

# РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ОКСИДА ЖЕЛЕЗА, МЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННОГО В ШАРОВОЙ МЕЛЬНИЦЕ

*Исупов А.С.*

*Томский политехнический университет, г. Томск*

*Научный руководитель: Лысенко Е.Н., профессор ОКД, заведующий лабораторией ПНИЛ ЭДшП*

Планетарные и вибрационные шаровые мельницы используются в тех случаях, когда необходима высокая степень измельчения [1, 2]. Крайне высокие центробежные силы, которые действуют в планетарных шаровых мельницах, приводят к короткому времени измельчения и очень большой энергии. Такой энергетический выход в сочетании с системой охлаждения обеспечивают условия для механического легирования и коллоидного измельчения до нанодиапазона [3-5].

В общем случае механическое измельчение в шаровых мельницах может вызывать не только уменьшение размера частиц, но и формирование в материале структурных и фазовых изменений. Однако при получении необходимых характеристик следует учитывать свойства материала и интенсивность измельчения, которая зависит от конструкции мельницы и режима работы.

В настоящей работе исследования проведены с использованием высокоскоростной шаровой мельницы Retsch Emax (производство Германия), вид которой представлен на рисунке 1.



Рисунок 1 – Высокоскоростная шаровая мельница Retsch Emax

Измельчение в высокоскоростной шаровой мельнице Retsch Emax осуществляется за счет высокочастотного ударного воздействия, интенсивного трения и контролируемых круговых движений размольного стакана.

Держатели размольных стаканов закреплены на двух дисках, которые вращаются в одном направлении, и потому размольные стаканы движутся по

круговой траектории, не меняя своего положения. Благодаря взаимодействию геометрической формы стаканов и механики движения между различными шариками, материалом пробы и стенками стаканов возникает сильное трение, а также высокое ускорение, заставляющее размольные шарики с силой ударять на закруглениях стаканов по материалу пробы.

Механическая обработка порошка оксида алюминия ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) проводилась в специальных размольных стаканах с использованием мелющих шаров из стали диаметром 6 мм. Соотношение массы порошка к массе шаров было 1:10, что соответствовало 10 г оксида железа и 100 г мелющих шаров. Механическая обработка проводилась в течение 30 минут со скоростью вращения стаканов 2000 об./мин.

После механической обработки порошок исследовался методом рентгенофазового анализа с помощью рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA. Качественный и количественный рентгенофазовый анализ проводили с использованием базы данных порошков PDF-4+ Международного центра дифракционных данных (ICDD). Программное обеспечение PowderCell 2.4 использовалось для количественного определения фаз.

На рисунках 2 и 3 представлены рентгенограммы, полученные для исходного порошка оксида железа (рисунок 2) и порошка после его механического измельчения в мельнице (рисунок 3). Результаты обработки полученных рентгенограмм представлены в Таблице 1.

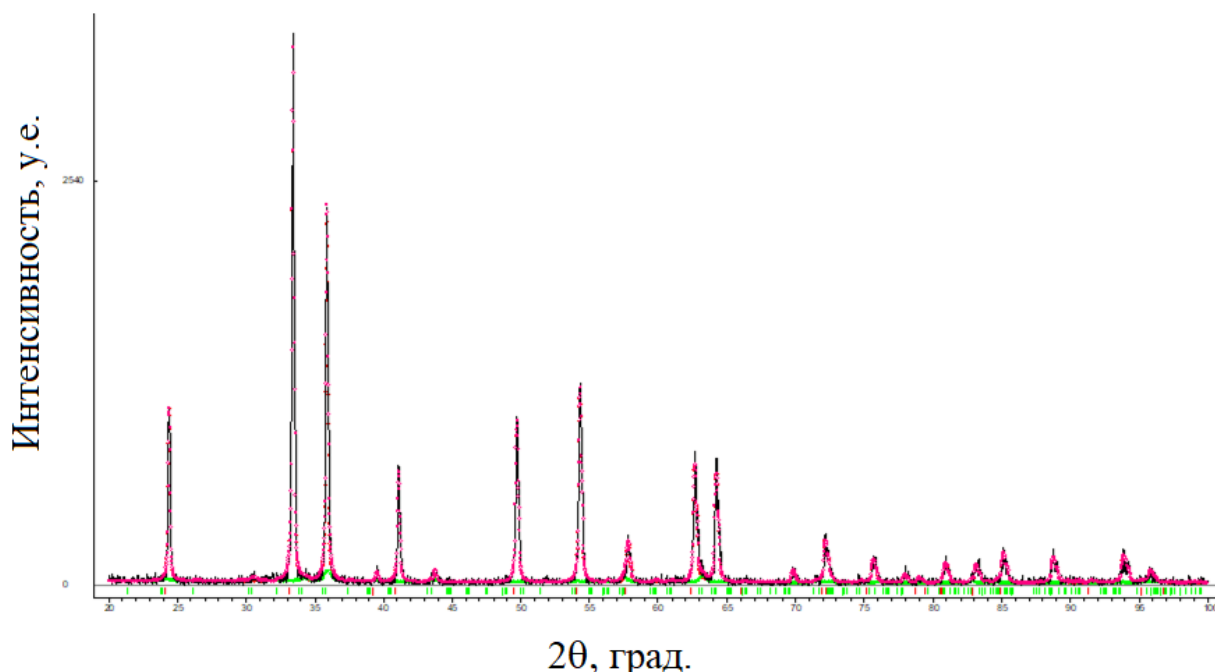


Рисунок 2 – Рентгенограммы исходного порошка оксида железа

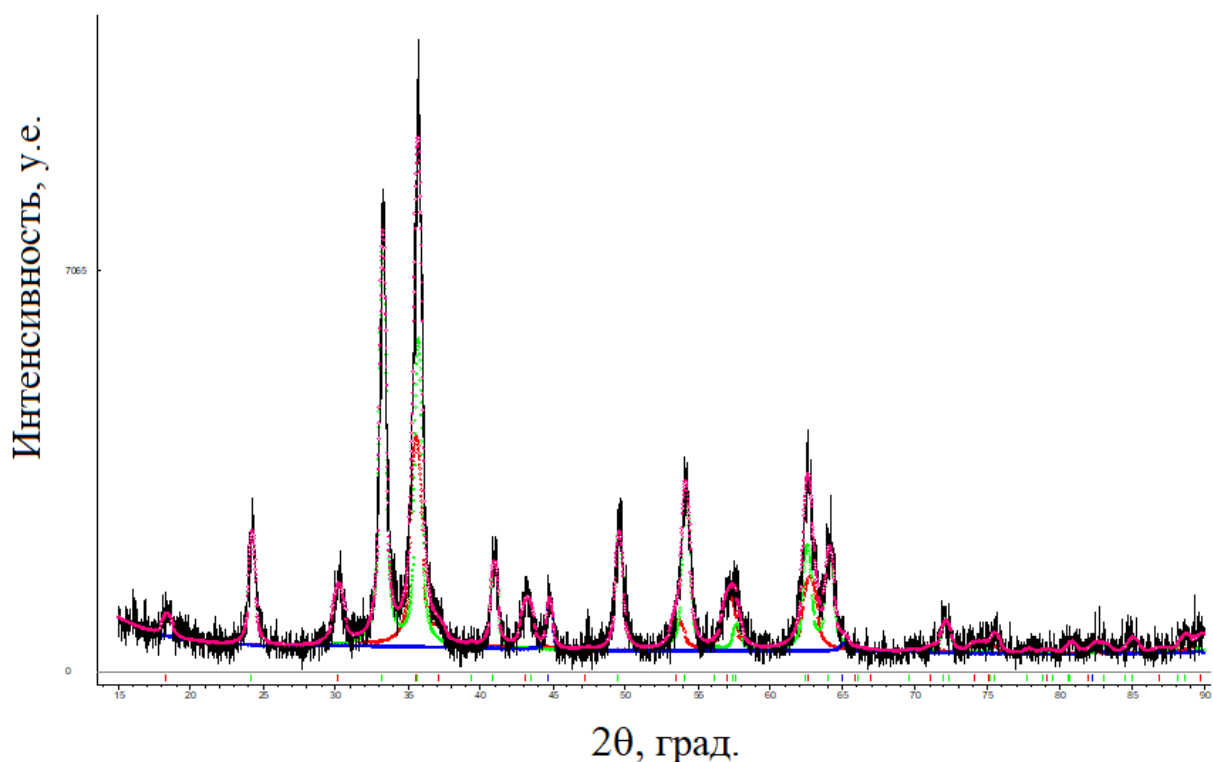


Рисунок 3 – Рентгенограммы порошка оксида железа после механической обработки

Таблица 1. Рентгенофазовый анализ образцов.

Фазовый состав до обработки		Фазовый состав после обработки	
Фазы	Концентрация, вес. %	Фазы	Концентрация, вес. %
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	100	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	59.4
		Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	39.2
		Fe	1.4

Результаты показали, что в процессе механического измельчения Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в шаровой мельнице при используемом режиме обработки происходит нарушение исходного фазового состава оксида железа. Присутствие оксида железа Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> в порошке можно объяснить частичным восстановлением Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> за счет потери кислорода, а наличие чистого железа – за счет его намола из мелющих шаров.

### Список информационных источников

1. Schönert K. Physical and technical aspects of very and micro fine grinding // Proceedings of Second World Congress Particle Technology, Society of Powder Technology, Kyoto. – 1990. – P. 257–271.
2. Аввакумов Е.Г. Механические методы активации химических процессов – Н.: Наука, 1986. – 306 с.

3. Болдырев В.В. Механохимия и механическая активация твердых веществ // Успехи химии. – 2006. – Т.75. – С. 203.
4. Зырянов В.В. Механохимический синтез сложных оксидов // Успехи химии –2008. – Т.77, № 2. – С. 107–136.
5. Vasoya N.H. Synthesis of nanostructured material by mechanical milling and study on structural property modifications in  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}$  // Ceramics International. – 2010. – V. 36. – P. 947–954.