

# 六氟锑酸根的离子色谱法测定

钟乃飞

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

**关键词:** 离子色谱; 六氟锑酸根; 氢氧化钾梯度淋洗; IonPac AS16

**Key words:** Ion chromatography; hexafluoroantimonate; potassium hydroxide; IonPac AS16

## 引言

六氟锑酸盐是一种重要的无机盐, 在化学工业中的用途广泛。对于六氟锑酸根的测定, 国内的方法比较少, 国外主要有热力学方法、红外和拉曼光谱法等, 但是这些方法比较复杂, 计算量较大<sup>[1,2]</sup>。也有文献报道用离子色谱法测定六氟锑酸含量的方法<sup>[3]</sup>, 但碳酸盐体系的背景较高, 而且峰型拖尾比较严重; 使用了有机溶剂对环境不友好。

本方法采用IonPac AS16阴离子交换色谱柱, 配以淋洗液发生器。采用浓度梯度洗脱的方式, 使得强保留的六氟锑酸根离子和常规阴离子能够同时分离, 且六氟锑酸根峰型较好, 20分钟就能完成一次样品分析。

## 测试条件

仪器: ThermoFisher ICS-2100系统;

分析柱: IonPac AS16 (250 × 4 mm P/N: 055376)

保护柱: IonPac AG16 (50 × 4 mm P/N: 055377);

柱温: 30℃;

流速: 1.00 mL/min;

定量环: 25 μL;

淋洗液发生器: 带有CR-ATC的EGC II KOH;

KOH梯度淋洗液程序为: 0~7 min, 15.0 mmol/L KOH; 7~10 min, 15.0~50.0 mmol/L KOH; 10~13 min, 50.0 mmol/L KOH; 13.1~20 min, 15 mmol/L KOH。

检测方式: 抑制型电导检测器, ASRS 300型 (4 mm) 电化学自再生抑制器, 自循环电抑制, 抑制器电流为124 mA。

## 样品前处理

称取50 mg (精确到0.1 mg) 样品到100 mL容量瓶中, 然后再稀释10倍, 过0.22 μm滤膜后进样分析。

## 结果和讨论

## 色谱条件优化

六氟锑酸根是一个强保留的物质, 采用氢氧根体系的淋洗液必须要用高浓度才能将其洗脱, 但是考虑到样品中还有其他常规阴离子的存在, 所以采用梯度洗脱的方式使得其与常规阴离子能够在一次进样的情况下同时分析。所以最终选择并确定KOH的淋洗液梯度程序为: 0~7 min, 15.0 mmol/L KOH; 7~10 min, 15.0~50.0 mmol/L KOH; 10~13 min, 50.0 mmol/L KOH; 13.1~20 min, 15 mmol/L KOH。流速: 1.00 mL/min。

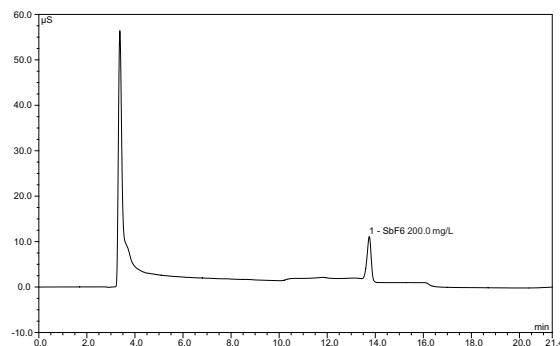


图1. SbF<sub>6</sub><sup>-</sup>离子标准溶液的离子色谱图

## 方法的线性关系、检出限和重复性

分别稀释配制1.0、10.0、50.0、100.0、200.0 mg/L的六氟锑酸根离子的标准溶液。按照浓度从低到高的顺序进行测定, 六氟锑酸根的质量浓度X在1.0~200.0 mg/L范围内分别与对应的色谱峰面积Y呈线性关系。六氟锑酸根离子线性回归方程为:  $Y = 9.6218X - 0.0219$ , 线性相关系数为0.9999。

在本文所选择的色谱条件下, 以信噪比 (S/N=3) 计算检出限, 六氟锑酸根的检出限为0.132 mg/L。

对标准溶液重复进样7次, 其保留时间的相对标准偏差小于0.50%, 峰面积的相对标准偏差小于0.85%, 峰高的相对标准偏差小于1.00%。图1为标准六氟锑酸根的色谱图。

## 干扰离子的测试

对常见的F<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>等几种阴离子的干扰进行实验，发现几种常规离子对六氟锑酸根的测定不会产生干扰，说明此法对六氟锑酸根的测定有较好的选择性。图2为几种常规离子与六氟锑酸根离子混合溶液的色谱图。

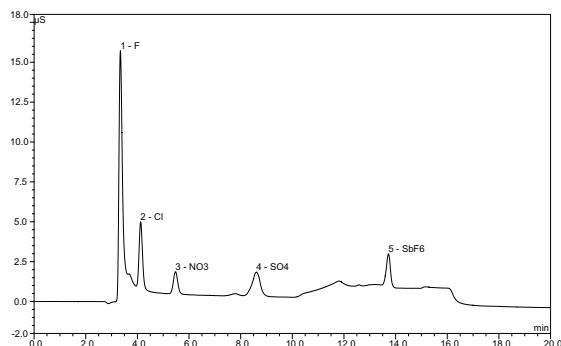


图2 六氟锑酸与常规阴离子的同时分离色谱图

### 3.4 样品测定及加标回收率试验

用本方法可以快速的测定样品中六氟锑酸根的含量。称取50mg的样品，溶解稀释后过0.22 μm后按照相同的色谱条件进行分析。并对样品进行加标回收实验考查方法的可行性。分析结果如表1所示。

表1 样品测定及加标回收率

组分	含量 (mg/L)	加入量 (mg/L)	测得量 (mg/L)	回收率 (%)
SbF <sub>6</sub> <sup>-</sup>	9.38	5.0	14.45	101.4
	9.38	10.0	19.30	99.2
	9.38	15.0	23.90	96.8

## 结论

本方法采用KOH梯度洗脱的方式测定了六氟锑酸根的含量，可以为六氟锑酸根含量的测定提供了简便的方法，还可以将强保留的六氟锑酸根与常规的阴离子同时分离。为六氟锑酸根产品质量的检测提供了方法。该方法简单，快速，准确；实际样品测试结果满意，回收率达到要求。

## 参考文献

- [1] B. J.; P. R.D.; S. R. The solution thermo chemistry of antimony pent fluoride and some fluoroantimonates. [J]. Journal of Fluorine Chemistry, 1982, 20(4): 541-554.
- [2] M. R.; S. F. The infrared spectra of SbF<sub>6</sub><sup>-</sup> isolated within alkali halides [J]. Journal of Molecular Structure, 1982, 80: 117-120.
- [3] 焦霞, 李秀玲, 陈永菁, 朱岩. 离子色谱法测定六氟锑酸根离子[J]. 分析测试学报, 2007, 26 : 580-581.