

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.8—20XX

代替YS/T 555.8-2009、YS/T 555.10-2009

钼精矿化学分析方法 第8部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum concentrate——
Part 8: Determination of impurity elements content——
Inductively coupled plasma atomic emission 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 555《钼精矿化学分析方法》的第8部分。YS/T 555已经发布了以下部分：

- 第1部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第3部分：砷含量和锑含量的测定 原子荧光光谱法和DDTC-Ag光度法；
- 第4部分：锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第5部分：磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 第6部分：铜、铅、铋、锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子原子发射光谱法；
- 第9部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：油和水分总含量的测定 重量法；

本文件代替YS/T 555.8-2009《钼精矿化学分析方法 钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法》YS/T 555.10-2009《钼精矿化学分析方法 铼量的测定 硫氰酸盐分光光度法》，与YS/T 555.8-2009、YS/T 555.10-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了“铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅元素测定；（见1）；
- b) 钨含量范围由“0.02%~3.00%”变为“0.01%~1.00%”发生变化”（见2009版1，见1）；
- c) 铼含量范围由“0.0010%~0.2%”变为“0.0010%~0.10%”发生变化”（见2009版1，见1）；
- d) 方法原理由分光光度法变为电感耦合等离子原子发射光谱法（见2009版2，见2）
- e) 删除了“质量保证和控制”（见2009版9）；
- f) 增加了试验报告部分（见11）；
- g) 增加了精密度试验原始数据（见附录A）；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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、国标（北京）检验认证有限公司、XXX、XXX。

本文件主要起草人：谢明明、王郭亮、王波、郑苑萍、马宁侠、XXX、XXX。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 首次发布 GB/T 15079.10—1994、GB/T 15079.11—1994；
- 第一次修订 YS/T 555.8-2006、YS/T 555.11-2006；
- 第二次修订 YS/T 555.8-2009、YS/T 555.10-2009；
- 本次为第三次修订。

引 言

钼精矿产品和生产过程中，需要对钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅元素的含量测定后方可判断其品位等级，且需要快速得到检测结果。

电感耦合等离子发射光谱法测定钼精矿中钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅含量，可以满足钼精矿杂质元素快速准确检测的需求，达到操作简便、检出限低、结果准确、精密度高的特点。因此通过实验研究并建立电感耦合等离子发射光谱法测定钼精矿中杂质元素化学分析方法标准已是行业急需。本文件由十一部分组成。

- 第 1 部分：钼含量的测定。目的在于建立钼酸铅重量法测定钼精矿中钼含量的方法；
 - 第 2 部分：二氧化硅含量的测定。目的在于建立硅钼蓝分光光度法和重量法测定钼精矿中二氧化硅含量的方法；
 - 第 3 部分：砷含量和锑含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法测定钼精矿中砷含量和锑含量的方法；
 - 第 4 部分：锡含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定钼精矿中锡含量的方法；
 - 第 5 部分：磷含量的测定。目的在于建立磷钼蓝分光光度法测定钼精矿中磷含量的方法；
 - 第 6 部分：铜、铅、铋、锌含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中铜、铅、铋、锌含量的方法；
 - 第 7 部分：氧化钙含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中氧化钙含量的方法；
 - 第 8 部分：杂质元素含量的测定。目的在于建立电感耦合等离子发射光谱法测定钼精矿中钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅含量的方法；
 - 第 9 部分：钾含量和钠含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中钾含量和钠含量的方法；
 - 第 11 部分：油和水分总含量的测定。目的在于建立重量法测定钼精矿中油和水分总含量的方法；
- 本文件填补了国内外在钼精矿检验领域的空白，对完善钼精矿的检验方法具有积极的指导意义。

钼精矿化学分析方法

第 8 部分：杂质元素含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了钼精矿中钨、铜、铅、铋、锌、铈、钙、硅含量的测定方法。

本文件适用于钼精矿中钨、铜、铅、铋、锌、铈、钙、硅含量的测定。测定范围：钨、铜、铅、铋、锌0.01%~1.00%，铈0.0010%~0.10%，钙0.05%~3.00%，硅0.05%~5.00%。

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 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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料用盐酸、硝酸或氢氧化钠熔融分解，在盐酸介质中，使用电感耦合等离子体发射光谱仪，于各元素选定的波长处测量其发射强度。采用工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

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。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 氢氧化钠。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42\text{g/mL}$ ）。

5.4 盐酸（ $\rho=1.18\text{g/mL}$ ）。

5.5 盐酸（1+1）。

5.6 钨标准贮存溶液：准确称取0.1260g三氧化钨（ $w_{\text{r}} \geq 99.99\%$ ），置于250mL烧杯中，加入20mL氢氧化钠溶液（100g/L）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100 μg 钨。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.7 铜标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铜（ $w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$ ）于250mL烧杯中，缓缓加入30mL硝酸（1+1），加热溶解后，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg 铜。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.8 铅标准贮存溶液：称取0.1000 g金属铅（ $w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ ）于250mL烧杯中，加入30mL硝酸（1+1），加热溶解后，冷却，移入1000mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100 μg 铅。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.9 铋标准贮存溶液：称取0.1000g金属铋（ $w_{\text{Bi}} \geq 99.99\%$ ）于250mL烧杯中，加入20mL硝酸（5.3），低温加热溶解后，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100 μg 铋。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.10 锌标准贮存溶液：称取0.1000g金属锌（ $w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$ ）于250mL烧杯中，加入30mL盐酸（1+1），低温加热溶解后，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100 μg 锌。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.11 铼标准贮存溶液：称取0.1000g金属铼粉（ $w_{\text{Re}} \geq 99.99\%$ ）于150mL烧杯中，加入20mL盐酸（1+1）、5mL硝酸（1+1），加热至完全溶解，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含10 μg 铼。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.12 钙标准贮存溶液A：称取2.4970g碳酸钙（基准试剂， $w_{\text{CaCO}_3} \geq 99.99\%$ ）（预先在105℃烘1h，并在干燥器中冷至室温）于250mL烧杯中，加入30mL水、15mL盐酸，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，摇匀。此溶液1mL含1000 μg 钙。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.13 钙标准贮存溶液B：称取0.2497g碳酸钙（基准试剂， $w_{\text{CaCO}_3} \geq 99.99\%$ ）（预先在105℃烘1h，并在干燥器中冷至室温）于250mL烧杯中，加入30mL水、15mL盐酸，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，摇匀。此溶液1mL含100 μg 钙。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.14 硅标准贮存溶液A：称取1.0691g于900℃灼烧至恒重的二氧化硅（基准试剂， $w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$ ），置于铂坩埚中，加入30g无水碳酸钠，在900℃熔融后，冷却，溶于水，移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1mL含1000 μg 硅。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.15 硅标准贮存溶液B：称取0.1069g于900℃灼烧至恒重的二氧化硅（基准试剂， $w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$ ），置于铂坩埚中，加入3g无水碳酸钠，在900℃熔融后，冷却，溶于水，移入500mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1mL含100 μg 硅。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.16 氩气，体积分数不小于99.99%。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：分辨率<0.006nm（200nm处）。

6.2 推荐分析谱线见表1。

表1 元素分析谱线

元素	分析谱线/nm	元素	分析谱线/nm
W	207.912	Zn	205.548
Pb	220.353	Re	227.525
Cu	221.459	Ca	317.933
Bi	223.061	Si	252.851

7 样品

试样应预先脱去油和水分，粉碎并通过 0.090mm 标准筛网，在 100℃~105℃烘 1 小时后，置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.1g 样品，精确至 0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，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 样品溶解。

a) 钨、铜、铅、铋、铈、钙的测定：将试料（8.1）置于 150mL 烧杯中，以水润湿，加入 5mL 硝酸（5.3）、10mL 盐酸（5.4），盖上表面皿，低温（小于等于 200℃）加热溶解，蒸发至近干，冷却至室温，加入 10mL 盐酸（5.5）、10mL 水，加热煮沸溶解盐类，冷却至室温，移入 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，静置，干过滤。

b) 硅、锌的测定：将试料（8.1）置于盛有 0.2g 氢氧化钠（5.2）的银坩埚中，试料（8.1）上覆盖 0.5g 氢氧化钠（5.2），将银坩埚加盖后置于 100mL 瓷坩埚中，于 500℃马弗炉中熔融 10min，取出冷却，用热水浸取洗出坩埚中样品，转移至石英烧杯中，加入 10mL 盐酸（5.5），转移至 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，静置，干过滤。

8.4.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在待测元素选定波长处，测定试液（8.4.1）及随同空白（8.3）的发射强度，从工作曲线查得相应待测元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 钨、铜、铅、铋、锌、铈标准系列溶液：分别移取 0mL、0.10mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 钨、铜、铅、铋、锌标准贮存溶液（5.6~5.10），分别移取 0mL、0.10mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL 铈标准贮存溶液（5.11）于一组 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸，以水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 钙标准系列溶液：分别移取 0mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL 钙标准贮存溶液 A（5.13），分别移取 2.00mL、3.00mL 钙标准贮存溶液 B（5.12）于一组 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸，以水稀释至刻度，混匀。

8.5.3 硅标准系列溶液：分别移取 0mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL 硅标准溶液 A（5.15），分别移取 3.00mL、5.00mL 硅标准贮存溶液 B（5.14）于一组 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸，以水稀释至刻度，混匀。

8.5.4 于电感耦合等离子体发射光谱仪，在待测元素选定波长处，测定待测元素的标准系列溶液（8.5.1或8.5.2或8.5.3）和空白溶液（8.3）。以待测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，仪器自动绘制工作曲线，确保线性相关系数大于0.999，由计算机自动给出待测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅含量以质量分数 w_x 计，按公式（1）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中：

ρ_1 ——自工作曲线上查得试液中钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——自工作曲线上查得随同试样空白中钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品的质量的数值，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。

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，这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。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 重复性限

W	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Pb	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Cu	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Bi	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Re	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Ca	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Si	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							
Zn	$\sigma_{\text{re}}/\%$							
	$r/\%$							

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 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	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Pb	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Cu	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Bi	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Re	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Ca	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Si	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							
Zn	$\sigma_r/\%$							
	$R/\%$							

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；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 分析结果及其表示；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性)
精密度试验原始数据

精密度数据是在 2024 年由 XX 家实验室对钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅含量的 XX 个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钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅含量在重复性条件下独立测定 11 次，测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

水平数	实验室	$\sigma_i/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1											
	2											
	3											
2	1											
	2											
	3											
3	1											
	2											
	3											
4	1											
	2											
	3											
5	1											
	2											
	3											