



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4310—2015

进出口磷酸中氯离子、硝酸根离子和硫酸根离子的测定 离子色谱法

Determination of chloride, nitrate and sulphate in phosphoric acid for import and export—Ion chromatography

2015-09-02 发布

2016-04-01 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：中华人民共和国贵州出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：周富强、赵明、李春萍、罗天林、冉菲、蔡玲。

进出口磷酸中氯离子、硝酸根离子和硫酸根离子的测定 离子色谱法

警告:当操作浓磷酸时需格外注意,避免浓磷酸与裸露的皮肤接触,操作时,需佩戴防护眼镜和合适的防护手套。

1 范围

本标准规定了进出口磷酸中氯离子、硝酸根离子、硫酸根离子的离子色谱测定方法。

本标准适用于进出口磷酸中氯离子、硝酸根离子、硫酸根离子的测定。

本标准的适用范围:氯离子为 0.03 mg/kg~100 mg/kg;硝酸根离子为 0.03 mg/kg~100 mg/kg;硫酸根离子为 0.10 mg/kg~150 mg/kg。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

以高纯磷酸为基体,稀释后的磷酸样品通过离子排斥色谱柱分离出氯、硝酸根、硫酸根离子,待目标阴离子富集于浓缩柱上后,进行阀切换,磷酸体系随废液排出,吸附于浓缩柱上的目标阴离子经淋洗液洗脱,进入离子交换色谱柱分析,根据保留时间进行定性,以外标法进行定量。

4 试剂

除另有规定外,试剂均为分析纯,实验用水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。所有器皿使用前均需依次用 2 mol/L NaOH 溶液和超纯水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3~5 次,晾干备用。

4.1 氯离子标准储备溶液(1 000 mg/mL):购买市售有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.2 硝酸根离子标准储备溶液(1 000 mg/L):购买市售有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.3 硫酸根离子标准储备溶液(1 000 mg/L):购买市售有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.4 单组分标准中间液:准确移取 10 mL 氯离子(4.1)、硝酸根离子(4.2)和硫酸根离子(4.3)标准储备液分别于不同的 100 mL 容量瓶中,定容,分别配成 100 mg/L 的氯离子、硝酸根离子、硫酸根离子的单组分标准中间液。

4.5 高纯磷酸:纯度为电子级磷酸。

4.6 NaOH 溶液:2 mol/L。

5 仪器和材料

- 5.1 离子色谱仪(IC): AXP 辅助输液泵、离子排斥柱、阴离子捕获柱、电导检测器、氢氧化钾淋洗液发生器、抑制器、六通阀、低压浓缩柱, 连接图参见附录 A 中图 A.1。
- 5.2 移液管: 10 mL。
- 5.3 容量瓶: 25 mL、100 mL。
- 5.4 氮气: $\geq 99.9\%$ 。
- 5.5 定量环: 100 μL 。
- 5.6 注射器: 1.0 mL。
- 5.7 微量移液器: 10 μL ~100 μL 和 100 μL ~1 000 μL 。
- 5.8 分度吸量管: 1.0 mL~5.0 mL。
- 5.9 分析天平: 感量 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样

样品应储存于无污染的聚四氟乙烯塑料瓶中。

6.2 标准曲线的绘制

分别称取 20 g(精确至 0.000 1 g)高纯磷酸(4.5)到 6 个预先装有少量超纯水的 25 mL 容量瓶(5.3), 准确移取单组分标准中间液(4.4)于上述容量瓶内, 冷却至室温, 定容, 得到混合标准工作溶液(浓度见表 1), 在设定的仪器工作条件下(仪器条件参见附录 B), 从低到高浓度依次进行测定, 以氯离子、硝酸根离子、硫酸根离子的浓度为横坐标, 对应的峰面积为纵坐标, 绘制标准工作曲线。典型的样品色谱图参见附录 C 中图 C.1。

表 1 混合标准工作溶液

目标物	Std0 mg/L	Std1 mg/L	Std2 mg/L	Std3 mg/L	Std4 mg/L	Std5 mg/L
Cl ⁻	0.00	0.25	0.5	1.0	2.0	5.0
NO ₃ ⁻	0.00	0.5	1.0	2.0	4.0	10.0
SO ₄ ²⁻	0.00	1.0	2.0	4.0	8.0	20.0
注: 根据目标物含量的不同, 可选择适合的混合标准工作曲线浓度。						

6.3 测定

称取 20 g(精确至 0.000 1 g)磷酸样品到预先装有少量超纯水的 25 mL 容量瓶中, 补水, 冷却至室温, 充分混匀, 定容。吸取试样, 在设定仪器工作条件下, 用离子色谱仪进行检测, 根据氯离子、硝酸根离子、硫酸根离子的保留时间定性, 以色谱峰面积用外标法进行定量。

6.4 空白试验

除不加试样外, 均按上述测定条件和步骤进行。

7 结果计算

7.1 按式(1)计算被测目标物的含量,以质量分数表示:

$$W_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- W_i ——被测目标物的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_i ——从工作曲线查得的试样溶液中被测目标物的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——从工作曲线查得的空白溶液中被测目标物的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

7.2 结果取两次测定结果的算术平均值,结果保留两位小数。

8 精密度

由 8 个实验室对 3 个水平的试样进行方法精密度试验,结果见表 2。

表 2 精密度

目标物	水平范围 mg/kg	重复性限 S_r	再现性限 S_R
Cl ⁻	0.05~10.0	$S_r=0.016\ w+0.004$	$S_R=0.017\ w+0.01$
NO ₃ ⁻	0.05~20.0	$S_r=0.015\ w+0.007$	$S_R=0.026\ w+0.002$
SO ₄ ²⁻	0.10~60.0	$S_r=0.005\ w+0.033$	$S_R=0.008\ w+0.027$
w 为两次测定结果的算术平均值。			

附录 A
(资料性附录)
预处理与色谱仪连接示意图

预处理与色谱仪连接示意图见图 A.1。

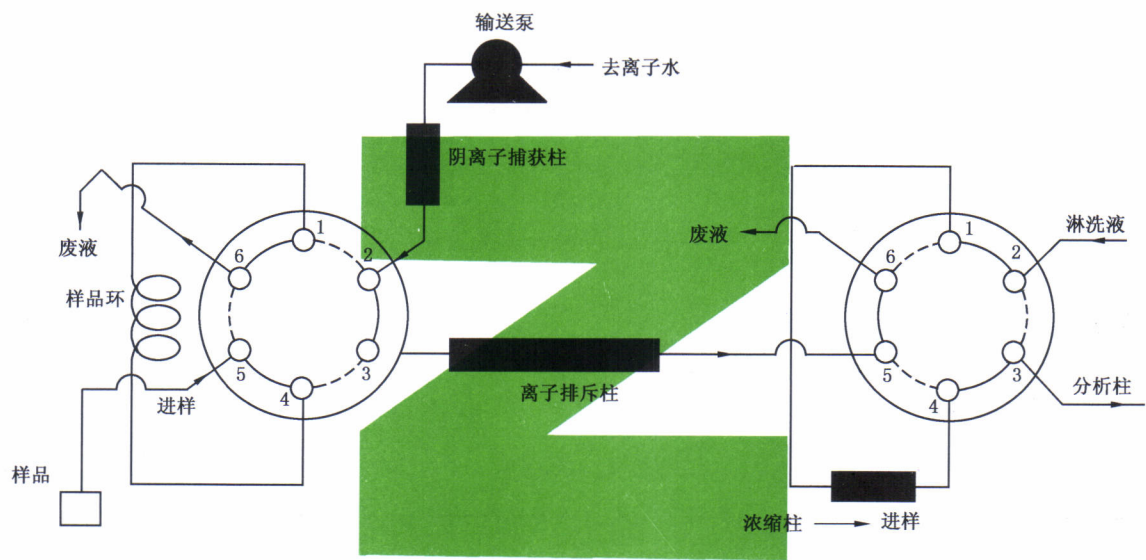


图 A.1 预处理与离子色谱仪连接示意图

附 录 B
(资料性附录)

离子色谱仪参考工作条件¹⁾

- B.1** 色谱柱:IonPac AS11-HC 型阴离子分析柱(4×250 mm)和 IonPac AG11-HC 型保护柱(4×50 mm),或适用性能相当者。
- B.2** 排斥柱:IonPacTM ICE-AS1(9×250 mm),或适用性能相当者。
- B.3** KOH 梯度淋洗液:0 min~8 min 10 mmol/L;8 min~20 min 10 mmol/L~35 mmol/L;20 min~25 min 35 mmol/L~40 mmol/L,25 min 10 mmol/L,或适用性能相当条件。
- B.4** 流动相流速:1.0 mL/min。
- B.5** AXP 输液泵流速:0.55 mL/min。
- B.6** 柱温箱温度:30 ℃。
- B.7** 进样体积:100 μL。
- B.8** 抑制器:ASRS 300 4 mm 电化学自再生阴离子膜抑制器,或适用性能相当者。
- B.9** 检测器电压:100 mA。

1) 非商业性声明:附录 B 中所列举参数是在 Dionex ICS-2100 型设备上完成的,仅为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

SN/T 4310—2015

附录 C
(资料性附录)
标准溶液离子色谱图

标准溶液离子色谱图见图 C.1。

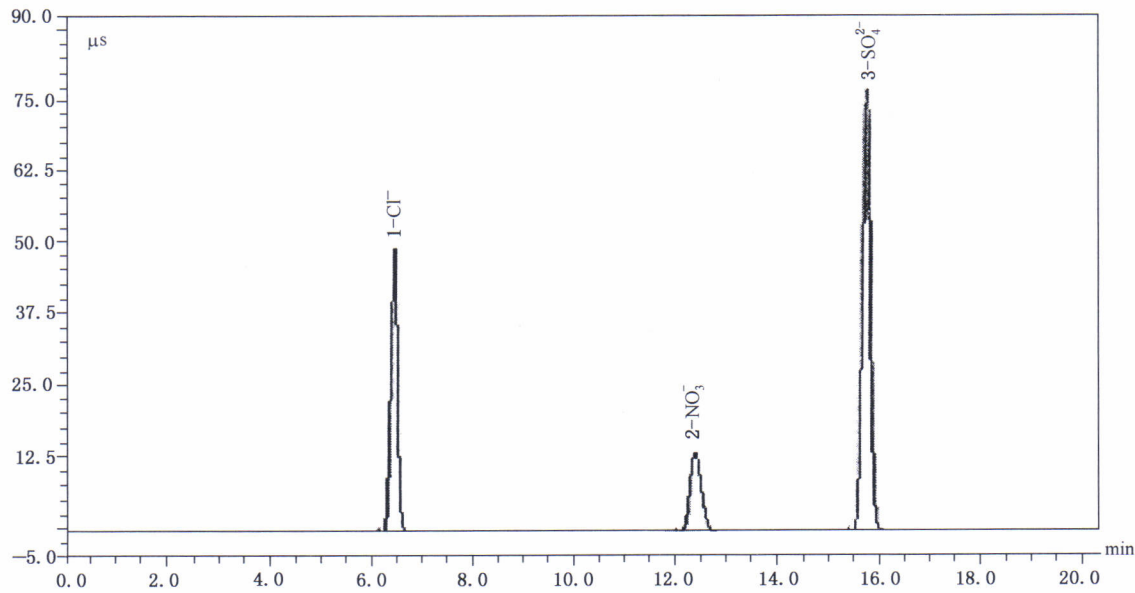


图 C.1 氯离子、硝酸根离子、硫酸根离子的标准离子色谱图(IC)