



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23950—XXXX

代替 GB/T 23950—2009

## 无机化工产品中重金属测定通用方法

Inorganic chemicals for industrial use—General method for determination of heavy  
metals

（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  
国家标准化管理委员会 发布

## 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。

文件代替GB/T 23950—2009《无机化工产品中重金属测定通用方法》，与GB/T 23950—2009相比，除结构调整和边际性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改“范围”（见第1章，2009年版第1章）；
- b) 修改“一般规定”中“水”的规定（见第5章，2009年版第4章）
- c) 增加“样品处理”（见第6章）；
- d) 增加“增加电感耦合等离子体发射光谱法”（见6.2）。

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：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。

本文件主要起草人：

本文件于2009年首次发布，本次为第一次修订。

# 无机化工产品中重金属测定通用方法

## 1 范围

本文件规定了无机化工产品中重金属测定通用方法的安全提示、一般规定、样品处理、试验方法（限量比色法、电感耦合等离子体发射光谱法）。

本文件适用于无机化工产品中重金属含量的测定。

注：限量比色法检测范围为 0.2  $\mu\text{g/mL}$ ~2  $\mu\text{g/mL}$ 。

## 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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 30902—2014 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES)

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 1 部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 2 部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 安全提示

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。

## 5 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 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、试剂及制品，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

## 6 样品处理

按照GB/T 30902—2014中8.3规定的方法进行处理。

## 7 试验方法

### 7.1 限量比色法

#### 7.1.1 原理

无机化工产品中的重金属离子与负二价硫离子在弱酸介质中生成有色硫化物沉淀。重金属元素含量较低时，形成稳定的棕褐色悬浮液，可用于重金属的目视比色法测定。

#### 7.1.2 试剂或材料

7.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.1.2.2 氨水溶液：1+14。

7.1.2.3 乙酸盐缓冲溶液( $\text{pH} \approx 3.5$ )，称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 水溶解，加 45 mL 盐酸溶液(1+1)，再用稀盐酸或稀氨水调节  $\text{pH}$  值至 3.5，用水稀释至 100 mL。

7.1.2.4 饱和硫化氢水。

7.1.2.5 硫化钠溶液。

7.1.2.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.010 mg，移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅 (Pb) 标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。置于冰箱内保存，有效期一个月。

7.1.2.7 酚酞指示液 (10 g/L)。

#### 7.1.3 试验步骤

##### 7.1.3.1 试验溶液的配制

按照产品标准的规定称取试样，采用合适的样品处理方法，将处理后得到的试样溶液（如果试样溶液不澄清，对其进行过滤），全部转移至 50 mL 比色管中，用水稀释至 25 mL，加 1 滴酚酞指示液 (10 g/L)，再用盐酸溶液或氨水溶液调节  $\text{pH}$  至中性（酚酞的红色刚刚褪去），然后加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液 ( $\text{pH} \approx 3.5$ )，混匀，备用。

##### 7.1.3.2 标准比色溶液的配制

标准比色溶液是按照产品标准重金属的指标要求移取规定量的铅标准溶液和适量基体（如果试液中不含基体或基体的存在对测定无影响，则不必加），除不加试验溶液外，其余与试液同时同样处理。

##### 7.1.3.3 测定

向试验溶液和标准比色溶液的比色管中各加入 10 mL 新制备的饱和硫化氢水或 2 滴硫化钠溶液，加水至 50 mL 刻度，摇匀，放置 10 min。置于白色背景下，从上方及侧方观察。

试验溶液所呈颜色深于标准比色溶液，则不符合本文件相应产品标准规定的指标要求，否则符合要求。

## 7.2 电感耦合等离子体发射光谱法

### 7.2.1 原理

同GB/T 30902—2014中第5章。

### 7.2.2 试剂或材料

7.2.2.1 硝酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

7.2.2.2 铜、铅、锌、钴、镍、锰、铬、镉、铋、钒、砷混合标准溶液：1 mL 含铜、铅、锌、钴、镍、锰、铬、镉、铋、钒、砷各 0.1 mg，用移液管分别移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜（Cu）、铅（Pb）、锌（Zn）、钴（Co）、镍（Ni）、锰（Mn）、铬（Cr）、镉（Cd）、铋（Bi）、钒（V）、砷（As）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.2.2.3 钼、锑、钛、锡混合标准溶液：1 mL 含钼、锑、钛、锡各 0.1 mg，用移液管分别移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钼（Mo）、锑（Sb）、钛（Ti）、锡（Sn）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.2.2.4 银标准溶液：1 mL 含银 0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的银（Ag）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.2.2.5 汞标准溶液：1 mL 含汞 0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞（Hg）标准溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

仪器设备

### 7.2.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 7.2.4 试验步骤

根据仪器的要求优化仪器工作条件，开机预热稳定仪器。按照 GB/T 30902—2014 中 7.4.3.1 规定的方法进行测定。以每个标准溶液中待测元素的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线，根据测得的各待测元素的光谱强度，从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量浓度。

电感耦合等离子体发射光谱法待测元素测定的推荐波长及检出限见附录A，电感耦合等离子体发射光谱法测定待测元素的干扰和消除见附录B。

### 7.2.5 实验数据的处理

重金属含量以重金属的质量分数  $w$  计，单位为毫克每千克（ $\text{mg/kg}$ ），按公式（1）计算：

$$w = \frac{\sum_{i=1}^n \rho_i V}{m/f} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho_i$ ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，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（ $\text{mL}$ ）

$m$ ——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， $f=1$ 。

#### 7.2.6 精密度

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 15 %。

附 录 A

（资料性附录）

电感耦合等离子体发射光谱法待测元素测定的推荐波长及检出限

电感耦合等离子体发射光谱法测定待测元素的推荐波长和检出限见表A.1。

表A. 1

测定元素	波长(nm)	试验溶液检出限(mg/L)	检出限 (mg/kg)	测定元素	波长(nm)	试验溶液检出限(mg/L)	检出限 (mg/kg)
铜Cu	327.395	0.01	2	银Ag	328.068	0.009	1.8
	324.754	0.01	2		338.289	0.02	4
	224.7	0.03	6	砷As	188.980	0.02	4
锌Zn	213.857	0.006	1.2		193.696	0.1	20
	206.200	0.01	2	铋Bi	223.061	0.02	4
钴Co	238.892	0.005	1	镉Cd	214.439	0.003	0.6
	228.615	0.002	0.4		226.502	0.003	0.6
镍Ni	231.604	0.004	0.8		228.802	0.004	0.8
	221.648	0.02	4	铬Cr	267.716	0.001	0.2
	227.021	0.03	6		205.56	0.01	2
锰Mn	257.610	0.001	0.2		206.158	0.02	4
	293.931	0.02	4	汞Hg	184.887	0.08	16
钼Mo	202.032	0.002	0.4		194.164	0.03	6
	204.598	0.01	2	锡Sn	189.927	0.02	4
铅Pb	220.353	0.008	1.6		283.998	0.02	4
	283.305	0.08	16	钒V	292.401	0.01	2
钛Ti	334.941	0.005	1		311.837	0.002	0.4
	336.122	0.01	2	锑Sb	206.834	0.007	1.4

附 录 B

(资料性附录)

电感耦合等离子体发射光谱法测定待测元素的干扰和消除

B.1 光谱干扰

光谱干扰主要包括了连续背景和谱线重叠干扰。基体元素的干扰可以通过优化试验条件选择最佳工作参数消除干扰效应，待测元素在推荐波长下的主要光谱干扰见表 B.1。

表 B.1

测定元素	波长(nm)	干扰元素	测定元素	波长(nm)	干扰元素
银Ag	328.068	Zr	锰Mn	257.610	-
	338.289	Sb, Tb, Th		293.931	-
砷As	188.980	Cr	钼Mo	202.032	Os
	193.696	Ge,Sc		204.598	Ir
铋Bi	223.061	-	镍Ni	231.604	Co, Ta, Tl
镉Cd	214.439	-		221.648	Si
	226.502	Fe		227.021	W, Nb, Os
	228.802	Sc	铅Pb	220.353	-
钴Co	238.892	V		283.305	Fe,Au
	228.615	Ni	铋Sb	206.834	Cr
铬Cr	267.716	Pt		217.582	Nb
	205.56	Ni	锡Sn	189.927	-
	206.158	Bi		283.998	Cr, Mn
铜Cu	327.395	Co, Ta	钛Ti	334.941	Cr, Tb, U
	324.754	Mo		336.122	Sc, Ni
	224.7	Ni, Fe, Ge	钒V	292.401	Ti
汞Hg	184.887	-		311.837	-
	194.164	V			
锌Zn	213.857	Cu, Ni, Fe			
	206.200	Ta			

- 注：校正元素间干扰的方法有如下几种，可根据实际情况进行选择：
- a) 化学富集分离的方法效果明显并可提高元素的检出能力，但操作手续繁冗且易引入试剂空白；
  - b) 基体匹配法（配制与待测样品基体成分相似的标准溶液）对于测定基体成分固定的样品，是理想的消除干扰的办法，但存在高纯度试剂难于解决的问题，在实际分析中，标准溶液的配制工作十分繁琐；
  - c) 常用的方法是背景扣除法，根据试验，确定扣除背景的位置及方式；



d) 干扰系数法, 当存在单元素干扰时, 配制一系列已知干扰元素含量的溶液, 在分析元素波长的位置测定干扰元素和待测元素的含量, 求出干扰系数, 然后进行人工扣除或计算机自动扣除。干扰系数按公式 (B.1) 计算:

$$K_i = \frac{Q' - Q}{Q_i} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$Q'$ ——干扰元素和待测元素的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$Q$ ——待测元素的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$Q_i$ ——干扰元素的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg)。

## B.2 非光谱干扰

非光谱干扰主要包括了化学干扰、电离干扰、物理干扰以及去溶剂干扰等。物理干扰一般由样品的粘滞程度及表面张力变化而致, 当样品中含有大量可溶盐或酸度过高, 都会对测定产生干扰, 消除此类干扰的方法是将样品稀释。对非光谱干扰的校正可采用内标法, 它可有效抑制基体干扰。内标法是在标准工作溶液与样品测试溶液中定量加入内标元素, 通过测得溶液中待测元素强度与加入的内标元素强度的比值与标准工作溶液对应的浓度绘制校正工作曲线对样品进行定量。