ICS XXX
中国标准文献分类号
XXX……

APT 渣化学分析方法
钼含量的测定

（送审稿）

（本稿完成日期：2019 年 07 月 30 日）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

发　布

前　言

T/GZNFSXXXX《APT渣化学分析方法》共分为5个部分：

——第1部分：钨含量的测定；

——第2部分：钼含量的测定；

——第3部分：硅含量的测定；

——第4部分：磷含量的测定；

——第5部分：钙含量的测定；

本部分为T/GZNFSXXXX的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由赣州市有色金属学会提出并归口。

本部分负责起草单位：赣州有色冶金研究所。

本部分参与起草单位：江西钨业控股集团有限公司、赣州华兴钨制品有限公司。

本部分主要起草人：谢璐、杨峰、罗盈盈、张文娟、王翔、王长基。

本部分参与起草人：

www.chinatungsten.com

APT 渣化学分析方法 钼含量的测定

1 范围

T／GZNFS XXXX的本部分规定了APT渣中钼含量的测定方法。

本部分适用于APT渣中钼含量的测定，测定范围（质量分数）：0.10 %～2.00 %。

2 方法原理

试料用过氧化钠熔融，以水浸取，使钼与大部分铁、锰、铜、铋、钙等分离。用柠檬酸掩蔽钨，以铜盐为催化剂，在稀硫酸溶液中，用硫脲将钼还原成五价，然后与硫氰酸盐生成橙红色络合物，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。

3 试剂与材料

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为二级水。

3.1 过氧化钠。

3.2 硫酸（1+1）。

3.3 氢氧化钠溶液（50 g/L）。

3.4 无水乙醇。

3.5 硫酸高铁铵溶液（50 g/L）：配制时滴加几滴硫酸（3.2）。

3.6 硫酸–柠檬酸–硫酸铜溶液：称取200 g柠檬酸，置于1 000 mL烧杯中，加入400 mL水，待溶解完全后，加入330 mL硫酸（3.2）、0.20 g硫酸铜，用水稀释至1 000 mL，混匀。

3.7 硫脲–硫氰酸钾混合溶液：称取80 g硫脲、500 g硫氰酸钾置于1 000 mL烧杯中，加入600 mL水，待溶解完全后，以水稀释至1 000 mL，混匀。

3.8 钼标准贮存溶液：称取0.150 0 g三氧化钼[w（MoO_3）≥99.99 %，经550 ℃灼烧30 min]，置于250 mL烧杯中，加入50 mL氢氧化钠溶液（3.3），加热至溶解完全，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液（3.3）稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含100 μg钼。

3.9 钼标准溶液：移取10.00 mL钼标准贮存溶液（3.8），置于100 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液（3.3）稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含10 μg钼。

4 仪器设备

4.1 分析天平：感量0.000 1g。

4.2 分光光度计。

5 试样

5.1 试样应通过0.074 mm筛。

5.2 试样预先在105 ℃～110 ℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按照表1称取试样，精确至0.000 1 g。

表1

含量（质量分数）范围/%	试样/g	分取试液的体积/mL
0.10~0.40	0.5	10.00
＞0.40~2.00	0.2	2.00

6.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料（6.1）进行空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料（6.1）置于30 mL高铝坩埚中，加入4 g～5 g过氧化钠（3.1），搅匀，于650 ℃～700 ℃熔融10 min～15 min，取出稍冷。

6.4.2 将坩埚置于预先盛有50 mL水的250 mL烧杯中，熔融物溶解完全后，以水洗净坩埚，趁热加入10 mL硫酸高铁铵溶液（3.5）。冷却后，移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，干滤。

6.4.3 按表1移取试液（6.4.2）于25 mL比色管中，不足10 mL的用氢氧化钠溶液（3.3）补足，用硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液（3.6）稀释至刻度，混匀，加入1 mL硫脲-硫氰酸钾混合溶液（3.7），混匀，静置显色30 min。

6.4.4 将部分试液（6.4.3）移入1 cm比色皿中，以随同试料的空白溶液作参比，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。在标准曲线上查出相应的钼含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、2.00 mL、5.00 mL钼标准溶液（3.9）和1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL钼标准贮存溶液（3.8）于一组25 mL比色管中，以下按 6.4.3 操作。

6.5.2 将部分试液（6.5.1）移入1 cm比色皿中，以试剂空白溶液作参比，于分光光度计460 nm处测量其吸光度。以钼含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7 分析结果的计算与表述

钼含量以钼的质量分数 w（Mo）计，数值以%表示，按下式计算：

$$w（Mo）= \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得的钼含量，单位为微克（μg）；

V_0——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V_1——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

m_0——试料的质量，单位为克（g）。

8 精密度

8.1 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，在以下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）的情况不超过5 %。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得：

表1

质量分数/%	重复性限（r）/%
0.15	0.02
0.23	0.02
1.52	0.06
注：重复性限（r）为 2.8×Sr，Sr 为重复性标准差。	

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表2所列允许差。

表2

质量分数/%	允许差/%
0.10~0.30	0.03
>0.30~0.60	0.05
>0.60~1.20	0.08
>1.20~2.00	0.10

9 质量保证和控制

分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每月至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

www.chinatungsten.com