

<https://doi.org/10.3176/chem.1981.4.10>

УДК 543.42.546.77.88

Елена ХАЧАТУРЯН, Реез ТАЛКОП

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛИБДЕНА И ВАНАДИЯ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ В АРГИЛЛИТАХ

Jelena HATSATURIAN, Reet TALKOP. MOLÜBDEENI JA VANAADIUMI MÄÄRAMINE PÖLEVKIVIDES AATOM-ABSORPTSIOONIMEETODIL

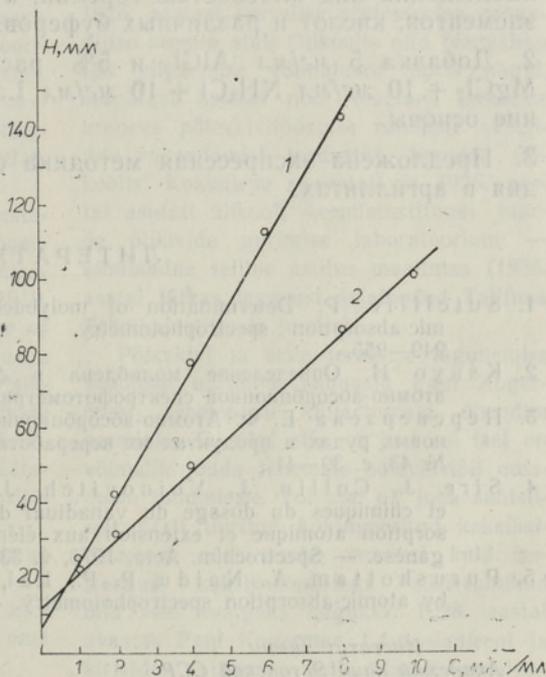
Elena KHACHATURYAN, Reet TALKOP. DETERMINATION OF MOLYBDENUM AND VANADIUM IN SHALES BY ATOMIC-ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

(Представил О. Эйзен)

Настоящее сообщение посвящено вопросу экспрессного определения двух наиболее важных микрокомпонентов аргиллитов (молибдена и ванадия) атомно-абсорбционным методом без отделения сопутствующих элементов (железо, алюминий, титан и др.). Известные [1-4] атомно-абсорбционные методы определения молибдена и ванадия в основном разработаны в отношении объектов, уступающих по сложности аргиллитам. В большинстве случаев предусматривается экстракционное отделение основы или уравнивание калибровочных растворов и растворов проб по основным сопутствующим компонентам [5], что в отношении проб рассматриваемых объектов трудоемко и не всегда надежно. Между тем, величина атомной абсорбции для молибдена и ванадия в сильной степени зависит от суммарного присутствия других компонентов в объекте.

В связи с этим нами было изучено влияние некоторых физических (высота наблюдения, стехиометрический состав пламени) и химических (сопутствующие ионы, кислотность растворов, природа кислоты, буферные добавки) параметров на определение молибдена и ванадия. На основании проведенного исследо-

Калибровочные графики для определения молибдена и ванадия. 1 — ванадий, 2 — молибден.



вания предложены условия прямого определения молибдена и ванадия из одного раствора без предварительного отделения сопутствующих компонентов. Ниже приводится методика определения на приборе «Руче Unicam», модель 1900.

Методика

Навеску пробы (0,5—1,0 г) помещают в платиновую чашку и обжигают в течение 2 ч при $t=500^{\circ}\text{C}$. Далее, добавляют 10 мл $\text{HF}_{\text{конц}}$ и оставляют в таком виде на несколько часов. Затем добавляют 2 мл $\text{H}_2\text{SO}_4_{\text{конц}}$ и нагревают до белых паров. Путем трехкратной обработки водой удаляют F^- . Соли растворяют в 15 мл HCl (1:1), фильтруют в колбу на 50 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой.

В аликвоту раствора добавляют 5 мг/мл AlCl_3 и примерно 5% раствора, содержащего 10 мг/мл MgCl_2 + 10 мг/мл NH_4Cl + 10 мг/мл LaCl_3 и проводят определение молибдена в воздушно-ацетиленовом пламени при следующих условиях: $\lambda=313,3$ нм, ширина щели = 0,1 мм, $S_{\text{возд.}}=4,5$ л/мин, $S_{\text{ацет.}}=1600$ см³/мин, $h_{\text{горелки}}=6,0$ мм.

Определение ванадия выполняется в пламени закис азота—ацетилен: $\lambda=318,3$ нм, ширина щели=0,1 мм, $S_{\text{возд.}}=4,8$ л/мин, $S_{\text{ацет.}}=4000$ см³/мин, $h_{\text{горелки}}=7,0$ мм. Калибровочные растворы молибдена и ванадия, концентрацией 1—10 мкг/мл, готовят ежедневно путем разбавления исходного раствора концентрацией 1 мг/мл бидистиллятом. Растворы пробы и растворы сравнения должны быть уравнены по кислотности. Предел обнаружения молибдена и ванадия соответственно 0,5 мкг/мл и 0,2 мкг/мл.

Выводы

1. Изучено влияние стехиометрического состава пламени и высоты наблюдения над плоскостью горелки, а также влияние сопутствующих элементов, кислот и различных буферов.
2. Добавка 5 мг/мл AlCl_3 и 5% раствора, содержащего 10 мг/мл MgCl_2 + 10 мг/мл NH_4Cl + 10 мг/мл LaCl_3 полностью устраняет влияющие основы.
3. Предложена экспрессная методика определения молибдена и ванадия в агриллитах.

ЛИТЕРАТУРА

1. Sutcliffe, P. Determination of molybdenum in geological materials by atomic-absorption spectrophotometry. — Analyst, 1976, v. 101, N 1209, p. 949—955.
2. Кацуо И. Определение молибдена в флотационных концентратах методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. — РЖХ, 20Г245, 1978.
3. Переверзева Е. Ф. Атомно-абсорбционное определение молибдена в молибденовых рудах и продуктах их переработки. — Науч. тр. НИИ цвет. мет., 1977, № 43, с. 39—41.
4. Sire, J., Collin, J., Voinovitch, J. A. Etude des conditions physiques et chimiques du dosage du vanadium dans les aciers par spectrometrie d'absorption atomique et extension aux éléments: cuivre, chrome, nickel, et manganese. — Spectrochim. Acta, 1978, v. 33B, N 1—2, p. 31—45.
5. Purushottam, A., Naidu, P. P., Lal, S. S. Determination of molybdenum by atomic-absorption spectrophotometry. — Talanta, 1972, v. 19, p. 1193—1198.