

Определение в растворах молибдена, хрома, цинка и меди

Меженцев А.А., Кречко Н.А.

Белорусский национальный технический университет

Данные металлы нашли широкое применение в качестве защитных покрытий и легирующих добавок при изготовлении сталей благодаря высокой температуре плавления и стойкости к действию агрессивных сред [1]. Также соединения хрома применяют в лакокрасочной, нефтеперерабатывающей, текстильной, химической, фармацевтической и других отраслях промышленности [2]. Широкое применение хрома, молибдена, цинка и меди приводит к тому, что указанные металлы могут являться источником загрязнения окружающей среды [3].

В связи с этим, возникает необходимость использования доступных методов анализа растворов, содержащих хром, молибден, цинк и медь, в присутствии других металлов. Наиболее перспективными в этом плане являются атомно-абсорбционные методы.

Целью данной работы является исследование возможности использования атомно-абсорбционного спектрофотометра ААС – 3 для определения содержания тяжелых металлов в водных растворах.

В основе действия спектрофотометра применен метод испарения и атомизации растворов в ацетилено-воздушном пламени и измерения

атомного поглощения резонансных линий элементов. Световой луч, пройдя через пламя, поступает в монохроматор и детектор, который измеряет поглощение света. Для каждого элемента используется лампа, испускающая очень узкий интервал длин волн. Поэтому другие элементы не мешают определению анализируемого элемента, и метод ААС отличается высокой избирательностью.

Для определения содержания цинка и меди (II) в исследуемых растворах использован метод распыления азотнокислого раствора анализируемой пробы в ацетилено-воздушном пламени)?

Ход анализа состоит из следующих стадий :

1. Приготовление градуировочных растворов путем разбавления стандартных образцов до необходимой концентрации;

2. Подготовка образцов к анализу, которая заключается во взвешивании аликвоты исследуемого раствора с последующим разбавлением;

3. Подготовка прибора к измерению, включающая в себя следующие операции :

– выбор соответствующей лампы с полым катодом ;

– установление необходимых длины волны, ширины щели рабочего тока лампы для конкретного элемента ;

4. Проведение анализа, состоящего из следующих операций :

– Определение нулевой точки абсорбции путем распыления фонового раствора ;

– построение градуировочного графика для анализируемого элемента ;

– измерение величины абсорбции исследуемого раствора.

В случае если концентрация анализируемого элемента превышает величину верхнего значения концентрации градуировочных растворов, необходимо произвести разбавление пробы, чтобы сигнал поглощения разбавленного раствора оказался в линейной области градуировочного графика.

Для определения содержания хрома (VI) и молибдена (VI) в растворах была предложена методика, основанная на испарении и импульсной атомизации растворов в перфорированной абсорбционной графитовой трубке с коаксиальной платформой в электротермическом атомизаторе типа печи Масемана и измерении атомного поглощения резонансных линий металлов. Проба дозируется в полость коаксиальной платформы, после чего, абсорбционная трубка нагревается электрическим током по специальной температурно-временной программе (индивидуальной для каждого элемента), включающей выпаривание пробы до сухого остатка и его импульсную атомизацию, сопровождающуюся измерением величины атомной абсорбции.

Первоначально была проведена оптимизация температурно-временной программы и определены оптимальные параметры атомизации для каждого элемента. Проведение анализа при электротермической атомизации аналогично проведению анализа при атомизации в ацетилено-воздушном пламени.

Концентрация металла определяется исходя из градуировочного графика, построенного в координатах $A = f(C)$, где A – абсорбционность пробы;

C – концентрация металла в растворе пробы.

В ходе эксперимента была проведена оценка интервала концентраций, в котором возможно определение тяжелых металлов с достаточно высокой точностью. Установлено, что определение металлов при атомизации в ацетилено-воздушном пламени возможно в интервале концентраций 1 – 10 мкг/л, а при электротермической атомизации – в интервале 10 – 100 мкг/л.

Для определения случайной составляющей погрешности методики, исследовали модельные растворы. Расчет дисперсии, стандартного отклонения и доверительного интервала, показали, что предлагаемая методика определения тяжелых металлов имеет высокую точность и воспроизводимость результатов.

На основании полученных данных был предложен проект методики определения содержания молибдена (VI), хрома (VI), цинка и меди в растворах.

Литература

1. Джеффри П. Химические методы анализа горных пород.- М.: Мир, 1973.
2. Авербух Т.Д., Павлов П.Г. технология соединений хрома.-Л.: Химия, 1976.
3. Лаврухина А.К., Юдкина Л.В. Аналитическая химия хрома.- М.: Наука, 1979.

УДК 669.21.33.

Способ утилизации хромсодержащего катализатора

Слепнева Л.М., Петрушенко Л.Г.

Белорусский национальный технический университет

Одним из направлений решения проблемы дефицита цветных металлов является переработка и извлечение их из отходов производства, в частности, металлургического и химического. Известен способ выделения хромсодержащих соединений из осадков сточных вод, образующихся в процессе чистовой обработки металлов. Хром в этих осадках находится в виде хромата