

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт неразрушающего контроля
Направление подготовки приборостроение
Кафедра физических методов и приборов контроля качества

МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ

Тема работы

РАЗРАБОТКА ТЕРМОМАГНИТОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА КОНТРОЛЯ
ГОМОГЕННОСТИ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ФЕРРИТОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

УДК 621.318.13:620.181

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4А	Тойчбай Эركانат		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	доктор физ.- мат. наук		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Зав. каф. МЕН	Чистякова Наталья Олеговна	кандидат экономическ их наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент каф. ЭБЖ	Анищенко Юлия Владимировна	кандидат технических наук		

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	доктор физ.- мат. наук		

Томск – 2016 г.

Планируемые результаты обучения

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требование ФГОС ВПО, критериев и/или заинтересованных сторон
P1	Способность совершенствовать и повышать свой интеллектуальный и общекультурный уровень и специальные знания в области математических, естественных, гуманитарных и экономических наук в комплексной инженерной деятельности на основе целостной системы научных знаний об окружающем мире;	Требования ФГОС (ОК-1, Критерий 5 АИОР (п.1.1, 1.3), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P2	Способность адаптироваться к новым ситуациям, переоценивать накопленный опыт, анализировать свои возможности в понимании сущности и значения информации в развитии современного общества, владение основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации; использование для решения коммуникативных задач современных технических средств и информационных технологий в профессиональной области.	Требования ФГОС (ОК-7, Критерий 5 АИОР (п.1.4, 1.5, 1.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P3	Способность использовать на практике умения и навыки в организации исследовательских и проектных работ, в управлении коллективом; эффективно работать индивидуально и в качестве члена команды, демонстрируя навыки руководства отдельными группами исполнителей; в том числе над междисциплинарными проектами, уметь проявлять личную ответственность, приверженность профессиональной этике и нормам ведения профессиональной деятельности.	Требования ФГОС (ОК-4,50 Критерий 5 АИОР (п.1.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P4	Способность к самостоятельному обучению новым методам исследования, к изменению научного и научно-производственного профиля своей профессиональной деятельности; разрабатывать самостоятельно техническую документацию; четко излагать и защищать результаты комплексной инженерной деятельности в областях контроля качества продукции предприятий измерительной техники и точного приборостроения; приобретать с помощью информационных технологий и использовать в практической деятельности умения непосредственно не связанных со сферой деятельности.	Требования ФГОС (ОК-2,ОК—6,ОК-3) Критерий 5 АИОР (п.1.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P5	Умение использовать основные законы естественнонаучных дисциплин, методы математического анализа и моделирования, основы теоретического и экспериментального исследования в комплексной инженерной деятельности при разработке средств измерения и контроля, используя стандартные пакеты и средства автоматизированного проектирования в приборостроении..	Требования ФГОС (ПК-1,ПК-10), Критерий 5 АИОР (п.1.2, 1.4), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P6	Умение профессионально эксплуатировать современное оборудование и приборы в соответствии с целями магистерской программы, организовывать технологическую подготовку производства приборных систем различного назначения и принципа действия, разрабатывать и внедрять новые технологические процессы с использованием гибких САПР и оценивать их экономическую эффективность и инновационные риски при их внедрении.	Требования ФГОС (ПК-15,ПК-4,ПК-17), Критерий 5 АИОР (п.2.1), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P7	Способность проектировать приборные системы и технологические процессы с использованием средств САПР и опыта разработки конкурентоспособных изделий; осуществлять проектную деятельность в профессиональной сфере на основе системного подхода.	Требования ФГОС (ПК-10,ПК-7), Критерий 5 АИОР (п.2.6), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
P8	Умение разрабатывать методики проведения теоретических и экспериментальных исследований по анализу, синтезу и оптимизации методов измерения контроля и диагностики, используемых в приборостроении; способность разработать и	Требования ФГОС (ПК-16,ПК-23,ПК-25) ПК-2,26,27,28), Критерий 5 АИОР (п.2.3, 2.4),

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)	Требование ФГОС ВПО, критериев и/или заинтересованных сторон
	проводить оптимизацию натуральных экспериментальных исследований приборных систем с учётом критериев надёжности; использовать результаты научно-исследовательской деятельности и пользоваться правами на объекты интеллектуальной собственности.	согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
Р9	Умение организовывать современное метрологическое обеспечение технологических процессов производства приборных систем и разрабатывать новые методы контроля качества выпускаемой продукции и технологических процессов; решать экономические и организационные задачи технологической подготовки приборных систем и выбирать системы обеспечения экологической безопасности в производстве и при технологическом контроле.	Требования ФГОС (ПК-18; ПК-19) Критерий 5 АИОР (п.2.2), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>
Р10	Способность проектировать математические модели анализа и оптимизации объектов исследования, выбирать численные методы их моделирования или разработать новый алгоритм решения задачи; выбирать оптимальные методы и программы экспериментальных исследований и испытаний, проводить измерения с выбором современных технических средств и обработкой результатов измерений.	Требования ФГОС (ПК-10; ПК-21, ПК-22) Критерий 5 АИОР (п.2.5), согласованный с требованиями международных стандартов <i>EURACE</i> и <i>FEANI</i>

Министерство образования и науки Российской Федерации
 федеральное государственное автономное образовательное учреждение
 высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт неразрушающего контроля
 Направление подготовки приборостроение
 Кафедра физических методов и приборов контроля качества

УТВЕРЖДАЮ:
 Зав. кафедрой
 _____ А.П. Суржиков
 (Подпись) (Дата) (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме: магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4А	Тойчбай Эركانат

Тема работы:

Разработка термомагнитометрического метода контроля гомогенности и фазового состава ферритовых материалов

Утверждена приказом директора

№ 2655/с от 27.04.15

Срок сдачи студентом выполненной работы:

01.06.16

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	<i>Объект исследований:</i> термомагнитометрический метод исследование фазового состава ферритовых материалов
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов:	<ul style="list-style-type: none"> – обзор понятий в области ферритовых материалов – определение температуры Кюри в ферритовых материалов – Анализ чувствительности термомагнитометрического метода по сравнению с РФА – Исследование фазового состава ферритовых материалов с помощью методов термогравиметрии и РФА анализов.
Перечень графического материала	Презентация, выполненная в MS PowerPoint

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы	
Раздел	Консультант
«Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»	Чистякова Наталья Олеговна
«Социальная ответственность»	Анищенко Юлия Владимировна
Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:	
1.1 Кристаллохимия ферритов	
1.2 Магнитные особенности ферритовых материалов	
1.2.1 Свойства феррита в постоянном магнитном поле	
1.2.2 Магнетизм феррошпинелей	
1.2.3 Ферритовые магнитоэлектрики	
1.3 Методы определения температуры юри в ферритовых материалах	
1.3.1 Индуктивный метод	
1.3.2 Магнитометрический метод	
1.3.3 Метод Зилова-Ренкина.	
1.3.4 Термогравиметрический метод	

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику	
---	--

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	доктор физ.-мат. наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4А	Тойчбай Эركانат		

Министерство образования и науки Российской Федерации
 федеральное государственное автономное образовательное учреждение
 высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт неразрушающего контроля

Направление подготовки (специальность) 12.04.01 Приборостроение

Уровень образования: магистратура

Кафедра физических методов и приборов контроля качества

Период выполнения (осенний/весенний семестр 2015/2016 учебного года)

Форма представления работы:

магистерская диссертация

(бакалаврская работа, дипломный проект/работа, магистерская диссертация)

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 Выполнения выпускной квалифицированной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	01.06.2016
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля)/ вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
02.02.16	Выбор направления исследования и способы решения задач	5
09.02.16	Изучение и анализ научной литературы	20
02.03.16	Разработка методика теоретических исследований	5
21.03.16	Разработка методика исследования	10
04.04.16	Проведение экспериментальных работ	25
28.04.16	Обработка и анализ полученных результатов	5
16.05.16	Обсуждение и оценка полученных результатов	10
30.05.16	Оформление пояснительной записки	20

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	доктор физ.- мат. наук		

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	доктор физ.- мат. наук		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И
РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»**

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4А	Тойчбаю Эركانату

Институт	ИНК	Кафедра	ФМПК
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	Приборостроение

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:	
<i>Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</i>	<i>Работа с информацией, представленной в российских и иностранных научных публикациях, аналитических материалах, статистических бюллетенях и изданиях, нормативно-правовых документах; анкетирование; опрос</i>
<i>Нормы и нормативы расходования ресурсов</i>	
<i>Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</i>	
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
<i>Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</i>	<i>Проведение предпроектного анализа Анализ конкурентных технических решений Выполнение SWOT– анализа проекта Оценка готовности проекта к коммерциализации</i>
<i>Планирование и формирование бюджета научных исследований</i>	<i>Определение целей, ожидаемых результатов и требований проекта Организационная структура проекта Ограничения и допущения проекта Определение заинтересованных сторон и их ожиданий</i>
<i>Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</i>	<i>Оценка экономической эффективности исследования</i>
Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):	
<i>Оценка конкурентоспособности технических решений Матрица SWOT Альтернативы проведения НИ График проведения и бюджет НИ Оценка ресурсной, финансовой и экономической эффективности НИ</i>	

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой МЕН	Чистякова Наталья Олеговна	кандидат экономических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4А	Тойчбай Эركانат		

**ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА
«СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»**

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4А	Тойчбаю Эركانату

Институт	ИНК	Кафедра	ФМПК
Уровень образования	магистратура	Направление/специальность	Приборостроение

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:	
1. Характеристика объекта исследования (вещество, материал, прибор, алгоритм, методика, рабочая зона) и области его применения	Объект исследование: ферритовые материалы, термомагнитометрический метод контроля.
Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:	
1. Производственная безопасность 1.1. Анализ выявленных вредных факторов 1.2. Анализ выявленных опасных факторов	<i>Вредные факторы:</i> <i>некомфортные метеоусловия;</i> <i>производственный шум;</i> <i>недостаточная освещенность;</i> <i>напряженность труда.</i> <i>электромагнитных полей</i> <i>К опасным факторам относится:</i> <i>- электрический ток.</i>
2. Экологическая безопасность	<i>Проводимые исследования и расчеты являются экологически безопасными.</i>
3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях	<i>Возможны ЧС техногенного характера.</i>
4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности	– специальные (характерные для проектируемой рабочей зоны) правовые нормы трудового законодательства; – организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны (СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы)

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику	
---	--

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
доцент	Анищенко Юлия Владимировна	кандидат технических наук		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4А	Тойчбай Эركانат		

РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа 149 с., 21 рис., 22 табл., 85 источник, 6 прил.

Ключевые слова: ферриты, температура Кюри, фазовый состав, термомагнитометрический анализ, РФА анализ.

Объектом исследования является: ферритовые материалы и термомагнитометрический метод контроля.

Цель работы – разработать метод контроля гомогенности и фазового состава ферритовых материалов, основанных на термогравиметрических измерениях в магнитном поле.

Метод проведения исследования: Термогравиметрия (ТГ) – метод термического анализа, при котором регистрируется изменение веса образца в зависимости от температуры. Оборудование для исследования термогравиметрического анализа является термический анализатор STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия). Для сравнения было проведено рентгенофазовый анализ (РФА). РФА – идентификация различных фаз в смеси кристаллических веществ на основе создаваемой ими дифракционной картины.

В процессе исследования проводились:

- описание физико – химических свойств ферритов ;
- определение температуры Кюри ферритовых материалов методом термогравиметрического анализа;
- Исследование чувствительности термомагнитометрического анализа магнитной фазы для состава $\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$;
- Исследование фазового состава ферритов с помощью методов термогравиметрического(ТГ) и Рентгенофазовых анализов(РФА) .

В результате исследования был разработан термомагнитометрический метод анализа гомогенности и фазового состава ферритовых материалов. Область применения исследования – улучшение существующих методики контроля свойств ферритовых материалов.

Определения

В данной работе применены следующие термины с соответствующими определениями:

Ферриты: материалы, обладающие особыми магнитными и диэлектрическими свойствами;

Феррошпинель: ферриты с кристаллической структурой шпинели (минерал класса сложные оксиды);

РЗЭ – редкоземельные элементы, семейство из 17 хим. элементов III группы периодической системы;

Прецессировать – это явление, под действием момента внешней силы импульсный момент объекта меняет своё направление в пространстве.

Ферритовые магнитодиэлектрики: смесь ферритовых порошков с органическими смолами или другими изоляционными материалами;

Магнитопласты: постоянные магниты, состоящие из смеси магнитного порошка (95% по массе) и полимерного связующего наполнителя (5%).

Температура Кюри: температура, при которой, ферритовый материал теряет свои магнитные свойства;

Термогравиметрический метод: метод термического анализа, позволяющий получать данные об изменении и скорости изменения веса образца при равномерном нагревании или охлаждении исследуемого материала;

Термоанализатор: прибор для измерения термодинамических характеристик (температуры фазовых переходов и теплоты, теплоёмкости) и измерения изменения массы порошкообразных и твёрдых материалов в процессе их нагрева;

Рентгенофазовый метод (РФА): метод, основанный на определении различных фаз в смеси кристаллических веществ на основе создаваемой ими дифракционной картины;

Дифрактометр: прибор для измерения интенсивности и направления излучения, дифрагированного на кристаллическом объекте.

Нормативные ссылки

В настоящей работе использованы ссылки на следующие стандарты:

1. ГОСТ Р 1.5 – 2012 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные Российской Федерации. Правила построения, изложения, оформления и обозначения.
2. ГОСТ 2.104 – 2006 Единая система конструкторской документации. Основные надписи.
3. ГОСТ 2.105 – 95 Единая система конструкторской документации. Общие требования к текстовым документам.
4. ГОСТ 2.106 – 96 Единая система конструкторской документации. Текстовые документы.
5. ГОСТ 3.1102 – 2011 Единая система технологической документации. Стадии разработки и виды документов.
6. ГОСТ 3.1105 – 2011 Единая система технологической документации. Формы и правила оформления документов общего назначения.
7. ГОСТ 7.0.5 – 2008 Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу. Библиографическая ссылка.
8. ГОСТ 7.1 – 2003 Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу. Библиографическая запись. Библиографическое описание.
9. ГОСТ 7.9 – 95 Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу. Реферат и аннотация.
10. ГОСТ 7.32 – 2001 Система стандартов по информации, библиотечному и издательскому делу. Отчёт о научно-исследовательской работе. Структура и правила оформления.
11. ГОСТ 8.417 – 2002 Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин.

Обозначения и сокращения

РЗЭ – редкоземельные элементы;

ТГ – термогравиметрия

ДТГ – деривативный термогравиметрический кривой

СТА - прибор синхронного термического анализа

РФА – рентгенофазовый анализ

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	17
1 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ФЕРРИТОВ	20
1.1 Кристаллохимия ферритов.....	20
1.2 Магнитные особенности ферритовых материалов	23
1.2.1 Свойства феррита в постоянном магнитном поле.....	23
1.2.2 Магнетизм феррошпинелей	25
1.2.3 Ферритовые магнитоэлектрики	26
1.3 Методы определения температуры Кюри в ферритовых материалах.....	29
1.3.1 Индуктивный метод.....	29
1.3.2 Магнитометрический метод.....	32
1.3.3 Метод Зилова-Ренкина.	37
1.3.4 Термогравиметрический метод	39
2 МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ	45
2.1 Рентгенофазовый анализ	45
2.1.1 Дифрактометр ARL X'TRA.....	47
2.2 Термогравиметрический метод анализа	50
2.3 Прибор синхронного термического анализа (STA).....	52
3 ИССЛЕДОВАНИЯ ГОМОГЕННОСТИ И ФАЗОВОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ТЕРОМАГНИТОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА	57
3.1 Исследование температуры Кюри ферритовых материалов термогравиметрическим методом.	57
3.2 Чувствительность термомагнитометрического анализа магнитной фазы в смеси $\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$	62
3.2.1 Методика эксперимента	62
3.3.2 Экспериментальные результаты и их обсуждение.....	63
3.3 Исследование фазового состава литий-титановых ферритов с помощью методов термогравиметрии и РФА анализов.	65
3.3.1 Методика эксперимента	66
3.3.2 Экспериментальные результаты и их обсуждение.....	66

4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРИЖЕНИЕ	70
4.1. Потенциальные потребители результатов исследования	70
4.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения.....	71
4.3 SWOT-анализ.....	72
4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации.....	74
4.5 Инициация проекта	75
4.5.1 Цели и результаты проекта	75
4.5.2 Организационная структура проекта	76
4.6. Планирование управления научно-техническим проектом.....	77
4.6.1 Иерархическая структура работ проекта.....	77
4.6.2 Матрица ответственности	77
4.6.3 Контрольные события проекта	78
4.6.4 Реестр рисков проекта	79
4.6.5 План проекта.....	80
4.7 Бюджет научного исследования	81
4.7.1 Расчет затрат на сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты	81
4.7.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ	82
4.7.3 Расчет основной заработной платы.....	83
4.7.4 Расчет дополнительной заработной платы.....	84
4.7.5 Расчет отчислений на социальные нужды.....	85
4.7.6 Расчет накладных расходов	85
4.7.7 Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями	86
4.7.8 Оценка экономической выгоды проекта.....	86
4.7.9 Оценка сравнительной эффективности исследования	87
5 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ.....	90
5.1 Анализ вредных и опасных факторов при проведении исследований.....	91
5.1.1. Некомфортные метеороусловия.....	91

5.1.2 Повышенный уровень шума.....	92
5.1.3 Недостаточная освещенность	93
5.1.4 Электромагнитное поле.....	95
5.1.5 Напряженность труда	96
5.2. Электрический ток.....	98
5.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях.....	100
5.4 Экологическая безопасность.....	103
5.5 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны	103
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	106
СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ	108
СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ	109
Приложение А	117
Приложение Б.....	143
Приложение В.....	144
Приложение Г	145
Приложение Д.....	146
Приложение Е.....	147

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время ферритовые материалы широко используются в радиотехнике, автоматике, электронике, вычислительной технике (антенны, ферритовые поглотители электромагнитных волн, элементы памяти, постоянные магниты, сердечники и т.д.). Для изготовления качественных и долго служащих ферритовых материалов не достаточно знать их химический состав. Многие ферриты после воздействия термообработки становятся прочнее, но при этом химический состав не меняется. Иногда незначительное изменение химического состава может создать непропорционально большое изменение технологических или механических свойств материала. Важно знать, каким образом составные компоненты, присутствующие в материале влияют на свойства, а для этого нам нужно знать его фазовый состав. Можно сказать, что возможные свойства определяются химическим составом, а фазовым составом определяются фактические свойства материала.

При изготовлении многокомпонентных ферритов особым этапом является получение первичных порошков, наиболее гомогенизированных на стадии их синтеза. Для повышения гомогенности порошков наиболее простым и технологичным подходом является включение в режим синтезирующего обжига многократных операций перемешивания и промежуточного помола. При таких длительных температурно-временных режимах синтеза нужен тщательный контроль над фазовым составом порошков на всех этапах обжига.

Широко известным методом идентификации фазового состава материалов является рентгенофазовый анализ (РФА). Однако в случае с литий-замещенными феррошпинелями, РФА в количественном плане и с точки зрения достоверности требует дополнительных операций уточнения, поскольку данный метод не позволяет разделять все возможные шпинельные фазы с близкими параметрами решетки, образование которых возможно в многокомпонентных системах [1]. Таким образом, осуществить корректное разложение РФА отражений от таких фаз 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].

Объект исследования и предмет: Термомагнитометрический метод измерения, основанный на термогравиметрическом анализе гомогенности и фазового состава ферритов.

Предмет исследования – контроль фазовой гомогенности ферритовых материалов.

Научная и практическая новизна – с помощью термомагнитометрического метода контроля оценить фазовый состав литий-замещенных феррошпинелей.

Практическая значимость результатов ВКР – определение гомогенности фазового состава ферритов обеспечивает получение высококачественной продукции ферритовой керамики. Результаты исследования имеют важность для развития физических представлений о механизмах твердофазовых процессов, таких как спекание ферритовой керамики в условиях их нагрева и на этапе синтеза сложно оксидных соединений.

Полученные результаты могут использоваться в организациях и учреждениях, занимающихся производством ферритов Компании «Научно-Технический Центр "СЗЛ"» и «ЛЭПКОС».

Реализация и апробация работы – с применением метода термомагнитометрии были определены температуры Кюри ферритовых материалов. Сравнивались чувствительность методов РФА и термомагнитометрии основываясь на идентификацию фазового состава магнитных и немагнитных смесей. Исследован фазовый состав литий-титановых ферритовых образцов методом термомагнитометрии.

Результаты исследования были опубликованы на XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития

фундаментальных наук», Россия, Томск, 26–29 апреля 2016 г. и на VI Всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Неразрушающий контроль: электронное приборостроение, технологии, безопасность» 23-27 мая, 2016 Томск, Россия

1 ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ФЕРРИТОВ

1.1 Кристаллохимия ферритов

Ферромагнетики (ферриты) – вещества, обладающие спонтанной намагниченностью, т.е. они намагничены даже при отсутствии внешнего магнитного поля. К ферромагнетикам кроме основного их представителя – железа – относится, например, кобальт, никель и их сплавы.

Ферриты (оксиферы) – химические соединения оксидов металлов с оксидом железа Fe_2O_3 , наделенные характерными магнитными (ферримагнетики) свойствами. Следующие структурные группы относятся к важным ферритам [1].

Ферромагнетики со структурой шпинели имеющие общую формулу $MeFe_2O_4$, где Me - Cu, Mg, Zn, Mn, Fe, Cd, Co, Ni [3]. Они обладают особенностью кристаллизоваться в кубическую кристаллическую решетку группы Fd_{3m} , $z = 8$. В эту группу входят ферриты лития $Li_{0,5}Fe_{2,5}O_4$, где ионы Me^{2+} расположены в октаэдрических узлах, а ионы железа Fe^{3+} – в тетраэдрических узлах. В обращенных шпинелях половина этих ионов и ионы Me^{2+} – в тетраэдрических, а другая половина ионов Fe^{3+} находится в октаэдрических позициях. В большинстве случаев встречаются смешанные шпинели, в которых два вида ионов находятся и в тех, и в других позициях. Значительное количество Fe_2O_3 растворяется в ферромагнетиках со структурой шпинели. Они образуют непрерывные твердые растворы друг с другом, Fe^{3+} частично замещается с другими ионами – Ti^{4+} , Al, Ga, Sc, In, а также Cr^{3+} и т.д.

Ферромагнетики со структурой граната обладают кубической кристаллической решеткой и входят в пространственную группу Id_{a3} , $z = 8$, обладающей общей формулой $R_3Fe_5O_{12}$, в которой R – РЗЭ (редкоземельные элементы, семейства из 17 химических элементов III группы периодической системы, включающей скандий, иттрий, лантан и лантаноиды: церий, празеодим, неодим, прометий, самарий, европий, гадолиний, тербий,

диспрозий, гольмий, тулий, иттербий и лютеций) от Lu до Sm, включая Y. Одна из важнейших из них – гранат иттрий-железа $Y_3Fe_5O_{12}$. В составе этих ферромагнетиков ионы РЗЭ занимают декаэдрические позиции, 2/5 ионов - октаэдрические, остальные 3/5 Fe^{3+} -тетраэдрические. R ионы могут частично замещаться ионами РЗЭ с большим ионными радиусами (La, Nd, Pr, не включая Ce), а также двухвалентными ионами Sr, Mn, Ca (здесь часть Fe^{3+} замещается ионами с большим зарядом - Zr^{4+} , Ti^{4+} , Sn^{4+} , Si^{4+} , V^{5+} , даже Ge^{4+} и т. п.) и Bi. Железо в ферритовых – гранатах может частично замещаться с Ga, Sc, Al, In, Cr^{3+} , причем Sc, In, Cr^{3+} преимущественно занимают октаэдрические, а остальные – тетраэдрические позиции.

Гексаферриты – это ферриты типа минералов магнетоплюмбита $PbFe_{12}O_{19}$ (пространственной группы $R\bar{6}_3/mmc$) или им родственной с гексагональной структурой. Известно несколько видов этих ферритов, в частности $BaFe_{12}O_{19}$ (обозначаются M, часто называют его ферроксдюрором), $BaM_2Fe_{16}O_{27}$ (обозначаются W, эти ферриты и последующие зачастую называют ферроксспланами), $Ba_4M_2Fe_{36}O_{60}$ (обозначаются V), $Ba_2M_2Fe_{28}O_{46}$ (обозначаются X), $Ba_3M_2Fe_{24}O_{41}$ (обозначаются Z), $BaM_2F_{12}O_{22}$ (обозначаются Y), где M – Mn, Fe^{2+} , Co, Ni, Mg, Zn, могут быть даже такие комбинаций как $Li^+ + Fe^{3+}$. Кристаллические структуры гексаферритов построены из гексагональных блоков отделенными от шпинельного блока, в которых имеются ионы Ba (могут частично или полностью замещаться ионами Sr, Pb или Ca). Ионы Ba могут замещаться с трехзарядными ионами, например, с La, наряду с этим равное количество ионов Fe^{3+} замещается на Fe^{2+} . Выполнимо также замещение ионов Fe с ионами Ga, Al или комбинацией четырех- и двухзарядных ионов.

Ортоферриты – это группа ферритов с ромбической структурой типа искаженной структуры перовскитанного $CaTiO_3$ минерала (пространственная группа P_{cmv} , $z = 4$). Общая формула $RFeO_3$, где R – РЗЭ. Структурными особенностями ортоферритов как и в других ферритах, являются разнообразные изоморфные замещения. Если ферримагнетиками являются все вышеописанные ферритовые группы, то ортоферриты являются

антиферромагнетиками и при очень низких температурах (ниже градуса К и несколько градусов) превращаются ферромагнетики.

Ферромагнетики, обычно, являются кристаллическими веществами с высокой температурой плавления и сравнительно высокой твердостью. Они не растворяются в воде и органических растворителях, однако полностью разлагаются кислотами. Стабильные на воздухе, однако при высоких температурах 1000 °С и выше могут разлагаться, а содержащиеся в них Mn^{2+} и Fe^{2+} – окисляться[4].

Производят поликристаллические ферриты по технологии получения керамики спеканием (при температурных режимах от 900 до 1500 °С в специальной атмосфере или на воздухе) смесей карбонатов или оксидов, совместно упаренных растворов солей (сульфатов, двойных сульфатов типа шенитов и нитратов) или совместно осажденных гидроксидов, карбонатов, оксалатов. Выращивают монокристаллические ферриты методами Чохральского, Вернейля, как правило под давлением O_2 до нескольких МПа, а иногда и до нескольких десятков МПа. Часто используется гидротермальное выращивание в растворах NH_4Cl , Na_2CO_3 , $NaOH$ или смеси хлоридов под давлением от 20 до 120 Мпа, выращивание из расплавленного раствора (смеси $BaO + B_2O_3$, $PbO + B_2O_3$, $PbO + PbF_2$ или более сложные) при использовании в качестве первичных веществ смеси оксидов.

1.2 Магнитные особенности ферритовых материалов

1.2.1 Свойства феррита в постоянном магнитном поле

Под действием постоянного магнитного поля, ферриты приобретают анизотропные свойства. Магнитная проницаемость для переменных электромагнитных полей в этом случае становится тензорной величиной. По этой причине рассмотрим процессы в намагниченном феррите.

Как известно, в любом веществе электроны в атомах обладают так называемым собственным (спиновым) и орбитальным магнитными моментами. Очевидно, что свойства ферритовых материалов связаны, прежде всего со спиновым магнитным моментом. По этой причине более привычную модель атома с невосполнимым электронным спином можно изобразить в виде «волчка», обладающий собственным механическим моментом движения \bar{L}_s (это объясняется вращением электрона вокруг собственной оси) и спиновым магнитным моментом \bar{M}_s [5]. Как показывает теория, моменты \bar{M}_s и \bar{L}_s имеют противоположные направления и связаны между собой соотношением:

$$\bar{M}_s = -\mu_0 \frac{e_0}{2m_0} \bar{L}_s \quad (1.1)$$

где e_0 – заряд электрона;

m_0 – масса электрона.

Знак минус указывает на то, что механический и магнитный моменты антипараллельны из-за отрицательного заряда электрона.

Таким образом, магнитные моменты атомов начинают прецессировать вокруг него с угловой частотой. В отсутствие затухания, прецессия магнитного момента продолжалась бы нескончаемо долго.

За счет тепловых потерь конец вектора движется по спирали и через очень короткое время называемое временем релаксации, все магнитные моменты выстраиваются вдоль поля.

Физическая причина прецессии заключается в том, что на электрон действует одновременно магнитный вращательный момент, связанный с магнитным полем и механический вращательный момент не связанный с полем.

Отключение внешнего магнитного поля в гомогенном ферритовом кристалле приводит к тому, что вектор намагниченности самостоятельно ориентируется в направлении определенных кристаллографических осей, так называемых осях легкого намагничивания. Чтобы изменить направления необходимо приложить установленную энергию путем добавлений наружного магнитного поля. Направления, при которых эта энергия наивысше, называются осями трудного намагничивания (трудными осями).

Образцы конечных размеров, изготовленные из поли или монокристаллических ферритов, обладают специфической доменной структурой. Под доменом можно представить макроскопическую область (1...100 мкм), в которой направление магнитного поля остается неизменным. В отсутствие внешнего магнитного поля домен разбивается на большое количество отдельных участков (доменов) намагниченности, которые направлены таким образом, что их геометрическая сумма равняется нулю. Материал при этом не создает магнитное поле и такие материалы называют не намагниченными. Добавление достаточно сильного внешнего магнитного поля приводит к перестроению магнитных моментов доменов по направлению поля, что в конечном итоге приводит к намагниченности насыщения, когда ориентация всех доменных структур направлена по внешнему магнитному полю.

Процесс намагничивания ферромагнетика описывается кривой намагничивания, в котором величины индукции магнитного поля в феррите B зависят от напряженности прикладываемого магнитного поля H . Начальное состояние магнитного материала влияет на вид кривой намагниченности. Полученные кривые при начальном не намагниченном состоянии, обычно называются основными.

1.2.2 Магнетизм феррошпинелей

Магнитные свойства феррошпинелей ограничены обменными связями между незаполненными 3d уровнями со спиновыми магнитными моментами соседних катионов. Основываясь на теории Нееля [6], из-за косвенного отрицательного обменного взаимодействия между катионами, находящимися в разных подрешетках, реализуется спонтанная намагниченность феррошпинелей. В конечном итоге в результате такой связи магнитные моменты ближайших атомов в каждой соседней подрешетке выстраиваются антипараллельно, а между подрешетками – параллельно. Суммарный магнитный момент определяет различие между намагниченностью октаэдрической и тетраэдрической подрешеток[7].

Чтобы изменить намагниченность обычных ферритов, нужно ввести в кристаллическую решетку магнитные ионы или диамагнитные ионы, которые имеют отличие спиновых магнитных моментов от магнитного момента иона Fe^{3+} . Чтобы повысить насыщение намагниченности добавляются ионы Cd^{2+} , In^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{4+} , Ga^{3+} , Ge^{4+} , которые занимают тетраэдрические позиции. А для уменьшения намагниченности добавляются ионы Al^{3+} , Cr^{3+} , Rh^{3+} , Sb^{5+} , Ti^{4+} , которые занимают октаэдрические положения катионной подрешетки.

На одном уровне с насыщением намагниченностью (M_s), к основным свойствам ферритов относятся постоянность магнитострикции λ_{100} , λ_{111} и магнитно-кристаллографической анизотропии K_2 и K_1 . В основном эти параметры характеризуют толщину доменных стенок, величину доменов, тем самым, существенно воздействует на форму петли гистерезиса, температурную зависимость магнитных характеристик и динамику процессов перемагничивания.

Как и магнитострикция, энергия кристаллографической анизотропии обусловлена спиновыми – орбитальными взаимодействиями ионов. Основываясь на одноионную модель, можно представить магнитную анизотропию как сумму анизотропии частных ионов, которые расположены в

различных положениях решетки. Чтобы изменить анизотропию, в шпинельную решетку вводятся ионы с отличным от нуля орбитальным моментом (Fe^{2+}, Ca^{2+}) или диамагнитные ионы ($Ti^{4+}, Ga^{3+}, Zn^{2+}$). Изменение константы K главным образом обусловлено переработкой содержания магнитных ионов Fe^{3+} в подрешетках и возникновением ионов с большей энергией спин-орбитального взаимодействия в одной из подрешеток [8].

Отсюда следует, что в исправных феррошпинелях на магнитные качества материалов влияет не только химический состав, но и примесный состав вещества, а также распределение катионов по подрешеткам. В итоге, наилучшая технология изготовления феррошпинелей должна гарантировать минимальные возможности загрязнения материала смесями и наводить условия предельно устойчивого катионного распределения.

1.2.3 Ферритовые магнитоэлектрики

Ферритовые магнитодиэлектрики, состоящие из смеси ферритовых порошков с органическими смолами или другими изоляционными материалами можно разделить на магнитомягкие и магнитотвердые ферриты [1]. К первым относятся материалы на основе ферритовых порошков полученных измельчением магнитомягких высокопроницаемых ферритов. По своим механическим свойствам в зависимости от вида связующего они разделяются на неэластичные ферропласты и эластичные ферроэласты. В основе магнитотвердых магнитоэлектриков лежат высококоэрцитивные порошки ферритов. По признаку эластичности они носят название магнитопласты и магнитоэласты. Ферропласты и ферритоэласты находят применение в технике СВЧ и ВЧ в случае необходимости покрытия ими волноводных элементов сложной формы или получения специальных штампованных, прессованных или литых изделий [9]. При изготовлении магнитодиэлектриков необходимо учитывать не только свойства исходного феррита, но и степень дисперсности ферритового порошка, поскольку при существенном уменьшении его частиц

коэрцитивная сила порошков по мере приближения к однодоменным образованиям существенно увеличивается, а магнитная проницаемость падает. Проницаемость магнитодиэлектрика зависит следующим образом от проницаемости частиц исходного ферритового порошка:

$$\bar{\mu} = \hat{\mu}P \quad (1.2)$$

где $\bar{\mu}$ – проницаемость магнитолиэлектрика;

$\hat{\mu}$ – проницаемость исходного ферритового порошка;

P – коэффициент объемного заполнения ферритовым порошком.

Соответственно намагниченность насыщения и диэлектрическая проницаемость магнитодиэлектриков на основе ферритов выражается соотношениями:

$$\bar{I}_s = P\bar{I}_s \text{ и } \lg \bar{\epsilon} = P \lg \widehat{\epsilon}_f + (1 - P)\lg \widehat{\epsilon}_d, \quad (1.3)$$

где \bar{I}_s и $\bar{\epsilon}$ –соответственно намагниченность насыщения и диэлектрическая проницаемость магнитодиэлектрика.

В качестве основы магнитопластов служат молотые порошки магнитотвердых ферритов. При этом в зависимости от оборудования и продолжительности измельчения изменяется коэрцитивная сила исходного порошка и для ферритов бария может достигать 1500-2000 Э. Оптимальные рабочие характеристики магнитопластов соответствуют коэффициенту заполнения 0,6-0,8 при величине зерна в пределах от 50 до 200 км.

Магнитоэластные пленки, в которых используются тонкодисперсные магнитотвердые ферритовые порошки на основе однодоменных частиц $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, применяются при изготовлении магнитоэластовых лент для звукозаписи.

Одним из основных достоинств ферритов является высокое удельное электрическое сопротивление в сочетании с достаточно высоким значением магнитной проницаемости; индукция насыщения ферритов меньше, чем металлических магнитных материалов. Особенно выгодно применение их на высоких частотах при малых индукциях. По электрическим свойствам ферриты

представляют собой полупроводники, проводимость которых возрастает с повышением температуры. Эффективная удельная электрическая проводимость ферритов увеличивается с возрастанием частоты. На низких частотах ферриты обладают высокой относительной диэлектрической проницаемостью примерно 10^5 . Вместе с этим наличие высоких значений относительных диэлектрической ϵ и магнитной μ проницаемостей не может приводить к желательному объемному резонансу. При объемном резонансе магнитная проницаемость уменьшается, а потери резко возрастают. Частота объемного резонанса составляет 1 МГц для сердечников из марганец-цинковых ферритов с поперечным сечением 1 см^2 $\epsilon \approx 10^5$ [10].

Для использования ферритов должны учитываться разработанные характеристики, при которых резкое снижение магнитного и возрастание потерь проницаемости при применении для всех марок феррита определяется критической частотой. В одновременном совмещении переменных и постоянных полей, магнитные свойства ферритов резко меняются. К тому же, после влияния этих полей появляется остаточный магнитный эффект, ввиду этого сердечники не следует намагничивать полями, превышающими рабочие поля [11].

1.3 Методы определения температуры Кюри в ферритовых материалах

Разделение магнетиков на сильные и слабые в некоторой степени условно: в ферромагнетике, нагретом выше температуры Кюри Θ (точки Кюри), спонтанная намагниченность исчезает, и он становится парамагнетиком, парамагнетики при низких температурах намагничиваются до насыщения в сравнительно слабых полях [12].

Существует ряд методов, определяющие переходы из ферромагнитного состояния в парамагнитное: термогравиметрический (термомагнитометрия), индуктивный, магнитометрические методы и метод Зилова-Ренкина.

1.3.1 Индуктивный метод

Если магнетик поместить в однородное магнитное поле в вакууме с индукцией B_0 , то индукция магнитного поля внутри магнетика будет отличаться от B_0 . Это объясняется тем, что в состоянии намагничивания магнетик даёт добавочную индукцию B^1 , которая векторно складывается с первоначальной индукцией B_0 . Векторная сумма $B=B_0+B^1$ называется вектором магнитной индукции внутри магнетика. Вещества, для которых B^1 совпадает по направлению с B_0 , называются парамагнетиками. Внутри них магнитное поле усиливается. Вещества, для которых B^1 и B_0 противоположны по направлению, называются диамагнитными. Магнитное поле внутри них ослабляется. Для диа- и парамагнетиков величина B пропорциональна B_0 , т. е. $B=\mu \cdot B_0$.

Величина μ называется магнитной проницаемостью среды[13]. Для парамагнетиков (алюминий, платина и др.) $\mu > 1$, для диамагнетиков (медь, поваренная соль и др.) $\mu < 1$. Ферромагнетики характеризуются более сложной зависимостью вектора магнитной индукции от напряженности магнитного поля. Для них вводится понятие дифференциальной магнитной проницаемости:

$$\mu = \frac{dB}{dB_0} \quad (1.4)$$

Эта величина зависит от B_0 . Кроме того, для ферромагнетиков наблюдается явление гистерезиса [14]. Это явление заключается в том, что магнитная индукция зависит не только от значения B_0 в данный момент, но и от того, каково было B_0 раньше, иначе говоря μ является неоднозначной функцией B_0 . Большое значение величины магнитной проницаемости μ для ферромагнетиков объясняется наличием в них макроскопических, но достаточно малых (обычно $< 0,01$ мм) областей спонтанного намагничивания, называемых доменами. В таких областях при отсутствии внешнего поля магнитные моменты всех атомов имеют одинаковое направление. При повышении температуры, начиная с некоторой, порядок в расположении магнитных моментов атомов нарушается, доменная структура исчезает и ферромагнетик превращается в обычный парамагнетик. Эта температура, выше которой ферромагнитное вещество становится парамагнетиком, называется точкой Кюри.

Для определения точки Кюри с данным методом применяется установка. В печь помещается исследуемый образец, который нагревается спиралью. При прохождении переменного тока через спираль индуктируется ток во вторичной обмотке. Этот ток регистрируется гальванометром. Первичная обмотка отделена от вторичной слоем теплоизолирующего материала. При достижении температуры Кюри магнитные свойства образца изменяются, вследствие чего Э.Д.С. индукции во вторичной обмотке резко падает, что отмечается микроамперметром. Причина такого изменения Э.Д.С. заключается в следующем. Нагревательная спираль владеет как омическим R_1 , так и индуктивным сопротивлением. Поэтому принципиальную схему прибора можно представить, как это показано на рис. 1.1.

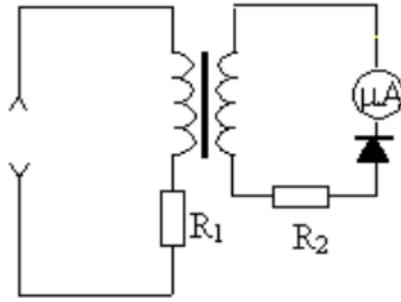


Рисунок 1.1 - Электрическая схема установки для наблюдения фазового перехода

Коэффициент самоиндукции первичной обмотки зависит от параметров и материала сердечника [15]. Э.Д.С. индукции равна:

$$\varepsilon_{\text{инд}} = I_1 R_1 - U_1 \quad (1.5)$$

с другой стороны,

$$\varepsilon_{\text{инд}} = -\frac{d\Phi}{dt}, \quad (1.6)$$

здесь, Φ - магнитный поток, проходящий через все N_1 витков первичной обмотки, равный $\Phi = N_1 \Phi_1$,

где Φ_1 - магнитный поток, проходящий через один виток.

Такой же магнитный поток Φ_1 пронизывает каждый виток вторичной обмотки. Общий поток, проходящий через виток N_2 витков вторичной обмотки, равен:

$$\Phi_2 = N_2 \Phi_1. \quad (1.7)$$

Тогда Э.Д.С. индукции в первичных и вторичных обмотках равны соответственно:

$$\varepsilon_{\text{инд}} = -N_1 \frac{d\Phi_1}{dt} \text{ и } \varepsilon'_{\text{инд}} = -N_2 \frac{d\Phi_1}{dt} \quad \text{отсюда,} \quad (1.8)$$

$$\varepsilon'_{\text{инд}} = -\frac{N_2}{N_1} \varepsilon_{\text{инд}}'. \quad (1.9)$$

Подставив в последнее выражение значение $\varepsilon_{\text{инд}}$ из уравнения (1.5), получим:

$$\varepsilon'_{\text{инд}} = -\frac{N_2}{N_1}(I_1 R_1 - U_1). \quad (1.10)$$

Из формулы (1.6) следует, что при $U_1 \rightarrow I_1 R_1$ Э.Д.С. индукции во вторичной обмотке стремится к нулю. Равенство $U_1 = I_1 R_1$ выполняется лишь в том случае, когда индуктивное сопротивление в цепи первичной катушки равно нулю. Когда температура образца достигает точки Кюри, коэффициент самоиндукции, следовательно, и индуктивное сопротивление первичной обмотки резко уменьшается и практически становится равным нулю [16].

Поэтому $\varepsilon'_{\text{инд}} \approx 0$, а значит и ток во вторичной обмотке отсутствует. На этом основано определение точки Кюри ферромагнетиков.

1.3.2 Магнитометрический метод

Магнитометр предназначен для измерения намагниченности. С помощью этих измерений можно построить кривую намагничивания, петлю гистерезиса и определить коэрцитивную силу, остаточную намагниченность и др. Дополнительные приспособления позволяют производить измерения магнитных свойств образцов, находящихся под нагрузкой для определения магнитоупругих характеристик, а также температурную зависимость магнитных свойств.

Рассмотрим изменение намагниченности при повышении температуры магнитных материалов. При температуре $T=0$ образец находится в состоянии насыщения, благодаря наличию обменного взаимодействия между магнитными моментами, все атомные магнитные моменты выстроены вдоль одного направления и намагниченность образца равна:

$$I = nM, \quad (1.11)$$

где n - концентрация атомов в единице объема магнетика;

M – магнитный момент одного атома.

Магнитный момент одного атома это величина, определяемая формулой:

$$M=gJ\mu_B, \quad (1.12)$$

где g – фактор Ландэ;

J - момент импульса атома;

μ_B - магнетон Бора.

При постепенном повышении температуры хаотическое тепловое движение магнитных моментов приводит к тому, что параллельность магнитных моментов нарушается. С повышением температуры намагниченность будет уменьшаться все быстрее и быстрее. При достижении определенной температуры, когда энергия теплового движения становится сравнима с энергией обменного взаимодействия, тепловое движение окончательно разрушает магнитный порядок, и ферромагнетик переходит в парамагнитное состояние. Температура T_C , при которой происходит этот переход, называется температурой Кюри. Эта область температур характеризуется изменением как магнитных, так и немагнитных свойств ферромагнетика. Магнитная восприимчивость и теплоемкость ферромагнетика расходятся (резкий максимум при измерениях) при $T=T_C$. Так как эти величины являются производными второго порядка от термодинамических потенциалов таких как внутренняя энергия, свободная энергия Гиббса и по классификации Ландау переход из ферромагнитного в парамагнитное состояние является фазовым переходом II-го рода [17]. При переходе через точку Кюри также резко возрастает электросопротивление. В парамагнитной области температурная зависимость восприимчивости подчиняется закону Кюри-Вейсса:

$$\chi_{\text{дифф}} = \frac{dI}{dH} = \frac{C}{T-\Theta} \quad (1.13)$$

где C – постоянная Кюри-Вейсса.

Чем сильнее молекулярное поле, тем труднее тепловому движению разрушить создаваемый им магнитный порядок, тем большая температура для этого потребуется.

Таким образом, температура Кюри может служить мерой величины коэффициента молекулярного поля:

$$\omega = \frac{3Jk_B\Theta}{(J+1)nM^2}, \quad (1.14)$$

где k_B – постоянная Больцмана,

J – полный механический момент атома,

M – его магнитный момент.

Из формул (1.11-1.14) получим выражение для оценки молекулярного поля:

$$H_m = \frac{3k_B\Theta J}{(J+1)M} = \frac{3k_B\Theta}{g\mu_b(J+1)}, \quad (1.15)$$

Можно убедиться, что молекулярное поле внутри ферромагнитного образца гораздо больше, чем его поле насыщения, и значительно превышает магнитные поля [18], достижимые на сегодняшний день. Теперь рассмотрим температурную зависимость намагниченности в слабых магнитных полях, где в процессе намагничивания преобладают процессы обратимого смещения доменных границ. Это соответствует I участку кривой намагничивания (см. рис.1.2). При увеличении температуры намагниченность увеличивается и при приближении к точке Кюри она возрастает до максимального значения, а затем вблизи точки Кюри обращается в ноль. Это явление называется эффектом Гопкинсона. В слабых полях тепловое движение при увеличении температуры "разбалтывает" магнитные моменты (увеличивает амплитуду тепловых флуктуаций) и облегчает их ориентацию вдоль направления внешнего поля H_e , что повышает намагниченность при увеличении температуры до достижения точки Кюри, когда движение моментов становится полностью хаотичным, и намагниченность исчезает.

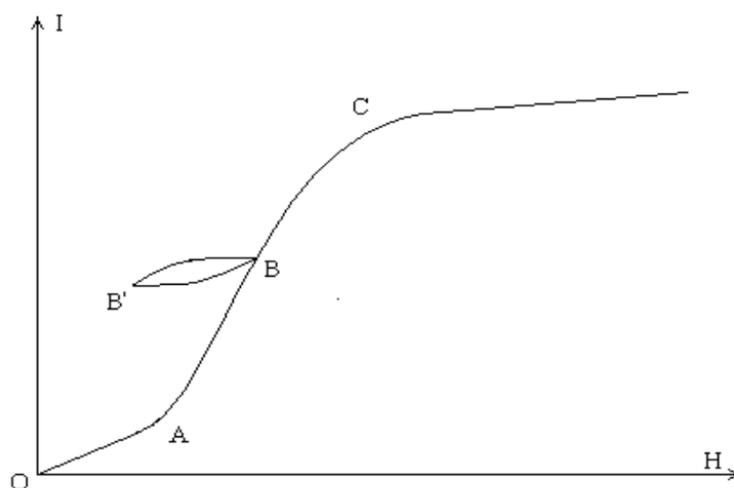


Рисунок 1.2 – Кривая намагничивания ферромагнетика с частным циклом

При переходе к более сильным полям максимум на кривой $I(T)$ постепенно пропадает. В окрестности температуры Кюри T_C резкий спад намагниченности наблюдается при любых полях [19,20]. Так как внешнее магнитное поле способствует упорядочиванию магнитных моментов, то в сильных полях температура, при которой разрушается магнитный порядок, будет тем выше, чем сильнее поле. Поэтому, если мы хотим определить истинную температуру Кюри вещества, необходимо провести линейную экстраполяцию на наиболее резком участке $I(T)$ до пересечения с осью T .

Для определения насыщения намагниченности и температуры Кюри, используется магнитометр Фонера [21]. В этом приборе образец закрепляется вертикальным стержнем в зазоре магнита (рис. 1.3), стержень вибрирует при низкой частоте (70 Гц).

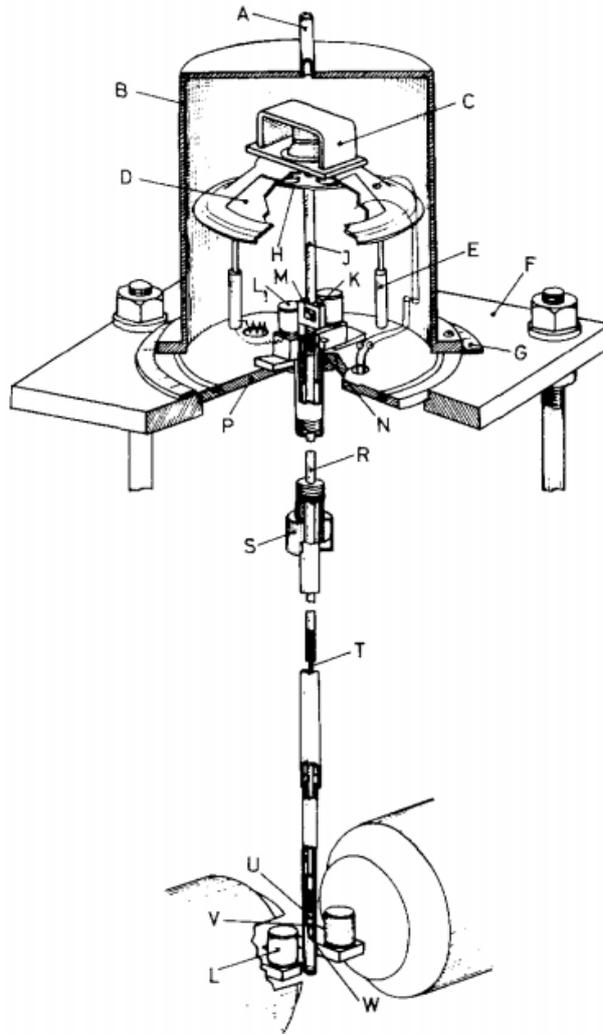


Рисунок 1.3 – Магнетометр Фонера [21]

При вибрации образца, альтернативное напряжение появляется в двух катушках датчика, которые расположены между образцом и частями полюса магнита. На другом конце стержня закреплен другой небольшой постоянный магнит, который при вибрировании вызывает альтернативное напряжение в двух эталонных катушках.

При постепенном повышении температуры хаотическое тепловое движение магнитных моментов приводит к тому, что параллельность магнитных моментов нарушается. С повышением температуры намагниченность будет уменьшаться все быстрее и быстрее. При достижении определенной температуры, когда энергия теплового движения становится сравнима с энергией обменного взаимодействия, тепловое движение окончательно разрушает магнитный порядок, и ферромагнетик переходит в

парамагнитное состояние. Температура T_C , при которой происходит этот переход, называется температурой Кюри. Эта область температур характеризуется изменением как магнитных, так и немагнитных свойств ферромагнетика.

1.3.3 Метод Зилова-Ренкина.

Способность пара- и ферромагнетиков намагничиваться различна при разных температурах, т.е. их магнитная восприимчивость χ зависит от температуры. Напротив, магнитная восприимчивость диамагнетиков практически не зависит от температуры [22]. Для многих парамагнитных веществ изменение удельной (т.е. отнесенной к единице массы) магнитной восприимчивости χ с температурой подчиняется закону, установленному Кюри:

$$\chi = C/T \quad (1.15)$$

где C – константа, зависящая от исследуемого вещества;

T – температура вещества.

Зависимость магнитной восприимчивости от температуры для ферромагнетиков имеет более сложный характер [23]. При повышении температуры способность ферромагнетиков намагничиваться уменьшается. При некоторой температуре T_C , называемой температурой Кюри, спонтанный магнитный момент M становится равным нулю, и ферромагнитные свойства исчезают вовсе. При $T > T_K$ ферромагнетик превращается в парамагнетик. Зависимость магнитной восприимчивости от температуры для таких парамагнетиков подчиняется закону Кюри-Вейсса:

$$\chi = C/(T - T_K) \quad (1.16)$$

где T_K – температура Кюри ферромагнетика.

Температуру Кюри ферромагнитного образца можно определить с помощью магнитных весов. Принцип действия, которых основан на измерении

механической силы F , которая возникает при помещении образца в неоднородное магнитное поле dH/dx , создаваемое магнитом [24,25]

$$F = (M + m \chi H) * dH/dx \quad (1.17)$$

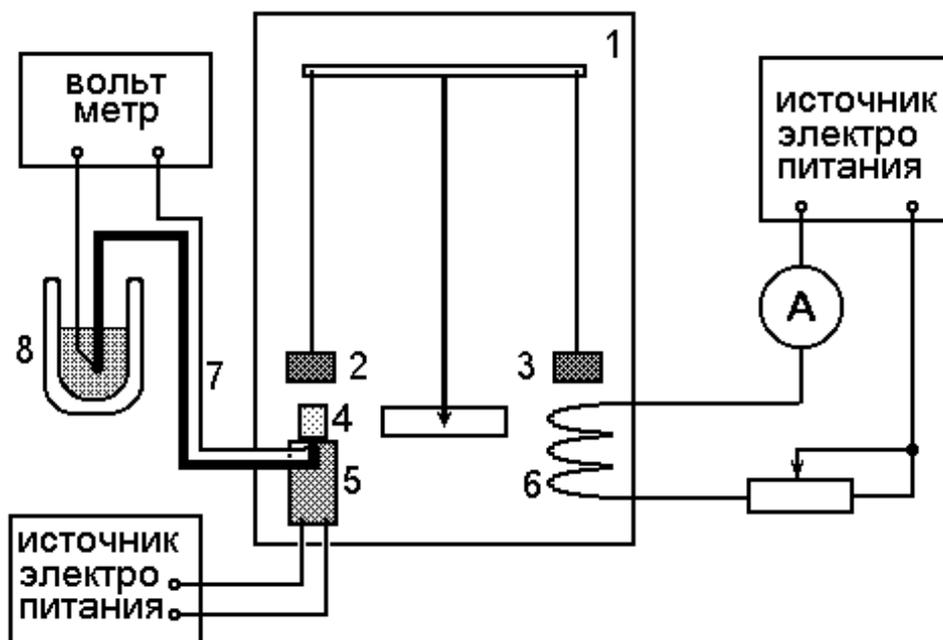
где F – механическая сила;

M – магнитный момент;

χ – магнитный восприимчивость;

m – масса образца.

Метод Фарадея измеряет силу действующий на образец, а метод Зилова-Ренкина, измеряет силу действующий на магнит. Метод Зилова-Ренкина, сравнительно с другими методами, позволяет измерять в более широком интервале температур и полей.



1 – аналитические весы, 2 и 3 – постоянные магниты, 4 - исследуемый образец, 5 – нагреватель, 6 – катушка компенсационного устройства, 7 – термопара, 8 – сосуд с таящим льдом для термостатирования холодного спая термопары.

Рисунок 1.4 – Магнитные весы Зилова-Ренкина

На рисунке 1.4 представлена схема магнитных весов Зилова-Ренкина. Нагреватель образца питается от источника ВС–24М, катушка компенсационного устройства питается от стабилизированного источника питания постоянного тока Б5-46. Ток в катушке регулируется магазином сопротивлений и измеряется цифровым вольтамперметром Щ301-1 [26].

1.3.4 Термогравиметрический метод

Термогравиметрический анализ (ТГА) – метод термического анализа, позволяющий получать данные об изменении и скорости изменения веса образца при равномерном нагревании или охлаждении исследуемого материала, а также во время изотермических отжигов при разных температурах. ТГА-кривая представляет собой график изменения веса образца с температурой или временем. Принципиальная схема ТГА изображена на рисунке 1.5.

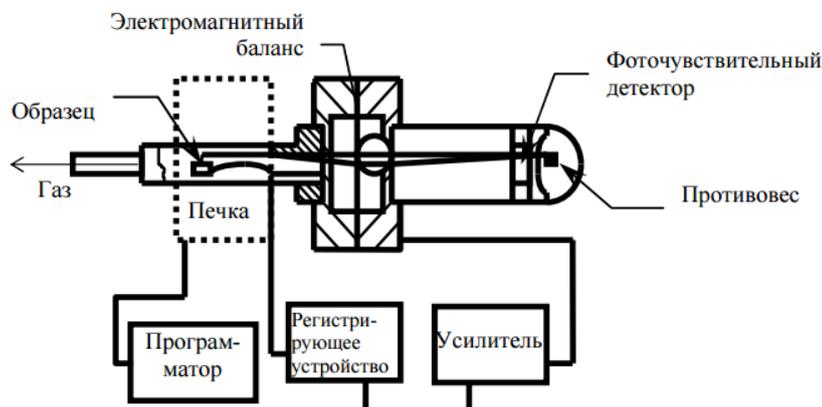


Рисунок 1.5 – Принципиальная схема термогравиметрического анализатора[27].

Самое первое использование гравиметрического метода при магнитохимических исследованиях был представлен Хондой [28]. Он так же был первым, кто ввел понятие Термобаланс.

Исследования температуры Кюри образцов посредством автоматической записи магнитных балансов были представлены уже в 1958 году в работе Nishiyama и Ishida [29]. При этом использовались образцы весом от 0.1 до 0.5 г, которые были запечатаны в капсулах кварца. При использовании довольно быстрого нагрева и охлаждения, 100 градусов/минуту, они смогли измерить температуру Кюри с воспроизводимостью приблизительно ± 10 градусов. Для измерения температуры Кюри необходимое магнитное поле имеет величину порядка 10-100 кА/м. Магнитные силы, действующие на ферромагнитный образец, могут иногда быть и магнитными полями обмотки в печи. Москалевич [30-32] наблюдал этот эффект в термоанализаторе "Derivatograph". Когда ток печи включен видны кривые смещение, но при повышении температуры свыше температуры Кюри магнитная сила, действующая на образец, исчезает (рис. 1.6). Таким образом очевидное изменения веса образца, связанного с прекращением взаимодействия феррита с магнитным полем дает нам пик, который совпадает с температурой Кюри. Метод использовался, чтобы определить температуру Кюри в металлах группы железа, шпинелях, гранатах и ферритах [32].

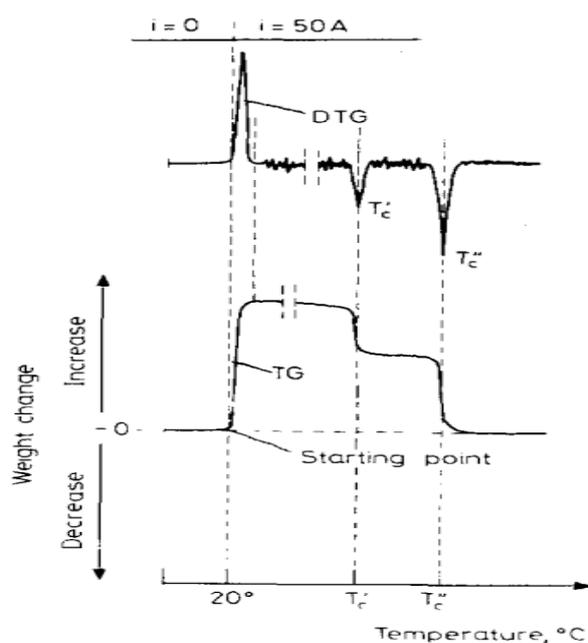


Рисунок 1.6 – Влияние магнитных сил на изменение массы образца [26]

Термогравиметрический анализ позволяет определить температуру Кюри по деривативной термогравиметрической кривой (ДТГ) в момент изменения веса образца, связанного с прекращением взаимодействия феррита с магнитным полем [33].

Ферромагнетики при температуре ниже точки Кюри T обладают определённой магнитно-кристаллической симметрией и самопроизвольной намагниченностью Q .

В точке Кюри ($T=Q$) напряженность термического перемещения атомов ферромагнетика как оказалось вполне достаточно для разрушения его конфигурации симметрии и самопроизвольной намагниченности («магнитного порядка»), в итоге ферромагнетик меняется на парамагнетик. Так же у антиферромагнетиков называемой антиферромагнитной точкой Кюри $T=Q$ или же в точке Нееля появляется разрушение свойств магнитной структуры, и антиферромагнетики меняются на парамагнетики. В точке Кюри $T=Q$ антисегнетоэлектриках и сегнетоэлектриках тепловое перемещение атомов равняет к нулю ориентацию электрических диполей элементарных ячеек расположенных в кристаллической решётке[34].

Следовательно, во всех фазовых переходах второго рода при $T=Q$ в образце происходит удаление того или другого типа атомного «порядка» (упорядоченной ориентации электрических или магнитных моментов, дальнего порядка в распределении атомов по узлам кристаллической решётки в сплавах и т.п.). В области точки Кюри в образце происходят особые изменения значительных физических свойств (к примеру, магнитной восприимчивости, тепловых характеристики и т.п.), достигающие максимального значения при $T=Q$, который применяется для определения точной температуры фазового перехода[8].

Путем корпуса термопары исследуемый магнитный образец оказывает влияние на баланс весов. Весы фиксированы в равновесном положении. Большинство термомагнитных измерении обычно проводятся в атмосфере

воздуха или азота при нагревании исследуемого материала от комнатной температуры до температуры выше точки Кюри на $\sim 50^\circ\text{C}$ со скоростью 5-50 $^\circ\text{C}/\text{мин}$.

Термический анализатор позволяет анализировать переход к температуре Кюри, не только в порошковых материалах, но и на образцах, спеченных в виде таблеток или колец. Температурная калибровка позволяет установить связь между температурой T_{meas} определяемой прибором и истинной температурой T_{cal} перехода калибруемого материала.

$$T_{\text{cal}} = T_{\text{meas}} + \Delta T_{\text{corr}} \quad (1.18)$$

где ΔT_{corr} – коррекционная температура.

При термоаналитических исследованиях условия проведения и характеристики прибора измерений оказывают значительное влияние на получаемые результаты. Поэтому необходимо калибровать прибор, чтобы вычитать данные факторы из конечного анализа.

Для калибровки используются материалы, проявляющие только фазовые переходы первого рода, например плавление чистых веществ.

Термоанализатор калибруется по рекомендованным веществам. Существует несколько патентных изобретения касательно калибровки термоанализатора [35-36]. При работе с алундовыми тиглями рекомендуется калибровать термоанализатор по чистым металлам, таким как индий, висмут, олово, алюминий и др.

В настоящее время широко используется термогравиметрический (ТГ) анализ для исследования ферритовых материалов. Был исследован литий-титан-цинковый феррит $\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{1.6}\text{Ti}_{0.5}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_4$ [37]. Термогравиметрический анализ проводился в атмосфере воздуха с помощью теплового анализатора STA 449C Jupiter (Netzsch). Для того чтобы на анализаторе STA 449C Jupiter была возможность контролировать магнитное состояние образцов была добавлена магнитная сборка двух постоянных магнитов, создающих поле ~ 5 Э. Магниты, прикрепляются на внешней стороне измерительной ячейки. Исследуемый

объект линейно нагревается со скоростью 5°C/мин до 800 °С, чувствительность термовесов составляет 0.1 мкг.

Результаты исследований TG/DTG для синтезированных в работе [37] образцов показаны на рисунке 1.7.

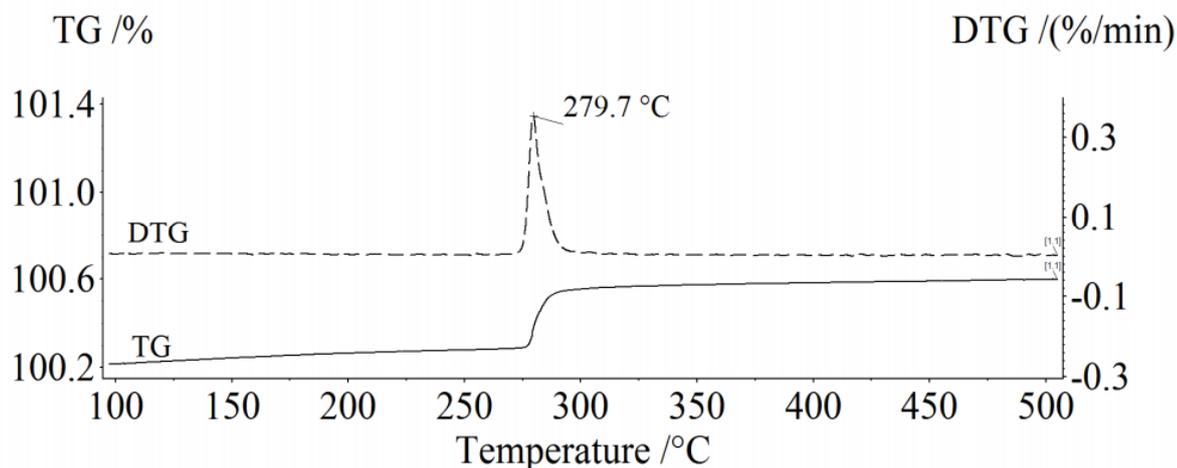


Рисунок 1.7 – TG/DTG кривые для RT синтезированных $\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{1.6}\text{Ti}_{0.5}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_4$ образцов [33].

На кривой TG видно массовый скачок Li-Ti-Zn феррита около магнитофазового перехода «ферромагнетик-парамагнетик». По кривой DTG можно определить температуру Кюри для исследуемого феррита. На кривой DTG наблюдается единственный пик, который равен $T \approx 280^\circ \text{C}$, и эта температура соответствует температуре Кюри эталонного ферритового образца состава $\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{1.6}\text{Ti}_{0.5}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_4$ [38, 39]. Согласно методу определения степени однородности с помощью термогравиметрического анализа [40,41], положение максимума, высоты и полуширины DTG пика совпадает с эталонами. Таким образом, как было показано в данных работах, термомагнитометрический контроль позволяет с достаточно высокой точностью определить температуры магнитных фазовых переходов в ферритах.

Исследование температуры Кюри проводилось для никеля. Термогравиметрический анализ проводился в атмосфере аргона с помощью

теплового анализатора Seiko Instruments, Модель 320. Печь была изготовлена бифилярным способом для того чтобы минимизировать получающиеся магнитные поля, вызванные во время нагревания. Балансировка имеет горизонтальную конфигурацию. Постоянный магнит располагается выше исследуемого образца. Это дает очевидную потерю веса для магнитного материала из-за градиента магнитного поля в типовом положении. Результат измерения показан на рисунке 1.8.

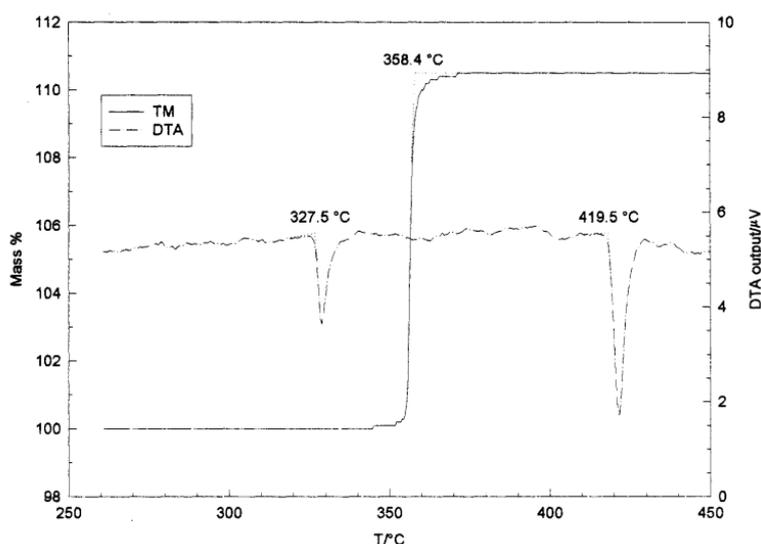


Рисунок 1.8 – ТГ/DTA кривые для никеля, свинца и цинка.

Как показывают данные литературного источника [42], температура Кюри для исследуемого никеля полностью совпадает с эталонами данного образца.

2 МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Рентгенофазовый анализ

Все естественные тела построены из химических частей, количество которых далеко не выше ста. Между тем данные составляющие образуют трудные вещества, вычисляемые сотнями тысяч, владея при всем этом разнородными качествами. Отличие параметров данных соединений обусловлено различием их химическим составом и структурой расположения атомов. При этом вещества, включая кристаллические вещества, используемые в качестве образцов, могут иметь абсолютно одинаковый состав, но при этом отличаются своей структурой. Немало различные методы могут определить составы и структуры вещества, к ним относится — метод рентгенофазового анализа[43].

Как известно, атомы кристалла размещены в пространстве в определенном порядке, образуя так называемую пространственную решетку. Для определения кристаллической структуры вещества необходимо знать параметры элементарной ячейки кристаллической структуры и координаты атомов, заполняющих элементарный параллелепипед, закон симметрии, которому подчиняется это расположение, и межплоскостные расстояния. Все эти сведения дает дифракционная картина — рентгенограмма вещества, которую можно получить, направив на исследуемый объект пучок рентгеновских лучей. Рентгенограммы твердых растворов отличаются от эталонных закономерным смещением линий в сторону больших или меньших углов, причем на малых углах смещения малы, а с увеличением угла смещения становятся все более заметными. Используя эталонную рентгенограмму с индексами, легко проставить индексы для отражений под большими углами на рентгенограмме исследуемого образца с тем, что в дальнейшем рассчитать параметры его элементарной ячейки[44].

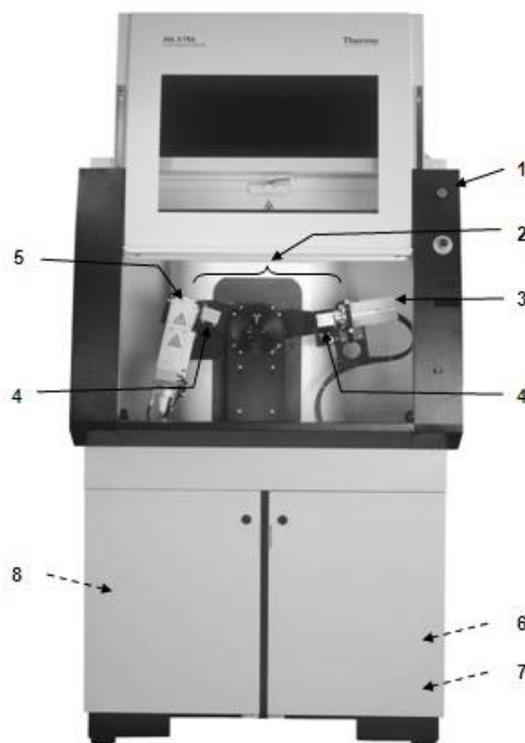
Основным методом рентгенофазового анализа служит метод порошка (метод Дебая-Шеррера), когда монохроматический пучок рентгеновских лучей

направляют на поликристаллический образец. Так как кристаллы, из которых состоит образец, очень малы, то в исследуемом объеме образца их оказываются десятки миллионов. Следовательно, всегда имеются их любые ориентировки по отношению к лучу, в том числе и те, которые удовлетворяют закону Вульфа — Брэгга, устанавливающему зависимость между длиной волны рентгеновских лучей (λ), межплоскостными расстояниями (d) и углом скольжения пучка рентгеновских лучей (θ) по отношению к отражающей плоскости: $2d \sin\theta = n\lambda$. В результате интерференции из отраженных разными кристаллами лучей образуются конусы, которые дают на фотопленке систему дифракционных максимумов различной интенсивности. Рассчитав полученную таким путем рентгенограмму, получают сведения о межплоскостных расстояниях в кристалле. Значение межплоскостных расстояний для каждого вещества строго индивидуально, поэтому рентгенограмма однозначно характеризует исследуемое вещество[45].

К достоинствам рентгенофазового анализа должна быть отнесена высокая достоверность метода, а также то, что метод прямой, то есть дает сведения непосредственно о структуре вещества, а анализ проводят без разрушения исследуемого образца[46,47].

2.1.1 Дифрактометр ARL X'TRA

Измерения дифрактограмм осуществляется в диапазоне 2θ ($10 - 140$)⁰ при скорости сканирования $0,02$ °/с. Идентификация фаз проводится с использованием порошковой базы данных PDF-4 Международного центра дифракционных данных (ICDD). Полученные рентгенограммы обрабатываются методом полнопрофильного анализа с использованием программного комплекса Powder Cell 2.5.



1 – защитный корпус от рентгеновского излучения; 2 – вертикальный θ : θ широкоугольный гониометр с одним предметным столиком; 3 – Пельтье детектор; 4 – сборки ручных щелей; 5 – Cu рентгеновская трубка и система охлаждения; 6 – центральный процессор М-серии (MPU); 7 – 4 kW полупроводниковый генератор; 8 – регистрирующая электроника детектора.

Рисунок 2.1 – Вид прибора ARL X'TRA спереди

Функциональные особенности данного рентгеновского дифрактометра:
Определение фазового состава образцов; кристаллография;
количественное определение известных фаз в смеси; уточнение и определение

структуры кристаллов; низкие и высокие температуры, проведение анализа в различных условиях: активная газовая среда или высокое давление; анализ тонких пленок и поверхности; анализ микронапряжений и текстуры.

Область применения прибора:

Фундаментальные исследования: химия твердого тела, кристаллография, твердотельная кинетика.

Прикладные исследования: геология, материаловедение, исследования керамики, авиация.

Контроль технологических процессов: металлургия, цементная отрасль, керамическая промышленность.

Конструктивные особенности дифрактометра ARL X'TRA

Прибор ARL X'TRA сконструирован по принципу вертикальной - геометрии Брэгга - Brentano, обеспечивающей более удобную работу с пробами. Оптимальные параметры углового и энергетического разрешения без участия фильтров и монохроматоров достигаются благодаря уникальной технологии детекторов Пелтье. Данное решение увеличивает интенсивность дифракции и улучшает разрешение X'TRA, по сравнению с традиционными детекторами[48].

В зависимости от типа анализа или вида пробы, система легко реконфигурируется, используя такие специально подобранные принадлежности, как температурные камеры, опции формирования параллельного пучка, текстурный гониометр. Вертикальная дифракционная система ARLX'TRA предназначена для проведения порошковых исследований. При использовании гониометра проба остается неподвижной в горизонтальном положении, в то время как перемещаются рентгеновская трубка и детектор. Такая геометрия особенно рекомендуется для трудно устанавливаемых проб (порошки, жидкости, и т.д.).

Система ARLX'TRA работает в диапазоне углов 2θ от -8° до 160° , снабжена системой цифрового серво-привода высокого разрешения с оптическим декодером (точность декодера ± 0.00025 градуса). Прибор

снабжен коллиматорными щелями Соллера 1.15 и гибкой системой щелей для отраженного излучения, постоянно подстраиваемой микрометром в диапазоне 0-10 мм. В качестве источника рентгеновского излучения используется Си рентгеновская трубка с максимальной мощностью 2000 Вт.

Дифрактометр снабжен программным обеспечением, позволяющим обрабатывать рентгеновские порошковые спектры, уточнять параметры элементарной ячейки, определять степень кристалличности, делать оценки размеров кристаллитов [49].

2.2 Термогравиметрический метод анализа

Термогравиметрия (ТГ) – термический анализ, при котором регистрируется изменение массы образца в зависимости от температуры. Получаемая зависимость позволяет судить о термоустойчивости и составе вещества в начальном состоянии, на промежуточных стадиях процесса и о составе остатка. Метод эффективен при условии, что образец выделяет летучие вещества в результате физических или химических процессов в нем. В конструкцию приборов термогравиметрии входят термовесы, с помощью которых непрерывно измеряется масса образца, при этом образец нагревается или охлаждается в зависимости от поставленной задачи (рис. 2.2) [50].

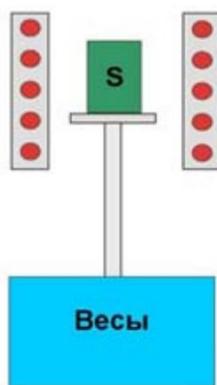


Рисунок 2.2 – Схема установки для проведения ТГ анализа.

Воспроизводимость и точность результатов эксперимента определяется набором факторов. Этот набор можно разделить на две основные группы[51].

Факторы, связанные с измерительным прибором:

- Скорость нагревания печи;
- Скорость записи;
- Форма держателя образца и печи;
- Чувствительность записывающего устройства;
- Атмосфера печи;
- Химический состав материала контейнера для образца.

Характеристики образца:

- Размер частиц образца;
- Теплопроводность;
- Плотность упаковки частиц образца;
- Масса образца;
- Растворимость в образце растворяющихся из него газов;
- Теплота реакции;
- Состав образца.

Многие из этих факторов изучены в литературе недостаточно полно [52-55]. Сложность заключается в том, что многие исследования такого типа применимы строго для заданных приборов и их результаты не распространяются на другие типы приборов. Хотя такие параметры, как форма держателя образца, скорость записи, чувствительность термовесов и выталкивающая сила постоянны для каждого типа термовесов. Остановимся на некоторых факторах более подробно. Влияние размера частиц на результаты термогравиметрического измерения мало изучены. Размер частиц влияет на процесс диффузии выделяющихся газов, что сказывается на скорости реакции и соответственно на форме кривой. Чем меньше размер частиц, тем быстрее достигается равновесие и тем больше для любой заданной температуры степень разложения.

Термогравиметрический анализ используется в исследовательской практике для определения входящих в состав исследуемого вещества, влажности материалов, точки разложения взрывчатых веществ и сухого остатка растворенных веществ, температуры деградации полимеров, доли неорганических и органических компонентов. Метод также пригоден для определения скорости коррозии при высоких температурах[56-58].

При синхронном термогравиметрическом и деривативной термогравиметрической анализе одновременно измеряется изменение теплового потока и веса образца как функция от температуры или времени,

обычно при этом используется контролируемая атмосфера. Такой синхронный анализ не только увеличивает производительность измерений, но и упрощает интерпретацию результатов, благодаря возможности отделить эндо- и экзотермические процессы, не сопровождающиеся изменением веса (например, фазовые переходы) от тех, при которых происходит изменение веса (например, деградация) [33,59].

2.3 Прибор синхронного термического анализа (STA)

Термогравиметрические и калориметрические измерения образцов осуществлялись с помощью термического анализатора STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия) с чувствительностью весов 0.1 мкг. До начала проведения термических исследований стоит подробнее остановиться на требованиях, которые предъявляются к исследуемому образцу. Образец не должен взаимодействовать с материалом тигля, в противном случае полученные данные не могут быть верно интерпретированы. Если произошло взаимодействие тигля с образцом, то вероятнее всего, что такой тигель уже не может быть использован в дальнейших исследованиях. При исследованиях стараться учитывать физико-химические свойства образца и не допускать испарения компонентов исследуемого материала в том случае, когда это приводит к загрязнению печки. Для получения более точных результатов стоит также учитывать, что образец должен быть как можно более однородным. В случае твердых фаз, необходимо предварительно измельчить образец до порошкообразного состояния. Материала должно быть столько, чтобы можно было покрыть дно тигля. В данной работе взятии навесок использовались внутренние весы прибора, который измеряет порошок с точностью $\pm 1 \mu\text{г}$. Однако также для измерения массы образца можно использовать аналитические весы, точность которых составляет $\pm 10 \mu\text{г}$.

На рисунке 2.3 изображена весовая часть анализатора. На рисунке 2.4 – вид самого прибора. В работе использовали тигли из Al_2O_3 объемом 0.085 мл.

Для корректного измерения базовой линии эталонный тигель нагружали инертным веществом – порошком из Al_2O_3 , масса которого была равна массе ферритового образца.

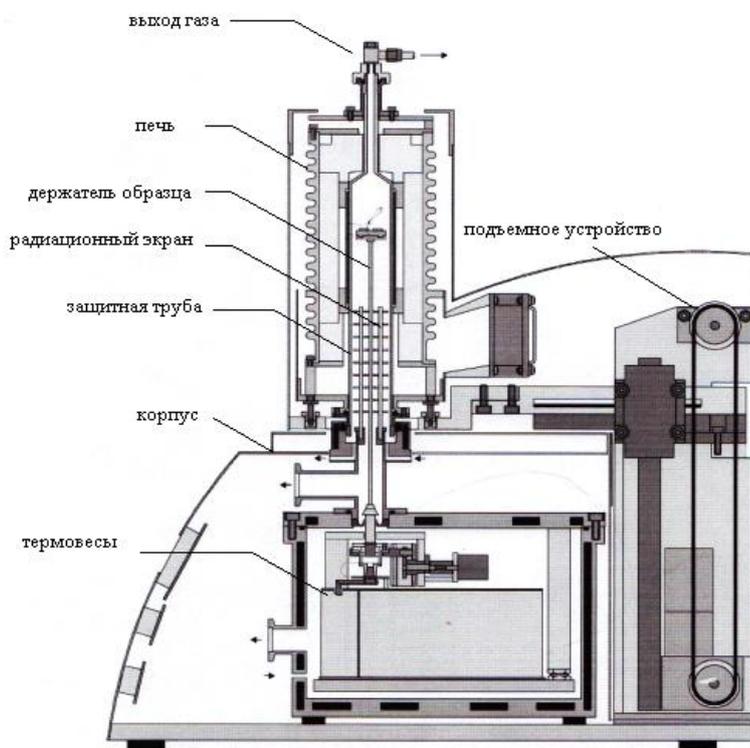


Рисунок 2.3 – Схема весовой части термоанализатора STA 449 C Jupiter

Термоаналитический комплекс на базе термоанализатора и масспектрометра QMS 403 C Aëolos представлен на рисунке 2.4. Данный синхронный термоанализатор широко используется в современном материаловедении для термогравиметрических и калориметрических измерений образцов металлов, синтетических материалов, руд и шлаков.



Рисунок 2.4 – Вид прибора STA 449 C Jupiter ®

Качественный анализ компонентов газовой смеси, выделяющейся в процессе термогравиметрического анализа проводился с помощью квадрупольного масс-спектрометра QMS 403C Aëlos фирмы Netzsch (Германия). Прибор состоит из безмасляной вакуумной системы, квадрупольного масс-спектрометра с областью определения 0-300 аеm, линии подачи газа с контролируемым нагревом и со сменным капилляром и ячейкой ввода газа, программного обеспечения для измерения и расчета. Квадрупольный масс-спектрометр снабжен источником с пересекающимися пучками для получения высокой линейности сигналов при низкой фрагментации молекул и детектором channeltron (SEM) для быстрого и точного анализа данных. Вакуум создается турбомолекулярным насосом TM071 и мембранным насосом MVP-015, соединенными последовательно.

Характеристики прибора:

Сопряжение масс-спектрометра с термоанализатором с помощью транспортной системы, внутри которой находится капилляр с регулируемым нагревом до 300 °С обеспечивает: минимальные потери на конденсацию в

транспортной системе до входа в масс-спектрометр; одноступенчатое понижение давления с целью исключения засорения отверстия диафрагмы; гибкость сопряжения, позволяющее проводить как стандартные измерения ТГ, так и одновременное измерение ТГ, ДСК и масс-спектрометра;

- диапазон атомных масс 1...300(а.е.м.);
- разрешение > 0.5 а.е.м.;
- ионизация электронным ударом 70 эВ(2 иридиевых катода);
- порог регистрации $> 2 \cdot 10^{-14}$ мбар > 1 ppm.

Объединенное программное обеспечение создает условия для одновременного сбора данных в реальном режиме времени и точную временную и температурную корреляцию между всеми сигналами, поступающими из измерительной системы.

Прибор имеет возможности:

- выполнять расчеты кинетических параметров процессов с использованием программы NETZSCH Thermokinetics.
- проводить обработку данных с помощью программного пакета, совместимого с другими MS Windows приложениями;
- проводить измерения теплоемкости веществ с точностью $\pm 5\%$;
- определять температуры и энтальпии фазовых переходов;
- проводить измерения в инертной (азот, аргон, гелий), окислительной (воздух, кислород) средах и вакууме (10^{-4} бар);
- фиксировать температуры термических превращений с точностью до ± 3 К;
- фиксировать изменения массы с точностью 0,0001 мг;
- проводить измерения в температурном интервале 25-1500 °С с образцами массой 5-300 мг в условиях непрерывного и изотермического нагрева;

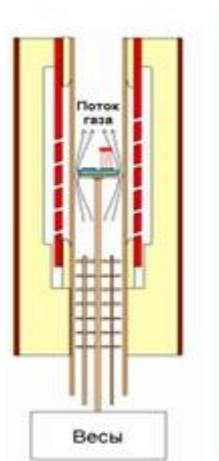


Рисунок 2.5 – Схема вертикальной печи прибора STA 449 C.

Вертикальный способ загрузки образца позволяет контролировать конвекцию газов и увеличивает устойчивость держателя образца. Однако есть и свои недостатки, при вертикальной печи наблюдается довольно сильное проявление выталкивающего эффекта, связанного с Архимедовой силой конвекционных потоков. Предел измерения массы на приборе составляет 18г, включая тигель. Температурный диапазон печи от 25 °С до 1550 °С. Максимальная рабочая температура 1500 °С. Максимально возможная скорость нагрева 50 °С /мин, но рекомендуется не превышать скорость больше чем (20-30) °С /мин. Атмосфера проведения эксперимента может быть как воздух (скорость потока 30 мл/мин), так и инертный газ (аргон 30мл/мин)[60].

3 ИССЛЕДОВАНИЯ ГОМОГЕННОСТИ И ФАЗОВОГО СОСТАВА МЕТОДОМ ТЕРОМАГНИТОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

3.1 Исследование температуры Кюри ферритовых материалов термогравиметрическим методом.

Термогравиметрический анализ позволяет определить температуру Кюри по деривативной термогравиметрической кривой (ДТГ) в момент изменения веса образца, связанного с прекращением взаимодействия феррита с магнитным полем [61].

На рисунке 3.1 приведена схема установки измеряемой магнитные свойства ферритовых материалов. исследуемый магнитный материал оказывает давление через корпус термопары на коромысло весов. На установке весы расположены в равновесном состоянии. Воздействия неоднородного магнитного поля, создаваемого магнитом, магнитный материал втягивается в поле, и система выходит из положения равновесия. При нагревании с помощью печи сопротивления, намагниченность образца уменьшается, следовательно, уменьшается и сила взаимодействия образца с магнитным полем. Достигая температуры Кюри, намагниченность исчезает, и система смещается в положение равновесия. Описанное выше устройство для термомагнитных измерений реализовано на STA 449C Jupiter фирмы Netzsch, который позволяет регистрировать скорость изменения положения образца, поэтому при достижении T_c на кривой DTG наблюдается резкий пик. При наличии в образце нескольких магнитных фаз, имеющих разную температуру Кюри, а так же при измерении химической однородности материала на кривой DTG будет присутствовать несколько пиков, либо ширина пика будет изменяться. Все термомагнитные измерения обычно проводятся в атмосфере воздуха или азота при нагревании исследуемого материала от комнатной температуры до температуры выше точки Кюри на $\sim 50^\circ\text{C}$ (350°C) со скоростью $5\text{-}50^\circ\text{C}/\text{мин}$ [8].

Термогравиметрический анализ обычно проводится в атмосфере воздуха или в инертной атмосфере с помощью тепловых анализаторов. STA 449C Jupiter (Netzsch). Для того чтобы анализатор STA 449C Jupiter имел магнитное поле, добавляется магнитная сборка двух постоянных магнитов, создающих поле ~ 5 Э. Магниты прикрепляются на внешней стороне измерительной ячейки для контроля магнитного состояния образцов (рис 3.1). Анализ полученных термогравиметрических кривых проводится с использованием математического моделирования и программного обеспечения, разработанного фирмой Netzsch. Определение температуры Кюри магнитных образцов проводится с помощью анализа магнитных фазовых переходов в ферритовых образцах при их нагревании в печи термоанализатора [62].

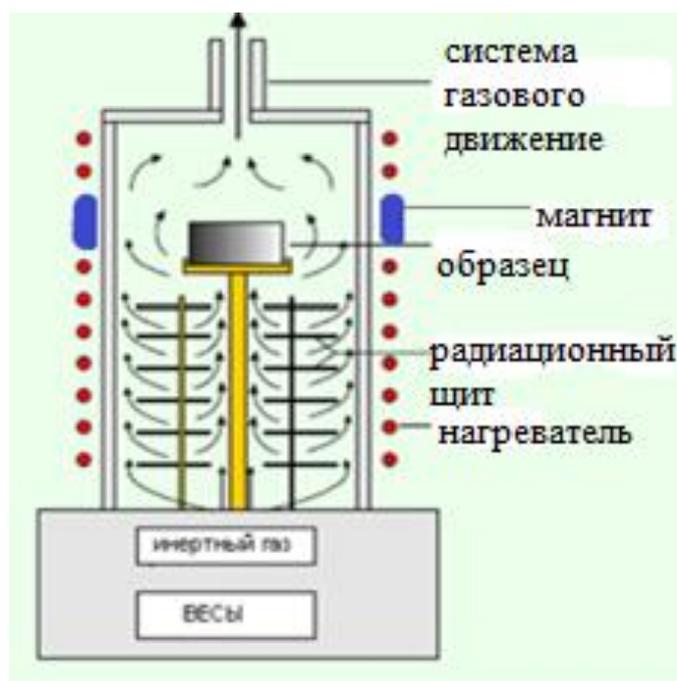


Рисунок 3.1 – Схема весовой части установки термического анализа

Термогравиметрический анализ позволяет определить температуру Кюри по деривативной термогравиметрической кривой (ДТГ) в момент изменения веса образца, связанного с прекращением взаимодействия феррита с магнитным полем [63].

На рисунках 3.2, 3.3 и 3.4 для примера определены температуры Кюри для феррита простого состава LiFe_5O_8 (рис. 3.2), для литий-титанового феррита

состава $\text{Li}_{0,6}\text{Fe}_{2,2}\text{Ti}_{0,2}\text{O}_4$ (рис.3.3) и для широко используемого в СВЧ технике литий-титан-цинкового феррита марки ЗСЧ18 состава $\text{Li}_{0,65}\text{Fe}_{1,598}\text{Ti}_{0,5}\text{Zn}_{0,2}\text{Mn}_{0,05}\text{Bi}_{0,002}\text{O}_4$ (рис.3.4) .

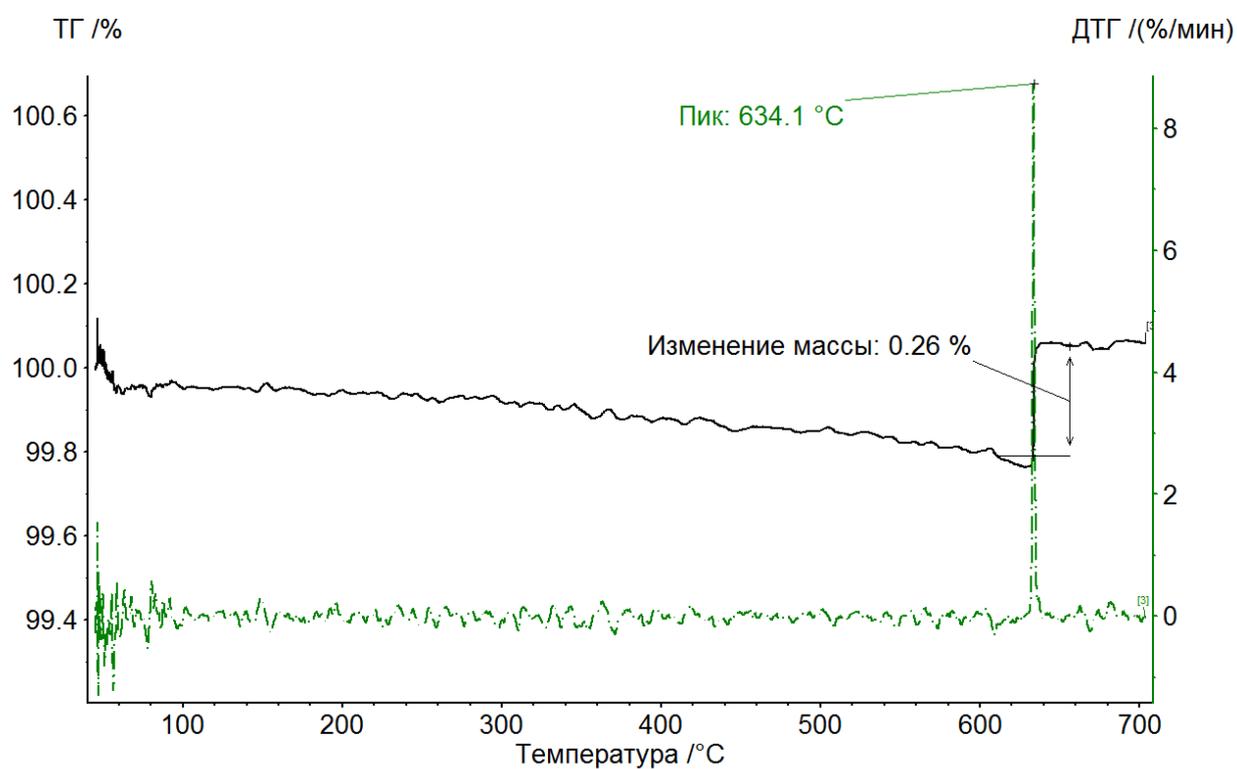


Рисунок 3.2 – Кривые ТГ и ДТГ при нагреве LiFe_5O_8 в магнитном поле

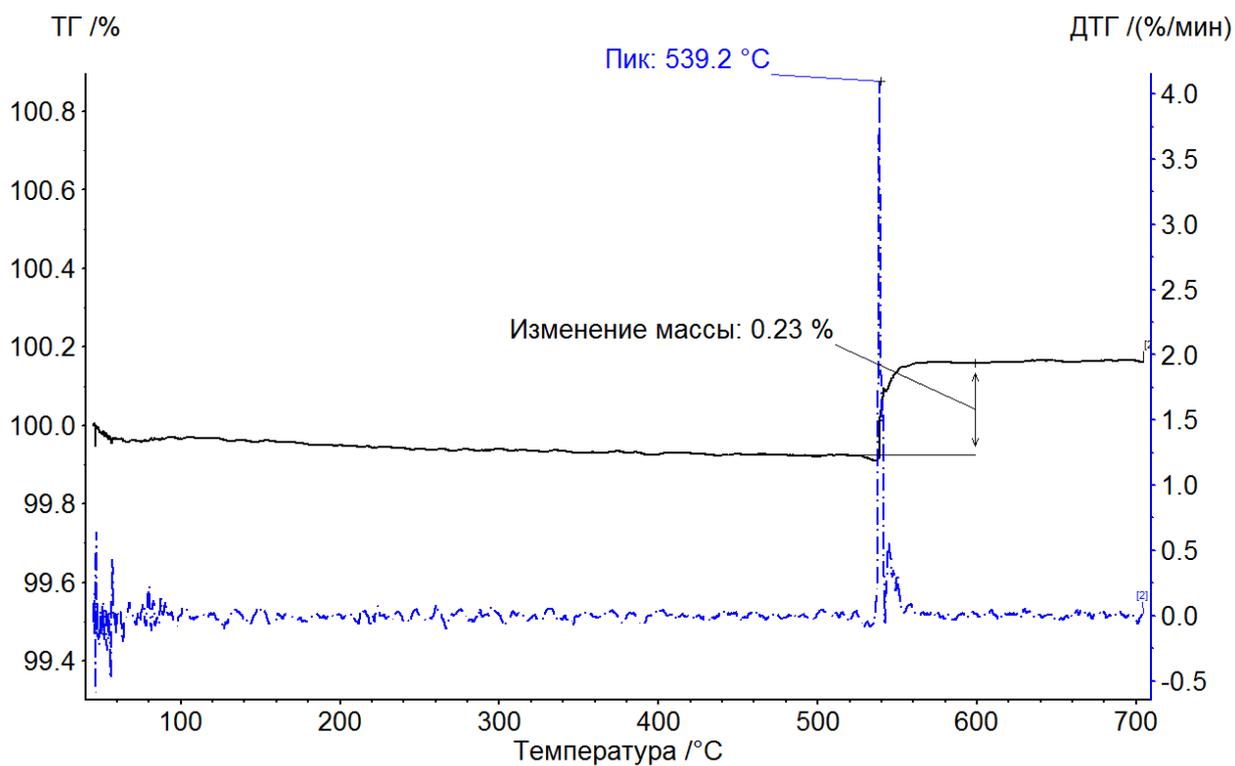


Рисунок 3.3 – Кривые ТГ и ДТГ при нагреве $\text{Li}_{0.6}\text{Fe}_{2.2}\text{Ti}_{0.2}\text{O}_4$ в магнитном поле

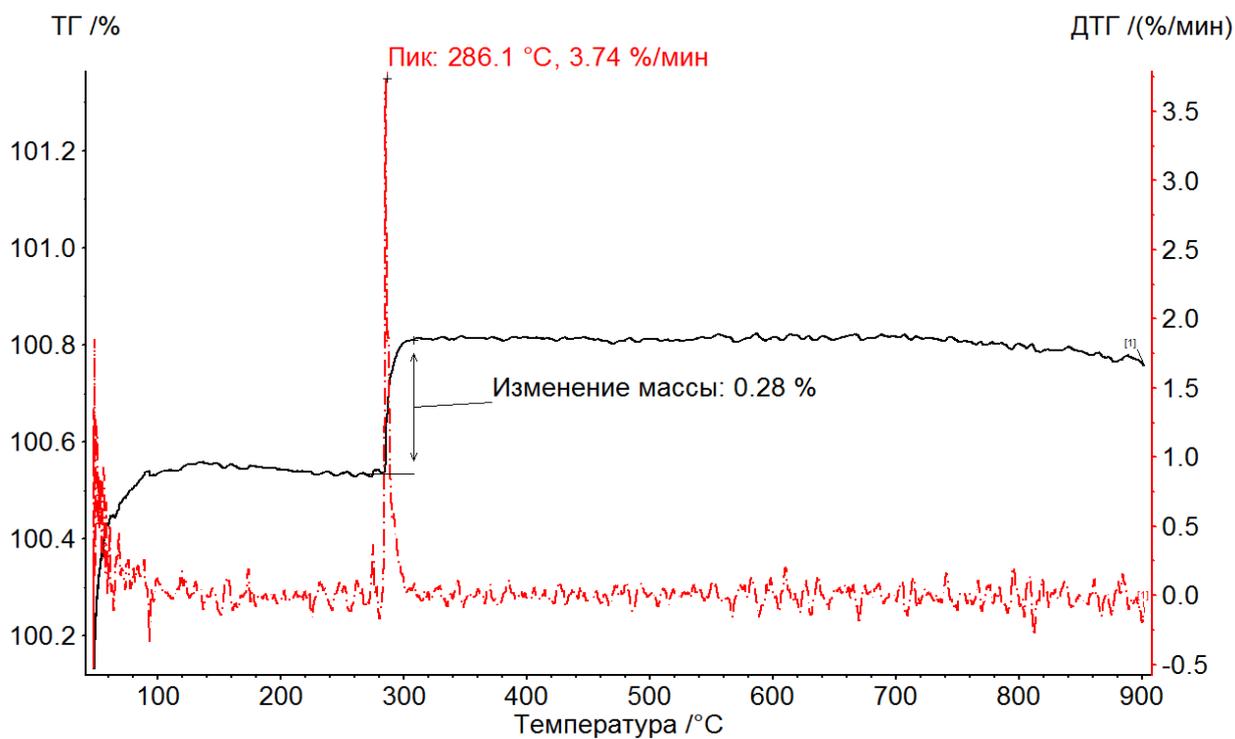


Рисунок 3.4 – Кривые ТГ и ДТГ при нагреве ЗСЧ-18 в магнитном поле

Из приведенных графиков видно, что в момент магнитофазового перехода «ферромагнетик-парамагнетик» на ТГ кривых наблюдаются весовые скачки. По ДТГ кривым легко определить температуру этого перехода, соответствующая температуре Кюри для определенного состава.

Результаты термического анализа были сопоставлены с данными по температуре Кюри для эталонных ферритов.

Как показывают данные литературных источников [64], температуры Кюри для исследуемых составов равны $T_c=635\pm 2^\circ\text{C}$ для феррита LiFe_5O_8 , $T_c=540\pm 2^\circ\text{C}$ для $\text{Li}_{0.6}\text{Fe}_{2.2}\text{Ti}_{0.2}\text{O}_4$ и $T_c=285\pm 2^\circ\text{C}$ для ферритов ЗСЧ-18 [65].

Погрешности температуры Кюри для ферритов был измерен методом Корнфельда, который определяется по формуле:

$$\Delta x = \frac{x_{\max} - x_{\min}}{2}$$

где Δx - абсолютная погрешность;

x_{\max} – максимальная измерения;

x_{\min} – минимальная измерения.

Пятикратно измеряя температуры Кюри исследуемых ферритовых материалов, было получено абсолютная погрешность Δx равная 2°C .

Исходя из представленных данных, можно видеть хорошее совпадение температур Кюри исследуемых ферритов с приведенными выше значениями для эталонных образцов.

Таким образом, термомагнитометрический контроль позволяет с достаточно высокой точностью определить температуры магнитных фазовых переходов в ферритах.

3.2 Чувствительность термомагнитометрического анализа магнитной фазы в смеси $\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$.

3.2.1 Методика эксперимента

Исследованный литиевый феррит изготавливался методом твердофазного синтеза по реакции $\text{Li}_2\text{CO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{LiFe}_5\text{O}_8$ на воздухе, в печи сопротивления при температуре 900°C в течении 2 часов. Полученный феррит исследовался на фазовую однородность методом рентгенофазового анализа, который показал 100% содержание конечного продукта синтеза. Литиевый феррит измельчали в агатовой ступке и смешивали путем протираания смеси через сито с промышленным порошком Al_2O_3 в различных весовых пропорциях таким образом, чтобы получились образцы с относительным весовым содержанием фазы пентаферрита лития равным 0,5, 1, 2 вес.%. Таким образом, образцы представляли собой смесь магнитной и немагнитной фаз общим весом 2 грамма с различным процентным весовым содержанием LiFe_5O_8 .

Образцы исследовались рентгенофазовым анализом на дифрактометре ARL X-TRA с полупроводниковым Si(Li) Пельтье детектором в диапазоне углов 2θ от 10° до 70° . Вес образца 2 г. Рентгенограммы расшифровывались методом полнопрофильного анализа с использованием специализированного программного комплекса Powder Cell 2.5.

Образцы исследовались методом термогравиметрического анализа (ТГ/ДТГ) в атмосфере воздуха, проводимому на термическом анализаторе STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия), вес образца составляет 2 г. Обработка полученных термогравиметрических кривых проводилась в программном продукте Proteus Analysis (Netzsch, Германия).

3.3.2 Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рисунке 3.5 представлены ТГ и ДТГ кривые для образцов $\text{LiFe}_5\text{O}_8+\text{Al}_2\text{O}_3$ с различным содержанием литиевой ферритовой фазы. Термический анализ кривой для чистого литиевого феррита (рисунок 3.5 а) выявил наличие магнитного фазового перехода при температуре $625,3\text{ }^\circ\text{C}$, которая соответствует точке Кюри для LiFe_5O_8 [1]. При этом высота скачка на ТГ кривой максимальна и равна $0,353\text{ }\%$. С уменьшением содержания магнитной фазы в смеси (рисунок 3.5 б, в, г), наблюдается уменьшение высоты скачка ТГ кривой вплоть до $0,0008\%$ для смеси с $0,5\text{ }\%$ содержанием LiFe_5O_8 (рисунок 3.5 г). При этом отчетливо можно оценить положение, высоту и полуширину кривой ДТГ. И как было установлено в работе [66], значения площадей пиков ДТГ можно сопоставить с количественным содержанием фаз в феррите.

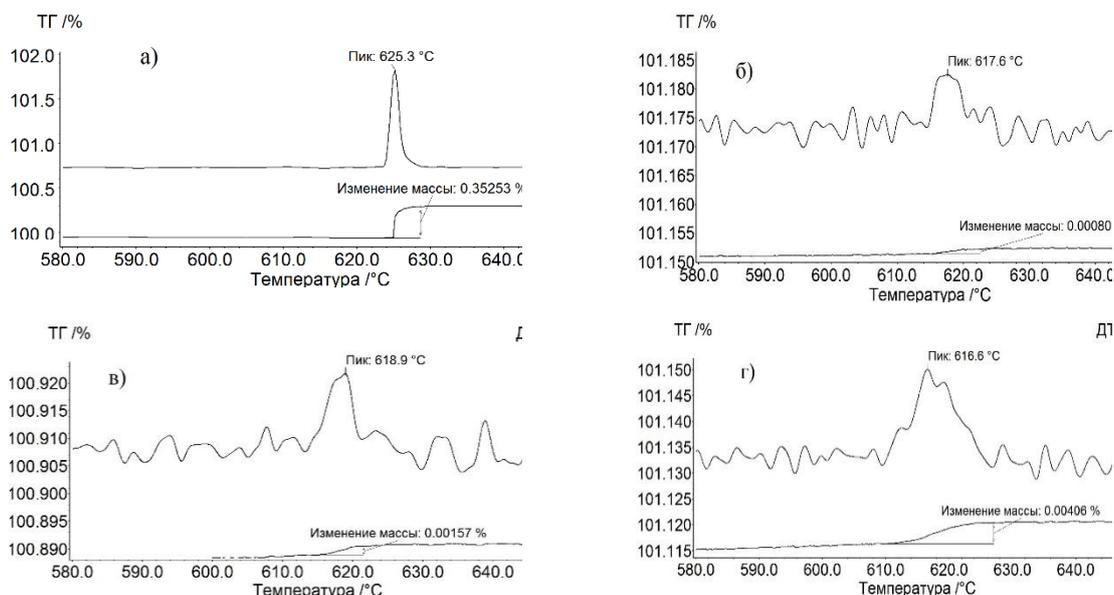


Рисунок 3.5 – ТГ/ДТГ зависимости для образцов $\text{LiFe}_5\text{O}_8+\text{Al}_2\text{O}_3$ при различном содержании пентаферрита лития в смеси: а) 100 вес.%, б) 0,5 вес.%, в) 1 вес. %, г) 2 вес.%.

Как показано в работе [67, 68], содержание ферритовой фазы определяется по величине скачка в весовой зависимости при прохождении

образом температуры Кюри во внешнем магнитном поле. Как видно из рисунка 3.5, увеличение содержания магнитной фазы в смеси компонентов ведет к росту значения весового скачка на термогравиметрической кривой. На рентгенограммах (рисунок 3.6) наблюдается увеличение интенсивности для трех основных рефлексов пентаферрита лития, однако это увеличение не существенное.

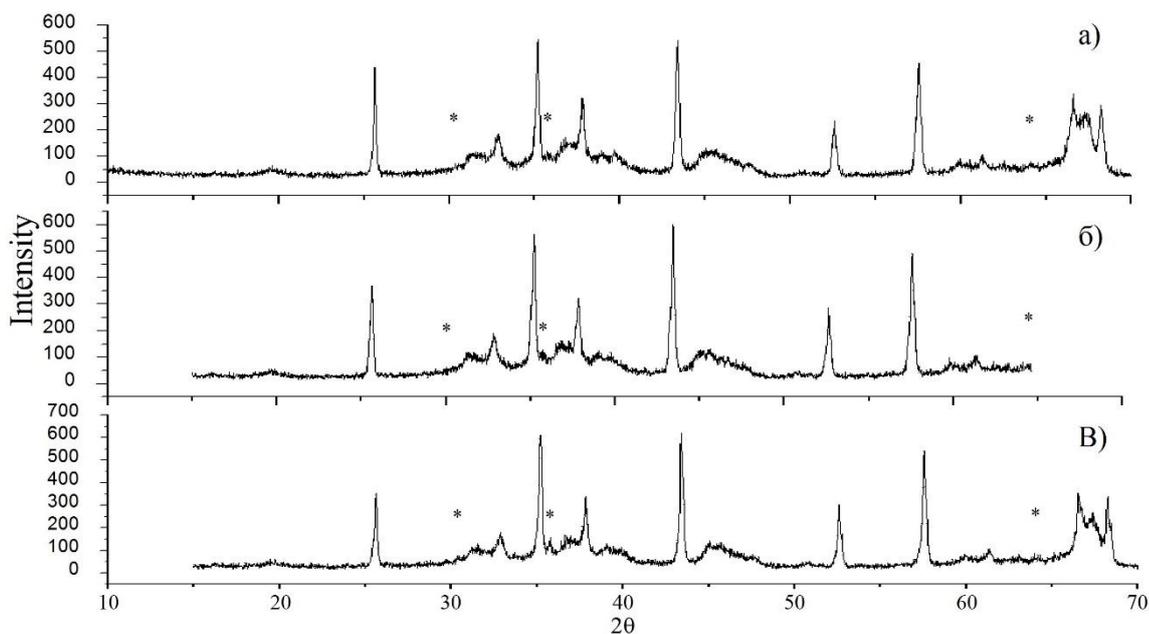


Рисунок 3.6 – Рентгенограммы для образцов состоящих из смеси компонентов ($\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$) в различных весовых пропорциях: а) 1 вес.%, б) 1,5 вес.%, в) 2 вес.%. (* фаза LiFe_5O_8)

Расшифровка рентгенограмм, для всех исследованных образцов дает значения содержания пентаферрита лития на уровне погрешности метода измерения. Таким образом корректное определение LiFe_5O_8 возможно только при 2 и более вес. %.

3.3 Исследование фазового состава литий-титановых ферритов с помощью методов термогравиметрии и РФА анализов.

Получение многокомпонентных магнитных материалов, включая ферриты, приводит к необходимости уделять большое внимание получению порошков максимально гомогенизированных на стадии синтеза.

Традиционным методом контроля гомогенности состава является метод рентгенофазового анализа (РФА). Однако в случае с литий-замещенными феррошпинелями, РФА в количественном плане и с точки зрения достоверности требует дополнительных операций уточнения, поскольку данный метод не позволяет разделять все возможные 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 [69] и литий-цинкового [70] феррита, но возможность применения магнитометрического метода при исследовании синтеза литий-титановых ферритов широкого состава требует дополнительной проработки.

В настоящей работе с помощью термомагнитометрического метода и математического моделирования проведена оценка фазового состава продуктов синтеза на примере образования литий-замещенной феррошпинели $\text{Li}_{0.7}\text{Fe}_{1.9}\text{Ti}_{0.4}\text{O}_4$.

3.3.1 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 $x = 0,4$.

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 с единичной промежуточной операцией помола и перемешиванием.

После операции обжига образцы подвергались РФА и ТГ(М)/ДТГ(М) анализам. РФА анализ был проведен на дифрактометре *ARL X'TRA*. Распознавание фаз проводилось с использованием порошковой базы данных *PDF-4* Международного центра дифракционных данных (ICDD), с использованием программного продукта *PowderCell 2.4*. Термогравиметрический анализ осуществлялся на термическом анализаторе *STA 449C Jupiter* фирмы *Netzsch* (Германия), с прикрепленной магнитной сборкой, из двух постоянных магнитов ($H \sim 5$ Э), для осуществления контроля над магнитным состоянием образцов. Определение фазового состава проводилось с помощью математического моделирования с применением программного обеспечения *Peak Separation*, разработанного фирмой *Netzsch*.

3.3.2 Экспериментальные результаты и их обсуждение

На рисунке 3.7 представлены рентгеновские дифрактограммы для образцов А и Б. При анализе фазового состава образцов в программе *Powder Cell 2.4* включался широкий набор фаз литий-титановых ферритов $x_{\text{Ti}}=0;0.2;0.4;0.6;0.8$.

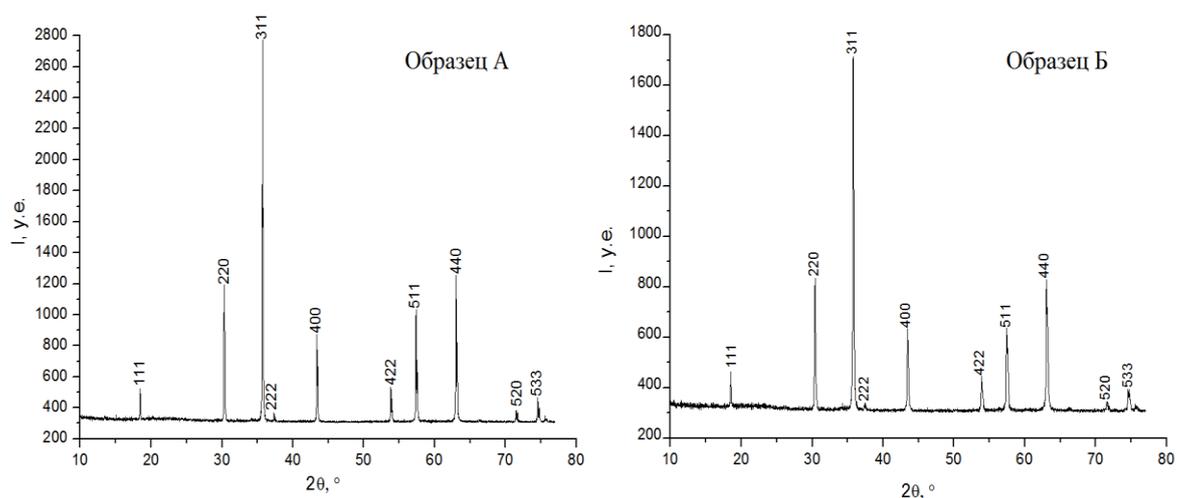


Рисунок 3.7 – Дифрактограммы для образцов $\text{Li}_{0.6}\text{Fe}_{2.2}\text{Ti}_{0.2}\text{O}_4$ синтезированных при различных режимах

Результаты РФА анализа представлены в таблице 3.1 и показывают, что все наблюдаемые рефлексы принадлежат шпинельной фазе. Идентификация фаз показала существенное различие между образцами разных типов. Для группы А, РФА метод показал, полную гомогенность состава, в то время как в образцах группы Б, необходимый состав получен не был.

Таблица 3.1 – Результат РФА анализа

Тип образца	Фазы	Концентрация фазы, %
А	$\text{Li}_{0.6}\text{Fe}_{2.2}\text{Ti}_{0.4}\text{O}_4$	100
Б	$\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{2.05}\text{Ti}_{0.3}\text{O}_4$	44.6
	$\text{Li}_{0.82}\text{Fe}_{1.56}\text{Ti}_{0.63}\text{O}_4$	46
	LiFe_5O_8	2.4

Иной результат показал термомагнитометрический анализ, представленный на рисунке 3.8.

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.

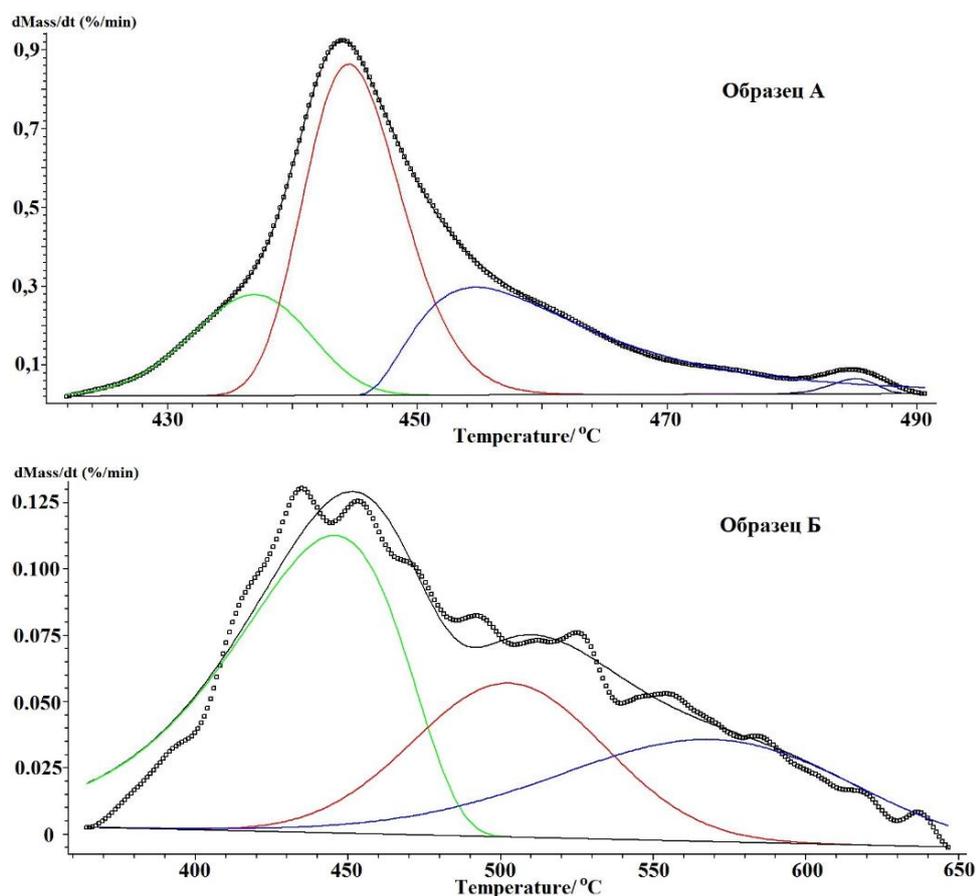


Рисунок 3.8 – Результат разложения кривой математическим моделированием: сплошная линия результат разложения экспериментальная кривая ДТГ(М), пунктир – экспериментальная кривая ДТГ(М)

Численные значения, соответствующие каждому пику, определенному при моделировании, приведены в таблице 3.2.

Как видно из таблицы 3.2, значения концентрации фазы колеблются в диапазоне от 0.1 до 0,34 %. Однако, у образцов группы А, наблюдается высокое содержание фаз с содержанием титана близкое к $x_{Ti}=0.3$. В тоже время, у образцов группы Б наблюдается большое содержание переходных фаз.

Таблица 3.2 - Результат математического моделирования

№ пика	Позиция пика, °С	Площадь пика, %	X _{Ti}
Образец А			
1	436.9	18.08	0,34
2	444.5	48.61	0,33
3	454.67	32.31	0,3
4	485.67	1	0.25
Образец Б			
1	445.68	47.7	0,33
2	502.64	25.8	0,22
3	568.87	26.5	0.11

Сравнение двух методов РФА и термического анализ при исследовании фазового состава литий-титанового феррита, показывает существенное различие полученных данных, что может быть обусловлено невозможностью РФА метода разделить фазы с близкими значениями параметра решетки. Таким образом, можно говорить о том, что зависимость ДТГ(М) позволяет более строго определять температуры магнитных фазовых переходов и тем самым более полно характеризовать фазовый состав образца.

4 ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРИЖЕНИЕ

Целью данного раздела является определение перспективности и успешности научно-исследовательского проекта, разработка механизма управления и сопровождения конкретных проектных решений на этапе его реализации.

Достижение цели обеспечивается решением задач:

- разработка общей экономической идеи проекта, формирование концепции проекта;
- организация работ по научно-исследовательскому проекту;
- определение возможных альтернатив проведения научных исследований;
- планирование научно-исследовательских работ;
- оценки коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения;
- определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования.

4.1. Потенциальные потребители результатов исследования

Для анализа потребителей результатов исследования необходимо рассмотреть целевой рынок и провести его сегментирование, а также провести анализ конкурентоспособности. Результатом разработки метода исследования является то что, Термогравиметрический метод(ТГ) наиболее эффективно определяет гомогенность и фазой состав ферритовых материалов. Работа является частью научных исследований проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники диэлектриков и полупроводников Томского политехнического университета по исследованию радиационно-термических эффектов и процессов в неорганических материалах и разработка на их основе

новых методов получения керамических материалов и модифицирования их свойств.

Сегмент рынка, в котором будут использоваться образцы исследованные методом ТГ анализа – это фирмы или компании выпускающих большинства современных электронных и радиотехнических устройств.

4.2 Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

Детальный анализ конкурирующих разработок, существующих на рынке, необходимо проводить систематически, поскольку рынки пребывают в постоянном движении. Такой анализ помогает вносить коррективы в научное исследование, чтобы успешнее противостоять своим соперникам. Важно реалистично оценить сильные и слабые стороны разработок конкурентов.

С этой целью может быть использована вся имеющаяся информация о конкурентных разработках:

- технические характеристики разработки;
- конкурентоспособность разработки;
- уровень завершенности научного исследования (наличие макета, прототипа и т.п.);
- бюджет разработки;
- уровень проникновения на рынок;
- финансовое положение конкурентов, тенденции его изменения и т.д.

Анализ конкурентных технических решений с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения позволяет провести оценку сравнительной эффективности научной разработки и определить направления для ее будущего повышения.

Целесообразно проводить данный анализ с помощью оценочной карты, которой приведен по таблице Б.1 приведенной в Приложении Б. Для этого

необходимо отобрать не менее трех-четырёх конкурентных товаров и разработок.

Анализ конкурентных технических решений определяется по формуле:

$$K = \sum B_i \cdot \text{Б}_i, \quad (4.1)$$

где K – конкурентоспособность научной разработки или конкурента;

B_i – вес показателя (в долях единицы);

Б_i – балл i -го показателя.

Результат показывает, что ресурсоэффективность термоманнитометрического метода исследования фазового состава ферритовых материалов намного выше, чем у других конкурентов.

4.3 SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT-анализ производится для исследования внешней и внутренней среды проекта.

SWOT анализ проводится в несколько этапов.

I этапе описываем сильные и слабые стороны проекта, и выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые могут появиться или уже проявились в его внешней среде. Все результаты отображены в матрице SWOT приведен по таблице В.1 приведенной в Приложении В.

II этапу относится выявления соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Возможные несоответствие или соответствие нужны для выявления степени необходимости проведения стратегических изменений.

В рамках данного этапа была построена интерактивная матрица проекта. С использованием матрицы можно разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей матрицы SWOT. Каждый фактор помечается либо

знаком «+» (означает сильное соответствие сильных сторон возможностям), либо знаком «-» (что означает слабое соответствие); «0» – если есть сомнения в том, что поставить «+» или «-». Пример интерактивной матрицы проекта представлен в интерактивной матрице проекта.

Таблица 4.1 – Матрица «Сильные стороны-возможности»

		C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7
Возможности проекта	B1	+	+	-	-	-	-	+
	B2	+	+	-	-	+	+	+
	B3	+	+	+	-	+	+	+

Таблица 4.2 – Матрица «Слабые стороны-возможности»

		Сл1	Сл2	Сл3
Возможности проекта	B1	+	-	-
	B2	+	+	-
	B3	+	-	-

Таблица 4.3 – Матрица «Сильные стороны-угрозы»

		C1	C2	C3	C4	C5	C6	C7
Угрозы проекта	У1	+	+	+	-	+	+	+
	У2	0	0	-	-	+	-	-
	У3	+	+	+	-	0	+	+
	У4	-	-	-	-	-	-	-

Таблица 4.4 – Матрица «Слабые стороны-угрозы»

		Сл1	Сл2	Сл3
Угрозы проекта	У1	+	+	-
	У2	+	-	-
	У3	+	-	-
	У4	-	+	-

Таким образом, после проведенного SWOT-анализа можно сделать вывод, что данная технология имеет преимущества по сравнению с имеющимися разработками: работает при высокой температуре (до температуры Кюри), чувствительность выше на 1.5 %. Данная разработка более эффективно определяет фазовую состав ферритов, по сравнению с существующими технологиями, что будет способствовать привлечению покупателей. При реализации данного проекта могут возникнуть трудности из-за многокомпонентного состава ферритовых материалов. Отсутствие спроса на образцы может быть вызвано как неосведомленностью покупателей о появлении на рынке разработки, так и непониманием преимуществ новшества.

4.4 Оценка готовности проекта к коммерциализации

Коммерциализация в науке – это практическое использование научных изысканий и разработок в производстве товаров или предоставлении услуг, с тем, чтобы эти товары или услуги, можно было продать с максимальным коммерческим эффектом. Коммерциализация интеллектуальной собственности подразумевает использование интеллектуального труда для получения большей выгоды предпринимателями.

Для оценки готовности проекта заполняется форма (таблица Г.1 приведенной в Приложении Г), содержащая показатели о степени проработанности проекта с позиции коммерциализации и компетенциям разработчика научного проекта.

Оценка готовности научного проекта к коммерциализации (или уровень имеющихся знаний у разработчика) определяется по формуле 4.2:

$$B_{\text{сум}} = \sum B_i ,$$

(4.2)

где $B_{\text{сум}}$ – суммарное количество баллов по каждому направлению;

B_i – балл по i -му показателю.

Значение $B_{\text{сум}}$ позволяет говорить о мере готовности научной разработки и ее разработчика к коммерциализации. В нашем случае степень проработанности научного проекта и уровень имеющихся знаний у разработчика находятся в промежутке от 75 до 60, то такая разработка считается перспективной, Таким образом, по результатам оценки можно сделать вывод, что перспективность проекта среднее, следовательно, необходимо увеличивать объемы инвестирования и улучшить направление проведения оценки стоимости интеллектуальной собственности, повысить уровень компетенций недостающих разработчику в данном вопросе и предусмотреть возможности привлечения требуемых специалистов в команду проекта.

4.5 Инициация проекта

4.5.1 Цели и результаты проекта

В данном разделе необходимо привести информацию о заинтересованных сторонах проекта, иерархии целей проекта и критериях достижения целей. Под заинтересованными сторонами проекта понимаются лица или организации, которые активно участвуют в проекте или интересы которых могут быть затронуты как положительно, так и отрицательно в ходе исполнения или в результате завершения проекта. Это могут быть заказчики, спонсоры, общественность и т.п.

В таблице 4.5 приведена информация о заинтересованных сторонах проекта.

Таблица 4.5 –Заинтересованные стороны проекта

Заинтересованные стороны проекта	Ожидания заинтересованных сторон
Лаборатория ПНИЛ ЭДиП ИНК ТПУ	Появление на рынке продукта, который будет более качественным и долговечнее чем другие продукты и соответствовать заявленным требованиям.
Руководитель Суржиков А.П	
Исполнитель Тойчбай Э.	

В таблице 4.6 представлена информация об иерархии целей проекта и критериях достижения целей. Цели проекта должны включать цели в области ресурсоэффективности и ресурсосбережения.

Таблица 4.6 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Разработка метода контроля фазового состава ферритовых материалов, основанного на термогравиметрических измерениях в магнитном поле.
Ожидаемые результаты проекта:	Проведение термомагнитометрического анализа для ферритовых материалов
Требования к результату проекта:	Экономическая обоснованность
	Соответствие характеристики для определенного элемента в многокомпонентных магнитных материалов

4.5.2 Организационная структура проекта

На данном этапе работы решаются следующие вопросы: кто будет входить в рабочую группу данного проекта, определена роль каждого участника в данном проекте, а также прописаны функции, выполняемые каждым из участников и их трудозатраты в проекте. Эту информация представлена в таблице 4.7.

Таблица 4.7 - Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо-затраты, час.
1	Суржиков А.П профессор, д.ф-м.н. (ИНК ТПУ)	Руководитель проекта	Координация деятельности участников проекта и эксперт проекта	66
2	Тойчбай Э. Магистрант (ИНК ТПУ)	Исполнитель по проекту	Исследование ферритовых материалов методом термомагнитометрический анализ	176
ИТОГО:				242

4.6. Планирование управления научно-техническим проектом

4.6.1 Иерархическая структура работ проекта

Иерархическая структура работ (ИСР) – детализация укрупненной структуры работ. В процессе создания ИСР структурируется и определяется содержание всего проекта. В Приложении Е представлена иерархическая структура работ по проекту.

4.6.2 Матрица ответственности

Для распределения ответственности между участниками проекта формируется матрица ответственности (таблица 4.8). Степень участия в проекте может характеризоваться следующим образом:

Ответственный (О)– лицо, отвечающее за реализацию этапа проекта и контролирующее его ход.

Исполнитель (И) – лицо (лица), выполняющие работы в рамках этапа проекта.

Утверждающее лицо (У) – лицо, осуществляющее утверждение результатов этапа проекта (если этап предусматривает утверждение).

Согласующее лицо (С) – лицо, осуществляющее анализ результатов проекта и участвующее в принятии решения о соответствии результатов этапа требованиям.

Таблица 4.8 - Матрица ответственности

Этапы проекта	Руководитель Суржиков А.П.	Исполнитель Тойчбай Э.
Разработка и согласование технического задания	+	+
Изучение литературы		+
Изучение имеющихся технологий изготовления и исследования		+
Проведение патентного поиска и оформление его результатов		+

Продолжение таблицы 4.8 – Матрица ответственности

Этапы проекта	Руководитель Суржиков А.П	Исполнитель Тойчбай Э.
Обзор НТД		+
Исследование температуры Кюри ферритовых материалов		+
Разработка и исследование термомагнитометрического метода контроля фазового состава для ферритов	+	+
Определение чувствительности термомагнитометрического анализа для ферритов	+	+
Исследование фазового состава литий-титановых ферритов с помощью ТГ и РФА анализов	+	+
Написание статей и отчетов	+	+
Оформление отчета.	+	+

4.6.3 Контрольные события проекта

В рамках данного раздела были определены ключевые события проекта, их даты и результаты, которые должны быть получены по состоянию на эти даты. Эта информация сведена в таблицу (см. табл. 4.9).

Таблица 4.9 – Контрольные события проекта

№ п/п	Контрольное событие	Дата	Результат (подтверждающий документ)
1	Инициация проектом	14.09.15	Техническое задание, календарный план
2	Формирование требований к проекту	16.11.15	Патентный поиск, исходные данные к работе
3	Разработка	16.02.16	Термомагнитометрический анализ
4	Оформление результатов	13.05.16	Оформление отчета

4.6.4 Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты. Информация по данному разделу сведена в таблицу (см. таблицу 4.10).

Таблица 4.10 – Реестр рисков

№	Риск	Потенциальное воздействие	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
1	Риск технологической «неадекватности»	Низкий уровень финансирования проекта	1	5	Низкий	Оценки затрат на реализацию проекта	Отсутствие заказчика
2	Риск финансовой «неадекватности»	Использование материалов низкого качества, остановка реализации проекта	1	4	Низкий	Точный расчет необходимых затрат	Неверный расчет бюджета проекта
3	Риск неправильной оценки характеристик контрольных образцов	Время работы над проектом	1	5	Низкий	Персонал должен проходить периодическую переподготовку	Низкий профессиональный уровень рабочего персонала
4	Риск неуправляемости проектом	Низкий уровень качества разработанной технологии	3	5	Средний	Привлечение высококвалифицированного персонала	

4.6.5 План проекта

Для планирования выполнения ВКР необходимо составить календарный план проекта. Для этого построим диаграмму Ганта.

Диаграмма Ганта – это тип столбчатых диаграмм (гистограмм), который используется для иллюстрации календарного плана проекта, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ.

График строится в виде таблицы Д.1 приведенной в Приложении Д с разбивкой по месяцам и неделям за период времени выполнения научного проекта.

4.7 Бюджет научного исследования

При планировании бюджета разработки технологии изготовления контрольных образцов из неметаллов необходимо провести полную оценку всех расходов, необходимых для ее выполнения. Расходы группируются по следующим статьям:

1. расходы на сырье, материалы, покупные изделия;
2. расходы на специальное оборудование;
3. основная заработная плата;
4. дополнительная заработная плата;
5. отчисления в социальные фонды;
6. работы, выполняемые сторонними организациями;
7. накладные расходы.

4.7.1 Расчет затрат на сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты

Проведем расчет затрат на сырье, материалы, покупные изделия. Расчет стоимости материальных затрат производится по действующим прейскурантам. Материалы, необходимые для выполнения ВКР и их стоимость приведены в таблице 4.11.

Таблица 4.11 – Сырье, материалы необходимые для выполнения ВКР

Наименование	Кол-во	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Бумага для оргтехники (А4)	пачка	150	150
Канцелярские товары	комплект	220	220
USB Flash накопитель	1 шт.	1200	1200
Ферритовые порошки	1 кг.	480	480
Всего за материалы			2050
Итого по статье C_m			2050

Кроме приведенных выше материалов, для выполнения ВКР необходима электроэнергия, потребляемая компьютером. Затраты на электроэнергию рассчитываются по формуле:

$$C_{эл} = T_{эл} \cdot P \cdot t, \quad (4.3)$$

где n – тариф на электроэнергию (2.6 р. за 1 кВт·ч);

P – мощность оборудования (0.2 кВт·ч);

t –время использования оборудования (из расчета работы 8 часов в сутки).

Таким образом, суммарные расходы на материалы составляют:

$$C_{эл} = 2.6 \cdot 0.2 \cdot 8 \cdot 476 = 1980,16 \text{ руб.}$$

4.7.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных работ

Специальное оборудование, необходимое для проведения ВКР – термоанализатор STA 449 С Jupiter, рентгенофазовый дифрактометр ARL X'TRA, компьютер (ноутбук).

Таблица 4.12 - Перечень затрат на специальное оборудование

Наименование	Кол-во, шт.	Цена за единицу, руб.	Сумма, руб.
Термоанализатор STA 449 С Jupiter	1	4 млн	4 млн
Рентгенофазовый дифрактометр ARL X'TRA	1	7 млн	7 млн
Компьютер	1	90000	90000
Всего за материалы			11,09 млн
Итого по статье C_0			11,09млн

4.7.3 Расчет основной заработной платы

Проведем расчет основной заработной платы работников, непосредственно участвующих в разработке. Основная заработная плата работника от предприятия определяется по формуле:

$$Z_{\text{осн}} = Z_{\text{дн}} \cdot T_{\text{раб}}, \quad (4.4)$$

где $Z_{\text{дн}}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.;

$T_{\text{раб}}$ – продолжительность работ в рабочих днях.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{дн}} = \frac{Z_{\text{м}} \cdot M}{F_{\text{д}}}, \quad (4.5)$$

где $Z_{\text{м}}$ – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года (при отпуске в 24 раб.дня $M = 11,2$ месяца, 5-дневная неделя; при отпуске в 48 раб. дней $M = 10,4$ месяца, 6-дневная неделя);

$F_{\text{д}}$ – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб.дн.

Месячный должностной оклад руководителя :

$$Z_{\text{мр}} = 32792 \cdot 1,3 = 42629,6 \text{ руб.}$$

Месячный должностной оклад магистранта, как учебно-вспомогательного персонала 2-го квалификационного уровня:

$$Z_{\text{мм}} = 8022,65 \cdot 1,3 = 10429,45 \text{ руб.}$$

Определим действительный годовой фонд рабочего времени $F_{\text{н}}$ руководителя, исполнителя (магистранта), и исполнителя (аспирант) исходя из того, что они работают по 5-дневной неделе (таблица 4.13).

Таблица 4.13 - Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Исполнитель
Календарное число дней	366	366
Количество нерабочих дней	116	116
- выходные дни	96	96
- праздничные дни	20	20
Потери рабочего времени на отпуск	32	0
Действительный годовой фонд рабочего времени	218	250

Среднедневная заработная плата руководителя:

$$Z_{\text{дн.р}} = \frac{42629,6 \cdot 10,4}{218} = 2033,7 \text{ руб.}$$

Среднедневная заработная плата исполнителя:

$$Z_{\text{дн.и}} = \frac{10429,45 \cdot 12}{250} = 500,61 \text{ руб.}$$

Исходя из количества рабочих, основная заработная плата составит для руководителя:

$$Z_{\text{осн.р}} = 2033,7 \cdot 218 = 443346,6 \text{ руб.}$$

для исполнителя:

$$Z_{\text{осн.и}} = 500,61 \cdot 250 = 125152,5 \text{ руб.}$$

Таблица 4.14 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{\text{м}}$, руб	$Z_{\text{дн}}$, руб.	$T_{\text{р}}$, раб.дн.	$Z_{\text{осн}}$, руб.
Руководитель	42629,6	2033,7	218	443346,6
Исполнитель	10429,45	500,61	250	125152,5

4.7.4 Расчет дополнительной заработной платы

Дополнительная заработная плата научно-производственного персонала составляет в среднем 12% от суммы основной заработной платы.

Таким образом, дополнительная заработная плата:

для руководителя:

$$З_{д,р} = 443346,6 \cdot 0.12 = 53201,6 \text{ руб}$$

для исполнителя:

$$З_{д,и} = 125152,5 \cdot 0.12 = 15018,3 \text{руб.}$$

Таблица 4.15 – Заработная плата исполнителей ВКР

Заработная плата	Руководитель	Исполнитель
Основная зарплата	443346,6	125152,5
Дополнительная зарплата	53201,6	15018,3
Итого	496548,2	140170,8
Итого по статье $C_{зп}$	636719	

4.7.5 Расчет отчислений на социальные нужды

Отчисления на социальные нужды включают в себя отчисления во внебюджетные фонды: пенсионный фонд, фонд ОМС и т.д. Коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды составляет 30%, тогда

$$C_{внеб} = k_{внеб} \cdot (З_{осн} + З_{доп}) \quad (4.6)$$

$$C_{внеб} = 0,3 \cdot 140170,8 = 42051,24 \text{ руб.}$$

4.7.6 Расчет накладных расходов

В эту часть включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. Накладные расходы составляют 80-100 % от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнении темы.

Примем коэффициент накладных расходов $k_{накл}$ равным 90%,

$$C_{\text{накл}} = k_{\text{накл}} \cdot (Z_{\text{осн}} + Z_{\text{доп}}) \quad (4.7)$$

$$C_{\text{накл.}} = 0,9 \cdot 140170,8 = 126153,72 \text{ руб.}$$

Группировка затрат по статьям приведена в таблице 4.16.

Таблица 4.16 – Группировка затрат по статьям

Статьи затрат	Стоимость, руб.
Материалы	2050
Специальное оборудование	11,09 млн
Заработная плата	140170,8
Отчисления на социальные нужды	42051,24
Оплата работ, выполняемых сторонними организациями	10239,9
Накладные расходы	126153,72
Итого плановая себестоимость	11410665,7

Для реализации данной разработки потребуется 11410665,7 рубля.

4.7.7 Оплата работ, выполняемых сторонними организациями и предприятиями

Оплата работ, выполняемых сторонними организациями, включает в себя:

- Услуги Internet 450р в месяц. За 22 месяца – 9900руб;
- Распечатка 120 стр. – 180 руб., переплет – 30 руб.

Суммарные расходы на оплату работ, выполняемых сторонними организациями: 9930 руб.

4.7.8 Оценка экономической выгоды проекта

Стоимость предложенного проекта:

- рентгенофазовый дифрактометр стоимостью 7 млн. рублей
- термоанализатор STA 449 C Jupiter 4 млн. рублей

$\Delta = 7 \text{ млн} - 4 \text{ млн} = 3 \text{ млн руб.}$

Из расчетов следует, что предложенный вариант исследования фазового состава ферритовых материалов более выгоден по сравнению с существующим способом.

4.7.9 Оценка сравнительной эффективности исследования

Определение эффективности происходит на основе расчета интегрального показателя эффективности научного исследования. Его нахождение связано с определением двух средневзвешенных величин: финансовой эффективности и ресурсоэффективности.

Оценка эффективности исследования проводилась на основании сравнения контрольных образцов из металла и неметалла:

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\Phi}^p = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{max}}, \quad (4.8)$$

где I_{Φ}^p – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно-исследовательского проекта.

Так как стоимость исполнения представленного проекта максимальна, в сравнении с аналогами, следовательно, интегральные финансовые показатели разработки и аналогов равны

$$I_{\Phi}^p = 1, \quad I_{\Phi}^{a1} = 0.7.$$

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования определяется следующим образом:

$$I_m^a = \sum_{i=1}^n a_i b_i^a, \quad (4.9)$$

$$I_m^p = \sum_{i=1}^n a_i b_i^p, \quad (4.10)$$

где: I_m – интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов;

a_i – весовой коэффициент i -го параметра;

b_i^a, b_i^p – бальная оценка i -го параметра для аналога и разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания;

n – число параметров сравнения.

Расчет интегрального показателя ресурсоэффективности проводился на основании данных представленных в таблице 4.17.

Таблица 4.17 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта.

ПО критерии	Весовой коэффициент параметра	Текущий проект	Аналог 1
1. Способствует росту производительности труда пользователя	0,1	5	4
2. Удобство в эксплуатации (соответствует требованиям потребителей)	0,15	3	3
3. Помехоустойчивость	0,15	5	5
4. Энергосбережение	0,2	4	3
5. Надежность	0,25	5	3
6. Материалоемкость	0,15	4	4
ИТОГО	1	26	22

Итоги расчетов:

$$I_m^p = 4.35, \quad I_m^{a1} = 3,55.$$

Интегральный показатель эффективности разработки ($I_{финр.}^p$) и аналога ($I_{финр.}^a$) определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{финр.}^p = \frac{I_m^p}{I_\phi^p}, \quad (4.11)$$

$$I_{финр.}^a = \frac{I_m^a}{I_\phi^a}. \quad (4.12)$$

Интегральные финансовые показатели эффективности равны:

$$I_{финр.}^p = 4.35, \quad I_{финр.}^{a1} = 5,07$$

Сравнение интегрального показателя эффективности текущего проекта и аналогов позволит определить сравнительную эффективность проекта. Сравнительная эффективность проекта:

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{финр.}}^p}{I_{\text{финр.}}^a}. \quad (4.13)$$

Таблица 4.18 – Сравнительная эффективность разработки

№ п/п	Показатель	Разработка	Аналог 1
1	Интегральный финансовый показатель	1	0,7
2	Интегральный показатель ресурсоэффективности	4,35	3,55
3	Интегральный показатель эффективности	4,35	5,07
4	Сравнительная эффективность	1	1,42

Полученные данные позволяют сделать следующие выводы: интегральный показатель ресурсоэффективности разработки превышает показатели аналога, что говорит о том, что исследования достаточно эффективна и может конкурировать с системами подобного типа. Однако, показатель сравнительной эффективности показывает, что технические слабости присутствуют и их необходимо решать.

5 СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ

Объектом исследования являются термомагнитометрический метод и ферромагнитные (ферритовые) материалы. Ферромагнетики (ферриты) – вещества, обладающие спонтанной намагниченностью, т.е. они намагничены даже при отсутствии внешнего магнитного поля. К ферромагнетикам кроме основного их представителя – железа – относится, например, кобальт, никель, их сплавы.

В данном пункте анализируются вредные и опасные факторы, которые могут возникать при разработке термомагнитометрического метода контроля гомогенности и фазового состава ферритовых материалов.

Для выбора факторов использовалось ГОСТ 12.0.003-74 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация» [71].

Таблица 5.1 – Опасные и вредные факторы при выполнении работ по исследованию фазового состава ферритовых материалов.

Источник фактора, наименование видов работ	Факторы (по ГОСТ 12.0.003-74)		Нормативные документы
	Вредные	Опасные	
Термоанализатор STA 449 C Jupiter и персональные компьютеры с прилагающимися периферийными устройствами.	1. повышенный уровень шума на рабочем месте; 2. отклонение параметров микроклимата 3. недостаточное освещение 4. ЭМП	1. Электрический ток	Параметры микроклимата устанавливаются СанПиН 2.2.4.548-96. 2.2.4. Допустимый уровень шума ограничен санитарным нормам СанПиН 2.2.4/2.1.8.562-96 СП 52.13330.2011 Естественное и искусственное освещение. Электробезопасность проводился по ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ и ГОСТ Р МЭК 61140-2000.

5.1 Анализ вредных и опасных факторов при проведении исследований.

5.1.1. Некомфортные метеороусловия

Научно исследовательские работы, проводимые в ходе подготовки магистерской диссертации, согласно СанПиН 2.2.4.548-96. 2.2.4. «Физические факторы производственной среды. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений», относятся к категории работы Ia с интенсивностью энергозатрат до 120 ккал/ч (до 139 Вт), т.к. работы проводились в основном сидя и сопровождались незначительными физическими напряжениями [72].

Микроклимат в лабораторных условиях определяется следующими параметрами:

- 1) относительная влажность воздуха;
- 2) температура воздуха;
- 3) скорость движения воздуха.

Оптимальные микроклиматические условия установлены по критериям оптимального теплового и функционального состояния человека. Они обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта в течение 8-часовой рабочей смены при минимальном напряжении механизмов терморегуляции, не вызывают отклонений в состоянии здоровья, создают предпосылки для высокого уровня работоспособности и являются предпочтительными на рабочих местах.

Оптимальные параметры микроклимата на рабочем месте соответствуют величинам, приведенным в таблице 5.2, применительно к выполнению работ категории Ia в холодный и теплый периоды года.

Таблица 5.2 – Оптимальные величины показателей микроклимата в лаборатории при проведении исследований.

Период года	Категория работ	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относит. влажность воздуха, %	Скорость движения, м/с
Холодный	Ia	22 – 24	21 – 25	60 – 40	0.1
Теплый	Ia	23 – 25	22 – 26	60 – 40	0.1

Для оптимизации микроклимата и состава воздуха в лаборатории должно быть обеспечены надлежащий воздухообмен и отопление, тепловая изоляция нагретых поверхностей оборудования, воздухопроводов и трубопроводов. Для повышения влажности воздуха в помещении рекомендуется применять увлажнители воздуха.

5.1.2 Повышенный уровень шума

Предельно допустимый уровень (ПДУ) шума – это уровень фактора, который при ежедневной (кроме выходных дней) работе, но не более 40 часов в неделю в течение всего рабочего стажа, не должен вызывать отклонений или заболеваний в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Соблюдение ПДУ шума не исключает нарушения здоровья у сверхчувствительных лиц. Допустимый уровень шума ограничен санитарным нормам СанПиН 2.2.4/2.1.8.562-96 «Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки» [73].

Уровни шума на рабочих местах пользователей персональных компьютеров не должны превышать значений 50 дБА.

Понизить степень шума в помещении возможно внедрением звукопоглощающих материалов с наивысшими коэффициентами

звукопоглощения для отделки помещений, подтвержденных специальными акустическими расчетами. Добавочным звукопоглощением можно выбрать одноцветные занавеси из непроницаемой ткани, гармонирующие с расцветкой стенок и подвешенные в складочку на дистанции 15 – 20 см от загромождения. Ширина штора обязана в 2 раза превышать ширину окна.

5.1.3 Недостаточная освещенность

Освещение очень важный фактор для человека. Основная часть информации (90 %) человек принимает с помощью зрительного контакта, поступающей из со всего мира. Свет — главный ключевой элемент человека, который дает способность видеть, дать оценку форму, перспективу и цвету окружающей среды. Освещение окружающей среды влияет как на зрительную работоспособность, так и на психическую и эмоциональную состояние человека. Исследователи накопили немало данных по биологическому влиянию света на организм человека. Отмечено, что освещение, кроме обеспечения зрительного контакта, через системы нервно оптико-вегетатива влияет на систему формирования иммунной защиты, эндокринную систему, развитие и рост организма, а так же воздействует на множество важных процессов жизнедеятельности, контролируя устойчивость и обмен веществ к влиянию не лучших факторов окружающей среды.

Согласно СП 52.13330.2011 Естественное и искусственное освещение. Актуализированная редакция СНиП 23-05-95 разряд зрительной работы принят равным 4Б[74]. Для проведения исследований с термическим анализатором должны соблюдаться следующие требование:

- равномерное и достаточное освещение;
- лучшая яркость;
- недоступность бликов и ослеплённости;
- сообразный контраст;
- верная цветовая гамма;

- недоступность стробоскопического эффекта или же вибрации света.

Сравнительная оценка искусственного и естественного света по его воздействию на трудоспособность показывает превосходство естественного света. Основным фактором, распознающим биологическую недостаточность искусственного и естественного освещения, является различие в спектральном строении излучения, включая активность естественного освещения в течение дней. Степень освещенности при работе с ферритовыми материалами должны быть снабжены электрическим светом локализованного или общего освещения, или же в случае присутствия дневным светом, например комбинацией естественного и дневного света или настольных ламп.

При работе с освещенностью не лучшего качества или же невысоких значений, люди имеют все шансы чувствовать утомление и переутомление око, собственно, что приводит к понижению работоспособности. Если не устранить этих факторов, человек может испытывать головные боли. В основном причинами головного боля, являются очень невысокие степени освещенности, ослепляющее воздействие света и соответствие яркостей в рабочих местах. К тому же головные боли могут вызвать пульсацией освещенности, который создает электромагнитные пуско-регулирующие аппараты (ПРА) для газоразрядных ламп, имеющие на частоту 50 Гц.

Безопасность труда должна обеспечивать зрительный комфорт и зрительную способность, который в свою очередь являются чрезвычайно важными для трудоспособности человека. Немало несчастных происшествии случается, кроме всего по причине неудовлетворительного освещения или же по причине оплошности, изготовленных трудящимся, по причине сложности распознавания проблемы такого или же другого предмета или же не понимания степени риска, связанного с сервисом транспортных средств, станков и т. п. Освещение формирует комфортное обстоятельства в рабочем зоне. [75].

5.1.4 Электромагнитное поле

Электромагнитных полей (ЭМП) создают: радиоизлучения, магнитные и электрические поля Земли, искусственные источники (радиовещание и телевидение, радиолокация, радионавигация и др.) атмосферное электричество. Излучению электромагнитной энергии создают массивные аппараты с высокочастотного обогрева, лабораторные и измерительные приборы. Любые элементы, подключенные в высокочастотную цепь, могут быть источниками излучения [76].

Эффект влияния электромагнитного поля на организм объекта принято расценивать численностью электромагнитной энергии, поглощаемым данным объектом при положении его в поле. Электромагнитное поле в меньших частотах (в этом случае 50 Гц) рассматривается как магнитное и электрическое поле, который не имеет связь между собой. Возникновение магнитного поля обусловлено наличием п тока на токоведущих частях электроустановок, а электрическое поле — присутствием напряжении по токоведущим частям. По этой же причине нужно отдельно рассматривать воздействие этих полей на биологический объект.

Параметры электрического поля нормируется напряженностью электрического поля в кВ/м, а параметры магнитного поля – напряженностью магнитного поля в А/м или индукция магнитного поля в мкТл, в согласовании с притязаниями СанПиН 2.2.1340-03 и по ГОСТ 12.1.002-99 "ССБТ. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах" [5-6].

Определено, что в установках сверхвысокого напряжения, неважно в каком точке поля энергия магнитного поля поглощенной человеческим телом раз в 50 меньше чем поглощенная энергия электрического поля.

5.1.5 Напряженность труда

Напряженность труда — это черта трудового процесса, отражающая нагрузку большей частью на центральную нервную систему, органы эмоций, эмоциональную область труда.

Интеллектуальная работа связана с переработкой и восприятием огромными численностями информации. Так как умственный труд работает с передачей и приемом большой информации, такие процессы как память, внимания и мышления всегда активизированы. Умственный вид труда значительно снижает активность человеческого организма. При умственном труде в день человек исчерпает 2500 – 3000 ккал энергозатраты [77].

Но от зависимости рабочей позы энергетические затраты меняются. Человек в позе сидя исчерпает 10-15 % энергозатрат от основной энергии; стоя – 10 – 25%, а в неудобной позе – энергозатрат имеет максимальную значению 40 – 50%. При активной умственной работе мозг употребляет 15 – 20% энергии от общего обмена в организме. Степень нервно-эмоциональной напряженности определяет повышение суммарных энергетических затрат при умственной работе. Дневной затраты энергии при интеллектуальном труде увеличивается на 48% при чтении вслух сидя, на 90 – 100% – у операторов ЭВМ и на 90% – при чтении лекций.

Интеллектуальная работа связана с нервным напряжением, которое находится в зависимости от значительности, угрозы и ответственности работы. Нервное напряжения влияет на увеличение потребления кислорода, изменение ЭКГ, тахикардию и на рост кровяного давления.

Все показатели имеют качественную или количественную выраженность и сгруппированы по видам нагрузок:

- интеллектуальные;
- сенсорные;
- эмоциональные;
- монотонные;

- режимные нагрузки.

Напряженность трудового процесса должна оцениваться на каждом рабочем месте. Оценка напряженности труда основана на анализе трудовой деятельности работников, должностных инструкций, хронометражных наблюдений (фотографии рабочего дня) и экспертной оценки [78].

5.2. Электрический ток

Электробезопасность - это система технических и организационных средств и мероприятий, обеспечивающих безопасность людей от опасного и вредного воздействия электромагнитного поля, электрической дуги и электрического тока.

Анализ производственного травматизма показывает, что число травм, вызванных воздействием электрического тока, является незначительной и составляет около 1%. Однако из общего количества смертельных несчастных случаев доля электротравм составляет 20-40% и занимает одно из первых мест.

По нормативным документам ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. «Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты» вредное и опасное влияния на людей электромагнитных полей, электрического тока и электрической дуги выявляются в виде профессиональных заболеваний и электротравм [79].

Степень вредного и опасного влияния на организм человека электромагнитного поля, электрического тока и электрической дуги зависит от:

- величины и рода тока и напряжений;
- частоты электрического тока;
- пути тока через тело человека;
- продолжительности воздействия электромагнитного поля или электрического тока на организм человека;
- условий внешней среды.

Для защиты от прикосновения к токоведущим частям применимо соблюдать следующие действие и предметы:

- защитные оболочки;
- безопасное расположение токоведущих частей.

- изоляция токоведущих частей (основная, дополнительная, усиленная, двойная);

- изоляция рабочего места;

- малое напряжение;

- защитное отключение;

- электрическое разделение (см. ГОСТ Р МЭК 61140) [80];

- предупредительная сигнализация, блокировки, знаки безопасности.

Источниками поражения током являются состояние электропроводки, выключателей, штепсельных розеток, при помощи которых оборудование включается в сеть, и заземления.

В лаборатории должны применяться следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части должны изолированы и ограждены, а ограждение имеет блокировку, отключающую подачу электроэнергии в случае снятия ограждения. Токоведущие части надежно изолированы, применены защитные ограждения (кожухи, крышки, сетки и т.д.), токоведущие части должны быть расположены на недоступной высоте. В установках напряжением до 1000 В достаточную защиту обеспечивает применение изолированных проводов [81].

5.3 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайная ситуация – опасное природное явление. Катастрофа, стихийное или иное бедствие, которое может повлечь за собой ущерб здоровью или человеческие жертвы, огромные материальные потери, разрушение условий человеческой жизнедеятельности. К чрезвычайным ситуациям также относятся аварии, техногенные катастрофы, широко распространенные инфекционные болезни людей, сельскохозяйственных животных и растений, а также применение современных средств поражения, в результате чего произошла или может произойти ЧС.

При возникновении чрезвычайных ситуаций техногенного и природного характера на территории организации или же за ее пределами, которые создают угрозу здоровью и жизни персонала необходимо соблюдать все требования установленной в организации инструкции [82].

Наиболее вероятными чрезвычайными ситуациями в лаборатории являются: ЧС техногенного характера, обрушения зданий и сооружений, ЧС социального характера.

Рассмотрим действия работников в случае возникновения ЧС *техногенного* характера.

Действия в случае возникновения пожара

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии в помещении используются первичные средства пожаротушения, которые предназначены для использования до прибытия пожарной команды [83].

Для тушения токоведущих частей и электроустановок на рабочем месте имеется в наличии переносной, порошковый, закачиваемый огнетушитель ОП-4. Зарядку порошковых огнетушителей производится один раз в пять лет.

Здание соответствует требованиям пожарной безопасности, а именно: есть охранно-пожарная сигнализация, план эвакуации, порошковый

огнетушитель с поверенным клеймом, таблички с указанием направления к запасному (эвакуационному) выходу.

Требования по использованию первичных средств пожаротушения: Углекислотные огнетушители (ОУ-7, ОУ-6, ОУ-5, ОУ-3, ОУ-2 и т. д.) предназначены для тушения загораний различных горючих веществ, за исключением тех, горение которых происходит без доступа воздуха, а также применяются для тушения электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В. Огнетушащее вещество – двуокись углерода.

Для приведения в действие углекислотных огнетушителей необходимо раструб направить на горящий предмет, сорвать пломбу, выдернуть чеку, нажать на рычаг (или повернуть маховик вентиля влево до отказа), направить струю на пламя. Держать огнетушитель вертикально, переворачивать его не требуется.

Во избежание обмороживания не касаться металлической части раструба оголенными частями тела. При тушении электроустановок, находящихся под напряжением, не допускается подводить к ним раструб ближе 1 м.

Внутренние пожарные краны (ПК) предназначены для подачи воды при тушении твердых сгораемых материалов и горючих жидкостей. Внутренний ПК вводится в работу двумя работниками: один прокладывает рукав и держит наготове пожарный ствол для подачи воды в очаг горения, второй – проверяет подсоединение пожарного рукава ПК и открывает вентиль для поступления воды.

Асбестовое полотно, войлок (кошма) используются для тушения небольших очагов загорания любых веществ и материалов, горение которых не может происходить без доступа воздуха. Очаг загорания накрывается асбестовым или войлочным полотном для прекращения воздуха.

Песок применяется для механического сбивания пламени и изоляции горящего или тлеющего материала от доступа воздуха. Подается в очаг пожара лопатой или совком.

Проанализируем действия рабочего персонала при возникновении различных *ЧС социального характера*

Рассмотрим действия работников в случае *обрушения здания*.

Покидая помещение, спускаться по лестнице, а не на лифте: он в любой момент может остановиться.

Не паниковать, не устраивать давку в дверях при эвакуации. Остановливать тех, кто собирается прыгать с балконов (этажей выше первого) и через застекленные окна.

Если отсутствует возможность покинуть здание, занять безопасное место: проемы капитальных внутренних стен, углы, образованные капитальными внутренними стенами, под балконами каркаса (они защищают от падающих предметов и обломков). Открыть дверь из помещения, чтобы обеспечить выход.

Не поддаваться панике и сохранять спокойствие. Держаться подальше от окон, электроприборов.

Если возник пожар, незамедлительно попытаться потушить его. Телефон использовать только для вызова представителей правоохранительных органов, пожарной охраны, врачей, спасателей.

Не пользоваться спичками: существует опасность взрыва вследствие утечки газа.

Оказавшись на улице, не стоять вблизи здания. Перейти на открытое пространство.

Действия в случае совершения террористического акта (взрыва)

Немедленно покинуть место происшествия, так как рядом могут находиться дополнительные взрывные устройства. Выйти из здания на улицу или спрятаться в укрытии, если таковое имеется.

Держаться подальше, насколько это будет возможно, от высоких зданий, стеклянных витрин или транспортных средств.

Если поблизости находятся сотрудники правоохранительных органов, следовать их указаниям.

Если сотрудники правоохранительных органов еще не прибыли, немедленно позвонить им. Не создавать толпу и не присоединяться к ней.

Владея информацией, которая сможет помочь задержать подозреваемых и определить местонахождение транспортного средства, причастного к террористическому акту, оперативно сообщить об этом в правоохранительные органы.

Действия при обнаружении взрывных устройств или подозрительных предметов

В случае обнаружения подозрительных предметов в здании на территории, оперативно сообщить о находке в правоохранительные органы и руководству.

Не трогать, не вскрывать и не перемещать находку. Зафиксировать время ее обнаружения. Помнить: внешний вид предмета может скрывать его истинное назначение. В качестве камуфляжа для взрывных устройств используются обычные бытовые предметы, сумки, пакеты, свертки, коробки, игрушки и т. д.

Не предпринимать самостоятельно никаких действий с предметами, с подозрением на наличие взрывного устройства: это может привести к взрыву, многочисленным жертвам и разрушениям.

5.4 Экологическая безопасность

Предполагаемых источников загрязнения окружающей среды, возникающих в результате реализации предлагаемых в ВКР конструкторских и технологических работ, нет. Так как при реализации данного проекта остается отходы ферритовых материалов весом 2 грамма.

5.5 Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны

При компоновке рабочего места с ПЭВМ были соблюдены следующие требования [84]:

1. расстояние между рабочими столами с видеомониторами (в направлении тыла поверхности одного видеомонитора и экрана другого видеомонитора), не менее 2.0 м, а расстояние между боковыми поверхностями видеомониторов – не менее 1.2 м;

2. рабочее место с ПЭВМ размещено в изолированном кабинете с организованным воздухообменом, так как на предприятии присутствуют источниками вредных производственных факторов;

3. экран видеомонитора находится от глаз пользователя на расстоянии 600 – 700 мм и не ближе 500 мм с учетом размеров алфавитно-цифровых знаков и символов;

4. конструкция рабочего стола обеспечивает оптимальное размещение на рабочей поверхности используемого оборудования с учетом его количества и конструктивных особенностей, характера выполняемой работы;

5. конструкция рабочего стула обеспечивает поддержание рациональной рабочей позы при работе на ПЭВМ, позволяет изменять позу с целью снижения статического напряжения мышц шейно-плечевой области и спины для предупреждения развития утомления;

6. поверхность сиденья, спинки и других элементов стула является полумягкой, с нескользящим, слабо электризующимся и воздухопроницаемым покрытием;

7. температура воздуха в помещении допускается в пределах 20-25°C при относительной влажности до 75 %; резкие перепады температуры не допускаются;

8. не допускается излишняя запыленность воздуха в помещении (не более 1 мг/м³ при максимальном размере частиц 3 мкм); обязательна влажная ежедневная уборка помещения.

Для компоновки рабочей зоны надо соблюдать эргономические требования. Эргономическими требованиями рабочих мест, в частности, являются: высота рабочей поверхности, размеры пространства для ног, требования к расположению документов на рабочем месте (наличие и

размеры подставки для документов, возможность различного размещения документов, расстояние от глаз пользователя до экрана, документа, клавиатуры и т.д.), характеристики рабочего кресла, требования к поверхности рабочего стола, регулируемость рабочего места и его элементов.

Главными элементами рабочего места являются письменный стол и кресло. Основным рабочим положением является положение сидя. Рациональная планировка рабочего места предусматривает четкий порядок и постоянство размещения предметов, средств труда и документации. То, что требуется для выполнения работ чаще, расположено в зоне легкой досягаемости рабочего пространства[85].

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Один из первых и традиционных методов фазового анализа является рентгенофазовый анализ (РФА). Однако для литий-замещенных феррошпинелей рентгенофазовый анализ не позволяет однозначно разделить фазы с близкими значениями параметра решетки. По этой же причине для анализа фазового состава литий-замещенных феррошпинелей был разработан термомагнитометрический метод контроля.

В настоящей работе был рассмотрен исследование термомагнитометрического метода контроля гомогенности и фазового состава ферритовых материалов.

В ходе исследований был проведен эксперимент по определению температуры Кюри в ферритовых материалах. Объектами исследования были ферриты чистого лития (литиевый LiFe_5O_8), феррошпинели (литий-титановый $\text{Li}_{0,6}\text{Fe}_{2,2}\text{Ti}_{0,2}\text{O}_4$) и феррошпинели сложного (литий-титан-цинковый $\text{Li}_{0,65}\text{Fe}_{1,598}\text{Ti}_{0,5}\text{Zn}_{0,2}\text{Mn}_{0,05}\text{Bi}_{0,002}\text{O}_4$) типа соединений. В результате, термомагнитометрический анализ определил с достаточно высокой точностью температуры магнитных фазовых переходов в ферритах разного состава. А также, было проведено исследование применимости термомагнитометрического метода для идентификации магнитной фазы в малых количествах в общем объеме материала, включающего магнитную LiFe_5O_8 и немагнитную Al_2O_3 фазы. То есть исследования были направлены на определение чувствительности термомагнитометрического метода по отношению к магнитному материалу с намагниченностью насыщения 264 Гс. Исследование показало, что метод термомагнитометрического анализа позволяет определить ферритовую фазу не менее чем 0,5 вес. % в смеси с немагнитным компонентом для образцов с намагниченностью насыщения более 264 Гс.

Сравнивая метод РФА и термомагнитометрический анализ при исследовании фазового состава литий-титанового феррита с уверенностью

можно сказать, что метод термомагнитометрического анализа позволяет с высокой точностью оценить фазовую гомогенность литий-замещенных феррошпинелей на различных этапах их обжига.

В разделе «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» магистерской работы НИР был оформлен как проект, состоящий из четырех этапов: предпроектный анализ, планирование и управление научным проектом и определение финансовой, ресурсной, экономической, бюджетной и социальной эффективности исследования.

На стадии предпроектного анализа было рассмотрено целевой рынок, анализ конкурентоспособности, сегментирование рынка, проведено FAST-анализ и оценено готовность проекта к коммерциализации. На стадии инициации проекта были определены изначальные цели проекта, содержание и фиксированы начальные финансовые ресурсы, определены внешние и внутренние стороны научного проекта, которые в своем очереди будут взаимно сотрудничать, и помогать достичь цели научного проекта. На стадии планирования управлением научно-технического проекта были приведены контрольные события проекта, составлен календарный план проекта в виде диаграммы Ганта, а также рассчитан бюджет научных исследований.

В разделе «Социальная ответственность» магистерской работы описано рабочее место, проведено анализ опасных и вредных проявлений факторов рабочей среды, затронуты главные факторы, который влияет на работоспособность сотрудника лаборатории, рассмотрено вопросы о защите при возникновении ЧС, организационные и правовые вопросы по обеспечению безопасности сотрудников, а также ряд мероприятия для компоновки рабочей среды.

На основе выше изложенных материалов можно сказать, что научно-исследовательская работа основанный на термомагнитометрический метод исследования выполнена в полном размере, поставленные задачи достигнуты.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ

1. Суржиков, А.П., Лысенко Е.Н., Астафьев А.Л., Тойчбай Э. Чувствительность термомагнитометрического анализа магнитной фазы в смеси $\text{LiFe}_5\text{O}_8+\text{Al}_2\text{O}_3$. // XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук», 26–29 апреля, 2016 Томск, Россия./ Принята к публикаций.
2. Суржиков, А.П., Астафьев А.Л., Тойчбай Э. Исследование фазового состава литий-титановых ферритов с помощью методов термического и РФА анализов. / VI Всероссийская научно-техническая конференция молодых ученых, аспирантов и студентов «Неразрушающий контроль: электронное приборостроение, технологии, безопасность» 23-27 мая, 2016 Томск, Россия./ Принята к публикаций.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Левин Б.Е. Физико-химические основы получения, свойства и применение ферритов. / Б.Е. Левин, Ю.Д. Третьяков, Л.И. Летюк. - М.: Металлургия, 1979. – 472 с.
- 2 Gallagher P.K. Thermomagnetometry. // J. Therm. Anal. Calorim. – 1997. – V.49. – № 1. С. 33–44.
- 3 Варшавский С.Т., Пашенко В.П., Мень А.Н. Дефектность структуры и физико-химические свойства феррошпинелей./ С.Т. Варшавский, В.П. Пашенко, А.Н. Мень. – М.: Наука, 1989. – 366 с.
- 4 Бляссе Ж. Кристаллохимия феррошпинелей. / Ж. Бляссе. – М.: Металлургия, 1968. – 184 с.
- 5 Шольц Н.Н., Пискарев К.А. Ферриты для радиочастот. / Н.Н. Шольц, К.А. Пискарев. – М.: Энергия, 1966. – 236 с.
- 6 Neel L. Magnetic properties of ferrites: ferrimagnetism and antiferromagnetism, " / L. Neel // Ann. De Phys.". – 1948. – v. 3, p. – 137.
- 7 Сафантиевский А.П. Поликристаллические феррошпинели СВЧ. Современное состояние и перспективы развития/А.П. Сафантиевский// Обзор по электронной технике, Сер.6. – 1979. – Вып. 9. – 30 с.
- 8 Шабардин, Р. С. Разработка технологии радиационно-термического спекания литий-титановой ферритовой керамики: дис. ... на соиск. ученой степени канд. тех. наук: 05.17.11 :защищена 27.12.04. — Томск: 2004. — 161 л.
- 9 Смит Я., Вейн Х. Ферриты./Я. Смит, Х. Вейн – М.: ИЛ, 1962. – 504 с.
- 10 Обоснование экономических преимуществ технологии радиационно-термического спекания ферритовой керамики/ Б. Г. Киселев, В. Г. Костишин, А. С. Комлев, Н. В. Ломоносова // Цветные металлы. – 2015. – №4. – С.10 – 14.

- 11 Ситидзе Ю., Сато Х. Ферриты./Ю. Ситдзе, Х.Сато – М.: Мир, 1964. – 408 с.
- 12 Физика твердого тела: Структура твердого тела и магнитные явления. Спецпрактикум/ Ю. И. Авксентьев, З.К. Золина, и др. ; Под общ. редакцией А.А. Канцельсона и Г.С. Кринчика – М.: Изд-во МГУ, 1982. – 304 с.
- 13 Зисман Г. А. Тодес О. М.. Курс общей физики: том 2 / Г. А. Зисман, О. М. Тодес – М.: Наука, 1972. – 366 с.
- 14 Савельев И. В., Курс общей физики: том 2 / И. В. Савельев – М.: Наука, Гл. ред. физ-мат. лит., 1982. – 496с.
- 15 Калашников С. Г. Электричество./ С. Г. Калашников – М.:Наука, 1964. – 666 с.
- 16 Вонсовский С. В., Щур Я. С.Ферромагнетизм./С. В. Вонсовский, Я. С. Щур – М.: Гостехиздат, 1948. – 816 с.
- 17 Вонсовский С. В. Магнетизм./ С.В. Вонсовский – М.: Наука, 1971. – 385 – 392 ,714 – 718, 724 – 736 с.
- 18 Белов К.П. Упругие, тепловые и электрические явления в ферромагнитных металлах/ К.П. Белов М.: ГИТТЛ, 1951. – гл. 1.
- 19 Тикадзуми С. Физика ферромагнетизма: 2 тома /С. Тикадзуми – М.: Изд-во Мир, 1983. – 304 с, 1987. – 419 с.
- 20 Чечерников В.И. Магнитные измерения./ В.И. Чечерников. М.: Изд. 1 Изд-во МГУ,1963. – 63-68 с.; изд. 2-е, 1969. – 86-94 с.
- 21 De Sa A., Phys J. E: Sci, Instrum./ A. de Sa, J. Phys. – 1968. – 1136с.
- 22 Тамм И.Е. Основы теории электричества / И.Е. Тамм // Ферромагнетизм. Молекулярное поле Вейсса. — М.: Наука, 1966.
- 23 Савельев И.В. Курс общей физики /И.В.Савельев// Электричество и магнетизм, Ферромагнетизм.. – М.: Наука, 1982. – 496 с.
- 24 Калашников С.Г. Электричество/ С.Г.Калашников// Глава XI. Магнетики – М.:Наука, 1970. – 624 с.

- 25 Чечерников В.И. Магнитные измерения/ Методы исследования слабомагнитных веществ. – М.:МГУ, 1969. – 387 с.
- 26 Хлопкин М.Н. Определение точки Кюри ферромагнетика методом Зилова-Ренкина./ мет. указание М.Н. Хлопкин 2001.,.
- 27 Бойко Н.В., Евстюхина И.А., Рудаков С.Г. Применение термоанализа для исследования конденсированных сред: Учеб. пособие. – М.:МИФИ, 2008. – 104 с.
- 28 Keatch C.J. and Dollimore D.(ed.). An Introduction to Thermogravimetry. London: Heyden&Son ,1975, p.5.
- 29 Nishiyama A. and Ishida R., Trans. Japan Inst. Metals, 3/1962/185.
- 30 Moskalewicz R., Proc. Fourth Int. Conf. on // Thermal Analysis Heyden. London: New York, Rheine, 1975. p. 873.
- 31 Moskalewicz R. Proc. First European Symp. on //Thermal Analysis Heyden. London: Philadelphia, Rheine, 1976. p. 25.
- 32 Moskalewicz R., Thermochim. Acta, 1979. vol 28. p.229.
- 33 Уэндландт У. Термические методы анализа./ Пер. с англ. под редакцией В. А. Степанова и В. А. Берштейна – Москва:Издательство «Мир», 1978. – 526 с.
- 34 Котельникова О.А., Перов Н.С., Радковская А.А. и др. Исследование температурной зависимости намагниченности ферромагнетиков. / Спецпрактикум. – М.:МГУ. 2003. – 23 с.
- 35 Standards for the calibration of a vacuum thermogravimetric analyzer for determination of vapor pressures of compounds: US 2005/0025212 A1 /0025212 A1 (19) United States Carter et al. (43) Pub. Date: Feb. 3, 2005.
- 36 Donato Casati, Merate; Fabio Mauri, Bernareggio, both of (IT) Temperature calibration for a thermogravimetric analyzer: Patent N0.: (45) US 6,354,732 B1/ Date of Patent: Mar. 12, 2002.
- 37 Vitaly A. Vlasov, Elena N. Lysenko, Andrey V. Malyshev. High Energy Effect in Li-Ti-Zn Ferrite Syntesis //2015 International Siberian Conference on Control and Communications (SIBCON).

- 38 Gruskova A., Slama J., Dosoudil R., Usakova M., Jancarik V., and Usak E. Microwave properties of some substituted Li-Zn ferrites// J. of Magn. and Magn. Mat., vol. 320, issue 20, pp. 860-864, (2008).
- 39 Gruskova A., Jancarik V., Slama J., and Dosoudil R. Effect of Zn-Ti substitution on electromagnetic properties of Li ferrites// J. of Magn. and Magn. Mat., vol. 304, issue 2, 2006. – pp. 762-765.
- 40 Surzhikov A. P., Pritulov A.M., Lysenko E. N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., and Malyshev A.V. Analysis of the phase composition and homogeneity of ferrite lithium-substituted powders by the thermomagnetometry method// J. Therm. Anal. Calorim., vol. 112, 2013. – pp. 739-745,
- 41 Astafyev A.L., Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Neudahina N.A. Development of control method for ferrite phase composition using thermomagnetometric analysis// IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – vol. 66, 012037.
- 42 Garn P.D., Menis O. and Wiedemann H.G. NIST Cert@cate GM-761: ICTA Certified Reference Materials for Thermogravimetry// NIST, Gaithersburg, MD.
- 43 Уманский Я.С. Рентгенография металлов и полупроводников. М.: Металлургия, 1969. – 496с.
- 44 Васильев Е.К., Нахмансон М.М. Качественный рентгенофазовый анализ. Новосибирск: Наука, 1986. – 200 с.
- 45 Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно - оптический анализ. М.: Металлургия, 1970. 4. Кристаллохимия и структурная минералогия. / Под ред. Франк-Каменецкого, Л.: Наука, 1979. – 111- 121 с.
- 46 Миркин Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. М.: Физматиздат, 1960. – 464 с.
- 47 Недома И.Н. Расшифровка рентгенограмм порошков. М.: Металлургия, 1975. – 208 с.

- 48 Чугунова М. В. Физико-химическое взаимодействие в системах из фторидов, хлоридов и бромидов S1-элементов: дис. ...соиск. канд. хим. Наук. – Самара, 2011. –220 с.
- 49 Кузнецова Г.А. Качественный рентгенофазовый анализ: Метод. указания. – Иркутск, 2005. – 28 с.
- 50 Рафиенко В. А. Разработка и обоснование комбинированной технологии переработки труднообогатимых шунгитовых пород: дис. ... кандидата технических наук. – Москва: Моск. гос. гор. ун-т., 2013. – 156 с.
- 51 Brown M. E., Introduction to Thermal Analysis, Techniques and applications, 1998, CHAPMAN AND HALL New York
- 52 Brown, M. E., Dollimore, D. and Galwey, A. K. (1980) Reactions in the Solid State, Comprehensive Chemical Kinetics, (eds. C. H. Bamford and C. F. H. Tipper), Elsevier, Amsterdam Czanderna, A. W. and Wolsky, S. P.,1980. – Vol. 22.
- 53 Keatch, C. J. and Dollimore, D. An Introduction to Thermogravimetry, Heyden, London, 1975. – 2nd edn.
- 54 Daniels, T. Thermal Analysis, Kogan Page, London, 1973.
- 55 Duval, C. Inorganic Thermogravimetric Analysis, Elsevier, Amsterdam, 1963. – 2nd edn.
- 56 J. Sestak, Thermophysical properties of solids, Academia, Prague, 1984.
- 57 Moukhina E., Calorim. //J. Therm Anal., 2012. – 109: 1203-1214.
- 58 Шестак Я. Теория термического анализа. Издательство «Мир», Москва – 1987. – 456с.
- 59 У. Уэндландт. Термические методы анализа. – М.: Мир – 1978. – 527с.
- 60 Руководство по эксплуатации термоанализатора STA Netsch Jupiter 449 C. Режим доступа: <http://www.netzsch-thermal-analysis.com>.

- 61 Белов К.П., Большова К.М., Елкина Т.А. Исследование намагничивания ферритов в области точки Кюри. Изв. АН СССР. Сер. Физ. 1957.
- 62 Методы термического анализа: методическая разработка. / Шаталова Т.Б., Шляхтин О.А., Веряева Е. – М.:МГУ имени М.В. Ломоносова, 2011. – 72 с.
- 63 Investigation of the Composition and Electromagnetic Properties of Lithium Ferrite LiFe_5O_8 Ceramics Synthesized from Ultradisperse Iron Oxide Surzhikov, A.P., Lysenko, E.N., Malyshev, A.V., Nikolaev, E.V., Zhuravkov, S.P., Vlasov, V.A. // Journal Russian Physics Journal. – 2015. – Vol. 57. – P. 1342-1347.
- 64 Surzhikov A.P., Pritulov A.M., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., Malyshev A.V. Analysis of phase composition and homogeneity of ferrite lithium-substituted powders by thermomagnetometry method. Журнал J Therm Anal Calorim, 2013. – Vol.112. – P.739-745.
- 65 Суржигов А.П., Притулов А.М. Радиационно-термическое спекание ферритовой керамики. – М:Энергоатомиздат, 1998. – 217с.
- 66 Astafyev A.L., Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Neudahina N.A. Development of control method for ferrite phase composition using thermomagnetometric analysis // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Vol. 66. – Paper #012037.
- 67 Surzhikov A.P., Pritulov A.M., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., Malyshev A.V. Analysis of the phase composition and homogeneity of ferrite lithium-substituted powders by the thermomagnetometry method // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2013 – Vol. 112. – P. 739-745.
- 68 Astafyev A.L., Lysenko E.N., Surzhikov A.P. Estimation of thermomagnetometry method sensitivity for magnetic phase determination // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering – 2016.-Vol. 110. – Paper #012090.

69 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.

70 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.

71 ГОСТ 12.0.003-74 «Опасные и вредные производственные факторы. Классификация»[

72 СанПиН 2.2.4.548-96. 2.2.4. Физические факторы производственной среды. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Санитарные правила и нормы – М.: Госкомсанэпиднадзор, 1996. – 12 с.

73 СанПиН 2.2.4/2.1.8.562-96 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки. – М.: Минздрав России, 1996. – 37 с.

74 СП 52.13330.2011 Естественное и искусственное освещение. – М.: Минздрав России, 2011. – 68 с.

75 СанПиН 2.2.1340 – 03. «Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы».

76 ГОСТ 12.1.006-84 ССБТ. Электромагнитные поля радиочастот. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля.

77 ГОСТ 12.1.002 – 99 "ССБТ. Допустимые уровни напряженности и требования к проведению контроля на рабочих местах.

78 Р 2.2.2006-05 Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда. [Электронный ресурс] / URL:

<http://docs.cntd.ru/document/1200040973>, свободный. – Загл. с экрана. — Яз. рус.

79 ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

80 ГОСТ Р МЭК 61140-2000. Защита от поражения электрическим током. Общие положения по безопасности, обеспечиваемой электрооборудованием и электроустановками в их взаимосвязи

81 ГОСТ Р 12.1.019-2009 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты / URL: <http://docs.cntd.ru/document/gost-r-12-1-019-2009-ssbt>, свободный. – Загл. с экрана. — Яз. рус.

82 ГОСТ 22.3.03-94 безопасность в чрезвычайных ситуациях. Защита населения [Электронный ресурс] / URL: <http://docs.cntd.ru/document/gost-r-22-3-03-94>, свободный. – Загл. с экрана. — Яз. рус.

83 СНиП 21-01-97 Пожарная безопасность зданий и сооружений. – М.: Минстрой России, 2007. – 38 с.

84 Р 2.2.2006-05 Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда. [Электронный ресурс] / URL: <http://docs.cntd.ru/document/1200040973>, свободный. – Загл. с экрана. — Яз. рус.

85 СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы [Электронный ресурс] / URL: <http://docs.cntd.ru/document/901865498>, свободный. – Загл. с экрана. — Яз. рус.

Приложение А

Physical and chemical bases ferrite

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4А	Тойчбай Эركانат		

Консультант кафедры иностранных языков физико-технического института

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Устюжанина Анна Константиновна	кандидат филологических наук		

Консультант кафедры ФМПК

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор каф. ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	доктор физ.- мат. наук		

1.1 Crystal chemistry of ferrite

Ferromagnetics (ferrite) – the substances possessing spontaneous magnetization, i.e. they are magnetized even in the absence of an external magnetic field. There are more elements that belong to ferromagnetics except of their main representative such as cobalt, nickel, their alloys.

Ferrite (oksifer) — chemical compounds with oxides of metals with the Fe_2O_3 iron oxide deprived of characteristic magnetic (ferrimagnets) properties. The following structural groups treats important ferrite [1].

Ferromagnetics with structure of spinel consist of the general formula MeFe_2O_4 where Me-Cu, Mg, Zn, Mn, Fe, Cd, Co, Ni [3]. They have such characteristic to crystallize in a cubic crystal lattice of group $\text{Fd}3\text{m}$, $z = 8$. In this group, $\text{Li}_{0,5}\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ lithium ferrite, where Me^{2+} ions + are located in octahedral knots, and where Fe^{3+} iron ions + – in tetrahedral knots enter. In the turned spinels half of the ions of Fe^{3+} are in octahedral positions, and other half and the ions of Me^{2+} – are tetrahedral. In most cases there are mixed spinels. In both of them each type of ions settle down both in those and in other positions. Ferromagnetics with composition of spinel can dissolve significant amounts of Fe_2O_3 . They can form continuous solid solutions with each other, Fe^{3+} can partially be replaced with other ions – Ti^{4+} , Al, Ga, Sc, In, and also Cr^{3+} , etc.

Ferromagnets with a pomegranate structure in a cubic crystal lattice crystallize, and enter into spatial group $\text{Ia}3\text{d}$, $z = 8$, which possesses the general formula $\text{R}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ in which R – REE (rare-earth elements, the family from 17 chemical elements III of group of periodic system including scandium, yttrium, lanthanum and lanthanides: cerium, praseodymium, neodymium, promethium, samarium, europium, gadolinium, terbium, dysprosium, holmium, thulium, ytterbium and lutetium) from Lu to Sm, including Y. One of the most important of them is – garnet $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ yttrium-iron. Part of these ferromagnetics ions of RZE take decahedral positions, 3/5 ions of Fe^{3+} - tetrahedral, other 2/5 - octahedral. R Ions can partially be replaced with RZE ions that possess big ionic radiuses (Pr,

Nd, La, but not Ce), and also Bi and bivalent ions of Ca, Sr, Mn (in this case the part of Fe^{3+} is replaced with ions with a big charge - Sn^{4+} , Zr^{4+} , Ge^{4+} , Ti^{4+} , Si^{4+} and even V^{5+} , etc.). Iron in ferrite grenades can partially be replaced with Al, Ga, Cr^{3+} , In, Sc, and Al and Ga mainly borrow tetrahedral positions, and the others - octahedral positions.

Hexaferrite – ferrite with hexagonal structure like a mineral of a magnetoplumbite of $PbFe_{12}O_{19}$ (spatial group $P63/tts$) or related to it. This distinguishes several types of this ferrite, in particular $BaM_2Fe_{16}O_{27}$ (designation W, this ferrite and the subsequent are often called ferrokspanam), $BaFe_{12}O_{19}$ (it is designated by M, often he is called ferrokdyury), $BaM_2Fe_{12}O_{22}$ (designation Y), $Ba_2M_2Fe_{28}O_{46}$ (X), $Ba_3M_2Fe_{24}O_{41}$ (Z), $Ba_4M_2Fe_{36}O_{60}$ (V) where $M - Mn, Fe^{2+}, Ni,$ With, Zn, Mg, is possible also a combination, for example $Li^+ + Fe^{3+}$. Crystal structures of hexaferrite are constructed from the spinel blocks divided by hexagonal blocks in which Ba ions are located (they can be replaced partially or completely with ions of Ca, Sr or Pb). Replacement of ions of Ba with three-charged ions, for example La is possible, at the same time the equal quantity of ions of Fe^{3+} is replaced on Fe^{2+} . Perhaps also replacement of ions of Fe with ions of Al, Ga or a combination of two - and four-charged ions.

Orthoferrite - a group of ferrite with rhombic structure like the distorted structure of a mineral of $CaTiO_3$ peroxide (belonging to the spatial group $Pcmm$, $z = 4$). The formula is $RFeO_3$, where $R - REE$. Structure of orthoferrite it is similar to other ferrite, it allows various isomorphic replacements. Of the above described groups of ferrite all are ferrimagnets, and orthoferrite – anti-ferromagnetics will, only at very low temperatures (several degrees T_0 below), become ferrimagnets.

Ferrite, as a rule, – crystal substances with rather high hardness and high temperatures of melting. They aren't liquefiable in water and organic solvents, decay acids. They are steady in air, but at temperatures of $1000\text{ }^\circ\text{C}$ can dissociate above, and the containing Fe^{2+} and Mn^{2+} – to be oxidized [4].

Polycrystalline ferrite occur during the process that causes ceramics agglomeration (at temperatures from 900 to $1500\text{ }^\circ\text{C}$ on air or in the special

atmosphere) mixtures of oxides or carbonates, conjointly concentrated of solutions of salts (nitrates, sulfates, double sulfates like shenit) or in common besieged hydroxides, oxalates, carbonates. Monocrystals ferrite form by Verneyl's methods. Chokhralsky, zonal melting usually under the pressure of O₂ several MPa or several tens MPa. Use hydrothermal cultivation in NaOH solutions, Na₂CO₃, NH₄Cl or mix of chlorides under pressure from 20 to 120 MPas or cultivation from solutions in fusion more often (the mixes PbO + PbF₂, PbO + B₂O₃, BaO + B₂O₃ or more difficult) at application as initial substances is a mix of oxides. Films of ferrite with spinel stucture form grow up usually by method chemical transport reactions with halogen-hydrogen (HCl) as the carrier. Films of ferrite – fans and hexaferrite grow up by method of a liquid epitaxy from solutions in fusion, and also by the decomposition of vapors.

1.2 Magnetic features of ferrite materials

1.2.1 Properties of ferrite in a constant magnetic field

Under the influence of a constant magnetic field, ferrite gains anisotropic properties. Its magnetic permeability for variation electromagnetic fields becomes tensor size. In this regard we will consider processes in the magnetized ferrite.

It is known that electrons in atoms of any substance possess so-called orbital and own (spin) moment of magnet. It is established that properties of ferromagnetic substances are connected mainly with the spin magnetic moment. Based on this uncompensated electronic backs can represent the simplified atom model in the form of the "top" having the spin magnetic moment \overline{M}_s and own mechanical moment of number of the movement \overline{L}_s (whose emergence is explained by rotation of an electron around own axis) [5]. As the theory, the moments \overline{M}_s shows and \overline{L}_s go opposite directions and are connected by a ratio.

$$\overline{M}_s = -\mu_0 \frac{e_0}{2m_0} \overline{L}_s \quad (1.1)$$

where e_0 – an electron charge;

m_0 – the mass of an electron.

The minus sign indicates that the mechanical and magnetic moments are opposite because of a negative charge of an electron.

Thus, the magnetic moments of atoms begin to precess around him with an angular frequency. If there was no attenuation, the precession of the magnetic moment would proceed infinitely.

Due to thermal losses, the end of a vector moves in a spiral and for a very short time called relaxation time, all magnetic moments are built along the field.

The physical reason of a precession is that the electron is affected at the same time by a magnetic rotary moment connected with a magnetic field and the mechanical rotary moment with the field is not connected.

For lack of an external magnetic field the magnetization vector in a uniform crystal of ferrite is spontaneously guided along the certain crystallographic axes called by axes of easy magnetization (easy axes). Day of change of the direction it is necessary to spend a certain amount of energy by the application of an external magnetic field. The directions in which this energy is the most, is called axes of difficult magnetization (difficult axes).

For samples of the final sizes made from mono - or polycrystals of ferrite, the domain structure is characteristic. The domain represents macroscopic area (the linear size 1 ... 100 microns) within which the direction remains invariable. For lack of the external field the sample breaks into a large number of domains in which magnetizations are focused so that their geometrical sum is equal to zero. The sample at the same time doesn't create in surrounding space of a magnetic field and its state is not magnetized. At the application of a rather big external field there is a reorientation of magnetizations of all domains in the direction of the field, therefore the sample passes into the state magnetization before saturation.

Process of magnetization of ferrite is characterized by the curve of magnetization representing dependence of size of induction of a magnetic field in B_i ferrite from intensity of the enclosed magnetic field of H_i . The type of a curve of magnetization depends on an initial condition of material. The curve received at the initial unmagnetized state is called the main. In the field of small H_i values the course of a curve is defined by processes that shift the borders of the domains, with an increase in H_i there is a turn of the vectors of magnetization of domains in the direction of the field; to a linear site of dependence of $B_i (H_i)$ there corresponds full saturation of ferrite.

1.2.2 Magnetism of ferrosphinely

Magnetic properties of ferrosphinely are caused by the exchange interaction between the spin magnetic moments of the next cations with the blank 3d levels. According to Neel [6] theory, spontaneous magnetization of ferrosphinely is realized

due to indirect negative exchange interaction between the cations which are in various sublattices (with participation of ions of oxygen). As a result of such interaction the magnetic moments of the next atoms in each sublattice are built in parallel, and between the next sublattices - antiparallel. The resultant magnetic moment of connection is the difference between the magnetization of tetrahedral and octahedral sublattices [7].

Change in magnetization of a simple ferrite is reached by introducing it into a crystal lattice of the diamagnetic ions or magnetic ions having the spin magnetic moment different than the magnetic moment of an ion of Fe^{3+} . For an increase in the magnetization of saturation, ions Cd^{2+} , In^{3+} , Zn^{2+} , Sn^{4+} , Ga^{3+} , Ge^{4+} seeking tetrahedral positions are entered.

For reduction of M_s ions of Al^{3+} , Cr^{3+} , Rh^{3+} , Sb^{5+} , Ti^{4+} seeking to occupy octahedral knots of a cationic sublattice are entered.

Magnetization of saturated M_s , along with the constants of magnetic crystallographic anisotropy of K_1 and K_2 and a magnetostriction of λ_{100} and λ_{111} belong to the fundamental characteristics of ferrite (for cubic crystals). These parameters determine the sizes of domains, thickness of domain walls, and, thereby, significantly influence the dynamics of the process of magnetic reversal, hysteresis loop formation, temperature dependence of magnetic characteristics .

The energy of crystallographic anisotropy, as well as magnetostriction, is caused backs - orbital interaction of ions. According to one-ionic model , magnetic anisotropy can be presented as the sum of anisotropy of the separate ions which are in various positions of a lattice. Change of anisotropy is carried out by introduction to a spinel lattice of diamagnetic ions (Ti^{4+} , Ga^{3+} , Zn^{2+}). or ions with the orbital moment other than zero (Fe^{2+} , Ca^{2+}) In the first case, change of a constant K is caused by a change in maintenance of magnetic ions of Fe^{3+} in sublattices, in the second - emergence in one of sublattices of ions with greater energy of backs - orbital interaction [8].

Thus, ideally ferrosphipinels magnetic properties of materials are determined not only a chemical composition, but also by the nature of distribution of cations

by sublattices, and also impurity composition of substance. Therefore, the optimum production technology of ferrosphinely has to provide the minimum opportunities of pollution of material with impurity and create conditions of the most equal cationic distribution.

1.2.3 Ferrite magnetoelectricians

The ferrite magnetodielectrics consist of a mixture of ferrite powders organic pitches and other insulating materials that can be divided into magnetically soft and magnetically hard ferrite [1]. To the first group you can relate Materials on the basis of ferrite powders of are a product of crushing high-permeability ferrite. Regarding mechanical properties, depending on how they have bonded they are divided into inelastic ferroplast and elastic ferroplast. High-coercive powders of ferrite are the cornerstone of the magnetically hard magnitolielektrik. Based on their elasticity they carry the name magnetic dielectric and magnitoelast. Ferroplasta and ferroplast cover them with waveguide elements of irregular shape or receive special stamped, pressed or lithium of products [9]. These find application in the microwave oven and VCh equipment in case of need. At production of magneticdielectric it is necessary to consider not only properties of initial compact ferrite, but also degree of dispersion of ferrite powder as at essential reduction of his particles the coercive force of powders as approaching one-domain educations significantly increases, a magnetic permeability falls. Permeability of magnetodielectric depends as follows on permeability of particles of initial ferrite powder:

$$\bar{\mu} = \hat{\mu}P \quad (1.2)$$

Where $\bar{\mu}$ – permeability of a magneticdielectric;

$\hat{\mu}$ – permeability of initial ferrite powder;

P –coefficient of volume filling with ferrite powder.

Respectively magnetization of saturation and dielectric permeability of magnetodielectrics based on ferrite is expressed by ratios:

$$\bar{I}_s = P\bar{I}_s \text{ и } \lg \bar{\varepsilon} = P \lg \widehat{\varepsilon}_\phi + (1 - P)\lg \widehat{\varepsilon}_d, \quad (1.3)$$

where, \bar{I}_s и $\bar{\varepsilon}$ –penetrability magnetization of saturation and dielectric permeability of magnetodielectric.

Bases of resin-bonded magnet serve ground powders of magnetosolid ferrite. At the same time depending on the equipment used and the duration of crushing the coercive force of initial powder changes. Ferrite of barium can reach 1500-2000 E. Optimal performance data of magnetolayers correspond to coefficient of filling 0,6-0,8 at grain size ranging from 50 to 200 μm .

Magnitoelastny films in which fine magnetosolid ferrite powders are used, on the basis of one-domain particles $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ that are applied at production of the magnitoelastovykh of tapes to a sound recording.

Magnetosoft ferrite is ferrite with a coercive force on induction no more than 4 kA/m.

One of the main advantages of ferrite is high specific electric resistance in combination with rather high value of magnetic permeability; the induction of saturation of ferrite is less than metal magnetic materials. Their application at high frequencies is especially favorable at small induction. Ferrite's electrical properties are representative of semiconductors whose conductivity increases with temperature increase. Effective specific electric conductivity of ferrite increases with increase of frequency. At low frequencies ferrite possess high relative dielectric permeability, about 10^5 . At the same time high value relative magnetic μ and dielectric ε penetrability can lead to an undesirable volume resonance. At a volume resonance of loss sharply increase, and magnetic permeability decreases. For cores from manganese - zinc ferrite with the cross section of 1 cm^2 $\varepsilon \approx 10^5$ th frequency of a volume resonance is approximately equal to 1 MHz [10].

The use of ferrite it is necessary to consider their operational characteristics.

The scope of each brand of ferrite is defined by the critical frequency above which losses sharply increase and magnetic permeability decreases. Magnetic properties of ferrite sharply change during simultaneous imposing of constants and variation fields. Besides, the influence of such fields, has a residual magnetic effect, therefore the cores aren't recommended to be subjected to magnetization by the fields exceeding working fields takes place [11].

1.3 Methods of determination of temperature of Curie in ferrite materials

Division of magnetics into strong and weak is somewhat conditional: in the ferromagnetic heated higher than temperature of Curie Θ (Curie's point), spontaneous magnetization disappears, and it becomes a paramagnetic, paramagnetics at low temperatures are magnetized before saturation in rather weak fields [12].

There are a number of methods. The defining transitions from a ferromagnetic state to paramagnetic: thermogravimetric (thermomagnetometry), inductive, magnetometric methods and Zilov-Renkin's method

1.3.1 Inductive method

If one were to place a magnet in a uniform magnetic field in vacuum with induction of B_0 , then the induction of a magnetic field in a magnet will be will cause a stir from B_0 . This results from the fact that in a condition of magnetization the magnet gives additional induction of B_1 which vectorially develops with initial induction of B_0 . The vector sum of $B=B_0+B_1$ is called a vector of magnetic induction in a magnet. Substances for which B_1 coincides in the direction with B_0 are called paramagnetics. In them the magnetic field amplifies. Substances for which B_1 and B_0 are opposite in the direction are called diamagnetic. The magnetic field in them is weakened. For dia-and paramagnetics size B is proportional to B_0 , i.e. $B = \mu \cdot B_0$.

Size μ is the magnetic permeability of the environment [13]. For paramagnetics (aluminum, platinum, etc.) $\mu > 1$, for diamagnetics (copper, table salt, etc.) $\mu < 1$. Ferromagnetics are characterized by more difficult dependence of a vector of magnetic induction on intensity of a magnetic field. For them the concept of differential magnetic permeability is entered:

$$\mu = \frac{dB}{dB_0} \quad (1.4)$$

This size depends on B_0 . Besides, in ferromagnetics the phenomenon of a hysteresis is observed [14]. This phenomenon is that the magnetic induction depends not only on B_0 value at present, but also on what B_0 was earlier, in other words μ is the ambiguous B_0 function. The great value of size of magnetic permeability μ for ferromagnetics is explained by existence in them macroscopic, but small enough (usually $< 0,01$ mm) that the areas of spontaneous magnetization are called by domains. In such areas, in the absence of the external field, the magnetic moments of all atoms have identical directions. With a temperature increase, starting with some, the order in the arrangement of the magnetic moments of atoms is broken, the domain structure disappears and the ferromagnetic turns into a usual paramagnetic. This temperature - is higher than which ferromagnetic substance becomes a paramagnetic, is called Curie's point.

Installation is applied to definition of a point of Curie with this method. In the furnace the studied sample heats up and a spiral is located. When passing an alternating current through a spiral current, a secondary winding is induced. This current is registered on the galvanometer. Primary winding is separated from the secondary by a layer of the heat-insulating material; temperature of a sample is taken by the thermocouple.

At achievement of temperature of Curie magnetic properties of a sample change owing to what electromotive force. Induction in a secondary winding sharply falls, this is noted by the microammeter. The reason for such a change in electromotive force consists of the following. The heating spiral possesses both inductivity, and to R_1 resistance. Therefore the schematic diagram of the device can be submitted how it is shown in fig. 1.1.

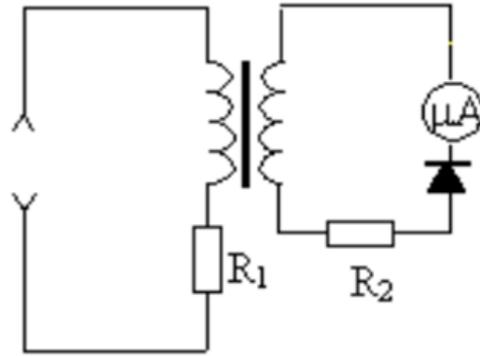


Figure 1.1 - An electric circuit of installation for supervision of phase transition

The coefficient of a self-induction of primary winding depends on its parameters and material of the core [15]. Electromotive force of induction it is equal:

$$\varepsilon_{ind} = I_1 R_1 - U_1 \quad (1.5)$$

on the other hand

$$\varepsilon_{ind} = -\frac{d\Phi}{dt}, \quad (1.6)$$

Here Φ - the magnetic flux passing through all N_1 rounds of primary winding, equal $\Phi = N_1 \Phi_1$ where Φ_1 - the magnetic flux passing through one round. The same magnetic flux of Φ_1 penetrates each round of a secondary winding. The general stream passing through a round of N_2 and rounds of a secondary winding is equal to:

$$\Phi_2 = N_2 \Phi_1. \quad (1.7)$$

Then electromotive force is equal to induction in primary and secondary windings respectively,

$$\varepsilon_{ind} = -N_1 \frac{d\Phi_1}{dt} \text{ и } \varepsilon'_{ind} = -N_2 \frac{d\Phi_1}{dt} \text{ from where,} \quad (1.8)$$

$$\varepsilon'_{инд} = -\frac{N_2}{N_1} \varepsilon_{инд}. \quad (1.9)$$

Having substituted in the last expression value $\varepsilon_{инд}$ from the equation (1.5), we will receive:

$$\varepsilon'_{ind} = -\frac{N_2}{N_1} (I_1 R_1 - U_1). \quad (1.10)$$

Which follows a formula (1.6) that at $U_1 \rightarrow I_1 R_1$ electromotive force of induction in a secondary winding aspires to zero to zero. Equality of $U_1 = I_1 R_1$ is carried out only in the case when inductive resistance is equal in a chain of primary coil to zero. When the temperature of a sample reaches Curie's point, the self-induction coefficient, and consequently the inductive resistance of primary winding sharply decreases and practically becomes equal zero [16].

Therefore $\varepsilon'_{ind} \approx 0$, so and current in a secondary winding is absent. Definition of a point of Curie of ferromagnetics is based on it.

1.3.2 Magnetometric method

The astatic magnetometer is intended for measuring magnetization. By means of these measurements it is possible to construct a magnetization curve, a loop of a hysteresis and to determine the coercive force, residual magnetization, etc. Extras allow one to perform measurements of magnetic properties of the samples which are under loading, for definition of magnetoelastic characteristics and also temperature dependence of magnetic properties.

We will consider change of magnetization at temperature increase of T. At T=0 the sample is saturated, thanks to the existence of the exchange interaction between the magnetic moments, all nuclear magnetic moments are built along one direction and magnetization of a sample is equal:

$$I = nM, \quad (1.11)$$

where n - concentration of atoms in unit of volume of a magnetic;

M – magnetic moment.

The magnetic moment of one atom which size is given by a formula.

$$M = gJ\mu_B, \quad (1.12)$$

here, g – a factor of Lande;

J - the atom impulse moment;

μ_B -the magneton of Bor.

At gradual temperature increase the chaotic thermal movement of the magnetic moments leads to the fact that the parallelism of the magnetic moments is broken. With temperature increase, magnetization will decrease quicker and quicker. At the achievement of a certain temperature, when energy of the thermal movement becomes comparable with energy of exchange interaction, the thermal movement will finally destroy a magnetic order; and the ferromagnetic will pass into a paramagnetic state. T_C temperature at which there is this transition is called Curie's temperature. This area of temperatures is characterized by change of both magnetic, and not magnetic properties of a ferromagnetic. The magnetic susceptibility and a thermal capacity of a ferromagnetic have divergence (a sharp maximum at measurements) at $T=T_C$. As these sizes are derivative of order two of thermodynamic potentials like internal energy, free energy of Gibbs, and on Landau's classification transition from ferromagnetic to a paramagnetic state is phase transition of the II sort [17]. Upon transition through Curie's point, resistance sharply increases. In paramagnetic areas temperature dependence and susceptibility submits to Curie-Veyssa's law:

$$\chi_{diff} = \frac{dI}{dH} = \frac{C}{T-\Theta} \quad (1.13)$$

Where C - constant Curie-Veyssa.

The molecular field is stronger, it is more difficult to destroy due to the thermal movement the magnetic order created by it, a big temperature for this purpose will be required.

Thus, Curie's temperature can serve as a measure of the size of the coefficient of the molecular field:

$$\omega = \frac{3Jk_B\Theta}{(J+1)nM^2}, \quad (1.14)$$

where, k_B – Boltzmann's constant;

J – the full mechanical moment of atom;

M – its magnetic moment.

From formulas (1.11-1.14) we will receive an expression for an assessment of the molecular field:

$$H_m = \frac{3k_B\theta J}{(J+1)M} = \frac{3k_B\theta}{g\mu_b(J+1)}, \quad (1.15)$$

It is possible to be convinced that the molecular field in a ferromagnetic sample is much more than his field of saturation and considerably exceeds magnetic fields [18] achievable today. Now we will consider temperature dependence of magnetization in weak magnetic fields where, in the course of magnetization processes, a reversible shift of domain borders prevail. It corresponds to the I site of a curve of magnetization (see fig. 1.2). At increase in temperature magnetization increases and at approach to Curie's point it increases up to the maximum value. Then near a point, Curie addresses in zero. This phenomenon is called Gopkinson's effect. In weak fields the thermal movement at increase in temperature "stirs up" the magnetic moments (increases amplitude of thermal fluctuations) and facilitates their orientation along the direction of the external field. Not facilitating increases in magnetization at increase in temperatures up to the achievement of the point of Curie, when the movement of the moments becomes completely chaotic, and the inamagnichennost disappears.

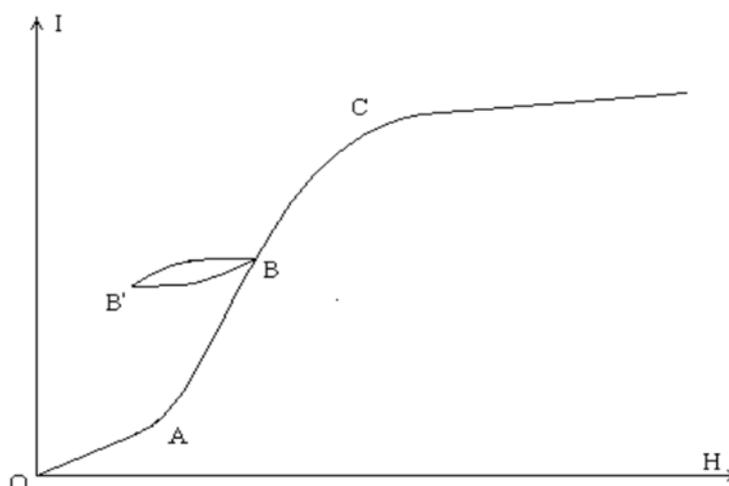


Figure 1.2 – A curve of magnetization of a ferromagnetic with a specific cycle

With the vibration of the sample, alternative tension appears in two coils of the sensor which are located between the sample and parts of the pole of a magnet. On other end of a core is another small permanent magnet is fixed, which when vibrating causes alternative tension in two reference coils.

With gradual temperature increase the chaotic thermal movement of the magnetic moments leads to the parallelism of the magnetic moments being broken. With the temperature increase magnetization will decrease quicker and quicker. At achievement of a certain temperature when energy of the thermal movement becomes comparable with energy of exchange interaction, the thermal movement will finally destroy a magnetic order, and the ferromagnetic will pass into a paramagnetic state. T_C temperature at which there is this transition is called Curie's temperature. This area of temperatures is characterized by change of both magnetic, and not magnetic properties of a ferromagnetic.

Foner's magnetometer can be used in a wide temperature range. When the helium cryostat is used, it can have the decreasing sizes, about 2K.

1.3.3 Zilov-Renkina's method.

Ability of steam - and ferromagnetics to be magnetized varies at different temperatures, i.e. their magnetic susceptibility χ depends on temperature. On the contrary, the magnetic susceptibility of diamagnetics doesn't depend on temperature [22]. For many paramagnetic substances change in specific (i.e. carried to unit of mass) magnetic susceptibility χ with a temperature submits to the law established to Curie:

$$\chi = C/T \quad (1.15)$$

where C – the constant depends on the studied substance;

T – temperature.

Dependence of a magnetic susceptibility on temperature for ferromagnetics is more difficult to characterize [23]. As temperature increases, the ability of

ferromagnetics to be magnetized decreases. At a certain temperature the T_C is called Curie's temperature, and the spontaneous magnetic moment of M becomes equal to zero, and ferromagnetic properties all disappear. At $T > T_K$ the ferromagnetic turns into a paramagnetic. Dependence of a magnets susceptibility to temperature for such paramagnetics submits to Curie-Veyssa's law:

$$\chi = C/(T - T_K) \quad (1.16)$$

where T_k – temperature Curie.

Curie's temperature of a ferromagnetic sample can be determined by magnetic scales. Whose principle of action is based on measurement of mechanical force of F which arises when placing a sample in the non-uniform magnetic field of dH/dx created by a magnet [24, 25]

$$F = (M + m \chi H) * dH/dx \quad (1.17)$$

where m – the mass of a sample;

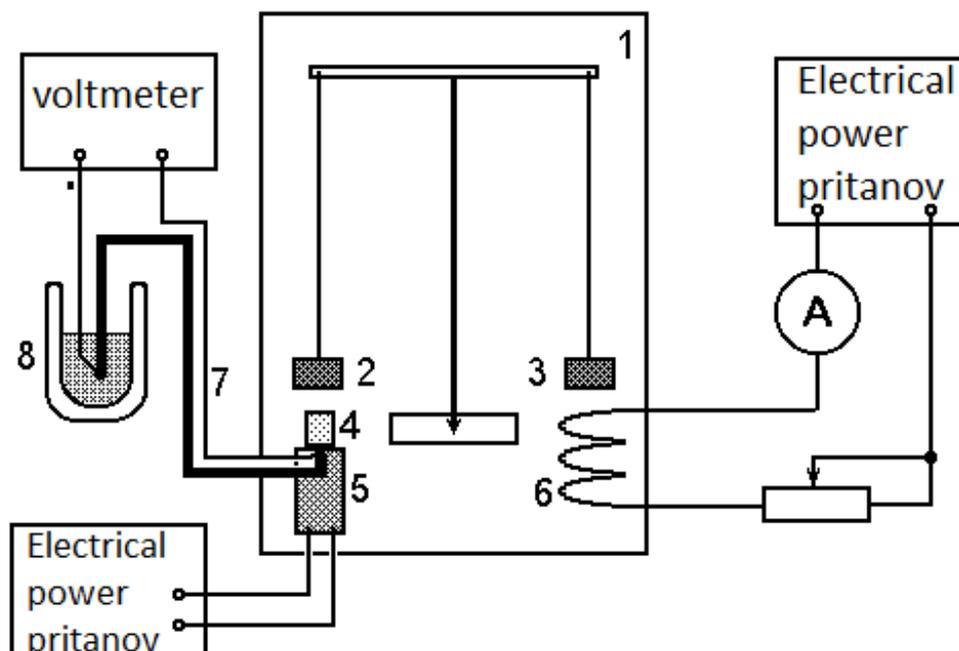
M – magnetic moment ;

χ – magnetic susceptibility ;

m – mass of the sample.

In Faraday's method allows to measure the force operating on the studied sample is measured. In Zilov-Renkina's method, force operating on a magnet is measured. But Zilov-Renkina's method, in comparison with other methods, gives a great opportunity to perform measurements in a wide interval of fields and temperatures.

In figure 1.4 the scheme of magnetic scales of Zilov-Renkina is submitted. The heater of a sample is powered from a source BC-24M, the coil of the compensation device is powered from the stabilized power supply of a direct current B5 46. The current in the coil is regulated by shop of resistance and measured by a digital voltammeter III301 1 [26].



1 – analytical scales, 2 and 3 – permanent magnets, 4 studied sample, 5 – the heater, 6 – the coil of the compensation device, 7 – the thermocouple, 8 – a vessel concealing ice for a temperature-controlled cold spy thermocouples.

Figure 1.4 – Magnetic scales of Zilov-Renkina

1.3.4 Thermogravimetric method

The thermogravimetric analysis (TGA) –is the method of the thermal analysis allowing one to obtain data on change, speed of change, weight of a sample at uniform heating or cooling of the studied material, and also during isothermal annealing's at different temperatures. The TGA-curve represents the schedule of change of weight of a sample with a temperature or time. The schematic diagram of TGA is represented in figure1.5.

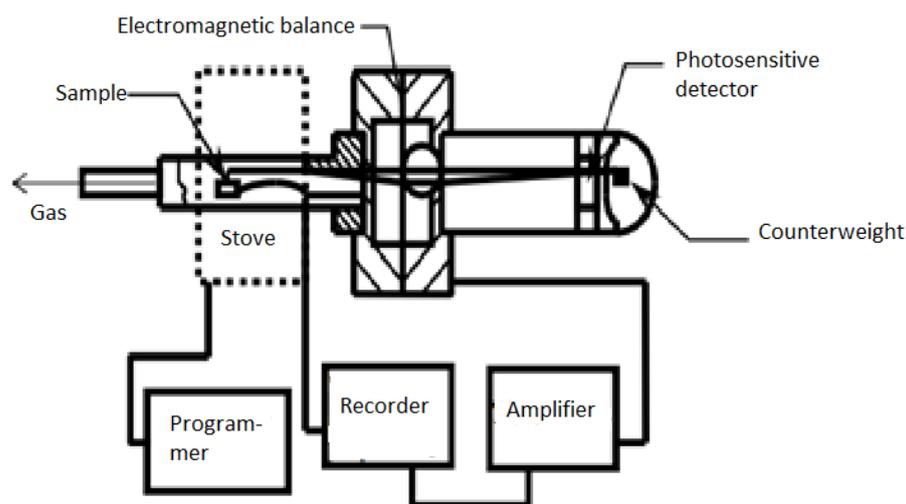


Figure 1.5 – Schematic diagram of the thermogravimetric analyzer [27].

The earliest use of a gravimetric method for magnetochemical researches has been presented by Honda [28]. He also was the first who has entered concept of Termobalans.

Research about the temperature of Curie, with samples by means of automatic recording of magnetic balances have been presented in 1958 in work of Nishiyama and Ishida [29]. At the same time samples weighing from 0.1 to 0.5 g which have been sealed in quartz capsules were used. When using quite fast heating and cooling, 100 degrees/minute, they could take temperature to Curie with reproducibility about ± 10 degrees. For measurement of temperature of Curie magnetic field requires an order of size of force of 10-100 kA/m. The magnetic forces operating on a ferromagnetic sample can sometimes be also magnetic fields of a winding in the furnace. Moskalevich [30-32] observed this effect in the “Derivatograph” thermoanalyzer. When current of the furnace is included curve shifts are visible; but with a temperature higher than the temperature of Curie the magnetic force operating on a sample disappears (fig. 1.6). Thus obviously the peak which coincides with Curie's temperature gives the changes of weight in the sample connected with the termination of interaction of ferrite with a magnetic field to us. This method was used to determine Curie's temperature in metals of group of iron, spinels, grenades and ferrite [32].

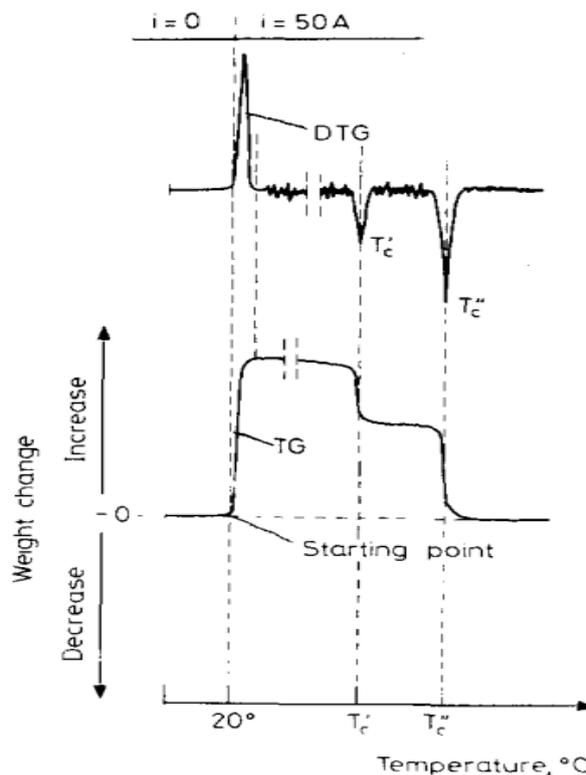


Figure 1.6 – Influence of magnetic forces on change of mass of a sample
[30]

The thermogravimetric analysis allows to determine Curie's temperature by derivatives thermogravimetric curve (DTG) at the time of the change in the weight of the sample connected with the termination of interaction of ferrite with a magnetic field [33].

At T temperature below Curie's point Q ferromagnetics possess spontaneous (spontaneous) magnetization and a certain magnetic and crystal symmetry. In Curie's point ($T = Q$) intensity of the thermal movement of atoms of a ferromagnetic is sufficient for destruction of its spontaneous magnetization ("a magnetic order") and symmetry change, as a result the ferromagnetic becomes a paramagnetic. Similarly anti-ferromagnetics at $T=Q$ (in a so-called anti-ferromagnetic point of Curie or Neel's point) experience the destruction of magnetic structural characteristics of them (magnetic sublattices), and anti-ferromagnetics become paramagnetics. In ferroelectric material and an anti-ferroelectric material at $T=Q$ the thermal movement of atoms brings to naught the

spontaneous ordered orientation of electric dipoles of elementary cells of a crystal lattice [34].

Thus, in all cases of phase transitions, of the II sort (like Curie's point), at $T=Q$ substances experience a disappearance of this or that type of nuclear "order" (the ordered orientation of the magnetic or electric moments, a distant order in distribution of atoms on knots of a crystal lattice in alloys, etc.). Near Curie's point in substance there are specific changes in of many physical properties (for example, thermal capacities, a magnetic susceptibility, etc.) reaching a maximum at $T=Q$, which is usually used for exact determination of temperature of phase transition [8].

The examinee of magnetic material via the case of the thermocouple puts pressure upon a yoke of scales. Scales are in balance position. At the introduction of the non-uniform magnetic field created by a magnet, magnetic material is involved in the field, and the system is displaced from a balanced position. When heating by means of resistance furnace, the magnetization of a sample decreases, therefore the force of interaction of a sample with a magnetic field also decreases [8]. At the achievement of the temperature of Curie, magnetization disappears and the system is displaced from a balanced position. The device described above for thermomagnetic measurements is realized on modern derivatographs which allow it to register the speed of change of provision of a sample; therefore with the achievement of Hardware on curve DTG the sharp peak is observed. In the presence of a sample with several magnetic phases having a different temperature of Curie, and also at the measurement of chemical uniformity of material, at curve DTG there will be several peaks, or width of peak will change. All thermomagnetic measurements are usually taken in the atmosphere of air or nitrogen when heating the studied material from room temperature to Curie's points on $\sim 50^{\circ}\text{C}$ with a speed $5\text{-}50^{\circ}\text{C}/\text{min}$. are up to one temperature higher.

Installation allows one to investigate the transition to Curie's temperature, both on powder materials, and on the samples baked in the form of rings or tablets. Temperature calibration allows establishment of a connection between temperature

of T_{meas} the determined device and true temperature of T_{cal} of transition of the calibrated material.

$$T_{\text{cal}} = T_{\text{meas}} + \Delta T_{\text{corr}} \quad (1.18)$$

where ΔT_{corr} – correctional temperature.

The thermoanalytical research is about keeping consistent conditions, and any flaw in the machine will have a considerable impact on the received results.. . Therefore it is necessary to calibrate the device to subtract these factors from the final analysis.

For calibration, only the materials showing phase transitions of the first type, for example melting of pure substances, are used.

The thermoanalyzer is calibrated on the recommended substances. There are several patents on the invention concerning calibration of the thermoanalyzer [35-36]. During the work with alunovy crucibles it is recommended to calibrate the thermoanalyzer with pure metals, such as Indy, bismuth, tin, aluminum, etc.

Now the thermogravimetric (TG) analysis for research of ferrite materials is widely used. Lithium - titan-zinc ferrite has been investigated $\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{1.6}\text{Ti}_{0.5}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_4$ [37].

The thermogravimetric analysis was carried out in the atmosphere of air by means of the thermal STA 449C Jupiter (Nietzsche) analyzer. Because the STA 449C Jupiter analyzer had a magnetic field, it has added magnetic assembly of two permanent magnets creating the field ~ 5 E. Magnets are attached on outer side of a measuring cell for control of a magnetic condition of samples. The studied object when linearly heated from 5 °C/min. to 800 °C, the sensitivity of the thermoscales was 0.1 mkg.

Results of the researches TG/DTG for [37] samples synthesized in work are shown in figure 1.7.

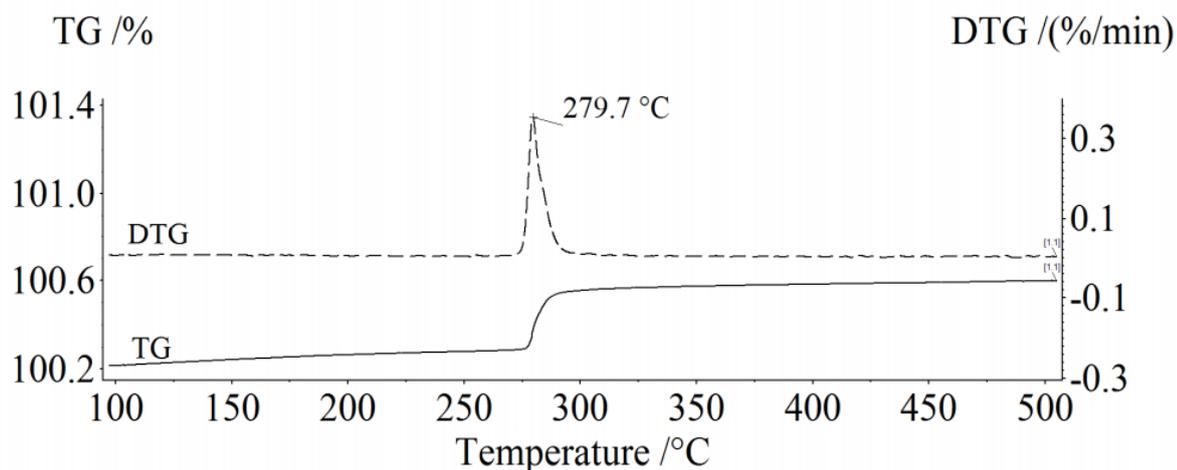


Figure 1.7 – TG/DTG curve for RT of the synthesized $\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{1.6}\text{Ti}_{0.5}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_4$ of samples.

On curve TG it has a visible mass jump of Li-Ti-Zn of ferrite showing magnetophase transition "magnetic paramagnetic". It is possible to determine Curie's temperature for the studied ferrite by curve DTG. On curve DTG the only peak which is equal to $T \approx 280^\circ\text{C}$ is observed, and this temperature corresponds to Curie's temperature of a reference sample of ferrite of structure of $\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{1.6}\text{Ti}_{0.5}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.05}\text{O}_4$ [38, 39]. According to the method of definition of degree of uniformity of ferrite structure by means of the thermogravimetric analysis [40, 41], the provision of a maximum height and half-width of DTG of peak coincides with the standards. Thus, as it has been shown in these works that thermomagnetometric control allows one to determine, with rather high precision, the temperatures of magnetic phase transitions in ferrite.

Research of temperature of Curie was conducted for nickel. The thermogravimetric analysis was carried out in the atmosphere of argon by means of the thermal Seiko Instruments analyzer, Model 320. The furnace has been produced in the bifilarly method to minimize the turning-out magnetic fields caused during heating. Balancing has a horizontal configuration. The permanent magnet settles down above the studied sample. It gives obvious loss of weight for

magnetic material because of a gradient of the magnetic field in standard situation. The result of measurement is shown in figure 1.8.

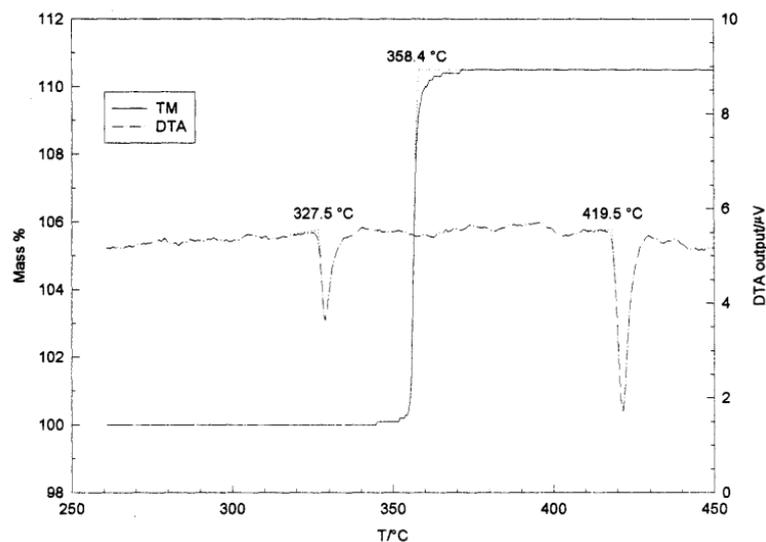


Figure 1.8 – TG/DTA curve for nickel, lead and zinc.

As data of the reference [42], Curie's temperature for the studied nickel, completely coincides with standards for this sample.

Приложение Б

Таблица Б.1 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений (разработок)

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы			Конкурентоспособность		
		Б _ф	Б _{к1}	Б _{к2}	К _ф	К _{к1}	К _{к2}
1	2	3	4	5	6	7	8
Технические критерии оценки ресурсоэффективности							
1. Повышение производительности труда пользователя	0.1	5	3	4	0.5	0.3	0.4
2. Безопасность	0.04	5	5	5	0.2	0.2	0.2
3. Соответствие заявленным требованиям	0.04	5	5	4	0.2	0.2	0.16
4. Функциональность	0.02	5	4	4	0.1	0.08	0.08
5. Качество интеллектуального интерфейса	0,07	5	5	4	0,35	0,35	0,28
6. Возможность подключения в сеть ЭВМ	0,05	5	5	3	0,25	0,25	0,15
Экономические критерии оценки эффективности							
1. Конкурентоспособность продукта	0.08	5	4	4	0.4	0.32	0.32
2. Уровень проникновения на рынок	0.1	4	5	4	0.4	0.5	0.4
3. Цена	0.2	5	4	3	1	0.8	0.6
4. Предполагаемый срок эксплуатации	0.09	5	4	4	0.45	0.36	0.36
5. Финансирование научной разработки	0.07	5	4	3	0.35	0.28	0.21
6. Многократное использование ограниченных средств	0,1	5	4	4	0,5	0,4	0,4
7. Обеспечение занятости	0,04	5	5	4	0,2	0,2	0,16
Итого	1	64	57	50	4.9	4.24	3,72

Приложение В

Таблица В.1 - Матрица SWOT

<p>Сильные стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>С1. Исследование ферритов многокомпонентного состава</p> <p>С2. Исследование ферритов с помощью температуры Кюри</p> <p>С3. Возможность более качественного проведение контроля фазового состава</p> <p>С4. Чувствительность метода до 0,5 вес % фазового состава исследуемого объекта</p> <p>С5. Более долгое использования</p> <p>С6. Наличие бюджетного финансирования.</p> <p>С7. Полнопрофильный анализ с использованием специализированного программного комплекса Proteus Analysis</p>	<p>Слабые стороны научно-исследовательского проекта:</p> <p>Сл1. Исследование можно применить только к ферритовым материалам</p> <p>Сл2. Отсутствие погрешности измерения</p> <p>Сл3. При нагреве до температуры Кюри объект изменяется по структуре, по этому метод относится к разрушающему контролю</p>
<p>Возможности:</p> <p>В1. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ</p> <p>В2. Появление новых продуктов</p> <p>В3. Появление более качественных ферритовых материалов в промышленности</p>	<p>Угрозы:</p> <p>У1. Отсутствие нужды на новые технологии производства</p> <p>У2. Появления конкуренций в технологии производства</p> <p>У3. Введения дополнительных государственных требований к сертификации продукции</p> <p>У4. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства</p>

Приложение Г

Таблица Г.1 – Бланк оценки степени готовности научного проекта к коммерциализации

№ п/п	Наименование	Степень проработанности научного проекта	Уровень имеющихся знаний у разработчика
	Определен имеющийся научно-технический задел	5	4
	Определены перспективные направления коммерциализации научно – технического задела	4	3
	Определены отрасли и технологии (товары, услуги) для предложения на рынке	5	4
	Определена товарная форма научно-технического задела для представления на рынок	3	4
	Определены авторы и осуществлена охрана их прав	5	4
	Проведена оценка стоимости интеллектуальной собственности	4	3
	Проведены маркетинговые исследования рынков сбыта	3	2
	Разработан бизнес-план коммерциализации научной разработки	2	1
	Определены пути продвижения научной разработки на рынок	4	1
	Разработана стратегия (форма) реализации научной разработки	4	3
	Проработаны вопросы международного сотрудничества и выхода на зарубежный рынок	3	2
	Проработаны вопросы использования услуг инфраструктуры поддержки, получения льгот	4	2
	Проработаны вопросы финансирования коммерциализации научной разработки	5	4
	Имеется команда для коммерциализации научной разработки	5	4
	Проработан механизм реализации научного проекта	5	4
	ИТОГО БАЛЛОВ	61	45

Приложение Д

Таблица Д.1 – Календарный план-график проведения исследования

№	Вид работ	Исполнители	Т _к , кал, дн.	Продолжительность выполнения работ																	
				февраль			март				апрель				май				июнь		
				2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	15	
1	Разработка ТЗ	Р	2																		
2	Изучение и анализ литературы	М	15																		
3	Проведение консультаций	Р	7																		
4	Методы определения температуры юри в ферритовых материалах	М	7																		
5	РФА и ТГ анализы	М	14																		
6	Исследование температуры Кюри ферритовых материалов термогравиметрическим методам.	М	21																		
7	Чувствительность термомагнитометрического анализа магнитной фазы в смеси LiFe ₅ O ₈ +Al ₂ O ₃ .	М	7																		
8	Исследование фазового состава литий-титановых ферритов с помощью методов термического и РФА анализов	М	21																		
9	Подготовка материалов для ВКР	М	10																		
10	Обсуждение полученных результатов	Р	2																		
11	Оформление ВКР	М	9																		
12	Сдача ВКР	М	1																		

Приложение Е

Иерархическая структура проекта

