

2.4 精密度与检出限

采用外标法,以 Cl^- 和 Br^- 的保留时间定性、峰面积定量,测定质量浓度为 $5\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 Cl^- 和 Br^- 标准溶液 8 次,结果见表 1。由表 1 结果计算得到 Cl^- 和 Br^- 含量测定的相对标准偏差分别为 1.2% 和 1.1%,方法的重复性好,精密度高。

表 1 方法精密度试验结果 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$

样品序号	Cl^- 质量浓度	Br^- 质量浓度
1	5.608 1	5.491 8
2	5.666 2	5.551 3
3	5.665 4	5.590 9
4	5.731 7	5.620 9
5	5.748 5	5.641 4
6	5.730 8	5.647 2
7	5.732 2	5.673 1
8	5.566 2	5.602 4
平均值	5.681 1	5.602 4
标准偏差	0.07	0.06

在与测定实际试样完全相同的条件下,重复 10 次空白试验,其结果的 3 倍标准偏差相对应的被测组分的量即为该方法的检出限。本方法 Cl^- 的检出限为 $0.01\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$, Br^- 的检出限为 $0.03\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

2.5 加标回收试验

对橡胶样品中的 Cl^- 和 Br^- 含量进行测定,

并在样品中准确加入 4-氯苯甲酸和 4-溴苯甲酸混合物,进行加标回收率试验,试验结果见表 2。由表 2 可以看出,方法的回收率为 97%~105%。

表 2 加标回收率试验结果

项 目	1# 样品		2# 样品		3# 样品	
	Cl^-	Br^-	Cl^-	Br^-	Cl^-	Br^-
加标量/ $(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	522	884	1 042	1 146	1 966	4 746
实测值/ $(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	531	861	1 087	1 120	1 910	4 833
回收率/%	101.2	97.4	104.3	97.7	97.2	101.8

3 结语

氧弹燃烧-离子色谱法对橡胶中痕量 Cl^- 和 Br^- 含量的测定具有较高的灵敏度和精确度,而且选择性好、操作简单、对环境友好,适合橡胶中痕量氯、溴含量的测定。

参考文献:

- [1] EN 14582:2007,废弃物特性描述-卤素和硫含量-密闭系统内氧气燃烧法和测定方法[S].
- [2] GB/T 9872—1998,氧瓶燃烧法测定橡胶和橡胶制品中溴和氯的含量[S].
- [3] GB/T 3050—2000,无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法[S].

收稿日期:2012-01-20

黑猫计划在唐山建炭黑基地

中图分类号:TQ330.38⁺1 文献标志码:D

江西黑猫炭黑股份有限公司近日发布公告称,计划投资 9.5 亿元建设唐山炭黑基地,目标是年生产能力为 20 万 t 炭黑和 30 万 t 煤焦油深加工能力。

据了解,该项目建设计划分两期完成。一期项目建设 2 条年产 4 万 t 新工艺炭黑生产线,预计 2012 年第 3 季度建成投产后形成年炭黑生产能力 8 万 t;二期项目建设 3 条年产 4 万 t 新工艺炭黑生产线及年产 30 万 t 煤焦油综合加工利用生产线,预计 2012 年年底全面建成后该基地形成年产 20 万 t 的新工艺炭黑和年产 30 万 t 煤焦油深加工能力,每年将实现销售收入 18.42

亿元。

据介绍,唐山基地是江西黑猫炭黑股份有限公司在国内组建的第 7 家生产企业,由江西黑猫炭黑股份有限公司和唐山胜利集团实业公司共同出资建设。目前,黑猫炭黑共有 70 万 t 炭黑生产能力。

黑猫股份发布的公告称,本次投资的主要目的就是充分利用所在区域原材料供应优势,提高公司市场覆盖能力。唐山东接东北老工业基地,南邻中国轮胎主产区山东省,唐山黑猫的建成每年将新增炭黑市场能力 20 万 t,将大大提升公司炭黑出口辐射能力,扩大公司炭黑产品市场占有率。

(摘自《中国化工报》,2012-05-30)