

Винахід відноситься до аналітичної хімії, а саме до способів екстракційно-фотометричного визначення вольфраму і може бути використаний для аналізу природних і промислових об'єктів на вміст вольфраму.

Селективних і чутливих реагентів для екстракційно-фотометричного визначення вольфраму нема. Найчастіше використовують спосіб визначення вольфраму у вигляді роданідних комплексів. Комплекси можна екстрагувати органічними розчинниками [1], [2] або стабілізувати гліцерином [3]. Максимальне забарвлення комплексів розвивається при 4 - 10М НСІ або 2 - 5М Н₂SO₄.

Недоліком способу є невисока чутливість і незначна селективність. Визначенню вольфраму заважають молібден, ванадій, мідь, миш'як, стибій, хром, платина, ніобій, кремній. Крім того, комплекс утворюється лише при введенні відновників - ІтСІ₂ або ТіСІ₂. У сильноокислому середовищі можливе відновлення роданіду з утворенням жовтої ізотіоперціанової кислоти, яка заважає визначенню вольфраму.

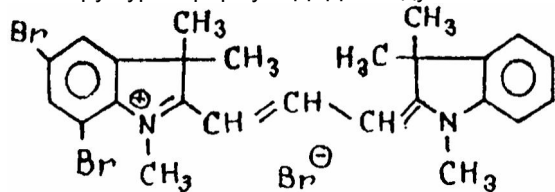
Найбільш близьким по технічній сутності та досягаемому результату до заявляемого є дитіоловий спосіб визначення вольфраму, який полягає в утворенні комплексної сполуки вольфраму з дитіолом в соляно- або сірчанокислому середовищі і подальшому екстрагуванні комплексу хлороформом або бензолом з послідовним фотометруванням органічного шару [4].

Недоліком способу є невисока чутливість і селективність визначення вольфраму. Молярний коефіцієнт світлопоглинання екстрактів комплексу максимальний при 640нм і становить $1,9 \times 10^4$. Визначенню вольфраму заважають Ti³⁺, Ag⁺, Cu²⁺, Ge⁴⁺, Te⁶⁺, Hg²⁺, Au³⁺, Pt⁴⁺, Mo⁶⁺, Re⁷⁺. Необхідною умовою утворення екстрагуємих комплексів є нагрівання на водяній бані в присутності сильних відновників (SnCl₂).

Завданням винаходу є збільшення чутливості і селективності визначення вольфраму.

Поставлене завдання досягається таким чином, що згідно способу екстракційно-фотометричного визначення вольфраму, який включає в себе утворення комплексної сполуки вольфраму з органічною основою в середовищі соляної або сірчаної кислоти, екстракцію його бензолом з послідовним фотометруванням органічного шару, який відрізняється тим, що в якості органічної основи використовують ціаніновий барвник 5,7-ди-бром-диндокарбоціанін (ДБДІК), переведення в комплексну сполуку проводять в соляно- або сірчанокислому середовищі при рН 2 - 4 і концентрації ДБДІК $(0,2 - 1,0) \times 10^{-4}$ М, в присутності 20 - 40об.% диметилформаміду.

Структурна формула ДБДІК слідує:



При таких умовах визначенню вольфраму не заважають лужні та лужно-земельні метали, алюміній, 100-кратні кількості Zn²⁺, Cd²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Ni²⁺, Co²⁺, Cr³⁺, нітратів, хлоридів, 10 - 50-кратні фосфат-, молібдат, перренат-, перхлорат-, хромат- та ванадат-іонів.

Рівновага екстракції комплексу вольфраму досягається за 10 - 15 секунд і забарвлені екстракти стійкі протягом 12 годин. Світлопоглинання екстрактів підлягає закону Бера в інтервалі концентрацій вольфраму 0,1 - 14,8мкг/мл.

Нижче приведено приклади і експериментальні дані (див. балиці 1 - 3), що доказують суттєвість концентрацій іонів водню, барвника і диметилформаміду.

Приклад 1. Вплив кислотності середовища (рН) на оптичну густину (А) екстрактів ІА вольфраму (VI) з ДБДІК (см. табл.1).

Приклад 2. Вплив концентрації ДБДІК (С_{ДБДІК}) на оптичну густину (А) екстрактів ІА вольфраму (VI) з ДБДІК (см. табл.2).

Приклад 3. Вплив концентрації ДМФА (с_{ДМФА}) на оптичну густину (А) екстрактів ІА вольфраму(VI)з ДБДІК(см. табл.3).

По чутливості визначення запропонований спосіб переважає найбільш відомі способи визначення вольфраму (табл.4).

Важлива перевага пропонованого способу полягає і у його високій селективності. Визначення вольфраму можна проводити у присутності лужних та лужноземельних елементів, алюмінію, 100-кратних кількостей Zn²⁺, Cd²⁺, Fe³⁺, Mn²⁺, Ni²⁺, Co²⁺, Cr³⁺, нітратів, хлоридів, 10 - 50-кратних фосфат-, молібдат-, перренат-, перхлорат-, хромат- та ванадат-іонів.

Крім того, при визначенні вольфраму запропонованим способом не потрібно вводити сильні відновники, що суттєво покращує відтворюваність результатів аналізу.

Для експериментальної перевірки пропонованого способу проведено визначення вольфраму в модельних сумішах.

Приклад 4. Визначення вольфраму в модельних сумішах.

У градуйовані пробірки з притертими пробками вносять 2,0мл ДМФА, 0,5мл 1×10^{-3} М розчину ДБДІК, 0,5 - 1,0мл суміші, що містить до 14,8мкг W (VI), 64,0мкг Re (VII), 96,0мкг Mo (VI), 50,0мкг V (V), створюють рН 2 - 4, доводили об'єм дистильованою водою до 5мл. Приливають 5мл бензолу і екстрагують протягом 60 - 90 секунд. Після розділення фаз екстракти відділяють, центрифугують і вимірюють оптичну густину на спектрофотометрі СФ-46 при $\lambda = 564$ нм відносно екстракту "холостого досліджу" в кюветях з товщиною шару 0,5см. Вміст вольфраму знаходили за калібрувальним графіком, побудованим ідентично.

Таким чином, використання пропонованого способу екстракційно-фотометричного визначення вольфраму забезпечує збільшення чутливості і селективності аналізу. Спосіб може бути використаний в заводських, науково-дослідних лабораторіях при аналізі різних вольфрамвміщуючих матеріалів.

Джерела інформації

1. Упор Э., Мохай М., Новак Д. Фотометрические методы определения следов неорганических соединений. - М.: Мир, 1985. - 228с.

2. Бусев А.И., Иванов В.М., Соколова Т.Д. Аналитическая химия вольфрама. - М.: Наука, 1976. - 240с.

3. Авторское свидетельство СССР №1605193, 1990, Бюл. №41.
4. Дитиол. - М.: НИИТЭХИМ, 1970. - 15с. (прототип).

Таблиця 1

pH	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	4,5	5,0	5,5
A	0,00	0,30	0,60	0,75	0,75	0,75	0,65	0,30	0,02

Таблиця 2

Сдбдік $10^{-4}M$	0,02	0,05	0,10	0,20	0,50	1,00	2,00
A	0,10	0,30	0,52	0,75	0,75	0,75	0,75

Таблиця 3

σ_{DMFA} , % (об.)	0	4	10	16	22	28	34	40	46	52	58
A	0,00	0,16	0,38	0,52	0,62	0,70	0,75	0,75	0,61	0,46	0,17

Таблиця 4

Показник	Відомі способи екстракційно-фотометричного визначення вольфраму		Запропонований метод
	з роданідом	з дитіолом (прототип)	
Молярний коефіцієнт світлопоглинання λ_{max} , нм Межа виявлення, мкг/мл	$1,3 \times 10^4$ 407 0,070	$1,9 \times 10^4$ 640 0,050	$3,7 \times 10^4$ 564 0,026