

文章编号: 0254- 5357(2002)03- 0239- 02

钼酸铵产品中微量钨的催化极谱测定

孙文军, 黄乾权

(河南省地矿厅第一地质调查队实验室, 河南 洛阳 471023)

摘要: 在硫酸- 苯羟乙酸- 辛可宁- 氯酸钾体系中, 催化极谱法测定钼酸铵产品中的微量钨。对 $w(W) = 0.184\%$ 的试样, $RSD(n=7) = 1.0\%$, 标准加入的回收率为 $98.8\% \sim 102.5\%$ 。

关键词: 钼酸铵; 催化极谱; 钨

中图分类号: O614.613; O657.14

文献标识码: B

催化极谱测定地质样品中微量钨的方法已很成熟^[1], 本文将硫酸- 苯羟乙酸- 辛可宁- 氯酸钾催化体系用于钼酸铵产品中微量钨的测定, 结果满意。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

JP- 2 型示波极谱仪。

150 g/L NaOH - 50 g/L KOH 混合溶剂; 9 mol/L H₂SO₄ 溶液; 60 g/L KClO₃ 溶液; 100 g/L 苯羟乙酸溶液; 4 g/L 辛可宁溶液; 0.2 g/L (NH₄)₂MoO₄ 溶液: 称取 0.2000 g (NH₄)₂MoO₄ 溶于 10 mL NaOH - KOH 混合溶剂中, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀。

钨标准储备液: 称取 0.1261 g 光谱纯 WO₃ (750℃烧1h) 溶于 10 mL 100 g/L NaOH 溶液中, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀至刻度, 摇匀。此溶液 $\rho(W) = 100 \text{ mg/L}$: 钨标准工作液(1mg/L) 用钨标准储备液逐级稀释而成, 现用现配。所用试剂均为分析纯。

1.2 实验方法

1.2.1 工作曲线的制作

分别吸取 0.1 2 3 4 5 6 mL 1 mg/L 的 W 标准工作液于 50 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 0.2 g/L (NH₄)₂MoO₄ 溶液, 2.10 mL 9 mol/L H₂SO₄ 溶液, 冷后加入 2 mL 苯羟乙酸溶液, 2 mL 辛可宁溶液, 25 mL KClO₃ 溶液, 用水稀至刻度, 摇匀; 30

min 后于电位 - 0.74 ~ - 0.79 V 处测定 W 的二阶导数波, 绘制工作曲线。

1.2.2 样品分析

称取钼酸铵样品 0.2000 g 于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL NaOH - KOH 混合溶剂, 微热使样品溶解完全, 冷后定容 100 mL, 摇匀。将此溶液稀释 10 倍后, 准确吸取 10 mL 于 50 mL 容量瓶中, 加入 2.10 mL 9 mol/L H₂SO₄ 溶液, 以下同工作曲线的制作。

2 结果与讨论

2.1 混合溶剂用量的选择

由于工业产品钼酸铵的水溶性不好, 水溶液混浊, 直接测定水溶液中的 W 结果严重偏低。本试验用 NaOH - KOH 混合溶剂溶解样品。0.2000 g 工业钼酸铵, 分别加入不同量的混合溶剂, 表 1 结果表明, 混合溶剂的用量小于 0.4 mL 时不能将样品溶解清亮, 0.5 ~ 20 mL 的混合溶剂都可以很好的将样品溶解, 且 W 波稳定。由于混合溶剂用量小于 5 mL 时溶解速度较慢, 所以本文选用 10 mL。

2.2 钼酸铵基体对 W 测定的影响

分取 3 mL 1 mg/L 的 W 标准工作液, 加入不同量的 (NH₄)₂MoO₄ 溶液, 按试验方法测定 W, 测定结果见表 2。从表中数据可以看出, 不同量的基体 (NH₄)₂MoO₄ 对 W 波的影响很小, 但为了使标准系列的介质与试样保持一致, 试验中在标准系列

收稿日期: 2002-01-28; 修订日期: 2002-06-08

作者简介: 孙文军(1970-), 男, 河南孟县人, 工程师, 从事岩矿分析工作。

中加入了与试样同量的 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 溶液。

表1 混合溶剂用量对W波的影响

Table 1 Effect of amount of solvent mixture on wave height of tungsten

$V_{\text{溶剂}}/ \text{mL}$	波高($f \times h$)	$V_{\text{溶剂}}/ \text{mL}$	波高($f \times h$)
0	10×10	5	10×17
0.5	10×17	10	10×17
1	10×17	20	10×17
2.5	10×17		

①为NaOH-KOH混合溶剂。

表2 钼酸铵基体对W波的影响

Table 2 Effect of $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ matrix on wave height of tungsten

m/ mg	波高($f \times h$)	m/ mg	波高($f \times h$)
0	10×14.5	1.5	10×14
0.2	10×14.5	2	10×14
0.5	10×14	3	10×14
1	10×14		

①为加入 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 的质量。

2.3 共存离子的影响

实验表明,与钼酸铵产品可能共存的杂质 PO_4^{3-} 50 μg , As(III), SiO_3^{2-} , Fe^{3+} , Cl^- , Pb^{2+} (各200 μg)均在试验量以下,不影响W的测定。

2.4 酚酞对W波的影响及消除

文献[2]指出酚酞的引入会对W波造成影响,

为消除其影响试验中分取两份溶液,一份用酚酞作指示剂,用9 mol/L H_2SO_4 中和,记下 H_2SO_4 的用量;另一份直接加入中和所用的 H_2SO_4 量以及所需过量的 H_2SO_4 ,不再使用酚酞。本文条件下,9 mol/L H_2SO_4 用量共需2.10 mL。

2.5 方法的精密度

对某一样品进行了7次平行测定,测定结果 $w(\text{W})/\%$ 为0.182、0.182、0.184、0.184、0.186、0.186、0.186,平均值为0.184,相对标准偏差 $\text{RSD}=1.0\%$ 。

2.6 标准回收实验

为考查测定结果的可靠性,进行了W标准加入回收试验,回收率在98.8%~102.5%(表3)。

表3 加标回收试验

Table 3 Results of recovery test for tungsten

$m(\text{W})/\mu\text{g}$			回收率/%
样品值	加标量	测定值	
4.6	2.0	6.65	102.5
	2.0	6.65	102.5
	3.0	7.60	100.0
	3.0	7.60	100.0
	4.0	8.55	98.8

3 参考文献

- [1] 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析(第一分册)[M]. 第3版, 北京:地质出版社, 1991. 383—384.
- [2] 魏启宗. 钨的催化极谱法测定[J]. 分析测试通报, 1984. 3(4): 56—58.

Determination of Micro Amount of Tungsten in Ammonium Molybdate Products by Catalytic Polarography

SUN Wen-jun, HUANG Qian-quan

(Laboratory of First Geological Prospecting Group,
Henan Provincial Geological Bureau, Luoyang 471023, China)

Abstract: In the system of sulfuric acid-phenylglycollic acid-cinchonine-potassium chlorate, micro amount of tungsten in ammonium molybdate products has been determined by catalytic polarography. The recovery of standard addition for tungsten in the sample with $w(\text{W})=0.184\%$ is 98.8%~102.5% with precision of 1.0% RSD ($n=7$).

Key words: ammonium molybdate; catalytic polarography; tungsten