

Т. А. УСПЕНСКАЯ и Ю. А. ЧЕРНИХОВ

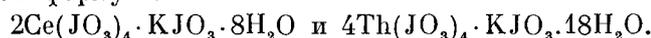
**ПРИМЕНЕНИЕ ИОДАТНОГО МЕТОДА К РАЗДЕЛЕНИЮ
И ОПРЕДЕЛЕНИЮ РЕДКИХ ЭЛЕМЕНТОВ**

(Представлено академиком Н. С. Курнаковым 9 VII 1940)

Иодат как окислительный реагент широко применяется в практике химического анализа.

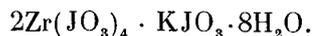
Помимо окислительных свойств, иодат обладает способностью давать трудно растворимые соединения со многими элементами. Кольтгоф (объемный анализ) вскользь указывает, что такие элементы, как окисная медь, серебро, таллий, свинец, барий и стронций, могут быть определены иодометрически после их выделения в виде иодата.

Бринтон и Джемс определяют церий, а Мейер и Шпетер определяют торий, выделяя эти элементы иодатом и заканчивая определение переосаждением полученных осадков щавелевой кислотой. Нам же удалось получить осадки иодатов церия и тория постоянного состава, отвечающих эмпирической формуле:



В связи с этим мы смогли предложить весовой и объемный методы определения церия и тория непосредственно в виде иодатов*. Преимущество объемного метода заключается в его высокой чувствительности. Одна частица церия отвечает 28 эквивалентам иода, а частица тория—25,5 эквивалента. Это позволяет использовать иодатный метод для определения десятых и сотых долей миллиграмма церия и тория (микроколичества).

По аналогии с церием и торием нами разработан метод определения циркония. Еще в 1889 г. Дэвис применил иодат натрия для осаждения циркония. Определение заканчивалось им переводом осадка иодата в окись циркония. Нам удалось и в данном случае получить иодат циркония постоянного состава, который характеризуется эмпирической формулой:



При объемном определении одна частица циркония отвечает 27 эквивалентам иода: 1 мл $\frac{1}{10} N \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ отвечает 0,3378 мг циркония.

Исключительное значение приобретает иодатный метод в применении к анализу земельных кислот (тантал и ниобий). Пользуясь методикой, опубликованной нами ранее для определения церия и тория, нам удалось количественно выделить иодатом тантал из его оксалатного комплекса **

* См. Чернихов Ю. А. и Успенская Т. А., Заводская лаборатория, IX, 276 (1940).

** Концентрация оксалата в испытуемом растворе не должна превышать 2%.

в виде соединения постоянного состава. Точный состав этого соединения нами пока не устанавливался. Но на основании полученных результатов иодометрического титрования осадков выведен эмпирический фактор для объемного определения тантала (табл. 1). В условиях проведенных опытов 1 мл 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ отвечает в среднем 1,51 мг тантала. Отсюда следует, что соотношение между танталом и иодат-ионом в полученном соединении равно $1\text{Ta} : 2\text{IO}_3^-$, или 1 частица тантала соответствует при иодометрическом определении 12 эквивалентам $\left(\frac{181,4}{15,1} = 12\right)$.

Таблица 1

Установление фактора для
объемного определения
тантала

Взято тан- тала в мг	Израсхо- довано 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ мл.	1 мл 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ отве- чает в мг тан- тала
4,48	2,95	1,52
5,98	3,90	1,52
7,92	5,20	1,53
8,96	5,96	1,50
13,37	8,80	1,52
17,71	11,80	1,50
25,40	16,91	1,50
30,30	20,10	1,51
Среднее . . .		1,51

Таблица 2

Определение тантала
в присутствии ниобия

Взято в мг		Израсхо- вано в мл 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$	Найдено тантала* в мг
тантала	ниобия		
4,00	3,5	2,62	3,96
4,00	7,0	2,65	4,00
7,92	7,0	5,24	7,91
7,92	14,0	5,30	8,00
15,80	7,0	10,44	15,76
15,80	14,0	10,50	15,86
30,30	14,0	20,20	30,50

* Содержание тантала вычислено по фактору 1,51 (см. табл. 1).

Ниобий в условиях, применявшихся для осаждения тантала иодатом, не выделяется. Из растворов, содержащих оба элемента, выделяется только тантал, и соотношение между танталом и иодат-ионом сохраняется как 1 : 2 (табл. 2).

В части, касающейся определения тантала и отделения его от ниобия, настоящее сообщение следует рассматривать как предварительное.

Необходимо отметить, что приведенные выше эмпирические формулы полученных иодатов церия, тория и циркония могут служить лишь для стехиометрических расчетов, но они не отражают структуры этих соединений. Можно предположить, что описанные соединения относятся к типу поликислот, так как церий IV, торий, в особенности цирконий и тантал, относятся к кислотообразующим элементам. Этим отчасти можно было бы объяснить то обстоятельство, что церий III не дает трудно растворимых иодатов, так как кислотный характер элемента возрастает лишь с повышением его валентности. Наличие калия в полученных нами соединениях можно было бы также объяснить предполагаемым характером этих соединений, так как известно, что поликислоты склонны давать труднорастворимые соли с калием, цезием и рубидием.

Рациональная формула описанных соединений может быть дана лишь после всестороннего исследования полученных иодатов.

Институт редких металлов

Поступило
11 VII 1940