



中华人民共和国国家标准

GB/T 23978—2009



液体染料 氯离子含量的测定 离子色谱法

Liquid dyes—Determination of chloride ion—Ion chromatography

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)归口。

本标准起草单位：杭州下沙恒升化工有限公司、沈阳化工研究院、国家染料质量监督检验中心。

本标准主要起草人：蒲爱军、李信、姬兰琴、刘宏之、高嘉新。

液体染料 氯离子含量的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了水溶性液体染料氯(Cl^-)离子含量用离子色谱仪测定的方法。

本标准适用于用离子色谱仪对水溶性液体染料中微量氯(Cl^-)离子含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 1266 化学试剂 氯化钠

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

本标准方法采用离子色谱电导检测器及阴离子色谱柱,以4.5 mmol/L 碳酸钠和0.8 mmol/L 碳酸氢钠混合水溶液为淋洗液,以保留时间定性、峰面积外标法定量测定液体染料中的氯离子(Cl^-)含量。

4 测定方法

4.1 一般规定

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的二级水,且经过脱气处理。检验结果的判定按 GB/T 8170—2008 中的 4.3.3 修约值比较法进行。

4.2 试剂

- a) 碳酸钠;
- b) 碳酸氢钠;
- c) 氯化钠:优级纯,应符合 GB/T 1266 的规定或购买市售法定(SI)计量单位的标准溶液。

4.3 仪器设备

- a) 离子色谱仪:电导检测器;
抑制器;
- b) 色谱柱:Ion PacAS23 内径4.0 mm,长度150 mm;
- c) 保护柱:Ion Pac AG23 内径4.0 mm,长度50 mm;
- d) 色谱工作站;
- e) 注射器:平头,0.1 mL;
- f) 定量环:10 μL 。

4.4 色谱分析条件

- a) 淋洗液:4.5 mmol/L 碳酸钠和0.8 mmol/L 碳酸氢钠混合水溶液;

- b) 流速:1.0 mL/min;
- c) 进样量:10 μ L;
- d) 柱温:30 $^{\circ}$ C。

4.5 溶液配制

4.5.1 氯离子标准溶液的配制

将氯化钠在 500 $^{\circ}$ C 灼烧至恒量,然后称取 0.1 g 左右(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,加入水溶解并定容,配成质量浓度为 0.061 4 mg/mL 氯离子溶液。分别吸取 0.1 mL、0.5 mL、2 mL、6 mL、10 mL 于 5 只 100 mL 容量瓶中,加入水稀释、定容,配成五种浓度的标准溶液,备用。

4.5.2 试样溶液的制备

称取液体染料 0.1 g 左右(精确至 0.000 2 g)于 100 mL 容量瓶中,加入水溶解并定容。吸取该溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入水定容。该溶液待测。

可根据溶解试样的颜色和氯离子浓度,适当调整溶液稀释倍数。

4.6 分析步骤

待仪器运行稳定后,用注射器分别吸取五种标准溶液和样品溶液注满定量环进样,待氯离子峰流出完毕(色谱图见附录 A 的图 A.1),用色谱工作站进行结果处理。测定标准溶液中氯离子的峰面积并绘制标准曲线,再根据标准曲线求出样品中氯离子的含量。

4.7 结果计算

氯离子的标准曲线方程按式(1)计算:

$$A = k\rho - b \quad \dots\dots\dots(1)$$

试样中氯离子的含量以质量分数 w 计,数值用(mg/kg)表示,按式(2)计算:

$$w = \frac{\rho V n}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A ——标准溶液或试样溶液中氯离子的峰面积的数值;

ρ ——标准溶液或试样溶液中氯离子的质量浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

k ——氯离子标准曲线方程的常数,由色谱工作站给出;

b ——氯离子标准曲线方程的常数,由色谱工作站给出;

V ——试样溶液最终定容体积的数值,单位为毫升(mL);

n ——试样的稀释倍数的数值;

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

5 测定低限、回收率和精密度

5.1 测定低限

本方法对液体染料的测定低限为 7 mg/kg。

5.2 回收率

在已知氯含量的试样中加入已知浓度的氯离子,按第 4 章操作,测得的回收率在 99%~102% 之间。

5.3 精密度

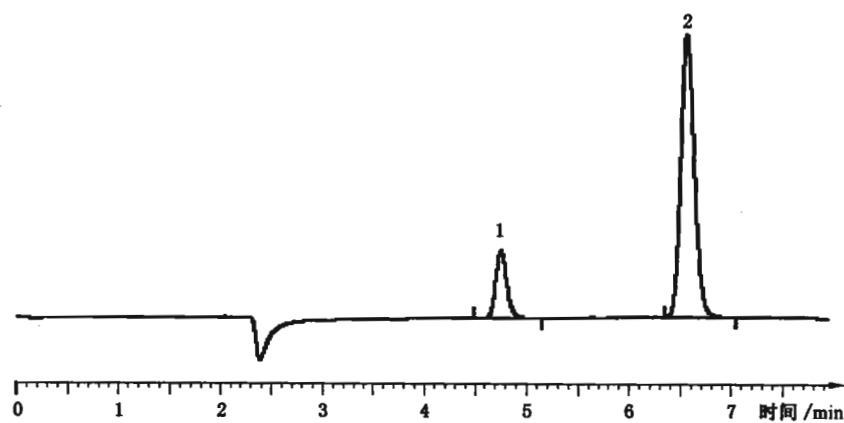
在同一个实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

6 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 被测液体染料的名称；
- b) 本标准编号；
- c) 测试结果；
- d) 在测试过程中的特殊情况；
- e) 与本方法的差异；
- f) 试验日期。

附录 A
(资料性附录)
氯离子色谱图



1——未知物；
2——氯离子。

图 A.1 氯离子色谱图



GB/T 23978-2009

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-38605

定价: 14.00 元