

离子色谱应用报告 AB-CN(CC)-00007-14-850-012014

离子色谱法测定涂料中的氯离子含量

应用领域

涂料, 钢铁行业

关键词

850, 电导检测器, 涂料, 氯离子

摘要

本报告采用离子色谱法测定水溶性涂料中的氯离子含量, 电导检测器检测; 淋洗液: 1.0 mM NaHCO_3 /3.2mM Na_2CO_3 水溶液, 抑制器再生液 100 mM H_2SO_4 , 清洗液超纯水; 流速: 0.7mL/min, 进样体积 20 μL 。

仪器

850. Professional.IC Anion MSM-HC-MCS LPG	1.850.2230
Metrosep A Supp5-250/4.0	6.1006.530

样品

样品为三种不同涂料, 太原钢铁公司提供, 具体成分信息不详。Z6 为白色乳液, G2 室温下为橙黄色乳液, 样品本身为酸性; X4 为白色乳液, 样品本身为中性。

试剂

- 超纯水(电阻 $>18.2\text{ M}\Omega$)。
- 氢氧化钠, Merck。
- 硝酸, MOS 级。
- 甲醇, 分析纯, 北京化工厂。
- H_2SO_4 , 分析纯, 北京化工厂。
- 碳酸钠, Merck。
- 碳酸氢钠, Merck。
- 氯离子标准溶液 (1000ug/mL), 国防科工委。

样品分析

1. 标准曲线绘制

将 1000 ug/mL 的氯离子标准溶液用水稀释得到标准曲线系列: 0.5, 1, 5, 10, 50ug/mL。将标准系列溶液分别进样, 电导检测器检测, 以峰面积或峰高对溶液的浓度绘制校准曲线, 计算回归方程。

2. 样品分析

(1) G2 及 Z6 样品测定

取适量样品, 用 50mM 氢氧化钠溶液稀释一定倍数 (本实验稀释 100 倍), 超声破乳使样品沉淀完全后离心, 取上清液过 RP 柱 (Cleanert IC-C18), 收集后进样测定, 以保留时间定性, 以峰面积定量。

(2) X4 样品测定

取适量样品, 用 100mM 硝酸溶液稀释一定倍数 (本实验稀释 3 倍), 超声破乳使样品沉淀完全后离心, 取上清液过 RP 柱 (Cleanert IC-C18), 收集后进样测定, 以保留时间定性, 以峰高定量。

仪器参数

Polarity	+
Column temp.	25°C
Flow	0.7mL/min
Injection volume	20 μL
Data Source	Conductivity Detector
Recording time	30.0 min

结果

1. 样品测定结果

实验发现, 样品 X4 测定过程中, 氯离子前有一大的干扰峰, 但是以峰高定量不影响测定, 因此, 仅 X4 采用了峰高定量。三样品中氯离子含量测定结果如下表:

样品编号	测定含量 (mg/L)		原样品 Cl^- 含量 (mg/L)	RSD(%)
G2	1.230	1.271	127.1	2.88
	1.286			
	1.299			
Z6	9.544	9.589	958.9	0.41
	9.617			
	9.607			
X4	1.277	1.303	3.91	2.76

	1.286			
	1.344			

以上测定结果分别为 G2, Z6 样品稀释 100 倍及 X4 样品稀释 3 倍后的测定结果, 因此, 原样品中 Cl⁻含量分别为 G2 127.1ppm, Z6 958.9, X4 3.91ppm。

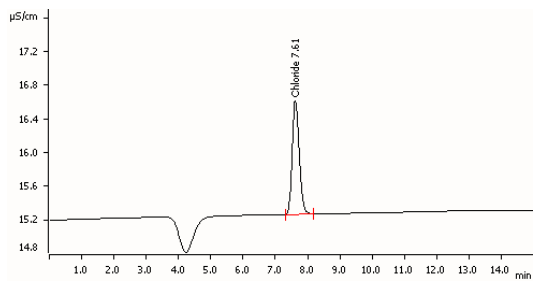
2. 样品加标回收率测定

样品编号	测定值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后测定值 (mg/L)	回收率 (%)
G2	1.271	1.5	2.790	101.3
Z6	9.589	10	19.856	102.7
X4	1.303	0.75	1.98	90.3
		1	2.685	91.9
		1.5	2.222	92.1

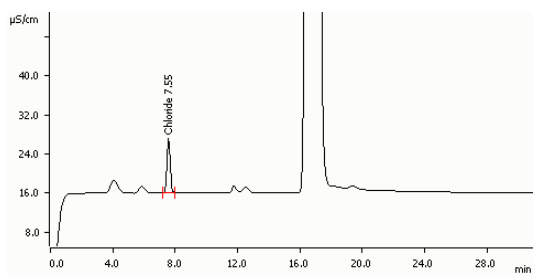
备注: X4 样品流动性最差, 氯离子含量低且有干扰峰存在, 故在低稀释倍数 (3 倍) 且加稀硝酸沉淀有机物的情况下, 样品中固体极多, 可能会对少量氯离子有一定吸附, 做了与样品等数量级的不同浓度加标回收率均在 90% 以上, 故该方法不影响定量, 可满足测定需求。

典型谱图

1. 氯离子标准品谱图

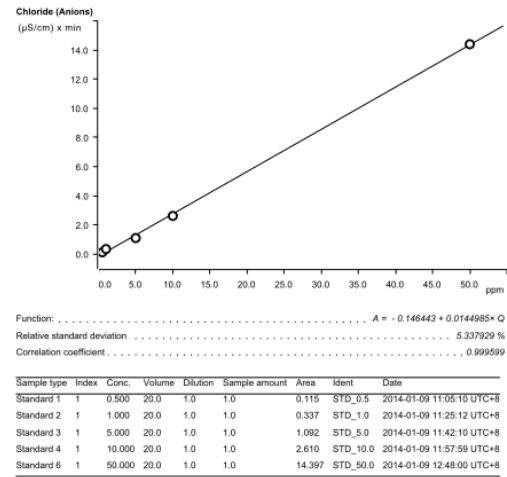


2. 样品谱图



标准曲线

氯离子标准曲线



注意事项

- 类似 X4 样品类型的涂料, 前处理所用的硝酸浓度可针对样品不同调节大小, 因为, 硝酸浓度过小会沉淀不完全, 浓度过大样品容易结块以致氯离子提取不完全。
- G2 及 Z6 样品可以用氢氧化钠溶液沉淀, 稀硝酸无效, 同样, X4 样品仅可用稀硝酸沉淀。

报告人

毕志丽

日期

2014. 1.13

AB-CN(CC) -00007-14-850-012014-

离子色谱法测定涂料中的氯离子含量
