

УДК 543.55.054.1

Студ. Е.И. Закржевская, Д.А. Старовойтова

Науч. рук.: ст. преп. А.К. Болвако; доц. Е.О. Богдан

(кафедра физической, коллоидной и аналитической химии, БГТУ)

## **ИНВЕРСИОННО-ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ВЫТЯЖКАХ ИЗ ПРОМЫШЛЕННЫХ ОТХОДОВ**

На ОАО «БМЗ – управляющая компания холдинга «БМК» в процессе выплавки стали в дуговых сталеплавильных печах образуются различные отходы, в том числе и пыль, улавливаемая фильтрами в процессе очистки газов, отходящих от сталеплавильных печей (далее пыль). Складированные электросталеплавильных отходов формируют зону интенсивного загрязнения преимущественно щелочного типа, негативно влияют на атмосферу, гидросферу и почвенный покров окружающей местности, а через них – на состояние флоры, фауны и здоровье людей. В связи с этим, научные исследования, направленные на разработку технологий по переработке и утилизации данных отходов являются весьма актуальными. Одним из направлений переработки пыли является ее использование в качестве сырьевого компонента при получении материалов строительного назначения. Однако в соответствии с МУ 2.1.674-97 «Санитарно-гигиеническая оценка стройматериалов с добавлением промотходов» необходимо предварительное исследование пыли на предмет миграции ионов тяжелых металлов в водные среды с различными рН. Наличие различных компонентов пыли, например, ионов тяжелых металлов, в водной вытяжке характеризует ее максимальную миграционную и биологическую активность и, следовательно, максимальную возможность неблагоприятного воздействия исследуемого отхода на окружающую среду.

Для определения потенциально опасных для здоровья микропримесей, в том числе ионов тяжелых металлов, в объектах окружающей среды, в природных и сточных водах, в технологических средах широкое распространение получил метод инверсионной вольтамперометрии (ИВА). Метод ИВА характеризуется низкими (до  $10^{-10}$  моль/дм<sup>3</sup>) пределами обнаружения, достаточно высокой селективностью и хорошими метрологическими характеристиками. Данным методом возможно осуществлять раздельное количественное определение ионов тяжелых металлов, которые способны переходить в окружающую среду из промышленных отходов, хранящихся на полигонах, при воздействии на них атмосферных осадков.

Цель работы – изучение миграции ионов тяжелых металлов из пыли, образующейся на металлургическом предприятии, методом инверсионной вольтамперометрии.

Получение вытяжек из образцов исследуемой пыли осуществляли в соответствии с МУ 2.1.674-97. Получение вытяжки включало следующие этапы.

1. Растворение в соотношении 1:10 (мас.) в следующих средах: дистиллированная вода, ацетатный буферный раствор;  $0,8 \text{ моль/дм}^3$  HCl.

2. Встряхивание на протяжении 1 ч на перемешивающем устройстве ЛАБ-ПУ-02.

3. Центрифугирование на лабораторной центрифуге ЦЛМН-Р10-01 в течение 3 мин при 2000 об/мин.

Затем раствор над осадком отбирали пипеткой, переносили в мерную колбу, добавляли фоновый раствор и доводили дистиллированной водой до метки. Состав фонового раствора, необходимого для формирования ртутно-графитового электрода *in situ*, создания кислой среды и подавления миграционного тока,  $\text{моль/дм}^3$ : KCl – 0,335; HCl – 0,02 и  $\text{Hg}(\text{NO}_3) – 5 \cdot 10^{-5}$ . Приготовленные таким образом пробы анализировали методом переменноточковой квадратно-волновой инверсионной вольтамперометрии с использованием полярографа ПУ-1 в комплекте с электрохимическим датчиком ЕМ-04. Трехэлектродная электрохимическая ячейка включала дисковый вращающийся электрод из углесталла с геометрической площадью поверхности  $6 \text{ мм}^2$ , вспомогательный электрод – стеклоуглеродный стаканчик и электрод сравнения – насыщенный хлорсеребряный. Скорость вращения индикаторного электрода –  $1000 \text{ об}^{-1}$ . Скорость развертки потенциала составляла  $20 \text{ мВ/с}$ , амплитуда поляризующего напряжения –  $20 \text{ мВ}$ , время накопления –  $30 \text{ с}$ , время успокоения –  $20 \text{ с}$ . Для приготовления растворов использовали реактивы квалификации «ч. д. а.». Электрохимическое формирование рабочего ртутно-графитового электрода осуществлялось путем катодной поляризации вращающегося дискового электрода при потенциале  $-1,4 \text{ В}$  (х. с. э.). Анодная развертка на стадии регистрации вольтамперной кривой осуществлялась в диапазоне потенциалов от  $-1,4$  до  $0,4 \text{ В}$  (х. с. э.).

Каждое измерение состояло из четырех стадий: накопления, успокоения, регистрации аналитического сигнала и регенерации электрода с использованием анодной линейной развертки потенциала. Каждое измерение включало 3 последовательных цикла. Для рас-

четов использовались значения площади под вольтамперной кривой, полученные как средний результат из трех параллельных измерений.

Регистрацию вольтамперограмм осуществляли с использованием разработанного шаблона для программы Unichrom версии 5.0.19, позволяющего проводить определение площади и высоты пиков, а также математическую обработку результатов анализа.

Уравнения градуировочных графиков, полученных в диапазоне концентраций  $(2-7) \cdot 10^{-5}$  моль/дм<sup>3</sup> для Zn<sup>2+</sup> и Cu<sup>2+</sup> и  $(2-7) \cdot 10^{-6}$  моль/дм<sup>3</sup> для Cd<sup>2+</sup> и Pb<sup>2+</sup> приведены в таблице ( $i$  – сила тока, мА,  $C$  – концентрация соответствующего элемента, моль/дм<sup>3</sup>).

**Таблица – Параметры градуировочных зависимостей**

Элемент	Уравнение	$R^2$
Cd	$i = (6,53 \cdot 10^0 C + 2,54) \pm 1,74$	0,978
Zn	$i = (6,46 \cdot 10^0 C + 0,287) \pm 0,588$	0,999
Pb	$i = (6,09 \cdot 10^0 C + 19,0) \pm 3,17$	0,921
Cu	$i = (7,27 \cdot 10^0 C - 0,994) \pm 0,427$	0,965

Установлено, что в изученном диапазоне концентраций наблюдается постоянство градуировочных зависимостей площадей пиков элементов в зависимости от концентрации деполяризатора при изменении концентрации других компонентов, что свидетельствует о незначительном влиянии компонентов друг на друга и возможности селективного определения элементов в данных условиях. В указанном диапазоне концентраций зависимости удовлетворительно линеаризуются, поэтому в дальнейшем определение Zn<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Cd<sup>2+</sup> и Pb<sup>2+</sup> в вытяжках осуществляли методом однократной добавки.

Определение содержания металлов в вытяжках, полученных с использованием буферного раствора и соляной кислоты, требует введения реагентов для маскирования мешающих ионов и подбору условий проведения анализа. В условиях проведенного эксперимента на вольтамперограмме регистрируются практически неразрешенные пики.

Установлено, что концентрация ионов исследуемых металлов в вытяжках, полученных с использованием дистиллированной воды, не превышает 0,05 мг/дм<sup>3</sup> для цинка и меди, 0,006 мг/дм<sup>3</sup> для свинца и 0,16 мкг/дм<sup>3</sup> для кадмия, что полностью удовлетворяет требованиям нормативной документации по содержанию химических элементов в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водоснабжения.