

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.5—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第5部分：锑含量的测定
原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 5: Determination of antimony content—
Atomic fluorescence spectrometry

(预审稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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5部分。YS/T ××××分为如下部分：

- 第1部分：钼含量的测定；
- 第2部分：氨不溶钼含量的测定；
- 第3部分：铋含量的测定；
- 第4部分：锡含量的测定；
- 第5部分：锑含量的测定；
- 第6部分：铅、铜含量的测定；
- 第7部分：钾含量的测定；
- 第8部分：钙、镁含量的测定；
- 第9部分：磷含量的测定；
- 第10部分：硅含量的测定；
- 第11部分：钨含量的测定；
- 第12部分：碳、硫含量的测定。

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、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。

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。

——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原子发射光谱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：铈含量的测定

原子荧光光谱法

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铈含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中铈含量的测定。测定范围：0.0002%~0.05%。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经氨水溶解，在酸性介质中，铈和硼氢化钠作用生成铈氢化物，并由载气带入原子化器中进行原子化，以铈空心阴极灯为光源，使用氢化物发生-原子荧光光谱法测定铈的含量。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。

5.1 水，GB/T 6682，二级及以上。

5.2 硼氢化钠。

5.3 氢氧化钠。

5.4 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。

5.5 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。

5.6 硫酸($\rho=1.84\text{g/mL}$)。

5.7 氨水($\rho=0.90\text{g/mL}$)。

5.8 过氧化氢($\rho=1.10\text{g/mL}$)。

5.9 硫脲-抗坏血酸溶液：分别称取 10g 硫脲，10g 抗坏血酸，溶于 100mL 水中，混匀，用时现配。

5.10 铈标准贮存溶液：称取 0.1000g 金属铈（质量分数不小于 99.99%）于 250mL 烧杯中，加 68mL 硫酸（5.6），加热溶解，冷却，移入 1000mL 容量瓶，用水稀释至刻线。此溶液 1mL 含 100 μg 铈。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.11 铈标准溶液：移取 1.00mL 铈标准贮存溶液于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 盐酸（5.5），用水稀

释至刻度，混匀。此溶液 1mL 含 1 μg 铈。或者购买相应浓度的有证标准物质。

5.12 钼基体溶液：称取 7.4977g 高纯氧化钼（ $\omega_{sb} \leq 0.00001\%$ ），于 100mL 的烧杯中，加入 100mL 氨水（5.7），低温加热溶解，用氨水（5.7）稀释到 100mL，摇匀待用。此溶液 1mL 含有 50mg 钼。

5.13 硼氢化钠溶液：称取 2.0g 硼氢化钠（5.2），加入预先溶有 1g 氢氧化钠（5.3）的 100mL 水中，完全溶解后摇匀备用，用时现配。

5.14 氩气：体积分数不小于 99.99%。

5.15 载流：HCl（5+95）。

6 仪器设备

原子荧光光谱仪，附高强度铈空心阴极灯。

7 样品

试料应粉碎并通过 0.090mm 的筛子，并在 105℃~110℃烘至恒重。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取试样量，精确至 0.0001g。

表 1 称样量和分取体积

铈的质量分数 %	试料量 g	试液总体积 mL	移取体积 mL
0.0002~0.0025	0.2	100	全量
>0.0025~0.0100	0.2	100	10
>0.0100~0.0500	0.2	100	5

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 称取 0.2g 试样于 150mL 烧杯中，加入 10mL 水，加入 1mL 氨水（5.7），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（5.8），加热煮沸 1min~2min，取下冷却至室温，加入 10mL 盐酸（5.5），加热煮沸至清亮，取下冷却至室温，加入 1mL 硝酸（5.4），转移至 100mL 容量瓶中，用水定容，摇匀后干过滤。

注：因仪器设备差异，有些仪器用水定容（8.4.1）前需要加入 5mL 硫脲-抗坏血酸溶液（5.9），室温放置 30min。

8.4.2 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铈的质量浓度。

注：因仪器设备差异，有些仪器测定时需要使用载流（5.15）。

8.5 工作曲线的绘制

移取 1.35mL 钼基体溶液（5.12）或与分取液中相等钼含量的钼基体溶液（5.12）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 铈标准溶液（5.11）于 100mL 容量瓶中，加入 10mL 盐酸（5.5），加入 1mL 硝酸（5.4），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，以铈的浓度为横坐标，原子荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

注：因仪器设备差异，有些仪器用水稀释到 100mL（8.5）前需要加入 5mL 硫脲-抗坏血酸溶液（5.9），室温放置 30min。

9 试验数据处理

锑含量以锑的质量分数 w_{Sb} 计，数值以%表示，按公式(1)计算：

$$w_{\text{Sb}} = \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_1 \times 10^{-9}}{m_0 \cdot V_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

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 ——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。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是由 3 家实验室对锑含量的 6 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的锑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。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

$w_{\text{Sb}}/\%$	0.00017	0.00062	0.0011	0.0057	0.0100	0.0500
$r/\%$	0.00004	0.00008	0.0002	0.0005	0.0009	0.0015

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

$w_{\text{Sb}}/\%$	0.00017	0.0006	0.0011	0.0057	0.0100	0.0500
$R/\%$	0.00008	0.0002	0.00026	0.0006	0.0010	0.0016

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；
- 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 3 家实验室对铈含量的 6 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铈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。

表 A.1 精密度试验原始数据

水平数	实验室	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.00018	0.00017	0.00017	0.00017	0.00019	0.00017	0.00017	0.00017	0.00017	0.00018	0.00017
	2	0.00015	0.00014	0.00014	0.00015	0.00015	0.00014	0.00014	0.00014	0.00014	0.00014	0.00014
	3	0.00023	0.00016	0.00017	0.00016	0.00019	0.00019	0.0002	0.00021	0.00021	0.00021	0.00019
2	1	0.0057	0.0056	0.0060	0.0057	0.0059	0.0057	0.0057	0.0057	0.0056	0.0060	0.0057
	2	0.0058	0.0055	0.0060	0.0054	0.0056	0.0054	0.0057	0.0059	0.0061	0.0058	0.0056
	3	0.0056	0.0057	0.0058	0.0056	0.0052	0.0055	0.0055	0.0056	0.0056	0.0057	0.0056
3	1	0.00065	0.00065	0.00064	0.00064	0.00060	0.00064	0.00063	0.00069	0.00064	0.00064	0.00064
	2	0.00058	0.00052	0.00054	0.00056	0.00055	0.00056	0.00059	0.00056	0.00060	0.00057	0.00053
	3	0.00063	0.00060	0.00059	0.00063	0.00063	0.00057	0.00058	0.00057	0.00059	0.00057	0.00059
4	1	0.0012	0.0012	0.0011	0.0011	0.0010	0.0011	0.0011	0.0010	0.0011	0.0012	0.0011
	2	0.0011	0.0011	0.0012	0.0011	0.0010	0.0011	0.0012	0.0011	0.0010	0.0011	0.0011
	3	0.0010	0.0010	0.0011	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010	0.0010
5	1	0.0100	0.0098	0.0107	0.0099	0.0101	0.0099	0.0096	0.0096	0.0098	0.0108	0.0102
	2	0.0095	0.0105	0.0098	0.0104	0.0106	0.0098	0.0101	0.0102	0.0094	0.0104	0.0105
	3	0.0098	0.0100	0.0100	0.0102	0.0103	0.0102	0.0096	0.0102	0.0097	0.0096	0.0096
6	1	0.0494	0.0493	0.0500	0.0497	0.0494	0.0517	0.0503	0.0493	0.0493	0.0497	0.0506
	2	0.0492	0.0498	0.0503	0.0506	0.0498	0.0505	0.0510	0.0496	0.0492	0.0501	0.0509
	3	0.0501	0.0502	0.0497	0.0498	0.0503	0.0498	0.0496	0.0502	0.0501	0.0500	0.0501