



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3051—XXXX

代替 GB/T 3051—2000

## 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法

Inorganic chemical products for industrial use—General method for determination of chloride content—Ion chromatography method

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件代替GB/T 3051—2000《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法》，与GB/T 3051—2000相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了“标准名称”；
- b) 更改了“范围”内容（见第1章，2000年版第1章）；
- c) 更改了“方法提要”为“原理”，并更改了内容（见第4章，2000年版第3章）；
- d) 更改了“试剂和材料”为“试剂或材料”，并更改了内容（见第5章，2000年版第4章）；
- e) 更改了“仪器、设备”为“仪器设备”，并更改了内容（见第6章，2000年版第5章）；
- f) 更改“分析步骤”为“试验步骤”，并更改了内容（见第7章，2000年版第6章）；
- g) 更改了“分析结果的表述”为“试验数据处理”，并更改了内容（见第8章，2000年版第7章）；
- h) 增加了“精密度”“回收率”（见第9章、第10章）；
- j) 删除了“附录”（2000年版附录A～附录D）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人：

本文件于1982年首次发布，1989年确认，2000年第二次修订，本次为第三次修订。

# 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法

**警示**——本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。

## 1 范围

本文件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。

本文件适用于离子色谱仪测定无机化工产品中氯化物含量。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 31197 无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法

## 3 术语和定义

GB/T 31197界定的术语和定义适用于本文件。

## 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。一定的浓度范围内氯化物(以Cl计)的峰面积/峰高与组分浓度成正比,测定氯化物含量。

## 5 试剂或材料

5.1 所用试剂：优级纯。

5.2 氯标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.01 mg，移取 10.00 mL 按 GB/T 602 配制的氯化物（Cl）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。或使用有证标准物质制备。该溶液现用现配。

5.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

## 6 仪器设备

6.1 离子色谱仪：配有阴离子色谱柱。

6.2 电导检测器。

## 7 试验步骤

### 7.1 离子色谱操作条件

推荐的操作条件如下：

- （1）离子色谱柱：大容量阴离子交换分析柱；
- （2）淋洗液：碳酸盐体系/氢氧根体系/四硼酸钠体系；
- （3）淋洗液流速：依据色谱条件确定；
- （4）柱温：35℃；
- （5）抑制器电流：根据分析时的条件确定；
- （6）进样体积：25 μL。

### 7.2 试验溶液的处理

7.2.1 按照无机化工产品标准中氯化物指标要求，称取适量试样，用合适的方法进行处理，或移取经化学处理后的适量试液，制得试验溶液。

7.2.2 基体干扰为金属离子、 $\text{HCO}_3^-$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$ 和  $\text{OH}^-$ 可用 H 离子交换柱消除干扰。

7.2.3 使用孔径 0.45 μm 及以下的滤膜过滤出去固体成分。

### 7.3 试验

#### 7.3.1 标准曲线法

在6个相同体积的容量瓶中，除第1个容量瓶外，其他5个容量瓶分别准确加入不同量的氯化物标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀，配置成不同浓度的标准系列溶液（均应在同一基体中配制）。将离子色谱仪调至最佳色谱条件，依次定量注入，记录色谱图并测量峰面积/峰高。以氯化物质量浓度（μg/mL）为横坐标，对应的峰面积/峰高为纵坐标，绘制工作曲线。

在相同的条件下，注入试验溶液，记录色谱图并测量峰面积/峰高，从工作曲线上从标准曲线上查出试验溶液中氯化物的质量浓度（μg/mL），再通过计算得出样品中氯化物的含量。

#### 7.3.2 标准加入法

在6个相同体积的容量瓶中用移液管分别加相同体积试验溶液，除第1个容量瓶外，其他5个容量瓶分别准确加入不同量的氯化物标准溶液（均应在同一基体中配制），用水稀释至刻度，摇匀。依次定量注入色谱仪，记录色谱图并测量峰面积/峰高。以氯化物质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，对应的峰面积/峰高为纵坐标，绘制工作曲线。将工作曲线反向延长，与横坐标相交处即为试验溶液中氯化物的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ），再通过计算得出样品中氯化物的含量。

## 8 试验数据处理

氯化物含量以氯化物（以 Cl 计）的质量分数  $w$  计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m/f} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查出试验溶液中氯质量浓度的数值，单位为毫克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——定容后容量瓶体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；

$f$ ——稀释因子，若试样没有经过稀释， $f=1$ 。

## 9 精密度

按照 GB/T6379.2 的规定确定。

同一实验室室内重复性精密度可在同一台仪器相同测定条件下，由同一人测定次数不少于 11 次的情况下，确定室内标准偏差和室内重复性。

## 10 回收率

在试样溶液中加入适量的氯化物（Cl）标准溶液，分别测定加标前和加标后试样溶液的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ），根据加入氯化物（Cl）标准溶液的质量浓度，即可计算出各元素的加标回收率。

加标回收率以  $A$  计，按公式（2）计算：

$$A = \frac{(\rho - \rho_0)V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——加标后试样溶液的质量浓度的数值，单位为毫克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——加标前试样溶液的质量浓度的数值，单位为毫克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——加入待测元素标准溶液的质量的数值，单位为纳克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V$ ——定容后容量瓶体积的数值，单位为毫升（mL）；

待测元素的加标回收率一般控制在80 %~120 %。

---