

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ××××.10—20××

焙烧钼精矿化学分析方法
第10部分：硅含量的测定
钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 10: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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10部分。YS/T ××××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：氨不溶钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第3部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和原子荧光光谱法；
- 第4部分：锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第5部分：铈含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第6部分：铅、铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第8部分：钙、镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第10部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第11部分：钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第12部分：碳、硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法。

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：西安汉唐分析检测有限公司、金堆城钼业股份有限公司、酒泉钢铁（集团）有限责任公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司。

本文件主要起草人：刘雷雷、禄妮、郭玉、张丹莉、冯蕾、雷哲、刘素娟、王秉文、邓俊鸟、谢明明。

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，而且是制取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。本文件拟由十二部分组成。

- 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。

本文件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检验方法具有积极的指导意义。

焙烧钼精矿化学分析方法

第 10 部分：硅含量的测定

钼蓝分光光度法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了焙烧钼精矿中硅含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中硅含量的测定。测定范围：0.15%~8.00%。

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 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

试料于微波消解仪中用硝酸-氢氟酸溶解，或用氢氧化钠熔融分解。在弱酸性介质中，加入钼酸铵与硅形成硅钼黄，加入草酸-硫酸混酸提高酸度并消除磷和砷的干扰，用抗坏血酸将硅钼黄还原成硅钼蓝，于分光光度计波长 800 nm 处测定吸光度，计算硅的质量分数。

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。
- 5.2 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。
- 5.3 氢氟酸（ $\rho=1.15$ g/mL）。
- 5.4 氢氧化钠。

- 5.5 硼酸饱和溶液：称取 200 g 硼酸于 2000 mL 烧杯中，加入约 1000 mL 温水，不断搅拌直至硼酸不再溶解。冷却，静置，取上层饱和溶液。
- 5.6 硝酸（1+2）。
- 5.7 盐酸（1+1）。
- 5.8 硝酸（3+97）。
- 5.9 钼酸铵溶液（50 g/L），分析纯。
- 5.10 草酸-硫酸混合酸：称取 25 g 草酸（分析纯），加入 300 mL 水中，于搅拌下缓慢加入 100 mL 硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL），溶解后，加水至 1000 mL，混匀，冷却至室温。
- 5.11 抗坏血酸溶液（20 g/L），分析纯：用时现配。
- 5.12 硅标准贮存溶液：称取 1.0697 g 预先在 1000 °C 下灼烧 30 min 并于干燥器中冷却至室温的二氧化硅（ $w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$ ）置于 30 mL 铂坩埚中，加入 5 g 碳酸钠，5 g 碳酸钾，混匀。在 1000 °C 高温炉中熔融 20 min，取出冷却，于聚四氟乙烯烧杯中用热水浸出熔块，冷却后移入 500 mL 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 1 mg 硅。也可采用能够量值溯源的有证标准溶液。
- 5.13 硅标准溶液：移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液（5.12）于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μ g 硅。

6 仪器设备

- 6.1 微波消解仪。
- 6.2 分光光度计。

7 样品

样品应粉碎并通过 0.090 mm 筛孔，并在 105 °C~110 °C 烘至恒重。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

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（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 样品溶解可选用微波消解（8.4.2）或碱熔融（8.4.3）。

8.4.2 将试料（8.1）置于聚四氟乙烯消解罐中，加入 5 mL 硝酸（5.2），1 mL 氢氟酸（5.3），于微波消解仪中按设定的消解程序进行消解（消解程序应根据微波消解仪及消解罐的不同而验证其适用性，消解参考程序见表 1）。消解完成后，取出冷却至室温。移入 200 mL 塑料容量瓶中，加入 20 mL 硼酸饱和溶液（5.5），用水稀释至刻度，混匀，按表 2 分取试液于 100 mL 塑料容量瓶中，加入对应体积硝酸（5.6），用水稀释至约 20 mL。

表1 微波消解参考程序(温控模式)

步骤	温度 ℃	升温时间 min	保持时间 min
1	100	5	10
2	150	5	10

8.4.3 将试料(8.1)置于盛有约0.5 g氢氧化钠(5.4)的银坩埚中,上面再盖2 g氢氧化钠(5.4),然后于600℃箱式电阻炉中熔融20 min,取出冷却,放入聚四氟乙烯烧杯中,用热水浸取,洗出坩埚,加入20 mL盐酸(5.7),转入200 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置后干过滤,按表2分取试液于100 mL塑料容量瓶中,加入25 mL约35℃的硝酸(5.8)。

表2 试液分取体积

硅的质量分数 %	试液分取体积 mL	消解分取后加入硝酸(5.6)体积 mL
0.15~1.00	10.00	0.50
>1.00~5.00	4.00	1.00
>5.00~8.00	2.00	1.00

8.4.4 于试液(8.4.2或8.4.3)中加入5 mL钼酸铵溶液(5.9),混匀,在室温下放置15 min。加入20 mL草酸-硫酸混合酸(5.10),混匀,立即加入5 mL抗坏血酸溶液(5.11),用水稀释至刻度,混匀,放置20 min。

8.4.5 将部分试液(8.4.4)移入1 cm比色皿中,以随同试料空白试验溶液为参比,于分光光度计波长800 nm处测定其吸光度,从工作曲线上查得相应的硅量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL硅标准溶液(5.13)于一组100 mL塑料容量瓶中,加入1 mL硝酸(5.6),用水稀释至约20 mL,以下按8.4.4条进行。

8.5.2 移取部分试液(8.5.1)于1 cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长800 nm处测定其吸光度。以硅的质量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

硅含量以硅的质量分数 w_{Si} 计,按公式(1)计算:

$$w_{Si} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的硅的质量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——样品的质量的数值,单位为克(g);

V ——分取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位,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 3 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) 情况不超过 5%，重复性限 (r) 按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 3 重复性限

$w_{Si}/\%$	0.65	3.76	4.46	6.27	7.47
$r/\%$	0.03	0.20	0.22	0.25	0.30

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 4 给出的平均值范围内，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) 情况不超过 5%，再现性限 (R) 按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 4 再现性限

$w_{Si}/\%$	0.65	3.76	4.46	6.27	7.47
$R/\%$	0.06	0.23	0.30	0.40	0.45

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；
- 本文件编号；
- 结果；
- 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)

精密度试验原始数据

精密度数据由 3 家实验室对硅含量的 5 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的硅含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	w/% (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.63	0.64	0.64	0.64	0.65	0.65	0.65	0.65	0.66	0.64	0.65
	2	3.76	3.81	3.77	3.64	3.82	3.82	3.76	3.76	3.67	3.84	3.76
	3	4.47	4.44	4.48	4.57	4.37	4.48	4.37	4.47	4.47	4.47	4.46
	4	6.32	6.34	6.22	6.22	6.33	6.32	6.12	6.32	6.23	6.23	6.32
	5	7.46	7.46	7.46	7.56	7.46	7.47	7.45	7.39	7.46	7.54	7.50
2	1	0.65	0.65	0.64	0.65	0.65	0.65	0.64	0.65	0.64	0.65	0.65
	2	3.77	3.77	3.76	3.77	3.76	3.77	3.76	3.76	3.76	3.77	3.76
	3	4.46	4.46	4.45	4.46	4.46	4.45	4.45	4.46	4.46	4.46	4.46
	4	6.26	6.27	6.27	6.26	6.27	6.25	6.26	6.28	6.27	6.26	6.27
	5	7.48	7.47	7.47	7.47	7.48	7.49	7.47	7.48	7.48	7.47	7.48
3	1	0.60	0.61	0.62	0.60	0.61	0.61	0.61	0.61	0.60	0.61	0.61
	2	3.65	3.75	3.69	3.64	3.74	3.81	3.79	3.78	3.84	3.68	3.78
	3	4.47	4.45	4.49	4.37	4.41	4.43	4.36	4.38	4.44	4.45	4.49
	4	6.51	6.36	6.41	6.37	6.45	6.44	6.40	6.48	6.52	6.33	6.50
	5	7.44	7.55	7.39	7.54	7.56	7.56	7.40	7.49	7.43	7.51	7.46