

to the formation or the recovery of intermolecular bonds. However, seven days later the viscosity-temperature characteristics of the crude oil did not reach the initial values.

The ultrasonic treatment leads to the change in the fractional composition PHRO-2: boiling point decreases (i.b.p) and the fractional yield boiling up to 350 °C increases (Fig. 5).

Thus, the ultrasound treatment can lead to the significant changes in the properties of crude oils. The efficiency of ultrasound depends on both the composition of crude oil and the exposure time on the oil system.

REFERENCES

1. Oil of Russia: fantastic revenues and horrific problem of data [electronic resource]. – Mode of access: <http://www.profi-forex.org/news/entry1008100201.html>. – 06.01.2012.
2. Promtov M.A., Avseev A.S. Switching technology and oil refining // Refining and Petrochemicals. – 2007. – № 6. – P. 22–24.
3. Pliss A.A., Zolotov V.P., Yakimov A.V. Effect of ultrasound on the physicochemical properties of oil // Interval. – 2007. – № 3. – P.36.
4. Korenbaum V.I. The method for evaluating the influence of acoustic vibrations on the fluidity of gelled media near the wall of the pipeline [electronic resource]. – Mode of access: <http://www.freepatent.ru/patents/2439535.html>. – 10.01.2012.
5. Mullakaev M.S., Abramov V.O., Volkov G.I., Prozorova I.V., Yudina N.V. Investigation of the effect of ultrasonic treatment and chemical agents on the rheological properties of viscous oils // Equipment and technologies for oil and gas industry. – 2010. – № 5. – P. 31–34.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ЛИТИЙ-ТИТАНОВЫХ ФЕРРИТОВ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДОВ ТЕРМИЧЕСКОГО И РФА АНАЛИЗОВ

А.Л. Астафьев, Е. Н. Лысенко

Научный руководитель: д.ф-м.н, зам. директора по научной работе ИНК А.П. Суржиков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: astafeval@tpu.ru

INVESTIGATION OF THE PHASE COMPOSITION OF LITHIUM-TITANIUM FERRITES USING THE METHODS OF THERMAL AND X-RAY ANALYSIS

A.L. Astafyev, E.N. Lysenko

Scientific Supervisor: Dr. A.P. Surzhikov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: astafeval@tpu.ru

In this paper is shown a study of the phase composition in the synthesis of lithium-titanium ferrite composition $Li_{0.6}Fe_{2.2}Ti_{0.2}O_4$ using thermo magnetometric method based on gravimetric measurements in a magnetic field. A data of thermo magnetometric analysis were compared with the data of X-ray analysis. The studies showed that the method of the magnetometric analysis best reflects the formation of the magnetic phase in the synthesis of ferrite, and therefore provides a more precise estimate of the phase composition of the synthesis products.

Введение. При получении многокомпонентных магнитных материалов, включая ферриты, большое внимание уделяется получению порошков максимально гомогенизированных на стадии синтеза.

Один из традиционных методов контроля гомогенности состава является метод рентгенофазового анализа (РФА). Однако применительно к литий-замещенным феррошпинелям, РФА анализ в количественном плане и с точки зрения достоверности требует дополнительных уточнений, поскольку данным методом трудно разделять разнообразные шпинельные фазы, образование которых возможно в многокомпонентных системах $\text{Li}_{0,5(1+x)}\text{Fe}_{2,5-1,5x}\text{Ti}_x\text{O}_4$ [1]. Таким образом, осуществить корректное разложение таких отражений практически невозможно. По этой причине для анализа фазовых превращений при синтезе литий-замещенных ферритов возможно применение метода термомагнитометрии ТГ(М)/ДТГ(М), который представляет собой метод термогравиметрического анализа с приложенным на образцы магнитным полем [2]. Возможности метода ТГ(М)/ДТГ(М) продемонстрированы на примерах синтеза литиевого [3] и литий-цинкового феррита [4], но возможность применения магнитометрического метода при исследовании синтеза литий-титановых ферритов широкого состава требует дополнительной проработки.

В настоящей работе с помощью математического моделирования проведена оценка фазового состава продуктов синтеза на примере образования литий-замещенной феррошпинели $\text{Li}_{0,6}\text{Fe}_{2,2}\text{Ti}_{0,2}\text{O}_4$.

Методика эксперимента. Исследованные литий-замещенные феррошпинели были изготовлены методом твердофазного синтеза по реакции: $\text{Li}_2\text{CO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 \rightarrow \text{Li}_{0,5(1+x)}\text{Fe}_{2,5-1,5x}\text{Ti}_x\text{O}_4 + \text{CO}_2$, где $x = 0,2$.

На этапе твердофазного синтеза образцы были разделены на две группы, одна часть образцов (группа А) обжигалась в течение 480 минут с включением операции помола через каждые 120 минут, вторая (группа Б), после компактирования обжигалась в течение 480 минут без дополнительных операций.

После операции обжига образцы подвергались РФА и ТГ(М)/ДТГ(М) анализам. РФА анализ проводился на дифрактометре *ARL X'TRA*. Идентификация фаз проводилась с использованием порошковой базы данных *PDF-4* Международного центра дифракционных данных (ICDD). Термогравиметрический анализ осуществлялся на термическом анализаторе *STA 449C Jupiter* фирмы *Netzsch* (Германия), с прикрепленной магнитной сборкой, из двух постоянных магнитов, для осуществления контроля над магнитным состоянием образцов.

Определение фазового состава проводилось с помощью математического моделирования с применением программного обеспечения *Peak Separation*, разработанного фирмой *Netzsch*.

Экспериментальные результаты и их обсуждение. На рисунке 1 представлены фрагменты рентгеновских дифрактограмм для образцов А и Б. При анализе фазового состава образцов в программе *Powder Cell 2,5* включался дискретный набор фаз литий-титановых ферритов $x_{\text{Ti}}=0;0,2;0,4;0,6;0,8$.

Результаты РФА анализа, представленные в таблице 1, показали, что все наблюдаемые рефлексы принадлежат шпинельной фазе. Идентификация фаз показала существенное различие между образцами разных типов. Для образцов группы А, наблюдается полная гомогенность состава конечного продукта синтеза, в то время как для образцов группы Б основное содержание фазы колеблется в области чистого литиевого феррита.

Иной результат показал термомагнитометрический анализ, представленный на рисунке 2. На кривых ТГ(М) наблюдалось наличие весовых скачков при температурах переходов «ферримагнетик-парамагнетик» для каждой из присутствующих в образце магнитных фаз. Таким образом, количество

пиков на кривых ДТГ(М), являющиеся производными кривых ТГ(М), характеризует количество доминирующих в образце магнитных фаз.

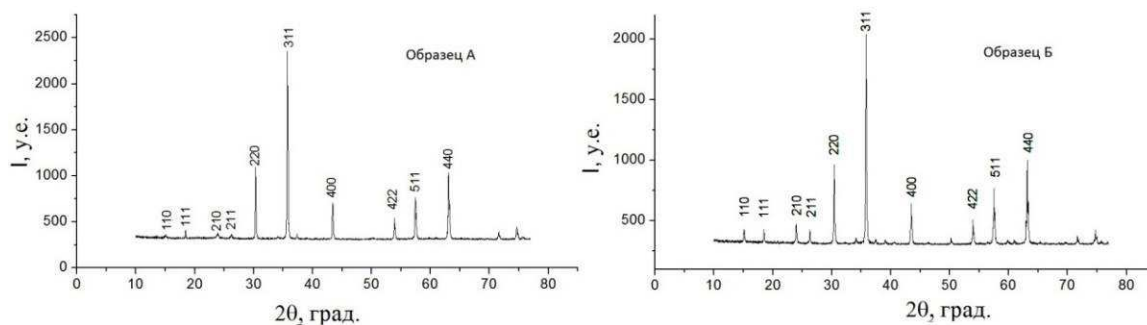


Рис. 1. Дифрактограммы для образцов $Li_{0,6}Fe_{2,2}Ti_{0,2}O_4$ синтезированных при различных режимах

Численные значения соответствующие каждому пику, определенному при моделировании, приведены в таблице 2. Как видно из таблицы 2, значения концентрации фазы колеблется в диапазоне

Таблица 1. Результат РФА анализа

| Тип образца | Фазы | Концентрация фазы, % |
|-------------|------------------------------------|----------------------|
| А | $Li_{0,6}Fe_{2,2}Ti_{0,2}O_4$ | 100 |
| Б | $Li_{0,9}Fe_{1,3}Ti_{0,8}O_4$ | 14 |
| | $Li_{0,525}Fe_{2,425}Ti_{0,05}O_4$ | 86 |

Таблица 2. Результат математического моделирования

| № пика | Позиция пика, °С | Площадь пика, % | X_{Ti} |
|-----------|------------------|-----------------|----------|
| Образец А | | | |
| 1 | 557,11 | 46,57 | 0,14 |
| 2 | 577,44 | 22,62 | 0,1 |
| 3 | 622,31 | 30,8 | 0,02 |
| Образец Б | | | |
| 1 | 619,73 | 8,5 | 0,02 |
| 2 | 626,92 | 22,49 | 0,01 |
| 3 | 632,13 | 69 | 0 |

0-0,14 %. Однако, у образцов группы А, наблюдается высокое содержание фазы с содержанием титана $x_{Ti}=0.14$. В тоже время, у образцов группы Б наблюдается высокое содержание чистого литиевого феррита $LiFe_5O_8$.

Результаты исследований фазового состава литий-титанового феррита показали существенное различие в полученных данных по результатам РФА и термического анализа. Надо отметить, что возможности РФА метода ограничены в связи с невозможностью разделения фаз с близкими параметрами решетки. Наиболее полная картина по фазовому составу наблюдается при термомагнитометрическом анализе. Таким образом, можно говорить о том, что метод термомагнитометрического анализа позволяет более

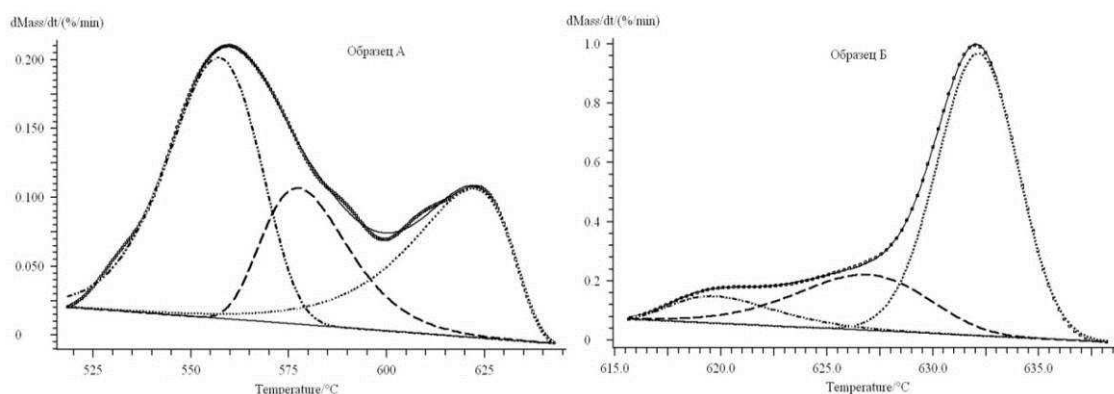


Рис. 2. Результат разложения кривой математическим моделированием: сплошная линия экспериментальная кривая ДТГ(М), пунктир – результат разложения

строго определять температуры магнитных фазовых переходов и тем самым более полно характеризовать фазовый состав образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках государственного задания «Наука».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Левин Б.Е., Третьяков Ю.Д., Летюк Л.М. Физико-химические основы получения, свойства и применение ферритов. – М.: Металлургия, 1979. – 472 с.
2. Gallagher P.K. Thermomagnetometry. // J. Therm. Anal. Calorim. – 1997. – V. 49. – № 1. С. 33–44.
3. Surzhikov A.P., Pritulov A.M., Lysenko E.N., Sokolovskiy A.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A. Calorimetric investigation of radiation-thermal synthesized lithium pentaferriite//J. Therm. Anal. Calorim. – 2010. – V. 101. – № 1. –С. 11–13.
4. Surzhikov A.P., Lysenko E.N., Vasendina E.A. Sokolovskii A.N., Vlasov V.A., Pritulov A.M. Thermogravimetric investigation of the effect of annealing conditions on the soft ferrite phase homogeneity // J. Therm. Anal. Calorim. –2011. – V. 104. – №. 2. – P. 613–617.

ПАРАМАГНИТНЫЕ ЦЕНТРЫ В ЦЕМЕНТНЫХ МАТЕРИАЛАХ КАК ИНДИКАТОР ИЗМЕНЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Д.А. Афанасьев¹, Ю.С. Саркисов², А.А. Клопотов²

Научный руководитель: профессор, д.т.н. Ю.С. Саркисов

¹ООО «Научно-исследовательская организация «Сибур-Томскнефтехим»,

Россия, г. Томск, Кузовлевский тракт, д. 2, стр. 270, 634067

²Томский государственный архитектурно-строительный университет,

Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2, 634003

E-mail: a.dmitri.86@gmail.com

PARAMAGNETIC CENTERS IN CEMENT MATERIALS AS AN INDICATOR OF CHANGES IN MECHANICAL PROPERTIES

D.A. Afanasev¹, Yu. S. Sarkisov², A.A. Klopotov²

Scientific Supervisor: Prof., Dr. Yu.S. Sarkisov

¹Research organization «Sibur-Tomskneftechim» LLC, Russia, Tomsk, Kuzovlevski trakt 2, b. 270, 634067

²Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, sqr. Solyanaya, 2, 634003

E-mail: a.dmitri.86@gmail.com

Annotation. The results of studies by electron paramagnetic resonance (EPR) changes in the concentration of paramagnetic centers in the process of hardening cements. Shown that stronger cements characterized by a greater concentration of the paramagnetic centers.

Введение Бурное развитие современных технологий по созданию материалов с улучшенными или новыми функциональными свойствами сопровождается в последние два десятилетия неослабевающим ростом интереса к спиновой физике и химии в различных материалах (в полупроводниках [1], в цементах