

течении 5-10 мин при анодной плотности тока до 3 А/дм² и объемной плотности тока, не превышающей 1 А/дм³.

Установлено, что перспективным анодным материалом для проведения анодной деструкции азокрасителей является допированный оловом PbO₂, который может быть синтезирован из борфтористоводородного электролита. При этом такой электродный материал характеризуется высокой коррозионной устойчивостью в сернокислых средах, продолжительным ресурсом работы без снижения электрокаталитической активности и доступностью.

Проведение анодной электрохимической обработки с использованием разработанных режимов позволит интенсифицировать процессы водоподготовки, очистки сточных вод от токсичных примесей для предприятий химической промышленности.

УДК 543.25

Оптимизация режимов инверсионно-вольтамперометрического определения микроколичеств ионов тяжелых металлов

Студентка 5 гр. 3 к. ф-та ТОВ Плигина А.А.

Научный руководитель – Болвако А.К.

Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Предприятия машиностроения, химические и перерабатывающие производства постоянно нуждаются в оперативном аналитическом контроле качества воды как на стадии осуществления технологических операций, так и при контроле качества воды, поступающей на очистные сооружения. При этом особую важность имеет возможность экспресс-контроля содержания соединений, представляющих значительную опасность вследствие высокой токсичности и малых значений предельно допустимых концентраций (ПДК), таких как ионы тяжелых металлов (ИТМ), ПДК которых составляет 0,001 мг/дм³ для Cd²⁺, 0,1 мг/дм³ для Pb²⁺ и 5 мг/дм³ для Zn²⁺.

Среди возможных методов определения ИТМ при совместном присутствии значительными преимуществами обладает метод инверсионной вольтамперометрии (ИВА). Метод ИВА характеризуется низкими (до 10⁻¹⁰ моль/дм³) пределами обнаружения, достаточно высокой селективностью и хорошими метрологическими характеристиками. Легкость компьютеризации и невысокая стоимость оборудования делает ИВА весьма перспективным методом для аналитических определений ИТМ по сравнению с другими методами.

Цель работы – оптимизация режимов определения цинка, свинца и кадмия при совместном присутствии методом переменноточковой квадратно-волновой инверсионной вольтамперометрии.

Трехэлектродная электрохимическая ячейка включала дисковый вращающийся электрод из углесталла с геометрической площадью поверхности 6 мм², вспомогательный электрод – стеклоуглеродный стаканчик и электрод сравнения – насыщенный хлорсеребряный. Для приготовления рабочих растворов использовались реактивы квалификации «х.ч.» и «ч.д.а.» и дистиллированная вода. Температура – комнатная. Для формирования ртутно-графитового электрода (РГЭ) *in situ*, создания кислой среды и подавления миграционного тока использовался фоновый раствор, содержащий, моль/дм³: KCl – 0,335, HCl – 0,02 и Hg(NO₃) – 5·10⁻⁵.

Эффективность накопления металлов в амальгаме и величина нижнего предела обнаружения определяется величиной предельного диффузионного тока на

индикаторном электроде. При одинаковых условиях концентрирования плотность тока на рабочем электроде при определенном потенциале будет определяться соотношением

$$i = \frac{nFD(C_0 - C_s)}{\delta}$$

где n – число электронов, участвующих в электродной реакции; F – число Фарадея; D – коэффициент диффузии электроактивных частиц; C_0 – концентрация ионов металла в растворе;

C_s – концентрация ионов металла у поверхности электрода; δ – толщина диффузионного слоя.

Нижняя граница определяемых концентраций зависит от природы частиц, определяющих величину D , их концентрации в объеме пробы C_0 и от толщины диффузионного слоя δ .

Толщина диффузионного слоя определяется гидродинамическими условиями, в частности, скоростью вращения дискового электрода. Величина δ возрастает с уменьшением частоты вращения ω . При этом ток, протекающий на стадии электронакопления в момент времени t , определяется соотношением, эквивалентным выражению для вращающегося дискового электрода

$$i(t) = knFAD^{2/3}\omega^{1/2}\eta^{1/6}C(t)$$

где k – константа, специфичная для данного электрода; ω – скорость вращения электрода;

η – кинематическая вязкость раствора; A – площадь электрода; C – концентрация металла в растворе в момент времени t .

Таким образом, скорость вращения индикаторного электрода (интенсивность перемешивания) является важным параметром, определяющим условия концентрирования металлов на РГЭ. Скорость вращения необходимо поддерживать таким образом, чтобы минимизировать δ , и, как следствие, повысить плотность тока при концентрировании элементов, но при этом не допустить кавитации раствора.

Другим фактором, определяющим эффективность восстановления металлов в амальгаме, является продолжительность стадии электронакопления τ . Концентрация металла в амальгаме, а следовательно, и амплитуда поляризационной кривой на стадии регистрации (чувствительность), может быть оценена на основании выражения

$$C_{M(Hg)} = \frac{k_1 k_m \tau}{l} C_0$$

где k_1 – константа для РГЭ; k_2 – константа, определяющая условия массопереноса; τ – продолжительность электронакопления; l – толщина ртутной плёнки.

Указанное соотношение справедливо при условии, что после прекращения электролиза концентрация металла в ртути быстро выравнивается по всему объему пленки. При инверсионно-вольтамперометрическом определении это достигается на стадии успокоения.

С учетом вышеизложенного, в качестве варьируемых параметров, определяющих эффективность процесса инверсионно-вольтамперометрического определения в условиях переменноточковой квадратно-волновой развертки потенциала, были выбраны амплитуда налагаемого переменного напряжения ϕ , время накопления τ и частота вращения рабочего электрода ω .

Для определения рабочего диапазона концентраций, при которых выполняется линейная зависимость величины пика тока (площади под пиком) от концентрации и допустимости использования метода добавок для анализа, были получены градуировочные зависимости при различной концентрации определяемых элементов в пробе. Установлено, что с достаточно высокой точностью указанные зависимости линейризуются в диапазоне концентраций $(2\div 7)\cdot 10^{-5}$ моль/дм³ для Zn²⁺ и $(2\div 7)\cdot 10^{-6}$ моль/дм³ для Cd²⁺ и Pb²⁺.

Постоянство зависимостей высот пиков элементов (i) и площадей под пиком (s) при изменении концентрации деполаризатора C (таблица) при соответствующем значении электродного потенциала E , несмотря на изменение соотношений компонентов в изученном диапазоне концентраций, свидетельствует о незначительном влиянии компонентов друг на друга и возможности селективного определения цинка, свинца и кадмия в данных условиях.

Таблица – Параметры аналитических сигналов для цинка, свинца и кадмия

C , моль/д м ³	Zn^{2+}			C , моль/д м ³	Cd^{2+}			Pb^{2+}		
	E , В (х.с.э.)	i , мкА	s , мкА· В		E , В (х.с.э.)	i , мкА	s , мкА·В	E , В (х.с.э.)	i , мкА	s , мкА· В
$2 \cdot 10^{-5}$	-0,991	0,516	15,13	$2 \cdot 10^{-6}$	-0,635	0,532	19,21	-0,411	1,065	14,73
$3 \cdot 10^{-5}$	-0,983	0,912	18,27	$3 \cdot 10^{-6}$	-0,622	1,026	24,12	-0,402	1,475	19,65
$4 \cdot 10^{-5}$	-0,964	1,187	22,44	$4 \cdot 10^{-6}$	-0,626	1,261	26,82	-0,402	1,835	25,15
$5 \cdot 10^{-5}$	-0,975	1,527	26,84	$5 \cdot 10^{-6}$	-0,622	1,446	29,11	-0,393	2,134	30,64
$6 \cdot 10^{-5}$	-0,956	1,798	30,14	$6 \cdot 10^{-6}$	-0,628	1,724	33,05	-0,397	2,491	35,27

Наибольшую чувствительность в данных условиях индикаторный электрод имеет по отношению к ионам Zn^{2+} и Cd^{2+} . При этом графики линейризуются с величиной квадрата смешанной корреляции 0,97–0,99, что является достаточным для аналитического определения.

Погрешность определения за счет нелинейности градуировочного графика в рабочем диапазоне концентраций составляет 2,53% для цинка, 2,80% для кадмия и 3,21% для свинца. При этом свободный член в регрессионном уравнении является не значимым по критерию Стьюдента при доверительном уровне вероятности более 95%.

Проведение аналитических определений методом инверсионной вольтамперометрии с использованием разработанных режимов позволит осуществлять эффективный аналитический контроль содержания ионов тяжелых металлов при их совместном присутствии.

УДК 666.738

Керамические массы для получения майоликовых изделий

Студентка гр. 4–9 Святохо О.М.

Научный руководитель – Левицкий И.А.

Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Целью исследования является разработка составов керамических масс для получения изделий бытового назначения, обладающих повышенной термической стойкостью и механической прочностью, обеспечивающих применение посудомоечных машин при их эксплуатации.

В качестве сырья использовались полиминеральные глины Республики Беларусь: «Гайдуковка» (Минская обл.) и «Николаевка» (Гомельская обл.). В качестве флюсующей добавки применялся колеманит (Турция) в количестве 5–10 мас. %.

Усредненный химический состав применяемых сырьевых материалов приведен в таблице 1.

Глина месторождения «Гайдуковка» (Минской области, г.п. Радошковичи) является легкоплавкой (огнеупорность 1195°C), низкотемпературного спекания, неспекающейся, умеренно пластичной (число пластичности составляет 11,4–13,5), кислой (содержание Al_2O_3 13,8%), относится к группе каолинито-монтмориллонито-