

ICS 13.030.01

CCS Z 04

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

## 废弃化学品中氮、硫、氟、氯含量测定 氧弹燃烧 离子色谱法

Determination of nitrogen, sulfur, fluorine, chlorine for waste chemicals -oxygen bomb  
combustion-ion chromatography

(征求意见稿)

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。

本文件由全国废弃化学品处置标准化技术委员会（SAC/TC294）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

# 废弃化学品中氮、硫、氟、氯含量测定 氧弹燃烧 离子色谱法

## 1 范围

本文件规定了废弃化学品经氧弹燃烧处理后,通过离子色谱仪测定氮、硫、氟、氯元素含量的方法。

本文件适用于废弃化学品焚烧处置中氮、硫、氟、氯元素含量的测定。不适用于样品中存在或在氧弹燃烧中产生不可溶性卤化物、硫化物的样品。取样量为 0.3 g,氧弹燃烧后吸收液定容到 100 mL,仪器检出限按进样量 25 uL 定量环计,未经稀释,元素测定范围:氟 $\leq 667$  mg/kg,氯 $\leq 13333$  mg/kg,氮 $\leq 1506$  mg/kg,硫 $\leq 4451$  mg/kg;方法检出限:氟 8.0 mg/kg,氯 9.0 mg/kg,氮 5.0 mg/kg,硫 20.0 mg/kg。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 31197—2014 无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法

GB/T 30991 智能氧弹式热量计通用技术条件

GB/T 33057 废弃化学品取样制样方法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 测定方法

**警告:**使用本文件的人员应有正规实验室工作实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 4.1 原理

试样在密闭含有高压氧气的氧弹系统中通过燃烧,氮、硫转化为硝酸或亚硝酸盐、硫酸盐类,氟、氯转化为氟化物、氯化物后可以被溶液吸收,吸收液用离子色谱仪进行定量测定。

### 4.2 取样、制样

按 GB/T 33057 中规定的方法进行取样、制样;成分明确的废弃化学品按照相应的产品标准进行样品处理。固体试样颗粒尺寸约 2 mm,液体样品为均相。

### 4.3 试剂或材料

#### 4.3.1 一般规定

4.3.1.1 本文件中样品处理用到的试剂以及标准贮备液、淋洗液、吸收液均采用优级纯试剂配制。

4.3.1.2 各离子标准贮备液应贮存于聚乙烯或聚四氟乙烯（PTFE）材质容器中。

4.3.1.3 各离子标准贮备液应存放于阴凉干燥处，保存期为2个月，出现浑浊、沉淀或颜色变化时应重新制备。

4.3.1.4 亚硝酸盐离子标准贮备液应现用现配。

4.3.2 水：电阻率（25℃）不小于  $18.2\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  的去离子水。

4.3.3 助燃剂：可选低本底液体石蜡或苯甲酸、淀粉等。

4.3.4 高纯氧（氧纯度 $\geq 99.999\%$ ）。

4.3.5 30%过氧化氢。

4.3.6 淋洗液：依据仪器条件，参考附录 A.1 配置。

4.3.7 氟离子标准贮备液：1 mL 溶液含（F）1 mg。按 GB/T 31197—2014 中附录 A.1.1 配制或市售。

4.3.8 氯离子标准贮备液：1 mL 溶液含（Cl）1 mg。按 GB/T 31197—2014 中附录 A.1.2 配制或市售。

4.3.9 亚硝酸根标准贮备液：1 mL 溶液含硝酸盐（以  $\text{NO}_2$  计）1 mg。按 GB/T 31197—2014 中附录 A.1.7 配制或市售。

4.3.10 硝酸根标准贮备液：1 mL 溶液含硝酸盐（以  $\text{NO}_3$  计）1 mg。按 GB/T 31197—2014 中附录 A.1.8 配制或市售。

4.3.11 硫酸根标准贮备液：1 mL 溶液含硫酸盐（以  $\text{SO}_4$  计）1 mg。按 GB/T 31197—2014 中附录 A.1.10 配制或市售。

4.3.12 混合标准溶液：分别移取 10.0 mL 氟离子标准贮备液、200.0 mL 氯离子标准贮备液、10.0 mL 亚硝酸根标准贮备液、100.0 mL 硝酸根标准贮备液、200.0 mL 硫酸根标准贮备液于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，混匀。

### 4.4 仪器设备

4.4.1 氧弹燃烧装置：氧弹容积不小于 200 mL，附带充氧装置，点火丝应为镍丝或铂丝。

4.4.2 样品杯：铂金或不锈钢、石英、陶瓷等耐腐蚀材质。

4.4.3 冷却桶：3L。

4.4.4 样品容器：样品胶囊、助燃袋等，选择可燃，低本底材料。

4.4.5 离子色谱仪：配电导检测器。

4.4.6 超声波清洗机。

4.4.7 微孔滤膜：孔径 0.22 μm。

4.5 试验步骤

4.5.1 一般要求

试验前，应进行空白试验，确认所用试剂和仪器中存在较少或不存在待测元素干扰。氧弹内表面应干燥洁净，应避免高浓度和低浓度的样品交替试验。氧弹装置清洗时可先用丙酮洗涤或异丙醇洗涤，再用吸收液洗涤，最后用水清洗。

4.5.2 试验溶液制备

称取0.1 g~0.5 g（精确到0.000 2g）试样，置于样品杯中，加入助燃剂0.1 g~0.5 g，沿氧弹内壁加入20 mL水作为吸收液，使氧弹内壁保持湿润，再加入0.5 mL30 %过氧化氢到吸收液中。将样品杯放入氧弹内，装好点火丝使之与样品靠近但不完全接触（保持约1mm间距）且不碰触样品杯壁。旋紧氧弹盖，对氧弹进行充氧，压力为（3.0±0.2）MPa，充氧结束，对氧弹进行泄气后再充，操作三次，重复置换氧弹内原有空气，最后一次充氧压力为（3.0+0.2）MPa，维持30 s~60 s充氧时间。氧弹燃烧装置操作应符合GB/T 30991中的规定。

对氧弹进行点火，燃烧结束后，将氧弹置于装有2 L冷却水的冷却桶中，30 min后，在通风橱中用泄气阀缓慢排气。打开氧弹（如果发现氧弹内壁有烟垢或油污样残留，说明样品未完全烧燃，应终止试验，并减少样品取样量重新试验），取下样品杯正面朝上放入弹筒底部，倾斜弹筒45°使吸收液浸没样品杯，将弹筒放入超声波清洗机中超声清洗5 min。转移吸收液至容量瓶中，将样品杯壁与弹筒内壁用水清洗一并转移入容量瓶，至少冲洗3次，用水定容至100 mL，摇匀。同时同样制备空白试验溶液，空白试验除不加入试样外，其余加入试剂的种类与量与试验步骤相同。

注：为防止挥发性液体试样或比重轻的粉末状固体试样损失，可采用样品胶囊（或助燃袋）盛装。

4.5.3 工作曲线绘制

分别准确移取 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml、10.0 ml、20.0 ml 混合标准溶液置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。系列标准溶液中各离子的质量浓度见表 1。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态（参见附录 A），将各个稀释的标准溶液经微孔滤膜过滤后依次注入，以所注入的稀释标准溶液中离子的质量浓度（μg/mL）为横坐标，对应的峰面积（或峰高）为纵坐标绘制工作曲线。工作曲线应满足附录 B 要求。

表 1

离子名称	标准系列质量浓度（mg/L）					
	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
F	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
Cl	0.00	2.00	4.00	10.0	20.0	40.0
NO <sub>2</sub>	0.00	0.10	0.20	0.50	1.00	2.00
NO <sub>3</sub>	0.00	1.00	2.00	5.00	10.0	20.0
SO <sub>4</sub>	0.00	2.00	4.00	10.0	20.0	40.0

4.5.4 测定

在相同条件下注入经微孔滤膜过滤的试验溶液和空白试验溶液,根据测得的峰面积从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中各离子的质量浓度。测定结果如超出工作曲线范围,应将试样试验溶液用水稀释后重新测定。

注:上述制备的试验溶液,预判含有重金属等干扰物质时,须用相应的预处理柱进行预处理后再进样。预处理柱要求见附录A.2。

同时同样做空白试验。

#### 4.5.5 数据处理

氮、硫、氟、氯的含量以 $w_i$ 计,按公式(1)计算:

$$w_i = \frac{(c_i - c_0) \cdot k_i \cdot V \cdot f_i}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c_i$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中F、Cl、NO<sub>2</sub>、NO<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub>的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$c_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中F、Cl、NO<sub>2</sub>、NO<sub>3</sub>、SO<sub>4</sub>的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$k_i$ ——氮、硫质量浓度转换系数,见表2;

$V$ ——试验溶液定容体积,单位为毫升(mL);

$f_i$ ——试验溶液稀释倍数;

$m$ ——试料的质量,单位为克(g)。

表 2

待测元素	氮(N)		硫(S)
离子形式	NO <sub>2</sub>	NO <sub>3</sub>	SO <sub>4</sub>
折算为待测元素系数(k)	0.3045	0.2259	0.3338

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与算术平均值之比不大于10%。

附 录 A  
(资料性附录)  
推荐的离子色谱仪操作条件

A.1 推荐操作条件

表A.1给出了采用等度淋洗推荐的离子色谱仪操作条件。

表A.1

项 目	操作条件
色谱柱	大容量阴离子交换柱，如 IonPac AS22，4 mm×250 mm（带 IonPac AG 22 型保护柱 4 mm×50 mm），或性能相当的离子色谱柱
抑制器	阴离子抑制器
检测器类型	抑制型电导检测器
色谱柱温度	25℃
淋洗液	水
淋洗液流速/（mL/min）	1.2
进样体积/μL	25

A.2 预处理柱选择

预处理柱可采用聚苯乙烯-二乙烯基苯为基质的 RP 柱或硅胶为基质键合 C18 柱（去除疏水性化合物）；H 型强酸性阳离子交换柱或 Na 型强酸性阳离子交换柱（去除重金属和过渡金属离子）等类型。

## 附 录 B

(规范性附录)

### 色谱峰分离度及工作曲线线性要求

#### B.1 色谱峰分离度

相邻色谱峰分离度应不小于1.5。

#### B.2 工作曲线的线性

工作曲线的线性通过计算相关系数进行检查，相关系数R应不小于0.999。

---