

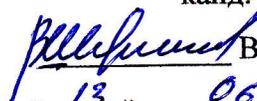
Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет
Кафедра аналитической химии

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ В ГЭК

Руководитель ООП

канд. хим. наук, доцент

 В. В. Шелковников
« 13 » 06 2019 г.

ДИПЛОМНАЯ РАБОТА

**Определение истинной поверхности наноразмерных осадков
родия и платины на поверхности графитовых электродов методом
инверсионной вольтамперометрии**

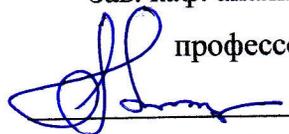
по основной образовательной программе подготовки специалистов
специальность

04.05.01 – Фундаментальная и прикладная химия

Курцевич Екатерина Андреевна

Зав. каф. аналитической химии

профессор, док.хим.наук

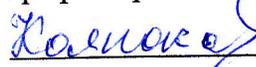
 А. И. Мамаев
« 13 » 06 2019 г.

Руководитель ВКР

доцент, канд. хим. наук

 В. В. Шелковников
Научный консультант

профессор НИ ТГУ, док. хим. наук

 Н. А. Колпакова

Автор работы

студентка группы №08402

 Е. А. Курцевич

Томск – 2019

В соответствии с п. 3.2 «*Регламента размещения текстов выпускных квалификационных работ в электронной библиотеке Научной библиотеки ТГУ*» выпускная квалификационная работа размещается в репозитории с изъятием некоторых разделов, в соответствии с решением правообладателя.

Руководитель ООП



В.В. Шелковников

Аннотация к выпускной квалификационной работе

Тема выпускной квалификационной работы (ВКР) «Определение истинной поверхности наноразмерных осадков родия и платины на поверхности графитовых электродов методом инверсионной вольтамперометрии».

ВКР состоит из списка использованных обозначений, введения, трех разделов, поделенных на подразделы и содержащих 28 рисунков и 4 таблицы, заключения, выводов, благодарности сторонним организациям и списка использованной литературы, состоящего из 38 источников.

Во введении обоснована актуальность темы исследования, сформулирована цель работы и поставлены задачи.

В первом разделе, представляющем собой литературный обзор, рассматриваются особенности процессов электроконцентрирования ионов Pt (IV, II) и Rh (III) и электроокисления осадков этих металлов с поверхности графитового электрода, а также методы оценки поверхности электролитических осадков.

Во втором разделе освещены методика проведения экспериментов, метрологические показатели результатов анализа и приборно-аналитическая база.

Третий раздел представляет собой экспериментальную часть, в которой проводится оценка истинной поверхности электролитических осадков родия и платины по пикам селективного электроокисления неблагородного компонента из ИМС с благородным металлом.

Заключение и выводы включают в себя особенности, достоинства и недостатки разработанной методики, а также краткое обобщение полученных результатов исследования.

Общий объем ВКР составляет 63 страницы.

СОДЕРЖАНИЕ

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ	5
ВВЕДЕНИЕ	6
1. Литературный обзор	9
1.1. Особенности электроконцентрирования ионов Pt (IV, II) и Rh (III) и электроокисление осадков этих металлов с поверхности графитового электрода	9
1.2. Методы оценки истинной поверхности электролитических осадков	15
2. Аппаратура и методика эксперимента	19
2.1. Приборы и электроды	19
2. 2. Реактивы, посуда и материалы	20
2. 3. Приготовление растворов	21
2.4. Оценка метрологических показателей результатов анализов	22
3. Оценка истинной поверхности электролитических осадков родия и платины по пикам селективного электроокисления неблагородного компонента из ИМС с благородным металлом	23
3. 1. Исследование процесса электроокисления электролитического осадка свинец – родий с поверхности графитового электрода	23
3. 1. 1. Оценка кинетических параметров процесса селективного электроокисления свинца из ИМС с родием	29
3. 1. 2. Оценка истинной поверхности наноструктурированных электролитических осадков родия	32
3. 1. 2. 1. Определение площади истинной поверхности электролитических осадков родия по пикам адсорбции водорода на осадках родия	32
3. 1. 2. 2. Определение площади истинной поверхности электролитических осадков родия по пикам селективного электроокисления свинца из ИМС Pb ₂ Rh	34
3. 1. 2. 3. Расчет предела обнаружения, нижнего предела количественного определения ионов родия (III) по пику селективного электроокисления свинца из ИМС Pb ₂ Rh	38
3. 2. Исследование процесса электроокисления электролитического осадка ртуть – платина с поверхности графитового электрода	39
3. 2. 1. Оценка лимитирующей стадии процесса селективного электроокисления ртути из ИМС с платиной по критерию Семерано	41

3. 2. 2. Определение площади истинной поверхности электролитических осадков платины по пикам селективного электроокисления ртути из ИМС Hg ₄ Pt	42
3. 2. 3. Расчет предела обнаружения, нижнего предела количественного определения ионов платины (II, IV) по пику селективного электроокисления ртути из ИМС Hg ₄ Pt	46
3. 3. Исследование процесса электроокисления электролитического осадка свинец – платина с поверхности графитового электрода	47
3. 3. 1. Оценка лимитирующей стадии процесса селективного электроокисления свинца из ИМС с платиной по критерию Семерано	49
3. 3. 2. Определение площади истинной поверхности электролитических осадков платины по пикам адсорбции водорода на платине	50
3. 3. 3. Определение площади истинной поверхности электролитических осадков платины по пикам селективного электроокисления свинца с поверхности платины	51
3. 3. 4. Расчет предела обнаружения, нижнего предела количественного определения ионов платины (II, IV) по пику селективного электроокисления свинца из ИМС PbPt	53
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	54
ВЫВОДЫ	56
Благодарности	58
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	59

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kolpakova N. Problems of choosing metal-modifiers for graphite electrodes used in inversion voltammetry / N.Kolpakova, E. Dyachenko // Russ. Chem. Bull., Int. Ed. – 2017. – V. 66, № 7. – P. 1131 – 1137.
2. Kolpakova N. Assessment phase composition electrolytic deposits containing rhodium (III) by a stripping voltammetry method / N. Kolpakova, A. Nesterov // Procedia Chemistry. – 2014. – № 10. – P. 92 – 96.
3. Колпакова Н. А. Общие вопросы электрохимического анализа : учеб. пособие / Н. А. Колпакова. – Томск : Изд-во Том.политехн. ун-та, 2013. – 159 с. : ил.
4. Будников Г. К. Модифицированные электроды для вольтамперометрии в химии, биологии, медицине / Г. К. Будников, Г. А. Евтюгин, В. Н. Майстренко. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2015. – 419 с. : ил.
5. Маршаков И. К. Селективная коррозия сплавов // Соров. образоват. журн. – 2000. – Т. 6, № 4. – С. 57 – 62.
6. Городынский А. В. Моделирование процессов восстановления в катодной пленке / А. В. Городынский, Н. Д. Иванова, С. А. Иванов // Электрохимия. – 1983. – Т. 19, № 9. – С. 1155 – 1158 .
7. Хансен М. Структуры двойных сплавов. / М. Хансен, К. Андерко // М.: Химия. – 1962. – Т. 1, 2. – 495 с.
8. Kolpakova N. Determination of rhodium content by the method of Stripping voltammetry in ores and technogenic raw materials / N. Kolpakova, E. Dyachenko // МАТЕС Web of Conferences 85. – 2016. – № 01007. – P. 1 – 7.
9. Колпакова Н. А. Природа положительного анодного пика тока на вольтамперной кривой в инверсионной вольтамперометрии бинарных систем платина – металл / Н. А. Колпакова, Н. В. Борисова, В. А. Невоструев // Журнал аналитической химии. – 2001. – №.8. – С.835 – 839.
10. Смышляева Е. А. Особенности электрохимического окисления осадков Pt – Hg на поверхности графитового электрода / Е. А. Смышляева, Н.

А. Колпакова // Химия и химическая технология на рубеже тысячелетий. Материалы II всероссийской научной конференции (Томск, 26 – 28 ноября 2002), Томск : Изд-во ТПУ, 2002. – Т. 2. – С. 189 – 192.

11. Электроокисление бинарных электролитических осадков, содержащих платину / Э. М. Устинова [и др.] // Вестник науки Сибири. – 2011. – № 1. – С. 112 – 119.

12. Оськина Ю. А. Инверсионно-вольтамперометрическое определение родия в минеральном сырье на модифицированных свинцом графитовых электродах: дис. ... канд. хим. наук / Ю. А. Оськина. – Томск, 2018. – 88 с.

13. Characterization and kinetic study of a nanostructured rhodium electrode for the hydrogen oxidation reaction / M. A. Montero [et al] // Journal of Power Sources. — 2014. — V. 254. — P. 218 – 223.

14. Montero M. A. Kinetics of the hydrogen oxidation reaction on nanostructured rhodium electrodes in alkaline solution / M. A. Montero, M. R. Gennero De Chialvo, A. C. Chialvo // Journal of Power Sources. — 2015. — V. 283. — P. 181 – 186.

15. Мансуров Г. Н. Электрохимия тонких металлических пленок. Монография / Г. Н. Мансуров, О. А. Петрий. — М.: МГОУ, 2011. — 351 с.

16. Немова В. В. Исследования по электрохимическому поведению палладия и платины на графитовом электроде и определению их методом пленочной полярографии с накоплением :дис. ... канд. хим. наук / В. В. Немова. – Томск, 1973. – 174 с.

17. Дамаскин Б. Б. Введение в электрохимическую кинетику / Б. Б. Дамаскин, О. А. Петрий. – М.: Высшая школа, 1975. – 400с.

18. Electrochemical study of hydrogen interaction with palladium and platinum / I. P. Chevillot [et al] // J.Electroanal.Chem. – 1975. – V. 64. – P. 39 – 62.

19. Kinoshita K. Changes the morphology of platinum agglomerates during sintering / K. Kinoshita, K. Rousis, J. A. S. Bett // *Electrochimica Acta*. – 1973. – V. 18, M. 12. – P. 953 – 963.
20. Марвет Р. В. Изучение адсорбции водорода на платине различной степени дисперсности / Р. В. Марвет, О. А. Петрий // *Электрохимия*. – 1967. – Т. 3, № 5. – С. 591 – 599.
21. Кутюков Г. Г. Определение удельной поверхности и стабильности платиновых катализаторов методами БЭТ и кривых заряжения / Г. Г. Кутюков, Е. В. Коллодий, А. Б. Фасман // *Электрохимия*. – 1977. – Т. 13, № 3. – С. 400 – 403.
22. Трасатти С. Измерение истинной поверхности в электрохимии / С. Трасатти, О. А. Петрий // *Электрохимия*. – 1993. – Т. 29, № 4. – С. 557 – 574.
23. Углов В. В. Методы анализа элементного состава поверхностных слоев / В. В. Углов, Н. Н. Черенда, В. М. Анищик. – Минск : БГУ, 2007. – 167 с.
24. Методические разработки к спецкурсу по электрохимическим методам изучения каталитических процессов / под ред. Г.Д. Вовчеко. – М.: МГУ, 1984. – 39 с.
25. Хрущева Е. И. Развитие электрохимического метода определения площади поверхности металлов / Е. И. Хрущева, М. Р. Тарасевич // *Успехи химии*. – 1978. – Т. 67, Вып. 5. – С. 804 – 818.
26. Пат. № 2661307 от 13.07.2018 г. Российская Федерация. Способ определения истинной поверхности электролитического осадка родия, осажденного на углеродсодержащий электрод, методом инверсионной вольтамперометрии / Колпакова Н. А., Оськина Ю. А. // *Бюл.* № 19. – 2018. – 9 с.
27. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ. Т. 1. / под ред. Л.Н. Москвина. – М. : Издательский дом «Академия». – 2008. – 576 с.

28. Шольц. Ф. Электроаналитические методы. – М.: Бином, 2006.– 326 с.
29. Галюс З. Теоретические основы электролитического анализа. – М.: Мир, 1974.
30. Смагунова А. Н. Методы математической статистики в аналитической химии : учеб. пособие / А. Н. Смагунова, О. М. Карпунова. – Ростов н/Д : Феникс, 2012. – 346 с., ил.
31. Kolpakova N. A. Determination of Rh(III) by stripping voltammetry on a graphite electrode modified with lead / N. A. Kolpakova, Y. A. Oskina, J. K. Sabitova // Journal of Solid State Electrochemistry. – 2018. – V. 22, № 6. – P. 1933–1939.
32. Брайнина Х. З., Нейман Е.Я. Твердофазные реакции в электроаналитической химии / Х. З. Брайнина, Е. Я. Нейман. – М.: Химия, 1982. – 264 с.
33. Пнев В. В. Теория инверсионной полярографии на твердых электродах при адсорбции деполяризатора по уравнению Ленгмюра. Обратимые электродные процессы / В. В. Пнев, Г. Н. Попов, М. С. Захаров // Электрохимия. – 1975. – Т. 11, № 7. – С. 1037.
34. Нестерина Е. М. Одновременное определение низких содержаний висмута, свинца и кадмия в почвах, силикатных горных породах и строительных материалах инверсионно-вольтамперометрическим методом / е. м. Нестерина, Г. И. Бабешко // Тез. Докл. 4й Всерос. конф. «ЭКОАНАЛИТИКА-2000» с междунар. участием, Краснодар, 2000. – С.328-329.
35. Yang Minli Electrodeposition of bismuth onto glassy carbon electrodes from nitrate solutions / Yang Minli, Hu Zhongbo // J. Electroanal. Chem. – 2005.–V.583, №1 – P. 46 – 55.
36. Пакриева Е.Г. Оценка фазового состава электролитических осадков, содержащих родий (III) методом инверсионной вольтамперометрии

/ Е. Г. Пакриева, А. А. Нестеров, Н. А. Колпакова // Фундаментальные исследования. – 2013. – № 8-3. – С. 692-695.

37. Захаров М. С. Методы исследования электродных процессов в гальванотехнике. – Тюмень. – 2006 . – 239 с.

38. Phase analysis of platinum-mercury and platinum-lead electrolytic deposits / N. Ivanova [et al.] // J. Solid State Electrochem. – 2002. – № 6. – P. 540 – 544.



Поиск заимствований в научных текстах^β

Введите текст:

...или загрузите файл:

Файл не выбран...

Выбрать файл...

Укажите год публикации:

Выберите коллекции

- | | | |
|-------------------------|------------------------|------------------------|
| Все | Википедия | Российские журналы |
| Рефераты | Российские конференции | Энциклопедии |
| Авторефераты | Иностранные журналы | Англоязычная википедия |
| Иностранные конференции | | |
| PubMed | | |

Анализировать

Проверить по расширенному списку коллекций системы Руконтекст (<http://text.rucont.ru/like>)

Обработан файл:

2019Курцевич_ВКР 08402.pdf.

Год публикации: 2019.

Оценка оригинальности документа - 91.86%

Процент условно корректных заимствований - 0.0%

Процент некорректных заимствований - 8.14%

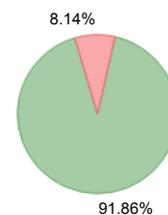
Просмотр заимствований в документе

Время выполнения: 16 с.

Документы из базы

Источники заимствования

В списке литературы Источники
Заимствования



1. Определение платины в золоторудном минеральном сырье методом инверсионной вольтамперометрии на модифицированном индием графитовом электроде
(<http://vak2.ed.gov.ru/idcUploadAutoref/renderFile/126841>)

Авторы: Устинова Эльвира Маратовна.

Год публикации: 2013. Тип публикации: автореферат диссертации.

<http://vak2.ed.gov.ru/idcUploadAutoref/renderFile/126841>

(<http://vak2.ed.gov.ru/idcUploadAutoref/renderFile/126841>)

Показать заимствования (15)

3.36%

- 2. Оценка фазового состава электролитических осадков, содержащих родий (III) методом инверсионной вольтамперометрии (<http://cyberleninka.ru/article/n/otsenka-fazovogo-sostava-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-rodij-iii-metodom-inverzionnoy-voltamperometrii>)**
- Авторы: Пакриева Е. Г., Нестеров А. А., Колпакова Н. А.
 Год публикации: 2013. Тип публикации: статья научного журнала.
<http://cyberleninka.ru/article/n/otsenka-fazovogo-sostava-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-rodij-iii-metodom-inverzionnoy-voltamperometrii> (<http://cyberleninka.ru/article/n/otsenka-fazovogo-sostava-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-rodij-iii-metodom-inverzionnoy-voltamperometrii>)
 Показать заимствования (16)
- 2.8%
- 3. Электроокисление бинарных электролитических осадков, содержащих платину (<http://cyberleninka.ru/article/n/elektrookislenie-binarnyh-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-platinu>)**
- Авторы: Устинова Эльвира Маратовна, Горчаков Эдуард Владимирович, Колпакова Нина Александровна, Глызина Татьяна Святославовна.
 Год публикации: 2011. Тип публикации: статья научного журнала.
<http://cyberleninka.ru/article/n/elektrookislenie-binarnyh-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-platinu> (<http://cyberleninka.ru/article/n/elektrookislenie-binarnyh-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-platinu>)
 Показать заимствования (11)
- 2.01%
- 4. Исследование методом ИВ бинарных платиносодержащих осадков (<http://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-metodom-iv-binarnyh-platinosoderzhaschih-osadkov>)**
- Авторы: Горчаков Э. В., Устинова Э. М., Пшеничкин А. Я.
 Год публикации: 2012. Тип публикации: статья научного журнала.
<http://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-metodom-iv-binarnyh-platinosoderzhaschih-osadkov> (<http://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-metodom-iv-binarnyh-platinosoderzhaschih-osadkov>)
 Показать заимствования (10)
- 1.65%
- 5. Оценка фазового состава электролитических осадков, содержащих платину (<http://cyberleninka.ru/article/n/otsenka-fazovogo-sostava-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-platinu>)**
- Авторы: Габдурахманова Эльвира Маратовна, Горчаков Эдуард Владимирович, Глызина Татьяна Святославовна, Колпакова Нина Александровна.
 Год публикации: 2010. Тип публикации: статья научного журнала.
<http://cyberleninka.ru/article/n/otsenka-fazovogo-sostava-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-platinu> (<http://cyberleninka.ru/article/n/otsenka-fazovogo-sostava-elektroliticheskikh-osadkov-soderzhaschih-platinu>)
 Показать заимствования (6)
- 1.19%
- 6. Определение висмута в минеральном сырье методом инверсионной вольтамперометрии (<http://cyberleninka.ru/article/n/opredelenie-vismuta-v-mineralnom-syrie-metodom-inverzionnoy-voltamperometrii>)**
- Авторы: Глызина Татьяна Святославовна, Колпакова Нина Александровна.
 Год публикации: 2009. Тип публикации: статья научного журнала.
<http://cyberleninka.ru/article/n/opredelenie-vismuta-v-mineralnom-syrie-metodom-inverzionnoy-voltamperometrii> (<http://cyberleninka.ru/article/n/opredelenie-vismuta-v-mineralnom-syrie-metodom-inverzionnoy-voltamperometrii>)
 Показать заимствования (7)
- 0.96%
- 7. Закономерности электроокисления бинарных электролитических осадков железо–мышьяк (<http://cyberleninka.ru/article/n/zakonomernosti-elektrookisleniya-binarnyh-elektroliticheskikh-osadkov-zhelezo-myshyak>)**
- Авторы: Колпакова Н. А., Носкова Г. Н., Данилова Т. В..
 Год публикации: 2013. Тип публикации: статья научного журнала.
<http://cyberleninka.ru/article/n/zakonomernosti-elektrookisleniya-binarnyh-elektroliticheskikh-osadkov-zhelezo-myshyak> (<http://cyberleninka.ru/article/n/zakonomernosti-elektrookisleniya-binarnyh-elektroliticheskikh-osadkov-zhelezo-myshyak>)
 Показать заимствования (6)
- 0.9%
- 8. Электрохимическое поведение висмута на ртутных и графитовых электродах, модифицированных золотом и платиной, и его определение методами вольтамперометрии в золоторудном минеральном сырье (<http://dlib.rsl.ru/loader/view/01003489919?get=pdf>)**
- Авторы: Глызина, Татьяна Святославовна.
 Год публикации: 2009. Тип публикации: автореферат диссертации.
<http://dlib.rsl.ru/loader/view/01003489919?get=pdf> (<http://dlib.rsl.ru/loader/view/01003489919?get=pdf>)
 Показать заимствования (6)
- 0.86%

9. Исследование поверхности графитовых электродов с осадками индия и платины (<http://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-poverhnosti-grafitovyh-elektrodov-s-osadkami-indiya-i-platiny>).

Авторы: Устинова Эльвира Маратовна, Колпакова Нина Александровна, Пшеничкин Анатолий Яковлевич, Ильенко Сергей Сергеевич.

Год публикации: 2013. Тип публикации: статья научного журнала.

<http://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-poverhnosti-grafitovyh-elektrodov-s-osadkami-indiya-i-platiny> (<http://cyberleninka.ru/article/n/issledovanie-poverhnosti-grafitovyh-elektrodov-s-osadkami-indiya-i-platiny>)

[Показать заимствования \(3\)](#)

0.77%

10. Применение in в качестве металла-активатора для определения платины в золотосодержащем сырье (<http://cyberleninka.ru/article/n/primenenie-in-v-kachestve-metalla-aktivatora-dlya-opredeleniya-platiny-v-zolotosoderzhaschem-syrie>).

Авторы: Устинова Эльвира Маратовна, Горчаков Эдуард Владимирович, Колпакова Нина Александровна.

Год публикации: 2012. Тип публикации: статья научного журнала.

<http://cyberleninka.ru/article/n/primenenie-in-v-kachestve-metalla-aktivatora-dlya-opredeleniya-platiny-v-zolotosoderzhaschem-syrie> (<http://cyberleninka.ru/article/n/primenenie-in-v-kachestve-metalla-aktivatora-dlya-opredeleniya-platiny-v-zolotosoderzhaschem-syrie>)

[Показать заимствования \(3\)](#)

0.55%

11. Развитие метода пошагового математического разрешения перекрывающихся аналитических сигналов на примере инверсионно-вольтамперометрического и рентгенодифракционного методов анализа (<http://dlib.rsl.ru/loader/view/01004616465?get=pdf>).

Авторы: Шеховцова, Наталья Сергеевна.

Год публикации: 2010. Тип публикации: автореферат диссертации.

<http://dlib.rsl.ru/loader/view/01004616465?get=pdf> (<http://dlib.rsl.ru/loader/view/01004616465?get=pdf>)

[Показать заимствования \(3\)](#)

0.46%

12. Изучение состава бинарного электролитического осадка индий-платина (<http://cyberleninka.ru/article/n/izuchenie-sostava-binarnogo-elektroliticheskogo-osadka-indiy-platina>).

Авторы: Устинова Эльвира Маратовна, Горчаков Эдуард Владимирович, Колпакова Нина Александровна.

Год публикации: 2012. Тип публикации: статья научного журнала.

<http://cyberleninka.ru/article/n/izuchenie-sostava-binarnogo-elektroliticheskogo-osadka-indiy-platina> (<http://cyberleninka.ru/article/n/izuchenie-sostava-binarnogo-elektroliticheskogo-osadka-indiy-platina>)

[Показать заимствования \(3\)](#)

0.44%

[Дополнительно](#)

[Общезвестные фрагменты](#)

[Значимые оригинальные фрагменты](#)

[Библиографические ссылки](#)

[Искать в Интернете](#)