ОСОБЕННОСТИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИЗУЧЕНИЯ РАСТВОРИМОСТИ СУЛЬФИДОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ НА ПРИМЕРЕ МЕДИ И СВИНЦА

Пестриков С.В., Сапожникова Е.Н., Исаева О.Ю., Исламгалеева И.Н., Легушс Э.Ф., Красногорская Н.Н.
Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа

В настоящее время все большую распространенность получает сульфидный метод очистки сточных вод от ионов тяжелых металлов, основанный на взаимодействии с биогенным сероводородом или сульфидом натрия.

Данный метод основан на утверждении о малой растворимости сульфидов. Однако экспериментальные исследования растворимости и термодинамические расчеты значительно различаются. Эксперимент, как правило, показывает значительно большую растворимость, что связано с образованием сульфидных комплексов металлов и наличием в растворе сульфидов коллоидной степени дисперсности.

Таким образом, для определения эффективности процессов осаждения очевидной становится необходимость усовершенствования методов определения концентрации ионов тяжелых металлов в растворах. Целью данной работы являлось изучение возможности и условий анализа растворимости сульфидов тяжелых металлов (на примере меди и свинца) с помощью ионометрии и инверсионной вольатмперометрии.

Инверсионная вольтамперометрия основана на предварительном электрохимическом накоплении определяемого компонента на поверхности или в объеме индикаторного электрода с последующей регистрацией вольтамперограммы, отражающей электрохимическую реакцию продукта накопления. Высота волны пропорциональна концентрации вещества в растворе. Потенциал полуволны определяется, в основном, природой реагирующих веществ.

Измерения проводились на аналитическом вольтамперометрическом комплексе СТА, предназначенном для определения количественного содержания электрохимически активных элементов и веществ при анализе проб различных объектов.

Методика эксперимента заключалась в следующем:

1. Приготовление раствора соли тяжелого металла определенной молярности, осаждение сульфида металла при определенном значении pH водным раствором сульфида натрия.

2. Центрифугирование полученной суспензии для удаления выпавшего осадка сульфида металла.

3. Измерение остаточной концентрации иона металла. Пробы представляли собой модельные растворы, не содержащие органических примесей, поэтому кислотная пробоподготовка не проводилась. В три идентичные вольтамперометрические ячейки помещали одинаковые объемы проб анализируемого раствора с добавлением фонового электролита и регистрировали вольтамперограмму в виде пика. Для окончательного количественного определения к анализируемолй пробе добавляли стандартный раствор определяемого металла и вновь регистрировали вольтамперограмму.

Измерения проводились с варьированием степени разбавления пробы, чувствительности прибора и времени ультрафиолетовой пробоподготовки.

Результаты показали отсутствие приемлемой сходимости для параллельных проб, что, по-видимому, вызвано следующими причинами:

1. Осаждением анализируемого металла, вводимого в виде добавки, оставшимися в растворе сульфид-ионами.

2. Маскировкой сигналов Pb и Cu вследствие окисления сульфида ртути на ртутно-пленочном электроде.

Таким образом, при применении вольтамперометрического комплекса СТА для анализа раствора становится очевидной необходимость дополнительной пробоподготки.

Метод ионометрии основан на применении ионоселективных мембранных электродов, функционирующих по механизму переноса ионов, т.е. обладающих ионной проводимостью. Поскольку мембрана проницаема для одного или нескольких видов ионов, то это свойство обеспечивает достаточно высокую селективность электрода. Очевидно, что ион, по отношению к которому мембрана проницаема, проникает в нее и перемещается в ней. В то же время, для других ионов, по отношению к которым мембрана не проницаема, создаются условия, обеспечивающие ограниченное перемещение этих ионов в фазе мембраны и предотвращающие их переход через границу раствор/мембрана.

Измерения проводились на анализаторе жидкости ЭКСПЕРТ-001-3 с использованием свинецселективного электрода ХС-Pb-001 и медьселективного электрода ХС-Cu-001 в интервале pH=6-11.

Проведенные эксперименты показали важность следующих факторов при проведении ионометрических измерений:

1. Необходимость отделения осадка перед проведением измерений (под действием электростатических сил даже хорошо осевший осадок сульфида налипал на электроды, и показания прибора не стабилизировались, кроме того, концентрация свободных ионов металла возрастала).

2. Необходимость учета временного фактора (в процессе старения осадков растворимость снижается).

3. Исключение возможности образования полисульфидных комплексов, т.к. применяемые электроды обладают селективность только к определенному иону.

Таким образом, экспериментальное определение растворимости сульфидов тяжелых металлов, требует не только тщательного соблюдения существующих методик, но и учета физико-химических особенностей процесса осаждения и пробоподготовки.