

溴邻苯三酚红光度法测定含铬矿石中的钨

广东省地质局第九实验室 辛莉莉

本文在资料^[1]邻苯三酚红(十六烷基三甲基氯化铵)三元络合物在硝酸介质中测定钨的基础上,研究了钨与溴邻苯三酚红(溴代十六烷基三甲基胺)三元络合物的测定条件,提出在硫酸介质中,用溴邻苯三酚红(溴代十六烷基三甲基胺)三元络合物不经分离测定含铬高的矿石中的钨。在盐酸羟胺、EDTA存在下,二十余种阴、阳离子不干扰测定,特别是铬(VI)的允许量可达30倍以上。方法简便快速,其克分子消光系数为 4.8×10^4 。0—200微克 WO_3 /50毫升符合比尔定律。所测络合物组成为:

W:BPR:CTMAB = 1:1:1

实验部分

试剂:

钨标准溶液:称取光谱纯三氧化钨0.0500克于烧杯中,加9%NaOH溶液并加热使完全溶解。冷却。移入1升容量瓶中,用9%NaOH溶液稀释至

刻度,摇匀。此溶液每毫升含三氧化钨50微克。

0.1%溴邻苯三酚红乙醇溶液

溴代十六烷基三甲基胺0.2%;50%乙醇溶液。

EDTA10%中性溶液。

条件试验:试验了钨—溴邻苯三酚红—CTMAB络合物的最大吸收值为595毫微米,该络合物的组成为1:1:1。在50毫升体积内测定0~100微克三氧化钨时,最佳条件为2N硫酸2~5毫升,0.1%溴邻苯三酚红1.5~3.5毫升、2%CTMAB1.5~4毫升。测定100微克三氧化钨时,3毫克 Cr^{6+} ,20毫克 Al^{3+} 、 Si^{4+} 、 Ca^{2+} 、 F^- ,10毫克 Mn^{7+} 、 Zn^{2+} ,50毫克 Mg^{2+} 5毫克 As^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} ,2毫克 Fe^{3+} ,1毫克 Be^{2+} 、 Zr^{4+} ,0.5毫克 UO_2^{2+} 、 Th^{4+} ,以及大量 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 Br^- 、 PO_4^{3-} 均不干扰测定。 Sb^{3+} 、 Sn^{2+} 、 Mo^{3+} 、 V^{5+} 、 Pb^{2+} 、 Ti^{4+} 和 Bi^{2+} 有干扰。

分析手续

取称样品0.05~0.5克于铁坩锅中,加入4克过

氧化钠搅匀, 表面再覆盖一薄层, 放入已升温650~700℃的马弗炉内熔融至透明流体。取出冷却, 放入200毫升烧杯中, 水浸取并煮沸2分钟, 提出坩埚移入100毫升容量瓶, 水稀至刻度, 摇匀。放置澄清或干过滤。

吸取清液10毫升置于50毫升容量瓶中(不足10毫升的用9%氢氧化钠补足10毫升), 加入2N硫酸中和至中性后过量4毫升, 摇匀, 加10%盐酸羟胺2.5毫升、EDTA 1毫升、摇匀, 加溴邻苯三酚红2.5毫升、摇匀, 加CTMAB2毫升, 用水稀至刻度, 摇匀。10分钟后, 于1厘米比色杯在波长595毫微米处, 以试剂空白为参比测定消光值。

标准系列: 取标准三氧化钨25微克、50……微克于50毫升容量瓶中, 用9%氢氧化钠补足10毫升, 与矿样同时进行显色。

分析结果对照

矿样	本法 WO ₃ %	原结果 WO ₃ %
1	0.052	0.054
2	0.154	0.150
3	0.352	0.358
4	0.88	0.84

注: Sb³⁺大于100微克, Sn²⁺大于500微克时, 加完EDTA后, 加2毫升10%酒石酸可掩蔽1毫克锑, 和2毫克锡; 有Mo³⁺和V⁵⁺时在加完EDTA后, 加入1%铜试剂1毫升, 并在1小时内比色完毕。

参 考 文 献

- (1) 四条好雄武内次夫, 分析化学(日) 10, 1341 (1973)。

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF TUNGSTEN IN MINERALS AND ROCKS CONTAINING CHROMIUM WITH BROMOPYROGALLOL RED

Xin Lili

In sulphuric acid medium tungsten forms a ternary complex with bromopyrogallol red and cetyltrimethyl-ammonium bromide. The Beer's law is obeyed for tungsten oxide of 0-200 $\mu\text{g}/50\text{ml}$. By the addition of EDTA and $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ twenty kinds of foreign ions do not interfere and the quantity tolerance for chromium is 30 times that of tungsten.