

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

钼量/ %	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℃~20℃时,硫氰酸钼络合物在 5 min 内显色完全,2 h 内稳定。如室温高于 30℃,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。



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



GB/T 14352.2—2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-40990

定价: 14.00 元

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

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	$r=0.028 7m^{0.7024}$	$R=0.003 9+0.064 1m$
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。			

中华人民共和国
国家标准
钨矿石、钼矿石化学分析方法
第 2 部分:钼量测定
GB/T 14352.2—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
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 9 千字
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷
*
书号:155066·1-40990 定价 14.00 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

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

根据试样中钼量按表 1 称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 试料量

钼量/ %	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 钼标准溶液(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

以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上查得相应的钼量。

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:铼量测定。

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。