



中华人民共和国国家标准

GB/T 6150.8—2009
代替 GB/T 6150.10—1985

钨精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten concentrates—
Determination of molybdenum content—
The thiocyanate spectrophotometry

2009-10-30 发布

2010-06-01 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 6150《钨精矿化学分析方法》分为 17 部分：

- GB/T 6150.1 钨精矿化学分析方法 三氧化钨量的测定 钨酸铵灼烧重量法
 GB/T 6150.2 钨精矿化学分析方法 锡量的测定 碘酸钾容量法和氢化物原子吸收光谱法
 GB/T 6150.3 钨精矿化学分析方法 磷量的测定 磷钼黄分光光度法
 GB/T 6150.4 钨精矿化学分析方法 硫量的测定 高频红外吸收法
 GB/T 6150.5 钨精矿化学分析方法 钙量的测定 EDTA 容量法和原子吸收光谱法
 GB/T 6150.6 钨精矿化学分析方法 湿存水量的测定 重量法
 GB/T 6150.7 钨精矿化学分析方法 钽铌量的测定 等离子体发射光谱法和分光光度法
 GB/T 6150.8 钨精矿化学分析方法 钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法
 GB/T 6150.9 钨精矿化学分析方法 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.10 钨精矿化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.11 钨精矿化学分析方法 锌量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.12 钨精矿化学分析方法 二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法
 GB/T 6150.13 钨精矿化学分析方法 砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法和 DDTC-Ag 分光

光度法

- GB/T 6150.14 钨精矿化学分析方法 锰量的测定 硫酸亚铁铵容量法和火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.15 钨精矿化学分析方法 铋量的测定 火焰原子吸收光谱法
 GB/T 6150.16 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法
 GB/T 6150.17 钨精矿化学分析方法 铈量的测定 氢化物原子吸收光谱法

本部分为 GB/T 6150 的第 8 部分。

本部分代替 GB/T 6150.10—1985《钨精矿化学分析方法 硫氰酸盐光度法测定钼量》。

本部分与 GB/T 6150.10—1985 相比主要变化如下：

- 样品熔融由过氧化钠-氢氧化钠熔融改为由过氧化钠熔融；
- 显色剂由硫氰酸铵改为硫氰酸钾；
- 扩大了测定范围，由 0.005%~0.500% 调整为 0.005%~1.00%；
- 比色管改为容量瓶；
- 增加了重复性限条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由赣州有色冶金研究所、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由赣州有色冶金研究所起草。

本部分由赣州华兴钨制品有限公司、江西下垄钨业有限公司参加起草。

本部分主要起草人：邝静、刘红英、谢友贞、何栋梁。

本部分主要验证人：王长基、曾芳、许景光。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6150.10—1985。

钨精矿化学分析方法

钼量的测定

硫氰酸盐分光光度法

1 范围

GB/T 6150 的本部分规定了钨精矿中钼含量的测定方法。

本部分适用于钨精矿中钼含量的测定。测定范围:0.005%~1.00%。

2 方法提要

试料在高铝坩埚中以过氧化钠熔融,用水浸出,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

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相对纯度的水。

3.1 过氧化钠。

3.2 氢氧化钠溶液(50 g/L)。

3.3 无水乙醇。

3.4 硫酸高铁铵溶液(30 g/L)。配制时加几滴硫酸。

3.5 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(1+1)、0.20 g 硫酸铜,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.6 硫脲-硫氰酸钾混合溶液:100 mL 溶液中含 8 g 硫脲、50 g 硫氰酸钾。

3.7 钼标准贮存溶液:称取 0.150 0 g 经 550 °C 灼烧过的纯三氧化钼 [$w(\text{MoO}_3) \geq 99.95\%$],置于 250 mL 烧杯中,加入适量的氢氧化钠溶液(3.2),加热至溶解完全,冷却后,用氢氧化钠溶液(3.2)移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 钼。

3.8 钼标准溶液 A:移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(3.7),置于 100 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(3.2)稀释至刻度,混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 钼。

3.9 钼标准溶液 B:移取 20.00 mL 钼标准贮存溶液(3.7),置于 100 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(3.2)稀释至刻度,混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 20 μg 钼。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

5.1 试样粒度小于 0.074 mm。

5.2 试样预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(精确到 0.000 1 g)。

表 1

钼的质量分数/%	试样量/g	试液总体积/mL
0.005~0.10	1.00	100
>0.10~0.40	0.50	100
>0.40~1.00	0.20	200

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

随同试料做空白试验。

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),用玻棒搅匀,置于 650 °C~700 °C 高温炉中熔融 10 min~15 min,取出稍冷。

6.4.2 将坩埚置于预先盛有约 50 mL 沸水的 250 mL 烧杯中,浸取完全后,用水洗净坩埚,趁热加入 10 mL 硫酸高铁铵溶液(3.4),搅动溶液,以加速过氧化氢分解。冷却后,移入按表 1 选取的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。干过滤。

注:对黑钨精矿试样,不需加入硫酸高铁铵溶液(3.4)。试样溶液冷却之前,如出现紫色或绿色,应趁热滴加无水乙醇(3.3)至颜色消失。

6.4.3 移取 10.00 mL 溶液(6.4.2),置于 25 mL 容量瓶中,用硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。加入 1.0 mL 硫脲-硫氰酸钾混合溶液(3.6),混匀,放置 30 min。

6.4.4 将部分溶液移入 3 cm 比色皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钼量。

注:含钼量大于 0.40%,用 1 cm 比色皿,并绘制相应的工作曲线。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 含钼量为 0.005%~0.40%时,移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钼标准溶液 A(3.8),置于一组 25 mL 容量瓶中,各补加氢氧化钠溶液(3.2)至体积为 10 mL,置于 25 mL 容量瓶中,用硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。加入 1.0 mL 硫脲-硫氰酸钾混合溶液(3.6),混匀,放置 30min。将部分溶液移入 3 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.2 含钼量>0.40%~1.00%时,移取 0 mL、1.50 mL、3.00 mL、4.50 mL、6.00 mL、7.50 mL、9.00 mL 钼标准溶液 B(3.9),置于一组 25 mL 容量瓶中,各补加氢氧化钠溶液(3.2)至体积为 10 mL,置于 25 mL 容量瓶中,用硫酸-柠檬酸-硫酸铜溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。加入 1.0 mL 硫脲-硫氰酸钾混合溶液(3.6),混匀,放置 30 min。将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度。以钼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

钼含量以钼的质量分数 w_{Mo} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Mo} = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得试料溶液中钼的量,单位为微克(μg);

V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料量,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2数据采用线性内插法求得。

表 2

铅的质量分数/%	0.016	0.028	0.123	0.640
r /%	0.002	0.005	0.012	0.039

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表3所列允许差。

表 3

铅的质量分数/%	允许差/%
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.020	0.004
>0.020~0.050	0.006
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.200	0.020
>0.200~0.500	0.040
>0.500~1.00	0.080

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时,也可用控制样品代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。