

Литература

1. И.П.Жеребцов, В.П.Лопатинский, С.П.Юдина, З.А.Мичурина. Известия ТПИ, т.257, 1973.
2. В.П.Лопатинский, И.П.Жеребцов, С.П.Юдина, Л.П.Белянина, Известия ТПИ, тот же сб.
3. Р.К.Эйхман, В.О.Лукашевич, Е.А.Силаева. ПОХ, 6, 93, 1939.
4. *Y. G. Coker, S. G. Plant, P. B. Turner. J. Chem. Soc., 110, 1951.*
5. *H. M. Grotta, C. T. Riggle, A. V. Bearse. J. org. Chem., 29, №8, 2474, 1964.*
6. А.Вайсбергер и др. Органические растворители. Изд. ИЛ, М., 1958.

ИССЛЕДОВАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МОЛИБДЕНА МЕТОДОМ
ПОЛЯРОГРАФИИ С НАКОПЛЕНИЕМ

А.А.Каплин, В.Ф.Слипченко, Н.Н.Зубкова

Известно, что методом инверсионной хронопотенциометрии возможно определение 10^{-3} - $5 \cdot 10^{-6}$ М молибдена на ртутном электроде [1-3]. Показано, что введение определенных количеств H_2O_2 (30%) повышает чувствительность определения молибдена [3]. Получены анодные пики Мо (VI) на графитовом электроде методом инверсионной вольтамперометрии [4], однако в этой работе для определения молибдена выбран очень сложный фон.

Нами изучена возможность определения методом ПН микроколичеств молибдена на более простых по составу фонах также с использованием графитового электрода.

Эксперимент выполнен на полярोगрафе ОН-102, скорость изменения потенциала 500 мв/мин. В работе использован электролизер со вставными стаканчиками. Стандартные растворы молибдена готовили из препарата $(NH_4)_2MoO_4$.

Четко выраженные анодные пики Мо (VI) получены на фоне

1,5 мл 0,5 М $(NH_4)_2 SO_4$ и 0,5 мл 0,01 М тр.Б. Условия полярографирования следующие: объем фона 2 мл; время электролиза 5 мин; потенциал электролиза (-1,4) в (нас.к.э.).

Потенциал анодного пика электрорастворения осадка с поверхности графитового электрода равен (-0,14) в (нас.к.э.). Анодные пики молибдена линейно возрастают с увеличением концентрации молибдена (VI) в интервале $(2 \cdot 10^{-8} + 1 \cdot 10^{-5})$ г/мл и могут быть использованы для количественного определения молибдена в растворе. Зависимость максимального тока электроокисления от времени предэлектролиза также линейна.

Изучена зависимость высоты анодного пика Mo (VI) от pH раствора. Максимального значения ток пика достигает при pH (4 + 5). Зависимость максимума анодного тока от потенциала предэлектролиза проходит через максимум при потенциале (-1,3 + -1,4) в (нас.к.э.).

С использованием фона $(NH_4)_2 SO_4$ + тр.Б) нами впервые получены анодные пики Mo на ртутном пленочном электроде. Характер зависимостей анодного тока молибдена от ряда факторов на ртутном и графитовом электродах аналогичен.

Однозначный ответ о природе осадка, образующегося на электроде, сделать пока затруднительно. Однако, как полученные нами, так и литературные данные по электрорастворению молибдена позволяют сделать предварительный вывод о концентрировании молибдена на электроде в виде окисла, и возможно, смеси окислов.

Литература.

1. Lagrange P., Schwing I. P., C. r. Acad. Sci. 263, 848, (1966).
2. Lagrange P., Schwing I. P. Bull. Soc. chem. France, 536 (1968).
3. Lagrange P., Schwing I. P. Analyt. Chem., 43, 1944 (1970), там же, 37, 1939, 1972.
4. Пнев В.В., Попов Г.Н. и Нагарев В.Г. ЖАХ, XXVIII, 2050, 1973.

ВАКУУМНАЯ ЯЧЕЙКА ДЛЯ ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

В.И.Кулешов, Б.С.Шифрис

В настоящее время удаление кислорода из полярографируемых