

钨化学分析方法
第 20 部分：痕量元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

编制说明
(讨论稿)

国标（北京）检验认证有限公司

2026 年 7 月

钨化学分析方法

第 20 部分：痕量元素含量的测定

电感耦合等离子体质谱法

编制说明

一、工作简况

1、任务来源

2026 年 4 月 28 日，国家标准委发布〔2026〕28 号 文件《国家标准委关于下达 2026 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》），其中 GB/T 4324《钨化学分析方法 第 20 部分：痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》标准修订由国标（北京）检验认证有限公司负责，项目计划号 20262446-T-610，项目周期 12 个月。

2、项目的目的和意义

钨是一种具有高熔点、高硬度、高密度等优良特性的金属，在工业制造、电子信息、国防军工等领域有着重要用途。钨粉是钨产业的“原料基石”，决定了下游制品的基础性能；钨条则是连接“粉末原料”与“终端产品”的关键纽带，是现代工业中不可或缺的关键材料。

碳化钨、氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵是重要的钨化合物。碳化钨具有超高硬度、高耐磨性、高熔点等特点，是制造“硬质合金”的核心原料。氧化钨是制备钨粉、钨酸盐及功能材料的关键中间品，还可用于电子与传感器、陶瓷、催化剂载体等。钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵是钨产业链的重要中间体，是连接“钨矿石”与“钨制品”的关键纽带。

在钨、碳化钨、氧化钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵相关的多项产品标准中杂质元素含量是划分产品牌号、等级的重要参数。准确测定杂质元素含量对于生产和贸易具有重要意义，建立健全各杂质元素化学分析方法标准有助于产品质量提升。多项产品标准中，杂质元素含量是划分产品牌号、等级的重要参数，各杂质元素化学分析方法的建立健全对产品质量提升具有重要意义。GB/T 4324-2012《钨化学分析方法》具有重要的应用价值。

根据《2024 年全国标准化工作要点》（国标委发〔2024〕13 号）和《国家标准化管理委员会关于开展 2024 年推荐性国家标准复审工作的通知》（国标委发〔2024〕47 号）相关要求，全国有色金属标准化技术委员会组织安排对 GB/T 4324-2012《钨化学分析方法》等国家标准进行复审。稀有分标委召开项目论证会，按照“整合现代仪器分析方法，各部分按仪器设备划分”的整合优化原则，对 GB/T 4324-2012《钨化学分析方法》（共 28 部分）进行整合修订。GB/T 4324.20-2012、GB/T 4324.21-2012 采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）测定钨及其化合物中的 V 和 Cr。按照整合思路，含量较高的 V 和 Cr 的测试需求合并到 GB/T 4324.7《钨化学分析方法 杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》；并针对痕量 V、Cr 的测试需求建立电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）分析方法，标准号调整为 GB/T 4324.20《钨化学分析方法 痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》。

ICP-MS 分析方法的建立能够满足钨粉、钨条、碳化钨、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵中 20 多种痕量元素的同时测定。通过本次修订 GB/T 4324《钨化学分析方法》涵盖的分析技术更加全面，大大扩展系列标准的应用范围，能够更好的配套产品标准，提升标准的适用性和规范性。

3、项目编制组单位及变化情况

编制组成员包括：国标（北京）检验认证有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、成都虹波实业股份有限公司、金川集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、湖北绿钨资源循环有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、有研亿金新材料有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、宁波江丰电子材料股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司等共 13 家单位。

4、主要参加单位和工作成员及其所做的工作

4.1 主要参加单位情况

国标（北京）检验认证有限公司是本标准的起草单位。在工作前期，对现阶段钨粉、钨条、碳化钨、氧化钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵的检测需求、检测现状进行了充分的调研，对标准修订内容进行了充分论证。修订任务启动后，积极联系生产单位、购置标准物质等完成公共样品的收集与筛选；完成 ICP-MS 方法研究报告、标准文本和编制说明的撰写；收集并完成数据统计等工作。

国合通用（青岛）测试评价有限公司、成都虹波实业股份有限公司、金川集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、上海有色金属工业技术监测中心等 5 家单位为方法一验。负责逐条验证《研究报告》的内容并给出结论；提出有效的修改意见推动标准修订工作进行；负责提供本试验室公共样品的原始测定数据；协助起草单位完成标准报批稿的校核工作。

湖北绿钨资源循环有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、有研亿金新材料有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、宁波江丰电子材料股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司等 7 家单位为方法二验。主要按照《研究报告》中的试验步骤完成公共样品的测定并提供原始测定数据，对于试验中发现的问题及时反馈给起草单位。

湖北绿钨资源循环有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司为本项目提供碳化钨、钨粉、氧化钨、仲钨酸铵等公共样品。

4.2 主要工作成员所负责的工作情况

本文件主要起草单位负责人及参与人员主要职责见表 1。

表 1 标准参与人员与主要职责

起草/参与单位	起草人	工作职责
		标准工作前期调研、申报、样品搜集；主要修订内容的确定；实验方案的确定及试验报告的撰写；各阶段标准文本和编制说明的编写；征求意见；标准会答辩；协助秘书处顺利完成标准的报批工作。
		承担一验的主要工作，包括对条件实验进行验证，提供精密度数据，协助修改标准文本、编制说明等。
		承担二验的主要工作，进行实验样品精密度试验并提供精密度数据，对标准文本、编制说明提出修改意见。

5、主要工作过程

5.1 起草阶段

(1) 申报与立项

2025 年 11 月 11 日，全国有色金属标准化技术委员会年会在浙江省杭州市召开。国标（北京）检验认证有限公司组织人员提出项目修订计划，并于稀有分标委会议进行项目答辩，经全体委员论证同意立项。2026 年 4 月 28 日，国标委〔2026〕28 号文件正式批复本项目，项目计划号 20262446-T-610。

(2) 任务落实

2026 年 4 月 22 日，稀有金属在重庆市召开工作会议，对本项目进行了任务落实。会议明确了项目的时间进度安排，确定国标（北京）检验认证有限公司为起草单位，宝国合通用（青岛）测试评价有限公司、成都虹波实业股份有限公司、金川集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司等为编制组成员。

(3) 试验研究

2026 年 7 月~8 月，起草单位进行了一系列条件实验，对样品溶解方法、元素种类、元素测定范围、样品溶解方法、元素质谱干扰情况、基体效应和选择的内标、方法检出限和测定下限等关键要素进行了确定。并按照新的实验方案对钨粉、碳化钨、氧化钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵等样品进行了精密度测试（进行中）。

计划 2026 年 8 月底，形成 GB/T 4324《钨化学分析方法 痕量元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（讨论稿）和《试验报告》，发送一验单位进行验证。

(4) 验证单位验证

计划 2026 年 9 月，一验完成条件试验验证，起草单位针对反馈意见完善修改；

计划 2026 年 10 月，验证单位完成精密度数据。

5.2 征求意见阶段

5.3 审查阶段

5.4 报批阶段

二、标准编制原则

本标准起草过程中遵循以下原则：

（一）规范性原则：本标准是根据 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的要求进行编写的；并按照 GB/T 6379.2-2004《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》进行数理统计分析。

（二）先进性：本次修订将钒和铬的 ICP-AES 测定方法变更为电感耦合等离子体质谱法，钨粉、钨条、碳化钨、氧化钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵中痕量杂质元素涉及镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锆、钼、镉、锡、锑、铪、钽、铅和铋等 23 种元素。该标准同时解决了 6 类重要的钨产品中杂质元素的同时测定，流程短、步骤简便、易于推广。

（三）适用性：本标准以满足相关产品标准及客户的检测需求为原则，易于推广应用。在

标准的制定中既有成都虹波实业股份有限公司、湖北绿钨资源循环有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司等国内著名生产企业的参与也有产品的使用单位及各检测机构的广泛参与。本分析方法标准适用于钨产品清单 15 项。标准的技术内容符合我国当前的检测实际，对生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

（四）合规性：充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容的确定依据

本标准虽为修订项目，代替 GB/T 4324.20—2012、GB/T 4324.21—2012，但其技术内容与原 ICP-AES 测定钒和铬完全不同，因此需要对 ICP-MS 测定钨及其化合物中痕量杂质元素的主要内容需要重新确认。

1、标准范围

本标准涉及的钨产品清单共计 15 项，钨板、钨粉、钨条等纯钨产品 7 项，碳化钨 4 项，氧化钨、钨酸、仲钨酸铵、偏钨酸铵各 1 项，具体为：

GB/T 3875-2017《钨板》（修订中）、GB/T 26023-2010《抗射线用高精度钨板》；GB/T 3458-2026《钨粉》；GB/T 26726-2019《超细钨粉》；GB/T 3459-2022《钨条》；GB/T 4187-2017《钨条和钨杆》；YS/T 659-2024《钨及钨合金加工产品牌号和化学成分》；GB/T 4295-2019《碳化钨粉》；GB/T 26725-2023《超细碳化钨粉》；GB/T 2967-2017《铸造碳化钨粉》；GB/T 26055-2022《再生碳化钨粉》；GB/T 3457-2013《氧化钨》；GB/T 10116-2007《仲钨酸铵》（修订中）；GB/T 26033-2010《偏钨酸铵》；YS/T 692-2009《钨酸》。

本项目主要满足上述产品清单中化学成分痕量杂质元素的测定，经编制组汇总整理，明确测定元素种类为镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、镓、砷、锆、钼、镉、锡、铋、铅、铊、铋和铋共23种，测定范围与GB/T 14666-2013《分析化学术语》中痕量分析保持一致0.0001%~0.010%。

2、样品溶解方法

GB/T 4324.20—2012、GB/T 4324.21—2012 采用过氧化氢+氨水溶解样品，盐酸析出钨酸分离基体，紫钨和粗碳化钨则 750℃ 完全氧化后再称样溶解。GB/T 4324 其余部分还有采用过氧化氢+氢氧化钠溶液、硫酸+硫酸铵等方法溶解样品。试料分解步骤较长，不同钨产品、不同元素的溶解方法差异较大。

ICP-MS 进行痕量分析优先选择硝酸、氢氟酸等无机酸进行样品分析，因此本次修订拟采用硝酸+氢氟酸溶解样品，必要时辅助微波消解技术。

通过条件试验确认硝酸和氢氟酸的最佳用量。

3、推荐同位素

优先选择无同位素干扰、丰度高的元素进行测定。Fe、Ca 属于常见质谱干扰，在碰撞/反应模式下测定，不再赘述。其它元素不受钨基体质谱干扰推荐的同位素质量数见表 2。

表 2 各元素推荐的同位素质量数及内标元素

元素	同位素质量数	内标元素	元素	同位素质量数	内标元素
Mg	24	Sc / Cs	As	75	Sc / Cs
Al	27	Sc / Cs	Zr	90	Sc / Cs

元素	同位素质量数	内标元素	元素	同位素质量数	内标元素
Ca	40 / 44	Sc / Cs	Mo	95	Sc / Cs
Ti	47	Sc / Cs	Cd	111	Sc / Cs
V	51	Sc / Cs	Sn	118	Sc / Cs
Cr	52 / 53	Sc / Cs	Sb	121	Sc / Cs
Mn	55	Sc / Cs	Hf	178	Cs / Tl
Fe	56	Sc / Cs	Ta	181	Cs / Tl
Co	59	Sc / Cs	Pb	208	Cs / Tl
Ni	60	Sc / Cs	Bi	209	Cs / Tl
Cu	63	Sc / Cs	Sc（内标）	45	—
Zn	66	Sc / Cs	Cs（内标）	133	—
Ga	69 / 71	Sc / Cs	Tl（内标）	205	—
注：Ca、Fe 在碰撞/反应模式下测定。					

4、基体效应与内标元素

本标准研究对象钨粉、钨条、碳化钨、氧化钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵溶解后，分析试液为钨基体，通过条件试验考察不同钨基体浓度对测定元素信号强度的影响。并通过Sc、Cs、Tl混合内标校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

5、方法检出限和测定下限

对 11 份全流程空白溶液进行测定，计算标准偏差，以 3 倍标准偏差对应浓度计算检出限，以 10 倍标准偏差对应浓度计算方法测定下限。

6、精密度数据的确定

湖北绿钨资源循环有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司为本项目提供碳化钨、钨粉、氧化钨（黄钨、蓝钨、紫钨）、仲钨酸铵等公共样品。起草单位自行购置氧化钨标准样品、钨酸、偏钨酸铵样品。经过筛选，选择 XX 个样品（具体为：钨粉 XX 个、碳化钨 XX 个、氧化钨 XX 个、仲钨酸铵 XX 个）用于精密度数据测定。各参与单位按照实验方法，对公共样品中各杂质元素独立测定 7 次。

计算实验室内的重复性标准偏差和结果平均值，并通过柯克伦检验和格拉布斯检验剔除离群值，然后通过精密度数据计算，得到重复性限和再现性限。

四、标准中涉及的专利情况

本文件不涉及专利问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

- （一）项目的必要性
- （二）项目的可行性
- （三）标准预期的作用和效益

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查询，本文件与国外现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。本标准未采用（包括等同采用、修改采用及非等效采用）国际标准或国外先进标准。

6.2 与国际标准及国外同类标准水平的对比

未检索到相关的国外标准或国际标准。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

修订后标准为 GB/T 4324《钨化学分析方法》的第 20 部分，可与其余部分配套使用。领域内没有强制性国家标准。本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无重大分歧。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议本标准为推荐性国家标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本标准采用电感耦合等离子体质谱仪测定钨粉、钨条、碳化钨、氧化钨、仲钨酸铵、偏钨酸铵中镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍等痕量杂质元素。该设备目前在各高校院所、企事业单位均具有较高的市场占有率。建议向从事钨产品生产、研发、销售、检测的相关企业和单位积极宣贯本标准的内容。标准使用单位需对标准变更内容进行重点确认，标准使用过程中出现疑问，标准的起草单位有义务进行必要的解释，可通过网络会议、讲座等形式进行标准内容的讲解。建议发布即实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准代替 GB/T 4324.20-2012、GB/T 4324.21-2012，新版标准颁布实施后 GB/T 4324.20-2012、GB/T 4324.21-2012 即废止。

十二、其他应予说明的事项

无。

《钨化学分析方法 第 20 部分》编制组
2026 年 7 月