ICS 77.120.99

CCS H 14

**T/HNNMIA**

团 体 标 准

T/HNNMIA XX-202X

钼精矿化学分析方法

钼含量的测定

微波消解-钼酸铅重量法

 Methods for chemical analysis of molybdenum concentrates-

determination of molybdenum content-

microwave digestion-lead molybdate gravimrtry

（报批稿）

202X-XX-XX发布

**河南省有色金属行业协会** 发布

202X-XX-XX实施

# 前 言

本文件依据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。

本文件由洛阳栾川钼业集团股份有限公司提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司、栾川县产品质量检验检测中心、栾川龙宇钼业有限公司、栾川县大东坡钼钨矿业有限公司、洛阳栾川钼业集团冶炼有限责任公司。

本文件主要起草人：姚建斐、史丽娟、刘素娟、李雪、刘英英、申琳琳、朱孔贺、原娜娜、朱新玉、杨云云、刘珊珊、王璇、李延槐、陈杰、周延松。

钼精矿化学分析方法

钼含量的测定

微波消解-钼酸铅重量法

1. 1 范围

本文件描述了钼精矿中钼含量的测定方法。

本文件适用于钼精矿中钼量的测定，测定范围：20.00%-56.00%。

1. 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

1. 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件：

3.1 微波消解microwave digestion

微波消解是一种高温高压环境下，在微波能的作用下，破坏样品中目标组分的初始形态，而使其以无机离子最高或较高价态的形式萃取出来的高效处理设备。

3.2 重量法gravimetric method

通过称量物质的质量来确定被测物质组分含量的一种分析方法。

1. 4　原理

样品在微波消解仪中，经硝酸、盐酸消解，以氨水沉淀杂质，过滤。滤液在乙酸-乙酸铵缓冲介质中，乙酸铅与钼酸生成钼酸铅，沉淀经过滤、碱液洗涤，灰化后称至恒重。氨水分离后残渣中的钼用硫氰酸盐分光光度法测定后予以补正。

1. 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以上度试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.1 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.2 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.3 氨水（ρ=0.90 g/mL）。

5.4 硫酸溶液（1+1)。

5.5 盐酸溶液（1+1）。

5.6 氨水溶液（3+97）。

5.7 乙酸-乙酸铵缓冲溶液

称取250 g乙酸铵，溶于500 mL水中，加入150 mL冰乙酸（ρ=1.05 g/mL），过滤，用水稀释至1000 mL。

5.8 乙酸铅溶液（18 g/L）

称取18 g乙酸铅，加入15 mL冰乙酸（ρ=1.05 g/mL）和80 mL水溶解，过滤，用水稀释至1000 mL。

5.9 乙酸铵溶液

量取25 mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液（5.7)，以水稀释至500 mL。

5.10 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。

5.11 硫脲溶液（80 g/L)。

5.12 硫酸-硫酸铜溶液

称取1 g硫酸铜（CuSO4·5H2O）于1000 mL烧杯中，加入1000 mL硫酸（1+1）（5.4）溶解，混匀。

5.13 硫氰酸钾溶液（300 g/L）。

5.14 钼标准贮存溶液（100 μg/mL）：称取0.1500 g三氧化钼(ωMoO3≥99.99 %）于300 ml烧杯中，加2 mL氢氧化钠溶液（200 g/L）,加100 mL水，加热溶解，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg钼。

5.15 钼标准溶液（10 μg/mL）：移取10.00 mL钼标准贮存溶液（5.14）于100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀此液1 mL含10 μg钼。

5.16 甲基橙溶液（1 g/L）。

5.17 酚酞溶液（1 g/L）。

5.18 滤纸浆：将定量滤纸撕成碎片，放入500 mL烧杯中，加水煮成糊状。

1. 6　仪器和设备

6.1　微波消解仪，最高工作温度280 ℃。

6.2　分光光度计。

6.3　高温炉，温度能控制在750 ℃±10 ℃。

6.4　分析天平，感量0.1 mg。

6.5　塑料称量勺。

6.6 干燥箱，温度能控制在105 ℃±10 ℃。

1. 7　试样

试样粒度小于74 μm（200目），在干燥箱（6.6）105 ℃±10 ℃干燥2 h，置于干燥器中冷却至室温。

1. 8　测定步骤
2. 8.1 平行测定
3. 独立地进行两次平行测定，取其平均值。
4. 8.2　空白试验

随同样品做空白试验。

1. 8.3　样品消解

称取0.20 g试样（7），精确至0.1 mg，于消解管中，依次加入4 mL硝酸（5.1），2 mL盐酸 （5.2），放置于微波消解仪中，按设定的程序进行消解，完成后，用水冲洗消解管内壁，转移至400 mL烧杯中，用水稀释至约50 mL。

1. 8.4　测定

8.4.1 重量法测定钼

8.4.1.1 加入10 mL盐酸（5.2），40 mL氨水（5.3），煮沸5~6 min，取下，趁热用快速滤纸过滤，用热氨水溶液（5.6）洗涤沉淀4~5次。

8.4.1.2 加入10 mL盐酸（5.5）溶解，以水稀释至体积50 mL。加入25 mL氨水（5.3），煮沸5~6 min，用原滤纸过滤于原烧杯中，用热氨水溶液（5.6）洗涤沉淀4~5次。溶液用水稀释至体积约300 mL。

8.4.1.3 加入3~4滴甲基橙溶液（5.16），用盐酸（5.5）中和至橙红色，再过量10~12滴。加入50 mL乙酸-乙酸铵缓冲溶液（5.7），加入少许纸浆（5.18）,加热至微沸，取下.在搅拌下用滴定管缓慢（3 s/mL）加入乙酸铅溶液（5.8）28 mL，加热微沸，在50 ℃处静置30 min。

8.4.1.4 取下用中速定量滤纸过滤，用一小片滤纸擦净粘附在烧杯壁和玻璃棒上的沉淀，用热乙酸铵溶液（5.9）洗涤沉淀10~12次。将沉淀和滤纸移入已知重量的瓷坩埚中，烘干，灰化，置于550℃~600℃高温炉中灼烧至恒重，在干燥器中冷却至室温，称量。

8.4.2 分光光度法测定钼

8.4.2.1 将8.5.1.2的滤纸放入30 mL瓷坩埚中，灰化完全，冷却。加入2~3 g混合熔剂（5.10），搅匀，表面再覆盖2 g混合熔剂（5.10），置于700 ℃～750 ℃高温炉中烧结30 min～40 min，取出冷却。将坩埚及烧结块转入300 mL烧杯中，用30 mL～40 mL水洗净坩埚取出，加热煮沸，使可溶性盐类溶解，取下，冷却后移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

8.4.2.2 干过滤，移取10.00 mL滤液（8.5.2.1）于50 mL容量瓶中,加入1-2滴酚酞溶液（5.17），再用硫酸（5.4）中和至红色刚好消失，加入8 mL硫酸-硫酸铜溶液（5.12）摇匀，流水冷至室温。加入5 mL硫脲溶液（5.11）摇匀，静置约10 min。加入3 mL硫氰酸钾溶液（5.13），用水稀释至刻度，混匀。放置30 min。

8.4.2.3 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以空白试验溶液做参比，于分光光度计波长460 nm处测量吸光度。从工作曲线上查得相应的钼量。

8.4.3 工作曲线的绘制

移取0.00mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL钼标准溶液（5.15）于一组50 mL容量瓶中，加水至10 mL。以下操作按8.4.2.2进行。将部分溶液移入3 cm比色皿中，以空白试验溶液做参比，于分光光度计波长460 nm处测量吸光度。以钼的含量为横坐标，相对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线，工作曲线线性r ≥ 0.9995。

9 结果计算

1. 按式（1）计算钼的质量分数（%）,以*ωMo*来表示：
2. $ω\_{Mo}=(\frac{m\_{1} ×0.2613}{m\_{0}}+\frac{m\_{2}×V\_{1}×10^{−6} }{m\_{0} ×V\_{2}})×100$% ()

式中：

*m1———*灼烧后钼酸铅的量，单位为克（g）;

*m2———*从工作曲线上查得的钼量，单位为微克（μg）;

*V1———*试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V2———*分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m0———*样品量，单位为克（g）。

0.2613-钼酸铅换算成钼的系数。

计算结果保留至小数点后两位，数值修约按GB/T 8170的规定执行。

10　精密度

10.1　重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按照相同的测试方法，并在短时间内对同一试样相互独立进行测试，获得两次独立测试结果的绝对差值应不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）见表1，数据采用内插法或外延法获得。

1. 重复性限（r）

| ω/% | 22.38 | 40.80 | 53.60 |
| --- | --- | --- | --- |
| r/% | 0.18 | 0.25 | 0.32 |

10.2　再现性

在不同实验室，由不同操作者使用不同设备，按照相同的测试方法，对同一试样相互独立测试，获得的两次独立测试结果的平均值的绝对差值应不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况应不超过5%。再现性限（R）按表2，数据采用内插法或外延法获得。

1. 再现性限（R）

| ω/% | 22.38 | 40.80 | 53.60 |
| --- | --- | --- | --- |
| R/% | 0.19 | 0.28 | 0.36 |

11　试验报告

试验报告应包括下列信息：

a）测试实验室名称和地址；

b）实验报告发布日期；

c）试样本身必要的详细说明；

d）分析结果；

e）结果的测定次数；

f）测定过程中存在的任何异常特性和本文中没有规定的可能对试样或标准样品分析结果产生影响的任何操作。



附录A

微波消解仪器参考工作条件

微波消解仪参考工作条件见表A.1。

表A.1 微波消解程序

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 程序 | 状态 | 时间（min) | 温度（℃） |
| 1 | 升温 | 10 | 170 |
| 2 | 保温 | 3 | 170 |
| 3 | 升温 | 15 | 240 |
| 4 | 保温 | 10 | 240 |
| 5 | 冷却 | / | / |