

## ВОССТАНОВЛЕНИЕ СЕЛЕНА (IV) И ТЕЛЛУРА (IV) ПИРОГАЛЛОЛОМ В СЕРНОКИСЛОЙ СРЕДЕ

Е. С. НОВИКОВА, А. Н. МОСКАЛЬЧУК

(Представлена семинаром кафедр неорганической химии ХТФ)

Технические сплавы селена и теллура содержат большие количества свинца и сурьмы, поэтому для приложения к техническим сплавам метода количественного определения селена и теллура восстановлением их до металлов необходимо было выяснить влияние примесей указанных выше металлов.

Как показали исследования, при большом содержании свинца в растворе количественное восстановление теллура и селена методом, предложенным И. П. Онуфриенко [1], невозможно. Это объясняется тем, что для удержания в растворе больших количеств свинца требуется большое количество щелочи, а это приводит к неполному осаждению селена и теллура. Если щелочь взята в небольшом избытке, свинец образует студенистый осадок, препятствующий отделению восстановленных селена и теллура. Эти обстоятельства потребовали: во-первых, предварительно отделять свинец действием серной кислоты [2]; во-вторых, для сокращения расхода реактивов и времени на производство анализа повести поиски восстановителя в кислой среде; в-третьих, уточнить оптимальные условия действия этого восстановителя.

Исследование большого количества различных восстановителей показали, что один из представителей ряда фенолов — пирогаллол при восстановлении селена (IV) и теллура (IV) в сернокислом растворе дает количественный выход селена и теллура. Механизм восстановления пирогаллолом в сернокислой среде не выяснен. Этот вопрос может служить темой самостоятельного исследования. Специально поставленные опыты показали, что присутствие в сернокислом растворе сурьмы не искажает результаты восстановления селена и теллура. Выяснение оптимальных условий восстановления селена (IV) и теллура (IV) пирогаллолом в сернокислой среде проводилось на стандартных растворах.

### Приготовление стандартных растворов

Навеску металлического теллура 0,1000 г вносят в стаканчик, на 25—50 мл закрывающийся часовым стеклом, смачивают несколькими каплями воды, прибавляют 15 капель концентрированной азотной кислоты, столько же концентрированной соляной кислоты и слабо нагревают до полного растворения металла. Затем споласкивают часовое стекло водой, смывая капельки разбрызгавшейся кислоты в стаканчик, где производилось растворение, приливают туда же 2,5 мл серной кислоты (1 : 1) и нагревают на водяной бане до удаления азотной и соляной кислот. При выпаривании в осадок выделяется  $\text{TeO}_2$  и некоторое количество теллуристой кислоты. Чтобы перевести их в раствор, добавляют 2—3 мл воды и снова нагревают до растворения осадка. Содержимое стаканчика количественно переносят в мерную колбу на 500 мл, при-

ливают еще 2,5 мл серной кислоты (1:1), разбавляют водой до метки и перемешивают. Стандартный раствор селена готовят аналогично.

### Восстановление селена и теллура пирогаллолом

10 мл стандартного раствора помещают в коническую колбочку на 150 мл, туда же добавляют приблизительно один грамм пирогаллола и 4 мл концентрированной серной кислоты.

При восстановлении теллур обнаруживает большую склонность к образованию коллоидных растворов. Это может значительно исказить результаты определения. Чтобы предотвратить образование коллоидного раствора металлического теллура, необходимо восстановление его производить, умеренно нагревая. Приготовленную смесь нагревают осторожно до температуры, близкой к температуре кипения раствора, и поддерживают в таком состоянии в течение 6—10 мин, после чего дают раствору вскипеть. В процессе нагревания содержимое колбочки перемешивают вращательным движением. В этих условиях осадок элементарного селена и теллура формируется, превращаясь в более удобную для фильтрования крупнозернистую форму. Раствор с осадком, не охлаждая, фильтруют под вакуумом через воронку с асбестовым тампоном, промывают 3—4 раза декантацией и 3—4 раза на фильтре горячим 2%-ным раствором сернокислого натрия. Промытый осадок вместе с асбестовым тампоном, столбик стекловаты остается в носике воронки, извлекается из воронки стеклянной палочкой и помещается в колбочку, где производилось восстановление.

В ту же колбочку через воронку, чтобы растворить следы восстановленного селена или теллура на ее поверхности, прилить 2 мл концентрированной серной кислоты и 10 мл титрованного раствора бихромата калия. Когда из воронки стекнут последние капли смеси серной кислоты и бихромата калия, споласкивают воронку несколько раз небольшими порциями воды, собирая промывную жидкость в ту же колбочку. Раствор с осадком нагревают для полного растворения осадка, охлаждают, приливают 20 мл 0,1 н. раствора соли Мора и определяют избыток восстановителя титрованием раствора 0,1 н. раствором бихромата калия. Вычисление количеств селена и теллура производится по формулам

$$\text{Te}_2 = \frac{21,27 (\text{H}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} - \text{H}_{\text{с.Мора}} \cdot V_{\text{с.Мора}})}{1000},$$
$$\text{Se}_2 = \frac{19,74 (\text{H}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} - \text{H}_{\text{с.Мора}} \cdot V_{\text{с.Мора}})}{1000}.$$

Проводя количественные определения Se и Te в свинцовом сплаве, рекомендуется после разложения сплава в винной и азотной кислотах свинец выделять из раствора осаждением серной кислоты (1:3) при кипячении и перемешивании до видимой полноты осаждения [2]. Осадок сернокислого свинца отфильтровывается через тампон из стеклянной ваты с асбестом и промывается 2%-ным раствором серной кислоты. Полученный раствор упаривается до объема 10—15 мл, после чего производится восстановление селена и теллура по методике, изложенной выше.

### Выводы

Предложен метод количественного восстановления Se и Te пирогаллолом в сернокислой среде.

### ЛИТЕРАТУРА

1. И. П. Онуфриенок, В. М. Аксененко. Журнал аналитической химии, XIII, 1, 1958.
2. И. П. Онуфриенок, В. Б. Соколович. Изв. ТПИ, т. III, изд. ТГУ, Томск, 1961.