



www.chinatungsten.com

APT 渣化学分析方法 硅含量的测定

Chemical analysis methods for Residue from the Producing of Ammouium
Paratungstate- Determination of Silicon content

(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/GZNFS XXXX《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/GZNFS XXXX的第3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：张文星、谢玲君、刘鸿、申小勤、王露、蔡明玉。

本部分参与起草人：



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com

APT 渣化学分析方法 硅含量的测定

1 范围

T / GZNFS XXXX的本部分规定了APT渣中硅含量的测定方法。

本部分适用于APT渣中硅含量的测定，测定范围（质量分数）：2.00 %～6.50 %。

2 方法原理

试料用焦硫酸钾熔融，用盐酸-草酸混合液浸取过滤后，以氢氧化钠熔融，在草硫混酸介质中，消除磷、砷杂多酸干扰，使硅形成硅钼杂多酸后，抗坏血酸还原，于分光光度计波长650 nm处测量其吸光度，计算硅量。

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 氢氧化钠。

3.2 焦硫酸钾。

3.3 硫酸（ ρ 1.85 g/mL），优级纯。

3.4 氨水，优级纯。

3.5 盐酸（ ρ 1.19 g/mL），优级纯。

3.6 草酸饱和溶液：称取100 g草酸，加400 mL水，加热溶解，放置过夜后使用。

3.7 盐酸-草酸溶液：移取20 mL草酸饱和溶液（3.3），加入5 mL盐酸（1+1），95 mL水混匀。

3.8 盐酸-草酸溶液洗液：称取10 g草酸溶解于1 000 mL 盐酸（1+49）溶液中。

3.9 硫酸（1+1）。

3.10 硫酸（1+35）。

3.11 氨水（1+2）。

3.12 对硝基苯酚乙醇溶液（1 g/L）。

3.13 钼酸铵溶液（50 g/L）。

3.14 草-硫混酸：称取10 g 草酸溶于500 mL硫酸（1+3）中。

3.15 抗坏血酸溶液（20 g/L），用时现配。

3.16 硅标准贮存溶液：称取0.428 0 g纯二氧化硅[$w(\text{SiO}_2) \geq 99.9\%$ ，经950 °C灼烧30 min]置于预先盛有5 g无水碳酸钠的铂坩埚中，混匀后，再履盖1 g无水碳酸钠，于900 °C～950 °C高温熔融30 min，稍冷，将坩埚外部用水吹洗干净后置于300 mL塑料烧杯中，加80 mL热水浸出，洗净坩埚，冷却，移入200 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg硅。

3.17 硅标准溶液：移取2.00 mL硅标准贮存溶液（3.16）置于100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含20 μg 硅。

4 仪器设备

4.1 分析天平：感量0.000 1 g。

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

称取试样（5）0.1 g，精确至0.000 1 g。

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）置于预先盛有已加热除去水分的4 g焦硫酸钾（3.2）的30 mL瓷坩埚中，再覆盖1 g焦硫酸钾（3.2），在电炉上加热至冒白烟，摇动坩埚使试料散开，于780 ℃~800 ℃熔融10 min，取出，冷却。

6.4.2 将坩埚置于250 mL烧杯中，加入120 mL盐酸-草酸溶液（3.7），微热至溶解完全，以水洗出坩埚。

6.4.3 用中速定量滤纸过滤，以热的盐酸-草酸洗液（3.8）洗涤烧杯及沉淀各3~5次，再用热水洗涤沉淀3次，将沉淀同滤纸置于镍坩埚中，电炉上烘干，灰化，冷却后加入4 g氢氧化钠（3.1），电炉上除水分后使其熔化，于750 ℃熔融15 min，取出，稍冷。

6.4.4 将坩埚外部用水吹洗干净后放入250 mL塑料烧杯中，加入80 mL热水，缓慢加入10 mL硫酸（3.9），低温加热，待熔融物浸出后将坩埚洗净，溶液移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.4.5 移取5 mL试液（6.4.4）于50 mL比色管中，加入2~3滴对硝基苯酚乙醇溶液（3.12），用氨水（3.11）调溶液至成黄色，滴加硫酸（3.10）至黄色恰好消失后再过量4 mL，加入5 mL钼酸铵（3.13），混匀，在不低于20 ℃的室温下放置10 min。加入5 mL草-硫混酸（3.14），2.5 mL抗坏血酸溶液（3.15），以水稀释至刻度，混匀，静置显色20 min。

6.4.6 将部分试液（6.4.5）移入1 cm比色皿中，以空白试液（6.3）作参比，于分光光度计波长650 nm处，测量其吸光度。在工作曲线上求出溶液（6.4.5）的硅含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL硅标准溶液（3.17）于6个50 mL比色管中，以下按6.4.5操作。

6.5.2 将部分试液（6.5.1）移入1 cm比色皿中，以试剂空白作参比，于分光光度计650 nm处测量其吸光度。以硅含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

硅含量以硅的质量分数 $w(\text{Si})$ 计，数值以%表示，按下式计算：

$$w(\text{Si}) = \frac{m_t V_0}{m_0 V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的硅含量, 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) /%
2.65	0.15
5.15	0.25
6.27	0.36

注: 重复性限 (r) 为 $2.8 \times S_r$, S_r 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/%
2.00~3.50	0.20
>3.50~5.50	0.30
>5.50~6.50	0.40

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。