

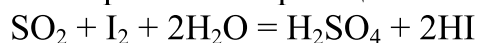
## ПОЛУЧЕНИЕ ПИГМЕНТА-НАПОЛНИТЕЛЯ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗНОГО КУПОРОСА

Имеется ряд публикаций, в которых описаны способы получения железосодержащих пигментов-наполнителей, в первую очередь, для строительной отрасли. Характерной особенностью пигментов для окрашивания строительных материалов является то, что в их составе допускается наличие примесей, которые не влияют на их цветовые характеристики. В связи с этим, широкое применение получили способы получения пигментов на основе отходов производства, в частности, гальваноламов, что значительно удешевляет процесс. Однако, несмотря на многочисленность исследований, не существует единого подхода к решению данной проблемы, поскольку гальваноламы сильно отличаются содержанием соединений металлов, таких как Fe, Cu, Cr, Ni, Zn, Na, K, Co, вследствие различных методов гальванотехники, и имеют переменный химический состав. Поэтому, недостатком этих способов является получение пигментов с различной цветовой гаммой. В связи с этим большой интерес в качестве исходного сырья вызывает желеный купорос.

Целью работы явилось исследование условий получения железо-кальциевого пигмента-наполнителя на основе железного купороса, который является распространенным, дешевым сырьем и имеет постоянный химический состав.

Исходными реагентами служили технический железный купорос, известь и  $H_2O$ . Варьируемыми параметрами явились температура и соотношение между купоросом, известью и водой в пересчете на массовое соотношение  $CaO : FeO$  и  $H_2O : CaO$ . Одним из факторов получения железокальциевого пигмента-наполнителя явилась толщина слоя исходной смеси при её термообработке. Исходные компоненты смешивали при заданных соотношениях, смесь помещали в тигель, толщина слоя которого составляла 5 см, либо на противень тонким слоем до 0,7 см, и нагревали в муфельной печи, постепенно повышая температуру до  $650^\circ C$ .

Для определения степени конверсии железного купороса навеску образца полученного пигмента-наполнителя помещали в трубчатую печь и подавали воздух. Печь разогревали до  $700^\circ C$ , газ из печи поступал в склянки с раствором йода, который при взаимодействии с диоксидом серы обесцвечивается согласно протеканию реакции:



По количеству обесцвеченного йода рассчитывали массу выделившегося диоксида серы. По массе выделившегося диоксида серы рассчитывали содержание сульфат-иона в полученном пигменте-наполнителе и степень конверсии по формуле:

$$x = \frac{n_{\text{нач}} - n_{\text{кон}}}{n_{\text{нач}}} \cdot 100, \% \quad (1)$$

где  $n_{\text{нач}}$  – содержание  $\text{SO}_4^{2-}$  в исходной смеси;  $n_{\text{кон}}$  – содержание  $\text{SO}_4^{2-}$  в полученном пигменте-наполнителе.

Определение укрывистости осуществляли по стандартной методике. Укрывистость рассчитывали по формуле:

$$y = \frac{(m_1 - m_0) \cdot m_n}{S \cdot (m_2 + m_n)}, \text{ г/м}^2 \quad (2)$$

где  $m_0$  и  $m_1$  – массы пластинок неокрашенной и окрашенной соответственно, г;  $m_n$  – масса образца, г;  $m_2$  – масса олифы, г;  $S$  – площадь пластины,  $\text{м}^2$ .

Цвет пигмента оценивали по специальному атласу цветов.

Результаты исследований влияния различных факторов на состав и свойства получаемых продуктов представлены в таблице. Как следует из экспериментальных данных, степень конверсии сульфата железа зависит как от содержания воды в исследуемой системе, так и массового соотношения  $\text{CaO} : \text{FeO}$ . При этом прослеживается следующая зависимость: повышение массового соотношения  $\text{H}_2\text{O} : \text{CaO}$  способствует росту степени конверсии, также как и увеличение массового соотношения  $\text{CaO} : \text{FeO}$ . Максимальная степень конверсии сульфата железа и образования при этом сульфата кальция характерна для соотношения  $\text{H}_2\text{O} : \text{CaO}$  равного 2,925 и находится на уровне 91,0–93,0 %, в зависимости от условий термообработки, в частности, толщины слоя термообрабатываемой смеси. Как следует из экспериментальных данных, уменьшение толщины слоя термообрабатываемого материала приводит к повышению степени конверсии (таблица). Существенного влияния повышения температуры от  $600^\circ\text{C}$  до  $650^\circ\text{C}$  на степень конверсии не отмечено.

Согласно данным таблицы, температура термообработки влияет на свойства получаемых пигментов, в частности, на укрывистость, что связано, скорее всего, с различным содержанием гематита в полученных продуктах, которое увеличивается с повышением температуры. При этом следует отметить, что с понижением массового соотношения  $\text{CaO} : \text{FeO}$  в исходной смеси укрывистость понижается, что свидетельствует о повышении кроющей способности полученных пигментов-наполнителей.

Таблица. Условия получения пигментов и результаты исследования

№	Условия эксперимента		Результаты исследования				
	t, °C	Массовое соотношение CaO : FeO	Массовое соотношение H <sub>2</sub> O : CaO	Степень конверсии, %	Укрывистость, г/см <sup>2</sup>	Цветовая характеристика	
1	600	0,816	0	89,74	28,54	Рыже-коричневый	
2		0,778	0	85,86	27,31	Рыже-коричневый	
3		0,739	0	81,51	25,54	Коричневато-красный	
4		0,700	0	75,52	23,31	Коричневато-красный	
5		0,739		0,258	84,21	26,19	Рыже-коричневый
6				1,875	86,53	20,15	Коричневато-красный
7				2,925	88,53	15,18	Рыже-коричневый
8*					91,45	18,69	Коричневато-красный
9*					92,71	22,95	Коричневато-красный
10*		0,739		91,98	13,68	Коричневато-красный	
11		0,661		88,58	14,37	Коричневато-красный	

Примечание. \* – термообработка образца в слое толщиной 0,7 см.

Цветовой тон полученных образцов несколько изменяется в зависимости от условий их получения, и в первую очередь, от температуры термообработки. Более насыщенный коричневато-оранжевый цвет характерен для образцов, полученных при температуре 650°C по сравнению с температурой 600°C.

Исходя из цветовой характеристики и кроющей способности полученных пигментов-наполнителей, можно заключить, что они являются пигментными материалами, поскольку их физико-технические характеристики, в частности, укрывистость, соответствуют требованиям, предъявляемым данным продуктам, и могут быть использованы для окрашивания строительных материалов специального назначения.