

Տ.Վ. ՎԱՆԴՈՒՆՑ

ՄԱԳՆԵՏԻՏԻ ՍՏԱՑՄԱՆ ՏԵԽՆՈԼՈԳԻԱԿԱՆ ՆՈՐ ՄԵԹՈԴ

Մշակվել է ինքնատարածվող բարձրջերմաստիճանային սինթեզման տեխնոլոգիա մագնետիտի (Fe_3O_4) ստացման համար, որը լազերային տպիչ և պատճենահանող սարքավորումներում օգտագործվող մագնիսական տոներների հիմնական բաղադրամասն է: Հետազոտվել է Fe_3O_4 փոշենյութի սինթեզման ջերմաստիճանի և այրման ժակատի տարածման արագության կախվածությունը ելանյութերի հարաբերակցությունից և խառնուրդի խտությունից:

Առանցքային բառեր. մագնետիտ, տոներ, ինքնատարածվող բարձրջերմաստիճանային սինթեզ, հեմատիտ:

Ներածություն. Գործնականում միշտ էլ առկա է էլեկտրոնային և էլեկտրա-տեխնիկական սարքավորումների կատարելագործման միտում, որը սերտորեն կապված է դրանցում կիրառվող անօրգանական նյութերի ստացման նոր արդյունավետ տեխնոլոգիաների մշակման հետ: Հայտնի է, որ տպիչ և պատճենահանող սարքավորումներում կիրառվող մագնիսական տոներները պարունակում են մոտ 40 %/զանգ. մագնետիտ (Fe_3O_4): Համաշխարհային շուկայում մագնիսական տոների պահանջարկը կազմում է տարեկան մոտ 200.000 տ. հետևաբար մեծ է վերջինիս հիմնական բաղադրամասի՝ մագնետիտի համաշխարհային պահանջարկը: Չնայած այս հանգամանքին, մագնետիտի ստացման տեխնոլոգիան մինչ այժմ մնացել է անփոփոխ: Մինչ այսօր մագնետիտը հիմնականում ստանում են դասական տեխնոլոգիայով: Չնայած լայն տարածման, այն ունի մի շարք էական թերություններ, որի հետևանքով ցածր է արտադրողականությունը, սինթեզման համար անհրաժեշտ է ապահովել տևական բարձր ջերմաստիճան, հետևաբար անհրաժեշտ է օգտագործել բարձրջերմաստիճանային սարքավորումներ, որոնք թանկ են, էներգատար, արտադրությունում զբաղեցնում են մեծ տարածք, ինչպես նաև ֆիզիկապես արագ ծերանում են: Մագնետիտի ստացման նոր, տնտեսապես էժան, էկոլոգիապես մաքուր և անվտանգ տեխնոլոգիայի մշակումը գիտատեխնիկական խնդիր է:

Ավելի քան 30 տարի է, որ ծնունդ է առել նյութի սինթեզման նոր՝ արդյունավետ ուղղություն՝ նյութերի ինքնատարածվող բարձրջերմաստիճանային սինթեզը (ԻԲՄ) [1, 2], որը, հայտնի մեթոդների համեմատ, ունի մի շարք առավելություններ՝ պարզություն, բարձր արտադրողականություն, սինթեզվող նյութի մաքրության բարձրացման հնարավորություն: Բացի այդ, ԻԲՄ-ն նաև տնտեսապես շահավետ է:

ԻԲՄ պրոցեսները հիմնված են երկու կամ ավելի տարրերի կամ քիմիական միացությունների էկզոթերմ փոխազդեցության վրա: Ընդհանուր առմամբ ԻԲՄ պրոցեսը կարելի է ներկայացնել հետևյալ սխեմայով.

$$\sum X_i + \sum Y_j = \sum Z_k + Q, \quad (1)$$

որտեղ X_i -ն մետաղ է, Y_j -ն՝ ոչ մետաղ, Z_k -ն՝ ԻԲՄ արգասիքները, Q -ն՝ փոխազդեցության հետևանքով անջատված ջերմության քանակը [3]:

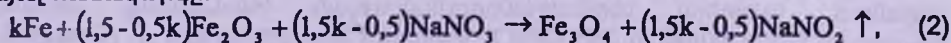
Փորձնական արդյունքներն ու դրանց քննարկումը. Մագնետիտի (Fe_3O_4) փոշու ստացման համար ելանյութեր են հանդիսացել երկաթի օքսիդը (Fe_2O_3), երկաթի փոշին (Fe , որպես վառելիք) և նատրիումի նիտրատը (NaNO_3 , որպես օքսիդիչ): Նշենք որ, որպես օքսիդիչ կարելի է օգտագործել նաև նատրիումի պերքլորատ (NaClO_4) և կալիումի քլորատ (KClO_3): Նշված նյութերի բնութագրերը բերված են աղյուսակում:

Աղյուսակ

Ելանյութերի բնութագրերը

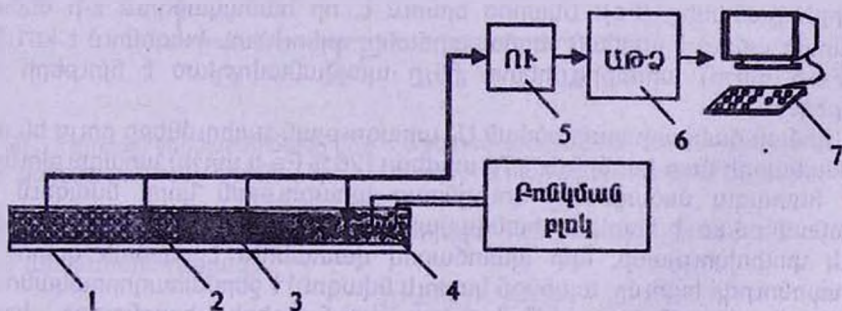
Նյութի անվանումը	ԳՕՍՏ կամ ՏՊ	Հատիկների չափը, ոչ ավել, քան մկմ	Հիմնական նյութի պարունակությունը զանգ. %
Fe_2O_3	ТУ-09-3600-78	5	99,2
Fe	ГОСТ122610-79	3,5	98,6
NaNO_3	ГОСТ12.3.037-84	-	99,8

Fe_3O_4 փոշենյութի ստացման համար օգտագործվել և հետազոտվել է հետևյալ համակարգը.



որտեղ k -ն ռեակցիայի էկզոթերմիան կարգավորող գործակից է:

Սինթեզն իրականացվել է պարբերական ռեժիմում, որի ընթացքում էլ կատարվել են այրման պրոցեսների փորձարարական հետազոտությունները: Փորձերն իրականացնելու համար պատրաստվել և օգտագործվել է սարքավորում (նկ.1): Կվարցե պնակի մեջ (1) լցված է ելանյութերի խառնուրդը (3), որի մեջ՝ ռեակցիայի սկզբնավորման համար, տեղադրված է վոլֆրամից պատրաստված շիկացման պարույր (4): Վերջինիս շիկացումով բռնկվում է խառնուրդի մետաղափոշին, և ձևավորված այրման ճակատը հաստատուն արագությամբ տարածվում է ելանյութերի խառնուրդի ամբողջ երկարությամբ: Այրման ճակատի անցումից հետո, խառնուրդի հովացմանը զուգընթաց, ձևավորվում է Fe_3O_4 փոշենյութը:



Նկ 1. Լաբորատոր ԻՔՍ ռեակտոր:

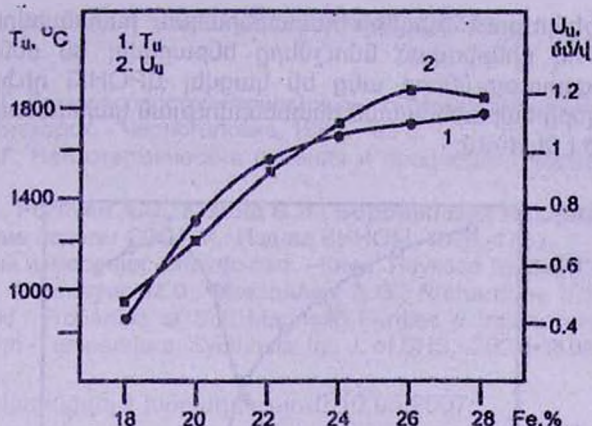
- 1 - կվարցե պնակ, 2 - թերմոդույզեր, 3 - ելանյութերի խառնուրդ, 4 - շիկացման թել,
5 - ազդանշանի ուժեղարար, 6 - անալոգ-թիվ ձևափոխիչ, 7 - համակարգիչ

Այրման ճակատի տարածումը բնութագրվում է հիմնականում երկու պարամետրերով՝ ճակատի տարածման գծային արագությամբ (U_a) և սինթեզման ժամանակ այրման առավելագույն ջերմաստիճանով (T_u): Ջերմաստիճանը որոշվում է թերմոէլեկտրական սկզբունքով: Օքսիդիչ և իներտ միջավայրում օգտագործվում են վոլֆրամ-ռենիումային կամ պլատին-ռենիումային թերմոդույզեր, որոնց միջոցով հնարավոր է չափել մինչև 2000°C (1500°C) ջերմաստիճան [4]: Թերմոդույզերը խառնուրդում տեղադրվում են այնպես, որ շրջակա միջավայրի ջերմակրուստները լինեն նվազագույնը, ինչը կարևոր է իրական ջերմաստիճանը չափելու համար: Այրման ճակատի տարածման U_a արագությունը որոշվում է իրարից սևեռված հեռավորության վրա տեղադրված թերմոդույզերի միջոցով: Թերմոդույզերից ստացված ազդանշանը գրանցելու և մշակելու համար, դրանք միացվել են ազդանշանի ուժեղարարին, որից հետո ուժեղացված ազդանշանը միացվել է NI USB-6251M մակնիշի անալոգաթվային ձևափոխիչի մուտքերին, որի ելքում ձևավորված ազդանշանը գրանցվում է համակարգչի մեջ:

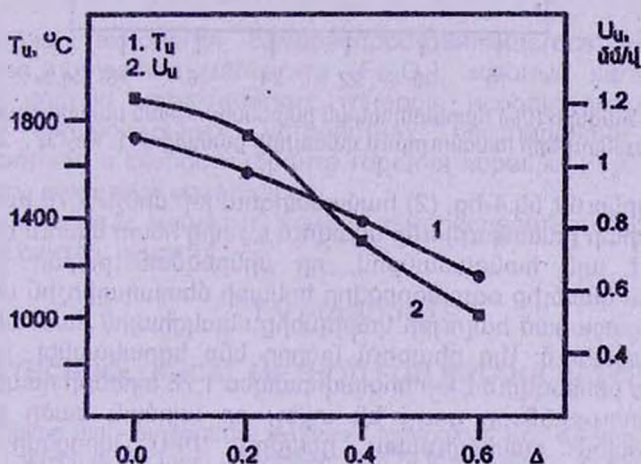
Սակայն արտադրության մեջ ավելի նպատակահարմար է ներդնել անընդհատ գործողությամբ ԻԲՍ սարքավորումներ, քանի որ պարբերական գործողությամբ սարքավորումներով սինթեզված նյութերն ունեն ցածր համասեռություն, որի հիմնական պատճառը հետևյալն է. փոշեխառնուրդի և պնակի պատերի հպման շրջանում, պատերի ջերմակլանողունակության հետևանքով, սինթեզման ռեակցիան նվազ ինտենսիվությամբ է ընթանում կամ բոլորովին չի ընթանում, որի հետևանքով մնում է մեծ քանակությամբ ելանյութերի մնացորդ (հեմատիտ, Fe_2O_3): Այս թերությունը բացակայում է անընդհատ գործողությամբ ԻԲՍ սարքավորումների մոտ, որոնք ապահովում են արտադրության ավտոմատացման և սինթեզվող նյութի համասեռության բարձր աստիճան [5]: Հետազոտված (2) համակարգում ԻԲՍ ձևավորելու և պահպանելու համար անհրաժեշտ ջերմությունն անջատվում է երկաթի օքսիդացումից: Հետևաբար որքան մեծ լինի k գործակիցը, այնքան մեծ կլինի սինթեզման ջերմաստիճանը և այրման ճակատի տարածման արագությունը: Փորձերը ցույց են տվել, որ ԻԲՍ-ի սկզբնավորման և պահպանման համար հարկավոր է k -ն վերցնել 0,95 և ավել (18% և ավել Fe -ի փոշի): Նկ.2-ում պատկերված է Fe_3O_4 փոշենյութի սինթեզման ժամանակ այրման ջերմաստիճանի (T_u) և տարածման արագության (U_a) կախվածությունը ելանյութերի խառնուրդում վառելիքի քանակից (Fe): Նկարից երևում է, որ համակարգում k -ի մեծացմանը զուգընթաց աճում է այրման ջերմաստիճանը, այնուհետև հազնում է $k \approx 1,52$ (մոտ 24% Fe -ի փոշի) արժեքից հետո, ինչը պայմանավորված է նյութերի հալման երևույթով:

Այրման ճակատի տարածման U_a արագության չափումները ցույց են տվել, որ (2) համակարգի մոտ k -ի մինչև 1,76 արժեքը (26% Fe -ի փոշի) արագությունը աճում է: k -ի հետագա մեծացմանը զուգընթաց արագության կորը նվազում է, ինչը պայմանավորված է հետևյալ հանգամանքով՝ ռեակցիան ուղղեկցվում է ծավալի կտրուկ փոփոխությամբ, որի պատճառով վատանում է այրման գոտու և հում բովախառնուրդի հպումը, այսինքն կտրուկ նվազում է ջերմահաղորդականությունը:

T_u և U_a մեծությունների վրա ելանյութերի խառնուրդի խտության ազդեցության հետազոտման արդյունքները բերված են նկ.3-ում:



Նկ. 2. Այրման ջերմաստիճանի (T_u) և ճակատի տարածման արագության (U_u) կախվածությունը ելանյութերի խառնուրդում վառելիքի քանակից (Fe)



Նկ.3. Այրման ջերմաստիճանի (T_u) և ճակատի տարածման արագության (U_u) կախվածությունը ելանյութերի խառնուրդի Δ հարաբերական խտությունից

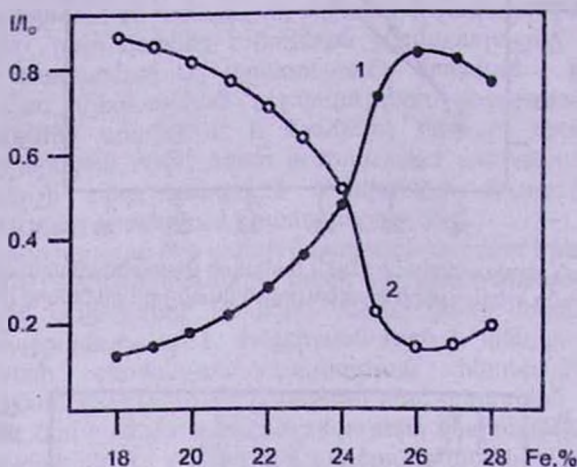
Δ հարաբերական խտությունը փոփոխվել է 0...0,6 միջակայքում և որոշվել է հետևյալ արտահայտությամբ՝

$$\Delta = (\rho_s - \rho) / \rho, \quad (3)$$

որտեղ ρ_s -ն մամլվածքի խտությունն է, իսկ ρ -ն՝ սորուն վիճակում ելանյութերի խառնուրդի խտությունը: Հարաբերական խտության մեծացմանը զուգընթաց այրման ջերմաստիճանը (T_u) և ճակատի տարածման արագությունը (U_u) նվազում են: Դա պայմանավորված է համակարգի ֆիլտրացիոն հատկության վատացմամբ:

Մագնետիտի սինթեզման ժամանակ ռեակցիան ամբողջությամբ չի ընթանում, որի հետևանքով սինթեզված նյութի մեջ մնում է հեմատիտի որոշ քանակ:

Մագնետիտի փոշենյութում ֆազերի հարաբերական ինտենսիվությունը որոշելու նպատակով ԻԲՄ-ով սինթեզված նմուշները ենթարկվել են ռենտգենաֆազային անալիզի: Հետազոտությունները անց են կացվել ДРОН-3 դիֆրակցիոնային օգնությամբ: Ֆազերի հարաբերական ինտենսիվության կախվածությունը վառելիքի քանակից բերված է նկ.4-ում:



Նկ.4. Ֆազերի (I/I_0) հարաբերական ինտենսիվության կախվածությունը ելանյութերի խառնուրդում վառելիքի քանակից: 1. Fe_3O_4 , 2. Fe_2O_3

Ինչպես երևում է նկ.4-ից, (2) համակարգում k-ի մինչև 1,76 արժեքը (26% Fe-ի փոշի) հեմատիտի քանակությունը նվազում է, որից հետո սկսում է ավելանալ: Դա բացատրվում է այն հանգամանքով, որ սինթեզման բարձր ջերմաստիճանի դեպքում, որպես վառելիք օգտագործվող երկաթի մետաղափոշին սկսում է հալվել, արդյունքում առաջացած հալույթի կաթիլները ռեակցիային մասնակցում են միայն մակերևույթի շրջանում: Այդ դեպքում կարող ենք եզրակացնել, որ մագնետիտը առավելագույնս սինթեզվում է k-ի մոտավորապես 1,76 արժեքի դեպքում:

Հետազոտությունները ցույց են տվել, որ այրման ցածր ջերմաստիճանի (վառելիքի սակավ քանակության) դեպքում ԻԲՄ պրոցեսը հիմնականում ավարտվում է մետաղի փոշու օքսիդացումով և սինթեզված Fe_3O_4 նյութի մեջ նկատվում են զգալի քանակությամբ հեմատիտ (Fe_2O_3): Վառելիքի ավելացումը ուղեկցվում է այրման ջերմաստիճանի աճով, որը նպաստում է սինթեզվող նյութի՝ մագնետիտի քանակի աճին:

Այսպիսով, ԻԲՄ տեխնոլոգիայով մագնետիտի սինթեզման աստիճանը կախված է այրման ջերմաստիճանից և այրման ճակատի տարածման արագությունից: Սինթեզման աստիճանը որոշակիորեն կախված է նաև շրջապատին տրվող ջերմային կորուստներից: Կարգավորելով վերոհիշյալ տեխնոլոգիական պարամետրերը՝ կարելի է ապահովել նյութի սինթեզման բարձր աստիճան և բարձր հատկություններ:

1. Мержанов А.Г. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез: двадцать лет поисков и находок. - Черногловка, 1989. - 93 с.
2. Мержанов А.Г. Неизотермические явления и процессы. - Черногловка: ИСМАН, 2006. - 56 с.
3. Левашов Е.А., Рогачев А.С., Юхвид В.И., Боровинская И.П. Физико-химические и технологические основы СВС. -М.: Изд-во БИНОМ, 1999.-176 с.
4. Температурные измерения: Справочник. -Киев: Наукова Думка. 1989. - 320 с.
5. Avakyan P.B., Nersesyan M.D., Merzhanov A.G., Richardson J.T. Continuous SHS Technology and Properties of Soft Magnetic Ferrites // International Journal of Self-propagating High -Temperature Synthesis, Int. J. of SHS. -2002.-11.-81.

ՀՊԵՅ. Նյութը ներկայացվել է խմբագրություն 10.05.2007:

Т.В. ВАНДУНЦ

НОВЫЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ МАГНЕТИТА

Разработана технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза получения магнетита (Fe_3O_4), который является главной составляющей частью магнетических тонеров, используемых в лазерных принтерах и копировальных устройствах. Исследована зависимость температуры синтеза и скорости фронта горения порошка Fe_3O_4 от состава и плотности шихты исходных материалов.

Ключевые слова: магнетит, тонер, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, гематит.

T.V. VANDUNTS

NEW TECHNOLOGICAL METHOD FOR PRODUCING MAGNETITE

Self-propagating high-temperature synthesis technology was developed for producing magnetite (Fe_3O_4), which is the main component part of the magnetic toners that are used in laser printers and copiers. Dependencies of synthesizing temperature and combustion front velocity on composition and relative density of initial components were investigated.

Keywords: magnetite, toner, self-propagating high-temperature synthesis, hematite.