

ДЕГИДРАТАЦИЯ ОКСАЛАТА ЛАНТАНА

**Войтенко С.И., Фомина Т.Г., Поляченко Л.Д., Поляченко О.Г.
Могилевский государственный университет продовольствия
Могилевский государственный университет им. А.А. Кулешова
г. Могилев, Республика Беларусь**

Весовой метод является одним из наиболее точных методов аналитического определения лантана, а также других редкоземельных элементов (РЗЭ). Лантан осаждают из подкисленного раствора щавелевой кислотой в виде оксалата, который прокаливают до постоянного веса при температуре около 950 °С, и взвешивают в виде оксида La_2O_3 . При тщательной работе и соблюдении многочисленных мер предосторожности этот метод дает прекрасные результаты, однако он очень длителен. К недостаткам метода можно отнести также высокую гигроскопичность оксида и большой фактор пересчета (0,8527). Поэтому поиск других соединений РЗЭ постоянного состава, которые могут синтезироваться и дегидратироваться при более низких температурах, представляет важную научную задачу в области химии этих элементов.

К числу мало растворимых соединений РЗЭ, которые могут рассматриваться как перспективные для их использования в качестве весовой формы, можно отнести, в первую очередь, их оксалаты и фториды. Оксалат лантана имеет сравнительно небольшой фактор пересчета для (0,5127), ещё меньше он для его декагидрата (0,3848). Поэтому актуальным является вопрос о возможности полного обезвоживания гидратов оксалатов РЗЭ или о получении их в форме гидратов со стехиометрически точным содержанием воды.

В связи с этим нами проведены исследования процессов высушивания осажденного из раствора гидрата оксалата лантана с использованием изотермической сушки и метода СВЧ нагрева. В работе использовался оксид лантана с содержанием основного элемента не менее 99,9%. Для получения кристаллогидрата оксалата лантана его оксид растворяли в соляной кислоте (1:1) марки х. ч., полученный хлорид лантана разбавляли водой. К нагретому раствору приливали при постоянном перемешивании насыщенный раствор щавелевой кислоты (х. ч.) до прекращения образования осадка. Выпавший осадок выдерживали под маточным раствором в течение ночи, затем отфильтровывали на воронке Бюхнера и тщательно промывали его дистиллированной водой. Затем осадок оксалата переносили в стакан, перемешивали с водой, фильтрование и промывку осадка повторяли ещё раз. Полученный осадок высушивали между листами фильтровальной бумаги на воздухе при комнатной температуре.

Химический анализ полученного кристаллогидрата выполнялся путем его прокаливания до оксида, что позволило достаточно точно определить количество молекул воды в синтезированном оксалате. Обычно для достижения постоянной массы алундового тигля с веществом требовалось 2-3 прокаливания по 4 часа при 950 °С. Состав синтезированного оксалата лантана соответствует, по результатам 4-х опытов, декагидрату, он может быть выражен формулой $\text{La}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot (10 \pm 0,5)\text{H}_2\text{O}$. Высушивание образцов этого препарата проводили на воздухе в сушильном шкафу в течение нескольких сотен часов, а также в печи СВЧ. При температурах до 240 °С не удалось получить такие формы гидратов этого оксалата, состав которых воспроизводился бы в разных опытах.