ICS 77.120.99
CCS H 14

中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.26—202X
代替 GB/T 4325.26—2013

钼化学分析方法
第26部分：痕量元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—
Part 26: Determination of trace elements content—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

（预审稿）

202X-XX-XX 发布　　202X-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。

本文件是GB/T 4325《钼化学分析方法》的第26部分。GB/T 4325已经发布了以下部分：

——第1部分：铅、铋、锡、锑、砷含量的测定　原子荧光光谱法；

——第2部分：镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠和钾含量的测定　火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：铁量的测定　邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法；

——第8部分：钴量的测定　钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；

——第9部分：镍量的测定　丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：铜量的测定　火焰原子吸收光谱法；

——第11部分：铝量的测定　铬天青S分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第12部分：杂质元素含量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第17部分：钛量的测定　二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第18部分：钒量的测定　钽试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第19部分：铬量的测定　二苯基碳酰二肼分光光度法；

——第21部分：碳量和硫量的测定　高频燃烧红外吸收法；

——第22部分：磷量的测定　钼蓝分光光度法；

——第23部分：氧量和氮量的测定　惰气熔融红外吸收法-热导法；

——第25部分：氢量的测定　惰气熔融红外吸收法/热导法；

——第26部分：痕量元素含量的测定　电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替GB/T 4325.26－2013，与GB/T 4325.26－2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）更改了方法适用的样品种类，由“高纯钼粉、氧化钼、钼酸铵”改为“钼、三氧化钼、钼酸铵”（见第1章，GB/T 4325.26－2013的第1章）

b）更改了方法范围，增加了钠、钛、银含量的测定，镁、铝、钙、钒、铁、钴、镍、钨的测定范围由“0.0001%～0.0050%”改为“0.0001%～0.010%”（见第1章，GB/T 4325.26－2013的第1章）；

c）增加了规范性引用文件（见第2章）；

d）增加了术语和定义（见第3章）；

e）更改了内标元素，由“铯内标溶液”更改为“钪、铑、铥混合内标溶液”（见5.33，GB/T 4325.26－2013的3.25）；

f）更改了试料的溶解方法（见8.4，GB/T 4325.26－2013的6.4）；

g）更改了精密度，将允许差更改为再现性（见第10章，GB/T 4325.26－2013的第8章）。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、金堆城钼业股份有限公司、成都虹波实业股份有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、昆明冶金研究院有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、大冶有色设计研究院有限公司、上海有色金属工业技术监测中心有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、有研亿金新材料有限公司、宁波江丰电子材料股份有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 4325.26，2013 年首次发布；

——本次为第一次修订。

引　言

钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵等钼产品广泛应用于冶金、电气、化工、航空航天等制造领域，是重要基础原材料。GB/T 4325《钼化学分析方法》采用光度法、光谱法、质谱法等方法测定钼产品中化学成分，对于划分产品牌号、等级具有重要意义，自颁布实施以来，有力保障了钼行业生产管控与国内外贸易有序开展。GB/T 4325旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的方法标准，结合标准体系优化工作的要求，整合后拟由16部分构成：

——第 1 部分：铅、铋、锡、锑、砷含量的测定　原子荧光光谱法；

——第 2 部分：镉、钴、镍、铜、钙、镁、锰、钠和钾含量的测定　火焰原子吸收光谱法；

——第 7 部分：铁量的测定　邻二氮杂菲分光光度法；

——第 8 部分：钴量的测定　钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法；

——第 9 部分：镍量的测定　丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法；

——第 10 部分：杂质元素含量的测定　直流电弧原子发射光谱法；

——第 11 部分：铝量的测定　铬天青 S 分光光度法；

——第 12 部分：杂质元素含量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 17 部分：钛量的测定　二安替比林甲烷分光光度法；

——第 18 部分：钒量的测定　钽试剂分光光度法；

——第 19 部分：铬量的测定　二苯基碳酰二肼分光光度法；

——第 21 部分：碳量和硫量的测定　高频燃烧红外吸收法；

——第 22 部分：磷量的测定　钼蓝分光光度法；

——第 23 部分：氧量和氮量的测定　惰气熔融红外吸收法-热导法；

——第 25 部分：氢量的测定　惰气熔融红外吸收法/热导法；

——第 26 部分：痕量元素含量的测定　电感耦合等离子体质谱法。

本文件是系列方法的第26部分，旨在描述采用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定钼、三氧化钼、钼酸铵中铝、镁、钙、钒、铬等痕量杂质元素的方法。ICP-MS具有多元素同时测定，灵敏度高，线性范围宽等优点。本次修订在GB/T 4325.26—2013的基础上增加了测定元素的种类，并扩展了部分元素的定量分析范围，能够更好地满足钼粉、钼条、三氧化钼、钼酸铵等产品的检测需求。本文件完善了钼产品全产业链检测体系，对提高钼产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

钼化学分析方法
第26部分：痕量元素含量的测定
电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本文件规定了钼、三氧化钼、钼酸铵中钠、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、锑、钨、铅和铋含量的测定方法。

本文件适用于钼粉、钼加工产品（钼条、钼靶材等）、三氧化钼、钼酸铵中钠、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、锑、钨、铅和铋含量的测定。测定范围见表1。

表 1 元素测定范围

元素	质量分数 %
As、Ag、Sn、Sb、Pb、Bi	0.00005～0.0050
Na、Cr、Mn、Cu、Zn、Cd	0.0001～0.0050
Mg、Al、Ca、Ti、V、Fe、Co、Ni、W	0.0001～0.010

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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料以氢氟酸-硝酸混酸或过氧化氢分解，在酸性介质中，于电感耦合等离子体质谱仪上直接测定，按工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯及以上的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，一级。

5.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.3 过氧化氢（ρ=1.1 g/mL）。

5.4 氢氟酸（ρ=1.13 g/mL）。

5.5 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.6 硝酸（1+1）。

5.7 钠标准贮存溶液：称取2.5421 g经400 ℃～450 ℃灼烧到无爆裂声的氯化钠（优级纯）于500 mL烧杯中，加200 mL水溶解。移入1000 mL容量瓶中用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钠。也可采用市售有证标准溶液。

5.8 镁标准贮存溶液：称取1.0000 g镁（w_{Mg}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镁。也可采用市售有证标准溶液。

5.9 铝标准贮存溶液：称取0.5000 g铝（w_{Al}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL盐酸（5.5），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铝。也可采用市售有证标准溶液。

5.10 钙标准贮存溶液：称取2.4972 g碳酸钙（基准试剂，预先在105℃～110℃烘干1 h，置于干燥器中冷却）于250 mL烧杯中，加入20 mL水润湿，缓慢滴加40 mL硝酸（5.6），加热溶解，煮沸，取下冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钙。也可采用市售有证标准溶液。

5.11 钛标准贮存溶液：称取0.5000 g钛（w_{Ti}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入5 mL氢氟酸（5.4）和5 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，补加25 mL硝酸（5.2），移入500 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钛。也可采用市售有证标准溶液。

5.12 钒标准贮存溶液：称取0.5000 g钒（w_{V}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入30 mL硝酸（5.2），加热溶解，溶液呈黄色（若呈绿色的低价钒溶液，则继续加入硝酸加热至高价的黄色溶液），冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钒。也可采用市售有证标准溶液。

5.13 铬标准贮存溶液：称取3.7349 g铬酸钾（w_{K2CrO4}≥99.99%，预先在105℃烘干1 h）于150 mL烧杯中，加入20 mL水溶解，加入10 mL硝酸（5.2），移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铬。也可采用市售有证标准溶液。

5.14 锰标准贮存溶液：称取0.5000 g锰（w_{Mn}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锰。也可采用市售有证标准溶液。

5.15 铁标准贮存溶液：称取0.5000 g铁（w_{Fe}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铁。也可采用市售有证标准溶液。

5.16 钴标准贮存溶液：称取0.5000 g钴（w_{Co}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1 mg钴。也可采用市售有证标准溶液。

5.17 镍标准贮存溶液：称取0.5000 g镍（w_{Ni}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镍。也可采用市售有证标准溶液。

5.18 铜标准贮存溶液：称取0.5000 g铜（w_{Cu}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铜。也可采用市售有证标准溶液。

5.19 锌标准贮存溶液：称取0.5000 g锌（w_{Zn}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锌。也可采用市售有证标准溶液。

5.20 砷标准贮存溶液：称取0.5000 g砷（w_{As}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg砷。也可采用市售有证标准溶液。

5.21 银标准贮存溶液：称取0.5000 g银（w_{Ag}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。也可采用市售有证标准溶液。

5.22 镉标准贮存溶液：称取0.5000 g镉（w_{Cd}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg镉。也可采用市售有证标准溶液。

5.23 锡标准贮存溶液：称取0.5000 g锡（w_{Sn}≥99.99%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入20 mL硝酸（5.6）和5 mL氢氟酸（5.4），加热溶解，冷却，移入500 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锡。也可采用市售有证标准溶液。

5.24 锑标准贮存溶液：称取0.5000 g锑（w_{Sb}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入25 mL硝酸（5.2）和3 g酒石酸，加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锑。也可采用市售有证标准溶液。

5.25 钨标准贮存溶液：称取0.5000 g钨（w_{W}≥99.99%）于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL氢氟酸（5.4），加入5 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入500 mL塑料容量瓶中，补加10 mL氢氟酸（5.4）和5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钨。也可采用市售有证标准溶液。

5.26 铅标准贮存溶液：称取0.5000 g铅（w_{Pb}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL水和25 mL硝酸（5.2），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铅。也可采用市售有证标准溶液。

5.27 铋标准贮存溶液：称取0.5000 g铋（w_{Bi}≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入500 mL容量瓶中，补加25 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铋。也可采用市售有证标准溶液。

5.28 钪标准贮存溶液：称取0.3835 g三氧化二钪（$w_{Sc_2O_3}$≥99.99%，预先在800 ℃灼烧1 h，置于干燥器

中冷却）于100 mL烧杯中，加入25 mL硝酸（5.2），滴加过氧化氢（5.3）至完全溶解，煮沸，冷却，移入250 mL容量瓶中，补加25 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钪。也可采用市售有证标准溶液。

5.29　铑标准贮存溶液：称取0.3593 g氯铑酸铵（光谱纯）于100 mL烧杯中，加入20 mL水和5 mL盐酸（5.5），加热溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，补加5 mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铑。也可采用市售有证标准溶液。

5.30　铥标准贮存溶液：称取0.1142 g三氧化二铥（$w_{Tm_2O_3}$≥99.99%，预先在900 ℃灼烧1 h，置于干燥器中冷却）于100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（5.6），加热溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铥。也可采用市售有证标准溶液。

5.31　混合标准溶液：分别移取2.00 mL钠、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、锑、钨、铅、铋标准贮存溶液（5.7～5.27）于1000 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钠、镁、铝、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、锑、钨、铅、铋各2 μg。互有化学干扰、产生沉淀的元素应分组配制，并选择合适的介质。

5.32　混合内标溶液A：分别移取2.00 mL钪、铑、铥标准贮存溶液（5.28～5.30）于1000 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钪、铑、铥各2 μg。

5.33　混合内标溶液B：分别移取10.00 mL混合内标溶液A（5.32）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸（5.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含钪、铑、铥各200 ng。

6　仪器设备

电感耦合等离子体质谱仪，配备碰撞/反应池系统。各元素推荐的同位素质量数和内标元素见表2。

表2　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
Na	23	Sc	Zn	66	Sc
Mg	24	Sc	As	75	Rh
Al	27	Sc	Ag	107	Rh
Ca	40	Sc	Cd	106 / 111	Rh
Ti	47 / 48	Sc	Sn	118	Rh
V	51	Sc	Sb	121	Rh
Cr	52	Sc	W	182	Tm
Mn	55	Sc	Pb	208	Tm
Fe	56	Sc	Bi	209	Tm
Co	59	Sc	Sc（内标）	45	—
Ni	60	Sc	Rh（内标）	103	—
Cu	63	Sc	Tm（内标）	169	—

注1：Ca、Ti、Fe、Cd采用碰撞/反应模式。

注2：可采用其他内标元素。

7 样品

钼加工产品应粉碎并通过 0.75 mm 的标准筛。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.4 分析试液的制备

可选择下列方法之一进行样品消解：

a） 将试料（8.1）置于 100 mL 烧杯中，加入 1 mL 氢氟酸（5.4）和 2 mL 硝酸（5.2），加热至溶解完全。冷却后移入 100 mL 容量瓶中，加入 1.00 mL 混合内标溶液 A（5.32），用水稀释至刻度，混匀。

b） 将试料（8.1）置于 100 mL 烧杯中，加入 2 mL～5 mL 过氧化氢（5.3），加热溶解至完全（可根据需要补加过氧化氢），用水稀释后加入 2 mL 硝酸（5.2），煮沸 2 min。冷却后移入 100 mL 容量瓶中，加入 1.00 mL 混合内标溶液 A（5.32），用水稀释至刻度，混匀。

8.5 标准系列溶液的配制

分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL混合标准溶液（5.31）于一组100 mL容量瓶中，加入2 mL硝酸（5.2）和1.00 mL混合内标溶液A（5.32），用水稀释至刻度，混匀。根据分析试液中待测元素的质量浓度，可选择其中5个标准点进行配制。

8.6 测定

8.6.1 于电感耦合等离子体质谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，按表 1 推荐的同位素质量数，测定系列标准溶液（8.5）。内标元素也可通过在线引入混合内标溶液 B（5.33）的方式加入。以待测元素的质量浓度为横坐标，待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标，绘制标准工作曲线。工作曲线线性相关系数应大于 0.999。

8.6.2 依次测定空白试液（8.3）及分析试液（8.4）。仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出空白试液及分析试液中各待测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\

——试验日期。

附 录 A
（资料性）
从实验室间试验结果得到的统计数据

精密度数据是2026年由XX家实验室对XX个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的杂质元素含量在重复性条件下独立测定7次。数据统计结果见下表A.1。

表 A.1　精密度数据统计结果表