



中华人民共和国国家标准

GB/T 23978—2020
代替 GB/T 23978—2009

水溶性染料产品中氯化物的测定

Determination of chloride in water-soluble dyes

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 23978—2009《液体染料 氯离子含量的测定 离子色谱法》。与 GB/T 23978—2009 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了测定氯化物含量的化学滴定法(见 3.2);
- 修改了离子色谱法的试样溶液配制方法(见 3.1.6,2009 年版的 4.5.2);
- 修改了氯化物结果的表示和单位(见 3.1.9,2009 年版的 4.7)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位:金华双宏化工有限公司、金华恒利康化工有限公司、沈阳化工研究院有限公司、沈阳沈化院测试技术有限公司、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人:许靓、吴平、王明、薛岩、章国栋、楼益义、姬兰琴、陈梦蝶、周帅天、郑伟良。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 23978—2009。

水溶性染料产品中氯化物的测定

1 范围

本标准规定了水溶性染料产品中氯化物的测定方法。

本标准适用于各种水溶性染料产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 测定方法

3.1 离子色谱法

3.1.1 测定原理

将经过前处理的水溶性染料试样溶液,采用离子色谱法,以保留时间定性、峰面积外标法定量,测定其氯化物(以 NaCl 计)含量。

3.1.2 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

3.1.3 试剂或材料

3.1.3.1 碳酸钠。

3.1.3.2 氯化钠:优级纯。

3.1.3.3 碳酸氢钠。



3.1.4 仪器设备

3.1.4.1 离子色谱仪:配有电导检测器和抑制器。

3.1.4.2 色谱柱:Ion Pac AS23 内径 4.0 mm,长度 250 mm。

3.1.4.3 保护柱:Ion Pac AG23 内径 4.0 mm,长度 50 mm。

3.1.4.4 色谱工作站或积分仪。

3.1.4.5 注射器:平头微量注射器或自动进样器。

3.1.4.6 定量环:20 μ L。

3.1.5 离子色谱分析条件

3.1.5.1 淋洗液:4.5 mmol/L 碳酸钠和 0.8 mmol/L 碳酸氢钠混合水溶液。

3.1.5.2 流速:1.0 mL/min。

3.1.5.3 柱温:30 ℃。

3.1.5.4 进样量:20 μL。

3.1.6 试样溶液配制

称取试样约 0.1 g(精确至 0.000 1 g),溶于 150 mL 水中,温和煮沸 2 min~3 min。冷却至室温,转移至 250 mL 容量瓶中,水定容,摇匀,经针式过滤器过滤后进样。可根据溶解试样的颜色适当调整溶液稀释倍数。

3.1.7 氯化钠标准溶液的配制

将氯化钠于 500 ℃灼烧至恒量,然后称取 1.000 g 左右(精确至 0.000 1 g)于 1 000 mL 容量瓶中,加入水溶解并定容,配成浓度为 1 000 μg/mL 氯化钠溶液。再分别配制 0.01 μg/mL、0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL 七个浓度的线性标准溶液,备用。

3.1.8 测定

待仪器运行稳定后,用注射器分别吸取标准溶液和样品溶液注满定量环进样,待氯离子峰流出完毕(参见附录 A 的图 A.1),用色谱工作站进行结果处理。测定标准溶液中氯化钠的峰面积并绘制标准曲线,再根据标准曲线求出样品中氯化物的含量。

3.1.9 结果计算

氯化钠的标准曲线方程按式(1)计算:

$$A = k\rho - b \quad \dots\dots\dots (1)$$

试样中氯化物(以 NaCl 计)的含量以质量分数 w_1 (%)计,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{\rho \times V_1 \times n}{m_1 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——氯化钠的峰面积数值;

k ——氯化钠标准曲线方程的常数,由色谱工作站给出;

ρ ——溶液中氯化钠的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

b ——氯化钠标准曲线方程的常数,由色谱工作站给出;

V_1 ——试样溶液最终定容体积的数值,单位为毫升(mL);

n ——试样的稀释倍数的数值;

m_1 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

10^6 ——单位换算系数。

计算结果保留到小数点后两位。

3.1.10 测定低限



离子色谱法对水溶性染料中的氯化物的测定低限为 2 mg/kg。

3.1.11 回收率

在已知氯化物含量的试样中加入已知浓度的氯化钠标准溶液,按 3.1 进行测定,测得的回收率为

93%~99%之间。

3.1.12 精密度

在同一个实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的两次独立测试结果的绝对差值应不大于这两个测定值算术平均值的 20%。

3.2 化学滴定法

3.2.1 测定原理

将水溶性染料配制成一定浓度水溶液,经活性炭吸附处理后,加入无机酸和过量硝酸银溶液,样品中的氯离子与硝酸银反应生成氯化银沉淀,以硫酸铁铵溶液作为指示剂,用硫氰酸铵标准溶液滴定过量硝酸银。

3.2.2 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备与标定。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

3.2.3 试剂或材料

3.2.3.1 活性炭。

3.2.3.2 硝酸。

3.2.3.3 硝酸溶液:硝酸与水的体积比=1:1。

3.2.3.4 硝基苯。

3.2.3.5 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

3.2.3.6 硫酸铁铵试液:称取 14 g 硫酸铁铵,溶于 100 mL 水中,过滤,加入硝酸 10 mL,贮存于棕色瓶中,置于冷藏箱保存,有效期 6 个月。

3.2.3.7 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1\text{ mol/L}$ 。

3.2.4 试样溶液制备

称取试样约 2 g(精确至 0.000 1 g),溶于 150 mL 水中,加入 15 g 活性炭,温和煮沸 2 min~3 min。冷却至室温,加入硝酸溶液 1 mL,放置 30 min(其间不时摇动)。用布氏漏斗抽滤。如滤液有色,则再加活性炭 5 g,不时摇动下放置 1 h,再用布氏漏斗抽滤(若仍有颜色则更换活性炭重复操作至滤液无色)。每次以 10 mL 水洗涤活性炭 3 次,滤液合并转移至 250 mL 容量瓶中,水定容,摇匀,备用。

3.2.5 测定步骤

移取试样溶液(3.2.4)50.00 mL,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液(3.2.3.3),10.00 mL 硝酸银标准滴定溶液(3.2.3.5)及 5 mL 硝基苯,剧烈摇动至氯化银沉淀凝结,加入 1 mL 硫酸铁铵试液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸银,溶液由浅黄色至淡红色为终点并保持 1 min,同时做空白试验。

注:若氯化物含量较高,用 10.00 mL 的硝酸银标准滴定溶液不能将试样中的氯离子完全沉淀,则对试样溶液进行稀释。



3.2.6 结果计算

试样中氯化物(以 NaCl 计)的含量以质量分数 $w_2(\%)$ 计,按式(3)计算:

$$\omega_2 = \frac{c[(V_0 - V_2)/1\,000]M}{m_2 \times 50/250} \times n \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- c ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 ——空白消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);
- V_2 ——试样消耗的硫氰酸铵标准滴定溶液的体积数值,单位为毫升(mL);
- 1 000——单位换算系数;
- M ——氯化钠摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{NaCl})=58.4$];
- m_2 ——试样质量数值,单位为克(g);
- n ——试样的稀释倍数的数值;
- 50 ——吸取试样溶液的体积数值,单位为毫升(mL);
- 250 ——试样定容体积数值,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。

4 试验报告

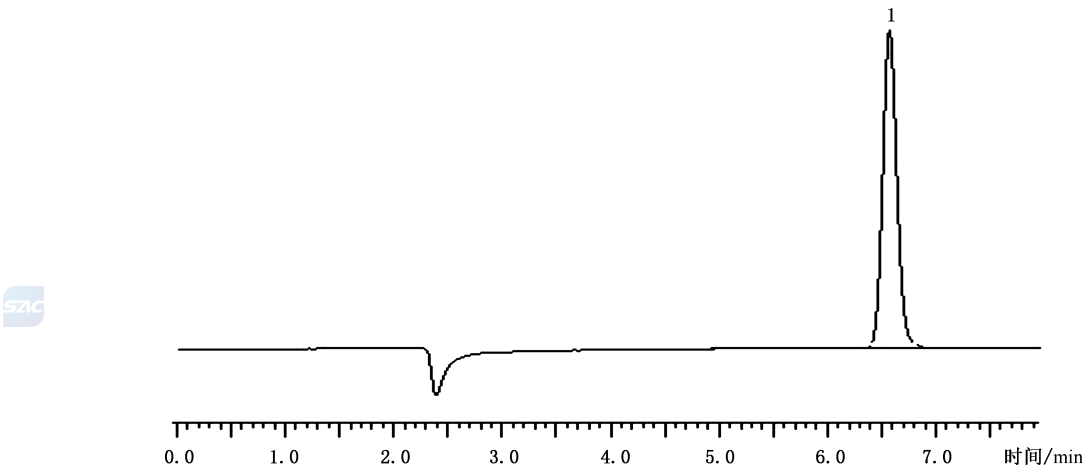
试验报告至少应给出以下内容：

- a) 试样描述;
- b) 本标准编号及所使用的方法;
- c) 试验结果;
- d) 使用的仪器名称和型号;
- e) 偏离标准的差异;
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

水溶性染料中氯化物测定的离子色谱图

水溶性染料中氯化物测定的离子色谱图见图 A.1。



说明：
1——氯化物。

图 A.1 水溶性染料中氯化物测定的离子色谱图