

характеристики рутила по отношению к ионам хрома (VI).

Порошок диоксида титана (ООО «Компонент-реактив») модификации рутил (R0) подвергали высокоэнергетическому размолу в планетарной шаровой мельнице Retsch PM 200 с использованием стаканов и шаров для размолы из диоксида циркония ZrO_2 , стабилизированного оксидом иттрия Y_2O_3 . Для размолы были выбраны следующие условия: размол в изопропиловом спирте, массовое отношение шаров к порошку 10:1, скорость вращения опорного диска 500 об/мин, реверс каждые 15 минут с паузой 5 сек. Полученные образцы рутила после размолы в течение 4, 8 и 16 ч обозначены R4, R8, R16, соответственно.

Удельную площадь поверхности всех образцов измеряли методом БЭТ с использованием анализатора Nova 1200e (Quantachrome Instruments, США) с предварительной дегазацией при 150 °C в течение 60 мин. Величина удельной площади поверхности порошков увеличилась с 8 до 36 м²/г.

Сорбцию хрома (VI) проводили из раствора бихромата калия с концентрацией 50 мг/дм³ в диапазоне pH от 4,0 до 6,3 (среда ацетатного буферного раствора), в статическом режиме в течение 3 часов. Также проводили сорбцию под воздействием УФ-излучения в установке МУФ-3 (ООО «ЮМХ»). Концентрацию хрома в растворах после сорбции определяли на атомно-эмис-

сионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой SpectroBlue (Spectro Analytical Instruments).

Было установлено, что размол сорбента улучшает его сорбционные характеристики – наблюдался рост степени сорбции хрома (VI). Максимальная степень сорбции хрома достигается в среде ацетатного буфера при pH 5. Без освещения степень сорбции на R0 не превышает 0,8 %, но возрастает до 9 % у R4, до 17,9 % у R8 и до 11,9 % у R16. Использование УФ облучения во время сорбции значительно увеличивает степень сорбции хрома (VI). При освещении УФ-светом степень сорбции на образцах R0, R4, R8 и R16 достигает 18 %, 67%, 95 % и 93 %, соответственно. Стоит отметить, что при размоле длительностью 8 ч сорбционные свойства достигают своего максимума и при дальнейшем размолу (в течение 16 ч), они снова снижаются, несмотря на более высокую величину удельной площади поверхности.

Для сравнения было исследовано влияние освещения на сорбцию ионов хрома (III) исследуемыми образцами рутила в тех же условиях. Установлено, что степень сорбции ионов хрома (III) при освещении ультрафиолетом меняется незначительно по сравнению с хромом (VI).

Результаты исследований получены при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 21-73-20039).

Список литературы

1. Koohestani H. // *Micro Nano Letters*, 2019. – V. 14. – P. 45–50.
2. Nasiri E. F., Kebria D. Y., Qaderi F. // *Civil Eng. J.*, 2018. – V. 4. – P. 585–593.
3. Athanasekou C., Romanos G. Em., Papageorgiou S. K. et al. // *Chem. Eng. J.*, 2017. – V. 318. – P. 171–180.
4. Мельчакова О. В., Печищева Н. В., Коробицына А. Д. // *Цветные металлы*, 2019. – № 1. – С. 32–39.

СИНТЕЗ ГЕКСАФТОРНИКЕЛАТА КАЛИЯ

Е. А. Кузьмин, Ф. А. Ворошилов

Научный руководитель – к.х.н., в.н.с. С. П. Журавков

Национальный исследовательский томский политехнический университет
634050, г. Томск, пр. Ленина, 30, eak80@tpu.ru

Фтор и многие его производные являются сильными фторирующими агентами (ФА) и это является причиной их применения. Они определяющим образом влияют на свойства получае-

мых продуктов. Фторсодержащие соединения нашли применения во многих сферах.

Среди изученных в настоящее время твердофазных ФА наиболее сильным является гексафторникелат калия (K_2NiF_6). По своей фторирующей

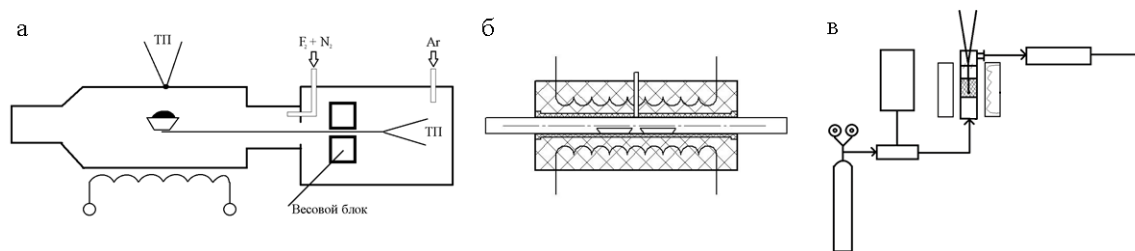
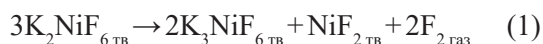


Рис. 1. Схемы установок: а – Схема подачи газов в печь и измерительный блок; б – Схема туннельной печи; в – Схема установки для исследования процесса фторирования при подаче фторсодержащей газовой смеси сквозь стационарный слой порошка

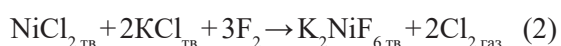
щей способности расположен между группами ФА на основе Mn и Pr. K_2NiF_6 является самым сильным твердофазным ФА по отношению к фуллерену и сравним по активности с молекулярным фтором [1].

В работе [2] описывается вид $K_2[NiF_6]$ в виде темно-розовых кристаллов кубической сингонии, которые гидролизуются водой. Его получают фторированием смеси KCl и $NiCl_2$ и используют как фторирующий реагент.

В работе [3] сообщается, что в качестве рабочего тела для твердотельного генератора фтора был выбран K_2NiF_6 , который при температуре порядка 600 К подвергается термическому разложению с образованием фтора:



Наиболее предпочтительным способом получения K_2NiF_6 является фторирование смеси хлоридов калия и никеля при температуре порядка 300 °С, сопровождающееся выделением тепла:



Для исследования процесса (2) с помощью дериватографии использовали смеси хлоридов K и Ni марок «хч» и «ч».

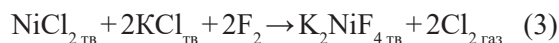
Смесь безводных хлоридов никеля и калия в мольном соотношении 1:2 массой порядка 100 г готовили в планетарной мельнице «Fritsch pulverisette 6 classic line» в течение 5 минут. Цвет смеси – светло-желтый.

Список литературы

1. Горюнков А. А. Синтез, анализ и строение фтор- и трифторметил производных фуллеренов. Дисс. ... канд. Хим. наук. – Москва: Институт проблем физики РАН, Черноголовка, 2005. – 20 с.
2. Химическая энциклопедия. – Т. 3. – Москва: Советская энциклопедия, 1992. – С. 243.
3. Брауер Г. Руководство по препаративной неорганической химии. – Москва: ИИЛ, 1956. – С. 131–132.

На рисунке 1 (а) приведена схема измерительной ячейки с лучами весового механизма.

В ходе эксперимента установлено снижение веса образца в 24 масс. %, а по стехиометрии процесса (2) уменьшение веса должно быть ~ 10 масс. %. Цвет полученного образца – грязно зеленый. Предполагаем, что в проведенном опыте K_2NiF_6 получен не был. Для процесса:



снижение веса твердого образца должно составить 23,6 масс. %. Вероятно, что в проведенном эксперименте был получен K_2NiF_4 , а не K_2NiF_6 .

При проведении опыта на установке (рис. 1б), получена смесь продуктов малинового и желтого цвета, при этом потеря массы составила 13 масс. %. При реакции (2) снижение веса составляет 10 масс. %, а при реакции (4) снижение веса – 13 масс. %.



При термическом разложении имел место процесс (4).

Эксперименты, проведенные в установке (рис. 1в), позволили получить целевой продукт с небольшими выходами. Требуется оптимизация процесса.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках проекта FSWW-2020-0020.