

中华人民共和国国家标准

工业循环冷却水及锅炉水中氟、氯、磷酸根、 亚硝酸根、硝酸根和硫酸根的测定 离子色谱法

GB/T 14642—93

Industrial circulating cooling water and boiler water—Determination of fluoride, chloride, phosphate, nitrite, nitrate and sulfate—Ion chromatography

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业循环冷却水及锅炉水中氟(F^-)、氯(Cl^-)、磷酸根(PO_4^{3-})、亚硝酸根(NO_2^-)、硝酸根(NO_3^-)、硫酸根(SO_4^{2-})等离子的测定方法。

本标准适用于工业循环冷却水及锅炉水中氟含量 0.10~100.0mg/L;氯含量 0.10~500.0mg/L;磷酸根含量 0.10~50.0mg/L;亚硝酸根含量 1.0~50.0mg/L;硝酸根含量 3.0~100.0mg/L;硫酸根含量 5.0~500.0mg/L 范围的测定。

2 引用标准

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语

3.1 洗脱液 用于传送样品通过交换柱的离子流动相。

3.2 固定相 色谱柱内不移动的、起分离作用的物质。

3.3 分离度 指在特定的实验条件下,一个色谱柱分开连续组分的能力。

3.4 色谱图 将经分离柱洗脱的各组分浓度连续地记录,并对流出时间作图,获得色谱流出曲线,即为色谱图。

3.5 峰高 是指峰的最高点到基线之间的垂直距离。

3.6 保留时间 由进样到各色谱峰极大点之间的时间称为保留时间。

4 方法原理

离子在固定相和流动相之间有不同的分配系数,当流动相将样品带到分离柱时,由于各种离子对离子交换树脂的相对亲和力不同,样品中的各离子被分离,继而进入抑制器。抑制器的作用主要是降低洗脱液的本底电导,增加被测离子的电导响应值和除去样品中的阳离子,再流经电导池,由电导检测器检测并绘出各离子的色谱图,以保留时间定性,峰高或峰面积定量,测出离子含量。

5 试剂和材料

本标准所用水应符合 GB 6682 中二级水的规格,且经脱气处理;所用试剂在没有注明其他要求时,均指优级纯试剂。

5.1 氟离子标准贮备液:含 F 1.00mg/mL。称取氟化钠(GB 1264)2.210g,溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)。

5.1.1 氟离子标准溶液:含 F 0.10mg/mL。移取氟离子标准贮备液(5.1)10.00mL,于 100mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,此溶液现用现配。

5.2 氯离子标准贮备液:含 Cl 1.00mg/mL。称取于 500~600℃灼烧至恒重的氯化钠(GB 1266)1.648g,溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)。

5.2.1 氯离子标准溶液 Cl:0.10mg/mL

移取氯离子标准贮备液(5.2)10.00mL,于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,此溶液现用现配。

5.3 磷酸根离子标准贮备液:含 PO_4^{3-} 1.00mg/mL。称取 1.433g 预先在 100~105℃干燥并恒重过的磷酸二氢钾(GB 1274),溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)中。

5.4 亚硝酸根离子标准贮备液:含 NO_2^- 1.00mg/mL。称取 1.500 0g 亚硝酸钠(GB 633),溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)中。

5.5 硝酸根离子标准贮备液:含 NO_3^- 1.00mg/mL。称取 1.371g 硝酸钠(GB 636),溶于水,移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)中。

5.6 硫酸根离子标准贮备液:含 SO_4^{2-} 1.00mg/mL。称取 1.479g 无水硫酸钠(GB 9853),溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)。

5.7 离子色谱测定用标准工作溶液: F^- 、 Cl^- 、 PO_4^{3-} 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 含量分别为 2.0、3.0、15.0、5.0、10.0、20.0mg/L。分别移取氟离子标准溶液(5.1.1)10.00mL,氯离子标准溶液(5.2.1)15.00mL,磷酸根离子标准贮备液(5.3)7.50mL,亚硝酸根离子标准贮备液(5.4)2.50mL,硝酸根离子标准贮备液(5.5)5.00mL,硫酸根离子标准贮备液 10.00mL 于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮于聚乙烯瓶中,置于冰箱(4℃)。

5.8 碳酸钠洗脱贮备液: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=0.240\text{mol/L}$

称取 25.44g 碳酸钠(GB 639),溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.9 碳酸氢钠洗脱贮备液: $c(\text{NaHCO}_3)=0.300\text{mol/L}$ 。称取 25.20g 碳酸氢钠(GB 640),溶于水,移入 1 000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

5.10 阴离子洗脱液

各移取碳酸钠洗脱贮备液(5.8),碳酸氢钠洗脱贮备液(5.9)10.00mL,(或按分离柱要求的洗脱液浓度移取)于 1 000mL 容量瓶中,用脱气水(附录 B)稀释至刻度,摇匀。

5.11 硫酸(GB 625)溶液:1+4。

5.12 硫酸(GB 625)溶液:1+35。

5.13 过硫酸钾(GB 641)溶液:40g/L。称取 20g 过硫酸钾,精确至 0.5g,溶于 500mL 水中,摇匀,贮存于棕色瓶中(保存期为一个月)。

5.14 中速滤纸(定量)。

6 仪器和设备

离子色谱仪和一般实验室用仪器。

6.1 离子色谱仪: