

теперь значение одного из наиболее перспективных методов контроля производства полупроводниковых и оптических материалов, изучения физико-химических явлений на границах раздела фаз в электрохимии, коллоидной химии и биохимии.

С развитием науки одни приложения рефрактометрии теряют свое значение, другие, наоборот, быстро распространяются и интерес к ним возникает в новых областях. Иммерсионный метод измерения показателей преломления, занимавший центральное место в анализе минералов и горных пород, оказался полезным при микробиологических исследованиях. Интерференционная рефрактометрия стала применяться при изучении плазмы. В самостоятельный раздел современной рефрактометрии выделилось измерение производных от показателя преломления — его инкрементов и градиентов, которые используются в основных методах исследования высокомолекулярных соединений.

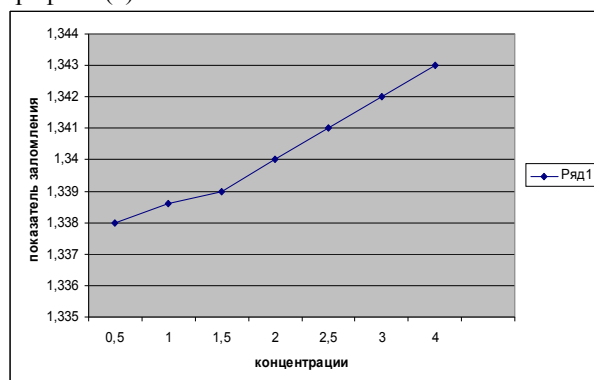
Методы отражательной рефрактометрии интенсивно изучаются и совершенствуются в связи с задачами анализа сильнопоглощающих и непрозрачных сред и автоматизации контрольно-аналитической аппаратуры. Автоматическая регистрация изменений показателя преломления становится важным методом контроля технологических процессов и привлекает все большее внимание как наиболее универсальный способ детектирования в жидкостной хроматографии.

В результате проведенных исследований созданы графики измерений показателей преломления раствора хитозана в 2% молочной кислоте.

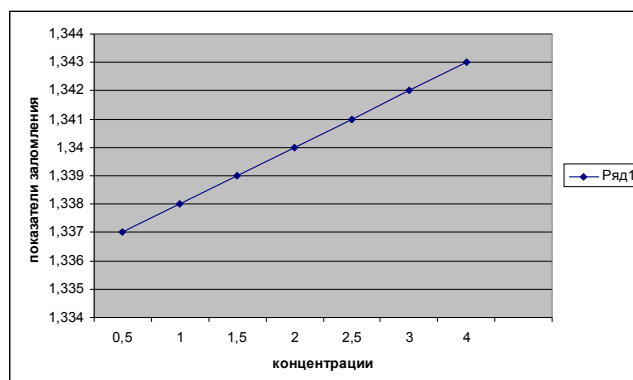
Примечание: Хитозан — аминсахарид, производное линейного полисахарида, макромолекулы состоят из случайно-связанных β -(1-4) D-глюкозаминовых звеньев и N-ацетил-D-глюкозамин. Один из источников получения хитозана — панцири ракообразных.

Для исследования применялись разные концентрации — 1%, 1,5%, 2%, 2,5%, 3%, 4%. Для этого требуется всего 0,05-0,5 г. вещества, которое наносится стекольной палочкой на призмы рефрактометра, и вся процедура измерений сводится к отсчету по шкале. Применяя интерференционные методы, методы, основанные на смещении изображения. Время, необходимое для измерения, составляет (в зависимости от типа рефрактометра и требуемой точности) от несколько секунд до несколько десятков минут.

Первое исследование показало отклонения показателей преломления раствора 0,5% и 1%, что видно на графике (а).



а)



в)

Второе исследования показало ровный график (в), что нам кажется про чистоту двухкомпонентного раствора хитозана.

Выводы: измерение дает возможность непосредственно установить показателя преломления растворов. Для этого используются эмпирические расчётные формулы и графики.

ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МИКРОВОЛНОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Павленок А.В., Бойко А.А., Подденежный Е.Н.

Гомельский государственный технический университет им. П.О.Сухого, проспект Октября, 48, 246746 Гомель, Беларусь

Научный руководитель д.х.н. Подденежный Е.Н.

Разработка новых и совершенствование существующих методов получения функциональных оксидных порошков является важнейшей составной частью современных исследований в области неорганического синтеза и создания новых материалов. Одним из широко применяемых в последние годы методов, направленных на получение ультрадисперсных оксидных материалов, является синтез и спекание в СВЧ поле [1].

В данной работе рассматривается возможность получения наноструктурированных порошков оксидов цинка и меди. Оксид цинка является многофункциональным полупроводниковым материалом и привлекает внимание исследователей в связи с обширной сферой возможных применений. Материалы на основе ZnO могут быть использованы в качестве компонентов газовых сенсоров, катализаторов, прозрачных проводников, люминесцентных материалов, солнечных батарей, полупроводниковых приборов, УФ-лазеров,

пьезоэлектрических устройств.

В НИЛ технической керамики и наноматериалов ГГТУ им. П.О.Сухого разработана методика синтеза наноструктурированных оксидных порошков [2]. Схема получения оксида цинка включает в себя следующие этапы. Смесь, состоящая из $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, углевода и дистиллированной воды помещается в контейнере из термостойкого стекла в микроволновую печь. Далее включается СВЧ излучение $P= 800$ Вт, $F=2,45$ ГГц в условиях вращения контейнера (рис. 1).

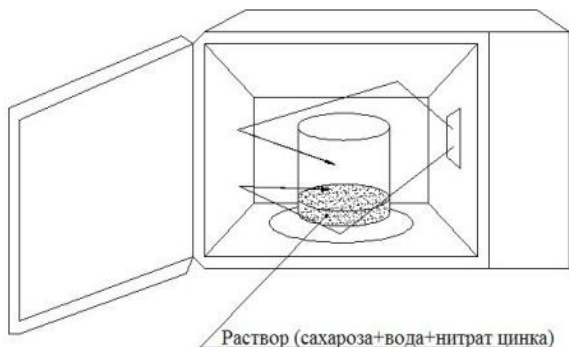


Рис. 1. Схема расположения контейнера в СВЧ-печи

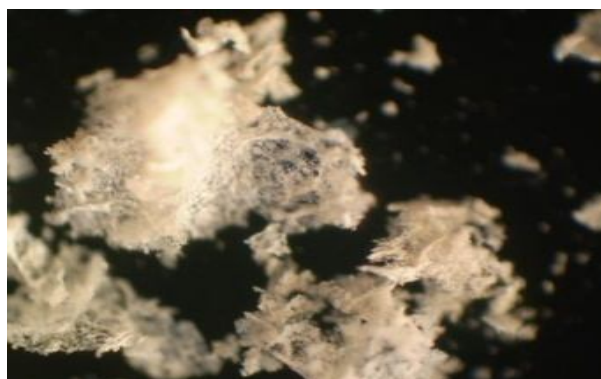


Рис. 2. Прекурсор ZnO после СВЧ обработки (10 минут)

В результате проходящих термохимических процессов формируется рыхлый пенообразный продукт.

Под воздействием электромагнитных волн происходит испарение воды, увеличивается скорость химической реакции между азотнокислым цинком и углеводом, в течение 2-3 минут образуется твердый вспененный прекурсор коричневого цвета, который далее подвергается воздействию СВЧ-энергии путем ее непосредственного поглощения, в результате чего продукт нагревается до температуры порядка $500 - 600$ °С, остаточный углерод выгорает, а промежуточный аморфный продукт кристаллизуется и превращается в наноструктурированный порошок ZnO белого цвета (рис.2,3).

Рентгеноструктурный анализ (дифрактометр ДРОН-7) подтвердил переход прекурсора в состояние кристаллической фазы оксида цинка непосредственно под воздействием СВЧ-излучения (рис. 4).

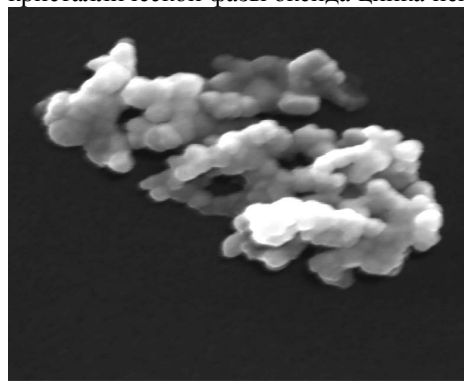


Рис. 3. РЭМ-изображение порошка ZnO

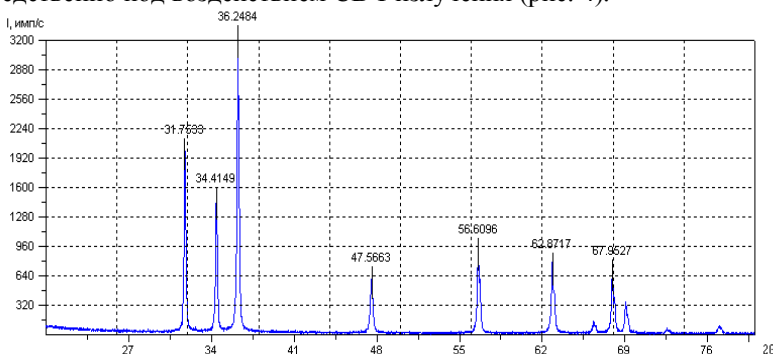


Рис. 4. Дифрактограмма нанопорошка ZnO

Аналогичным образом был синтезирован наноструктурированный порошок оксида меди. Микрофотография прекурсора приведена на рис.5.

Рентгеновский анализ полученного продукта, проведенный на дифрактометре ДРОН-7, подтвердил наличие нанокристаллической формы оксида меди (рис. 6). Установлено, что морфология и размеры частиц получаемых порошков зависят от соотношения азотнокислых солей и восстановителя (горючего), а также от технологических режимов процесса синтеза.

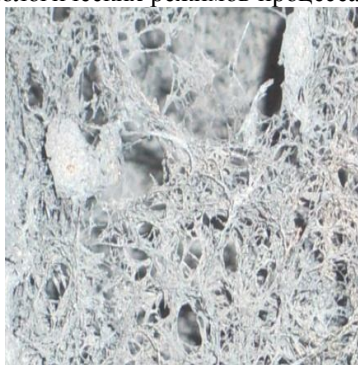


Рис.5.Прекурсор CuO после обработки смеси в СВЧ поле (10 минут)

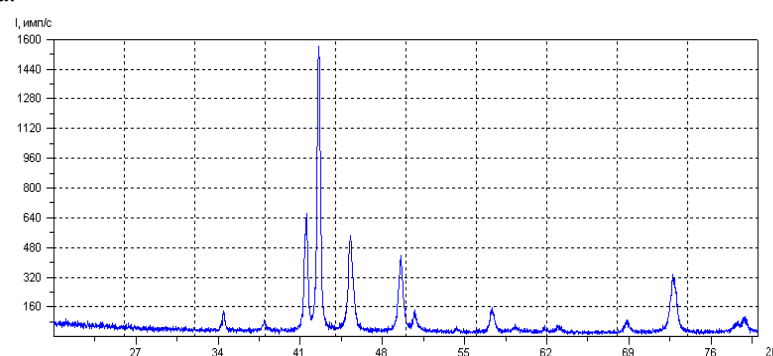


Рис. 6. Дифрактограмма нанопорошка CuO

Список литературы

1. Lloyd Otto C. Wilson, Jr. Microwave sintering of ZnO at ultra high heating rates // J. Mater. Res., Vol. 16, No. 10, 2001
2. Способ получения наноразмерного порошка оксида цинка: Павленок А.В., Добродей А. О., Гришкова Е. И., Подденежный Е.Н., Судник Л.В. заявка Респ. Беларусь / заявитель Учреждение образования «Гомельский государственный технический университет имени П.О. Сухого» и Государственное научное учреждение «Институт порошковой металлургии Национальной академии наук Беларуси». – № 20091168; заявл. 29.07.2009

УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ ПРОБООТБОРА МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ РТУТИ С ЗАГРЯЗНЕННЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ И ЛЮМИНОФОРОВ ЛАМП

Параскива А.Б.

Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), 190013, Санкт-Петербург, Московский проспект, 26

E-mail: office@technolog/edu/ru

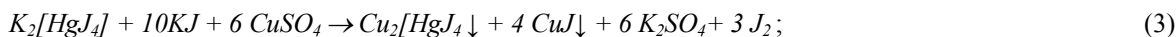
Научный руководитель: доцент, к.т.н. Колесников С.В.

Ртуть, представляющая собой жидкий металл, который способен испаряться при любых температурах и формировать ртутную загрязненность в воздухе, воде, почве, на поверхностях, является одним из самых опасных, загрязняющих окружающую среду, химических веществ. Ртутьсодержащие отходы по степени токсичности относятся к I классу опасности. Постоянное присутствие и высокое содержание ртути в городской среде и в различных видах отходов в существенной мере связаны с использованием и периодическим выходом из строя разнообразных ртутьсодержащих изделий (люминесцентные и ртутные лампы, термометры, гальванические элементы, манометры, различные приборы и т.д.)

Процесс определения загрязненности поверхностей является достаточно сложным и до конца не решенным. Специальных средств пробоотбора для ртутных загрязнений поверхностей не существует. По этой причине для определения загрязнения поверхностей был применен модифицированный метод Полежаева. Метод Полежаева был разработан для определения ртути в воздушной среде. Он основан на поглощении ртути раствором йода в йодиде калия по реакциям:



и колориметрическом определении тетрагидридмеркурат аниона $[\text{HgJ}_4]^{2-}$ по интенсивности красно-розовой осадки комплексной соли тетрагидридмеркурата меди (I) в уравнении реакции:



Интенсивность красно-розовой окраски комплекса $\text{Cu}_2[\text{HgJ}_4]$ сравнивают со стандартной колориметрической шкалой, которая представляет собой ряд центрифужных пробирок, содержащих ртуть в пробе от 0 мкг до 10 мкг. По контрасту стандартной шкалы определяется количество ртути, содержащейся в измеряемой пробе.

Для определения количества ртути на поверхностях (оценка степени загрязнения поверхности ртутью) предлагается модифицировать метод Полежаева, который заключается в смыве ртути с загрязненной (или вероятно загрязненной) поверхности площадью 100 см² (квадрат 10×10 см). Для этой цели изготавливается трафарет, границы которого желательно обозначить на исследуемой поверхности карандашом или другими подручными средствами.

В качестве реактивов и вспомогательных устройств используются:

- йод кристаллический возогнанный;
- 0,1 н раствор йода в 3% растворе йодида калия;
- 3% водный раствор йодида калия;
- поглотительный раствор (для приготовления поглотительного раствора растворяют 2,5г возогнанного йода и 30г йодида калия в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят объем до 1 литра дистиллированной водой);
- 2,5-3 н водный раствор сульфита натрия (47,5 г гидросульфита натрия $\text{Na}_2\text{SO}_3 \times 7\text{H}_2\text{O}$ вносят в мерную колбу на 250 мл и доводят дистиллированной водой до метки);
- 10% водный раствор сульфата меди (для приготовления указанных водных растворов использовали CuSO_4);
- реактивный раствор (для приготовления реактивного раствора в мерный цилиндр вносят 1 объем 10% водного раствора сульфата меди и 5 объемов 3 н водного раствора сульфита натрия. Смесь взбалтывают до растворения осадка. Раствор готовится перед анализом);
- стандартный раствор ртути (для приготовления стандартного раствора ртути растворяют 0,0135 г хлорида ртути в 100 мл поглотительного раствора. Затем 1 мл приготовленного раствора разбавляют до 100 мл поглотительным раствором. Стандартный раствор содержит в 1 мл 1 мкг-ион ртути Hg^{2+});
- пробирки, пипетки, мерные колбы.