

НЕОРГАНИЧЕСКАЯ ХИМИЯ

Г. Т. Галфаян, М. А. Инджикян

Применение электролитических методов восстановления
в аналитической химии

Сообщение XI

Качественная реакция на ванадий и молибден

Известно, что при восстановлении растворов, содержащих ванадий и молибден, испытуемый раствор интенсивно окрашивается соединениями низшей валентности. На этом основаны некоторые из существующих качественных реакций на ванадий и молибден. На практике они осуществляются применением в качестве восстановителя хлористого олова, сульфата железа, металлов и т. д. [1].

При изучении условий количественного электровосстановления [2] нами было замечено, что вследствие образования соединений низшей валентности ванадий и молибден окрашивают католит в различные цвета. Это обстоятельство послужило поводом к разработке новой качественной реакции для упомянутых катионов.

Устройство применяемого для этой цели приборчика отличается своей простотой. Он представляет собой стеклянную трубку диаметром 2 см, длиной 8—10 см, на один из открытых концов которой натягивается и закрепляется коллодиевая пленка.

Для приготовления пленки 2—3 мл коллодия наливают на чистую, гладкую стеклянную пластинку. Через несколько минут слой коллодия высыхает полностью, его отделяют от стекла и полученную тонкую пленку привязывают узкой резиновой полоской к одному из концов трубки.

Приготовленный таким образом приборчик может служить долгое время, если только ту часть трубки, где натянута коллодиевая пленка, после употребления хранить под водой.

Для предварительных опытов мы использовали растворы ванадата и молибдата аммония в 10% серной кислоте. Во всех опытах, в качестве анолита также служила 10% серная кислота, налитая в стакан несколько большего диаметра, чем описанная выше трубочка. Сначала было изучено поведение ванадата и молибдата в отдельности, затем при совместном их присутствии. Кроме того, эти опыты были повторены в присутствии других катионов.

1. *Реакция на молибден.* 3 мл раствора молибдата аммония в 10% серной кислоте было налито в трубку для восстановления. После погружения в испытуемый раствор платиновой пластинки или спирали (катод), напряжение в цепи доводилось до 5—6 вольт. При пропускании тока было замечено, что раствор через несколько минут окрашивается в желтый цвет, который далее переходит в оранжево-красный.

Последовательно разбавляя исследуемый раствор 10% серной кислоты и подвергая электровосстановлению, удалось установить, что минимальное количество молибдена, которое еще возможно обнаружить с помощью описанной реакции, равно 0,0001 г в 3 мл раствора.

Присутствие железа, меди, марганца и других металлов не мешает этой реакции на молибден. Если одновременно с молибдатом в испытуемом растворе имеется и медь, то последняя осаждается на катоде. По этой причине восстановление молибдена протекает глубже, и раствор вместо желтого, окрашивается в зеленый цвет.

Аналогичное действие производят серебро и олово в случае, если они одновременно с молибденом содержатся в исследуемом растворе. Описанное явление объясняется тем, что на медном, серебряном и оловянном катоде перенапряжение водорода очень большое, вследствие чего ток идет на восстановление молибдена, причем молибден восстанавливается не до пентавалентного соединения, как на платиновом катоде, а до более низких степеней валентности, в связи с чем раствор окрашивается сначала в желтый, затем в зеленый цвет. Это обстоятельство позволяет проводить восстановление молибдена в присутствии этих металлов, одновременно еще более повышая чувствительность реакций.

2. *Реакция на ванадий.* 3 мл раствора ванадата аммония в 10% серной кислоте помещалось в трубку для восстановления и после погружения в этот раствор платинового катода напряжение проводимого через раствор тока доводилось до 3—4 вольт.

Через 2—3 минуты раствор окрашивался в голубой цвет. Минимальное количество ванадия, которое еще возможно открыть в указанном объеме испытуемого раствора, равно примерно 0,0003 г.

3. *Реакция на ванадий и молибден при совместном их присутствии.* Описываемый метод электровосстановления удобен и тем, что делает возможным открытие ванадия и молибдена при совместном их присутствии. Последнее было показано электровосстановлением раствора, содержащего ванадий и молибден в 10% серной кислоте, током в 5—6 вольт. Сначала восстанавливался ванадий, затем молибден.

По этой причине цвет раствора из голубого переходит в желтый. Добавление нескольких капель раствора меди повышает чувствительность реакции.

4. *Влияние других металлов.* Металлы, соединения низшей валентности которых окрашены, могут мешать предлагаемой реакции

на молибден и ванадий, например титан, вольфрам. Поэтому наше последующее исследование будет посвящено этому вопросу.

Одновременно интересно отметить, что присутствие марганца не мешает реакции на ванадий и молибден. В последнем случае возможно использовать электровосстановление и электроокисление для одновременного быстрого открытия всех трех металлов. Для этого исследуемый раствор следует поместить и в катодит и в анолит и пропустить в течение нескольких минут ток напряжением 5—6 вольт, причем присутствие ванадия и молибдена подтверждается соответствующей окраской катодита, а наличие марганца окраской анолита.

В ы в о д ы

1. Разработана качественная реакция на ванадий и молибден, в основу которой положен процесс электровосстановления.
2. Эту качественную реакцию возможно осуществить при совместном присутствии ванадия и молибдена.
3. Используя процессы электроокисления и электровосстановления, можно за 2—3 минуты в испытуемом растворе установить одновременное присутствие ванадия, молибдена и марганца.

Ереванский политехнический
институт им. К. Маркса

Поступило 8 XII 1954

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Нойес А., Брей В. Качественный анализ редких элементов. ОНТИ, 1936.
2. Галфаян Г. Г. Известия Академии наук Армянской ССР, т. I, № 3 (1948) и т. II, № 3 (1949).

Գ. Յ. Գալֆայան, Մ. Ա. Ինչիկյան

ՎԵՐԱԿԱՆԳՆՄԱՆ ԷԼԵԿՏՐՈԼԻՏԻԿ ՄԵԹՈԴՆԵՐԻ ԿԻՐԱՌՈՒՄԸ ԱՆԱԼԻՏԻԿ ՔԻՄԻԱՅՈՒՄ

Հաղորդում XI. վանադիումի և մոլիբդենի որակական որոշումը

Ա Մ Փ Ո Փ Ո Ւ Մ

Հայտնի է, որ մոլիբդեն և վանադիում իոնները լուծույթում սեղանկային ուժեղ դեմալորվում են՝ ցածր վալենտի միացություններ առաջացնելու հետևանքով: Այս հատկության վրա էլ հիմնված է վանադիումի և մոլիբդենի որակական որոշման մեթոդների մի մասը:

Մեր նախորդ աշխատանքներէջ պարզվել է, որ մոլիբդենի և վանադիումի քանակական որոշման նպատակներով նրանց լուծույթները էլեկ-

որակյան հոսանքով՝ անդուցելիս կատարիւմը, նայած փորձի պայմաններին, նույնպէս ներկայում է տարրեր գույներով: Այս հանգամանքը հիմք ծառայելիք մշակելու մոլորդենի և վանադիումի համատեղ ներկայութեան դեպքում նրանց որակական որոշման մի նոր եղանակ: Այս նպատակի համար որպէս անդուցիչ միջոց, կիրառվում է էթիլարախան հոսանքը,