离子色谱法分析碘化物的关键技术要点与常见问题解决

王　琪

山西省晋城生态环境监测中心　山西　晋城　048000

摘　要：针对离子色谱法测定碘化物过程中易出现的背景电导偏高、峰形拖尾、碳酸根干扰、基线漂移、回收率不稳定等实际问题，本文系统梳理了仪器条件、色谱柱选择、淋洗液体系、抑制电流优化、背景电导控制、样品前处理及干扰消除等核心技术环节，明确了关键操作要点与注意事项，并结合实验经验总结了检测过程中的常见故障与解决方法。研究表明，采用高容量亲水性阴离子交换柱、匹配适宜的抑制电流，，可将系统背景电导稳定控制在 0.1～0.5　μS 范围内，采用氢氧根、碳酸根淋洗体系都可有效降低基体干扰，显著提升碘化物测定的灵敏度、准确度与稳定性。本文可为饮用水、地表水、海水、食盐及食品等各类样品中碘化物的准确、高效检测提供全面的技术参考与实践指导。

关键词：离子色谱；碘化物；抑制电导检测；背景电导；色谱柱选择；碳酸根干扰

引言

碘是维持人体正常生理功能不可或缺的微量元素，其含量水平直接关系到甲状腺功能、生长发育及机体代谢调节。饮用水、地表水、海水、加碘食盐、海产品及生物样本中碘化物的准确定量，对环境质量监测、食品安全管控、公共卫生营养评价均具有重要的现实意义。抑制型电导离子色谱法凭借选择性优良、灵敏度高、前处理简便、可同时实现多组分阴离子同步分析等优势，已成为碘化物检测领域的主流分析技术。

碘化物具有离子半径大、疏水性较强、保留行为特殊的理化特性，在常规阴离子分析条件下，极易出现峰形拖尾、保留时间过长、基体干扰严重等现象。同时，淋洗液纯度、抑制电流匹配度、系统污染、二氧化碳溶入等因素，均会直接影响背景电导水平与检测稳定性。在实际检测工作中，各环节的操作细节直接决定了检测数据的可靠性与重复性。因此，构建一套系统、规范、可落地执行的碘化物离子色谱分析技术体系，明确关键要点并解决常见问题，对提升碘化物检测质量至关重要。

1 实验条件选择与优化要点

1.1 色谱柱的选择

碘化物保留能力强、易产生拖尾且易受高盐基体干扰，色谱柱的选择需遵循三大核心原则：一是优先选用高容量阴离子交换柱，提升对高盐基体的耐受度，显著改善碘化物峰形；二是选用强亲水性固定相，减少碘化物非特异性吸附，避免回收率偏低；三是尽量配套同型号保护柱，有效拦截颗粒物与污染物，延长分析柱使用寿命[1]。

检测过程中严禁使用低容量常规阴离子色谱柱，该类色谱柱会导致碘化物保留过强、峰形严重拖尾，且无法有效分离碳酸根、氯离子等干扰组分，难以实现准确定量。

通过实验分析，选择色谱柱应进行碘离子的标准样品和实际水样进行分析比对，大部分色谱柱对碘化物标准溶液分析准确，但是对不同水样分析存在干扰情况，可根据本地水样特质选择合适的色谱柱。

1.2 淋洗液体系选择

碘化物分析氢氧根淋洗体系和碳酸盐体系均可选用，主要取决于色谱分离柱和电导检测器能量。

氢氧根淋洗体系，不推荐使用常规碳酸盐体系。KOH 氢氧根体系经抑制后背景为纯水，背景电导可低至 1.0 μS/cm，甚至 0. μS/cm5 以下，检测灵敏度更高；碳酸盐体系背景电导高达 10～25 μS/cm，碘化物标准溶液与样品需要通过超声波超声。

最优淋洗条件为：氢氧根体系淋洗液采用 35~40 mmol/L KOH 等度洗脱，流速设定为 1.0 mL/min，柱温控制在 30℃。但是也根据色谱柱实际情况进行选择，在实验中遇到了实际水样因含碳酸根且含量大，碳酸根出峰时间会盖住碘离子出峰，这时候就需要调整淋洗液浓度，根据实验调整参数，淋洗液采用 5 mmol/L KOH 等度洗脱，水样过 0.22 微米滤膜后再过氢柱，可有效去除碳

酸根离子干扰，缺点是淋洗液浓度过低会导致保留时间延长、峰形拖尾；浓度过高则会使碘化物出峰过快，易受基体组分干扰，影响分离效果[2]。

1.3 抑制电流与背景电导控制

碘化物因电导响应值比较小，通过实验得出（氢氧根淋洗液体系），背景电导值需要小于 1.0 μS/cm，检测灵敏度可满足方法要求，若当背景电导≤ 0.5 μS/cm，检测灵敏度会显著提高。降低背景电导的关键措施包括：使用 18.2 MΩ·cm 新鲜超纯水或使用蒸馏水配制淋洗液；淋洗液配制后超声脱气并密封保存，减少二氧化碳溶入；定期对抑制器进行活化与再生，保障抑制效率；系统充分平衡至基线平稳后，可满足背景电导≤ 1.0 μS/cm，提高分析结果准确性。

1.4 样品前处理要点

样品前处理需重点把控以下环节：所有样品均需经 0.22 μm 水系滤膜过滤，去除颗粒物避免堵塞色谱柱；在不确定样品浓度情况下，需先进行稀释进样；海水、食盐、卤水等高盐样品，需采用高容量色谱柱或适当稀释后检测；碘化物易被氧化，样品需在避光、低温、中性条件下保存，碘化物样品应在 24 小时内上机完成分析；浑浊样品需经离心或静置处理，取上清液后进样。

2 主要干扰及消除方法

2.1 碳酸根（CO_3^{2-}）干扰

氢氧根淋洗体系中，高浓度碳酸根会引发基线抬升、负峰与基线漂移，盖住碘离子出峰。消除干扰的有效方法：第一氢氧根体系搭配高容量色谱柱，使碳酸根与碘化物实现基线分离；第二是样品可过氢柱进行前处理，样品依次通过由 0.22 过滤柱、1mL 容量氢柱、0.22 过滤柱 3 个串联再进行上机分析。

在碳酸根淋洗液体系中，消除干扰的有效方法：第一选择合适的色谱柱；第二碘化物标准溶液及曲线点溶液应经超声振荡器超声处理后上机测试。第三仪器要充分排气泡保证管路中淋洗液的连续性。

2.2 抑制器污染

分析中若抑制器受金属离子污染，可通过使用让抑制器处于离线状态，溶液排空，使用 200mmol 草酸溶液（1mL/min 流速冲洗 3~5 小时）冲洗。

抑制器受菌类污染，可用新鲜配制 10% 的 1M 盐酸或硫酸/90% 乙腈溶液，用 1mL/min 流速充分冲洗抑制器 2h，用纯水冲洗 10min, 再用 200mmol 硫酸（或氢氧化钠）溶液冲洗 30min，最后用纯水冲洗 10min[3]。

2.3 高浓度氯离子、硫酸根干扰

样品中高浓度氯离子、硫酸根会竞争阴离子交换位点，导致碘化物峰形畸变、保留时间偏移。可通过提高柱温、优化淋洗液浓度、选用高容量色谱柱等方式，消除高浓度常规阴离子的干扰。

3 离子色谱分析碘化物常见问题与解决方法

3.1 背景电导过高（>1.0 μS/cm）

主要原因：HJ778-2015 方法验证时，仪器自检要求背景电导应小于 1.0μS/cm，背景电导超标会抬高基线，抬高噪声，压低信噪比，直接造成低浓度碘化物（0.005mg/L、0.010mg/L）标准点响应变差，影响方法检出限、测定下限验证结果，低浓度样品甚至不能识别碘化物色谱峰。抑制电流不同，抑制器老化失效，淋洗液纯度不够，纯水品质不好，系统受到二氧化碳污染等。氢氧根体系淋洗液极易吸收空气中 CO_2 生成碳酸根，会使背景明显升高；如果实验用水没有达到 18.2MΩ•cm，水中的杂质离子就会不断进入流路，从而提高电导。两份验证报告中一份用的是屈臣氏蒸馏水，一份要求电阻率大于等于 18.2MΩ·cm 超纯水，水质不同会导致背景不同。

解决办法：选择合适的抑制电流，在氢氧根体系中配合淋洗液浓度匹配设置，一般为 85 ~ 90mA；抑制器性能下降时，按照仪器操作规程活化或者更换抑制器；淋洗液发生器需要检查试剂耗材，手工配制淋洗液要重新配制并充分超声脱气；全程使用 18.2MΩ·cm 超纯水作为实验用水，现取现用，避免纯水敞口久置吸收二氧化碳；淋洗液管路尽量密封，减少与空气接触时间，定期做系统冲洗，降低二氧化碳带入的背景干扰。

3.2 碘化物峰拖尾严重

主要原因：色谱柱交换容量不足、淋洗液浓度偏低、柱温过低、色谱柱受污染。解决措施：更换高容量亲水性阴离子色谱柱；将 KOH 浓度提升至 35 mmol/L；柱温设定为 35 ~ 40 ℃；采用高浓度淋洗液冲洗色谱柱。

3.3 碘化物峰过小或不出峰

主要原因：淋洗液洗脱强度不足、进样体积偏小、碘化物氧化损失、背景过高掩盖色谱峰。解决措施：提高淋洗液浓度；将进样量调整为 100～250 μL；样品避光密封低温保存；优化条件降低背景电导。

3.4 碳酸根干扰、负峰、基线上翘

主要原因：碳酸盐干扰是碘化物离子色谱检测中的典型基体问题，两份验证报告中一份用氢氧根淋洗发生

器，另一份用碳酸钠-碳酸氢钠碳酸盐淋洗体系，碳酸盐体系本身就含有碳酸根干扰，样品、淋洗液接触空气吸收 CO_2 也会引入碳酸根杂质，碳酸根色谱峰会与碘离子峰部分重叠，干扰定性定量，出现基线向上倾斜、负峰，曲线校正点相对误差增大。淋洗液或者样品吸收二氧化碳、使用碳酸盐淋洗体系、色谱柱分离能力不够。地表水、地下水样品中的溶解二氧化碳，在前处理、转移过程中不断吸收空气中 CO_2，造成大量的碳酸根杂质。

解决措施：优先更换为 KOH 氢氧根淋洗体系，使用淋洗液发生器在线产生淋洗液，降低碳酸根的引入；手工配制淋洗液要现配现用，充分超声脱气，容器密封保存；选择高容量阴离子色谱柱，提高碳酸根和碘离子之间的分离度；样品前处理、移取过程中尽量缩短敞口时间，减少二氧化碳溶入[4]。

3.5 保留时间持续漂移

主要原因：淋洗液吸收二氧化碳变质、柱温控制不稳定、色谱柱污染或老化。解决措施：重新配制密封保存的淋洗液；保证柱温恒温运行；冲洗或更换色谱柱。

3.6 基线漂移、噪声过大

主要原因：抑制器工作不稳定、抑制电流过高、系统内存在气泡、系统未充分平衡。解决措施：设定适宜的抑制电流；对系统进行排气操作；延长系统平衡时间。为了缩短平衡时间并更好地保护色谱柱，我们推荐采用“高-低-高”的淋洗液浓度切换策略：开机平衡：先用较高浓度的淋洗液（例如 40 mmol/L）进行平衡，待基线初步稳定后，再切换为实验所需的低浓度淋洗液进行最终平衡和样品分析。关机保存：在完成样品序列分析后，最后一针建议再次切换回高浓度淋洗液（如 40 mmol/L）冲洗一段时间，然后再关机。这样更有利于色谱柱的长期保存。

3.7 高盐样品峰形畸变

主要原因：地下水样品中常常含有较高的氯离子等盐类物质，高盐基体进样后，碘化物峰会变宽、变形，定量准确度受到影响。

氯离子浓度太高、色谱柱的交换容量不够，高浓度的竞争离子占据了色谱柱的交换位点，碘离子的洗脱行为也发生了变化。

解决办法：用高容量色谱柱，提高耐受基体离子的能力；对高盐地下水样品适当稀释，使基体离子浓度降到色谱柱的耐受范围之内；条件许可时用梯度淋洗法，改善复杂基体下碘化物的分离效果；同时做加标回收，监控基体带来的偏差。主要原因：氯离子浓度过高、色谱柱容量不足。解决措施：使用高容量色谱柱；对高盐样品进行稀释；采用梯度淋洗方式。

3.8 方法重复性差（RSD 偏大）

主要原因：基线不稳定、抑制效率不稳定、进样操作不规范、系统平衡不好。基线未达到稳定状态就开始执行序列，抑制器老化导致抑制效率出现波动，自动进样器出现故障或者手动进样操作存在差异，淋洗液未完全平衡都会加大平行样间的离散程度。

解决措施：待背景电导降到 0.5μS/cm 以下时再进样分析；定期检查、维护抑制器，抑制效率下降及时活化或者更换；规范自动进样器设置，检查清洗液，保证进样操作流程统一；测试标准系列、精密度样品前，保证离子色谱系统充分平衡。

结束语

离子色谱法测定碘化物的准确性与稳定性，依赖于色谱柱选型、淋洗液体系、抑制电流、背景电导控制、样品前处理及干扰消除等全流程的规范化操作。实际检测中，选用高容量亲水性阴离子交换柱，采用 35 mmol/L 氢氧化钾淋洗体系，设置 85～90 mA 抑制电流，将背景电导稳定控制在 0.5 μS/cm 以内，可有效改善碘化物峰形、降低基线噪声、消除碳酸根与高盐基体干扰。本文系统总结的技术要点与常见问题解决方案，可有效规避峰拖尾、基线漂移、干扰重叠、回收率偏低等典型问题，适用于饮用水、地表水、海水、食盐、食品等多种基体中碘化物的快速、灵敏、准确、稳定检测，具备较强的实际应用价值与推广意义。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家卫生健康委员会. GB/T 5750.5-2022 生活饮用水标准检验方法无机非金属指标 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.

[2] 生态环境部. HJ 778-2015 水质碘化物的测定离子色谱法 [S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2015.

[3] 国家卫生健康委员会. GB/T 8537-2018 饮用天然矿泉水 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.

[4] 王艳萍, 李红, 张萍. 抑制型电导-离子色谱法测定水中碘化物的优化研究 [J]. 环境监测管理与技术, 2020,32(2):49-52.