

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

Вовкотруб Э.Г., Салюлев А.Б.

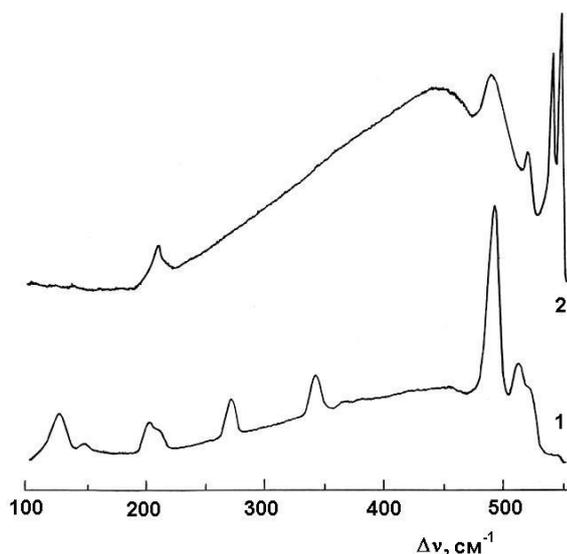
ФГУБН Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, Екатеринбург, Россия  
salyulev@ihte.uran.ru

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  $\text{Cl}_2$  (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  $\text{Cl}_2$ , 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  $\text{SCl}_2$  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.