

## Determination of anions in steam water by Ion Chromatography

Tang Anhua

Jiangsu Hai'an Petrochemical Plant, Nantong

**Abstract:** The anion in the steam water of the refinery was analyzed and determined by the ion chromatography conductance method, the electrochemical automatic regeneration suppressor and the mixture of 1.35 mmol / L  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  and 1.0 mmol / L  $\text{NaHCO}_3$ . The recovery was between 98% and 104%, and the relative standard deviation was less than 5%. The analytical method is accurate and fast, and can be widely used in practical production.

**Key words:** Ion chromatography; anion; determination

Received: 2020-03-02; Accepted: 2020-03-17; Published: 2020-03-19

# 离子色谱导电技术测定蒸气水中阴离子的研究

唐安华

江苏海安石油化工厂，南通

邮箱: anhua.tang@163.com

**摘 要:** 采用离子色谱电导法, 利用电化学自动再生抑制器, 同时选择了 1.35 mmol/L 的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  与 1.0 mmol/L 的  $\text{NaHCO}_3$  混合液作淋洗液, 对炼油厂蒸气水中的阴离子进行了分析测定, 回收率在 98% ~ 104% 之间, 相对标准偏差小于 5%。该分析测定方法准确、快速, 可广泛应用于实际生产中。

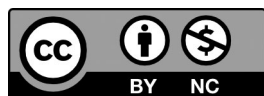
**关键词:** 离子色谱; 阴离子; 测定

收稿日期: 2020-03-02; 录用日期: 2020-03-17; 发表日期: 2020-03-19

Copyright © 2019 by author(s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/).

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



石油化工生产中对阳离子的分析已有一些快速灵敏的分析方法, 如原子吸收、等离子发射光谱和 X 射线荧光分析法等, 而对阴离子的分析还一直沿用经

典的容量法、重量法和光度法。这些方法大都操作繁琐、复杂、费时，需要多种化学试剂，灵敏度低且有干扰。

离子色谱技术是近年来色谱领域中发展较快的分离测试技术。该方法具有高选择性且灵敏、快速和简便等特点，可同时测定多种组分，其应用领域也不断扩大。文中将离子色谱技术应用于炼油厂蒸气水阴离子的分析，建立了阴离子分析方法，测定过程简便、快速，为解决生产中遇到的一些实际问题提供检测手段。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器

离子色谱仪：DX-120型，附带电导检测器、ASRS自动再生抑制器、AS14阴离子分析柱、AG14阴离子保护柱，美国戴安公司；CSR-1-10型超纯水制备系统，北京爱思泰克科技公司；PEAKNET色谱工作站，美国戴安公司。

### 1.2 试剂与材料

碳酸钠、碳酸氢钠、氟化钠、氯化钠、亚硝酸钠、硝酸钠、硫酸钠、磷酸二氢钾均为优级纯。

250 mL注射器，25 mL、100 mL、1 000 mL容量瓶，0.22  $\mu$  滤膜。

### 1.3 色谱条件

色谱柱：AS14阴离子分析柱，4×25 cm，AG14阴离子保护柱；抑制器：ASRS-ULTRA 4-mm自动再生微膜抑制器；淋洗液：1.35 mmol/L的 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 与1.0 mmol/L的 $\text{NaHCO}_3$ 混合液；流速：1.2 mL/min；进样量：50  $\mu$  L。

### 1.4 实验方法

取1 mL待测样品放入25 mL容量瓶，用0.22  $\mu$  滤膜过滤，得到预处理样品溶液备用。

配制 1 000 mg/L 储备液时,用超纯水来定容至 1 L,称取给定盐的质量见表 1。

表 1 阴离子标准储备液的制备

离子	盐	质量 /g
$F^-$	NaF	2.210 0
$Cl^-$	NaCl	1.648 0
$NO_2^-$	$NaNO_2$	1.500 0
$NO_3^-$	$NaNO_3$	1.371 0
$PO_4^{3-}$	$KH_2PO_4$	1.433 0
$SO_4^{2-}$	$Na_2SO_4$	1.479 0

## 2 结果和讨论

### 2.1 定性与定量

定性采用绝对保留时间和标准值,定量采用外标法,阴离子的色谱图见图 1。

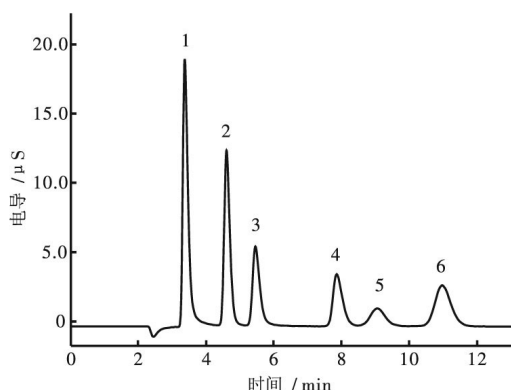


图 1 阴离子色谱

### 2.2 阴离子的标准曲线

在 3 个 100 mL 容量瓶中,分别从按表 1 配制的储备液中配制成 1 mg/L、10 mg/L、100 mg/L 的含有  $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_2^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $SO_4^{2-}$  的阴离子标准溶液,用超纯水稀释至刻度摇匀。在阴离子色谱条件下进样分析,以浓度对峰面积进行线性回归,可得到 6 种阴离子的线性回归方程及相关系数,见表 2。

表2 阴离子的相关方程及相关系数

离子	相关方程	相关系数
F <sup>-</sup>	$C = -3.925 + 6.285 \times 10^{-6}R$	1.000 0
Cl <sup>-</sup>	$C = -0.301 5 + 6.901 \times 10^{-6}R$	0.999 7
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	$C = -0.846 6 + 1.178 \times 10^{-5}R$	1.000 0
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	$C = 0.756 1 + 1.259 \times 10^{-5}R$	0.999 8
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	$C = 1.487 + 3.225 \times 10^{-5}R$	0.999 8
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	$C = 0.790 8 + 1.119 \times 10^{-6}R$	0.999 8

注：表2中的C-浓度；R-响应值

## 2.3 加标回收实验

按阴离子的色谱条件对预处理的样品进行测定，测出样品中含有Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>3种阴离子，故对这3种离子进行了加标回收实验，结果见表3。

表3 加标回收实验

离子	理论值 (/mg · L <sup>-1</sup> )	测定值 (/mg · L <sup>-1</sup> )	回收率 /%
Cl <sup>-</sup>	9.2	9.6 9.5 9.0	102
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	5.3	5.1 5.6 5.8	104
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	7.3	6.9 7.0 7.5	98

由表3可以看出，加标回收率为98% ~ 104%，说明该方法的准确度较高。

## 2.4 精密度实验

为了考察该方法的精密度，对同一蒸气水样品进行了6次平行测定，计算测定结果的相对标准偏差，结果见表4。

表4 精密度试验

离子	测定值 (/mg · L <sup>-1</sup> )						平均值 (/mg · L <sup>-1</sup> )	相对标准偏差 /%
	第1次	第2次	第3次	第4次	第5次	第6次		
Cl <sup>-</sup>	3.2	3.3	3.4	3	3.1	3.3	3.2	4.6
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1.3	1.3	1.2	1.3	1.4	1.3	1.3	4.9
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	3.4	3.3	3.3	3.5	3.4	3.2	3.4	2.2

由表4可以看出，测定结果的相对标准偏差均小于5%，说明该方法精密度良好。

### 3 结论

(1) 以  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  与  $\text{NaHCO}_3$  混合液作淋洗液, 对炼油厂蒸气水样品中阴离子进行了测定, 回收率在 98% ~ 104% 之间, 相对标准偏差均小于 5%, 方法准确、快速。

(2) 应用离子色谱法对炼油厂蒸气水中阴离子进行测定, 为解决生产中遇到的一些实际问题提供了可靠手段。

### 参考文献

- [1] 刘虎威. 气相色谱方法及应用 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 21-24.
- [2] 傅若农. 色谱分析概论 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 33-37.
- [3] 汪正范. 色谱定性与定量 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2002: 11-18.
- [4] 刘国詮, 余兆楼. 色谱柱技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2001: 57-61.
- [5] 吴烈钧. 气相色谱检测方法 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 31-35.