

ICS 77.120.99

CCS H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—20XX

钼铼合金化学分析方法  
第2部分：钼含量的测定  
钼酸铅重量法

Methods for chemical analysis of molybdenum rhenium alloy—  
Part 2: Determination of molybdenum content—  
Lead molybdate gravimetric method

(报批稿)

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 XXXX《钨铼合金化学分析方法》的第2部分。YS/T XXXX已经发布了以下部分：

- 第1部分：铼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第2部分：钨含量的测定 钨酸铅重量法；
- 第3部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第4部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第5部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第6部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第7部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

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这些专利的责任。

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：国合通用测试评价认证股份公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、金堆城钼业股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、有研亿金新材料有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、北矿检测技术有限公司、洛阳栾川钼业集团有限公司、安泰天龙钨钼科技有限公司、中铼新材料有限公司。

本文件主要起草人：桑永珠、张力久、李甜、田新、陈雄飞、刘含笑、王祥德、郭玉、谢明明、苏雄、祁玉静、刘朝方、林翠芳、马天洋、李雪、姚洪霞、李佗、扶元初、王广达。

## 引言

钼铌合金是一种以钼、铌为主要化学成分的二元合金材料。钼铌合金具有优异的性能，在航空航天、电子技术、核工业、医疗器械及加热设备等领域得到广泛地应用。钼铌合金的性能与其化学成分之间有着密切关系，国内缺乏该合金的化学分析方法标准，建立一套针对钼铌合金化学成分的分析方法标准是十分必要的。

YS/T XXXX 拟由以下 7 个部分组成：

- 第 1 部分：铌含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 2 部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第 3 部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、硅、钛含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铝、钙、铜、铁、镁、锰、镍、锡、钨含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 5 部分：碳和硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 6 部分：氧和氮含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法；
- 第 7 部分：氢含量的测定 惰性气体熔融-红外吸收法和热导法。

本文件的制定为钼铌合金中钼含量的测定提供了重要依据，填补了国内外空白，对于提高检测结果的可靠性和可比性、减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷、助力钼铌合金产业化发展具有十分重要的作用。

# 钼铌合金化学分析方法

## 第 2 部分：钼含量的测定

### 钼酸铅重量法

#### 1 范围

本文件规定了钼铌合金中钼含量的测定方法。

本文件适用于钼铌合金中钼含量的测定。测定范围：50.00%~97.00%。

#### 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

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料经盐酸和硝酸溶解，在乙酸-乙酸铵缓冲介质中，溶液中钼酸根与乙酸铅反应生成钼酸铅沉淀，经过滤、洗涤，在550 °C~600 °C下灼烧至恒重，计算得到试料中钼的含量。

#### 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682要求的实验室三级水及以上纯度的水。

5.1 盐酸（ $\rho=1.19$  g/mL）。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。

5.3 氨水（ $\rho=0.90$  g/mL）。

5.4 盐酸（1+1）。

5.5 乙酸-乙酸铵缓冲溶液：称取 250 g 乙酸铵于 1000 mL 烧杯中，加入 500 mL 水溶解后，加入 150 mL 乙酸，过滤后，用水稀释至 1000 mL，混匀。

5.6 乙酸-乙酸铵洗涤液：取 100 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液（5.5），用水稀释至 1000 mL，混匀。

5.7 乙酸铅溶液（18 g/L）：称取 18 g 乙酸铅于 1000 mL 烧杯中，加入 15 mL 冰乙酸、80 mL 水溶解，用水稀释至 1000 mL，混匀。

5.8 甲基橙溶液（1 g/L）。

5.9 滤纸浆：将快速滤纸撕成碎片，放入 500 mL 烧杯中，加水煮成糊状。

5.10 慢速定量滤纸。

## 6 仪器设备

高温炉，工作温度可达 600 °C。

## 7 样品

将样品加工成粒度不大于 0.150 mm 的粉末或厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 8 分析步骤

### 8.1 试料

称取 0.10 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

### 8.2 平行试验

平行做两次试验，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 将试料 (8.1) 置于 500 mL 烧杯中，加少量水润湿。加入 15 mL 盐酸 (5.1)、5 mL 硝酸 (5.2)，盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下，稍冷。用水冲洗烧杯壁及表面皿。

8.4.2 向试液 (8.4.1) 中加入 15 mL 氨水 (5.3)，加水至溶液体积约为 300 mL。加入 2 滴甲基橙溶液 (5.8)，用盐酸 (5.4) 调节至溶液呈红色，并过量 5 滴~6 滴。加入 25 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液 (5.5)，加热至微沸，取下，稍冷。边搅拌加入 35 mL 乙酸铅溶液 (5.7)，加入少量滤纸浆 (5.9)，加热至微沸，在 80 °C 静置 60 min，取下。

8.4.2 用慢速定量滤纸过滤，用乙酸-乙酸铵洗涤液 (5.6) 洗涤沉淀 10 次~12 次，将滤纸连同沉淀物移入已恒重的 30 mL 瓷坩埚中，烘干，灰化，置于 550 °C~600 °C 高温炉 (6) 中灼烧 1 h，取出，稍冷，置于干燥器中，冷却至室温，称量。反复灼烧，直至恒重。

## 9 试验数据处理

钼含量以钼的质量分数  $w_{\text{Mo}}$  计，按公式 (1) 计算：

$$w_{\text{Mo}} = \frac{[(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)]}{m} \times 0.2613 \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$m_1$  —— 钼酸铅与瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m_2$  —— 已恒重的瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m_3$  —— 空白试验残渣和瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m_4$  —— 空白试验用已恒重的瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

$m$  —— 试料的质量，单位为克 (g)；

0.2613 —— 钼酸铅换算成钼的系数；

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按 GB/T 8170 的规定执行。

## 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1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（ $r$ ）的情况不超过5%，重复性限（ $r$ ）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表 1 重复性限

$w_{50}/\%$	53.02	59.94	86.42	95.27
$r/\%$	0.46	0.49	0.58	0.60

### 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2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（ $R$ ）的情况不超过5%，再现性限（ $R$ ）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{50}/\%$	53.02	59.94	86.42	95.27
$R/\%$	0.58	0.59	0.72	1.06

## 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；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 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 2021 年由 9 家实验室对钼含量的 4 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钼含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	样品水平	$w_{\text{Mo}}/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1#	95.51	95.36	95.49	95.72	95.62	95.49	95.21	95.18	95.19	95.69	95.31
	2#	86.34	86.44	86.32	86.59	86.18	86.59	86.61	86.43	86.15	86.07	86.02
	4#	60.18	59.85	59.86	59.66	60.19	60.22	60.25	60.19	59.86	59.78	60.13
	5#	52.91	53.05	52.85	52.81	53.09	52.96	53.12	52.81	52.91	52.65	53.01
2	1#	95.30	95.33	95.37	95.63	95.54	95.48	95.45	95.42	95.35	95.37	95.51
	2#	86.36	86.39	86.35	86.32	86.28	86.55	86.68	86.15	86.13	86.24	86.31
	4#	59.45	59.80	59.83	60.12	59.98	59.87	59.73	59.69	59.88	59.93	60.04
	5#	52.99	52.94	53.07	53.10	52.66	52.93	52.78	52.58	53.15	53.26	53.05
3	1#	94.63	95.42	94.52	94.74	94.69	94.63	94.57	94.51	94.46	94.40	94.34
	2#	86.82	87.13	87.43	87.74	87.04	87.35	87.53	86.91	87.02	87.32	87.63
	4#	59.87	60.63	60.38	61.14	59.90	60.46	60.42	60.38	60.34	60.25	61.05
	5#	54.08	53.72	53.35	52.99	52.81	53.44	53.17	53.81	54.44	54.08	53.72
4	1#	95.25	94.99	95.09	95.01	94.91	95.00	95.03	95.06	94.99	95.15	95.10
	2#	86.16	86.67	86.44	86.49	86.38	86.46	86.41	86.34	86.43	86.25	86.50
	4#	59.74	59.94	60.04	60.06	59.82	60.05	59.95	60.00	59.95	59.83	59.91
	5#	53.78	53.63	53.54	53.59	53.31	53.35	53.70	53.65	53.36	53.35	53.48
5	1#	95.84	95.65	95.29	95.73	95.35	95.46	95.77	95.56	95.80	95.34	95.26
	2#	86.94	86.55	86.73	86.15	86.64	86.12	86.37	86.25	86.49	86.43	86.79
	4#	59.57	59.98	59.88	59.63	59.73	59.59	59.65	59.90	59.55	59.93	59.85
	5#	52.99	52.68	52.13	52.55	52.29	52.85	52.77	52.36	52.95	52.33	52.43
6	1#	94.86	95.38	95.47	95.33	95.16	95.37	94.93	95.09	95.41	95.12	95.52
	2#	86.95	86.36	86.42	86.34	86.71	86.46	86.84	86.82	86.73	86.92	86.55
	4#	59.84	59.66	60.25	59.96	60.32	60.05	60.19	59.86	60.38	60.16	60.02
	5#	53.05	53.16	52.98	52.84	53.25	53.33	53.01	52.94	52.87	53.38	53.14
7	1#	95.56	95.54	95.78	95.60	95.63	95.39	95.45	95.50	95.46	95.28	95.51
	2#	86.84	86.61	86.88	86.61	86.59	86.37	86.55	86.35	86.59	86.68	86.48
	4#	59.76	59.86	59.96	60.05	60.01	59.78	60.02	59.78	59.53	59.77	59.83
	5#	53.32	53.27	53.02	53.09	53.04	53.22	53.12	53.19	53.35	53.29	53.27

表A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	样品水平	$w_i/\%(n=11)$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
8	1#	95.54	95.45	95.84	95.20	95.74	95.65	95.24	95.72	95.26	95.38	95.60
	2#	86.58	86.55	86.05	86.36	86.40	86.12	86.31	86.24	86.45	86.38	86.14
	4#	59.80	59.88	60.03	60.13	59.82	60.12	59.64	59.89	60.18	59.76	60.10
	5#	52.60	53.49	52.70	53.82	53.07	53.33	52.85	53.02	52.78	53.77	52.56
9	1#	94.26	95.11	95.36	94.96	94.68	95.12	95.06	95.11	95.24	95.26	95.33
	2#	86.03	85.96	85.98	86.36	86.29	85.97	86.54	86.35	86.25	86.11	86.25
	4#	60.25	59.68	59.96	60.12	60.25	60.14	59.98	60.25	60.11	60.12	59.86
	5#	52.31	51.59	51.68	52.68	52.87	51.98	52.97	52.41	52.37	51.98	52.68

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示