

# 银钨接点中钨的比色分析

一一七厂 方 岩

## 一、前 言

银钨接点中钨的测定方法较为少见。银钨接点中含大量银，银的存在干扰钨的测定，若将银转化成氯化银沉淀，再经过滤、洗涤，则手续较烦，且不易过滤完全。本法采用不经过滤氯化银沉淀，直接进行钨的比色测定。

## 二、分析方法

### 1. 方法要点

试样以硫磷混酸、硝酸溶解，用氯化钠沉淀银，消除其干扰。在强酸性溶液中，以氯化亚锡和三氯化钛作还原剂，使钨成五价状态与硫氰酸盐形成硫氰化钨黄色络合物，以此进行比色，测定钨的含量。

### 2. 主要试剂及其制备

(1) 硫磷混酸于500毫升水中，加浓硫酸150毫升，加磷酸300毫升，用水稀释至1000毫升。

(2) 氯化亚锡0.5%，称取氯化亚锡0.5克，溶于50毫升浓盐酸中，用水稀释至100毫升。

(3) 三氯化钛1%，吸取市售的三氯化钛1毫升，置于100毫升容量瓶中，加2毫升浓盐酸，用水稀释至刻度。

(4) 硫氰酸铵：20%。

(5) 氯化钠：20%。

(6) 钨标准液：称取0.04克钨，置于250毫升烧杯中，加40毫升硫磷混酸、2毫升浓硝酸，溶解，继续加热至冒白烟3~5分钟，冷却，移入100毫升量瓶中，用水稀释至刻度。

每毫升含钨0.4毫克。

吸取上述溶液10毫升，置于100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液每毫升含钨0.04毫克。

### 3. 分析步骤

称样0.1克，置于250毫升烧杯中，加硫磷混酸40毫升、浓硝酸2毫升，溶解，继续加热至冒白烟3~5分钟，冷却，移入100毫升量瓶，用氯化钠溶液稀释至刻度，摇匀，静止4小时以上。

不过滤，吸取瓶中上部试样液5毫升，置于50毫升量瓶中；加35毫升氯化亚锡溶液、4毫升硫氰酸铵溶液、1.10毫升三氯化钛溶液，以氯化亚锡溶液稀释至刻度。放置15分钟后，用1~2厘米比色皿，以空白溶液为参比液，于72型分光光度计用420毫微米波长处，测量吸光度。空白溶液：吸取试液5毫升，置于50毫升量瓶中，加氯化亚锡溶液，并用其稀释至刻度。

标准曲线的绘制：

于7只50毫升容量瓶中，依次加入钨标准溶液（每毫升含钨0.04毫克）0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0和6.0毫升，以下按分析方法进行。根据测得的吸光度绘制成标准曲线。

计算：

从标准曲线查得钨的含量。也可采用与试样含量相近的标样换算之。

$$W\% = \frac{A_1 \cdot a}{A_2}$$

式中：a—标样中钨的含量；

A<sub>1</sub>—试样吸光度；

A<sub>2</sub>—标样吸光度。

#### 4. 注意事项

(1) 三氯化钛不能放置过久，一般当天配制。

(2) 也可采用硫氢酸钠进行比色测定。

(3) 含钨量3~20的样品，称0.2克。

含钨量0.1~3的样品，称0.5克。

(4) 钼含量小于1.0%时，因钼的络合物在强还原剂存在下很快退色，故可不考虑其干扰。

(5) 钒干扰使结果偏高，含钒1% $\approx$ 0.19%的钨，可以从结果中减去。

### 三、试验结果与讨论

#### 1. 波长的选择

取含钨2毫克的标准溶液，置于50毫升量瓶中，按分析方法显色，于不同波长处测量吸光度，结果如图1。试验表明，在420毫微米波长处有最大吸收。故本法选用420毫微米为测量波长。

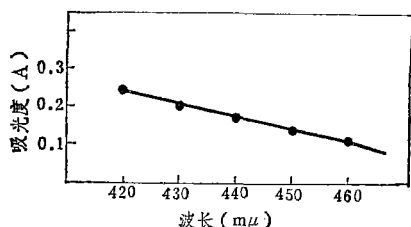


图1 W—NH<sub>4</sub>SCN吸收曲线

#### 2. 硫氰酸铵溶液用量试验

试验方法同前，仅变更硫氰酸铵溶液用量。测得结果示于图2。试验表明，20%硫氰酸铵溶液加入4~6毫升均可。本法选用4毫升。

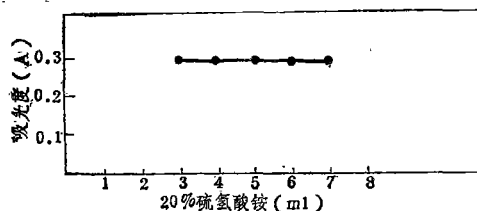


图2 显色剂用量试验

#### 3. 三氯化钛溶液用量试验

试验方法同前，仅变更三氯化钛溶液用量。测得数据示于图3。试验表明，1%三氯化钛溶液加入1.10~1.20毫升均可，本法选用1.10毫升。

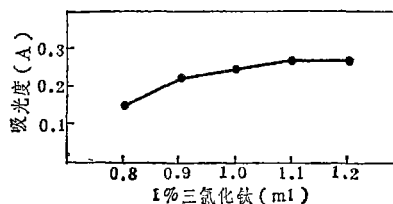


图3 三氯化钛用量试验

#### 4. 显色反应稳定性

显色反应在10~15分钟后稳定，吸光度在40分钟内无明显变化，本法采用15分钟后进行比色。

#### 5. 比耳定律试验

操作与绘制标准曲线相同。绘成的曲线见图4。试验表明，显色时钨浓度在2.0毫克内，符合比耳定律。

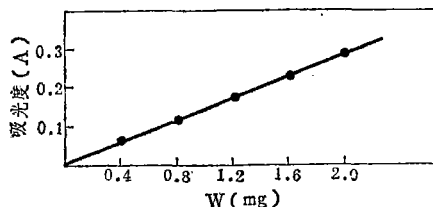


图4 钨的工作曲线

#### 6. 分析结果

样品	W (%)	测得值 (%)	平均值 (%)	误差 (%)	标准偏差 (%)
Ag-W	40.00	39.96(×2)	40.02	+0.02	0.057
		40.09(×2)			
		40.00(×2)			
	20.00	20.04	20.05	+0.05	0.046
		20.05			