



中华人民共和国文物保护行业标准

WW/T 0079—2017

古代壁画可溶盐测定 离子色谱法

Determination method of soluble salt in ancient
mural – Ion chromatography

2017-07-19 发布

2017-12-01 实施

中华人民共和国国家文物局 发布

中华人民共和国文物保护行业标准
古代壁画可溶盐测定 离子色谱法
Determination method of soluble salt in ancient
mural – Ion chromatography
WW/T 0079—2017

*

中华人民共和国国家文物局主编
文物出版社出版发行
北京市东城区东直门内北小街2号楼
[http: //www. wenwu. com](http://www.wenwu.com)
E-mail: web@wenwu.com

北京鹏润伟业印刷有限公司印刷
新华书店经销

*

开本: 880 毫米×1230 毫米 1/16
印张: 0. 75

2017 年 12 月第 1 版 2017 年 12 月第 1 次印刷
统一书号: 115010 · 1890 定价: 12. 00 元

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 检测内容 1

5 样品采集与处理 1

6 试剂 2

7 仪器、色谱条件及分析步骤 3

8 计算方法 4

9 检测报告 5

附录 A（资料性附录） 古代壁画可溶盐分析（离子色谱法）检测报告 6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会（SAC/TC 289）归口。

本标准起草单位：敦煌研究院。

本标准主要起草人：苏伯民、于宗仁、陈港泉、李燕飞、水碧纹、冯雅琪、崔强、张文元、殷志媛。

古代壁画可溶盐测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了离子色谱法在古代壁画主要可溶盐离子测定或脱盐效果评价中样品采集、处理和测定的方法。

本标准适用于古代壁画地仗中可溶盐种类及含量的离子色谱分析测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 15454—2009 工业循环冷却水中钠、铵、钾、镁和钙离子的测定 离子色谱法

HJ/T 84—2001 水质无机阴离子的测定 离子色谱法

WW/T 0001—2007 古代壁画现状调查规范

WW/T 0031—2008 古代壁画脱盐技术规范

3 术语和定义

GB/T 15454—2009、HJ/T 84—2001、WW/T 0001—2007 和 WW/T 0031—2008 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

纸吸附法 paper adsorption method

一定面积吸附纸浸湿后快速贴敷于壁画表面，停留一段时间后取下，利用纸的吸附作用提取壁画表面可溶盐离子的间接采集样品方法。

注：吸附纸包括薄层色谱纸和脱盐纸等。

4 检测内容

本标准中离子色谱法测定的古代壁画可溶盐离子包括 5 种主要无机阳离子 Na^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、 NH_4^+ 和 5 种主要无机阴离子 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 F^- ，通过对 10 种离子的测定确定可溶盐在壁画中的绝对含量和相对含量。

5 样品采集与处理

5.1 样品采集

壁画中可溶盐样品的采集方式分为两种：

a) 直接采集。可以分为：

- 1) 在壁画破损部位（颜料层脱落区域），采用微钻孔方法直接取样：钻孔直径以 0.5cm 为宜，自表面至内部以 0.5cm 深度间隔采集不同深度地仗样品至支撑体；分析结果用以判断壁画不同深度地仗中可溶盐的种类和绝对含量；
- 2) 对已析出在表面的可溶盐，可直接用软毛刷采集，进行定性分析。

b) 间接采集。在壁画较为完整不宜直接取样的部位，采用纸吸附法间接取样：用镊子夹住 1cm × 1cm 的吸附纸，在二次去离子水中浸泡 5 秒钟，取出后快速完全贴敷于壁画表面，停留 1 分钟后取下，放入密封试管中；用相同方式在同一区域采集 3 个样品，并记录采集样品时的空气温湿度；分析结果用以判断壁画表面可溶盐的种类和相对含量。

5.2 样品量

直接采集的样品量以 0.3g ~ 0.5g 为宜，间接采集样品所用吸附纸尺寸以 1cm × 1cm 为宜。

5.3 样品处理

5.3.1 直接采集样品的处理

烘干（105℃）、研磨并剔除纤维后，称取 0.300g ~ 0.500g 的样品置入离心管中，加入 10mL 二次去离子水，超声震荡 5min 后，在速度不小于 4000r/min、分离时间为 10min 的条件下离心分离，上层清液用 0.22μm 微孔滤膜过滤后测试。

5.3.2 间接采集样品的处理

在存放样品的离心管中直接加入 10ml 二次去离子水，超声震荡 5min 后，取上层清液用 0.22μm 微孔滤膜过滤后测试。

5.4 样品储存

处理后的样品应储存于 0℃ ~ 4℃ 的避光环境，有效保存时间为 24h。

6 试剂

6.1 试剂要求

试剂应为符合国家标准和分析纯试剂。实验用水均为二次去离子水，电导率应小于 0.5μS/cm。

6.2 阳离子淋洗液

取浓度为 99% 甲烷磺酸溶液 1.3ml 定容至 1000ml 容量瓶中（瓶中预先装有少量水），摇匀，置于 0℃ ~ 4℃ 的避光环境，有效保存时间为 6d。此溶液甲烷磺酸浓度为 20mmol/L。

6.3 阳离子混合标准溶液的配制

6.3.1 混合标准溶液的配制方法及要求

分别取浓度为 1000mg/L 不同体积的 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 5 种阳离子溶液，定容至 100ml 容量瓶中，配制成不同浓度的四组阳离子混合标准溶液，分别为阳离子混合标准溶液 I ~ IV。置于 0℃ ~ 4℃ 避光环境，有效保存时间为 24h。四组阳离子混合标准溶液的浓度配比见表 1。

表 1 四组阳离子混合标准溶液浓度配比

阳离子	标准 I (mg/l)	标准 II (mg/l)	标准 III (mg/l)	标准 IV (mg/l)
Na^+	50	25	10	2.5
NH_4^+	20	10	4	1
K^+	20	10	4	1
Mg^{2+}	20	10	4	1
Ca^{2+}	50	25	10	2.5

6.3.2 阳离子混合标准溶液 I

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 阳离子溶液各 5ml、2ml、2ml、2ml、5ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.3.3 阳离子混合标准溶液 II

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 阳离子溶液各 2.5ml、1ml、1ml、1ml、2.5ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.3.4 阳离子混合标准溶液 III

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 阳离子溶液各 1ml、0.4ml、0.4ml、0.4ml、1ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.3.5 阳离子混合标准溶液 IV

分别取浓度为 1000mg/l 的 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Mg^{2+} 和 Ca^{2+} 阳离子溶液各 0.25ml、0.1ml、

0.1ml、0.1ml、0.25ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.4 阴离子淋洗液

分别称取 0.371g 碳酸钠和 0.084g 碳酸氢钠（均已在 105℃ 烘干 2h，干燥器中冷却），溶解于水中，移入 1000ml 容量瓶中定容，摇匀，置于 0℃ ~4℃ 的避光环境，有效保存时间为 6d。此溶液碳酸钠浓度为 3.5mmol/L，碳酸氢钠浓度为 1.0mmol/L。

6.5 阴离子再生液

吸取 1.35ml 浓硫酸溶液于 1000ml 容量瓶中（瓶中装有少量水）定容，摇匀。再生液浓度为 0.05mol/L。

6.6 阴离子混合标准溶液的配制

6.6.1 阴离子混合标准溶液的配制方法及要求

分别取浓度为 1000mg/l 不同体积的 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 5 种阴离子溶液，定容至 100ml 聚乙烯容量瓶中，配制成不同浓度的四组阴离子混合标准溶液，分别为阴离子混合标准溶液 I ~ IV。置于 0℃ ~4℃ 避光环境，有效保存时间为 24h。四组阴离子混合标准溶液的浓度配比见表 2。

表 2 四组阴离子混合标准溶液浓度配比

阴离子	标准 I (mg/l)	标准 II (mg/l)	标准 III (mg/l)	标准 IV (mg/l)
F^-	20	10	4	1
Cl^-	50	25	10	2.5
NO_3^-	20	10	4	1
SO_4^{2-}	50	25	10	2.5
PO_4^{3-}	20	10	4	1

6.6.2 阴离子混合标准溶液 I

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 阴离子溶液各 2ml、5ml、2ml、5ml、2ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.6.3 阴离子混合标准溶液 II

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 阴离子溶液各 1ml、2.5ml、1ml、2.5ml、1ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.6.4 阴离子混合标准溶液 III

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 阴离子溶液各 0.4ml、1ml、0.4ml、1ml、0.4ml 定容至 100ml 容量瓶中。

6.6.5 阴离子混合标准溶液 IV

分别吸取浓度为 1000mg/l 的 F^- 、 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 和 PO_4^{3-} 阴离子溶液各 0.1ml、0.25ml、0.1ml、0.25ml、0.1ml 定容至 100ml 容量瓶中。

7 仪器、色谱条件及分析步骤

7.1 仪器及设备

离子色谱法测定可溶盐包括的仪器和设备有：离子色谱仪（具有电导检测器）、0.22μm 微孔滤膜过滤器、淋洗液和再生液贮存罐、离心机、电导率测定仪、烘箱和玛瑙研钵。

7.2 色谱条件

基线平稳后，阴离子背景电导为 20μS 以内，阳离子背景电导 1μS 以内，淋洗液浓度条件下系统压力 2000 psi 为宜。

7.3 标准曲线绘制

采用4个浓度的混合标准溶液，测定其峰高（或峰面积），以离子浓度为横坐标，以峰高（或峰面积）为纵坐标，用最小二乘法计算校准曲线回归方程，线性相关系数应大于99.90%。

7.4 标准曲线校准

每个工作日或淋洗液、再生液改变时，应采用混合标准溶液对标准曲线进行校准。

7.5 样品测定

对被测样品应预先稀释100倍后测定，根据所得结果选择适当的稀释倍数。

7.6 空白试验

内容包括去离子水和吸附纸的空白试验。

8 计算方法

8.1 直接采集样品计算

8.1.1 直接采集样品中离子含量计算

以质量百分比（%）表示地仗中某离子的含量 Q_{zi} ，按照式（1）计算：

$$Q_{zi} = \frac{C \times V \times N}{G \times 10000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Q_{zi} ——某种离子的质量百分含量（%）；

C ——扣除背景后的某种离子的浓度（mg/L）；

V ——待测液体积（ml）；

N ——稀释倍数；

G ——样品质量（g）。

8.1.2 直接采集样品中可溶盐总量计算

直接取样地仗中可溶盐总量 M_z （%）按照式（2）计算：

$$M_z = \sum_{i=1}^{10} Q_{zi} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

M_z ——所有可溶盐离子含量总和（%）；

Q_{zi} ——某种离子的质量百分含量（%）。

8.2 间接采集样品计算

8.2.1 间接采集样品中离子含量计算

以单位面积的质量（g/cm²）表示壁画表面某种离子的含量 Q_{ji} ，按照式（3）计算：

$$Q_{ji} = \frac{C \times V \times N}{S \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

Q_{ji} ——单位面积某种离子的质量（g/cm²）；

C ——扣除背景后的某离子浓度（mg/L）；

V ——待测液体积（ml）；

N ——稀释倍数；

S ——吸附纸面积（cm²）。

8.2.2 间接采集样品中可溶盐总量计算

间接纸吸附法壁画表面可溶盐总量 M_j （g/cm²）按照式（4）计算：

$$M_j = \sum_{i=1}^{10} Q_{ji} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

M_j ——单位面积所有可溶盐离子的质量总和 (g/cm^2)；

Q_{ji} ——单位面积某种离子的质量 (g/cm^2)；

9 检测报告

检测报告内容参见附录 A。

附录 A
(资料性附录)
古代壁画可溶盐分析（离子色谱法）检测报告

古代壁画可溶盐分析（离子色谱法）检测报告格式见表 A.1。

表 A.1 古代壁画可溶盐分析（离子色谱法）检测报告

测试单位（盖章）：				分析时间：				样品数量：				
分析人（签字）：						审核人（签字）：						
仪器型号及条件：												
备注：												
样品 编号	样品类型 （直接/ 间接）	分析结果（% 或 g/cm ² ）										
		Na ⁺	K ⁺	Mg ²⁺	Ca ²⁺	NH ₄ ⁺	Cl ⁻	NO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	PO ₄ ³⁻	F ⁻	可溶盐 总量

WW/T 0079 — 2017

统一书号：115010 · 1890
定价：12.00 元