

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. 1—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第1部分：钼量的测定
钼酸铅重量法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 1: Determination of molybdenum content—
Lead molybdate gravimetric method

(讨论稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 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 YS/T ××××《焙烧钼精矿化学分析方法》的第1部分。YS/T ××××拟分为如下部分：

- 第1部分：钼量的测定；
- 第2部分：氨不溶钼量的测定；
- 第3部分：铋量的测定；
- 第4部分：锡量的测定；
- 第5部分：铈量的测定；
- 第6部分：铅、铜量的测定；
- 第7部分：钾量的测定；
- 第8部分：钙、镁量的测定；
- 第9部分：磷量的测定；
- 第10部分：硅量的测定；
- 第11部分：钨量的测定；
- 第12部分：碳、硫量的测定。

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。

本文件起草单位：金堆城钼业股份有限公司、洛阳钼业集团股份有限公司、酒泉钢铁有限责任公司、XXXX、XXX。

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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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。

——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 1 部分：钼量的测定

钼酸铅重量法

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中钼含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中钼含量的测定。测定范围： $\geq 40\%$ 。

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

试料于微波消解仪中经硝酸、盐酸溶解，或经硝酸-氯酸钾饱和液分解，以氨水沉淀铁等杂质元素，过滤。盐酸调节滤液酸度，用乙酸铅沉淀溶液中的钼酸根生成钼酸铅沉淀，沉淀经过滤、洗涤、灼烧，称至恒重。氨水分离后残渣中的钼用硫氰酸盐分光光度法进行测定后予以补正。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 混合溶剂：称取500g无水碳酸钠，250g氧化锌，混匀磨细，保存于磨口瓶中。

5.2 氯酸钾。

5.3 硝酸（ $\rho 1.42\text{g/mL}$ ）。

5.4 盐酸（ $\rho 1.19\text{g/mL}$ ）。

5.5 硫酸（ $\rho 1.84\text{g/mL}$ ）。

5.6 氨水（ $\rho 0.90\text{g/mL}$ ）。

5.7 硝酸-氯酸钾饱和溶液：将氯酸钾（5.2）溶解于硝酸（5.3）中，直至饱和。

5.8 盐酸（1+1）：将500mL水置于1000mL烧杯中，搅拌下慢慢加入500mL盐酸（5.4），混匀。

YS/T ××××.1—20××

- 5.9 盐酸溶液（1+19）：取25mL盐酸（5.4），加入475mL热水中，混匀，用时现配。
- 5.10 硫酸（1+1）：将50mL水置于250mL烧杯中，冷却并搅拌下，缓慢加入50mL硫酸（5.5）。
- 5.11 氨水（1+1）：将500mL水置于1000mL烧杯中，搅拌下慢慢加入500mL氨水（5.6），混匀。
- 5.12 氨水-氯化铵溶液：称取10g氯化铵（ NH_4Cl ），溶于500mL热水中，加入10mL氨水（5.6），混匀。用时现配。
- 5.13 氢氧化钠溶液（200g/L）：称取20g氢氧化钠（ NaOH ），溶于适量水中，稀释至100mL。
- 5.14 乙酸-乙酸铵缓冲溶液：称取250g乙酸铵（ $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ）于1000mL烧杯中，加入500mL水溶解后，加入150mL冰乙酸，过滤后，用水稀释至1000mL，混匀。
- 5.15 乙酸铵溶液：量取25mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液（5.14），以热水稀释至500mL，混匀，用时现配。
- 5.16 乙酸铅溶液（18g/L）：称取18g乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 于1000mL烧杯中，加入15mL冰乙酸、80mL水溶解，过滤后用水稀释至1000mL。
- 5.17 硫氰酸钾溶液（300g/L）：称取300g硫氰酸钾（ KSCN ），溶于适量水中，稀释至1000mL。
- 5.18 硫脲溶液（50g/L）：称取50g硫脲（ $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$ ），溶于适量水中，稀释至1000mL。
- 5.19 硫酸-硫酸铜溶液：称取1g硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）于1000mL烧杯中，加入1000mL硫酸（5.10）溶解，混匀。
- 5.20 滤纸浆：将定量滤纸撕成碎片，放入500mL烧杯中，加水煮成糊状。
- 5.21 钼标准贮存溶液（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：称取0.1500g三氧化钼（基准试剂）于300mL烧杯中，加入2mL氢氧化钠溶液（5.13）、100mL水，加热溶解，冷却后，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含100 μg 钼。
- 5.22 钼标准溶液（10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：移取10.00mL钼标准贮存溶液（5.21）于100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1mL含10 μg 钼。
- 5.23 甲基橙溶液（1g/L）：称取0.1g甲基橙，溶于约70℃的水中，稀释至100mL，混匀。
- 5.24 酚酞溶液（1g/L）：称取0.1g酚酞，溶于乙醇（1+1），用乙醇（1+1）稀释至100mL。

6 仪器设备

- 6.1 电子天平，精确至0.1mg。
- 6.2 密闭加压微波消解装置：压力控制范围0MPa~10MPa或测温范围0℃~260℃，密闭加压消解容器耐压 $\geq 10\text{MPa}$ 。
- 6.3 分光光度计，具3cm比色皿。

7 样品

样品粒度应小于0.090mm。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.2g样品（7），精确至0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，试验结果取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 钨含量 $\leq 0.30\%$ 的试样中钼的测定

8.4.1.1 样品消解

8.4.1.1.1 微波消解：将试料（8.1）置于消解容器底部同时避免容器壁粘料，依次加入4mL硝酸（5.3），4mL盐酸（5.4），轻摇消解容器使样品均匀分散。按照仪器使用要求，组装好消解容器，放入微波消解装置中，参照附录A中的仪器工作参数设置消解程序。待消解程序正常运行停止后取出消解容器，缓慢开启容器避免消解液喷溅。以蒸馏水少量多次冲洗消解容器密封盖至400mL烧杯中，并小心转移消解液，再以蒸馏水冲洗消解容器内壁2次~3次。

8.4.1.1.2 湿法消解：将试料（8.1）置于400mL烧杯中，加入20mL硝酸—氯酸钾饱和溶液（5.7），盖上表面皿，低温加热溶解，蒸至3mL~5mL，补加5mL硝酸—氯酸钾饱和溶液（5.7），继续蒸至3mL，取下稍冷。加入10mL盐酸（5.4），继续加热蒸至3mL~4mL，取下。

8.4.1.2 向试液（8.4.1.1.1或8.4.1.1.2）中加入6mL盐酸（5.4），用热水冲洗烧杯内壁及表皿，稀释至约80mL，煮沸，取下稍冷，在搅拌下徐徐加入氨水（5.6），使氢氧化物沉淀生成后再过量10mL，煮沸5min，取下，趁热用单层快速定量滤纸过滤于500mL烧杯中，以热氨水—氯化铵溶液（5.12）充分洗涤沉淀5次~6次。加入10mL盐酸（5.8）溶解沉淀于原400mL烧杯中，热水冲洗滤纸至无黄色，再用水稀释滤液至50mL，加入15mL氨水（5.6），煮沸2min~3min，用原滤纸过滤于原500mL烧杯的滤液中，再用热氨水—氯化铵溶液（5.12）洗涤沉淀3次~5次，保留滤纸和残渣用于钼的补正测定。

8.4.1.3 滤液用水稀释至约300mL，加入2滴甲基橙溶液（5.23），用盐酸（5.8）中和至溶液呈橙色或微红色，加热至微沸，取下，加入少量滤纸浆（5.20），3滴硝酸（5.3）。在搅拌下，用滴定管以1mL/5s的速度逐滴均匀加入乙酸铅溶液（5.16），每1mL乙酸铅溶液（5.16）可沉淀约5mg钼，待加入乙酸铅时，上清液不出现沉淀，再过量3mL~5mL，加入15mL乙酸—乙酸铵缓冲溶液（5.14）至溶液呈橙黄色或淡黄色。在温热处静置10min~20min至溶液清亮。取下，用双层中速定量滤纸过滤，粘附在烧杯和玻璃棒上的沉淀用小片滤纸擦净，用热乙酸铵溶液（5.15）洗涤沉淀10次~12次。将沉淀和滤纸移入已恒重的瓷坩埚中，烘干，灰化，置于550℃~600℃马弗炉中灼烧至恒重（在干燥器中冷却后称重）。

8.4.2 钨含量 $> 0.30\%$ 的试样中钼的测定

8.4.2.1 样品消解

8.4.2.1.1 微波消解：操作步骤同8.4.1.1.1。

8.4.2.1.2 湿法消解：将试料（8.1）置于300mL烧杯中，加入20mL硝酸（5.3），盖上表皿，加热溶解，蒸至体积3mL~5mL，取下稍冷，加入10mL盐酸（5.4）继续加热蒸至体积3mL~4mL，取下。

8.4.2.2 向试液（8.4.1.1或8.4.2.1）中加入10mL盐酸（5.4），热水冲洗烧杯内壁及表皿，保持液体体积约80mL，煮沸，趁热用单层快速定量滤纸过滤，用盐酸溶液（5.9）洗涤沉淀7次~8次，烧杯2次~3次。若烧杯上有粘附物，用氨水（5.11）将其转入滤液中，并用水洗净。滤纸和残渣保留用于钼的补正测定。以下操作按8.4.1.2，8.4.1.3进行。

8.4.3 钼的残渣补正测定

8.4.3.1 将8.4.1.2或合并8.4.2.2与8.4.1.2所得的残渣和滤纸放入30mL瓷坩埚中，小心灰化，加入2g~3g混合熔剂（5.1），搅匀，表面再覆盖1g~2g混合熔剂（5.1），置于700℃~750℃高温炉中烧结30min~40min，取出冷却。将坩埚及烧结块小心转入300mL烧杯中，用30mL~40mL热水洗净坩埚取出，加热煮沸，使可溶性盐类溶解，取下，冷却后移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。干过滤。

8.4.3.2 移取20.00mL滤液（8.4.3.1）于50mL容量瓶中，加入1滴酚酞溶液（5.24），用硫酸（5.10）中和至溶液无色，边滴加边充分摇匀至无气泡或少量气泡出现。加入8mL硫酸—硫酸铜溶液（5.19）、

YS/T ××××.1—20××

5mL硫脲溶液（5.18），充分混匀。放置5min，加入5mL硫氰酸钾溶液（5.17），以水稀释至刻度，混匀。放置30min 进行显色。

8.4.3.3 将部分溶液移入3cm 比色皿中，以空白试验溶液为参比，在分光光度计上于波长460nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钼的质量。

8.4.3.4 工作曲线的绘制

移取 0mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 钼标准溶液（5.22），分别置于一组 50mL 容量瓶中，加水至 20mL。以下操作按照8.4.3.2进行。将部分溶液移入3cm 比色皿中，以试剂空白为参比测量吸光度，以钼的质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钼含量以钼的质量分数 ω_{Mo} 计，按式（1）计算：

$$\omega_{Mo} = \left(\frac{m_1 \times 0.2613}{m_0} + \frac{m_2 V_1}{m_0 V_2} \right) \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- ω_{Mo} ——试料中钼元素的质量分数，单位为百分含量（%）；
- m_1 ——灼烧后钼酸铅的质量，单位为克（g）；
- m_2 ——从工作曲线上查得的钼量，单位为克（g）；
- V_1 ——补正试液总体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 ——分取补正试液的体积，单位为毫升（mL）；
- m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；
- 0.2613 ——钼酸铅换算成钼的系数。

计算结果表示到小数点后两位。按 GB/T 8170 的规定修约。

10 精密度

10.1 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

$\omega_{Mo}/\%$	47.07	51.21	51.60	56.16	59.74	64.44
$r/\%$	0.32	0.42	0.34	0.35	0.30	0.30

10.2 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

$w_{\text{Mo}}/\%$	47.07	51.21	51.60	56.16	59.74	64.44
R/%	0.40	0.42	0.48	0.40	0.62	0.30

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 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。

附录 A

(资料性)

密闭加压消解装置工作参数（温度控制型）

称样量	0.2000g	额定压力	≤10MPa
消解程序			
步骤	温度/℃	时间/min	结束温度/℃
1	120	2	60
2	150	2	
3	180	2	
4	190	1	
5	200	10	

温度控制型密闭加压消解装置工作的 5 个步骤中，前 4 个步骤为分段升温过程，200℃时保温 10 分钟，为样品消解过程。针对温压双控型，可参照附录 A 的温度进行仪器消解程序设置，压力控制型密闭加压消解装置，应控制步骤 5 时压力约为 4MPa，停止压力应设置为仪器要求的安全压力以下，并保证不会因为压力过大，造成样品喷溅。