ICS 77.120.99
CCS H

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.8—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第8部分：钙、镁量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 8: Determination of calcium and magnesuum content—
Flame atomic absorption spectrometry

（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：锑量的测定；
——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、西安汉唐分析检测有限公司、酒泉钢铁有限责任公司、XXXX、XXX。

本文件主要起草人： XX、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 8 部分：钙、镁量的测定
火焰原子吸收光谱法

警示——使用氢氟酸要求穿耐酸碱服、戴橡胶耐酸碱手套。溶解试样时需加小心。

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中钙、镁含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中钙、镁含量的测定。测定范围：钙0.01% ~ 6.00%，镁0.002 %~2.5 %。

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

试料用硝酸-盐酸-氢氟酸溶解，以高氯酸驱除氟离子。在适宜的盐酸介质中，以锶盐-镧盐混合液作释放剂，用空气-乙炔火焰原子吸收光谱仪，于波长 422.7 nm 处测量钙的吸光度，于波长 285.2nm 处测量镁的吸光度，计算钙、镁含量。

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 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

5.2 盐酸（ρl.19 g/mL）。

5.3 氢氟酸（ρl.13 g/mL）。

5.4 高氯酸（ρl.68 g/mL）。

5.5 盐酸（1+1）。

5.6 氨水（ρ0.90 g/mL）。

5.7　氯化锶和氯化镧混合溶液：称取10g光谱纯氯化锶($SrCl_2 \cdot 6H_2O$)和 20 g 光谱纯氯化镧，置于400mL 烧杯中，加入少量水，加热溶解后，冷却，移入200mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.8　钙标准贮存溶液：称取2.4970g 碳酸钙(质量分数≥99.99%)(预先在105℃烘1h，并在干燥器中冷却至室温)于250mL烧杯中，加入30 mL 水、15mL 盐酸(5.2)，置电炉上加热至完全溶解，煮沸驱除二氧化碳，冷却后移入1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1.0 mg 钙。

5.9　钙标准溶液：移取10.0mL钙标准贮存溶液（5.8），置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含 100μg 钙。

5.10　镁标准贮存溶液：称取0.1000g 金属镁(质量分数≥99.99%)于250 mL烧杯中，加入30mL水、10mL盐酸(5.2)，置电炉上加热至完全溶解，冷却后移入1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL含 100μg 镁。

5.11　镁标准溶液：移取10.0 mL镁标准贮存溶液（5.10），置于100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 镁。

5.12　钼基体溶液（5mg/mL）：称取0.7500g高纯试剂三氧化钼于200mL 烧杯中，加入30mL水和1mL氨水（5.6），加热溶解后，煮沸5min，冷却，移入100 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。

6　仪器设备

原子吸收光谱仪，附钙空心阴极灯、镁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标均可使用。

——特征浓度：在与测定试液的基体相一致的溶液中，钙的特征浓度应不大于 0.11μg/ mL，镁的特征浓度应不大于 0.03μg/ mL。

——精密度的最低要求：测量最高标准溶液的吸光度 10 次，其标准偏差应不超过平均吸光度 1.5%；测量最低标准溶液（不是“零”标准溶液）的吸光度 10 次，其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——标准曲线线性：标准曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比不应小于 0.7。

7　样品

粒度应小于 0.090 mm。

8　试验步骤

8.1　试料

称取试样 0.20 g，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 将试料（8.1）置于200mL 聚四氟乙烯烧杯中，以少量水润湿。加入10mL 硝酸（5.1），5mL盐酸（5.2），加热溶解，蒸至约5 mL。

8.4.2 加入5mL氢氟酸（5.3）和 3mL高氯酸（5.4），继续加热待白烟冒尽，稍冷。

8.4.3 加入10mL盐酸（5.5），20mL水，加热煮沸溶解盐类至溶液清亮，冷却，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，干过滤。

8.4.4 按表1、表2分取滤液和空白溶液，并补加盐酸溶液（5.5）于100mL 容量瓶中，加入4mL氯化锶和氯化镧混合溶液（5.7），用水稀释至刻度，混匀。

表 1

钙的质量分数/%	试液和空白分取量/mL	盐酸溶液（5.5）补加量/mL	标准系列钼基体加入量/mL
0.012～1.25	20	2.0	5.3
＞1.25～2.50	10	3.0	2.6
＞2.50～6.25	5	4.0	1.3

表 2

镁的质量分数/%	试液和空白分取量/mL	盐酸溶液（5.5）补加量/mL	标准系列钼基体加入量/mL
0.0026～0.50	20	2.0	5.3
>0.50～1.00	10	3.0	2.6
＞1.00～2.5	2	4.0	1.3

8.4.5 于原子吸收光谱仪波长422.7 nm 处，用空气-乙炔火焰，以“零”标准溶液调零，测量钙的吸光度；于原子吸收光谱仪波长285.2 nm 处，用空气-乙炔火焰，以“零”标准溶液调零，测量镁的吸光度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、2.50mL钙标准溶液（5.9）于一组100mL容量瓶中，加入4 mL 盐酸（5.5），4 mL 氯化锶和氯化镧混合溶液（5.7），按表1、表2 加入相应钼基体溶液（5.12），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 移取0mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 镁标准溶液（5.11）于一组100mL容量瓶中，加入4 mL 盐酸（5.5），4 mL氯化锶和氯化镧混合溶液（5.7），按表1、表2 加入相应钼基体溶液（5.12），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 与试样测定相同的条件，以试剂空白为参比，测量标准溶液的吸光度，以钙、镁浓度（μg/mL）为横坐标，以吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

被测元素含量以质量分数ω_M计，按式（1）计算：

$$w_M = \frac{(\rho_1-\rho_0)V_0\times V_2\times 10^{-6}}{m_0V_1}\times 100 \quad \text{……（1）}$$

式中：

ω_M——试料中钙/镁元素的质量分数，单位为百分含量（%）；

ρ_1——从工作曲线上查得试液中钙/镁的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

P_0——从工作曲线上查得空白溶液中钙/镁的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V_0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_2——测定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

m_0——试料的质量，单位为克（g）。

当计算结果小于 0.0010%，保留一位有效数字；当计算结果不小于 0.0010%，保留两位有效数字。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 3、表 4 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 3、表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 钙重复性

w_{Ca}%						
r/%						

表 4 镁重复性

w_{Mg}%						
r/%						

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 5、表 6 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 5、表 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 钙再现性

w_{Ca}%						
R/%						

表 6 镁再现性

w_{Mg}%						
r/%						

11 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。