

文章编号: 1006-9941(2017)02-0150-05

纳米 TATB 中微量残阴离子含量的离子色谱分析

陈玲^{1,2}, 李哲^{1,2}, 赵颖彬^{1,2}, 逢小青^{1,2}, 黄伯勇^{1,2}

(1. 中国工程物理研究院化工材料研究所, 四川 绵阳 621999; 2. 中国工程物理研究院含能材料测试评价中心, 四川 绵阳 621999)

摘要: 为评估纳米 TATB 产品质量, 采用氧瓶燃烧法处理样品, 用离子色谱测定吸收液中氯离子、硫酸根的方法来确定 TATB 中的微量组分含量。在 Metrosep A Supp 7 型阴离子分离柱上, 以 $4.7 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液作为淋洗液, 电导检测器进行检测。在优化的色谱条件下, 样品中氯离子、硫酸根的方法检出限分别为 $0.0025 \text{ ug} \cdot \text{mL}^{-1}$, $0.0032 \text{ ug} \cdot \text{mL}^{-1}$, 线性范围分别为 $(0.5 \sim 3.0) \text{ ug} \cdot \text{mL}^{-1}$, $(0.1 \sim 2.5) \text{ ug} \cdot \text{mL}^{-1}$, 线性相关系数均大于 0.9990。重复性测试 ($n=6$) 相对标准偏差分别为 1.65%、2.28%, 回收率分别为 96.30% ~ 103.73%, 97.23% ~ 100.91%。该方法具有操作简单快捷、无污染等优点, 能满足纳米 TATB 中硫、氯的定量分析要求。

关键词: 离子色谱; 氧瓶燃烧; 纳米 TATB; 微量组分

中图分类号: TJ55; O65

文献标志码: A

DOI: 10.11943/j.issn.1006-9941.2017.02.010

1 引言

纳米 TATB (nTATB) 对短脉冲敏感, 对其它种类的刺激钝感, 在始发药中的应用有重要意义^[1-4]。杨光成等^[5]报道了纳米 TATB 的制备方法: 将 TATB 的浓硫酸溶液加入到超纯水中快速结晶, 膜分离洗涤至 $\text{pH}=7$, 冷冻干燥, 得黄色粉末, 即纳米 TATB。由此可知, 纳米 TATB 在制备过程中会引入硫酸根离子、水分等杂质。同时, 原材料 TATB 中的三氯三硝基苯等微量组分仍会部分残留在产品中, 这些残留的氯、硫酸根等微量组分直接影响以 TATB 为基的产品的热安定性等性能, 对药柱成型、药柱强度、金属弹体等有不良作用^[5-6], 甚至腐蚀其接触材料及相关组件从而对武器会造成多方面的隐患。

美国文献^[7-8]报道了纳米网格 TATB 中总硫含量及总氯含量范围, 但无具体的分析方法。国内测定 TATB 产品中氯含量的国家标准方法 (GJB3292A-2010) 是通过氧瓶燃烧, 将被测样品中的氯转化为钾盐, 用硝酸汞标准溶液进行滴定^[9]。该方法所用仪器设备简单, 但实验过程必须人工操作, 样品中氯化物含

量较低时, 在滴定终点的判断上会产生人为的视觉误差, 当样品多时, 操作人员劳动强度大。此外, 硝酸汞为剧毒物质, 使用后废液的销毁处理较麻烦。刘志全等^[10]在氧瓶内燃烧试样后, 加入过量的银离子, 使其与溶液中微量的氯离子反应, 生成难溶的氯化银沉淀。滤除氯化银沉淀后过量的银离子用原子吸收法测定, 再换算出氯的含量。该法准确度较好, 但操作较繁琐。浦钧鹏等^[11]采用硫酸分解法, 以稀碱溶液作吸收液, 用电位滴定法测定 TATB 中无机氯含量, 实验结果标准误差约为 $\pm 0.009\%$, 准确度较好。遗憾的是, 该方法分解、吸收样品需 2 h, 耗时且浓硫酸的使用使试验存在一定的安全隐患。测定硫酸根离子的方法很多, 如重量法、滴定法、原子吸收法、光度法、荧光法、ICP-AES 法等^[12-13], 重量法、滴定法这些常规测定方法要经过预处理、沉淀、过滤、灼烧、称重等步骤, 操作繁杂费时。原子吸收法、荧光光谱法等多用于土壤、雨水、天然水和其它溶液中硫酸根的测定, 无法将其完全应用于纳米 TATB 中硫酸根含量测定。ICP-AES 法只能测试一定含量范围的样品, 且样品测试成本高, 所用设备昂贵, 不适宜常规实验室使用。分光光度法应用范围广、操作简便, 但受干扰因素多, 影响检测限。因此建立快速、准确、安全的纳米 TATB 中硫酸根、氯含量分析方法迫在眉睫。

本研究采用离子色谱仪对纳米 TATB 中的硫酸根离子和氯离子进行了定量分析。通过稳定性试验、重

收稿日期: 2016-08-18; 修回日期: 2016-11-10

基金项目: 国家自然科学基金资助 (11502250)

作者简介: 陈玲 (1986-), 女, 助理研究员, 主要从事仪器分析工作。

e-mail: chenling03@caep.cn

通信联系人: 黄伯勇 (1971-), 男, 副研究员, 主要从事材料理化性能表征。

e-mail: 250667211@qq.com

复性试验、加样回收率试验考察了方法的准确性,分析精度符合要求,可以为武器系统的安全性、可靠性和有效性提供保障。

2 实验部分

2.1 试剂与仪器

离子色谱仪:瑞士 Metrohm 公司(MSM 抑制), Metrohm 883 型电导检测器,IC Net 3.0 离子色谱操作软件。

超纯水:美国 Millipore 公司 Milli-Q 纯水器制取(电阻率为 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$)。

SO_4^{2-} 标准溶液:国家有色金属及电子材料分析测试中心,批号为 GSB04-1773-2004(b)($1000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)。

Cl^- 标准溶液:国家有色金属及电子材料分析测试中心,批号为 GSB04-1770-2004($1000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)。

无水碳酸钠:中国计量科学研究院,批号为 GBW(E)060023h。

硫酸:分析纯,成都市联合化工试剂研究所。

2.2 试验方法

精确称取 nTATB 10.0 mg(精确至 0.02 mg),置于透明胶带纸袋中,封口时加一滤纸条,置于铂夹上夹紧,氧燃烧瓶中加入 5 mL 超纯水和四滴 $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的氢氧化钾水溶液,缓慢(液面呈微波状)向瓶内通入氧气 1~2 min。点燃滤纸条,迅速插入燃烧瓶内,压紧磨口塞。燃烧结束后,间断震荡氧瓶 30 min,再用

30 mL 超纯水分三次冲洗瓶塞和瓶壁,所有溶液转移至 50 mL 容量瓶中并用超纯水定容。然后用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜过滤滤液和吸收液,待测。同时做空白试验。

2.3 色谱条件

分析柱: Metrosep A Supp 7-250/4.0; 保护柱: Metrosep RP 2 Guard/3.5; 流动相: $4.7 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ Na_2CO_3 溶液,流量为 $0.7 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$; 柱温: $45 \text{ }^\circ\text{C}$; 抑制电流: 31 mA; 进样体积: 20 μL 。

3 结果与讨论

3.1 样品前处理方法的确定

样品前处理技术一直是离子色谱(IC)中比较薄弱的环节,经常占去大部分分析时间。因此,根据样品的特性选择适宜的前处理方法对缩短分析时间,保证测试结果的可靠性至关重要。nTATB 不溶于水,在有机溶剂中的溶解度极小,因此试验尝试以丙酮与水的混合溶剂长时间超声提取(2.5 h)样品中微量组分。氧瓶燃烧法是离子色谱测定元素含量最简单的样品前处理方法^[14-17]。该法是将包在无灰滤纸中的样品夹在螺旋状铂丝上,放入充满氧气的磨口三角瓶中充分燃烧,用去离子水或淋洗液吸收分解产物。吸收液可直接进行离子色谱分析。该法的优点是设备简单易得、操作方便、快速灵活、基体干扰少。因此,实验对比了氧瓶燃烧法和丙酮与水混合溶剂超声萃取这两种样品前处理方法,结果列于表 1。

表 1 样品前处理方法对实验结果的影响

Table 1 Influence of the sample pretreatment methods on the results

sample pretreatment method	analyte	content/%	average/%	RSD/%
ultrasonic extraction with acetone and water	SO_4^{2-}	0.258, 0.247, 0.244, 0.230, 0.256, 0.241	0.246	4.19
	Cl^-	0.328, 0.336, 0.322, 0.330, 0.341, 0.339	0.333	2.18
oxygen-flask combustion	SO_4^{2-}	0.288, 0.282, 0.285, 0.277, 0.296, 0.282	0.285	2.28
	Cl^-	0.344, 0.348, 0.340, 0.342, 0.351, 0.355	0.347	1.65

由表 1 可知,采用丙酮和水混合溶剂长时间超声萃取获得的试验结果稍低于氧瓶燃烧法获得的试验结果,但重复性测试结果相对标准偏差却高较多。分析认为这是因为 nTATB 在有机溶剂中溶解性较差,在经过长时间超声后仍然有大部分样品未溶解于溶剂中导致样品中微量的 Cl^- 、 SO_4^{2-} 不能被完全萃取出来,使测试结果偏低以及均匀性较差。

3.2 色谱条件的确定

选择淋洗液是离子色谱分析中最重要的步骤^[18],

Cl^- 、 SO_4^{2-} 为强保留离子,对 Metrosep A Supp 7 柱有强烈的亲和作用,必须用对固定相亲和力更强的淋洗液才能把 Cl^- 、 SO_4^{2-} 洗脱下来。一般的抑制型电导检测离子交换色谱所用的淋洗液主要是 OH^- 、 CO_3^{2-} 、 HCO_3^- ,其中, Na_2CO_3 具有很强的洗脱二价和多价阴离子能力。实验发现较低浓度的 Na_2CO_3 溶液虽然也能够把 Cl^- 和 SO_4^{2-} 洗脱下来,但洗脱所用时间太长,而且也容易造成 SO_4^{2-} 的峰形严重拖尾变形,浓度太大的 Na_2CO_3 溶液则导致基线噪音增大。本试验选

择 $4.7 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ Na}_2\text{CO}_3$ 溶液作为测定 Cl^- 的淋洗液, 结果如图 1 所示。在该色谱条件下, 样品中常见的阴离子可快速分离, 分离效果好, 峰形分辨良好, 样品保留时间适当。

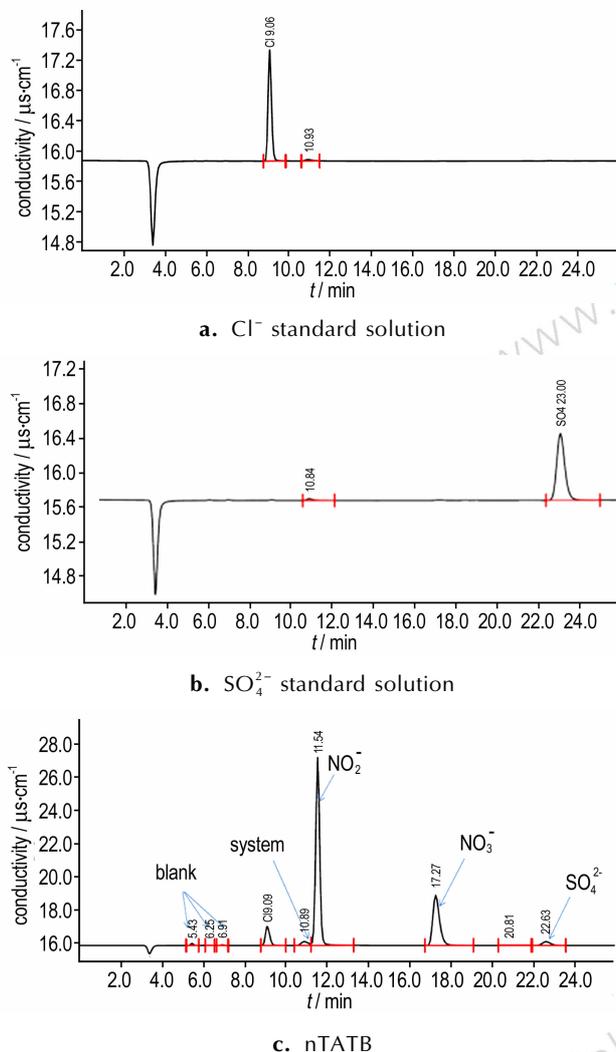


图 1 nTATB 样品与氯离子、硫酸根离子标准溶液离子色谱图
Fig. 1 Chromatogram of nTATB sample and standard solution

3.3 称样量的选择

TATB 属易燃易爆物, 在石英氧燃烧瓶中点火燃烧会放出大量气体, 这些气体在高温下具有爆炸危险性, 且样品量过大易燃烧不完全; 然而, 取样量太少则不具代表性, 检测结果偏差较大。综合考虑存在元素含量、氧燃烧瓶体积、TATB 充氧燃烧体积、燃烧热以及试验安全性, 取样量最终确定为 10.0 mg 。

3.4 方法学考察

3.4.1 线性范围

取 Cl^- , SO_4^{2-} 储备液适量, 配成不同浓度的标准

液, 在 2.3 推荐的色谱条件下, 将配制好的每个浓度水平的 Cl^- , SO_4^{2-} 标准溶液平行进样 3 次 (均进样 $20.0 \mu\text{L}$), 为避免干扰, 从低浓度到高浓度依次进样。以 3 次进样得到的峰面积 [$(\mu\text{s} \cdot \text{cm}^{-1}) \times \text{min}$] 的平均值为纵坐标, 各标准溶液的质量浓度 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$) 为横坐标进行线性回归, 建立标准曲线, 如图 2 所示。 Cl^- , SO_4^{2-} 线性相关系数均大于 0.9990, 说明该方法具有良好的线性相关性, 这为准确定量奠定了可靠基础。

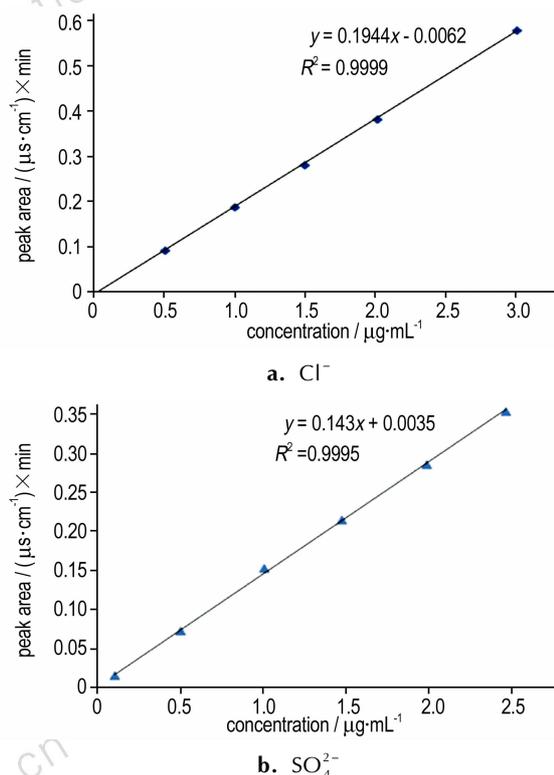


图 2 Cl^- 和 SO_4^{2-} 标准溶液的校准曲线

Fig. 2 The calibration curves of Cl^- and SO_4^{2-} in stand solution

将氯离子和硫酸根离子标准溶液逐步稀释进行分析测试, 按 3 倍信噪比 (S/N) 计算出氯和硫的检出限分别为 $0.0025 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 和 $0.0032 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$, 按 10 倍信噪比 (S/N) 计算出定量限分别为 $0.0082 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 和 $0.011 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。检出限和定量限较低, 说明该方法灵敏度较高, 满足分析要求。

3.4.2 重复性试验

取同一批样品 6 份, 按 2.2 制备待测溶液, 在 2.3 节推荐的色谱条件下检测, Cl^- 和 SO_4^{2-} 含量测定结果见表 2。由表 2 可知, Cl^- 和 SO_4^{2-} 含量测定结果的相对标准偏差 RSD 值分别为 1.65%、2.28%, 表明数据重复性良好, 因此可以说该分析方法具有一定的精密性。

表 2 重复性试验结果

Table 2 Results of the reproducibility %

analyte	content	average	RSD
SO ₄ ²⁻	0.288, 0.282, 0.285, 0.277, 0.296, 0.282	0.285	2.28
Cl ⁻	0.344, 0.348, 0.340, 0.342, 0.351, 0.355	0.347	1.65

3.4.3 回收率试验

准确移取已测定含量的样品 9 mL, 共 8 份, 分别加入配制好的 Cl⁻ 标准溶液, SO₄²⁻ 标准溶液, 在 2.3 节的色谱条件下进行加标回收试验, 测定峰面积, 用外标法计算加样回收率, 结果见表 3。由表 3 可见, Cl⁻ 和 SO₄²⁻ 的回收率分别为 96.30% ~ 103.73%, 97.23% ~ 100.91%, RSD 分别为 2.95%, 1.16%, 因此, 该方法的准确度较好。

表 3 回收率测定结果

Table 3 Results of recovery determining

analyte	background / μg · mL ⁻¹	added amount / μg	detected amount / μg	recovery / %	average recovery / %	RSD / %
Cl ⁻	0.570	10.00	14.76	96.30	99.94	2.95
	0.500	10.00	14.17	96.70		
	1.461	10.00	23.30	101.51		
	1.456	10.00	22.80	96.96		
	1.451	10.00	23.13	100.71		
	1.453	10.00	23.45	103.73		
	1.508	10.00	23.61	100.38		
	1.462	10.00	23.48	103.22		
SO ₄ ²⁻	1.062	7.50	14.84	98.75	99.08	1.16
	1.126	7.50	15.45	100.91		
	1.523	7.50	18.01	97.99		
	1.531	7.50	18.22	100.04		
	1.671	7.50	19.13	99.11		
	1.671	7.50	19.17	99.64		
	1.624	7.50	18.66	97.23		
	1.778	7.50	19.87	98.99		

3.5 方法的对比

采用 GJB3292A-2010 规定的方法^[7] 验证氧瓶燃烧-离子色谱法测定纳米 TATB 中氯离子含量的可靠

表 4 离子色谱法与其他方法测试结果对比 (n=6)

Table 4 Comparison results of ion chromatography with the results obtained by other method (n=6)

analyte	method	content	average / %	RSD / %
Cl ⁻	ionic chromatogram method ^[9]	0.344, 0.348, 0.340, 0.342, 0.351, 0.355	0.347	1.65
		0.347, 0.368, 0.356, 0.372, 0.368, 0.384	0.364	3.62
SO ₄ ²⁻	ionic chromatogram method	0.288, 0.282, 0.285, 0.277, 0.296, 0.282	0.285	2.28
	gravimetric method	0.239, 0.273, 0.302, 0.284, 0.276, 0.268	0.274	7.58

性: 以溴酚蓝和苯胍碳偶氮苯溶液为指示剂, 用硝酸汞标准溶液进行滴定检测其氯含量, 结果如表 4 所示。由于目前无纳米 TATB 中硫酸根离子含量测试的标准方法, 因此本研究参考其他材料中硫酸根离子含量测试的标准方法(重量法), 通过部分条件的更改验证了氧瓶燃烧-离子色谱法测定纳米 TATB 中硫酸根离子含量的可靠性: 称取一定质量经过前处理后的试样, 于 100 mL 烧杯中, 置于电热板上加热微沸约 5 min, 缓慢加入 0.1 M 的硝酸钡溶液 10 mL, 静置 1 h 后过滤, 将滤纸连同硫酸钡沉淀置入已于 800 °C 恒量的坩埚中, 于电炉上炭化, 炭化完全后置入 800 °C 马弗炉中灼烧至恒量, 通过硫酸钡沉淀的质量计算纳米 TATB 中游离的硫酸根含量, 结果也列于表 4。

从表 4 可见, 按照 GJB3292A 规定的硝酸汞滴定法测出的氯含量为 0.36% (n=6), 重量法获得的硫酸根含量为 0.27%, 而用氧瓶燃烧-离子色谱法检测出氯含量和硫酸根含量分别为 0.35%、0.28% (n=6), 两种方法的检测结果基本保持一致, 但离子色谱法相对标准偏差较小, 表明氧瓶燃烧-离子色谱法用于检测纳米 TATB 中氯含量和硫酸根含量具有可行性。此外, GJB3292A 规定的硝酸汞法靠人手工操作, 滴定终点的判断严重依赖操作经验, 容易造成结果误差大, 且硝酸汞属剧毒物质, 使用后废液难以处理, 容易造成环境污染。

4 结论

(1) 建立了纳米 TATB 等炸药中氯离子, 硫酸根含量分析的氧瓶燃烧-离子色谱法, 其重复性测试 (n=6) 相对标准偏差分别为 1.65%、2.28%, 回收率分别为 96.30% ~ 103.73%, 97.23% ~ 100.91%, 线性相关系数均大于 0.9990, 表明该方法检测结果准确, 精密度好, 可以为高能炸药中微量氯、硫含量提供简便实用的定性及定量分析手段。

(2) 新建立的氧瓶燃烧-离子色谱法操作简单, 通过 ICNet3.0 工作软件进行定量和数据处理, 避免人

为误差,在降低劳动强度、提高检测效率的同时可实现大批量样品的测定,为武器系统的安全性、可靠性和有效性提供保障。

参考文献:

- [1] 林聪妹, 刘佳辉, 刘世俊, 等. F_{2311} 含量对 TATB 基 PBX 蠕变性能的影响[J]. 含能材料, 2014, 22(6): 798-803.
LIN Cong-mei, LIU Jia-hui, LIU Shi-jun, et al. Influence of F_{2311} content on creep performance of TATB-based polymer bonded explosive[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2014, 22(6): 798-803.
- [2] Ying Xiong, Jun Liu, Fachun Zhong, et al. Identification of the free radical produced in the photolysis of 1,3,5-triamino-2,4,6-trinitrobenzene (TATB) [J]. *Journal of Physical Chemistry A*, 2014, 118(34): 6858-6863.
- [3] Lemi Türker, Serhat Varlı. Interaction of an-particle with TATB [J]. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, 2014, 640(8-9): 1727-1731.
- [4] Pagoria P F. Synthesis of high explosive[R].UCID-20622-97,1997.
- [5] 黄靖伦, 张丽媛, 马卿, 等. 无氯 TATB 的合成工艺改进[J]. 含能材料, 2012, 20(5): 551-554.
HUANG Jing-lun, ZHANG Li-yuan, MA Qing, et al. Improvement of synthesis technology of TATB free from chloride[J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2012, 20(5): 551-554.
- [6] 涂小珍, 李伟, 韦兴文, 等. 75 °C 下 TATB 基高聚物粘结炸药爆轰性能[J]. 含能材料, 2013, 21(5): 653-655.
TU Xiao-zhen, LI Wei, WEI Xing-wen, et al. Detonation performance of TATB based PBX at 75 °C [J]. *Chinese Journal of Energetic Materials (Hanneng Cailiao)*, 2013, 21(5): 653-655.
- [7] Kohn E. Determination of Inorganic Chlorides in TATB [R]. MHSMP755KXAB; 1974.
- [8] MacDougall C S. Determination of Chloride in TATB [R]. Progress Report, MHSMP765KXAB; 1975.
- [9] 李金山, 刘晓东, 黄光裕, 等. 三氨基三硝基苯规范. 2010, GJB3292A-2010.
- [10] 刘志全, 吴阳, 罗红艳. TATB 中微量氯的间接测定法[J]. 火炸药, 1996 (4): 19-20.
LIU Zhi-quan, WU Yang, LUO Hong-yan. Indirect measurement of trace mount chlorine in TATB [J]. *Huo Zha Yao*, 1996 (4): 19-20.
- [11] 浦钧鹏, 唐宝霞. 硫酸分解法测定 TATB 中无机氯含量[J]. 火炸药, 1985, (1): 46-47.
PU Jun-peng, TANG Bao-xia. Determination of inorganic chlorine in TATB by decomposition with sulphuric acid [J]. *Huo Zha Yao*, 1985, (1): 46-47.
- [12] 杨丽春. 氯化钙中硫酸根含量的测定方法[J]. 湖南农机, 2007, 09: 157-159.
YANG Li-chun. Content determination of sulfuric acid root in calcium chloride [J]. *Hunan Agricultural Machinery*, 2007, 09: 157-159.
- [13] 冉广芬, 马海州. 硫酸根分析技术及应用现状[J]. 盐湖研究, 2009, 17(4): 58-62.
RAN Guang-fen, MA Hai-zhou. Sulfate analysis methods and its application status [J]. *Journal of Saltlake Research*, 2009, 17(4): 58-62.
- [14] 孙翠香, 张浩原, 黄赛花, 等. 氧瓶燃烧-离子色谱法测定植株中硫和氯[J]. 理化检验-化学分册, 2011, 47(11): 1272-1274.
SUN Cui-xiang, ZHANG Hao-yuan, HUANG Sai-hua, et al. IC determination of chloride and sulfur in plants with sample treatment by oxygen bomb combustion [J]. *PTCA (PART B: CHEM ANAL)*, 2011, 47(11): 1272-1274.
- [15] 杨绍美, 陆建平, 曹家兴, 等. 氧瓶燃烧-离子色谱法测定香烟中硫含量[J]. 理化检验-化学分册, 2013, 49(5): 566-569.
YANG Shao-mei, LU Jian-ping, CAO Jia-xing, et al. IC determination of sulfur in tobacco eith sample treatment by oxygen bomb combustion [J]. *PTCA (PART B: CHEM ANAL)*, 2013, 49(5): 566-569.
- [16] 蒋每雄, 戴厚益. 氧弹燃烧处理试样-离子色谱法测定聚苯硫醚中总氯含量[J]. 理化检验-化学分册, 2011, 47(2): 221-223.
JIANG Mei-xiong, DAI Hou-yi. IC determination of total chlorine in polyphenyl thioether with sample treatment by oxygen bomb combustion [J]. *PTCA (PART B: CHEM ANAL)* 2011, 47(2): 221-223.
- [17] 张凡, 林瑛. 离子色谱法测定氯化石蜡中的总氯量[J]. 广州化学, 2009, 34(1): 42-45.
ZHANG Fan, LIN Ying. Determination of total chlorine in chlorinated paraffin by ionic chromatogram [J]. *Guangzhou Chemistry*, 2009, 34(1): 42-45.
- [18] 牟世芬, 刘克纳. 离子色谱方法及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000: 55-56.

Ionic Chromatogram Method for Quantitative Analysis of Trace Component in Nano-TATB

CHEN Ling^{1,2}, LI Zhe^{1,2}, ZHAO Ying-bin^{1,2}, PANG Xiao-qing^{1,2}, HUANG Bo-yong^{1,2}

(1. Institute of Chemical Materials, CAEP, Mianyang 621999, China; 2. Energetic Materials Measurement and Evaluation Center of CAEP, Mianyang 621999, China)

Abstract: In order to assess the quality of nano-TATB, a simple and rapid method for the determination of Cl^- and SO_4^{2-} in the absorbent liquid by oxygen flask combustion-ionic chromatogram was developed to monitor the trace component of TATB. Na_2CO_3 solution with a concentration of $4.7 \text{ mmol} \cdot \text{mL}^{-1}$ was used as an eluate on an anion separation column of the model Metrosep A Supp 7 and conductivity detection. The method detection limits (MDL) of Cl^- and SO_4^{2-} were $0.0025 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ and $0.0032 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ respectively, under the optimized condition. The linear ranges of Cl^- and SO_4^{2-} were $(500 \sim 3000) \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ and $(100 \sim 2500) \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ respectively, and the correlation coefficients were all greater than 0.9990. The recoveries of the two analytes were 96.30%–103.73% and 97.23%–100.91% with the relative standard deviations (RSD, $n=6$) of 1.65%, 2.28%. The method has the advantage of simple operation, reagent-free and pollution-free, and can meet the quantitative analysis requirements of sulfur and chlorinous in nano-TATB.

Key words: ion chromatography; oxygen flask combustion; nano-TATB; trace component

CLC number: TJ55; O65

Document code: A

DOI: 10.11943/j.issn.1006-9941.2017.02.010