

ICS 77.120.99

H 14

团 体 标 准

T/HNNMIA 6—2018

钼精矿化学分析方法

钨量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum concentrate —

Determination of tungsten content

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2018-××-××发布

2018-××-××实施

河南省有色金属行业协会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由河南省有色金属行业协会提出并归口。

本标准起草单位：洛阳栾川钼业集团股份有限公司

本标准主要起草人：×××××

钼精矿化学分析方法

钨量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了钼精矿中钨含量的测定方法。

本标准适用于钼精矿中钨含量的测定。测定范围 0.0050%~1.00%。

2 方法原理

试料用王水（盐酸+硝酸（3+1））溶解，在适宜的酸性介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪波长 207.912nm 处，测定钨的发射强度。仪器自动绘制工作曲线，按标准工作曲线法计算钨的质量分数。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

3.1 盐酸（ ρ 1.19 g/mL）。

3.2 硝酸（ ρ 1.42 g/mL）。

3.3 王水：盐酸+硝酸（3+1）。

3.4 三氧化钨（99.99%）。

3.5 氢氧化钠。

3.6 氢氧化钠溶液（100g/L）：称取 100g 氢氧化钠（3.5）固体于 250mL 烧杯中，加入 200mL 水，用玻璃棒搅拌使之完全溶解。移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1L 含 100g 氢氧化钠。贮存于塑料瓶中待用。

3.7 钨标准溶液：称取预先在 105 度烘 1h 并在干燥器中冷却至室温的三氧化钨(3.4)0.1260g 于 250mL 烧杯中，加入 40mL 氢氧化钠溶液（3.6），微热使之完全溶解，冷却。移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 钨。贮存于塑料瓶中待用。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（推荐性参数或附录），仪器分辨率 \leq 0.008nm（200nm 处）。

4.2 钨元素推荐的分析线为：谱线波长（ λ /nm）=207.912nm。

5 试样

试样应预先脱去油和水，粒度应小于 0.090mm，并在 105℃ 预干燥 1h，置于干燥器中，冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样（5）0.20g，精确至 0.0001g。独立地进行两次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料（6.1）置于 250 mL 烧杯中，加入 20mL 王水（3.3）在电热板上加热溶解至近干，加入 8mL 硝酸（3.2）溶解，加 12mL 盐酸（3.1）赶尽氮氧化物，加水溶解至清澈，转移至 200mL 容量瓶

中定容待测。

6.3.2 在电感耦合等离子体发射光谱仪上，于选定的分析谱线（207.912nm）处，测量试液（6.3.1）及随同试料空白试验（6.2）中各待测元素的发射强度，仪器自动绘制工作曲线，测量结束后自动显示测定结果。

6.3.3 工作曲线的绘制

分别吸取 0.00、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00、10.00mL 的钨标准溶液（3.7）于 200mL 容量瓶中，各加入 8mL 硝酸（3.2），12mL 盐酸（3.1），定容，以试剂空白为参比测量发射强度，以钨的质量为横坐标，以谱线发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

7 精密度

7.1 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，在以下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）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。

表 1 重复性限

w/%	0.0050	0.100	1.00
r/%	0.0005	0.004	0.010

7.2 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，在以下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）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。

表 2 再现性限

$w_{Fe}\%$	0.0050	0.100	1.00
R/%	0.0008	0.0006	0.0014

7.3 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列的允许差。

表 3 允许差

钨的质量分数/%	允许差/%
0.005 ~ 0.015	0.002
>0.015 ~ 0.15	0.007
>0.15 ~ 0.50	0.01
>0.50 ~ 1.00	0.04

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品，每周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

