

УДК 546. 77 : 54 – 412

Довженко Д. – ст. гр. 7335 – Б.

Запорізький національний університет

## ВИЗНАЧЕННЯ МОЛІБДЕНУ З РЕАГЕНТОМ УНІТІОЛ

Науковий керівник: к. х. н, ст. викладач Синяєва Н. П.

Молибден має кристалічну ґратку  $\alpha$  – заліза. Радіуси атомів цих елементів близькі між собою. Подібність кристалічних ґраток та близькість радіусів атомів обумовлює добру розчинність молибдену в  $\alpha$  – залізі, нікелі, а саме тому його високу легуючу здатність. Молибден затримує ріст зерна в сплавах при нагріванні, що забезпечує сплав тонку структуру, тому молибденовим сплавам не властива хрупкість після відпуску. Для забезпечення сплавам таких властивостей вміст молибдену суворо регламентують, використовуючи надійні методи контролю.

В аналітичній хімії молибдену важливу роль відіграють комплексні роданіди, що утворюють забарвлені сполуки.

У феромолибдені молибден визначають гравіметричним методом, який є складним і суб'єктивним.

Застосовність кожного з вищенаведених методів обмежується для сплавів інтервалом вмісту молибдену 0,5 – 10% мас., для феромолибдену – від 50 % мас.

Нами запропоновано уніфіковану методику визначення молибдену з високоселективним реагентом унітіол (2,3 – димеркаптосульфонат натрію)  $\text{CH}_2\text{SHCH}(\text{SH})\text{CH}_2\text{SO}_3\text{Na}$ , у 1,5 – 2,5н розчині  $\text{HCl}$ . Унітіол має високу чутливість, селективність і відновлюючі властивості. Це дозволило використати його як відновник, так і як комплексоутворювач при розробці уніфікованої методики в широкому діапазоні вмісту з відділенням елементів, котрі заважають, під час прямого визначення.

Оптимальна оптична густина розчинів при концентрації молибдену  $10^{-4}$  моль/л й унітіолу  $10^{-3}$  моль/л спостерігається при  $\text{pH} \sim 1,5 - 2,5$ .

Крива поглинання сполуки  $\text{Mo}^{5+}$  має  $\lambda_{\text{max}} = 335$  нм, молярний коефіцієнт поглинання становить 7000 ( $\text{pH} = 2$ ). Методом ізомолярних серій встановлено, що  $\text{Mo}^{5+}$  взаємодіє з унітіолом у молярному співвідношенні 1:2 ( $\text{pH} = 2$ ). Вірогідна сполука з унітіолом:  $\text{Mo}_2\text{O}_3(\text{SCH}_2\text{CH}(\text{SH})\text{CH}_2\text{SO}_3\text{Na})_4$ .

Запропоновано два варіанти методики, зокрема, за присутності вольфраму та купруму: після розчинення наважки сплаву в залежності від масових часток елементів, які визначають, в суміші  $\text{HCl}$  ( $d = 1,19$  г/см<sup>3</sup>) та  $\text{HNO}_3$  ( $d = 1,40$  г/см<sup>3</sup>) в співвідношенні 1:3, 1:8, 1:9, додають 20 см<sup>3</sup>  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1), розчин випарюють до сухих солей. Солі розчиняють у 20 см<sup>3</sup>  $\text{H}_2\text{O}$  та додають 30 см<sup>3</sup> 20%-го розчину натрій гідроксиду, переносять у мірну колбу ємністю 250 см<sup>3</sup>, доводять водою до мітки, перемішують; із відповідних аліквотних частин у 1,5 – 2н солянокислий розчин вводять 5 мл 5%-го унітіолу. Через 10 хвилин вимірюють оптичну густину розчину при  $\lambda_{\text{max}} = 365$  нм. Якщо вольфрам та мідь відсутні, то визначення можливе без використання натрій гідроксиду. Визначенню не заважають Ti, Al, Nb, Cr, Ni, V (IV), Fe (II), фторид- та фосфат іони.

Вірність методики доказана порівнянням із стандартизованими методиками. Суттєві статистичні похибки відсутні.

Методика є перспективною для оперативного хімічного аналізу.