

Шарипова Г.

СИНТЕЗ СОЛЕЙ МОЛИБДЕНА С ЛИМОННОКИСЛЫМ АММОНИЕМ

G. Sharipova

SYNTHESIS OF MOLYBDENUM SALTS WITH CITRATE AMMONIUM

УДК: 546, 78:543.422(04)

Определена количественная растворимость окиси молибдена и вольфрама в растворах винной, лимонной и яблочной кислот при 25 и 95 °С, и установлены различия растворимости окиси молибдена и вольфрама в указанных оксикислотах.

Кроме этого установлены различия изменения pH среды при растворении окиси молибдена в окси кислотах.

It is certain quantitative solubility oksid molybdenum and tungsten in solutions wine, citric and apple acids at 25 and 95 °C, and it is established distinctions of solubility oksid molybdenum and tungsten in specified oxy acids.

Except for it is established distinctions of change pH environments at dissolution oksid molybdenum in oksid acids.

Учитывая высокую растворимость окиси молибдена в растворах аммонийных солей лимонной кислоты нами изучена возможность синтеза солей молибдена солями аммонийных солей лимонной кислоты. Для синтеза указанных солей были приготовлены 20 и 30%-ные растворы аммонийных солей лимонной кислоты. Затем к готовому раствору добавляли избыток окиси молибдена. Затем раствор с окисью молибдена помещали в предварительно нагретую до 95°С водяную баню и запускали мешалку. Растворение шло 3 часа. Затем раствор быстро отфильтровывали и оставляли фильтрат при комнатной температуре из раствора выпадало кристаллическое вещество, которое отфильтровывали и промывали холодной дистиллированной водой. Выделенный осадок подвергали анализу на содержание молибдена 11/, а водород и углерод определяли элементным анализом. Полученные результаты приведены ниже.

Полученный и отмытый осадок сушили в сушильном шкафу при температуре 105-110°С до постоянного веса. Затем высушенный осадок подвергали химическому анализу известным аналитическому методами %/. кроме того высушенный осадок подвергался элементному анализу. На основании полученных данных рассчитывался состав анализируемого соединения.

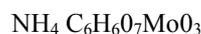
Все выделенные соединения одновременно высушивали до постоянного веса. Затем в них определяли молибден в виде окислов весовым методом, кроме того молибден определялся и объемным методом. На основании полученных данных рассчитано содержание молибдена в данном соединении. Лимонная кислота определялась только объемным методом /1 /. Количество азота определяли по методу Къельдаля, содержание воды находилось по разности.

Ниже приведены результаты анализа синтезированных соединений.

Методика синтеза для всех лимоннокислых аммониев, как одно, двух и трех замещенных, одинакова.

С учетом максимальной растворимости окиси молибдена в растворах указанных аммонийных солей добавлялся избыток окиси молибдена. Ниже приводятся результаты анализов синтезированных соединений.

Количественный состав соединения молибдена с однозамещенным лимоннокислым аммонием следующий:



Найдено: Mo = 35,05%

N₂ = 5,11%

H₃C₆H₄O₇ = 57,74%

H₂O = 12,10%

На основании полученных результатов можно предположить качественный состав полученного соединения:



Mo = 1

N = 1

H₂O = 2

Чтобы написать формулу полученного соединения необходимо определить связь молибдена с лимоннокислым аммонием.

Подобно ранее описанному соединению можно написать количественный и качественный состав полученных соединений с двухзамещенным лимоннокислым аммонием:



Mo = 35,11%

N = 5,58%

H₂O = 14,31%

Состав полученного соединения, по видимому, будет следующим:



Mo = 1

N=2

H₂O = 3

Количественный же состав соединения молибдена с трехзамещенным лимоннокислым аммонием будет следующим:



H₃C₆H₄O₇ = 37,09%

Mo = 34,92%

N = 6,12%

H₂O = 17,99%

Предполагаемый качественный состав этого соединения на основании полученных данных будет таковым:



Таким образом, можно предположить, что растворение окиси молибдена в растворах лимонно-кислого аммония проходит в две стадии. В начале окись молибдена реагирует с образованием молибденовой кислоты по реакции:



Затем образовавшаяся молибденовая кислота растворяется в растворителе и в результате образуются вышеуказанные соединения.

Поведение окис вольфрама резко отличается чем окис молибдена. Потому мы не попытались синтезировать соединение вольфрама. Кроме того

окис вольфрама в растворах аммоний солей лимонной кислоты очень мало растворима. Кроме того установлено, что окис вольфрама очень хорошо растворимо в растворах лимонно кислой натрия. Что бы синтезировать эти соединения вольфрама нам необходимо найти методике определение как вольфрама и так натрия в данном соединении. В настоящее время проводится достаточно точной методике для определения вольфрама. Тогда наличие натрия можно посчитать по разности осадки. При прокаливании выделенного соединения остается остатки в составе которого входит и вольфрама и молибдена.

Литература:

1. А.И. Бусев Аналитическая химия молибдена. Изд. Академии наук. М. 1962.
2. А.Н. Зеликман металлургия редких металлов. М. 1973.
3. Ю.В. Морачевский. Основы аналитической химии редких элементов. М. 1964.
4. А.Н. Зеликман. Молибден. Изд. Металлургия. М. 1970.

Рецензент: д.хим.н., профессор Кыдынов С.М.