



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2994—2011

有机化工产品中氟、氯和硫酸根的测定 离子色谱法

Determination of fluoride, chloride and sulphate in organic chemical products
for industrial use—Ion chromatography

2011-09-09 发布

2012-04-01 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 给出的要求起草。

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：中华人民共和国湖北出入境检验检疫局、中华人民共和国北京出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：崔海容、郭坚、万鹏、崔鹤、凌约涛。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

有机化工产品中氟、氯和硫酸根的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了水溶性有机化工产品中氟、氯和硫酸根的离子色谱测定方法。

本标准适用于水溶性醇、醛、酮、腈类有机化工产品中氟、氯和硫酸根的测定。

2 原理

样品中氟、氯和硫酸根在极性水中电离进入水相,进入阀切换装置后,氟、氯和硫酸根等阴离子富集于浓缩柱上,有机基体因在浓缩柱上无吸附而随水进入废液管,实现有机基体分离,吸附于浓缩柱上的氟、氯和硫酸根经洗脱直接进样,用离子色谱法测定。以保留时间定性,以外标法进行定量。

3 试剂

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,实验用水为超纯水:电阻率为 $18.2\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 。

3.1 氢氧化钠:优级纯。

3.2 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=20\text{ mmol/L}$:称取 0.8 g 氢氧化钠(3.1),加水使溶解,并稀释至 $1\ 000\text{ mL}$,混匀。也可使用自动淋洗液发生器 OH^- 型制备。

3.3 氟、氯和硫酸根的标准储备溶液:氟的标准储备溶液为 1 mL 含 $1\ 000\ \mu\text{g}$ 氟,氯的标准储备溶液为 1 mL 含 $1\ 000\ \mu\text{g}$ 氯,硫酸根的标准储备溶液为 1 mL 含 $1\ 000\ \mu\text{g}$ 硫酸根。

3.4 氟标准使用液($10.0\ \mu\text{g/mL}$):准确移取氟的标准储备溶液(3.3) 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期为1个月。

3.5 氯标准使用液($10.0\ \mu\text{g/mL}$):准确移取氯的标准储备溶液(3.3) 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期为1个月。

3.6 硫酸根标准使用液($10.0\ \mu\text{g/mL}$):准确移取硫酸根的标准储备溶液(3.3) 1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期为1个月。

4 仪器和设备

所有玻璃器皿使用前均需依次用 2 mol/L NaOH 溶液和水分别浸泡 4 h ,然后用水冲洗 $3\sim 5$ 次,晾干备用。

4.1 离子色谱仪:带电导检测器。

4.2 样品预处理装置,包括泵,阴离子捕获柱,定量环,六通阀,低压浓缩柱(参见附录A中连接图)。

4.3 移液管: 1 mL 、 5 mL 、 10 mL 。

4.4 微量移液器: 1 mL 。

4.5 滤膜: $0.22\ \mu\text{m}$ 。

4.6 注射器: 2.5 mL 。

4.7 超声波清洗器。