

文章编号: 1003-7837(2001)01-0068-03

高纯三氧化钨中微量硅的测定

陈正坤

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

摘要: 用 NaOH 溶液溶解三氧化钨, 柠檬酸络合钨, 用硅钼蓝法测定微量硅。该法操作简单, 测定范围 $0.0004\% \sim 0.016\%$, 回收率在 $95.71\% \sim 118\%$ 之间, 相对标准偏差小于 14.32% 。该法适合于测定高纯三氧化钨及仲钨酸铵中微量硅。

关键词: 分光光度法; 三氧化钨; 硅

中图分类号: TG115.335 **文献标识码:** A

高纯三氧化钨中微量硅的测定一般都采用氯化分离主体钨, 用碳酸钠熔融钼蓝法测定硅。此法手续繁琐, 而且还需一套氯化装置, 既费时又不经济。采用柠檬酸络合钨-钼蓝法测定硅, 不仅快速而且可以得到理想的结果。

1 试验部分

1.1 主要试剂及仪器

柠檬酸: 500 g/L。钼酸铵: 100 g/L。草-硫混酸: 40 g 草酸溶于 1 mol/L H_2SO_4 400 mL 中。硫酸: 0.5 mol/L (优级纯)。氢氧化钠溶液: 100 g/L。还原剂: 用 100 g/L 亚硫酸钠溶液与 10 g/L 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸配制 (当天使用)。硅标准溶液: $Si\ 10\ \mu g/mL$ 。所有试剂均用三次离子交换水配制。

7212 分光光度计。

1.2 条件试验

1.2.1 溶样试验

称取高纯三氧化钨试样 5 份, 每份 1.000 g 置于塑料瓶中, 分别加入氢氧化钠溶液 10~30 mL, 盖上瓶盖, 在 $90^\circ C$ 水浴加热 10~60 min^[1]。试验表明, 100 g/L NaOH 溶液 30 mL 在 $90^\circ C$ 水浴加热 30 min 可将试样完全溶解。

1.2.2 柠檬酸用量及放置时间试验

取 5 mL 试液于 25 mL 比色管中, 加 1 滴对硝基酚, 用硫酸中和至黄色褪去, 再过量 1 滴

表 1 加柠檬酸后钨的结合时间
Table 1 Complexing time of tungsten on the addition of citric acid

柠檬酸用量 /mL	放置时间 /min	现象
1	1	混浊
2	2	混浊
3	3	清亮
4	4	清亮
5	5	清亮

收稿日期: 2000-04-20

作者简介: 陈正坤 (1939-) 男, 湖南益阳人, 教授级高工。

对硝基酚,用水稀释至10 mL,加1 mL 钼酸铵,放置15 min后,加1~5 mL 柠檬酸,放置1~5 min. 络合钨的状况见表1.

试验表明,用3 mL 柠檬酸,放置3min 已完全络合0.1 g 三氧化钨.

1.2.3 干扰离子试验

根据高纯三氧化钨中所含共存元素情况,进行了干扰离子试验,结果列于表2.

表2 干扰离子试验结果
Table 2 Results of interference ion test

硅加入量 / μg	加入10 μg 干扰离子	测定硅量 / μg	回收率 /%	硅加入量 / μg	加入10 μg 干扰离子	测定硅量 / μg	回收率 /%
6	As^{3+}	7.0	116.6	6	Fe^{3+}	7.0	116.6
6	PO_4^{3-}	7.2	120	6	Ca^{2+}	7.0	116.6
6	MoO_4^{2-}	7.5	125	6	Mg^{2+}	7.0	116.6
6	Al^{3+}	6.8	113.3	6	Ni^{2+}	7.0	116.6
6	Mn^{2+}	7.0	116.6	6	Sn^{2+}	7.0	116.6

试验表明,10 μg As^{3+} , PO_4^{3-} , MoO_4^{2-} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Fe^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ni^{2+} , Sn^{2+} 对硅的测定没有影响.

2 分析步骤

称取1.000 g 试样,置于有刻度的塑料瓶中,加30 mL NaOH 溶液,盖上瓶盖,在90 °C 热水中加热30 min,不时摇动,待溶液清亮后用水稀释至50 mL. 取5 mL 试液于25 mL 比色管中,加1 滴对硝基酚指示剂,用硫酸(0.5 mol/L)滴至无色;加1 mL 硫酸,用水稀释至10 mL;加钼酸铵(100 g/L)1 mL,放置20 min;加3 mL 柠檬酸(50 g/L),摇匀,再加2 mL 草-硫混酸、1 mL 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸,摇匀放置10 min,然后在680 nm 波长处,用1 cm 比色皿以试剂空白作参比测定吸光度.

工作曲线:取含1,3,5,10 μg 硅的硅标准溶液分别置于25 mL 比色管中,用水稀释至5 mL 左右,以下同分析步骤.

3 方法的精密度和准确度

3.1 方法的精密度

称取三氧化钨样品8份,按分析步骤进行.测得硅含量 $w_s(\%)$:0.00106,0.0011,0.0012,0.0012,0.0012,0.0015,0.0015,0.0016; w_s 平均值0.0013;相对标准偏差 $\pm 14.32\%$.

3.2 方法的准确度

称取三氧化钨6份,每份1.000 g,分别加入硅60 μg ,210 μg ,按分析步骤进行测定.结果列于表3.从表3可以看出,硅的回收率在95.71%~118%之间.

3.3 对照试验

本法测定的三氧化钨样品中 Si 含量与标准方法^[2]对照,见表 4.

表 3 测定方法准确度试验结果
Table 3 Accuracy test results of determination method

样品编号	样重 / μg	加入硅量 / μg	测定硅量 / μg	回收率 /%
1	0.1	0	4.00	
	0.1	6	11.00	116.6
	0.1	21	25.00	100
2	0.1	0	4.90	
	0.1	6	12.00	118
	0.1	21	25.00	95.71

表 4 两种方法分析结果
Table 4 Analytical results of two methods

样品编号	标准方法测 w_{Si} /%	本方法测 w_{Si} /%
1	0.00040	0.00041
2	0.0010	0.0011
3	0.0025	0.0026
4	0.0063	0.0065
5	0.016	0.014

4 结 论

本法可测定三氧化钨样品中 w_{Si} 范围 0.0004%~0.016%,回收率在 95.71%~118%之间,相对标准偏差小于 14.32%. 本法操作简便,适合于测定三氧化钨、仲钨酸铵等钨制品中的硅.

参考文献:

- [1] 彭少芳. 钨冶金学[M]. 北京:北京冶金工业出版社,1981. 11-12.
[2] GB 4324.12-84. 氯化钼蓝光度法测定硅量[S].

Determination of micro silicon in high-purity WO_3

CHEN Zheng kun

(Analysis & Testing Research Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510651, China)

Abstract: WO_3 is dissolved with a NaOH solution and tungsten is complexed with citric acid, then micro silicon is determined by silicon molybdic blue spectrophotometry. Simple in operation, the method provides a measuring range of silicon content 0.0004%~0.016%, the recovery between 95.71% and 118%, and the relative standard deviation less than 14.32%. The method is suitable for the determination of micro silicon in high-purity WO_3 and ammonium paratungstate.

Key words: spectrophotometry; tungsten trioxide; silicon