

**焙烧钼精矿化学分析方法**  
**第 8 部分：钙、镁含量的测定**  
**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 8 部分：钙、镁量的测定

### 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 8 部分：钙、镁量的测定 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：2020-0708T-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 项目编制组单位变化情况

根据标准编制工作任务量，重新调整了编制组单位构成，具体为：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。 |
| 西安汉唐分析检测有限公司 | 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。                                      |
| 酒泉钢铁有限责任公司   | 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钙、镁含量的方法，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8部分：钙、镁量的测定 火焰原子吸收光谱法》的标准制定工作；会议明确由西安汉唐分析检测有限公司为第一验证单位、酒泉钢铁有限责任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，交西安汉唐分析检测有限公司、酒泉钢铁有限责任公司，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。

(9) 2022年5月，参加全国有色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，对预审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8部分：钙、镁量的测定 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，参加全国有色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8部分：钙、镁量的测定 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8部分：钙、镁量的测定 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8部分：钙、镁量的测定 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 钙、镁元素测定范围的确定

在确定本标准中钙、镁元素含量测定范围时，参考了产品标准 GB/T 24482—2009《焙烧钼精矿》。焙烧钼精矿产品中的杂质元素含量范围，结合焙烧钼精矿产品中钙、镁含量范围： $\text{Ca} \leq 6.0\%$ 、 $\text{Mg} \leq 2.0\%$ ，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钙、镁元素含量的测定范围为：钙 0.01%~6.00%，镁 0.002%~2.5%。

### 3.2 溶解方法的选择

分别采用硝酸+盐酸+氢氟酸、王水、硝酸+盐酸+高氯酸对焙烧钼精矿样品进行前处理，结果表明：硝酸+盐酸+氢氟酸、王水两种方法能使试样溶解，硝酸+盐酸+高氯酸溶解过程中试样呈白色糊状，无法溶解至澄清，所以暂时不考虑此方法。各称取 0.20g YSS003-96-5 样品和 3#样品 3 个平行样，按 10mL 硝酸+5mL 盐酸+5mL 氢氟酸、王水(15mL 盐酸+5mL 硝酸，补加 10mL 盐酸)两种试验方法溶解样品，在波长 285.2nm 处进行镁吸光度测定，结果见表 3。

表 3 溶解方法试验

| 样品溶解方法                     | 硝酸+盐酸+氢氟酸 |       |       | 王水    |       |       |
|----------------------------|-----------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                            | 1         | 2     | 3     | 1     | 2     | 3     |
| YSS003-96-5#三氧化钼<br>光谱标准样品 | 0.008     | 0.009 | 0.008 | 0.037 | 0.032 | 0.036 |
| 3#<br>样品                   | 0.053     | 0.054 | 0.053 | 0.012 | 0.012 | 0.012 |

实验结果表明：加入 10mL 硝酸+5mL 盐酸+5mL 氢氟酸溶解试样，能够保证样品溶解完全，且计算结果（YSS003-96-5 样品镁含量已知）基本一致。王水(15mL 盐酸+5mL 硝酸，补加 10mL 盐酸)虽然能够保证样品溶解，计算结果不符，故选用 10mL 硝酸+5mL 盐酸+5mL 氢氟酸溶解试样。

试验中所用试剂，包括氢氟酸、盐酸、硝酸、高氯酸均为优级纯。试验发现：5mL 氢氟酸溶解试样能够保证试样在合适时间溶解，若增加氢氟酸用量，溶解样品时间虽然能减少，但是用来驱氟的高氯酸也要相应增加，会增加赶酸时间，所以确定氢氟酸使用量为 5mL。

### 3.3 仪器条件试验

#### 3.3.1 空心阴极灯工作电流的选择

分别用 1  $\mu\text{g/mL}$  钙、0.4  $\mu\text{g/mL}$  镁标准溶液，在波长 422.7nm 处测定钙吸光度，在波长 285.2nm 处测定镁吸光度，结果如表 4。

表 4 灯电流的影响

|   |          |       |       |       |       |       |       |
|---|----------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 钙 | 灯电流 (mA) | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     |
|   | 吸光度      | 0.054 | 0.047 | 0.050 | 0.049 | 0.043 | 0.043 |
| 镁 | 灯电流 (mA) | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |
|   | 吸光度      | 0.173 | 0.142 | 0.123 | 0.114 | 0.105 | 0.100 |

空心阴极钙灯、镁灯均从推荐工作电流开始考察。试验结果显示：随着工作电流增大，钙灯、镁灯测量的吸光度均有所减小。灯工作电流过大、过小均会影响灯放电的稳定性和锐线光的输出强度。所以，综合考虑，选择钙灯最佳灯电流为 5mA，镁灯最佳灯电流为 4mA。

#### 3.3.2 负高压的选择

分别用 1  $\mu\text{g/mL}$  钙、0.4  $\mu\text{g/mL}$  镁标准溶液，在波长 422.7 nm 处测定钙吸光度，在波长 285.2nm 处测定镁吸光度，结果如表 5。

表 5 负高压的影响

|   |         |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|---|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 钙 | 负高压 (V) | 370.5 | 371.0 | 371.5 | 372.0 | 372.5 | 373.0 | 373.5 | 374.0 | 374.5 |
|   | 吸光度     | 0.050 | 0.052 | 0.052 | 0.053 | 0.053 | 0.053 | 0.053 | 0.046 | 0.041 |

|   |         |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
|---|---------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 镁 | 负高压 (V) | 326.0 | 326.5 | 327.0 | 327.5 | 328.0 | 328.5 | 329.0 | 329.5 | 330.0 |
|   | 吸光度     | 0.141 | 0.140 | 0.142 | 0.141 | 0.141 | 0.142 | 0.140 | 0.139 | 0.139 |

数据表明，对于钙灯而言，负高压在 372.0—373.5.0 V 范围内，吸光度稳定性较好，避免负高压过高时能量值不稳定，选择钙灯最佳负高压为 372.5V。同理，镁灯最佳负高压为 327.0 V。

### 3.3.3 燃气流量的选择

分别用 1  $\mu\text{g/mL}$  钙、0.4  $\mu\text{g/mL}$  镁标准溶液，在波长 422.7 nm 处测定钙吸光度，在波长 285.2nm 处测定镁吸光度，结果如表 6。

表 6 燃气流量的影响

|   |               |       |       |       |       |       |       |       |
|---|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 钙 | 燃气流量 (mL/min) | 1100  | 1200  | 1300  | 1400  | 1500  | 1600  | 1700  |
|   | 吸光度           | 0.030 | 0.039 | 0.049 | 0.062 | 0.063 | 0.062 | 0.060 |
| 镁 | 燃气流量 (mL/min) | 1200  | 1300  | 1400  | 1500  | 1600  | 1700  | 1800  |
|   | 吸光度           | 0.123 | 0.129 | 0.136 | 0.139 | 0.125 | 0.117 | 0.101 |

数据表明，对于钙灯而言，燃气流量在 1100-1500 mL/min 范围内，随着燃气流量增大，吸光度值越来越大，从 1600mL/min 开始，吸光度有所下降，综合考虑，选择 1500 mL/min 燃气流量为钙灯测量最佳值。同理，选择 1500mL/min 燃气流量为镁灯测量最佳值。

### 3.3.4 燃烧器高度的影响

分别用 1  $\mu\text{g/mL}$  钙、0.4  $\mu\text{g/mL}$  镁标准溶液，在波长 422.7 nm 处测定钙吸光度，在波长 285.2nm 处测定镁吸光度，结果如表 7。

表 7 燃烧器高度的影响

|   |            |       |       |       |       |       |       |
|---|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 钙 | 燃烧器高度 (mm) | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |
|   | 吸光度        | 0.065 | 0.059 | 0.039 | 0.023 | 0.020 | 0.019 |
| 镁 | 燃烧器高度 (mm) | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     |
|   | 吸光度        | 0.070 | 0.099 | 0.119 | 0.130 | 0.128 | 0.123 |

资料显示，锐线光源的光束通过火焰的不同部位时对测定的灵敏度和稳定性有一定的影响，为保证测定的灵敏度高应使光源发出的锐线光通过最佳火焰区域，这个区域火焰稳定且干扰较少，所以调节燃烧器狭缝口的高度位置。如表所示，对于钙灯而言，随着燃烧器高度增大，吸光度逐渐减小，考虑火焰稳定性，故选择燃烧器高度 4mm 时为钙灯最佳测定值，同理，选择燃烧器高度 5mm 时为镁灯最佳测定值。

## 3.4 共存离子的干扰

### 3.4.1 基体元素对钙、镁测定的干扰

试料中除被测组分钙、镁、铜、铅、锡等元素外，主要成分是钨基体，因为没有合适的焙烧钨精矿作为基体，本次试验过程中选用与焙烧钨精矿钨含量相当的高纯三氧化钨（钨含量>60%），称取 0.10g、0.15g、0.20g、0.25g、0.30g 高纯三氧化钨（含镁量<0.0002%，含钙量<0.0002%），按溶解焙烧钨精矿方法溶解，分别加入 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.5 $\mu\text{g/mL}$  钙标准溶液，0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.6 $\mu\text{g/mL}$  镁标准溶液，并进行吸光度测定。结果如下图。

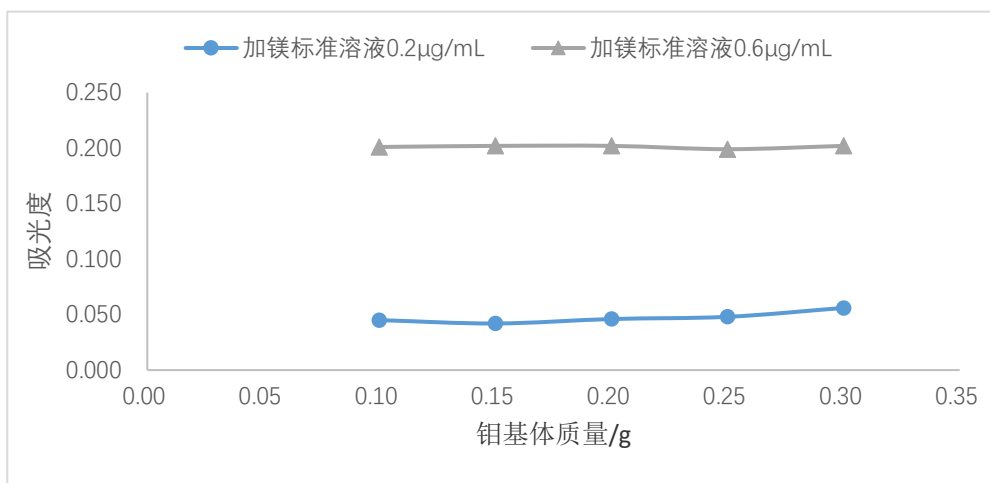


图1 钼基体对镁测定的影响情况

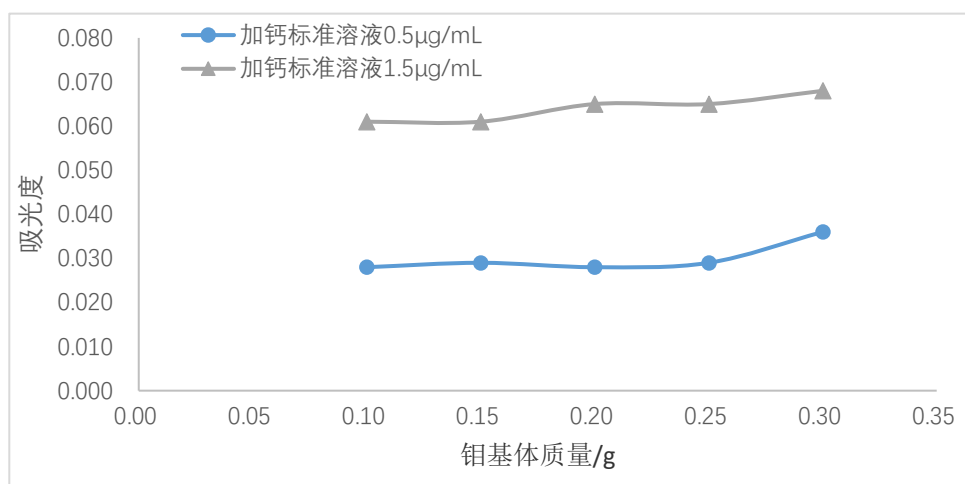


图2 钼基体对钙测定的影响情况

从图中可以看出，在不同含量钼基体溶液中加入不同浓度的钙/镁标准溶液，在钼基体质量0.15-0.25g时，测得钙/镁吸光度较稳定，所以，在100mL体积内，0.25g以内的钼不干扰钙/镁的测定。

### 3.4.2 共存离子的影响

根据焙烧钼精矿中杂质元素含量的不同，研究了铁、铜、铅、钨、磷等对钙、镁测定的干扰情况。在 0.6μg/mL 镁标准的 100mL 容量瓶中分别加入 60μg/mL 的铜、铅、钨、磷和 30μg/mL 铁等共存元素，在 1.0μg/mL 钙标准的 100mL 容量瓶中分别加入 100μg/mL 钨和 50μg/mL 的铁、铜、铅、磷等共存元素，试验结果如表 8。

表 8 共存离子的干扰

|                   | 标准溶液原液 | 干扰元素 |      |      |      |      |
|-------------------|--------|------|------|------|------|------|
|                   |        | 铁    | 铜    | 铅    | 钨    | 磷    |
| 测得镁值<br>( μ g/mL) | 0.69   | 0.67 | 0.67 | 0.68 | 0.69 | 0.69 |
| 测得钙值<br>( μ g/mL) | 0.98   | 0.95 | 0.97 | 0.96 | 0.97 | 0.95 |

试验结果表明，在 100mL 体积内，6mg 的铜、铅、钨、磷，3mg 的铁均不干扰镁量的测定，在 100mL 体积内，10mg 的钨，5mg 的铁、铜、铅、磷均不干扰钙量的测定。

## 3.5 工作曲线及方法的检测限

### 3.5.1 工作曲线

在原子吸收光谱仪上，设定仪器测量条件，测定钙标准系列溶液的吸光度，以钙浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，以空白校正后的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

表 9 钙工作曲线

| 钙浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ） | 吸光度   |
|-------------------------|-------|
| 0.00                    | 0.000 |
| 0.50                    | 0.019 |
| 1.00                    | 0.039 |
| 1.50                    | 0.056 |
| 2.00                    | 0.076 |
| 2.50                    | 0.095 |

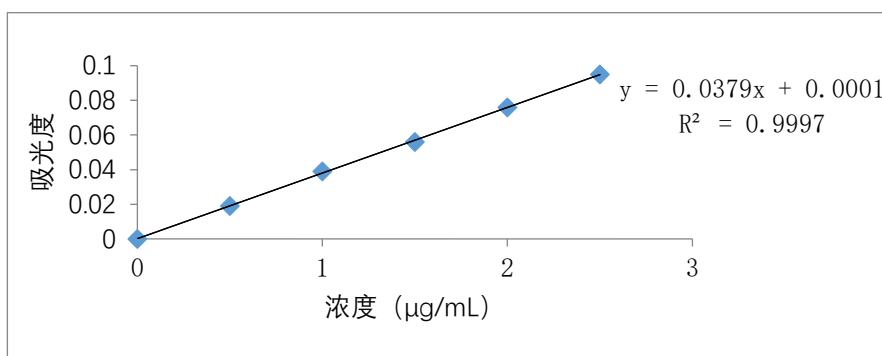


图3 钙工作曲线

钙元素工作曲线为： $A=0.0379C+0.0001$ ，相关系数  $r=0.9998$ 。

在原子吸收光谱仪上，设定仪器测量条件，测定镁标准系列溶液的吸光度，以镁浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，以空白校正后的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

表 10 镁工作曲线

| 镁浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ） | 吸光度   |
|-------------------------|-------|
| 0.00                    | 0.000 |
| 0.20                    | 0.028 |
| 0.40                    | 0.055 |
| 0.60                    | 0.082 |
| 0.80                    | 0.107 |
| 1.00                    | 0.131 |

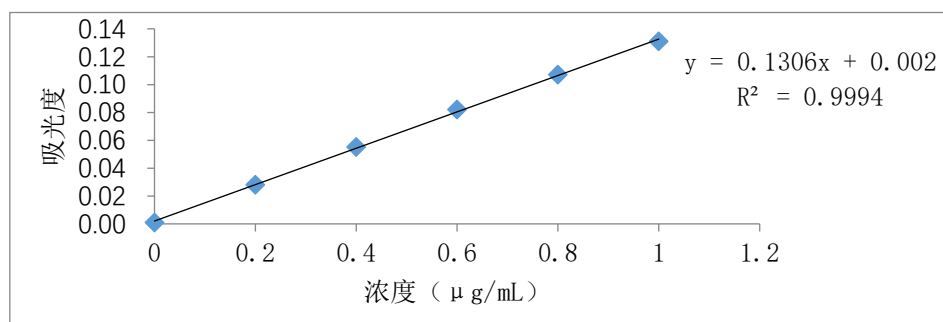


图4 镁元素工作曲线



镁元素工作曲线为： $A=0.1306C+0.0002$ ，相关系数  $r=0.9997$ 。

### 3.5.2 方法的检测限

按国际理论与应用化学家联合会(IUPAC)规定,用样品空白溶液在所选条件下测定其浓度值 11 次,计算其含量,用标准偏差计算出该方法的检出限。结果如表 11 所示。

表 11 方法检出限

| 元素 | 空白溶液测定值/%                                                                       | 标准偏差/%  | 方法检出限/% |
|----|---------------------------------------------------------------------------------|---------|---------|
| Mg | 0.0004 0.0004 0.0000 0.0000 0.0008 0.0004<br>0.0000 0.0000 0.0004 0.0004 0.0000 | 0.00026 | 0.00078 |
| Ca | 0.003 0.003 0.004 0.004 0.005 0.003<br>0.004 0.005 0.005 0.003 0.003            | 0.0012  | 0.0036  |

### 3.6 精密度试验

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#, 钙的标准值分别为： $(0.18\pm 0.03)\%$ 、 $(0.5\pm 0.04)\%$ 、 $(0.61\pm 0.04)\%$ 、 $(1.11\pm 0.08)\%$ 。

现有样品无法形成钙元素的含量梯度。因此,本实验向焙烧钼精矿 1#样品中加入一定量钙元素的方法合成 7#(模拟样)、8#(模拟样)。

**7#(模拟样)**: 称取 3#样品 0.2000g, 加入 5000  $\mu\text{g}$  钙, 定容体积 100mL, 分取体积 5mL, 分取液定容体积 100mL;

**8#(模拟样)**: 称取 3#样品 0.2000g, 加入 10000  $\mu\text{g}$  钙, 定容体积 100mL, 分取体积 5mL, 分取液定容体积 100mL;

按方法对两个模拟样测定 11 次进行精密度试验, 结果见表 12。

表 12 钙测定精密度试验

| 样品编号 | 钙测定结果/%                                                              | 平均值/% | SD%  | RSD/% |
|------|----------------------------------------------------------------------|-------|------|-------|
| 1#   | 0.213 0.210 0.189 0.192 0.195 0.198<br>0.214 0.221 0.211 0.208 0.209 | 0.21  | 0.01 | 5.0   |
| 2#   | 0.598 0.630 0.629 0.583 0.634 0.579<br>0.624 0.630 0.624 0.643       | 0.62  | 0.02 | 3.6   |
| 3#   | 0.918 0.924 0.891 0.875 0.924 0.931<br>0.915 0.926 0.931 0.923 0.927 | 0.92  | 0.02 | 1.9   |
| 4#   | 1.391 1.389 1.297 1.359 1.374 1.389<br>1.395 1.368 1.369 1.385 1.372 | 1.37  | 0.03 | 2.0   |
| 5#   | 2.384 2.415 2.406 2.397 2.426 2.419<br>2.285 2.411 2.406 2.426 2.417 | 2.40  | 0.04 | 1.7   |
| 6#   | 1.519 1.504 1.498 1.513 1.506 1.504<br>1.476 1.528 1.517 1.523 1.489 | 1.51  | 0.02 | 1.0   |
| 7#   | 3.350 3.210 3.189 3.340 3.405 3.219<br>3.366 3.378 3.368 3.411 3.354 | 3.326 | 0.08 | 2.4   |
| 8#   | 6.000 5.920 5.980 5.845 5.964 6.011<br>5.860 5.957 5.840 5.990 5.640 | 5.910 | 0.11 | 1.8   |

表 13 镁测定精密度试验

| 样品编号 | 镁测定结果/%                                                              | 平均值/% | SD%   | RSD/% |
|------|----------------------------------------------------------------------|-------|-------|-------|
| 1#   | 0.054 0.054 0.053 0.052 0.050 0.058 0.050<br>0.052 0.054 0.052 0.054 | 0.053 | 0.002 | 4.2   |
| 2#   | 0.170 0.168 0.160 0.167 0.161 0.173 0.179<br>0.170 0.170 0.165 0.175 | 0.17  | 0.006 | 3.3   |
| 3#   | 0.957 0.976 0.955 0.955 0.936 0.935 0.955<br>0.955 0.974 0.955 0.974 | 0.95  | 0.01  | 1.4   |
| 4#   | 0.199 0.195 0.195 0.198 0.185 0.190 0.210<br>0.198 0.196 0.209 0.198 | 0.20  | 0.007 | 3.7   |
| 5#   | 2.141 2.160 2.150 2.091 2.138 2.155 2.187<br>2.128 2.141 2.155 2.140 | 2.14  | 0.02  | 1.1   |
| 6#   | 0.918 0.904 0.822 0.899 0.956 0.903 0.875<br>0.886 0.936 0.876 0.855 | 0.89  | 0.04  | 4.2   |

### 3.7 加标回收试验

采用标准加入法，选取高低浓度不一的两批样品，分别加入标准溶液，测定结果如表 14、表 15。

表 14 钙加标回收试验结果

| 样品编号 | 原含量/( ug/mL) | 加入量/(ug/mL) | Ca 测定值/(ug/mL) | 回收率/% |
|------|--------------|-------------|----------------|-------|
| 1#   | 3.90         | 2.50        | 6.36           | 98.5  |
|      |              | 4.00        | 8.11           | 102.2 |
|      |              | 6.00        | 10.24          | 103.5 |
| 3#   | 12.40        | 6.00        | 18.63          | 103.8 |
|      |              | 12.00       | 24.88          | 103.9 |
|      |              | 18.00       | 31.13          | 104.0 |

表 15 镁加标回收试验结果

| 样品编号 | 原含量/( ug/mL) | 加入量/(ug/mL) | Mg 测定值/(ug/mL) | 回收率/% |
|------|--------------|-------------|----------------|-------|
| 1#   | 0.96         | 0.50        | 1.46           | 100.3 |
|      |              | 1.00        | 2.00           | 104.0 |
|      |              | 1.50        | 2.54           | 102.7 |
| 3#   | 14.62        | 10.00       | 29.23          | 96.1  |
|      |              | 20.00       | 39.62          | 99.9  |
|      |              | 30.00       | 48.46          | 96.1  |

从表中可以看出：样品回收率在 96.1%-104.0%之间，证实方法的准确度较高。

### 3.8 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 个钙水平样品中、6 个镁水平样品中钙、镁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 3 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 16 焙烧钼精矿中钙含量数据结果统计

| 试验单位 |           | 金堆城铝业股份有限公司 | 西安汉唐分析检测有限公司 | 酒泉钢铁有限公司 |
|------|-----------|-------------|--------------|----------|
|      |           | 起草          | 一验           | 二验       |
| 水平 1 | $\bar{x}$ | 0.21        | 0.20         | 0.19     |
|      | RSD       | 5.0         | 2.6          | 3.8      |
| 水平 2 | $\bar{x}$ | 0.62        | 0.62         | 0.64     |
|      | RSD       | 3.5         | 0.6          | 3.2      |
| 水平 3 | $\bar{x}$ | 0.92        | 0.91         | 0.91     |
|      | RSD       | 1.9         | 1.9          | 1.2      |
| 水平 4 | $\bar{x}$ | 1.37        | 1.34         | 1.44     |
|      | RSD       | 2.0         | 1.9          | 2.1      |
| 水平 5 | $\bar{x}$ | 2.42        | 2.32         | 2.38     |
|      | RSD       | 1.7         | 0.8          | 0.9      |
| 水平 6 | $\bar{x}$ | 1.49        | 1.43         | 1.42     |
|      | RSD       | 1.0         | 1.9          | 3.0      |
| 水平 7 | $\bar{x}$ | 3.33        | 3.35         | 3.26     |
|      | RSD       | 2.4         | 1.0          | 2.0      |
| 水平 8 | $\bar{x}$ | 5.91        | 5.85         | 5.77     |
|      | RSD       | 1.8         | 0.5          | 1.4      |

表 17 焙烧钼精矿中镁含量数据结果统计

| 试验单位 |           | 金堆城铝业股份有限公司 | 西安汉唐分析检测有限公司 | 酒泉钢铁有限公司 |
|------|-----------|-------------|--------------|----------|
|      |           | 起草          | 一验           | 二验       |
| 水平 1 | $\bar{x}$ | 0.053       | 0.053        | 0.051    |
|      | RSD       | 4.2         | 1.9          | 1.6      |
| 水平 2 | $\bar{x}$ | 0.17        | 0.17         | 0.16     |
|      | RSD       | 3.4         | 1.5          | 1.7      |
| 水平 3 | $\bar{x}$ | 0.96        | 0.95         | 0.82     |
|      | RSD       | 1.4         | 1.4          | 1.0      |
| 水平 4 | $\bar{x}$ | 0.20        | 0.19         | 0.20     |
|      | RSD       | 3.6         | 1.3          | 1.6      |
| 水平 5 | $\bar{x}$ | 0.86        | 0.89         | 0.82     |
|      | RSD       | 4.16        | 2.19         | 2.43     |
| 水平 6 | $\bar{x}$ | 2.14        | 2.13         | 2.07     |
|      | RSD       | 1.1         | 2.6          | 1.5      |

### 3.9 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钙、镁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钙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 18 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 18 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 18 重复性限

|            |       |      |      |      |      |      |      |      |
|------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|
| $w_{Ca}\%$ | 0.20  | 0.63 | 0.91 | 1.39 | 1.46 | 2.37 | 3.31 | 5.84 |
| $r/\%$     | 0.02  | 0.05 | 0.04 | 0.08 | 0.09 | 0.08 | 0.18 | 0.23 |
| $w_{Mg}\%$ | 0.052 | 0.16 | 0.20 | 0.86 | 0.91 | 2.11 | —    | —    |
| $r/\%$     | 0.004 | 0.01 | 0.01 | 0.08 | 0.03 | 0.11 | —    | —    |

### 3.10 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 18 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 19 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 19 再现性限

|            |       |      |      |      |      |      |      |      |
|------------|-------|------|------|------|------|------|------|------|
| $w_{Ca}\%$ | 0.20  | 0.63 | 0.91 | 1.39 | 1.46 | 2.37 | 3.31 | 5.84 |
| $R/\%$     | 0.03  | 0.06 | 0.05 | 0.14 | 0.15 | 0.16 | 0.22 | 0.29 |
| $w_{Mg}\%$ | 0.052 | 0.16 | 0.20 | 0.86 | 0.91 | 2.11 | —    | —    |
| $R/\%$     | 0.005 | 0.02 | 0.02 | 0.13 | 0.22 | 0.15 | —    | —    |

## 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℃~700℃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的控制及其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钙、镁元素含量的测定，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