

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.1—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法  
第1部分：钼含量的测定  
钼酸铅重量法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—  
Part 1: 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 ××××《焙烧钼精矿化学分析方法》的第1部分。YS/T ××××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：氨不溶钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第3部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法；
- 第4部分：锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第5部分：铈含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第6部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：钙、镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第10部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第12部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法。

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、洛阳栾川钼业集团股份有限公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司。

本文件主要起草人：谢明明、辛雯静、王郭亮、柴玉青、贺鑫、王虎、刘延波、姚良俊、邓俊鸟、万温淑、马振元、康开斌、王威。

## 引 言

焙烧钼精矿，又名工业氧化钼、钼焙砂。焙烧钼精矿不仅是添加于合金的主要钼产品，而且是制取钼铁和生产钼酸铵的原料，属于国家战略储备物资。国内外仍缺少焙烧钼精矿的检验标准，因此通过实验研究并建立一套完整且切实可行的焙烧钼精矿化学分析方法标准已是行业急需。本文件拟由十二部分组成。

- 第1部分：钼含量的测定，目的在于建立重量法测定焙烧钼精矿中钼含量的方法；
- 第2部分：氨不溶钼含量的测定，目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中氨不溶钼含量的方法；
- 第3部分：铋含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中铋含量的方法；
- 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焙烧钼精矿中锡含量的方法；
- 第5部分：铈含量的测定，目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中铈含量的方法；
- 第6部分：铅、铜含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中铅、铜含量的方法；
- 第7部分：钾含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钾含量的方法；
- 第8部分：钙、镁含量的测定，目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钙、镁含量的方法；
- 第9部分：磷含量的测定，目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中磷含量的方法；
- 第10部分：硅含量的测定，目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中硅含量的方法；
- 第11部分：钨含量的测定，目的在于建立电感耦合等离子体法测定焙烧钼精矿中钨含量的方法；
- 第12部分：碳、硫含量的测定，目的在于建立高频燃烧红外吸收法测定焙烧钼精矿中碳、硫含量的方法。

本文件填补了国内外在焙烧钼精矿检验领域的空白，对完善焙烧钼精矿的检验方法具有积极的指导意义。

# 焙烧钼精矿化学分析方法

## 第1部分：钼含量的测定

### 钼酸铅重量法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作经验。本文件并未指出所有的安全问题。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

本文件规定了焙烧钼精矿中钼含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中钼含量的测定。测定范围：40.00%~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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

GB/T 26814 微波消解装置

#### 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

试料于微波消解仪中经硝酸、盐酸消解，或用硝酸、盐酸在电热板上加热溶解，以氨水沉淀铁等杂质元素，过滤。用盐酸调节滤液酸度，乙酸-乙酸铵作为缓冲溶液，用乙酸铅沉淀溶液中的钼酸根生成钼酸铅沉淀，沉淀经过滤、洗涤、灼烧至恒重。氨水分离后残渣中的钼用硫氰酸盐分光光度法进行测定后予以补正，计算得到钼含量。

#### 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 混合熔剂：称取500 g无水碳酸钠，250 g氧化锌，混匀磨细，保存于磨口瓶中。

5.3 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。

5.4 盐酸（ $\rho=1.19$  g/mL）。

5.5 硫酸（ $\rho=1.84$  g/mL）。

5.6 氨水（ $\rho=0.90$  g/mL）。

5.7 盐酸（1+1）。

5.8 盐酸（1+19）：取25 mL盐酸（5.4），加入475 mL热水中，混匀，用时现配。

- 5.9 硫酸 (1+1)。
- 5.10 氨水 (1+1)。
- 5.11 氨水-氯化铵溶液：称取10 g氯化铵，溶于500 mL热水中，加入10 mL氨水 (5.6)，混匀。用时现配。
- 5.12 氢氧化钠溶液 (200 g/L)：称取20 g氢氧化钠，溶于适量水中，稀释至100 mL。
- 5.13 乙酸-乙酸铵缓冲溶液：称取250 g乙酸铵于1000 mL烧杯中，加500 mL水溶解，加入150 mL冰乙酸 ( $\rho=1.05$  g/mL)，过滤后，用水稀释至1000 mL，混匀。
- 5.14 乙酸铵溶液：量取25 mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液 (5.13)，以热水稀释至500 mL，混匀，用时现配。
- 5.15 乙酸铅溶液 (18 g/L)：称取18 g乙酸铅 [ $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ]于1000 mL烧杯中，加入15 mL冰乙酸、80 mL水溶解，过滤后用水稀释至1000 mL。
- 5.16 硫氰酸钾溶液 (300 g/L)。
- 5.17 硫脲溶液 (50 g/L)。
- 5.18 硫酸-硫酸铜溶液：称取1 g硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )于1000 mL烧杯中，加入1000 mL硫酸 (5.9)溶解，混匀。
- 5.19 滤纸浆：将定量滤纸撕成碎片，放入烧杯中，加水煮成糊状。
- 5.20 钼标准贮存溶液：称取 0.1500 g三氧化钼 ( $w_{\text{MoO}_3} \geq 99.99\%$ )于300 mL烧杯中，加入2 mL氢氧化钠溶液 (5.12)、100 mL水，加热溶解，冷却后，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$ 钼。或者购买相应浓度的有证标准物质。
- 5.21 钼标准溶液：移取10.00 mL钼标准贮存溶液 (5.20)于100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，此溶液1 mL含10  $\mu\text{g}$ 钼。或者购买相应浓度的有证标准物质。
- 5.22 甲基橙溶液 (1 g/L)：称取0.1 g甲基橙，溶于约70  $^{\circ}\text{C}$ 的水中，稀释至100 mL，混匀。
- 5.23 酚酞溶液 (1 g/L)：称取0.1 g酚酞，溶于乙醇 (1+1)，用乙醇 (1+1)稀释至100 mL。

## 6 仪器设备

- 6.1 微波消解仪：使用符合GB/T 26814要求的微波消解装置。压力控制范围0 MPa~10 MPa或测温范围0  $^{\circ}\text{C}$ ~260  $^{\circ}\text{C}$ ，密闭加压消解容器耐压 $\geq 10$  MPa。密闭加压消解装置工作参数 (温度控制型)见附录A。
- 6.2 分光光度计。

## 7 样品

样品应粉碎并通过0.090 mm标准筛网，并在105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$ 烘至恒重。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取0.20 g样品 (7)，精确至0.0001 g。

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，试验结果取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## 8.4 测定

### 8.4.1 样品分解可以选用方法A或方法B。

- a) 样品分解方法A: 将试料(8.1)置于消解罐底部,加入4 mL硝酸(5.3),加入4 mL盐酸(5.5),轻摇消解罐使样品均匀分散,组装消解罐,放入微波消解设备,设定设备工作参数和消解程序(参照附录A)。待消解程序停止后,取出消解罐,转移消解液至400 mL烧杯中。
- b) 样品分解方法B: 将试料(8.1)置于300 mL烧杯中,加入20 mL硝酸(5.3),盖上表面皿,在电热板上加热溶解,蒸至体积3 mL~5 mL,取下稍冷,加入10 mL盐酸(5.4)继续加热蒸发至体积3 mL~4 mL,取下。

8.4.2 向试液(8.4.1)中加入10 mL盐酸(5.4),用热水冲洗烧杯内壁及表面皿,保持液体体积约80 mL,煮沸,趁热用单层快速定量滤纸过滤,用盐酸(5.8)洗涤沉淀7次~8次,洗涤烧杯2次~3次。若烧杯上有粘附物,用氨水(5.10)将其转入滤液中,并用水洗净。滤纸和残渣保留用于钼的校正测定。

8.4.3 向试液(8.4.2)中加入6 mL盐酸(5.4),用热水冲洗烧杯内壁及表面皿,稀释至约80 mL,煮沸,取下稍冷,在搅拌下徐徐加入氨水(5.6),使氢氧化物沉淀生成后再过量10 mL,煮沸5 min,取下,趁热用单层快速定量滤纸过滤于500 mL烧杯中,以热的氨水-氯化铵溶液(5.11)充分洗涤沉淀5次~6次。加入10 mL盐酸(5.7)溶解沉淀于样品分解所用的烧杯中,热水冲洗滤纸至无黄色,再用水稀释滤液至50 mL,加入15 mL氨水(5.6),煮沸5 min~6 min,用原滤纸过滤于500 mL烧杯的滤液中,再用热的氨水-氯化铵溶液(5.11)洗涤沉淀3次~5次,保留滤纸和残渣用于钼的校正测定。

8.4.4 将所得滤液(8.4.3)用水稀释至约300 mL,加入2滴甲基橙溶液(5.22),用盐酸(5.7)中和至溶液呈橙色或微红色,加入少量滤纸浆(5.19),加入3滴硝酸(5.3),加入15 mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液(5.13),加热至微沸,取下。在搅拌下,用滴定管以每3s滴加1 mL的速度逐滴均匀加入乙酸铅溶液(5.15,每1 mL乙酸铅溶液可沉淀约5 mg钼),待上清液不出现沉淀时,再过量3 mL~5 mL乙酸铅溶液,搅拌均匀。在温热处静置30 min,取下,用双层中速定量滤纸过滤,粘附在烧杯和玻璃棒上的沉淀用小片滤纸擦净,用热的乙酸铵溶液(5.14)洗涤沉淀10次~12次。将沉淀和滤纸转移至已恒重的瓷坩埚中,烘干,置于550 °C~600 °C马弗炉,通空气灼烧10min~20min,关闭炉门,再灼烧20min~30min,取出,在干燥器中冷却至室温,称重。反复灼烧至恒重。

8.4.5 将所得的残渣(8.4.2, 8.4.3)和滤纸放入30 mL瓷坩埚中进行灰化,加入2 g~3 g混合熔剂(5.2),搅匀,表面再覆盖1 g~2 g混合熔剂,置于700 °C~750 °C高温炉中烧结30 min~40 min,取出冷却。将坩埚及烧结块转移至300 mL烧杯中,用30 mL~40 mL热水洗净坩埚取出,加热煮沸,使可溶性盐类溶解,取下,冷却后转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,干过滤。

8.4.6 移取20.00 mL滤液(8.4.5)于50 mL容量瓶中,加入1滴酚酞溶液(5.23),用硫酸(5.9)中和至溶液无色,边滴加边摇匀至无气泡或少量气泡出现。加入8 mL硫酸-硫酸铜溶液(5.18),加入5 mL硫脲溶液(5.17),混匀。放置5 min,加入5 mL硫氰酸钾溶液(5.16),用水稀释至刻度,混匀,静置30 min显色。

8.4.7 将部分溶液移入3 cm比色皿中,以空白试验溶液(8.3)为参比,在分光光度计上于波长460 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应钼的质量。

8.4.8 移取0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL钼标准溶液(5.21)置于一组50 mL容量瓶中,加水至约20 mL。以下操作按照8.4.6进行。将部分溶液移入3 cm比色皿中,以空白试验溶液(8.3)为参比测量系列标准溶液的吸光度,以钼的质量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 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：

$$w_{\text{Mo}} = \left[ \frac{(m_2 - m_1 - m_3) \times 0.2613}{m_0} + \frac{m_4 V_1}{m_0 V_2} \right] \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_2$ ——灼烧至恒重的钼酸铅沉淀及坩埚质量，单位为克 (g)；

$m_1$ ——灼烧至恒重的空坩埚质量，单位为克 (g)；

$m_3$ ——空白试验钼酸铅沉淀的质量，单位为克 (g)；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克 (g)；

0.2613——钼酸铅换算成钼的系数。

$m_4$ ——从工作曲线上查得的钼的质量，单位为克 (g)；

$V_1$ ——补正试液总体积，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——分取补正试液的体积，单位为毫升 (mL)。

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 ( $r$ ) 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见附录 B。

表 1 重复性限

$w_{\text{Mo}}/\%$	47.04	51.21	56.16	59.74	64.45
$r/\%$	0.38	0.40	0.34	0.29	0.33

### 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 ( $R$ ) 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

$w_{\text{Mo}}/\%$	47.04	51.21	56.16	59.74	64.45
$R/\%$	0.41	0.42	0.40	0.43	0.45

## 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；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

## 附录 A

(资料性)

## 密闭加压消解装置工作参数 (温度控制型)

温度控制型密闭加压微波消解装置，推荐的主要工作参数见表 A.1。在充分了解微波消解装置安全使用相关要求的前提下使用仪器。

表 A.1 温度控制型密闭加压微波消解装置工作参数

消解程序			
步骤	温度/℃	时间/min	结束温度/℃
1	120	2	60
2	150	2	
3	180	2	
4	190	1	
5	200	10	



## 附录 B

(资料性)

## 精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 3 家实验室对钼含量的 5 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量 11 次，测量的原始数据见表 B.1。

表 B.1 精密度试验原始数据

水平数	实验室	$w_{Mo}/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	46.93	46.85	46.99	47.18	46.84	46.90	46.98	47.16	47.06	47.10	46.92
	2	46.98	46.88	46.76	47.01	47.02	47.18	47.05	46.92	46.98	47.11	47.06
	3	47.32	47.29	47.06	47.16	47.32	46.90	46.98	46.97	47.12	47.25	46.93
2	1	51.57	51.59	51.38	51.33	51.01	51.12	51.19	51.32	51.04	51.32	51.15
	2	51.20	51.37	51.18	51.22	51.36	51.23	51.16	51.26	51.11	51.09	51.25
	3	51.07	51.25	51.06	51.28	51.07	50.89	51.21	51.14	51.29	51.06	51.06
3	1	56.23	56.07	56.42	56.31	56.05	56.05	56.20	56.41	56.38	56.33	56.26
	2	56.16	55.95	56.32	56.33	56.07	56.00	56.13	56.14	56.18	56.22	56.10
	3	56.06	56.01	56.17	55.96	56.20	56.11	55.96	56.11	55.99	56.21	56.15
4	1	59.91	60.15	59.96	59.88	60.06	59.79	59.74	59.82	59.69	60.01	59.99
	2	59.61	59.67	59.60	59.61	59.52	59.67	59.59	59.56	59.58	59.54	59.51
	3	59.74	59.78	59.62	59.79	59.61	59.84	59.72	59.81	59.84	59.61	59.74
5	1	64.43	64.36	64.69	64.35	64.40	64.36	64.33	64.60	64.48	64.68	64.52
	2	64.45	64.33	64.51	64.38	64.48	64.43	64.50	64.56	64.46	64.39	64.53
	3	64.38	64.27	64.51	64.23	64.33	64.40	64.51	64.41	64.26	64.54	64.65