

国家市场监督管理总局

国家标准化管理委员会

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

钨精矿化学分析方法

第8部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Part 8:Determination of molybdenum content—

The thiocyante spectrophotometry

（送审稿）

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 14

GB/T 6150.8－202X

代替GB/T 6150.8-2009

发布

1. 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GB/T 6150《钨精矿化学分析方法》的第8部分。GB/T 6150已经发布了以下部分：

——三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法；

——第2部分：锡含量的测定 碘酸钾滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——磷量的测定 磷钼黄分光光度法；

——硫量的测定 高频红外吸收法；

——钙量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法；

——湿存水量的测定 重量法；

——钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法；

——钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；

——第13部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法和DDTC－Ag分光光度法；

——锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法；

——铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；

——第17部分：锑量的测定 原子荧光光谱法。

本文件代替GB/T 6150.8-2009《钨精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法》，与GB/T 6150.2-2008相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a）更改了方法测定范围，由“0.005 %～1.00 %”更改为“0.005 0 %～2.50 %”（见第1章，2009版第1章）；

b）更改了样品称取量（见8.1表1，2009版6.1表1）；

c）增加了坩埚的材质，由“高铝坩埚”更改为“高铝坩埚或铁坩埚”（见8.4.1，2009版6.4.1）；

d）更改了工作曲线的绘制，由分段绘制调整为整段曲线绘制（见8.5，2009版6.5）；

e）更改了“精密度”，并将“允许差”更改为“再现性”（见第10章，2009版第8章）。

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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：赣州有色冶金研究所有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、紫金铜业有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本文件主要起草人：谢璐、刘鸿、王长基、严晶、张强、邱长丹、黄菊梅、龙秀甲、汪光鑫、郭飞、肖泽红、杨星、吕茜茜、陈思莹、赵昱、陈秋芳、刘芳美、黄丽英、常志敏、李延槐。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1985年首次发布为GB/T 6150.10-1985，2009年第一次修订为GB/T 6150.8-2009。

——本次为第二次修订。

1. 引  言

钨精矿是一种重要的战略资源，以其作为重要工业原料生产的钨及钨合金，由于钨精矿具有高熔点、高比重、高硬度的特点，广泛应用于机械加工、冶金、采矿、电子电讯、建筑工业、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 6150旨在通过实验研究建立一套完整、切实可行、且适应于钨精矿产品生产和贸易需求的化学成分分析的方法标准。限于文件篇幅、使用需求、适用范围以及各分析方法之间的技术独立性等方面原因，GB/T 6150拟由20个部分组成。

——第1部分：三氧化钨含量的测定 钨酸铵灼烧重量法。

——第2部分：锡含量的测定 碘酸钾滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

——第3部分：磷含量的测定 磷钼黄分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

——第4部分：硫含量的测定 高频-红外吸收法和燃烧-碘量法。

——第5部分：钙含量的测定 EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法。

——第6部分：湿存水含量的测定 重量法。

——第7部分：钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法。

——第8部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

——第9部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法。

——第10部分：铅量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法。

——第11部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法。

——第12部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法。

——第13部分：砷量的测定 原子荧光光谱法和DDTC-Ag分光光度法。

——第14部分：锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法。

——第15部分：铋量的测定 氢化物发生原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法。

——第16部分：铁含量的测定 磺基水杨酸分光光度法。

——第17部分：锑含量的测定 原子荧光光谱法。

——第18部分：钡含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

——第19部分：氟含量的测定 离子选择电极法。

——第20部分：汞含量的测定 催化热解–冷原子吸收分光光度法。

钨精矿化学分析方法序列标准化文件主要依据钨精矿产品标准中技术指标而起草。自1985年以来，先后发布了2个版本的GB/T 6150。GB/T  6150.8-2009发布实施已十余年，期间其适用的产品标准已于2015年进行了修订（YS/T 231-2015），各项技术指标有了新的变化，钨行业上下游客户对产品检测也有了新的要求，同时分析检测技术也有了发展和进步。鉴于此，确有必要对GB/T 6150.8-2009进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件扩大了方法测定范围，并增加使用铁坩埚，更符合钨行业对产品检测的需求。本文件进一步提高了标准的适用性，在提升钨精矿产品质量、促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要的意义。

钨精矿化学分析方法

第8部分：钼含量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1　范围

本文件描述了钨精矿中钼含量的测定方法。

本文件适用于钨精矿中钼含量的测定，测定范围：0.005 0 %～4.50 %。

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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3　术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4　原理

试料在坩埚中以过氧化钠熔融，用水浸出，使钼与大部分铁、锰、铜、铋、钙等分离。用柠檬酸掩蔽钨，以铜盐为催化剂，在稀硫酸溶液中，用硫脲将钼还原为五价，然后与硫氰酸盐生成橙红色络合物，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度，通过工作曲线计算钼含量。

5　试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1　水，GB/T 6682，二级。

5.2　过氧化钠。

5.3　无水乙醇。

5.4　硫酸（1+1）。

5.5　氢氧化钠溶液（50 g/L）。

5.6　硫酸高铁铵溶液（30 g/L）：配制时加几滴硫酸（5.4）。

5.7　硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液：称取200 g柠檬酸，置于1 000 mL烧杯中，加入400 mL水，待溶解完全后，加入330 mL硫酸（5.4）、0.20 g硫酸铜，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.8　硫脲-硫氰酸钾混合溶液：100 mL溶液中含8 g硫脲、50 g硫氰酸钾。

5.9　钼标准贮存溶液：称取0.150 0 g经550 ℃灼烧过的三氧化钼[*ω*（MoO3）≥99.95 %]，置于250 mL烧杯中，加入适量的氢氧化钠溶液（5.5），加热至溶解完全，冷却至室温，用氢氧化钠溶液（5.5）移入1 000 mL容量瓶中并稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含100 μg钼。或采用可以量值溯源的国内外有证标准溶液。

5.10　钼标准溶液：移取10.00 mL钼标准贮存溶液（5.9）于100 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液（5.5）稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含10 μg钼。

6　仪器设备

分光光度计。

7　样品

7.1　样品粒度小于0.074 mm。

7.2　样品预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

8　试验步骤

8.1　试料

按表1称取样品（7），精确至0.000 1 g 。

表1 样品称取量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 钼含量/% | 试料/g | 定容体积/mL | 分取体积/mL |
| 0.005 0～0.10 | 0.50 | 100 | 10．00 |
| ＞0.10～0.50 | 0.20 | 200 | 10.00 |
| ＞0.50～2.50 | 0.10 | 200 | 5.00 |
| ＞2.50～4.50 | 0.10 | 200 | 2.00 |

8.2　平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3　空白试验

随同试料（8.1）进行空白试验。

8.4　测定

8.4.1　将试料（8.1）置于30 mL高铝坩埚或铁坩埚中，加入4 g～5 g过氧化钠（5.2），用圆头小玻璃棒搅匀，将坩埚置于650 ℃～700 ℃高温炉中熔融10 min～15 min，取出坩埚，稍冷。

8.4.2　将坩埚置于预先盛有约50 mL热水的250 mL烧杯中，浸取完全后，用水洗净坩埚，趁热加入10 mL硫酸高铁铵溶液（5.6），搅动溶液，以加速过氧化氢分解。冷却后，按表1移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用中速定性滤纸干过滤。

注**：**对黑钨精矿样品或使用铁坩埚时，不需加入硫酸高铁铵溶液（5.6）。试液冷却之前，如出现紫色或绿色，应趁热滴加无水乙醇（5.3）至颜色消失。

8.4.3　按表1移取试液（8.4.2）于25 mL容量瓶中，补加氢氧化钠溶液（5.5）至体积为10.0 mL，用硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液（5.7）稀释至刻度，混匀。加入1.0 mL硫脲-硫氰酸钾混合溶液（5.8），混匀，在15 ℃～30 ℃下放置30 min。

8.4.4　将部分试液（8.4.3）移入3 cm比色皿中，以随同试料的空白试验试液（8.3）为参比，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钼量。

8.5　工作曲线的绘制

分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL钼标准溶液（5.10）于一组25 mL容量瓶中，各补加氢氧化钠溶液（5.5）至体积为10.0 mL，用硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液（5.7）稀释至刻度，混匀。加入1.0 mL硫脲-硫氰酸钾混合溶液（5.8），混匀，在15 ℃～30 ℃下放置30 min。将部分溶液移入3 cm比色皿中，以零浓度标准溶液为参比，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。以钼量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于0.999。

9　试验数据处理

钼含量以钼的质量分数*ω*Mo计，按公式（1）计算：

$ω\_{Mo}=\frac{m\_{1}∙V\_{0}}{m\_{0}∙V\_{1}×10^{6}}×100\%$……………………………………（2）

式中：

*m1* ——从工作曲线上查得试液中的钼量，单位为微克（μg）；

*V*0 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*0 ——试料的质量，单位为克（g）；

*V1* ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

当钼的质量分数＜1 %,计算结果保留两位有效数字，若钼的质量分数≥1 %,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，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2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度数据统计结果参见附录A。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Mo/% | 0.0067 | 0.012 | 0.045 | 0.12 | 0.47 | 1.01 | 2.33 | 4.50 |
| *r*/% | 0.0012 | 0.002 | 0.004 | 0.01 | 0.02 | 0.06 | 0.13 | 0.15 |

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给出的平均值的范围内，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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Mo/% | 0.0067 | 0.012 | 0.045 | 0.12 | 0.47 | 1.01 | 2.33 | 4.50 |
| *R*/% | 0.0026 | 0.003 | 0.006 | 0.02 | 0.04 | 0.06 | 0.25 | 0.39 |

11　试验报告

试验报告应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的标准（包括发布和出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

硫氰酸盐分光光度法精密度数据统计

A.1 方法的精密度数据是在2022年由10家试验室对钼含量的8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钼含量在重复性条件下独立测定11次。数据统计结果见表A.1。

表A.1 硫氰酸盐分光光度法精密度数据统计结果

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值% | 重复性标准差（*Sr*） | 再现性标准差（*SR*） | 重复性限(*r*）% | 再现性限(*R*）% |
| 1 | 10 | 110 | 0.0067 | 0.0005 | 0.0009 | 0.0012 | 0.0026 |
| 2 | 10 | 110 | 0.012 | 0.001 | 0.001 | 0.002 | 0.003 |
| 3 | 9 | 99 | 0.045 | 0.002 | 0.002 | 0.004 | 0.006 |
| 4 | 10 | 110 | 0.12 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.02 |
| 5 | 10 | 110 | 0.47 | 0.01 | 0.02 | 0.02 | 0.04 |
| 6 | 9 | 97 | 1.01 | 0.02 | 0.03 | 0.06 | 0.06 |
| 7 | 10 | 110 | 2.33 | 0.05 | 0.09 | 0.13 | 0.25 |
| 8 | 10 | 109 | 4.50 | 0.06 | 0.14 | 0.15 | 0.39 |

