

鎢 的 快 速 重 量 法

宗平璋

以重量法測定高品位鎢的分析方法很多,如辛可宁二次沉淀法、鎢酸銨灼燒法、碳酸鈉燒結法等。鎢酸鈉灼燒法因受貴重鉑金器皿設備的限制,已經不能適應生產發展的要求。為此,我們試驗成功了一種不用鉑金器皿的鎢的快速重量分析法。茲將該法介紹如下:

一、方法提要

礦樣經過氧化鈉熔融後,在鹼性溶液中加入固體氯化銨以分離大部份硅酸,繼在 0.1N 左右的鹽酸溶液內,用辛可宁沉淀鎢酸。本方法適用於 $WO_3 > 2\%$ 的礦樣。

二、需用試劑

1) 固體過氧化鈉; 2) 固體氯化銨; 3) 0.1% 甲基橙, 0.1 克甲基橙溶于 100 毫升水中,過濾後備用; 4) 1:1 鹽酸; 5) 5% 辛可宁溶液, 50 克辛可宁溶于 200 毫升 1:1 鹽酸中,過濾,用水稀釋至 1000 毫升; 6) 0.1% 辛可宁溶液, 1 克辛可宁溶于 200 毫升 1:1 鹽酸中,過濾,用水稀釋至 1000 毫升。

三、分析步驟

稱取 1.25 克礦樣于鐵坩堝內,加入 7 克過氧化鈉,用細玻璃棒攪拌均勻,并用小紙片擦淨玻璃棒,搗成小圓團,置于鐵坩堝內,再加入 3 克過氧化鈉鋪蓋混勻物之表面,熔融至呈紅色均勻流体狀,取出搖動使熔融物粘于鐵坩堝半腰部四周,放冷至室溫。

將鐵坩堝置于盛有 80 毫升冷水之 250 毫升燒杯內蓋好表面皿,待其作用停止後,以熱水沖洗出鐵坩堝至不滑手為度,并以熱水稀釋至約為 120 毫升。

(此時若有高價錳的顏色出現,需加入少許過氧化鈉使高價錳顏色褪去)在 60°C 左右加入固體氯化銨 25 克,充分攪拌二分鐘後,移入 250 毫升容量瓶內,用熱水吹洗淨燒杯,冷卻後,以水稀釋至刻度,充分搖勻。

用雙層定性濾紙干過濾入 100 毫升容量瓶內(此時應注意嚴格控制不使沉淀物混進濾液內,開始濾出之濾液約 5 毫升將容量瓶洗後,棄去。)調整濾液至 100 毫升刻度,傾入 250 毫升干淨燒杯內,用少許水將 100 毫升容量瓶沖洗二次,加入四滴甲基橙指示劑,用 1:1 鹽酸溶液中和至呈紅色,蓋好表面皿,置于電爐上加熱至沸,取下,用熱水吹洗表面皿及燒杯

壁,在不斷攪拌下,徐徐加入 5% 辛可宁溶液 10 毫升,并充分攪拌一分鐘,靜置過夜。

用無灰定量濾紙(加入少許定量紙漿)過濾,(濾畢檢查濾液有否穿過濾紙現象,棄去濾液。)用熱的 0.1% 辛可宁洗液沖洗燒杯二次(尽可能將沉淀物移入漏斗)用定量濾紙角擦淨燒杯壁所粘之沉淀物,再用洗液沖洗淨燒杯二次。(檢查燒杯有無沉淀物粘附)然後用洗液洗滌漏斗內之沉淀物六次,最後用水洗滌一次。

將沉淀物連同濾紙放入瓷坩堝內,于電爐上使濾紙完全灰化,然後再移入馬弗爐內,灼燒至 750°C,取出置于干燥器中,放冷,刷出三氧化鎢稱重。并依下列公式計算結果:

$$WO_3\% = \frac{WO_3 \text{ 重量}}{A \times B} \times 100 \div C$$

式中: A——整份試液的體積(毫升)。

B——稱樣重(克)。

C——試液總體積(毫升)。

四、操作注意事項

1. 為利用硅酸鈉水解應多加攪拌并加熱,因此最好趁鹼性溶液還熱時加入氯化銨,并充分攪拌促使硅酸更多的析出。

2. 干過濾時應嚴格注意不使沉淀物進入濾液內;如有極少量沉淀物混入,也將使結果偏高和造成灼燒後的 WO_3 容易粘瓷坩堝。因此干過濾時勿倒入過多試液,否則沉淀物容易從濾紙的雙層折口處滲透。

3. 為了獲得疏松而顆粒較大之鎢酸沉淀,必須徐徐加入辛可宁沉淀劑并充分攪拌。若停放片刻後見有部分沉淀物懸浮于溶液表面時,仍需繼續再攪拌,直至沉降為止。

4. 鎢與辛可宁之沉淀,必須靜置較長時間溶液才能完全澄清。

對於要求盡快提供結果的樣品也可在流水中冷卻,時時攪拌,冷卻後,靜置 90 分鐘後過濾。

5. 本方法是以鹼直接熔礦,由于中和後溶液中有大量的鈉鹽存在,故必須尽可能將沉淀物洗滌干淨,以免鈉鹽吸附于鎢酸沉淀中,致使產生灼燒之 WO_3 粘附瓷坩堝。

6. 沉淀物在移入馬弗爐內進行高溫灼燒之前,必

須先將濾紙干燥并灰化完全；如濾紙未經灰化或灰化不完全即行灼燒，均易使 WO_3 帶綠色斑點或全部變

成黃綠色。

五、本方法与鉬酸鉍灼燒法結果比較

本 样 方 法 試 驗 分 析 結 果 对 照

試样編號	本 方 法 測 定 結 果 ($WO_3\%$)	鉬酸鉍灼燒法 ($WO_3\%$)	絕對誤差值 $\pm (WO_3\%)$	允許誤差值 $\pm (WO_3\%)$
1	2.58 2.66 } 平均2.61 2.52 2.68 }	2.50	0.11	0.20
2	5.65 5.92 5.58 } 平均5.71 5.88 5.62 5.62 }	5.61	0.10	0.45
3	15.38 15.44 } 平均15.31 15.10 }	15.60	0.29	1.22
4	20.92 21.54 20.80 20.74 } 平均21.03 21.10 20.78 21.32 }	20.74	0.29	1.66
5	13.48 13.46 13.25 } 平均13.43 13.20 13.38 13.80 }	13.34	0.09	1.07
6	65.50 65.44 65.22 } 平均65.22 64.58 65.38 }	65.48	0.26	5.22
7	7.50 7.90 7.55 } 平均7.66 7.50 7.92 7.58 }	7.90	0.24	0.61
8	1.92 2.02 } 平均1.91 1.80 }	1.94	0.03	0.15
9	3.34 3.35 3.38 3.40 } 平均3.40 3.32 3.52 3.52 }	3.44	0.04	0.27
10	19.02 19.18 } 平均19.38 19.42 19.90 }	18.72	0.66	1.49

化 驗 現 場 會 技 術 鑑 定 分 析 結 果 对 照

試样編號	本方法測定 ($WO_3\%$)			鉬酸鉍灼燒法測定 ($WO_3\%$)			絕對誤差值 $\pm (WO_3\%)$	允許誤差值 $\pm (WO_3\%)$
	一	二	平 均	一	二	平 均		
235 A	16.74	16.44	16.59	16.74	16.52	16.63	0.04	1.33
B	5.58	5.32	5.45	5.33	5.17	5.25	0.20	0.42
C	22.20	22.48	22.34	22.28	21.94	22.11	0.23	1.76
D	7.20	7.42	7.31	7.36	7.27	7.32	0.01	0.58
E	3.56	3.62	3.59	3.39	3.38	3.39	0.20	0.27
237 A	8.14	8.62	8.38	9.07	8.95	9.01	0.63	0.67
B	2.58	2.66	2.62	3.13	2.70	2.92	0.30	0.21
206 A	9.40	9.50	9.45	9.54	9.49	9.52	0.07	0.76
B	12.56	12.36	12.46	12.66	12.64	12.65	0.19	0.99
C	30.76	31.14	30.95	30.71	30.68	30.70	0.25	2.45

六、結語：

1. 本方法不需要使用鉑金器皿，能解決勘探隊化驗室因鉑金器皿設備有限而不能大量做鉬重量法生產的關鍵。

2. 直接用過氧化鈉熔礦，可使試樣一次分解完全，省去殘渣比色之全部操作，大大縮短了化驗周期，比鉬酸鉍灼燒法提高工效一倍。

3. 不使用酸類分解樣品，不需氫氟酸除硅，避免了接觸有毒氣體。

4. 全部操作步驟簡化，容易掌握，無需特殊技術要求，方法重現性好。

5. 所需用的試劑少，比鉬酸鉍灼燒法可節約大量鹽酸消耗，成本較低。