

*Л.А. ФРОЛОВА*, канд. техн. наук,

*А.Т. КОЛОДЯЖНЫЙ*, канд. техн. наук,

*Ю.Н. КОЛОТУХИНА*, студент, ГВУЗ «УДХТУ»

## **ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ОСАЖДЕНИЯ МОДИФИЦИРОВАННОГО ГЕТИТА**

Досліджено вплив умов синтезу на форму, розмір та морфологію частинок гетиту. За результатами серії дослідів побудована експериментально статистична математична модель, яка описує залежність формфактора від основних технологічних параметрів. Встановлено оптимальні значення технологічних параметрів

There has been studying the dependence of synthesis conditions on the form, the size and the morphology of goethite. According to the number of experiments the experimental and statistic mathematical model was built, which describes the dependence of the formfactor on main technological parameters.

Управление процессом получения гетита, модифицированного кобальтом, с заданным гранулометрическим составом очень важно, так как высокодисперсные порошки железа, железокобальтовые порошки находят широкое применение в качестве катализаторов, магнитоносителей, хемосорбентов. Проблема управления свойствами порошков в основном проблема технологическая и решается путем оптимизации всех стадий технологии (осаждение, дегидратация, восстановление). Таким образом, получение необходимой развитой поверхности, формы частиц, а для двухкомпонентных систем и состава полученного порошка определяется различными технологическими режимами процесса. Поэтому необходимо нахождение основных технологических закономерностей синтеза дисперсных систем, частицы которых имеют кристаллографическую анизотропию, а также анизотропию формы.

Согласно предшествующим экспериментам [1], были приняты в качестве основных технологических факторов, которые влияют на форму, размер и морфологию частиц гетита, концентрация сульфата железа, концентрация гидроксида натрия, температура, скорость подачи воздуха. Для определения пределов изменения указанных факторов, которые оказывают влияние на получение продукта с максимальной анизотропией частиц, была проведена серия предварительных опытов. Оптимизация экспериментально-статистической математической модели, построенной по результатам серии опытов, реализованных по плану дробного пятифакторного эксперимента, проводилась

методом крутого восхождения. В качестве предельных условий предложены представленные в таблице значения факторов.

Таблица

Факторы, влияющие на процесс осаждения

ФАКТОР	НАЗВАНИЕ	Размерность	Значение	
			Максимальное	Минимальное
X <sub>1</sub>	Концентрация FeSO <sub>4</sub>	моль/л	1,0	0,3
X <sub>2</sub>	Концентрация NaOH	моль/л	1,5	0,5
X <sub>3</sub>	Эффективная скорость подачи воздуха	мин <sup>-1</sup>	50	5
X <sub>4</sub>	Температура	°С	45	30
X <sub>5</sub>	Концентрация Со	в масс. %	3	1

В качестве функции отклика принято значение формфактора ( $y_1$ ), которое характеризуется анизотропией формы, а также удельная поверхность ( $y_2$ ). Расчет коэффициентов уравнения, определение их значимости, проверка адекватности модели выполнены с помощью программы STATSGRAPHICS 7.0.

Зависимость значения формфактора от вышеперечисленных факторов адекватно описывается уравнением:

$$Y_1 = 12,53 - 9,01x_1 - 0,79x_2 + 3,86x_{12} + 1,5x_1x_2$$

На рис. 1 представлена зависимость формфактора от концентрации сульфата железа и концентрации гидроксида натрия

Наибольшее влияние на габитус частиц оказывает концентрация сульфата железа, причем с повышением его концентрации длина частиц уменьшается. Таким же образом действует концентрация гидроксида натрия.

В исследованной области наибольший формфактор достигается в точке  $x_1 = 0,46$  и  $x_2 = 0,55$ .

Для проверки результатов расчета по экспериментально – статистической модели был проведен дополнительный эксперимент в этой точке. При указанных уровнях факторов достигнуто значение исходной переменной, которое согласовывается с теоретически рассчитанным. Зависимость значения удельной поверхности от выше перечисленных факторов адекватно описывается уравнением:

$$Y_2 = 6,73 - 3,26x_1 + 8,93x_2 + 0,128x_3 + 0,643x_4 + 26,87x_1^2 - 0,0021x_3^2 - 7,475x_1x_2$$

На рис. 2 представлена зависимость удельной поверхности от концентрации сульфата железа и концентрации гидроксида натрия.

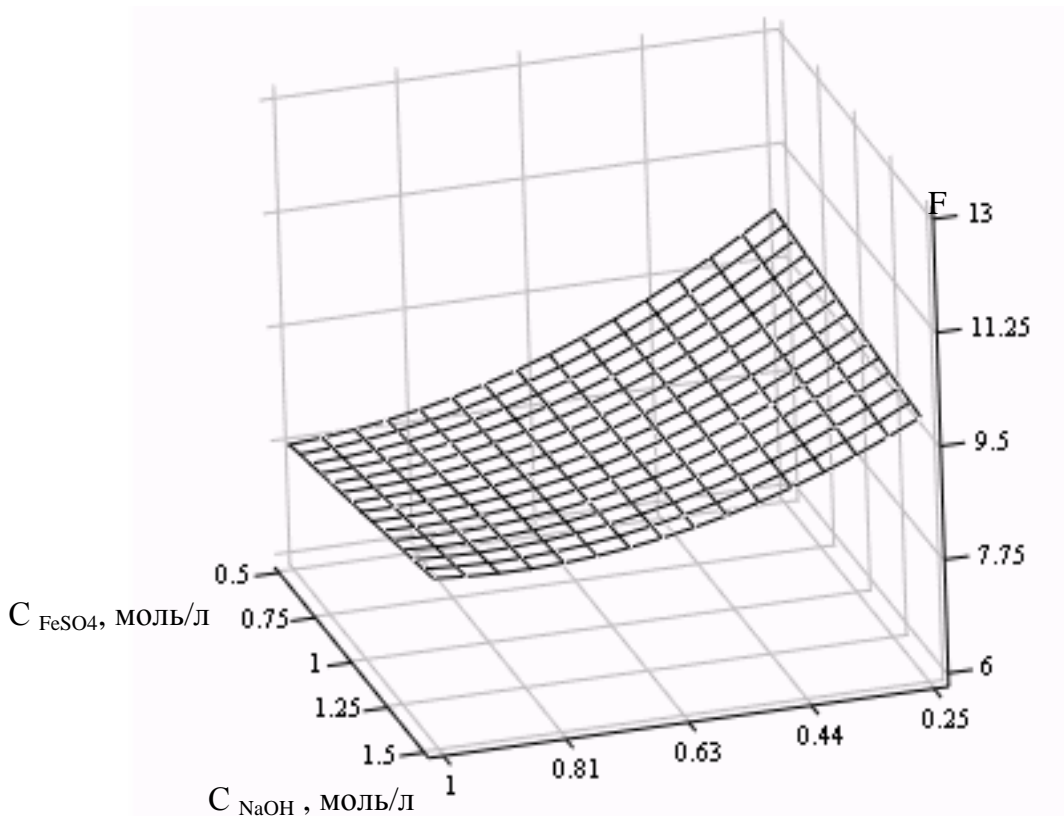


Рис. 1. Зависимость формфактора от концентрации сульфата железа и концентрации гидроксида натрия.

Наибольшее влияние на удельную поверхность оказывает концентрация сульфата железа, причем с повышением его концентрации удельная поверхность увеличивается. При увеличении концентрации гидроксида натрия удельная поверхность уменьшается. В исследованной области наибольшая удельная поверхность достигается в точке  $x_1 = 0,82$  и  $x_2 = 0,45$ .

Очевидно, что существенное влияние на ход окисления и формирование новой фазы оказывает температура в интервале 35 – 45 °С. Кроме того, рентгенографическим анализом подтверждается присутствие примесей магнетита в продукте, полученном при высоких температурах. Определяющее влияние на размер частицы и его удельную поверхность имеет исходная концентрация сульфата железа (II), в меньшей мере концентрация гидроксида натрия, а также pH начала окисления и скорость окисления.

Следует отметить, что использование едкого натра высокой концентрации приводит к образованию магнетита вследствие местных. Температура имеет большое влияние также и на фазовый состав конечного продукта.

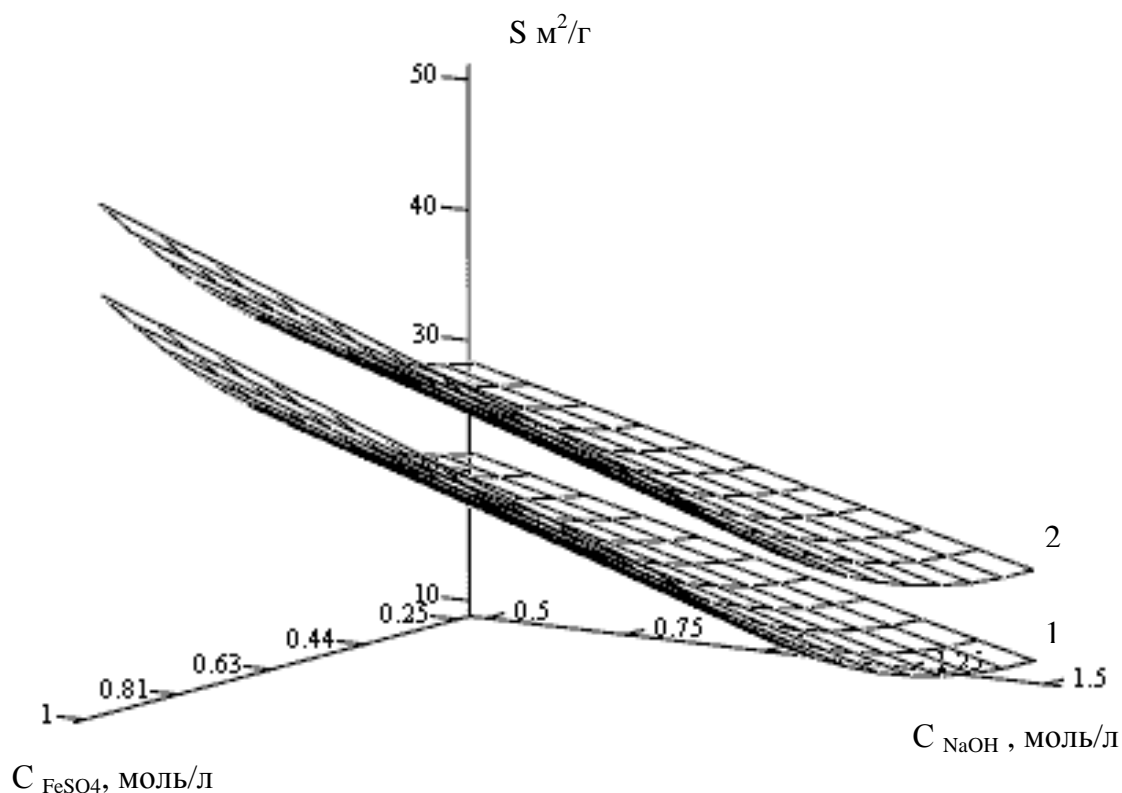


Рис. 2. Зависимость удельной поверхности от концентрации сульфата железа и концентрации гидроксида натрия:

1 – скорость подачи воздуха  $10 \text{ мин}^{-1}$ , 2 – скорость подачи воздуха  $40 \text{ мин}^{-1}$



Рис. 3. Микрофотография порошка гетита  $20000^x$

На рис. 3 представлена микрофотография порошка гетита, модифицированного кобальтом, полученного при следующих условиях:  $C_{\text{FeSO}_4} = 0,5 \text{ моль/л}$ ,  $C_{\text{NaOH}} = 0,4 \text{ моль/л}$ ,  $t = 40 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $W = 10 \text{ мин}^{-1}$ .

**Список литературы:** 1. Колодяжный А.Т., Фролова Л.А., Прокопенко Е.М., Макаrenchенко Н.П. Изучение влияния основных параметров синтеза модифицированного гетита на его дисперсность / Вопросы химии и химической технологии. – 2004. – № 4. – С. 57 – 59. 2. Епихин А.Н., Крылова А.В. Получение железистооксидных минеральных красок из твердых железосодержащих отходов // Журнал прикладной химии. – 2003.

– Т. 76. – вып. 1. – С. 23 – 27. 3. Клещев Д.Г., Шейкман А.И., Плетнев Р.Н. Влияние среды на фазовые и химические превращения в дисперсных системах. – Свердловск, 1990. – 248 с.

Поступила в редколлегию 28.03.08