

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕЛЛУРА ВОССТАНОВЛЕНИЕМ ЕГО ГАЛАКТОЗОЙ

Е. С. НОВИКОВА, Т. С. ГУРНИЦКАЯ

(Представлена семинаром кафедры общей и неорганической химии)

Если теллур в исследуемом веществе содержится в достаточно больших количествах, наиболее удобными количественными методами его определения являются методы весового и объемного анализа.

Определение теллура методом объемного анализа сводится к окислению теллуриг-иона подходящим окислителем. В литературе существуют сведения об окислении теллуриг-иона бихроматом калия [1], перманганатом калия [2], периодатом калия [3], а также об окислении элементарного теллура до теллуриг-иона [4].



Этот последний метод окисления элементарного теллура бихроматом калия с последующим определением его избытка имеет ряд преимуществ, но тем не менее сопряжен с трудностями предварительного выделения элементарного теллура из смеси его с другими элементами. Особенно большую трудность составляет отделение теллура от селена.

Обычно теллуриды и селениды могут быть разделены:

а) действием аммиака в присутствии достаточных количеств ионов трехвалентного железа [5, 6];

б) восстановлением селенита до свободного селена сернистым газом в крепком растворе соляной кислоты (8—10 н.);

в) отгонкой бромистого селена из кислого раствора, содержащего HBr и Br_2 ;

г) кипячением слабощелочного раствора с молочным сахаром в присутствии винной кислоты и достаточного количества сульфата натрия [7];

д) действием тиомочевины [8];

е) ионообменными смолами.

Каждая из этих операций требует большого количества времени, что удлиняет и без того продолжительное определение. При выполнении данной работы ставилась цель: во-первых, выяснить влияние некоторых органических восстановителей на теллуриг-ион, во-вторых, найти возможность одновременного отделения селена при восстановлении теллуриг-иона. В связи с этим было проверено восстановительное действие на теллуриг-ион и селенид-ион сахарозы инвертированной, сахарозы неинвертированной, галактозы, глюкозы, рафинозы, формальдегида, ацетальдегида, бензальдегида, маннита и пирогаллола.

Экспериментальная часть

Исследуемый раствор, содержащий теллурид или селенит ионы, нейтрализовался по фенолфталеину раствором едкого натра, после чего создавалась щелочная среда добавлением небольшого избытка (6—7 капель) 40%-ного раствора NaOH. К полученному щелочному раствору добавлялось достаточное количество (5 мл 0,5 М) водного раствора восстановителя. Реакционная смесь разбавлялась водой до общего объема ≈ 30 —40 мл, нагревалась до кипения, — после чего кипятилась около 10 минут.

Для лучшего формирования осадка во время кипячения раствор перемешивался вращательными движениями колбочки. Раствор с осадком охлаждался и фильтровался под вакуумом через воронку с пористым дном (№ 4) или обычную воронку с асбестовым тампоном.

Отфильтрованный осадок промывался горячим 2%-ным раствором сернистой кислоты 3—4 раза декатацией и столько же раз на фильтре.

Свежеосажденный теллур довольно легко растворяется в смеси бихромата калия и разбавленной серной кислоты, поэтому в колбу, где раньше производилось восстановление теллура, переносился промытый осадок вместе с асбестовым тампоном и через освобожденную воронку, чтобы растворить следы осадка на ее стенках, приливалось 20 мл 0,1 н. раствора $K_2Cr_2O_7$ и 20 мл 2н. H_2SO_4 .

Чтобы ускорить растворение осадка, раствор подогревался до 60—70° С.

После растворения всего теллура к охлажденному раствору добавлялся избыток соли Мора 20 мл 0,1 н., 5 мл ортофосфорной кислоты 1 : 1 и разбавлялся водой до общего объема 100—150 мл. Избыток соли Мора оттитровывался 0,1 н. раствором бихромата калия в присутствии дифениламина.

Вычисления производились по формуле:

$$Te = \frac{21,27 (n.K_2Cr_2O_7 \cdot VK_2Cr_2O_7 - n.соли Мора \cdot Vсоли Мора)}{1000}$$

Анализ полученных данных восстановления теллура и селена различными восстановителями в щелочной среде позволяет сделать вывод, что количественно выделить элементарный теллур в этих условиях можно только галактозой и глюкозой, а незначительные добавки (0,2 г Na_2SO_3) удерживают селен в растворе. Сахароза инвертированная и неинвертированная, а также рафиноза восстанавливают теллурид на 50—60%, селенит — на 10%. Формальдегид, уксусный альдегид и бензальдегид восстанавливают теллурид — 10—15%, селенит — следы. Маннит и пирогаллол выделяют в осадок только следы теллура и селена.

Выводы

Предложен метод количественного определения теллура восстановлением галактозой.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Вгаунер, G. Chem. Soc. 59, 62, London, (1891).
2. J. T. Schenk and B. L. Browing. G. Am Soc. 48, 2550, New-York, (1926).
3. В. С. Сырокамский, Р. Н. Князева. Заводская лаборатория, 16, 1041—1044, 1950.
4. И. П. Онуфриенок, В. М. Аксененко. Ж. аналит. химии. 14, № 5, 638, 1959.
5. В. К. Замель. Зав. лаб. 5, 1438, М., 1936.
6. Т. Л. Покровская. Зав. лаб. 7, 1, М., 1938.
7. В. П. Гладышев. Зав. лаб. 24, № 3, 375—378, М., 1958.