

# Лабораторна робота №7

## Визначення Молібдену у формі тіоціанатного комплексу

Ульяницький Олександр

10 червня 2010 р.

### Теоретичні відомості

В кислому середовищі в присутності відновника Молібден взаємодіє з тіоціанатом з утворення помаранчево-червоного тіоціанатного комплексу  $\text{Mo(V)}$  з максимумом поглинання при 470 нм ( $\varepsilon_{\text{max}} = 2,0 \cdot 10^4 \text{ л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ ). В присутності  $\text{Cu(II)}$  реакція прискорюється, а утворений продукт є більш стійким в часі, що позитивно впливає на відтворюваність результатів. Ферум (III) не заважає визначенню молібдену, якщо за умов реакції його відновлення до  $\text{Fe(II)}$  є повним. Визначенню заважають великі кількості V, Co, Cu, Bi. Вольфрам маскують лимонною чи винною кислотами, а Ti — флуоридом. Метод використовують для визначення молібдену методом диференційної спектрофотометрії у вольфрамових сплавах при високому його вмісті.

$$\Delta C = C_i - C_1 \quad (1)$$

$$F_i = \frac{C_i - C_1}{A_i} = \frac{\Delta C_i}{A_i} \quad (2)$$

$$\bar{F} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n F_i \quad (3)$$

$$C_x = \bar{F} \cdot A_x + C_1 \quad (4)$$

### Мета роботи

Фотометричне визначення великих кількостей молібдену у сплаві методом диференційної спектрофотометрії.

### Розчини

1. Натрію молібдат, 0,100 мг/мл Мо. Розчиняють наважку  $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  масою 2,5220 г розчиняють у воді з додаванням до неї 1,00 мл конц.  $\text{HCl}$ . Розчин розбавляють водою в мірній колбі ємністю 1000 мл.
2. Суміш кислот. Змішують 725 мл води, 200 мл концентрованої сульфатної та 50 мл концентрованої хлороводневої кислот.
3. Купрум(II) сульфат, 1 %-ний розчин.
4. Тіосечовина, 5 %-ний розчин.
5.  $\text{KSCN}$ , 25 %-ний розчин.
6. Розчин сплаву з вмістом 0,100 мг/мл Мо.

### Посуд

1. Мірні колби ємністю 25,0 мл (10 шт.) та 50,0 мл (1 шт.).
2. Піпетки з поділками ємністю 1,00, 2,00, 5,00 мл та 10,00 мл.
3. Кювети кварцові або скляні з  $l = 1,0$  (2 шт.).

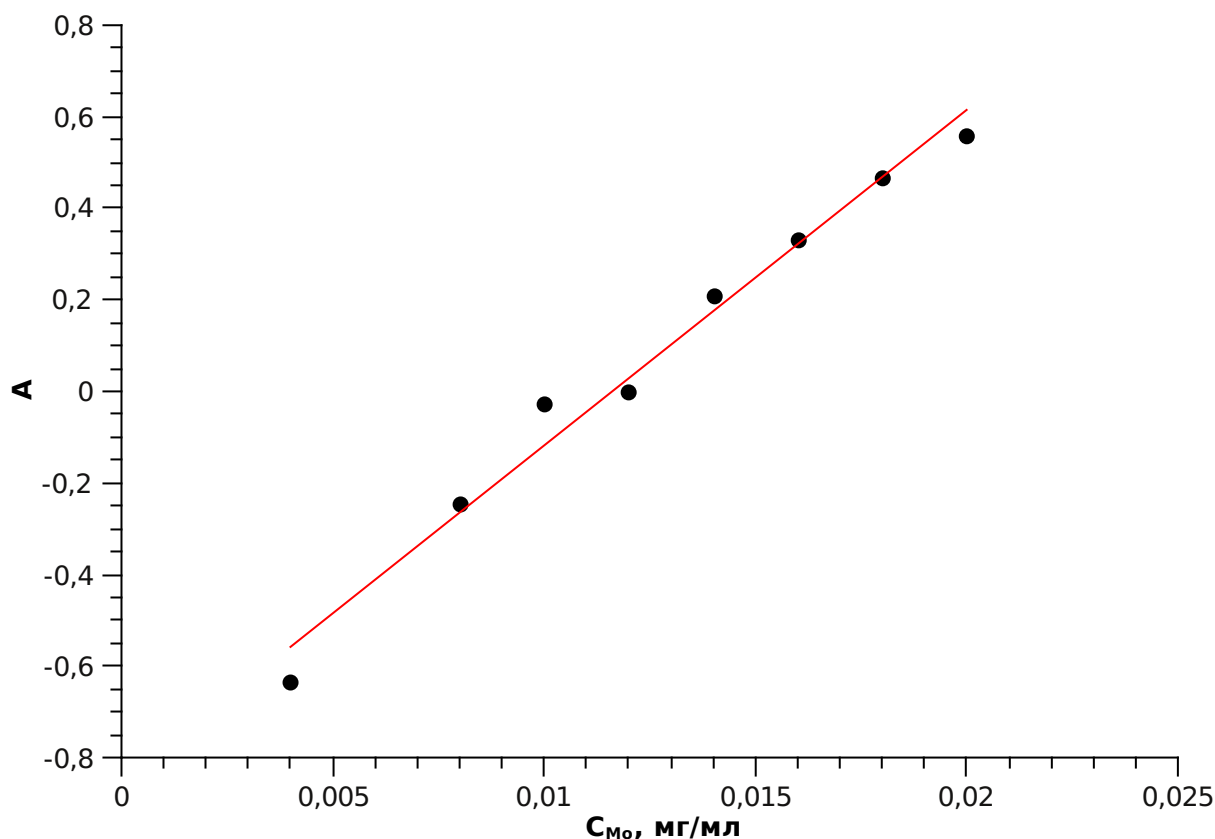


Рис. 1: Градувальний графік для визначення Мо

## Порядок виконання роботи

Готують серію розчинів. Для цього в мірні колби вносять по 1,0, 2,0, 2,5, 3,0, 3,5, 4,0, 4,5, 5,0, мл розчину натрію молібдату, 9,0 мл суміші кислот, 0,25 мл розчину  $\text{CuSO}_4$ , 3,0 мл розчину тіосечовини, 5,0 мл розчину  $\text{KSCN}$ . Вміст колб доводять водою до риски водою, ретельно перемішують та залишають на 30 хв. Вимірюють оптичну густину розчинів при 470 нм (СФ) чи  $\lambda_{\text{еф}} = 490$  нм (ФЕК) одним із описаних нижче способів (за вказівкою викладача).

## Спосіб I

Як розчин порівняння використовують розчин № 4. Результати вимірювань заносять до табл. 1. Із застосуванням комп'ютерної програми Origin (версія 5.0 і вище) будують градувальний графік в координатах  $A_\lambda = f(C_i)$ , мг/мл (рис. 1). Лінеаризують отриману залежність (з використанням наступних опцій у зазначеній програмі: Analysis: Fit Polinomial: Order=1), отримують рівняння ГГ вигляду:

$$A_\lambda = (-8,514 \cdot 10^{-1} \pm 5,517 \cdot 10^{-2}) + (7,332 \cdot 10^1 \pm 4,029) \cdot C_{\text{Мо}}, \text{ мг/мл}, (R^2 = 0,982),$$

де  $\Delta a$  та  $\Delta b$  — похибки розрахунку вільного члена та тангенса кута нахилу прямої відповідно.

Табл. 1: Дані для побудови градувального графіка та розрахунку фактора перерахунку.  $l = 1,0$  см,  $\lambda = 490$  нм

$V$ , мл	$C_i$ , мг/мл	$A$ проти 1	$A$ проти 4	$\Delta C = C_i - C_1$ , мг/мл	$F_i$
1,00	0,004	0,000	-0,632	0,000	—
2,00	0,008	0,371	-0,245	0,004	0,011
2,50	0,010	0,585	-0,025	0,006	0,010
3,00	0,012	0,652	0,000	0,008	0,012
3,50	0,014	0,814	0,208	0,010	0,012
4,00	0,016	0,918	0,331	0,012	0,013
4,50	0,018	1,072	0,469	0,014	0,013
5,00	0,020	1,150	0,561	0,016	0,014

## Спосіб II

Як розчин порівняння використовують розчин № 1. Результати вимірювань заносять до табл. 1. Розраховують значення  $\Delta C_i$ , факторів перерахунку  $F_i$  та його середнє арифметичне значення  $\bar{F}$  за формулами (2), (3) та (4) відповідно. Результати розрахунків заносять до табл. 1.

$$\bar{F} = 0,0121$$

## Визначення молібдену в задачі

Задачу отримують в мірній колбі ємністю 50,0 мл. Розбавляють водою до риски, ретельно перемішують. Відбирають аліквотні частини розчину (по 10,00 мл) в чотири мірні колби, додають всі реактиви, як при побудові градуувального графіка. Через 30 хв. вимірюють оптичну густину розчинів одним з описаних вище способів (за вказівкою викладача). Концентрацію молібдену в розчинах, які фотометрували ( $C_i$ , мг/л), та його вміст в досліджуваному розчині розраховують, як зазначено у варіанті 1. Результати розрахунків заносять до табл. 2. Отримані дані обробляють, як зазначено в розділі Статистична обробка результатів визначення. Результати отримують у формі:  $m(\text{Mo})$ , мг =  $\bar{m} \pm \Delta m$ .

Табл. 2:

A проти 1	A проти 4	$C_{\text{Mo}}$ , мг/мл сп. 2	$C_{\text{Mo}}$ , мг/мл сп. 1
0,931	0,304	0,0153	0,0158
0,940	0,318	0,0154	0,0159
0,920	0,308	0,0151	0,0158
0,922	0,299	0,0152	0,0157

Табл. 3: Статистична обробка значень  $C_{\text{Mo}}$ , мг/мл визначено способом 2.  $n = 4$ ;  $P = 0,95$ ;  $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$ ;  $\varepsilon = 0,90\%$

$x$	$S_x$	$S_r$	$S^2$	$S$	$\Delta x$	$\bar{x}$
0,0151	$4,330 \cdot 10^{-5}$	0,005678	$7,500 \cdot 10^{-9}$	$8,660 \cdot 10^{-5}$	$1,377 \cdot 10^{-4}$	0,0152
0,0152						
0,0153						
0,0154						

Табл. 4: Статистична обробка значень  $C_{\text{Mo}}$ , мг/мл визначено способом 1.  $n = 4$ ;  $P = 0,95$ ;  $t_{P=0,95,n=4} = 3,182$ ;  $\varepsilon = 0,58\%$

$x$	$S_x$	$S_r$	$S^2$	$S$	$\Delta x$	$\bar{x}$
0,0157	$2,886 \cdot 10^{-5}$	0,00365	$3,333 \cdot 10^{-9}$	$5,774 \cdot 10^{-5}$	$9,186 \cdot 10^{-5}$	0,0158
0,0158						
0,0158						
0,0159						

## Висновки

Як сам методи так і два способи мають високу точність визначення.

Маса визначена 1 способом:

$$m(\text{Mo}), \text{ мг} = 189,521 \pm 1,102$$

Маса визначена 2 способом:

$$m(\text{Mo}), \text{ мг} = 182,324 \pm 1,652$$