

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第2部分：氨不溶钼量的测定
硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 2: Determination of ammonia insoluble molybdenum content—
Thiocyanate spectrophotometry

(讨论稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 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 ××××拟分为如下部分：

- 第1部分：钼量的测定；
- 第2部分：氨不溶钼量的测定；
- 第3部分：铋量的测定；
- 第4部分：锡量的测定；
- 第5部分：铈量的测定；
- 第6部分：铅、铜量的测定；
- 第7部分：钾量的测定；
- 第8部分：钙、镁量的测定；
- 第9部分：磷量的测定；
- 第10部分：硅量的测定；
- 第11部分：钨量的测定；
- 第12部分：碳、硫量的测定。

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、洛阳钼业集团股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、XXX、XXXX。

本文件主要起草人：XXX。

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，而且是生产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。本标准拟由十二部分组成。

——第 1 部分：钼量的测定；目的在于建立重量法测定焙烧钼精矿中钼量的方法。

——第 2 部分：氨不溶钼量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中氨不溶钼量的方法。

——第 3 部分：铋量的测定。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量的方法。

——第 4 部分：锡量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锡量的方法。

——第 5 部分：锑量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法测定焙烧钼精矿中锑量的方法。

——第 6 部分：铅、铜量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中铅、铜量的方法。

——第 7 部分：钾量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钾量的方法。

——第 8 部分：钙、镁量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定焙烧钼精矿中钙、镁量的方法。

——第 9 部分：磷量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中磷量的方法。

——第 10 部分：硅量的测定。目的在于建立分光光度法测定焙烧钼精矿中硅量的方法。

——第 11 部分：钨量的测定。目的在于建立电感耦合等离子体原子发射光谱法测定焙烧钼精矿中钨量的方法。

——第 12 部分：碳、硫量的测定。目的在于建立高频燃烧红外吸收法测定焙烧钼精矿中碳、硫量的方法。

本标准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生产产业链，提高焙烧钼精矿的生产能力具有积极的指导意义。

焙烧钼精矿化学分析方法

第 2 部分：氨不溶钼量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中氨不溶钼含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中氨不溶钼含量的测定。测定范围： $\leq 30.00\%$ 。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经氨水浸取、过滤，得到的氨不溶钼残渣，残渣用混酸溶解，在硫酸介质中用硫脲将六价钼还原为五价钼，五价钼与硫氰酸盐生成琥珀色络合物，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。

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和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 氨水（ $\rho 0.90\text{g/mL}$ ）。

5.2 氨水洗液（5+95）。

5.3 混酸：在1000mL烧杯中先加入100mL水，量取100mL浓硫酸沿杯壁缓慢加入水中，边加边搅拌，待冷却后加入100mL硝酸，200mL磷酸，10mL高氯酸，每加一种试剂需搅拌均匀。

5.4 硫酸—硫酸铜溶液：量取130mL硫酸在搅拌下沿杯壁缓慢加入500mL水中，加入0.2g硫酸铜溶解，待冷却后稀释至1000mL。

5.5 硫脲（7%）水溶液。

5.6 硫氰酸钾（60%）水溶液。

YS/T ××××. 2
—20××

5.7 钼标准储存液：称取高纯三氧化钼（基准试剂，质量分数大于 $\geq 99.99\%$ ）3.0006g于300mL烧杯中，加入50mL水、10g氢氧化钠，搅拌溶解，冷至室温，移入500mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，此溶液含钼4mg/mL。

5.8 钼标准溶液：移取上述钼标准储存液25mL于1000mL容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀，此溶液含钼100ug/mL（钼标准溶液也可以直接购买配制好的标准物质）。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

7.1 试样粒度小于0.096mm；

7.2 试样预先在105℃~110℃烘2h，置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

按照表1称取样品（7），精确至0.0001g。

表1 试料量及分取试液体积

| 氨不溶钼的质量分数/% | 试料量/g | 试液总体积/mL | 分取试液体积/mL |
|----------------------|--------|----------|-----------|
| ≤ 2.00 | 0.2500 | 200 | 20.00 |
| $> 2.00 \sim 4.00$ | 0.2500 | 200 | 10.00 |
| $> 4.00 \sim 8.00$ | 0.2500 | 200 | 5.00 |
| $> 8.00 \sim 24.00$ | 0.1000 | 200 | 5.00 |
| $> 24.00 \sim 30.00$ | 0.1000 | 200 | 2.00 |

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300 mL烧杯中，加少许水轻轻摇动使样品散开，加入50mL氨水（5.1），盖上表面皿，在电热板低温分解样品，保持微沸状态10分钟，取下，趁热用快速定性滤纸过滤，用热的氨水洗液（5+95）（5.2）洗净烧杯并洗涤滤纸及残渣10—15次。

8.4.2 将滤纸和残渣转入原烧杯，加35 mL混酸（5.3），盖上表面皿，于电热板加热分解样品，直至样品和滤纸分解完全（溶液清亮且液面静止、杯中出现三氧化硫白烟），取下烧杯，放凉，转移至200 mL容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

8.4.3 移取5.00~20.00 mL（具体移取体积见表1）上述试液于100mL容量瓶中，加入60—80mL硫酸—硫酸铜溶液（5.4），10mL硫脲（5.5），5mL硫氰酸钾（5.6），每加一种试剂均需混匀，用硫酸—硫酸铜溶液（5.4）稀释至刻度，摇匀，显色25分钟。

8.4.4 将部分水相移入1 cm比色皿中，以随同试料空白溶液为参比，用1cm比色皿，于波长460nm处测定吸光度，从工作曲线上查出相应的钼含量（ug）。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL、6.00mL钼标准溶液（5.8）于7个100 mL的容量瓶中，后续步骤同（8.4.3）。

8.5.2 将部分水相移入1 cm比色皿中，以试剂空白溶液为参比，用1cm比色皿，于波长460nm处测定吸光度。以钼含量（ug）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

氨不溶钼含量以氨不溶钼的质量分数 $w_{\text{氨不溶Mo}}$ 计，按式（1）计算：

$$w_{\text{氨不溶Mo}} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$W_{\text{氨不溶Mo}}$ ——试料中氨不溶钼的质量分数，单位为百分含量（%）；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）；

m_1 ——自工作曲线上查得的钼含量，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——试料的质量，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 2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

| | | | | | | |
|----------------------|------|------|------|------|-------|-------|
| $w_{\text{氨不溶钼}}/\%$ | 0.53 | 1.87 | 4.98 | 8.65 | 10.72 | 26.63 |
| $r/\%$ | 0.06 | 0.15 | 0.34 | 0.68 | 0.35 | 0.84 |

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，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

| | | | | | | |
|----------------------|------|------|------|------|-------|-------|
| $w_{\text{氮不溶物}}/\%$ | 0.53 | 1.87 | 4.98 | 8.65 | 10.72 | 26.63 |
| R/% | 0.08 | 0.24 | 0.71 | 0.69 | 0.39 | 0.93 |

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；
 - 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
 - 结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-