



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4244—2015

乙二醇、二乙二醇、三乙二醇中 氯含量的测定 离子色谱法

Determination of chloride in ethylene glycol, diethylene glycol and triethylene glycol—Ion chromatography

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、太仓新太酒精有限公司、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：曹喜焕、李建军、邬蓓蕾、宋乐林、张永夏、朱丹萍、茅伟刚。

乙二醇、二乙二醇、三乙二醇中 氯含量的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了乙二醇、二乙二醇、三乙二醇中无机氯含量的离子色谱测定方法。

本标准适用于乙二醇、二乙二醇、三乙二醇中无机氯含量的测定,测定下限 0.02 mg/L。

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 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

样品注入配备有两根阴离子交换柱(分析柱和保护柱)、抑制器和电导检测器的离子色谱系统。不同阴离子基于在离子交换树脂和淋洗液之间亲和力的差异得到分离,待测离子经洗脱用电导检测器检测,以保留时间定性,外标法以峰面积定量。

4 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氯化钠。

4.2 碳酸钠。

4.3 碳酸氢钠。

4.4 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

4.5 乙二醇(MEG):高纯,杂质含量小于 0.01 mg/L。

4.6 二乙二醇(DEG):高纯,杂质含量小于 0.01 mg/L。

4.7 三乙二醇(TEG):高纯,杂质含量小于 0.01 mg/L。

4.8 氯质量保证核查标准:氯含量为 10 mg/L,市售溶液或其他氯化物配制。

4.9 氯储备标准溶液(1 000 mg/L 水溶液):准确称取 0.164 9 g \pm 0.001 0 g 预先于 500 °C~600 °C 灼烧至恒重的氯化钠(4.1),用少量水溶解后转移至 100 mL 容量瓶,水稀释至刻度,混匀。

4.10 氯校准标准(10 mg/L 水溶液):用移液管吸取 1.0 mL 氯储备标准溶液(4.9)于 100 mL 容量瓶,水稀释至刻度,混匀。

4.11 阴离子再生溶液(0.1 mol/L 硫酸):于 100 mL 烧杯内加入适量水,缓慢加入 5.0 mL 硫酸(4.4),冷却后转移至 1 L 容量瓶,水稀释至刻度,混匀。

4.12 碳酸盐/碳酸氢盐淋洗液(3.2 mmol/L Na_2CO_3 /1.0 mmol/L NaHCO_3):准确称取 0.339 2 g \pm 0.001 0 g 碳酸钠(4.2)和 0.084 0 g \pm 0.001 0 g 碳酸氢钠(4.3),溶解后转移至 1 L 容量瓶内,用水稀释至

刻度,摇匀。

注:在处理试剂和样品的过程中建议佩戴乳胶手套以防止氯离子的污染。

5 仪器

5.1 离子色谱仪:配备电导检测器,参考色谱条件参见附录 A。

5.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

5.3 容量瓶:50 mL、100 mL 和 1 L。

5.4 移液管:1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 和 10.0 mL。

注:所有玻璃器皿使用前需用一级水冲洗 3~5 次,晾干备用。

6 采样

按 GB/T 6680 规定的技术要求采取样品。

7 测定步骤

7.1 氯系列标准溶液配制(0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L)

7.1.1 直接测定标准溶液

于 5 个 100 mL 容量瓶内分别加入 10 mg/L 氯校准标准(4.10)0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL,用 MEG(4.5)[或 DEG(4.6),TEG(4.7)]稀释至刻度。

7.1.2 稀释测定标准溶液

向 500 mL 容量瓶内加入 MEG(4.5)[或 DEG(4.6),TEG(4.7)]250 g \pm 20 g(准确至 0.01 g),水稀释至刻度,此溶液用于配制系列标准溶液。标准溶液配制同 7.1.1。

注:鉴于 MEG、DEG、TEG 黏度大,稀释的目的是便于进样测定。

7.2 离子色谱仪操作条件

色谱条件参见附录 A。

7.3 标准曲线的绘制

7.3.1 按浓度递增顺序,依次进样,得到上述各浓度的色谱图。

7.3.2 以氯的浓度(mg/L)为横坐标,峰面积(μ S/cm)为纵坐标,绘制标准曲线,参见附录 B。

7.4 样品测定

7.4.1 直接测定:在相同操作条件下,注入样品测定。

7.4.2 稀释测定:向 50 mL 容量瓶内加入样品 25 g \pm 2 g(准确至 0.01 g),水稀释至刻度,称量溶液质量(准确至 0.01 g)。其他测定同 7.4.1。

8 计算

样品中氯的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{m_s \times c}{m}$$

.....(1)

式中：

X ——样品中氯含量,单位为毫克每升(mg/L)；

m_s ——样品质量(7.4.2),单位为克(g)；

c ——由标准曲线(7.4)测定的样品溶液的氯含量,单位为毫克每升(mg/L)；

m ——溶液质量(7.4.2),单位为克(g)。

取两次重复测定结果的算术平均值作为测定结果,并保留至两位小数。

9 质量控制

建议采用质量保证核查标准样品核查标准曲线的准确性。可以采用已知氯含量的乙二醇样品或不同于 7.1.1 的由氯质量保证核查标准(4.8)制备的核查标准溶液。比较核查标准溶液氯含量的测定结果和计算结果,其差值应不大于计算结果的 10%。如果测定结果超过可接受的限量规定,则重新配制系列标准溶液(7.1)并绘制标准曲线。

10 精密度

在 2012 年,对 8 个实验室和 5 个测定水平的试验结果统计分析而得到的精密度数据见表 1。

表 1 精密度

	范围	重复性限 r	再现性限 R
氯含量/(mg/L)	0.02~1.00	$S_r=0.083\ 2m+0.003\ 5$	$S_R=0.154\ 3m+0.004\ 6$

SN/T 4244—2015

附 录 A
(资料性附录)
参考色谱条件

- A.1 色谱柱:碳酸盐基阴离子交换保护柱(A Supp 4/5)和分离柱(A Supp 5 150/4 mm),或选用性能相当的高容量阴离子交换柱¹⁾。
- A.2 淋洗液:3.2 mmol/L Na_2CO_3 /1.0 mmol/L NaHCO_3 。
- A.3 抑制器:外加酸化学抑制器,或其他等效的化学抑制器。
- A.4 检测器:电导检测器,检测池温度控制精度 $\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- A.5 淋洗液流速:0.7 mL/min。
- A.6 进样体积:100 μL 。



1) 该色谱柱是由瑞士万通公司提供的产品的商品名,给出这一信息是为了方便本标准的使用,并不表示对该产品的认可,如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

附录 B
(资料性附录)

氯标准溶液离子色谱图(乙二醇基体)

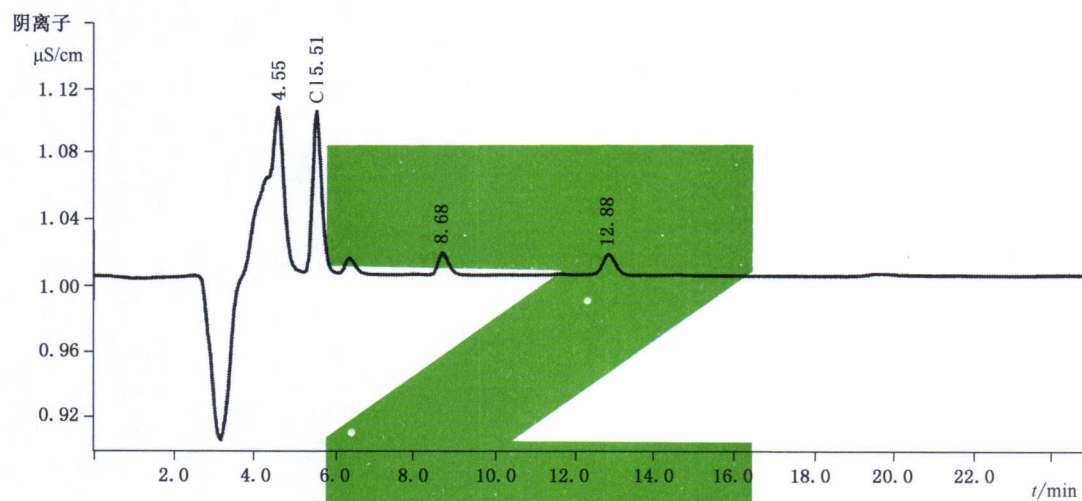


图 B.1 0.2 mg/L 氯在 A Supp 5 150/4 mm 分析柱上标准色谱图