تحضير مسحوق الحديد الفعال بطريقه كهروكيميائيه

جهاد عبد طعيس /جامعة الانبار /كلية التربيه /قسم الكيمياء

Preparation of Active Iron powder By Electrochemical method

Jehad .A.Taies /University of Anbar / Edducation College
Chemistry department.

Abstract

In this work, active iron powder was prepared at high purity 99.9% and partical size less than 53 micron by using electrolytic cell contained an electrolyte of ferrous sulphate (70 gm /L) ,Sodium chloride (100 gm /L),at temperature of 80C and pH 2.0. Seven Steel electrodes were used as anodes and cathodes.The product is suitable for use in metalloceramic applications and manufacture of parts for machinery ,various alloys ,in chemical industry ,re-chargeable batteries The procedure ,the equipments and results were described .

الخلاصة :-

في هذا العمل تم تحضير مسحوق الحديد الفعال بنقاوه عاليه تصل الى اكثر من 99.9% وبحجم حبيبي اقل من 53 مايكرون في خليه كهربائيه تحتوي على اللكتروليت مكون من كبريتات الحديدوز (70 غم /لتر)، وكلوريد الصوديوم (100 غم /لتر) في درجة حراره 80 م ودالـه حامضيه pH=2 ،سبعة اقطاب من الحديد التجاري بنتقاوه 98% استخدمت كاقطاب انودية وكاثودية ،المسحوق المنتج ملائم لصناعة المعدات المعدنيه السيراميكيه المساميه والاجزاء الدقيقه والسبائك والصناعات الكيميائيه اضافة الى صناعة البطاريات التي يعاد شحنها وصناعة الخلائط البايروتكنيكيه. يتضمن العمل وصف للخليه وطريقة العمل والمعدات المستخدمه وكذلك وصف النتائج المستحصله .

المقدمة:-

حضر مسحوق الحديد بطرق عديده ابتداءا من عام 1846 وحتى عام 1904 من قبل عدد من العلماء [2,1] لاغراض المغانط واستخدامات صناعيه اخرى وباستخدام الطرق الميكانيكيه والكهروكيميائيه الا انه بعد الحرب الاولى اصبحت هناك حاجه ملحه لتحضير هذه الماده بمواصفات فيزياويه من حيث الحجوم الحبيبيه والتركيب البلوري لها لغرض استخدامها لاغراض عسكريه لصناعة البارود والمتفجرات واجزاء الاسلحه والمعدات الستراتيجيه ،وتطورت هذه الطرق الى ان توصل العالم المتقدم الى طرق ذات طابع صناعي واصبح سر من الاسرار الصناعيه المحتكر لدى هذه الدول وبصوره عامه ان تكنلوجيا المساحيق في العراق لاتزال في بداياتها الاولى لمعظم المعادن وهو بلد مستورد لها لحد الان وبكلف عاليه . ولهذه الاسباب ولحاجة القطاع الصناعي لهذه الماده تم البحث في

هذا المجال وبناء منظومه مختبريه ذات جدوى اقتصاديه وطابع تطبيقي ،من اهم محاسن طرق التحليل الكهربائي لانتاج مساحيق المعادن هي الحصول على مساحيق قابله للانضغاط وبحجوم حبيبيه مختلفه وذات اشكال منها الشجيريه والابريه والبيضويه وهي ملائمه لعمليات الكبس ،بينما انتاج مسحوق الحديد من اختزال اوكسيده بالهيدروجين ينتج عنه مسحوق ذات نوعيه رديئه وغير ملائم للتطبيقات الصناعيه مثل Metallo-ceramic ،عدة محاولات اجريت لتحضير مسحوق الحديد وبنقاوه وبمواصفات مقبوله الا انها فشلت بسبب حساسية المعدن للاوكسجين وتكون الاوكسيد خاصة اثناء عمليات الغسل والتجفيف [2] . تمكن عدد من الباحثين من تحضير معدن الحديد من محلول اللكتروليتي مكون من كلوريد الحديدوز وكلوريد الكالسيوم وبدرجه حراره عاليه وكان الناتج خالي من الهيدروجين وغير اسفنجي وعلى شكل صفيح وليس مسحوق وبنقاوه عاليه [3] ونتيجة تطور ميتالورجيا المساحيق ازداد الطلب على مسحوق الحديد لذلك اتجه الباحثون الى الطرق الكهروكيميائيه لتحضير ماده .استخدمت عدد من المحاليل الالكتروليته لغرض معرفة ايهما افضل من حيث النقاوه والانتاجيه والمواصفه الفيزياويه منها استخدام كبريتات الحديدوز مع كبريتات البوتاسيوم في درجة حراره الغرفه وبتراكيز مختلفه وقسم اخر استخدم مع كبريتات الحديدوز ملح الطعام واخرون اعتمد على تغير الكثافه الالكترونيه للمحلول الالكتروليتي [12.4] وتم الحصول على مساحيق ذات اشكال ابريه كبيرة الحجم وبنقاوه اكثر من 90% بسبب تعرض المسحوق خلال عمليات الغسل والطحن والتجفيف الى التاكسد [11-13] .في هذا العمل تم استخدام ملح كبريتات الحديدوز بتراكيز مختلفه مع ملح الطعام ودراسة افضل تركيز للملح في المحلول الالكتروليتي وافضل درجة حراره يمكن الحصول من خلاله على مسحوق الحديد الناعم (اقل من 53 مايكرون)وبنقاوه عاليه اكثر من 99% لغرض جعله مطابقا للاستخدامات المتخصصه وخاصة المخاليط البايروتكنيكيه وكذلك دراسة امكانية ازالة الاوكسيد والهيدروجين المرافق للمسحوق وسوف يتبين ذلك لاحقا .

الجانب العملي :-

1- الادوات المستخدمة :-

خليه مصنوعه من المطاط بابعاد (18x20x60) سم مقاومه للحوامض وغير موصله للتيار الكهربائي تتحمل الاجهادات الميكانيكيه تم تصنيعها محليا كما مبينة في مخطط رقم (1) .الواح من الحديد عدد 7 بابعاد (1x14x14) سم تم استخدامها كاقطاب ،(3 انودات ،4 كثودات) محلية الصنع وبنقاوة 96%.موصلات نحاسيه بين الاقطاب بنقاوة 98% مصنعة في شركة الشهيد العامة .مجهز قدره نوع Philips انكليزي المنشا تيار مستمر 50 امبير ،15 فولت .جهاز تدوير ميكانيكي نوع Heidolph 1500 دوره/دقيقه الماني المنشا .مسخن انبوبي من الحديد المقاوم للصدا /مستورد الماني .فرن تجفيف الماني المنشا 200م يعمل بجو من الاركون . جهاز الاس الهايدروجيني المستخدم هو Philips pw9409 digital pH meter and a glass electrode.

2-تحضير المحلول الالكتروليتي وتشغيل الخلية:-

يتم اذابة كبريتات الحديدوز المائية بنقاوة 99% المستوردة من شركة فلوكة السويسرية في الماء بحجم 20لتر وبتركيز 70 غم /لتر وملح الطعام التجاري بنقاوة 99% بتركيز 100 غم/لتر وبدرجة حراره الغرفه وتوضع في الحوض بعد التخلص من الشوائب المرافقه لها ،بعدها يتم ادخال الواح الحديد بشكل صفوف في الخليه ومستنده على حمالات نحاسيه على الجانبين تمثل نصفها الانودات وماتبقى الكاثودات مضافا لها واحد مربوط مع مجهز القدره على التوازي ثم يتم ربط جهاز التدوير في احد اطرف الخليه وتثبت سرعته 50 دوره/دقيقه قبل التشغيل لغرض التجانس يتبع هذا تثبيت الفولتيه

المناسبه وحسب نوع المسحوق المطلوب وحجمه الحبيبي ، وبعد عدة ساعات تحصل عملية اكسده للسطوح الانوديه ويترسب مسحوق الحديد على السطوح الكاثوديه يتم قشطه في حاويه بلاستكيه بواسطة فرشاة بلاستيكيه ويغسل عدة مرات بالماء المقطر داخل صندوق قفازي يعمل بجو من الاركون ثم يرشح ويجمع الناتج ويجفف في درجة حراره 70 م في فرن يعمل بالاركون ايضا ولمدة 10 ساعات ثم يجمع ويخزن في حاويات زجاجيه محكمه .

النتائج والمناقشة:-

اجريت العديد من التجارب المختبريه لدراسة تاثير درجة حرارة الالكتروليت على نعومة ونقاوة مسحوق الحديد وتم اختيار تركيز كبريتات الحديدوز 70 غم/لتر ،وملح الطعام 100 غم /لتر وكانت النتائج كما موضحه في جدول رقم (1). ان الداله الحامضيه للمحلول الالكتروليتي 2.0 وسرعة التدوير 50 دوره/دقيقه .ويتضح ان كلما ارتفعت درجة الحراره تزداد التوصليه الكهربائيه اي الكثافه الالكترونيه وتزداد النقاوه والتفسير المنطقي هو ان ارتفاع درجة الحراره يؤدي الى التخلص من الهيدروجين المرافق للمسحوق لان هذا التفاعل يحرر الهيدروجين داخل الخليه . كذلك تم دراسة تاثير PHعلى نقاوة المنتج ونعومته كما موضح في جدول رقم (2). تم استخدام تركيز 70 غم /لتر كبريتات الحديدوز مع 100 غم /لتر ملح كلوريد الصوديوم وسرعة تدوير 50 دوره /دقيقه .ان ملح الطعام يعمل على زيادة التوصيليه ويمنع تكون الرؤوس الحاده او الابريه للمسحوق ويعمل على تجانس ترسيب المسحوق على سطح الكاثود ويعطي مسحوق متراص .الجدول اعلاه يبين ان زيادة الحامضيه يزيد من نقاوة المسحوق ونسبة الناعم اقل من 53 مايكرون والسبب في هذه ال pHs الواطئة لايتكون عندها راسب لهيدروكسيدالحديدوز الذي يترسب على سطح الكاثود وكذلك لاتحدث عمليات اكسده عاليه جدا لايون الحديدوز الى ايون الحديديك .وعليه يمكن القول ان تحضير مسحوق الحديد وينقاوه عاليه اكثر من 99% وبنعومه اقل من 53 مايكرون بنسبه اكثر من 90% عند استخدام درجة حراره 80 م ودالـه حامضيه 2.0 وتراكيز كبريتات الحديديوز وملح الطعام 70 غم/لتر،100 غم/لتر على التوالي .
كذلك تم دراسة تاثير تركيز كبريتات الحديدوز على كفاءة التيار ونعومة المسحوق حيث تم اعتماد PH =2.0 ودرجة حراره 80م للمحلول الالكتروليتي كما موضح في جدول رقم (3) .

جدول (1) :- يبين تاثير درجة الحرارة على كفاءة التيار والكثافة الالكترونية ونقاوة المسحوق .

رقم التجربه	درجة الحراره مئويه	الفولتيه V	الكثافه الالكترونيه A/dm^2	كفاءة التيار %	النقاوه %
1	30	1.5	10	85	95
2	40	1.5	11	86	94
3	50	1.5	12	90	97
4	60	1.5	14	91	99
5	80	1.5	17	93	99.9

جدول (2) :- يبين تاثير ال pH على نقاوة ونعومة مسحوق الحديد المنتج .

اقل من 53 مايكرون	النقاوة %	درجة الحرارة مئوي	الاس الهيدروجيني
87	96	80	3.5
91	97	80	3.0
90	97	80	2.5
92	99.5	80	2.0

جدول (3) :- يبين تاثير تركيز كبريتات الحديدوز على كفاءة التيار ونعومة المسحوق .

اقل من 53 مايكرون %	كفاءة التيار %	كبريتات الحديدوز غم /لتر
92	88	70
72	94	110
42	98	140

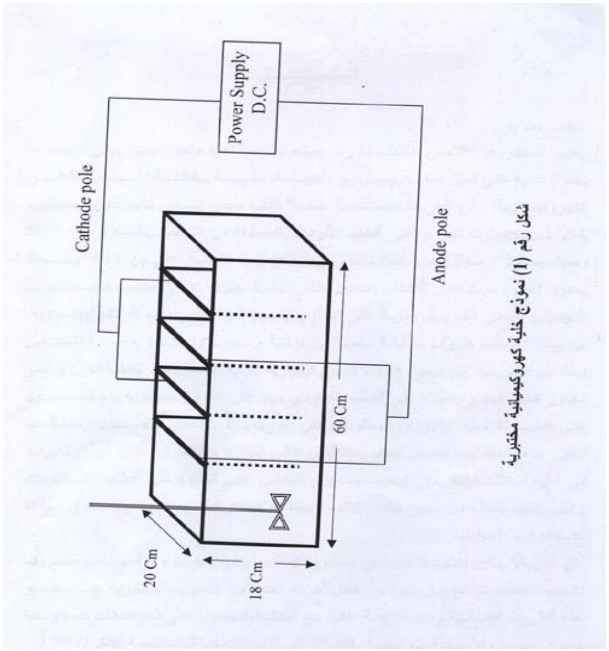
تم قياس الحجم الحبيبي للمسحوق باستخدام جهاز هزاز المناخل نوع (Combs Mechanical sieve shaker TOB,S410) مع المناخل التي حجوم فتحاتها (250,150,106,75,53) مايكرون .

تزداد الكثافه الالكتروليتيه بزيادة تراكيز المحلول الالكتروليتي وفي نفس الوقت تزداد كفاءة التيار بزيادة التوصيليه الكهربائيه عند زيادة التراكيز لكن هناك انخفاض حاد جدا في نسبة المسحوق الناعم اقل من 53 مايكرون ويبدا المسحوق المترسب على سطح الكاثود بالتراص والتماسك اكثر ويبدا بالتحول الى تكوين الصفيح او اللوح الكاثودي لذا نرى تركيز بين (60-80) غم /لتر لكبريتات الحديدوز هو المناسب للحصول على النعومه المطلوبه والنقاوه الجيده .

جدول رقم (4) يبين نسب الشوائب المرافقه لنموذج (5) المشار اليها في جدول رقم (1)

Fe=99.95%	**C=0.008%**	**Mn =0.007%**
Si =0.013%	**P=0.003%**	**S=traces**

حيث تم اجراء هذه التحاليل في شركة ابن سينا /مركز الكيمياء التحليليه باستخدام تقنية جهاز مطياف الامتصاص الذري .تم تحضير اكثر من (4)كغم من المسحوق الحساس جدا للجو حيث تم اخذ نموذج منه في صندوق قفازي يعمل بالاركون ثم عرض للجو فحدث تاكسد سريع نتج عنه اشتعاله بلهب وانصهار المسحوق لكونه باعث للحراره وتحول الى منصهر درجة حرارته اكثر من 1600 م لكونه ذو مساحه سطحيه عاليه وخالي من الاوكسيد والشوائب .



مخطط (1) خلية كهروكيميائية مختبرية مطاطية .

المصادر العلمية :-

1- G.Samsonov and IA.Plotonikov(1957). *Deposition of powder* . PP 45-49,ist,ed,Russian , Moscow.

2- C.Mantell(1960).*Electrochemical engineering* .pp123-130,ist,ed,New york,Toronto,London.

3- J.A.Taies (2002) .Production of copper powder by using electrolytic cell. *Iraqi patent.No 2976.*

4- C.CAurelian (1979) .*Electrodeposition of metal powder* . pp 369-377, part 3, Amsterdam. New york.

5- A.G.Sharp (1982). *Inorganic chemistry* .pp566-572,ist,ed,leman house . New york .

6- 4- C.CAurelian (1979) .*Electrodeposition of metal powder* . pp 505-520, part 3, Amsterdam.New york.

7- C.L.Mantell(1960). *Electrochemical engineering* .pp379-388. HiLLbook compang. New york.

8- C.A.Alan(1976). Electrodeposition of metal from melts. *Powder metallurgy.10(3);pp520-530.*

9- J.A.Taies (2008) . Developing technology of production copper powder less than 125 micron without ginding .*J. of um. Salama for science. Accepted for publishing.*

10- L.J.Willian (1985).*Modern inorganic chemistry*.pp436-444,Mcgraw, Hill book , Singapore.

11- J.A.Taies and J.M.Jafer(2008) .Purification of lead metal by using anew electrochemical method from scraps.*Iraqi patent.No 3230.*

12- J.A.Taies (2001) .Preparing high purity of copper powder for medical applications.*Iraqi patent No.2941.*

13- J.A.Taies (2008) .Electrolytic refining of high purity uranium metal crystals from melts . *J. of anbar science .Accepted for publishing.*

(تاريخ استلام البحث).....(2008/1/2)

(تاريخ قبول نشر البحث).....(2008/6/2)