

# HJ

## 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 778—2015

### 水质 碘化物的测定 离子色谱法

Water quality—Determination of iodide—Ion chromatography



2015-12-04 发布

2016-01-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

# 中华人民共和国环境保护部 公告

2015年 第81号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范环境监测工作，现批准《水质 蛔虫卵的测定 沉淀集卵法》等五项标准为国家环境保护标准，并于发布。

标准名称、编号如下：

- 一、《水质 蛔虫卵的测定 沉淀集卵法》(HJ 775—2015)
- 二、《水质 32种元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 776—2015)
- 三、《空气和废气 颗粒物中金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 777—2015)
- 四、《水质 碘化物的测定 离子色谱法》(HJ 778—2015)
- 五、《环境空气 六价铬的测定 柱后衍生离子色谱法》(HJ 779—2015)

以上标准自2016年1月1日起实施，由中国环境出版社出版，标准内容可登录环境保护部网站([bz.mep.gov.cn](http://bz.mep.gov.cn))查询。

特此公告。

环境保护部  
2015年12月4日

## 目 次

前 言.....	iv
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 干扰和消除.....	1
5 试剂和材料.....	1
6 仪器和设备.....	2
7 样品.....	2
8 分析步骤.....	2
9 结果计算与表示.....	3
10 精密度和准确度.....	4
11 质量保证和质量控制.....	4
附录 A（资料性附录） 碳酸盐淋洗液体系参考条件.....	6

## 前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中碘化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水和地下水中碘化物的离子色谱法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：湖南省环境监测中心站。

本标准的验证单位：长沙市环境监测中心站，株洲市环境监测中心站，衡阳市环境监测站，四川省环境监测总站，邵阳市环境监测站，岛津企业管理（中国）有限公司上海分析中心。

本标准环境保护部 2015 年 12 月 4 日批准。

本标准自 2016 年 1 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 水质 碘化物的测定 离子色谱法

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中碘化物的离子色谱法。

本标准适用于地表水和地下水中碘化物的测定。

当进样体积为 250  $\mu\text{l}$  时，本方法的检出限为 0.002 mg/L，测定下限为 0.008 mg/L。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

## 3 方法原理

样品随淋洗液进入阴离子分离柱，分离出碘离子 ( $\text{I}^-$ )，用电导检测器检测。根据碘离子保留时间定性，外标法定量。

## 4 干扰和消除

常见阴离子如  $\text{F}^-$ ， $\text{Cl}^-$ ， $\text{NO}_2^-$ ， $\text{NO}_3^-$ ， $\text{PO}_4^{3-}$ ， $\text{SO}_4^{2-}$  等对碘化物的测定没有干扰；某些金属离子如  $\text{Ag}^+$ ， $\text{Fe}^{3+}$ ， $\text{Cu}^{2+}$ ， $\text{Zn}^{2+}$  等可能会影响碘化物的测定，可采用阳离子交换柱 (Na型或H型) 去除干扰物质；样品中含有表面活性剂、油脂、色素等大分子有机物时，可选择C18或RP固相萃取柱去除有机物。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂。实验用水为无碘化物高纯水，电导率值小于 1.0  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ，并经过 0.45  $\mu\text{m}$  水系微孔滤膜 (5.10) 过滤。

5.1 碘化钾 (KI)：优级纯，临用前在 110 $^{\circ}\text{C}$  烘干至恒重。

5.2 氢氧化钾 (KOH)：优级纯。

5.3 氢氧化钠 (NaOH)：优级纯。

5.4 碘化物标准贮备液： $\rho(\text{I}^-) = 1\ 000\ \text{mg}/\text{L}$

称取 1.308 0 g 碘化钾 (5.1)，用水溶解并定容至 1 000 ml；于 4 $^{\circ}\text{C}$  冷藏、避光可保存一年。或使用市售有证标准溶液。

5.5 碘化物标准中间液： $\rho(\text{I}^-) = 100\ \text{mg}/\text{L}$

移取 10.00 ml 碘化物标准贮备液 (5.4)，用水稀释定容至 100 ml，临用现配。

5.6 碘化物标准使用液： $\rho(\text{I}^-) = 10\ \text{mg}/\text{L}$

移取 10.00 ml 碘化物标准中间液 (5.5)，用水稀释定容至 100 ml，临用现配。

## HJ 778—2015

### 5.7 氢氧化钾溶液： $c(\text{KOH})=40\text{ mmol/L}$

称取 2.24 g 氢氧化钾 (5.2)，用水溶解并定容至 1 000 ml，混匀，贮存于聚乙烯瓶中备用。

5.8 氢氧化钠饱和溶液：在室温下，取适量氢氧化钠固体 (5.3) 溶解于 100 ml 水中，搅拌使其溶解，再继续加入氢氧化钠固体 (5.3)，搅拌，直至有固体析出不再继续溶解为止。静置，取澄清溶液，备用。

5.9 载气：高纯氮气 ( $\geq 99.99\%$ )。

5.10 水系微孔滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ 。

## 6 仪器和设备

6.1 离子色谱仪 (具电导检测器)。

6.2 色谱柱：阴离子分离柱 (聚二乙烯基苯/乙基乙烯苯基质、具有烷醇季铵功能团、亲水性、高容量色谱柱) 和阴离子保护柱。

6.3 连续自再生的阴离子膜抑制器或同等性能抑制器。

6.4 一次性注射器：5 ml。

6.5 微孔滤膜过滤器：装有 0.45  $\mu\text{m}$  水系微孔滤膜 (5.10)。

6.6 聚乙烯瓶或棕色玻璃瓶：500 ml。

6.7 预处理柱：阳离子交换柱 (Na 型或 H 型)、固相萃取柱 (C18 或 RP)。

6.8 一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

### 7.1 样品的采集与保存

样品的采集按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定进行。水样采集后立即置于聚乙烯瓶或棕色玻璃瓶 (6.6) 中，加入氢氧化钠饱和溶液 (5.8) 调节 pH 约为 12，尽快分析。如不能及时分析，应于 0~4℃ 冷藏、避光保存，并于 24 h 内完成测定。

### 7.2 试样的制备

采集后的样品 (7.1) 经 0.45  $\mu\text{m}$  水系微孔滤膜 (5.10) 过滤，弃去初滤液 10 ml，收集后续滤液待测。

注1：对于未知质量浓度的样品，可先将试样 (7.2) 稀释 100 倍进样分析，再根据测定结果选择适当的稀释倍数重新进样分析。

注2：对于可能存在干扰的样品，应进行预处理。可选择 Na 型或 H 型阳离子交换柱 (6.7) 去除金属离子干扰，选择 C18 或 RP 固相萃取柱 (6.7) 去除高含量有机物。具体操作为用 5 ml 注射器 (6.4) 抽取试样 (7.2)，共需抽取 15 ml，在注射器 (6.4) 前端套上预处理柱 (6.7)，将试样 (7.2) 轻推过柱。此过程应弃去初始滤液 3 ml，收集后续过柱滤液，待测。

## 8 分析步骤

### 8.1 色谱分析参考条件

根据仪器说明书设定仪器。色谱条件根据色谱柱选择。采用氢氧化钾淋洗液体系等度洗脱参考条件如下：淋洗液为 40 mmol/L 的氢氧化钾溶液 (5.7)，流速为 1.00 ml/min，抑制器电流为 99 mA，检测器温度 30℃，进样体积可根据样品质量浓度的高低选择 50~250  $\mu\text{l}$ 。

注3: 若采用以烷醇基为填料的色谱柱, 也可用碳酸盐淋洗液体系分离、测定碘化物, 其色谱分析参考条件详见附录A。

注4: 应在淋洗液使用前进行脱气处理, 避免气泡进入离子色谱系统。

## 8.2 标准曲线的绘制

分别准确吸取 0.00 ml、0.10 ml、0.20 ml、0.50 ml、1.00 ml、5.00 ml、10.00 ml 碘化物标准使用液 (5.6) 置于一组 100 ml 容量瓶中, 用水稀释至标线并混匀。标准系列中碘化物的质量浓度分别为 0.000 mg/L, 0.010 mg/L, 0.020 mg/L, 0.050 mg/L, 0.100 mg/L, 0.500 mg/L, 1.00 mg/L。以碘化物质量浓度为横坐标, 以其对应的峰高或峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。碘离子参考色谱图见图 1。

## 8.3 测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件和步骤进行试样的测定, 记录色谱峰的保留时间、峰面积或峰高。

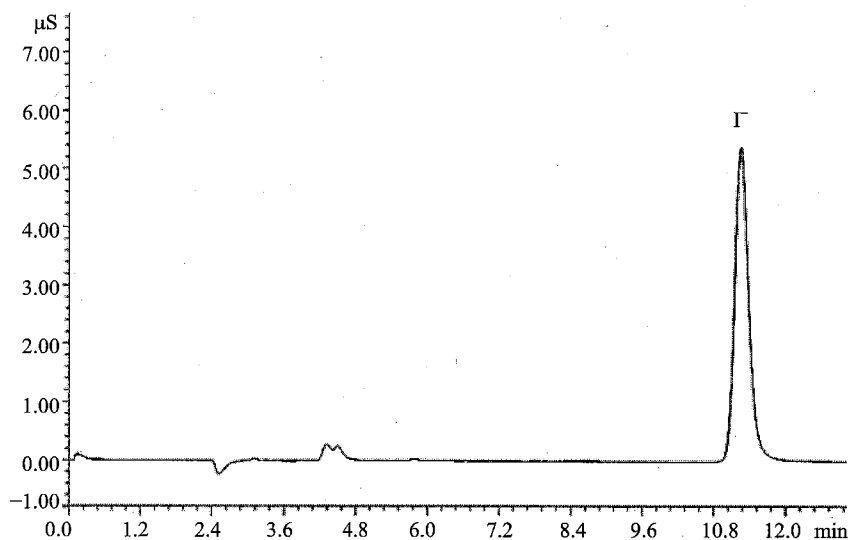


图 1 碘离子色谱图

## 8.4 空白试验

在分析试样的同时, 应做空白试验。用实验用水代替样品, 按与样品的保存 (7.1)、试样制备 (7.2) 和测定 (8.3) 相同的步骤进行分析。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性结果

根据色谱图中碘离子的保留时间确定被测试样中的待测组分。

### 9.2 定量结果

#### 9.2.1 结果计算

水样中碘化物的质量浓度  $\rho$  (mg/L), 按照式 (1) 进行计算。

$$\rho = \frac{h - h_0 - a}{b} \times f \quad (1)$$

式中： $\rho$ ——水样中碘化物的质量浓度，mg/L；

$h$ ——试样的峰面积（或峰高）；

$h_0$ ——空白试样的峰面积（或峰高）；

$b$ ——回归方程的斜率；

$a$ ——回归方程的截距；

$f$ ——试样的稀释倍数。

## 9.2.2 结果表示

当样品含量小于 1 mg/L 时，结果保留小数点后三位；当样品含量大于或等于 1 mg/L 时，结果保留三位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

6 家实验室对碘化物质量浓度为 0.010 mg/L, 0.100 mg/L 和 1.00 mg/L 的标准溶液进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为 3.1%~4.6%，0.7%~3.6%和 0.4%~1.6%；实验室间相对标准偏差分别为 4.5%，4.0%和 2.0%；重复性限  $r$  分别为 0.001 mg/L, 0.005 mg/L 和 0.025 mg/L；再现性限  $R$  分别为 0.002 mg/L, 0.014 mg/L 和 0.060 mg/L。

6 家实验室分别对 3 种不同类型的实际样品加标样（每种实际样品加标量分别为 0.050 mg/L, 0.100 mg/L 和 1.00 mg/L）进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.6%~5.5%，0.3%~3.1%和 0.6%~6.0%；实验室间相对标准偏差分别为 4.0%~5.2%，4.2%~6.2%和 0.8%~1.0%；重复性限  $r$  分别为 0.003~0.004 mg/L, 0.003~0.005 mg/L 和 0.058~0.115 mg/L；再现性限  $R$  分别为 0.006~0.008 mg/L, 0.014~0.020 mg/L 和 0.060~0.122 mg/L。

### 10.2 准确度

6 家实验室分别对 3 种不同类型的实际样品进行了 6 次加标回收率重复测定，加标质量浓度分别为 0.050 mg/L, 0.100 mg/L 及 1.00 mg/L。加标回收率范围分别为 87.7%~102%，87.1%~100%，92.3%~103%；加标回收率最终值分别为 94.6%±10.0%~99.1%±1.4%，91.5%±11.4%~98.8%±1.8%，95.9%±8.0%~102%±2.0%。

## 11 质量保证和质量控制

### 11.1 空白试验

每批试剂做一次试剂空白试验，试剂空白试验结果应低于方法检出限。每分析一批（≤20 个）样品至少做一个全程序空白试验，空白试验结果应低于方法检出限。否则应查明原因，重新分析直至合格之后才能测定样品。

### 11.2 校准

标准曲线的相关系数应大于或等于 0.999。

每分析一批（≤20 个）样品，应分析一个标准曲线中间点质量浓度的标准溶液，其测定结果与标



准曲线该点质量浓度之间的相对误差应 $\leq 10\%$ 。否则，应重新绘制标准曲线。

### 11.3 平行样测定

每批样品应至少测定 10% 的平行样品，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样。平行双样测定结果的相对偏差应在 10% 以内。

### 11.4 样品加标回收实验

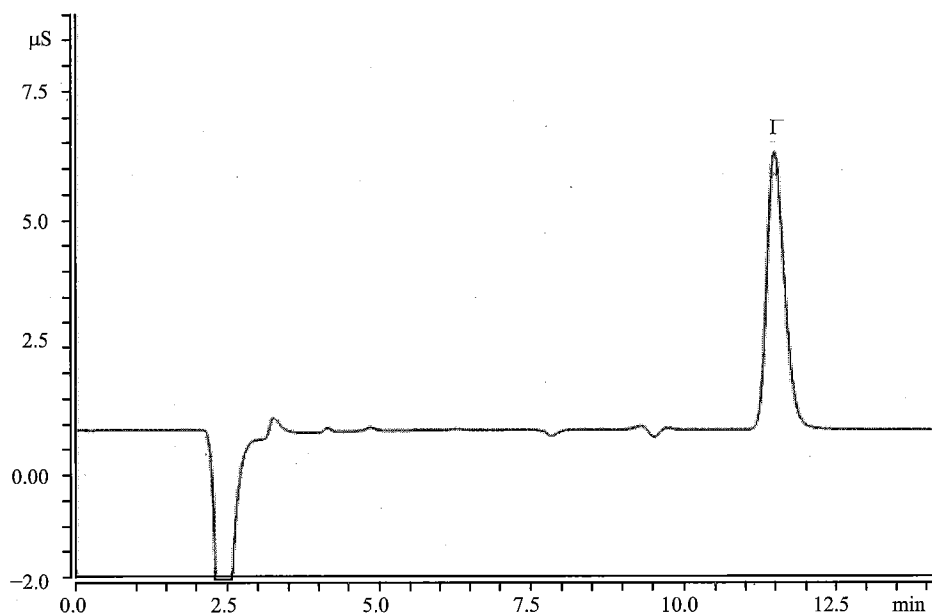
每批样品 ( $\leq 20$  个) 至少做一个加标回收率测定，样品加标回收率应在 80%~120% 之间。

附录 A  
(资料性附录)  
碳酸盐淋洗液体系参考条件

碳酸盐淋洗液体系也可用于碘化物分析，但与之配套的色谱柱的性能应满足要求。采用以烷醇基为填料的色谱柱，可用碳酸盐淋洗液体系分离、测定碘化物。参考色谱条件如下：

色谱柱为阴离子分离柱（聚二乙烯基苯/乙基乙烯苯基质、具有烷基和烷醇季铵功能团）和阴离子保护柱；检测器类型为电导检测器；检测器温度 30℃；淋洗液/流动相组成为碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液，其中，碳酸钠质量浓度为 4.5 mmol/L，碳酸氢钠质量浓度为 1.4 mmol/L；流速为 1.2 ml/min；抑制器电流为 31 mA；进样体积可根据样品质量浓度的高低选择 50~250  $\mu\text{l}$ 。

碘化物分析参考色谱图如下：



附图 A.1 碘离子色谱图

中华人民共和国国家环境保护标准  
水质 碘化物的测定 离子色谱法  
HJ 778—2015

\*

中国环境出版社出版发行  
(100062 北京市东城区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

010-67125803

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

\*

2016年1月第1版 开本 880×1230 1/16

2016年1月第1次印刷 印张 1

字数 30千字

统一书号: 135111·443

定价: 16.00元

\*



135111443