

摇匀,显色 15 min 后,向比色管中加入 10 mL 乙酸丁酯(B1.5),萃取 1 min,分层后,于分光光度计上,波长 460 nm 处,用 1 cm 比色皿,以水作参比,测量吸光度。

### B2.3 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 钼标准溶液(B1.10),分别置于一组于 50 mL 比色管中,加 9 mL 硫酸-硫酸铜混合溶液,以下按分析步骤(B2.2)进行测定。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

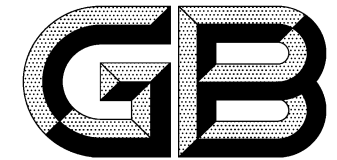
### 附加说明:

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部武汉综合岩矿测试中心技术归口。

本标准由地质矿产部南京综合岩矿测试中心、西安综合岩矿测试中心负责起草。

本标准主要起草人杨静勤、邵明智。



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.9—93

## 铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 钼的测定

Methods for chemical analysis of  
copper ores lead ores and zinc ores—  
Determination of molybdenum



GB/T 14353.9—1993

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-25822

定价: 8.00 元

1993-05-12 发布

1994-02-01 实施

国家技术监督局 发布

**附录 A**  
**标准的有关说明**  
(参考件)

**A1** 试料经碱熔分解,用热水提取,铁、钛、锰、铜、镍、钴等进入氢氧化物沉淀而与钼分离。与钼共同进入溶液的有硅、铝、铬、钒、铅、锌等。

**A2** 试料含硫量高,应先在高温炉中逐步升高温度至 500℃灼烧 1 h。

**A3** 底液各组分的浓度对峰高有不同程度的影响;因此试料与标准系列中各种试剂的加入量务需保持一致。

**A4** 含钼量小于 1 μg/g 的试样,可改用加入 6 mL 氯酸钠溶液(25% m/V)代替加入 10 mL 氯酸钾溶液(6% m/V)。

**附录 B**  
**醋酸丁酯萃取——硫氰酸盐光度法测定钼**  
(补充件)

本标准适用于铜、铅、锌矿石中 0.000 1~0.005% 钼的测定。

**B1 试剂**

**B1.1** 三氧化二铁。

**B1.2** 碳酸钠。

**B1.3** 过氧化钠。

**B1.4** 无水乙醇。

**B1.5** 乙酸丁酯。

**B1.6** 碳酸钠(0.1% m/V)。

**B1.7** 硫酸-硫酸铜混合溶液: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 500 mL 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL),搅匀,冷却,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

**B1.8** 硫脲溶液(9% m/V)。

**B1.9** 硫氰酸钾溶液(25% m/V)。

**B1.10** 钼标准溶液:移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(1 mL 含 100 μg 钼),置入 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硫酸(1+1 V+V),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 2 μg 钼。

**B2 分析步骤**

**B2.1** 称取试料 0.100 0~0.500 0 g,精确至 0.000 5 g,置于预先盛有 30 mg 三氧化二铁(B1.1)的 10 mL 刚玉坩埚中,加入 0.5 g 碳酸钠(B1.2),2 g 过氧化钠(B1.3),用尖头玻棒搅匀,面上覆盖约 0.5 g 过氧化钠(B1.3),放入预先升温至 700℃高温炉中,在 650~700℃保温 10 min 左右,待试料完全熔融后,取出,稍冷,置于 250 mL 烧杯中,加入约 30 mL 80~90℃热水,待坩埚内熔体全部脱落后,洗出坩埚,移入小电炉上煮沸 2~3 min(如溶液呈绿色应加入数滴无水乙醇(B1.4)使锰的绿色退去)。至无小气泡发生时取下,以流水冷却,此时体积应控制在 30~35 mL 左右。用中速滤纸过滤于 100 mL 烧杯中,用碳酸钠溶液(B1.6)洗烧杯 3 次、沉淀 5~6 次。往滤液中小心滴加 11 mL 硫酸-硫酸铜混合溶液(B1.7)酸化,并置于电热板上蒸至约 30 mL,用水移入 50 mL 比色管中(体积控制在 40 mL 以下)。

**B2.2** 加入 8 mL 硫脲溶液(B1.8),摇匀,10 min 后,加入 4 mL 硫氰酸钾溶液(B1.9),加水稀至刻度,

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法  
钼的测定

GB/T 14353.9—93

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街 16 号  
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 11 千字

1994 年 2 月第一版 2005 年 9 月第二次印刷

\*

书号: 155066·1-25822 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

## 12.3 测定

12.3.1 将试料(12.1)置于预先已盛有 30 mg 三氧化二铁(10.3)的 10 mL 刚玉坩埚中,加入 0.5 g 碳酸钠(10.1),2 g 过氧化钠(10.2),用尖头玻璃棒搅匀,上面覆盖约 0.5 g 过氧化钠(10.2),置于预先升温至 700℃ 的高温炉中,在 650~700℃ 熔融 10 min,使坩埚内熔物呈透明流体时取出,冷却。

12.3.2 将坩埚置于 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 80~90℃ 热水约 30 mL,待坩埚内熔体全部脱落后,用少量水洗去表皿,洗出坩埚,盖上表皿,移入小电炉上煮沸 2~3 min(如溶液呈绿色应加入数滴无水乙醇使锰的绿色褪去)。至无小气泡发生时取下,以流水冷却,用少量水洗去表皿(此时体积应控制在 30~35 mL 左右),用中速滤纸过滤入 100 mL 容量瓶中,用氨水(10.4)冲洗烧杯两次、沉淀 5~6 次,此时滤液体积不应超过 57 mL(A 液)。

12.3.3 钼含量高时(>0.1%),按表 2 稀释试液(A 液),并分取溶液,置入 100 mL 容量瓶中(B 液)。

12.3.4 往(A 液)中加入 20 mL 混合液(10.5),往(B 液)中加入 18 mL 混合液(10.5),流水冷却后,加入 15 mL 硫脲溶液(10.6),摇匀。放置 5 min,加入 8 mL 硫氰酸钾溶液(10.7),用水稀释至刻度,摇匀,放置 15 min 后,于分光光度计上,波长 460 nm 处,用 3 cm 比色皿,以试剂空白作参比,测量吸光度。同时进行标准系列的测定。

## 12.4 工作曲线的绘制

移取 0、0.20、0.40、0.60、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 钼标准溶液(10.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 50 mL,加入 18 mL 混合液(10.5),流水冷却,以下按分析步骤(12.3.4)进行测定。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,测量吸光度。

## 13 分析结果的计算

按下式计算钼的含量:

$$\text{Mo}(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times V \times 10^{-6}}{m \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $m_1$  —— 从工作曲线上查得的钼量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$  —— 从工作曲线上查得的空白试验(12.2)钼量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_1$  —— 移取试液体积, mL;

$V$  —— 试液总体积, mL;

$m$  —— 试料, g。

## 14 精密度

表 3

含量范围, %	重复性 $r$	再现性 $R$
0.004 9~1.47	$r = 8.791 2 + 0.022 3 m$	$R = 1.320 5 m^{0.656}$

## 中华人民共和国国家标准

铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法  
钼的测定

GB/T 14353.9—93

Methods for chemical analysis of  
copper ores lead ores and zinc ores—  
Determination of molybdenum

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中钼含量的测定方法。

本标准适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中钼含量的测定。第一篇测定范围:0.5~10  $\mu\text{g/g}$ ;第二篇测定范围:0.005%~2%。

## 2 引用标准

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

## 第一篇 硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-氯酸钾底液极谱法

## 3 方法提要

试料经碱熔分解,热水提取,铁、钛、钴、镍等元素呈氢氧化物沉淀与钼分离,在硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-氯酸钾底液中,钼产生灵敏的极谱催化波,峰电位为-0.28 V(对饱和甘汞电极而言)。

## 4 试剂

4.1 过氧化钠。

4.2 氢氧化钠。

4.3 无水乙醇。

4.4 硫酸(1+1 V+V)。

4.5 苯羟乙酸溶液(10% m/V):称取 10 g 苯羟乙酸,加入 50 mL 水,微热助溶(如有混浊须过滤入 100 mL 容量瓶中,并用水洗涤滤纸),稀释至刻度,摇匀。

4.6 辛可宁溶液(0.4% m/V):称取 0.4 g 辛可宁,加入 4 滴硫酸(4.4),加水溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 氯酸钾溶液(6% m/V):称取 30 g 氯酸钾,加入 400 mL 水,加热溶解,冷却后稀释至 500 mL。搅匀。

4.8 钼标准贮存溶液:称取 0.150 0 g 三氧化钼(99.99%)(500℃ 灼烧 1 h,冷却备用),置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(20% m/V)溶解,用硫酸(4.4)中和,冷却后用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  钼。

4.9 钼标准溶液:移取 50.00 mL 钼标准贮存溶液(4.8),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇

国家技术监督局 1993-05-12 批准

1994-02-01 实施