

именно серную кислоту в качестве вскрывающего реагента.

Для изучения влияния концентрации серной кислоты на вскрываемость отходов были выбраны 20, 40, 60 и 80 % кислоты. Для лучшего растворения осадка процесс проводился при повышенных температурах.

При концентрации серной кислоты 20 % процент вскрытия составил 62,65 %, при увеличении концентрации вскрывающего агента до 40 % приводит к вскрываемости 79,95 %. Стоит отметить, что дальнейшее увеличение концентрации не приводит к значительным изменениям вскрываемости. На основании вышесказанного, наиболее подходящей является серная кислота с концентрацией 40 %, что также позволяет избежать сульфатизации раствора с выпадением осадка.

Определение зависимости вскрытия отходов от температуры проходило в термостате, где выдерживались изотермические условия. Образец массой 2 г растворяли в 40 % серной кислоте, при различных температурах 20 °С, 30 °С, 40 °С, 60 °С, 70 °С в термостате. Время каждого эксперимента составляло 10 мин.

В результате данного опыта были получены осадки различной массы. Так, при 20 °С масса осадка составила 1,1 г, при 30 °С – 1,2 г, при 40 °С – 1 г, а при 60 °С и 70 °С – 0,6 г. Из данных видно, что при высоких температурах процесс вскрытия протекал наиболее полно (масса осадка составила 0,6 г). Поэтому для данного случая

90 °С является достаточно подходящей температурой.

Исследовано влияние времени взаимодействия кислоты с отходами на процесс вскрытия. Установили, что после 35 минут, при 500 °С в сернокислой среде, достигается 45 %-ное растворение твердой фазы. Стоит предположить, что неполное вскрытие обусловлено кинетическими аспектами процесса.

Процесс осаждения отходов проводили с использованием щавелевой кислоты, так как прокалывание оксалата позволяет получить чистый оксид без содержания примесей. Для приготовления насыщенного раствора использовалось 90 г сухой кислоты на 100 мл воды. Затем полученная щавелевая кислота разбавлялась до растворов с концентрациями 20 %, 40 %, 60 % и 80 %. Данные кислоты приливались к отходам после сернокислотного разложения. Продукты реакции отправлялись на фильтрование и исследовались с помощью рентгенофлуоресцентного анализа на приборе ARL ThermoScientific QUANT'X. Из полученных спектров видно, что для процесса осаждения подходит 20 % щавелевая кислота.

Таким образом, процесс переработки условно разделяется на два этапа: вскрытие и осаждение. Вскрытие целесообразно проводить 40 % серной кислотой при температуре 90 °С и времени равном 35 минутам, а осаждение 20 % щавелевой кислотой.

ИССЛЕДОВАНИЕ СИНТЕЗА НАНОЧАСТИЦ, СОДЕРЖАЩИХ СУЛЬФИДЫ РЕДКИХ И ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ

Ю.С. Минина

Научный руководитель – к.х.н., доцент Н.Б. Егоров

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, julyminina@gmail.com*

В настоящее время в физике полупроводников привлекают внимание гетероструктуры на основе халькогенидов – оксидов, сульфидов, селенидов и теллуридов различных редких и цветных металлов. Значительное количество работ посвящено изучению систем, содержащих серу. Например, гетероструктуры, состоящие из CdS–Cu₂S являются полупроводниками p- и n-типа, что может быть использовано в создании фотоэлементов и солнечных батарей. Полупроводниковые гетероструктуры EuS–PbS явля-

ются перспективными источниками получения спин-поляризованного потока электронов, что может быть использовано в различных устройствах спинтроники. Гетероструктуры CdS–PbS перспективны в качестве фотоэлектрических устройств и солнцезащитных покрытий.

Еще больший интерес вызывает у исследователей получать такие гетероструктуры в нанометровом диапазоне, так как в этом случае изменяется время излучательной рекомбинации и

электрической релаксации, которые существенно зависят от размера частиц.

Для синтеза таких гетероструктур применяются различные методы – золь-гель метод, метод ионообменного замещения, методы напыления и осаждения (магнетронным, лазерным, плазмохимическим способами) и др.

В настоящей работе для синтеза наночастиц гетероструктур применяли фотохимический метод, в котором облучали УФ-излучением растворы тиосульфатных соединений редких и цветных металлов.

В данном методе возможно получать гетероструктуры по двум вариантам. В первом случае фотолизуемый раствор содержит тиосульфатные комплексы как редких, так и цветных металлов. Однако при этом фотолизу подвергается только один тиосульфатный комплекс с образованием наноразмерного сульфида. Вследствие разности произведения растворимостей на границе наноразмерный сульфид–раствор происходит ионообменное замещение с формированием гетероструктур. Во втором варианте оба тиосульфатных комплекса фотолизуются с образованием наноразмерных сульфидов, которые объединяясь формируют гетероструктуру.

В данной работе исследовали способ синтеза гетероструктуры CdS–Cu₂S с использованием первого варианта. Для этого синтезировали комплексные тиосульфаты кадмия и меди, как это указано в работах [1, 2]. Полученные комплексные соединения K₄[Cd(S₂O₃)₃] и K₃[Cu(S₂O₃)₂] предварительно исследовали на светочувствительность. Для УФ-облучения использовали ртутные лампы (ДКБУ-9, ДРТ-125) и эксимерные лампы (KrF и KrCl).

Список литературы

1. *Новаковский М.С., Рязанцева А.П. // Труды химического факультета и научно-исследовательского института химии Харьковского государственного университета им. А.М. Горького, 1954. – Т.12. – С.277–281.*
2. *Сильниченко В.Г. // Ученые записки, 1959. – №84. – С.124–127.*
3. *Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. – М.: Химия, 1979. – 480 с.*

Как показали исследования раствор K₃[Cu(S₂O₃)₂] не подвергается фотолизу при УФ-облучении, а раствор K₄[Cd(S₂O₃)₃] фотолизуется с образованием желто-коричневого CdS (согласно данным рентгенофазового анализа), имеющих размер ~100 нм. Наиболее высокий выход CdS наблюдается при УФ-облучении лампой KrCl.

Произведения растворимости CdS составляет 1,6 • 10⁻²⁸, а для Cu₂S составляет 2,5 • 10⁻⁴⁸ [3]. При такой высокой разности в случае образования наночастиц CdS в растворе, содержащем ионы Cu⁺ должно произойти на поверхности частичное замещение ионов Cd²⁺ на ионы Cu⁺ (правило рядов Н.А. Тананаева).

Эксперименты показали, что в первые же минуты фотолиза происходит изменение цвета образующихся твердофазных продуктов фотолиза с желто-коричневого до черного. Это указывает, что скорость ионного обмена очень высокая, на которую значительное влияние оказывает концентрация в растворе K₃[Cu(S₂O₃)₂] и температура при которой осуществляется фотолиз. Полученный продукт фотолиза и ионного замещения отфильтровывали, промывали и сушили в вакуумном эксикаторе. Согласно данным рентгенофазового анализа получаемое соединение представляет собой совокупность двух фаз, первая из которых является CdS, а вторая Cu₂S.

Таким образом, впервые получены гетероструктуры CdS–Cu₂S в результате фотолиза водных растворов K₄[Cd(S₂O₃)₃] в присутствии K₃[Cu(S₂O₃)₂]. Установлено, что скорость ионного обмена протекает с высокой скоростью.