

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2704.3—2010

切削液和机床排泄液 第3部分： 亚硝酸根的测定 离子色谱法

Cutting fluid and machining process waste fluid—
Part 3: Determination of nitrite—Ion chromatography

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

SN/T 2704《切削液和机床排液》系列标准分为以下几部分：

- 第 1 部分：磷酸根的测定 离子色谱法；
- 第 2 部分：氯、溴的测定 离子色谱法；
- 第 3 部分：亚硝酸根的测定 离子色谱法；
- 第 4 部分：汞的测定 测汞仪法。

本部分为 SN/T 2704 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 编写。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘贤杰、刘丽、宋保靓、任聪、李英。

本部分是首次发布的出入境检验检疫行业标准。

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

切削液和机床排液 第3部分： 亚硝酸根的测定 离子色谱法

1 范围

SN/T 2704 的本部分规定了切削液和机床排液中亚硝酸根测定的离子色谱法。
本部分适用于油性切削液和机床排液中亚硝酸根的测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

切削液 cutting fluid

在加工过程中,注入工件与刀具(或磨具)之间的主要起冷却、润滑、清洗、防锈等作用的液体。

2.2

机床排液 machining process waste fluid

机床在加工过程中产生的废液。

3 方法提要

试样在分液漏斗中用水萃取两次后,萃取液用离子色谱进行测定,根据亚硝酸根保留时间定性,标准曲线法定量。

4 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂,水为超纯水,电导率(25℃)为 ≤ 0.01 mS/m。

4.1 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)。

4.2 硝酸(10%,体积分数):以硝酸(4.1)稀释。

4.3 碳酸钠。

4.4 碳酸氢钠。

4.5 淋洗液(0.004 5 mol/L 碳酸钠+0.001 4 mol/L 碳酸氢钠溶液):准确称取 0.477 0 g 碳酸钠(4.3)和 0.117 6 g 碳酸氢钠(4.4)于烧杯中,用水稀释并定容至 1 000 mL。

4.6 亚硝酸钠:有证基准物质,干燥器中干燥 24 h 保存备用。

4.7 亚硝酸根标准储备液(1 000 μ g/mL):准确称取 1.499 7 g 亚硝酸钠(4.6)于烧杯中,用水稀释并定容至 1 000 mL。或直接使用有证标准物质。

5 仪器与设备

5.1 离子色谱仪:配电导检测器,抑制器,阴离子交换柱,25 μ L 定量环。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

5.3 分液漏斗:50 mL。

5.4 所有玻璃器皿使用前均需用硝酸溶液(4.2)和水分别浸泡 4 h,然后用水冲洗 3 次~5 次,晾干备用。

6 试样

将样品充分混匀,保存于 500 mL 广口瓶中。

7 试料

准确移取 10.0 mL 试样于分液漏斗(5.3)中。

8 测定次数

称取两份试料进行平行测定,结果取其测定的平均值。随同试样做空白试验。

9 分析步骤

9.1 试样萃取

向试料中加入 10 mL 水,剧烈震荡 5 min,静置 30 min 后,将水萃取液经 C18 小柱过滤后收集于 50 mL 容量瓶中。往分液漏斗中再次加入 10 mL 水,重复上述萃取步骤,合并萃取液并定容至 50 mL。

9.2 测定

9.2.1 校准曲线

分别移取 0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 的亚硝酸根标准储备液(4.7)于 5 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。参照附录 A 的仪器工作条件,依次测定亚硝酸根标准系列溶液的峰面积(或峰高)。以峰面积(或峰高)为纵坐标,亚硝酸根浓度为横坐标,制作校准曲线,校准曲线的线性相关系数 r 应大于 0.999。典型亚硝酸根色谱图参见附录 B。

9.2.2 试样测定

用同样的方法测定空白溶液和试样溶液。根据亚硝酸根保留时间定性,根据色谱峰面积(或峰高)用外标法定量。

如果亚硝酸根的浓度超出校准曲线的线性范围,则应对试样溶液进行适当稀释。

10 结果计算

按式(1)计算试样中亚硝酸根的含量:

$$w = \frac{(C_i - C_0) \times V_1 \times f}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w —— 试样中亚硝酸根的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_i —— 试液中亚硝酸根的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

C_0 ——空白溶液中亚硝酸根的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V_1 ——定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样体积,单位为毫升(mL);

f ——稀释因子。

11 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

12 检测低限

方法检测低限为 $0.5 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

附录 A

(资料性附录)

仪器工作条件

A.1 离子色谱仪参考工作条件

- a) 色谱柱: IonPac AS22 或性能相当者;
- b) 淋洗液: 0.004 5 mol/L 碳酸钠 + 0.001 4 mol/L 碳酸氢钠(4.5);
- c) 流动相流速: 1.2 mL/min;
- d) 柱温箱温度: 30 °C;
- e) 检测器: 电导检测器;
- f) 抑制器: ASRS Ultra II, 4 mm 或性能相当者;
- g) 抑制电流: 31 mA;
- h) 进样量: 25 μ L。

附录 B

(资料性附录)

亚硝酸根标准溶液色谱图

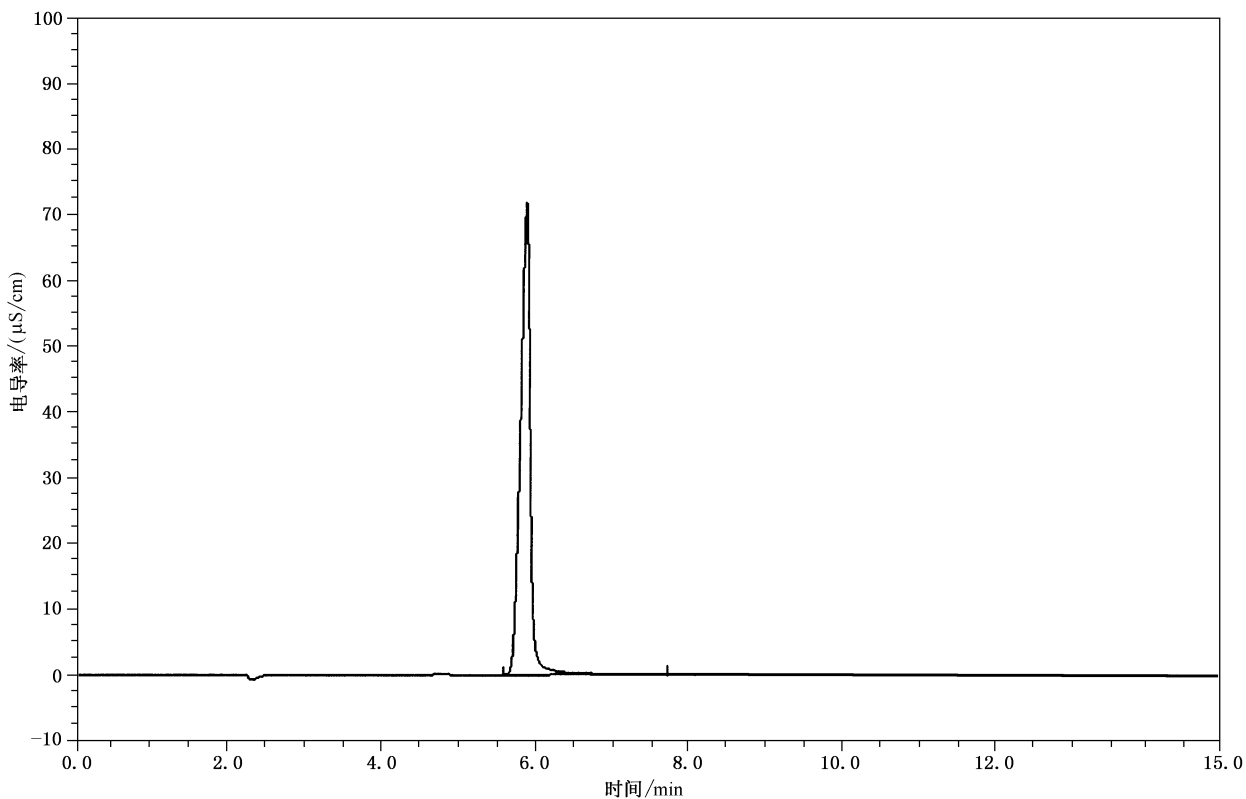


图 B.1 亚硝酸根标准溶液色谱图

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

SN/T 2704.3—2010

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
切削液和机床排液液 第 3 部分：
亚硝酸根的测定 离子色谱法
SN/T 2704.3—2010

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

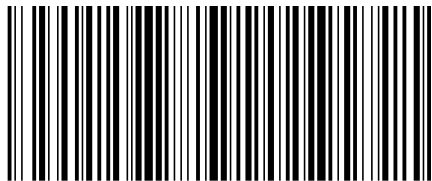
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 9 千字
2011 年 3 月第一版 2011 年 3 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号：155066 · 2-21720 定价 16.00 元



SN/T 2704.3—2010