ФАЗОВЫЙ СОСТАВ МАГНЕТИТА ИЗ ОКАЛИНЫ ПОСЛЕ ТЕРМОБАРИЧЕСКОГО СИНТЕЗА

И. А. Греков[1,2]

[1]Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению, Минск, Беларусь: ivanhrekau@physics.by

[2]Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники

Металлическая окалина является железосодержащим отходом металлургического производства и может использоваться как вторичное сырьё для получения оксидных материалов [1]. К оксидам железа относятся гематит α-Fe_2O_3, магнетит Fe_3O_4 и вюстит FeO [2].

При переработке окалины в магнетит необходимо установить соотношение целевой и сопутствующих фаз. Количественный рентгенофазовый анализ позволяет сопоставить результаты синтеза при различных составах исходной шихты.

Термобарический синтез основан на совместном воздействии высокой температуры и давления на исходную смесь. Такой подход используется для непосредственного взаимодействия окалины с металлическим железом. Изменение соотношения компонентов при одинаковом режиме обработки позволяет определить состав шихты, обеспечивающий наибольшее содержание магнетита.

Цель. Установить влияние массовой доли добавляемого металлического железа на фазовый состав продуктов термобарического синтеза магнетита из гематитсодержащей окалины.

Материалы и методы

В качестве исходных компонентов использовали металлическую окалину, служащую источником α-Fe_2O_3, и порошок металлического железа Fe. Содержание добавляемого железа составляло 2, 4, 6, 8 и 10 мас. %, содержание окалины соответственно 98, 96, 94, 92 и 90 мас. %. Компоненты перемешивали и прессовали в таблетки. Синтез проводили в аппарате высокого давления типа «наковальня с лункой» при температуре 1100 °С и давлении 5 ГПа. Нагрев до заданной температуры и выдержка продолжались по 1 мин. Температуру, давление и продолжительность обработки во всей серии сохраняли неизменными.

Таблетку размещали в известняковой кювете между танталовыми пластинами. Пространство у боковой поверхности заполняли графитом, сверху и снизу использовали прокладки на основе нитрида бора с графитом. После термобарической обработки фазовый состав образцов исследовали методом рентгеновской дифракции. Полнопрофильное уточнение по методу Ритвельда использовали для определения массовых долей выявленных кристаллических фаз.

Результаты и их обсуждение

Основной фазой во всех пяти образцах являлся магнетит Fe_3O_4, доля которого изменялась от 76,6% до 97,2 %. Вюстит FeO обнаружен во всей серии. Гематит α-Fe_2O_3 выявлен только при добавках 2 и 4 мас. % Fe. При 6, 8 и 10 мас. % Fe рентгенофазовый анализ показал двухфазный состав: магнетит и вюстит. Количественные результаты представлены в таблице 1.

При увеличении добавки железа от 2 до 4 мас. % доля магнетита возрастала с 76,6% до 95,3 %, а содержание гематита снижалось с 22,9% до 2,9 %. Одновременно доля вюстита увеличивалась с 0,4%до 1,9 %. Таким образом, на этом участке составов увеличение содержания Fe сопровождалось преимущественно уменьшением доли гематита и ростом доли магнетита.

Таблица 1. **Массовые доли кристаллических фаз в образцах**

Fe % в исх. смеси мас. %	Fe_3O_4, %	FeO, %	α-Fe_2O_3, %
2	76,6	0,4	22,9
4	95,3	1,9	2,9
6	97,2	2,8	0
8	87,5	12,5	0
10	77,8	22,2	0

Максимальное содержание магнетита, 97,2 мас. %, установлено для шихты с 6 мас. % Fe и 94 мас. % окалины. Доля сопутствующего вюстита составляла 2,8 мас. %, гематит не выявлен. По сравнению с образцом с 4 мас. % Fe содержание магнетита увеличилось на 1,9 процентного пункта.

Заключение

При термобарической синтезе магнетита из металлической окалины и атомарного железа при 1100 °С и 5 ГПа с выдержкой 1 мин получены образцы с преобладанием фазы магнетита. Наибольшая доля Fe_3O_4 среди исследованных образцов, 97,2 мас. %, достигнута для шихты из 94 мас. % окалины и 6 мас. % Fe. Содержание вюстита составило 2,8 мас. %, гематит методом рентгенофазового анализа не выявлен. Дальнейшее увеличение добавки железа сопровождалось ростом доли вюстита и уменьшением содержания магнетита.

Исследования выполнены при поддержке гранта МИЦНТ СНГ №26-104.

1. Legodi, M. A. The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste / M. A. Legodi, D. de Waal // Dyes and Pigments. 2007. Vol. 74, No. 1. P. 161-168. DOI: 10.1016/j.dyepig.2006.01.038.
2. Cornell, R. M. The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrences and Uses / R. M. Cornell, U. Schwertmann. 2nd ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2003. 664 p. DOI: 10.1002/3527602097.