

文章编号: 1003-7837(2005)04-0024-02

氟钽酸钾中铬的测定

伍 尊 中

(肇庆多罗山蓝宝石稀有金属有限公司, 广东 肇庆 526200)

摘 要:用酸溶解 K_2TaF_7 试样, 在 $AgNO_3$ 存在的情况下, 用过硫酸铵将 Cr^{3+} 氧化成 Cr^{6+} , 用二苯硫酰二肼显色, 比色测定, 测定结果稳定, 其回收率为 98%~104%, 可测定样品中的铬低至 0.0002%。本法操作简单, 测定快速。

关键词:氟钽酸钾; 酸溶; 比色

中图分类号: O652.7 **文献标识码:** A

氟钽酸钾是生产钽粉的主要原料, 近年来, 由于对钽粉质量的要求越来越高, 所以对其原料的要求也越来越严, K_2TaF_7 中的铬含量成了必检项目。 K_2TaF_7 中的铬含量很低, 用光谱分析法或原子吸收法测定, 灵敏度达不到要求。以前测定钽铌物料中铬多用碱熔分离主体后, 取清液在 H_2SO_4 介质中, 用二苯碳酰二肼显色, 但结果不稳定, 随着要求 K_2TaF_7 中的铬含量越来越低, 灵敏度也嫌不足。本方法是采用酸溶解试样, 在 $AgNO_3$ 存在的情况下, 用过硫酸铵将铬氧化成 Cr^{6+} , 用二苯碳酰二肼显色, 用分光光度计测定。本法操作简单, 测定快速, 灵敏度高, 可测定低至 0.0002% 的铬。

1 试验方法

1.1 试 剂

HNO_3 (190 g/L); 过硫酸铵 (100 g/L); H_2SO_4 (2mol/L); 二苯碳酰二肼 (2.5 g/L 乙醇溶液); 硼酸 (60 g/L); 硝酸银 (10 g/L); 铬标准液: 1 mL 含 $5\mu g$ Cr, 用 K_2CrO_7 基准物配制。

1.2 试验步骤

称取 0.1000 g K_2TaF_7 置于氟塑料坩埚内, 加 2

滴浓氢氟酸及 3 mL HNO_3 , 加热溶解, 待溶解完全后取下稍冷, 转移到小烧杯中, 立即加 10 mL H_3BO_3 , 1 mL H_2SO_4 , 1 mL 过硫酸铵, 再加 5 滴 $AgNO_3$, 加热煮沸几分钟, 取下冷却, 转移到 25 mL 比色管中, 最后加 0.5 mL 二苯碳酰二肼, 用水定容后比色。

2 试验结果与讨论

试验结果表明, 采用硼酸络合氟, 对于 0.1 g K_2TaF_7 加 10 mL H_3BO_3 足够。

2.1 氧化酸度

试验中对氧化时加 H_2SO_4 0.5 mL, 1 mL, 2 mL 进行了比较, 结果表明, 加入 1 mL H_2SO_4 较好。在显色时, 不用再调整酸度, 直接加显色剂显色。

2.2 过硫酸铵用量及氧化时间

试验中比较了过硫酸铵用量, 确定加 1 mL 100 g/L 过硫酸铵最好。加过硫酸铵后保持煮沸 5 min, 既能氧化完全, 过剩的过硫酸铵又能除尽。如果过硫酸铵加多, 需延长煮沸时间, 钽容易水解; 如果加热时间不足, 显色后有黄色干扰。

2.3 铬标准曲线绘制

取 Cr 标准溶液 0, 0.3, 0.6, 1, 2, 3 μg 于一

系列 25 mL 比色管中,加少量水,然后加 1 mL H_2SO_4 及 0.5~2.5 g/L 二苯碳酰二肼,再加水到 10 mL 刻度,摇匀,稍等片刻,在 540 nm 处,以空白为参比,测吸光度。

对于 10 mL 显色体积,工作曲线在 0~10 μg ,线性良好, K_2TaF_7 中 Cr 通常在 0.0005% 内,灵敏度

完全达到要求。

2.4 试样分析及标准回收

按上述条件,对试样做多次分析和标准加入回收,其结果列于表 1。试验表明,结果稳定,回收率为 98%~104%,可测定铬含量低至 0.0002%。

表 1 试样测定结果及标准回收

Table 1 Results for samples determination and standard recovery

试验号	称样量 /g	标准加入量 / μg	测定结果 / μg	Cr 含量 / $\times 10^{-4} \%$	标准回收率 /%
I-4	0.1000	0	0.21	2.1	98
	0.1000	0.5	0.70		
	0.1008	0	0.21	2.08	102
	0.1008	0.5	0.72		
II-4	0.1006	0	0.20	1.99	100
	0.1006	0.8	1.00		
	0.1008	0	0.21	2.08	98.8
	0.1008	0.8	1.00		
III-4	0.1002	0	0.25	2.5	103
	0.1002	0.6	0.87		
	0.1012	0	0.30	2.96	102
	0.1012	0.6	0.91		
IV-4	0.1105	0	0.42	3.8	98
	0.1105	1.0	1.40		
	0.1015	0	0.44	4.34	98
	0.1015	1.0	1.42		

3 结 论

用过硫酸铵将 Cr^{3+} 氧化成 Cr^{6+} , 控制适合加入

量,该法的测定结果稳定,回收率 98%~104%,可测定样品含铬量低至 0.0002%。本方法操作简单,测定快速,灵敏度高。

Determination of chromium in potassium fluotantalate

WU Zun-zhong

(Duo Luo Shan Sapphire Rare Metal Co. Ltd of Zhaoqing, Zhaoqing 526200, China)

Abstract: The content of Cr in K_2TaF_7 sample is determined by acid solution. With assistance of $AgNO_3$, Cr^{3+} is oxidized Cr^{6+} by using $(NH_4)_2S_2O_8$. Then we do colour testing using $OC(NHNHC_6H_5)_2$ and determine the content of Cr through comparing this colour with the reference colours. Repeated verifications under different conditions prove that the measurement results are steady. The recovery is within the range from 98% to 104%. Minimum content of Cr (0.0002%) can be determined. This method is simple in operation and rapidly in determination.

Key words: potassium fluotantalate; acid solution; colorimetry