



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

液态聚硅氧烷中氯离子含量的测定 离子色谱法

Determination of chloride ion content in liquid polysiloxane - Ion chromatography

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时, 请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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这些专利的责任。

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（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

液态聚硅氧烷中氯离子含量的测定 离子色谱法

1 范围

本文件描述了液态聚硅氧烷中氯离子含量测定的离子色谱法。

本文件适用于氯离子含量大于 $10.0 \mu\text{g/kg}$ 的样品。

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 3723 工业用化学产品采样安全通则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 36240 离子色谱仪

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

称取适量样品于样品瓶中，加入正己烷使样品完全溶解，以水为萃取剂，充分萃取后经离心分离水油两相，水相中氯离子经阴离子色谱柱交换分离，抑制型电导检测器检测，根据保留时间定性，外标法定量。

5 一般规定

除非另有说明，本文件试验用水需符合 GB/T 6682 规定的一级水。

6 试剂

6.1 无水碳酸钠，优级纯。

6.2 氢氧化钠，优级纯。

6.3 正己烷，光谱纯。

6.4 氯离子标准储备液： $1000 \mu\text{g/mL}$ （水为基质），经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

6.5 氯离子标准工作液: 5000 μg/L

准确移取 0.50 mL 氯离子标准储备液于 100 mL 容量瓶中, 加水定容至刻度, 混匀后备用。

7 仪器和设备

7.1 离子色谱仪, 配备电导检测器、阴离子抑制器, 整机稳定性需满足 GB/T 36240 的规程。

7.2 色谱工作站。

7.3 离心机。

7.4 涡旋混匀器。

8 测试条件

推荐的离子色谱仪操作条件如表 1 所示, 其他能达到同等测试效果的操作条件也可使用。

表1 离子色谱仪参考条件

项 目	条 件
色谱柱	阴离子分离柱
保护柱	阴离子保护柱
流速/ (mL/min)	0.5~1.0
柱温/°C	40~45
进样量/μL	50~100
淋洗液	Na ₂ CO ₃ +NaOH: 7.5 mmol/L + 0.75mmol/L; KOH: 10.0 mmol/L

9 取样

按 GB/T 3723 和 GB/T 6680 规定的安全与技术要求取样。

10 样品制备

参照本文件表 2 称取适量样品 (精确至0.0001 g) 于干净的样品瓶中, 加入正己烷使样品充分溶解 (必要时用涡旋混匀器加速溶解), 再加入10.0 mL水, 将样品瓶置于磁力搅拌器上搅拌30 min (800 rpm~1000 rpm, 确保样品溶液在容器中呈涡旋状)后, 放入离心机中离心10 min (2000 rpm~3000 rpm), 用吸管去除上层有机相, 水相采用离子色谱进行检测。

除不加入样品外, 同法配置空白溶液。

表2 样品制备推荐处理方式

粘度/ (mm ² /s)	Cl/(μg/kg)	样品/g	正己烷/mL
≤ 10000	Cl ≥ 100	2.0±0.2	2.0±0.2
	30 ≤ Cl < 100	5.0±0.2	5.0±0.2

粘度/ (mm ² /s)	Cl/(μg/kg)	样品/g	正己烷/mL
> 10000	Cl < 30	10.0±0.2	10.0±0.2
	Cl ≥ 100	2.0±0.2	10.0±0.2
	30 ≤ Cl < 100	5.0±0.2	25.0±0.2
	Cl < 30	10.0±0.2	50.0±0.2

11 标准曲线的绘制

分别准确移取 0.20 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 氯离子标准工作液于100 mL容量瓶中，加水定容至刻度，混匀。氯离子含量依次为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、100.0 $\mu\text{g/L}$ 、200.0 $\mu\text{g/L}$ 、400.0 $\mu\text{g/L}$ 。按其浓度由低到高的顺序依次注入离子色谱仪，并记录峰面积。以氯离子浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，并拟合线性方程， $R^2 \geq 0.999$ 。

12 测定

按照与绘制标准曲线相同的色谱条件,将试样溶液注入离子色谱仪测定氯离子浓度,以保留时间定性,外标法定量。

同法测定空白试样溶液。

注：若测定结果超出标准曲线范围，应将样品用实验用水稀释处理后重新测定。

13 结果计算与表示

13.1 结果计算

样品中氯离子含量 w , 以 $\mu\text{g/kg}$ 表示, 按式 (1) 或式 (2) 计算:

式中 i

w — 样品中氯离子含量, 单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

A — 样品溶液中氯离子的峰面积的数值；

A_0 — 空白试样溶液中氯离子的峰面积的数值;

m——样品质量, 单位为克(g);

V —水的体积, 单位为毫升(mL):

K —氯离子标准曲线方程的斜率;

b — 氯离子标准曲线方程的截距。

武中：

w — 样品中氯离子含量, 单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

c —— 根据标准曲线计算得到的样品溶液中氯离子的含量, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

c_0 —— 根据标准曲线计算得到的空白溶液中氯离子的含量, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

m——样品质量, 单位为克(g):

V ——水的体积, 单位为毫升(mL)。

13.2 结果表示

取两次平行测定结果的算术平均值为最终结果, 按照 GB/T 8170 的规定进行数字修约, 保留小数点后 1 位。

14 精密度

14.1 重复性

在同一实验室, 由同一操作者使用相同设备, 按照相同的测试方法, 并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不应超过表 3 的重复性限(r), 以大于重复性限(r)的情况不超过5%为前提。

14.2 再现性

在不同实验室, 由不同操作者使用不同设备, 按照相同的测试方法, 对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于表 3 中的再现性限(R), 以大于再现性限(R)的情况不超过5%为前提。

表3 精密度结果

氯离子含量/(\mu g/kg)	重复性限标准差	重复性限	再现性限标准差	再现性限
≥10	3.5498	9.9394	4.0684	11.3915

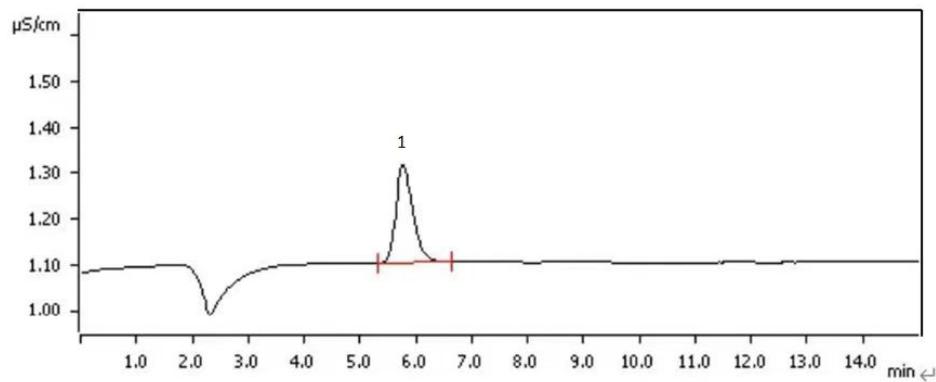
15 试验报告

试验报告包括下列内容:

- (a) 本文件编号;
- (b) 试验样品的完整信息;
- (c) 测定结果;
- (d) 测定中观察到的任何异常现象及其说明;
- (e) 试验日期和试验人员;
- (f) 其他相关情况。

附录 A
(资料性)
氯离子标准溶液色谱图

A.1 氯离子标准溶液色谱图



标引序号说明: 1— Cl^- 。

图A.1 氯离子标准溶液色谱图