

## ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ДВОЙНЫХ ТЕЛЛУРИТОВ ЦИНКА

Важное место среди редких элементов, применяемых в современной технике, занимает теллур. Установление взаимосвязи между составом, строением и свойствами веществ является одной из важнейших проблем современной неорганической химии.

Для синтеза двойных теллуридов использовали  $\text{TeO}_2$  марки «ос.ч.»,  $\text{ZnO}$  и карбонаты щелочных металлов квалификации «х.ч.». Навески исходных веществ взвешивались с точностью до четвертого знака после запятой. Стехиометрические количества исходных веществ тщательно перетирались в агатовой ступке, затем пересыпались количественно в алундовые тигли и подвергались термообработке для твердофазного взаимодействия на воздухе в силитовой печи. Был использован следующий режим термообработки: отжиг в течение 25 часов при температуре  $400 - 800^\circ\text{C}$  с периодическим перетиранием в ступке; далее при  $400^\circ\text{C}$  в течение 15 часов проводили отжиг с целью получения стабильных при низких температурах соединений.

Проведен химический анализ на содержание теллура, а также оксидов натрия, калия, цинка [1]. Для анализов и приготовления растворов применяют дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72 и реактивы квалификации «х.ч.».

Соотношение концентраций растворов соли Мора и дихромата калия (К) устанавливаются следующим образом.

В коническую колбу емкостью 500 мл отмеривают 20 мл 0,1н раствора дихромата калия, прибавляют 200 мл воды, 10 мл соляной кислоты, 10 мл серной кислоты, 5 мл фосфорной кислоты и титруют в присутствии индикатора 0,1н раствором соли Мора до перехода окраски от фиолетовой к зеленой.

$$K = \frac{V_1}{V_2}, \quad (1)$$

где  $V_1$  – объем раствора дихромата калия в мл;  $V_2$  – объем раствора соли Мора в мл.

Содержание теллура в % (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot T}{G} \cdot 100, \quad (2)$$

где T – титр раствора дихромата калия по теллуру в граммах;  $V_1$  – объем раствора дихромата калия в мл;  $V_2$  – объем раствора соли Мора

в мл; К – соотношение концентраций растворов дихромата калия и соли Мора; G – навеска теллура в граммах.

Максимально допустимое расхождение между результатами анализа 0,5 %.

Для внесения в результат анализа поправки на содержание оксидов калия и натрия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт. Содержание оксидов калия и натрия находят по градуировочному графику.

Массовую долю оксидов калия и натрия X, %, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{mV}{m_1V_1} \cdot 100 \quad (3)$$

где m – масса оксида калия (натрия), найденная по градуировочному графику, г; m<sub>1</sub> – масса навески, г; V – объем исходного раствора, см<sup>3</sup>; V<sub>1</sub> – объем аликвотной части раствора, см<sup>3</sup>.

Анализ на содержание Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O проведен методом пламенной фотометрии [2], ZnO – методом комплексонометрии [3]. Результаты химического анализа продуктов представлены в таблице 1.

**Таблица 1 - Результаты химического анализа двойных теллуридов**

Соединение	Состав соединения, %					
	Na <sub>2</sub> O (K <sub>2</sub> O)		ZnO		Te	
	эксп.	теор.	эксп.	теор.	эксп.	теор.
Na <sub>2</sub> Zn(TeO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	13,02	13,40	17,27	17,40	54,86	55,20
K <sub>2</sub> Zn(TeO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	18,79	19,00	16,12	16,45	50,99	51,58

Данные таблицы 1 свидетельствуют, что составы синтезированных соединений соответствуют стехиометрическим количествам составляющих веществ, что подтверждается удовлетворительным совпадением экспериментальных и теоретических количеств компонентов.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Шарло Г. Методы аналитической химии. М. - Л.: Химия, 1966.
2. Полуэктов Н.С. Методы анализа на фотометрии пламени. М.: Химия, 1967.
3. Дюсекеева А.Т., Рустембеков К.Т. Рентгенографические свойства двойных теллуридов, Актуальные проблемы горно-металлургического комплекса Казахстана: труды междунар. науч.-прак. конф. Караганда: Изд-во КарГТУ, 2007. С.