

УДК 546-482:661.846

М. І. Сичов, к.х.н.

Державний університет інтелектуальних технологій і зв'язку, м. Одеса

ОСОБЛИВОСТІ ОСАДОУТВОРЕННЯ ГІДРОКСИДУ МАГНІЮ ПРИ НАПРАВЛЕНОМУ ГІДРОЛІЗІ В РОЗЧИНАХ ХЛОРИДУ МАГНІЮ

Сполуки магнію поширені в природі. Високочисті сполуки магнію важливі для виробництва сталі, термостійкої кераміки, вогнетривких пластмас, в хімічній, фармацевтичній галузях, при виробництві оптики, люмінофорів, монокристалів, в медицині. Особливо чисті гідроксид та оксид магнію застосовують при створенні матриць-колекторів для інструментальних аналізів. Ці потреби викликали дослідження гідроксиду магнію як сорбенту. Досліджені процеси лужного гідролізу хлориду магнію і утворення осаду гідроксиду магнію, кінетика процесів, властивості осаду в умовах виникаючих реагентів. Встановлені математичні закономірності умов отримання осаду гідроксиду магнію з високим коефіцієнтом фільтрації. Результати досліджень дають можливість створення технологій високочистих сполук магнію, нових еталонів і стандартів для метрологічного забезпечення точності і достовірності вимірювань.

Ключові слова: *магній, гідроліз, гідроксид, хлорид, сорбент, очистка, фільтрація.*

М. И. Сычев, к.х.н.

ОСОБЕННОСТИ ОСАДКООБРАЗОВАНИЯ ГИДРОКСИДА МАГНИЯ ПРИ НАПРАВЛЕННОМ ГИДРОЛИЗЕ В РАСТВОРАХ ХЛОРИДА МАГНИЯ

Соединения магния распространены в природе. Высокочистые соединения магния применяются в производстве стали, термостойкой керамики, огнеупорных пластмасс, в химической, фармацевтической отраслях, при производстве оптики, люминофоров монокристаллов, в медицине. Особо чистые гидроксид и оксид магния применяют при создании матриц-коллекторов для инструментальных анализов. Эти потребности вызвали исследование гидроксида магния в качестве сорбента. Исследованы процессы щелочного гидролиза хлорида магния и образования осадка гидроксида магния, кинетика процессов, свойства осадка в условиях возникающих реагентов. Установлены математические закономерности условий получения осадка с высоким коэффициентом фильтрации. Результаты исследований дают возможность получения высокочистых соединений, создания новых эталонов и стандартов для метрологического обеспечения точности и достоверности измерений.

Ключевые слова: *магний гидролиз, гидроксид, хлорид, сорбент, очистка, фильтрация.*

M. I. Sychov, PhD

FEATURES OF MAGNESIUM HYDROXIDE PRECIPITATION DURING DIRECTIONAL HYDROLYSIS IN SOLUTIONS OF MAGNESIUM CHLORIDE

Magnesium compounds are common in nature as solid rocks and solutions in waters. The article has been analyzed variety of technologies and methods of use of various kinds of raw magnesium compounds, scientific and technological achievements, the state of magnesium production and technology. Magnesium and its oxide and hydroxide are the most important for industrial use of magnesium compounds used in the production of steel, heat-resistant ceramics and structures, in the production of rubber products, plastics with special fire-resistant properties, as well as in the chemical, pharmaceutical industries, in medicine, in the production of optics, phosphors, single crystals, heed for magnesium compounds, important for new industries, caused the emergence of new studies and technologies. Important in the purification technologies of raw materials and technical solutions of magnesium chloride is the possibility of using magnesium hydroxide as effective sorbent and developing conditions for separating the sediment in a wide range of concentrations. The processes of alkaline hydrolysis of magnesium chloride and the formation of the precipitate of its hydroxide in a wide range of concentrations were studied. The kinetics of the process and the features of separating such a sorbent from the purified solution of magnesium salt are studied. It is shown that the use of the

principle of homogeneous precipitation of magnesium hydroxide, performed in the proposed technology, is a fairly efficient and simple solution compared to those known. The conditions and mathematical regularities for obtaining the precipitate of magnesium hydroxide with a high filtration coefficient have been determined, which makes it possible to program the properties of the precipitate of magnesium hydroxide, to optimize the production of high-purity solutions of magnesium chloride, its hydroxide and oxide from it. The results of studies may use in medicine, in the production of new pharmaceuticals, standard samples, matrix collectors-sorbents and standards for metrological support in research.

Keywords: *magnesium hydrolysis, hydroxide, chloride, sorbent, purification, filtration.*

DOI 10.32684/2412-5288-2021-1-18-6-14

Вступ. Магній і його сполуки є одними із найбільш розповсюджених на Землі. Ці сполуки є у вигляді сухопутних мінералів: карбонатів, магнезитів та серпентинітів. Трапляються і прояви мінералу бруситу. Та найбільше сполук магнію існують у вигляді розчинів його солей у водах морів і океанів, солоних озер та лиманів або ж у вигляді бішофіту – насиченого розчину хлориду магнію [1]. Оскільки використання у вигляді сировини мінералів суходолу є достатньо складним у технологічних процесах їх переробки на цільові сполуки – гідроксид магнію та його оксид, то увагу вчених і технологів привернула можливість використання природних розчинів в якості сировини для отримання з них сполук магнію, в яких настала потреба розвитку техніки [2-4]. Такою сполукою став гідроксид магнію осаджений лужними реагентами з природних розчинів [5].

Аналіз основних досягнень і публікацій

З огляду на важливість технології отримання гідроксиду магнію був проведений аналіз стану наукових та науково-практичних досліджень щодо хімічних аспектів отримання його з розчинів його солей (в основному з хлориду магнію). Така сполука найбільш поширена в природних розчинах (морські та океанічні води, розсоли, розчини бішофіту та інше). Велику кількість гідроксиду і оксиду магнію високого ступеню чистоти використовує фармацевтична промисловість [6]. В наш час технології отримання гідроксиду і оксиду магнію бурхливо розвиваються у багатьох країнах [4-8]. Існують і потреби новітньої техніки щодо отримання гідроксиду магнію і його оксиду у вигляді структур з частками нанорозміру [9]. З гідроксиду магнію високої чистоти при його термічному розкладанні одержують оксид магнію для потреб енергетики, новітньої кераміки, в тому числі і прозорі, електротехнічних, оптичних і люмінофорних матеріалів, монокристалів та еталонів, особливо термостійких пластмас. Гідроксид магнію високої чистоти може слугувати матеріалом для сорбції та утворення осаду з іншими метал-іонами, які визначаються при аналізах речовин і розчинів. Засто-

сування гідроксиду магнію високої чистоти дозволить підвищити достовірність отриманих результатів нейтронно-активаційним, рентгенофлуоресцентним та атомно-абсорбційним методами. Також можливо створювати високочисті сполуки хімічних елементів, завдяки властивості гідроксиду магнію до сорбції метал-іонів, застосовувати їх в медицині для створення МР-фантомів для верифікації вимірювань та перевірки роботи магнітно-резонансних томографів (МРТ) [7-10]. У виробництві гідроксиду магнію при лужному осадженні з його сольових природних розчинів існують дві основні проблеми. Перша з них полягає в тому, що гідроксид магнію має достатньо високу здатність до сорбції іонних форм більшості металів, які мають значення $pH_{\text{осаду}} \leq pH_{\text{осаду Mg(OH)}_2}$, що і надає можливість застосовувати його в якості сорбенту іонних форм більшості металів, особливо 3-d металів, щоб вилучати їх з розчину. Це дозволяє отримувати розчини достатньо вільні від сторонніх сполук, перш за все 3-d металів [11]. Друга особливість осаду пов'язана із його структурою, що значно обводнена та має здатність до деформації водних прошарків та тиску між ними, що уповільнює процес відокремлення твердої фази гідроксиду від розчину реакційного середовища фільтрацією. Невисока швидкість фільтрації та відокремлення осаду гідроксиду магнію від маточної рідини завжди була предметом окремих досліджень та запропонованих способів формування осаду гідроксиду магнію з високою швидкістю фільтрації [12]. Відомі способи утворення осаду гідроксиду магнію в умовах застосування малоактивних лужних реагентів; застосування ретурі при осадженні; застосування поверхнево-активних речовин; нагріву реакційного об'єму; електроосадження [12]. Відомо також, що на здатність до сорбції сторонніх металів-іонів гідроксидом магнію впливають стан структури гідроксиду і стан форм сторонніх метал-іонів. При додаванні лужного реагенту до розчину, що містить іони магнію, осад гідроксиду магнію утворюється з високою швидкістю, тому іони сторонніх металів реагують в основному з поверх-

нею гідроксиду магнію, без участі сорбційно активних центрів структури осаду. Тож важливо забезпечити умови рівномірної взаємодії активних центрів в структурі осаду вже на стадії, коли існують високоактивні до хімічної і сорбційної взаємодії гідролізовані форми макро- і мікрокомпонентів, а не на стадії сформованої структури гідроксиду магнію. Раніше було встановлено, що лужне осадження до 5 % іонів магнію з розчину дозволяє повністю виділити на гідроксиді домішкові елементи [13].

Метою роботи є обґрунтування можливості одержання осаду гідроксиду магнію з високим коефіцієнтом фільтрації, що відокремлюється від очищеного розчину простими способами швидкого фільтрування придатними для запропонованої технології.

Виклад основного матеріалу.

Для вирішення вказаних проблем проводилось лужне осадження гідроксиду магнію з його хлориду різних ступенів концентрації 0,05-4,0 моль/дм³. При цьому був застосований розчин гідроксиду натрію постійної концентрації 0,2 г/дм³. При рН = 8,22-9,86 було встановлено існування двох основних типів продуктів лужного осадження. Перший, на початку осадження, з добутком розчинності $DP = (2,41-2,64) \cdot 10^{-10}$, що відповідає відомій лабільній (активній) формі гідроксиду магнію з $DP = 3,47 \cdot 10^{-10}$. Другий тип осаду (в кінці осадження) з $DP = (1,15-1,54) \cdot 10^{-11}$ найбільш відповідає значенню для окристалізованої форми гідроксиду з $DP = 1,48 \cdot 10^{-11}$ [14]. Значення добутків розчинності, розрахованих за результатами даних проведених осаджень, були порівняні з відомими з хімічних досліджень [15]. Такі результати мали місце для всіх концентрацій хлориду магнію в наших дослідях. Нами встановлено (інші дані в літературі відсутні), що активний гідроксид магнію має здатність реагувати з хлоридом магнію і переходити в розчин (без утворення твердої фази) (рис. 1).

Така здатність до розчинення лабільної форми гідроксиду магнію помітна вже при концентрації хлориду магнію в 1 г-іон/дм³ і підвищується з ростом початкової концентрації хлориду магнію (рис. 1). При цьому концентрації хлориду магнію в 1,0-4,75 г-іон/дм³ дозволяють після розчинення активного гідроксиду утворювати його лугом знову, доки процес розчинення не зупиниться. Таке утворення метастабільних розчинів свідчить про взаємодію концентрованих розчинів хлориду магнію та первісної лабільної форми гідроксиду магнію з утворенням комплексів магнію і переважний вплив концентрації хлориду магнію на цей процес на відміну від процесів утворення комплексних сполук інших мета-

лів, які утворюють розчинні комплекси в надлишках луку при осадженні. Нами було встановлено, що іони магнію в розчинах можуть існувати у вигляді гідросокомплексів загальної формули $[Mg\{(OH)_2Mg\}_n]^{2+}$, де $n = 1,2,3, \dots$, що відповідає складу сполук магнію, які з часом випадають з таких метастабільних розчинів комплексів магнію. Порівняння складу осадів магнію, що випадають, показує генетичну відповідність складу гідросокомплексів розчину. Проведені подальші дослідження показали, що в разі розбавлення концентрованих розчинів хлориду магнію, що містять комплекси утворені лугом, виникають осадки гідроксиду магнію. Ці осадки мають низку специфічних властивостей і склад в залежності від часу його утворення (рис. 2), а весь процес утворення осаду проходить у три етапи.

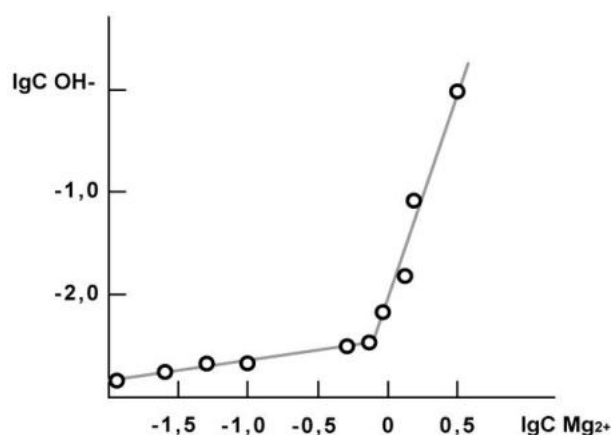


Рисунок 1 – Залежність лужності розчинів $MgCl_2$ від їх концентрації при осадженні гідроксиду магнію

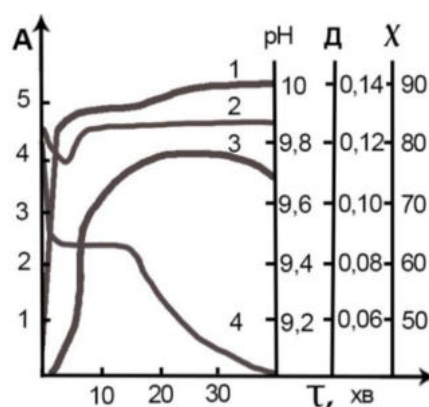


Рисунок 2 – Утворення осаду гідроксиду магнію при розбавленні лужних розчинів $MgCl_2$ від 4 до 0,5 моль/дм³, τ – час утворення осаду, хв; 1 – кількість Mg^{2+} в осаді (А), % від початкової кількості; 2 – електропровідність реакційного середовища (χ), $Om^{-1} \cdot cm^{-1} \cdot 10^{-3}$; 3 – оптична густина (Д); 4 – рН середовища

Дослідження осадів на трьох основних етапах утворення, їх складу та властивостей проводилось на основі експериментальних даних з рН-метрії та електропровідності, оптичних властивостей (нефелометрія) реакційного середовища та з допомогою ІЧ спектроскопії, в тому числі і дейтероаналогів (рис. 3), рентгено-структурного та рентгенофазового аналізу, термографії (рис. 4) та електронної мікроскопії (рис. 5).

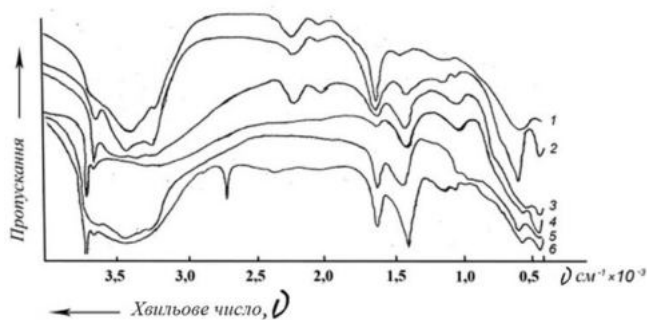


Рисунок 3 – ІЧ спектри фаз осаду гідроксиду магнію: 1, 2 – зародки; 3 – первісні частинки; 4 – кристали гідроксиду магнію; 5, 6 – дейтеровані зразки зародків і кристалів; ν – хвильове число

ІЧ спектри (рис. 3) дають можливість зробити висновки щодо складу та будови твердих фаз гідроксиду магнію при розбавленні лужних розчинів його хлориду. Для зародкової фази до коливань молекул води відносяться низка смуг поглинання при $3400-\nu(\text{OH})(\text{H}_2\text{O})$, $1620-1650-\delta(\text{H}_2\text{O})$, $545-560 \text{ cm}^{-1} \rho(\text{H}_2\text{O})$. Смуги поглинання в області $1020-1220 \text{ cm}^{-1}$ свідчать про деформаційне коливання координованих гідроксогруп Mg-OH^+ . Молекули води, координовані разом з OH -групами навколо атомів магнію дають широку інтенсивну смугу при 3400 cm^{-1} . Розрахунок за методом Г. В. Юхневича [16] для хвильових чисел при 3420 cm^{-1} та 3250 cm^{-1} дають значення енергії водневого зв'язку $E_{\text{H}(1)} = 19,2$ та $E_{\text{H}(2)} = 9,42 \text{ кДж/моль}$.

Такі значення відрізняються від значення енергії водневого зв'язку для $[\text{Mg}(\text{OH})_2]_n$ – $8,82 \text{ кДж/моль}$, що свідчить про протонно-донорний характер зародків порівняно з окристалізованою формою гідроксиду магнію. Відсутність смуги валентних коливань вільних гідроксид – груп при 3690 cm^{-1} свідчить про відсутність кристалічної структури осаду, яка складається з $[\text{Mg}(\text{OH})_2]_n$.

Зародки є рентгеноаморфними на відміну від кристалів, термографічний аналіз їх показує (рис. 4), що виділення структурної води при $75-90 \text{ }^\circ\text{C}$, $E_{\text{акт.}} = 9,42 \text{ кДж/моль}$ при $100-140 \text{ }^\circ\text{C}$, $E_{\text{акт.}} = 19,6 \text{ кДж/моль}$. Етап утворення первісних

частинок другого етапу проходить до $100 \text{ }^\circ\text{C}$ (енергія активації $28,5 \text{ кДж/моль}$, що відповідає $E_{\text{H}(1)} + E_{\text{H}(2)}$). [17]. Термічне розкладання кристалів з третього етапу осаду проходить за $412-420 \text{ }^\circ\text{C}$, розкладання кристалів з третього етапу осаду відсутня дегідратація. Розкладання кристалів при розбавленні характеризується енергією активації $113-120 \text{ кДж/моль}$ на відміну від розкладання осаду з фрагментів поверхневих або лінійних груп з $E = 78,3-87 \text{ кДж/моль}$ що свідчить про досконалу структуру, нарощену при розбавленні [18].

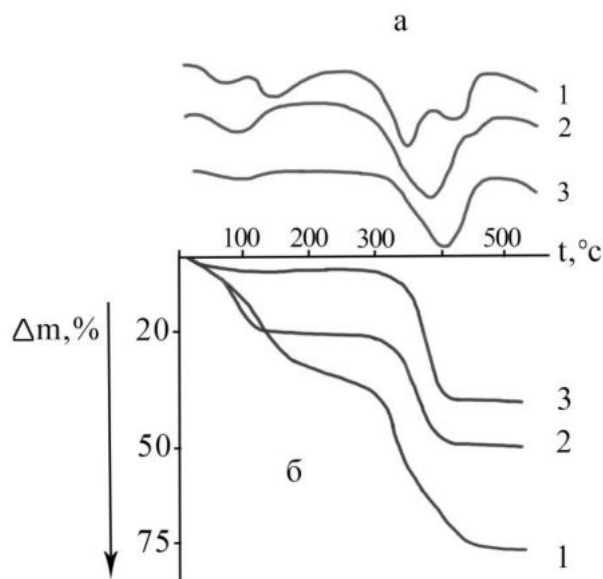


Рисунок 4 – Термографічний аналіз зразків осадів на різних стадіях формування (а – ДТА зміна температури зразків; б – ΔG -зміна маси зразків; $\Delta m, \%$ – втрата маси зразків):

1 – зародки; 2 – первісні частинки; 3 – кристали

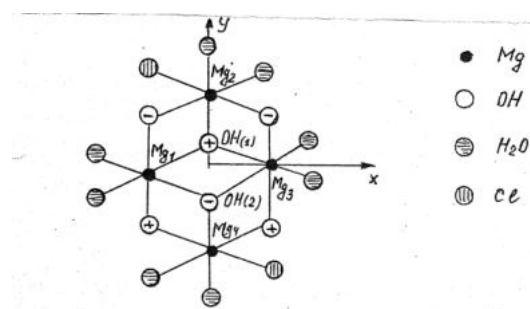


Рисунок 5 – Кластерна будова зародків гідроксиду магнію в умовах розбавлення

Склад зародків (частинок першої фази) відповідає $\text{Mg}_4(\text{OH})_6\text{Cl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ з молекулами води, що надають зародкам активний водневий зв'язок і які координовані разом з OH -групами (рис. 5). Будову зародків та їх склад разом з одержаними даними можливо уявити, виходячи зі структури

решітки гідроксиду магнію [18, 19]. В шарах кристалічної решітки одиничним ізольованим фрагментом є кластер складу $[Mg_4(OH)_{16}]^{8-}$, який є координаційним октаедром гідроксид-іонів навколо кожного атому металу.

Така октаедрична структура зберігається і в зародках, склад яких за даними хімічного, спектроскопічного та термографічного аналізів свідчить про наявність груп OH^- і координованих молекул води навколо атомів магнію. Формула зародків (часток першої фази) відповідає $Mg_4(OH)_6Cl_2 \cdot 8H_2O$ з координованими OH^- групами та молекулами води, що надають зародкам активний водневий зв'язок. Зародки мають будову і склад $Mg_4(OH)_6Cl_2 \cdot 8H_2O$ з діаметром критичного зародка 2-3 нм, що відповідає середньому діаметру утворення з 4-х атомів магнію, 6-ти гідроксидних груп та 8 молекул води [18, 19].

На першому етапі утворення осаду проходить скаламучення розчину – утворення зародкових частинок осаду і зниження рН розчину. Надалі, на другому етапі, проходить перехід зародкових часток в первісні частки шляхом їх росту та полімеризації до (30 ÷ 60) нм при постійному рН. На третьому, заключному, етапі триває утворення осаду за участю частинок другого етапу та моноядерних гідросокомплексів магнію $MgOH^+$ зв'язку. Утворення окристалізованої стабільної структури шляхом її орієнтованого нарощування з первісних частинок проходить після переходу всіх зародкових частинок у первісні і закінчується зрощуванням всіх первісних частинок другого етапу в стабільну кристалічну структуру гідроксиду магнію з розміром кристалів 500-1000 нм. Про такі особливості утворення осаду гідроксиду магнію при розбавленні концентрованих розчинів хлориду магнію, які містять лужні комплекси магнію, свідчать і дані по негативному заряду зародкових часток осаду по величині суспензійного ефекту, ΔpH (ефекту Доннана) (рис. 6).

Встановлено, що утворення осаду гідроксиду магнію у вивчених умовах проходить в кінетичному режимі, з порядком реакції на першій стадії $n_1 = 4$, а на стадії кристалізації $n_2 = 20$. Процес кристалізації лімітується пересиченням $S = a_{Mg^{2+}} \cdot a_{OH^-} / DP_{Mg(OH)_2}$, де $a_{Mg^{2+}}$ – активна концентрація іонів магнію в розчині після розбавлення, яка визначена з допомогою іон-селективного електроду, a_{OH^-} – активна концентрація гідроксид-іонів в розчині, що визначена потенціометричним методом.

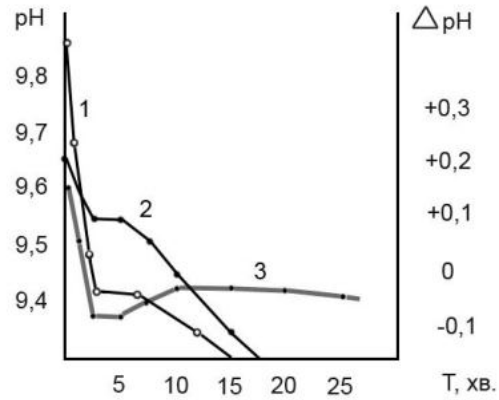


Рисунок 6 – Значення рН середовища при утворенні $Mg(OH)_2$ при розбавленні лужних розчинів $MgCl_2$: 1 – рН маточного розчину; 2 – рН суспензії; 3 – $\Delta pH = pH_{mat} - pH_{susp}$.

Встановлено, що осад з кристалами найбільшого розміру і відповідно з високою швидкістю фільтрації при відділенні твердої фази від розчину, можна отримати при додержанні умов розбавлення лужних розчинів хлориду магнію. Як слідує з даних проведених досліджень, найбільш важливим показником є величина пересичення при значеннях $S \leq 20$ (рис. 7), що надає можливість одержати крупнокристалічний осад колектора, який задовільний для швидкої фільтрації та відділення розчину. Основний показник швидкості фільтрації $K_{\phi} = 8 \cdot 10^{-3}$ м/год в нашому випадку вигідно відрізняється від відомих значень для гідроксиду магнію, осадженого лугом, що мають усереднене значення $K_{\phi} = 8 \cdot 10^{-9}$ м/год [12].

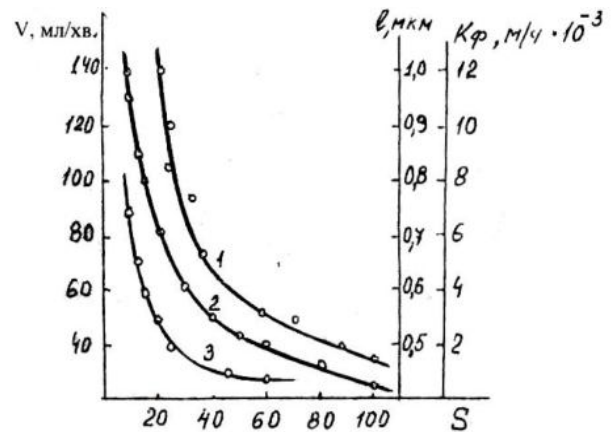


Рисунок 7 – Залежність властивостей осаду гідроксиду магнію від величини пересичення, dm^3 : 1 – розмір кристалів осаду (l , мкм); 2 – питома швидкість фільтрації (V , мл/хв); 3 – коефіцієнт фільтрації (K_{ϕ} , м/год $\cdot 10^{-3}$), S при розбавленні від 2,0 до 0,1 моль/ dm^3

Розмір призматичних кристалів осаду гідроксиду магнію складає (500-1000) нм (рис. 8), а розмір кристалів осаду при звичайному лужному осадженні складає 42-75 нм.

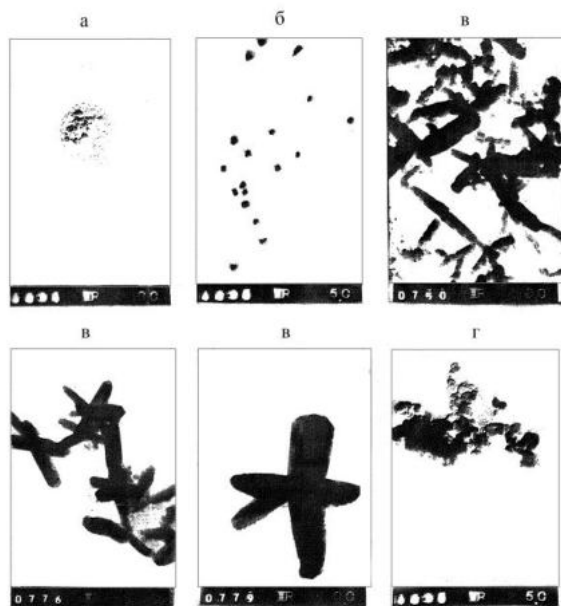


Рисунок 8 – Мікрофотографії частинок осаду гідроксиду магнію на різних стадіях осадження в умовах розбавлення: а – зародки; б – первісні частки; в – кристали; г – кристали лужного осадження. Електронний мікроскоп Hitachi H-500, вугільні репліки. Збільшення 85000 разів

Запропонований метод вивчення процесу осадотворення гідроксиду магнію є методом виникаючих реагентів, завдяки якому можливо отримати крупнокристалічний осад. Такий метод не потребує створення особливих умов [21].

Математична обробка та апроксимація [22] експериментальних даних (рис. 7) дозволили знайти функціональну залежність властивостей осаду від величини пересичення, S при розбавленні у вигляді емпіричних формул:

$$l = 60,3/S^{1,25} \quad (1)$$

де l – розмір кристалів осаду, мм;

$$V = 620/S^{0,684}, \quad (2)$$

де V – питома швидкість фільтрації, мл / хв;

$$K_{\phi} = 0,16/S^{1,4}, \quad (3)$$

де K_{ϕ} – коефіцієнт фільтрації, м/год $\cdot 10^{-3}$;
 S – величина пересичення.

Щодо впливу властивостей частинок осаду до видалення з розчину мікрокількостей іонів домішкових металів, встановлено, що найбільшу здатність до їх сорбції мають частки осаду першої стадії при утворенні зародкової фази [13].

Зародки мають полімерну структуру із кластерів $Mg_4(OH)_6Cl_2 \cdot 6H_2O$ (рис. 5), в складі яких є активні гідроксидні групи і молекули води, мають водневі зв'язки і здатні до хімічної взаємодії (сорбції) з гідролізованими при рН~9.0 формами домішкових металів. Така взаємодія є основною і незворотною при подальшому осадотворенні і кристалізації. Подібні процеси взаємодії мікрокількостей гідролізованих іонних форм металів негативно зарядженими поверхнями гідроксидів відомі з досліджень [13, 23].

Висновки.

Проведені дослідження направлені на досягнення високої хемосорбційної властивості гідроксиду магнію до більшості іонів домішкових металів та утворення при осадженні кристалічної структури з високими фільтраційними властивостями, що важливо для ефективності відокремлення осаду сорбента від очищених розчинів.

Вивчення впливу ступеню розбавлення лужномістких розчинів хлориду магнію на прикладі 2,0 моль/дм³ $MgCl_2$, що містить 0,1 г-моль/дм³ $NaOH$ показало, що оптимальною величиною розбавлення є величина в 500 разів. При цьому величина пересичення становила $S = [Mg^{2+}] \cdot [OH^-] / MP_{Mg(OH)_2} \approx 7$, що забезпечило значення коефіцієнту фільтрації $K_{\phi} = 8 \cdot 10^{-3}$ м/год, що перевищує відоме значення $K_{\phi} = 8 \cdot 10^{-9}$ м/год для гідроксиду магнію, осадженого звичайним лужним способом. Одержані результати досліджень придатні для всіх технологій отримання височистих сполук магнію з різного виду сировинних речовин, які містять іони магнію. Основою цих різноманітних технологій є необхідність застосовувати гідролізовані лугом і насичені гідроксокомплесами магнію концентровані розчини хлориду магнію та поєднання різних прийомів їхнього застосування (розбавлення) в залежності від концентрації магнію в сировинному або вже в очищеному розчині солі магнію.

Проведені дослідження та отримані результати дозволяють застосовувати сполуки магнію (хлорид магнію, гідроксид та оксид магнію) в якості матеріалів для фармацевтичної промисловості та медицини. В останньому випадку способи застосування гідроксиду магнію можливі і для отримання височистих сполук лужних металів, зокрема хлориду натрію в гемодіалізі і для приготування МР-фантомів у магнітно-резонансній томографії.

Іншим, дуже важливим результатом є забезпечення якості та достовірності при встановленні вмісту метал-іонів в різних

об'єктах методами нейтронно-активаційного, рентгено-флуоресцентного та атомно-абсорбційного аналізів. При виконанні аналізів дуже важливо, щоб матричний колектор не мав вмісту домішкових метал-іонів, що приводить до невірних результатів аналізів. На основі високочистої матриці з гідроксиду магнію можливе виготовлення порівняльних зразків для лабораторій та верифікація результатів проведених аналізів.

Список використаних джерел

1. Позин М. Е. Технология минеральных солей (удобрений, пестицидов, промышленных солей, окислов и кислот). Ч. 1. Изд. 4-е, испр. Л.: Химия, 1974. 792 с.
2. Масалимов А. В., Смирнов А. Н., Орехова Н. Н., Гришин И. А. Состояние сырьевой базы для обнаружения перспективных источников получения оксида магния в процессах обогащения. *Вестник забайкальского государственного университета имени Г. И. Носова*. 2021. Т. 27, № 3. С. 616-625. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=45695631> (дата звернення 05.06.2021).
3. Тожимамадова М. Ё. Изучение процесса выделения соединений магния из доломитов месторождения Шорсу. *Universum: технические науки* : электрон. научн. журн. 2019. № 11 (68). URL: <https://7universum.com/ru/tech/archive/item/8250> (дата звернення: 05.06.2021).
4. ИТС 21-2016. Информационно-технический справочник по наилучшим доступным технологиям производства оксида магния, гидроксида магния, хлорида магния. URL: <http://docs.ru/dokument/1200143293> (дата звернення 05.06.2021).
5. Предварительный национальный стандарт ПНСТ 65-2015. Магний гидроксид наноструктурированный. Технические условия. Издание официальное. М. 2015. URL: <https://ru.wikipedia.org/гидроксид магния>.
6. Снегирев В. П., Яковлева Л. В., Снегирева Д. В., Алмаева Л. Г. Соединения магния: лекарственные средства, их потребление и перспективы создания лекарственных украинского фармацевтического рынка нового препарата часть 1.100 магний содержащих. *Вестник фармации*. 2017. № 4 (78). С. 33-43.
7. Гидроксид магния в технологии XXI века. URL: <https://polit.ru/article/2015/07/07/nikohim/> (дата звернення 05.06.2021).
8. Гидроксид магния. Технологии и производство. *Евразийский химический рынок*. 2008. № 3(39). С. 102-119. URL: <http://www.chemmarket.info>. (дата звернення 05.06.2021).
9. Акчурин Т. К., Савченко А. В., Дробир И. Ю. Изучение процесса осаждения гидроксида магния из бишофита. *Сборник статей международной научно-практической конференции «Актуальные проблемы и перспективы развития строительного комплекса»*. Волгоградский государственный технический университет. 2019. С. 253-257. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=41745295> (дата звернення 05.06.2021).
10. Мацукевич И. В., Крутько Н. П., Овсеевко Л. В. и др. Влияние метода получения на адсорбционные свойства наноструктурированного порошка MgO. *Известия Национальной академии наук Беларуси. Серия химических наук*. 2018. Т. 54. № 3. С. 281-288. URL: <https://doi.org/10.29235/1561-8331-2018-54-3-281-288>. (дата звернення 05.06.2021).
11. Егоров Ю. В. Статика сорбции микрокомпонентов оксигидратами. М.: Атомиздат, 1975. 200 с.
12. Вассерман И. М. Химическое осаждение из растворов. Л.: Химия, 1980. 207 с.
13. Сичов М. І., Коломієць Л. В., Боряк К. Ф. Вивчення умов отримання сполук магнію особливої чистоти із його хлориду. *Збірник наукових праць Одеської державної академії технічного регулювання та якості*. 2017. Вип. 1 (10). С. 10-14.
14. Виноградова Е. Н. Влияние температуры и концентрации соли на рН при осаждении гидроксида магния. *Труды комиссии по аналитической химии*. Т. III (V. 10). М.: Изд-во АН СССР. 1951. С. 138-145.
15. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии, М.: Химия. 1979. 480 с.
16. Юхневич Г. В. Инфракрасная спектроскопия воды. М.: Наука, 1973. 208 с.
17. Веденеев В. И., Гурвич Л. В., Кондратьев В. Н. и др. Энергия разрыва химических связей. Справочник. Л.: Изд-во АН СССР. 1962. 215 с.
18. Колебания окисных решеток. Сборник под ред. Лазарева А. И. и Булавина М. О. М.: Наука, 1980. 365 с.
19. Чалый В. П. Гидроокиси металлов. Киев.: Наукова думка. 1972. 160 с.
20. Колинько П. А., Козлов Д. В. Химическая кинетика в курсе физической химии: учебно-методическое пособие. Новосибирский государственный университет. 2013. 99 с. URL: <https://www.science-education.ru/ru/article/view?id=7140> (дата обращения: 09.06.2021).

21. Гомогенное осаждение. Справочник химика. Химия и химическая технология. Т. 21. URL: <https://chem21.info/info/9925/>
22. Морозов В. В., Сobotковский Б. Е., Шейнман И. Л. Методы обработки результатов физического эксперимента. Санкт-Петербург.: Издательство СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2004. 64 с.
23. Спосіб очищення сировинного розчину хлориду натрію від 3-D металів: Пат. на винахід UA 117942 C2: МПК8 C01D 3/04(2006.01), C01D 3/14(2006.01), C01D 3/16(2006.01), C02F1/62(2006.01), заявл. 25.07.2016; опубл. 25.10.2018, Бюл. № 24.
- № 3 (39). S. 102-119. URL: <http://www.chemmarket.info>. (data zvernennja 05.06.2021).
9. Akchurin T. K., Savchenko A. V., Drobir I. Ju. Izuchenie processa osazhdenija gidroksida magnija iz bishofita. Sbornik statej mezhdunarodnoj nauchno-prakticheskoj konferencii «Aktul'nye problemy i perspektivy razvitija stroitel'nogo kompleksa». Volgogradskij gosudarstvennyj tehničeskij universitet. 2019. S. 253-257. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=41745295> (data zvernennja 05.06.2021).
10. Macukevich I. V., Krut'ko N. P., Poluchenija L., Ovseenko V. i dr. Vlijanie metoda na adsorbcionnye svojstva nanostrukturirovanogo poroshka MgO. *Izvestija Nacional'noj akademii nauk Belarusi. Serija himičeskikh nauk*. 2018. T. 54. № 3. S. 281-288. URL: <https://doi.org/10.29235/1561-8331-2018-54-3-281-288>. (data zvernennja 05.06.2021).
11. Egorov Ju. V. Statika sorbcii mikrokomponentov oksigidratami. M.: Atomizdat. 1975. 200 s.
12. Vasserman I. M. Himičeskoe osazhdenie iz rastvorov, L.: Himija. 1980. 207 s.
13. Sychov M. I., Kolomiets L. V., Boriak K. F. Vychennia umov otrymannia spoluk mahniuu osoblyvoi chystoty iz yoho khlorodyu. *Zbìrnik naukovih prac' Odes'koï deržavnoï akademii tehničnogo reguluvannâ ta âkosti*. 2017. Vyp. 1 (10). S. 10-14.
14. Vinogradova E. N. Vlijanie temperatury i koncentracii soli na rN pri osazhdenii gidroksida magnija. *Trudy komisii po analiticheskoj himii*. T. III (V. 10). M.: Izd-vo AN SSSR. 1951. C. 138-145.
15. Lur'e Ju. Ju. Spravochnik po analiticheskoj himii. M.: Himija. 1979. 480 s.
16. Juhnevich G. V. Infkrasnaja spektroskopija vody. M.: Nauka, 1973. 208 s.
17. Vedeneev V. I., Gurvich L. V., Kondrat'ev V. N. i dr. Jenergija razryva himičeskikh svjazej. Spravochnik. L.: Izd-vo AN SSSR. 1962. 215 s.
18. Kolebanija okisnyh reshetok. Sbornik pod red. Lazareva A. I. i Bulavina M. O. M.: Nauka, 1980. 365 s.
19. Chal'j V. P. Gidrookisi metalov. Kiev.: Naukova dumka. 1972. 160 s.
20. Kolin'ko P. A., Kozlov D. V. Himičeskaja kinetika v kurse fizicheskoj himii: uchebno-metodicheskoe posobie. Novosibirskij gosudarstvennyj universitet. 2013. 99 s. URL: <https://www.science-education.ru/ru/article/view?id=7140> (data obrashhenija: 09.06.2021).

References

1. Pozin M. E. Tehnologija mineral'nyh solej (udobrenij, pesticidov, promyshlennyh solej, oksidov i kislot). Ch.1. Izd. 4-e, ispr. L.: Himija, 1974. 792 s.
2. Masalimov A. V., Smirnov A. N., Orehova N. N., Grishin I. A. Sostojanie syr'evoj bazy dlja obnaruzhenija perspektivnyh istočnikov poluchenija oksida iagnija v procesah obogashhenija. *Vestnik zabajkal's'kogo gosudarstvennogo universiteta imeni G. I. Nosova*. 2021. T. 27, № 3. S. 616-625. URL: <https://www.elibrary.ru/item.asp?id=45695631> (data zvernennja 05.06.2021).
3. Tozhimamatova M. Jo. Izuchenie processa vydelenija soedinenij magnija iz dolomitov mestorozhdenija Shorsu. *Universum: tehničeskije nauki : jelektron. nauchn. zhurn*. 2019. № 11 (68). URL: <https://7universum.com/ru/tech/archive/item/8250> (data zvernennja: 05.06.2021).
4. ITS 21-2016. Informacionno-tehničeskij spravochnik po nailuchshim dostupnim tehnologijam proizvodstva oksida magnija, gidroksida magnija, hlorida magnija. URL: <http://docs.ru/dokument/1200143293> (data zvernennja 05.06.2021).
5. Predvaritel'nyj nacional'nyj standart PNST 65-2015. Magnij gidroksid nanostrukturirovanij. Tehničeskije uslovija. Izdanie oficial'noe. M. 2015. URL: https://ru.wikipedia.org/gidroksid_magnija.
6. Snegirev V. P., Jakovleva L. V., Snegireva D. V., Alkmaeva L. G. Soedinenija magnija: lekarstvennye sredstva, ih potreblenie i perspektivy sozdaniya lekarstvennyh ukrainskogo farmacevtičeskogo rynku novogo preparata chast' 1.100 magnij sodержashhih. *Vestnik farmacii*. 2017. № 4 (78). S. 33-43.
7. Gidroksid magnija v tehnologii XXI veka. URL: <https://polit.ru/article/2015/07/07/nikohim/> (data zvernennja 05.06.2021).
8. Gidroksid magnija. Tehnologii i proizvodstvo. *Evrazijskij himičeskij rynek*. 2008.

21. Gomogennoe osazhdenie Spravochnik himika. Himija i himicheskaia tehnologija. T. 21. URL: <https://chem21.info/info/9925/> vy`nahid UA 117942 C2: MPK8 C01D 3/04(2006.01), C01D 3/14(2006.01), C01D 3/16(2006.01), C02F1/62(2006.01), zayavl. 25.07.2016; opubl. 25.10.2018, Byul. #24.
22. Morozov V. V., Sobotkovskij B. E., Shejnman I. L. Metody obrabotki rezul'tatov fizicheskogo jeksperimenta. Sankt-Peterburg.: Izdatel'stvo SPbGJeTU «LJeTI», 2004. 64 s. *Надійшла до редакції 08.09.2021*
23. Sposib ochy`shhennya sy`rovu`nnogo rozchy`nu hlory`du natriyu vid 3-D metaliv: Pat. na

УДК 006.86

Л. В. Коломієць, д.т.н., А. М. Курмаш, Л. В. Кузнєцова

Державний університет інтелектуальних технологій і зв'язку, м. Одеса

ПИТАННЯ ВЕРИФІКАЦІЇ РОБОЧИХ ХАРАКТЕРИСТИК ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ВИПРОБУВАННЯ ДИТЯЧИХ ІГРАШОК

Показано, що успішне функціонування випробувального обладнання і отримання достовірних результатів вимірювань забезпечується методиками верифікації робочих характеристик. Проведено аналіз міжнародних і вітчизняних стандартів, які регламентують процедуру атестації ВО, що застосовується при випробуванні дитячих іграшок.

Показано, що скасування стандарту «ГОСТ 24555-81 Система государственных испытаний продукции. Порядок аттестации испытательного оборудования. Основные положения», спричинило складну ситуацію в органах оцінки відповідності та випробувальних лабораторіях з підтвердження достовірності випробувань.

За результатами порівняльного аналізу наведені рекомендації стосовно необхідності розробки проекту стандарту «Випробувальне обладнання. Загальні вимоги до верифікації робочих характеристик». Розроблена методика первинної і періодичної верифікації робочих характеристик..

Ключові слова: *валидація, верифікація, випробувальне обладнання, маятниковий копер, робочі характеристики, національний стандарт, методика верифікації.*

Л. В. Коломієць, д.т.н., А. М. Курмаш, Л. В. Кузнєцова

ВОПРОС ВЕРИФИКАЦИИ РАБОЧИХ ХАРАКТЕРИСТИК ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ ДЕТСКИХ ИГРУШЕК

Показано, что успешное функционирование испытательного оборудования и получение достоверных результатов измерений обеспечивается методиками верификации рабочих характеристик. Проведен анализ международных и отечественных стандартов, регламентирующих процедуру аттестации ИО, применяемую при испытании детских игрушек.

Показано, что отмена ГОСТ 24555-81 «Система государственных испытаний продукции. Порядок аттестации испытательного оборудования. Основные положения», привела к сложной ситуации в органах оценки соответствия и испытательных лабораториях по подтверждению достоверности испытаний.

По результатам сравнительного анализа приведены рекомендации по необходимости разработки проекта стандарта «Испытательное оборудование. Общие требования к верификации рабочих характеристик. Разработана методика первичной и периодической верификации рабочих характеристик.

Ключевые слова: *валидация, верификация, испытательное оборудование, маятниковый копер, рабочие характеристики, национальный стандарт, методика верификации.*