



中华人民共和国国家标准

GB/T 30906—2014

三聚磷酸钠中三聚磷酸钠含量的测定 离子色谱法

Determination of sodium tripolyphosphate content of sodium tripolyphosphate—
Ion chromatography

2014-07-08 发布

2014-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
三聚磷酸钠中三聚磷酸钠含量的测定
离子色谱法

GB/T 30906—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 0.5 字数 10 千字
2014年10月第一版 2014年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-50154 定价 14.00 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

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会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:湖北兴发化工集团股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、湖北省磷化工产品质量检测中心、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:万金铸、熊萍、杜建侠、王彦、王妍。

三聚磷酸钠中三聚磷酸钠含量的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了用离子色谱法测定三聚磷酸钠中三聚磷酸钠含量的术语和定义、方法原理、试剂、仪器、测定。

本标准适用于离子色谱法测定三聚磷酸钠中三聚磷酸钠的含量。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

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

通过离子交换分离离子组分,然后用适当的检测器检测,是高效液相色谱法的一个分支。

3.2

保护柱 guard column

置于分离柱之前,用于保护分离柱免受颗粒物或不可逆保留物等杂质的污染。

3.3

分离柱 separator column

根据待测离子保留特性,在检测前将被检测离子分离的交换柱。

3.4

分析柱 analytical columns

在保护柱后连接一支或多支分离柱组成一系列用以分离待测离子的分析系统。系统中所有柱子对分析柱的总柱容量均有贡献。

3.5

抑制器 suppressor device

安装在分析柱和检测器之间,用来降低淋洗液中离子组分的检测响应,增加被测离子的检测响应,进而提高信噪比的一种专用装置。

3.6

淋洗液 eluant

离子流动相,样品通过分析柱的载体。

3.7

分离度 resolution

在特定的测试条件下,一个分析柱分开连续组分的能力。

3.8

三聚磷酸钠标准样品 sodium triphosphate reference material

三聚磷酸钠含量足够均匀和稳定的三聚磷酸钠样品,已被确定其符合测量过程的预期用途。

4 方法原理

样品阀处于装样位置时,一定体积的三聚磷酸钠试样溶液被注入样品定量环,当样品阀切换到进样位置时,淋洗液将样品定量环中的三聚磷酸钠试样溶液带入分离柱,其中阴离子根据其在分析柱上的保留特性不同实现分离。淋洗液携带试样溶液通过抑制器时,所有阳离子被交换为氢离子,氢氧根型淋洗液转换为水,背景电导率降低;与此同时,各种阴离子被转化为相应的酸,电导率升高。由电导检测器检测响应信号,数据处理系统记录并显示离子色谱图。以保留时间对阴离子定性,以峰面积对三聚磷酸钠定量,测出相应离子含量。

5 试剂

5.1 淋洗液

根据所用分析柱的特性,参考分析柱使用说明书,选择适合的淋洗液。

5.2 再生液

根据所用抑制器及其使用方式,参考抑制器使用说明书,选择适合的再生液。

5.3 三聚磷酸钠标准溶液

称取 1.00 g 三聚磷酸钠标准样品,精确至 0.000 2 g,用去离子水溶解,完全转移至 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

三聚磷酸钠标准溶液中的三聚磷酸钠质量浓度,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{m \times A \times 10^3}{V \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——三聚磷酸钠标准样品的质量的数值,单位为克(g);

A ——三聚磷酸钠标准样品质量分数的标准值;

V ——三聚磷酸钠标准样品溶解后定容体积的数值,单位为毫升(mL)。

5.4 去离子水

电导率(25℃)≤0.005 5 mS/m,按照 GB/T 6682—2008 中 7.2 进行测定。

6 仪器、设备

6.1 离子色谱仪

6.1.1 精密度要求:RSD<3%。

6.1.2 柱的分离能力(R):被检测阴离子的分离度 R 不能低于 1.3。

6.1.3 淋洗液泵:耐强酸耐强碱,也可以用高压高纯氮代替泵输送淋洗液。

6.1.4 保护柱。

- 6.1.5 分析柱。
- 6.1.6 抑制器。
- 6.1.7 电导检测器。
- 6.1.8 数据处理系统(色谱工作站)。

6.2 一次性微膜过滤器

水相、0.2 μm。

7 分析步骤

7.1 试验溶液的制备

称取三聚磷酸钠试样 2 g, 精确至 0.000 2 g, 用去离子水溶解后完全转移至 100 mL(V_0)容量瓶中, 加去离子水至刻度, 盖塞, 摇匀后移取 2.00 mL(V_1), 置于 100 mL(V)容量瓶中, 用去离子水稀释至刻度, 摇匀。然后用针筒吸取上清液, 通过一次性微膜过滤器进样。

7.2 工作曲线溶液的制备

准确移取三聚磷酸钠试验溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL, 分别置于 100 mL 容量瓶中, 用去离子水稀释至刻度并摇匀。

7.3 仪器准备

7.3.1 按照仪器使用说明书调试、准备仪器, 平衡系统至基线平稳。选择合适的分析柱、抑制器及相应的工作条件。

7.3.2 检测器的量程是可调节的。分析所需的量程设定根据样品离子的浓度正确选择。

7.3.3 根据分析柱的性能、待测样品中阴离子含量等因素, 选择合适的样品定量环, 确定进样体积。

7.3.4 淋洗液经分析柱抑制器和电导池来平衡系统, 直到基线稳定, 并且使用分析柱说明书所推荐的淋洗液时背景电导为 18 μS 以内。平衡过程可在准备样品和标准溶液的过程完成。

7.4 工作曲线的绘制

测定不同浓度的三聚磷酸钠工作曲线溶液, 得到以三聚磷酸钠质量浓度(mg/L)为横坐标, 标准溶液峰面积为纵坐标的标准曲线。

7.5 测定

在与分析工作曲线溶液相同的测试条件下, 对三聚磷酸钠试验溶液进行分析测定, 根据三聚磷酸钠的峰面积, 由工作曲线确定三聚磷酸钠的质量浓度 ρ (mg/L)。

8 结果计算

三聚磷酸钠含量以三聚磷酸钠的质量分数 w 计, 按式(2)计算:

$$w = \frac{T \times V \times 10^{-6}}{m \times (V_1/V_0)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T —— 试验溶液显示的峰面积在工作曲线上查出对应的三聚磷酸钠质量浓度的数值, 单位为毫克每升(mg/L);

V ——工作曲线溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。



GB/T 30906-2014

版权专有 侵权必究

书号:155066 • 1-50154

定价: 14.00 元