

修订《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》国家标准编制说明

（征求意见稿）

一、工作简况

（一）任务来源

1、基本信息

根据国家标准化管理委员会文件“国标委发〔2024〕16号文《国家标准化管理委员会关于下达2024年第一批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》”的要求，全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）于2025年完成《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》对《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）国家标准的修订工作，项目计划编号为：20240512-T-606。本标准由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

主要起草单位为：浙江大洋生物科技集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、宁夏瑞泰科技股份有限公司、河南心连心化肥检测有限公司、多氟多新材料股份有限公司、华融化学股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等。

2、简要情况

① 概述

无机化工产品中氯化物含量是无机化工产品中的一项重要指标项目，其含量直接关系到产品的品质优劣，以及影响下游用户的使用。在无机化工产品中氯化物大都是氯化物（以Cl计）来描述，目前有《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法》（GB/T 3050—2000）、《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）、《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 目视比浊法》（GB/T 23945—2009）。《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）使用有毒有害试剂，越来越不被行业使用，离子色谱法作为先进仪器检测方法，其快捷、准确的特点，被行业广泛应用，促进了无机化工分析方法的进步发展。

② 现状

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）中使用0.1 mol/L或0.05 mol/L的硝酸汞标准滴定溶液，根据《危险货物物品名表》（GB/T 12268—2012）第6章的规定，硝酸汞为6.1项“毒性物质”，依据《危险化学品安全管理条例》规定受公安部门管制，试验后的含汞废液也属于危险废物，极易对人民健康造成伤害，存在生命财产安全、生态环境安全隐患。原标准已发布实施23余年，其中使用毒性物质试剂，操作过程有造成人身伤害的安全风险，试验过程产生的含汞废液虽然在标准中有处理方法，但也有对环境造成危害的安全隐患。为提升标准质量，杜绝试验过程可能出现的安全风险，采用离子色谱法彻底汞量法，以适应新时代无机化工行业对无机化工产品检测的需求，因此对其进行修订十分必要。

③ 目的意义

在《2023年国家标准立项指南》总体要求中“强化国家标准有效供给。统筹发展和安全，加快建设协调统一的强制性国家标准，强化推荐性标准与强制性标准的协调配套，筑牢保障人民健康和生命财产安全、

生态环境安全等安全底线。支持修订、整合现有国家标准，持续提升标准技术水平”，从人民健康和生命财产安全、生态环境安全角度考虑，有毒有害试剂的使用，应严格限制或杜绝使用。

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）已实施多年，其使用有毒且管控试剂，对人身和环境的安全性隐患，制约着无机化工产品中通用方法的进步发展，不符合新时代行业发展的要求。近年来，离子色谱法测定氯化物含量得到普及并广泛使用，解决了汞量法测定无机化工产品中氯化物含量存在的安全隐患问题，其科学、准确且快捷的特点显著表现出来，行业普遍呼吁用离子色谱法替代汞量法测定无机化工产品中氯化物含量。本次修订将“无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法”修改为“无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法”，是行业所需，标准符合国家的健康、安全、环保的要求，先进的仪器检测方法的应用符合行业的进步发展，达到与时俱进的目的，标准修订的意愿十分迫切。

④ 当前国际水平（待编辑）

本次立项的标准计划——《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》，是对《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）的修订。由于《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）已实施多年，且测定方法中使用到 6.1 项“毒性物质”硝酸汞，是受公安部门管制品，试验后的含汞废液也属于危险废物，极易对人民健康造成伤害，存在生命财产安全、生态环境安全隐患，不适用性越来越明显，引入先进科学仪器测定无机化工产品中氯化物含量，符合行业现状，更具有广泛的适用性，方法先进、快捷、易操作，结果准确、科学，综合分析，标准为国内先进水平。

（二）主要工作过程

1、起草阶段（2024 年 1 月至 2024 年 5 月）

① 起草工作组

为保障修标工作的顺利进行，成立以生产、使用、科研、大专院校、检验机构等利益相关方组成的起草工作组，包括：浙江大洋生物科技集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、宁夏瑞泰科技股份有限公司、河南心连心化肥检测有限公司、多氟多新材料股份有限公司、华融化学股份有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等。

② 分工情况

中海油天津化工研究设计院有限公司弓创周、安晓英、丁灵，主要负责标准制修订工作总体协调，及资料收集、编写文献小结、组织召开标准工作会议、试验数据统计与比对、编写标准各阶段标准文稿、编制说明及相关附件及标准报批等工作。

其他单位：主要负责离子色谱法测定不同的无机化工产品中氯化物含量的试验方法验证和数据处理统计、参加工作讨论会和审查会、对标准过程稿件提出修改意见等工作。

③ 调查研究过程

中海油天津化工研究设计院有限公司接到上级部门下达的修订《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》国家标准的计划后，首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用等单位发修标调查函，广泛征求相关利益方对标准修订工作的意见，在此基础上完成并提出文献小结。2024 年

3月26日至3月29日在四川成都召开了《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》对《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）国家标准修订的工作方案会，会上起草工作组及相关单位就标准实施过程中出现的问题进行了深入、细致的讨论，提出了工作方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。

此次修标的重点问题包括：

a) 考虑《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）中使用硝酸汞毒性物质试剂，试验过程产生的含汞废液虽然在标准中有处理方法，但也有对环境造成危害的安全隐患，更改“标准名称”，由“无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法”修改为“无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法”；

b) 更改“范围”；

c) 更改“汞量法”为“离子色谱法”，增加原理、试剂或材料、仪器设备、试验步骤、试验数据处理、精密度。

④ 验证过程

起草工作组成员进行样品处理试验，完善样品处理内容；进行离子色谱法测定无机化工产品中氯化物含量的验证试验，与汞量法的比对试验，并进行数据分析，详见本编制说明第三章。

2、标准征求意见阶段（2024年6月至2024年7月）

① 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，由负责起草单位提出标准草案征求意见稿。于2023年7月向全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了征求意见稿，并在网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

② 意见的反馈与处理

发送征求意见稿的单位数46个，收到征求意见稿后回函单位数43个，收到征求意见稿后回函并有建议或意见的单位数2个，没有回函的单位数3个。对收到的意见全部进行处理，处理意见详见意见汇总处理表。

3、标准预审会阶段（2024年8月）

2024年8月 日至 日，标准起草工作组在 省 市召开了2024年制修订标准预审会，与会代表对征求意见稿和网上征求意见的反馈结果进行了认真细致地讨论，并通过讨论对征求意见稿进一步修改、完善，形成了预审会会议纪要。会后按照会议纪要的要求，对标准征求意见稿进行修改，提出了标准送审稿及编制说明。报送全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会审查。

4、标准审查阶段（2024年10月）

2024年10月 日～ 日，全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员在 市召开2024年标准审查会，各位委员和相关企业代表对《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》国家标准送审稿所有材料进行了认真细致的审查，提出审查会意见，形成审查会纪要。全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员共有委员39人，参加会议委员和委员代表共 人，投票通过委员人数 人，

弃权人数 人，投票结果获得全体委员四分之三以上赞成票，标准通过审查。

5、标准报批阶段（2024 年 12 月）

全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员在全国专业标准化技术委员会工作平台对报批稿及编制说明进行了委员电子投票，投票创建时间为 2024 年 月 日，投票结束时间为 2024 年 月 日，全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员共有委员 39 人， 人同意上报，通过率为 %。于 2024 年 月 日前完成系统填报工作。

二、国家标准编制原则、标准体系和确定国家标准主要内容

（一）国家标准编制原则

- ① 贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规；
- ② 有利于合理开发和利用国家资源，推广科学技术成果；
- ③ 积极采用国际标准和国外先进标准，促进对外经济技术合作与对外贸易的发展；
- ④ 保障安全和人民的身体健康，保护环境；
- ⑤ 充分考虑使用要求，维护消费者的利益；
- ⑥ 技术先进、经济合理、安全可靠、协调配套。

（二）标准体系

无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法在无机化工标准体系中的位置：

体系类目名称：无机化工原料制造业通用方法

体系编号：01-063-01-03-02-026

（三）确定国家标准修订主要内容的论据

1、目前收集到国内相关标准

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法》（GB/T 3050—2000）

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 目视比浊法》（GB/T 23945—2009）

2、本次修标，结合行业内离子色谱法测定无机化工产品中氯化物含量的实际情况，对《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）国家标准进行修订，用离子色谱法替代汞量法，本次修标主要修改内容如下：

①更改了“标准名称”，由“无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法”修改为“无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法”；

②更改了“范围”；

③更改了“汞量法”为“离子色谱法”，增加原理、试剂或材料、仪器设备、试验步骤、试验数据处理、精密度。

3、修订后标准的主要内容

（1）警示

指出文件中使用的部分试剂具有危害性，操作时须小心谨慎！使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

（2）范围

标准范围给出了无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法——离子色谱法的安全提示、一般规定、试剂或材料、仪器设备和及精密度，描述了无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法——离子色谱法的原理、试验步骤及试验数据处理；适用于离子色谱仪测定无机化工产品中氯化物含量。

（3）一般规定

规定本文件所用的试剂和水的要求，试剂均为优级纯试剂，试验用水为 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。试验中所用的杂质标准溶液，在没有注明其它规定时，均按 GB/T 603 的规定或使用有证标准物质制备。

（4）原理

试验溶液进入阴离子交换柱，经淋洗液洗脱，试验溶液中的氯离子在阴离子交换柱上发生离子交换，被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。一定的浓度范围内组分的峰面积与组分浓度成正比，测定氯化物含量。

（5）试剂或材料

氯标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg，移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯（Cl）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配；氩：符合 GB/T 4842—2017 表 1 中规定的高纯氩。

（6）仪器设备

离子色谱仪：配有阴离子色谱柱。

（7）试验步骤

按照无机化工产品中氯化物含量的指标要求，称取适量试样，用合适的方法进行处理，或移取经化学法处理后的适量试验溶液，全部置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。测量峰面积，从标准曲线上查出相应的氯质量浓度。

（8）试验数据处理

给出氯化物含量以氯化物（以 Cl 计）的质量分数 w 计的计算公式如下：

$$w = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m/f} \times 100\%$$

（9）精密度

规定本方法在重复条件下获得的两次平行测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10 %。

附录 A 给出资料性附录——推荐的离子色谱操作条件。

三、主要试验验证数据的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果

（一）对重要步骤过程的分析

不同产品氯化物（以 Cl 计）含量测定，汞量法和离子色谱法试验数据对比表见表 1～表 5。

表 1 工业氢氧化钾

方法 测定次数	汞量法	离子色谱法
1	0.0046%	0.0049%
2	0.0043%	0.0047%
3	0.0045%	0.0045%
4	0.0047%	0.0046%
5	0.0043%	0.0048%
6	0.0046%	0.0043%
7	0.0045%	0.0044%
8	0.0042%	0.0046%
平均值 \bar{x}	0.0045%	0.0046%
标准偏差 S	0.00018%	0.0002%
单边检验F ($S_{\text{大}}^2/S_{\text{小}}^2$)	1.23	
结论	$f_{\text{大}}=8-1=7$, $f_{\text{小}}=8-1=7$, $P=95\%$, 查表 $F_{\text{表}}=3.79$, $F < F_{\text{表}}$, 说明两种方法的数据精密度无显著性差异。	
合并标准偏差 S_T	0.00019%	
统计值 t	1.05	
结论	当置信度 $P=99\%$, $f=n_1+n_2-2=14$ 时, 查表 $t_{0.99,14}=3.02$, $t < t_{0.99,14}$, 故两种方法没有显著性差异。	

表 2 制冷机用溴化锂溶液

方法 测定次数	汞量法	离子色谱法
1	0.032%	0.035%
2	0.036%	0.040%
3	0.033%	0.037%
4	0.034%	0.036%
5	0.035%	0.038%
平均值 \bar{x}	0.034%	0.037%
标准偏差 S	0.0016%	0.0019%
单边检验F ($S_{\text{大}}^2/S_{\text{小}}^2$)	1.46	
结论	$f_{\text{大}}=5-1=4$, $f_{\text{小}}=5-1=4$, $P=95\%$, 查表 $F_{\text{表}}=6.39$, $F < F_{\text{表}}$, 说明两种方法的数据精密度无显著性差异。	
合并标准偏差 S_T	0.0018%	
统计值 t	2.64	
结论	当置信度 $P=99\%$, $f=n_1+n_2-2=8$ 时, 查表 $t_{0.99,8}=3.35$, $t < t_{0.99,8}$, 故两种方法没有显著性差异。	

表 3 离子色谱法测定不同产品的试验数据

方法 测定次数	制冷机用溴化锂溶液	工业氢氧化钾	工业碳酸钴
1	0.036%	0.0049%	0.0072%
2	0.040%	0.0047%	0.0084%
3	0.037%	0.0045%	0.0070%
4	0.038%	0.0046%	0.0078%
5	0.035%	0.0048%	0.0082%
6	0.034%	0.0043%	0.0079%
7	0.039%	0.0044%	0.0080%
8	0.038%	0.0046%	0.0076%

平均值 \bar{x}	0.037%	0.0046%	0.0078%
标准偏差 S	0.002%	0.0002%	0.00048%
相对标准偏差 RSD	5.4 %	4.3%	6.2%

（二）技术经济论证

无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法——离子色谱法，具有操作简单、试剂容易获得、灵敏度高、选择性好、结果准确的优点。适合行业内各级生产、流通、检测、科研等单位使用。

（三）预期达到的经济效果

本次修订的内容主要是为了满足目前无机化工行业分析测试的需求，修订后增强了标准的广泛适用性，解决了原标准汞量法测定无机化工产品中氯化物含量时使用有毒试剂存在的安全隐患，先进分析测试仪器的引入，可以更加科学、准确地规范无机化工产品中氯化物含量测定方法，引导和促进行业进步发展。标准中采用科学先进测定方法，得到科学准确的数据，其发布实施对保障市场正常秩序，促进社会经济发展，为消除贸易技术壁垒，促进国际贸易开展起到积极地推动作用。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

原国家标准《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》（GB/T 3051—2000）在制定时，非等效采用 ISO 5790: 1979《工业用无机化工产品氯化物含量测定的通用方法 汞量法》。行业经过多年地进步发展，其有毒且管控试剂的使用，不仅对人身和环境存在安全性隐患，还制约着无机化工产品中通用方法的进步发展，不符合新时代行业发展的要求。近些年，离子色谱法测定氯化物含量得到普及并广泛使用，解决了汞量法测定无机产品中氯化物含量存在的安全隐患问题，其科学、准确且快捷的特点显著表现出来，行业普遍呼吁用离子色谱法替代汞量法测定无机化工产品中氯化物含量。因此对原标准进行修订时，结合离子色谱法在无机化工产品实际应用情况，没有采用国际标准和国外先进标准。

本次修标，在原国家标准《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》（GB/T 3051—2000）中方法进行彻底修改，将汞量法修改为离子体色谱法，定量测定产品中的氯化物含量，给出了无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法——离子色谱法的安全提示、一般规定、试剂或材料、仪器设备和及精密度，描述了方法的原理、试验步骤及试验数据的处理，明确测定范围为 1.0 μg/g 至无机化工产品中氯化物（以 Cl 计）的最大固溶度。使该标准在无机化工行业具有更加广泛的适用性。修订后的标准，试验方法经典、可操作性强，具有广泛的适用性，测定结果稳定、准确、可靠。

综合分析，本标准达到国内先进水平。

五、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准标准的协调性

与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。征求意见稿在网上公开征求意见，意见的处理情况见《标准征求意见稿意见汇总处理表》。

七、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

GB/T 3051—2000 为推荐性国家标准，本次标准修订后仍为推荐性国家标准。

八、贯彻国家标准的要求和措施建议

本标准反映了目前国内实际生产技术水平，可积极向国内生产单位、用户、质检机构等相关单位推荐使用本标准。

九、废止现行有关标准的建议

本次标准修订完成、标准发布后，建议实施日期“自发布之日 6 个月”，GB/T 3051—2000 即废止。

十、其他应予说明的事项

本标准不涉及专利，无版权风险。

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》国家标准起草工作组

2023.5.22