

高杂质钨矿中三氧化钨的测定 ——钨酸铵灼烧重量法

内容摘要

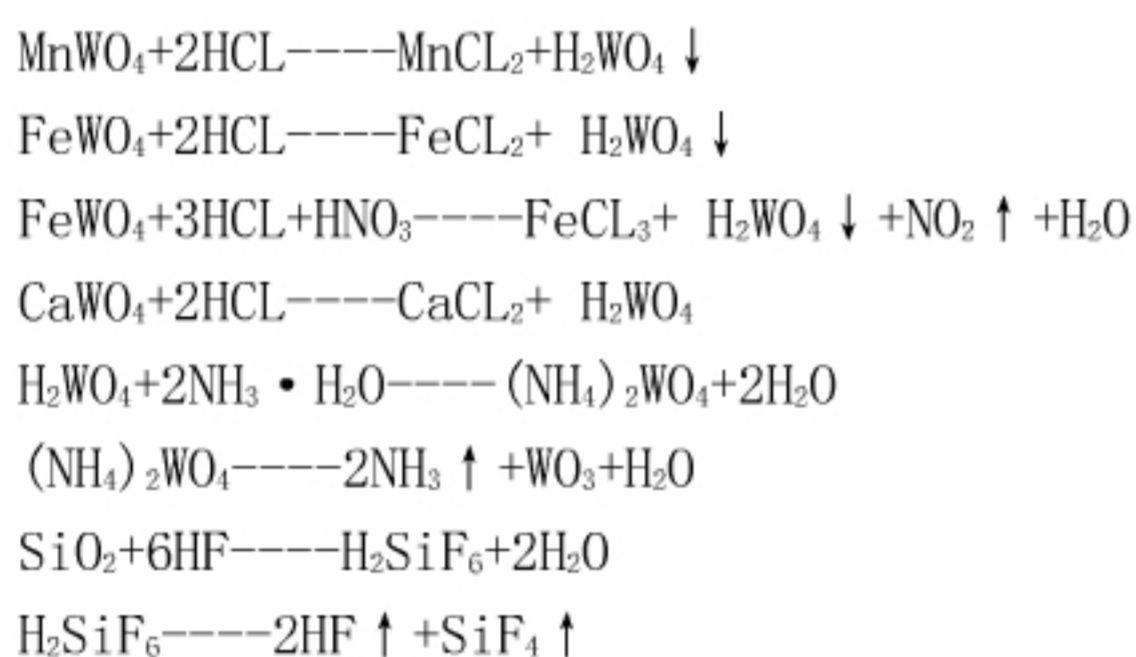
试样以盐酸、硝酸分解，加硝酸铵或辛可宁，钨成钨酸沉淀。过滤，使钨与大部分的伴生元素分离，以氨水溶解钨酸，生成钨酸铵，将溶液蒸干、灼烧，加氢氟酸除硅，再灼烧成三氧化钨形式称重。

滤液中残存的钨从甲基紫-丹宁酸沉淀回收，合并残渣用硫氰酸盐光度法测定其三氧化钨量，校正结果。

关键词

溶解，过滤，蒸干，灼烧，光度法，范围。

一、主要化学反应方程式：



二、测定范围

适用于各类型钨矿中三氧化钨量的测定。

其三氧化钨的测定范围：大于 4.0%

三、所需试剂

丹宁酸

盐酸（比重 1.19）、（1+1）

硝酸（比重 1.42）

氢氟酸（比重 1.15）

氨水（比重 0.9）

硝酸铵（50%）

辛可宁（5%）：50g 辛可宁溶解于 100ml 盐酸（1+1）中，再用水稀释至 1000ml

甲基紫（1%）：10g 甲基紫溶解于热水中，冷却，再用水稀释至 1000ml

氢氧化钠

盐酸-硝酸铵洗液：25g 硝酸铵用水溶解后，加 100ml 盐酸，再用水稀释至 5000ml

硝酸-硝酸铵洗液：25g 硝酸铵用水溶解后，加 100ml 硝酸，再用水稀释至 5000ml

氨水（1+4）：25g 硝酸铵溶解于 4000ml 水中，再加 1000ml 氨水混匀。

四、分析步骤及计算

称取 0.5000~1.0000g 试样，置于 250ml 烧杯中，加 10ml 盐酸，摇散试样，再加 70ml，置于沸水汽浴上分解 40~60 分钟。取下，加 10~15ml 硝酸，待剧烈作用停止后，置于电炉上加热蒸发至溶液约剩 15ml，取下。加 5ml 50% 硝酸铵溶液、50ml 热水，煮沸 1 分钟，取下，冷却。用中速滤纸过滤，以倾泻法用热盐酸-硝酸铵洗液洗涤烧杯及沉淀各 4~5 次，再用热硝酸-硝酸铵洗液洗涤烧杯及沉淀各 4 次①。移去承接滤液的烧杯②。将已在 780~800。C 马弗炉中灼烧过并已称重的铂皿置于漏斗下，用热氨水（1+4），溶解滤纸及烧杯中的沉淀，并洗涤烧杯及各 4~5 次，控制溶液体积不超过铂皿的五分之四。将滤纸及残渣置于 30ml 铁坩埚中，干燥、灰化后。加氢氧化钠熔，在原烧杯中用 100ml 水浸取溶块，然后按碱熔硫氰酸盐吸光光度法测其三氧化钨量。

将盛有钨酸铵溶液的铂皿置于沸水汽浴上蒸发至干，取下，置于电炉上加热至冒白烟。③取下，置于 780~800 马弗炉中灼烧 15 分钟，取出，冷却，加 5~8 滴硝酸，沿铂皿内壁加 3~5ml 氢氟酸，置于沸水汽浴上蒸发至干，再置于 780~800 马弗炉中灼烧 5~10 分钟，取出，置于干燥器内冷却至室温，称重。并反复灼烧至恒重。

三氧化钨的百分含量计算：

$$W_{O_3\%} = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100 + C$$

式中：W₁---铂皿和三氧化钨的重量 g

W₂---铂皿的重量 g

W ---称样量 g

C ---残渣中测得三氧化钨的百分含量。

五、允许差

含三氧化钨量 (%)	允许差 (%)
<15	0.20
15.01—30.00	0.25
30.01—45.00	0.30
>45	0.35

注：

①首先用盐酸—硝酸铵洗液洗涤，较容易洗净、锰等杂质，继用硝酸—硝酸铵洗液洗净氯离子，因为如有氯离子存在，灼烧后的三氧化钨带绿色，不正常。

②外销产品及进厂原料试样，滤液中残存的三氧化钨，用下述方法回收：以氨水中和至刚好析出铁等氢氧化物沉淀，加水至溶液约 200ml，加 10ml 盐酸（1+1），加热至 80~90，在不断搅拌下，加 0.2g 单宁酸，20ml 1% 甲基紫溶液（此时溶液的酸度约为 0.25N）。煮沸，取下，趁热以快速滤纸过滤，用水将沉淀全部移入滤纸上，将滤纸连同沉淀与氨不溶残渣置于 300ml 铁坩埚

中，干燥、灰化后，铵碱熔硫氰酸盐吸光光度法测定其含三氧化钨量。

③驱除铵盐时，电炉应渐渐升高温度，如开始时温度过高，容易发生溅跳，造成损失。