ICS 77.120.99

CCS H 14

20××-××-××实施

20××-××-××发布

焙烧钼精矿化学分析方法

第11部分：钨量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

**Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—**

**Part 11: Determination of tungsten content—**

**Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry**

（讨论稿）

（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上）

**YS/T XXXX.11—20XX**

中华人民共和国有色金属行业标准

1. YS
2.

中华人民共和国工业和信息化部 发布

1. 前 言
2. 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。
3. 本文件是YS/T ××××《焙烧钼精矿化学分析方法》的第11部分。YS/T ××××拟分为如下部分：
4. ——第1部分：钼量的测定；
5. ——第2部分：氨不溶钼量的测定；
6. ——第3部分：铋量的测定；
7. ——第4部分：锡量的测定；
8. ——第5部分：锑量的测定；
9. ——第6部分：铅、铜量的测定；
10. ——第7部分：钾量的测定；
11. ——第8部分：钙、镁量的测定；
12. ——第9部分：磷量的测定；
13. ——第10部分：硅量的测定；
14. ——第11部分：钨量的测定；
15. ——第12部分：碳、硫量的测定。
16. 本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。
17. 本文件起草单位：金堆城钼业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、XXXX、XXX。
18. 本文件主要起草人：XXX、XXX。

引 言

焙烧钼精矿，又名工业氧化钼、钼焙砂。焙烧钼精矿不仅是添加于合金的主要钼产品，而且是生产钼铁和生产钼酸铵的原料，属于国家战略储备物资。但国内外仍缺少焙烧钼精矿的检验标准，因此通过实验研究并建立一套完整且切实可行的焙烧钼精矿化学分析方法标准已是行业急需。本标准拟由十二部分组成。

1. ——第1部分：钼量的测定；目的在于建立重量法测定焙烧钼精矿中钼量的方法。
2. ——第2部分：氨不溶钼量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中氨不溶钼量的方法。
3. ——第3部分：铋量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中铋量的方法。
4. ——第4部分：锡量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锡量的方法。
5. ——第5部分：锑量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锑量的方法。
6. ——第6部分：铅、铜量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中铅、铜量的方法。
7. ——第7部分：钾量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钾量的方法。
8. ——第8部分：钙、镁量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钙、镁量的方法。
9. ——第9部分：磷量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中磷量的方法。
10. ——第10部分：硅量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中硅量的方法。
11. ——第11部分：钨量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体原子发射光谱法测定焙烧钼精矿中钨量的方法。
12. ——第12部分：碳、硫量的测定。目的在于建立高频燃烧红外吸收法测定焙烧钼精矿中碳、硫量的方法。

本标准填补了国内外在焙烧钼精矿检验领域的空白，对完善焙烧钼精矿的生产产业链，提高焙烧钼精矿的生产能力具有积极的指导意义。

焙烧钼精矿化学分析方法

第11部分：钨量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中钨含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中钨含量的测定。测定范围：0.005% ~ 0.500%。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

试料经氨水、过氧化氢分解，在盐酸、硝酸介质中，在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于207.911nm处测定其发射强度，根据标准工作曲线计算焙烧钼精矿中钨的质量分数。

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的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 氢氧化钠。

5.2 氨水（ρ0.91g/mL）。

5.3 过氧化氢（ρ1.17g/mL）。

5.4 盐酸（ρ1.18g/mL）。

5.5 硝酸（ρ1.42g/mL）。

5.6 盐酸（1+1）。

5.7 三氧化钼（质量分数≥99.99%，且钨含量已定值。*w*w≤0.0050%）。

5.8 氢氧化钠溶液（200g/L）：称取2g氢氧化钠（5.1），溶于100mL水中。

5.9 钨标准溶液：准确称取0.1260g三氧化钨（质量分数≥99.99%），置于250mL烧杯中，加入20mL氢氧化钠溶液（5.8）使其溶解，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg钨。或购买有证标准物质。

5.10 氩气，体积分数不小于99.99%。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

7 试验步骤

7.1 试料

称取0.2g试样，精确至0.0001g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，试验结果取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料（7.1）置于150mL烧杯中，加入10mL水，1mL氨水（5.2），盖上表面皿，低温加热溶解，取下冷却后，缓慢加入2mL过氧化氢（5.3），加热煮沸2-3min，加入10mL盐酸（5.4），加热煮沸，用水洗杯壁和表面皿，冷却后,加入1mL硝酸（5.5），将溶液转移至100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干过滤。

7.4.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪波长207.911nm处测定试液及随同空白的发射强度，从工作曲线查得相应的钨的质量浓度。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 标准系列溶液制备：称取6份与样品中钼基体对等的已知钨含量的三氧化钼（5.7），分别置于6个150mL烧杯中，加入10mL水，1mL氨水（5.2），盖上表面皿，低温加热溶解，取下冷却后，缓慢加入2mL过氧化氢（5.3），加热煮沸2-3min，加入10mL盐酸（5.4），加热煮沸，用水洗杯壁和表面皿，冷却后加入1mL硝酸（5.5），将溶液转移至100mL容量瓶中，分别移取0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL钨标准溶液（5.9）于6个100mL的容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干过滤。

7.5.2 将标准系列溶液于电感耦合等离子体发射光谱仪波长207.911nm处测定发射强度。以钨的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标绘制工作曲线。确保线性相关系数优于0.9995。

8 试验数据处理

钨含量以钨的质量分数*w*W计，按式（1）计算：

………………………………（1）

式中：

*w*W——试料中钨元素的质量分数，单位为百分含量（%）；

*ρ*——自工作曲线上查得试液中钨的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

*ρ0*——自工作曲线上查得随同试样空白中钨的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留两位有效数字。按GB/T 8170的规定修约。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表2给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）情况不超过5%。重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*W/% | 0.0090 | 0.0092 | 0.018 | 0.14 | 0.25 | 0.34 |
| r/% | 0.0006 | 0.0007 | 0.0010 | 0.007 | 0.010 | 0.014 |

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表3给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）情况不超过5%。再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*W/% | 0.0090 | 0.0092 | 0.018 | 0.14 | 0.25 | 0.34 |
| R/% | 0.0014 | 0.0021 | 0.0011 | 0.0163 | 0.0242 | 0.0682 |

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——所使用的标准（包括发布或出版年号）；

——结果；

——观察到的异常现象；

——试验日期。