

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—20XX

钼酸

Molybdic acid

(送审稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX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。

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：西部鑫兴稀贵金属有限公司、金堆城钼业股份有限公司、成都虹波实业股份有限公司、天津四方化工有限公司、西安建筑科技大学、西安中钛华测检测技术有限公司、陕西华钼实业有限公司。

本文件主要起草人：王强、程俊、陈秀云、郭媛、任柴、于金宝、金波、王快社、刘厚勇、王文、魏改莉、宋豪、胡卜亮、史茜霜、张健。

钼酸

1 范围

本文件规定了钼酸的分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于钼精矿焙烧的工业氧化钼等含钼原料生产制备的钼酸产品；利用钴钼、镍钼、钨钼、钒钼废催化剂，氨浸渣，钼精矿焙烧烟道灰，冶炼钼铁黄灰和 APT 生产过程中的除钼废液等原料回收制取的钼酸产品。

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 191 包装储运图形符号标志
- GB/T 3249 金属及其化合物粉末费氏粒度的测定方法
- GB/T 4325 钼化学分析方法（所有部分）
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- YS/T 1604 钼酸铵化学分析方法 钼含量的测定 钼酸钡重量法

3 产品分类和标记

3.1 产品分类

产品按化学成分分为 3 个牌号：HM-1、HM-2 和 HM-3。HM-1 钼酸主要来源于钼精矿焙烧的工业氧化钼等含钼原料生产制备的产品，应用于生产催化剂等；HM-2、HM-3 钼酸主要来源于废催化剂，氨浸渣等含钼废料回收制取的产品，HM-2 应用于生产钼酸铵、钼酸钠等，HM-3 钼酸主要应用于生产工业钼铁等。

3.2 产品标记

钼酸产品标记按产品牌号表示，钼酸产品化学式 H_2MoO_4 或者 $MoO_3 \cdot H_2O$ 。

产品牌号标记为 HM-1、HM-2 和 HM-3。

4 技术要求

4.1 化学成分

钼酸的化学成分应符合表 1 的规定。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表 1 化学成分及杂质含量（质量分数/%）

牌号		HM-1	HM-2	HM-3
钼含量	不小于	58.00	55.00	50.00
杂质含量/不大于	Na	3.00	3.00	-
	Mg	0.02	0.05	-
	Al	0.05	0.05	-
	K	0.20	0.20	-
	Ca	0.02	0.05	-
	Ti	0.02	0.05	-
	V	0.02	0.20	-
	Cr	0.02	0.05	-
	Mn	0.02	0.05	-
	Fe	0.02	0.05	-
	Co	0.02	0.05	-
	Ni	0.02	0.05	-
	Cu	0.02	0.05	0.20
	Zn	0.02	-	-
	Cd	-	0.05	-
	Sn	0.02	0.05	0.10
	Sb	0.02	0.05	0.10
	W	0.05	0.05	-
	Pb	0.02	0.05	0.10
	Bi	-	0.05	0.10
	C	-	-	0.10
	N	0.05	-	-
	Si	0.02	0.20	0.20
	P	0.02	0.05	0.04
	S	0.05	0.10	0.08
	Cl	0.05	-	-
	As	0.02	0.05	0.10

4.2 水分含量

HM-1 钼酸的水分含量应不大于 3%；HM-2、HM-3 钼酸的水分含量应不大于 25%。

4.3 费氏粒度

产品费氏粒度提供实测值。需方如对产品的费氏粒度有特殊要求时，可由供需双方商定。

4.4 外观质量

产品外观为白色或浅黄色粉末，颜色应均匀一致，无目视可见机械杂质，HM-1 钼酸产品应无结块。

5 试验方法

5.1 化学成分

产品中钼含量的测定按 YS/T 1604 的规定进行，产品中氯含量的测定按附录 A 的规定进行，产品中总氮含量的测定按附录 B 的规定进行，其他化学成分分析按 GB/T 4325 的规定进行。

5.2 水分含量

产品中的水分含量测定按照 GB/T 6284 的规定进行。

5.3 费氏粒度

产品费氏粒度检测按照 GB/T 3249 规定的方法进行，粉末干燥温度不应高于 105℃。

5.4 外观质量

产品的外观质量采用目视检验。必要时采用体视显微镜 5 倍、10 倍下检验。

6 检验规则

6.1 检查和验收

6.1.1 产品由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定，并填写质量证明书。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应在收到产品之日起 30 日内，以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应在货物存放地由供需双方共同取样或协商确定。

6.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一牌号、原料、规格、制造方法、状态的产品组成，每批的重量不限。

6.3 检验项目及取样规则

产品的检验项目及取样规则应符合表 2 的规定。

表 2 检验项目及取样规则

检验项目	取样规则	要求的章条号	试验方法的章条号
化学成分	按 GB/T 6678 规定确定采样单元数，从选出包装中，用取样器分别插入物料不同区域取样，取出的试样用四分法缩分至 400g 左右，分装 4 袋，1 份做供方检测用，1 份做需方检测用，2 份密封保存备查。样品袋上应贴有规定内容的标签（按 GB/T 6678 规定）。取样器及取样方法应符合 GB/T 6679 的规定。	4.1	5.1
水分含量		4.2	5.2
费氏粒度		4.3	5.3
外观质量		4.4	5.4

6.4 检验结果的判定

6.4.1 化学成分检验不合格时，允许重新取样对不合格项进行一次重复检验，若仍有不合格时，判该批产品不合格。

6.4.2 水分含量检验不合格时，判该批产品不合格。

6.4.3 需方如对产品的费氏粒度有特殊要求，费氏粒度检验不合格时，判该批产品不合格。

6.4.4 外观质量不合格时，判该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存及随行文件

7.1 标志

7.1.1 在每批产品的包装外应有如下标志注明：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称和等级牌号；
- c) 批号；
- d) 本文件编号。

7.1.2 产品的包装标志应符合GB/T 191的规定。

7.2 包装、运输和贮存

7.2.1 包装

产品包装为袋装，应采用防潮内覆膜编织袋；HM-1牌号的钼酸一般采用500kg/1000kg袋装，HM-2、HM-3牌号的钼酸一般采用吨袋包装，或者按照供需双方协定进行。

7.2.2 运输

产品在运输过程中应存放在干燥处，不得碰撞和重压。

7.2.3 贮存

产品贮存环境应干燥、通风、无酸碱气氛，存放时间不宜超过半年。

7.3 随行文件

每批产品应有随行文件，包括：

- a) 产品质量证明书，内容如下：
 - 供方名称、联系方式；
 - 产品名称和等级；
 - 批号；
 - 包装日期；
 - 净重；
 - 本文件编号
 - 各项分析检验结果和质量检验部门印记。
- b) 产品合格证，内容如下：
 - 检验项目及其结果或检验结论；
 - 批号；
 - 检验日期；
 - 检验员签名或盖章。
- c) 产品检验报告；
- d) 产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等；
- e) 其他。

8 订货单内容

订购本文件所列材料的订货单应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 等级牌号；
- c) 净重；
- d) 本文件编号；
- e) 其他。

附录 A

(规范性)

钼酸中氯含量的测定 氯化银分光光度法

A.1 方法原理

用柠檬酸络合溶液中的钼，在稀硝酸介质中，钼酸样品中的氯离子与加入的硝酸银试剂反应，生成难溶性氯化银胶体乳白色悬浊液。该胶体体系在可见光波段具有特征吸收，在固定波长处测定吸光度，吸光度与溶液中氯离子含量在一定浓度范围内符合朗伯比尔定律。通过标准曲线定量，计算得到钼酸样品中氯的质量分数。钼酸基体在本显色体系下无特征吸收干扰，柠檬酸可有效避免钼酸根水解、沉淀及金属离子络合干扰，保证显色体系稳定。

A.2 试剂与材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的二级及以上无氯纯水，所有玻璃器皿专用、单独存放，避免氯离子交叉污染。

A.2.1 氢氧化钠溶液（40%）：称取 40g 分析纯氢氧化钠固体，溶解于 100ml 纯水中。

A.2.2 柠檬酸溶液（50%）：称取 50g 分析纯柠檬酸固体，溶解于 100ml 纯水中。

A.2.3 稀硝酸溶液（1+1）：量取 1 体积优级纯浓硝酸，缓慢沿壁加入 1 体积纯水中，搅拌冷却至室温，避光保存。用于调节显色体系酸度，消除弱酸盐、氢氧化物干扰。

A.2.4 硝酸银溶液（10g/L）：准确称取 1.0 g 硝酸银固体，溶于适量纯水中，定容至 100 mL，摇匀，避光棕色瓶保存。

A.2.5 氯标准储备液（100 $\mu\text{g/mL}$ ，以 Cl 计）：准确称取预先在 500°C~600°C 灼烧至恒重的优级纯氯化钠 0.1649 g，溶于纯水，转移至 1000 mL 容量瓶中，定容摇匀。

A.2.6 丙三醇溶液（1+1）：量取 1 体积分析纯丙三醇，缓慢沿壁加入 1 体积纯水中，搅拌冷却至室温，避光保存。用于稳定氯化银胶体，防止胶体沉降、团聚，提升显色稳定性与重复性。

A.3 仪器与设备

A.3.1 可见分光光度计：配套 20 mm 比色皿。

A.3.2 分析天平：感量 0.0001 g。

A.3.3 恒温水浴锅：可控温 $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4 无氯专用玻璃器皿：容量瓶、比色管、烧杯、移液管，专用存放，避免氯离子污染。

A.4 样品

钼酸固体样品在 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2h，研磨混合均匀后通过 0.125mm 标准筛。

A.5 试验步骤

A.5.1 试料

称取 0.20~0.50g 样品，精确到 0.0001g。

A.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

A.5.3 空白试验

除不添加钼酸样品外，其余试剂用量、操作步骤、环境条件与样品预处理完全一致，制备全程试剂空白，用于扣除器皿、试剂、环境引入的氯离子空白干扰。

A.5.4 分析试液的制备

将试料(A.5.1)置于 100ml 烧杯中，加入 20 mL 纯水、2ml 氢氧化钠溶液(A.2.1)，低温加热溶解，冷却至室温。

A.5.5 标准曲线绘制

分别吸取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50mL、1.00 mL、2.00 mL 氯标准工作液(A.2.3)于一组 50 mL 棕色比色管中，对应氯质量为 0 μg 、10 μg 、20 μg 、50 μg 、100 μg 、200 μg 。各比色管补纯水至 25 mL 刻度。

依次加入准确加入 5.0 mL 稀硝酸溶液(A.2.3)、4.0ml 硝酸银(A.2.4)、2.0 mL 丙三醇溶液(A.2.6)，每加一种试剂均需混匀，纯水定容至 50 mL 刻度后混匀。

将比色管置于 $65^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 水浴避光静置 15 min，保证胶体显色完全、体系稳定。以试剂空白调零，于 420nm 波长处测定各溶液吸光度。

以氯离子质量 (μg) 为横坐标，对应吸光度为纵坐标绘制标准曲线，计算线性回归方程。

A.5.6 样品显色与测定

将样品待测液(A.5.4)转移至 50 mL 棕色比色管中，加入 5.0ml 柠檬酸溶液，按照 A.5.5 中酸度调节、硝酸银显色、稳定剂添加、恒温静置的统一步骤同步操作，以空白试验溶液为参比，于 420nm 波长处测定样品溶液吸光度。带入标准曲线回归方程，计算得到样品测定液中氯离子质量。

若样品吸光度超出标准曲线线性最高点，需将原样品待测液适度稀释后重新取样显色测定。

A.6 结果计算

钼酸中氯含量以质量分数 $\omega(\text{Cl})$ (%) 计，按公式 (A.1) 计算：

$$\omega(\text{Cl}) = \frac{m \times V_0}{m_0 \times V_1 \times 10^6} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中：

m ——标准曲线查得测定液中氯的质量，单位为微克 (μg)；

V_0 ——样品预处理定容总体积，单位为毫升 (mL)；

V_1 ——显色测定时吸取的待测液体积，单位为毫升 (mL)；

m_0 ——钼酸样品称样量，单位为克 (g)。

计算结果保留三位有效数字；平行双样结果满足精密度要求时，取平均值作为最终结果。

附录 B

(规范性)

钼酸中总氮含量的测定 惰气熔融热导法

B.1 方法原理

将试料与助熔剂加入石墨坩埚，在惰性气体(氮气)保护下加热熔融，其中，氮以氮气形式释放，氮气随载气(氮气)进入热导检测器，检测器输出信号，计算系统根据样品质量计算氮含量，结果以百分含量显示。

B.2 试剂与材料

B.2.1 石墨坩埚：光谱纯。

B.2.2 镍囊(厚度 $\leq 0.05\text{mm}$, $\omega_{\text{N}} \leq 0.00008\%$)。

B.2.3 高氯酸镁。

B.2.4 碱石棉。

B.2.5 稀土氧化铜。

B.2.6 纯铜丝。

B.2.5 氮气，体积分数不小于 99.99%。

B.2.6 标准物质/标准样品：材质应与未知样品相近,且氮含量略高于未知样品中的氮含量。

B.3 仪器与设备

B.3.1 惰性气体熔融红外-热导检测系统：包括一个电极炉、载气净化及分析气流转系统、一氧化碳红外检测器和二氧化碳红外检测器、氮热导检测器、电脑及软件控制系统。

B.3.2 分析天平：感量 0.0001 g 。

B.4 样品

钼酸固体样品在 $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2h，研磨混合均匀后通过 0.125mm 标准筛。

B.5 试验步骤

B.5.1 试料

称取 $0.05\sim 0.08\text{g}$ 样品，精确到 0.0001g 。

B.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

B.5.3 空白试验

空白值包括坩埚和助熔剂的空白。将助熔剂放入坩埚中，平行测定 3~5 次，每次更换新坩埚，取平均值，然后进行空白补偿。氮的空白值极差不大于 0.00005%。

B.5.4 校准程序

平行测试 3~5 个标准物质/标准样品(B.2.6)，计算这些结果的平均值，进行系统校准。平均值与标准值相符，不超出标准物质证书给定的不确定度范围。

B.5.5 样品测定

选择优化的分析条件，将称好的试料（B.5.1）用镍囊包好，置于进样器中，升起机械装置，关闭炉门，开始检测。由仪器自动显示测定结果。在连续检测过程中，将标准物质/标准样品(B.2.6)间隔插入，用于监控是否有漂移和验证最初的有效性。记录或打印分析结果。
