

УДК 661.183.6

І.В. Луцюк, Я.І. Вахула

АНАЛІЗ ПРОЦЕСУ ТЕРМООБРОБЛЕННЯ ПОРОШКІВ МАГНІЮ ГІДРОСИЛКАТУ, МОДИФІКОВАНИХ ПОЛІВІНІЛПІРОЛІДОНОМ

Національний університет «Львівська політехніка»

Методом диференційно-термічного аналізу досліджено фізико-хімічні процеси, температуру та інтенсивність їх протікання при нагріванні порошків магнію гідросилкату, модифікованих полівінілпіролідом. Зроблено висновки, що співсаджання компонентів у розчині приводить до рівномірного розподілу макромолекул полівінілпіролідону як всередині силікатного матеріалу, так і на його поверхні.

У сучасних умовах у багатьох галузях промисловості широко використовують сорбенти різної природи і складу. Ефективними можна вважати сорбенти неорганічного походження, зокрема, силікатні [1]. Останнім часом розроблено сорбент на основі магнію гідросилкату, який знайшов застосування при очищенні біодизельного палива [2]. Такий матеріал характеризується високою сорбційною здатністю, доступною сировинною базою й порівняно простою технологією отримання.

Для отримання сорбентів застосовують різні методи залежно від бажаної структури, а саме: осадження, термічний розклад, гідротермальний синтез, метод вибіркового розчинення речовин, сублімація. Згідно з дослідженнями [3] перспективним методом одержання порошку магнію гідросилкату є метод осадження. Для покращення основних властивостей такого сорбенту його доцільно модифікувати, зокрема, полімерами, що містять функційноактивні групи, ефективність дії яких залежить від умов його введення в систему [4,5].

Мета даної роботи полягала у вивченні процесів, що відбуваються при термообробленні порошку магнію гідросилкату та впливу модифікатора на характер термо ефектів залежно від способу його введення методом диференційно-термічного аналізу.

У даній роботі як вихідні компоненти використано натрійове рідке скло ($M=2$) та магній хлорид гексагідрат $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ концентрацією 1 моль/л при співвідношенні $MgCl_2$:рідке скло (об.ч.)=1:1. Як модифікатор використовували полівінілпіролідон (ПВП) – водорозчинну поверхнево-активну сполуку, яка здатна до комплексоутворення і містить карбаматні функційноактивні групи.

Модифікований порошок магнію гідросилкату отримували двома різними методами:

1. Перемішуванням в твердому стані попередньо отриманого порошку магнію гідросилкату і ПВП в кількості 5 мас. % (схема 1);

2. Співсаджанням у розчині. При цьому концентрація ПВП в розчині становила 0,2 осн.-моль/л. Процес осадження відбувався за кімнатної температури на магнітній мішалці. Змішування компонентів виконували за двома схемами:

а) до рідкого скла поступово доливали розчин солі магнію, а потім додавали необхідну кількість ПВП (схема 2);

б) до рідкого скла додавали ПВП і перемішували до повного його розчинення з подальшим поступовим доливанням розчину солі магнію (схема 3).

У результаті змішування утворюється осад, який відмивали від Cl^- -аніона та сушили за темпе-

ратури 110–115°C до отримання білого порошку.

Електронно-мікроскопічним аналізом встановлено, що зерна магнію гідросилікату є агломерованими. При цьому розміри частинок знаходяться в межах 50–80 нм, а кристали мають, як правило, округлу форму (рис. 1).

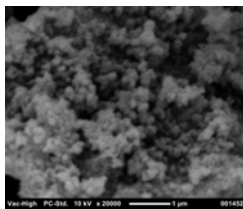


Рис. 1. Мікрофотографія порошку магнію гідросилікату, модифікованого ПВП за схемою 3

Дослідження процесів, що відбуваються під час нагрівання порошку магнію гідросилікату, модифікованого ПВП здійснювали за допомогою диференційно-термічного аналізу.

Згідно з результатами ДТА на кривих досліджуваних зразків (рис. 2) спостерігається значний ендотермічний ефект в області 20–220°C із максимумом за температур 125–130°C. Він обумовлений виділенням фізично-зв'язаної води. Втрата маси при цьому складає 13–17%. Слід відзначити, що для зразків 2 і 3 пік є розширеним. Це пояснюється тим, що ПВП здатний брати участь в реакціях комплексоутворення, зокрема, утворювати гідратні комплекси [6].

В області 220–620°C має місце значна втрата маси ($\Delta m=10,3-14\%$), що пов'язано з вигоранням органічної складової (ПВП). При цьому вигляд кривих ДТА зразків 1 і 2, 3 дещо відрізняється. Зокрема, для зразка 1 на кривій ДТА (рис. 2,а) спостерігаються два чітко виражених екзоэффекти, що свідчить про інтенсивне вигорання органічної складової. Перший екзотермічний ефект має місце в температурному діапазоні 310–370°C з максимумом за температури 340°C і втратою маси 2%. Другий широкий екзоэффект реєструється в температурному діапазоні 370–620°C з максимумами за температур 440 і 505°C і втратою маси 6,3%.

У випадку зразків 2 і 3 (рис. 2,б, та 2,в) реєструється один зміщений в область вищих температур екзотермічний ефект з максимумом за температури 375–385°C. Втрати маси при цьому складає приблизно 12%.

Авторами [4,5] отримано ПВП-силікатний композиційний матеріал внаслідок сумісного осадження ПВП і натрієвого рідкого скла. Ними встановлено, що при введенні ПВП в рідке скло процес коагуляції відбувається внаслідок утворення циклічного комплексу за участю карбаматної групи ПВП.

Можна стверджувати, що і в нашому випадку при наявності силікатних груп відмінність на кривих ДТА порошків магнію гідросилікату, мо-

дифікованих ПВП за різними схемами свідчить про те, що у випадку їх осадження в присутності ПВП формуються спільні гідратні оболонки та мають місце міжмолекулярні взаємодії між функціональними групами ПВП та натрієвого рідкого скла. Очевидно, що при осадженні ПВП в системі рідке скло-розчин магнію хлориду за схемами 2 і 3 утворюється матеріал, в якому макромолекули ПВП внаслідок фізичних взаємодій із функційними силікатними групами не тільки адсорбовані на поверхні каркасного матеріалу, але й рівномірно розподілені всередині нього.

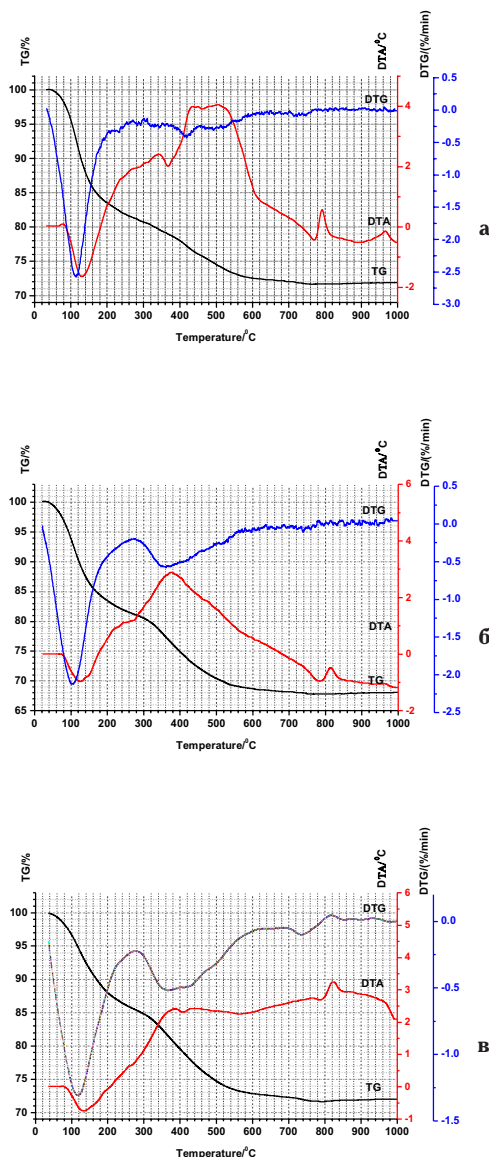


Рис. 2. Дериватограми порошків магнію гідросилікату, модифікованих ПВП за схемою: а – 1; б – 2; в – 3

В області 770–860°C має місце екзоэффект з максимумом за 790–820°C, який викликаний кристалізацією суміші. Втрати маси при цьому не спостерігається. Проте слід відзначити, що для зразка 1 на кривій ДТА (рис. 2,а) реєструється додатковий екзоэффект у температурному діапазоні

Результати диференційно-термічного аналізу порошку магнію гідросилікату

Метод отримання	Стадія	Температурний інтервал, °С	Втрата маси, %	Температура максимальної втрати маси, °С	Температура ефекту, °С
Схема 1 (зразок 1)	I	20–220	17,1	117	130 (ендо-)
	II	220–370	4,0	–	340 (екзо-)
	III	370–620	6,3	420	440, 505 (екзо-)
	IV	620–770	0,9	–	–
		770–830	–	–	790 (екзо-)
		830–920	–	–	–
		920–1000	–	–	970 (екзо-)
			Всього: 28,3		
Схема №2 (зразок 2)	I	20–220	17,4	105	125 (ендо-)
	II	220–280	1,5	–	–
	III	280–620	11,9	360	375 (екзо-)
	IV	620–770	0,7	–	–
	V	770–1000	–	–	815 (екзо-)
			Всього: 31,5		
Схема №3 (зразок 3)		20–220	12,8	120	130 (ендо-)
		220–280	1,4	–	–
		280–620	12,6	360	385 (екзо-)
		620–780	1,5	–	–
		780–1000	–	–	825 (екзо-)
			Всього: 28,3		

920–1000°С з максимумом за температури 970°С, що пов'язано з кристалізацією нових фаз.

Результати диференційно-термічного аналізу ксерогелів (числові значення втрат мас на кожній із стадій) наведено в таблиці.

Висновки

Методом диференційно-термічного аналізу досліджено фізико-хімічні процеси, температуру та інтенсивність їх протікання при нагріванні порошків магнію гідросилікату, модифікованих полівінілпіролідом. Можна стверджувати, що спосіб введення ПВП в систему рідке скло-розчин MgCl₂ суттєво впливає на хід кривої ДТА і дає змогу стверджувати, що максимальний модифікуючий ефект від дії ПВП спостерігається у випадку співсаджень компонентів у розчині. Внаслідок цього утворюється матеріал, в якому макромолекули ПВП адсорбовані на поверхні каркасного матеріалу і рівномірно розподілені всередині нього.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Корнєєв В.І., Данилов В.В. Производство и применение ратворимого стекла: Жидкое стекло. — Л.: Строй-

издат, Ленингр. отд-ние, 1991. — 176 с.

2. *About Us* — Dallas Group of America, Inc [Електронний ресурс] / www.dallasgrp.com/web/ — Назва з титул. екрана

3. Луцюк І.В., Вахула Я.І. Технологічні особливості одержання вискодисперсних порошків магнію гідросилікату // Вісник НУ “Львівська політехніка”, „Хімія, технологія речовин та їх застосування”. — 2011. — № 700. — С.318-321.

4. Ганчо А.В., Левицький В.Є. Закономірності одержання полівінілпіролідон-силікатних матеріалів з водних розчинів // Вісник НУ “Львівська політехніка”, „Хімія, технологія речовин та їх застосування”. — 2010. — № 667. — С.448-451.

5. Ганчо А.В., Масюк А.С., Левицький В.Є. Вплив природи функційноактивних полімерів на процес золь-гель-переходу водорозчинних силікатів // Вісник НУ “Львівська політехніка”, „Хімія, технологія речовин та їх застосування”. — 2011. — № 700. — С.418-422.

6. Ганчо А.В., Кочубей В.В., Михайлова О.П. Закономірності термічного розкладу полівінілпіролідон-силікатних матеріалів // Вісник НУ “Львівська політехніка”, „Хімія, технологія речовин та їх застосування”. — 2011. — № 700. — С.442-445.

Надійшла до редакції 17.09.2012