

ICS 71.040.40

CCS G 04

备案号：

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

废硫酸中氯离子含量的测定方法

Determination of chlorine ion content in waste sulphuric acid

(在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持文件一并附上)

(报批稿)

(本稿完成日期：2021.12)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会（SAC/TC63/SC7）归口。

本文件起草单位：中石化南京化工研究院有限公司、深圳准诺检测有限公司、龙佰集团股份有限公司、安徽超越环保科技股份有限公司、南京科正化工产品质量检验中心有限公司、江西核工业环境保护中心、东莞市中标科技有限公司。

本文件主要起草人：贺艳、陈秋燕、陈晓丽、蒋龙进、纪罗军、时燕华、郑建棠、刘文静。

废硫酸中氯离子含量的测定方法

警示——本文件中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本文件并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件规定了废硫酸中氯离子（Cl⁻）含量的测定方法。

本文件中离子色谱法适用于硫酸应用于各种工艺后产生的废硫酸；标准比浊法适用于清澈的废硫酸。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般规定

本文件中离子色谱法所用水为电阻率大于等于18M Ω ·cm的纯水，在没有注明要求时，其他所用试剂和水均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水；试验中所用杂质测定用标准溶液，均按GB/T 602和GB/T 603的规定制备。

5 离子色谱法

5.1 原理

废硫酸中存在氯离子时，用淋洗液碳酸钠-碳酸氢钠混合溶液逐级稀释，稀释后溶液用超声波清洗器进行超声脱气，然后用离子色谱法进行检测，以保留时间定性，外标法进行定量。

5.2 试剂

5.2.1 淋洗液母液：称取 47.70g 碳酸钠（NaCO₃）和 11.76g 碳酸氢钠（NaHCO₃），加水溶解并定容至 1000mL，摇匀。

5.2.2 淋洗液：量取 20mL 淋洗液母液置于淋洗液贮瓶中，加水稀释至 2000mL，摇匀，超声脱气 10min。

5.2.3 氯化物 (Cl^-) 标准溶液: 0.1mg/mL。

5.3 仪器设备

5.3.1 超声波清洗器。

5.3.2 离子色谱仪: 配有电导检测器。该仪器对本文件所规定的最低测定浓度的杂质所产生的峰高应至少大于噪音的两倍。

5.3.3 色谱柱: 随仪器配置, 其他能满足同等分离程度的色谱柱也可使用。

5.3.4 试液预处理 C18 柱。

5.4 试验步骤

5.4.1 工作曲线的绘制

5.4.1.1 取五只 100mL 容量瓶, 分别加入氯离子标准溶液 1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL。用淋洗液稀释至刻度, 摇匀。对应标准溶液中氯离子浓度分别为 $1\mu\text{g/mL}$ 、 $2\mu\text{g/mL}$ 、 $3\mu\text{g/mL}$ 、 $4\mu\text{g/mL}$ 、 $5\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.1.2 仪器启动后进行必要的调节, 以达到附录 A 中表 A.1 所列的条件或满足同等分离度的其他适宜条件。仪器稳定后即可进行测定。

5.4.1.3 用注射器量取上述各标准溶液 2mL, 进样分析, 开始采集信号, 测定氯离子的峰面积。典型氯离子特征色谱图见附录 A 中图 A.2。

5.4.1.4 色谱工作站进行数据处理, 横坐标为氯离子浓度 (单位为 $\mu\text{g/mL}$), 纵坐标为氯离子的峰面积, 绘制工作曲线。

5.4.2 测定

5.4.2.1 样品的制备

称取废硫酸样品约 2g, 精确至 0.1mg, 置于 50mL 烧杯中, 用淋洗液清洗并转移至 250mL 容量瓶中, 必要时置于冰水浴中边冷却边转移, 待冷却至室温后, 用淋洗液定容至刻度。分取一定量试样溶液, 使其相应的氯离子的质量为 $100\mu\text{g}\sim 500\mu\text{g}$, 置于 100mL 容量瓶中, 加淋洗液稀释至刻度, 摇匀, 脱气 10min 后备用。

5.4.2.2 样品测定

将试样溶液 (见 5.4.2.1) 预先通过离子色谱 C18 柱后, 按 5.4.1.3 的规定测定试液中氯离子的峰面积, 从工作曲线上查出被测溶液中氯离子的浓度。同时做空白试验。

5.5 试验数据处理

废硫酸中氯离子 (Cl^-) 质量分数 ω_1 , 按式 (1) 计算:

$$\omega_1 = \frac{(c - c_0) \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω_1 ——废硫酸中氯离子 (Cl^-) 质量分数, 以百分数 (%) 表示;

c ——试料溶液中氯离子 (Cl^-) 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白试验测得的氯离子 (Cl^-) 的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——被测溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

m ——分取试料的质量，单位为克（g）；

计算结果保留两位有效数字，取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差不大于20%。

6 标准比浊法

6.1 原理

在冷却条件下，将试料慢慢注入到一定量的水中，加硝酸及硝酸银与氯离子反应生成氯化银沉淀，与标准浊阶相比较，测得氯离子的质量小于某一个标准值。

6.2 试剂

6.2.1 无氯硫酸：将高纯硫酸加热至冒白烟 10min 赶走氯离子。

6.2.2 硝酸溶液：1+2。

6.2.3 硝酸银溶液：17g/L。贮于棕色瓶中。

6.2.4 氯化物（Cl⁻）标准溶液 A：0.1mg/mL。

6.2.5 氯化物（Cl⁻）标准溶液 B：10μg/mL。量取 10.00mL 氯离子标准溶液 A，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用时配制。

6.3 仪器

具塞玻璃比色管：容积100mL。

6.4 试验步骤

6.4.1 标准浊阶的制作

在冷却条件下分别向6只盛有25mL水的比色管中加入5g无氯硫酸，精确至0.01g，再依次加入氯化物标准溶液B(见6.2.5)0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL，然后分别加入1mL硝酸溶液、2mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。于暗处静置20min。

6.4.2 样品测定

称取约5g试样，精确至0.01g。在冷却条件下转移到盛有25mL水的烧杯中，冷却后移入比色管中，加入1mL硝酸溶液、2mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。于暗处静置20min。

用目视比浊法与标准浊阶比较，测得样品的氯离子值小于供需双方认可的一个标准浊度即可。

AA

附录 A
(资料性)

典型离子色谱柱操作条件及氯离子特征谱线图

A.1 典型离子色谱柱操作条件

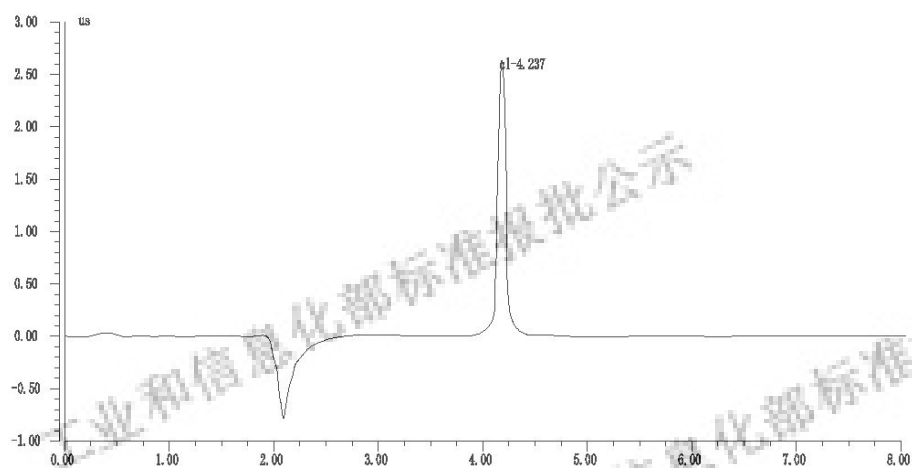
推荐的离子色谱柱和典型的色谱操作条件见表 A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件也可使用。

表 A.1 推荐的离子色谱柱和典型的色谱操作条件

色谱柱	聚苯乙烯/二乙烯基苯共聚物高度交联色谱柱
柱长/mm	250
柱内径/mm	4
流速/(mL/min)	1.0
淋洗液/(mmol/L)	碳酸钠(4.5)+碳酸氢钠(1.4)
淋洗液流量/(mL/min)	1.0
定量环/ μ L	10

A.2 氯离子特征谱线图

氯离子特征谱线图见图A.1。



说明:

1——氯离子色谱峰，保留时间为 4.237min。

图A.1 氯离子特征谱线图