ICS 77.120.99

CCS H 14

20××-××-××实施

20××-××-××发布

焙烧钼精矿化学分析方法

第5部分：锑量的测定

原子荧光光谱法

**Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—**

**Part 5: Determination of antimony content—**

**Atomic fluorescence spectrometry**

（讨论稿）

（在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上）

**YS/T XXXX.5—20XX**

中华人民共和国有色金属行业标准

1. YS

中华人民共和国工业和信息化部 发布

1. 前 言
2. 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。
3. 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：
4. ——第1部分：钼量的测定；
5. ——第2部分：氨不溶钼量的测定；
6. ——第3部分：铋量的测定；
7. ——第4部分：锡量的测定；
8. ——第5部分：锑量的测定；
9. ——第6部分：铅、铜量的测定；
10. ——第7部分：钾量的测定；
11. ——第8部分：钙、镁量的测定；
12. ——第9部分：磷量的测定；
13. ——第10部分：硅量的测定；
14. ——第11部分：钨量的测定；
15. ——第12部分：碳、硫量的测定。
16. 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。
17. 本文件起草单位：金堆城钼业股份有限公司、国家钨与稀土产品质量监督检验中心、广东省工业分析检测中心、XXXX。
18. 本文件主要起草人：XXX、XXX、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。

1. ——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。
2. ——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。
3. ——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。
4. ——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。
5. ——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。
6. ——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。
7. ——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。
8. ——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。
9. ——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。
10. ——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。
11. ——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。
12. ——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5部分：锑量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中锑含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中锑含量的测定。测定范围：0.00002% ~ 0.050%。

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

试样经氨水溶解，在酸性介质中，锑和硼氢化钠作用生成锑氢化物，并由载气带入原子化器中进行原子化，以锑空心阴极灯为光源，使用氢化物发生-原子荧光光谱法测定锑的含量。在一定范围内，荧光强度与被测元素的含量成正比。

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和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 硼氢化钠。

5.2 氢氧化钠。

5.3 硝酸(ρ1.42g/mL)。

5.4 盐酸(ρ1.19g/mL)。

5.5 硫酸(ρ1.84g/mL)。

5.6 氨水(ρ0.90g/mL)。

5.7 过氧化氢(ρ1.10g/mL)。

5.8 锑标准贮存溶液：称取0.1000g金属锑（*w*Sb≥99.99%）于250mL烧杯中，加68mL硫酸（5.5），加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶，用水稀释至刻线。此溶液1mL含100μg锑。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.9 锑标准溶液：移取1.00mL锑标准贮存溶液于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（5.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1μg锑。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.10 钼基体溶液：称取7.4977g高纯氧化钼，于l00mL的烧杯中，加入l00mL氨水（5.6），低温加热溶解，用氨水（5.6）稀释到100mL，摇匀待用。此溶液1mL含有50mg钼。

5.11 硼氢化钠溶液：称取2.0g硼氢化钠（5.1），加入预先溶有1g氢氧化钠（5.2）的100mL水中，完全溶解后摇匀备用，用时现配。

5.12 氩气：体积分数不小于99.99%。

6 仪器设备

原子荧光光谱仪，附锑空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——检出限：不大于1ng/mL；

——精密度：用0.02μg/ml的锑标准溶液测量荧光强度10次，其标准偏差不超过荧光强度的5.0％；

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的荧光强度差值与最低段的荧光强度差值之比，应不小于0.80。

7 试验步骤

7.1 试料

按表2称取试样量，精确至0.0001g。

表2

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 锑的质量分数/% | 试料量/g | 试液总体积/mL | 移取体积/mL |
| 0.00002 ~ 0.0025 | 0.2 | 100 | 全量 |
| >0.0025 ~ 0.0100 | 0.2 | 100 | 10 |
| >0.0100 ~ 0.0500 | 0.2 | 100 | 5 |

7.2 平行试验

平行做两份试验，试验结果取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 样品溶液的制备：称取0.2g试样于150mL烧杯中，加入10mL水，加入1mL氨水（5.6），置于电热板上，在200-300℃加热溶解至溶液不再继续反应，取下冷却至室温，缓慢加入2mL过氧化氢（5.7），加热煮沸1-2分钟，取下冷却至室温，加入10mL盐酸（5.4），加热煮沸至清亮，取下冷却至室温，加入1mL硝酸（5.3），转移至100mL容量瓶中，用水定容，摇匀后干过滤。

7.4.2 测定：按照选定条件测定样品溶液和空白溶液的荧光强度，扣除空白，根据校准曲线计算出样品中锑的质量。

7.5 工作曲线的绘制

移取1.35mL钼基体溶液（5.10）或者和分取液中等量钼含量的钼基体溶液（5.10）置于一系列100mL容量瓶中，分别加入0mL、0.10mL、0.50mL、1.0mL、2.0mL、5.00mL锑标准溶液（5.9）于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（5.4），加入1mL硝酸（5.3），用水稀释到100mL。在仪器选定的工作条件下，测定标准系列溶液的荧光值，以锑的浓度为横坐标，原子荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

8 试验数据处理

锑含量以锑的质量分数*w*Sb计，数值以%表示，按式(1)计算：

………………………………………（1）

式中：

*ρ*——仪器测出试液中锑的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*V*0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*1——被测试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m*0——试料的质量，单位为克（g）。

当计算结果小于0.0010%，保留一位有效数字；当计算结果不小于0.0010%，保留两位有效数字。按GB/T 8170的规定修约。

9 精密度

9.1 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*Sb/% | 0.0002 | 0.0005 | 0.00060 | 0.00062 | 0.0011 | 0.0057 | 0.010 | 0.050 |
| r/% | 0.00004 | 0.00007 | 0.00007 | 0.00008 | 0.0002 | 0.0005 | 0.0011 | 0.0017 |

9.2 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*Sb/% | 0.0002 | 0.0005 | 0.00060 | 0.00062 | 0.0011 | 0.0057 | 0.010 | 0.050 |
| R/% | 0.00008 | 0.00009 | 0.00013 | 0.00015 | 0.00026 | 0.00055 | 0.0010 | 0.0016 |

10 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。