



中华人民共和国国家标准

GB/T 31197—2014

GB/T 31197—2014

无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法

Inorganic chemicals for industrial use—Determination of impurity anions—
Ion chromatography method

中华人民共和国
国家标准
无机化工产品 杂质阴离子的测定
离子色谱法
GB/T 31197—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

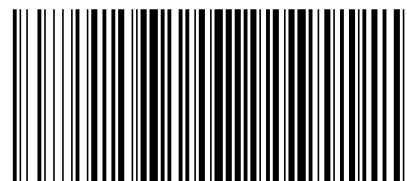
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 45 千字
2014年10月第一版 2014年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50086 定价 27.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 31197-2014

2014-09-03 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 H
(资料性附录)
离子色谱法测定条件实例

H.1 氢氟酸中 Cl^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 的测定**H.1.1 离子色谱仪装备**

H.1.1.1 分析柱:功能基为季铵盐。

H.1.1.2 保护柱:功能基为季铵盐。

H.1.1.3 浓缩柱:功能基为季铵盐。

H.1.1.4 捕获柱:功能基为季铵盐。

H.1.2 离子色谱仪参考工作条件

H.1.2.1 淋洗液:与分析柱配套。

H.1.2.2 流速:0.25 mL/min。

H.1.2.3 进样量:750 μL 。

H.1.2.4 抑制电流:100 mA。

H.1.2.5 工作曲线浓度:1 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 。

H.2 重铬酸钾中 SO_4^{2-} 的测定**H.2.1 离子色谱仪装备**

H.2.1.1 样品前处理柱:氢柱。

H.2.1.2 0.22 μm 水性微孔滤膜过滤器。

H.2.1.3 高速离心机:配有 100 mL 离心管。

H.2.2 离子色谱仪参考工作条件

H.2.2.1 分析柱:功能基为季铵盐,带保护柱。

H.2.2.2 抑制器:自循环电抑制或相当者。

H.2.2.3 检测器:电导检测器,若能确认有同样功能的其他检测器也可使用。

H.2.2.4 淋洗液:氢氧化钾梯度淋洗液(淋洗过程为初始浓度 5 mmol/L,终点浓度 40 mmol/L,淋洗时间为 40 min,淋洗流量为 1.0 mL/min)。

H.2.2.5 淋洗液流量:1.0 mL/min。

H.2.2.6 进样器:0.025 mL。

H.2.2.7 工作曲线:0 mg/mL、0.005 mg/mL、0.010 mg/mL、0.015 mg/mL、0.020 mg/mL、0.025 mg/mL,将此系列标准溶液分别经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,弃去初始的 10 mL 滤液,将滤液过氢柱后直接进入离子色谱仪。

H.2.3 样品处理步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g。溶于 50 mL 水中,在电磁搅拌下逐滴加入 10 mL 水合肼溶液(1+

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、烟台市金河保险粉厂有限公司、青岛检验检疫技术发展中心、四川省银河化学股份有限公司、衢州氟硅技术研究院、青岛普仁仪器有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、赛默飞世尔科技(中国)有限公司、江西核工业兴中科技有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:郭凤鑫、王国清、王骏、崔鹤、谢友才、张庆华、侯倩慧、张锦梅、叶明立、赵祖亮、胡昌文。

附录 F
(资料性附录)
常用淋洗液

无机化工产品 杂质阴离子的测定
离子色谱法

淋洗液应根据所用分离柱的特性,参考分离柱的使用说明进行选择。

使用抑制器法的无机阴离子分析,通常使用氢氧化钾(或氢氧化钠)、碳酸盐缓冲液、硼酸盐缓冲液等碱性溶液作为淋洗液。

常用淋洗液配制实例见表 F.1。

表 F.1 常用淋洗液配制实例

淋洗液实例	适用分离离子	常用浓度
Na ₂ CO ₃ +NaHCO ₃	用于一价和多价阴离子的分离	1.8 mmol/L+1.7 mmol/L
KOH(或 NaOH)	用于阴离子的分离	1.5 mmol/L
Na ₂ B ₄ O ₇	用于对固定相亲和力弱的无机阴离子的分离	15 mmol/L
苯甲酸钠(或苯甲酸钾)	用于一价阴离子的分离	1.5 mmol/L
邻苯二甲酸+三羟甲基氨基甲烷	用于一价和二价阴离子的分离	2.5 mmol/L+2.5 mmol/L
(NH ₄) ₂ SO ₄ +NH ₃ ·H ₂ O	用于 CrO ₄ ²⁻ 的分离	0.25 mol/L +0.1 mol/L
对羟基苯甲酸	用于 AsO ₄ ³⁻ 的分离	1.0 mmol/L(pH 为 7)

可通过改变淋洗液浓度以改变一价和二价阴离子之间分离的选择性,淋洗液离子浓度越高,各阴离子的保留时间越短,但二价离子保留时间的减少明显大于一价离子的保留时间。

采用梯度淋洗可以提高检测器的灵敏度,提高柱效,缩短分析时间。梯度淋洗方式主要有以下两种类型:

- 组成梯度:淋洗液的组成改变,常用的方式是在梯度程序的初始段使用对固定相亲和力弱的淋洗离子,再逐渐使用对固定相亲和力强的淋洗离子。
- 浓度梯度:运行时改变淋洗液的浓度。运行浓度梯度淋洗时应配合使用高效高容量的抑制器以降低淋洗液的背景电导。

1 范围

本标准规定了无机化工产品中杂质阴离子测定用离子色谱法的术语和定义、方法原理、试剂、材料、仪器、仪器的安装及操作方法、定性分析、定量分析、分析结果的表述、精密度等通用规则。

本标准适用于离子色谱法对无机化工产品中各种杂质阴离子(包括 F⁻、Cl⁻、Br⁻、I⁻、CN⁻、CO₃²⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻、BrO₃⁻、ClO₄⁻、ClO₃⁻、ClO₂⁻、SCN⁻、N₃⁻、AsO₃³⁻、CrO₄²⁻)进行定量测定。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

离子色谱法 ion chromatography

在以淋洗液为流动相,以离子交换剂为固定相的离子分离柱内,使试样中的各种离子相互分离,然后经电导等检测器进行测量的一种液相色谱方法。

4 方法原理

样品制备成试样溶液后,进入以离子交换树脂为固定相的离子交换色谱柱,用适当的淋洗液洗脱,离子交换树脂上的活性交换基团与试液中的离子及流动相中的淋洗液离子发生离子交换作用。随着淋洗液的流动,试液中的阴离子与树脂上的交换基团不断地发生交换-洗脱-再交换-再洗脱,被测阴离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离,最终被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。在一定的色谱条件下各组分峰的流出时间(即保留时间)固定,以此作为组分离子的定性依据。在一定的浓度范围内组分的峰面积(或峰高)正比于组分的浓度,记录仪(如积分仪)收集此信号给出组分的定量结果。

5 试剂、材料

5.1 一般规定

5.1.1 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、GB/T 603 的