



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 12690.13—2026

代替 GB/T 12690.13—2003

## 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学 分析方法 第 13 部分：钼、钨含量的测定

Chemical analysis methods of non-rare earth impurities in rare earth metals and  
their oxides—Part 13: Determination of molybdenum and tungsten content

2026-02-27 发布

2026-09-01 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 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》的第 13 部分。GB/T 12690 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：碳、硫量的测定 高频-红外吸收法。
- 第 2 部分：稀土氧化物中灼减量的测定 重量法。
- 第 3 部分：稀土氧化物中水分量的测定 重量法。
- 第 4 部分：氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法。
- 第 5 部分：钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定。
- 第 6 部分：铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法。
- 第 7 部分：硅量的测定。
- 第 8 部分：钠量的测定。
- 第 9 部分：氯量的测定 硝酸银比浊法。
- 第 10 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法。
- 第 11 部分：镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。
- 第 12 部分：钍、铀量的测定 电感耦合等离子体质谱法。
- 第 13 部分：钼、钨含量的测定。
- 第 14 部分：钛量的测定。
- 第 15 部分：钙量的测定。
- 第 16 部分：氟量的测定 离子选择性电极法。
- 第 17 部分：稀土金属中铈、钽量的测定。
- 第 18 部分：锆量的测定。
- 第 19 部分：砷、汞量的测定。
- 第 20 部分：稀土氧化物中微量氟、氯的测定 离子色谱法。
- 第 21 部分：稀土氧化物中硫酸根含量的测定 硫酸钡比浊法。

本文件代替 GB/T 12690.13—2003《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法 第 13 部分：钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法》，与 GB/T 12690.13—2003 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围及测定范围，增加了仲裁方法的规定(见第 1 章，2003 年版的第 1 章)；
- b) 更改了方法 1、方法 2 的方法原理(见 4.1、5.1，2023 年版的第 2 章、第 11 章)；
- c) 增加了对分析中试剂和用水的说明(见 4.2、5.2)；
- d) 增加了方法 1、方法 2 的试剂氢氧化钠、硝酸(1+1)和氨水(1+3)(见 4.2.1、4.2.2、4.2.5)；
- e) 更改了方法 1、方法 2 仪器设备的具体要求(见 4.3、5.3，2003 年版的第 4 章、第 13 章)；
- f) 更改了方法 1 的推荐分析谱线(见表 1，2003 年版的 6.3.2)；
- g) 更改了方法 1、方法 2 的样品的处理方法(见 4.4、5.4，2023 年版的第 5 章、第 14 章)；
- h) 更改了方法 1、方法 2 分析试液的制备方法(见 4.5.4、5.5.4，2003 年版的 6.1、15.1)；
- i) 更改了方法 1、方法 2 系列标准溶液的配制步骤(见 4.5.5、5.5.5，2003 年版的 6.2)；
- j) 增加了方法 1、方法 2 工作曲线的绘制和空白试液的测定步骤(见 4.5.6.1、4.5.6.2、5.5.6.1、

5.5.6.2);

- k) 更改了方法 1、方法 2 试验数据处理的计算公式(见 4.6、5.6,2003 年版的第 7 章、第 16 章);
- l) 更改了方法 1、方法 2 的精密度,将“允许差”更改为“再现性”(见 4.7、5.7,2003 年版的第 8 章、第 17 章);
- m) 删除了方法 1、方法 2 测定条件(见 2003 年版的 6.3.1、15.3.1);
- n) 更改了方法 2 的测量同位素及测定内标(见表 4,2003 年版的 15.3.2)。

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。

本文件由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)提出并归口。

本文件起草单位:包头稀土研究院、国标(北京)检验认证有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心(江西省钨与稀土研究院)、定南大华新材料资源有限公司、中稀(凉山)稀土有限公司、厦门稀土材料研究所、中国科学院宁波材料技术与工程研究所。

本文件主要起草人:常诚、杜梅、张昊、王丽娟、包香春、范小龙、祝利红、徐娜、赵莎莎、刘艳、于瀛、王斌、曾强、黄南生、袁红霞、张其凯、张公军、陈添连、弋恒、袁晓红、李莹。

本文件于 2003 年首次发布,本次为第一次修订。

## 引 言

在稀土产品化学成分分析领域,我国已经建立了针对稀土总量、非稀土杂质、稀土杂质等检测的较为全面的标准体系。GB/T 12690《稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学分析方法》以原标准GB/T 12690《稀土金属及其氧化物化学分析方法》为基础,合并了GB/T 8762.3—1988《荧光级氧化钇中酸溶性二氧化硅量测定 钼蓝分光光度法》、GB/T 8762.4—1988《荧光级氧化钇中氧化铁、氧化铅、氧化镍和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 8762.6—1988《荧光级氧化钇中氧化铅、氧化镍、氧化铁和氧化铜量测定 发射光谱法》、GB/T 11074《氧化钇化学分析方法》等标准,形成对所有稀土金属及其氧化物中非稀土杂质的综合分析标准,经整合后的系列方法标准引用了先进的检测方法,并基本覆盖了全部稀土金属及其稀土氧化物基体。为稀土金属及其氧化物中非稀土杂质含量的测定提供了快捷、准确的方法,具有良好的操作性。

根据检测对象、检测方法的不同以及各稀土金属与稀土氧化物基体的差异等,GB/T 12690 由 21 个部分构成:

- 第 1 部分:碳、硫量的测定 高频-红外吸收法。目的在于建立高频-红外吸收法测定稀土金属及其氧化物中碳、硫含量的方法。
- 第 2 部分:稀土氧化物中灼减量的测定 重量法。目的在于建立重量法测定稀土氧化物中灼减量的方法。
- 第 3 部分:稀土氧化物中水分量的测定 重量法。目的在于建立重量法测定稀土氧化物中水分量的方法。
- 第 4 部分:氧、氮量的测定 脉冲-红外吸收法和脉冲-热导法。目的在于建立脉冲-红外吸收和脉冲-热导法测定稀土金属(除金属镱外)中氧、氮含量的方法。
- 第 5 部分:钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属及其氧化物中钴、锰、铅、镍、铜、锌、铝、铬、镁、镉、钒、铁含量的方法。
- 第 6 部分:铁量的测定 硫氰酸钾、1,10-二氮杂菲分光光度法。目的在于建立分光光度法测定稀土金属及其氧化物中铁含量的方法。
- 第 7 部分:硅量的测定。目的在于建立分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法测定稀土金属及其氧化物中硅含量的方法。
- 第 8 部分:钠量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属及其氧化物中钠含量的方法。
- 第 9 部分:氯量的测定 硝酸银比浊法。目的在于建立分光光度法测定稀土金属及其氧化物中氯含量的方法。
- 第 10 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于建立分光光度法测定稀土金属及其氧化物中磷含量的方法。
- 第 11 部分:镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定稀土金属及其氧化物中镁含量的方法。
- 第 12 部分:钍、铀量的测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于建立电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属及其氧化物中钍、铀含量的方法。
- 第 13 部分:钼、钨含量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属中钼、钨含量的方法。

- 第 14 部分:钛量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和分光光度法测定稀土金属中钛含量的方法。
- 第 15 部分:钙量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属及其氧化物中钙含量的方法。
- 第 16 部分:氟量的测定 离子选择性电极法。目的在于建立离子选择电极法测定稀土金属及其氧化物中氟含量的方法。
- 第 17 部分:稀土金属中铈、钪量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属中铈、钪含量的方法。
- 第 18 部分:锆量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法测定稀土金属及其氧化物中锆含量的方法。
- 第 19 部分:砷、汞量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体质谱法和原子荧光法测定稀土金属及其氧化物中砷、汞含量的方法。
- 第 20 部分:稀土氧化物中微量氟、氯的测定 离子色谱法。目的在于建立高频-红外吸收法测定稀土氧化物中微量氟、氯含量的方法。
- 第 21 部分:稀土氧化物中硫酸根含量的测定 硫酸钡比浊法。目的在于建立分光光度法测定稀土氧化物中硫酸根含量的方法。

上述各个部分标准按稀土金属及其氧化物生产与贸易中常规的检测元素依次设立,各部分包括一种或多种检测方法,分别明确适用范围、试剂材料与试验设备的选择,规范试验步骤,并经过多家实验室多次试验和验证给出精密度数据,为稀土金属及其氧化物品质核查建立严谨、规范的标准化工作基础。

目前,稀土金属中的钼、钨主要来源于生产冶炼过程中使用的器皿。在众多稀土金属的生产和交易过程中,均存在对钼、钨含量的限制要求。因此,建立统一、快速、准确的稀土金属中钼、钨含量的测定标准显得尤为重要。在实际检测分析中,电感耦合等离子体光谱法与电感耦合等离子体质谱法可相互补充,全面覆盖现有产品标准中钼、钨含量要求的范围。本文件通过大量条件实验,利用电感耦合等离子体光谱仪与电感耦合等离子体质谱仪,规范了检测过程中的各个环节,最终建立了一套规范、易操作且准确度高的检测标准。

# 稀土金属及其氧化物中非稀土杂质化学 分析方法 第 13 部分：钼、钨含量的测定

## 1 范围

本文件描述了稀土金属中钼、钨含量的测定方法。

本文件适用于稀土金属中钼、钨含量的测定。电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1)测定范围(质量分数):0.005 0%~0.50%。电感耦合等离子体质谱法(方法 2)测定范围(质量分数):0.000 1%~0.10%。当测定范围出现重叠时,以方法 1 作为仲裁方法。

## 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

JJF 1159 四极杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范

JJG 768 发射光谱仪

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 电感耦合等离子体发射光谱法(方法 1)

### 4.1 原理

试料使用硝酸、氢氟酸溶解,氟化沉淀分离稀土基体,在硝酸硼酸介质中,于电感耦合等离子体发射光谱仪选定波长处测定钼、钨含量。

### 4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级水。液体试剂均保存于塑料瓶中,优先使用有证标准溶液。

4.2.1 氢氧化钠。

4.2.2 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.2.3 氢氟酸( $\rho=1.14$  g/mL)。

4.2.4 硝酸(1+1)。

4.2.5 氨水(1+3)。