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

编制说明

（预审稿）

国标（北京）检验认证有限公司

2026 年 10 月

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
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 4325《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》标准修订由国标（北京）检验认证有限公司负责，项目计划号 20262450-T-610，项目周期 12 个月。

2、项目背景

钼是重要的化工材料，纯钼制品主要有钼条、钼粉、钼丝、钼板坯、钼箔、钼管等。它具有高熔点、高强度、高抗氧化性、良好的导电性和导热性等多种优良特性，在钢铁、电子、化工、农业等多个领域都有重要用途。钼酸铵、三氧化钼等化合物也是重要的钼产品，是生产高纯度钼制品和钼化合物及合金的基本原料，也可用于生产化学分析试剂、阻燃剂、电镀添加剂等。

在钼、钼酸铵、三氧化钼相关的各项产品标准中，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 4325-2013《钼化学分析方法》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 4325-2013《钼化学分析方法》等国家标准进行复审。GB/T 4325-2013《钼化学分析方法》共 26 部分，自 2013 年发布实施至今已有十几年。标准的第 3、4、5、6 部分均采用原子荧光光谱法，第 2、13、14、15、16 部分均采用原子吸收光谱法，第 7、11、12、17、18、24 等多部分涉及电感耦合等离子体发射光谱法。为持续优化标准体系、强化标准实施应用，稀有分标委组织了技术专家、产品单位、原起草单位进行论证，拟对 GB/T 4325-2013 系列标准进行整合修订。

GB/T 4325.26-2013 适用于高纯钼粉、氧化钼、钼酸铵中铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋的含量。该标准为 GB/T 3461《钼粉》、GB/T 3460《钼酸铵》、GB/T 3462《钼条和钼板坯》、YS/T 639《纯三氧化钼》、GB/T 43301《钼及钼合金管靶》等十几项产品标准所引用，颁布实施以来为相关产品的化学成分的检测提供了强有力的支持。但随着技术的发展，产品标准的新增或更新，2013 版的范围、技术内容均需要进一步修订完善，以提升标准的适用性和规范性，保持标准的先进性。在此背景下，GB/T 4325.26-2013 原起草单位提出修订申请，旨在通过修订更好地满足当前钼产品的检测需求。

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、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等共 14 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负责单位。在工作前期，对现阶段钼、三氧化钼、钼酸铵的检测需求、检测现状进行了充分的调研，对 GB/T 4325.26-2013 的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。

金堆城钼业股份有限公司、成都虹波实业股份有限公司 2 家单位为方法一验单位。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顺利进行；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。

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等 11 家单位为方法二验单位。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。安泰天龙钨钼科技有限公司为本项目提供钼粉、钼酸铵、钼条等公共样品。

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
国标（北京）检验认证有限公司		标准工作前期调研、申报、样品收集；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。
金堆城钼业股份有限公司、成都虹波实业股份有限公司		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。
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		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 20262450-T-610。

（2）任务落实

2026 年 4 月 22 日，有色标委会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，宝钛集团有限公司、金堆城钼业股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、成都虹波实业股份有限公司等单位为编制组成员。

（3）试验研究

2026 年 4 月~6 月，起草单位采用钼酸铵和纯钼进行了一系列条件试验，确定了新增元素种类、各元素测定范围、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。并按照新的实验方案对钼粉、钼条、钼酸铵、氧化钼共 6 个样品进行了精密度测试。

2026 年 7 月，形成 GB/T 4325《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》（讨论稿）和《试验报告》，发送给一验单位进行验证。

（4）验证单位验证

2026 年 8 月底，2 家一验单位完成验证试验；截至 2026 年 10 月，5 家二验单位完成精密度数据。

在验证过程中，验证单位提出的意见及处理内容汇总于表 2。起草单位针对反馈意见完善修改。

表 2 意见及反馈

序号	意见	回复
1	引言 2013 年发布的是第 26 部分，整个系列不是	采纳，已改
2	As、Sn、Sb、Bi、Pb、Ag 下限调整到 0.00005%，以满足正在制定中的产品标准	下限可以满足，调整下限
3	原理：氢氟酸和硝酸	改为：氢氟酸-硝酸
4	钼改钼粉及钼加工产品	采纳
5	引用文件用 GB/T 14666 还是 GB/T 17433？	痕量定义二者有冲突，且和本文件对不上，删除引用
6	推荐内标由 3 个变为 1 个，备注里体现可选其他	采纳，增加注 2：可采用其他内标元素。
7	8.4.1 和 8.4.2 改成 a、b，并增加段	采纳，增加“可选择下列方法之一进行样品消解：”
8	标准系列点太多	改为“可根据分析试液中待测元素的质量浓度选择其中 5 个标准点进行配制”
9	结果表示到小数点后 4 位	改为“计算结果保留 2 位有效数字，小于 0.0010%时保留 1 位有效数字”

5.2 征求意见阶段

2026 年 7 月 23 日~24 日，有色标委会在张家口召开工作会议，对本项目进行讨论。来自有色金属技术经济研究院、北矿新材料科技有限公司、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等单位的 30 多位专家进行了讨论，并提出宝贵意见。

2026 年 10 月 15 日~16 日，有色标委会在浙江杭州召开预审会，对本标准进行了预审。来自有色金属技术经济研究院、XXXX、XXXX 等单位的 XX 位专家对《预审稿》进行了讨论，并提出了宝贵的意见。

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：本次修订新增加钠、钛、银含量的测定，并将镁、铝、钙、钒、铁、钴、镍、钨的测定范围由“0.0001%～0.0050%”改为“0.0001%～0.010%”，同时对溶样方法、内标元素等重要技术参数进行了修订。该标准实现了 3 大类重要钼产品中杂质元素的同时测定，步骤简便、易操作。

（三）适用性：本标准充分满足钼相关产品标准及客户的检测需求，易于推广应用。在标准的制定中既有金堆城钼业股份有限公司、成都虹波实业股份有限公司、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钼、三氧化钼、钼酸铵产品清单 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

本标准是对 GB/T 4325.26-2013《钼化学分析方法 第 26 部分：铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法》的第 1 次修订。本次修订主要对以下几个方面进行了确认：

1、范围

首先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”，提高与产品标准名称的一致性，并且由高纯钼粉扩展到钼条、钼箔、钼板、钼杆等纯钼产品。

范围的修订主要涉及新增元素种类及变更测定范围。编制组充分调研了现行钼粉、钼条、钼酸铵、三氧化钼产品标准对化学成分的规定，除镁、铝、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋元素外，还需要增加钠、钛、银 3 种元素，详见表 3。同时，为了满足更多牌号产品的测试需求，部分元素如 Mg、Al、Ca、Fe 等的测定范围上限由 0.0050%提高到 0.010%。

表 3　产品标准对新增元素的需求情况

元素	产品标准	含量要求，不大于/%
Na	GB/T 3460-2017《钼酸铵》	0.0005~0.0015
	GB/T 43301-2023《钼及钼合金管靶》	0.0010
	GB/T 43095-2023《宽幅钼板材》	0.0020
	YS/T 639-2023《纯三氧化钼》	0.0010~0.0020
Ti	GB/T 3460-2017《钼酸铵》	0.0005
	GB/T 3461-2016《钼粉》	0.0010
	YS/T 639-2023《纯三氧化钼》	0.0010
	YS/T 1374-2020《超细钼粉》	0.0010

Ag	GB/T 43301-2023《钼及钼合金管靶》	0.0005

一验单位意见：金堆城钼业建议 As、Sn、Sb、Bi、Pb、Ag 测定范围下限调整为 0.00005%。国标（检验）、金堆城钼业、成都虹波的条件试验中计算的上述元素的测定下限均能满足 0.00005%的测定需求，同意调整。

综上，本次修订 GB/T 4325.26《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》适用于钼、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、铋共 21 种痕量杂质元素含量的测定。测定范围见表 4。

表 4 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、样品溶解方法

GB/T 4325.26-2013 中称取 0.10g 样品（包括高纯钼粉、氧化钼、钼酸铵），采用 3mL 硝酸、1mL 盐酸和 1mL 氢氟酸这 3 种无机酸溶解。GB/T 4325《钼化学分析方法》其余部分的主要溶样方法还包括过氧化氢溶样（硝酸酸化）、王水、硝酸+氢氟酸等。标准修订后增加了 Ag 的测定，主要考察硝酸+氢氟酸和过氧化氢溶样（硝酸酸化）两种。

分别向 0.10g 试料中加入 5mL 过氧化氢或加入 1 mL 氢氟酸和 2 mL 硝酸，置于 200℃电热板上加热，观察样品溶解状况，见表 5。由表 5 可知，方法 I 采用氢氟酸+硝酸溶样方法，钼酸铵、钼板、钼粉、三氧化钼溶解速度快，但该方法需要设备配备耐氢氟酸进样系统。方法 II 采用过氧化氢溶样，不需要耐氢氟酸进样系统，但是纯度较差的三氧化钼（表 3-2：YSS003-96-4）需要多次补加过氧化氢，反应时间较长。

表 5 不同溶样方法现象

试料	氢氟酸+硝酸溶样（方法 I）	过氧化氢溶样（方法 II ）
钼酸铵	不用加热即可溶解完全	不用加热即可溶解完全
钼板	加热 5～10min 溶解完全	反应速度慢，加热 25～30min 溶解完全
钼粉	剧烈反应后加热 5～10min 溶解完全	剧烈反应溶解完全
三氧化钼	加热 5～10min 溶解完全	杂质含量高时，需要补加 5～10mL 过氧化氢

以三氧化钼光谱标准样品 YSS003-96-1、YSS003-96-4 考察溶样方法对测定结果的影响。准确称取 0.10g 样品，平行 3 份，加入 1 mL 氢氟酸和 2 mL 硝酸加热溶解或加入 5mL 过氧化氢（YSS003-96-4 补加两次，各 5mL）加热溶解后加入 2mL 硝酸酸化。采用不同溶样方法测定结果见表 6-1 和表 6-2。

表 6-1 不同溶样方法对 YSS003-96-1 结果的影响

元素	1mL 氢氟酸+2mL 硝酸溶样/%				3mL 过氧化氢溶样/%				1#证书值 /%
	3 次测定值			平均值	3 次测定值			平均值	
Na	0.00028	0.00034	0.00039	0.00034	0.00035	0.00036	0.00029	0.00033	/
Mg	0.00021	0.00020	0.00019	0.00020	0.00020	0.00021	0.00021	0.00021	0.00025
Al	0.00026	0.00031	0.00027	0.00028	0.00028	0.00026	0.00027	0.00027	0.00031
Ca	0.00050	0.00046	0.00048	0.00048	0.00048	0.00047	0.00046	0.00047	0.00053
Ti	0.00047	0.00050	0.00051	0.00049	0.00046	0.00049	0.00052	0.00049	0.00051
V	0.00041	0.00043	0.00043	0.00042	0.00042	0.00043	0.00042	0.00042	0.00042
Cr	0.00016	0.00018	0.00017	0.00017	0.00017	0.00018	0.00017	0.00017	0.00018

Mn	0.00018	0.00019	0.00018	0.00018	0.00019	0.00019	0.00018	0.00019	0.00023
Fe	0.00040	0.00038	0.00042	0.00040	0.00039	0.00041	0.00039	0.00040	0.00045
Co	0.00047	0.00049	0.00048	0.00048	0.00048	0.00050	0.00049	0.00049	0.00050
Ni	0.00017	0.00019	0.00018	0.00018	0.00016	0.00017	0.00017	0.00017	0.00019
Cu	0.00008	0.00009	0.00009	0.00009	0.00009	0.00009	0.00009	0.00009	0.00012
Zn	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	/
As	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	/
Ag	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	/
Cd	0.00017	0.00018	0.00017	0.00017	0.00018	0.00017	0.00019	0.00018	0.00018
Sn	0.000066	0.000072	0.000068	0.000069	0.000070	0.000071	0.000073	0.000071	0.000099
Sb	0.00015	0.00016	0.00016	0.00016	0.00016	0.00017	0.00017	0.00017	0.00018
W	0.00539	0.00548	0.00542	0.00543	0.00562	0.00543	0.00551	0.00552	0.0053
Pb	0.000085	0.000082	0.000090	0.000086	0.000089	0.000095	0.000090	0.000091	0.000065
Bi	0.000068	0.000066	0.000070	0.000068	0.000066	0.000070	0.000074	0.000070	0.000092

表 6-2　不同溶样方法对 YSS003-96-4 结果的影响

元素	1mL 氢氟酸+2mL 硝酸溶样/%				15mL 过氧化氢溶样/% 烧杯 250℃电热板加热				4#证书值/%
	3 次测定值			平均值	3 次测定值			平均值	
Na	0.00082	0.00092	0.00088	0.00087	0.00091	0.00085	0.00088	0.00088	/
Mg	0.00378	0.00362	0.00386	0.00375	0.00355	0.00369	0.00365	0.00363	0.0037
Al	0.00482	0.00456	0.00471	0.00470	0.00438	0.00451	0.00462	0.00450	0.0046
Ca	0.00595	0.00603	0.00626	0.00608	0.00593	0.00622	0.00604	0.00606	0.0067
Ti	0.00665	0.00667	0.00683	0.00672	0.00636	0.00621	0.00642	0.00628	0.0069
V	0.00688	0.00674	0.00708	0.00690	0.00669	0.00676	0.00687	0.00677	0.0067
Cr	0.00316	0.00290	0.00304	0.00303	0.00297	0.00318	0.00292	0.00302	0.0033
Mn	0.00332	0.00310	0.00303	0.00315	0.00305	0.00296	0.00314	0.00305	0.0031
Fe	0.00662	0.00680	0.00647	0.00663	0.00649	0.00636	0.00658	0.00648	0.0068
Co	0.00727	0.00679	0.00706	0.00704	0.00708	0.00723	0.00718	0.00716	0.0072
Ni	0.00309	0.00288	0.00296	0.00298	0.00283	0.00289	0.00297	0.00290	0.0032
Cu	0.00142	0.00135	0.00140	0.00139	0.00132	0.00135	0.00136	0.00134	0.0016
Zn	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	<0.00005	/
As	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	/
Ag	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	/
Cd	0.00306	0.00314	0.00307	0.00309	0.00297	0.00313	0.00308	0.00306	0.0032
Sn	0.00124	0.00112	0.00125	0.00120	0.00116	0.00109	0.00122	0.00116	0.0013
Sb	0.00289	0.00292	0.00312	0.00298	0.00291	0.00288	0.00282	0.00287	0.0031
W*	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09	0.0856
Pb	0.00168	0.00156	0.00151	0.00158	0.00157	0.00153	0.00161	0.00157	0.0016
Bi	0.00142	0.00154	0.00139	0.00145	0.00144	0.00138	0.00148	0.00143	0.0015

一验单位验证情况：金堆城钼业对两种溶样方式进行了验证，验证结果与起草单位试验结论保持一致。成都虹波设备未配制耐氢氟酸进样系统，采用过氧化氢溶样进行了验证，与起草单位结果一致。

氢氟酸-硝酸反应速度快，尤其对于三氧化钼样品无需多次补加试剂，操作更加简便；过氧化氢-硝酸无需耐氢氟酸进样系统，对于专门进行钼检测的实验室成本低。两种溶样方法测定结果无显著差异。标准给出 2 种溶样方法，以适配不同实验室的需求。

3、推荐同位素

Cd 在 GB/T 4325.26 中推荐采用 ^{106}Cd 测定，该同位素丰度仅 1.25%，且有 ^{106}Pd（丰度 27.33%）的同量异位素干扰。其余 6 个同位素 ^{108}Cd、^{110}Cd、^{111}Cd、^{112}Cd、^{113}Cd、^{114}Cd 均受到 MoO^{+}多原子离子干扰，除 ^{111}Cd 外，^{108}Cd、^{110}Cd、^{112}Cd、^{113}Cd、^{114}Cd 还叠加了 Pd、In、Sn 的同量异位素干扰。随着技术

的发展，串联质谱较之单杆 ICP-MS 表现出卓越的消除质谱干扰能力，因此本次修订 Cd 增加推荐质量数 111，起草单位采用串联质谱对测定条件进行优化，在氧气模式下选择 111，将钼的氧化物干扰降至 0.1ng/mL 以下。

新增元素 Na、Ti、Ag 中的 Ti 存在钼基体的双电荷干扰，也需要重点考察。单杆 ICP-MS 采用氢气模式可以降低双电荷干扰至 0.5ng/mL 以下。采用串联质谱在氧气模式下通过质量转移，使目标离子与干扰离子产生质量差定量测定 Ti。

推荐的同位素质量数见表 7。

表 7　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 / Rh / Cs	As	75	Sc / Rh / Cs
Mg	24	Sc / Rh / Cs	Ag	107	Rh / Cs / Tm
Al	27	Sc / Rh / Cs	Cd	106 / 111	Rh / Cs / Tm
Ca	40	Sc / Rh / Cs	Sn	118	Rh / Cs / Tm
Ti	47 / 48	Sc / Rh / Cs	Sb	121	Rh / Cs / Tm
V	51	Sc / Rh / Cs	W	182	Cs / Tm / Tl
Cr	52	Sc / Rh / Cs	Pb	208	Cs / Tm / Tl
Mn	55	Sc / Rh / Cs	Bi	209	Cs / Tm / Tl
Fe	56	Sc / Rh / Cs	Sc（内标）	45	—
Co	59	Sc / Rh / Cs	Rh（内标）	103	—
Ni	60	Sc / Rh / Cs	Cs（内标）	133	—
Cu	63	Sc / Rh / Cs	Tm（内标）	169	—
Zn	66	Sc / Rh / Cs	Tl（内标）	205	—
注：Ca、Ti、Fe、Cd 在碰撞/反应模式下测定。					

一验验证情况：金堆城钼业采用安捷伦 8900 验证 Cd、Ti 干扰，与起草单位结论一致。成都虹波采用安捷伦 9500 验证，与起草单位结论一致。考虑单杆测试需求，保留了原标准中的 ^{106}Cd。

4、基体效应的影响

本次修订重新确认了基体效应。结果见图 1。由图可知，随着钼基体浓度的增加，Na、Mg、Al 等信号强度增强，Sn、Sb、Pb、Bi 等信号减弱。同时，1.0mg/mL 钼基体溶液中间隔 30min 测试，40ng/mL 的各杂质元素信号强度下降 3%～5%，因此，本次修订依然采用内标法校正基体效应和仪器漂移。

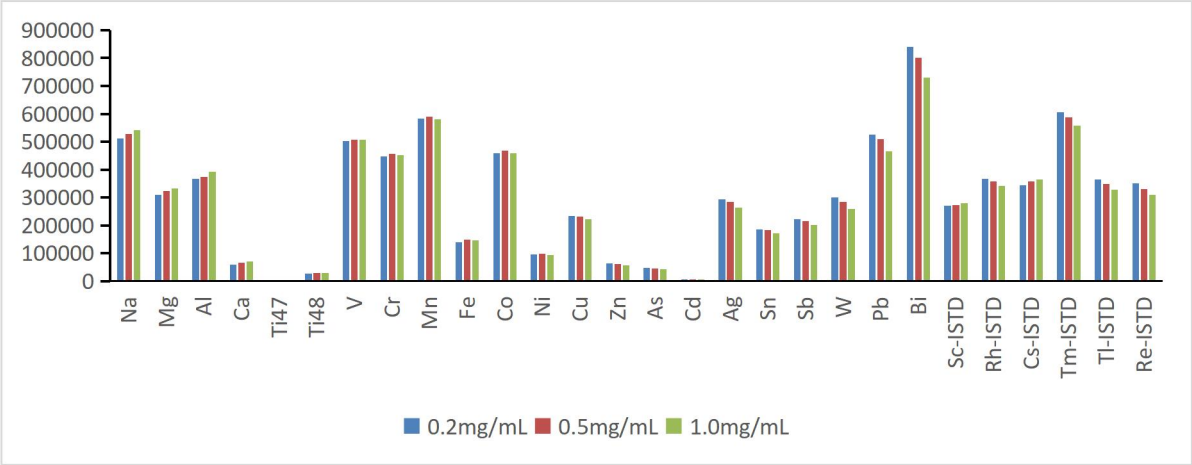

图 1　钼基体对信号强度的影响

但在样品筛选过程中，起草单位发现部分钼酸铵、钼粉、氧化钼中含量痕量的 Cs 三氧化钼光谱标准样品 YSS003-96-1 中含有 0.00013%的 Cs。如果以 10ng/mL 的 Cs 为内标会导致测试结果严重偏低。考虑上述情况，本次修订不再采用单一的 Cs 内标，而是采用混合内标，并对常见内标在钼产品中的含量情况进行了初步测定，见表 8。不同内标校正后元素回收率见图 2。选择合适的内标元素，杂质元素回收率可达到 95%～105%，有效地校正基体效应和仪器波动对测定结果的影响。推荐的内标元素见表 5。

表 8　样品中内标筛选情况

样品名称	Sc	Rh	Cs	Tm	Tl	Re
钼酸铵-科密欧优级纯	<0.00001	<0.00001	0.00008	<0.00001	<0.00001	<0.00001
钼酸铵-安泰	<0.00001	<0.00001	0.00001	<0.00001	0.00011	<0.00001
钼粉 2186	<0.00001	<0.00001	0.00002	<0.00001	<0.00001	0.00002
钼粉-安泰	<0.00001	<0.00001	0.00001	<0.00001	<0.00001	0.00007
钼条-安泰	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	<0.00001	0.00002
氧化钼标样-1	<0.00001	<0.00001	0.00013	<0.00001	0.00022	<0.00001
氧化钼标样-4	<0.00001	<0.00001	0.00006	<0.00001	0.00025	0.00002

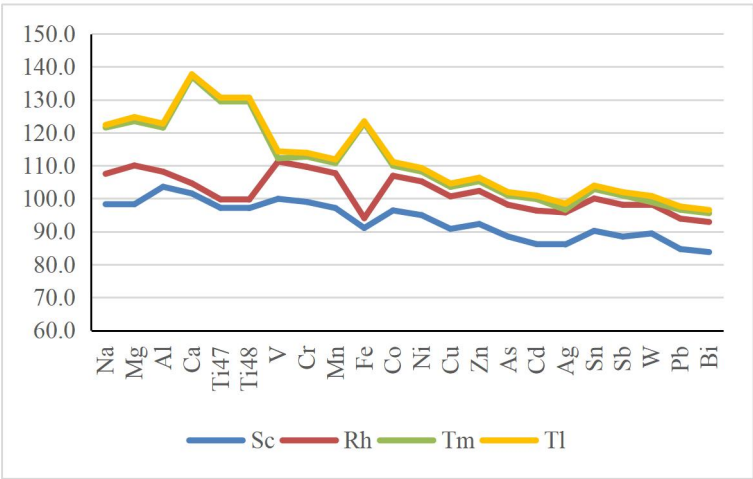

图2 不同内标元素校正回收率

一验单位验证情况：金堆城钼业考察基体效应和仪器漂移，Na、Mg、Al等信号强度增强，Sn、Sb、Pb、Bi等信号减弱。成都虹波结论是Na、V、Cr等信号强度增强，Ca、Ti、Ag等信号减弱。验证单

位与起草单位结论一致，需要采用内标校正基体效应和仪器漂移。金堆城钼业对内标校正效果进行了验证，有效地校正基体效应和仪器波动对测定结果的影响。

5、方法检出限和测定下限

按照实验方法配制系列标准溶液，并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，绘制工作曲线。各杂质元素线性方程及相关系数见表 9。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方法检出限，以 10 倍标准偏差对应浓度计算方法测定下限，结果见表 9。由结果可知，方法测定下限能够满足表 1 测定范围中定量分析下限的要求。

表 9 线性方程及方法检出限

元素	质量数	测定模式	校准曲线	相关系数	检出限 /ng/mL	测定下限 /ng/mL
Na	23	No Gas	Y=0.0297*X+0.1008	0.9995	0.293	0.977
Mg	24	No Gas	Y=0.0202*X+0.0068	0.9999	0.049	0.164
Al	27	No Gas	Y=0.0217*X+0.0193	0.9999	0.085	0.282
Ca	40	H_2	Y=0.0426*X+0.0760	0.9995	0.213	0.710
Ti	47	H_2	Y=0.0018*X+0.0030	0.9997	0.278	0.926
Ti	47-63	O_2	Y=0.0074*X+0.0003	0.9995	0.084	0.28
Ti	48-64	O_2	Y=0.0790*X+0.0024	0.9998	0.011	0.037
V	51	No Gas	Y=0.1013*X+0.0008	0.9999	0.009	0.032
Cr	52	No Gas	Y=0.0875*X+0.0924	0.9999	0.075	0.248
Mn	55	No Gas	Y=0.1195*X+0.0145	1.0000	0.021	0.071
Fe	56	H_2	Y=0.0856*X+0.0414	1.0000	0.050	0.166
Co	59	No Gas	Y=0.1030*X+0.0042	0.9999	0.016	0.053
Ni	60	No Gas	Y=0.0227*X+0.0258	1.0000	0.055	0.184
Cu	63	No Gas	Y=0.0562*X+0.0033	1.0000	0.022	0.073
Zn	66	No Gas	Y=0.0163*X+0.0109	0.9998	0.081	0.269
As	75	No Gas	Y=0.0200*X+0.0002	0.9999	0.020	0.068
Cd	106	H_2	Y=0.0006*X+0.0001	0.9998	0.309	1.027
Ag	107	No Gas	Y=0.0942*X+0.0006	0.9998	0.006	0.019
Cd	111-111	O_2	Y=0.0095*X	0.9999	0.009	0.032
Sn	118	No Gas	Y=0.0567*X+0.0008	1.0000	0.002	0.008
Sb	121	No Gas	Y=0.0335*X	1.0000	0.001	0.005
W	182	No Gas	Y=0.0715*X+0.0023	1.0000	0.009	0.030
Pb	208	No Gas	Y=0.0547*X+0.0004	0.9997	0.002	0.008
Bi	209	No Gas	Y=0.0918*X+0.0006	1.0000	0.006	0.019

一验单位验证情况：金堆城钼业和成都虹波按照试验方法考察了方法检出限和测定下限。经确认，结果与起草单位一致，方法测定下限能够满足试验报告测定范围中定量分析下限的要求。

6、正确度

采用本方法对 YSS003-96 三氧化钼标样-4 进行测试，测定值与证书值结果一致。并对该标样进行加标回收试验，除 W 外所有元素均加入 40μg/g，加标回收率见表 10。由表 10 可知，20 种杂质元素加标回收率在 91.9%～113.5%范围内，加标回收良好。

表 10 YSS003-96 三氧化钼标样-4 加标回收率

元素	测定值 /μg/g	加标量 /μg/g	总测得值 /μg/g	回收率 /%	4#证书值 /μg/g
Na	9.1	40.0	54.5	113.5	/
Mg	36.9	40.0	76.0	97.7	37
Al	46.0	40.0	86.5	101.3	46
Ca	60.9	40.0	99.0	95.3	67
Ti	67.5	40.0	106.8	98.1	69
V	67.9	40.0	110.0	105.1	67
Cr	30.7	40.0	72.2	103.7	33

Mn	31.0	40.0	70.3	98.3	31
Fe	66.5	40.0	105.2	96.8	68
Co	71.1	40.0	109.3	95.6	72
Ni	30.2	40.0	68.0	94.6	32
Cu	14.5	40.0	51.3	91.9	16
Zn	<0.5	40.0	36.1	90.3	/
As	<0.1	40.0	36.9	92.3	/
Ag	<0.1	40.0	40.9	102.3	/
Cd	30.9	40.0	69.2	95.6	32
Sn	12.0	40.0	49.7	94.2	13
Sb	29.4	40.0	66.9	93.7	31
Pb	15.7	40.0	52.9	93.0	16
Bi	14.3	40.0	53.1	97.0	15

一验单位验证情况：金堆城钼业和成都虹波标样测定值与证书值一致，金堆城钼业加标回收率在90.3%～111.0%范围内，成都虹波加标回收率在86.8%～104.3%范围内。方法准确可靠。

7、精密度

7.1 样品收集及筛选情况

安泰天龙钨钼科技有限公司提供了钼粉、钼条、钼酸铵样品。起草单位采购市售三氧化钼标准样品、钼酸铵（优级纯）、钼酸铵（高纯）等样品，同时收集了客户日常送检的钼粉、氧化钼等样品。样品收集阶段共收集样品 12 个。

起草单位采用 ICP-MS 对收集的样品进行初步测试，筛选出均匀性好、杂质元素含量范围合适的样品。经过筛选，选择 6 个钼样品用于精密度数据测定，具体见表 11。

表 11 公共样品情况一览表

编号	名称	测定元素
1#	YSS003-96 三氧化钼标样-1	Na、Mg、Al、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Cd、Sn、Sb、W、Pb、Bi
2#	钼酸铵-科密欧优级纯	Na、Mg、Al、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Zn、As、Ag、Cd、Sn、Sb、Pb、Bi
3#	钼粉-2186 送检	Na、Mg、Al、Cr、Mn、Ni、Cu、Zn、As、Ag、Cd、Sn、Sb、W、Pb、Bi
4#	YSS003-96 三氧化钼标样-4	Na、Mg、Al、Ca、Ti、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Cu、Ag、Cd、Sn、Sb、Pb、Bi
5#	钼条-安泰	Mg、Al、Ca、Ti、V、Co、Ni、W
6#	钼酸铵-安泰	Fe

7.2 精密度数据统计

本标准基于对上述 6 个样品的测定数据计算重复性限和再现性限。精密度数据是在 2026 年由 XX 家试验室进行共同试验确定的，实验室代码见表 12。每个实验室对每个水平的杂质含量均独立测定 7 次，精密度试验原始数据见附录 A。

表 12 实验室代码

代码	实验室名称	代码	实验室名称	代码	实验室名称
1	国标（北京）检验认证有限公司	2	金堆城钼业股份有限公司	3	成都虹波实业股份有限公司
4	宝鸡钛业股份有限公司	5	西安汉唐分析检测有限公司	6	昆明冶金研究院有限公司
7	国合通用（青岛）测试评价有限公司	8	广东省科学院工业分析检测中心	9	
10		11		12	
13					

按照精密度数据统计要求，起草单位对标准差进行柯克伦检验，剔除标准偏差离群值；再进行格拉布斯检验，剔除平均值离群值，然后计算精密度数据，得到重复性限和再现性限。统计过程见 Excel 文件《重复性限和再现性限统计计算表》。

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

1、项目的必要性

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》自实施以来已十余年，被 GB/T 3461《钼粉》、GB/T 3460《钼酸铵》、YS/T 639《纯三氧化钼》等多项产品标准引用，是钼产品痕量杂质检测的重要依据，对保障钼产品质量发挥了重要作用。

但随着我国钼行业技术发展和产品结构升级，高纯钼靶材、钼板材、钼箔等高端钼加工制品不断涌现，现有标准在检测能力上逐渐暴露出不足。测定元素覆盖不全，缺少钠、钛、银等现行产品标准中明确管控的杂质指标，导致部分新产品出现“有标准指标、无检测方法”的缺口。另外，部分元素测定上限偏低，原有溶样方案、推荐的测定条件等不能完全匹配当前实验室仪器配置和钼基体样品的特点。综上，对该标准进行修订是非常必要的。

2、项目的可行性

项目负责单位是 2013 版的起草单位，具有丰富的标准起草经验和钼、钼酸铵、氧化钼等钼产品的检测经验。此次修订，起草单位开展系统条件试验，完成样品消解方案比对、同位素选择、质谱干扰研究、基体效应考察、检出限验证等试验工作；并对当前实验室主流的单杆 ICP-MS 与串联 ICP-MS 分别进行考察测试，确保试验方案能够落地实施。

金堆城钼业、成都虹波等生产单位实验室作为一验单位，多家科研院所、三方检测机构作为二验单位共同参与，完成条件验证、公共样品协同试验。多单位协同验证能够确保标准技术内容贴合国内行业实际检测水平，代表行业发展现状。尽管不同实验室设备条件有差异，但是通过编制组反复研讨、统一方案并广泛征求意见，能够确保实验方案切实可行、具备可复现性。

电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）具有多元素同时测定、检出限低等优点，用于痕量杂质元素的测定快速、准确。ICP- MS 设备已在钼产品的生产企业、第三方检测机构、科研院所广泛配置，标准方法流程简短易操作，国内绝大多数相关实验室具备开展本方法检测的硬件基础，标准落地实施条件成熟。

3、标准预期的作用和效益

修订后标准测定元素种类增加，适用范围由高纯钼粉、氧化钼、钼酸铵扩展至钼、三氧化钼、钼酸铵及其钼加工制品，填补了钠、钛、银等痕量杂质同时测定的方法空白。标准颁布实施后，GB/T 4325《钼化学分析标准》体系更加切合产品的检测需求，能够有效提高钼基体样品中痕量杂质检测的准确度，为钼新材料研发提供必要的检测技术支撑。

标准同时测定 21 种痕量杂质元素，大大缩短了检测周期、减少了样品与试剂消耗，直接降低了企业单次检测成本，提升了检测效率。标准的修订统一了 ICP-MS 方法的技术内容，各企业无需投入人力、物力自行建立非标方法，为企业节约了成本。同时，新标准为各种钼产品提供了可靠的杂质控制手段，支撑产品牌号判定，助力产品质量提升，为钼行业提质增效、产业链上下游协同发展和对外贸易结算提

供了坚实的技术保障，创造了直接和间接的显著经济效益。

ICP-MS 法灵敏度高、基体耐受性好，与传统的分元素化学分析方法相比，大幅减少了各种化学试剂的用量，也相应减少了废酸和废液的产生量，减轻了废弃物处理的环境负荷，符合绿色低碳和清洁生产的要求。修订后的方法体现了绿色化学和节能减排的发展方向。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

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。

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 4325《钼化学分析方法》的第 26 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

本标准是对 GB/T 4325.26-2013 的修订，采用电感耦合等离子体质谱仪测定钼、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。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。建议向从事钼、三氧化钼、钼酸铵的生产、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 6 个月后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为 GB/T 4325.26-2013 的修订，新版标准颁布实施后 GB/T 4325.26-2013 即废止。

十二、公平竞争审查

本标准无限制或者变相限制市场准入和退出，无限制或者变相限制商品要素自由流动，不影响经营者生产经营成本，不影响经营者生产经营行为，不适用《公平竞争审查条例》第十二条的规定，详见公平竞争审查表。

十三、其他应予说明的事项

无。

《钼化学分析方法 第26部分》编制组

2026年10月