

В данной работе предпринята попытка замены оксида свинца в составе хрусталя на следующие оксиды BaO, ZnO, CaO и K₂O, вводимые по отдельности и в совокупности в шихту.

В качестве базового состава для синтеза бессвинцовых хрустальных стекол был выбран состав, масс. %: SiO₂ – 72; PbO – 6; CaO – 4,4; Na₂O + K₂O – (7 + 11); B₂O₃ – 1; R₂O₃ + SO₃ – 0,54. На его основе смоделированы экспериментальные составы, содержащие до 18 мас. % CaO и до 10 мас. % BaO, до 4 мас. % ZnO и до 11 мас. % K₂O.

В качестве химических обесцвечивателей использовали As₂O₃ + Na₂SO₄ до 0,4 – 0,6 %. Для создания окислительных условий и снижения интенсивности оттенков, придаваемые оксидами Fe, в состав вводилась селитра, а также до 0,2 мас. % CeO₂ и до 0,3 Sb₂O₃.

В газовой лабораторной стекловаренной печи была проведена варка всех смоделированных составов в тиглях массой 300 г. Всего было синтезировано 22 состава стёкол. Варка производилась при температурах 14500С. Время выдержки при данной температуре – 1ч.

Формование стекол производили после достижения однородности стекломассы путем отливки в формы (формование штабиков) и на металлическую плиту (формование пластин). Для снятия внутренних напряжений, после выработки, стекла проходили отжиг в электрической муфельной печи.

Для опытных составов был определен ряд свойств, уровень которых сопоставлялся с промышленным составом хрусталя, используемого на Борисовском хрустальном заводе, который варился в тех же условиях, что и опытные составы. Определялись следующие свойства синтезируемых стёкол: кристаллизационная способность, плотность, ТКЛР, температура начала размягчения, химическая устойчивость, микротвёрдость и оптические показатели.

Отмечено, введение BaO в значительной степени подавляет кристаллизационную способность стекла и положительно влияет на величину показателя преломления.

CaO в определённой степени действует как плавень, снижая высокотемпературную варку, одновременно снижается и низкотемпературная вязкость.

Аналогично влияет BaO, однако его действие выражено в меньшей степени.

По химической устойчивости все синтезируемые стёкла относятся к третьему гидролитическому классу (потеря массы составила от 0,3 - 0,5 %).

Определена область составов, обладающих пониженными значениями микротвёрдости, в интервале 3690 – 3810 МПа, что существенно облегчает их механическую обработку (гранение, нанесение резьбы). Следует отметить, что составы опытных стёкол в данной области имеют пологую зависимость вязкости от температуры («длинные»), что позволяет формовать изделия как методами машинной, так и ручной выработки.

Величина ТКЛР отличается от промышленного состава в сторону меньших значений: у хрусталя она составляет $120 \cdot 10^{-7}$, для опытных составов варьирует в интервале $\alpha = 89,9 - 98,4 \cdot 10^{-7}$.

В итоге на данном этапе получены высокотехнологичные хрустальные стёкла с высокой степенью белизны и прозрачности (98 %). Эти два требования являются основными и обязательными для хрустальных стекол. Однако величина показателя преломления полученных составов ограничено значением 1,53. В настоящее время предпринимаются попытки синтеза с большими значениями показателя преломления при сохранении уровня остальных достигнутых показателей свойств.

УДК 543.4

Оптимизация условий проведения спектрофотометрического анализа бинарных смесей методом Фирордта

Студентка 6 гр. 3 к. ф-та ТОВ Малчанская М.А.
Научные руководители – Радион Е.В., Болвако А.К.
Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Фотометрические и спектрофотометрические методы анализа применяются для определения многих металлов, неметаллов, органических соединений, при контроле загрязнений окружающей среды, а также для анализа многокомпонентных систем без предварительного химического разделения. Метод характеризуется высокой чувствительностью, невысокой погрешностью и относительной простотой аппаратного оформления.

Одним из наиболее важных параметров, влияющих на точность анализа с использованием данного метода, является правильный выбор условий фотометрического анализа, в частности, длина волны, при которой осуществляется определение. При анализе двух- и многокомпонентных смесей выбор оптимальной длины волны значительно усложняется.

Цель работы – оптимизация условий спектрофотометрического определения хрома (VI) и марганца (VII) при совместном присутствии в серноокислом растворе. Выбор длины волны осуществлялся на основании анализа спектров поглощения. Длина волны выбиралась по зависимости оптической плотности от длины волны, на основании дифференцирования спектров поглощения анализируемых компонентов и с использованием расчетных критериев. Определение концентрации производилось по уравнениям Фирордта.

Определение осуществлялось с использованием спектрофотометра СФ-46 в диапазоне длин волн 350-650 нм в кювете с шириной поглощающего слоя 1 см. Для приготовления всех растворов использовались реактивы квалификации «х.ч.» и «ч.д.а.» и дистиллированная вода.

Так как спектры исследуемой смеси перекрываются практически на всем изучаемом участке длин волн, то можно выбрать λ_1 и λ_2 в области максимального поглощения $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ и MnO_4^- . Для $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ эта длина волны (λ_1) будет находиться в области 430 нм, где на спектре наблюдается ложный максимум в виде плеча. При этом λ_1 выбирают на середине плеча. Для MnO_4^- в области 550 нм наблюдаются два максимума поглощения, для анализа используют один из них (λ_2).

С целью оптимизации выбора рабочих длин волн можно воспользоваться следующим подходом. Точность определения концентраций двух веществ C_1 и C_2 тем выше, чем больше разность

$$\frac{\varepsilon_1^{\lambda_1}}{\varepsilon_2^{\lambda_1}} - \frac{\varepsilon_1^{\lambda_2}}{\varepsilon_2^{\lambda_2}} \text{ или } \frac{\varepsilon_2^{\lambda_2}}{\varepsilon_1^{\lambda_2}} - \frac{\varepsilon_2^{\lambda_1}}{\varepsilon_1^{\lambda_1}}.$$

Для нахождения оптимальных рабочих длин волн, отвечающих этому условию, строят кривую в системе координат $\varepsilon_1^\lambda / \varepsilon_2^\lambda = f(\lambda)$. Длины волн в максимуме и минимуме этой кривой отвечают наибольшей разности и, следовательно, их можно использовать в качестве рабочих.

При неполном перекрывании спектров компонентов эта кривая не имеет экстремумов. В этом случае в качестве рабочих используют длины волн, соответствующие максимальным по абсолютной величине значениям разностей $\varepsilon_1^{\lambda_1} - \varepsilon_2^{\lambda_1}$ или $\varepsilon_2^{\lambda_2} - \varepsilon_1^{\lambda_2}$. Кривую строят в координатах $\varepsilon_1^\lambda - \varepsilon_2^\lambda = f(\lambda)$ и находят экстремумы. В дифференциальном методе строится зависимость скорости изменения оптической плотности (коэффициента поглощения) от длины волны.

На основании спектрофотометрического определения концентрации хрома и марганца в анализируемом растворе при длинах волн, выбранных на основании указанных методов, были оценены величины относительной погрешности определения и предложены оптимальные условия проведения анализа.

УДК 543.25

Оптимизация условий инверсионно-вольтамперометрического определения микроколичеств Zn, Pb и Cd при совместном присутствии

Студентка 5 гр. 2 к. ф-та ТОВ Плигина А.А.

Научный руководитель – Болвако А.К.

Белорусский государственный технологический университет
г. Минск

Для определения микроколичеств ионов тяжелых металлов (ИТМ) и ряда других соединений в природных и сточных водах, в технологических средах, при контроле качества пищевой продукции широкое распространение получил метод инверсионной вольтамперометрии (ИВА). Метод ИВА характеризуется низкими (до 10^{-10} моль/дм³) пределами обнаружения, достаточно высокой селективностью и хорошими метрологическими характеристиками, а предварительное электрохимическое концентрирование определяемых веществ на рабочем электроде позволяет в значительной степени повысить отношение сигнал/шум при определении. Легкость компьютеризации и невысокая стоимость оборудования делает ИВА весьма перспективным методом для аналитических определений ИТМ по сравнению с другими методами.

Для всех электрохимических методов анализа, в т.ч. ИВА, особое значение имеют особенности процессов разряда-ионизации, происходящие на индикаторном электроде, подготовка электродов и режимы поляризации, а также в целом условия проведения измерений. Высокая точность и воспроизводимость результатов анализа может быть достигнута только при соблюдении оптимальных условий определения.

Цель работы – оптимизация режимов определения ИТМ (цинка, свинца и кадмия) при совместном присутствии методом переменноточковой квадратно-волновой ИВА. Планирование эксперимента осуществлялось с использованием некомпозиционного трехфакторного плана второго порядка Бокса-Бенкина. Варьируемые параметры – амплитуда налагаемого переменного напряжения, время накопления и частота вращения рабочего электрода. Критерий оптимизации – минимизация относительной погрешности определения ИТМ в пробе.