中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 氯化－钼蓝光度法测定硅量

UDC 669.27:543
.42:546.28

GB 4324.12—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The chlorization－molybdenum blue photometric
method for the determination of silicon content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中硅量的测定。测定范围：0.0005～0.030%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样经氯化分离主体钨，残渣用碳酸钠熔融，以水浸取，于酸性溶液中用酒石酸作络合剂，在草酸－硫酸混合酸中硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸，用正丁醇萃取，以氯化亚锡还原为硅钼蓝，测量其吸光度。

2 试剂与材料

2.1 正丁醇。

2.2 盐酸（1 + 1）。

2.3 盐酸（1 + 3）。

2.4 酒石酸溶液（25%），贮于塑料瓶中。

2.5 钼酸铵溶液（10%），贮于塑料瓶中。

2.6 氯化亚锡溶液（5%）：称取0.5g氯化亚锡（$SnCl_2 \cdot 2H_2O$），置于50ml烧杯中，加入5 ml盐酸（比重1.19），加热溶解，用水稀释至10ml，用时配制。

2.7 草酸－硫酸混合液：150ml草酸溶液（5%）与100ml硫酸（1 + 3）混合，混匀，贮于塑料瓶中。

2.8 碳酸钠溶液（5%），贮于塑料瓶中。

2.9 二次蒸馏水（本方法均用此水）。

2.10 硅标准溶液

2.10.1 称取0.1069g预先经900℃灼烧过的二氧化硅（基准试剂），置于铂坩埚中，加4 g无水碳酸钠，于900～950℃熔融至清亮，冷却，用热水浸出于塑料杯中，洗净铂坩埚，冷却，移入500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100μg硅。贮于塑料瓶中。

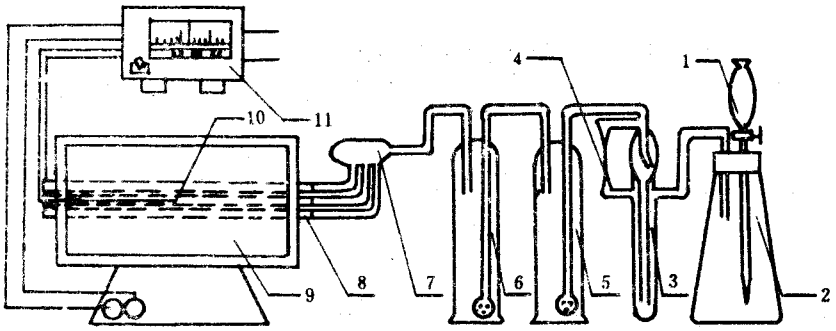
2.10.2 移取25.00ml硅标准溶液（2.11.1），置于500ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含5μg硅。贮于塑料瓶中。

2.11 pH试纸（pH0.50～5.0）。

3 仪器

氯化装置，见下图。

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施



1—漏斗（盛盐酸）；2—氯化氢发生器（盛硫酸）；3—锐孔流量计；4—毛细管；5—缓冲瓶；6—硫酸洗瓶；7—气体分配器；8—石英管（ϕ22mm×2mm×650mm）7支；9—氯化炉；10—热电偶；11—电阻炉温度控制器

4 试样

4.1 钨条应粉碎并通过120目筛网。

4.2 按表1准确称取0.1000～1.000g钨粉、钨条预先于750℃氯化炉的石英管中灼烧氧化成三氧化钨。再按5.4条测定。

4.3 按表1准确称取0.1000～1.000g仲钨酸铵、钨酸先置于石英管口处分解，然后推入600℃高温区煅烧成三氧化钨再按5.4条测定。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

5.2 试样量

按表1称取试样（4.2或4.3）量。

表 1

硅，%	试样量，g
0.0005～0.0030	1.000
>0.0030～0.0070	0.5000
>0.0070～0.010	0.2500
>0.010 ～0.015	0.2000
>0.015 ～0.030	0.1000

5.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样（5.2）均匀铺于铂舟中，推入预先升温至750～780℃氯化炉的石英管高温区，通干燥氯化氢气体，气体流量30ml/min左右（锐孔流量计的流量刻度以氧气用微型转子流量计校正），待氯化完毕后，取出冷却。

5.4.2 加入1 ml碳酸钠溶液（2.8），在红外灯下烘干，然后在900～950℃高温炉中熔融至铂舟红透5 min，取出冷却，用2～3 ml热水浸出熔块，在红外灯下加热5 min，冷却。

5.4.3 将溶液移入125ml分液漏斗中，用盐酸（2.3）调节至pH2.5〔用pH试纸（2.11）检查〕，再过量1 ml，加入2 ml钼酸铵溶液（2.5），用水稀释至15ml，混匀，放置15min。

5.4.4 加入2.5ml酒石酸溶液（2.4）、6 ml草酸－硫酸混合液（2.7）、5 ml盐酸（2.2），每加一种试剂均需混匀。加入13ml正丁醇（2.1），振荡1 min，静置分层，水相移入另一分液漏斗中，再加入6 ml正丁醇（2.1），振荡1 min，静置分层，弃去水相，有机相合并于25ml比色管中，用正丁醇稀释至刻度，混匀。加入2滴氯化亚锡溶液（2.6），混匀。

5.4.5 将部分溶液（5.4.4）移入0.5cm比色皿中，以正丁醇为参比，于分光光度计波长800 nm处测量其吸光度。

5.4.6 减去随同试样所做空白的吸光度。从工作曲线上查出相应的硅量。

5.5 工作曲线的绘制

移取0.00，0.50，1.50，3.00，6.00，9.00ml硅标准溶液（2.10.2）分别置于一组125ml分液漏斗中，加1 ml盐酸（2.3），用水稀释至约10ml，混匀，加2 ml钼酸铵溶液（2.5），用水稀释至15ml，混匀，放置15min。以下按5.4.4～5.4.5款进行，测量其吸光度，减去试剂空白的吸光度。以硅量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算硅的百分含量：

$$Si\ (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的硅量，g；

m——试样量，g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 %

硅　　量	允 许 差
0.0005～0.0015	0.0003
>0.0015～0.0025	0.0005
>0.0025～0.0040	0.0010
>0.004 ～0.009	0.002
>0.009 ～0.012	0.003
>0.012 ～0.018	0.004
>0.018 ～0.030	0.005

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由株洲硬质合金厂起草。

本标准主要起草人韦瑞屏。

自本标准实施之日起，原冶金工业部部标准YB 895—77《钨化学分析方法》作废。