、50μg、100μg、500μg 和 1000μg,然后在 100mL 容量瓶中用超纯水进行等体积稀释,从而得到不同浓度的系列标准溶液^[3]。这些标准溶液的浓度分别为 10μg、50μg、100μg、500μg 和 1000μg/L,覆盖广泛的浓度范围,有助于全面了解碘化物在不同浓度下的色谱行为。

③对这些标准溶液进行详细色谱分析。在色谱仪记录下,测量每个标准溶液的峰面积,并记录相应的数据。通过

对这些数据进行分析和处理,进一步构建了浓度与峰面积之间的线性关系图。

④通过利用得到的碘化物校准曲线,成功地计算出样品中碘化物的确切质量浓度(以 μg/L 计)。

5 试验结果及分析

5.1 绘制碘化物的标准曲线

碘化物标准曲线如表 1 和图 1 所示。

表 1 碘化物标准曲线

项目	1	2	3	4	5
标准系列质量浓度值 / (μg/L)	10.0	50.0	100.0	500.0	1000
峰面积 / μs	0.01	0.04	0.08	0.39	0.79
校准曲线	r=0.9999		y=0.0008x-0.0031		

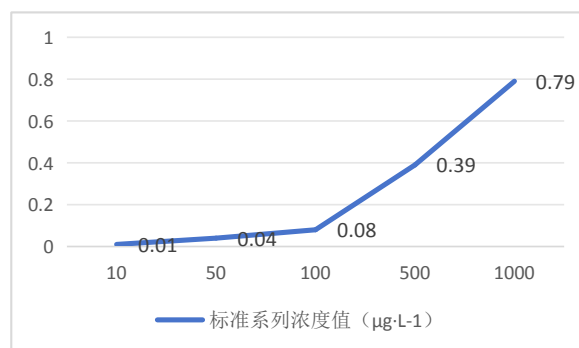


图 1 碘化物标准曲线图

5.2 绘制碘离子色谱图

图 2 展示出碘离子的色谱图。观察图 2,可以明显看到碘离子的峰型呈现完整且对称的特点。

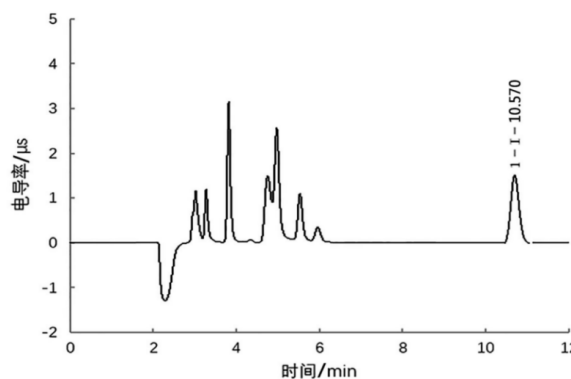


图 2 碘离子色谱图

研究发现,碘离子与氟离子(F⁻)、氯离子(Cl⁻)、硝酸根离子(NO₃⁻)以及硫酸根离子(SO₄²⁻)等实现较好的分离效果。这一成果不仅为水质监测提供新的可能性,也为色谱分析技术的发展注入了新的活力。

5.3 确定检出限

在实施详尽的样品剖析流程中,针对那些浓度值(质

量比例)位于评估方法可检测限的2~5倍之间的样本,执行至少n(n需满足n≥7)次独立的平行测量。通过计算这n次平行测试的平均偏差,本研究采用以下公式来确定方法检出限的阈值:

$$MDL=t_{(n-10.99)} \times S$$

其中,MDL代表方法检出限;n为样品平行测定的次数;t为自由度为n-1且置信度为99%的t分布的统计量。具体而言,根据单侧t分布表,在置信度99%、自由度t=n-1即6的情况下,t值为3.14。若样品浓度超出计算得出的检出限10倍以上,或者浓度低于该限值,必须调整样品浓度并重新进行测量。将4倍的检出限设为最低测定标准,最终的检出限结果见表2。

表2 碘化物方法检出限与测定下限

项目	1	2	3	4	5	6	7
标准系列质量浓度值/(μg/L)	10.3	10.3	10.5	10.6	10.4	10.5	10.5
响应值(峰面积)/μs	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
平均值	10.4	方法检出限 MDL (3.14S, μg/L)					0.35
标准偏差	0.11	测定下限 (4MDL, μg/L)					1.4

5.4 测定精密性

本次试验精心配置两种不同碘离子浓度的标准溶液,每种溶液均进行七次独立测量。依据标准算法,选择高于最高浓度(即1000μg/L)的0.1倍和0.9倍点进行测试,详细数据见表3。实验过程遵循实验室严谨、标准与细致的原则。

表3 精密性测定数值

平行号	纯水加标试样		
	0.1C (100μg/L)	0.9C (900μg/L)	
测定结果/(μg/L)	1	99.3	867.2
	2	98.6	868.2
	3	97.7	865.6
	4	97.4	868.5
	5	98.8	865.7
	6	97.8	867.5
	7	97.5	868.5
平均值/(μg/L)	98.3	867.3	
标准偏差 S	0.73	1.2338	
相对标准偏差 RSD/%	7.397	1.4246	

5.5 测定准确度

为验证方法的准确性,本次试验从本地选取典型地表水源和出厂水质,配置两个高低浓度的标样,每个样本重复测定七次。通过计算回收率来评估结果,具体数据可见表4。

表4 标准度的测定数值

平行号	实际水样加标试样		备注
	水样加标 (100μg/L)	0水样加标 (900μg/L)	
测定结果/(μg/L)	1	98.7	899.0
	2	97.6	895.6
	3	96.4	893.3
	4	96.6	897.1
	5	98.4	896.3
	6	96.5	895.2
	7	95.6	897.2
	均值	97.1	896.2
出厂水(或地表水)	1	未检出	未检出
	2	未检出	未检出
出厂水(或地表水)	均值	未检出	未检出
加标回收率/%	97.1	99.5	所有的样品分别经过0.22μm滤膜过滤

6 结语

综上所述,本研究创新提出一种新颖的碘化物检测技术,应用于生活饮用水质量检测与评价。该技术的最低检出限为0.35μg/L,对于添加样本的回收率稳定在97.2%~99.6%,显示出极高的精确度(以n=7次重复测量的相对标准偏差RSD衡量,变异系数为1.4%~7.4%)。相关性研究揭示其高度的线性关联性,r值均超过0.9999。实验数据强有力地证实,这种方法不仅准确可靠,而且操作简便,反应速度快,具有很高的灵敏度。此外,其所需的试剂量少,对环境影响微乎其微,特别适合日常生活饮用水碘化物的实时监测,完全能满足实际工作场所的需求。

参考文献

- [1] 曾丽兰,雷萍,王维康.在线发生离子色谱法检测水中碘化物等9种指标[J].中国给水排水,2022,38(18):5.
- [2] 薛智凤,王高红,尚卫,等.抑制型电导-离子色谱法测定地下水中碘化物[J].岩矿测试,2023,42(2):338-345.
- [3] 杨晨,王君,弋凯鸽,等.电导检测离子色谱法测定饮用天然水中4种阴离子[J].中国口岸科学技术,2022(1):4.