

中华人民共和国国家标准

GB/T 24876—2010

畜禽养殖污水中七种阴离子的测定 离子色谱法

Determination of seven anions in waste water from livestock and poultry farm—
Ion chromatography

2010-06-30 发布

2011-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国畜牧业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省畜牧环境质量检测中心。

本标准主要起草人：李俊玲、战余铭、宫玲玲、李会荣、李桂华、强莉、杨志强、李斌。

畜禽养殖污水中七种阴离子的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了离子色谱测定畜禽养殖污水中氟离子(F^-)、氯离子(Cl^-)、亚硝酸根离子(NO_2^-)、溴离子(Br^-)、硝酸根离子(NO_3^-)、硫酸根离子(SO_4^{2-})和磷酸根离子(PO_4^{3-})七种阴离子的方法。

本标准适用于畜禽养殖污水中 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 七种阴离子的同步测定。

本方法定量限:当进样量为 25 μL 时, F^- 、 $NO_3^-—N$ 为 0.1 mg/L, Cl^- 、 $NO_2^-—N$ 、 Br^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 为 0.5 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5750.2 生活饮用水标准检验方法 水样的采集与保存

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

试样经固相萃取小柱净化后,采用阴离子交换分离柱,以氢氧化钾溶液为淋洗液,依次分离无机阴离子 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} ,用电导检测器进行检测,将样品的色谱峰与标准溶液中各离子的色谱峰相比较,根据保留时间定性,峰面积定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用分析纯试剂,水符合 GB/T 6682 一级水的规定。

4.1 甲醇。

4.2 氢氧化钾。

4.3 流动相:可以使用淋洗液自动发生器,或按照下述方法配制。

4.3.1 流动相工作液 I:准确称取 0.56 g 氢氧化钾(4.2),溶解后,定容于 1 000 mL 容量瓶中。浓度为 10 mmol/L。

4.3.2 流动相工作液 II:准确称取 1.96 g 氢氧化钾(4.2),溶解后,定容于 1 000 mL 容量瓶中。浓度为 35 mmol/L。

4.4 标准贮备液: $NO_2^-—N$ 浓度为 100 mg/L, F^- 、 Br^- 、 $NO_3^-—N$ 、 PO_4^{3-} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 浓度为 1 000 mg/L。

4.5 标准混合工作溶液:分别准确移取 F^- 、 Br^- 、 $NO_3^-—N$ 、 PO_4^{3-} 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 标准贮备液(4.4) 10 mL 至同一 100 mL 容量瓶中,用水定容,摇匀,浓度为 100 mg/L。准确移取该混合溶液以及 $NO_2^-—N$ 标准贮备液(4.4)各 50 mL 至同一 100 mL 容量瓶中,摇匀, F^- 、 $NO_2^-—N$ 、 Br^- 、 $NO_3^-—N$ 、 PO_4^{3-} 、 Cl^- 和 SO_4^{2-} 浓度均为 50.0 mg/L。现用现配。

4.6 固相萃取小柱: C_{18} 柱,3 mL/600 mg;弱阳离子交换柱,3 mL/600 mg。

4.7 无机滤膜:0.22 μm。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱系统:带有阴离子交换分离柱或性能相当的其他分析柱、阴离子抑制器和电导检测器,并有梯度洗脱功能。

5.2 电子天平:感量 0.01 g。

5.3 离心机:10 000 r/min。

5.4 固相萃取仪。

6 样品的采集和保存

按 GB/T 5750.2 规定执行。

7 测定步骤

7.1 净化

取适量污水样品,于 10 000 r/min 高速离心 10 min,若离子含量较高,将上清液稀释 5 倍~50 倍,备用。将 C₁₈柱和弱阳离子交换柱按从上到下的顺序安装在固相萃取仪上,依次用 5 mL 的甲醇(4.1)和 15 mL 的水活化平衡。取上述稀释液 3 mL 至 C₁₈柱中,全部过完 C₁₈柱和弱阳离子交换柱,弃去流出液。立即再取 2 mL 稀释液过 C₁₈柱和弱阳离子交换柱,收集流出液并过 0.22 μm 滤膜,待上机测定。

7.2 离子色谱参考条件

流动相:10 mmol/L~35 mmol/L 氢氧化钾溶液。梯度洗脱表见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱表

时间/min	流速/(mL/min)	流动相
0	1.0	流动相工作液 I
5	1.0	流动相工作液 I
15	1.0	流动相工作液 II
20	1.0	流动相工作液 II
20.1	1.0	流动相工作液 I
25	1.0	流动相工作液 I

流速:1.0 mL/min。

柱温:30 °C。

进样量:25 μL。

检测器:电导检测器。

7.3 标准工作曲线

7.3.1 取标准混合工作溶液(4.5)配制成浓度分别为 0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、50.0 mg/L 的标准工作溶液。现用现配。

7.3.2 取上述标准工作溶液从低浓度到高浓度分别注入离子色谱仪,以各离子的浓度为横坐标,峰面积为纵坐标绘制标准曲线,并计算回归方程。

7.4 测定

将待测液注入离子色谱仪,根据保留时间定性,以峰面积定量。

8 结果计算

污水中各种阴离子的含量以质量分数 X_i 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$X_i = c_i \times n \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_i ——标准曲线查得试样中某种阴离子的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

n ——稀释倍数的数值。

计算结果表示到三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%情况不超过 5%为前提。

附录 A
(资料性附录)
七种阴离子的标准图谱

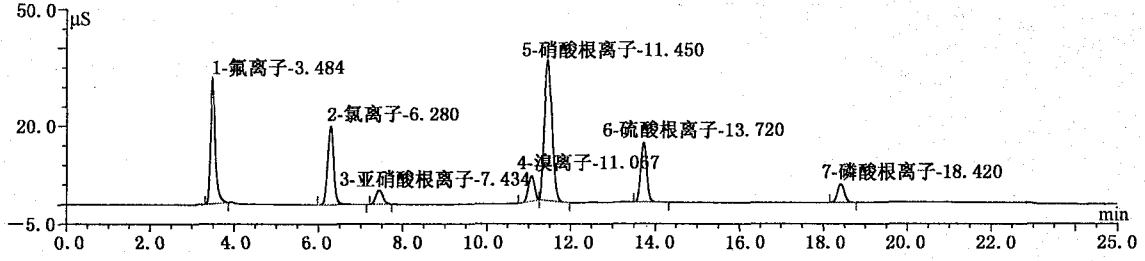


图 A.1 F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 标准参考图谱