

修订《无机化工产品 杂质离子的测定
离子色谱法》（GB/T 31197—2014）
国家标准编制说明

（征求意见稿）

《无机化工产品 杂质离子的测定 离子色谱法》国家标准起草小组

2025 年 6 月

修订《无机化工产品 杂质离子的测定 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

根据国家标准化委员会文件“国标委发【2024】32号《国家标准化委员会关于下达2024年第五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，于2024年-2025年完成GB/T 31197—2014《无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法》国家标准的修订工作。上报计划时根据目前离子色谱法应用的实际情况，将标准名称修改为《无机化工产品 杂质离子的测定 离子色谱法》国家标准的修订工作，计划编号：20242309-T-606。

该标准由金川集团镍盐有限公司、河南心连心化肥检测有限公司、内蒙古默锐能源材料有限公司、四川省银河化学股份有限公司、青岛普仁仪器有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、赛默飞世尔科技（中国）有限公司、瑞士万通中国有限公司、北京东西分析仪器有限公司、大柴旦中环联生物科技有限公司、湖北兴发化工集团股份有限公司、湖北三峡实验室、江西核工业兴中科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等单位负责起草，由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）负责技术归口，由化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）执行标准修订计划。

2、修订背景

GB/T 31197—2014《无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法》（以下简称2014年国标）标准已实施多年，对该法在无机化工产品检验领域的推广应用起到了积极地推动作用。近年来离子色谱分析技术取得了长足发展，如分离柱固定相、检测器、样品前处理方法等开发出了很多新技术，并逐步得到应用。2014版国家标准实施近10年，其中一些技术内容已明细落后于发展现状，急需对标准提出修订，更新技术内容，以适应发展需求。本次修订是在对标准实施情况进行充分调研的基础上，在全面了解行业发展情况的前提下，基于离子色谱法发展实际情况，结合未来发展方向对标准主要技术内容进行更新与完善，以达到扩大标准应用面，增强应用效果的目的。修订后对推动我国离子色谱分析技术在无机化工领域的不断开发与应用具有十分重要的作用。

（二）主要起草过程

1、起草阶段（2024.10~2025.6）

1) 组建起草工作组

由中海油天津化工研究设计院有限公司、河南心连心化肥检测有限公司、内蒙古默锐能源材料有限公司、青岛普仁仪器有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、赛默飞世尔科技（中国）有限公

司、瑞士万通中国有限公司、北京东西分析仪器有限公司等单位组成起草标准工作组。

2) 工作组分工情况

天津院主要负责资料收集、编写文献小结、组织召开标准工作方案会、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。其他单位负责参加工作会议讨论、对标准过程稿件提出修改意见、补充标准技术内容和工作进度控制等工作。

3) 开展调查研究

天津院接到上级部门下达的修订计划后，于 2024 年 10 月~2025 年 1 月进行了调研及资料准备工作。首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向标准使用单位发函进行调查，广泛征求对标准修订工作的意见，在此基础上提出了文献小结。2025 年 3 月在天津市召开了修订标准工作方案会，参加会议的有包括天津院在内的 8 家企业，会上各单位第对标准的使用情况进行了介绍。与会代表就此标准的用途、标准结构、主要技术内容及附录中的内容进行了深入、细致地讨论，提出了工作方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细地安排。

4) 试验验证过程

起草工作组成员根据进度安排开展工作，对标准中主要技术内容进行了完善和补充。

2、标准征求意见阶段（2025. 7~2025. 8）

1) 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，由负责起草单位对工作组讨论稿进行了进一步的讨论和修改，于 2025 年 6 月提出标准草案征求意见稿及编制说明，其后向无机化工分技术委员会的委员、生产企业、使用单位及检验机构等单位发送了征求意见稿及编制说明，并在天津院官网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

（一）国家标准编制原则

- 1) GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》；
- 2) 贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规；
- 3) 有利于合理开发和利用国家资源，推广科学技术成果；
- 4) 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；
- 5) 保障安全和人民的身体健康，保护环境；
- 6) 充分考虑使用要求，维护消费者的利益；
- 7) 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 杂质离子的测定 离子色谱法》国家标准在无机化工标准体系中的位置：

体系类目名称：方法标准-无机化工原料制造业通用方法

体系类目编号：01-063-01-03-02

体系编号：01-063-01-03-02-035

（三）修订国家标准主要内容及其确定的依据

1、标准、资料搜集情况

目前国外标准有JIS K 0127: 2013《离子色谱法通则》，国内类似标准有GB/T 34672—2017《化学试剂 离子色谱法》、JY/T 0575—2020《离子色谱分析方法通则测定通则》。

对比以上国内外标准的适用范围，2014年国家标准只针对无机产品中的杂质阴离子，范围比以上国内外其他标准要窄。2014年国标制定时参考了日本标准JIS K 0127: 2001《离子色谱法通则》，目前日本标准现行标准为2013年版，因此本次修订标准确定参考JIS K 0127: 2013《离子色谱法通则》，并主要技术内容同时参考 JY/T 0575—2020和GB/T 34672—2017国内标准。

2、标准结构的修改

对比目前收集到的国内外标准，日本标准的结构与我国标准有较大差别，我国标准是根据 GB/T 20001.4 的规定设置了标准结构和各章节的名称。本次修订标准根据 GB/T 20001.4 最新的规定，对标准章节的名称进行了调整，如将“方法原理”修改为“原理”，将试剂、材料修改为“试剂或材料”等，具体调整的对比情况见表 1。

本次修订对标准内容的顺序进行了调整：

1) 将 2014 年国标中“第 7 章仪器的安装及操作方法”规定的内容拆解为 2 章，其中“操作方法”这部分内容依然保留在第 7 章，章名称修改为“试验步骤”。“仪器的安装”这部分内容，考虑到不是较为重要的技术内容，因此调整至“第 12 章仪器的安装”；

2) 为了平衡标准结构，将 2014 年国标中“定量分析法和定量依据”从标准正文中调整至附录，作为规范性附录；将正文中介绍性的内容“色谱图的记录事项”作为资料性附录。

表 1

章条编号	2014 年国标	本次修订标准
第 1 章	范围	范围
第 2 章	规范性引用文件	规范性引用文件
第 3 章	术语和定义	术语和定义
第 4 章	方法原理	原理
第 5 章	试剂、材料	试剂或材料
第 6 章	仪器	仪器
第 7 章	仪器的安装及操作方法	试验步骤
第 8 章	定性分析	定性分析
第 9 章	定量分析	定量分析
第 10 章	分析结果的表示	分析结果的表示
第 11 章	精密度	分析结果的评价
第 12 章	其他产品标准或方法标准应明确的事项	仪器的安装
第 13 章		其他产品标准或方法标准应明确的事项
附录	附录 A 杂质标准溶液的配制和浓度的测定方法 附录 B 淋洗液常用的脱气方法 附录 C 六通阀进样器的工作原理 附录 D 常用检测器的检测原理及应用范围 附录 E 抑制器的种类和工作原理	附录 A 杂质标准溶液的配制和浓度的测定方法 附录 B 常用淋洗液 附录 C 淋洗液常用的脱气方法 附录 D 进样器工作原理 附录 E 抑制器的种类和工作原理

	附录 F 常用淋洗液 附录 G 常用试样溶液的处理方法 附录 H 离子色谱法测定条件实例	附录 F 常用检测器的检测原理及应用范围 附录 G 无机类样品和试样溶液常用的处理方法及在线技术 附录 H 离子色谱法测定条件实例 附录 I 色谱图的记录事项 附录 J 定量分析法和定量依据
--	--	---

3、范围及规范性引入文件的修改

2014年国标只是包含了阴离子含量的测定，实际上离子色谱也可以实现阳离子的测定，其他3个国内外标准都是包括阳离子的测定内容，本次修订标准最重要的就是将阳离子补充进来，因此范围第2段的内容根据本次修订的结果进行了调整：

1) 2014年国标范围中第2段内容为“本标准适用于使用离子色谱法对无机化工产品中各种杂质阴离子(F⁻、Cl⁻、Br⁻、I⁻、CN⁻、CO₃²⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻、BrO₃⁻、ClO₃⁻、ClO₂⁻、SCN⁻、N₃⁻、AsO₃³⁻)进行定性、定量的测定”；

2) 本次修订范围中第2段修改为“本文件适用于离子色谱法对无机化工产品中杂质阴离子(包括F⁻、Cl⁻、Br⁻、I⁻、CN⁻、CO₃²⁻、NO₂⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻、BrO₃⁻、ClO₄⁻、ClO₃⁻、ClO₂⁻、S²⁻、N₃⁻、SCN⁻、AsO₃³⁻等无机阴离子，以及COOH⁻、CH₃COOH⁻等小分子有机酸)和杂质阳离子(Li⁺、Na⁺、NH₄⁺、K⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Cu²⁺、Zn²⁺、Fe²⁺、Fe³⁺、Si²⁺、Ba²⁺、有机胺等)进行定量检测”。

规范性引用文件根据实际情况增加了“GB/T 34672 化学试剂 离子色谱法测定通则”。

4、术语和定义的修改

1) 2014年国标只规定了“离子色谱法”1条定义，该定义是按2001年日本标准的内容进行描写的。目前2013年日本标准该定义中增加了检测器的种类，本次修订也参考日本标准增加检测器的种类，但为了使定义看起来更加简练，且考虑到检测器种类较多，不可能全部写在定义中，因此以注的形式给出了检测器的种类。修改后的定义为：

离子色谱法 ion chromatography

在以淋洗液为流动相，以离子交换树脂为固定相的离子分离柱内，使试样中的各种离子相互分离，然后经检测器进行测量的一种液相色谱方法。

注：检测器通常为电导检测器等、安培检测器、紫外-可见光检测器等。

2) 日本标准中规定的定义内容较多，这些定义已在现行国家标准 GB/T 34672—2017《化学试剂 离子色谱法》中列出了，因此本次修订标准引用了 GB/T 34672 中规定的术语和定义。引导语由原来的“下列术语和定义适用于本文件”修改为“GB/T 34672 界定的以及下列术语和定义适用于本文件”。

5、原理的修订

2014年国标中原理写得非常详细，目前看有些内容过于累赘且用处不大，因此本次修订对内容进行了删减，修改后的原理更加简洁明了。

本次修订确定的原理为“样品制备成试样溶液，进入离子色谱仪的离子交换色谱柱，经淋洗液洗脱，被测离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离，最终被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。以保留时间定性，以峰面积（或峰高等）定量”。

6、试剂和材料的修订

2014 年国标规定了试剂配制的一般规定、水的要求和 18 种杂质阴离子标准溶液配制方法，由于杂质阴离子标准溶液配制方法所占篇幅较长，因此放到了附录中。

本次修订在 2014 年国标包含内容的基础上又增加了“淋洗液”“抑制再生液”“抑制再生液”“柱后衍生试剂”和“微孔滤膜”。其中“淋洗液”这部分的内容是将 2014 年国标中 6.3 的内容调整过来的，其他都是本次修订中实际增加的内容。实际增加的部分均是参考国内其他相关标准确定了具体内容。

7、仪器的修订

这部分主要修订内容为：

1) 对 2014 版国标中条款里面解释性的描述进行了删除，如 6.2.1.2 中将“溶解于淋洗液中的空气能影响离子色谱系统的操作性能，在泵中产生气泡使系统的压力和流速不稳，增加检测器的噪音、降低相应信号，影响定量结果的准确性，淋洗液在使用前应尽量除去溶解的气体”文字，简化为“用于连续去除溶解在淋洗液中的空气，提供稳定的流量和基线”；

2) 由于本次修订增加了阳离子，因此标准中的表 1 也要将阳离子内容进行补充，本次修订按日本标准的技术内容对离子交换树脂内容进行了补充，补充后的内容见表 2。

表 2

分离方法	固定相官能团	分离杂质离子种类
阳离子交换	-SO ₃ ⁻ -COO ⁻ -PO ₄ ³⁻ (膦酸)	Li ⁺ 、Na ⁺ 、NH ₄ ⁺ 、K ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 、Cu ²⁺ 、Zn ²⁺ 、Fe ²⁺ 、Fe ³⁺ 、Si ⁺ 、Ba ²⁺ 、有机胺等
阴离子交换	-N ⁺ R ₃	F ⁻ 、Cl ⁻ 、NO ₂ ⁻ 、Br ⁻ 、NO ₃ ⁻ 、SO ₄ ²⁻ 、PO ₄ ³⁻ 、I ⁻ 、S ₂ O ₃ ²⁻ 、SCN ⁻ 、CO ₃ ²⁻ 、BrO ₃ ⁻ 、ClO ₄ ⁻ 、ClO ₃ ⁻ 、ClO ₂ ⁻ 、N ₃ ⁻ 、有机弱酸类等
离子排斥	-SO ₃ H	CN ⁻ 、NO ₂ ⁻ 、PO ₄ ³⁻ 、硅酸、有机弱酸类、硅酸、亚砷酸、砷酸、碳酸、醇类、硼酸等
	-COOH	F ⁻ 、Cl ⁻ 、SO ₄ ²⁻ 、I ⁻ 、NO ₂ ⁻ 、PO ₄ ³⁻ 、有机弱酸类、硅酸、碳酸、硫化物、醇类、硼酸等
离子对	ODS ^a 等	I ⁻ 、SCN ⁻ 、H ⁺ 、OH ⁻ 、HCO ₃ ⁻ 、F ⁻ 、Cl ⁻ 、NO ₂ ⁻ 、Br ⁻ 、NO ₃ ⁻ 、SO ₄ ²⁻ 、ClO ₄ ⁻ 、Na ⁺ 、NH ₄ ⁺ 、K ⁺ 、Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 、Ba ²⁺ 、有机弱酸类等
^a 官能团可以是分子量大的脂肪酸、阴阳离子表面活性剂、金属络合物等，如十八烷基甲硅烷基修饰的硅烷基（ODS）。		

8、试验步骤的修订

试验步骤（即 2014 年国标的 7.3）对本标准来说是非常重要的内容，而仪器的安装条件和安全注意事项（即 2014 年国标的 7.1 和 7.2）属于常规的要求，因此将这部分内容移动至标准的后面，即第 12 章。

本次修订根据试验步骤基本流程，补充了 2014 年国标没包括的“工作曲线绘制”和“分析后仪器的检查”2 部分内容。

为了使标准结构更加紧凑合理，将 2014 年国标“色谱图的记录”中“色谱图的处理”内容移至标准的附录（见附录 I），这部分内容因方法的选择不同会产生差异，因此确定为资料性附录。

9、定量分析的修订

定量分析法是使用数据处理系统，从所得到的色谱图上测定出峰面积（或峰高），利用外标法、内标法、标准加入法进行离子含量的测定。

2014 年国标在定量分析中详细地规定了峰高、峰面积的测量方法，以及外标法、内标法、标准加入法的技术内容。因这部分内容较多，占用篇幅交长，为了平衡标准结构，本次修订将定量方法和定量依据的具体内容作为规范性附录移至附录 J。

10、分析结果的评价的修订

2014 版国标的精密度规定了仪器性能定期性检查、测定有效性的确认、空白试验、检测下限的确认几项内容。本次修订参考国内几个标准，扩充了技术内容，再以“精密度”作为章名称已经不合适，因此将“精密度”修改为“分析结果的评价”。

同时为了使内容更加完善，本次修订补充了“准确度”“精密度”“线性”和“方法定量限”4 部分内容，具体内容主要参考国内其他标准及日本标准。

11、附录 A 的修订

附录 A 规定了杂质标准溶液的配制和个别标准溶液浓度的测定方法，本次修订测定范围中增加了阳离子，因此附录 A 中也相应增加了阳离子标准溶液（包括锂、钠、钾、铵、镁、钙、铜、锌、亚铁、铁、锶、钡和混合稀释阳离子标准溶液）的配制方法。

12、附录 B 的修订

本次修订将 2014 年国标附录 F（常用淋洗液）顺序调整至附录 C。将 2014 年国标表 F.1 的内容按阴离子和阳离子分类进行了重新规划和划分，调整后的内容更加简练明了。

同时考虑到目前免试剂离子色谱仪应用越来越广，因此增加了自动淋洗液发生器的相关内容，对不同类型的淋洗液发生器工作原理进行了介绍。

2014 年国标附录 B 自动调整至附录 C。

13、附录 D 的修订

2014 年国标附录 C 顺序自动调整为附录 D，2014 年国标规定的是“六通阀进样器的工作原理”，本次修订为了与正文 6.2.2 题目相匹配，将题目修改为“进样系统工作原理”。

14、附录 E 的修订

2014 年国标附录 D 顺序自动调整为附录 E，2014 年国标规定的只有阴离子测定所用抑制器的种类和工作原理，本次修订根据增加的阳离子的检测要求，分别按阴离子抑制器和阳离子抑制器进行了分类，并将内容进行了补充和完善。阴离子抑制器分为 3 种，即连续再生式电解微膜抑制器、连续再生式化学膜抑制器和柱抑制器；阳离子抑制器分为 2 种，即连续再生式电解微膜抑制器、连续再生式化学膜抑制器。

15、附录 F 的修订

2014 年国标附录 E 顺序自动调整为附录 F，2014 年国标只规定电导检测器、安培检测器和紫外-可见光检测器。本次修订根据离子色谱发展情况补充了质谱仪、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）和荧光检测器，使标准内容更加完整。

16、附录 G 的修订

2014 年国标附录 G 规定了“常用试样溶液的处理方法”，为了增强标准的适用性，本次修订在 2014 年国标的基础上，增加了无机类样品的预处理手段。同时将“固相萃取法消除基体干扰”等归入“试样溶液的前处理”中，并对其内容进行了补充。

常规的离线前处理技术采用稀释、过滤、预沉降等手段对样品进行前处理，目前更先进的方式是采用离子色谱-在线前处理联用技术，利用阀切换技术和配置多种在线前处理小柱，与传统的离线前处理方法相比，具有操作简单、自动化程度高、成本较低和重现性好的优点。基于此本次修订补充了在线样品前处理方法和其他在线技术这部分内容。

17、附录 H 的修订

2014 年国标附录 H 规定了离子色谱法的条件实例，2014 年国标只给出了 2 个产品的实例，本次修订增加了“次磷酸钠中 Cl^- 和 SO_4^{2-} 的测定”“金属钠中 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 的测定”“过氧化氢中 Cl^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 的测定”“氢氧化钾中 Cl^- 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 的测定”“无机化工产品中六价铬 (Cr^{6+}) 的测定”。

18、附录 I 和附录 J 的修订

本次修订新增了附录 I（资料性），内容为 2014 年国标中 7.3.7 规定的内容。

本次修订新增了附录 J（规范性），内容为 2014 年国标中 9.1.2 至 9.2.2 规定的内容。

三、试验验证的分析、技术经济论证、预期的社会效益

（一）对重要性能指标的试验验证及分析

1、氢氟酸中 Cl^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 含量的测定

使用离子色谱法测定高纯氢氟酸中 Cl^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 含量获得了良好的效果，相关试验数据列于表 3 和表 4。

表3

阴离子	样品 编号	测试结果 (mg /kg)	平均值 (mg /kg)	标准 偏差	RSD/%
Cl^-	1	0.00413、0.00411、0.00418、0.00393、0.00394、 0.00407、0.00429、0.00416	0.0041	0.00012	2.93
	2	0.00018、0.00042、0.00032、0.00042、0.00045、 0.00032、0.00044、0.00044、0.00032、0.00045、0.00055	0.00039	0.000099	25.31
	3	0.0016、0.0013、0.0014、0.0014、0.0015、0.0016、 0.0014、0.0013、0.0015、0.0014、0.0012	0.0014	0.00013	8.82
	4	0.0016、0.0013、0.0014、0.0013、0.0015、0.0016、 0.0014、0.0015、0.0015、0.0014、0.0016	0.0015	0.00011	7.65
SO_4^{2-}	1	0.00422、0.00412、0.00417、0.00426、0.00441、 0.00432、0.00441、0.00426	0.00427	0.0001	2.34
	2	0.0026、0.0024、0.0025、0.0024、0.0023、0.0025、 0.0022、0.0024、0.0025、0.0022、0.0024	0.0024	0.00013	5.27
	3	0.0096、0.0089、0.0088、0.0090、0.0092、0.0093、 0.0087、0.0095、0.0091、0.0090、0.0095	0.0091	0.00030	3.29
	4	0.0065、0.0063、0.0064、0.0065、0.0063、0.0062、 0.0063、0.0064、0.0064、0.0065、0.0052	0.0063	0.00037	5.88

表3（续）

阴离子	样品 编号	测试结果（mg/kg）	平均值 （mg/kg）	标准 偏差	RSD/%
NO ₃ ⁻	1	0.00408、0.00391、0.0042、0.00433、0.0044、0.00415、 0.00427、0.00442	0.00422	0.00017	4.03
	2	0.00042、0.00062、0.00055、0.00042、0.00053、 0.00040、0.00052、0.00062、0.00054、0.00043、0.00047	0.00050	0.000079	15.79
NO ₃ ⁻	3	0.0015、0.0013、0.0014、0.0015、0.0015、0.0015、 0.0012、0.0013、0.0014、0.0014、0.0016	0.0014	0.00012	8.23
	4	0.0026、0.0025、0.0024、0.0023、0.0025、0.0018、 0.0025、0.0024、0.0024、0.0022、0.0023	0.0023	0.00022	9.18
PO ₄ ³⁻	1	0.00218、0.00203、0.00208、0.00211、0.00211、 0.00213、0.00219、0.00219	0.00213	0.00006	2.82
	2	0.00044、0.00032、0.00052、0.00042、0.00034、 0.00052、0.00064、0.00045、0.00025、0.00042、0.00044	0.00043	0.00010	24.63
	3	0.0014、0.0013、0.0012、0.0015、0.0014、0.0013、 0.0012、0.0015、0.0014、0.0014、0.0013	0.0014	0.00010	7.65
	4	0.0023、0.0022、0.0021、0.0026、0.0028、0.0024、 0.0025、0.0027、0.0025、0.0024、0.0027	0.0025	0.00022	8.88

表4

阴离子种 类	加标量 （μg/kg）	实测结果 （μg/kg）	回收率/%	加标量 （μg/kg）	实测结果 （μg/kg）	回收率/%
Cl ⁻	2	2.27	114	4	3.95	98.75
	2	1.70	85	4	3.86	96.5
	2	1.88	94	4	4.00	100
SO ₄ ²⁻	2	2.54	127	4	3.82	95.5
	2	2.01	100	4	3.84	96
	2	2.33	117	4	3.93	98.2
NO ₃ ⁻	2	2.31	116	4	3.76	94
	2	2.64	132	4	3.92	98
	2	1.77	88.5	4	3.92	98
PO ₄ ³⁻	2	2.09	104	4	3.86	96.5
	2	2.02	101	4	4.22	106
	2	2.43	122	4	3.61	90.2

从多平行试验数据可以看出方法精密度高，加标回收率在90.2%~100%，可以满足氢氟酸中Cl⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻含量分析要求。

2、次磷酸钠中 Cl⁻、SO₄²⁻ 和 HPO₃²⁻ 的测定

使用离子色谱法测定次磷酸钠中 Cl^- 、 SO_4^{2-} 和 HPO_3^{2-} 含量获得了良好的效果，相关试验数据列于表 5 和表 6。

表5

阴离子种类	测试结果	平均值 w/%	标准 偏差	RSD/%
SO_4^{2-}	0.0086、0.0087、0.0087、0.0087、0.0087、0.0086、0.0086	0.0087	5.3×10^{-5}	0.61
Cl^-	0.0019、0.0019、0.0020、0.0020、0.0020、0.0019、0.0019	0.0019	5.3×10^{-5}	2.8
HPO_3^{2-}	0.14、0.14、0.14、0.14、0.14、0.14、0.14	0.14	0	0

表6

阴离子种类	本底量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	实测结果1 (mg/L)	回收率/%	实测结果2 (mg/L)	回收率/%
SO_4^{2-}	1.058	0.5	1.555	99.4	1.557	99.8
		1.0	2.110	105.2	2.109	105.1
		2.0	2.953	94.7	2.951	94.6
Cl^-	1.328	0.5	1.863	107.0	1.874	109.1
		1.0	2.400	108.4	2.408	109.3
		2.0	3.314	99.9	3.328	100.6
HPO_3^{2-}	10.707	5	15.912	104.1	15.831	102.5
		10	19.996	92.9	20.767	100.6
		20	30.179	97.4	29.460	93.8

从多平行试验数据可以看出方法精密度高，加标回收率在92.9%~109.3%，可以满足次磷酸钠中 Cl^- 、 SO_4^{2-} 和 HPO_3^{2-} 含量分析要求。

3、金属钠中 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{2-} 的测定

使用离子色谱法测定金属钠中 F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{2-} 含量获得了良好的效果，相关试验数据列于表 7 和表 8。

表 7

阴离子种类	平行测试结果 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 (单位)	标准 偏差	RSD/%
F^-	5.810、5.792、5.814、5.810、5.811、5.812、5.810	5.81	0.00739	0.13
Cl^-	25.635、25.632、25.632、25.631、25.630、25.634、25.631	25.632	0.00178	0.0069
Br^-	0.930、0.930、0.931、0.930、0.930、0.931、0.930	0.930	0.000535	0.0575
NO_3^-	55.051、55.051、55.052、55.050、55.051、55.050、55.051	55.051	0.000690	0.00125
SO_4^{2-}	57.897、57.897、57.898、57.898、57.897、57.898、57.897	57.897	0.000535	0.000924
PO_4^{2-}	38.297、38.297、38.296、38.296、38.296、38.296、38.287	38.296	0.000534	0.00138

表 8

阴离子 种类	本底量 (ug/l)	加标量 (ug/l)	实测结果1 (ug/l)	回收率/%	实测结果2 (ug/l)	回收率/%
F ⁻	50	5.0	55.012	100.24	54.998	99.96
		10.0	60.009	100.09	60.011	100.11
		20.0	70.020	100.1	69.951	99.755
Cl ⁻	50	5.0	54.892	97.84	54.906	98.12
		10.0	59.822	98.22	59.906	99.06
		20.0	70.008	100.04	69.988	99.40
Br ⁻	50	5.0	55.011	100.22	55.017	100.34
		10.0	59.978	99.78	59.984	99.84
		20.0	69.998	99.99	69.986	99.93
NO ₃ ⁻	50	5.0	55.008	100.16	54.999	99.98
		10.0	60.111	101.11	60.098	100.98
		20.0	69.687	98.44	69.701	98.50
SO ₄ ²⁻	50	5.0	55.021	100.42	55.004	100.08
		10.0	60.020	100.2	60.10	101
		20.0	70.059	100.29	70.040	100.2
PO ₄ ²⁻	50	5.0	55.008	100.16	55.002	100.04
		10.0	59.903	99.03	59.910	99.10
		20.0	69.598	97.99	69.684	98.42

从多平行试验数据可以看出方法精密度高，加标回收率在 97.84%~101.11%，可以满足金属钠中 F⁻、Cl⁻、Br⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻、PO₄²⁻含量分析要求。

4、过氧化氢中 Cl⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻和 SO₄²⁻的测定

使用离子色谱法测定过氧化氢中 Cl⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻和 SO₄²⁻含量获得了良好的效果，相关试验数据列于表 9 和表 10。

表9

阴离子 种类	样品编号	测试结果 (μg/L)	平均值 (μg/L)	标准 偏差	RSD/%
Cl ⁻	1	2.611、2.672、2.656	2.646	0.032	1.2%
	2	0.089、0.091、0.088	0.089	0.0015	1.7
NO ₃ ⁻	1	1.307、1.317、1.120	1.248	0.111	8.9%
	2	0.054、0.058、0.054	0.055	0.0023	4.2
PO ₄ ²⁻	1	7.274、7.181、7.130	7.195	0.073	1.0
SO ₄ ²⁻	1	1.593、1.324、1.438	1.452	0.155	9.3%
	2	0.041、0.041、0.044	0.042	0.0017	4.1%

表10

阴离子种类	本底量 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	实测结果1 ($\mu\text{g/L}$)	回收率/%	实测结果2 ($\mu\text{g/L}$)	回收率/%
Cl^-	2.646	2	4.566	96.00	4.603	97.85
		4	6.107	86.53	6.117	86.78
NO_3^-	0.055	0.098	0.169	116.3	—	—
	31.6	50	83.3	103.4	—	—
PO_4^{2-}	0	2	1.985	99.25	1.965	98.25
		4	4.061	101.53	4.084	102.10
SO_4^{2-}	1.452	2	3.384	96.60	3.372	96.00
		4	5.003	88.78	4.972	88.00

因所选样品为高纯过氧化氢，其阴离子杂质含量较低，因此多平行试验数据显示的相对标准偏差有些较高（如8.9%和9.3%），但针对如此低的含量已经可以满足实际检验要求。各阴离子加标回收率在86.53%~116.3%之间，可以满足过氧化氢中 Cl^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 和 SO_4^{2-} 含量分析要求。

5、氢氧化钠中 Cl^- 和 SO_4^{2-} 的测定

使用离子色谱法测定氢氧化钠中 Cl^- 和 SO_4^{2-} 含量获得了良好的效果，相关试验数据列于表11和表12。

表11

阴离子种类	样品编号	测试结果 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	标准偏差	RSD/%
Cl^-	1	0.042、0.043、0.042、0.042、0.042、0.042、0.042	0.042	0.069	056
	2	0.036、0.036、0.035、0.035、0.036、0.033、0.057	0.033	0.057	3.57
	3	0.056、0.055、0.056、0.055、0.056、0.056、0.092	0.056	0.092	1.24
SO_4^{2-}	1	0.058、0.058、0.058、0.058、0.059	0.058	0.086	0.63
	2	0.573、0.577、0.572、0.572、0.574	0.573	0.849	2.74
	3	0.113、0.1123、0.114、0.115、0.115	0.114	0.167	1.26

表12

阴离子种类	本底量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	实测结果 (mg/kg)	平均回收率 /%
Cl^-	0.48	0.25	0.69、0.69、0.71、0.70、0.70	88
		0.5	0.89、0.88、0.89、0.89、0.88	82
		1.0	1.58、1.57、1.57、1.56、1.57	109
SO_4^{2-}	7.79	3.5	11.17、11.12、11.15、11.17、11.14	96
		7.0	14.62、14.60、14.60、14.60、14.61	97.5
		14	21.54、21.47、21.48、21.46、21.51	97.9

氯化物加标回收率在82%~109%之间，硫酸盐加标回收率在96%~97.9%之间，可以满足氢氧化钠中 Cl^- 、 SO_4^{2-} 含量分析要求。

(二) 技术经济论证

使用离子色谱法测定无机化工产品中阴离子和阳离子已经是非常成熟的现代分析手段，特别是对阴离子含量的测定，因方法具有操作简单、试剂容易获得、灵敏度高、选择性好、结果准确的优点，已经在生产、科研、检测机构等单位广泛使用。方法也在无机化工产品国家标准或行业标准中被使用，且使用面越来越广。该方法的应用提高了分析检测手段，可节省大量人力和分析时间。

(三) 预期达到的经济效果

离子色谱是高效液相色谱的一种，其对离子型化合物的测定是经典分析化学的主要内容。无机化工产品中阴离子的分析长期以来缺乏快速灵敏的方法，一直沿用经典的容量法、重量法和光度法等。这些方法操作步骤繁琐，耗时长，且干扰较为复杂。而离子色谱法克服了以上缺点，具有快速、灵敏度高、选择性好、可同时测定多组分的优点。

本次修订主要改变是增加了阳离子测定内容，同时对 2014 年国标中部分技术内容进行了完善和补充，使该方法的应用得到了有效的技术支持，对推广该方法的广泛使用起到了重要的技术支持。该方法的推广对保障了无机化工产品中阳离子和阴离子含量测定结果的科学性、准确性，保障行业正常生产秩序，促进社会经济发展，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、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

本标准适合无机化工产品中杂质离子的检验，为离子色谱操作人员提供了可靠的理论依据。

本标准参考日本标准 JIS K 0127: 2013《离子色谱法通则》，对离子色谱法的使用范围、方法原理、试剂、材料、仪器、试验步骤、定性分析、定量分析、分析结果的表示和分析结果的评价等内容都进行了细致地描述。本次修订完善了测定离子的种类，补充了阳离子检测的相关内容，与日本标准内容更加接近（技术内容对比情况见附表 1）。本标准还根据目前离子色谱发展的情况对部分技术内容进行了适当的补充和调整（如在线技术的使用）。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

未收集到国际标准。

本标准不涉及采标，我国标准根据 GB/T 1.1、GB/T 20001.4 的要求进行了标准结构设计，因此与国外标准（JIS K 0127: 2013）在标准结构上有一定的差别，技术内容结合我国实际情况进行了删减与补充，使其更加适合在国内使用。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

与有关法律、行政法规和强制性国家标准没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准未涉及专利。

九、实施国家标准的要求等措施建议

本标准反映了目前离子色谱法国内实际分析技术水平，可积极向国内无机化工产品生产单位、用户和检测机构等推荐使用本标准。建议尽快发布本标准，建议发布后实施过渡期为 6 个月。

十、公平竞争审查说明

标准制定过程没有限制或者变相限制市场准入和退出、没有限制或者变相限制商品要素自由流动，没有影响经营者生产经营成本、没有影响经营者生产经营行为。

十一、其他应予说明的事项

暂无。

《无机化工产品 杂质离子的测定 离子色谱法》

国家标准起草小组

2025 年 6 月

附表 1:

国内外标准内容对比表

项目	JIS K 0127: 2013	GB/T 31197-2014	本次修订标准
范围	多种阴离子、阳离子、有机酸和其他化合物	无机杂质阴离子	无机类杂质离子, 包括阴离子和阳离子
包含离子	无机阴离子: F^- 、 Cl^- 、 NO_2^- 、 Br^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 I^- 、 SCN^- 、 CO_3^{2-} 、 BrO_3^- 、 ClO_4^- 等; 阳离子: Li^+ 、 Na^+ 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} 、过渡金属离子等; 有机酸: 甲酸、乙酸、柠檬酸、安息香酸等; 其他化合物: 硫化物、氰化物、低分子化合物等	F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 CN^- 、 CO_3^{2-} 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 、 BrO_3^- 、 ClO_4^- 、 ClO_3^- 、 ClO_2^- 、 SCN^- 、 N_3^- 、 AsO_3^{3-} 、 CrO_4^{2-}	杂质阴离子: F^- 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 CN^- 、 CO_3^{2-} 、 NO_2^- 、 NO_3^- 、 PO_4^{3-} 、 SO_4^{2-} 、 BrO_3^- 、 ClO_4^- 、 ClO_3^- 、 ClO_2^- 、 S^{2-} 、 N_3^- 、 SCN^- 、 AsO_3^{3-} 等无机阴离子, 以及 $COOH^-$ 、 CH_3COOH 等小分子有机酸 杂质阳离子: Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Si^{2+} 、 Ba^{2+} 、有机胺等
定义	离子色谱法、抑制器法、非抑制器法、保留时间、分离度、洗脱液、电导检测器、柱效、检出限、定量限、校准曲线、内标法、标准加入法、基线噪声、柱温箱、在线脱气装置、抑制器再生、系统适应性试验、空白试验、交叉污染	离子色谱法	GB/T 34672 界定的术语和离子色谱法
方法原理	分离机制: 离子交换、离子排斥、反相离子对等分离机制; 固定相(离子交换剂)与流动相(洗脱液)的相互作用差异; 电导检测器: 通过抑制器降低背景电导, 提高信噪比, 及其他检测器: 紫外-可见吸收、电化学、荧光、质谱、ICP 等	样品制备成试样溶液后, 进入以离子交换树脂为固定相的离子交换色谱柱, 用适当的淋洗液洗脱, 离子交换树脂上的活性交换基团与试液中的离子及流动相中的淋洗液离子发生离子交换作用。随着淋洗液的流动, 试液中的阴离子与树脂上的交换基团不断地发生交换-洗脱-再交换-再洗脱, 被测阴离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离, 最终被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。在一定的色谱条件下各组分峰的流出时间(即保留时间)固定, 以此作为组分离子的定性依据。在一定的浓度范围内组分的峰面积(或峰高)正比于组分的浓度, 记录仪(如积分仪)收集此信号给出组分的定量结果。	样品制备成试样溶液, 进入离子色谱仪的离子交换色谱柱, 经淋洗液洗脱, 被测离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离, 最终被淋洗液带到检测器中形成高斯分布型色谱峰。以保留时间定性, 以峰面积(或峰高等)定量。
试剂和材料	洗脱液、校准溶液、水, 碳酸盐缓冲液、氢氧化钾、邻苯二甲酸、对羟基苯甲酸、硝酸、硫酸、甲磺酸、氟离子、氯离子、溴离子、硝酸根、钠、钾、铵、钙、混合稀释标准溶液	一般规定、水、杂质标准溶液(见附录 A)	一般规定、水、杂质标准溶液(见附录 A)、淋洗液、抑制再生液、柱后衍生试剂、微孔滤膜

项目	JIS K 0127: 2013	GB/T 31197-2014	本次修订标准
仪器的组成	洗脱液容器、泵系统、进样器、色谱柱、检测器、数据处理系统	包括输液系统、进样系统、分离系统、抑制或衍生系统、检测系统、数据处理及控制系统、废液收集槽	包括输液系统、进样系统、分离系统、抑制或衍生系统、检测系统、数据处理及控制系统、废液收集槽
仪器装配和操作方法	仪器安装条件和安全注意事项	仪器安装条件和安全注意事项	仪器安装条件和安全注意事项
样品处理	包括前处理方法和保存条件	附录 G 常用试样溶液的处理方法	附录 G 无机类样品和试样溶液常用的处理方法
分析步骤	校准曲线绘制、样品测定	包括测定用试样溶液的制备及处理、分析条件的设定、系统运转基线稳定度与噪音水平的确认、标准溶液的导入、测定用试样溶液的导入、色谱图的记录、色谱图的处理	包括测定用试样溶液的制备及处理、分析条件的设定、系统运转基线稳定度与噪音水平的确认、标准溶液的导入、工作曲线的绘制、测定用试样溶液的导入、色谱图的记录、分析后仪器的检查
定性分析	有	有	有
定量分析	外标法、标准加入法	包括测量、峰面积、峰高、外标法、内标法、标准加入法	包括定量方法（外标法、内标法、标准加入法）和定量依据（峰面积、峰高），主要内容在附录 J 中进行规定
分析结果的表示	浓度 ≤ 1 mg/L: 保留 3 位有效数字, 浓度 > 1 mg/L: 保留 3 位小数 报告内容应包括样品信息、仪器型号、色谱条件、校准曲线、RSD 值	结果一般以质量浓度（mg/mL、mg/L、 μ g/L、mol/L 等）或质量分数（mg/kg、 μ g/kg 等）表示	结果一般以质量浓度（mg/mL、mg/L、 μ g/L 等）、摩尔浓度（mol/L）或质量分数（mg/kg、 μ g/kg 等）表示
仪器性能	基线稳定性、流量精度、柱温控制、分离度、检出限与定量限、保留时间重现性	精密度: 基线稳定度、噪音水平稳定度、分离度、测定有效性、空白试验、检测下限	仪器性能定性检查（基线稳定度、噪音水平稳定度、分离度、仪器性能）、测定有效性、空白试验、准确度、精密度、线性、方法检出限、方法定量限
数据控制（精密度控制）	重复性: 同一样品 6 次测定 RSD $\leq 5\%$; 期间核查: 每日用标准溶液验证仪器性能（保留时间、峰面积偏差 $\leq 5\%$ ） 空白试验: 每批次样品至少 1 个空白, 空白值 \leq MDL		
安全注意事项	包括化学品处理和仪器安全	仪器安装条件和安全注意事项	仪器安装条件和安全注意事项

附表 2:

其他国内标准内容对比表

项目	JY/T 0575-2020	GB/T 34672-2017
范围	多种阴离子、阳离子、有机酸、有机胺、糖类、氨基酸等	化学试剂中无机离子、有机酸、相对分子质量低的胺、有机化合物中卤素及硫杂质
包含离子	<p>常见阴离子：F^-、Cl^-、NO_2^-、NO_3^-、Br^-、SO_4^{2-}、PO_4^{3-}、CrO_4^{2-}、ClO_4^-、ClO_3^-、BrO_3^-、ClO_2^-、CN^-、SO_3^{2-}、$S_2O_3^{2-}$、SCN^-、I^-、S^{2-}；</p> <p>常见阳离子：Li^+、Na^+、K^+、NH_4^+、Mg^{2+}、Ca^{2+}、Cu^{2+}、Cd^{2+}、Co^{2+}、Zn^{2+}、Ni^{2+}；</p> <p>常见有机酸：甲酸、乙酸、丙酸、乳酸、酒石酸、柠檬酸、草酸等；</p> <p>常见糖类：果糖、乳糖、麦芽糖、半乳糖、蔗糖、葡萄糖</p>	<p>阴离子：F^-、Cl^-、NO_2^-、Br^-、NO_3^-、SO_4^{2-}、PO_4^{3-}、I^-、$S_2O_3^{2-}$、SCN^-、CO_3^{2-}、BrO_3^-、ClO_4^-、ClO_3^-、ClO_2^-等；</p> <p>阳离子：Li^+、Na^+、K^+、NH^+、Rb^+、Cs^+、Ca^{2+}、Mg^{2+}、Sr^{2+}、Ba^{2+}等；</p>
定义	电导、电阻率、抑制电导检测、检测器、色谱图、分离度、柱后衍生反应、准确度	离子色谱仪、洗脱（淋洗）剂、梯度洗脱法、前置柱、分离柱、洗出液、抑制装置、抑制法、非抑制法、再生剂、电导检测器、固定相、流动相
方法原理	离子色谱法：根据离子性化合物与固定相表面离子性功能基团之间的电荷相互作用来进行离子性化合物分离和分析的色谱法。按照分离机理分为离子交换、离子排斥、离子对和金属配合物离子色谱法。离子交换色谱法基于流动相中溶质离子(样品离子)和固定相表面离子交换基团之间的离子交换过程。	通过洗脱剂将溶于流动相中的样品导入色谱柱中,利用各种离子性化合物与固定相表面离子性功能基团之间的电荷相互作用(离子交换)的差异来分离,并用检测器测定离子种类成分
试剂和材料	含超纯水、淋洗液、抑制再生液、柱后衍生试剂、标准溶液、滤膜、前处理柱、淋洗液瓶、惰性气体	标准溶液应使用标准物质或按 GB/T 602 规定制备，实验室用水符合 GB/T 33087
工作曲线溶液	包括各种离子标准溶液	无
仪器的组成	离子色谱仪主要由输液系统、进样系统(进样阀,自动进样器)、分离系统(色谱柱、柱温箱),检测系统(抑制器、检测器)和数据处理系统(色谱数据工作站)等组成	离子色谱仪由洗脱剂储液器、输液系统、样品导入系统、色谱柱系统、检测系统、数据处理系统(数据处理机和记录仪)和废液收集器组成。还可配置梯度洗脱、脱气等辅助装置。
仪器装配和操作方法	测试前期准备工作、工作条件选择原则、测试时仪器操作步骤、分析方法以及仪器检查方法	无
样品处理	分析前要根据检测项目要求和待测样品性质,将样品制备或处理成适合离子色谱分析的溶液状态并除去各种干扰检测或可能破坏分析系统的物质。常见样品预处理方法见附录 C	在第七章-样品的制备及预处理

项目	JY/T 0575-2020	GB/T 34672-2017
分析步骤	包括仪器操作,具体实验步骤,定性分析和定量分析方法,标准溶液的制备和分析结果处理等	包括分析条件的选择,进样方法,定量分析和定性分析方法
定性分析	在相同色谱条件下分析标准品(或参考样品)和待测样品,得到色谱图,将标准样品(或参考样品)的保留时间与样品中未知组分的保留时间比较,进行定性分析。	在相同条件下将测定得到的标准溶液和样品溶液中的未知物色谱图保留时间进行比较。
定量分析	在相同色谱条件下进行分析得到标准品(或参考样品)和待测物的峰面积或峰高,根据具体实验需要采用合适的标准曲线法(外标法),内标法或标准加入法进行定量分析。无论采用何种方法,每次分析均应绘制相应的校准曲线。	包括峰面积测量、峰高测量、半峰宽测量、重叠峰面积分割方法;定量方法包括工作曲线法、内标法、标准加入法
结果的表示	同一样品平行多次测定,取置信度 95%,采用格拉布斯(Grubbs)法对数据进行分析及取舍(附录 D),修约规则引用了 GB/T 8170	测定对象的离子名称及浓度,浓度测定值用 mg/ml、mg/L、μg/L、mol/L,等单位表示。
仪器性能	整机稳定性、整机性能、	有,在“定期设备性能检查”一部分中,包括基线稳定性,噪声稳定性,分离度
数据控制(精密度控制)	使用相对标准偏差 RSD 进行控制,同时用精密度和正确度描述测量方法,引用了 JJF 1059.1 的评定方法和原则评定不确定度,有方法检出限。	分析方法验证、数据质量控制,包含因子 k=2 的扩展不确定度
安全注意事项	有,设置了独立章节	有,设置了独立章节“环境要求和安全事项”