

ICS 73.060  
D 40



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14353.9—2010  
代替 GB/T 14353.9—1993

GB/T 14353.9—2010

## 铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 第9部分：钼量测定

Methods for chemical analysis of copper ores, lead ores and zinc ores—  
Part 9: Determination of molybdenum content

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  
第9部分：钼量测定  
GB/T 14353.9—2010

\*  
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.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
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 0.75 字数 13 千字  
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-41015 定价 16.00 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



GB/T 14353.9—2010

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

**附录 A**  
(资料性附录)  
**汞中毒的预防和处理**

**A.1** 当测定液器皿有汞滴存在时,应小心收集,统一存放。汞应储存于厚壁带塞的瓷瓶或玻璃瓶中,每瓶不易放得太多,以免过重使瓶破碎,为减少汞的蒸发,在瓶中加入少量水或甘油。汞的操作最好在搪瓷盘中进行。

**A.2** 对溅落于工作台面或地面的汞,应尽可能的收集起来。颗粒直径大于 1 mm 的汞可用滴管吸取。把散落的汞全部收拾后,再撒上硫磺或漂白粉等物质粉末。

## 前 言

GB/T 14353《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法》分为 18 个部分:

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

本部分为 GB/T 14353 的第 9 部分。

本部分代替 GB/T 14353.9—1993《铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法 钼的测定》。

本部分与 GB/T 14353.9—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;
- 删除原附录 B(补充件)醋酸丁酯萃取——硫氰酸盐光度法测定钼。

本部分附录 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。

本部分起草单位:陕西省地质矿产实验研究所。

本部分主要起草人:罗振岐、胡建平、牟乃仓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 14353.9—1993。

4.2.7 硫氰酸钾溶液(250 g/L)。

4.2.8 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%)(500 °C 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(200 g/L)溶解, 用硫酸(3.2.4)中和, 冷却后用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度摇匀。

4.3 仪器和设备

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 刚玉坩埚。

4.3.3 高温炉。

4.3.4 分析天平: 三级, 感量 0.1 mg。

4.4 试样

4.4.1 按照 GB/T 14505 的相关要求, 加工试样的粒径应小于 97  $\mu\text{m}$ 。

4.4.2 试样在 60 °C~80 °C 烘箱中干燥 2 h~4 h, 并置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

根据试样中钼量, 按表 2 称取试料量, 精确至 0.1 mg。

表 2 试料量

钼量/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.005~0.010	0.3	—	—
0.01~0.1	0.2	—	—
0.1~1	0.1	100	25.00
1~2	0.1	100	10.00

4.5.2 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。

4.5.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

4.5.4 试料分解

4.5.4.1 称取试料(4.5.1), 置于预先盛有 30 mg 三氧化二铁(4.2.3)的 10 mL 刚玉坩埚中, 加入 0.5 g 碳酸钠(4.2.1), 2 g 过氧化钠(4.2.2), 用尖头玻璃棒搅匀, 上面覆盖约 0.5 g 过氧化钠(4.2.2), 置于预先升温至 700 °C 的高温炉中, 在 650 °C~700 °C 熔融 10 min, 使坩埚内熔融物呈透明流体时, 取出, 冷却。

注 1: 使用银坩埚熔融分解试料时, 高温炉经严格校验。

注 2: 试料中含硫量高时, 先在高温炉中逐步升高温度至 500 °C 灼烧 1 h。

4.5.4.2 将坩埚置于 100 mL 烧杯中, 盖上表面皿, 加入 80 °C~90 °C 热水约 30 mL, 待坩埚内熔融体全部脱落后, 用适量水冲洗表面皿, 洗出坩埚, 盖上表面皿, 置于小电炉煮沸 2 min~3 min(如溶液呈绿色应加入数滴无水乙醇使锰的绿色褪去), 直至无小气泡产生时取下。以流水冷却, 用少量水冲洗表面皿, 将体积控制在 30 mL~35 mL 左右, 用中速滤纸过滤入 100 mL 容量瓶中, 用氨水(4.2.4)冲洗烧杯两次, 洗涤沉淀 5 次~6 次, 此时滤液体积不应超过 57 mL。

注: 试料经过氧化钠熔融分解, 用热水提取, Fe、Ti、Mn、Cu、Ni、Co 等呈氢氧化物沉淀而与 Mo 分离。与 Mo 共同进入溶液的有 Cr、V、Al、Si、Pb、Zn 等。

4.5.4.3 钼含量大于 0.1% 时, 应先往试液(4.5.4.2)中加入 20 mL 硫酸-硫酸铜溶液(4.2.5), 流水冷却并稀释至刻度, 摇匀, 按照表 2 分取试液, 置于 100 mL 容量瓶中。

4.5.4.4 钼含量小于 0.1% 时, 直接向试液(4.5.4.2)中加入 18 mL 混合液(4.2.5), 流水冷却后, 加入

## 铜矿石、铅矿石和锌矿石化学分析方法

### 第 9 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 14353 的本部分规定了铜矿石、铅矿石、锌矿石中钼量的测定方法。

本部分适用于铜矿石、铅矿石、锌矿石中钼量的测定。

测定范围: 极谱法 0.5  $\mu\text{g/g}$ ~10  $\mu\text{g/g}$  的钼; 硫氰酸盐光度法 0.005%~2% 的钼。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过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 硫酸-苯羟乙酸-辛可宁-氯酸钾体系极谱法

3.1 原理

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-氯酸钾体系中, 钼产生灵敏的极谱催化波。在极谱仪上, 起始电位为 -0.02 V(饱和甘汞电极为参比), 峰电位为 -0.28 V 处, 用极谱仪导数部分测量峰电流值, 计算钼量。

3.2 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。

3.2.1 过氧化钠。

3.2.2 氢氧化钠。

3.2.3 无水乙醇。

3.2.4 硫酸(1+1), 警告: 不当的稀释会发生危险!

3.2.5 苯羟乙酸溶液(100 g/L):

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。

3.2.6 辛可宁溶液(4 g/L):

称取 0.4 g 辛可宁, 加入 4 滴硫酸(3.2.4), 加水溶解后, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

3.2.7 氯酸钾溶液(60 g/L):

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。

3.2.8 钼标准溶液配制:

a) 钼标准储备溶液 $[\rho(\text{Mo})=100.0 \mu\text{g/mL}]$ : 称取 0.150 0 g 三氧化钼(99.99%)(500 °C 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(200 g/L)溶解, 用硫酸(3.2.4)