

Нами была проведена серия экспериментов совместного сжигания поливинилхлорида и полиамида с целью установить оптимальное соотношение компонентов, при котором будет наблюдаться минимальное выделение хлористого водорода и аммиака. В результате проведенных исследований установлено, что оптимальное соотношение в сжигаемой смеси поливинилхлорида и полиамида, обеспечивающее существенное уменьшение выбросов токсичных веществ колеблется в пределах от 1:10 до 1:70. При этом достигается снижение выброса хлористого водорода до 70%, аммиака – близкое к 100%.

Таким образом, при совместной термодеструкции ПА и ПВХ происходит снижение количества выбросов, и процесс разложения завершается при температурах гораздо более низких, чем при разложении каждого полимера в отдельности. Результаты исследований можно использовать для разработки методов утилизации полимерных отходов и уменьшения токсичности выбросов продуктов горения (например, создание двухслойных материалов конструкционного назначения, которые бы снижали токсичность выбросов при пожарах зданий и сооружений). Метод может быть рекомендован для использования на установках по сжиганию отходов с целью предохранения оборудования от коррозии, вызываемой хлористым водородом, продления его сроков службы и уменьшения воздействия на окружающую среду.

ЛИТЕРАТУРА

1. Минскер К.С., Федосеева Г.Т. Деструкция и стабилизация поливинилхлорида. — М.: Химия, 1979.
2. Липик В.Т., Марцуль В.Н., Абади М. Исследование влияния добавок на состав продуктов пиролиза поливинилхлоридных композиций // Сборник материалов докладов Международной научно-технической конференции. — Мн.: БГТУ, 2000. — С.306–310.
3. Ferenc Kubatovics, Marianne Blazso. Thermal decomposition of polyamide-6 in the presence of PVC // Macromolecular Chemistry and Physics. — 2000. — Vol.201. — №7. — P.349–354.
4. Montaudo G., Puglisi C. Developments in Polymer degradation. — London, Grassie Edition, Applied Science Publishers, 1987.

УДК 543.253

Н.П. Матвейко, доцент; Н.В. Потапенко, инженер

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОБАЛЬТА МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

The conditions of determination of a cobalt by a method stripping voltammetry are explored. The optimal parameters analysis of a content of a cobalt using glassy-carbon electrode are defined.

Тяжелые металлы исключительно широко распространены в живой природе. Четыре из них могут быть отнесены к типичным токсичным элементам (Hg, Pb, Cd, As). Ряд других – к микроэлементам. Микроэлементы в определенных концентрациях вызывают нарушение здоровья человека аналогично токсичным элементам. К таким элементам относится и кобальт.

Для контроля содержания тяжелых металлов в воде и пищевой продукции чаще всего используют достаточно чувствительные и надежные атомно-абсорбционные методы. Однако такие методы требуют применения дорогостоящих и для многих лабораторий малодоступных спектрометров. Вместе с тем для определения тяжелых металлов можно использовать дешевые и надежные электрохимические методы, и особенно метод инверсионной вольтамперометрии. Этот метод имеет высокую чувствительность, сравнимую с методом атомно-абсорбционной спектроскопии, и хорошую воспроизводимость, но выгодно отличается от него более низкой (в 10–15 раз) стоимостью оборудования.

Настоящая работа является продолжением цикла исследований, проводимых кафедрой физико-химических методов сертификации продукции БГТУ и направленных на разработку простых и доступных методик определения тяжелых металлов с использованием вольтамперометрического анализатора марок АВА-1 и АВА-2.

Имеющиеся в литературных источниках методики определения кобальта основаны на использовании ртутного индикаторного электрода и не могут быть применены для индикаторного электрода из стеклоуглерода, которым оснащены вольтамперометрические анализаторы АВА-1 и АВА-2.

Исследования проводили с использованием анализатора АВА-1, оборудованного персональным компьютером типа IBM PC 386. Индикаторным электродом служил стеклоуглеродный стержень, вспомогательным – платина. Электродом сравнения являлся хлорсеребряный полуэлемент. Управление всем ходом анализа проводили с помощью компьютера по специально разработанной программе.

Метод инверсионной вольтамперометрии включает три этапа анализа: 1–снятие вольтамперной кривой фонового электролита; 2–снятие вольтамперной кривой пробы; 3–снятие вольтамперной кривой пробы с добавкой. Снятие вольтамперной кривой, в свою очередь, состоит из четырех стадий, каждая из которых влияет на результаты анализа: 1–регенерация индикаторного электрода; 2–накопление определяемого металла; 3–успокоение раствора электролита; 4–получение вольтамперной кривой. Параметры каждой стадии зависят, прежде всего, от природы определяемого компонента, типа индикаторного электрода, состава фонового электролита. Поэтому основной целью исследований являлся выбор оптимального состава фонового электролита, а также условий и параметров проведения всех стадий получения вольтамперной кривой.

Нами исследованы следующие составы фоновых электролитов: 1–0,1М NH_4SCN (рН 5,4); 2–0,2М NH_4Cl (рН 5,58); 3–0,2М $\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_3$ (рН 8,08); 4–0,2М $\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_3$ (рН 8,45); 5–0,2М $\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_3$ (рН 8,84); 6–0,2М $\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_3$ (рН 9,16); 7–1М $\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_3$ (рН 9,73). Наилучшие результаты были получены в электролите состава: 0,2М $\text{NH}_4\text{Cl}+\text{NH}_3$ (рН 9,16). В этом электролите вольтамперная кривая имеет один четко выраженный максимум тока окисления кобальта, что хорошо видно из рис. 1а. В других исследованных электролитах либо совсем не происходит накопление кобальта, либо наблюдается искажение максимума тока окисления кобальта (см. рис. 1б), что не позволяет проводить количественное определение этого металла в растворе. Поэтому все дальнейшие исследования были проведены в аммиачном буферном растворе с рН 9,16.

Выполненные нами исследования показали, что оптимальными условиями и параметрами определения кобальта в аммиачном буферном растворе (рН 9,16) являются: 1) регенерация электрода в течение 30 с при потенциале +200 мВ; 2) накопление кобальта при потенциале –1300 мВ; 3) успокоение раствора при

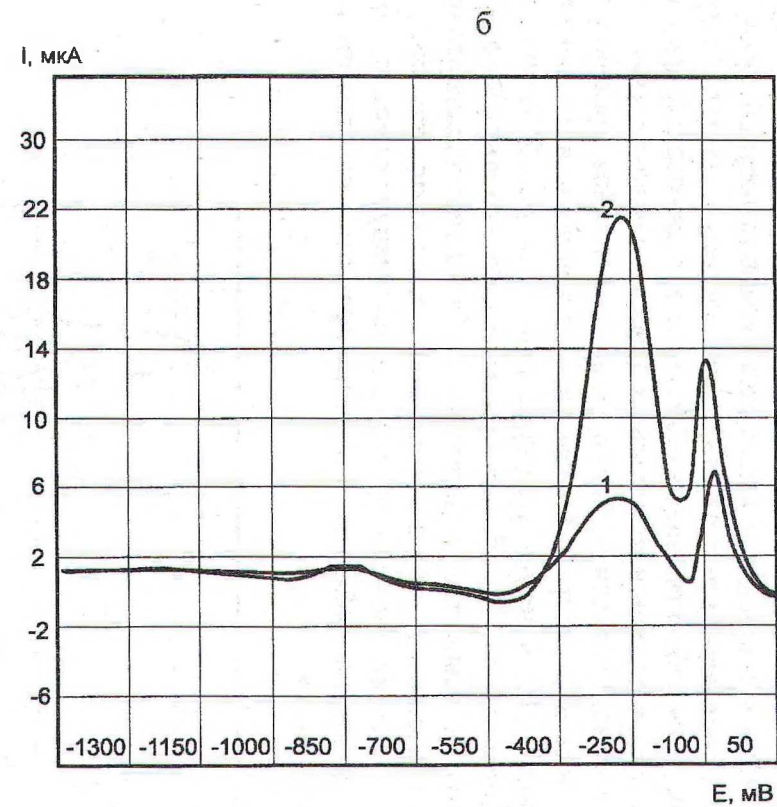
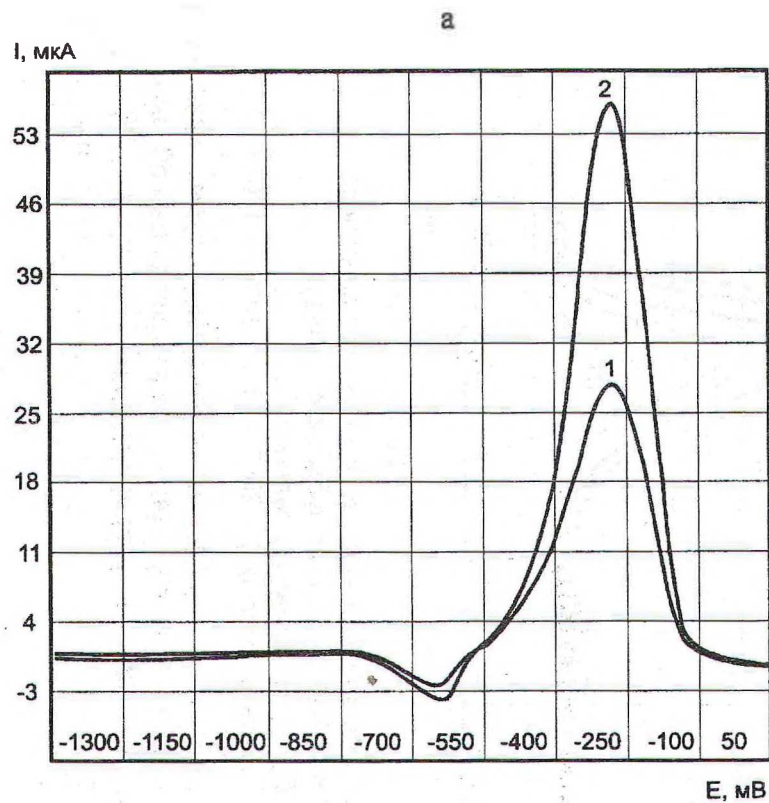


Рис. 1. Вольтамперные кривые определения кобальта в растворе, содержащем ионы ртути:

а) $0,2 \text{ M NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3$ (рН 9,16); б) $0,2 \text{ M NH}_4\text{Cl}$.

Концентрация кобальта 40 мкг/л .

Время накопления 100 с .

1 – кривые разности пробы и фона; 2 – кривые разности добавки и фона

потенциале -1300 мВ в течение 20 с; 4) снятие вольтамперной кривой при скорости изменения потенциала 200 мВ/с. Необходимо отметить, что уменьшение потенциала накопления кобальта ниже -1300 мВ приводит к искажению вольтамперной кривой (раздвоению максимума тока окисления) и затрудняет определение металла. При увеличении потенциала накопления кобальта выше -1300 мВ на вольтамперной кривой наблюдается снижение максимума тока окисления металла и даже его исчезновение.

Важным этапом исследований являлся выбор времени накопления кобальта в зависимости от его содержания в растворе. Исследования проводили в интервале концентраций от 10 до 300 мкг/л. Часть результатов представлена на рис. 2. Из рис. 2 видно, что потенциал полувысокой окисления кобальта при изменении его концентрации в растворе от 20 до 250 мкг/л не зависит от концентрации. Это свидетельствует об идентичности процессов, протекающих на индикаторном электроде в таких условиях, и позволяет определять кобальт с достаточно высокой точностью. Следует отметить при этом, что с увеличением концентрации кобальта в растворе время его накопления на индикаторном электроде уменьшается.

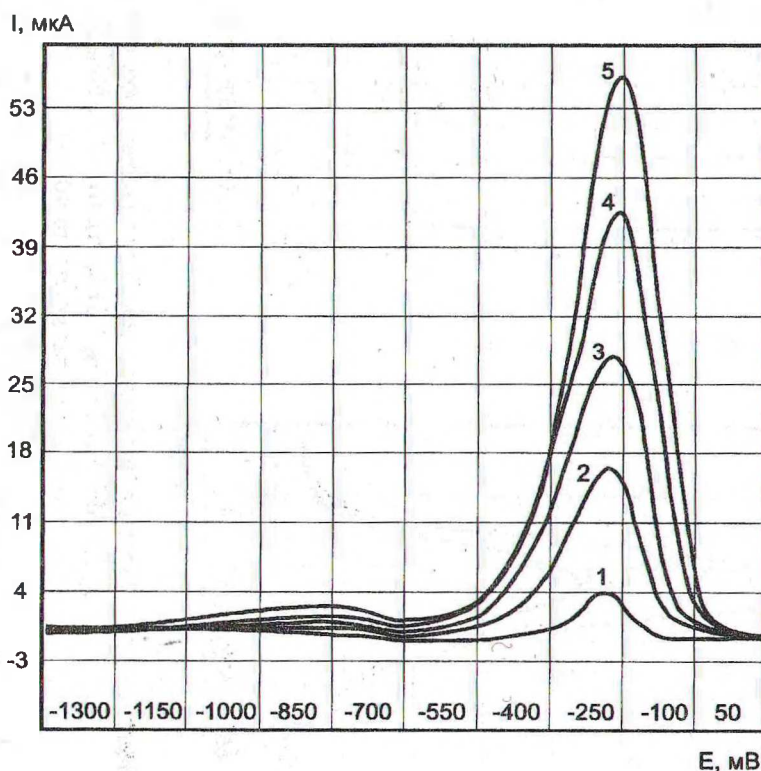


Рис. 2. Вольтамперные кривые разности пробы и фона в растворе $0,2$ М $\text{NH}_4\text{Cl} + \text{NH}_3$ (рН 9,16) с добавлением ртути.

Время накопления кобальта 60 с.

Концентрация кобальта в растворе (мкг/л): 1 – 20; 2 – 40; 3 – 100; 4 – 150; 5 – 250

Для каждой концентрации было определено оптимальное время накопления, которое составило: для концентрации 20 мкг/л – 140 с, для концентрации 50 мкг/л – 100 с, для концентрации 100 мкг/л – 90 с, для концентрации 150 мкг/л – 80 с и для концентрации 250 мкг/л – 60 с.

С целью оптимизации режимов и условий определения кобальта исследованы модельные образцы, содержащие известное количество металла. Подготовку пробы проводили по ГОСТ 26929. Результаты приведены в таблице. Из таблицы видно, что найденное количество кобальта близко к введенному количеству. Стандартное отклонение не превышает 1,159 мкг/л, а доверительный интервал составляет $\pm 1,569$ и $\pm 1,843$ мкг/л соответственно при содержании кобальта в растворе 20,000 и 40,000 мкг/л, что свидетельствует о высокой точности разработанной методики.

Таблица

Результаты анализа модельных растворов

Введено, мкг/л	Найдено, мкг/л	Дисперсия, V	Стандартное отклонение, s	Доверительный интервал, ϵ
20,000	19,813	0,974	0,987	$\pm 1,569$
	22,026			
	20,119			
	20,409			
40,000	40,741	1,343	1,159	$\pm 1,843$
	41,221			
	41,327			
	38,835			

Методика анализа была опробована при определении кобальта в питьевой воде. Для этого пробу воды объемом 100 см³ перенесли в выпарительную чашку, добавили 2 см³ концентрированной азотной кислоты и упарили раствор до влажных солей. Эту операцию повторили 3 раза до получения светлого остатка. Остаток растворили в 15 см³ фоновое электролита и провели анализ. Получены следующие результаты (мкг/л): 23,683; 24,271; 24,507; 23,988. Отсюда средняя концентрация кобальта в ячейке составляет 24,112 мкг/л. Это соответствует содержанию кобальта в анализируемой пробе питьевой воды 3,617 мкг/л, что не превышает ПДК (100 мкг/л).

Таким образом, разработанная методика определения кобальта методом инверсионной вольтамперометрии может быть рекомендована к применению для анализа различных объектов окружающей среды.

УДК 543.064+543.422

А.А. Сапожникова, студентка; Н.И. Заяц, ст. преподаватель

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОПРИМЕСЕЙ МЕТАЛЛОВ В СОЛЯНОЙ КИСЛОТЕ ОСОБОЙ ЧИСТОТЫ МЕТОДОМ АТОМНОЙ АБСОРБЦИИ И ПЛАМЕННОЙ ЭМИССИИ

The subject – matter of this work is the elaboration a methodic for determination microadmixture of the copper, iron, natrium in the hudrochloric acid special purity.

В настоящее время в таких областях современной техники, как химическая и фармацевтическая промышленность, в производстве полупроводниковых материалов, оптических стекол, световодов и во многих других областях науки и техники возросла потребность в особо чистых реактивах и веществах. Для контроля чистоты таких веществ используются различные методы: электрохимические, оптические, радиохими-