

3	-	+	0,491
4	+	-	0,065
5	+	+	0,1775

Статистический анализ полученных данных показал отсутствие зависимости между активностью фермента и независимыми переменными.

**Заключение.** Таким образом, был проведён ряд экспериментов, позволивших подобрать более подходящий источник органического азота с переносом технологии на условия лабораторного ферментатора. Были найдены значимые для дальнейшей оптимизации технологии факторы с помощью метода Плакетта-Бермана. Наконец, было исследовано взаимодействие между факторами содержания  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  и содержания дрожжевого автолизата. Впрочем, последнее требует дальнейших изысканий.

#### Список использованных источников

1. Devi S., Kanwar S. Cholesterol Oxidase: Source, Properties and Applications. // Insights in Enzyme Research. 2018. № 1 (01).
2. Global Health Estimates: Life expectancy and leading causes of death and disability [Электронный ресурс]. URL: <https://www.who.int/data/gho/data/themes/mortality-and-global-health-estimates> (дата обращения: 01.04.2025).
3. Plackett R. L., Burman J. P. The Design of Optimum Multifactorial Experiments // Biometrika. 1946. № 4 (33). С. 305–325.
4. Королева А. А., Булдакова Т. В. Биосинтез Холестеролоксидазы Культурой *Streptomyces Lavendulae* При Варьировании Азотсодержащих Органических Компонентов Питательной Среды Государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Санкт-Петербургская государственная химико-фармацевтическая академия» Министерства здравоохранения Российской Федерации, 2016. С. 364–368.

УДК 667.622.1+546.723

**Л. С. Ещенко, Р. А. Воронцов, А. С. Тихонов,  
Ю. А. Урбшас**

Белорусский государственный технологический университет  
Минск, Республика Беларусь

#### **ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА ТЕРМОЩЕЛОЧНОЙ КОНВЕРСИИ МОНОГИДРАТА СУЛЬФАТА ЖЕЛЕЗА**

***Аннотация.** В работе представлены результаты исследования процесса термощелочной конверсии моногидрата сульфата железа с получением оксидов железа (III) с заданными составом, структурой и свойствами. Показано влияние технологических параметров, таких как pH, продолжительность конверсии на фазовый, химический состав и свойства продуктов, образующихся на стадии щелочной конверсии и микроволновой обработки.*

**L.S. Eshchenko, R. A. Vorontsov, A. S. Tikhonov,  
Yu. A. Urbshas**

Belarusian State Technological University  
Minsk, Republic of Belarus

## **STUDY OF THE PROCESS OF THERMAL-ALKALINE CONVERSION OF IRON SULFATE MONOHYDRATE**

***Abstract.** This paper presents the results of a study of the alkaline thermal conversion of iron sulfate monohydrate to produce iron (III) oxides with specified composition, structure, and properties. The influence of process parameters, such as pH and conversion time, on the phase composition, chemical composition, and properties of the products formed during the alkaline conversion and microwave treatment stages is demonstrated.*

В настоящее время в Республике Беларусь на ОАО «Белорусский металлургический завод» и ОАО «Речицкий метизный завод» реализован способ регенерации кислых травильных растворов, образующихся при гальванической обработке стальных изделий, с получением технического сульфата железа (II) – железного купороса ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ). Это вещество перспективно для производства в Республике Беларусь железистооксидных технических материалов, таких как пигменты, магнитные материалы, катализаторы и другие.

Известны различные способы переработки железного купороса на оксиды железа технического назначения различного состава и кристаллической структуры [1, 2]. При этом, ввиду различной формы связи молекул воды в кристаллогидратах сульфата железа (II), влияющей на комплексообразование в растворах, интерес представляет переработка железного купороса на  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  через стадию получения моногидрата сульфата железа (II)  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Исследования в данном направлении практически отсутствуют.

Исходя из этого, цель исследования – изучить процесс термощелочной конверсии моногидрата сульфата железа (II), полученного на основе железного купороса, изучить состав и свойства образующихся продуктов.

Моногидрат сульфата железа (II) получали сушкой железного купороса до постоянной массы при температуре 40°C. На данном этапе получали рассыпчатое мелкокристаллическое вещество белого цвета с зелёным отливом, состава (в пересчете на оксиды), мас. %: FeO – 36,01, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 4,01, H<sub>2</sub>O – 24,75. Рентгенофазовый анализ данного вещества позволил идентифицировать фазы сзмолнокит FeSO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O (преимущественно) и батлерит FeOHSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O.

Конверсию моногидрата сульфата железа (II) проводили следующим образом. Готовили растворы FeSO<sub>4</sub> (на основе FeSO<sub>4</sub>·H<sub>2</sub>O) и KOH с содержанием 18,0 и 40,0 мас. %, соответственно. В термостатируемый лабораторный реактор помещали раствор сульфата железа (II) и на него при интенсивном перемешивании в течении 1–3 мин напыляли раствор гидроксида калия до мольного соотношения  $R$  ( $R = [\text{OH}^-] : [\text{Fe}^{2+}]$ ), составляющего 2,1, 2,3, 2,5 (избыток сверхстехиометрии в 7%, 15% и 25%, соответственно). Конверсию FeSO<sub>4</sub> проводили в течении 1–6 ч при 80°C и частоте вращения перемешивающего устройства 650 мин<sup>-1</sup>, периодически отбирая пробы для химического анализа жидкой и твердой фазы. Разделение системы на твердую и жидкую фазы осуществляли на вакуум-фильтрационной установке. Твердую железосодержащую фазу отмывали от сульфата калия репульпацией осадка с последующей фильтрацией до отрицательной реакции на сульфат-ионы. Далее проводили сушку железосодержащей твердой фазы с помощью микроволнового воздействия мощностью 70 Вт (без учета энергоэффективности прибора) до постоянной массы твердого продукта. Условия проведения конверсии представлены в табл. 1.

Табл. 1. Условия проведения конверсии

Условия конверсии				Визуальная характеристика продуктов конверсии		Состав продуктов конверсии	
№ п/п	R	τ, ч	pH <sub>исх</sub>	Твердая фаза	Жидкая фаза	Жидкая фаза	Твердая фаза
						K <sub>2</sub> O, мас. %	α <sup>1)</sup>
1	2,1	2	7,9	Пастообразная масса серо-синего цвета	Желтовато-оранжевый раствор	9,0–9,3	0,18
2	2,3	2	8,5	Пастообразная масса темно-синего цвета			0,20
3	2,5	2	13,7				0,17

4	2,5	6	13,7		Прозрачный раствор		0,30
Примечания: 1) $\alpha = [\text{Fe}^{3+}] / ([\text{Fe}^{2+}] + [\text{Fe}^{3+}])$							

В ходе исследования на качественном уровне была определена низкая интенсивность процесса растворения  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (продолжительность процесса растворения 131 г в 500 г воды составляет не менее 6 ч) и практическое отсутствие гидролиза данного соединения при нагревании раствора до температуры 80°C, в то время как  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  растворяется быстро и гидролизуется с образованием коллоидной системы. В ходе конверсии сульфата железа (II) при заданных условиях происходит образование вязкой пастообразной массы серо-синего цвета. По ходу процесса визуально наблюдается изменение не только цвета системы в сторону черного цвета, но и прохождение вязкости реакционной смеси через максимум (около 2–3 ч) с последующим её снижением. При отборе проб и их разделении на фильтрат и твердую фазу видно, что жидкая фаза представляет собой микрогетерогенную систему желто-оранжевого цвета из-за протекания процесса гидролиза соединений железа. Характерно, что образование такой системы не наблюдается при мольном соотношении  $R = 2,5$  и продолжительности конверсии  $>3-4$  ч. Следовательно, выбор концентраций исходных растворов с целью получения насыщенного раствора  $\text{K}_2\text{SO}_4$  и описанные выше условия позволяют выделить сульфат калия из данной системы. Данный факт можно объяснить тем, что в слабощелочной среде ( $7,0 < \text{pH} < 9,0$ ) процесс конверсии сульфата железа (II) протекает через образование растворимых промежуточных соединений – гидроксосолей двух- и трехвалентного железа, в то время как в сильнощелочной среде ( $\text{pH} > 9$ ) скорость гидролитических процессов соединений железа увеличивается, поэтому образование промежуточных метастабильных соединений наблюдается только в течении первых часов термощелочной конверсии. При протекании реакции в области высоких значений pH (9 и более), продуктом гидролиза  $\text{FeSO}_4$  является  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ , быстро окисляющийся до  $\alpha\text{-FeOOH}$ , который далее окисляется до более термодинамически устойчивого  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

В исследуемой системе целенаправленно отсутствует принудительная продувка воздухом, но даже при этом пастообразная железосодержащая фаза достаточно интенсивно окисляется в поверхностных слоях на всех стадиях процесса конверсии, что сопровождается образованием продукта коричневого цвета.

Коэффициент фильтрации уплотненной железосодержащей фазы, рассчитанный по формуле Дарси, находится в диапазоне  $5,0 \cdot 10^{-6}$ – $8,0 \cdot 10^{-5}$  см/с и повышается с увеличением продолжительности конверсии и мольного соотношения  $R$ . Влажность твердой фазы после фильтрации, определенная гравиметрически, находится на уровне 60,0–63,0 мас. %. Поскольку в данной системе при охлаждении происходит кристаллизация сульфата калия, твердая железооксидная фаза отмывали от сульфата калия до отрицательной реакции на сульфат-анионы.

Сушку железосодержащей фазы осуществляли с применением микроволнового воздействия при мощности 70 Вт (без учета энергоэффективности прибора). На данном этапе осуществляли равномерный разогрев реакционной массы, при котором происходит процесс окисления соединений железа (II). Температура в системе при этом не превышала 90°C в виду испарения воды.

На данном этапе исследования получены порошкообразные продукты темно-коричневого цвета с практически одинаковым химическим составом (в пересчете на оксиды): 85,0–86,0 мас. %  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , 13,5–14,5 мас. %  $\text{FeO}$ . Рентгенограммы полученных продуктов представлены на рис. 1.

Из анализа представленных рентгенограмм видно, что при конверсии в течение 2 ч с мольным соотношением  $R = 2,1$  образуется слабо окристаллизованная твердая смесь гётита ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) с соединением маггемит-магнетитового ряда (маггемит  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , магнетит  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) со сходной кристаллической структурой. При увеличении соотношения  $R$  и продолжительности конверсии фаза гётита рентгенографически практически не обнаруживается. В то же время чётко проявляются рефлексы маггемит-магнетита. Однако при соотношении  $R = 2,5$  и продолжительности конверсии 6 ч снова, помимо твердого раствора маггемит-магнетитового ряда, идентифицируется фаза гётита, что согласуется с работой [3].

Вероятно, в виду целенаправленного отсутствия продувки воздуха через систему и кинетических ограничений процесса окисления в данной гетерогенной системе, получение фазово чистых продуктов на стадии конверсии, таких как гётит, маггемит и магнетит, не представляется возможным. Однако при дальнейшей термической обработке полученных слабозакристаллизованных оксидов железа, в том числе с применением микроволнового воздействия, есть возможность получения чистых  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  и  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .

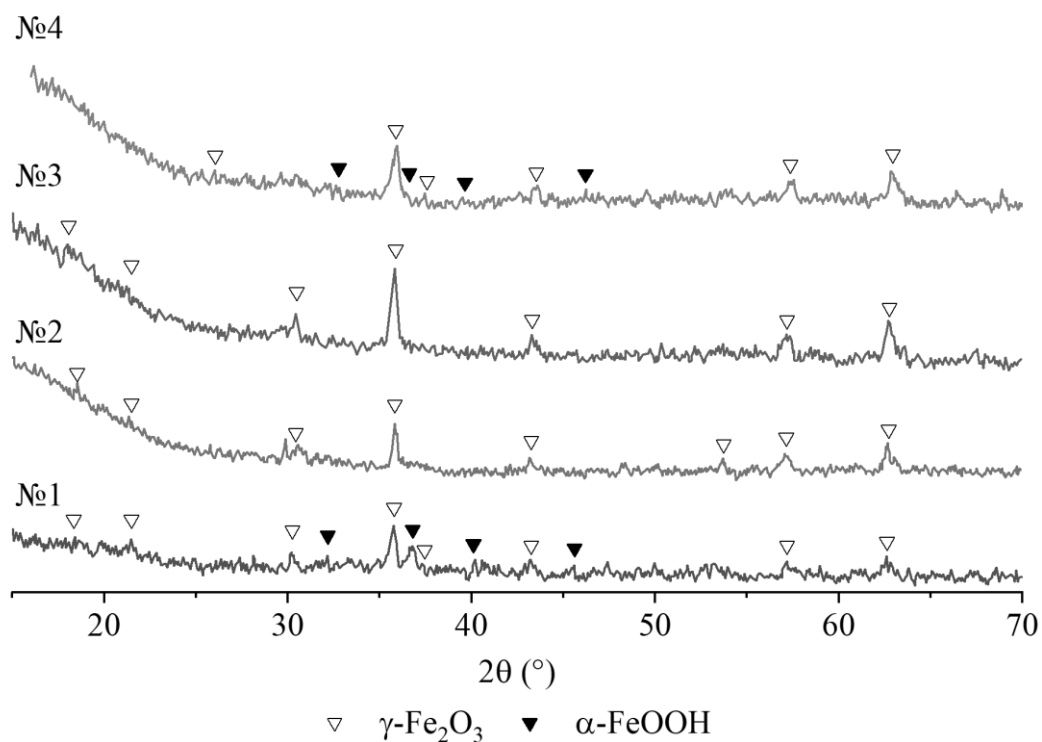


Рис. 1. Рентгенограммы продуктов конверсии  $\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

Так, при термообработке образца №4 (табл. 1) под микроволновым воздействием при 350 Вт и 750 Вт (продолжительность обработки 30 мин и 5 мин соответственно) получены практически монодисперсные оксиды состава  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , характеристика которых как пигментных материалов приведена в табл. 2.

Табл. 2. Характеристика полученных микроволновой обработкой оксидов железа (III)

Мощность, Вт	Фазовый состав	Дисперсность, мкм	Укрывистость, г/м <sup>2</sup>	Ориентировочный цвет согласно каталогу RAL Classic
350	маггемит $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	5,0–10,0	11,0–12,0	RAL 8011
750	гематит $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$	5,0–10,0	7,0–8,0	RAL 8004

Таким образом, в результате проведенных исследований определены особенности конверсии моногидрата сульфата железа (II), которые требуют дальнейшего более глубокого комплексного изучения. В частности, изучен процесс термощелочной конверсии моногидрата сульфата железа (II), определены условия его протекания, обеспечивающие возможность выделения сульфата калия в виде насыщенного раствора, не содержащего растворимые примеси соединений железа и получения оксидов железа (III) заданного химического, фазового состава.

### Список используемых источников

1. Беленький Е. Ф. Химия и технология пигментов / Е. Ф. Беленький, И. В. Рискин., 4-е изд., перераб. и доп. – Л.: Химия, 1974. – 656 с.
2. *Faivre D. Iron Oxides. From Nature to Applications / D. Faivre, R. Frankel. – First Edition. – Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2016.*
3. Попов, В. В. Закономерности образования нанокристаллических оксидов и оксигидроксидов железа(III) при окислении соединений железа(II) в щелочной среде / В. В. Попов, А. И. Горбунов // Журнал неорганической химии. – 2010. – Т. 55. – № 10. – С. 1597-1603. – EDN MVSJGN.

УДК 655.327-027.43

**П.Е. Сулим, Н.Г. Мартынова, Д.С. Валуйева**

Белорусский государственный технологический университет  
Минск, Беларусь

### АВТОМАТИЗАЦИЯ РИЗОГРАФИЧЕСКОЙ ПЕЧАТИ С ВНЕДРЕНИЕМ НОВОГО МЕТОДА

*Аннотация.* Задачей репродукционного процесса для ризографии является получение такого представления исходного цифрового оригинала, которое в виде числового массива, фотоизображения и печатной формы обеспечивало бы наилучшее качество изобразительной информации на получаемых оттисках.

**P. Sulim, N. Martynava, D. Valuyeva**

Belarusian State Technological University  
Minsk, Belarus