

# 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

### 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。

## 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 $1.00\text{mg/mL}$ 。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 $0.10\text{mg/mL}$ 。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 $1.00\text{mg/mL}$ 。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: $0.10\text{mg/mL}$

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 $4^{3-}$   $1.00\text{mg/mL}$ 。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 $2^-$   $1.00\text{mg/mL}$ 。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 $3^-$   $1.00\text{mg/mL}$ 。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。

- 6.1.1 精密度要求:  $CV\% < 3$ 。
- 6.2 注射器: 最小容量 2mL。
- 6.3 记录仪: 响应时间  $< 2s$  (或积分仪、微机)。
- 6.4 分离柱和抑制器。
- 6.5 电冰箱 ( $-10^{\circ}C$ )。

## 7 工作条件的选择

按照仪器及色谱柱使用说明书所提供的最佳条件, 调整洗脱液流速、电导检测器输出量程、记录仪走纸速度和信号大小毫伏档, 待基线稳定后方可进样。

## 8 试样溶液的制备

### 8.1 氟、氯、磷酸根、硝酸根、硫酸根测定试液的制备

现场取水样, 经中速定量滤纸 (5.14) 过滤, 然后用移液管取此过滤后的水样 20mL (V), 放入预处理柱中, 使其流过预处理柱 (见附录 A), 用 60mL 去离子水 6 次冲洗预处理柱管和树脂床, 水样和洗液一并收入 100mL ( $V_0$ ) 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

### 8.2 总无机磷酸盐测定试液的制备

现场取水样, 经中速定量滤纸 (5.14) 过滤, 然后用移液管取此过滤后的水样 20mL (V) 于 100mL 锥形瓶中, 加硫酸溶液 (5.11) 0.50mL, 调整溶液体积至 25mL 左右, 于沸水浴中煮半小时, 取出, 冷至室温, 然后定量移入预处理柱内 (见附录 A), 使其流过预处理柱, 用 60mL 去离子水 6 次冲洗预处理

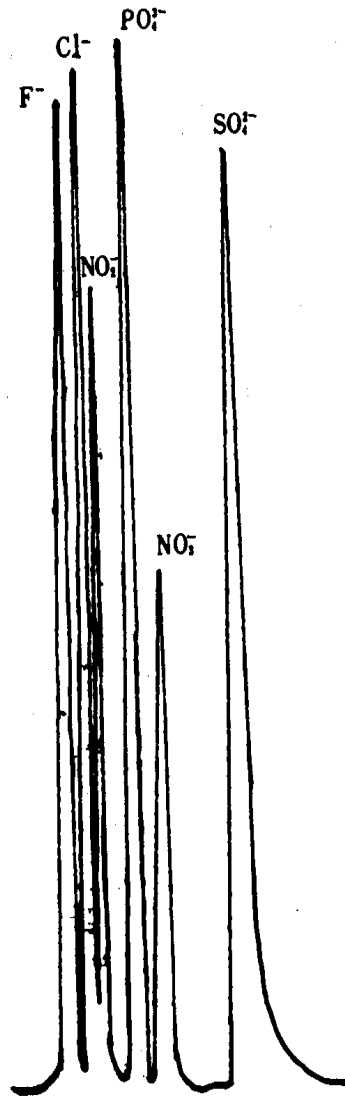
柱管和树脂床, 水样和洗液一并收入 200mL ( $V_0$ ) 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

### 8.3 总磷含量测定试液的制备

取现场水样 10.00mL 于 100mL 锥形瓶中, 加 1.00mL 过硫酸钾溶液 (5.13), 1.00mL 硫酸溶液 (5.12), 加水至 30mL 左右, 于可调电炉上加热煮沸至近干, 出现微晶。取下冷却, 加水溶解, 全部移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

### 8.4 亚硝酸根测定试液的制备

现场取水样, 经中速定量滤纸 (5.14) 过滤后, 按附录 C 的步骤对水样进行处理。以下步骤与 8.1 相



离子色谱标准谱图

**附录 A**  
**预处理柱的填装**  
(补充件)

由于在冷却水中加入大量阻垢、缓蚀和杀菌剂,这些有机物,特别是含苯环的有机物对分离柱的树脂永久性地吸附,使分离柱的吸附容量降低,以至损坏柱子,所以要在不影响被测离子测定的情况下,将水样进行预处理,以消除其对测定的影响。选用硅胶中性微孔吸附树脂和强酸型阳离子交换树脂对水样进行预处理。

### A1 试剂和溶液

A1.1 甲醇(GB 683)盐酸(GB 622)溶液:1+1

A1.2 甲醇(GB 683)盐酸(GB 622)溶液:9+1

A1.3 盐酸(GB 622)溶液:1+1

### A2 预处理柱的填装

#### A2.1 树脂前处理

对吸附树脂在装柱前经以下步骤处理:丙酮(GB 686)浸泡1天→抽干→甲醇盐酸溶液(A1.1)浸泡2~3h→过滤→甲醇(GB 683)洗涤→水洗至无氯离子。

阳离子交换树脂在装柱前经下述步骤处理:甲醇(GB 683)浸泡过夜→过滤→盐酸溶液(A1.3)浸泡4~5h→水洗至无氯离子。

#### A2.2 装柱

预处理柱管可用一般滴定管改制而成,装柱时先在柱底加一小团聚丙烯纤维,然后装阳离子交换树

## 附录 C

R-Ag<sup>+</sup>柱的填装

(补充件)

在离子色谱法中,大量氯离子的存在严重干扰亚硝酸根的测定,所以预先分离大量的氯离子是必要的。本标准应用 R-Ag<sup>+</sup>柱对水样进行预处理,以消除氯离子的影响。

## C1 试剂和溶液

C1.1 硝酸(GB 626)溶液:1+1。

C1.2 硝酸银(GB 670)溶液:4%。

C2 R-Ag<sup>+</sup>柱的填装

## C2.1 树脂前处理

将 50~100 目 001×7 强酸型阳离子交换树脂用硝酸溶液(C1.1)酸化成 H<sup>+</sup>型。

## C2.2 装柱

预处理柱可用内径为 1cm 的滴定管改制而成。装柱时,先在柱下端加一小团聚丙烯纤维,然后装 001×7 强酸型阳离子交换树脂约 8cm 高,用去离子水洗至中性,加入硝酸银溶液(C1.2),以流速约 0.5mL/min 的速度洗至有 Ag<sup>+</sup>流出(稀盐酸检查),再以同样速度用去离子水洗 20 次以上,至流出液无 Ag<sup>+</sup>流出(稀盐酸检查)。制备好的银树脂一般使用一次后就应弃去。

## 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院和北京矿产地质研究所共同负责起草。

本标准主要起草人邵维仁、蒋仁依、张彦莉、王克娟。