

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—202X

钼酸铵化学分析方法
钼含量的测定
钼酸铅重量法

Methods for chemical analysis of ammonium molybdate—
Determination of molybdenum content—
Lead molybdate gravimetry

(报批稿)

202X-XX-XX发布

202X-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：江西铜业股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心、赣州有色冶金研究所有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司、承德天大钒业有限责任公司。

本文件主要起草人：束斌强、万攸红、肖子廉、宁小霞、简志超、吕茜茜、姚良俊、范文佳、盛园萍、罗凯、杨星、胡瑞芬、屈伟、伍宝英、李倩、王东华、李军、石象。

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

钼酸铵化学分析方法

钼含量的测定 钼酸铅重量法

1 范围

本文件规定了钼酸铵中钼含量的测定方法。

本文件适用于钼酸铵（钨含量不大于 0.25%）中钼含量的测定，测定范围：50.00%~65.00%。

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

试料经氨水溶解，在 pH 为 5~7 的乙酸-乙酸铵缓冲介质中，与乙酸铅沉淀溶液中的钼酸根生成钼酸铅沉淀，沉淀经过滤、灼烧至恒重。根据钼酸铅的重量计算出钼的含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，三级。

5.2 氨水（ $\rho = 0.90 \text{ g/mL}$ ）。

5.3 盐酸(1+1)。

5.4 乙酸-乙酸铵缓冲液：称取 250g 乙酸铵于 1000mL 烧杯中，加入 500mL 水、150mL 乙酸溶解，过滤后，用水稀释至 1000mL，混匀。

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

5.6 乙酸-乙酸铵洗液：量取 25mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液（5.4），用水稀释至 500mL，混匀。

5.7 甲基橙指示剂(1g/L)。

5.8 单宁试纸：用单宁溶液（10 g/L）浸泡并烘干的滤纸。

5.9 滤纸浆：将定量滤纸撕成碎片，放入烧杯中，加水煮成糊状。

6 样品

样品通过 841 μm 标准筛网，并在 65°C~70°C 烘至恒重。

7 仪器设备

YS/T XXXX—XXXX

7.1 天平，感量 0.1mg。

7.2 马弗炉，最高温度应不小于 700℃。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.20g~0.22g 样品（6），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 将试料（8.1）置于 500mL 烧杯中，加入 80mL 水、2mL 氨水（5.2），加热溶解至溶液清亮。如不清亮，用快速定性滤纸过滤，用水洗涤 3 次~4 次，保留滤液。

8.4.2 往溶液（8.4.1）中加入 2 滴~3 滴甲基橙指示剂（5.7），滴加盐酸（5.3）中和至溶液刚变红，再过量 5~6 滴，加入 50mL 乙酸-乙酸铵缓冲液（5.4），加水至 300mL 左右加热至微沸取下，趁热边搅拌边向溶液中以 1mL/3s 的速度均匀加入乙酸铅溶液（5.5），直至用单宁试纸（5.8）检查不显黄色，视称样量大小再加入 10mL~15mL 乙酸铅溶液（5.5），加入少量滤纸浆（5.9），加热微沸后，在温热处静置 30min。

8.4.3 取下，用慢速定量滤纸过滤，粘附在烧杯和玻璃棒上沉淀用小片滤纸擦净，用热的乙酸-乙酸铵洗液（5.6）洗净杯壁，洗涤沉淀 15 次以上，将沉淀连同滤纸小心移入已恒重的瓷坩埚置于马弗炉，缓慢升温（升温时长不小于 40min）至 600℃。恒温灼烧 60min 以上，取出坩埚，放入干燥器中冷却至室温后称重，再灼烧至恒重。

9 试验数据处理

钼含量以钼的质量分数 ω_{Mo} 计，按公式（1）计算：

$$\omega_{Mo} = \frac{[(m_4 - m_3) - (m_2 - m_1)] \times 0.2613}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_4 ——样品分析时钼酸铅沉淀和坩埚的质量，单位为克（g）；

m_3 ——样品分析时空坩埚的质量，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验时钼酸铅沉淀和坩埚的质量，单位为克（g）；

m_1 ——空白试验时空坩埚的质量，单位为克（g）；

0.2613——钼酸铅换算成钼的系数；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位，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 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

$\omega_{w_0}/\%$	54.28	56.32	57.45
$r/\%$	0.28	0.31	0.34

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。精密度试验原始数据参见附录A。

表 2 再现性限

$\omega_{w_0}/\%$	54.28	56.32	57.45
$R/\%$	0.35	0.40	0.43

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；
- 试验结果；
- 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 2022 年由 8 家实验室对钼含量为 3 个不同水平的四个样品进行试验确定的。每个实验室对每个水平钼含量的样品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

实验室	水平	$w_{\text{Mo}}/\%$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	56.36	56.40	56.42	56.29	56.51	56.59	56.52	56.55	56.38	56.43	56.35
	2	54.29	54.35	54.59	54.52	54.51	54.57	54.55	54.34	54.42	54.46	54.54
	3	57.13	57.18	57.17	57.20	57.36	57.41	57.45	57.42	57.35	57.30	57.39
	4	57.34	57.38	57.36	57.39	57.61	57.66	57.49	57.53	57.46	57.53	57.55
2	1	56.32	56.39	56.31	56.55	56.45	56.26	56.50	56.45	56.25	56.32	56.52
	2	54.23	54.49	54.60	54.62	54.40	54.38	54.30	54.35	54.33	54.36	54.30
	3	57.29	57.23	57.27	57.33	57.33	57.61	57.43	57.22	57.35	57.38	57.49
	4	57.60	57.48	57.56	57.54	57.58	57.52	57.25	57.31	57.45	57.39	57.49
3	1	56.5	56.31	56.35	56.18	56.17	56.24	56.19	56.35	56.39	56.18	56.12
	2	54.22	54.36	54.39	54.40	54.16	54.41	54.48	54.25	54.39	54.56	54.27
	3	57.26	57.48	57.49	57.32	57.38	57.29	57.47	57.50	57.27	57.54	57.51
	4	57.48	57.27	57.33	57.58	57.29	57.38	57.21	57.52	57.49	57.54	57.48
4	1	56.18	56.26	56.41	56.15	56.28	56.25	56.43	56.30	56.19	56.24	56.27
	2	54.44	54.26	54.17	54.38	54.15	54.36	54.16	54.30	54.34	54.20	54.40
	3	57.07	57.04	57.13	57.18	57.27	57.21	57.33	57.27	57.35	57.13	57.33
	4	57.28	57.46	57.40	57.32	57.11	57.18	57.22	57.46	57.33	57.11	57.34
5	1	56.44	56.44	56.27	56.20	56.34	56.19	56.41	56.39	56.33	56.49	56.21
	2	54.15	54.24	54.31	54.29	54.16	54.20	54.17	54.33	54.25	54.37	54.12
	3	57.04	56.99	57.21	57.16	57.26	57.32	57.11	57.09	57.28	57.14	57.00
	4	57.39	57.19	57.25	57.52	57.46	57.49	57.27	57.31	57.36	57.51	57.38
6	1	56.28	56.06	56.21	56.25	55.98	56.32	56.23	56.08	56.19	56.24	56.17
	2	54.34	54.16	54.37	54.28	54.35	54.26	54.16	54.31	54.34	54.20	54.26
	3	57.27	57.24	57.13	57.08	57.17	57.28	57.23	57.37	57.45	57.13	57.03
	4	57.38	57.40	57.32	57.21	57.18	57.32	57.16	57.33	57.11	57.34	57.18

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平	$w_{60}/\%$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
7	1	56.24	55.98	56.25	56.41	56.42	56.33	56.15	56.28	56.12	56.38	56.32
	2	54.12	54.15	54.28	54.30	54.29	54.36	54.24	54.26	54.38	54.35	54.22
	3	57.20	57.05	57.08	57.22	57.01	57.06	57.12	57.22	57.15	56.98	57.19
	4	57.67	57.72	57.50	57.68	57.36	57.62	57.64	57.58	57.56	57.33	57.54
8	1	56.46	56.54	56.61	56.35	56.46	56.37	56.41	56.62	56.48	56.49	56.32
	2	54.24	54.11	54.27	54.21	54.31	54.32	54.36	54.23	54.24	54.15	54.28
	3	57.37	57.09	57.14	57.32	57.25	57.28	57.13	57.17	57.15	57.13	57.03
	4	57.38	57.53	57.52	57.21	57.48	57.22	57.36	57.23	57.21	57.34	57.48