

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.6—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法  
第6部分：铅、铜含量的测定  
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—  
Part 6: Determination of lead and copper contents—  
Flame atomic absorption 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6部分。YS/T XXXX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、雷哲、王郭亮、柴玉青、王虎、阮彦婷、苏雄、贺鑫、姚红霞、蔡杏杏、刘英英、冯蕾、刘建兴、王林虎。

## 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：锑含量的测定，目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锑含量的方法；
- 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 6 部分：铅、铜含量的测定

### 火焰原子吸收光谱法

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铅、铜含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中铅、铜含量的测定。铅的测定范围为0.010%~3.00%、铜的测定范围为0.010%~2.50%。

#### 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

试料以王水分解，在稀盐酸介质中，于原子吸收光谱仪上波长铜 324.7nm、铅 283.3nm 处，用空气-乙炔火焰法测量吸光度，在一定范围内，荧光强度与钾含量成正比，根据工作曲线计算得到钾的含量。

#### 5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42$  g/mL）。

5.3 盐酸（ $\rho=1.19$  g/mL）。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 盐酸（1+1）。

5.6 王水：现用现配。

5.7 铜标准溶液：称取 0.1000 g 金属铜（ $w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$ ）于 250 mL 烧杯中，缓缓加入 30 mL 硝酸

(5.4), 加热溶解后, 冷却, 移入 1000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铜。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.8 铅标准溶液: 称取 0.1000 g 金属铅 ( $w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ ) 于 250 mL 烧杯中, 加入 30 mL 硝酸(5.4), 加热溶解后, 冷却, 移入 1000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  铅。或者购买相应浓度的有证标准物质。

## 6 仪器设备

原子吸收光谱仪, 附铜、铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下, 凡能满足以下要求均可使用:

- 特征浓度: 在与测量试液的基体相一致的溶液中, 铅的特征浓度应不大于 0.15  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ; 铜的特征浓度应不大于 0.02  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;
- 精密度: 测量最高标准溶液 10 次, 其吸光度的标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%; 用最低浓度的标准溶液 (不是“零”浓度标准溶液) 测量 10 次吸光度, 其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;
- 工作曲线线性: 将工作曲线按浓度等分成五段, 最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比, 铅应不小于 1.0, 铜应不小于 0.7。

## 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 将试料(8.1)置于200 mL烧杯中, 以水润湿, 加入20 mL王水(5.6), 盖上表面皿, 低温加热溶解, 蒸发至干, 冷却, 加入6 mL盐酸(5.5)、20 mL水, 加热溶解盐类, 冷却后移入100 mL容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀, 干过滤。

8.4.2 按表1移取试液(8.4.1)于100 mL容量瓶中, 加入6 mL盐酸(5.5), 以水稀释至刻度, 混匀。

表 1 试料量及分取试液体积

测定元素	质量分数 %	移取试液体积 mL
铜	0.010~0.20	全量
	>0.20~1.00	20.00
	>1.00~2.00	10.00
	>2.00~2.50	5.00

铅	0.010~0.50	全量
	> 0.5~3.00	10.00

8.4.3 于原子吸收光谱仪波长铜324.7 nm、铅283.3 nm处，用空气-乙炔火焰，以“零”浓度标准溶液调零，测量溶液(8.4.2)和空白溶液(8.3)的吸光度。自工作曲线上分别查出相应铜、铅的质量浓度。

## 8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、4.00 mL铜标准溶液(5.7)，0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL铅标准溶液(5.8)置于一组100 mL容量瓶中，加入6 mL盐酸(5.5)，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 与样品测定相同的条件，测量系列标准溶液(8.5.1)的吸光度，分别以铜、铅质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。线性相关系数应不小于0.999。

## 9 试验数据处理

铜、铅含量以其的质量分数 $w_x$ 计，按公式(1)计算：

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho_1$ ——自工作曲线上查得的测定溶液中铜或铅的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ ——自工作曲线上查得的空白溶液中铜或铅的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V_1$ ——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）；

$V_2$ ——移取试液体积，单位为毫升（mL）。

当计算结果小于0.10%，保留两位有效数字；当计算结果不小于0.10%，保留小数点后两位。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2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见附录A。

表2 重复性限

$w_{\text{Cu}}/\%$	0.045	0.17	0.20	0.85	2.42
$r/\%$	0.002	0.01	0.02	0.04	0.11
$w_{\text{Pb}}/\%$	0.14	0.22	0.62	2.33	2.76
$r/\%$	0.01	0.02	0.03	0.16	0.20

### 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3给出的平均值范围内，这两个测试结

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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{Cu}/\%$	0.045	0.17	0.20	0.85	2.42
$R/\%$	0.003	0.01	0.03	0.05	0.12
$w_{Fe}/\%$	0.14	0.22	0.62	2.33	2.76
$R/\%$	0.01	0.02	0.03	0.18	0.21

## 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) 本文件编号；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 观察到的异常现象；
- e) 试验日期。



## 附录 A

(资料性)

## 精密度试验原始数据

铜、铅精密度数据是在 2021 年由 3 家实验室对铜、铅 5 个不同水平含量的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铜、铅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、A.2。

表 A.1 铜精密度试验原始数据

水平数	实验室	$w_{Cu}/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.044	0.045	0.045	0.044	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.045	0.047
	2	0.046	0.046	0.046	0.043	0.044	0.044	0.045	0.044	0.045	0.043	0.044
	3	0.045	0.045	0.044	0.045	0.043	0.045	0.047	0.046	0.046	0.045	0.046
2	1	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16
	2	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17	0.17
	3	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.16	0.17
3	1	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.19	0.20	0.20
	2	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21	0.20	0.20	0.21	0.21	0.21	0.21
	3	0.19	0.20	0.19	0.19	0.20	0.19	0.19	0.20	0.20	0.20	0.20
4	1	0.83	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.84	0.83
	2	0.87	0.87	0.88	0.87	0.88	0.83	0.83	0.86	0.85	0.85	0.86
	3	0.82	0.82	0.84	0.84	0.84	0.83	0.83	0.84	0.85	0.85	0.85
5	1	2.40	2.41	2.35	2.33	2.50	2.52	2.35	2.43	2.30	2.41	2.39
	2	2.44	2.44	2.42	2.42	2.43	2.43	2.44	2.41	2.42	2.41	2.43
	3	2.44	2.44	2.42	2.42	2.43	2.43	2.44	2.41	2.42	2.41	2.43

表 A.2 铅精密度试验原始数据

水平数	实验室	$m_i/\%$ (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.14	0.14	0.14	0.15
	2	0.15	0.14	0.14	0.14	0.14	0.14	0.15	0.15	0.14	0.15	0.14
	3	0.15	0.14	0.14	0.14	0.15	0.14	0.14	0.14	0.15	0.14	0.14
2	1	0.22	0.23	0.22	0.22	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23	0.22
	2	0.23	0.23	0.23	0.22	0.23	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22
	3	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.22	0.23	0.23	0.23	0.23
3	1	0.62	0.62	0.62	0.62	0.61	0.63	0.62	0.63	0.63	0.63	0.64
	2	0.62	0.61	0.63	0.62	0.63	0.63	0.63	0.62	0.62	0.62	0.63
	3	0.62	0.62	0.62	0.61	0.61	0.62	0.62	0.62	0.62	0.61	0.62
4	1	2.21	2.37	2.19	2.36	2.32	2.35	2.30	2.40	2.38	2.31	2.25
	2	2.38	2.38	2.38	2.36	2.36	2.38	2.36	2.38	2.36	2.36	2.38
	3	2.21	2.33	2.28	2.37	2.27	2.28	2.30	2.40	2.42	2.29	2.31
5	1	2.80	2.85	2.75	2.88	2.81	2.70	2.60	2.77	2.87	2.88	2.90
	2	2.76	2.78	2.76	2.78	2.74	2.76	2.74	2.74	2.76	2.76	2.77
	3	2.61	2.74	2.83	2.67	2.64	2.77	2.68	2.76	2.74	2.84	2.79