

**ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЕ ВЫДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТАРНОГО
СЕЛЕНА И ТЕЛЛУРА ИЗ РАСТВОРА ИХ СОЛЕЙ**

И. П. ОНУФРИЕНОК, Е. С. НОВИКОВА

(Представлена семинаром кафедр неорганической химии ХТФ)

Как показали исследования действия различных восстановителей (сахарозы, рафинозы, галактозы, глюкозы и др.) на соли селена (IV) и теллура (IV), галактоза и глюкоза из горячих щелочных растворов восстанавливают количественно только теллур. Добавление небольших количеств сернистокислото натрия предотвращает соосаждение селена с теллуrom. Кроме того, полного отделения селена от теллура при восстановлении можно достичь, если горячий раствор с осадком теллура, после восстановления галактозой, фильтровать через воронку для горячего фильтрования и промывать горячим 1%-ным раствором сернистокислото натрия. Эта особенность была использована нами для последовательного выделения селена и теллура с целью их количественного определения.

Экспериментальная часть

20 мл стандартного раствора, содержащего 0,01901 г селена и 0,02250 г теллура, подщелачивается раствором едкого натра, добавляется около 0,2 г сернистокислото натрия и 5 мл 0,5 М раствора галактозы. Полученный раствор нагревается и кипятится в течение 7—10 мин. Для лучшего формирования осадка раствор перемешивается вращательным движением колбочки. Образовавшийся осадок промывается 3—4 раза декантацией, 3—4 раза на фильтре горячим 1%-ным раствором сернистокислото натрия и 3—4 раза горячей водой. Осадок элементарного теллура растворяют в смеси бихромата калия и серной кислоты для дальнейшего количественного определения его объемным методом [1]. В фильтрате после отделения теллура определяют селен. Для этого раствор, содержащий селен, подкисляют концентрированной соляной кислотой так, чтобы раствор стал 6 н. Кислый раствор нагревают до 50—60°С и в несколько приемов в течение 10 мин, продолжая нагревать, добавляют до насыщения раствора твердый сернистокислый натрий. При этом элементарный селен выделяется в осадок в виде красной модификации, но тем не менее он хорошо отфильтровывается через стеклянный фильтр 4. Колбу, где производилось осаждение селена, и осадок на фильтре промывают 3—4 раза холодным 2%-ным раствором сернистокислото натрия и 3—4 раза водой.

Промытый осадок растворяют на фильтре горячей азотной концентрированной кислотой, добавляя на фильтр немного твердого NaNO_2 . Фильтрат собирается в колбу, где производилось восстановление селена.

Фильтрат споласкивается несколько раз 2 н. азотной кислотой. Чтобы ускорить растворение селена, колбу с раствором и осадком осторожно нагревают. После растворения селена содержимое колбы охлаждают под краном, добавляют 5—6 мл концентрированной серной кислоты и осторожно нагревая, вываривают раствор до появления паров SO_2 . Раствор снова охлаждают, разбавляют водой до 40—50 мл и добавляют около 1 г иодида калия, после чего колбу закрывают часовым стеклом и оставляют в темном месте на 5—10 мин. В соответствии с содержанием селена в растворе выделяется эквивалентное количество свободного йода, который оттитровывается раствором тиосульфата натрия.

Выводы

Предложен метод количественного определения селена и теллура, основанный на последовательном выделении их из раствора солей.

ЛИТЕРАТУРА

1. И. П. Онуфриенок, В. М. Аксененко. Журнал аналитической химии, XIV, 5, стр. 638, 1959.
-