

М.И. Техничко-экономические предпосылки выбора рационального пылеуловителя. Хранение и переработка сельхоз сырья. – 2002. – № 10. – С. 64-66.

3. Пат. РФ 229610, В 01 D 47/16. Роторный пылеуловитель / Сорокопуд А.Ф.; и др. заявл. 08.04.2005; опубл. 10.04.2007.

4. Сорокопуд А.Ф. и др. Исследование брызгоуноса в роторном распылительном аппарате / ТОХТ. –2001. – Т. 35, №3. – С. 321-326.

Сорокопуд А.Ф., доктор технических наук, профессор кафедры «Машины и аппараты пищевых производств» Государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования Кемеровского технологического института пищевой промышленности (ГОУ ВПО КемТИПП), 650003 Кемеровская область, г. Кемерово, пр. Ленинградский д. 30 кв. 32, 8-903-941-70-52.

Плотников К.Б., аспирант кафедры «Машины и аппараты пищевых производств» Государственного образовательного учреждения высшего

профессионального образования Кемеровского технологического института пищевой промышленности (ГОУ ВПО КемТИПП), 650003 Кемеровская область, г. Кемерово, пр. Ленинградский д. 30 кв. 32, 8-904-961-26-49, plotnikov-kb@mail.ru.

Резик Д.В., студент гр. ПМ-81 ГОУ ВПО КемТИПП Государственного образовательного учреждения высшего профессионального образования Кемеровского технологического института пищевой промышленности (ГОУ ВПО КемТИПП, 650003 Кемеровская область, г. Кемерово, пр. Ленинградский д. 30 кв. 32, 8-904-379-82-62.

Иванова Д.Б., младший научный сотрудник лаборатории «Процессов и аппаратов химических технологий» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук (ИПХЭТ СО РАН, ул. Социалистическая, 1, Бийск, 659322, Россия. Тел. (3854) 30-18-69.

ПОЛУЧЕНИЕ ПОРИСТЫХ ГЕОМЕТРИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННЫХ СИЛИКАГЕЛЕЙ ДЛЯ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

А. И. Макарычева, Ю. М. Волкова, Ю.Г. Слизов, Г. Л. Рыжова
Национальный исследовательский Томский государственный университет

Осуществлено геометрическое модифицирование поверхности силикагеля методом гидротермальной обработки. Исследованы структурные характеристики модифицированных образцов и установлено, что проводимая обработка водяным паром при повышенных температурах и давлениях приводит к уменьшению удельной поверхности и расширению пор силикагеля. Проведена количественная оценка хроматографических свойств и возможностей их применения в газовой хроматографии в качестве сорбентов для разделения углеводов и кислородсодержащих органических соединений.

Ключевые слова: газовая хроматография, силикагель, геометрическое модифицирование, гидротермальная обработка.

Широкое применение в качестве адсорбентов и носителей неподвижных фаз для газовой хроматографии находят геометрически модифицированные силикагели с малой удельной поверхностью и крупными порами. Попытки провести геометрическое модифицирование путем одной термической обработки однородно-пористых силикагелей в отсутствие водяного пара не приводят к значительным изменениям в их пористой структуре, в то время как гидротермальная обработка позволяет в широких пределах варьировать пористую структуру и свойства данных хроматографических материалов [1, 2].

В настоящей работе представлены результаты изучения влияния условий гидротермального модифицирования силикагелей на их структурные характеристики и хроматографические свойства.

В качестве исходных силикагелей для дальнейшего геометрического модифицирования были использованы образцы, синтезированные [3] путем обработки серной кислотой раствора жидкого стекла, отмытые от солей, высушенные и просеянные до однородной фракции 0,14–0,20 мм. Согласно проведенному анализу на автоматическом газоадсорбционном анализаторе TriStar II (3020),

полученный таким образом силикагель имеет удельную поверхность 350-410 м²/г и средний диаметр пор порядка 10 нм.

Далее исходный силикагель помещался в металлический герметичный реактор с дистиллированной водой, нагревался до заданной температуры и выдерживался в течение определенного времени. При этом в реакторе развивалось давление, равное равновесному давлению пара над жидкой водой при данной температуре. После охлаждения образцы высушивались при 110°C в течение 10 часов.

Проведена количественная газо-адсорбционная оценка поверхностных характеристик полученных силикагелей (Таблица 1), свидетельствующая о том, что структуру сорбента можно существенно изменять путем варьирования температуры, давления и продолжительности обработки, что приводит к сокращению удельной поверхности, сопровождающемуся увеличением среднего диаметра и уменьшением суммарного объема пор силикагеля в сравнении с исходным.

Таблица 1 – Условия термической обработки паром и структурные характеристики силикагелей

Образец	Условия обработки			Структурные характеристики		
	P, МПа	t, мин	T, °C	S _{уд} , м ² /г	V _Σ , см ³ /г	d, Å
1	-	-	-	410	0,60	10
2	0,5	15	250	31	0,20	11
3	0,5	30	250	26	0,09	17
4	0,5	45	250	6	0,02	23
5	0,7	15	300	8	0,01	25
6	0,7	45	300	6	0,01	28

Исследование микроструктуры и морфологии силикагелей методом растровой электронной микроскопии на приборе Hitachi TM-3000 показало, что процесс модифицирования повышает геометрическую однородность поверхности силикагелей, что является важным фактором для применения данных материалов в газовой хроматографии.

Для полученных сорбентов были определены параметры хроматографического удерживания и разделения при различных температурах колонок для гомологических рядов углеводородов и кислородсодержащих органических соединений. Полученные результаты подверглись сравнительной оценке с хроматографическими характеристиками силикагелей марок Силохром С-120 (S_{уд} = 112 м²/г) и ПОЛУЗОНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 3, 2013

Силипор 200 (S_{уд} = 184 м²/г). Как и следовало ожидать, с уменьшением удельной поверхности силикагелей наблюдалось сокращение параметров удерживания тестовых соединений всех гомологических рядов, при этом оно особенно значительно для спиртов в ряду Силипор 200, Силохром С-120, Силикагель S_{уд} = 40 м²/г. (В частности, приведенные времена удерживания этанола составляют 9,25 мин, 1,51 мин и 0,34 мин соответственно).

С использованием коэффициентов полярности Роршайндера, рассчитанных по отношению к Карбопаку В, проведена количественная оценка полярности и селективности полученных сорбентов (Таблица 2).

Таблица 2 – Коэффициенты полярности Роршайндера для некоторых силикагелей

Сорбент	Бензол (x)	Бутанон-2 (z)	Нитрометан (u)	Этанол (y)
Силипор 200	1,69	6,78	7,01	7,79
Силохром С-120	0,80	5,37	5,02	5,66
Силикагель (S _{уд} = 40 м ² /г)	2,73	9,02	8,19	6,94

Полученные данные свидетельствуют о существенном увеличении полярности модифицированного силикагеля (S_{уд} = 40 м²/г) по сравнению с другими марками силикагелей и о способности данного сорбента к преимущественно донорно-акцепторному взаимодействию с соответствующими сорбатами.

В Таблице 3 приведены рассчитанные термодинамические характеристики для адсорбции ряда тестовых соединений на силикагеле с S_{уд} = 40 м²/г, а именно - дифференциальные молярные свободные энергии адсорбции (Δ F), парциальные молярные энтальпии адсорбции (Δ H) и изостерические теплоты адсорбции (Δ Q) [4].

Таблица 3 – Термодинамические характеристики адсорбции тестовых соединений на силикагеле с S_{уд} = 40 м²/г

Тестовое соединение	Δ F, кДж/моль	Δ H, кДж/моль	Δ Q, кДж/моль
Нитрометан	-4,9	45,2	5,87
Бутанон-2	-8,5	41,6	5,46
Этанол	-5,6	19,2	2,76
Бензол	-1,3	31,85	4,28

По данным Таблицы 3 также можно отметить достаточно высокую адсорбционную способность данного сорбента по отношению к кетонам и другим полярным соединениям, что обусловлено тенденцией к ориентационному и донорно-акцепторному взаимодействию с молекулами сорбатов.

Проведена оптимизация условий гидро-термального модифицирования силикагеля которые позволяют получить геометрически однородные сорбенты с заданными структурными характеристиками.

Показана возможность эффективного применения исследуемых сорбентов в газовой хроматографии для аналитического разделения предельных, олефиновых, ароматических углеводородов, спиртов, кетонов и других кислородсодержащих соединений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Геометрическое модифицирование скелета ксерогелей / Н. В. Акшинская [и др.] // Журн. физ. химии. – 1962. – Т.36. – С. 2277-2280.
2. Модифицированные кремнеземы в сорбции, катализе и хроматографии: под ред. Г. В. Лисичкина. – М: Химия, 1986. – 248с.

3. Неймарк И. Е. Силикагель, его получение, свойства и применение / И. Е. Неймарк, Р. Ю. Шейнфайн. – М: Наукова думка, 1973. – 201 с.

4. Головня Р. В., Термодинамическая оценка полярности и селективности неподвижных фаз в газовой хроматографии / Р. В. Головня, Т. А. Мишарина // Успехи химии. – 1980. – Т.XLIX. – Вып. 1. – С. 171-191.

Макарычева Александра Игоревна, магистрант кафедры органической химии Томского государственного университета, тел. 89095419417, e-mail: sandra_tsu@mail.ru, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, ХФ ТГУ.

Волкова Юлия Михайловна, магистрант кафедры органической химии Томского государственного университета, тел. 89095407779, e-mail: volkova.j.m@mail.ru, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, ХФ ТГУ

Слизов Юрий Геннадьевич, кандидат химических наук, заслуженный химик РФ, декан химического факультета Томского государственного университета, тел. (3822) 423944, e-mail: decan@xf.tsu.ru, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, ХФ ТГУ.

Рыжова Галина Лазаревна, доктор химических наук, Заслуженный работник высшей школы РФ, Заслуженный профессор Томского государственного университета, тел. (3822) 423944, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36, ХФ ТГУ.

УДК 620.193.462.21

КОРРОЗИОННЫЕ ИСПЫТАНИЯ СТАЛИ 12Х15Г9НД В СЕРОВОДОРОДНОЙ СРЕДЕ

О.В. Немыкина, М.В. Давыдкин

Проведены испытания для определения коррозионной стойкости стали 12Х15Г9НД в сероводородной среде при 80°C и комнатной температуре. Для проведения сравнительного анализа применялись образцы без напряжений, с остаточными напряжениями, упругими напряжениями с предварительной термообработкой и без нее. Установлены: склонность данной стали к растрескиванию под напряжением (появление трещин), влияние на скорость коррозии напряжений, термообработки.

Ключевые слова: коррозионная стойкость, коррозия под напряжением, коррозионное растрескивание.

ВВЕДЕНИЕ

Коррозионная стойкость является одним из ключевых факторов при выборе материалов для аппаратуры химических производств. Прогнозирование скорости коррозии и срока службы аппаратов требует четкого понимания механизма коррозионных процессов, в которых будет работать материал в сочетании с другими воздействиями во время эксплуатации.

Решение вопроса о возможности приме-

нения сталей новых марок, а также сталей, уже использующихся, для изготовления оборудования, эксплуатирующегося в новых условиях (превышающих известные пределы допустимых границ по эксплуатации), как и проблема применения новых защитных покрытий, несомненно, являются актуальными в условиях современных химических производств. Однако часто заявляемые характеристики материалов и покрытий не соответствуют требуемому качеству и условиям эксплуатации.