

团 体 标 准



www.chinatungsten.com

APT 渣化学分析方法 三氧化钨含量的测定

Chemical analysis methods for Residue from the Production of Ammouium
Paratungstate- Determination of tungsten trioxide content

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2019 年 07 月 30 日)



www.chinatungsten.com

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1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：邝静、方琦琦、林庆、李智勇、李芬、华娟霞。

本部分参与起草人：



www.chinatungsten.com



www.chinatungsten.com

APT 渣化学分析方法 三氧化钨含量的测定

1 范围

T / GZNFS XXXX的本部分规定了APT渣中钨含量的测定方法。

本部分适用于APT渣中三氧化钨含量的测定，测定范围（质量分数）：1.00 %~3.00 %。

2 方法原理

试料以过氧化钠熔融分解，熔融物用水浸取，使钨与大部分的铁、锰、钙、铜、铋、铌、钽、钴和镍分离，在盐酸介质中，用三氯化钛将钨还原为五价并与硫氰酸盐生成黄色络合物。于分光光度计波长400 nm处测其吸光度。

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 氯化铵。

3.3 硫酸联铵。

3.4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）。

3.5 无水乙醇。

3.6 盐酸（ ρ 1.19 g/mL）。

3.7 三氯化钛溶液（15 %）。

3.8 盐酸（2+3）。

3.9 氢氧化钠溶液（48 g/L）。

3.10 硫氰酸钾溶液（350 g/L）。

3.11 三氯化钛溶液（1 %）：移取2 mL三氯化钛溶液（3.7）于50 mL烧杯中，用盐酸（3.8）稀释至30 mL，混匀（用时现配）。

3.12 三氧化钨标准贮存溶液：称取0.250 0 g三氧化钨[$w(\text{WO}_3) \geq 99.99\%$ ，经800 °C灼烧40 min]，置于250 mL烧杯中，加入50 mL氢氧化钠溶液（3.9），微热分解至清亮，冷却，移入250 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液（3.7）稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含1 mg三氧化钨。

3.13 三氧化钨标准溶液：移取10.00 mL三氧化钨标准贮存溶液（3.12）于100 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液（3.9）稀释至刻度，混匀。贮存于塑料瓶中。此溶液1 mL含0.1 mg三氧化钨。

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0.25 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30 mL铁坩锅中，加5 g过氧化钠，用细玻璃棒搅匀，并以小毛刷扫净玻璃棒（或用小片滤纸拭净，投入坩锅），于750℃熔融10 min~15 min，至红色透明，取出冷却。

6.4.2 将铁坩锅放入预先盛有70 mL温水的250 mL烧杯中，盖上表面皿，待熔块浸出完全，用水洗净表面皿、坩锅及玻璃棒，冷却。将试液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。干滤或静置澄清。

注1: 砷含量高的试样 需在加过氧化钠熔融之前，加0.2 g氯化铵，用玻璃棒搅匀，于300℃~400℃灼烧20 min除砷。

注2: 铜含量高的试样，在浸取时趁热加入0.30 g硫酸联铵。

注3: 钙含量高的试样，在浸取时加入1 g EDTA。

注4: 如浸出液呈现高锰酸盐紫红色或锰酸盐绿色，需加入0.5 mL无水乙醇将锰从高价还原为低价。

6.4.3 移取5.00 mL试液（6.4.2）于50 mL比色管中，加入5 mL氢氧化钠溶液（3.9），加入2.0 mL硫氰酸钾溶液（3.10）混匀，用盐酸（3.8）稀释至40 mL，在不断摇动下缓缓加入1.5 mL三氯化钛溶液（3.11），再用盐酸（3.8）稀释至刻度，混匀，显色20 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400 nm处测量其吸光度。在标准曲线上查出相应的三氧化钨含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL三氧化钨标准溶液（3.13）分别置于一组50 mL容量瓶中，以下按6.4.3进行。

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400 nm处测量其吸光度。以三氧化钨含量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7 分析结果的计算与表述

三氧化钨含量以三氧化钨的质量分数 $w(\text{WO}_3)$ 计，数值以%表示，按下式计算：

$$w(\text{WO}_3) = \frac{m_1 V_0}{m_0 V_1 \times 10^{-3}} \times 100$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的三氧化钨含量，单位为毫克（mg）；

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 ）/%
1.02	0.03
1.69	0.05
2.21	0.09

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/%
1.00~1.50	0.08
>1.50~2.00	0.10
>2.00~3.00	0.15

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。