

修订《精制硫酸钴》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《关于下达 2020 年推荐性国家标准项目计划（修订）的通知》（国标委发[2020]6 号）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在 2020 年～2021 年完成 GB/T 26523—2011《精制硫酸钴》（计划编号：20200897-T-606）国家标准的修订工作。主要起草单位有：中海油天津化工研究设计院有限公司等。

2、标准化对象简要情况

钴是一种重要的战略资源，是生产耐热合金、防腐合金、磁性合金和各种钴盐的重要原料。其用途几乎涉及了人类生产生活的方方面面，广泛应用于锂电池、催化剂、陶瓷颜料、药物、航天航空等领域，有“工业味精”和“工业牙齿”的美誉。近年来，随着中国经济的快速发展，各行各业对钴资源的需求程度越来越高。

从钴源使用角度来看，目前市场上的钴产品主要有四氧化三钴、硫酸钴、氯化钴和氢氧化钴等，其中四氧化三钴用量最大、用途最广，特别是近年来随着全球电子工业的发展变得越来越重要。而作为生产四氧化三钴原料之一的硫酸钴，需求量也逐渐增大，市售产品有固体和溶液两种规格，且溶液产品的增势更猛。硫酸钴除用于生产四氧化三钴外，还用于制造动力电池材料、电镀、钴颜料、陶瓷、搪瓷、釉彩、催化剂、泡沫稳定剂、催干剂等。

从行业需求角度来看，锂离子电池已经成熟应用于 3C 电子产品以及电动工具、电动自行车等小型动力锂电池市场，也是新能源电动汽车、储能、通信等新兴领域用动力、储能电池很好的选择。随着锂离子电池材料在技术上的开发和进步，以电动汽车为主的电动交通工具市场及通信储能市场对锂离子电池的需求不断加大。而正极材料是锂离子电池的重要组成部分，对锂离子电池的性能影响很大，其成本占锂离子电池成本的 30%-40%，直接决定锂离子电池成本的高低。目前，三元材料（镍钴锰酸锂和镍钴铝酸锂）已成熟应用于锂离子电池正极材料，市场的需求加速了三元材料的发展，促进了三元材料产量大幅度增加。

本次修订对一些产品指标进行了调整，使整个指标的设置更加合理实用，该分析方法用经典、国家标准中所规定的常用的分析方法，可操作性强，从而使测定结果更加稳定、精确，可靠。适合工厂分析要求。综上所述，本标准达到国内先进水平。

（二）主要工作过程

1、起草阶段（2020.7～2021.5）

1.1 起草工作组

中海油天津化工研究设计院有限公司等。

1.2 分工情况

天津院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、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。

其他单位主要负责提供试验方案、征集试验样品、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。

1.3 调查研究过程

起草单位接到上级部门下达的修订 GB/T 26523—2011《精制硫酸钴》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、使用单位发函，进行调查并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。2020 年 7 月 31 日，由中海油天津化工研究设计院有限公司组织了工作方案的腾讯音频会议，会上生产单位就各自的产能、生产工艺、产品质量和用户使用情况进行了介绍。与会代表就此标准的名称、用途、指标项目和指标参数、分析方法及检验规则、包装、贮存、运输等内容进行了深入、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。

1.4 验证过程

起草工作组针对会议上提出更改适用范围并增加分类、修改金属离子指标值和试验方法、删除 pH 指标参数及分析方法、增加了钠含量指标值及检验方法，并进行试验验证。累积试验数据见附表。

1.5 工作组讨论稿

根据前期调查情况，起草单位于 2020 年 7 月 31 日召开标准工作方案会前提出工作组讨论稿。

2、标准征求意见阶段（2021.3~2021.5）

2.1 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及编制说明。于 XX 年 XX 月向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电子文件征求意见稿及编制说明，并在网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

2.2 意见的反馈与处理

发送征求意见稿的单位数 XX 个，收到征求意见稿后回函单位数 XX 个，收到征求意见稿后回函并有建议或意见的单位数 XX 个，没有回函的单位数 XX 个。对收到的意见全部处理，详见意见汇总处理表。

3、标准审查阶段（2021.07）

无机化工分技术委员会于 XX 年 XX 月 XX 日至 XX 月 XX 日在 XX 召开了 XX 年标准审查会。无机化工分技术委员会共有委员 XX 人，参加会议委员 XX 人，审查上述标准的送审稿及编制说明，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。

4、报批阶段（2021.09）

无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送审稿及编制说明进行了委员电子投票，投票创建时间为 2020 年 XX 月 XX 日，投票结束时间为 2020 年 XX 月 XX 日，无机化工分技术委员会共有委员 XX 人，XX 人同意上报，通过率为 XX%。根据委员意见对送审稿进行修改，提出标准草案报批稿、编制说明及其附件，并于 XXXX 年 XX 月 XX 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

精制硫酸钴产品在无机化工标准体系中的位置：

体系类目名称：无机盐制造-金属硫化物及硫酸盐；

体系类目编号：01-063-01-02-01-03-02；

体系编号：01-063-01-02-01-03-02-004。

（三）确定国家标准修订主要内容的论据

目前没有收集到精制硫酸钴国外相关标准，只收集到《工业硫酸钴》化工行业标准。因此本次修标在原国家标准 GB/T 26523—2011《精制硫酸钴》的基础上，结合我国目前实际生产及用户的实际使用情况以及此次修标过程中验证数据情况进行修订。

1、适用范围的确定

本文件适用于精制硫酸钴。该产品主要用于电池、电子工业、化学工业、电镀工业、化学试剂等其他行业。

2、分类

精制硫酸钴按照产品用途分为 I 类和 II 类。I 类：电池、电子工业用；II 类：化学工业、电镀工业、化学试剂等其他行业用。

3、指标项目及参数的确定

本次修标在保持原国家标准的基础上，结合我国目前实际生产及用户的实际使用情况进行修订。修订内容为：①由于客户需求不同，产品杂质含量的不同对下游产品的影响也有所区别，所以将 I 类产品分成优等品和一等品。②客户对该项指标无要求，所以删除 pH 指标值和分析方法。③增加了杂质金属离子钠（Na）的指标值及分析方。具体指标要求见表 1，新旧标准指标参数对比表详见附表 1，各生产单位近两年的质量月报详见附表 3。

表 1

项 目	I类		II类
	优等品	一等品	
钴（Co）w% ≥	20.5	20.0	20.0
镍（Ni）w% ≤	0.0020	0.0150	0.02
锌（Zn）w% ≤	0.0010	0.0020	0.0050
铜（Cu）w% ≤	0.0010	0.0020	0.0050
镉（Cd）w% ≤	0.0010	0.0020	0.0050
锰（Mn）w% ≤	0.0020	0.0050	0.0050
钙（Ca）w% ≤	0.0020	0.0050	0.0050
镁（Mg）w% ≤	0.0020	0.0050	0.01
铁（Fe）w% ≤	0.0010	0.0020	0.005
铬（Cr）w% ≤	0.0010	0.0020	0.0050
铅（Pb）w% ≤	0.0010	0.0020	0.0050
钠（Na）w% ≤	0.0050	0.0100	0.0100
砷（As）w% ≤	0.0010	0.0050	
汞（Hg）w% ≤	0.0010	0.0050	0.0050
水不溶物 w% ≤	0.0050	0.0100	—
氯化物（Cl ⁻ ）w% ≤	0.0050	0.0100	—
油份 ≤	0.0010	0.0015	0.0020

4、检测方法

本次修订主含量采用电位滴定法（仲裁法）和络合滴定法并列。除铅、砷、汞含量外其他杂质金属离子镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁、铬、钠均采用电感耦合等离子体发射光谱法。新旧标准试验方法对比表详见附表 2。

4.1 钴含量的测定方法

方法一：在氨性溶液中，用铁氰化钾将Co(II)氧化为Co（III），过量的铁氰化钾以Co（II）标准滴定溶液用自动电位滴定仪滴定至突跃终点，此法为仲裁法。验证数据见表1。

方法二：在酸性溶液中，试验溶液中加入盐酸羟胺将铁还原掩蔽，钴和硫氰酸根生成硫氰酸钴[Co(SCN)₄]²⁻络合物，在丙酮存在下，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液与钴生成络合物，到达终点时，蓝色消失。

表 1 电位滴定法测定钴含量实测数据和方法精密度试验数据

样品 编号	八平行测定结果/%								平均值	标准偏 差	相对标准 偏差/%
	1	2	3	4	5	6	7	8			
1	20.57	20.57	20.54	20.58	20.6	20.59	20.58	20.57	20.58	0.018	0.086
2	20.56	20.57	20.57	20.6	20.61	20.61	20.58	20.59	20.59	0.019	0.093

表 2 EDTA 法和电位滴定法测定钴含量对比数据

样品 编号	EDTA 法					电位滴定法				
	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平均值	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平均值
1	20.61	20.59	20.62	20.61	20.61	20.57	20.58	20.6	20.59	20.59
2	20.67	20.62	20.63	20.64	20.64	20.57	20.57	20.56	20.58	20.57
3	20.7	20.72	20.69	20.68	20.70	20.62	20.62	20.63	20.64	20.63
4	20.61	20.6	20.63	20.6	20.61	20.51	20.52	20.53	20.52	20.52
5	20.78	20.75	20.76	20.78	20.77	20.73	20.69	20.7	20.71	20.71
6	20.68	20.66	20.67	20.66	20.67	20.61	20.57	20.58	20.59	20.59
7	20.74	20.7	20.73	20.71	20.72	20.62	20.66	20.64	20.61	20.63
8	20.65	20.64	20.64	20.63	20.64	20.58	20.56	20.56	20.59	20.57

从表2中实测数据可以看出，电位滴定法和EDTA络合滴定法的平行性在允许误差范围内，被国内相关其单位普遍采用，测定终点灵敏，结果的平行性、准确性都很好，本次标准修订采用电位滴定法（仲裁法）和络合滴定法并列。

4.2 杂质金属离子的测定

(1) 镍、锌、铜、镉、锰、钙、镁、铁、铬、钠含量的测定

原国家标准均采用原子吸收分光光度法，本次修订经各企业讨论后修改为电感耦合等离子体发射光谱法。即在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。电感耦合等离子体发射光谱仪测定痕量元素，具有快速、准确、简便的特点，多被行业内生产企业、检测机构采用。验证数据及累计数据见附表 4、5、6、7、8、9。

(2) 铅含量的测定——原子吸收法

原标准用水溶解试样，在原子吸收分光光度计上，用波长 283.3nm 线，以空气-乙炔火焰，采用标准加入法测定。本次修订维持原方法不变。

(3) 砷含量的测定——砷斑法

在酸性溶液中，用碘化钾和氯化亚锡将 As（V）还原为 As（III）。加锌粒与酸作用，产生新生态氢，使 As（III）进一步还原为砷化氢。砷化氢气体与溴化汞试纸作用时，产生棕黄色的汞砷化物，可用于

砷的目视比色法测定。本次修订维持原方法不变。

(4) 汞含量的测定

方法一：样品溶解在酸性溶液中所含的汞化合物成离子状态存在，加入还原剂还原成原子态（元素汞蒸汽）。通过气流带出汞，进入石英管内，在波长为 253.7nm 处测定汞，在一定浓度范围其吸收值与汞含量成正比，在工作曲线上查得汞含量。

方法二：硝酸溶解试样，在酸性溶液中，以氯化亚锡将二价汞离子还原为汞原子，用高纯氩气导入原子荧光吸收池。用原子荧光仪，以高强度汞空心阴极灯为光源，将仪器调至最佳工作条件状态，以汞质量为横坐标，荧光值为纵坐标，绘制工作曲线测定荧光值。

本次修订维持原标准方法即冷原子吸收法和原子荧光法并列。冷原子吸收法为仲裁法。累计数据见附表 10、11。

4.3 其它杂质物质含量的测定

(1) 水不溶物含量的测定——重量法

本次修标对于水不溶物含量的测定，维持原标准方法即采用重量法，即 10 g 试样溶于 200 mL 水中，经过滤、洗涤后，在 105 °C±2 °C 烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水不溶物的含量。此法科学、经典、准确、可靠，多被行业内相关单位采用。此次修订继续维持原标准方法。

(2) 油分

由于生产过程中使用各种溶解油作为萃取剂，在最终产品中残留部分油分，本标准修改为采用四氯乙烯采用萃取后利采用红外光度法测定油份含量。该法具有快速、准确、简便的特点，多被行业内生产企业、检测机构采用。此次修订继续维持原标准方法。

(3) 氯化物的测定——目视比浊法

试样加水后加热煮沸对氯离子进行浸取，冷却后试液过滤于 100 mL 容量瓶中，水洗漏斗及不溶物后，以水定容，移取适量滤液于比色管中，加入硝酸银溶液使成氯化银悬浊液，利用比浊法测定氯化物的含量。此次修订继续维持原标准方法。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

1、对重要性能指标的分析

本标准在 2011 版标准的基础上，结合目前实际生产和使用情况，做出了如下修改：① 按照产品用途分为 I 类和 II 类。I 类：电池、电子工业用；II 类：化学工业、电镀工业、化学试剂等其他行业用。② 删除 pH 指标值和分析方法。③ 增加了杂质金属离子钠（Na）的指标值及分析方。修改的内容经生产企业验证，符合实际生产情况。标准制定过程中收集的累积数据（见附表）与本次修订标准的指标要求相符合。

2、技术经济论证

全国硫酸钴的产量在 20 万吨左右，精制硫酸钴占比应该在 40%，需求量在 8 万吨左右。2017-2019 年，中国硫酸钴出口量从 5322 吨增长到 1.35 万吨，年均增速达到 62.6%。近年来，作为动力电池原材料的硫酸钴出口量持续高增长，反映出海外市场硫酸钴材料行业维持高增长趋势，同时也表明我国硫酸钴技术水平和产品质量的不断提高。我国出口硫酸钴日韩合计占比高达 87.8%。修订标准后，能够进一步规范国内精制硫酸钴的市场，特别是指导生产企业更加关注产品应用性能，为提高产品品质，提升国际竞争力，扩大出口量都有积极的作用。

3、预期达到的经济效果

2019 年全球硫酸钴市场规模达到了 56 亿元，预计 2026 年将达到 60 亿元，年复合增长率(CAGR)

为 1.0%。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，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

目前没有收集到精制硫酸钴国外相关标准，只收集到部分生产单位的企业标准，因此本次修标在原国家标准的基础上，结合我国目前实际生产及用户的实际使用情况及此次修标过程中验证数据情况进行修订。

此次修订在原国家标准的基础上，根据国内实际生产和用户实际使用情况进行修订，等级划分及指标设置合理，分析方法均采用经典、常用的分析方法，可操作性强，从而使结果更加稳定、精确、可靠。综上所述，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

本标准作为推荐性国家标准。

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

无。

十、其他应予说明的事项

无。

附表 1

国内外标准指标参数对比表

项目名称	2011 版		本次修订		
	优等品	一等品	I类		II类
			优等品	一等品	
钴 (Co) $w\%$ \geq	20.5	20.0	20.5	20.0	20.0
镍 (Ni) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0020	0.0150	0.02
锌 (Zn) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.002	0.005
铜 (Cu) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.002	0.005
铅 (Pb) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.0020	0.005
镉 (Cd) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.0020	0.005
锰 (Mn) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0020	0.005	0.005
钙 (Ca) $w\%$ \leq	0.005	0.05	0.0020	0.0050	0.0050
镁 (Mg) $w\%$ \leq	0.02	0.05	0.0020	0.0050	0.01
铁 (Fe) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.0020	0.005
铬 (Cr) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.0020	0.005
汞 (Hg) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.0050	0.005
水不溶物 $w\%$ \leq	0.005	0.01	0.0050	0.0100	—
氯化物 (Cl ⁻) $w\%$ \leq	0.005	0.01	0.0050	0.0100	—
砷 (As) $w\%$ \leq	0.001	0.005	0.0010	0.0050	0.0050
pH	4.5-6.5		—		
油分 \leq	0.0005	0.001	0.0010	0.0015	0.0020
钠 (Na) $w\%$ \leq	—	—	0.0050	0.0100	0.0100

附表 2

国内外试验方法对比表

项目	2011 版		方案会确定
钴	络合滴定法		电位滴定法（仲裁法）、络合滴定法
镍	原子吸收法	—	电感耦合等离子体发射光谱法
锌		—	
铜		—	
镉		—	
铅		—	原子吸收法
锰		—	电感耦合等离子体发射光谱法
铁	原子吸收法	邻菲罗啉分光光度法 （仲裁法）	
镁		—	
钙		—	
铬	分光光度法		
汞	冷原子吸收法（仲裁法） 原子荧光法		冷原子吸收法 原子荧光法（仲裁法）
水不溶物	重量法		重量法
氯化物	目视比浊法		目视比浊法
砷	砷斑法		砷斑法
pH 值	pH 计		—
油分	萃取-红外分光光度法 萃取剂：四氯化碳		萃取-红外分光光度法 萃取剂：四氯乙烯
磁性异物	—		磁性吸附-电感耦合等离子体发射光谱法
钠	—		电感耦合等离子体发射光谱法

附表 3

生产企业质量月报

日期	Co	Fe	Cu	Cl ⁻	Ni	Pb	Zn	Cd	Ca	Mg	Mn	Na	水不溶物
优等	≥20.5	≤0.002	≤0.002	≤0.05	≤0.005	≤0.002	≤0.005		≤0.02	≤0.02	≤0.005		0.02
一等	≥20.0	≤0.005	≤0.005	≤0.1	≤0.01	≤0.005	≤0.01		≤0.05	≤0.05	≤0.02		0.02
	21.07	0.0015	0.0015	0.043	0.0043	0.001	0.001	0.0018	0.018	0.001	0.0044	0.001	0.01
	21.13	0.001	0.0011	0.03	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.0018	0.001	0.0024	0.012
	21.22	0.001	0.0016	0.018	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.0011	0.001	0.0096	0.01
	21.02	0.001	0.0015	0.015	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.0011	0.001	0.001	0.01
	20.31	0.001	0.001	0.066	0.001	0.001	0.001	0.001	0.0016	0.058	0.001	0.015	
	20.27	0.001	0.001	0.028	0.0011	0.001	0.001	0.001	0.0024	0.0053	0.001	0.053	0.01
	20.51	0.001	0.001	0.018	0.0012	0.001	0.001	0.001	0.0029	0.0049	0.001	0.049	0.01
	20.37	0.001	0.001	0.0095	0.0011	0.0011	0.001	0.001	0.0013	0.0033	0.001	0.045	0.01
	20.36	0.001	0.001	0.035	0.0015	0.001	0.001	0.001	0.0054	0.003	0.001	0.044	0.01
	20.45	0.001	0.001	0.013	0.001	0.001	0.001	0.001	0.0013	0.0031	0.001		0.01
	20.52	0.001	0.001	0.013	0.0014	0.001	0.001		0.0012	0.0035	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.013	0.002	0.001	0.001		0.0019	0.0045	0.001		0.01
	20.47	0.001	0.001	0.024	0.0016	0.0017	0.001		0.0011	0.0063	0.001		0.01
	20.5	0.001	0.001	0.014	0.0015	0.001	0.001		0.0015	0.032	0.001		0.01
	20.44	0.001	0.001	0.012	0.0015	0.001	0.001		0.0026	0.032	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.038	0.0022	0.001	0.001		0.0014	0.021	0.001		0.01
	20.59	0.001	0.001	0.025	0.0015	0.001	0.001		0.0019	0.03	0.001		0.01
	20.5	0.001	0.001	0.014	0.0031	0.001	0.001		0.0017	0.036	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.013	0.0014	0.001	0.001		0.0034	0.028	0.001		0.01
	20.38	0.001	0.001	0.013	0.0015	0.001	0.001		0.0013	0.025	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.0021	0.001	0.001	0.001		0.001	0.011	0.001		0.01
	20.49	0.001	0.001	0.0024	0.0021	0.001	0.001		0.0012	0.017	0.001		0.01
	20.2	0.001	0.001	0.0069	0.001	0.001	0.001		0.001	0.011	0.001		0.01
	20.54	0.001	0.001	0.013	0.0013	0.001	0.001		0.0011	0.0092	0.001		0.01

	20.53	0.001	0.001	0.01	0.0016	0.001	0.001		0.001	0.0096	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.0046	0.0014	0.001	0.001		0.001	0.013	0.001		0.01
	20.24	0.001	0.001	0.012	0.0013	0.001	0.001		0.0014	0.019	0.001		0.01
	20.25	0.001	0.001	0.0038	0.0016	0.001	0.001		0.0021	0.01	0.001		0.01
	20.47	0.001	0.0024	0.003	0.0011	0.001	0.001		0.0024	0.0073	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.0088	0.0013	0.001	0.001		0.0024	0.0066	0.001		0.01
	20.37	0.001	0.0016	0.0063	0.0012	0.001	0.001		0.0015	0.007	0.001		0.01
	20.47	0.001	0.0016	0.0048	0.0082	0.001	0.001		0.0027	0.017	0.001		0.01
	20.49	0.001	0.001	0.006	0.0012	0.001	0.001		0.0025	0.019	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.0073	0.001	0.001	0.001		0.0023	0.0049	0.001		0.01
	20.47	0.001	0.001	0.0047	0.0041	0.001	0.001		0.0022	0.014	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.017	0.0011	0.001	0.001		0.0023	0.0089	0.001		0.01
	20.42	0.001	0.001	0.019	0.0024	0.001	0.001		0.002	0.0097	0.001		0.01
	20.39	0.001	0.001	0.017	0.0027	0.001	0.001		0.0017	0.01	0.001		0.01
	20.78	0.0023	0.001	0.023	0.0035	0.001	0.001		0.0045	0.028	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.014	0.0012	0.001	0.001		0.0017	0.0089	0.001		0.01
	20.34	0.001	0.001	0.029	0.0015	0.001	0.001		0.0035	0.01	0.001		0.01
	20.29	0.001	0.001	0.028	0.0051	0.0011	0.001		0.0038	0.01	0.001		0.01
	20.39	0.001	0.0013	0.0061	0.0048	0.001	0.001		0.0078	0.013	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.0024	0.0081	0.001	0.0012	0.001		0.0085	0.02	0.001		0.01
	20.38	0.0015	0.0028	0.0063	0.0023	0.0011	0.001		0.0088	0.019	0.001		0.01
	20.01	0.001	0.0016	0.0016	0.001	0.001	0.001		0.0048	0.021	0.001		0.01
	20.3	0.001	0.0016	0.023	0.0011	0.0012	0.001		0.0037	0.016	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.0021	0.025	0.0017	0.0012	0.001		0.0036	0.023	0.001		0.01
	20.13	0.001	0.0018	0.025	0.0019	0.0022	0.001		0.0031	0.017	0.001		0.01
	20.1	0.001	0.0013	0.024	0.0019	0.0018	0.001		0.0029	0.017	0.001		0.01
	20.21	0.001	0.0025	0.041	0.012	0.0015	0.001		0.0078	0.023	0.001		0.01
	20.33	0.001	0.0021	0.035	0.0088	0.0015	0.001		0.0067	0.024	0.001		0.0067
	20.36	0.001	0.0021	0.019	0.0081	0.0016	0.001		0.011	0.023	0.001		0.01
	20.4	0.001	0.0024	0.024	0.0036	0.0013	0.001		0.01	0.018	0.001		0.01

	20.55	0.001	0.0025	0.016	0.0045	0.0014	0.001		0.007	0.017	0.001		0.01
	20.36	0.001	0.001	0.0068	0.0052	0.0016	0.001		0.013	0.015	0.001		0.01
	20.34	0.001	0.0025	0.027	0.0043	0.0016	0.001		0.012	0.017	0.001		0.01
	20.3	0.001	0.0031	0.032	0.0044	0.0013	0.001		0.02	0.019	0.001		0.01
	20.3	0.001	0.001	0.012	0.0033	0.0013	0.001		0.0078	0.0075	0.001		0.01
	20.34	0.001	0.0012	0.041	0.0061	0.0012	0.001		0.023	0.017	0.001		0.01
	20.4	0.001	0.001	0.022	0.0021	0.0012	0.001		0.012	0.018	0.001		0.01
	20.4	0.001	0.001	0.013	0.0013	0.0016	0.001		0.0054	0.0068	0.001		0.01
	20.39	0.001	0.001	0.01	0.0015	0.001	0.001		0.0047	0.011	0.001		0.01
	20.34	0.001	0.0011	0.034	0.0034	0.001	0.001		0.032	0.017	0.001		0.01
	20.32	0.001	0.0016	0.022	0.0015	0.001	0.001		0.0054	0.012	0.001		0.01
	20.27	0.001	0.001	0.015	0.0013	0.001	0.001		0.0048	0.011	0.001		0.01
	20.34	0.001	0.0017	0.037	0.0035	0.001	0.001		0.037	0.015	0.001		0.01
	20.3	0.001	0.0012	0.034	0.0029	0.001	0.001		0.027	0.012	0.001		0.01
	20.18	0.001	0.0014	0.017	0.0025	0.001	0.001		0.033	0.013	0.001		0.01
	20.53	0.001	0.001	0.011	0.002	0.001	0.001		0.013	0.0097	0.001		0.01
	20.34	0.001	0.001	0.02	0.0011	0.001	0.001		0.0058	0.011	0.001		0.01
	20.42	0.001	0.001	0.029	0.0031	0.001	0.001		0.011	0.017	0.001		0.01
	20.38	0.0018	0.0022	0.026	0.0075	0.001	0.001		0.004	0.0068	0.001		0.01
	20.39	0.0018	0.0021	0.023	0.0047	0.001	0.001		0.0031	0.0054	0.001		0.01
	20.38	0.0028	0.0025	0.033	0.0088	0.001	0.001		0.017	0.0075	0.001		0.01
	20.25	0.001	0.001	0.013	0.0037	0.0021	0.001		0.018	0.004	0.001		0.01
	20.34	0.0018	0.0011	0.028	0.012	0.0012	0.001		0.012	0.0088	0.001		0.01
	20.38	0.001	0.001	0.0085	0.002	0.001	0.001		0.022	0.0029	0.001		0.01
	20.39	0.0013	0.001	0.017	0.0072	0.001	0.001		0.0072	0.0042	0.001		0.01
	20.04	0.0025	0.0011	0.032	0.0086	0.001	0.0011		0.023	0.0067	0.001		0.01
	20.39	0.0019	0.0013	0.03	0.0073	0.0011	0.0013		0.011	0.006	0.001		0.01
	20.38	0.0021	0.001	0.026	0.0049	0.001	0.001		0.019	0.0055	0.001		0.01

表 4 生产企业累积数据

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）标准曲线法的标准曲线线性

元素	1	2	3	4	5	线性方程	线性相关系数（R ² ）
镍	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=5.7484e-005C+0.0028029$	0.9999
锌	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=3.2374e-005C+0.0013363$	0.99999
铜	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=1.0821e-005C-0.019634$	0.9999
铅	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$Abs=0.014608C+0.00012851$	1.0000
镉	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=9.4366e-006C-0.018035$	0.9999
锰	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=8.3217e-006C-0.01937$	0.9999
铁	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=4.7683e-005C-0.037702$	0.9999
镁	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=1.4236e-005C+0.0026452$	0.9999
钙	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=1.0891e-007C-0.012765$	0.9999
铬	0.0mg/L	0.2mg/L	0.5mg/L	1.0mg/L	3.0mg/L	$I=4.6187e-005C-0.023616$	0.9999

附表 5 生产企业累积数据

电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP) 测定杂质离子含量实测数据和方法精密度试验数据

项目		八平行测定结果(mg/kg)								平均值 (mg/kg)	算术平均差 d	标准差 S
		1	2	3	4	5	6	7	8			
镍	ICP 标准曲线法	0.0001	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	9.52753E-06	1.24415E-05
锌	ICP 标准曲线法	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	1.63999E-06	2.08549E-06
铜	ICP 标准曲线法	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	2.65521E-06	3.71867E-06
铅	ICP 标准曲线法	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	2.37407E-06	3.25011E-06
镉	ICP 标准曲线法	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	1.56189E-06	1.85933E-06
锰	ICP 标准曲线法	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	6.24756E-07	1.33579E-06
铁	ICP 标准曲线法	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	0.0002	3.12378E-06	3.95131E-06
镁	ICP 标准曲线法	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003	3.74854E-06	4.81624E-06
钙	ICP 标准曲线法	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	1.4057E-06	1.76708E-06
铬	ICP 标准曲线法	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	1.87427E-06	2.31365E-06

附表 6

ICP 测定杂质离子含量的加入回收试验

项目		加入量（微克）			回收率	
		0	30	60	30 的回收率	60 的回收率
镍	ICP 标准曲线法	54	83	115	96.67	101.67
锌	ICP 标准曲线法	3	34	63	103.33	100.00
铜	ICP 标准曲线法	16	47	73	103.33	95.00
铅	ICP 标准曲线法	7.8	38.2	65.6	101.33	96.33
镉	ICP 标准曲线法	38	67	98	96.67	100.00
锰	ICP 标准曲线法	23	52	84	96.67	101.67
铁	ICP 标准曲线法	72	104	134.2	106.67	103.67
镁	ICP 标准曲线法	106	138	168	106.67	103.33
钙	ICP 标准曲线法	56	84	116.5	93.33	100.83
铬	ICP 标准曲线法	12.3	43	74.1	102.33	103.00
钠	ICP 标准曲线法	185	214	247	96.67	103.33

附表 7

电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP) 标准曲线法的标准曲线线性

元素	编号	1	2	3	4	5	线性方程	线性相关系数 (R^2)
镍	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9998
锌	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9999
铜	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9998
铅	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	5	10	/	0.9999
镉	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9999
锰	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9999
铁	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9999
镁	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9996
钙	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	10	50	/	0.9999
铬	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.25	0.5	1	2.5	/	0.9997
砷	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	1	2	5	/	0.9995
硅	浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.5	2.5	5.0	10	/	0.9991

附表8 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP）测定杂质离子含量实测数据和方法精密度试验数据

项目		八平行测定结果(mg/kg)								平均值 (mg/kg)	标准差 S
		1	2	3	4	5	6	7	8		
镍	ICP 标准 曲线法	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	4.6×10^{-5}
锌	ICP 标准 曲线法	0.0001	0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	3.5×10^{-5}
铜	ICP 标准 曲线法	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0
铅	ICP 标准 曲线法	0.0001	0.0001	0	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0	0.00008	4.6×10^{-5}
镉	ICP 标准 曲线法	0.0001	0	0.0001	0.0001	0.0001	0	0	0.0001	0.00006	5.2×10^{-5}
锰	ICP 标准 曲线法	0	0.0001	0.0001	0.0001	0	0	0.0001	0.0001	0.00006	5.3×10^{-5}
铁	ICP 标准 曲线法	0.0012	0.0011	0.0010	0.0014	0.0015	0.0011	0.0012	0.0012	0.0012	0.00016
镁	ICP 标准 曲线法	0.0004	0.0005	0.0003	0.0005	0.0002	0.0003	0.0005	0.0004	0.0004	0.00011
钙	ICP 标准 曲线法	0.0001	0.0002	0.0002	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0002	0.0001	5.2×10^{-5}
铬	ICP 标准 曲线法	0.0001	0	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0.0001	0	0.00008	4.6×10^{-5}
砷	ICP 标准 曲线法	0.0001	0.0001	0.0001	0	0	0.0001	0.0001	0.0001	0.00008	4.6×10^{-5}
硅	ICP 标准 曲线法	0	0	0.0001	-0.0001	0	0.0001	-0.0001	0	0	7.6×10^{-5}

附表 9

ICP 测定杂质离子含量的加入回收试验

项目		加入量（微克）			回收率	
		0	30	60	30 的回收率	60 的回收率
镍	ICP 标准加入法	0.03	26.67	55.53	88.8	92.5
锌	ICP 标准加入法	0.01	27.04	54.43	90.1	90.7
铜	ICP 标准加入法	0.01	29.26	58.33	97.5	97.2
铅	ICP 标准加入法	0	25.65	51.66	85.5	86.1
镉	ICP 标准加入法	0	24.75	51.00	82.5	85.0
锰	ICP 标准加入法	0	28.56	58.56	95.2	97.6
铁	ICP 标准加入法	0.03	29.07	57.15	96.8	95.2
镁	ICP 标准加入法	0.04	28.24	57.94	94.0	96.5
钙	ICP 标准加入法	0.01	29.05	58.93	96.8	98.2
铬	ICP 标准加入法	0	27.66	57.24	92.2	95.4
砷	ICP 标准加入法	0.03	26.52	52.59	88.6	87.6
硅	ICP 标准加入法	0	26.79	53.34	89.3	88.9

附表 10

冷原子吸收法和原子荧光法测定汞含量的标准曲线线性

汞元素	编号	1	2	3	4	5	线性方程	线性相关系数 (R^2)
冷原子吸收法	浓度 ()							
原子荧光法	浓度 ($\mu\text{g/kg}$)	0.1	0.2	0.4	0.8	1.0	$IF=1426.3309C+25.1484$	0.9995

附表 11

冷原子吸收法和原子荧光法测定汞含量实测数据和方法精密度试验数据

项目	八平行测定结果($\mu\text{g/kg}$)								平均值 ($\mu\text{g/kg}$)	算术平均 差 d	标准差 S
	1	2	3	4	5	6	7	8			
冷原子吸收法											
原子荧光法	0.98	0.59	0.86	1.92	1.96	0.76	0.87	1.34	1.16	/	0.53