

修订《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》 GBT30903-XXXX 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

根据国家标准化管理委员会文件“国标委发[2024]32号《国家标准化管理委员会关于下达2024年第五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2025年完成对《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》（GB/T 30903—2014）国家标准的修订工作，项目计划编号为：20242318-T-606。本标准由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

主要起草单位为：湖北兴发化工集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、格林美股份有限公司、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

电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）是一种高灵敏度的多元素分析仪器，能够快速、精准地检测样品中的痕量和超痕量元素，广泛用于无机化工产品中杂质痕量元素的测定。准确检测无机化工产品中的杂质元素，确保产品符合质量标准；进行元素定量分析，准确测定原材料中各种元素的含量，为生产过程中的配方调整和质量控制提供依据；在无机化工生产过程中，ICP-MS可实时监测反应体系中元素的变化，帮助企业了解反应进程，优化反应条件；进行微量元素检测，准确测定对人体健康或环境有害的微量元素，保障产品的安全性。

② 现状

《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》（GB/T 30903—2014）已实施多年，标准中的部分内容需要更新、更正、补充，如：术语和定义、试剂或材料、仪器设备、试验步骤及资料性附录等。修订该标准可完善标准内容，增强标准的时效性和广泛适用性，是无机化工行业所需，符合国家“支持修订、整合现有国家标准，持续提升标准技术水平”的要求。先进的仪器检测方法标准的修订符合行业的进步发展，达到与时俱进的目的，标准修订的意愿十分迫切。

③ 目的意义

《2023年国家标准立项指南》中提出“强化国家标准有效供给。统筹发展和安全，加快建设协调统一的强制性国家标准，强化推荐性标准与强制性标准的协调配套，筑牢保障人民健康和生命财产安全、生态环境安全等安全底线。支持修订、整合现有国家标准，持续提升标准技术水平”的总体要求。2014年首次发布的国标《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》（GB/T 30903

—2014) 成为 ICP-MS 法测定无机化工产品中杂质元素的指导性文件, 为无机化工产品杂质元素的准确性定量分析提供了有利的技术支持。鉴于现阶段标准的规范性要求, 发布近十年的这项标准的一些内容需要修改和补充, 以适应新时代无机化工行业的新要求。《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)》(GB/T 30903—2014) 已实施多年, 标准中的部分内容需要更新、更正、补充, 如: 术语和定义、试剂或材料、仪器设备、试验步骤及资料性附录等。修订该标准可完善标准内容, 增强标准的时效性和广泛适用性, 是无机化工行业所需, 符合国家“支持修订、整合现有国家标准, 持续提升标准技术水平”的要求。先进的仪器检测方法标准的修订符合行业的进步发展, 达到与时俱进的目的, 标准修订的意愿十分迫切。

④ 当前国际水平

《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)》(GB/T 30903—2014) 的修订, 结合国内无机化工产品中杂质元素的分析测试中实际情况进行, 对标准中的部分内容需要更新、更正、补充, 使标准符合行业发展现状, 标准方法先进、快捷、易操作, 结果准确、科学, 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(2025 年 1 月至 2025 年 5 月)

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: 湖北兴发化工集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、格林美股份有限公司、河南心连心化肥检测有限公司、多氟多新材料股份有限公司、湖北宜化磷化工有限公司、江西核工业兴中新材料有限公司、华融化学(成都)有限公司、浙江天石纳米科技股份有限公司、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及标准报批等工作。

其他单位人员: 主要负责电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS) 测定不同的无机化工产品中杂质元素含量的试验方法验证和数据处理统计、参加工作讨论会和审查会、对标准过程稿件提出修改意见等工作。

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 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)》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。

2025 年 3 月在天津召开标准制定工作方案会, 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：

——增加了“电感耦合等离子体质谱法”“辅助气”“载气”“接口”“质谱干扰”“同量异位素干扰”“多原子离子干扰”“记忆效应”“溶解态元素含量”及“待测元素总量”的术语和定义；

——更改了“四级杆质谱仪”“等离子体炬管”的术语和定义；

——“试剂”一章名称改为“试剂或材料”，删除了“王水（ $1\text{HNO}_3+3\text{HCl}$ ）”；

——更改了“仪器设备”一章内容；

——“分析步骤”一章名称改为“试验步骤”，补充增加“样品处理”“仪器开启和调谐”“仪器条件选择”“干扰的消除，包括：物理干扰、同量异位素干扰、多原子离子的干扰、双电荷离子的干扰、丰度灵敏度干扰、记忆效应干扰”；

——更改了“附录 A”名称，由“（规范性附录）石英亚沸蒸馏装置”改为“（资料性）亚沸蒸馏酸纯化装置”；

——更改了“附录 B”名称，由“（规范性附录）”改为“（资料性）检出限测定方法”，修改了“标准偏差 S”计算公式；

——增加了“附录 C（资料性）推荐的分析物质与内标物”“附录 D（资料性）ICP-MS 测定中常用的干扰校正方程”“附录 E（资料性）ICP-MS 测定中常见的多原子离子干扰”“参考文献”。

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质谱法(ICP-MS)测定无机化工产品中杂质元素含量的验证试验，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（2025 年 6 月至 2025 年 7 月）

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 2025 年 6 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）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 个，收到征求意见稿后回函单位数 个，收到征求意见稿后回函并有建议或意见的单位数 个，没有回函的单位数 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（2025 年 8 月）

4、标准审查阶段（2025 年 10 月）

5、标准报批阶段（2025 年 12 月）

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 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)在无机化工标准体系中的位置：

体系类目名称：无机化工原料制造业通用方法

体系编号：01-063-01-03-02-026

（三）确定国家标准修订主要内容的论据

1、目前收集到国内相关标准

- ①《电感耦合等离子体质谱法 第1部分：准则和定义》（DIN 51002-1-2004）；
- ②《铁矿石 砷、铬、镉、铅和汞含量的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》（GB/T 6730.72—2016）；
- ③《硝酸稀土植物生长调节剂化学分析方法 第1部分：砷、汞、铅、镉、铬量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（GB/T 12687.1—2010）；
- ④《化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则》（GB/T 23942—2009）；
- ⑤《玩具材料中可迁移元素锑、砷、钡、镉、铬、铅、汞、硒的测定 电感耦合等离子体质谱法》（GB/T 26193—2010）；
- ⑥《铅、镉、钒、磷等34种元素的测定—电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》（SL 394.2—2007）。

2、本次修标，结合行业内电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定无机化工产品杂质元素含量的实际情况，对《无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）》（GB/T 30903—2014）国家标准进行修订，本次修标主要修改内容如下：

- ①更改了“四级杆质谱仪”的术语和定义；
- ②增加了“电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)”“辅助气”“载气”“接口”“质谱干扰”“同量异位素干扰”“多原子离子干扰”“记忆效应”“溶解态元素含量”及“待测元素总量”的术语和定义；
- ③更改了“试剂”“分析步骤”的章名称及内容；
- ④更改了“仪器设备”一章内容；
- ⑤更改了“附录A、附录B”名称；
- ⑥增加了“附录C（资料性）待测元素测定的可选波长及检出限”、“附录D（资料性）待测元素的干扰和消除”、“附录E（资料性）ICP-MS测定中常见的多原子离子干扰以及“参考文献”。

3、修订后标准的主要内容

（1）警告

指出标准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。

（2）范围

标准给出了用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定无机化工产品中金属和非金属杂质元素的试剂或材料、仪器设备，描述了用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定无机化工产品中金属和非金属杂质元素的原理、试验步骤、精密度、回收率。

本标准适用于无机化工产品中含多种金属和非金属杂质元素的液体试样或去除基体后直接进样，用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）进行测定。

（3）术语和定义

更改了“四级杆质谱仪”的术语和定义，增加了“电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)”“辅助气”“载气”“冷却气”“接口”“质谱干扰”“同量异位素干扰”“多原子离子干扰”“记忆效应”“溶解态元素含量”及“待测元素总量”的术语和定义。

（4）原理

试样溶液由载气（氩气）引入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体中心区，在高温和惰性气氛中被去溶剂化、汽化解离和电离，转化成带正电荷的正离子，经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据质荷比进行分离，离子信号由电子倍增器接收，经放大后进行检测。根据元素质谱峰强度，对各元素进行定性或定量分析。

（5）试剂或材料

标准给出试剂或材料的相关规定，使用的试剂应选用优级纯试剂经纯化处理后的试剂，可用亚沸蒸馏酸纯化装置进行纯化处理，一般选用的无机酸有：硝酸（ HNO_3 ）、盐酸（ HCl ）、氢氟酸（ HF ）、高氯酸（ HClO_4 ）、硫酸（ H_2SO_4 ）；杂质标准溶液使用有证标准物质进行配制；水应满足电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m。

（6）仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪：由进样系统、冷却系统、真空系统、离子源、接口、离子透镜系统、质量分离器、检测器、控制与数据处理系统等组成，可靠配碰撞/反应池、联用设备等。

（7）试验步骤

给出样品处理（实验室设备要求、样品前处理方法、液体溶液要求）、仪器开启和调谐、仪器条件选择、干扰消除、试验（定性分析、半定量分析、定量分析）等内容。

（8）精密度

按照《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 6379.2的规定确定精密度。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。

（9）回收率

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

加标回收率一般控制在 80 % ~ 120 %。

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、ICP-MS 测定无机化工产品中杂质元素含量

1) 按照《高纯工业品 四氯化钛》HG/T 6329—2024 中 7.4 规定的方法用 ICP-MS 测定杂质元素含量，试验数据见表 1。

表 1 高纯工业品四氯化钛

元素	w/ (μg/kg)						平均值	标准偏差 SD/	相对标准偏差
	1	2	3	4	5	6	$\bar{w}/(\mu\text{g/kg})$	(μg/kg)	RSD/%
锂	8.5	9.3	8.2	9.0	8.8	9.1	8.82	0.41	4.65
钠	25.8	23.2	22.3	23.9	24.6	26.1	24.32	1.48	6.09
钾	28.3	25.3	24.1	26.2	25.0	23.9	25.47	1.02	4.00
镁	7.1	6.5	8.2	6.8	8.0	7.8	7.4	0.70	9.46
钙	18.1	17.2	19.5	19.2	19.0	19.3	18.72	0.89	4.75
铝	8.1	9.2	8.3	8.8	9.0	8.7	8.68	0.17	5.83
钒	26.8	28.2	25.9	26.9	25.4	28.1	26.88	1.13	4.20
铬	8.9	7.9	9.2	9.1	9.4	8.7	8.87	0.51	5.75
锰	8.7	9.7	8.3	8.8	8.5	8.2	8.7	0.54	6.21
铁	18.0	17.3	17.1	15.3	16.2	15.1	16.5	1.16	7.03
钴	8.7	9.2	9.0	8.8	8.2	9.2	8.85	0.38	4.29
镍	7.9	8.4	8.0	8.5	8.0	8.8	8.27	0.36	4.35
铜	20.2	18.8	19.2	21.3	18.8	19.9	19.7	0.97	4.92
锌	24.2	25.4	23.4	25.3	22.1	23.2	23.93	1.26	5.26
锆	9.2	8.0	8.8	8.6	8.3	8.2	8.52	0.44	5.16
钼	8.9	8.8	9.2	8.5	8.7	8.0	8.68	0.41	4.72
铅	8.5	8.3	8.8	8.9	9.2	8.5	8.7	0.33	3.79
银	8.7	9.2	8.5	8.2	8.8	9.0	8.73	0.36	4.12
锡	7.6	7.9	8.8	8.7	9.2	9.0	8.53	0.64	7.50
钨	8.6	8.9	8.4	8.8	9.2	8.2	8.68	0.36	4.15
钽	8.0	8.3	8.8	9.0	8.7	7.5	8.38	0.56	6.68
铀	8.8	8.5	9.1	8.3	9.7	8.9	8.88	0.49	5.52
硅	20.2	18.9	17.2	17.9	17.7	19.8	18.62	1.21	6.50
硼	8.8	8.6	9.2	8.3	9.0	8.9	8.8	0.33	3.75

2) ICP-MS 测定硫酸镍、硫酸锰中杂质元素含量，试验数据见表 2、表 3。

表 2 硫酸镍

元素	w/ (mg/kg)						平均值	标准偏差 SD/	相对标准偏差
	1	2	3	4	5	6	$\bar{w}/(\text{mg/kg})$	(mg/kg)	RSD/%
锌	7.04	7.04	6.99	6.99	6.99	6.99	7.00	0.03	0.40
铅	8.43	8.33	8.33	8.38	8.13	8.18	8.30	0.12	1.40
钴	1.95	1.90	1.90	1.90	1.95	1.95	1.92	0.03	1.40
锰	4.79	4.74	4.69	4.74	4.79	4.79	4.76	0.04	0.90

铁	0.60	0.55	0.60	0.55	0.55	0.55	0.57	0.03	4.60
镁	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	1.15	0.00	0.00
铜	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.00	0.00
钙	2.35	2.35	2.35	2.40	2.40	2.40	2.37	0.03	1.20
钠	86.74	86.54	86.84	86.74	86.88	87.03	86.79	0.17	0.20

表 3 硫酸锰

元素	$w/(\text{mg/kg})$						平均值 $\bar{w}/(\text{mg/kg})$	标准偏差 $SD/(\text{mg/kg})$	相对标准偏差 $RSD/\%$
	1	2	3	4	5	6			
锌	1.70	1.75	1.75	1.65	1.70	1.75	1.71	0.04	2.40
铅	22.25	22.35	22.25	22.30	22.35	22.40	22.32	0.06	0.30
镉	0.70	0.70	0.65	0.70	0.70	0.70	0.69	0.02	3.00
镍	17.91	17.81	17.81	17.71	17.76	17.81	17.80	0.07	0.40
钴	16.16	16.11	16.06	16.11	16.26	16.26	16.16	0.08	0.50
铬	29.28	29.78	29.78	29.13	29.28	29.88	29.52	0.33	1.10
铜	0.40	0.45	0.40	0.40	0.40	0.45	0.42	0.03	6.20
钛	0.30	0.30	0.35	0.30	0.35	0.35	0.32	0.03	8.60
钙	3.14	3.10	3.10	3.14	3.14	3.10	3.12	0.03	0.90
铝	1.56	1.50	1.55	1.55	1.50	1.50	1.52	0.03	1.90
钠	3.64	3.69	3.64	3.74	3.69	3.64	3.67	0.04	1.10

2、ICP-MS 测定无机化工产品中杂质元素含量精密度试验

1) 硫酸镍产品测定钴、硫酸锰产品测定锌的精密度验证数据分别列于表 4 和表 5。

表 4 硫酸镍-钴

平行样品编号		1#	2#	3#
测定值/ (mg/kg)	1	1.95	1.90	1.85
	2	1.90	1.85	1.90
	3	1.90	1.90	1.90
	4	1.90	1.85	1.90
	5	1.95	1.90	1.90
	6	1.90	1.90	1.90
	7	1.95	1.90	1.90
	8	1.95	1.90	1.90
	9	1.95	1.90	1.90
	10	1.95	1.85	1.90
	11	1.90	1.90	1.90
平均值 $\bar{w}/(\text{mg/kg})$		1.92	1.88	1.89
标准偏差 $SD/(\text{mg/kg})$		0.03	0.02	0.02
相对标准偏差 $RSD/\%$		1.4	1.2	0.8

表 5 硫酸锰-锌

平行样品编号		1#	2#	3#
测定值/ (mg/kg)	1	1.70	1.85	1.70
	2	1.75	1.85	1.75
	3	1.75	1.90	1.70
	4	1.65	1.75	1.75
	5	1.70	1.85	1.80
	6	1.75	1.85	1.75
	7	1.75	1.75	1.75
	8	1.75	1.80	1.75
	9	1.75	1.85	1.75
	10	1.75	1.85	1.75
	11	1.70	1.85	1.70
平均值 \bar{w} / (mg/kg)		1.72	1.83	1.74
标准偏差 SD / (mg/kg)		0.03	0.05	0.03
相对标准偏差 RSD / %		2.0	2.5	1.7

2) 碳酸钴产品测定部分杂质元素的精密度验证数据分别列于表 6、表 7。

表 6 碳酸钴—镍、钠、镁

平行样品编号		Ni	Na	Mg
测定值/ (mg/kg)	1	2.57	29.0	27.9
	2	2.56	28.8	26.9
	3	2.38	28.9	27.7
	4	2.46	29.9	27.4
	5	2.50	29.0	27.9
	6	2.57	28.9	27.7
	7	2.55	29.9	28.5
	8	2.71	30.0	27.9
	9	2.35	29.3	27.4
	10	2.36	29.7	27.7
	11	2.46	29.7	28.2
平均值 \bar{w} / (mg/kg)		2.50	29.4	27.7
标准偏差 SD / (mg/kg)		0.11	0.49	0.44
相对标准偏差 RSD / %		4.4	1.7	1.6

表 7 碳酸钴—铅、镉、铬、砷

测定元素	测定数据/ (mg/kg)
------	---------------

		Pb	Cd	Cr	As
平行测定	1	2.0	2.2	2.1	1.1
	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%

同一实验室室内重复性精密度在同一台仪器相同测定条件下，由同一人测定次数 11 次，确定室内标准偏差范围为 0.02mg/kg ~ 0.49mg/kg，室内重复性（RSD）范围为 0.8% ~ 4.4 %。

3、回收率试验

1）ICP-MS 测定电池用硫酸钴中镁、铜、锌含量的加标回收率试验数据见表 7。

表 7

测定元素	Mg			Cu			Zn		
	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
定容体积/mL	100			100			100		
加标前质量/μg	2.64			2.53			2.88		
加标量/μg	1.5	3.0	6.0	1.0	2.0	4.0	1.5	3.0	6.0
加标后质量/μg	4.15	5.92	8.84	3.51	4.35	6.62	4.44	6.02	9.19
加标回收率/%	100.7	109.3	103.3	98.0	91.0	102.2	104.0	104.7	105.2

2）ICP—MS 测定工业碳酸钴中铅、镉、铬、砷含量的加标回收率试验数据见表 8。

表 8

测定元素	Pb			Cd			Cr			As		
	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#	1#	2#	3#
定容体积/mL	100			100			100			100		
加标前质量/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
加标后质量/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
加标回收率/%	86	102	90	92	90	106	106	88	93	82	91	94.7

3）ICP—MS 测定硫酸钴、硫酸镍中部分重金属元素量的回收率试验数据见表 9。

表 9

测定元素	硫酸钴（定容体积 100mL）				硫酸镍（定容体积 100mL）			
	加标前质量/mg	加标量/mg	加标后质量/mg	加标回收率/%	加标前质量/mg	加标量/mg	加标后质量/mg	加标回收率/%
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

4）ICP—MS 测定电子工业级氢氧化钾中部分重金属元素量的回收率试验数据见表 10、表 11。

表 10

测定元素	定容体积/mL	加标前质量/μg	加标量/μg	加标后质量/μg	加标回收率/%
Fe	100	0.2292	1.000	1.0383	80.9
			2.000	2.2200	99.5
Ca		0.0401	1.000	1.0138	97.4
			2.000	2.2841	112.2
Mg		0.1991	1.000	1.0293	83.0
			2.000	2.3953	109.8
Al		0.2192	1.000	1.0342	81.5
			2.000	2.3291	105.5
Cr		0.0779	1.000	1.0238	94.6
			2.000	2.2795	110.1
Ni		0.183	1.000	1.0338	85.1
			2.000	2.2445	103.1
Co		0.0533	1.000	0.9799	92.7
			2.000	2.1483	104.8
Cu		0.2218	1.000	1.0284	80.7
			2.000	2.1532	96.6
Zn		0.1258	1.000	1.0671	94.1
			2.000	2.0095	94.2
Pb	0.0196	1.000	0.9310	91.1	
		2.000	1.9130	94.7	

Ti		0.0825	1.000	1.0246	94.2
			2.000	2.0270	97.2

表 11

测定元素	定容体积/mL	加标前质量/ μg	加标量/ μg	加标后质量/ μg	加标回收率/%
Fe	100	0.4275	10.00	10.2217	97.94
Ca		1.1874	10.00	10.7898	96.02
Mg		0.2202	10.00	10.1009	98.81
Al		0.1698	10.00	10.2485	100.79
Cr		0.1364	10.00	9.8644	97.28
Ni		0.0971	10.00	10.1441	100.47
Co		0.0438	10.00	9.9043	98.61
Cu		0.0426	10.00	9.9288	98.86
Zn		0.2872	10.00	11.2136	109.26
Pb		0.0443	10.00	10.3216	102.77
Ti		0.0504	10.00	10.8211	107.71

元素的加标回收率一般控制在80 % ~ 120 %范围内，本次验证加标回收率试验数据满足要求。

（二）技术经济论证

在无机化工产品杂质元素的测定中，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）具有十分广泛的应用前景，其具有仪器操作简便、灵敏度高、选择性好、试剂容易获得、检测结果科学、准确的优点，适合行业内相关单位使用。

（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无机化工行业分析测试的需求，使无机化工产品中杂质元素含量的测定方法更具行业广泛适用性，引入并推广科学先进仪器方法，推动行业技术进步，促进了行业检测方法升级，保障了无机化工产品中杂质元素含量测定结果科学性、准确性，标准修订并发布实施对保障行业正常秩序，促进社会经济发展，为消除贸易技术壁垒，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

本次修标，充分考虑电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）在无机化工产品中测定杂质元素含量的实际应用情况，以及仪器使用时效性和适用性，修改完善原标准中存在的问题与不足。修订后的标准，试验方法经典、可操作性强，具有广泛的适用性，测定结果稳定、准确、可靠。

综合分析，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。征求意见稿在网上公开征求意见，意见的处理情况见《标准征求意见稿意见汇总处理表》。

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

GB/T 30903—2014 为推荐性国家标准，本次标准修订后仍为推荐性国家标准。

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。

九、废止现行有关标准的建议

本次标准修订完成、标准发布后，建议实施日期“自发布之日 6 个月”，GB/T 3051—2000 即废止。

十、公平竞争审查说明

本标准在制修订过程中，积极邀请行业相关单位参与标准制修订工作，并在行业内广泛征求行业意见，保证标准的广泛参与度，不存在违反《公平竞争审查条例》规定的相关内容。

十一、其他应予说明的事项

本标准不涉及专利，无版权风险。

《无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 离子色谱法》国家标准起草工作组

2025.6.20