

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX.7—20XX

焙烧钼精矿化学分析方法
第7部分：钾含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of roasted molybdenum concentrate—
Part 7: Determination of potassium content—
Flame atomic absorption spectroscopy

(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7部分。YS/T XXXX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、国标（北京）检验认证有限公司、江西省钨与稀土产品质量监督检验中心。

本文件主要起草人：谢明明、郭玉、苏雄、张健英、崔玉青、岳野、李康、张金莲、万莹莹、李爱娣、潘元海、王长华、墨淑敏、李建国。

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体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7部分：钾含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了焙烧钼精矿中钾含量的测定方法。

本文件适用于焙烧钼精矿中钾含量的测定。测定范围：0.010%~2.00%。

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

试料用硝酸、氢氟酸分解，在水介质中，以氯化铯作消电离剂，于原子吸收光谱仪波长766.5 nm处，用空气-乙炔火焰测量钾的吸光度。根据工作曲线计算焙烧钼精矿中钾的质量分数。

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 氯化铯溶液（10 g/L）：称取1 g氯化铯（光谱纯），置于100 mL烧杯中，加入适量的水溶解完全，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.5 钾标准贮存溶液：称取0.0953 g预先在550 °C灼烧1 h并在干燥器中冷却至室温的氯化钾（光谱纯），置于200 mL烧杯中，加入适量的水使之溶解完全，移入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μ g钾。

5.6 钾标准溶液：移取10.00 mL钾标准贮存溶液（5.5），置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μ g钾。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钾空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能满足以下要求均可使用：

- 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，其标准偏差不得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 0.0069 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 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 0.9。

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

称取 0.20 g 样品，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 将试料（8.1）置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 硝酸（5.2），摇动使试料分散。低温缓慢加热溶解，蒸发至 3 mL~5 mL，再加入 5 mL 氢氟酸（5.3），加热至近干。取下稍冷，用约 30 mL 水冲洗杯壁，加热至盐类溶解，取下，冷却至室温。移入 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2 按表1移取试液（8.4.1），置于100 mL塑料容量瓶中，加入5 mL氯化铯溶液（5.4），用水稀释至刻度，混匀。

表1 分取试液体积

钾的质量分数 %	分取试液体积 mL
0.010~0.25	20.00
>0.25~0.50	10.00
>0.50~1.00	5.00
>1.00~2.00	2.00

8.4.3 将试液（8.4.2）于原子吸收光谱仪上，波长766.5 nm处，用空气-乙炔火焰，以“零”浓度标准溶液调零，测量试液（8.4.2）及空白（8.3）的吸光度，根据工作曲线计算钾的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钾标准溶液 (5.6)，置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 氯化铯溶液 (5.4)，用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 在仪器选定的工作条件下，以“零”浓度标准溶液为参比，测量系列标准溶液 (8.5.1) 的吸光度，以钾的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。线性相关系数不小于 0.999。

9 试验数据处理

钾含量以钾的质量分数 w_K 计，按公式 (1) 计算：

$$w_K = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白溶液中钾的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V_2 ——测定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

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_1 ——分取试液的体积，单位为毫升 (mL)。

当计算结果小于 0.10%，保留两位有效数字；当计算结果不小于 0.10%，保留小数点后两位。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 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_K	0.11	0.40	0.65	1.05	1.87
$r/\%$	0.01	0.02	0.02	0.10	0.18

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

$w_K/\%$	0.11	0.40	0.65	1.05	1.87
$R/\%$	0.02	0.04	0.06	0.11	0.20

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) 本文件编号；
- 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 家实验室对钾含量的 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钾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	$w_k/\%$ (n=11)											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
1	1	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.10	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11
	2	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.12	0.13	0.12	0.12	0.13	0.13	
	3	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11	0.11
2	1	0.40	0.40	0.39	0.39	0.40	0.40	0.40	0.40	0.39	0.39	0.39	
	2	0.39	0.40	0.39	0.39	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.41	0.41	
	3	0.43	0.43	0.42	0.42	0.42	0.42	0.41	0.41	0.41	0.42	0.42	
3	1	0.63	0.63	0.62	0.63	0.65	0.64	0.62	0.63	0.62	0.62	0.62	
	2	0.66	0.67	0.67	0.66	0.66	0.65	0.66	0.66	0.65	0.65	0.66	
	3	0.68	0.67	0.67	0.67	0.65	0.65	0.65	0.65	0.65	0.67	0.65	
4	1	1.12	1.02	1.09	1.11	1.08	0.98	1.03	1.07	1.01	1.04	1.05	
	2	1.01	1.10	1.05	1.06	1.12	1.02	1.05	1.00	0.98	0.99	1.03	
	3	1.05	1.06	1.02	1.04	1.03	1.07	1.06	1.09	1.03	1.00	1.07	
5	1	1.74	1.79	1.91	1.86	1.95	1.91	1.77	1.89	1.86	1.72	1.77	
	2	1.91	1.83	1.88	1.84	1.80	1.79	1.85	1.86	1.90	1.92	1.87	
	3	1.91	1.90	1.79	1.95	1.92	1.89	1.87	1.98	1.95	1.91	1.98	