



Рисунок 1 – Зависимость прочности от размера частиц SBA и соотношения объемов порошков

для другого выходного параметра: например, сорбционной емкости материала.

Таким образом, матрица планирования сокращает временные и материальные затраты на исследования, и при этом дает возможность проведения детального анализа возможных результатов.

УДК 543.25

Плигина А.А.

**ОПЕРАТИВНЫЙ АНАЛИТИЧЕСКИЙ
КОНТРОЛЬ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ
МЕТАЛЛОВ В ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ**

БГТУ, г. Минск

Научный руководитель: ассистент Болвако А.К.

The method of inversion voltamperometry was used to investigate electrochemical behavior of microconcentrations of Zn^{2+} ,

Cd²⁺, Cu²⁺ and Pb²⁺ in water solutions on a mercury film electrode. The impact of zinc, cadmium, copper and lead during their joint determination was studied. Optimal conditions for obtaining analytical signals of zinc, cadmium, copper and lead were established.

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, а также при сбросе сточных вод в водоемы. При этом особую важность имеет возможность экспресс-контроля содержания соединений, представляющих значительную опасность вследствие высокой токсичности и малых значений предельно допустимых концентраций.

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.

Целью работы является разработка программно-аппаратного комплекса для определения цинка, свинца, кадмия и меди при совместном присутствии и оптимизация режимов определения ИТМ методом переменного тока квадратно-волновой инверсионной вольтамперометрии. Работа выполнена на компьютеризированном комплексе, включающем электрохимический датчик «Модуль ЕМ-04», полярограф ПУ-1, аналого-цифровой преобразователь и комплект программного обеспечения UniChrom.

Для осуществления химико-аналитических определений были разработаны шаблоны для программы UniChrom, обеспечивающие выполнение анализа с использованием методов градуировочного графика, ограничивающих растворов и добавок. Предусмотрена возможность осуществлять необходимую статистическую обработку результатов измерений, прежде всего автоматическое усреднение результатов анализа при регистрации нескольких вольтамперограмм. В качестве аналитического сигнала оператор может выбрать либо высоту пика, либо его площадь. Возможности компьютерной среды позволяют представлять результаты измерений с расчетом дисперсий и стандартных отклонений, погрешностей градуировочного графика и др., при этом всегда остается возможность доработки программы под конкретные нужды (виды отчетов, способы представления результатов измерений и др.) с помощью встроенного интерпретатора и гибкого инструмента, позволяющего экспортировать данные в сторонние приложения, в частности в электронные таблицы.

При практическом использовании разработки можно варьировать: метод нахождения неизвестной концентрации; необходимое число параллельных измерений; измеряемую величину, на основании которой осуществляется расчет результатов анализа (высота пика или площадь под ИВА-пиком); форму представления результатов измерений с указанием необходимых статистических параметров; состав используемых стандартных растворов и др.

Трехэлектродная электрохимическая ячейка включала дисковый вращающийся электрод из углеситалла с геометрической площадью поверхности 6 мм^2 , 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: КСl – 0,335, НСl – 0,02 и Hg(NO₃) – 5·10⁻⁵.

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 расчетов использовались значения высоты пика и площади под вольтамперной кривой, полученные как средний результат из трех параллельных измерений.

Для оптимизации режимов ИВА-определения в качестве варьируемых параметров были выбраны амплитуда налагаемого переменного напряжения φ , время накопления τ и частота вращения рабочего электрода ω .

Время накопления τ варьировалось в интервале 21-101 с, амплитуда переменного напряжения φ – от 20 до 40 мВ и скорость вращения индикаторного электрода ω – от 500 до 1500 об/мин при скорости развертки потенциала 40 мВ/с. Критерий оптимизации – минимизация относительной погрешности определения ИТМ в пробе, определяемой по методу «введено-найдено».

Установлено, что в области потенциалов $-(0,4 \div 1)$ В (х.с.э.) происходит активное растворение металлов из их амальгам, и на вольтамперной кривой регистрируются пики, площадь (или высота) которых прямо пропорциональна концентрации металла в амальгаме, и соответственно, в анализируемом растворе. При более электроположительных потенциалах протекает окисление ртути и очистка индикаторного электрода – стадия регенерации.

Линейность зависимости величины пика тока (площади под пиком) соблюдается в диапазоне концентраций

$(2\div 7) \cdot 10^{-5}$ моль/дм³ для Zn^{2+} и Cu^{2+} ; $(2\div 7) \cdot 10^{-6}$ моль/дм³ для Cd^{2+} и Pb^{2+} . Достоверность аппроксимации полученных градуировочных графиков находилась в пределах 0,96–0,99. Наибольшую чувствительность РГЭ имел по отношению к ионам Zn^{2+} и Cd^{2+} .

На основании анализа регрессионных моделей, описывающих влияние параметров проведения ИВА определения на величину относительной погрешности определения, установлено, что факторами, оказывающими влияние в наиболее сильной степени, являются продолжительность стадии электронакопления и величина амплитуды налагаемого переменного напряжения при развертке потенциала. При этом можно выделить как линейную зависимость, так и зависимость второго порядка, а также влияние на величину относительной погрешности определения комбинации этих факторов. Гидродинамические условия проведения стадии электронакопления вносят значительный вклад в величину погрешности определения при определении всех ИТМ.

Величина относительной погрешности определения компонентов при всех режимах, как правило, не превышала 50%, что является достаточно хорошим показателем при определении микроконцентраций. В то же время были подобраны

условия определения, позволяющие снизить относительную погрешность до 5–20% за счет использования оптимальных условий концентрирования определяемых компонентов

на индикаторном электроде и выборе параметров проведения стадии регистрации.

Проведение аналитических определений в условиях переменного тока квадратно-волновой ИВА с линейной разверткой потенциала обеспечило четкое разделение пиков цинка, свинца, меди и кадмия при анодной развертке. Разность потенциалов между характеристическими пиками окисления в зависимости от концентрации электроак-

тивных компонентов и условий определения составляла для цинка и кадмия 0,31–0,38 В, между пиками кадмия и свинца – 0,19–0,27 В. Стадия регенерации и очистки РГЭ с окислением ртути происходила при более электроположительных потенциалах и не оказывала влияния на раздельное определение ИТМ.

Проведенные определения микропримесей цинка, свинца, меди и кадмия в водопроводной воде и модельных растворах сточных вод, характеризующихся сложным составом, с использованием разработанного комплекса и режимов измерений, могут свидетельствовать о возможности эффективного инверсионно-вольтамперометрического определения указанных примесей в водах с приемлемой погрешностью.

УДК 528.711

Рябцев Р.Л.

ОСОБЕННОСТИ ФИНИШНОЙ МАГНИТОРЕОЛОГИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

БНТУ, г. Минск

Научный руководитель: Федорцев В.А.

Использования в приборостроении традиционных методов финишной обработки высокоточных линз, керамики и полупроводниковых пластин являются очень дорогими и трудоемкими. Основным препятствием в изготовлении высококачественных точных линз является, как правило, то, что они изготовлены из хрупких материалов, таких как стекло, которое может треснуть во время обработки. Даже одна микротрещина может существенно снизить качество объектива и сделать его абсолютно непригодным для дальнейшего использования.

Обработку линз можно разделить на два этапа: шлифование и отделочная обработка. С помощью шлифования осуществляется получение линзы нужного размера, а в