

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСТРАКЦИИ МЕДИ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ В ВИДЕ ОКСИХИНОЛИНАТА МЕДИ БЕНЗОЛОМ МЕТОДОМ ПЛАНИРОВАНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Ю. А. КАРБАИНОВ, Н. Н. ЧЕРНЫШЕВА

(Представлена научным семинаром кафедры аналитической химии)

Рассматривались следующие независимые переменные: z_1 — время экстракции, мин; z_2 — pH раствора; z_3 — концентрация оксихинолина в бензоле, моль/л. Параметром оптимизации y служил коэффициент извлечения меди R , связанный с коэффициентом распределения E соотношением:

$$R = \frac{E}{E + 1} \cdot 100\%, \text{ где} \quad (1)$$

$$E = \frac{[C_{Cu}]_0}{[C_{Cu}]_в}. \quad (2)$$

Для приготовления исходных растворов с заданной величиной pH использовали универсальную буферную смесь [1]. Органическую фазу после экстракции анализировали методом экстракционной АПН. Состав фонового раствора: 3 мл 0,2 М NH_4NO_3 и 1 мл 0,2 М NH_4SCN в 96 %-ном C_2H_5OH .

В первой серии опытов нулевая точка и уровни варьирования были выбраны, используя данные, полученные в [2]. Условия, матрица планирования и полученные результаты представлены в табл. 1 и 2. Каждый результат является средним из 2 параллельных определений.

Так как $b_{ij} \gg S\{b\}$ и b_{ij} одного порядка с b_i , кроме b_3 , величина которого значительно больше всех других коэффициентов, что говорит о сильном влиянии концентрации оксихинолина на процесс извлечения меди, можно утверждать, что попали в «почти стационарную область». Это подтверждается большими значениями фактора извлечения в 4 последних опытах ($y > 90$) (табл. 2).

Во второй серии опытов планирование проводилось в стационарной области. Интервал варьирования по переменной был сужен, так как предполагалось, что оптимальные значения коэффициентов регрессии лежат вблизи нового центра. Описание поверхности отклика дается полиномами второй степени.

Новые условия планирования приведены в табл. 3. В табл. 4 приведены матрица ротатабельного планирования 2-го порядка [3] и результаты эксперимента.

Получено уравнение регрессии:

$$\begin{aligned} \hat{y} = & 97 + 5,12 x_1 - 1,1 x_2 + 0,86 x_3 + 1,29 x_1 x_2 - 1,54 x_1 x_3 + \\ & + 1,84 x_2 x_3 - 4,29 x_1^2 - 0,76 x_2^2 + 1,63 x_3^2, \end{aligned} \quad (3)$$

Таблица 1

Условия первой серии опытов

Фактор	z_1 , сек	z_2	z_3 , моль/л
Основной уровень	65	7,35	$5,005 \cdot 10^{-3}$
Интервал варьирования	35	2,35	$4,995 \cdot 10^{-3}$
Верхний уровень	100	9,7	10^{-2}
Нижний уровень	30	5	10^{-5}

Таблица 2

Матрица планирования и результаты первой серии опытов

№ п. п.	x_0	x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_1 x_3$	$x_2 x_3$	y
1	+	—	—	—	+	+	+	43
2	+	+	—	—	—	—	+	56
3	+	—	+	—	—	+	—	60
4	+	+	+	—	+	—	—	52
5	+	—	—	+	+	—	—	96
6	+	+	—	+	—	+	—	94
7	+	—	+	+	—	—	+	98
8	+	+	+	+	+	+	+	99
9	+	0	0	0	0	0	0	99
Коэффициенты регрессии	75	0,5	2,5	22	—2,25	—0,75	—0,75	

$$S\{y\} = 1,0$$

$$f = 2$$

$$S\{b\} = 0,353$$

Таблица 3

Условия второй серии опытов

Фактор	z_1 , сек	z_2	z_3 , моль/л
Основной уровень	60	7,8	$5,05 \cdot 10^{-3}$
Интервал варьирования	30	2,5	$2,95 \cdot 10^{-3}$
Верхний уровень	90	10,3	$8 \cdot 10^{-3}$
Нижний уровень	30	5,3	$2,1 \cdot 10^{-3}$

Матрица планирования и результаты второй серии опытов

№ п. п.	x_0	x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_1 x_3$	$x_2 x_3$	x_1^2	x_2^2	x_3^2	x_3^2	y
1	+	-	-	-	+	+	+	+	+	+	+	95,5
2	+	+	-	-	-	-	+	+	+	+	+	98
3	+	-	+	-	-	+	-	+	+	+	+	86
4	+	+	+	-	+	-	-	+	+	+	+	96
5	+	-	-	+	+	+	-	+	+	+	+	97,3
6	+	+	-	+	-	+	+	+	+	+	+	96
7	+	-	+	+	-	-	+	+	+	+	+	97,5
8	+	+	+	+	-	+	+	+	+	+	+	99,0
9	+	1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	0	0	65
10	+	+1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	0	0	99
11	+	0	-1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	0	94
12	+	0	-1,682	0	0	0	0	0	2,828	0	0	90
13	+	0	0	-1,682	0	0	0	0	0	2,828	2,828	99,5
14	+	0	0	+1,682	0	0	0	0	0	0	2,828	98
15	+	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	99
16	+	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	95,5
17	+	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	97
18	+	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	96
19	+	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	96,5
20	+	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	99,5
Коэффициенты регрессии	97	5,12	-1,1	0,86	1,29	-1,54	1,84	-4,29	-0,76	1,63		
												$S\{y\} = 7,73$
												$f = 11$
												$S\{b_0\} = 0,916$
												$S\{b_i\} = 0,752$
												$S\{b_{ij}\} = 0,909$
												$S\{b_{ii}\} = 0,634$

Здесь x_1, x_2, x_3 — кодированные переменные, связанные с исходными натуральными переменными соотношением:

$$x_i = \frac{z_i - z_{i0}}{\Delta z_i}, \quad (4)$$

где z_i — значение натуральной переменной;

z_{i0} — основной уровень;

Δz_i — интервал варьирования.

Уравнение (3) адекватно описывает результаты эксперимента

$$F_{\text{расч}} = 4,9 < F_{0,05}(5,5) = 5,1.$$

Изучена поверхность отклика в окрестности особой точки (в центре данной поверхности). Для нахождения особой точки поверхности (3) решена система уравнений типа

$$\frac{\partial \hat{y}}{\partial x_i} = 0, \quad (5)$$

где $i = 1, 2, 3$.

Полученные координаты центра соответствуют:

$$x_1 = 0,56 \quad (77 \text{ сек});$$

$$x_2 = -0,15 \quad (7,4);$$

$$x_3 = 0,08 \quad (5,3 \cdot 10^{-3} \text{ моль/л}).$$

Этой точке отвечает значение фактора извлечения 98,6%. Экспериментальные же значения фактора извлечения в этой точке 99%.

Указанное отклонение лежит в пределах ошибки опыта, поэтому найденные значения параметров z_1, z_2, z_3 можно считать оптимальными в исследуемой области эксперимента.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю. Ю. Лурье. Справочник по аналитической химии. М., Госхимиздат, 1962.
2. Л. А. Чернова, Т. Мартыненко. ЖАХ, 32, № 1, 1972.
3. В. В. Налимов, Л. А. Чернова. Статистические методы планирования экспериментальных экспериментов. М., «Наука», 1965.