

UOT 669.13.001.4

## AMMONIUM MOLİBDATDAN TIOMOLİBDATIN ALINMASI METODUNUN İŞLƏNMƏSİ

B.Rzaev<sup>1</sup>, N.Babayeva<sup>2</sup>

<sup>1</sup>AMEA Naxçıvan Bölməsi, <sup>2</sup>Naxçıvan Dövlət Universiteti  
AZ 7012, Naxçıvan ş., Universitet şəhərciyi; e-mail: aliye.rzaeva@mail.ru

*Ammonium tiomolibdat ammonium molibdat məhluluna ammonium hidrokşidin iştirakı ilə məhluldan hidrogen sulfid buraxmaqla alınmışdır. Birləşmənin çıxımına və təmizliyinə faktorların təsiri öyrənilmişdir. Optimal şəraitdə tiomolibdatın çıxımı 92.93%, təmizliyi isə 97.23% olmuşdur. Ammonium tiomolibdata bir sıra metal ionları ilə təsir etməklə müvafiq tiomolibdat çöküntüləri alınmışdır.*

**Aşar sözlər:** ammonium tiomolibdat, çökdürmə, kimyəvi analiz, termiki parçalanma.

Tiomolibdat turşusunun anionu  $\text{MoS}_4^{2-}$  üzvi əsaslarla və kompleksmələgətirici kationlarla suda həll olmayan birləşmələr əmələ gətirir. Bunlardan  $[\text{Cr}(\text{NH}_3)_5\text{Cl}][\text{MoS}_4]$  birləşməsi  $\text{MoS}_4^{2-}$  anionunun miqdarı təyində istifadə edilir. Eyni zamanda molibdeni digər elementlərdən ayırmaq üçün tioduzların davamlılığının müxtəlif olmasından istifadə olunur [1, s. 9, 15, 162].

Ampula sintez üsulu ilə molibdenin üçlü halkogenidləri  $[\text{M}_n\text{Mo}_6\text{X}_8]$ , M – Ag, Cu, Pb, Sn və b.; X – S, Se, Te;  $1 < n < 4$  alınmışdır. Bu birləşmələr aşağı temperaturda ifrat keçiriciliyə və yüksək maqnit sahəsi yaratmaq xassəsinə malikdirlər [2].

Müəlliflər [3, s.351] xüsusü şəraitdə  $\text{M}_n\text{No}_6\text{X}_{8-m}$  tipli birləşmələr sintez etmişlər. Bunlardan  $\text{Cu}_2\text{Mo}_6\text{S}_8$  tərkibli birləşmə təsirsiz qaz mühitində,  $1000^\circ\text{C}$  temperaturda saxlanmış, sonra  $20^\circ\text{C}$ -ə kimi soyutmaqla kristalları alınmışdır.

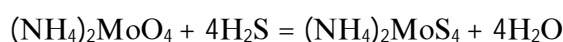
Ədəbiyyat materiallarının təhlili göstərir ki, amonium tiomolibdatın alınma metodikası məlum olsa da onun çıxımı, çıxıma təsir göstərən amillər və birləşmənin tərkibinin dəqiq kimyəvi analizi haqqında məlumata rast gəlinmir. Bu işdə məqsəd amonium tiomolibdatın amonium molibdatdan alınması, onun çıxımına təsir göstərən amillərin öyrənilməsi və birləşmənin tərkibinin kimyəvi analiz etmək qarşıya qoyulmuşdur.

### TƏCRÜBİ HİSSƏ

Amonium tiomolibdatı almaq üçün amonium molibdat məhluluna amonium hidrokşid əlavə edərək otaq temperaturunda hidrogen sulfid buraxılmışdır. Bu zaman məhlulun rəngi saralmış, sonra kərpici-qırmızı rəngə çevrilmişdir. Sulfidin buraxılması davam etdirildikdə tiomolibdatın ilk kristalları alınmağa başlamışdır. Bundan sonra məhluldan 30 dəqiqə müddətində həzin axınla hidrogen sulfidin buraxılması davam etdirilmişdir.

Məhlul  $\text{H}_2\text{S}$ -lə doyduqda amonium tiomolibdatın kristalları ayrılaraq kolbanın dibinə oturur. Alınmış tiomolibdatın kristalları qırmızı lentəli süzgəc kağızından süzülüş, 50 ml soyuq su ilə dekantasiya edilərək süzgəc kağızına keçirilmişdir. Kristallar 50 ml soyuq etil spirti ilə yuyularaq  $60^\circ\text{C}$  temperaturda vakuum altında sabit kütlə alınana kimi qurudulmuşdur.

Amonium tiomolibdatın aşağıdakı reaksiya tənliyi üzrə alınması güman edilir:



Amonium tiomolibdatın çıxımına amonium molibdatın qatılığının təsiri öyrənilmişdir. Müxtəlif qatılıqda amonium molibdat götürülmüş, üzərinə 50 ml 1:1 durulaşdırılmış amonium hidrokşid əlavə

edilmişdir. Məhluldan hidrogen sulfid buraxılmış və alınan amonium tiomolibdat kristalları süzülüb ayrılaraq çəkilmişdir. Təcrübələrin nəticəsi cədvəl 1-də verilmişdir.

**Cədvəl 1.** Amonium tiomolibdatın çıxımına amonium molibdatın qatılığının təsiri

№	Molibdenin məhlulda miqdarı, mq	Məhlulun həcmi, ml	Amonium hidrokسيد 1:1, ml	Amonium tiomolibdat, mq	Amonium tiomolibdatın çıxımı, %
1	50	30	50	1176.7	28.96
2	100	–	–	5117.0	62.98
3	200	–	–	1259.0	77.48

Cədvəldən görünür ki, amonium molibdat məhlulunun qatılığı artdıqca tiomolibdatın çıxımı artaraq 77.48% olur.

Amonium tiomolibdatın alınmasına prosesin aparılma vaxtının təsiri öyrənilmişdir. Təcrübələr aşağıdakı kimi aparılmışdır: amonium molibdat məhlulunda molibdenin miqdarı 1 ml-də 200 mq olmaqla 30 ml məhlul götürülmüş və üzərinə 50 ml 1:1 durulaşdırılmış amonium hidrokسيد əlavə edərək məhluldan hidrogen sulfid buraxılmışdır. Məhlulda amonium tiomolibdatın ilk kristalları alındıqdan sonra kristalların tam ayrılması üçün əlavə olaraq 30 dəqiqə müddətində hidrogen sulfid buraxılmış, sonra kolbanın ağzı bağlanaraq bir neçə saat saxlanmışdır. Kristallar süzülərək ayrılmış və vakuumda 60°C-də qurudularaq çəkilmişdir. Alınan amonium tiomolibdatın kütləsi 15084.6 mq olmuşdur. Bu da nəzəri olaraq alına biləcək maddənin 92.83%-ni təşkil edir. Qeyd etmək lazımdır ki, amonium tiomolibdatın kristalları alındıqdan sonra məhlul 4.0°C-ə qədər soyudularaq üzərinə etil spirti əlavə etməklə çıxımı 96–97%-ə kimi artırmaq mümkündür.

Alınmış amonium tiomolibdatın təmizliyi yoxlanmışdır. Bunun üçün 10-dan artıq nümunə götürüb hər biri 50 ml distillə suyunda həll edilərək qırmızı lentalı süzgeç kağızından süzülüşdür. Süzgecdə həll olmayan maddə qalmışdır. Qalıqın MoS<sub>3</sub> olduğu müəyyən edilmişdir. MoS<sub>3</sub> süzgeclə birlikdə 120°C-də qurudulduqdan sonra 500–550°C temperaturda mufel sobasında yandırılmışdır. Alınan MoO<sub>3</sub> çəkilərək miqdarı təyin edilmişdir. Götürülmüş tiomolibdatın miqdarı 3300.2 mq, həll olmayan maddənin miqdarı isə 91.52 mq olmuşdur. Beləliklə, amonium tiomolibdatın təcrübədə aldığımız nümunədə miqdarı 97.23% təşkil etmişdir.

Alınmış amonium tiomolibdatın tərkibində molibdenin miqdarı təyin edilmişdir. Bunun üçün 500 mq nümunə əvvəlcə nitrat

turşusunda parçalanmış, sonra üzərinə xlorid turşusu əlavə edərək həll edilmişdir. Çöküntü tam həll olduqdan sonra məhlulun üzərinə qatı sulfat turşusu əlavə edərək SO<sub>3</sub>-ün sıx dumanı alınana kimi qızdırılmışdır. Məhlul durulaşdırılaraq 200 ml həcmə çatdırılmışdır. Molibden Pb(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>-la PbMoO<sub>4</sub> formasında çökdürülərək göy lentalı süzgeç kağızından süzülüş və 120°C-də qurudulmuş, mufel sobasında 500–550°C temperaturda közərdilərək çəkilmişdir. Analizin nəticəsi göstərmişdir ki, qurğuşun molibdatda molibdenin miqdarı 46.22 mq-dır.

Əgər alınmış amonium tiomolibdat təmiz olsaydı, onda nəzəri olaraq 500 mq amonium tiomolibdatda 184.32 mq molibden olmalı idi. Məhlulun ümumi həcmi 200 ml olduğundan hər 50 ml-də 46.08 mq molibden olmalıdır. Təcrübə olaraq çəki metodu ilə 46.23 mq molibden tapılmışdır.

Molibden eyni zamanda fotokolorimetrik metodla amonium rodaniddən istifadə edərək təyin olunmuşdur. Məhlulda 184 mq molibden olduğu müəyyən edilmişdir ki, bu da çəki metodu ilə alınan miqdara uyğun gəlir.

Amonium tiomolibdatda MoS<sub>4</sub><sup>2-</sup> ionunu təyin etmək üçün 270 mq (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoS<sub>4</sub> çəkərək 50 ml suda həll edilmiş, süzgeç kağızından süzülüş, süzüntü 100 ml həcmə çatdırılmışdır. Süzgecdə qalan qalıq 7.48 mq MoS<sub>3</sub>-dən ibarət olmuşdur. Həmin məhluldan istifadə edərək MoS<sub>4</sub><sup>2-</sup> ionu [Cr(NH<sub>3</sub>)<sub>5</sub>Cl][MoS<sub>4</sub>] şəklində çökdürülmüşdür. Çöküntü 120°C-də qurudularaq sabit kütləyə gətirilmişdir. Təcrübə nəticəsində 113.141 mq MoS<sub>4</sub><sup>2-</sup> ionu təyin edilmişdir. Bu miqdar da (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoS<sub>4</sub>-ün tərkibinə uyğun gəlir.

Amonium tiomolibdatın termiki parçalanmasını müəyyən etmək üçün 130.2 mq amonium tiomolibdat 150°C temperaturda parçalanmışdır. Parçalanmanın nəticəsi cədvəl 2-də verilmişdir.

Cədvəl 2. Amonium tiomolibdatın zamandan asılı termiki parçalanması

Amonium tiomolibdatın miqdarı, mq	Qızdırılma müddəti, dəq.	Parçalanma zamanı itki, mq	Parçalanmanın miqdarı, %
130.2	10	8.4	24.46
	60	15.2	44.42
	90	19.3	56.65

Cədvəldən göründüyü kimi 10 dəqiqə müddətində 24.46%, 1 saatda 44.42%, 90 dəqiqədə isə 56.65% itki olmuşdur. Bu üsulla amonium tiomolibdatdan təmiz  $\text{MoS}_3$ , eləcə də  $\text{MoO}_3$  almaq mümkündür.

Amonium tiomolibdatdan başlangıç maddə kimi istifadə edərək bir sıra əlvan və ağır metalların tiobirləşmələrinin alınması istiqamə-

tində axtarışlar aparılmışdır. Bu məqsədlə amonium tiomolibdatın  $2.6 \cdot 10^{-1}$  və  $1.3 \cdot 10^{-1}$  mol məhlullarından istifadə edilmişdir. Tiomolibdat məhluluna müvafiq elementlərin duz məhlulları ilə təsir edilmişdir. Müəyyən olunmuşdur ki,  $\text{Cu(I,II)}$ ,  $\text{Ag}$ ,  $\text{Tl(I)}$  ionları amonium tiomolibdatla müxtəlif rəngli, xarakterik çöküntülər əmələ gətirirlər.

### ƏDƏBİYYAT

1. Бусев Ф.И. Аналитическая химия молибдена. Москва: изд. АН СССР. 1962. 302 с.
2. Синтез композиционного соединения. Пат. Япония. №6048043. 1987.
3. Химический энциклопедический словарь. Москва: Советская энциклопедия. 1983. 490 с.

### РАЗРАБОТКА МЕТОДА ПОЛУЧЕНИЯ ТИМОЛИБДАТА ИЗ МОЛИБДАТА АММОНИЯ

*Б.Рзаев, Н.Бабаева*

*Тиомolibдат аммония получен пропусканьем сероводорода в присутствии гидроокиси аммония через раствор молибдата аммония. Изучены факторы, влияющие на выход и чистоту тиомolibдата аммония. В оптимальных условиях получен тиомolibдат с выходом 92.93% и чистотой 97.23%. Действием ионов ряда металлов на тиомolibдат аммония получены соответствующие тиомolibдаты.*

**Ключевые слова:** *тиомolibдат аммония, осаждение, химический анализ, термическое разложение.*

### DEVELOPMENT OF THE METHOD OF OBTAINING TIOMOLIBDATE FROM MOLIBDATE OF AMMONIUM

*B.Rzayev, N.Babayeva*

*Ammonium tiomolibdate has been obtained by passing hydrogen sulphide through a solution of ammonium molibdate in the presence of ammonium hydroxide. Factors influencing efficiency and purity of ammonium tiomolibdate have been examined. Tiomolibdate of ammonium with efficiency of 92.83% and purity of 97.23% has been obtained under optimal conditions. Appropriate ammonium tiomolibdates have been obtained through affecting ions of some metals on tiomolibdate.*

**Keywords:** *ammonium tiomolibdate, precipitation, chemical analysis, thermal decomposition.*

*Redaksiyaya daxil olub 14.09.2012.*