

чем для суспензии с черкасским бентонитом такой же концентрации. Большое влияние на усилие отрыва оказывает время контакта бентонита с фильтратом. При изменении времени контакта с 30 минут до одного часа усилие отрыва для 10%-ных суспензий с даш-салахлинским и черкасским бентонитами увеличилось в среднем в 2 раза.

Введение в суспензию ил - фильтрат структурообразователя К-4 (гипан) из расчета 500 г/т концентрата увеличивает усилие отрыва с 100 н/м<sup>2</sup> до 160 н/м<sup>2</sup>. Это соответствует адгезионной прочности суспензии с даш-салахлинским бентонитом при концентрации 13%. Во всех опытах по определению усилия отрыва разрыв происходил по капле поровой суспензии, т.е. когезия суспензии, определяемая ван-дер-ваальсовыми силами, была меньше величины адгезии ил-бентонитовой суспензии к магнетиту. Таким образом, основной составляющей связности системы в данном случае являются капиллярные (менисковые) силы на границе между магнетитовыми пластинками и коагуляционно-структурированной суспензией. Полученные результаты объясняют отсутствие значительного повышения прочности сырых окатышей при добавлении бентонита к шихте и показывает, что слабым звеном структуры является поровая суспензия и, очевидно, разрушение формирующихся гранул происходит в зоне действия молекулярных сил.

#### Литература

1. Tjerschiöld M, Ylmoni P.A., Amer. Inst. Min Eng Proceeding of the Blast Furnace and Coke Oven, Raw Materials Conference, V9, 1950, p.18.
2. Ч. Таган, „Kohászati Lapok“, 1963, köt 96, № 12 № 529-533.
3. В.И.Коротич. "Теоретические основы окомкования железорудных материалов". Металлургия, 1966.
4. Masayoshi Wada, Osamu Tsuchiya, Proceedings IX International Mineral Processing Congress, 1970, Praga, CSR

#### ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ПЛАНИРОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА И ОПТИМИЗАЦИИ К ОЦЕНКЕ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ МЕТОДА АПН

А.А.Желтоножко, А.Ф.Федоров, А.А.Каплин, А.Г.Стромберг

При одновременном содержании в растворе нескольких элементов с близкими потенциалами анодных пиков анализ методом амаль-

гамной полярографии с накоплением (АПН) осложняется из-за взаимного наложения пиков. Ранее / 1 / в качестве предельной разрешающей способности ( $j$ ) метода АПН предложено принимать такое отношение высот пиков мешающего и определяемого элементов, когда на полярограмме при потенциале пика определяемого элемента появляется горизонтальная площадка. В соответствии с этим величина предельной разрешающей способности определяется как функция кинетической ( $\delta'$ ) и диффузионной ( $\delta''$ ) ширины полупика и потенциалов анодных пиков ( $\varphi_n$ ). Из теории метода АПН следует, что эти характеристики пиков в свою очередь сложным образом зависят от большого числа диффузионных и кинетических параметров ( $K_s, D, V$ ), размеров и формы электродов и т.д. Вывод теоретических соотношений зависимости  $j$  от различных параметров и  $\varphi_n$ , как правило, затруднителен и возможен лишь для некоторых частных случаев. Например, установлена / 2 / зависимость потенциала пика ( $\varphi_n$ ) от ряда параметров для необратимых процессов на ртутном пленочном электроде при малых толщинах пленок. Оценка  $j$  из экспериментальных величин  $\delta'_1, \delta''_2, \varphi_n$  отдельных элементов требует большого набора экспериментального материала. Кроме того такой подход не дает возможности теоретического прогноза величин разрешающей способности и их сравнения в широком интервале изменения параметров, определяющих  $\delta'_1, \delta''_2, \varphi_n$ . Одним из подходов, существенно расширяющих возможности оценки разрешающей способности на основе экспериментальных данных, является, на наш взгляд, использование методов планирования экспериментов. На основе этого подхода возможно не только описание зависимости  $j$  от ряда факторов в заданном интервале их изменения, но и последующий анализ регрессионных уравнений с целью выбора оптимальных условий для достижения заданной или максимальной разрешающей способности.

Целью данной работы являлся выбор условий, соответствующих максимальной разрешающей способности на основе предварительного математического описания анализируемой области изучения параметров с использованием методов планирования эксперимента.

В качестве анализируемой функции отклика ( $Y$ ) выбрана предельная разрешающая способность. Из теоретических предпосылок в качестве варьируемых параметров выбраны следующие:

1.  $x_1$  - концентрация индифферентного электролита, мМ/л;
2.  $x_2$  - скорость изменения потенциала, в/мин;
3.  $x_3$  - толщина ртутной пленки, мк.

Выбор интервалов варьирования параметров

1. Концентрация электролита. Варьируется в пределах 0,05+1,05 м/л. Использование более высоких концентраций раствора увеличивает падение напряжения в ячейке и затрудняет очистку раствора. При концентрациях электролита менее 0,05 м/л возможно влияние миграционной составляющей тока и уменьшение влияния концентрации фона на характеристики пика.

2. Скорость изменения потенциала. Верхний предел (3,0 в/мин) определяется конструктивными особенностями полярографа ОН-102. Нижний предел (0,25 в/мин) выбран из условия ограниченности времени анализа: при скорости изменения потенциала  $w < 0,25$  в/мин значительно увеличивается время анализа.

3. Толщина ртутной пленки. Варьируется в пределах 5+35 мк. При толщине пленки менее 5 мк характеристики пика не зависят от толщины как параметра. Кроме того очень тонкие пленки ртути практически представляют амальгаму серебра. При толщинах более 35 мк ртутная пленка приобретает элементы сферичности, что изменяет характер диффузии в объеме электрода. Интервалы и уровень варьирования факторов указаны в табл. I.

Таблица I

Факторы	$x_1$ с, м/л	$x_2$ w, в мин	$x_3$ h, мк
Интервал варьирования	I	2,75	30
Нижний уровень	0,05	0,25	5
Верхний уровень	1,05	3,0	35

Исследована система таллий - свинец, в качестве индифферентного электролита применен раствор фтористого аммония различной концентрации. Катод - ртутный пленочный электрод на серебряной подложке с различной толщиной ртутной пленки, анод - нас.к.э.; чувствительность прибора,  $i_n - 1,6 \cdot 10^{-8}$  а/мм; время электролиза,  $\tau - 3$  мин; потенциал электролиза,  $\varphi_e - 1,0$  в; объем раст-

вора,  $V$  - 10 мл.

Для получения нелинейной модели можно использовать полный факторный эксперимент типа  $2^3$ . Матрица планирования полного факторного эксперимента включает три двойных взаимодействия и одно тройное. Результаты опытов представлены в табл.2.

Таблица 2

№ № П/П	C, м/л		W, в/мин		h, мк						$\bar{y}$
	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_1X_2$	$X_1X_3$	$X_2X_3$	$X_1X_2X_3$	$y_1$	$y_2$	$y_3$	
1	-	-	-	+	+	+	-	1,83	1,83	1,84	1,833
2	+	-	-	-	-	+	+	0,52	0,51	0,52	0,516
3	-	+	-	-	+	-	+	0,27	0,26	0,27	0,267
4	+	+	-	+	-	-	-	0,26	0,265	0,27	0,265
5	-	-	+	+	-	-	+	0,4	0,39	0,4	0,397
6	+	-	+	-	+	-	-	0,35	0,34	0,35	0,347
7	-	+	+	-	-	+	-	0,13	0,135	0,13	0,132
8	+	+	+	+	+	+	+	0,12	0,125	0,12	0,122

На основании экспериментальных данных по методу наименьших квадратов определены коэффициенты регрессивного уравнения. Уравнение имеет вид:  $y = 0,485 - 0,172 x_1 - 0,288 x_2 - 0,236 x_3 + 0,169 x_1x_2 + 0,157 x_1x_3 + 0,166 x_2x_3 - 0,159 x_1x_2x_3$ .

Оценка дисперсии воспроизводимости проводилась по критерию Кохрана ( $G_r = 0,478$ ,  $G_p = 0,16$ ). Установлено, что все коэффициенты значимы. Для оценки модели на адекватность были поставлены опыты в центре; результаты приведены в табл.3.

Таблица 3

C, м/л	W, в/мин	h, мк	$y_1$	$y_2$	$y_3$	$\bar{y}$
0,5	1,5	20	0,453	0,454	0,455	0,454

Адекватность модели подтверждена проверкой по критерию Фишера ( $F_r = 19,4$  при  $f_1 = 2$ ;  $f_2 = 2$ ;  $F_p = 6$ ).

Таким образом, уравнение регрессии (1) адекватно описывает анализируемый процесс в заданной области изменения параметров. В размерных переменных уравнение (1) имеет вид

$$j = 0,737 - 0,172c - 0,105w - 0,008h + 0,054cw + 0,004ch + \\ + 0,0016wh - 0,0014 cwh .$$

Следующей после математического описания задачей процесса является отыскание значений параметров, соответствующих максимальной разрешающей способности. Для этой цели нами использован метод сканирования. Из проведенных методом сканирования расчетов следует, что максимальное значение функции  $y(j)$  находится на границе области и соответствует следующим значениям параметров:  $c = 0,05$  м/л;  $W = 0,25$  в/мин;  $h = 5$  мк. Таким оптимальным значениям параметров соответствует величина  $j = 1,83$ , которая является максимальной величиной разрешающей способности как функции параметров  $c, w, h$  в заданных в работе интервалах их изменения.

#### Литература

1. А.Г.Стромберг, А.А.Желтоножко, А.А.Каплин. ЖАХ, 28, 1045, 1973.
2. В.А.Иголинский. Известия ТПИ, 148, 14, 1967.

#### ИССЛЕДОВАНИЕ ПО АНАЛИЗУ ВОДОРАСТВОРИМЫХ СОЛЕЙ И КРИСТАЛЛОВ СЛОЖНОГО СОСТАВА АМАЛЬГАМНО-ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Н.В.Подкорытова, А.А.Каплин, Н.Т.Рудь, В.И.Кулешов

В работе амальгамно-полярографический метод применен к анализу водорастворимых солей и сегнетоэлектрических кристаллов сложного состава ( $CsM_2AsO_4, KM_2PO_4, LiYO_3$ ). В отличие от химико-спектральной методики анализа арсенатов рубидия и цезия / 1 / растворы анализируемых солей в большинстве случаев можно использовать в качестве полярографических фонов для определения примесей, что исключает стадию разложения пробы. Для определения  $Cd, Cu, Bi, Pb$  использовался ртутный пленочный электрод на серебряной подложке и ячейка со вставными стаканчиками. Никель определялся методом анодно-катодной полярографии с накоплением (АКПН) / 2 / в циркуляционном электролизере / 3 /; электрод сравнения - нас.к.э. Содержание примесей в применяемых реактивах и растворах контролировалось методом АПН и АКПН.

Изучено полярографическое поведение  $10^{-6}-10^{-9}$  г/мл  $Cd, Pb, Cu, Bi, Ni$  в  $(0,05 \pm 0,01)$  М растворах  $CsM_2AsO_4$  и  $KM_2PO_4$ , ис-