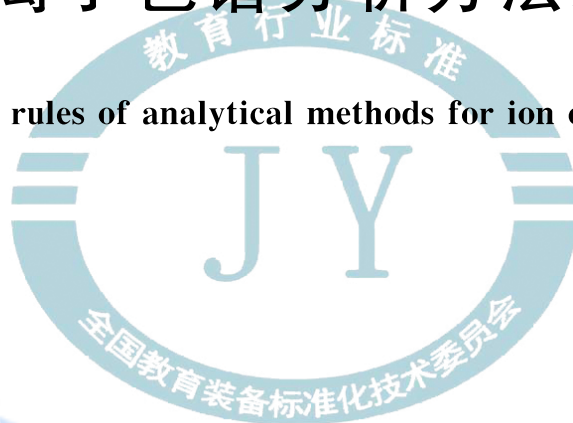


## 中华人民共和国教育行业标准

JY/T 0575—2020  
代替 JY/T 020—1996

### 离子色谱分析方法通则

General rules of analytical methods for ion chromatography



行业标准信息平台

2020-09-29 发布

2020-12-01 实施

中华人民共和国教育部 发布



行业标准信息服务平台

## 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 分析(或测试)方法原理	2
4.1 离子色谱法分离原理	2
4.2 基本功能	2
5 分析(或测试)环境要求	3
6 试剂和材料	3
6.1 试剂	3
6.2 超纯水	3
6.3 淋洗液	3
6.4 抑制再生液	4
6.5 柱后衍生试剂	4
6.6 标准溶液	4
6.7 材料	4
7 仪器	5
7.1 仪器组成	5
7.2 仪器性能	5
7.3 检定或校准	5
8 样品	5
9 分析测试	6
9.1 前期准备工作	6
9.2 实施步骤	6
10 结果报告	7
10.1 基本信息	7
10.2 分析结果	7
10.3 分析方法与测量结果评价	7
11 安全注意事项	9
附录 A (资料性附录) 常用柱后衍生试剂的配制	10
附录 B (资料性附录) 参考物质溶液(1.000 mg/mL)的制备	11
附录 C (资料性附录) 样品的预处理	16
附录 D (资料性附录) 格拉布斯表——临界值 $G_p(n)$	18



行业标准信息服务平台

## 前 言

本标准依照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 JY/T 020—1996《离子色谱分析方法通则》。与 JY/T 020—1996 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了标准的范围(见第 1 章,1996 年版的第 1 章);
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章);
- 修改了“术语和定义”(见第 3 章,1996 年版的第 3 章);
- 修改了“分析(或测试)方法原理”(见第 4 章,1996 版的第 4 章);
- 增加了分析(或测试)环境要求(见第 5 章);
- 修改了“试剂或材料”的相关内容(见第 6 章,1996 年版的第 5 章);
- 增加了“试剂”(见 6.1)和“材料”(见 6.7);
- 修改了“仪器”部分的相关内容(见第 7 章,1996 年版的第 6 章);
- 增加了“检定或校准”(见 7.3);
- 删除了“校正”(见 1996 年版的 8.2);
- 修改了“样品”(见第 8 章,见 1996 年版的第 7 章);
- 修改了“分析测试”(见第 9 章,1996 年版的第 8 章);
- 修改了“结果报告”(见第 10 章,1996 年版的第 9 章);
- 增加了“不确定度评定”(见 10.3.5);
- 修改了“安全注意事项”(见第 11 章,1996 年版的第 10 章);
- 增加了附录 A 常用柱后衍生试剂的配制(见附录 A);
- 修改了附录 B 参考物质溶液(1.000 mg/mL)的制备(见附录 B,1996 年版的附录 A);
- 增加了附录 C 样品的预处理(见附录 C)。

本标准由中华人民共和国教育部提出。

本标准由全国教育装备标准化技术委员会化学分技术委员会(SAC/TC 125/SC 5)归口。

本标准起草单位:华东理工大学、北京师范大学、清华大学、浙江大学、江南大学、山东理工大学。

本标准主要起草人:栾绍嵘、郑爱华、邢志、毛黎娟、朱松、刘东武。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- JY/T 020—1996。



行业标准信息服务平台

# 离子色谱分析方法通则

## 1 范围

本标准规定了离子色谱分析(或测试)方法的分析(或测试)方法原理、分析(或测试)环境要求、试剂或材料、仪器、样品、分析测试、结果报告和安全注意事项。

本标准适用于利用离子色谱仪进行多种阴离子、阳离子、有机酸、有机胺、糖类、氨基酸等的分析(或测试)。

## 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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1576—2008 工业锅炉水质

GB/T 5750.5—2006 生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标

GB/T 5750.10—2006 生活饮用水标准检验方法 消毒副产物指标

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 13966—2013 分析仪器术语

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示

JJG 823 离子色谱仪检定规程

## 3 术语和定义

GB/T 13966—2013 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了 GB/T 13966—2013 中的某些术语和定义。

### 3.1

#### 电导 conductivity

电阻的倒数称为电导,单位为西门子,符号是 S。离子色谱仪器中常用电导单位为微西门子,符号是  $\mu\text{S}$ 。1 S =  $10^6 \mu\text{S}$ 。

### 3.2

#### 电阻率 electrical resistivity

水的电阻率是指某一温度下,边长为 1 cm 正方体水的相对两侧间的电阻,单位为欧姆厘米,符号是  $\Omega \cdot \text{cm}$ ,超纯水的电阻率常用单位为兆欧姆厘米,符号是  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。1  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm} = 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

### 3.3

#### 抑制电导检测 suppressed conductivity detection

在分离柱后,采用离子交换膜或离子交换柱将淋洗液中的淋洗离子转变为弱酸、弱碱或水,使淋洗液的背景电导降低,同时提高检测灵敏度的方法称为抑制电导检测。

### 3.4

#### 检测器 detector

将被测的某一物理量或化学量(一般为非电量)按照一定规律转换为电量输出的装置。

[GB/T 13966—2013,定义 2.11]

3.5

**色谱图 chromatogram**

色谱柱流出物通过检测器系统时产生的响应信号对时间或载气流出体积的曲线图。

[GB/T 13966—2013,定义 8.186]

3.6

**分离度 resolution**

两个相邻色谱峰的分离程度。它是两个组分保留值之差与其平均峰宽值之比。常用符号  $R$  表示。可由式(1)计算：

$$R = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_1 + W_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$R$  ——相邻两组分峰的分离度；

$t_{R1}$  ——组分 1 的保留时间；

$t_{R2}$  ——组分 2 的保留时间；

$W_1$  ——组分 1 的峰底宽度；

$W_2$  ——组分 2 的峰底宽度。

[GB/T 13966—2013,定义 8.164]

3.7

**柱后衍生反应 post-column derivatization**

被测物在分析柱中实现分离后,与相应的试剂发生反应,以改变被测物的化学性质并易于被特定检测器检测到,称为柱后衍生反应。

3.8

**准确度 accuracy**

示值与被测量真值(约定真值)的一致程度。

[GB/T 13966—2013,定义 2.81]

4 分析(或测试)方法原理

4.1 离子色谱法分离原理

离子色谱法是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。离子排斥色谱的分离机理主要源于道南(Donnan)膜平衡、体积排阻和分配过程。离子对色谱的主要分离机理是吸附与分配,离子对试剂与溶质离子形成中性的疏水性化合物,在疏水性固定相表面进行保留。金属配合物离子色谱法利用金属离子与适合的有机配位体作用,形成金属配合物,采用液相体系分离和检测。

4.2 基本功能

离子色谱法进行多种阴离子、阳离子、有机酸、有机胺、糖类、氨基酸等的定性与定量分析(或测试)。样品组分经分离后,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,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。在一定浓度范围内组分的峰面积(或峰高)正比于组分的浓度,以此计算出组分的含量。



## 5 分析(或测试)环境要求

安装离子色谱仪的房间应满足下列环境要求:

- a) 环境清洁无尘,无腐蚀性气体,通风良好;
- b) 温度保持在 15 °C~30 °C,湿度≤85%;
- c) 没有强烈机械震动、强磁场和电场。

## 6 试剂和材料

### 6.1 试剂

本文件中所用试剂均为符合国家标准分析纯或分析纯以上的试剂。

### 6.2 超纯水

本文件中所用的超纯水要求如下:

- a) 电阻率:≥18.2 MΩ·cm(25 °C);
- b) 配制淋洗液、再生液、衍生试剂前,超纯水应脱气至少 10 min。

### 6.3 淋洗液

#### 6.3.1 淋洗液选择

根据选用的分析柱特性和使用说明书,结合待测物的性质和要求,选择合适的淋洗液和浓度。若淋洗液由两种或两种以上组成,则应正确设置各种淋洗液的组成比例和流速;可使用免化学试剂离子色谱仪中的淋洗液发生器或者淋洗液发生模块,设定具体分析需要的淋洗液浓度和流速。

#### 6.3.2 淋洗液要求

分析中所用的淋洗液应满足以下要求:

- a) 适合分离待测物;
- b) 不会化学或物理地损坏分析柱填料;
- c) 能溶解并分离样品而不会破坏样品;
- d) 适合检测器;
- e) 脱气。

#### 6.3.3 淋洗液分类

按照待测物质对淋洗液进行分类,见表 1。

表 1 淋洗液分类

待测物质	淋洗液
阴离子及有机酸	氢氧化钾,氢氧化钠,碳酸钠,碳酸氢钠,四硼酸钠,芳香族有机酸及盐,脂肪族有机酸,葡萄糖酸盐
阳离子及有机胺	甲磺酸,硫酸,硝酸,盐酸,草酸,酒石酸,组氨酸,羧酸,2,6-吡啶二羧酸
糖类	氢氧化钾,氢氧化钠,醋酸钠

表 1 (续)

待测物质	淋洗液
氨基酸	氢氧化钾, 氢氧化钠, 醋酸钠
注: 包括但不限于以上待测物质和淋洗液。根据检测物质需要, 可以加入适量的有机溶剂, 如甲醇、乙腈、丙酮等, 改善分离效果。淋洗液含有有机溶剂后, 抑制器不能采用自再生抑制模式。	

#### 6.4 抑制再生液

根据待测样品性质、所用淋洗液、抑制器类型及抑制器使用方式, 选择自动连续再生抑制器模式、外加水模式或再生液模式。常用的抑制再生液有硫酸、氢氧化钾或氢氧化钠、四丁基氢氧化铵等, 根据仪器和待测样品要求, 具体选择和配制相应浓度的抑制再生液。

#### 6.5 柱后衍生试剂

根据待检测离子性质, 选用合适的试剂进行柱后衍生反应。常用柱后衍生试剂, 建议但不限于附录 A 内容, 配制过程见本文件附录 A 常用柱后衍生试剂的配制。

#### 6.6 标准溶液

##### 6.6.1 标准储备溶液

有证标准物质/基准物质应从有资质的部门或单位购买, 用有证标准物质/基准物质来配制标准储备溶液。如需实验室制备参考物质储备溶液, 制备方法参见本文件附录 B 参考物质溶液(1.000 mg/mL)的制备, 建议但不限于附录 B 的参考物质溶液。

##### 6.6.2 标准溶液

按照分析任务的要求制备校准工作标准溶液。定量吸取储备液用超纯水(或加入适量的有机溶剂, 如甲醇、乙腈、丙酮、甲醛等)稀释, 制备成工作液。一个校准工作标准溶液中可含多种阴离子或阳离子, 各离子含量应不超过校准曲线的线性范围。多点校准工作标准溶液至少配制五个不同浓度点。

#### 6.7 材料

##### 6.7.1 滤膜

使用 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜。

##### 6.7.2 前处理柱

使用 H 柱, Na 柱, Ag 柱, Ba 柱, C18 柱, RP 柱, 碳柱等前处理柱。

##### 6.7.3 淋洗液瓶

根据需求选择使用聚丙烯、高密度聚乙烯或玻璃淋洗液瓶。

##### 6.7.4 惰性气体

使用纯度不小于 99.9% 的高纯惰性气体, 一般用超纯氮气。

## 7 仪器

### 7.1 仪器组成

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。采用抑制电导检测时应具备相应的抑制系统。采用柱后衍生反应检测时应具备相应的柱后衍生反应系统。免试剂离子色谱仪具备淋洗液自动发生器或淋洗液发生模块。

#### 7.1.1 色谱柱

离子色谱柱分为阴离子色谱柱、阳离子色谱柱、糖柱、氨基柱。依系统配置和分析任务要求选择色谱柱的类型、型号,设置柱温箱温度。

#### 7.1.2 抑制器

抑制器及抑制模式、抑制电流,再生液和柱后衍生反应系统都应与分析任务相一致。

#### 7.1.3 检测器

离子色谱常用检测器有:电导检测器、电化学检测器、紫外检测器。

#### 7.1.4 仪器参数设置

仪器各工作参数设置必须在技术指标范围内,应满足校正或校准、定性、定量等具体分析要求。

## 7.2 仪器性能

### 7.2.1 整机稳定性

离子色谱仪器运行稳定后,泵应无噪声,液路无气泡。系统基线噪声: $\leq 0.005 \mu\text{S}$ 或 $\leq 2\% \text{FS}$ (电导检测器), $\leq 0.5 \text{ mAU}$ (紫外检测器), $\leq 0.2 \text{ nA}$ (电化学检测器)。基线漂移: $\leq 0.10 \mu\text{S}/30 \text{ min}$ 或 $\leq 20\% \text{FS}/30 \text{ min}$ (电导检测器), $\leq 5 \text{ mAU}/30 \text{ min}$ (紫外检测器), $\leq 2 \text{ nA}/30 \text{ min}$ (电化学检测器)。色谱柱对相邻两待测组分峰应达到分离度 $\geq 1.5$ 。

### 7.2.2 整机性能

仪器的整机性能用定量重复性、定性重复性来表示。定性重复性不大于1.5%,定量重复性不大于3%。

## 7.3 检定或校准

仪器设备在投入使用前,应采用检定或校准等方式,对分析结果的准确性或有效性有显著影响的设备,包括相应的辅助设备,有计划地实施检定或校准,以确认其是否满足检测分析的要求。检定或校准应按离子色谱仪检定规程(JJG 823)、校准规范或校准方法进行,并符合相应检测要求。

## 8 样品

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。常用的样品预处理方法见附录C样品的预处理。

## 9 分析测试

### 9.1 前期准备工作

#### 9.1.1 总则

根据待测物质和样品的性质、检测要求和仪器的具体配置,选择最佳工作条件,通过优化实验确定仪器参数,进行分析的前期准备工作。

#### 9.1.2 工作条件选择原则

按以下原则选择工作条件:

- a) 能快速、有效地分离待测物;
- b) 对待测组分的检测没有影响;
- c) 对仪器系统不会产生损害。

#### 9.1.3 工作条件

按以下项目选择工作条件:

- a) 离子色谱柱的类型和型号选择,色谱柱的工作温度设定;
- b) 淋洗液组成及浓度选择,等度或梯度设定;
- c) 系统流速设定;
- d) 抑制器、抑制模式及抑制电流设定,或再生液类型、浓度和流速设定;
- e) 柱后衍生反应系统的选择及设定;
- f) 检测器及参数设置;
- g) 色谱数据工作站各工作参数设置。

## 9.2 实施步骤

### 9.2.1 开机

开启稳压电源。待电压稳定后,开启整机、淋洗液发生器、自动进样器、工作电脑等电源开关。正确选择试验条件,包括淋洗液及浓度、分析柱、保护柱、柱温箱温度、抑制器、检测器、色谱数据工作站等,选用合适的柱后衍生系统、再生液等。排除管路中的气泡,启动输液泵,预热 30 min。运行中,泵应无噪声、液路应无气泡。系统压力和信号稳定。所用色谱柱和色谱条件对相邻两组色谱峰应达到分离度大于或等于 1.5。如出现两峰分离不好时,可调整淋洗液浓度或流速,如仍达不到分离要求,则应按说明书的规定清洗该色谱柱以恢复其分离能力,或更换色谱柱或抑制器。

### 9.2.2 进样分析与记录

仪器在设定的条件下运行一段时间稳定后,进样分析。采用手动定量环进一定体积的样品,或用自动进样器设定合适的条件进样。同时色谱数据工作站记录色谱信息,一般应包括以下信息:

- a) 检测日期和检测名称;
- b) 样品信息、质量、稀释倍数;
- c) 完整的色谱图;
- d) 色谱数据工作站名称;
- e) 其他必须的项目。

### 9.2.3 空白试验

每次分析样品都应作空白试验。空白试验所制备的样品除不加试样外,与待测样品制备方法相同。

### 9.2.4 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。如果保留时间定性出现不确定因素,需要通过加标法进一步定性。为了确认未知组分峰的单一性,可以改变分离条件,例如改变流动相和固定相,也可以使用质谱定性技术来进行验证。

### 9.2.5 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。

### 9.2.6 分析后仪器的检查

样品分析结束应检查仪器系统基线漂移、基线噪声及整机灵敏度是否发生变化,样品中被测组分的量是否在定量分析的线性范围内,以保证定量的可靠性。分析结束应严格按照仪器说明书的要求依次关机。

### 9.2.7 仪器运行记录

分析后应作好仪器运行记录。仪器运行记录中应包括分析任务、操作条件、使用人、环境条件、日期及分析前后仪器状态等。

## 10 结果报告

### 10.1 基本信息

结果报告中可包括:委托单位信息、样品信息、仪器设备信息、环境条件、制样方法、检测方法(依据标准)、检测结果、检测人、校核人、批准人、检测日期等。必要和可行时可给出定量分析方法和结果的评价信息。

### 10.2 分析结果

10.2.1 定性分析结果表述直接给出定性组分物质。

10.2.2 定量分析结果的表述包括组分名称和分析值,分析值用平行样多次测定结果平均值表达。

10.2.3 分析值的单位用 g/L、mg/L、 $\mu\text{g/L}$ 、mol/L、 $\mu\text{g/g}$ 、mg/kg 或类似单位来表述。

10.2.4 根据相关要求,必要时提供精密度、准确度、不确定度评定结果、样品相应的色谱图等。

10.2.5 如果定量分析未检出,需要提供方法检出限。

### 10.3 分析方法与测量结果评价

#### 10.3.1 数据取舍

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(见附录 D)。有效数字的修约应符合 GB/T 8170 的规定。



### 10.3.2 平均值

数据取舍后计算平均值,平均值按(2)式计算:

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $\bar{x}$  ——样品分析结果的平均值;
- $\sum x_i$  ——各次分析数据的代数和;
- $n$  ——测量次数。

### 10.3.3 精密度

根据需要计算精密度,必须指明测量精密度时所用的浓度;同时,也要标明测量次数( $n$ =测量次数)。精密度用相对标准偏差  $RSD$  表示,按(4)式计算:

$$S = \sqrt{\frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots(3)$$

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $S$  ——标准偏差;
- $x_i$  ——单次分析数据;
- $\bar{x}$  ——样品分析结果的平均值;
- $n$  ——测量次数;
- $RSD$  ——相对标准偏差。

### 10.3.4 准确度(正确度和精密度)

用“正确度”和“精密度”两个术语来描述一种测量方法的准确度。精密度反映了偶然误差的分布,而与真值或规定值无关;正确度反映了与真值的系统误差,用绝对误差或相对误差表示。在实际工作中,可用标准物质或标准方法进行对照试验,计算误差;或加入被测组分的纯物质进行回收试验,计算回收率。加标回收率正常应在 90%~110%范围内,如果待测物浓度接近检出限,可在 80%~120%。加标回收率按(5)式计算:

$$P = \frac{c_2 - c_1}{c_3} \times 100\% \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $P$  ——加标回收率;
- $c_1$  ——试样浓度,即试样分析值;
- $c_2$  ——加标试样浓度,即加标试样分析值;
- $c_3$  ——加标量。

### 10.3.5 不确定度评定

按 JJF 1059.1 中的评定方法和原则进行分析结果测量不确定度的必要评定与表示。

### 10.3.6 方法检出限

方法检出限是指特定分析方法中,分析物能够被识别的浓度。方法检出限一般是采用实验全程序空

白溶液连续 11 次测定值的 3 倍标准偏差所获得的分析物浓度或质量。

## 11 安全注意事项

安全注意事项如下：

- a) 仪器要经常开机维护保养。
- b) 必须遵守色谱柱、抑制器(柱)维护方法。
- c) 系统压力不得超过泵的最大压力允许范围,如系统压力过高,应仔细查找引起高压的原因并排除。
- d) 系统压力过低,通常是液路中存在漏液故障,仔细检查漏液部件并排除。压力恢复正常后应以干纸巾或毛巾擦除仪器中的液体,以避免腐蚀仪器部件。
- e) 使用高压钢瓶气应遵守相应安全规范。
- f) 实验室用水注意安全。
- g) 重金属及其他有毒有害物质严格按照要求处理。



## 附录 A

## (资料性附录)常用柱后衍生试剂的配制

## A.1 金属衍生试剂

将 200 mL 氨水(质量分数约为 28%)与 200 mL 去离子水混匀,再将 50 mg 2-吡啶基偶氮间苯二酚(PAR)溶解于该溶液中,缓缓加入 28 mL 冰乙酸。冷却后定容于 500 mL,得到 0.4 mmol/L 2-吡啶基偶氮间苯二酚(PAR)衍生试剂,用于金属离子分离柱后衍生检测。

## A.2 铬酸根衍生试剂

溶解 0.50 g 1,5-二苯碳酰肼于 100 mL HPLC 级甲醇中,加入 500 mL 含 28 mL 浓硫酸水溶液中,以超纯水稀释至 1 000 mL,得到铬酸根衍生试剂。该试剂在 4 °C 冰箱中可保存 1 周,必要时才制备 1 000 mL,用于铬酸根的柱后衍生检测。

## A.3 溴酸盐衍生试剂

## A.3.1 2.0 mmol/L 的四水钼酸铵溶液

溶解 0.247 g 四水钼酸铵于 100 mL 超纯水中,保存在不透光的塑料容器中,保质期为一个月。

## A.3.2 溴酸盐衍生试剂

称取 43.1 g 碘化钾到盛有 500 mL 超纯水的 1 L 的容量瓶中,加入 250 mL 2.0 mmol/L 的四水钼酸铵溶液,用超纯水定容,得到碘化钾、四水钼酸铵衍生试剂。试剂溶液通入氮气 20 min,除去少量溶解的氧气,立即放入转换瓶中通氮气保存。该溴酸盐衍生试剂在避光条件下能稳定保存 24 h,用于溴酸盐的柱后衍生检测。



## 附录 B

(资料性附录)

## 参考物质溶液(1.000 mg/mL)的制备

## B.1 阴离子储备液

B.1.1  $F^-$ 

称取已在 105 °C 干燥 1 h 的氟化钠( $NaF$ ) $2.210\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度并储存于塑料瓶中。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存六个月。

B.1.2  $Cl^-$ 

称取已在 400 °C~450 °C 灼烧至恒重的氯化钠( $NaCl$ ) $1.648\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存六个月。

B.1.3  $NO_2^-$ 

称取已在硫酸干燥器中干燥 24 h 的亚硝酸钠( $NaNO_2$ ) $1.500\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存一个月。

B.1.4  $NO_3^-$ 

称取已在 105 °C 干燥 48 h 的硝酸钠( $NaNO_3$ ) $1.371\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存六个月。

B.1.5  $Br^-$ 

称取已在 105 °C 干燥 6 h 的溴化钾( $KBr$ ) $1.489\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存六个月。

B.1.6  $SO_4^{2-}$ 

称取已在 105 °C 干燥 1 h 的无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ ) $1.489\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存六个月。

B.1.7  $PO_4^{3-}$ 

称取已在 105 °C 干燥 2 h 的磷酸二氢钾( $KH_2PO_4$ ) $1.433\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存一个月。

B.1.8  $CrO_4^{2-}$ 

称取已在 105 °C 干燥 2 h 的铬酸钠( $Na_2CrO_4 \cdot 4H_2O$ ) $4.501\ 0\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存六个月。

B.1.9  $ClO_4^-$ 

称取高氯酸钠( $NaClO_4$ ) $1.231\ 1\ g \pm 0.000\ 5\ g$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存一个月。

#### B.1.10 $\text{ClO}_3^-$

称取氯酸钠( $\text{NaClO}_3$ ) $1.2754\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ,溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.1.11 $\text{BrO}_3^-$

称取溴酸钠( $\text{NaBrO}_3$ ) $1.1797\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ,溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.1.12 $\text{ClO}_2^-$

称取亚氯酸钠( $\text{NaClO}_2$ ) $1.7670\text{ g}$ ,溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。标定后该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两周。

标定方法按 GB/T 5750.10—2006 中第 13.1 的规定执行。

#### B.1.13 $\text{CN}^-$

氰化钾标准溶液(KCN):称取 $0.2500\text{ g}$ 氰化钾,溶于超纯水中并定容至 $1\ 000\text{ mL}$ 。此溶液 $1\text{ mL}$ 约含 $0.1\text{ mg}$ 氰化物。此溶液剧毒!标定后该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两周。

标定方法按 GB/T 5750.5—2006 中第 1.1.4.9 的规定执行。

#### B.1.14 $\text{SO}_3^{2-}$

称取亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ) $1.6000\text{ g}$ ,溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,加入 $1\text{ mL}$ 甲醛,稀释至刻度。标定后该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两周。

标定方法按 GB/T 1576—2008 中附录 I 的规定执行。

#### B.1.15 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$

称取硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) $2.3000\text{ g}$ 溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。标定后该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两周。

标定方法按 GB/T 601—2002 中 4.6 的规定执行。

#### B.1.16 $\text{SCN}^-$

称取硫氰酸钠( $\text{NaSCN}$ ) $1.4000\text{ g}$ ,溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。标定后该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两周。

标定方法按 GB/T 601—2002 中 4.20 的规定执行。

#### B.1.17 $\text{I}^-$

称取经硅胶干燥 $24\text{ h}$ 的优级纯碘化钾(KI) $1.3071\text{ g} \pm 0.0005\text{ g}$ ,溶于超纯水,移入 $1\ 000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.1.18 $\text{S}^{2-}$

取硫化钠晶体( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ),用少量水清洗表面并用滤纸吸干。称取 $0.2000\sim 0.3000\text{ g}$ ,用超纯水溶解并定容至 $250\text{ mL}$ (临用前配制并标定)。此溶液 $1\text{ mL}$ 约含 $0.1\text{ mg}$ 硫化物。标定后该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两周。

标定按 GB/T 5750.5—2006 中 6.1.3.15 的规定的执行。

## B.2 阳离子储备液

### B.2.1 $\text{Li}^+$

称取已在  $105\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 1 h 的碳酸锂( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ) $5.323\ 0\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$ ,加入 50 mL 1 mol/L 的盐酸溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,以超纯水稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

### B.2.2 $\text{Na}^+$

称取已在  $105\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 1 h 的氯化钠( $\text{NaCl}$ ) $2.542\ 0\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

### B.2.3 $\text{K}^+$

称取已在  $105\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 1 h 的氯化钾( $\text{KCl}$ ) $1.906\ 7\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

### B.2.4 $\text{NH}_4^+$

称取已在  $105\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 1 h 的氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) $2.965\ 4\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$ ,溶于超纯水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

### B.2.5 $\text{Mg}^{2+}$

#### B.2.5.1 用镁粉制备

称取  $1.000\ 0\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$  金属镁粉( $\text{Mg}$ ),缓慢加入 50 mL 1 mol/L 的盐酸,溶解并冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以超纯水稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

#### B.2.5.2 用氧化镁制备

称取已在  $800\text{ }^\circ\text{C}$  灼烧至恒重的氧化镁( $\text{MgO}$ ) $1.658\ 1\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$ ,缓慢加入 50 mL 1 mol/L 的盐酸,溶解并冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以超纯水稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

### B.2.6 $\text{Ca}^{2+}$

称取于  $180\text{ }^\circ\text{C}$  干燥 1 h 后的碳酸钙粉末( $\text{CaCO}_3$ ) $2.497\ 0\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$ ,缓慢加入 50 mL 1 mol/L 的盐酸溶解并冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以超纯水稀释至刻度。该溶液置于  $4\text{ }^\circ\text{C}$  冰箱中,可保存三个月。

### B.2.7 $\text{Cu}^{2+}$

#### B.2.7.1 用硫酸铜制备

以超纯水溶解  $3.929\ 0\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$  新结晶的硫酸铜( $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

#### B.2.7.2 用铜粉制备

溶解  $1.000\ 0\ \text{g}\pm 0.000\ 5\ \text{g}$  金属铜粉( $\text{Cu}$ )于加有 5 mL 水的 50 mL 1 mol/L 的盐酸中,逐滴加入硝酸( $\text{HNO}_3$ )或 30% 的过氧化氢( $\text{H}_2\text{O}_2$ ),至溶解完全。煮沸以逐出氮氧化物和氯,然后用水稀释至 1 000 mL。

该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存三个月。

## B.2.8 Cd<sup>2+</sup>

### B.2.8.1 用金属镉制备

溶解 1.000 0 g±0.000 5 g 金属镉(Cd)于 20 mL 1 mol/L 的盐酸中,以超纯水稀释至 1 000 mL。

### B.2.8.2 用硫酸镉制备

溶解 2.282 0 g±0.000 5 g 硫酸镉(CdSO<sub>4</sub>·5H<sub>2</sub>O)于超纯水中,稀释至 1 000 mL。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存三个月。

## B.2.9 Co<sup>2+</sup>

溶解 1.000 0 g±0.000 5 g 金属钴(Co)于 20 mL 1 mol/L 的盐酸中,以超纯水稀释至 1 000 mL。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存三个月。

## B.2.10 Zn<sup>2+</sup>

### B.2.10.1 用锌粉制备

溶解 1.000 0 g±0.000 5 g 锌粉(Zn)于 20 mL 1 mol/L 的盐酸中,以超纯水稀释至 1 000 mL。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存三个月。

### B.2.10.2 用氧化锌制备

称取已在 900 °C 灼烧至恒重的氧化锌 1.244 9 g±0.000 5 g,加入硫酸(0.05 mol/L)溶解,以超纯水稀释至 1 000 mL。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存三个月。

## B.2.11 Ni<sup>2+</sup>

溶解 1.000 0 g±0.000 5 g 金属镍(Ni)于 20 mL 热硝酸中,以超纯水稀释至 1 000 mL。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存三个月。

## B.3 1.0000 mg/mL 糖类储备液

在分析天平上分别称取 1.000 0 g±0.000 5 g 的葡萄糖、果糖、蔗糖、乳糖、半乳糖、麦芽糖等,以煮沸并冷却至室温的超纯水溶解后,移入容量瓶中,稀释至 1 000 mL。各种糖类储备溶液放置于 4 °C 冰箱中,可保存一月。

## B.4 有机酸储备液

### B.4.1 甲酸根离子

溶解甲酸钠(CHO<sub>2</sub>Na·2H<sub>2</sub>O)2.310 0 g±0.000 5 g 于超纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存一个月。

### B.4.2 乙酸根离子

溶解乙酸钠(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>Na·3H<sub>2</sub>O)2.303 5 g±0.000 5 g 于超纯水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 4 °C 冰箱中,可保存一个月。

#### B.4.3 丙酸根离子

溶解丙酸钠( $C_3H_5O_2Na$ ) $1.3150\text{ g}\pm 0.0005\text{ g}$ 于超纯水中,移入 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.4.4 乳酸根离子

溶解乳酸钠( $C_3H_5O_3Na$ ) $1.2580\text{ g}\pm 0.0005\text{ g}$ 于超纯水中,移入 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.4.5 酒石酸根离子

溶解酒石酸钾( $C_4H_4O_6K_2\cdot 0.5H_2O$ ) $1.4960\text{ g}\pm 0.0005\text{ g}$ 于超纯水中,移入 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.4.6 柠檬酸根离子

溶解柠檬酸三钠( $C_6H_5O_7Na_3\cdot 2H_2O$ ) $1.5550\text{ g}\pm 0.0005\text{ g}$ 于超纯水中,移入 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

#### B.4.7 草酸根离子

溶解优级纯草酸铵( $C_2H_3N_2O_4$ ) $1.4102\text{ g}\pm 0.0005\text{ g}$ 于超纯水中,移入 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一个月。

### B.5 有机胺储备液

#### B.5.1 氯化胆碱

称取于 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥恒重的氯化胆碱( $C_5H_{14}ClNO$ ) $0.1000\text{ g}$ 于 $100\text{ mL}$ 容量瓶中,用甲醇溶解并定容。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存两个月。

#### B.5.2 胆碱

称取经过 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 $2\text{ h}\sim 3\text{ h}$ 的重酒石酸胆碱( $C_9H_{19}O_7N$ ) $0.2430\text{ g}$ ,于 $125\text{ mL}$ 聚丙烯瓶中,去皮,加入 $100\text{ g}$ 超纯水,拧紧盖子充分摇匀使固体完全溶解,得到 $1.0000\text{ mg/mL}$ 的胆碱储备液。该溶液置于 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中,可保存一周。

附 录 C  
(资料性附录)  
样品的预处理

C.1 水溶性溶液样品

C.1.1 稀释过滤

样品溶液应通过  $0.22\ \mu\text{m}$  滤膜过滤去除颗粒物污染。在浓度范围未知的情况下先稀释 100 倍进样,样品浓度应保持在所选用定量方法的线性范围内。

C.1.2 除重金属

含重金属样品,一般使用沉淀分离、活性炭吸附、阳离子交换等方法处理,可使用 H 柱或 Na 柱,此外也可以使用电渗析法除去样品中的重金属后进行分析。

C.1.3 酸碱中和

可以使用电化学中和器处理高浓度酸、碱样品。用 Ag 柱或 Ba 柱除去样品中的高浓度  $\text{Cl}^-$  或  $\text{SO}_4^{2-}$ 。

C.1.4 除有机杂质

含少量复杂有机物杂质的样品,利用反相或吸附固相萃取方法可以有效去除样品中的大分子有机物,采用的处理柱有 C18/反相(RP)/离子交换等。

C.1.5 除有机基体

含大量复杂有机基体的样品,根据分析项目和基体特性,用液液萃取法、沉淀法、超滤法、消解法、光解法、燃烧法等方法除去有机质,再用固相萃取处理后进行分析。

C.1.6 除生物蛋白

含蛋白的生物样品应根据检测要求先采用合适的方法除去蛋白,再用固相萃取处理后进行分析。

C.2 气体样品

C.2.1 间接吸收法

用吸收剂吸收气体中的可溶性成分,然后分析吸收液。一般情况下,阴离子宜采用碱性吸收液吸收,阳离子采用酸性吸收液吸收。

C.2.2 膜吸收法

用大气采样器采样,用滤膜吸收气溶胶或悬浮物,将滤膜放入超纯水中超声提取,滤液经  $0.22\ \mu\text{m}$  滤膜过滤后分析。

C.3 固体样品

C.3.1 溶解法

采用适当的溶剂(超纯水,酸,碱等),将固体样品溶解后制成溶液,进行分析。但所加溶剂中不得含



被测离子。

### C.3.2 溶剂萃取(浸取)法

利用超纯水或淋洗液,也可以用适量的酸、碱、盐、缓冲液或有机溶剂,对不溶性固体样品中可溶性组分进行提取,然后对萃取(浸取)液分析。在提取(浸取)过程中最好辅以震荡或超声波处理。为加速萃取(浸取)速度,也可以采取加热、加压、微波等辅助萃取方法。

### C.3.3 碱熔法

将样品与强碱( $\text{NaOH}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}_2$ 、 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{CaOH}$ )混合,可加硅酸盐粉末,在相应的高温下熔化,冷却后用水、淋洗液、适量的酸、碱、盐或缓冲液提取,对浸取液分析。

### C.3.4 氧弹(瓶)燃烧法

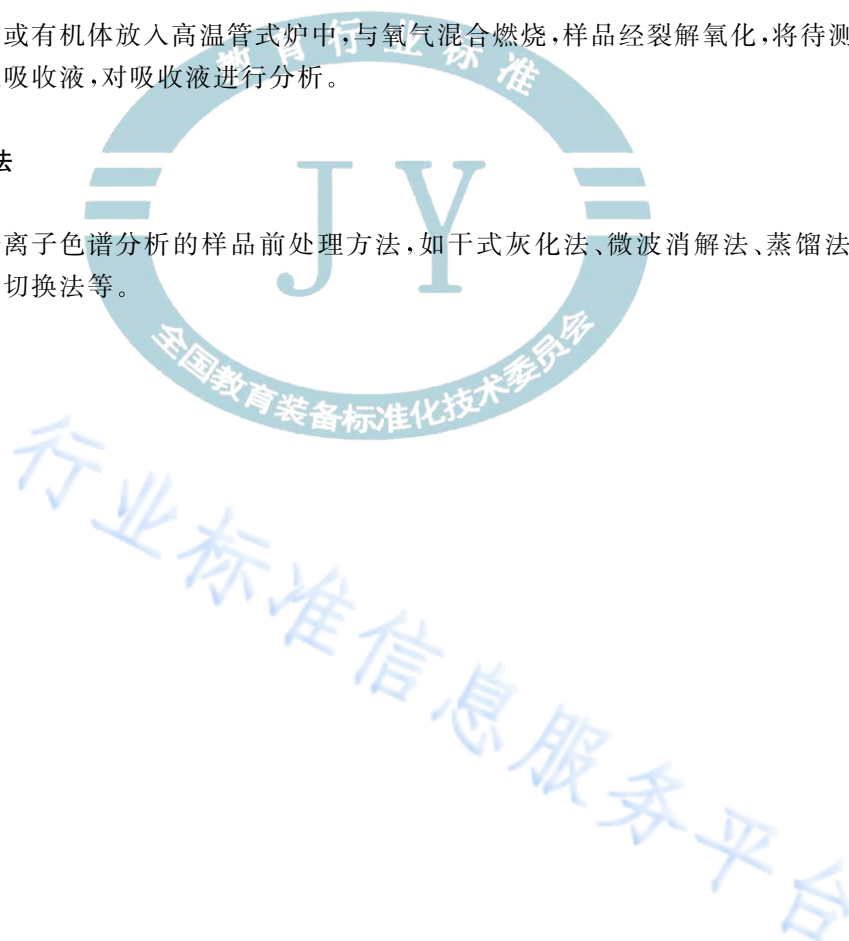
将有机化合物或有机体放入氧弹(瓶)中,通入氧气燃烧数秒,待测元素从样品基体中释放出来,转化为相应气体,被氧弹(瓶)内的吸收液吸收,对吸收液进行分析。

### C.3.5 燃烧炉法

将有机化合物或有机体放入高温管式炉中,与氧气混合燃烧,样品经裂解氧化,将待测元素转化为气体随载气一起进入吸收液,对吸收液进行分析。

## C.4 其他处理方法

其他适合于离子色谱分析的样品前处理方法,如干式灰化法、微波消解法、蒸馏法、渗析法、电解法、在线富集法、阀切换法等。



附 录 D  
(资料性附录)  
格拉布斯表——临界值  $G_p(n)$

表 D.1 给出了格拉布斯表的临界值  $G_p(n)$ 。

表 D.1 给出了格拉布斯表的临界值  $G_p(n)$

$n$	$P$		$n$	$P$	
	0.95	0.99		0.95	0.99
3	1.135	1.155	17	2.475	2.785
4	1.463	1.492	18	2.504	2.821
5	1.672	1.749	19	2.532	2.854
6	1.822	1.944	20	2.557	2.884
7	1.938	2.097	21	2.580	2.912
8	2.032	2.231	22	2.603	2.939
9	2.110	2.323	23	2.624	2.963
10	2.176	2.410	24	2.644	2.987
11	2.234	2.485	25	2.663	3.009
12	2.285	2.550	30	2.745	3.103
13	2.331	2.607	35	2.811	3.178
14	2.371	2.659	40	2.866	3.240
15	2.409	2.705	45	2.914	3.292
16	2.443	2.747	50	2.956	3.336