



中华人民共和国国家标准

GB/T 14352.2—2010
代替 GB/T 14352.2—1993

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第 2 部分：钼量测定

Methods for chemical analysis of tungsten ores and molybdenum ores—
Part 2: Determination of molybdenum content

www.tungsten.com.cn

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布



前 言

GB/T 14352《钨矿石、钼矿石化学分析方法》共有 18 个部分:

- 第 1 部分:钨量测定;
- 第 2 部分:钼量测定;
- 第 3 部分:铜量测定;
- 第 4 部分:铅量测定;
- 第 5 部分:锌量测定;
- 第 6 部分:镉量测定;
- 第 7 部分:钴量测定;
- 第 8 部分:镍量测定;
- 第 9 部分:硫量测定;
- 第 10 部分:砷量测定;
- 第 11 部分:铋量测定;
- 第 12 部分:银量测定;
- 第 13 部分:锡量测定;
- 第 14 部分:镓量测定;
- 第 15 部分:锗量测定;
- 第 16 部分:硒量测定;
- 第 17 部分:碲量测定;
- 第 18 部分:铟量测定。

本部分为 GB/T 14352 的第 2 部分。

本部分代替 GB/T 14352.2—1993《钨矿石、钼矿石化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钼量》。

本部分与 GB/T 14352.2—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了警示、警告内容;
- 修改了试样干燥温度。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位:国家地质实验测试中心。

本部分起草单位:江苏省地质调查研究院(国土资源部南京矿产资源监督检测中心)。

本部分主要起草人:蔡玉曼、张培新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14352.2—1993。

钨矿石、钼矿石化学分析方法 第2部分:钼量测定

警示:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 14352 的本部分规定了钨矿石、钼矿石中钼量的测定方法。

本部分适用于钨矿石、钼矿石中钼量的测定。

测定范围:0.01%~5%的钼。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14352 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

试料用过氧化钠熔融,水浸取,滤液在硫酸介质中以铜盐催化,用硫脲将钼还原至五价状态,与硫氰酸盐结合成可溶性桔红色硫氰酸钼络合物,在分光光度计上,于波长 460 nm 处测量吸光度,计算钼量。

4 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

4.1 过氧化钠。

4.2 硫酸-硫酸铜溶液:

称取 4 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),加入 500 mL 水,搅拌溶解后,加入 500 mL 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$),搅匀,冷却,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.3 柠檬酸钠溶液(300 g/L)。

4.4 硫脲溶液(90 g/L)。

4.5 硫氰酸钾溶液(250 g/L)。

4.6 钼标准溶液 [$\rho(\text{Mo}) = 100.0 \mu\text{g/mL}$]:

称取 0.150 0 g 三氧化钼(99.99%)(预先在 500 °C 灼烧过),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L)溶解,再加入硫酸溶液(1+1)(警告:不当的稀释易发生危险!)中和至微酸性,并过量 20 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器

5.1 分析天平:三级,感量 0.1 mg。

5.2 分光光度计。



GB/T 14352.2—2010

6 试样

6.1 按 GB/T 14505 的相关要求,加工试样粒径应小于 97 μm 。

6.2 试样应在 105 $^{\circ}\text{C}$ 预干燥 2 h,含硫矿物的试样在 60 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 的鼓风干燥烘箱内干燥 2 h~4 h,然后置于干燥器中,冷却至室温。

7 分析步骤

7.1 试料

根据试样中钨量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

钨量/ %	试料量/ g	试液总体积/ mL	分取试液体积/ mL
0.01~0.05	0.5	100	25.00
>0.05~0.1	0.5	100	25.00
>0.1~1	0.2	100	25.00~10.00
>1~5	0.1	100	10.00~5.00

7.2 空白试验

随同试料进行双份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

7.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

7.4 试料分解

7.4.1 将试料(7.1)置于 10 mL 刚玉坩埚中,加入 3 g 过氧化钠(4.1),用玻璃棒搅匀,上面覆盖约 0.5 g 过氧化钠(4.1),置于预先升温至 650 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中,在 650 $^{\circ}\text{C}$ ~700 $^{\circ}\text{C}$ 熔融 10 min,使坩埚内熔物呈透明流体时取出,冷却。

7.4.2 将坩埚置于 100 mL 烧杯中,加入 80 $^{\circ}\text{C}$ ~90 $^{\circ}\text{C}$ 热水约 30 mL,盖上表面皿,待坩埚内熔体全部脱落后,用适量水洗去表面皿,洗出坩埚,盖上表面皿(如溶液呈绿色应加入数滴无水乙醇使锰的绿色褪去),移至小电炉上煮沸 2 min~3 min,至无小气泡发生时取下。以流水冷却,用水洗去表面皿并移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀(A液)。

7.4.3 A液放置澄清或干过滤,按表 1 分取溶液,置于 100 mL 容量瓶中(B液)。

7.4.4 往溶液(B液)中加入 18.5 mL 硫酸-硫酸铜溶液(4.2),流水冷却后加入 2 mL 柠檬酸钠溶液(4.3),摇匀,加入 15 mL 硫脲溶液(4.4),摇匀。放置 5 min,加入 8 mL 硫氰酸钾溶液(4.5),用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min 后备测。

注:有关说明见附录 A。

7.5 校准溶液系列配制

分取 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 钨标准溶液(4.6),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加入 18 mL 硫酸-硫酸铜溶液(4.2),流水冷却,以下按分析步骤(7.4.4)进行测定。

7.6 测定

于分光光度计上,用 3 cm 比色皿,以校准溶液系列空白溶液作参比,于波长 460 nm 处测量校准溶液、试料溶液、空白试验溶液和验证试验溶液的吸光度。

7.7 校准曲线绘制

以钨量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的钨量。



8 结果计算

钼量以质量分数 $w(\text{Mo})$ 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w(\text{Mo}) = \frac{(m_1 - m_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得分取试料溶液中的钼量,单位为微克(μg);

m_0 ——从校准曲线上查得的空白溶液的钼量,单位为微克(μg);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

V_1 ——分取试料溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后二位。

9 精密度

方法精密度见表 2。

表 2 精密度 %

元素	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
钼	0.009~4.75	$r=0.0287m^{0.7024}$	$R=0.0039+0.0641m$

注:本精密度数据是由 6 个实验室对 7 个水平的试样进行试验确定。

www.tungsten.com.cn



附录 A
(资料性附录)
有关说明

A.1 本部分分析时应注意所用器皿及环境的洁净,比色时使用的器皿均应事先用稀盐酸浸泡,然后用水冲净,晾干后使用。

A.2 如果待测试料含量范围已知,可按表 A.1 称取试料和配制校准曲线。

表 A.1 试料量及校准曲线范围

钨量/ %	试料量/ g	校准曲线范围 Mo/ (μg /100 mL)	波长/ nm	比色皿/ cm
0.005~0.01	0.3	0、10、20、30、40	460	3 或 5
>0.01~0.05	0.2	0、20、40、60、80、100	460	3
>0.05~0.1	0.1	0、20、40、60、80、100、120	460	3
>0.05~0.1	0.2	0、50、100、150、200、250	460	3
>0.1~1.0	0.1	0、100、250、500、750、1 000	490	1
>1.0~2.0	0.1	0、800、1 000、1 250、1 500、1 750、2 000、2 250	530	1

A.3 在分析测试液中,钒、砷、镍、铜、铀 1 mg 以下,钨在 0.5 mg 以下均无干扰,钨量高时可加入柠檬酸盐掩蔽,铋、铊在 0.2 mg 以上有正误差,本部分采用过氧化钠分解试料,铋、铊等均被氢氧化铁所吸附,不影响测定。

A.4 室温 15 $^{\circ}\text{C}$ ~20 $^{\circ}\text{C}$ 时,硫氰酸钨络合物在 5 min 内显色完全,2 h 内稳定。如室温高于 30 $^{\circ}\text{C}$,将会加速硫氰酸盐的聚合,使分析结果偏高,因此应在 1 h 内完成测量。

www.tungsten.com.cn



GB/T 14352.2-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40990

定价: 14.00 元

打印日期: 2011年3月16日 F049