

木质活性炭中氯化物和硫酸盐的测定  
离子色谱法

Determination of chloride and sulphate in wooden activated carbon——

Ion chromatography method

(标准发布稿)

2018 - 12 - 29 发布

2019 - 05 - 01 实施

---

国家林业和草原局 发布

# 目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原理.....	1
4 试剂.....	1
5 仪器.....	1
6 试样制备.....	2
7 测定步骤.....	2
8 结果计算.....	3
9 报告.....	3
附录 A.....	4

## 前 言

本标准根据GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由国家林业和草原局提出。

本标准由全国林化产品标准化技术委员会(SAC/TC 558)归口。

本标准负责起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所。

本标准主要起草人：谭卫红、戴燕、蔡燕燕、陈鹏、黄海涛、童娅娟、王宏晓、沈娟章。

# 木质活性炭中氯化物和硫酸盐的测定 离子色谱法

## 1 范围

本标准规定了采用离子色谱法测定木质活性炭中氯化物和硫酸盐的原理、试剂、仪器、试样制备、测定步骤、结果计算及报告。

本标准适用于木质活性炭中氯化物和硫酸盐的测定。

本标准氯化物检出限为11.5  $\mu\text{g/L}$ （以 $\text{Cl}^-$ 计），硫酸盐检出限为31.9  $\mu\text{g/L}$ （以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计）。

## 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，仅所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 33087-2016 仪器分析用高纯水规格及试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 原理

以超纯水为萃取剂，采用超声波辅助萃取试样中氯离子（ $\text{Cl}^-$ ）和硫酸根离子（ $\text{SO}_4^{2-}$ ），阴离子交换色谱-电导检测器测定，外标法定量。

## 4 试剂

4.1 超纯水，电阻率不低于 18.2  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ，符合 GB/T 33087-2016 规定的色谱仪器用水要求。

4.2 淋洗贮备液，50 % w/w NaOH（色谱纯）水溶液，室温下保存。

4.3 淋洗液，取 1.6 mL 淋洗贮备液（4.2）置于 1000 mL 容量瓶中，用超纯水稀释到标线摇匀，溶液浓度为 30 mmol/L。

4.4 氯离子标准液，国家标准物质（GBW (E) 080268），冰箱中 4  $^{\circ}\text{C}$  冷藏保存。

4.5 硫酸根离子标准液，国家标准物质（GBW (E) 080266），冰箱中 4  $^{\circ}\text{C}$  冷藏保存。

## 5 仪器

5.1 离子色谱仪，配电导检测器、阴离子交换色谱柱和阴离子抑制器。

5.2 超声波清洗器，超声电功率 300 W，工作频率 40 KHz。

5.3 超纯水系统。

5.4 水性滤膜，0.22  $\mu\text{m}$ 。

- 5.5 分析天平，感量 0.0001 g。
- 5.6 盘式振动研磨机。
- 5.7 电热恒温干燥箱，0~300℃。
- 5.8 中速滤纸。

## 6 试样制备

称取经粉碎至 71 μm 以下的干燥试样 0.25 g（称准至 0.1 mg）于 100 mL 锥形瓶中，加入超纯水 50 mL，在（50±2）℃超声萃取 15 min，过滤至 100 mL 容量瓶中，滤渣用 50℃超纯水洗涤 10 次，每次 2 mL，冷却至室温，定容摇匀。取适量上述溶液经水性滤膜过滤后方可进行色谱测定。

## 7 测定步骤

### 7.1 标准溶液配制

- 7.1.1 氯离子标准稀释液（200 μg/mL）：取 20 mL 氯离子标准液，超纯水定容至 100 mL。
- 7.1.2 硫酸根离子标准稀释液（200 μg/mL）：取 20 mL 硫酸根离子标准液，超纯水定容至 100 mL。
- 7.1.3 氯离子标准工作曲线溶液：分别取标准稀释液 0.05 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL，超纯水均定容至 100 mL，获得浓度分别为 0.1 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 的氯离子标准工作溶液。
- 7.1.4 硫酸根离子标准工作曲线溶液：分别取标准稀释液 0.05 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL，超纯水均定容至 100 mL，获得浓度分别为 0.1 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 的硫酸根离子标准工作溶液。
- 7.1.5 氯离子和硫酸根离子标准混合工作曲线溶液：分别各取氯离子和硫酸根离子标准稀释液 0.05 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL，超纯水均定容至 100 mL，获得浓度分别为 0.1 μg/mL、2.0 μg/mL、4.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL 的混合标准工作溶液。

### 7.2 色谱条件

- 7.2.1 色谱柱柱温，35℃。
- 7.2.2 检测器温度，35℃。
- 7.2.3 进样量：25 μL。
- 7.2.4 淋洗液流速，1.5 mL/min。

### 7.3 标准工作曲线的绘制

根据测定的离子种类，选择相应的标准工作曲线溶液，在 7.2 色谱条件下测定，以峰面积为纵坐标，离子浓度（μg/mL）为横坐标，绘制标准工作曲线。

### 7.4 试样测定

试样测定的色谱条件与标准工作曲线相同，使用外标法定量。如试样溶液中待测物的含量大于标准工作曲线溶液浓度上限，应将试样溶液适当稀释至其浓度位于标准工作曲线溶液浓度范围内。标准混合工作溶液和试样的色谱图参见附录A。

## 8 结果计算

按公式（1）计算试样中氯化物（以 Cl<sup>-</sup>计）和硫酸盐（以 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>计）的含量（ $X$ ），结果以%表示：

$$X = \frac{Y \times V}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： $X$ ——试样中氯化物或者硫酸盐的含量，%；

$Y$ ——由标准工作曲线得到的试样溶液中氯化物或者硫酸盐的含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

$V$ ——试样溶液定容体积， $\text{mL}$ ；

$m$ ——干燥恒重试样的质量， $\text{g}$ 。

## 9 报告

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%，试验结果为两次平行测定结果的算术平均值，保留小数点后2位。试验结果计算的修约应符合GB/T 8170的规定。

附录 A  
(资料性附录)  
木质活性炭中氯化物和硫酸盐测定的色谱图

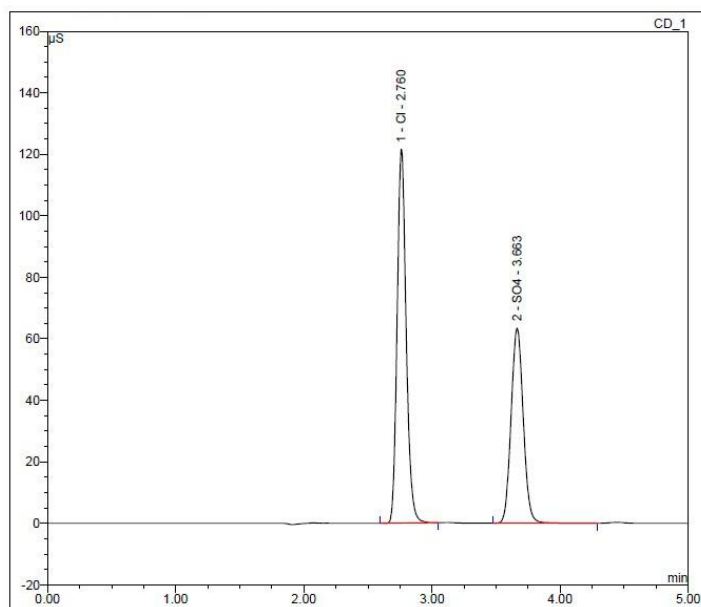


图 A.1 氯离子和硫酸根离子标准混合液的离子色谱图

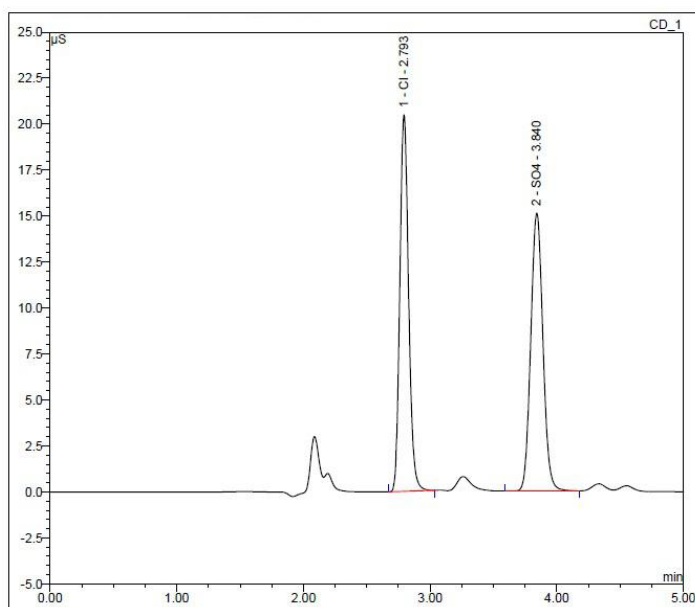


图 A.2 木质活性炭样品的离子色谱图