

# 修订《无机化工产品中重金属测定通用方法》国家标准编制说明

## 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国标委发〔2022〕51号文《国家标准化管理委员会关于下达2022年第四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2023年完成《无机化工产品中重金属测定通用方法》GB/T 23950—2009国家标准的修订工作，计划编号为：20221910-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：浙江大洋生物科技集团股份有限公司、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

重金属一般指密度大于 $4.5\text{ g/cm}^3$ 的金属，其原子量大于55，约有45种，大都属于过渡元素。如铜、铅、锌、铁、钴、镍、锰、镉、汞、钨、钼、金、银等。尽管锰、铜、锌等重金属是生命活动所需要的微量元素，但是大部分重金属如汞、铅、镉等并非生命活动所必须，而且所有重金属超过一定浓度都对人体有毒。另外，砷虽不属于重金属，但因其来源以及危害都与重金属相似，故通常列入重金属类进行研究、讨论。因此，在无机化工产品中普遍存在的，且充分考虑环境污染因素，将铅、汞、铬、砷、镉及类金属砷等确定为无机化工产品中普遍的重金属元素。

##### ② 现状

《无机化工产品中重金属测定通用方法》GB/T 23950—2009已实施多年，为无机化工产品中重金属含量的测定提供了科学直观、快速的半定量检测方法，其结果只能给出一个限量值，对无机化工行业的进步发展存在一定程度的影响，对国内销售和产品出口不利。随着无机化工检测技术技术的进步发展，行业及无机化工产品的用户对重金属的测定结果的准确数值要求越来越迫切，特别是先进检测仪器在行业的普遍应用，使准确、科学、快捷地测定无机化工产品中重金属的含量成为可能，因此行业内建议增加电感耦合等离子体发射光谱法，定量测定对产品有影响的、行业及用户普遍关注的以及考虑到环境污染方面因素的六种常见的重金属——铅、汞、铬、砷、镉及类金属砷等，为下游用户提供准确的重金属数值，以适应行业的进步发展，达到与时俱进的目的，标准修订的意愿愈加迫切。因此对标准提出修订计划，修订限量比色法的的分析步骤，增加电感耦合等离子体发射光谱法，使标准的方法更具科学性、准确性、适用性及可选择性，为无机化工产品中重金属的测定提供标准支持，以适应行业的发展需求。

##### ③ 目的意义

在《2022年国家标准立项指南》“推荐性国家标准立项重点”中指出加强制修订“消费品升级标准。……化妆品中禁限用物质等消费品化学物质通用检测方法标准”作为制修订重点。无机化工产品用在化妆品原料、电池用材料制造等领域的应用，其重金属（主要有：铜、铅、锌、铁、钴、镍、锰、汞、铬、镉、砷等）指标的准确测定，并在生产工艺中加以控制，是提高自身产品品质和影响下游产品质量

的关键；另外从环境污染方面考虑的重金属主要指铅、汞、铬、砷、镉及类金属砷等生物毒性显著的重金属元素，且不能被生物降解，相反却能在食物链的生物放大作用下成倍富集。《无机化工产品中重金属测定通用方法》GB/T 23950—2009 属于监测基础通用方法的范畴，是关键共性技术。原标准已发布实施 14 余年，其检测方法只是一个半定量方法，不能给出重金属的准确数值，为提升标准质量，原标准方法有待改进提升，以适应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。

#### ④ 当前国际水平

《无机化工产品中重金属测定通用方法》GB/T 23950—2009 的修订，结合国内无机化工产品的分析测试中实际情况进行，在原有限量比色法（半定量法）基础上，增加电感耦合等离子体发射光谱法，测定方法经典，可操作性强，适合对各种无机化工产品中的重金属的检测分析，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（2023. 1～2023. 3）

##### 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、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等工作。

其他单位：**人员姓名**，主要负责开展试验方法验证和数据统计、参加工作会议讨论、对标准过程稿件提出修改意见等。

##### 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《无机化工产品中重金属测定通用方法》（GB/T 23950—2009）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。2023 年 3 月 10 日至 3 月 13 日在云南昆明召开了修订《无机化工产品中重金属测定通用方法》（GB/T 23950—2009）国家标准工作方案会，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：增加定量测定方法，确定无机化工产品中具有广泛性的重金属元素，作为目标测定元素，修改范围；增加“样品处理”内容；限量比色法试剂或材料、试验步骤进行相应修改；增加电感耦合等离子体发射光谱法原理、试剂或材料、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；进行电感耦合等离子体发射光谱法测定无

机化工产品中重金属的验证试验，与限量法的比对试验，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（2023.6~2023.7）

### 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](http://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40个，收到征求意见稿后回函单位数40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0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（2023.8）

2023年7月26日起草小组在XXX市召开了该标准的预审会，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，天津院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（2023.10）

全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会于2023年10月 日至10月 日在XXX市召开了2023年标准审查会。全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会共有委员41人，实到会委员37人，委员委托人3人，审查上述标准的送审稿、编制说明及意见汇总处理表，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，并形成会议纪要。

## 5、报批阶段（2023.12）

全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会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2023年1月6日，投票结束时间为2023年1月13日，全国化标委无机化工分会共有委员41人，40人同意上报，通过率为97%。于2023年1月18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

无机化工产品中重金属测定通用方法在无机化工标准体系中的位置：

体系类目名称：基础通用标准-无机化学分析基础通用

体系编号：

(三) 确定国家标准修订主要内容的论据

目前收集到国内相关标准有：

DB12/T 1020—2020 海产品中重金属元素的测定方法 电感耦合等离子体质谱法

DB45/T 573—2009 动物性食品中重金属元素含量的测定 ICP-MS 等离子体质谱法

QB/T 4340—2012 鞋类 化学试验方法 重金属总含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

GB/T 17593.2—2007 纺织品重金属的测定 第 2 部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法

GB/T 32448—2015 胶粘剂中可溶性重金属铅、铬、镉、钡、汞、砷、硒、锑的测定

GB/T 34673—2017 纺织染整助剂产品中 9 种重金属含量的测定

GB/T 33324—2016 胶乳制品中重金属含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本次修标在原国家标准《无机化工产品中重金属测定通用方法》（GB/T 23950—2009）的基础上，结合我国目前实际检测情况及此次修标过程中验证数据情况进行修订。

本次修标主要修改内容如下：

- (1) 修改范围；
- (2) 修改“一般规定”中“水”的规定，由“GB/T 6682—2008 表 1 中规定的三级水”改为“GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水”；
- (3) 增加“样品处理”一章；
- (4) 限量比色法试剂或材料、试验步骤进行相应修改；
- (5) 增加电感耦合等离子体发射光谱法原理、试剂或材料、试验步骤、试验数据处理、精密度。

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

1 工业氢氧化钾液体产品用 ICP 测定重金属元素

精密度、回收率数据分别见表 1、表 2。

表 1

测定元素		测定数据/（mg/L）						铜、镍、钼、钴、钛、铋、汞、钒、锑、砷、锡
		锌	锰	铅	银	镉	铬	
波长 nm		206.200	257.610	220.353	188.979	228.802	267.716	
平行测定	1	0.41	0.18	0.48	0.14	0.043	0.16	未检出
	2	0.46	0.18	0.47	0.16	0.041	0.13	
	3	0.44	0.19	0.41	0.17	0.045	0.12	
	4	0.42	0.19	0.44	0.13	0.043	0.17	
	5	0.45	0.19	0.42	0.13	0.048	0.15	
	6	0.45	0.18	0.41	0.15	0.046	0.14	
	7	0.44	0.18	0.41	0.16	0.044	0.15	

	8	0.47	0.17	0.44	0.14	0.049	0.18	
	9	0.48	0.20	0.49	0.14	0.043	0.19	
	10	0.47	0.19	0.44	0.15	0.043	0.16	
	11	0.45	0.19	0.41	0.15	0.049	0.15	
平均值 $\bar{X}$		0.449	0.185	0.438	0.147	0.0449	0.155	—
标准偏差 S		0.0212	0.00821	0.0299	0.0127	0.00274	0.0207	—
相对标准偏差 RSD		4.72%	4.44%	6.83%	8.64%	6.10%	13.4%	—

表 2

测定元素	锌	锰	铅	银	镉	铬
待测元素标准溶液浓度/(mg/L)	10	10	10	10	10	10
加标体积/mL	2	2	2	2	0.5	1
加标量/mg	0.02	0.02	0.02	0.02	0.005	0.01
加标前测定值/mg	0.045	0.018	0.042	0.015	0.0045	0.015
1#加标后测定值/mg	0.063	0.037	0.060	0.036	0.0089	0.024
2#加标后测定值/mg	0.066	0.035	0.063	0.037	0.0093	0.026
3#加标后测定值/mg	0.067	0.039	0.064	0.033	0.0096	0.025
1#回收率	90%	95%	90%	105%	88%	90%
2#回收率	105%	85%	105%	110%	96%	110%
3#回收率	110%	105%	110%	90%	102%	100%
平均回收率	101.7%	95.0%	101.7%	101.7%	95.3%	100.0%
是否合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格

## 2 电镀用硫酸铜用 ICP 测定重金属元素

按《电镀用硫酸铜》HG/3592-2020 中“5.6.2 电感耦合等离子体发射光谱法”的规定，对样品进行预处理，具体步骤为：称取约 1 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，上机测试。

精密度、回收率数据分别见表 3、表 4。

表 3

测定元素	测定数据/ (mg/L)																
	铜	钴	镍	锰	钛	铬	锑	锌	钼	铅	银	铋	镉	汞	锡	钒	砷
检出限 mg/kg	0.3	0.2	0.3	0.05	0.3	0.2	2	0.2	0.9	0.9	0.06	5	0.09	0.5	2	0.2	2
波长 nm	327.395	238.892	231.604	257.610	336.122	267.716	206.834	206.200	202.032	220.353	328.068	222.821	214.439	184.887	189.927	292.401	188.980
1	/	0.522	2.646	0.077	0.807	1.471	3.523	未检出									
2	/	0.809	2.919	0.068	0.822	1.428	3.160										
3	/	0.642	2.487	0.071	0.831	1.340	3.368										
4	/	0.644	2.822	0.075	0.816	1.381	2.862										
5	/	0.541	2.525	0.064	0.782	1.412	3.687										
6	/	0.523	2.952	0.074	0.804	1.460	3.281										
7	/	0.502	3.071	0.053	0.798	1.387	/										
8	/	0.591	2.972	0.064	0.807	1.377	/										
9	/	0.529	2.852	0.065	0.815	1.376	4.536										
10	/	0.567	2.529	0.065	0.766	1.393	/										
11	/	0.599	2.922	0.065	0.875	1.388	4.072										
平均值 $\bar{x}$	/	0.588	2.791	0.067	0.811	1.401	3.561										
标准偏差 S	/	0.084	0.197	0.006	0.027	0.037	0.499										
相对标准偏差 RSD	/	14%	7%	10%	3%	3%	14%										

注：（1）根据样品实际情况没有的元素，填上未检出；

（2）表中符号“/”表示未进行检测；

（3）表中相对标准偏差数据为原始样品 11 次平行测定统计结果，其中锌、钼、铅、银、铋、镉、汞、锡、钒、砷在样品中本身不存在或含量极低，导致未检出，精密度数据在下面平行加标试验中也进行了统计。

表 4

测定元素	钴	镍	锰	钛	铬	锑	锌	钼	铅	银	铋 i	镉	汞	锡	钒	砷
1#	10.60	12.69	10.55	10.30	11.65	12.56	10.60	7.994	11.81	10.40	ND	11.55	5.950	11.85	9.407	9.920
2#	10.70	12.63	10.45	10.50	11.49	12.98	10.07	8.683	9.688	10.40	ND	10.40	6.560	11.31	9.338	10.05
3#	10.60	12.49	10.38	10.70	11.43	13.00	10.23	9.046	11.64	10.50	ND	10.42	6.320	11.42	9.520	12.59
3 次加标试验 RSD	0.4%	0.6%	0.7%	1.6%	0.8%	1.6%	2.1%	5.1%	8.7%	0.5%	NA	5.0%	4.0%	2.0%	0.8%	11.3%
样品溶液取样量 /mL	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
待测元素标准溶 液浓度/ (mg/L)	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
加标体积/mL	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1.2	2	2	2
加标量/mg	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.010	0.006	0.010	0.010	0.010
加标前测定值 /mg	0.00059	0.00279	0.00007	0.00081	0.00140	0.00356	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
1#加标后测定值 /mg	0.01066	0.01276	0.01061	0.01036	0.01171	0.01263	0.01066	0.00804	0.01188	0.01046	ND	0.01162	0.00598	0.01192	0.00946	0.00998
2#加标后测定值 /mg	0.01072	0.01265	0.01048	0.01052	0.01152	0.01301	0.01010	0.00870	0.00971	0.01042	ND	0.01043	0.00658	0.01134	0.00936	0.01007
3#加标后测定值 /mg/	0.01062	0.01251	0.01039	0.01072	0.01145	0.01302	0.01025	0.00906	0.01166	0.01052	ND	0.01043	0.00633	0.01144	0.00954	0.01261
1#回收率 (%)	100.7%	99.6%	105.4%	95.5%	103.1%	90.7%	106.6%	80.4%	118.8%	104.6%	NA	116.2%	99.7%	119.2%	94.6%	99.8%
2#回收率 (%)	101.4%	98.6%	104.1%	97.1%	101.2%	94.4%	101.0%	87.0%	97.1%	104.2%	NA	104.3%	109.6%	113.4%	93.6%	100.7%
3#回收率 (%)	100.3%	97.2%	103.3%	99.1%	100.4%	94.5%	102.5%	90.6%	116.6%	105.2%	NA	104.3%	105.5%	114.4%	95.4%	126.1%
平均回收率 (%)	100.8%	98.5%	104.3%	97.2%	101.6%	93.2%	103.3%	86.0%	110.8%	104.7%	NA	108.3%	104.9%	115.6%	94.5%	108.8%
是否合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	NA	合格	合格	合格	合格	合格

注：由于需要兼顾大多数元素，在使用购买的同一浓度混标对试样进行加标试验时其中 Bi 元素因灵敏度稍低而未检出，统计时以符号“NA”计，符号“ND”表示未检出。



3 工业碳酸钴用 ICP 测定重金属元素

称取约 1 g 工业碳酸钴试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水润湿，加入 3 mL 硝酸溶液（1+1），加热使其溶解，冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上，推荐波长见表 4，测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，根据各待测元素的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量。

精密度、回收率分别见表 5、表 6。

表 5

测定元素		测定数据/（mg/L）				
		铅	镉	铬	砷	锌、铜、锰、银、镍、钼、钴、钛、铋、汞、钒、锑、锡
波长 nm		220.353	214.439	267.716	188.980	
平行测定	1	2.0	2.2	2.1	1.1	未检出
	2	2.1	2.1	1.9	0.9	
	3	2.2	1.8	2.0	0.9	
	4	1.9	1.8	2.2	1.0	
	5	2.0	2.1	2.3	1.2	
	6	1.8	2.0	2.2	1.1	
	7	2.2	2.0	2.0	0.9	
	8	2.1	1.9	1.9	1.1	
	9	2.2	1.8	1.9	1.2	
	10	1.9	2.2	2.1	1.1	
	11	2.0	2.3	2.0	0.9	
平均值 $\bar{x}$		2.036	2.018	2.0545	1.036	
标准偏差 S		0.13618	0.1779	0.1368	0.1206	
相对标准偏差 RSD		6.687%	8.813%	6.661%	11.637%	

表 6

测定元素	铅			镉			铬			砷		
	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
加标前测定值/mg	0.20			0.21			0.21			0.11		
加标量/mg	0.5	1.0	2.0	0.5	1.0	2.0	0.5	1.0	2.0	0.5	1.0	1.5
加标后测定值/mg	0.63	1.22	1.80	0.67	1.11	2.33	0.74	1.09	2.07	0.52	1.02	1.53
回收率	86%	102%	90%	92%	90%	106%	106%	88%	93%	82%	91%	94.7%
是否合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格	合格

4 硫酸钴、硫酸镍测定部分重金属元素的回收率实验

表 7

测定元素	硫酸钴				硫酸镍			
	加标前测定值/mg	加标量/mg	加标后测定值/mg	回收率/%	加标前测定值/mg	加标量/mg	加标后测定值/mg	回收率/%
Co	/	/	/	/	0.17	5	4.67	90.0
Ni	0.03	5	4.47	88.8	/	/	/	/
Cu	0.02	5	4.89	97.4	0	5	4.68	93.6

Mn	0	5	4.76	95.2	0	5	4.52	90.4
Ca	0.01	5	4.85	96.8	0	5	4.48	89.6
Cd	0	5	4.29	85.8	0	5	4.34	86.8
Cr	0	0.25	0.23	92.0	0	0.25	0.22	88.0
Fe	0.03	5	4.79	95.2	0	5	4.59	91.8
Zn	0	5	4.54	90.8	0	5	4.32	86.4
Pb	0	1	0.86	86.0	0	1	0.91	91.0
As	0.04	0.5	0.48	88.0	0	0.5	0.43	86.0

一般情况下，精密度 RSD 不大于 15 %、回收率在 80 %~120 %时，仪器测定痕量元素的方法可行。从表 1~表 7 的数据分析，精密度 RSD 均小于 15 %，回收率在 80 %~120 %范围，电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）测定无机化工产品中重金属含量的方法是可行的。

## （二）技术经济论证

无机化工产品中重金属测定通用方法：限量比色法和电感耦合等离子体发射光谱法是无机化工产品中重金属测定的常用方法，具有操作简单、试剂容易获得、灵敏度高、选择性好、结果准确可靠的优点。适合各级生产、流通、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生产企业和市场的需求，修订后增强了标准的适用性，可以更加科学地规范氯化钡行业的生产行为，引导和促进行业健康发展。本标准的实施对保障市场正常秩序，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、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

目前没有收集到相关国际和国外相关标准，因此本次修标在原国家标准《无机化工产品中重金属测定通用方法》（GB/T 23950—2009）的基础上，结合我国目前实际生产及用户的实际使用情况进行修订。

此次修订在原国家标准的基础上，根据国内实际检测检验情况进行修订，分析方法可操作性强，从分析结果更加稳定、精确、可靠。因此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。

## 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

本标准为推荐性国家标准。

## 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。建议尽快发布实施本标准。

#### 九、废止现行有关标准的建议

本标准为第一次修订，标准发布实施后，GB/T 23950—2009 即废止。

#### 十、其他应予说明的事项

无。

《无机化工产品中重金属测定通用方法》国家标准起草工作组

2023.06.08