Изследване върху оползотворяването на отпадъчна окалина

Иван Чомаков, Снежана Корудерлиева, Ганка Колчакова, Теодора Райчева

Investigation on utilization of iron oxide waste (okalina): *The application of magnetic powders is one of the techniques used to search for suspects finger – prints in the crime scene. An investigation has been made of using a iron oxid waste (okalina) from steel procat production. An exsperimental heating process was carried out and after milling and fraction procedures a black magnetic fingerprint powder was obtained.*

Key words: *criminalistics, finderprints, iron oxide, okalina*

ВЪВЕДЕНИЕ

Дактилоскопските прахове са фини прахове, с които се посипват дактилоскопските следи от разследващите органи, с цел идентифициране извършителя на престъпление [1,2]. Опрашването на следите включва различни методи, които целят полепване на частиците прах върху оставените от релефа на кожата (на пръстите, дланите или ходилата) следи [3] и е една от многото на брой техники за проявяване на следи, но се прилага често върху по-големи площи на местопрестъплението, които не могат да бъдат преместени за анализ. Дактилоскопските прахове имат различен състав и цвят в зависимост от анализираната повърхност [4,5]. Те могат да се нанасят с дактилоскопска четка с фини влакна; чрез посипване и последващо издухване или чрез магнитен апликатор, когато се използва магнитен прах. При последния начин, тъй като няма докосване от влакънца, отпечатъците се увреждат по-малко ,отколкото при другите методи, а освен това повърхността не се зацапва от праха.

ИЗЛОЖЕНИЕ

Магнитен прах – изисквания

Магнитните прахове най-често се произвеждат от магнетит – Fe_3O_4, който е феримагнетик, като в състава им може да се включат никел, манган и въглерод (под формата на графит, сажди или гума арабика). Цветът трябва да е наситено черен или черно-кафяв за да се откроят детайлите върху фона. Той трябва да е достатъчни фин – с определена дисперсност, за да покаже детайлите на отпечатъка. Тъй като в повечето случаи железните прахове съдържат и други кристални фази като Fe_2O_3 –хематит и FeO – вюестит е необходимо да се знае тяхното количество. Известно е(6) ,че Fe_2O_3 съществува в α и γ форма. α Fe_2O_3 (хематит) е неферомагнитен и кристализира в ромбичната система има парамагнитни свойства и не се намагнитва. γ Fe_2O_3 кристализира в кубичната система – тип шпинел и има магнитни свойства [7]. Освен това е необходимо магнитният прах за дикталоскопски цели да се намагнитва от постоянен магнит и лесно да се размагнитва. Тази характеристика го определя като магнитно мек материал с хетеромагнитни свойства.

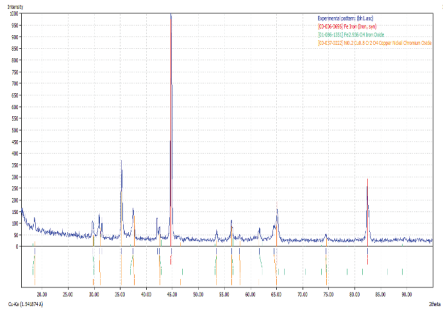
Резултатите от изследванията на дисперсността на магнитни прахове са представени в Табл.1.

Таблица 1

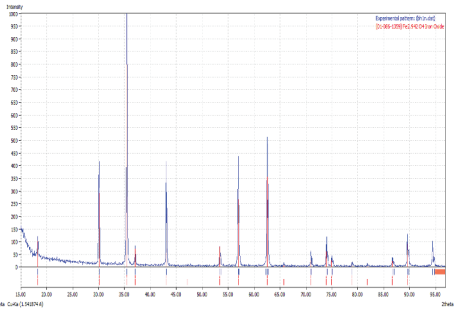
Фракционен състав на магнитни прахове

Остатък върху сито, mm	Германия, %	Румъния, %	България, %
0,1	1,0	3,0	5,0
0,08	61,0	1,5	45,0
0,063	3,0	94,5	15,0
0,044	21,0	-	21,0
под 0,044	14,0	1,0	14,0

По данни на рентгенофазовия анализ вносните магнитни прахове(Румъния), поради онечиствания на магнетита с други кристални фази на желязото, както и неорганични примеси , съдържат добавка от $NiO.2CuO.8Cr_2O_4$ за подобряване на магнитните свойства (Фиг.1). Праховете (Германия) се състоят от чист магнетит(Фиг.2). Цветът на праховете от Германия е метален, наситено черен, дисперсността позволява да се идентифицират всички следи и не зацапва обработвания релеф с много фина фракция.



Фиг.1. Дифрактограма на магнитен прах Румъния



Фиг.2. Дифрактограма на магнитен прах Германия

Отпадъчна окалина – характеристика и обработка

При технологията на прокатни изделия (различни стоманени профили като винкел, валцдрат, арматурно желязо и др.) в процеса на термичната обработка и пресуване на желязото се получава отпадъчен оксиден слой – окалина, която е смес от железни оксиди. Този отпадък, поради химичния си състав, онечиствания и вид (пластини, люспи, ламели) почти не се използва за директно рециклиране. В различните цехове окалината се онечиства от неорганични примеси – пясък, частици огнеупор и т.н. Органичните онечиствания най-често са масла и греси от смазочните системи на обработващите агрегати.

При термичната обработка на стоманите окалината се получава в няколко слоя с различен фазов състав, в зависимост от температурата: до 570^0C - I слой Fe_3O_4 и II слой Fe_2O_3; над 570^0C – I слой FeO, II слой Fe_2O_3 и Fe_3O_4, IIIслой Fe_3O_4 и IV слой Fe_2O_3.

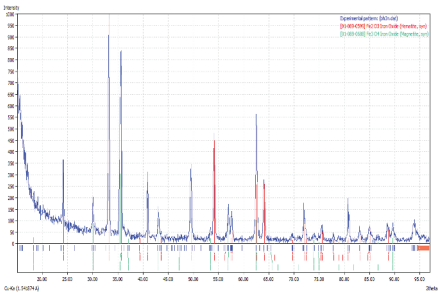
За провеждане на изследванията отпадъчната окалина предварително се промива с ацетон, за отделяне на органичните примеси, след което се суши. Очистването от груби неорганични примеси се осъществява чрез пресяване и магнитно сепариране. От проведения РФА (Фиг.3-4) се установи, че окалината се състои от Fe_3O_4 – магнетит, FeO – плустит, Fe_2O_3 – хематит и FeO – вюестит.

За хомогенизиране на фазовия състав и съществено увеличаване количеството на фаза Fe_3O_4 е проведена термообработка в интервала $550\text{-}750^0C$.

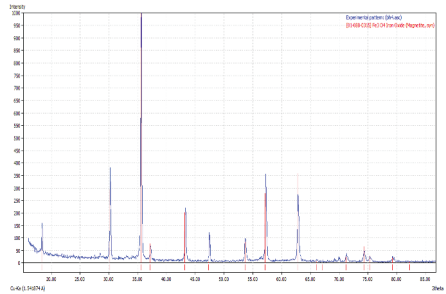
Фиг.3.Дифрактограма на окалина (125 μm)

Фиг.4. Дифрактограма на окалина (44 μm)

От дифрактограмите на Фиг.5-6 се установява, че термообработеният продукт при 600 - 650^{0}C – 1 час задръжка, съдържа само Fe_3O_4 и γ- Fe_2O_3, като и двете фази са магнитно меки.

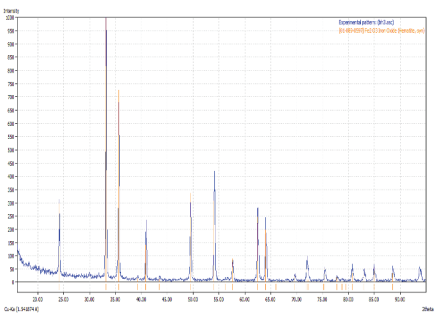


Фиг.5.Дифрактограма на окалина накалена 600^{0}C-1час

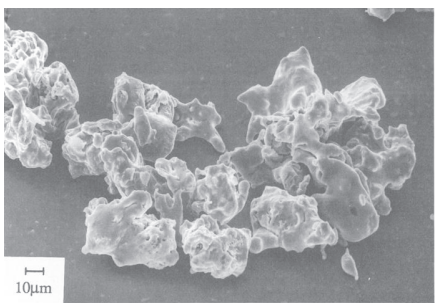


Фиг.6. Дифрактограма на окалина накалена 650^{0}C-1час

На дифрактограма Фиг.7 (окалина при 770^{0}C -1час) се установява само наличие на α- Fe_2O_3 – немагнитен материал.



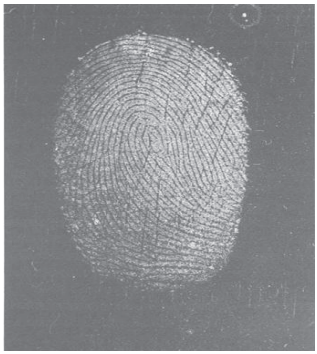
Фиг.7. Дифрактограма на окалина накалена 770^{0}C – 1час



Фиг.8. СЕМ на магнитен прах от окалина

За постигане на необходимата дисперсност е проведено смилане в топкова мелница за време 15-60min. След фракциониране, дисперсният състав е близък до този от Германия Табл.1. При време на смилане 30 min. и съотношение материал : млевни тела = 1:3, полученият прах е съставен от частици със сферична и иглеста форма (Фиг.8). Тези форми са получени чрез опитно установен режим на смилане с различни по диаметър млевни тела. Морфологичният състав на праха дава възможност върху наконечника на апликатора (магнитен стержен за нанасяне на праха) да се образува четкообразна форма, съставена от сферични частички в средата и иглести по периферията (Фиг.9). Последните след контакт с обекта лесно полепват и възпроизвеждат релефа на папилите.

Фиг.9. Апликатор с магнитен прах



Фиг.10. Дактилоскопски отпечатък, регистриран с получения магнитен прах

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведените изследвания и експерименти показват, че отпадъчната окалина от производството на стоманени изделия е ценен продукт, който след пречистване и термообработка може да се доведе до почти монофазов състав, със съдържание на Fe_3O_4 > 95%. Чрез смилане и фракциониране на преработения материал е получен черен магнитен прах , подходящ за целите на дактилоскопията.

ЛИТЕРАТУРА

[1] http:/en.wikipedia.org/wiki/fingerprint_powder

[2] James, J.D., Pounds, C.A.,and Wilshire, B., Magnetic Flake Fingerprint Technology,
Journal of Forensic Identification, 41, 1991, 237-247.

[3] Jonathan D. James, C.Anthony Pounds at al., J. of Forensic Sci, JFSCA, 38(2), 1993, 391-401.

[4] James, J.D., Pounds, C.A.,and Wilshire, B., Flake Metal Powders for revealing Latent Fingarprints, Journal of Forensic Science, 36, 1991, 1368-1375.

[5] Pounds, C.A., Developments in Fingerprint Vizualzation, Forensic Science Progress, 3, 1998, 91-119.

[6] Thonglon T., Chaikum N., Journal of Forensic Science, 55(5), 2010, 1343-1346.

[7] J. Olalde, C. Toledo at al., Acta Microscopica, 16(1-2), 2007

За контакти:

Доц. д-р Иван Чомаков, Катедра „Технология на материалите и материалознание”, Университет „Проф. д.р Асен Златаров” – Бургас,
тел:056 858 262, e-mail : ivan.tschomakov@abv.bg

Докладът е рецензиран.