

焙烧钼精矿化学分析方法
第 7 部分：钾含量的测定
火焰原子吸收光谱法

编

制

说

明

（送审稿）

金堆城钼业股份有限公司

2022 年 6 月

焙烧钼精矿化学分析方法

第 7 部分：钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

一、工作简况

1.1 任务来源

根据 2020 年 7 月 22 日，工业和信息化部办公厅《关于印发 2020 年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕181 号）的要求，行业标准《焙烧钼精矿化学分析方法 第 7 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》制定项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：2020-0707T-YS，项目周期为 24 个月，由金堆城钼业股份有限公司牵头起草，该标准计划完成年限 2022 年。

1.2 项目编制组单位情况

根据标准编制工作任务量，编制组单位构成具体为：金堆城钼业股份有限公司、洛阳钼业集团股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心等单位。

1.3 主要参加单位和工作组成员及其所作的工作

1.3.1 主要参加单位情况

本文件主要起草单位和单位分工见表 1。

表 1 起草单位及所做工作

起草单位	所做工作	
金堆城钼业股份有限公司	起草负责单位	调研现阶段检测需求和国内外检测方法现状，制定研究方案；完成试验样品的搜集和分发；完成分析方法研究工作；撰写标准文件、研究报告和编制说明；完成数据分析统计工作；广泛征求国内同行试验室及相关企业意见。
洛阳钼业集团股份有限公司	第一验证单位	对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行验证；提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。
国标（北京）检验认证有限公司 国家钨与稀土产品质量监督检验中心	第二验证单位	提供试验样品的精密度数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出相应的修改建议。

1.3.2 主要工作成员所负责的工作情况

标准主编单位金堆城钼业股份有限公司在标准预研过程中，积极主动收集国内外测定钼产品中钼含量的方法，分析对比，结合检测中心的测试方法。标准立项后，积极召集行业内相关单位参与标准的制定工作。标准编制过程中，从公司钼炉料产品部及其他单位收集样品，从检测中心召集经验丰富的分析测试工程师、取制样技术员，对本标准进行充分的试验论证。编制标准文本、试验报告及标准编制说明，对收集的意见进行汇总处理。

本文件主要起草人和工作成员分工见表 2。

表 2 起草人及所做工作

起草人	所做工作
XXX、XXX、XXX	标准工作整体协调和推进；标准起草前期调研、样品搜集；试验方案的确定；标准文件、研究报告和编制说明编写。重复性验证试验；修改标准文件、研究报告和编制说明。
XXX、XXX、XXX	标准制定过程中对标准文件和研究报告中的各项试验参数进行了验证。同时，提供了试验样品的精密度数据，对标准文件、研究报告和编制说明提出了相应的修改建议。
XXX、XXX、XXX	对试验样品进行测试，提供比对试验数据；对标准文件、研究报告和编制说明提出修改建议。

1.4 主要工作过程

金堆城钼业股份有限公司在接到标准制订任务后，成立了标准编制组，并召开了标准项目编制启动会议，对标准编写工作进行了部署和分工，主要工作过程经历了以下几个阶段。

1.4.1 起草阶段

（1）2020 年 7 月，接到工业和信息化部办公厅《关于印发 2020 年第二批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》（工信厅科函〔2020〕181 号）文件通知。

（2）2020 年 11 月，在桐乡召开的 2020 年度有色金属标准化技术委员会年会上，有色标委会稀有分会进行了任务落实会议，会议要求由金堆城钼业股份有限公司牵头，负责承担行业标准《焙烧钼精矿化学分析方法 第 7 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》的标准制定工作；会议明确由洛阳钼业集团股份有限公司为第一验证单位、国标（北京）检验认证有限公司为第二验证单位，共同参与标准制定工作。

（3）2020 年 12 月，组建起草小组：撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则。

（4）2021 年 5 月，完成相应分析方法样品的收集和相关研究工作，形成讨论稿、研究报告、征求意见表等，交给洛阳钼业集团股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司，并连同验证样品一起分别寄往各验证单位。

（5）2021 年 10 月，陆续收到各验证单位的研究报告及反馈意见，对参与验证单位的意见和建议进行汇总处理，对讨论稿进行修改，完善实验报告，撰写编制说明。

（6）2022 年 2 月，修改编制说明和标准文本，起草小组进行专题讨论。

（7）2022 年 3 月，参加全国稀有金属标准化技术委员会召开的焙烧钼精矿化学分析方法讨论网络工作会议，全国有色金属标准化委员会稀有金属秘书处、国标（北京）检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、洛阳栾川钼业集团有限公司等多名专家对标准文本和编制说明（讨论稿）提出了修改意见。

（8）2022 年 4 月，网络工作会议结束之后，标准编制组根据讨论结果，对讨论稿进行进一步的修改完善，形成了预审稿。

（9）2022 年 5 月，参加全国稀有金属标准化技术委员会召开的焙烧钼精矿化学分析方法讨论网络工作会议，全国有色金属标准化委员会稀有金属秘书处、国标（北京）检验认证有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、洛阳栾川钼业集团有限公司等多名专家对标准文本和编制说明（预审稿）提出了修改意见。

（10）2022 年 6 月，网络工作会议结束之后，标准编制组根据讨论结果，对讨论稿进行进一步的修改完善，形成了审定稿。

1.4.2 征求意见阶段

(1) 编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开和会议等形式对《焙烧钼精矿化学分析方法 第 7 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》征求意见稿征询意见。

(2) 2022 年 2 月 28 日~3 月 1 日，参加全国稀有金属标准化技术委员会网络召开的标准讨论会。会上有色金属技术经济研究院、国标（北京）检验认证有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心等单位的二十余位专家代表，对本标准征求意见稿、编制说明、试验报告进行了细致的讨论。

(3) 征求意见阶段，共向 XXX 家单位发送了《焙烧钼精矿化学分析方法 第 7 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》（征求意见稿），收到回函的单位数为 XX 个，回函并有建议或意见的单位数为 XX 个，详见征求意见稿意见汇总处理表。征求意见范围广泛且具代表性，编制组根据意见对征求意见稿进行修改完善，于 2022 年 4 月形成了《焙烧钼精矿化学分析方法 第 7 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》（预审稿）。根据 2022 年 5 月网络工作会议专家的意见对预审稿进行修改，于 2022 年 6 月形成《焙烧钼精矿化学分析方法 第 7 部分：钾量的测定 火焰原子吸收光谱法》（审定稿）。

二、标准化文件编制原则

- 2.1 符合性：该标准按照 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》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》的要求进行了编写。
- 2.2 合理性：反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置。
- 2.3 先进性：本文件涉及的内容，技术水平不低于当前国内先进水平。

三、标准化文件主要内容的确定依据

本文件是首次制定，并且在充分调研了生产的实际水平后完成的。

3.1 钾元素测定范围的确定

在确定本标准中钾元素含量测定范围时，依据了产品标准 GB/T 24482—2009《焙烧钼精矿》，焙烧钼精矿产品中的钾含量范围为不大于 2.0%，结合检测工作曲线线性范围的实际情况，最终确定出本文件中钾元素含量的测定范围为：0.001%~2.00%。

3.2 仪器条件试验

3.2.1 测定波长的选择

按试验方法，用 0.6μg/mL 钾标准溶液进行测定波长的选择，数据见表 3。

表 3 波长选择试验

波长（nm）	404.4	766.5	769.9
空白吸光度	0.0024	0.0198	0.0098
试样吸光度	0.0055	0.360	0.195
净吸光度	0.0031	0.340	0.185

在原子吸收光谱分析中，通常选择元素的共振线作分析线，这样可提高测定的灵敏度。数据表明，选择钾的灵敏线 766.5nm 作为测定波长时，灵敏度高，吸光度达到最大值。

3.2.2 空心阴极灯工作电流的选择

按试验方法，用 0.6μg/mL 钾标准溶液分别于不同灯电流下测量其吸光度，数据见表 4。

表 4 灯电流试验

灯电流（mA）	7	8	9	10	11	12	13
空白	0.0170	0.0174	0.0175	0.0180	0.0187	0.0185	0.0186
吸光度	0.328	0.341	0.354	0.368	0.348	0.346	0.345
净吸光值	0.311	0.324	0.336	0.350	0.329	0.328	0.326

当灯电流太小时,会造成光源发光强度不稳定,也会使吸光度值重现性变差,所以试验选择灯电流从 7mA 开始考察。数据表明:当灯电流在 7~10mA 范围内时,稳定性较好,随工作电流的增大吸光度基本稳定无明显变化,但从 11mA 开始随工作电流的增大吸光度逐渐减小,这是谱线变宽的缘故。故试验选择空心阴极灯工作电流为 7~10mA。

3.2.3 狭缝宽度的选择

按试验方法,用 0.6μg/mL 钾标准溶液分别于不同狭缝宽度下测量其吸光度,数据见表 5。

表 5 狭缝宽度试验

狭缝宽度 (nm)	0.2	0.7	2.0
空白	0.0152	0.0183	0.0187
吸光度	0.348	0.349	0.350
净吸光值	0.333	0.331	0.331

数据表明,随着狭缝宽度的增大,吸光度稳定无明显变化,故选择仪器推荐使用的 0.7nm。

3.2.4 燃气与助燃气流量比

按试验方法,用 0.6μg/mL 钾标准溶液在保持助燃气流量(空气流量为 10L/min)不变的条件下,分别于不同燃气流速下测量其吸光度,数据见表 6。

表 6 燃气流量试验

燃气流量 (L/min)	2.0	2.2	2.5	2.8	3.0
空白	0.0160	0.0166	0.0192	0.0201	0.0208
吸光度	0.309	0.314	0.353	0.361	0.363
净吸光值	0.293	0.297	0.334	0.341	0.342

数据表明:在贫燃火焰范围内,适当增加乙炔流量可以增大吸光度值。但当乙炔流量增大到富燃焰之后,随着乙炔流量的增大,吸光度值稳定无明显变化。为节约试剂成本,试验选择燃气流量为 2.5L/min。

3.3 样品处理条件试验

3.3.1 酸类型的选择

焙烧钼精矿中钾盐主要以可溶性盐为主。本试验以焙烧钼精矿 2#样品为考察对象,按试验方法分别用硝酸、王水、逆王水、硝酸-氢氟酸、王水-氢氟酸、逆王水-氢氟酸六种不同类型的酸对样品进行预处理后,分取试液 10mL 于一组 100mL 容量瓶中,测量其吸光度与含量,随同试样做空白试验,数据见表 7。

表 7 酸类型选择试验

酸类型	硝酸	王水	逆王水	硝酸-氢氟酸	王水-氢氟酸	逆王水-氢氟酸
空白	0.0065	0.0063	0.0062	0.0060	0.0070	0.0071
吸光度	0.182	0.238	0.320	0.495	0.483	0.477
含量 (%)	0.131	0.174	0.240	0.399	0.389	0.383

试验现象表明:使用王水和逆王水两种酸溶解样品,溶液浑浊且有残渣,判断样品溶解不完全;使用王水-氢氟酸和逆王水-氢氟酸两种酸溶解样品,溶液澄清透明,但是溶解过程中反应剧烈容易迸溅造成损失;使用硝酸-氢氟酸溶解样品,溶液澄清透明,且溶解过程无异常现象。综合数据来看,使用硝酸-氢氟酸溶解样品吸光度与含量达到最大值,样品溶解完全,从安全角度和操作难易程度等方面综合考虑,本试验选硝酸-氢氟酸溶解样品。

3.3.2 酸用量试验

本试验以焙烧钼精矿 2#样品为考察对象,按试验方法分别加入不同体积的硝酸处理样品后,分取试液 10mL 于一组 100mL 容量瓶中,测量其吸光度与含量,随同试样做空白试验,数据见表 8。

表 8 酸用量试验

酸用量 (mL)	10	15	20	25	30
空白	0.0064	0.0065	0.0071	0.0063	0.0067
吸光度	0.464	0.499	0.495	0.497	0.497
含量 (%)	0.368	0.396	0.393	0.395	0.395

数据表明，当硝酸用量为 15mL 时试样溶解完全，吸光度与含量达到最大且趋于稳定，考虑不同含量试样的溶解情况，本试验选硝酸用量为 20mL。

3.3.3 样品酸度的影响

本试验分别以 0.6μg/mL 钾标准溶液和焙烧钼精矿 2#样品为考察对象，按试验方法将 2#样品进行预处理，分取试液 10mL 于一组 100mL 容量瓶中，在两组溶液中同步加入不同体积的浓硝酸，测量其吸光度，随同试样做空白试验，数据见表 9。

表 9 样品酸度试验

样品	硝酸量 (mL)	0	1	2	3	4	5
空白	吸光度	0.0028	0.0028	0.0034	0.0030	0.0031	0.0030
0.6μg/mL 钾标准		0.352	0.348	0.351	0.350	0.359	0.360
2#		0.485	0.481	0.483	0.482	0.485	0.489

数据表明，酸度对试验的结果影响不是很大，本试验采用不加硝酸调节酸度，选取水为介质。

3.3.4 消电离剂用量试验

火焰原子吸收光谱法测定钾含量时易发生电离效应，本试验采用在试液中加入碱金属盐—氯化铯作消电离剂。由于铯比钾更容易电离，在火焰中可产生一定量的电子，从而抑制了待测元素钾的电离。试验分别以 0.6μg/mL 钾标准溶液和焙烧钼精矿 2#样品为考察对象，按试验方法将 2#样品进行预处理，分取试液 10mL 于一组 100mL 容量瓶中，在两组溶液中同步加入不同体积的氯化铯溶液，测量其吸光度，数据见表 10。

表 10 消电离剂用量试验

样品	氯化铯 (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7
空白	吸光度	0.0021	0.0034	0.0042	0.0047	0.0050	0.0051	0.0055	0.0055
0.6μg/mL 钾标准		0.0531	0.297	0.342	0.359	0.365	0.384	0.384	0.385
2#		0.154	0.321	0.362	0.392	0.412	0.426	0.428	0.428

数据表明，随着消电离剂氯化铯加入量的增加，0.6μg/mL 钾标准溶液和焙烧钼精矿 2#样品吸光度逐渐增加。当氯化铯加入量为 5mL 时吸光度值达到最大且趋于稳定，本试验取 5mL。

数据表明，酸度对试验的结果影响不是很大，本试验采用不加硝酸调节酸度，选取水为介质。

3.3.5 共存元素的干扰试验

共存元素有无干扰直接影响钾含量测定结果的准确性，按试验方法，在一组分别含有 1300μg/mL 钼基体和 0.2μg/mL、0.6μg/mL、1.0μg/mL 钾标准的 3 个 100mL 容量瓶中，依次各加入 6μg/mL 铜、2μg/mL 铅、1μg/mL 锡、0.8μg/mL 锑 4 种共存元素，考察干扰情况。数据见表 11。

表 11 共存元素的干扰

钾标准溶液 μg/mL	0.2				0.6				1.0			
干扰元素	铜	铅	锡	锑	铜	铅	锡	锑	铜	铅	锡	锑
测得钾(μg/mL)	0.199	0.197	0.196	0.194	0.598	0.593	0.587	0.590	0.996	0.984	0.979	0.965
回收率(%)	99.5	98.5	98.0	97.0	99.7	98.8	97.8	98.3	99.6	98.4	97.9	96.5

数据表明，在不同浓度的钾标准溶液里加入铜、铅、锡、锑 4 种干扰元素，回收满意。

3.4 基体影响试验

按试验方法，在一组含有 0.6 $\mu\text{g/mL}$ 钾标准容量瓶中，加入钼基体，分别配制成不同浓度的基体溶液，测定吸光度，数据见表 12。

表 12 基体影响试验

钼基体 ($\mu\text{g/mL}$)	0	100	200	500	800	1000	1300	1500
测得钾值 ($\mu\text{g/mL}$)	0.601	0.602	0.607	0.614	0.627	0.629	0.623	0.638
回收率 (%)	100.1	100.3	101.2	102.3	104.5	104.8	103.8	106.3

结果表明：基体对钾的测定基本无干扰，基体浓度控制在 1300 $\mu\text{g/mL}$ 以内时，回收满意。

3.5 共存元素的干扰试验

焙烧钼精矿的共存元素主要有铜，铅，锡，锑等。

3.5.1 干扰元素的筛查

按试验方法，在一组含有 1300 $\mu\text{g/mL}$ 钼基体和 0.6 $\mu\text{g/mL}$ 钾标准溶液的 100mL 容量瓶中，分别加入 60 $\mu\text{g/mL}$ 的共存元素，考察干扰情况。数据见表 13。

表 13 干扰元素的筛查

干扰元素	铜	铅	锡	锑
测得钾值 ($\mu\text{g/mL}$)	0.597	0.617	0.589	0.594
回收率 (%)	99.5	102.8	98.2	99.2

数据表明，当干扰元素浓度为钾浓度的 100 倍以内时不干扰，回收满意。

3.5.2 共存元素干扰试验

焙烧钼精矿中主要高含量杂质为铜，铅，考察它们共存时对钾测定的影响。按试验方法在一组含有 1300 $\mu\text{g/mL}$ 钼基体和 0.6 $\mu\text{g/mL}$ 钾标准溶液的 100mL 容量瓶中，分别加入不同量的共存元素，考察干扰情况。数据见表 14。

表 14 共存元素干扰试验

铜 $\mu\text{g/mL}$	铅 $\mu\text{g/mL}$	测得钾值 $\mu\text{g/mL}$	回收率 %
200	100	0.588	98.0
400	100	0.586	97.7
800	100	0.590	98.3
200	200	0.599	99.8
200	400	0.598	99.7

数据表明，当有大量杂质元素存在时，这些共存元素对测定不干扰。

按试验方法，在一组分别含有 1300 $\mu\text{g/mL}$ 钼基体和 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.6 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 钾标准溶液的 3 个 100mL 容量瓶中，依次各加入 6 $\mu\text{g/mL}$ 铜、2 $\mu\text{g/mL}$ 铅、1 $\mu\text{g/mL}$ 锡、0.8 $\mu\text{g/mL}$ 锑 4 种共存元素，考察干扰情况。

表 15 铜、铅、锡、锑共存元素干扰试验

钾标准溶液 $\mu\text{g/mL}$	0.2				0.6				1.0			
干扰元素	铜	铅	锡	锑	铜	铅	锡	锑	铜	铅	锡	锑
测得钾	0.199	0.197	0.196	0.194	0.598	0.593	0.587	0.590	0.996	0.984	0.979	0.965

(μg/mL)												
回收率(%)	99.5	98.5	98.0	97.0	99.7	98.8	97.8	98.3	99.6	98.4	97.9	96.5

数据表明，在不同浓度的钾标准溶液里加入铜、铅、锡、锑 4 种干扰元素，回收满意。

3.6 工作曲线

在原子吸收光谱仪上，设定仪器测量条件，测定钾标准系列溶液的吸光度，以空白校正后的吸光度为纵坐标，钾质量浓度为横坐标，仪器自行给出工作曲线。数据见表 16。

表 16 钾元素工作曲线

钾标准溶液/（μg/mL）	吸光度
0	0.0115
0.20	0.144
0.40	0.280
0.60	0.403
0.80	0.526
1.00	0.646

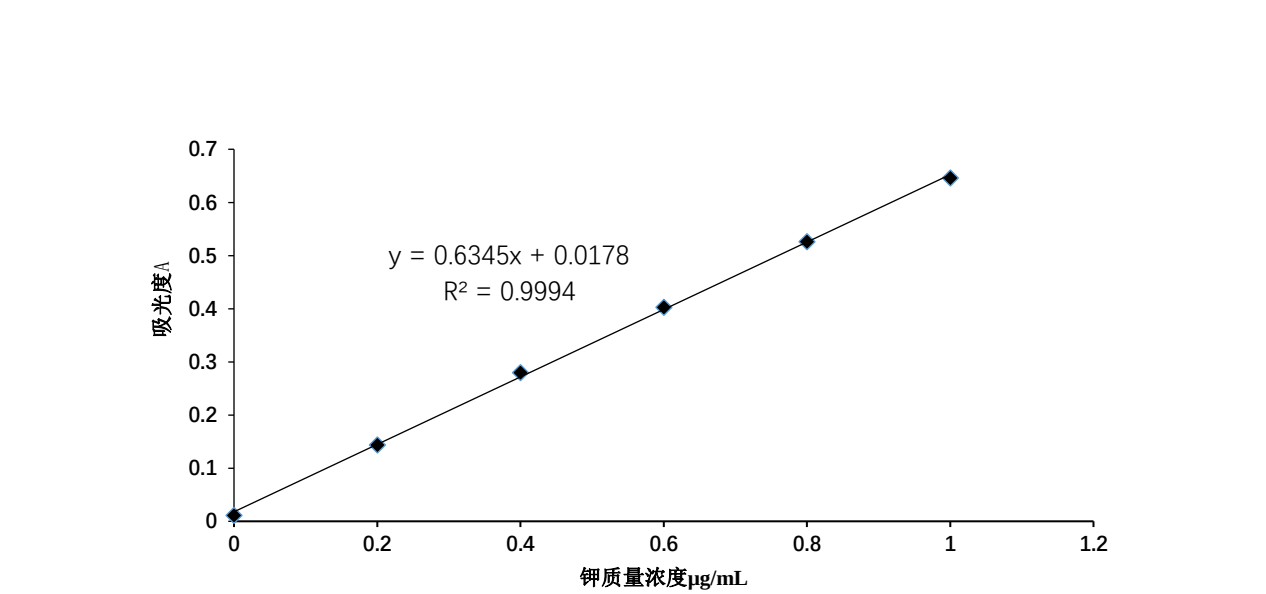


图 1 钾元素工作曲线

工作曲线为：A=0.6345C+0.0178，相关系数为 0.9997。

3.6.1 仪器精密度

测量最高标准溶液 1.0μg/mL 吸光度 10 次，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%。测量最低标准溶液 0.2μg/mL 吸光度 10 次，其标准偏差不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。数据见表 17。

表 17 仪器精密度

钾标准溶液 μg/mL	测定结果 A	平均值	标准偏差	相对标准偏差 (%)
1.0	0.632、0.640、0.633、0.634、0.640、 0.631、0.640、0.635、0.641、0.640	0.637	0.0039	0.62

0.2	0.149、0.149、0.151、0.150、0.152、 0.151、0.151、0.151、0.149、0.150	0.150	0.0011	0.17
-----	---	-------	--------	------

数据表明，仪器精密度满足测量要求。

3.6.2 特征浓度

特征浓度是指能产生 0.0044 吸光度时，被测元素在水溶液中的浓度。在与测定溶液的基体相一致的溶液中，钾的特征浓度应不大于 0.01 $\mu\text{g/mL}$ 。特征浓度按公式 $S = \frac{0.0044}{K}$ 计算，K 为工作曲线的斜率。

数据见表 18。

表 18 特征浓度

元素	工作曲线	斜率 K	特征浓度 S
钾	$A=0.6345C+0.0178$	0.6345	0.007

3.6.3 标准曲线的线性

将工作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，应不小于 0.7。
数据见表 19。

表 19 标准曲线线性

钾标准溶液 μg/mL	吸光度	差值	比值
0.00	0.0115	0.120	0.9
0.20	0.144		
0.80	0.526	0.133	
1.00	0.646		

3.7 方法检出限

按国际理论与应用化学家联合会（IUPAC）规定，对方法全过程进行 11 份空白样品测试，方法检出限按照 3 倍标准偏差计算，分次测定结果见表 20。

表 20 方法检出限

元素	空白溶液检测值 $\mu\text{g/mL}$	标准偏差	方法检出限 $\mu\text{g/mL}$
钾	0.0101、0.0145、0.0117、0.0115、0.0096、 0.0148、0.0104、0.0066、0.0101、0.0096、0.0080	0.0024	0.0072

3.8 方法精密度

选择均匀性满足分析要求 6 个水平的焙烧钼精矿样品作为方法精密度实验样品。其中 1#、2#、3#、4#为焙烧钼精矿行业标准样品（YSS104-2020）的 JDC1#、JDC2#、JDC3#、JDC4#，标准值分别为：（0.087 $\pm$ 0.006）%、（0.40 $\pm$ 0.06）%、（0.66 $\pm$ 0.04）%、（0.54 $\pm$ 0.02）%。

现有样品无法形成钾元素的含量梯度。因此，本实验向焙烧钼精矿 3#样品中加入一定量钾元素的方法合成 7#(模拟样)、8#(模拟样)。

7#（模拟样）：称取 3#样品 0.2000g，加入 800 μg 钾，定容体积 100mL，分取体积 2mL，分取液定容体积 100mL；

8#（模拟样）：称取 3#样品 0.2000g，加入 2500 μg 钾，定容体积 100mL，分取体积 2mL，分取液定容体积 100mL；

按方法对 6 个焙烧钼精矿样品、两个模拟样测定 11 次进行精密度试验，结果见表 20。

表 21 方法精密度

样品编号	测定结果 %	平均值 %	标准偏差	相对标准偏差 %
1#	0.0778、0.0739、0.0726、0.0765 0.0728、0.0720、0.0764、0.0738 0.0736、0.0757、0.0752	0.0746	0.0018	2.5
2#	0.399、0.395、0.389、0.393、0.401、 0.399、0.400、0.400、0.390、0.394、 0.390	0.396	0.0045	1.1
3#	0.632、0.630、0.619、0.634、 0.646、0.635、0.619、0.632、 0.620、0.624、0.616	0.628	0.0091	1.4
4#	0.448、0.454、0.449、0.446、0.457、 0.465、0.449、0.456、0.462、0.467、 0.463	0.456	0.0074	1.6
5#	0.161、0.153、0.157、0.160、0.154、 0.155、0.157、0.157、0.162、0.152、 0.153	0.156	0.0034	2.2
6#	0.108、0.108、0.107、0.112、0.107、 0.102、0.109、0.108、0.111、0.109、 0.109	0.108	0.0025	2.4
7#	1.12、1.02、1.09、1.11、1.08、 0.98、1.03、1.07、1.01、1.04、 1.05	1.05	0.0437	4.14
8#	1.74、1.79、1.91、1.86、1.95、1.91、 1.77、1.89、1.86、1.72、1.77	1.83	0.0784	4.28

数据表明，精密度(RSD)小于 5%，满足分析要求。

3.9 方法准确度

在溶解试样前加入不同量钾标准，按本方法对 6 个焙烧钼精矿样品进行测定，回收率见表 22。

表 22 方法准确度

样品编号	钾的本底值 %	加入钾标量 μg/mL	测得钾量 μg/mL	钾回收率 %
1#	0.0746	150	293.52	96.9
		300	442.15	98.1
2#	0.396	800	1580.31	98.5
		1600	2385.04	99.6
3#	0.628	1200	2475.12	101.6
		2400	3592.65	97.3
4#	0.456	900	1795.62	98.1
		1800	2726.24	100.8
5#	0.156	300	608.27	98.7

		600	927.19	102.5
6#	0.108	200	413.56	98.5
		400	621.17	101.3

数据表明，本方法有良好的回收率和准确度。

3.10 主要实验（或验证）的分析、综述报告

在完成相关条件试验后，各参编单位按照 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》中关于精密度的要求，对 8 个水平样品中钾元素的含量进行了测定。在汇总数据后，金堆城钼业股份有限公司按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度》，对三家参编单位的试验验证数据进行统计计算，并结合线性内插或外延法，得出不同含量梯度的重复性限和再现性限。

表 23 焙烧钼精矿中钾含量数据结果统计

试验单位		金堆城钼业股份有限公司	洛阳钼业集团股份有限公司	国标（北京）检验认证有限公司
		起草	一验	二验
水平 1	$\bar{x}$	0.075	0.074	0.077
	RSD	2.5	1.9	2.8
水平 2	$\bar{x}$	0.40	0.40	0.42
	RSD	1.1	1.8	1.5
水平 3	$\bar{x}$	0.63	0.66	0.66
	RSD	1.5	1.5	1.1
水平 4	$\bar{x}$	0.46	0.48	0.46
	RSD	1.6	1.2	1.4
水平 5	$\bar{x}$	0.16	0.16	0.16
	RSD	2.2	2.6	1.9
水平 6	$\bar{x}$	0.11	0.12	0.11
	RSD	2.37	1.51	1.68
水平 7	$\bar{x}$	1.1	1.0	1.0
	RSD	4.1	4.3	2.5
水平 8	$\bar{x}$	1.83	1.86	1.91
	RSD	4.3	2.3	2.8

3.11 重复性

重复性是根据参编单位精密度数据计算所得。精密度数据是由验证单位对钾含量的不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钾含量在重复性条件下独立测定 11 次。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 24 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 24 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 24 重复性限

$w_k\%$	0.075	0.11	0.16	0.40	0.46	0.65	1.05	1.87
$r/\%$	0.005	0.01	0.01	0.02	0.02	0.02	0.10	0.18

3.12 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 25 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 25 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 25 再现性限

$w_k\%$	0.075	0.11	0.16	0.40	0.46	0.65	1.05	1.87
$R/\%$	0.006	0.02	0.02	0.04	0.05	0.06	0.11	0.20

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题。

五、预期达到的社会效益等情况

5.1 标准的必要性

焙烧钼精矿又称三氧化钼或工业氧化钼，泛指钼精矿焙烧的焙砂。将钼精矿在 $630^{\circ}\text{C}\sim 700^{\circ}\text{C}$ 下进行氧化焙烧，便使硫化钼转化为工业三氧化钼。近年来，随着焙烧钼精矿产业不断发展，伴随加工产品要求的不断提高及产品出口量的日益增加，国内外客户对焙烧钼精矿产品中的钼含量及杂质元素的要求越来越高。而焙烧精矿产品没有化学分析方法国家标准，只能参照采用钼精矿化学分析方法或双方认可的方法进行，其化学分析方法严重滞后于生产贸易的需求。为了适应市场的发展变化及应对可能出现的国外贸易壁垒，满足焙烧钼精矿国家标准中主含量钼及杂质元素的控制要求的需要，特提出制定焙烧钼精矿化学分析方法标准，该系列标准检测技术先进、实用，采用了许多高新仪器分析方法、覆盖现有的大部分检测技术，包括火焰原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、高频燃烧红外吸收法及光度法等。使焙烧钼精矿国家标准分析方法与国际先进水平接轨，有利于保证分析结果的一致性，提高进出口贸易中产品技术指标的互信度，并对焙烧钼精矿的生产、研制、使用等有极其重要的意义。

焙烧钼精矿主要用于炼钢、钼化工、陶瓷等领域。近几年国内各大钢铁企业普遍采用相对经济适用焙烧钼精矿（块）作为炼钢添加剂。但是，没有与之配套的化学分析方法国家标准，造成质量异议频繁发生，给生产和用户带来许多不便，金钼股份通过与太钢、武钢、宝钢等企业技术交流，联合研制了该产品的化学分析方法。况且，我国大多实验室拥有了许多高新的分析仪器，涵盖了现有的大部分检测技术，包括电感耦合等离子体质谱法、电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、石墨炉原子吸收光谱法、高频燃烧红外吸收法、惰气熔融红外吸收法-热导法及光度法等。检测结果准确度高、可靠、操作实用性强、分析速度更快，能够较好地满足有色金属工业快速发展对产品测定的要求。本标准能够建立一套可靠的分析方法，准确测定焙烧钼精矿产品中的主元素和杂质元素的含量，为焙烧钼精矿产品的质量控制在产品交易提供可靠的依据。对提高钼产品生产企业生产效率、保证贸易结算的准确性起到了非常重要的作用，具有显著的社会效益及经济效益。

国外尚无测定焙烧钼精矿化学分析的标准方法。

5.2 标准的预期作用

本文件充分考虑了我国焙烧钼精矿生产企业和使用加工企业的生产工艺技术水平。本文件颁布执行后，有利于生产采用统一的分析方法开展产品质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

6.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

6.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无。

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

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。

本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写，本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准作为强制性或推荐性标准的建议

建议该标准为行业标准，供相关组织参考采用。

十、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了焙烧钼精矿中钾元素含量的测定，有利用整个行业分析水平的提升。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十一、废止现行有关标准的建议

本文件为新制定文件，无废止其它标准的建议。

十二、其他应予说明的事项

无。

《焙烧钼精矿化学分析方法》编写组
2022 年 6 月