

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.11—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
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

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 11: Determination of tungsten content—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(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

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

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

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11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、西安汉唐分析检测有限公司、国标（北京）检验认证有限公司。

本文件主要起草人：谢明明、柴玉青、岳野、杨红忠、王郭亮、李巧红、王波、魏彤、周恺、杨平平、潘元海，李爱嫦，墨淑敏。

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。但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 11 部分：钨含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中钨含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中钨含量的测定。测定范围：0.0050%~0.50%。

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

试料经氨水、过氧化氢溶解，或者试料经氢氟酸溶解，在盐酸、硝酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，207.911 nm处测定其发射强度，根据标准工作曲线计算焙烧钼精矿中钨的质量分数。

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 氨水（ $\rho=0.91$ g/mL）。

5.4 过氧化氢（ $\rho=1.17$ g/mL）。

5.5 盐酸（ $\rho=1.18$ g/mL）。

5.6 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

5.7 氢氟酸（ $\rho=1.15$ g/mL）。

5.8 纯三氧化钼（ $w_{\text{MoO}_3} \geq 99.99\%$ ， $w_{\text{w}} < 0.002\%$ ）。

5.9 氢氧化钠溶液（200 g/L）：称取20 g氢氧化钠（5.2），溶于100 mL水中，混匀。

5.10 钨标准溶液：准确称取0.1260 g三氧化钨（质量分数 $\geq 99.99\%$ ），置于250 mL烧杯中，加入20 mL氢氧化钠溶液（5.9）使其溶解，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μ g钨。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.11 氩气，体积分数不小于99.99%。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

7 样品

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

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.20 g样品，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

称取与试料等量的纯三氧化钨（5.8），随同试料做空白试验。

8.4 测定

警示——使用氢氟酸要求穿耐酸碱服、戴橡胶耐酸碱手套。溶解试样时需加小心。

8.4.1 样品溶解可选用方法A或方法B。

a) 方法A：将试料（8.1）置于150 mL烧杯中，加入10 mL水，1 mL氨水（5.3），盖上表面皿，低温加热溶解，取下冷却后，缓慢加入2 mL过氧化氢（5.4），加热煮沸2 min~3 min，加入15 mL盐酸（5.5），加热煮沸，用水洗杯壁和表面皿，冷却后，加入5 mL硝酸（5.6），将溶液转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干过滤。

b) 方法B：将试料（8.1）置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL硝酸（5.6），再加入3 mL氢氟酸（5.7），摇动使试料分散。低温缓慢加热溶解，蒸发至3 mL~5 mL。取下稍冷，用约30 mL水冲洗杯壁，加热至盐类溶解，取下，冷却至室温。移入100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪波长207.911 nm处，测量试液（8.4.1）及空白试验溶液（8.3）的发射强度，从工作曲线查得相应的钨的质量浓度。

注：样品溶解使用方法B时，电感耦合等离子体原子发射光谱仪需要配备耐氢氟酸系统。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 系列标准溶液A：称取7份与试料中钨含量等量的纯三氧化钨（5.8），分别置于150 mL烧杯中，加入10 mL水，1 mL氨水（5.3），盖上表面皿，低温加热溶解，取下冷却后，缓慢加入2 mL过氧化氢（5.4），加热煮沸2 min~3 min，加入15 mL盐酸（5.5），加热煮沸，用水洗杯壁和表面皿，冷却后加入5 mL硝酸（5.6），将溶液转移至100 mL容量瓶中，分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00

mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL钨标准溶液（5.10）于一组100 mL的容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干过滤。

8.5.2 系列标准溶液B：称取7份与试料中钨含量等量的纯三氧化钨（5.8），分别置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL硝酸（5.6），再加入3 mL氢氟酸（5.7），摇动使试料分散。低温缓慢加热溶解，蒸发至3 mL~5 mL。取下稍冷，用约30 mL水冲洗杯壁，加热至盐类溶解，取下，冷却至室温，将溶液转移至100 mL塑料容量瓶中，分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL钨标准溶液（5.10）于各容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：样品溶解方法A对应标准系列溶液A；样品溶解方法B对应标准系列溶液B。

8.5.3 于电感耦合等离子体发射光谱仪，波长207.911 nm处，测定系列标准溶液（8.5.1或8.5.2）。以钨的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标绘制工作曲线。确保线性相关系数不小于0.999。

9 试验数据处理

钨含量以钨的质量分数 w_w 计，按公式（1）计算：

$$w_w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中：

ρ_1 ——自工作曲线上查得试液中钨的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试验溶液中钨的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——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 1 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 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 A。

表 1 重复性限

$w_i/\%$	0.0090	0.018	0.14	0.25	0.46
$r/\%$	0.0006	0.001	0.01	0.02	0.02

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

$w_i/\%$	0.0090	0.018	0.14	0.25	0.46
$R/\%$	0.0014	0.002	0.01	0.02	0.03

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

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

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

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

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 3 家实验室对钨含量的 5 个不同水平样品进行共同试验确定的。其中，实验室 1、2 的样品溶解使用方法 A，实验室 3 的样品溶解使用方法 B。每个实验室对每个水平的钨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	$w_i/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.0093	0.0088	0.0088	0.0088	0.0091	0.0089	0.0090	0.0089	0.0092	0.0092	0.0093
	2	0.0092	0.0096	0.0095	0.0094	0.0097	0.0091	0.0092	0.0095	0.0097	0.0098	0.0093
	3	0.0086	0.0085	0.0088	0.0084	0.0087	0.0088	0.0089	0.0082	0.0084	0.0089	0.0083
2	1	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
	2	0.018	0.017	0.018	0.018	0.018	0.017	0.017	0.018	0.018	0.017	0.018
	3	0.018	0.018	0.018	0.018	0.017	0.018	0.018	0.017	0.017	0.017	0.017
3	1	0.14	0.14	0.13	0.13	0.13	0.13	0.13	0.14	0.14	0.13	0.14
	2	0.14	0.14	0.15	0.15	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.14	0.15
	3	0.14	0.14	0.15	0.14	0.14	0.13	0.14	0.14	0.14	0.13	0.14
4	1	0.25	0.25	0.25	0.24	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
	2	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26
	3	0.24	0.25	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.24	0.23	0.24	0.24
5	1	0.46	0.45	0.45	0.46	0.45	0.47	0.47	0.48	0.46	0.46	0.45
	2	0.46	0.46	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.46	0.47	0.45
	3	0.45	0.45	0.46	0.45	0.46	0.45	0.46	0.47	0.45	0.44	0.45