

При подстановке этих значений в уравнение (9) извлечение бесхлорного калийного удобрения в готовый продукт (γ_3) достигает 77,8 %, что подтверждается экспериментальными данными по проверке оптимизационных рекомендаций.

В результате исследований получено математическое описание двух стадий производства бесхлорных калийных удобрений — на основе фосфогипса и хлористого калия, а также определены оптимальные условия проведения этих процессов (реакции (1) и (2)).

Таким образом, показано, что использование аппарата математического моделирования и вычислительной техники значительно ускоряет процессы моделирования, повышает их достоверность и позволяет дать надежные рекомендации по оптимизации техпроцесса.

ЛИТЕРАТУРА

1. Получение бесхлорных калийных удобрений на базе КСГ и фосфогипса Гомельского химзавода. Сообщение. 1. Конверсия фосфогипса карбонатом аммония / Э.Ф. Коршук, Х.М. Александрович, Л.В. Карпова, О.И. Старостина. — Известия АН БССР. Сер. хим. науки, 1978, № 1, с. 43—47. 2. Там же. Сообщение 2. Конверсия КСГ и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ / Э.Ф. Коршук, И.И. Гончарик, Х.М. Александрович, Т.Н. Кнак. — Там же, 1979, № 6, с. 78—81.

УДК 661.833.624.097.8

Л.Е. ВОРОПАЕВ, И.М. ЖАРСКИЙ, канд.ты хим. наук,
А.В. КАПИЦА, В.Н. СТАНИШЕВСКИЙ, канд. техн. наук (БТИ)

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ПЕРОКСОКАРБОНАТА КАЛИЯ

Пероксокарбонаты калия, обладающие мягкими окислительными свойствами, являются перспективными окислителями при отбелке целлюлозы и лубяных волокон, приготовлении моющих средств. Они также могут быть использованы для очистки сточных вод [1].

Промышленное производство пероксокарбонатов до настоящего времени не налажено, что связано с недостаточной изученностью процесса электросинтеза. Выполненные работы [1—3] посвящены исследованиям механизма электросинтеза пероксокарбоната калия, влияния материала анода на механизм процесса и выход по току.

Целью настоящей работы явилось изучение влияния условий электролиза и состава электролита на выход по току пероксокарбоната натрия. Было определено влияние анодной плотности тока, температуры электролита, наличия перемешивания и концентрации карбоната калия, бихромата калия, вольфрамата калия, фторида калия, фторфторида аммония и силиката натрия на анодный выход по току пероксокарбоната калия.

Исследования проводились в электролизере с пористой стеклянной диафрагмой. В качестве источника питания использовали стабилизатор типа Б5-49; температуру электролита поддерживали на требуемом уровне с помощью термостата У-2 с точностью $\pm 0,2^\circ$.

На первом этапе эксперимента было проведено ранжирование указанных переменных, для чего реализовали план Плакетта—Бермана [4], при уровне варьирования независимых переменных, приведенных в табл. 1.

Условия проведения опытов и экспериментальные результаты представлены в табл. 2.

Выход по току взят для степени проработки, отвечающей 300 Кл/мл. По результатам опытов было рассчитано уравнение регрессии

$$V_{т\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_6} = 55,125 - 9,258x_1 + 5,425x_2 + 1,01x_3 + 1,675x_4 + 3,708x_5 + 1,67x_6 + 4,49x_7 + 0,81x_8 - 0,86x_9 - 2,99x_{10}$$

Как следует из вычисленных коэффициентов уравнения, наибольшее влияние на увеличение выхода по току пероксикарбоната калия оказывает снижение температуры. Выход будет значительно возрастать с увеличением концентрации фторида калия и бихромата калия. Остальные параметры оказывают сравнительно меньшее влияние.

С учетом полученных результатов была проведена вторая серия опытов (табл. 3).

Таблица 1

Уровни варьирования независимых переменных *

$t^{\circ}\text{C}$	$i, \text{A}/\text{m}^2$	Мембрана	Перемешивание	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	Na_2WO_4	KF	NH_4BF_4	Na_2SiO_3	K_2CO_3
x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	x_7	x_8	x_9	x_{10}
20	3000	нет	нет	0,005	0,01	0,01	0,01	0,001	3
30	5000	есть	есть	0,01	0,1	0,1	0,1	0,01	5

* Концентрация компонентов электролита дана в кмоль/м³.

Таблица 2

Условия проведения и результаты эксперимента

x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	x_7	x_8	x_9	x_{10}	x_{11}	$V_{т\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_6}, \%$	U, В
+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	-	58,5	8,3
-	+	+	-	+	+	+	-	-	-	+	73,5	7,8
+	-	+	+	-	+	+	+	-	-	-	56,8	5,9
-	+	-	+	+	-	+	+	+	-	-	88,5	8,3
-	-	+	-	+	+	-	+	+	+	-	62,7	6,8
-	-	-	+	-	+	+	-	+	+	+	50,9	7,4
+	-	-	-	+	-	+	+	-	+	+	36,4	6,3
+	+	-	-	-	+	-	+	+	-	+	36,5	8,13
+	+	+	-	-	-	+	-	+	+	-	51,6	7,64
-	-	+	+	-	-	-	+	-	+	+	52,7	8,63
+	-	-	+	+	-	-	-	+	-	+	33,4	5,97
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	58,0	6,54

Остальные добавки не вводились в раствор; опыты вели при перемешивании в растворе карбоната калия с концентрацией 5 моль/л. Условия и результаты эксперимента приведены в табл. 4.

Значения выхода по току пероксикарбоната даны для степени проработки, отвечающей 3 Кл/мл.

В результате нами получено следующее уравнение регрессии:

$$V_{т\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_6} = 71,4 - 2,26x_1 - 3,71x_2 - 4,3x_3 - 2,06x_4 + 2,5x_1x_2 + 3,54x_1x_3 - 2,21x_1x_4$$

Как следует из уравнения, наибольшее влияние оказывает фторид калия.

Отсюда можно сделать вывод о том, что оптимальными условиями для электрохимического синтеза пероксикарбоната калия являются: плотность тока 4000 А/м²; температура 20 °С, концентрация: фторида калия 0,5 моль/л, бихромата калия 0,05, карбоната калия 5 моль/л. Электросинтез необходимо проводить при перемешивании и с разделением катодного и анодного пространства электролизера.

Наличие в растворе вольфрамата натрия, борфторида аммония и силиката натрия не оказывают благоприятного влияния на выход по току пероксикарбоната калия.

В результате эксперимента определены условия синтеза пероксикарбоната калия, при которых выход по току достигает 87 %.

Таблица 3

Уровни варьирования независимых переменных по второй серии опытов

$t^{\circ}\text{C}$	$i, \text{A}/\text{m}^2$	KF	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
x_1	x_2	x_3	x_4
13	5000	0,1	0,04
25	7000	0,5	0,1

Таблица 4

Условия и результаты проведения второй серии опытов

x_1	x_2	x_3	x_4	$V_{т\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_6}, \%$
+	+	+	+	62,7
-	+	+	+	72,2
-	-	+	-	59,5
+	-	+	-	73,4
+	+	-	-	73,0
-	-	-	-	87,8
-	+	-	+	75,5
+	-	-	+	66,9

1. Прокопчик А.Ю., Вашкялис А.И. Химия перекисных соединений. — М., 1963. — 257 с. 2. Фиошин М.Я., Смирнова М.Г. Электролиз окислителей и восстановителей. — Л., 1981. — 221 с. 3. Хомутов Н.Е., Складенко Н.Т. О взаимной связи кинетических параметров реакций анодного образования перекисных соединений и их каталитического разложения в смешанных растворах поташа и пентабората калия. — Журнал ВХО им. Д.И.Менделеева, 1967, 12, № 1. — 107 с. 4. А х н а з а р о в а С.Л., Кафаров В.В. Оптимизация эксперимента в химии и химической технологии. — М., 1978. — 462 с.

УДК 661.183.6+546.185.31

В.В.ПЕЧКОВСКИЙ, д-р техн. наук,
А.В.МАРГУЛЕЦ, Л.С.ЕЩЕНКО, канд.техн. наук (БТИ)

СИНТЕЗ АЛЮМОСИЛИКОФOSФАТНЫХ МОЛЕКУЛЯРНЫХ СИТ И ИХ АДСОРБЦИОННО-СТРУКТУРНЫЕ СВОЙСТВА

Одним из методов получения новых цеолитных материалов является изоморфное замещение кремния внутри кислородных тетраэдров на фосфор [1]. Согласно литературным данным [5], получены алюмосиликофосфаты со структурой цеолита типа А, в которых содержание фосфора не превышает 10 %. Авторами [5] отмечено, что для цеолитных структур типа X заметного внедрения фосфора в структуру не наблюдается. Синтез фосфатных цеолитов описан в единственном источнике [5], поэтому многие вопросы, касающиеся получения и свойств этих соединений, рассмотрены недостаточно.

Целью данной работы явилось получение алюмосиликофосфатов цеолитной структуры и исследование их адсорбционно-структурных свойств. В качестве реагентов для синтеза алюмосиликофосфатов послужили алюмофосфатный гель, полученный согласно данным [2], жидкое стекло и различные типы органических аминов и четвертичных аммонийных оснований. Синтез осуществляли в гидротермальных условиях при температуре 125 °С в течение 40 ч. Кристаллические алюмосиликофосфаты отделяли от маточного раствора, промывали водой, сушили до постоянного веса и подвергали термообработке при температуре 400–600 °С с целью удаления органических включений из объема микроструктурных пор. Полученные образцы анализировали на содержание основных компонентов по известным методикам [3].

Идентификацию кристаллических алюмосиликофосфатов проводили с использованием рентгенофазового анализа на установке ДРОН-3 на медном излучении. ИК-спектры записывали на спектрофотометре SPECORD 751 R в интервале частот 400–1300 см⁻¹ с применением методики прессования образцов с КВч. Исследование адсорбционно-структурных свойств выполняли с использованием весового метода на вакуумной установке с кварцевыми весами Мак-Бена. Образцы активизировали в вакууме при 250–350 °С в течение 10 ч. Конечный вакуум составлял 10⁻³ мм рт. ст.

В табл. 1 представлены данные о химическом составе исходной смеси и продуктов кристаллизации, а также тип кристаллической структуры, установлен-