

ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ

УДК 548.33

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ НА МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ИЗМЕНЕНИЯ В ЧАСТИЦАХ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА

Лялюкова Татьяна Олеговна, студент, направление подготовки 04.03.01 Химия, Оренбургский государственный университет, Оренбург
e-mail: tlyalyukova@mail.ru

Научный руководитель: **Каныгина Ольга Николаевна**, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры химии, Оренбургский государственный университет, Оренбург
e-mail: onkan@mail.ru

Аннотация. В статье рассмотрены морфологические изменения в частицах оксидов железа, происходящие под действием высоких температур (200, 500 и 800 °С). Объект исследования – порошки глины полиминеральной. Целью данной работы являлось изучение изменения кристаллических решеток оксидов железа в глине под действием температуры. Для выделения оксидов железа из образцов использовался метод магнитной сепарации; структурные изменения исследовались с помощью оптической микроскопии и последующей компьютерной обработки полученных при работе изображений исследуемого образца. Практическая значимость данной работы заключается в том, что исследования помогут изучить структурные изменения в кристаллической решетке оксидов железа и их магнитных свойств после термической обработки.

Было установлено, что частицы оксидов железа под действием температуры не только изменяют свои магнитные свойства, но и меняют свои морфологические характеристики. В ходе исследования были рассмотрены не только морфологические изменения в образцах, но и их физические свойства.

Ключевые слова: частицы, оксиды железа, магнитная сепарация, термическая обработка, кристаллическая решетка, морфология.

Для цитирования: Лялюкова Т. О. Влияние температуры на морфологические изменения в частицах оксидов железа // Шаг в науку. – 2022. – № 1. – С. 12–16.

EFFECT OF TEMPERATURE ON MORPHOLOGICAL CHANGES IN IRON OXIDE PARTICLES

Lyalyukova Tatyana Olegovna, student, training program 04.03.01 Chemistry, Orenburg State University, Orenburg
e-mail: tlyalyukova@mail.ru

Research advisor: **Kanygina Olga Nikolaevna**, Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor, Professor of the Department of Chemistry, Orenburg State University, Orenburg
e-mail: onkan@mail.ru

Abstract. The article considers morphological changes in iron oxide particles that occur under the influence of high temperatures (200, 500 and 800 °C). The object of research is polymineral clay powders. The purpose of this work was to study the changes in the crystal lattices of iron oxides in clay under the influence of temperature. The method of magnetic separation was used to isolate iron oxides from the samples; structural changes were studied using optical microscopy and subsequent computer processing of the images obtained during the study of the sample. The practical significance of this work lies in the fact that the research will help to study the structural changes in the crystal lattice of iron oxides and their magnetic properties after heat treatment.

It was found that iron oxide particles under the influence of temperature not only change their magnetic properties, but also change their morphological characteristics. During the study, not only morphological changes in the samples were considered, but also their physical properties.

Key words: iron oxides, magnetic separation, heat treatment, crystal lattice.

Cite as: Lyalyukova, T. O. (2022) [Effect of temperature on morphological changes in iron oxide particles]. *Shag v nauku* [Step into science]. Vol. 1, pp. 12–16.

В природе встречаются оксиды железа: FeO, Fe₂O₃, Fe₃O₄ в виде таких минералов, как вюстит, гематит, маггемит и магнетит [7].

Оксид железа II (FeO) представляет собой твердое черное кристаллическое вещество, нераствори-

мое в воде. Кристаллическая решетка оксида имеет такую же структуру, что и каменная соль (рисунок 1). В природе находится в виде минерала вюстита, который занимает второе место по распространенности среди других минералов [8].

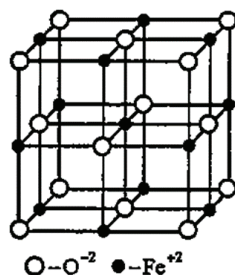


Рисунок 1. Кристаллическая решетка вюстита [FeO]

Источник: взято из интернет ресурса – <https://pandia.ru/text/78/121/98204.php>.

Оксид железа III (Fe₂O₃) является твердым кристаллическим амфотерным веществом с преобладанием основных свойств. Известны 2 кристаллические модификации α – Fe₂O₃, γ – Fe₂O₃. В природе α – Fe₂O₃ представлен в виде минерала гематита красного цвета, имеющего слабые ферромагнитные свойства; кристаллическая решетка ромбоэдрическая [7]. Структура кристаллической ре-

шетки гематита представляет собой плотнейшую упаковку, состоящую из ионов кислорода, в октаэдрических пустотах которых находятся катионы трехвалентного железа, данными катионами занято две трети октаэдрических пустот, и каждый ион, находящийся в этих пустотах, связан с шестью анионами кислорода [9].

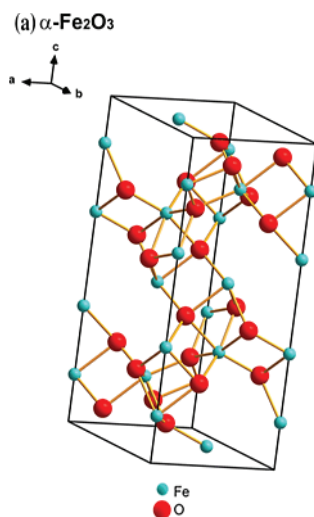


Рисунок 2. Кристаллическая решетка гематита [α – Fe₂O₃]

Источник: взято из интернет ресурса – https://www.researchgate.net/figure/Graphical-representations-of-the-fundamental-crystal-structures-of-a-a-Fe2O3-and-b_fig3_335483787

Маггемит – γ модификация оксида железа (III) является ферромагнетиком, ему свойственна спи-

нелевая структура по типу магнетита. Минерал при температуре 300 °С переходит в гематит [14].

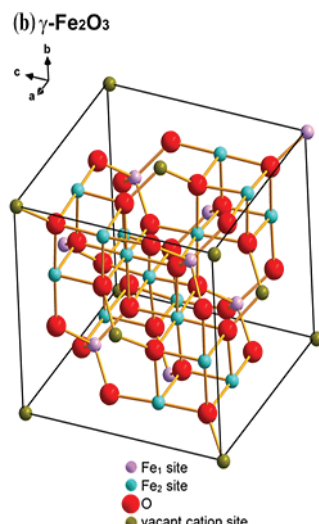


Рисунок 3. Кристаллическая решетка маггемита [$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$]

Источник: взято из интернет ресурса – https://www.researchgate.net/figure/Graphical-representations-of-the-fundamental-crystal-structures-of-a-a-Fe2O3-and-b_fig3_335483787

Оксид железа Fe_3O_4 (II, III), магнетит – кристаллы кубической сингонии, нерастворимые в воде, образуются в виде черной окалины на железных поверхностях при их накаливании [4]. Как правило, магнетит имеет структуру шпинели. Кристаллохи-

мическая структура состоит из тетраэдрических и октаэдрических групп ионов кислорода, в которых расположены ионы трехвалентного железа [2]. Сильно магнитен.

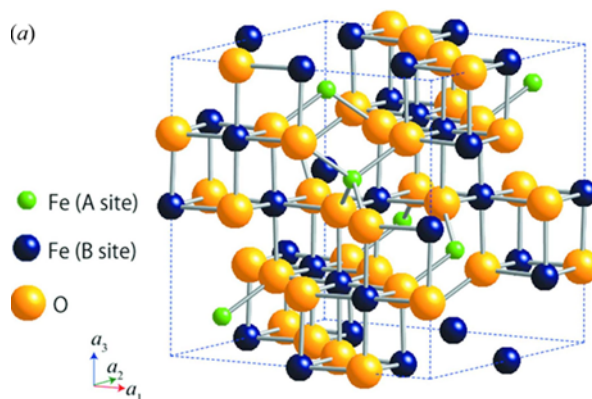


Рисунок 4. Кристаллическая решетка магнетита [Fe_3O_4]

Источник: взято из интернет ресурса – https://yandex.ru/images/search?text=кристаллическая%20решетка%20fe3o4&from=tabbar&pos=9&img_url=https%3A%2F%2Fi.stack.imgur.com%2F8eaIU.jpg&rpt=simage

Целью данной работы являлось изучение изменения кристаллических решеток оксидов железа в глине под действием температуры.

Результаты исследования и их обсуждение

Для анализа были взяты порошки глины полиминеральная с размерами частиц $d \leq 160$ мкм. Проводилась магнитная сепарация сначала с исходным продуктом до термической обработки [8].

Для 10 г каждого образца проводили магнитную сепарацию с помощью постоянного магнита в тонком слое порошка в течение 30 минут, после этого магнитные частицы снимали с магнита [6], помещали на часовое стекло и взвешивали на аналитических весах с погрешностью $\pm 0,0001$ г. Процентное содержание магнитных частиц оценивали с точностью до 0,05% [1]. Эту же операцию повторяли после обжигов порошков при 200, 500 и 800 °С. Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1. Влияние обжига на количество магнитных частиц оксидов железа.

T, °C	Магнитные частицы, %
до обжига	0,20
200	0,18
500	0,16
800	0,14

Источник: разработано автором на основе полученных данных во время эксперимента

Эксперимент показывает, что магнитных частиц в полиминеральной глине до обжига больше, чем после ее обработки при 200, 500 и 800 °C [11]. Уменьшение количества магнитных частиц оксидов железа в глине на 0,6% (на 1/3) после обжига при 800 °C происходит вследствие их структурных изменений: полиморфных превращений оксидов железа, изменения кристаллических решеток [12].

Предположительно, при термической обработке в глине, происходят переходы оксидов железа из одной формы в другую, снижается доля магнетита [5].

Исследование морфологии частиц полиминеральной глины в зависимости от температуры обработки проводили методом оптической микроскопии с обработкой полученных изображений посредством программного обеспечения ImageJ.

Таблица 2. Морфологические параметры частиц после обжигов

T, °C	Морфологические параметры частиц	
	Диаметр частиц, мм	Площадь частиц, мм ²
до обжига	0,194	0,019
200	0,193	0,014
500	0,178	0,015
800	0,223	0,034

Источник: разработано автором на основе полученных данных во время эксперимента

В таблице 2 представлены усредненные значения параметров частиц в пробе после обжигов.

В результате обжига изменились размеры частиц: уменьшались при температуре 500 °C, а при температуре в 800 °C снова увеличились за счет собирательной рекристаллизации [4].

В интервале до 500 °C испаряется химически связанная вода. Процессы, происходящие при обжиге, приводят к значительной потере массы и уменьшению объема. После обжига при 200 °C потеря массы составила 0,58%, после 500 °C – 0,77% и после 800 °C – 0,126%.

Был проведен колориметрический анализ

образца полиминеральной глины. После обжига при 200 °C заметных изменений цветовых параметров в образце выявлено не было [13]. После обжига при 500 °C замечены изменения в цвете у обоих образцов. Так, изначально глина была коричневого цвета, после прокаливания она стала ярко-оранжевого цвета, структура частиц уплотнилась. После прокаливания при 800 °C глина приобрела светло-желтый (песочный) цвет, структура стала более плотной. Все произошедшие изменения цвета могут свидетельствовать о влиянии температуры на кристаллические решетки образцов.

Таблица 3. Значения цветовых каналов и коэффициентов отражения

T, °C	R	G	B	Коэффициент отражения
До обжига	0,37	0,38	0,47	0,41
200	0,35	0,37	0,45	0,39
500	0,35	0,37	0,44	0,38
800	0,32	0,34	0,43	0,36

Источник: разработано автором на основе полученных данных во время эксперимента

Значения коэффициентов отражения монотонно уменьшаются, по-видимому, из-за снижения отра-

жательных качеств частиц, увеличения шероховатостей на поверхности [14].

Заключение

В ходе полиморфных превращений стало меньше магнетита, уменьшилось количество магнитных частиц. Изменение размеров частиц: сначала уменьшение размеров связано с испарением химически связанной воды, а после обжига при

800 °С увеличение их размера связано с рекристаллизацией [10].

После обжига при 800 °С коэффициент отражения уменьшается из-за фазовых превращений, рекристаллизации частиц и увеличения шероховатостей на их поверхностях.

Литература

1. Высокоинтенсивные магнитные сепараторы с постоянными магнитами / А. Е. Пелевин [и др.] // Изв. вузов. Горный журнал. – 2001. – № 4–5. С. 133–134.
2. Деформационно-индуцированные фазовые переходы в системе оксид железа – металл / В. А. Шабашов [и др.] // ФММ. – 2004. – Т. 98. – № 6. – С. 38–53.
3. Ильин А. А. Получение оксида железа из металлических порошков // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2019. – Т. 62. – Вып. 5. – С. 62–70.
4. Каныгина О. Н., Филяк М. М., Четверикова А. Г. Фазовые превращения в природной глине, обусловленные воздействием микроволнового излучения в воздушной и влажной средах // Неорганические материалы – 2018. – Том 54 – № 9. – С. 955–960.
5. Карамзин В. В., Карамзин В. И. Магнитные и электрические методы обогащения полезных ископаемых – М.: Недра, 2005. – 659 с.
6. Карлин Р. Л. Магнетохимия / Р. Л. Карлин [и др.]. – М.: Мир, 1989. – 400 с.
7. Карякин Ю. В. Чистые химические реактивы – М.: Государственное научно-техническое издательство химической литературы, 1955. – 585 с.
8. Кузнецова О. В. Атомистические концепции строения вещества в XIX веке. – М.: Наука, 1983. – 160 с.
9. Механохимическое окисление порошка металлического железа / А. А. Ильин [и др.] // Изв. вузов. Химия и хим. технология. – 2008. – Т. 51. – Вып. 3. – С. 33–36.
10. Фазовые превращения в оксидах железа под действием микроволнового излучения / О. Н. Каныгина [и др.] // Журнал технической физики. – 2020. – Т. 90. – № 8. – С. 1311–1317.
11. Физико-химические превращения кристаллогидрата хлорида железа(III) в СВЧ-полях и образование гетита / О. Н. Каныгина [и др.] // Неорганические материалы – 2021. – Т. 57. – № 2. – С. 197–202.
12. Шабанов Н. А., Попов В. В., Саркисов П. Д. Химия и технология нанодисперсных оксидов – М.: Академкнига, 2006 – 309 с.
13. Characteristics of Kaolin Clay from the Deposit in the Svetlinskii Area of Orenburg Oblast / O. N. Kanygina [et al.] // Glass and Ceramics. – 2021. – Т. 77. – вып. 9–10. – С. 355–360.
14. Phase Transformations in Iron Oxide under the Action of Microwave Radiation / O. N. Kanygina [et al.] // Technical physics letters. – 2020. – Т. 65. – вып. 8. – С. 1261–1266.

Статья поступила в редакцию: 18.05.2021; принята в печать: 02.02.2022.

Автор прочитал и одобрил окончательный вариант рукописи.