

УДК 546.7; 54.057

МАСШТАБИРОВАНИЕ ПОЛУЧЕНИЯ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА В РЕАКЦИЯХ ГОРЕНИЯ ИЗ РАСТВОРОВ С ДОБАВЛЕНИЕМ ИНАКТИВНОГО КОМПОНЕНТА FeO_x

© 2021 г. Ш. М. Халиуллин^{1,*,**}, А. М. Мурзакаев², В. Д. Журавлев^{1,***,****},
О. В. Русских³, член-корреспондент РАН В. Г. Бамбуров¹

Поступило 30.03.2021 г.

После доработки 19.05.2021 г.

Принято к публикации 04.06.2021 г.

Исследованы процессы получения оксидов железа горением из нитратных растворов с двойным топливом, состоящим из мочевины и лимонной кислоты, на предварительно приготовленном порошке FeO_x . Впервые продемонстрирована возможность синтеза в лабораторных условиях до 100 г целевого продукта в относительно небольшом реакторе объемом 4 дм³. Полученные нанодисперсные материалы представляют собой хорошо закристаллизованную смесь оксидов Fe_3O_4 и $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Последовательное увеличение массы порошка FeO_x приводит к увеличению массовой доли фазы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ до 91% на заключительной стадии синтеза.

Ключевые слова: FeO_x , Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , SCS с элементами ICS, максимальная температура

DOI: 10.31857/S2686953521030043

ВВЕДЕНИЕ

Синтез горением из растворов, который в англоязычной литературе называется SCS (*Solution Combustion Synthesis*), является простым и доступным методом для получения оксидов и неорганических соединений [1]. Горением из растворов были успешно синтезированы композиты различного состава [2–9]. В работе [3] описано получение катализатора $\text{Co}_3\text{O}_4/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ методом горения в матрице $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, пропитанной раствором $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$ с мочевиной. Данный вариант получил название синтез горением с пропиткой, или *Impregnation Combustion Synthesis* (ICS) [2]. Оксиды $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [4–6, 9] и SiO_2 [6, 8], вследствие их стабильности, часто используются в качестве матриц

для пропитки. Применяются матрицы и из других оксидов, например ZnO [7]. В исследованиях [3, 6] отмечено, что в этом варианте горение является, в основном, беспламенным и распространяется в виде волны. Во фронте горения развиваются относительно невысокие температуры — максимальная температура составляла 573°C [6]. Все это указывает на то, что введение инактивного (инертного) для реакционной среды компонента снижает скорость и увеличивает продолжительность реакций SCS.

Влияние различных способов внесения инертной добавки диоксида циркония, стабилизированного иттрием (YSZ, *yttrium stabilized zirconium*), в реакционный раствор в количестве 0–60 масс. % от массы получаемых нанокompозитов $m\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}n\text{YSZ}$ исследованы в работе [2]. Было обнаружено, что частицы порошка YSZ покрыты слоем $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. J. Shin и соавт. [10] изучали низкотемпературную трансформацию гибридного нанокompозита Fe_2O_3 , состоящего из наночастиц и нитроцеллюлозы, в $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{C}$ структуру “ядро–оболочка”. Утверждается, что за несколько секунд происходит фазовый переход гематит–магнетит при максимальной температуре 520°C.

С увеличением массы получаемых материалов в процессах SCS возрастают количество и скорость выделения газовых продуктов, температура может повышаться вплоть до 1000°C. Поэтому обычно получают небольшое количество (2–5 г)

¹ Институт химии твердого тела
Уральского отделения Российской академии наук,
620990 Екатеринбург, Россия

² Институт электрофизики
Уральского отделения Российской академии наук,
620016 Екатеринбург, Россия

³ Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,
620002 Екатеринбург, Россия

*E-mail: shamil58@rambler.ru

**E-mail: khaliullin@ihim.uran.ru

***E-mail: zhuravlev47@bk.ru

****E-mail: zhvd@ihim.uran.ru

целевых продуктов. Поскольку добавление инертного компонента в реакционную среду снижает температуру и скорость реакций SCS, то представляют научный интерес фундаментальный и прикладной аспекты реакций горения на предварительно полученном продукте того же состава.

В работе [11] приведены многочисленные области применения наноструктурированных оксидов железа. Одной из наиболее многообещающих является использование как Fe_3O_4 , так и $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в качестве анодов Li-ионных батарей. Из смешанных оксидов железа всегда можно получить монофазные Fe_3O_4 или $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Поэтому модельной системой выбраны смешанные оксиды железа.

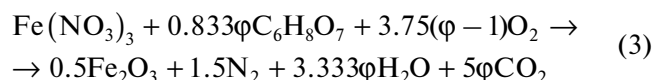
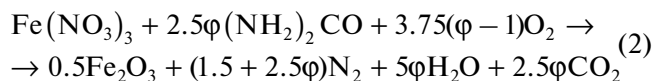
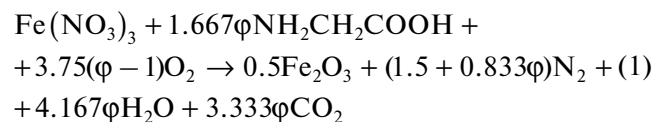
Целью настоящей работы является масштабирование процесса получения целевого продукта — смешанного оксида железа FeO_x — с увеличенной до 100 г массой в одном цикле. Тип топлива, соотношение топливо/окислитель оказывают влияние как на максимальную температуру синтеза, так и на фазовый состав оксидов железа, получаемых в реакциях горения из растворов [11]. Непосредственно после синтеза с глицином, мочевиной и лимонной кислотой целевые продукты представляют собой смесь оксидов $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ и Fe_3O_4 в различных массовых соотношениях. Поэтому отдельной задачей было исследование фазообразования при ICS в системе $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ —топливо (глицин, мочевина, лимонная кислота)— H_2O — FeO_x непосредственно после синтеза.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходных материалов использовали нитрат железа девятиводный $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (х. ч.), глицин $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$ (х. ч.), мочевины $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ (х. ч.) и моногидрат лимонной кислоты $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (х. ч.). $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ растворяли в дистиллированной воде. Концентрация раствора в пересчете на $[\text{Fe}_2\text{O}_3]$ составила 69.4 г л^{-1} .

Для подбора оптимального типа и количества топлива проводили предварительные эксперименты с монотопливом ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$, $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ и $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) в алюминиевом цилиндрическом реакторе с диаметром основания 11.5 см и объемом 1 дм^3 на получение $5 \text{ г Fe}_2\text{O}_3$ в единичном опыте. Для этого в 72 мл раствора $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ растворяли требуемое количество топлива в соответствии с реакциями (1)–(3) при соотношении топливо/окислитель $\varphi = 1.0$. Смесь наливали в реактор, который оставляли открытым и помещали на электрическую нагревательную панель мощностью 1 кВт . Параметр φ принимается за единицу, если реакция не сопровождается выделением кислорода и не потребляет его из атмосферы. Ре-

акции (1)–(3), используемые для расчета топлива, приведены на получение Fe_2O_3 .



При упаривании воды из реакционного раствора образовывался гель, который затем превращался в ксерогель. В некоторый момент времени при реакции с глицином или мочевиной происходило возгорание, и через несколько секунд на дне реактора оставался ажурный слой порошка красно-коричневого и сиренево-коричневого оттенков соответственно. При нагревании реакционной смеси с лимонной кислотой видимого возгорания не наблюдалось. Окислительно-восстановительная реакция проходила в виде медленно распространяющейся волны обугливания ксерогеля.

Масштабирование процесса SCS оксидов железа проводили в цилиндрическом алюминиевом реакторе с диаметром основания 21 см и объемом 4 дм^3 . Технологический прием заключался в дозатружке рабочего раствора в реактор после очередного синтеза порции материала, в результате чего накапливался инертный (готовый) оксид в серии из нескольких опытов.

Температуры горения в реакторе измеряли с помощью трех термопар типа ТПП и фиксировали регистратором видеографическим Ш932.9А 29.015/1 (ООО “Сенсорика”, Россия) с периодом измерений 0.3 с . Одна из термопар располагалась на оси реактора около самого дна, не касаясь его. Две другие располагались на расстоянии 20 и 40 мм от дна реактора по обе стороны от оси на расстоянии 20 мм.

Рентгенофазовый анализ (РФА) выполняли на дифрактометре Shimadzu XRD-7000 (Япония) в Cu-K_α излучении с длиной волны $\lambda = 1.54056 \text{ нм}$ в диапазоне углов $2\theta = 20\text{--}80^\circ$, с дискретностью 0.05° и экспозицией 3 с на точку. Фазовый состав образцов идентифицировали с помощью программы PowderCell (Version 2.4) с использованием базы данных PDF2. Определение дисперсности полученных порошков проводили на лазерном анализаторе размеров частиц HORIBA модели Partica LA-950 (Япония). Пробоподготовку проводили путем измельчения порошков в агатовой ступке.

Микроструктуру частиц полученных порошков исследовали в просвечивающем электронном

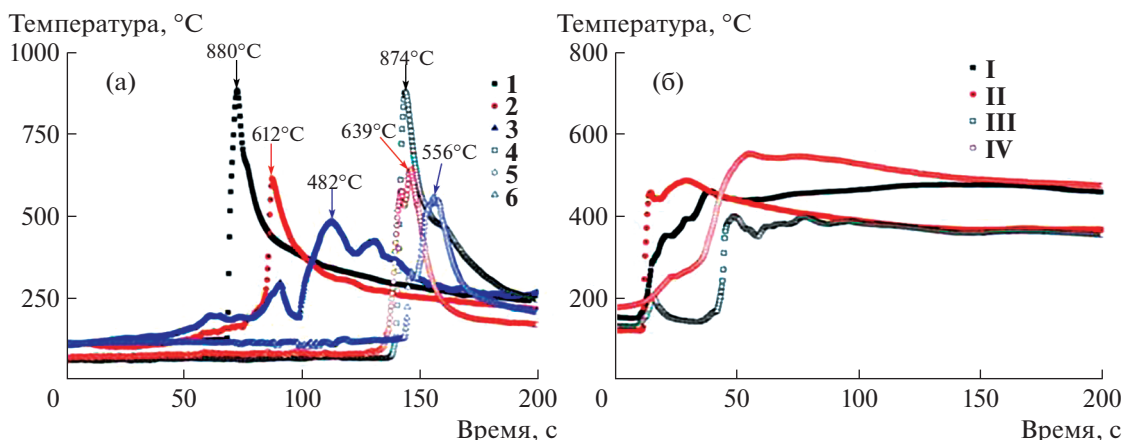


Рис. 1. (а) Температурные профили горения из растворов $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ с органическим топливом: **1** – $\varphi_{\text{гл.}} = 1.0$; **2** – $\varphi_{\text{моч.}} = 1.0$; **3** – $\varphi_{\text{лим.}} = 1.0$; **4** – $(\varphi_{\text{моч.}} = 0.8) + (\varphi_{\text{лим.}} = 0.3)$; **5** – $(\varphi_{\text{моч.}} = 0.5) + (\varphi_{\text{лим.}} = 0.5)$; **6** – $(\varphi_{\text{моч.}} = 0.3) + (\varphi_{\text{лим.}} = 0.7)$ (кривые **I–6** соответственно); (б) Температурные профили горения из растворов с органическим топливом: **I** – синтез первых 25 г FeO_x , **II** – синтез 25 г FeO_x на 25 г предварительно полученного продукта, **III** – синтез 25 г FeO_x на 50 г предварительно полученного продукта, **IV** – синтез 25 г FeO_x на 75 г предварительно полученного продукта (кривые **I–IV** соответственно).

микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 (Япония) с LaV_6 катодом при ускоряющем напряжении 200 кВ с разрешением по точкам 0.19 нм и по линиям 0.14 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для получения только стабильных форм оксидов железа $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ и Fe_3O_4 и предотвращения образования вюстита $\text{Fe}_{0.947}\text{O}$, который при температурах ниже 400°C диспропорционирует с образованием Fe и Fe_3O_4 [12], необходимо, чтобы реакции SCS протекали при температурах ниже точки Шардона (575°C) [12]. При использовании в качестве монотоплива глицина или мочевины максимальные температуры 880 и 612°C соответственно, превышают температуру точки Шардона (рис. 1а). Реакция взаимодействия нитрата железа с лимонной кислотой с максимальной температурой 482°C не относится к типу реакций SCS [11], но лимонная кислота служит ингибитором в реакциях горения из растворов [13].

Окисление поверхности зерен магнетита до гематита начинается при 200°C и заканчивается при достижении 400°C [14]. Образование упорядоченной структуры гематита начинается с температур выше 550°C [15]. Поэтому для масштабирования процесса получения FeO_x методом SCS с элементами ICS необходимо для каждого конкретного реактора подобрать состав топлива, чтобы температуры горения не превышали 575°C . На основании полученных температурных профилей (рис. 1а) было определено, что для синтеза исходного FeO_x предпочтительным является двойное топливо, состоящее из мочевины и лимонной кислоты в количестве $\varphi_{\text{моч.}} = 0.3$, $\varphi_{\text{лим.}} = 0.7$

для первоначального опыта (рис. 1а), так как его фазовый состав представлен оксидами $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ и Fe_3O_4 (рис. 2), а максимальная температура горения равна 556°C .

По данным РФА непосредственно после SCS образуется смесь оксидов Fe_3O_4 и $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (рис. 2, табл. 1). Наибольшее содержание Fe_3O_4 зафиксировано при синтезе с мочевиной в образце **2**, а наименьшее – в образце **3** с лимонной кислотой (рис. 2). Использование двойного топлива дает содержание Fe_3O_4 от 33.6 до 42% (табл. 1). Расчеты по формуле Шеррера показывают, что средний размер первичных кристаллитов в образцах **2–6** варьируется от 26 до 35 нм (табл. 1).

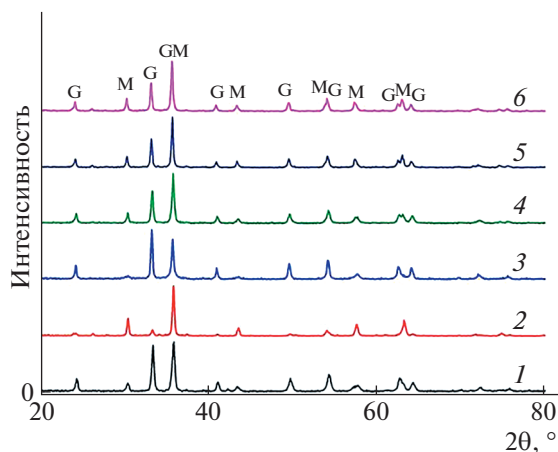


Рис. 2. РФА образцов **1–6** (кривые **1–6** соответственно) после SCS: G – рефлексы гематита, M – рефлексы магнетита.

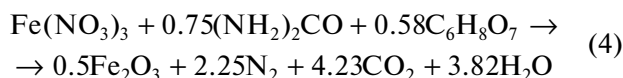
Таблица 1. Содержание фаз оксидов железа после SCS с разными видами топлива

№ образца	φ	Fe ₃ O ₄		α-Fe ₂ O ₃		T _{max} , °C
		Содержание, %	Средний размер кристаллитов, нм	Содержание, %	Средний размер кристаллитов, нм	
1	φ _{гл.} = 1.0	25.1	19	74.9	37	880
2	φ _{моч.} = 1.0	79.4	31	20.6	29	612
3	φ _{лим.} = 1.0	11.7	—	88.3	31	482
4	φ _{моч.} = 0.8	33.6	26	66.4	27	874
5	φ _{лим.} = 0.3	42.0	30	58.0	34	639
	φ _{моч.} = 0.5					
6	φ _{лим.} = 0.5	40.8	30	59.2	35	556
	φ _{моч.} = 0.3					
	φ _{лим.} = 0.7					

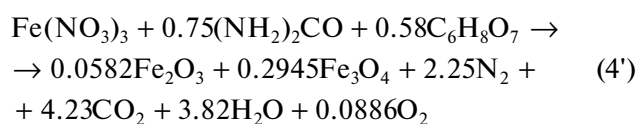
Таблица 2. Характеристики порошков FeO_x, полученных методом SCS с элементами ICS

Образец (масса в г)	Содержание фаз, %		Средний размер кристаллитов непосредственно после синтеза, нм		Средний размер кристаллитов после отжига при 900°C, нм	Средний размер агломератов непосредственно после синтеза, мкм	T _{max} , °C
	Fe ₃ O ₄	α-Fe ₂ O ₃	Fe ₃ O ₄	α-Fe ₂ O ₃			
I (25)	88	12	73	21	48	7.58	460
II (50)	60	40	30	32	49	5.28	485
III (75)	21	79	24	33	48	4.10	399
IV (100)	9	91	22	33	46	6.59	550

Масштабирование SCS с элементами ICS проводили в реакторе объемом 4 дм³, который накрывали крышкой с отверстиями для термопар и выхода исходящих газов. В реакторе последовательно проводили эксперименты по увеличению массы получаемого продукта: 5, 12.5 и 25 г. Вследствие ограничений по параметрам вытяжной вентиляции максимальная масса получаемого продукта в единичном опыте не должна была превышать 25 г. Это эквивалентно 360 мл раствора Fe(NO₃)₃ · 9H₂O, в котором были растворены соответственно уравнению (4) количества мочевины и лимонной кислоты, φ_{моч.} = 0.3 и φ_{лим.} = 0.7.



Согласно уравнению (4') окислительно-восстановительной реакции по синтезу образца **I**, записанному согласно полученным массовым долям фаз (табл. 2), выделяется небольшое количество кислорода:



После достижения температуры примерно 150°C исходящие газы окрасились в бурый цвет, указывающий на присутствие NO₂. Через 2–3 с произошло возгорание. После окончания горения на дне реактора остался слой ажурного порошка сиренево-коричневого оттенка толщиной 1–1.5 см (образец **I**).

Через небольшой промежуток времени, необходимый для остывания реактора ниже температуры кипения воды, в него помешали следующую порцию реакционного раствора, содержащего 360 мл раствора Fe(NO₃)₃ · 9H₂O, мочевины и лимонную кислоту в соотношениях φ_{моч.} = 0.5, φ_{лим.} = 0.5. Раствор полностью пропитывал находящуюся в реакторе массу порошка. Соотношения между мочевиной и лимонной кислотой изменили, чтобы компенсировать снижение максимальной температуры под влиянием инертной

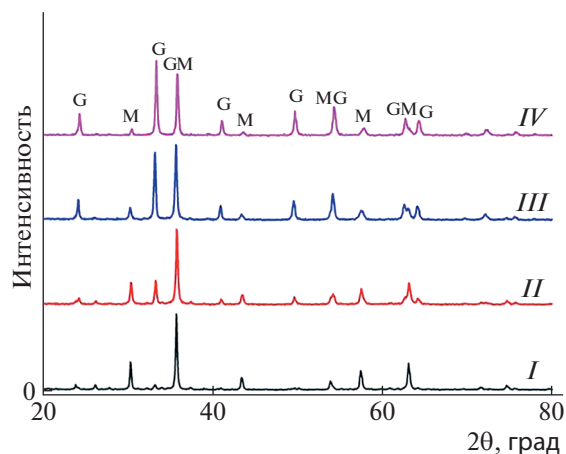


Рис. 3. РФА образцов FeO_x I–IV (кривые I–IV соответственно), полученных методом SCS с элементами ICS: G – рефлексы гематита, M – рефлексы магнетита.

добавки. После окончания синтеза в реакторе было накоплено 50 г FeO_x (образец II). Проведя эту процедуру еще 2 раза, получили 100 г продукта.

Количества мочевины и лимонной кислоты составляли: в 3-м синтезе $\varphi_{\text{моч.}} = 0.7$, $\varphi_{\text{лим.}} = 0.3$ (образец III), в 4-м синтезе $\varphi_{\text{моч.}} = 1.0$, $\varphi_{\text{лим.}} = 0.0$ (образец IV).

Синтез образцов I, II, III сопровождался возникновением открытого пламени, а синтез образца IV проходил в виде распространяющейся волны без открытого пламени. Во всех опытах перед возгоранием из реактора в течение нескольких секунд выделялся бурый газ. Максимальные температуры горения не превышали 550°C (рис. 16). После окончания горения на дне реактора оставался слой порошка толщиной 1.5–2 см. С каждым последующим опытом происходило его уплотнение. Максимальная плотность сформированного синтезированного продукта в реакторе была меньше 0.15 г см^{-3} .

На основании результатов опытов 4–6 (рис. 2, табл. 1) ожидали, что содержание фазы Fe_3O_4 в образцах I–III будет составлять 35–42%. Однако изменение условий горения (закрытый реактор большего размера вместо открытого малого реактора) повлияло на фазообразование оксидов железа. Уже при первом акте синтеза ($\varphi_{\text{моч.}} = 0.3$,

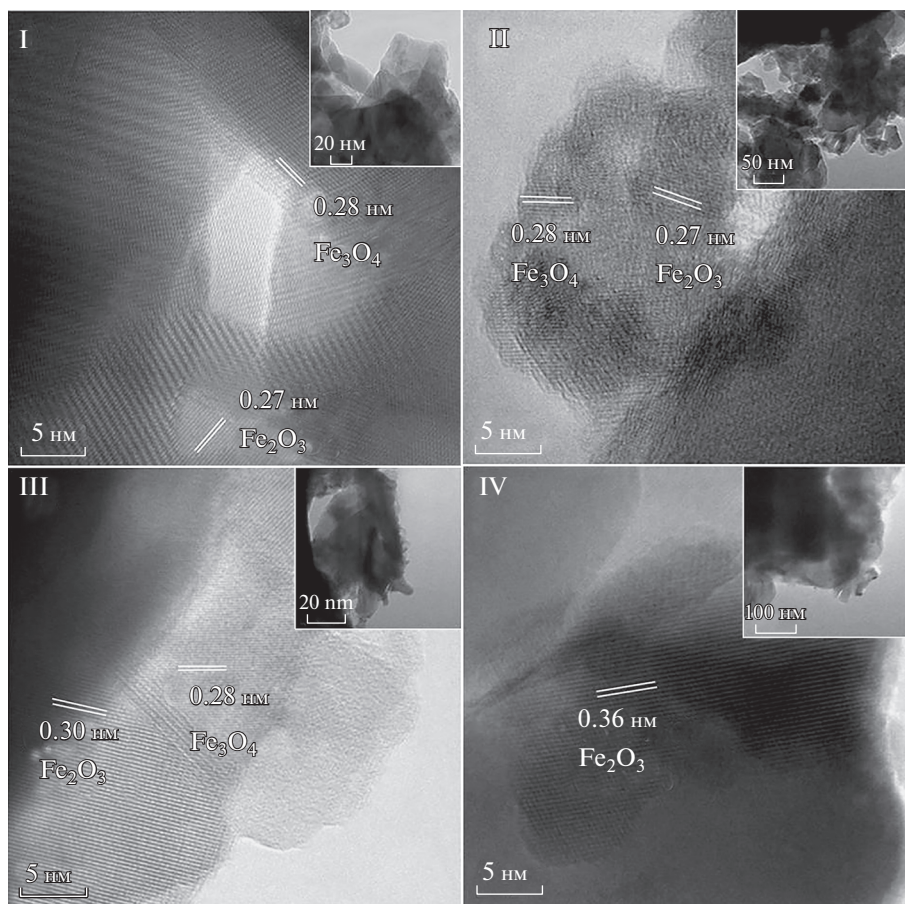


Рис. 4. ПЭМ изображения образцов FeO_x I–IV, приготовленных методом SCS с элементами ICS.

$\phi_{\text{лим.}} = 0.7$) образовалось 88% фазы Fe_3O_4 (рис. 3, табл. 2). Увеличение количества инертной массы FeO_x , пропитываемой реакционным раствором, привело к дальнейшему снижению доли фазы Fe_3O_4 и увеличению доли $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (рис. 3), которая в образце **IV** достигла 91% (табл. 2). Этот результат невозможно объяснить окислением поверхности зерен магнетита вследствие малой толщины этого слоя [12]. Одной из вероятных причин окисления Fe_3O_4 является присутствие раствора азотнокислого железа с pH 3. Магнетит гораздо легче растворяется в кислотах по сравнению с гематитом [16]. При переходе в раствор ионы Fe^{2+} окисляются до Fe^{3+} . В результате уменьшается доля фазы магнетита и увеличивается доля гематита. Другой причиной может быть турбулентный тип горения в реакторе, при котором в некоторых локальных областях реактора создаются разрежения, способствующие затягиванию в реактор воздуха из атмосферы.

Средний размер кристаллитов фазы Fe_3O_4 уменьшался от опыта **I** к опыту **IV** с 73 до 22 нм (табл. 2), что указывает на окисление зерен при проведении последовательных синтезов SCS с элементами ICS с увеличением массы пропитываемого порошка. Средний размер кристаллитов фазы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в опытах **II–IV** составил 32–33 нм. Исключением является первоначальный синтез, который выполнялся только в режиме SCS. Следовательно, отсутствовал эпитаксиальный рост размера первичных кристаллитов при последовательных синтезах в пропитанном продукте.

После отжига при 900°C во всех образцах осталась только фаза гематита, а средний размер кристаллитов $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ выровнялся до 46–49 нм. Уменьшение среднего размера агломератов с 7.58 до 4.10 мкм в опытах **I–III** (табл. 2) объясняется процессами первичной рекристаллизации, которые запускаются при каждом горении. Более высокая температура в опыте **IV** (рис. 16) запустила процесс собирательной рекристаллизации, которая привела к росту среднего размера агломератов до 6.59 мкм.

На снимках, сделанных на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) (рис. 4), видно, что порошок FeO_x состоит из бесформенных наночастиц, объединенных в агломераты. Фазовый состав и межплоскостные расстояния в синтезированных оксидах определили с помощью программной обработки снимков ПЭМ ВР (высокого разрешения) (рис. 4). Расшифровка картины прямого разрешения с помощью функции быстрого преобразования Фурье показала, что частицы имеют структуру достаточно хорошо закристаллизованных Fe_3O_4 и $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Вследствие малой доли фазы Fe_3O_4 в образце **IV** на снимке

выбранного фрагмента порошка она не присутствует.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Впервые продемонстрировано масштабирование получения оксидов железа массой до 100 г реакцией горения из растворов. Процесс масштабирования выполняли путем последовательного добавления новых порций раствора в реактор, содержащий продукт предыдущего сжигания. Получены наноструктурированные прекурсоры смешанных оксидов железа. Выявлено последовательное увеличение доли фазы $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ с 12% при первом сжигании порции 25 г до 91% после четвертого сжигания.

Полученные наноструктурированные оксиды железа после отжига на воздухе превращаются в монофазный $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, а после прокаливания в атмосфере аргона преобразуются в монофазный Fe_3O_4 . Несложная трансформация из одной фазы в другую обеспечивает перспективы их применения как в качестве пигментов, так и основы анодов литий-ионных батарей, а также в медицине и др. областях.

ИСТОЧНИКИ ФИНАНСИРОВАНИЯ

Работа выполнена в соответствии с государственным заданием для ИХТТ УрО РАН № АААА-А19-119031890026-6, ИЭФ УрО РАН № АААА-Ф18-118030290007-5, УРФУ им. Б.Н. Ельцина № АААА-А20-120061990010-7.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Varma A., Mukasyan A.S., Rogachev A.S., Manukyan Kh.V. // Chem. Rev. 2016. V. 116. P. 14493–14586.
<https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.6b00279>
2. Khaliullin Sh.M., Nefedova K.V., Zhuravlev V.D. // Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth. 2019. V. 28. № 1. P. 1–9.
<https://doi.org/10.3103/S1061386219010072>
3. Wang Q., Peng Y., Fu J., Kyzas G.Z., Billah S.M.R., An S. // Appl. Catal., B. 2015. V. 168–169. P. 42–50.
<https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2014.12.016>
4. Rezaee L., Haghghi M. // RSC Adv. 2016. V. 6. № 40. P. 34055–34065.
<https://doi.org/10.1039/c6ra02973f>
5. Barros B.S., Melo D.M.A., Libs S., Kiennemann A. // Appl. Catal., A. 2010. V. 378. № 1. P. 69–75.
<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2010.02.001>
6. Kumar A., Mukasyan A.S., Wolf E.E. // Appl. Catal., A. 2010. V. 372. № 2. P. 175–183.
<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2009.10.032>
7. Habibi M.H., Karimi B. // J. Ind. Eng. Chem. 2014. V. 20. № 4. P. 1566–1570.
<https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.07.048>

8. Shi L., Yang R., Tao K., Yoneyama Y., Tan Y., Tsubaki N. // Catal. Today. 2012. V. 185. № 1. P. 54–60. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2011.10.015>
9. Baneshi J., Haghghi M., Jodeiri N., Abdollahifar M., Ajamein H. // Ceram. Int. 2014. V. 40. № 9. Part A. P. 14177–14184. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.06.005>
10. Shin J., Lee K.Y., Yeo T., Choi W. // Sci. Rep. 2016. V. 6. P. 21792. <https://doi.org/10.1038/srep21792>
11. Khaliullin Sh.M., Koshkina A.A. // Ceram. Int. 2021. V. 47. № 9. P. 11942–11950. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.035>
12. Рябухин А.Г., Тепляков Ю.Н., Гусева С.В. // Изв. ЧНЦ УрО РАН. 2003. № 1(18). С. 33–36. https://www.csc.ac.ru/news/2003_1/2003_1_4_2.pdf
13. Khaliullin Sh.M., Zhuravlev V.D., Ermakova L.V., Buldakova L.Yu., Yanchenko M.Yu., Porotnikova N.M. // Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth. 2019. V. 28. № 4. P. 226–232. <https://doi.org/10.3103/S1061386219040058>
14. Ламберов А.А., Дементьева Е.В., Кузьмина О.В., Хазеев Б.Р. // Вестн. Казан. технол. ун-та. 2013. Т. 16. № 1. С. 37–41. https://elibrary.ru/download/elibrary_18725973_50330483.pdf
15. Юрьев Б.П., Гольцев В.А. // Изв. вуз. Черная металлургия. 2016. Т. 59. № 10. С. 735–739. <https://doi.org/10.17073/0368-0797-2016-10-735-739>
16. Тодт Ф. Коррозия и защита от коррозии. Коррозия металлов и сплавов. Методы защиты от коррозии. Л.: Химия, 1966. С. 124. 848 с.

SCALING OF THE OBTAINING OF IRON OXIDES IN COMBUSTION REACTIONS FROM SOLUTIONS WITH THE ADDITION OF THE INACTIVE COMPONENT FeO_x

**Sh. M. Khaliullin^{a,*,##}, A. M. Murzakaev^b, V. D. Zhuravlev^{a,###,####},
O. V. Russkikh^c, and Corresponding Member of the RAS V. G. Bamburov^a**

^a Institute of Solid State Chemistry of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
620990 Yekaterinburg, Russian Federation

^b Institute of Electrophysics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620016 Yekaterinburg, Russian Federation

^c Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, 620002 Yekaterinburg, Russian Federation

^{*} E-mail: shamil58@rambler.ru

^{##} E-mail: khaliullin@ihim.uran.ru

^{###} E-mail: zhuravlev47@bk.ru

^{####} E-mail: zhvd@ihim.uran.ru

The processes of obtaining iron oxides by combustion from nitrate solutions with a dual fuel consisting of urea and citric acid on a preliminarily prepared FeO_x powder have been investigated. The possibility of synthesizing up to 100 g of the target product under laboratory conditions in a relatively small reactor with a volume of 4 dm³ was demonstrated for the first time. The received nanodispersed materials represent a well-crystallized mixture of oxides Fe₃O₄ and α-Fe₂O₃. A consistent increase in the weight of the FeO_x powder leads to an increase in the mass fraction of the α-Fe₂O₃ phase to 91% stage at the final stage of synthesis.

Keywords: FeO_x, Fe₂O₃, Fe₃O₄, SCS with ICS elements, maximum temperature