

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ СИНТЕЗА ФЕРРАТА БАРИЯ

Киреев С.Ю.¹, Штепа В.Н.², Шинкевич К.С.², Крылов В.А.¹

¹ФГБОУ ВО «Пензенский государственный университет», г. Пенза, Россия

²Белорусский государственный технологический университет, г. Минск, Белоруссия

Аннотация. В работе представлена разработка технологии синтеза феррата бария (BaFeO_4) на основе химического окисления гидроксида железа(III) бромом в щелочной среде с последующим осаждением из раствора натриевой соли. Предложенный протокол обеспечивает выход продукта 60–70% при строгом контроле температуры (0–5°C) и использовании стеклянных фильтров. Полученный феррат бария характеризуется высокой стабильностью и может применяться в электрохимических процессах, включая защиту от коррозии и окислительную обработку поверхностей. Технология ориентирована на лабораторный синтез с учетом техники безопасности при работе с бромом и концентрированными щелочами.

Ключевые слова: феррат бария, синтез, окисление, железо(VI), электрохимические процессы, защита от коррозии

Ферраты представляют собой мощные окислители, используемые в электрохимических технологиях для обработки поверхностей, удаления загрязнителей и защиты материалов от коррозии [1, 2]. Феррат бария (BaFeO_4) выделяется среди них благодаря своей стабильности в твердом состоянии и низкой растворимости, что делает его перспективным для применения в батареях и системах мониторинга коррозии [3]. В настоящей работе разработана технология синтеза BaFeO_4 из $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ с использованием брома как окислителя, обеспечивающая воспроизводимый выход 60–70%.

Синтез проводился в лабораторных условиях с использованием стандартного оборудования: стеклянных фильтров Шотта (G4), вакуумного насоса, термометра и магнитной мешалки. Все операции с бромом выполнялись в вытяжном шкафу с использованием средств индивидуальной защиты (перчатки, защитные очки, фартук) для предотвращения контакта с токсичными веществами. Синтез разделен на четыре этапа.

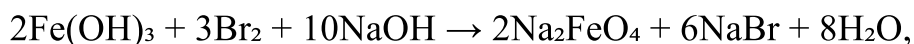
На первом этапе получали гидроксид железа(III): 10,0 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (чистота $\geq 98\%$) растворяли в 30 мл дистиллированной воды в стеклянном стакане, охлаждали раствор до 5°C в ледяной бане с добавлением 500 г льда для поддержания температуры. Затем медленно добавляли 15% раствор NH_4OH (~25 мл) при постоянном перемешивании до достижения pH 9–10 (контроль с помощью pH-метра). Смесь выдерживали 15 мин при 5°C, после чего осадок отфильтровывали через воронку Бюхнера и промывали трижды по 10 мл ледяной дистиллированной воды. Полученный коричневый гель влажного $\text{Fe}(\text{OH})_3$ имел массу около 7 г [4].

Второй этап – окисление до Na_2FeO_4 : 50 г гранул NaOH растворяли в 60 мл дистиллированной воды, раствор охлаждали до 0°C . Влажный $\text{Fe}(\text{OH})_3$ переносили в этот раствор, и смесь интенсивно перемешивали магнитной мешалкой при 0°C . В вытяжном шкафу пипеткой медленно (по 1 капле в секунду) вводили 8 мл жидкого брома (Br_2), строго контролируя температуру (не выше 5°C) с помощью термометра и ледяной бани. Реакцию продолжали 45 мин до появления устойчивой темно-красной окраски, указывающей на образование Na_2FeO_4 [5].

Третий этап – осаждение BaFeO_4 : реакционную смесь фильтровали через стеклянный фильтр G4 под вакуумом, получая темно-фиолетовый фильтрат Na_2FeO_4 , который поддерживали охлажденным на льду. К фильтрату малыми порциями добавляли охлажденный (до 0°C) 10% водный раствор $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (12 г в 120 мл воды, общий объем ~ 80 мл) до полного прекращения осаждения. Смесь выдерживали 20 мин при 0°C , после чего темно-бордовый осадок отфильтровывали через фильтр G4 и промывали последовательно: дважды по 10 мл ледяной воды (0°C) и дважды по 10 мл охлажденного гексана [6].

Четвертый этап – сушка и хранение: осадок на фильтре помещали в вакуумный эксикатор над P_2O_5 и выдерживали 1 час при остаточном давлении 10–15 мм рт. ст. Затем продукт аккуратно соскребали в стеклянный флакон, добавляли 1 г осушителя (силикагель или P_2O_5), герметично закрывали и оборачивали фольгой для защиты от света. Хранение осуществлялось при -18°C в морозильнике; срок годности – до 2 лет.

Контроль качества включал визуальную оценку (цвет: темно-бордовые/черные кристаллы без коричневых примесей), тест на $\text{Fe}(\text{VI})$ (растворение 0,1 г в 1 мл ледяной уксусной кислоты давало фиолетовую окраску, подтверждающую наличие $\text{Fe}(\text{VI})$) и определение выхода. Теоретический выход BaFeO_4 рассчитывался по стехиометрии реакции исходя из количества исходного $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (учитывая уравнение:



с последующим осаждением BaFeO_4). Молярная масса $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \approx 270,3$ г/моль, $\text{BaFeO}_4 \approx 257,2$ г/моль. Количество вещества железа: $10 \text{ г} / 270,3 \text{ г/моль} \approx 0,037$ моль. Теоретическая масса BaFeO_4 : $0,037 \text{ моль} \times 257,2 \text{ г/моль} \approx 9,5$ г. В проведенных экспериментах практический выход составлял 5,8–6,3 г, что соответствует 61–66% от теоретического. Низкий выход по сравнению с некоторыми методами (до 84% в кислых средах [7]) объясняется потерями при фильтрации и чувствительностью к температуре; для оптимизации рекомендовано усиление охлаждения и минимизация времени операций. Технология учитывает устранение

неполадок, таких как перегрев (приводит к разложению) или наличие примесей (вызывает зеленый осадок), что позволяет повысить воспроизводимость [2, 3].

Предложенная технология интегрируется в электрохимические процессы, способствуя разработке новых материалов для очистки сточных вод от различных загрязнений [1, 4].

Литература

1. NikolićBujanović L., Čekerevac M., Simićić M. et al. Encapsulation of micro-sized barium ferrate (VI) and its effectiveness in removing clomazone pesticide from water // *Journal of Materials Science*. – 2020. – Vol. 55. – P. 12345–12356. – DOI: 10.1007/s10853-020-04876-2.
2. Dadhich A.S., Sen A. In-silico molecular docking study to investigate the disinfection performance of barium ferrate towards *Vibrio* species isolated from aquaculture wastewater // *Journal of Environmental Biology*. – 2023. – Vol. 44. – P. 567–575.
3. Yadav J. K. et al. Rechargeable iron-ion (Fe-ion) batteries: recent progress, challenges, and perspectives // *Energy Advances*. – 2024. – T. 3. – №. 5. – С. 927-944.
4. Benköová M., Mališová E., Peciar P. et al. Stability of ferrate during long-term storage // *Acta ChimicaSlovaca*. – 2023. – Vol. 16. – Is. 1. – P. 34–42. – DOI: 10.2478/acs-2023-0005.
5. El Maghraoui A., Zerouale A., Ijjaali M., Harrach A. Ambient-stable CaFeO_4 synthesis process wet // *Saudi International Journal of Chemical and Materials Sciences*. – 2020. – Vol. 3. – Is. 4. – P. 112–120.
6. El Maghraoui A., Zerouale A., Ijjaali M., Harrach A. Development of a new material based on iron VI by solid way // *Chemistry Research Journal*. – 2022. – Vol. 7. – Is. 3. – P. 78–85.
7. Licht S., Naschitz V., Liu B. et al. Chemical synthesis of battery grade super-iron barium and potassium Fe(VI) ferrates for alkaline batteries // *Journal of Power Sources*. – 2001. – Vol. 99. – Is. 1-2. – P. 7–14.