

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 555.9-××××

代替 YS/T 555.9-2009

钼精矿化学分析方法 第9部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum concentrate—
Part 10: Determination of potassium and sodium content—
Flame atomic absorption spectrometry

(讨论稿)

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 555《钼精矿化学分析方法》的第9部分。YS/T 555已经发布了以下部分：

- 第1部分：钼含量的测定 钼酸铅重量法；
- 第2部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第3部分：砷含量和锑含量的测定 原子荧光光谱法和DDTC-Ag光度法；
- 第4部分：锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第5部分：磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法；
- 第6部分：铜、铅、铋、锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子原子发射光谱法；
- 第9部分：钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：油和水分总含量的测定 重量法；

本文件代替YS/T 555.9—2009《钼精矿化学分析方法 钾含量和钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法》，与YS/T 555.9—2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- (1) 检测范围由0.01%~2%扩展为0.0050%~3%。
- (2) 使用微波消解技术处理样品。
- (3) 使用塞曼扣背景技术。
- (4) 不使用基体匹配。

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、西安汉唐分析检测有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件主要起草人：XXX。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 首次发布GB/T 15079.10—1994；
- 第一次修订YS/T 555.10—2006；
- 第二次修订YS/T 555.9—2009；
- 本次为第三次修订。

引 言

钼精矿产品和生产过程中，需要对钾含量、钠含量测定后方可判断其品位等级，且需要快速得到检测结果。

火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中钾、钠含量，可以满足钼精矿产品中杂质元素检测快速准确的需求，达到操作简便、检出限低、结果准确、精密度高的特点。

本文件由十一部分组成。

- 第 1 部分：钼含量的测定。目的在于建立钼酸铅重量法测定钼精矿中钼含量的方法；
- 第 2 部分：二氧化硅含量的测定。目的在于建立硅钼蓝分光光度法和重量法测定钼精矿中二氧化硅含量的方法；
- 第 3 部分：砷含量和锑含量的测定。目的在于建立原子荧光光谱法和 DDTC-Ag 分光光度法测定钼精矿中砷含量和锑含量的方法；
- 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钼精矿中锡含量的方法；
- 第 5 部分：磷含量的测定。目的在于建立磷钼蓝分光光度法测定钼精矿中磷含量的方法；
- 第 6 部分：铜、铅、铋、锌含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中铜、铅、铋、锌含量的方法；
- 第 7 部分：氧化钙含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中氧化钙含量的方法；
- 第 8 部分：杂质元素含量的测定。目的在于建立电感耦合等离子发射光谱法测定钼精矿中钨、铜、铅、铋、锌、铼、钙、硅含量的方法；
- 第 9 部分：钾含量和钠含量的测定。目的在于建立火焰原子吸收光谱法测定钼精矿中钾含量和钠含量的方法；
- 第 11 部分：油和水分总含量的测定。目的在于建立重量法测定钼精矿中油和水分总含量的方法；

本文件的修订是对原系列标准中火焰原子吸收光谱法测定钾含量和钠含量的优化完善，方法快速、准确、适用性强，对促进钼精矿产品的生产与贸易具有重要意义。

钼精矿化学分析方法

第9部分：钾含量和钠含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。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

本部分规定了钼精矿中钾含量和钠含量的测定方法。

本部分适用于钼精矿中钾含量和钠含量的测定。测定范围：0.0050%~3%。

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 26814 微波消解装置

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 试验原理

试样以硝酸、氢氟酸分解，在稀硝酸介质中，以氯化铯作消电离剂，于原子吸收光谱仪波长钾 766.5nm、钠 589.0 nm 处，用空气-乙炔火焰测量吸光度。

5 试剂

除非另有说明，所用试剂为分析纯，所用水为二次去离子水。

- 5.1 水，GB/T 6682，二级。
- 5.2 硝酸（ $\rho=1.42\text{g/mL}$ ），优级纯。
- 5.3 氢氟酸（ $\rho=1.15\text{g/mL}$ ）。
- 5.4 氯化铯溶液（10g/L）：称取 1g 氯化铯（光谱纯），置于 100mL 烧杯中，加入适量的水溶解完全，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。
- 5.5 钾标准贮存溶液：称取 0.0953g 预先在 550℃灼烧 1h 并在干燥器中冷却至室温的氯化钾（光谱纯），置于 200mL 烧杯中，加入适量的水使之溶解完全，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1mL 含 100 μg 钾。
- 5.6 钾标准溶液：移取 10.00mL 钾标准贮存溶液（5.5），置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混

匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1mL 含 10 μg 钾。

5.7 钠标准贮存溶液：称取 0.1271g，预先在 550℃灼烧 1h 并在干燥器中冷却至室温的氯化钠（光谱纯），置于 200mL 烧杯中，加入适量的水使之溶解完全，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 钠。

5.8 钠标准溶液：移取 10.00mL 钠标准贮存溶液（5.7），置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1mL 含 10 μg 钠。

6 仪器设备

6.1 原子吸收光谱仪，附钾、钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——精密度的最低要求：测量最高标准溶液吸光度 10 次，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%。测量最低标准溶液（不是“零”标准溶液）吸光度 10 次，其标准偏差应不超过最高标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——特征浓度：在与测定溶液的基体相一致的溶液中，钾的特征浓度应不大于 0.07 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。钠的特征浓度应不大于 0.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——标准曲线的线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.7。

6.2 密闭加压微波消解装置：压力控制范围 0MPa~10MPa 或测温范围 0℃~260℃，密闭加压消解容器耐压 $\geq 10\text{MPa}$ 。

7 样品

试样应预先脱去油和水分，其粒度应小于 0.090mm。试样应在 100℃~105℃烘 1 小时后，置于干燥器中冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.2g 试样，精确至 0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

警示——使用氢氟酸要求穿耐酸碱服、戴橡胶耐酸碱手套。溶解试样时需加小心。

8.4.1 方法一：称取 0.2g 试样，精确至 0.0001g。平行做两份试验，取其平均值。将试料置于消解罐底部，依次加入 5mL 硝酸（5.2），2mL 氢氟酸（5.3），轻摇消解罐使样品均匀分散。按照仪器使用要求，组装消解罐，并放入微波消解设备中，设定设备工作参数和消解程序（参照附录 B）。待消解程序停止后取出消解罐，缓慢开启消解罐。用赶酸器蒸至近干，加入 2mL 硝酸（5.2），适量水微沸，待可溶性盐类完全溶解后，用少量水多次冲洗消解罐密封盖，加入 4mL 氯化铯溶液（5.4），移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

方法二：称取 0.2g 试样，精确至 0.0001g。平行做两份试验，取其平均值。将试料置于 200mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20mL 硝酸（5.2），摇动使试料分散。低温缓慢加热溶解，蒸发至 3mL~5mL，再加入

5mL 氢氟酸 (5.3), 加热至彻底蒸干。取下稍冷, 加入 2mL 硝酸 (5.2), 用约 30mL 水冲洗杯壁, 加热至盐类溶解, 取下, 冷却至室温。加入 4mL 氯化铯溶液 (5.4), 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.2 按表 1 移取试液 (8.4.1), 置于 100mL 容量瓶中, 加入 3mL 硝酸 (5.2), 4mL 氯化铯溶液 (5.4) 用水稀释至刻度, 混匀。

表 1

钾、钠的质量分数/%	移取溶液体积/mL
0.010~0.040	全量
>0.040~0.15	25.00
>0.15~0.50	10.00
>0.50~1.00	5.00
>1.00~2.00	2.00

8.4.3 将溶液 (8.4.2) 于原子吸收光谱仪波长钾 766.5nm、钠 589.0nm 处, 用空气-乙炔火焰, 以“零”标准溶液调零, 按浓度递增的顺序测量其吸光度。取三次测量平均值。自工作曲线 (8.5) 分别查出相应的钾浓度和钠浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 钾标准溶液 (5.6)、钠标准溶液 (5.8), 置于一组 100mL 容量瓶中, 加入 3mL 硝酸 (5.2), 4mL 氯化铯 (5.4), 用水稀释至刻度, 混匀。贮存于塑料瓶中。

8.5.2 与试料测定相同的条件, 以试剂空白为参比, 测量标准溶液的吸光度, 以钾、钠浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钾、钠含量以钾、钠的质量分数 $w_{K/Na}$ 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_{K/Na} = \frac{(\rho_1 - \rho_2)V_0 \times V_2 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w_{K/Na}$ —试料中钾/钠元素的质量分数;

ρ_1 —从工作曲线上查得试液中钾或钠的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

ρ_2 —从工作曲线上查得空白溶液中钾或钠的浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V_0 —试液总体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 —测定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 —分取试液的体积, 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。

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

$r_1/\%$						
$r_2/\%$						

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

$R_1/\%$						
$R_2/\%$						

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 使用的标准（包括发布或出版年号）；
- c) 分析结果及其表示；
- d) 观察到的异常现象；
- e) 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 XX 年由 X 家实验室对钼含量的 X 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 X 含量和 Y 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.2。

表 A.1 钾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											
	2											
	3											
2	1											
	2											
	3											
3	1											
	2											
	3											
4	1											
	2											
	3											
5	1											
	2											
	3											

表 A.2 钾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											
	2											
	3											
2	1											
	2											
	3											
3	1											
	2											
	3											
4	1											
	2											
	3											
5	1											
	2											
	3											

附录 B

(资料性)

使用符合 GB/T 26814 要求的微波消解装置，按照消解容器的密闭性，主要分为非密闭常压微波消解装置和密闭加压微波消解装置。密闭加压微波消解装置又分为温度控制型、压力控制型和温-压双控型。针对温度控制型微波消解装置，具体工作参数见表 B.1。应在充分了解微波消解装置安全使用相关要求的前提下使用仪器。

表 B.1 密闭加压消解装置工作参数（温度控制型）

称样量	0.2000g	额定压力	≤10MPa
消解程序			
步骤	温度/℃	时间/min	结束温度/℃
1	120	2	60
2	150	2	
3	180	2	
4	200	20	

温度控制型密闭加压消解装置工作的 4 个步骤中,前 3 个步骤为分段升温过程,200℃保温 20 分钟,为样品消解过程。针对温压双控型,可参照附录 B 的温度进行仪器消解程序设置,压力控制型密闭加压消解装置,应控制步骤 4 时压力约为 4MPa,停止压力应设置为仪器要求的安全压力以下,并保证不会因为压力过大,造成样品喷溅。