

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.2—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第2部分：氨不溶钼含量的测定
硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 2: Determination of ammonia insoluble molybdenum content—
Thiocyanate 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2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：金堆城钼业股份有限公司、洛阳栾川钼业集团股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司。

本文件主要起草人：王郭亮、张东雯、谢明明、岳野、杨红忠、崔玉青、李康、姚良俊、李爱玉、郭丹丹、周恺、杨欣。

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，目的在于建立分光光度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2部分：氨不溶钼含量的测定

硫氰酸盐分光光度法

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氨不溶钼含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中氨不溶钼含量的测定。测定范围：0.40%~12.00%。

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

试料经氨水浸取，过滤，得到氨不溶钼残渣。残渣用混酸溶解，在硫酸介质中用硫脲将六价钼还原为五价钼，五价钼与硫氰酸盐生成络合物，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度，根据工作曲线计算得到氨不溶钼含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，三级。

5.2 氨水（ $\rho=0.90$ g/mL）。

5.3 氨水（5+95）。

5.4 混酸：在1000 mL烧杯中加入100 mL水，沿杯壁缓慢加入100 mL硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL），边加边搅拌，待冷却至室温后加入100 mL硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）、200 mL磷酸（ $\rho=1.874$ g/mL）、10 mL高氯酸（ $\rho=1.68$ g/mL），每加一种试剂需搅拌均匀。

5.5 硫酸-硫酸铜溶液：将130 mL硫酸沿杯壁缓慢加入500 mL水中，边加边搅拌，加入0.2 g硫酸铜溶解，待冷却至室温后，用水稀释至1000 mL，混匀。

5.6 硫脲溶液（70g/L）。

5.7 硫氰酸钾溶液（600g/L）。

5.8 钼标准贮存溶液：称取3.0006 g纯三氧化钼（ $w_{\text{MoO}_3} \geq 99.99\%$ ）于300 mL烧杯中，加入50 mL水、10 g氢氧化钠，搅拌溶解，冷却至室温，转移至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，转移至塑料瓶中。此溶液1 mL含4 mg钼。

5.9 钼标准溶液：移取钼标准贮存液（5.8）25 mL于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含100 μg 钼。或者购买相应浓度的有证标准物质。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

样品应粉碎并通过0.090 mm标准筛网，并在105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘至恒重。

8 试验步骤

8.1 试料

按照表1称取样品（7），精确至0.0001 g。

表1 称样量及分取试液体积

氨不溶钼的质量分数 %	试料量 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL
0.40~2.00	0.25	200	20.00
>2.00~4.00	0.25	200	10.00
>4.00~12.00	0.10	200	10.00

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 将试料（8.1）置于300 mL聚四氟乙烯烧杯中，加少量水润湿，缓慢摇动使样品分散，加入50 mL氨水（5.2），盖上表面皿，在电热板上低温分解样品，保持微沸状态10 min，取下，趁热用快速定性滤纸过滤，用热的氨水（5.3）洗涤烧杯、滤纸及残渣10次~15次。

8.4.2 将滤纸和残渣转移至8.4.1烧杯中，加入35 mL混酸（5.4），盖上表面皿，于电热板上加热分解样品，直至样品和滤纸分解完全（溶液清亮且液面静止、杯中出现三氧化硫白烟），取下烧杯，冷却至室温，转移至200 mL容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

8.4.3 按表1分取试液（8.4.2）于100 mL容量瓶中，加入60 mL硫酸-硫酸铜溶液（5.5），10 mL硫脲溶液（5.6），5 mL硫氰酸钾溶液（5.7），每加一种试剂均需混匀，用硫酸-硫酸铜溶液（5.5）稀释至刻度，摇匀，静置显色25 min。

8.4.4 以空白试验溶液(8.3)为参比,用1 cm比色皿,于波长460 nm处测量样品溶液(8.4.3)的吸光度,从工作曲线上查出相应的钼质量。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL钼标准溶液(5.9)于一组100 mL的容量瓶中,后续步骤同8.4.3。

8.5.2 以空白试验溶液(8.3)为参比,用1 cm比色皿,于波长460 nm处测量系列标准溶液(8.5.1)吸光度。以钼的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。线性相关系数不小于0.99。

9 试验数据处理

氨不溶钼含量以氨不溶钼的质量分数 w 计,按公式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的钼质量,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);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位小数。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,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2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2 重复性限

$w/\%$	0.53	1.88	4.97	8.52	10.72
$r/\%$	0.06	0.13	0.17	0.29	0.35

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,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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

$w/\%$	0.53	1.88	4.97	8.52	10.72
$R/\%$	0.08	0.20	0.26	0.33	0.39

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。

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

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 家实验室对氨不溶钼含量的 5 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氨不溶钼含量在重复性条件下独立测量 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	w/% (n=11)										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.49	0.55	0.53	0.56	0.50	0.52	0.54	0.53	0.51	0.54	0.56
	2	0.49	0.53	0.54	0.50	0.51	0.52	0.50	0.51	0.51	0.49	0.51
	3	0.59	0.54	0.55	0.56	0.56	0.52	0.52	0.58	0.54	0.52	0.51
2	1	1.82	1.87	1.89	1.86	1.85	1.88	1.85	1.83	1.86	1.83	1.89
	2	1.82	1.95	1.92	2.03	2.02	1.93	1.99	1.87	1.94	1.99	1.96
	3	1.90	1.92	1.83	1.86	1.79	1.84	1.88	1.78	1.82	1.81	1.89
3	1	4.83	4.92	4.87	4.93	4.99	4.87	4.98	4.96	4.92	4.97	4.92
	2	5.19	5.08	5.07	5.08	5.02	5.06	5.01	5.09	5.02	4.91	5.05
	3	4.91	4.94	4.95	4.92	4.91	4.94	4.86	4.99	4.96	4.81	5.00
4	1	8.43	8.67	8.50	8.52	8.70	8.56	8.48	8.64	8.51	8.73	8.45
	2	8.52	8.59	8.44	8.54	8.70	8.52	8.42	8.50	8.37	8.61	8.23
	3	8.62	8.51	8.43	8.55	8.55	8.49	8.43	8.43	8.49	8.50	8.57
5	1	10.68	10.88	10.60	10.78	10.79	10.70	10.53	10.85	10.90	10.93	10.82
	2	10.79	10.63	10.61	10.87	10.88	10.81	10.77	10.79	10.63	10.61	10.87
	3	10.60	10.63	10.57	10.57	10.86	10.60	10.57	10.86	10.48	10.77	10.51