

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КРС *IN SITU* В СРЕДЕ ЖИДКОГО ХЛОРА ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ХЛОРИДОВ ПОЛИВАЛЕНТНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ И СЕРЫ

Вовкотруб Э.Г., Салюлев А.Б.

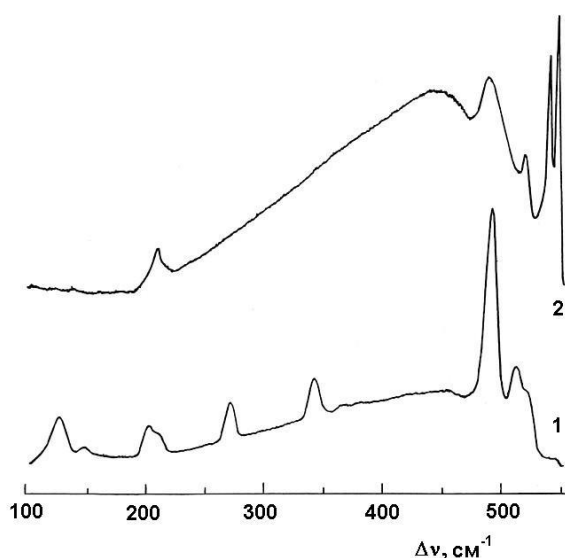
ФГУБН Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия
salyulev@ihte.uran.ru

DOI: 10.26902/ASFE-11_149

С помощью современного аналитического метода – спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) становится возможным исследование *in situ* образцов, обладающих особыми свойствами – чувствительных к побочному воздействию кислорода и влаги воздуха; устойчивых только в среде агрессивных жидкостей, газов, паров; а также при повышенных температурах и давлениях. Мы использовали этот метод для уточнения специфики взаимодействия реакционноспособных хлоридов поливалентных элементов с тетрахлоридом серы. Поскольку стабилизации высшего малоустойчивого состояния окисления серы (IV) способствуют, кроме координации и невысокой температуры, наличие сильного окислителя, взаимодействие соответствующих хлоридов исследовали в присутствии жидкого или газообразного хлора при повышенных давлениях Cl_2 (до 60 атм).

Метод спектроскопии КРС показал возможность быстро и надежно фиксировать образование кристаллических ионных соединений типа $x[\text{SCl}_3]^+ \cdot y[\text{MCl}_n]^{m-}$, имеющих низкую растворимость в жидком Cl_2 , по появлению в спектрах соответствующих образцов характеристических полос входящих в их состав комплексных катионов $[\text{SCl}_3]^+$ и анионов $[\text{MCl}_n]^{m-}$ (см, например, рис. 1). Спектры хлоридов регистрировали непосредственно через стенки запаянных реакционных кварцевых ампул с жидким хлором под микроскопом спектрометра “Renishaw U1000” (лазер мощностью 25 мВт с длиной волны 514,5 нм).

По оригинальной методике [1] синтезировано несколько новых и известных комплексных соединений: $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{BeCl}_3]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{AlCl}_4]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{GaCl}_4]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{Ga}_2\text{Cl}_7]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{InCl}_4]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{Ti}_2\text{Cl}_9]$, $[\text{SCl}_3]_2 \cdot [\text{SnCl}_6]$, $[\text{SCl}_3]_2 \cdot [\text{HfCl}_6]$, $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{Hf}_2\text{Cl}_9]$. Образование в тех же условиях аналогичных хлорокомплексов серы (IV) с хлоридами цинка, ванадия (IV) и фосфора ванадия(V) не обнаружено.



Результаты проведенных исследований показывают эффективность применения микроспектроскопии КРС в определении вещественного состава реакционноспособных образцов, масса которых может быть небольшой (достаточно 1–100 мг), с целью быстрого получения надежной информации о характере взаимодействия компонентов в нестандартных условиях.

Рис. 1. Спектры КРС при 20 °С твердого соединения $[\text{SCl}_3] \cdot [\text{GaCl}_4]$ (1) и раствора SCl_2 в жидком хлоре (2).

Список литературы

1. Салюлев А.Б., Вовкотруб Э.Г. // Проблемы спектроскопии и спектрометрии / Вуз.-Акад. сборник научн. трудов. Екатеринбург: УрФУ, 2012. № 30. С. 107–113.