

Фотометрическое определение молибдена по каталитическому действию на реакцию окисления иодид-иона перекисью водорода

© Працкова*⁺ Светлана Евгеньевна и Сиренко Оксана Евгеньевна

Кафедра аналитической и физической химии. Челябинский государственный университет.

ул. Бр. Кашириных, 129. г. Челябинск, 454001. Россия.

Тел.: (351) 99-70-64. E-mail: se_pratskova@mail.ru

*Ведущий направление; ⁺Поддерживающий переписку

Ключевые слова: фотометрическое определение, кинетические методы анализа, молибден, сплавы молибдена.

Аннотация

Молибден – один из основных упрочняющих легирующих элементов в жаропрочных сталях. Под влиянием легирования молибденом, даже при сравнительно незначительных его количествах (примерно 0.5%), существенно возрастает кратковременная и длительная прочность конструкционной стали при повышенных температурах нагрева. Предложена методика кинетического определения молибдена (VI) по каталитическому действию на реакцию окисления иодид-иона перекисью водорода. Скорость реакции определяется по концентрации иода, выделяющегося в единицу времени. Концентрацию иода определяют по изменению оптической плотности раствора, в котором содержится крахмал. Реакция протекает с индукционным периодом, продолжительность которого находится в обратной зависимости от концентрации катализатора. Подобраны оптимальные условия реакции: $1.2 \cdot 10^{-3}$ М пероксида водорода, $2 \cdot 10^{-2}$ М иодида калия, 0.1 М соляной кислоты или 0.01 М раствор серной кислоты, $\lambda = 580$ нм, $l = 0.5$ см. Для построения градуировочного графика требуется воспользоваться методом тангенсов, предварительно сняв кинетические зависимости оптической плотности от времени. График линейен в области концентраций молибдена от 0.02 до 0.1 мкг/см³. Относительное стандартное отклонение 0.002, относительная ошибка 5%. Наибольшее мешающее влияние на определение молибдена оказывают ионы Fe³⁺, W⁶⁺, F⁻. Ионы вольфрама и железа оказывают каталитическое влияние на реакцию окисления иодид-иона перекисью водорода, как и молибден при 33-кратном избытке. Перед проведением анализа железо необходимо связывать в этилендиаминтетраацетатный комплекс. Полученные результаты определения молибдена в сталях имеют удовлетворительные метрологические характеристики. Разработанная методика требует минимального набора реактивов и оборудования, проста в выполнении.