

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Неразрушающего контроля
Направление подготовки 12.03.01 Приборостроение
Кафедра Физических методов и прибора контроля качества

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

Тема работы
Исследование влияния механической активации прекурсоров на дисперсность ферритовых порошков

УДК 621.762:66.022.001.5

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Б2А	Яруллина Анна Рафаэлевна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Зав. кафедрой физических методов и приборов контроля качества	Суржиков Анатолий Петрович	Доктор физ.- мат. наук, профессор		

КОНСУЛЬТАНТЫ:

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Зав. каф. менеджмента ИСГТ	Чистякова Н. О.	Кандидат экономических наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент каф. ЭБЖ ИНК	Мезенцева И. Л.			

ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Физических методов и приборов контроля качества	Суржиков Анатолий Петрович	Доктор физ.- мат. наук, профессор		

Томск – 2016 г.

ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ПО ООП

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
	<i>Профессиональные компетенции</i>
P1	Применять современные базовые и специальные естественнонаучные, математические и инженерные знания для разработки, производства, отладки, настройки и аттестации средств приборостроения с использованием существующих и новых технологий, и учитывать в своей деятельности экономические, экологические аспекты и вопросы энергосбережения
P2	Участвовать в технологической подготовке производства, подбирать и внедрять необходимые средства приборостроения в производство, предварительно оценив экономическую эффективность техпроцессов; принимать организационно-управленческие решения на основе экономического анализа
P3	Эксплуатировать и обслуживать современные средства измерения и контроля на производстве, обеспечивать поверку приборов и прочее метрологическое сопровождение всех процессов производства и эксплуатации средств измерения и контроля; осуществлять технический контроль производства, включая внедрение систем менеджмента качества
P4	Использовать творческий подход для разработки новых оригинальных идей проектирования и производства при решении конкретных задач приборостроительного производства, с использованием передовых технологий; критически оценивать полученные теоретические и экспериментальные данные и делать выводы; использовать основы изобретательства, правовые основы в области интеллектуальной собственности
P5	Планировать и проводить аналитические, имитационные и экспериментальные исследования по своему профилю с использованием новейших достижений науки и техники, передового отечественного и зарубежного опыта в области знаний, соответствующей выполняемой работе
P6	Использовать базовые знания в области проектного менеджмента и практики ведения бизнеса, в том числе менеджмента рисков и изменений, для ведения комплексной инженерной деятельности; уметь делать экономическую оценку разрабатываемым приборам, консультировать по вопросам проектирования конкурентоспособной продукции
	<i>Универсальные компетенции</i>
P7	Понимать необходимость и уметь самостоятельно учиться и повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности
P8	Эффективно работать индивидуально, в качестве члена команды по междисциплинарной тематике, а также руководить командой, демонстрировать ответственность за результаты работы
P9	Владеть иностранным языком на уровне, позволяющем работать в интернациональной среде, разрабатывать документацию, презентовать и защищать результаты инженерной деятельности
P10	Ориентироваться в вопросах безопасности и здравоохранения, юридических и исторических аспектах, а так же различных влияниях инженерных решений на социальную и окружающую среду
P11	Следовать кодексу профессиональной этики, ответственности и нормам инженерной деятельности

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

Институт Неразрушающего контроля
 Направление подготовки 12.03.01 Приборостроение
 Кафедра Физических методов и приборов контроля качества

УТВЕРЖДАЮ:
 Зав. кафедрой

 (Подпись) _____ (Дата) Суржиков А.П.
 (Ф.И.О.)

ЗАДАНИЕ

на выполнение выпускной квалификационной работы

В форме:

Бакалаврской работы

Студенту:

Группа	ФИО
1Б2А	Яруллиной Анне Рафаэлевне

Тема работы:

Исследование влияния механической активации прекурсоров на дисперсность ферритовых порошков	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	11.12.2015, №9729/с
Срок сдачи студентом выполненной работы:	07.06.2016

ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:

Исходные данные к работе	Порошок литий-цинкового феррита
Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов	Необходимо провести исследование влияния различных режимов механической активации прекурсоров на дисперсность ферритовых порошков такими методами как лазерная дифракция, СЭМ, метод БЭТ, ТГА – ТГ/ДСК
Перечень графического материала	Презентация в Microsoft Office PowerPoint 2010

Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы

Раздел	Консультант
Исследование влияния механической активации	Николаев Евгений Владимирович, инженер ПНИЛ ЭДиП
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Чистякова Наталья Олеговна, заведующий кафедрой МЕН
Социальная ответственность	Мезенцева Ирина Леонидовна, ассистент кафедры ЭБЖ

Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику

11.12.2015

Задание выдал руководитель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Зав. кафедрой ФМПК	Суржиков Анатолий Петрович	Доктор физ.-мат. наук, профессор		

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Б2А	Яруллина Анна Рафаэлевна		

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

Студенту:

Группа	ФИО
1Б2А	Яруллиной Анне Рафаэлевне

Институт	ИНК	Кафедра	ФМПК
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	Приборостроение

Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

<p>1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих</p>	<p>1. Стоимость ресурсов для исследования влияния механической активации прекурсоров на дисперсность ферритовых порошков.</p>
<p>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</p>	<p>2. Нормы и нормативы расходования ресурсов</p>
<p>3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</p>	<p>3. Используемая система налогообложения, ставки налогов, отчислений, дисконтирования и кредитования</p>

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

<p>1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности и альтернатив проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения</p>	<p>1. Оценка коммерческого потенциала, перспективности проведения НИ с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения при помощи технология QuaD</p>
<p>2. Планирование и формирование бюджета научных исследований</p>	<p>2. Планирование научно-исследовательских работ:</p> <ul style="list-style-type: none"> – структура работ в рамках научного исследования; – определение трудоемкости выполнения работ; – разработка графика проведения научного исследования; – бюджет научно-технического исследования (НТИ).
<p>3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</p>	<p>3. Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования</p>

Перечень графического материала (с точным указанием обязательных чертежей):

1. План-график проведения НИ

Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

Задание выдал консультант:

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

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Б2А	Яруллина Анна Рафаэлевна		

ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
1Б2А	Яруллиной Анне Рафаэлевне

Институт	ИНК	Кафедра	ФМПК
Уровень образования	Бакалавриат	Направление/специальность	Приборостроение

Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Характеристика объекта исследования	Объектом исследования при выполнении ВКР является порошок исходных реагентов литий-цинкового феррита. Рабочим местом при создании и механической активации феррита является научная лаборатория.
--	--

Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Производственная безопасность 1.1. Анализ выявленных вредных факторов при разработке и эксплуатации проектируемого решения в следующей последовательности: 1.2. Анализ выявленных опасных факторов при разработке и эксплуатации проектируемого решения в следующей последовательности:	1.1. Вредными факторами при работе в лаборатории являются: – повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны; – повышенный уровень шума. 1.2. Опасными факторами при работе в лаборатории являются: электрический ток, пожар и движущиеся машины и механизмы. Поражение электрическим током может произойти при использовании неисправного оборудования (охлаждающей системы), прикосновении к незащищенным контактам электросети, находящимся под напряжением.
2. Экологическая безопасность:	В ходе исследования образуется незначительное количество побочного продукта, который представляет собой остаток порошка феррита на приспособлениях для его размешивания. Но концентрация порошка в воде настолько мала, что в данном случае можно сказать, что не существует никаких источников загрязнения окружающей среды.
3. Безопасность в чрезвычайных ситуациях:	Возможны такие чрезвычайные ситуации, как: пожары, ситуации природного характера. К мерам по предупреждению относятся: 1. Планирование защиты населения и территории от ЧС на уровне предприятия (организации); 2. Создание запасов средств индивидуальной защиты и поддержание их в готовности; 3. Выявление угроз пожара и оповещение персонала; 4. Подготовка работающих к действию в условиях ЧС; 5. Подготовка и поддержание в постоянной готовности сил и средств для ликвидации ЧС.
4. Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности:	Соблюдение законов (налоговое законодательство, трудовой и гражданский кодексы). Руководитель (ответственный) принимает обязательства выполнения и организации правил эвакуации и соблюдение требования безопасности в помещении, а также контроль над исправностью работы в помещении.

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

Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент кафедры ЭБЖ	Мезенцева Ирина Леонидовна			

Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1Б2А	Яруллина Анна Рафаэлевна		

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

Институт Неразрушающего контроля

Направление подготовки 12.03.01 Приборостроение

Уровень образования Бакалавриат

Кафедра Физических методов и приборов контроля качества

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

Форма представления работы:

бакалаврская работа

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

**КАЛЕНДАРНЫЙ РЕЙТИНГ-ПЛАН
 выполнения выпускной квалификационной работы**

Срок сдачи студентом выполненной работы:	07.06.2016
--	------------

Дата контроля	Название раздела (модуля) / вид работы (исследования)	Максимальный балл раздела (модуля)
09.02.2016	<i>Составление обзора литературы</i>	
20.02.2016	<i>Подготовка образцов для исследования</i>	
10.03.2016	<i>Проведение исследований методом БЭТ</i>	
25.03.2016	<i>Проведение исследований СЭМ</i>	
10.04.2016	<i>Проведение исследований ТГА – ТГ/ДСК</i>	
25.04.2016	<i>Проведение исследований лазерной дифракцией</i>	
27.04.2016	<i>Написание раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»</i>	
30.04.2016	<i>Написание раздела «Социальная ответственность»</i>	
03.05.2016	<i>Защита Учебно-исследовательской работы студентов</i>	
25.05.2016	<i>Выступление на VI всероссийской научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Неразрушающий контроль: электронное приборостроение, технологии, безопасность»</i>	
27.05.2016	<i>Оформление результатов исследований</i>	
1.06.2016	<i>Написание раздела «Заключение»</i>	

Составил преподаватель:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Зав. кафедрой физических методов и приборов контроля качества	Суржиков Анатолий Петрович	Доктор физ.-мат. наук, профессор		

СОГЛАСОВАНО:

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Физических методов и приборов контроля качества	Суржиков А. П.	Доктор физ.-мат. наук, профессор		

Реферат

Выпускная квалификационная работа 89 с., 25 рис., 18 табл., 28 источников.

Ключевые слова: лазерная дифракция, сканирующая электронная микроскопия, метод БЭТ, термогравиметрический анализ, феррит, литий-цинковый феррит, механическая активация, дисперсность.

Объектом исследования является смесь исходных реагентов литий-цинкового феррита.

Цель работы:

Исследования влияния различных режимов механической активации в планетарной мельнице смесей исходных реагентов (прекурсоров) на дисперсность ферритовых порошков.

Методология проведения исследования и аппаратура: измерение термогравиметрических (ТГ/ДТГ) и калориметрической кривой (ДСК) образцов проводилось на термическом анализаторе STA 449C Jupiter (Netzsch, Германия), исследование микроструктуры – сканирующий электронный микроскоп ТМ-3000 (HITACHI, Япония), определение размеров частиц и распределение их по размерам – дифракционный анализатор размеров частиц SALD-7101 (SHIMADZU, Япония), измерение величины удельной поверхности образцов – БЭТ-анализатор удельной поверхности.

В процессе исследования проводились: изготовление и механическая активация порошка прекурсоров литий-цинкового феррита, измерение удельной поверхности смеси, исследование микроструктуры частиц, измерение термогравиметрических и калориметрической кривой и их разложение с использованием программного обеспечения Proteus Analysis и PeakSeparation, определение размеров частиц и распределения их по размерам.

В результате исследования будет определено влияние различных режимов механической активации прекурсоров на дисперсность литий-цинкового феррита.

Определения, обозначения, сокращения, нормативные ссылки

В настоящей работе использованы ссылки на следующие стандарты:

1. ГОСТ 12.1.005–88 Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
2. СН 2.2.4/2.1.8.562-96 Санитарные нормы. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки.
3. ГН 2.1.5.1315-03. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования.

В данной работе применены следующие термины с соответствующими определениями:

ферриты: Химические соединения оксида железа Fe_2O_3 с оксидами других металлов.

ферриты-шпинели: Ферриты, которые имеют такую же структуру, как и минерал шпинели с общей формулой $MeFe_2O_4$, где $Me - Ni^{2+}, Co^{2+}, Fe^{2+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}, Li^{1+}, Cu^{2+}$.

механическая активация: Изменение энергетического состояния, физического строения и химических свойств материалов под действием механических сил при тонком измельчении.

метод Брюнера, Эммета и Теллера: Один из методов определения удельной поверхности, относящийся к молекулярным теориям, которые рассматривают формирование адсорбированного слоя.

сканирующая электронная микроскопия: Метод представляет собой исследование поверхности образца тонко сфокусированным пучком электронов, который называется электронным зондом.

лазерная дифракция: Метод определения размеров частиц, который основан на том, что регистрируются интенсивности рассеянного света от этих частиц.

термогравиметрический анализ: Метод исследования и анализа, который основан на регистрации изменения массы образца в зависимости от его температуры в условиях программированного изменения температуры среды.

В данной работе использованы следующие сокращения:

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия, сканирующий электронный микроскоп;

БЭТ – метод Брюнера, Эммета и Теллера;

ТГА – термогравиметрический анализ;

ТГ – термогравиметрия;

ДТГ – дифференциальная термогравиметрия;

ДСК – дифференциальная сканирующая калориметрия;

МА – механическая активация;

НТИ – научно-техническое исследование.

Оглавление

Введение	12
1 Обзор литературы	13
1.1 Ферриты	13
1.2 Механическая активация	14
1.3 Лазерная дифракция	27
1.4 Сканирующая электронная микроскопия	28
1.5 Метод Брюнера, Эммета и Теллера	31
1.6 Термогравиметрический анализ	33
2 Объект и методы исследования	34
2.1 Объект исследования	34
2.2 Методы исследования	37
3 Экспериментальные исследования	44
3.1 Исследование методом БЭТ	44
3.2 Исследование методом СЭМ	45
3.3 Исследование методом лазерной дифракции	49
3.4 Исследование термогравиметрическим анализом	52
4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	55
4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения	55
4.2 Планирование научно-исследовательских работ	57
4.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической эффективности исследования	71
5 Социальная ответственность	74

5.1 Введение	74
5.2 Производственная безопасность	75
5.3 Экологическая безопасность	78
5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях	79
5.5 Организационные мероприятия обеспечения безопасности	81
Заключение	82
Список публикаций студента	84
Список использованных источников	85

Введение

Все более широкое использование ферритов в технике вызвано увеличением спроса на изделия из высокочастотных магнитных материалов, которые широко применяются в современном машиностроении, приборостроении, системах управления, современных автоматизированных линиях, космической промышленности. В основном ферриты получают по керамической технологии, то есть смешивают порошок оксида железа Fe_2O_3 с другими оксидами в определенном соотношении – исходя из требуемого соотношения стехиометрического состава [1]. На свойства конечного продукта, полученного из порошка феррита, значительное влияние оказывают размеры частиц этого порошка. Поэтому для того чтобы добиться необходимых размеров, а, следовательно, и свойств порошка прибегают к дополнительным технологическим операциям, например к механической активации. После ее проведения требуется тщательно контролировать размер частиц порошка феррита.

В современной практике существует много методов гранулометрического анализа.

В данной работе при анализе влияния механоактивации прекурсоров на дисперсность литий-цинковых ферритов были использованы такие методы как лазерная дифракция – распределение частиц по размерам, сканирующая электронная микроскопия – микроструктура частиц, метод Брюнера, Эммета и Теллера – удельная площадь поверхности частиц, термогравиметрический анализ – измерение термогравиметрических и калориметрической кривых.

Объектом исследования является смесь исходных реагентов литий-цинкового феррита.

Предметом исследования является исследование влияние механической активации прекурсоров на дисперсность ферритовых порошков.

1 Обзор литературы

1.1 Ферриты

Ферриты представляют собой химические соединения оксида железа Fe_2O_3 с оксидами других металлов. Ферриты широко применяются в качестве магнитных материалов в радиотехнике, радиоэлектронике, вычислительной технике, т.к. в основном они сочетают в себе высокую намагниченность и полупроводниковые или диэлектрические свойства.

Ферриты состоят из анионов кислорода O^{2-} , образующих остов их кристаллической решётки, катионов Fe^{3+} , которые располагаются в промежутках между ионами кислорода и имеют меньший радиус, чем анионы O^{2-} , а также из катионов Me^{k+} металлов, которые могут иметь радиусы различной величины и разные валентности k . Формирование определённой кристаллической решётки и упорядоченное расположение в ней катионов обусловлено тем, что между катионами и анионами существует кулоновское (электростатическое) взаимодействие. В результате упорядоченного расположения катионов Fe^{3+} и Me^{k+} ферриты обладают ферромагнетизмом и для них характерны достаточно высокие значения намагниченности и точек Кюри. Различают несколько видов ферритов, такие как: ферриты-шпинели, ферриты-гранаты, ортоферриты и гексаферриты.

Ферриты-шпинели имеют такую же структуру, как и минерал шпинели с общей формулой $MeFe_2O_4$, где $Me - Ni^{2+}, Co^{2+}, Fe^{2+}, Mn^{2+}, Mg^{2+}, Li^{1+}, Cu^{2+}$. Элементарная ячейка феррит-шпинели представляет собой куб, образуемый 8 молекулами $MeFe_2O_3$ и состоящий из 32 анионов O^{2-} между которыми имеется 64 тетраэдрических (A) и 32 октаэдрических (B) промежутков, частично заселённых катионами Fe^{3+} и Me^{2+} (рис. 1). В зависимости от того, какие ионы и в каком порядке занимают промежутки A и B , различают прямые шпинели (немагнитные) и обращенные шпинели (ферромагнитные). В обращенных шпинелях половина ионов Fe^{3+} находится в тетраэдрических промежутках, а в октаэдрических промежутках – вторая половина ионов Fe^{3+} и ионы Me^{2+} . При

этом намагниченность M_A октаэдрической подрешётки больше тетраэдрической M_B , что приводит к возникновению ферримагнетизма.

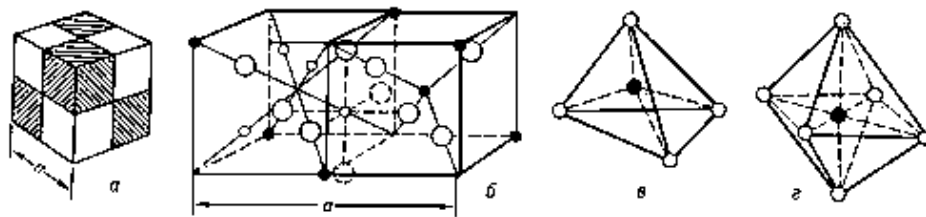


Рисунок 1 – Кристаллическая структура ферритов-шпинелей:

а - схематическое изображение элементарной ячейки шпинельной структуры (ее удобно делить на 8 равных частей - октантов);

б - расположение ионов в смежных октантах ячейки (заштрихованном и белом), белые кружки - ионы O^{2-} , чёрные - ионы металла в октаэдрических и тетраэдрических промежутках; в - ион металла в тетраэдрическом промежутке;

г - ион металла в октаэдрическом промежутке [2].

1.2 Механическая активация

При процессе измельчения какого-либо твёрдого тела всегда происходит увеличение запаса свободной энергии этого тела. Этот запас энергии можно использовать для увеличения эффективности дальнейших технологических процессов (ускорения химических реакций, повышения извлечения ценных компонентов, получения новых материалов и т. д.).

Особый интерес представляет именно механическая активация твёрдых тел, так как часть механической энергии, подведённой к твёрдому телу во время его активации, усваивается им в виде новой поверхности, линейных и точечных дефектов. При помощи использования механической активации удаётся применять в химии такие физические явления, которые происходят в твёрдых телах при больших скоростях деформации. К таким явлениям относятся изменения структуры твердых тел, ускорение диффузии при пластической деформации, образование центров активности на новообразованной поверхности, появление импульсов высоких локальных

температур и давлений и т.д. Выше перечисленные эффекты могут быть получены при использовании различного измельчительного оборудования.

Добиться сверхтонкого измельчения можно при использовании скоростного измельчительного оборудования. Такая техника позволяет исследовать и использовать на практике эффекты, обусловленные сверхтонким измельчением веществ.

Общеизвестным фактом является то, что вещества, находящиеся в тонкодисперсном состоянии приобретают необычные свойства, такие как: химическая активность, увеличение химической реактивности, изменение температуры плавления, увеличение качества и прочности спёк. Изменение свойств иногда настолько разительно, что в справочной литературе приводят термодинамические параметры веществ после их измельчения.

Также известно, что вещества находясь под действием механических сил, изменяют свой состав или же строение.

Поэтому можно сделать вывод, что в твердых веществах происходят химические реакции или изменение реакционной способности под действием физических процессов, таких как трение или измельчение, происходящих с приложением механических сил.

Основными способами механического воздействия на твердые тела при измельчении являются удар и трение, которые вызывают такие физические явления, как:

- возникновение излучения электромагнитных волн в широком диапазоне;
- выработка тепла, которое вызывает разогрев материала;
- активизация эмиссии электронов и создание разности потенциалов;
- нарушение сплошности материала, которое приводит к разрыву химических связей вещества и увеличение свободной поверхности вещества;
- возникновение упругих и пластических деформаций;
- искажение кристаллической решетки, возникновение точечных дефектов и линейных дислокаций;

Вышеперечисленные явления особенно сильно проявляются при измельчении материалов. Механохимические превращения веществ, происходящие при их тонком измельчении основаны на таком понятии как механохимическая активация, представляющая собой активацию твёрдых реагентов механическими силами.

Механическая активация – это изменение энергетического состояния, физического строения и химических свойств материалов под действием механических сил при тонком измельчении. Количественно механическая активация равна изменению свободной энергии системы под действием механических сил.

Главное фундаментальное положение состоит в том, что процесс механической активации может происходить без измельчения, а вот процесс измельчения никогда не произойдет без механической активации. Отсюда можно сделать вывод, что измельчение всегда прочно связано с активацией, так как любое измельчение это и есть активация, потому что под действием внешних сил увеличивается запас энергии измельчаемого вещества, а любой измельчающий аппарат является механическим активатором.

Размеры частиц при тонком измельчении материал являются такой же причиной глубоких изменений вещества, как дефекты кристаллической решетки и остаточные напряжения. Тонким измельчением называют степень дисперсности, при которой еще не наблюдается глубоких изменений структуры и элементного состава исходного вещества. Сверхтонкое измельчение характеризуется тем, что материал перестает существовать в своей изначальной структуре или химическом составе, превращаясь в новое вещество с иными свойствами, структурой и элементным составом.

Из принятого волнового механизма разрушения, характеризующегося тем, что разрушение, которое происходит под действием слабых и повторяющихся импульсов механических сил рассматривается как сложение совпадающих по фазе волн сжатия-растяжения, которые возникают при ударах и трении вытекают некоторые следствия:

- разрушение может быть вызвано сколь угодно малыми импульсами механического воздействия, которые не достигают даже предела упругости, но часто следуют друг за другом;
- разрушение может произойти как угодно далеко от точки приложения механических сил, но наиболее вероятно это произойдет по границам однородности вещества, по границам отражения и преломления волн;
- условия разрушения твердых тел определяются статическими законами, отклонения в этом случае играют решающую роль.

Для того чтобы ускорить технологические процессы или же снизить технологические параметры режимов обработки порошкообразного сырья и используют такую операцию как механическая активация. Пожалуй, единственной проблемой в использовании механической активации материалов при их измельчении является отсутствие серийного производства надежных высокопроизводительных аппаратов – механохимических активаторов или активаторов-измельчителей.

Активация измельчением при подготовке различных композиционных смесей является наиболее перспективным направлением, так как они широко нашли применения в различных отраслях промышленности [3].

Таблица 1 – Сводные данные об использовании механической активации исходных реагентов и самих ферритов

Наименование	Оборудование	Режим	Главные результаты	Прим.
$BaCo_{0.7}Zn_{1.3}Fe_{16}O_{27}$	Высоконапряженный аппарат – планетарная мельница	$g = 40-60$ при $t = 10-40$ мин	Получается ферритовый порошок с содержанием W-фазы 96-98%, повышенными магнитными свойствами и их высокой однородностью по объему в сравнении с аналогами. Простота и минимум энергозатрат	[4]

Продолжение таблицы 1

BaFe _{10,4} Co _{0,8} Ti _{0,8} O ₁₉	Шаровая мельница	t = 30-120 мин	Получается химически и гранулометрически однородный ферритовый порошок с оптимальным размером частиц 0,1-0,15 мкм в отличие от аналога. Обеспечивается получение микрокристаллитов гексагональных ферритов и других структурных типов, например W, Y, что расширяет возможности использования	[5]
Марганец-цинковый феррит	Вибромельница М-10	t = 120 мин	Получается феррит с высокой магнитной проницаемостью, что объясняется высокой чистотой карбонильного железа. Ухудшение при измерениях магнитной проницаемости при температуре выше и ниже, чем той, что задана в изобретении обусловлено тем, что у карбонильного железа при температуре предварительной прокали меньше 650°С низкая степень окисления и тем, что при температуре предварительной прокали выше 750°С теряется активность карбонильного железа	[6]

Продолжение таблицы 1

Магний-цинковый феррит	Шаровая мельница	t = 60 мин	Получаются составы суспензии, которые обеспечивают более высокую текучесть, нежели аналоги	[7]
$\text{Li}_{0,4}\text{Fe}_{2,4}\text{Zn}_{0,2}\text{O}_4$ $\text{Li}_{0,5}\text{Fe}_{2,2}\text{Ti}_{0,2}\text{O}_4$	Шаровая мельница АГО-2С	g=20-60 при t = 10 мин	Такой способ синтеза независимо от состава ферритов позволяет увеличить их однородность по фазовому составу, что приводит к повышению качества ферритов	[8]
$\text{BaCo}_{0,7}\text{Zn}_{1,3}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$	Энергонапряженный аппарат	g = 20-60 при t = 1-3 мин	Получается оксидный гексагональный ферромагнетик с содержанием W-фазы 98% и более высокими статическими магнитными свойствами, нежели аналог. Динамические магнитные характеристики обеспечивают увеличение вдвое полосы рабочих частот при использовании в качестве поглотителя электромагнитной энергии. Уменьшается число операций и время проведения процесса	[9]

Продолжение таблицы 1

$\text{BaCo}_{0.7}\text{Zn}_{1.3}\text{Fe}_{16}\text{O}_{27}$	Высокоэнергетический активатор	$g = 20-60$ при $t = 1-3$ мин	Получается материал на основе оксидного гексагонального ферримагнетика с содержанием W-фазы 97-99%, повышенными магнитными свойствами, высокой однородностью химического состава и основных магнитных свойств по объему и более высоким аспектным отношением по сравнению с прототипом. Простота и минимум энергозатрат	[10]
Никель-цинковый феррит	Вибрационная мельница М-50	$t = 300$ мин	Получается радиопоглощающий никель-цинковый феррит, со сравнительно низкими значениями отражения радиоволн от поверхности пластины по сравнению с аналогом. Во время измерений происходит ухудшение параметров при выходе за пределы изобретения, которое обусловлено либо недостатком количества крупных зерен, образующихся при спекании ферритов либо уменьшением доли мелкозернистой матрицы в микроструктуре. Определенное количество мелкозернистой матрицы требуется для закрепления доменных стенок по границам крупных зерен с целью обеспечения резонанса стенок	[11]

Продолжение таблицы 1

<p>Никель-цинковый феррит</p>	<p>Вибрационная мельница М-50</p>	<p>t = 300 мин</p>	<p>Получается радиопоглощающий феррит со значительно сниженным значением отражения радиоволн от поверхности пластин, нежели у аналога. Ухудшение параметров при выходе за пределы изобретения можно объяснить либо недостаточной толщиной образующейся диэлектрической прослойки из оксида кальция либо уменьшением резонанса магнитных доменных стенок</p>	<p>[12]</p>
<p>$Ba(Co_{0.5}Zn_{0.5})_2Fe_{16}O_{27}$</p>	<p>Планетарная мельница – механический активатор МПВ</p>	<p>g = 20-40 при t = 30-150 с</p>	<p>Такой способ получения многослойного радиопоглощающего материала полностью исключает применение химических методов и дорогостоящего сырья, включает только термическое воздействие и непродолжительную обработку порошка феррита в механоактиваторе и приводит к существенному улучшению характеристик поглощения</p>	<p>[13]</p>

Продолжение таблицы 1

BaFe _{10,4} Co _{0,8} Ti _{0,8} O ₁₉	Шаровая мельница	t = 360 мин	Получается химически и гранулометрически однородный ферритовый порошок с улучшенным отношением диаметра к толщине (d/h 7 10) и оптимальными магнитными параметрами при меньшей концентрации ионов кобальта и титана	[14]
BiFeO ₃	Шаровая планетарная мельница АГО-2	t = 10 мин	Установлены режимы механоактивации и последующей термической обработки, обеспечивающие минимальное содержание примесных фаз в BiFeO ₃	[15]
Li ₂ CO ₃	Планетарная центробежная мельница АГО-2	g = 40 при t = 1-10 мин	Показано, что активация приводит к возрастанию удельной поверхности твердого тела, уменьшению размера кристаллитов, изменению распределения частиц по размерам. Нагревание механоаквированного карбоната лития сопровождается уменьшением ширины рефлексов, что свидетельствует о процессах кристаллизации карбоната лития. Полученные данные представляют интерес для понимания процессов механохимического синтеза сложных литийсодержащих оксидов	[16]

Продолжение таблицы 1

KFeO_2 ZnFe_2O_4 MgFe_2O_4	Вибрационная роliko- кольцевая мельница ВМ-4	$g = 3$ при $t =$ 15-30 мин	Исследования показали возможность механохимического синтеза ферритов калия, магния, цинка с использованием аппаратов средней энергонапряженности. Установлено, что феррит магния проявляет более высокую каталитическую активность, чем ферриты калия и цинка, и при температуре 330°C она достигает максимального значения 93%. Показано, что побочными продуктами является метилацетат, метанол, этанол, 1-пропанол и др. Установлен более высокий выход побочных продуктов феррита калия по сравнению с ферритами магния и цинка	[17]
LiFe_5CO_8	Планетарная мельница АГО- 2С	$g = 60$ при $t =$ 150 мин	Механическая активация смеси исходных реагентов литьевого феррита значительно увеличивает реакционную активность твердофазной системы, что дает возможность существенно снизить температуру термического синтеза LiFe_5CO_8	[18]

Продолжение таблицы 1

LiFe_5CO_8	Планетарная мельница АГО- 2С	$t = 60\text{-}$ 180 мин	В процессе механоактивации при комнатной температуре начинается образование фазы пентаферрита лития, сопровождающееся частичным улетучиванием CO_2 . В сравнении с обжигом неактивированных образцов неизотермический обжиг активированных смесей понижает температуру начала разложения карбоната лития на 100 градусов и сокращает длительность реакции его разложения. Механическая активация смеси исходных реагентов значительно увеличивает реакционную активность твердофазной системы и делает возможным получение LiFe_5CO_8 при более низких температурах по сравнению с традиционным термическим синтезом	[19]
----------------------------	------------------------------------	----------------------------------	---	------

Продолжение таблицы 1

$Ni_{0.32}Zn_{0.68}Fe_2O_4$	Вибрационная мельница М-200	$t = 120$ мин	Выяснили, что базовые составы с небольшим недостатком оксида железа относительно стехиометрического состава обеспечивают низкий уровень потерь. А составы с избытком оксида железа сверх стехиометрии обеспечивают высокий уровень радиопоглощения в области частот 10-30 МГц. Для увеличения уровня параметров в никель-цинковых ферритах также целесообразно использование в качестве поверхностно-активного вещества цитрата триэтаноламмония, повышающего плотность заготовок и легирование легкоплавкой добавкой Vi_2O_3 , активирующей процессы массопереноса при спекании.	[20]
-----------------------------	-----------------------------	------------------	---	------

Продолжение таблицы 1

Fe_2O_3	Ролико-кольцевая вибромельница VM-4	$t = 0-30$ мин	В начальный период механоактивации происходит разрушение кристаллов на микроблоки. При механоактивации более 5 минут превалируют процессы вторичного агрегирования, сопровождающиеся укрупнением частиц. При этом размер микропор и их количество уменьшается. В процессе механоактивации в продукте происходит накопление материала рабочих органов мельницы. Скорость намола металлического железа имеет максимальное значение в начальный этап процесса механоактивации, а затем уменьшается по мере накопления дефектов на поверхности кристаллов. Скорость восстановления оксида железа, подвергнутого механоактивации, снижается вследствие повышения однородности образцов, уменьшения размера и количества микропор, а также частичного восстановления поверхности	[21]
-----------	-------------------------------------	-------------------	--	------

1.3 Лазерная дифракция

Лазерная дифракция – это метод определения размеров частиц, который основан на том, что регистрируются интенсивности рассеянного света от этих частиц.

Анализатор, работающий на методе лазерной дифракции, состоит из лазера (источника когерентного излучения с постоянной длиной волны), детектора и устройства подачи образца в зону измерения. В качестве лазеров в основном применяют газовые He-Ne лазеры, а в качестве детектора – многоэлементную кремниевую фотодиодную матрицу. Образец в зону измерения попадает струей воздуха, распыляющей сухой порошок, который после прохождения через луч лазера, собирается особым вакуумным сборником. Используя этот способ подачи образца можно предотвратить загрязнение и неравномерность потока.

Угловая зависимость интенсивности рассеянного излучения определяется размером частиц, их оптическими характеристиками и длиной волны лазера, которая является постоянной величиной. Измерение угловой зависимости и последующая обработка результатов позволяет за короткий промежуток времени определить характер распределения частиц по размерам (дисперсионный состав).

Восстановление распределения частиц по размерам по данным угловой зависимости рассеянного света производится программным обеспечением анализатора на основании оптической модели: полной теории Ми или приближения Фраунгофера.

Приближение Фраунгофера является частным случаем теории Ми, в основе которого лежат следующие допущения:

- размер частиц должен быть значительно больше длины волны используемого света;
- частицы различных размеров рассеивают свет с одинаковой интенсивностью;

- частицы светонепроницаемы.

Использование теории с такими ограничениями будет не корректным для многих материалов, а для высокодисперсных систем использование приближения может стать причиной получения неправильных результатов. Для более точного анализа в широком размерном диапазоне следует использовать полную теорию Ми.

Преимущества метода лазерной дифракции:

- отсутствие калибровки прибора;
- широкий динамический диапазон;
- универсальность;
- производится анализ всего образца, поэтому стоит более тщательно производить отбор проб;
- метод неразрушающий;
- высокая скорость получения результатов;
- высокая надёжность и повторяемость результатов [22].

1.4 Сканирующая электронная микроскопия

Метод СЭМ представляет собой исследование поверхности образца тонко сфокусированным (диаметром до 5-10 нм) пучком электронов, который называется электронным зондом. Сущность метода заключается в том, что пучок электронов совершает возвратно-поступательное движение по линии или, иначе говоря, развертывается в растр, который представляет собой совокупность близко расположенных параллельных линий, вдоль которых пучок электронов обегает выбранный для исследования участок поверхности.

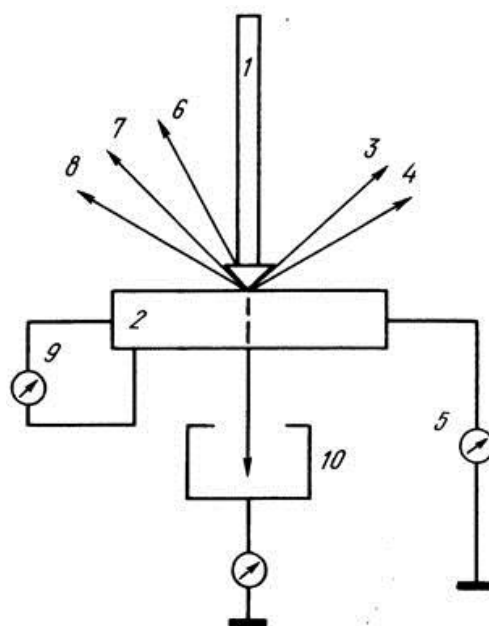


Рисунок 2 – Эффекты, возникающие при взаимодействии пучка электронов с веществом: 1 - электронный пучок; 2 - образец; 3 - отраженные электроны; 4 - вторичные электроны; 5 - ток поглощенных электронов; 6 - катодоллюминесценция; 7 - рентгеновское излучение; 8 - Оже-электроны; 9 - наведенный ток; 10 - прошедшие электроны.

В каждой точке поверхности подвергшейся облучению происходит взаимодействие электронов пучка 1 с объектом исследования, в результате чего возникает ряд вторичных эффектов. При помощи этих эффектов можно получить различную информацию об объекте исследования: о его рельефе, химическом составе и кристаллографической ориентации объемов, прилегающих к поверхности. Электроны, которые испускает вещество, принимаются специальными датчиками и после усиления используются для регулировки яркости электронно-лучевой трубки, которая формирует изображение на своем экране. Яркость каждой точки на экране определяется интенсивностью сигнала из соответствующей точки образца. Интенсивность сигналов изменяется при сканировании электронным зондом поверхности образца, что обеспечивает контраст в изображении разных участков поверхности на экране электронно-лучевой трубки.

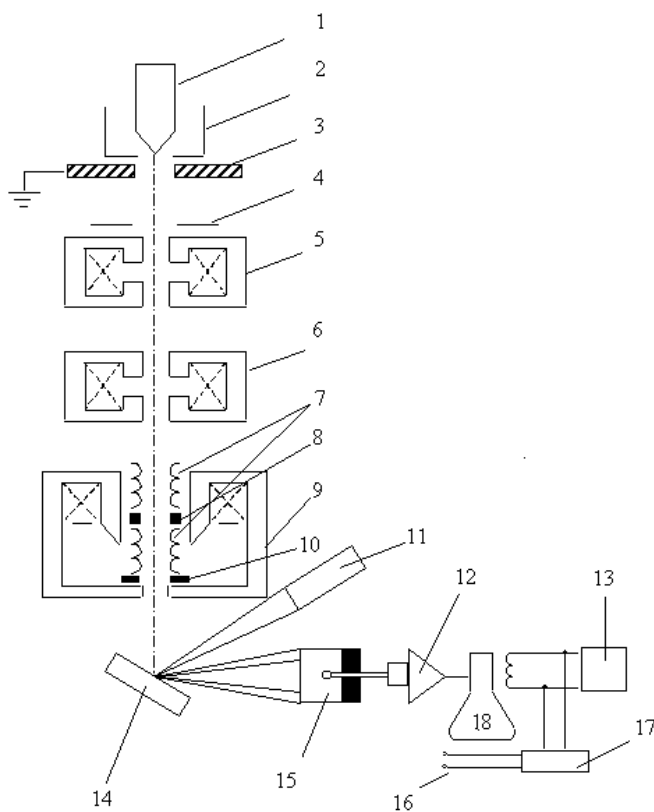


Рисунок 3 – Принципиальная схема сканирующего электронного микроскопа: 1 - катод; 2 - фокусирующий электрод; 3 - анод; 4 - ограничивающая диафрагма; 5 - первая конденсорная линза; 6 - вторая конденсорная линза; 7 - отклоняющие катушки; 8 - конечная (объективная) линза; 9 - стигматор; 10 - диафрагма, ограничивающая размер пучка; 11 - детектор рентгеновского излучения; 12 - усилитель фотоумножителя; 13 - генераторы развертки; 14 - образец; 15 - детектор вторичных электронов; 16 - к отклоняющим катушкам; 17 - управление увеличением; 18 - электронно-лучевая трубка.

Принципиальную схему СЭМ, представленную на рисунке 3 можно разделить на две основные системы: электроннооптическую 1-10, которая формирует электронный зонд и производит его сканирование по поверхности образца 14; систему, предназначенную для формирования изображения 11-18.

Преимущества данного микроскопа перед другими заключается в том, что достигается высокая разрешающая способность – это связано с тем, что изображение образовывается с помощью вторичных электронов, у которых зона выхода ограничена малой областью вокруг места падения зонда. Это

преимущество позволяет тщательно исследовать мельчайшие детали рельефа поверхности. Также данный микроскоп позволяет обеспечить большую резкость в сочетании с наглядностью изображения, что в свою очередь позволяет исследовать объекты с сильно развитой поверхностью.

Подготовка образцов для такого исследования не вызывает трудностей. Основное требование к образцу – соответствие его размеров размерам камеры для образцов в приборе [23].

1.5 Метод Брюнера, Эммета и Теллера

Теория полимолекулярной адсорбции Брунауэра, Эмметта и Теллера является одним из методов определения удельной поверхности и относится к молекулярным теориям, которые рассматривают формирование адсорбированного слоя.

Базовой основой теории БЭТ является утверждение, что силы, которые участвуют в процессе конденсации паров, также отвечают за энергию связи при полимолекулярной адсорбции. Скорость конденсации газовых молекул на адсорбционный слой равна скорости испарения их из этого слоя.

К уравнению БЭТ приводит суммирование для неопределенного числа слоев уравнения адсорбционного равновесия каждого слоя:

$$V = \frac{V_m C p}{(p_s - p) \left[1 + (C - 1) \frac{p}{p_s} \right]}, \quad (1)$$

где V_m – объем газа адсорбата, соответствующий образованию монослоя;

C – константа;

p – парциальное давление газа адсорбата;

p_s – давление насыщенного газа адсорбата.

Из термодинамических соображений

$$C = \exp \left(\frac{E_1 - E_l}{RT} \right), \quad (2)$$

где E_1 – теплота адсорбции первого адсорбционного слоя;

E_l – теплота перехода газ–жидкость;

R – универсальная газовая постоянная;

T – абсолютная температура.

Выражение (2) в линейной форме предстает как

$$\frac{p/p_s}{V(1-p/p_s)} = \frac{1}{V_m C} + \left(\frac{C-1}{V_m C}\right) \frac{p}{p_s} \quad (3)$$

Несмотря на то, что метод БЭТ является универсальным и охватывает всю область измеряемых величин, для исследования порошков с небольшой (менее $1 \text{ м}^2/\text{г}$) удельной поверхностью необходимы навески большого объема, которые обладают достаточно большой суммарной поверхностью. Если же этим пренебречь, то точность измерений существенно снизится за счет высокого (1 атм.) давления насыщенного азота при температуре опыта и относительно малого количества адсорбируемого газа.

Для того чтобы избежать этого недостатка были предложены такие адсорбаты, которые имеют при температуре измерения достаточно низкое давление насыщения.

Также недостатком является достаточно высокая продолжительность каждого измерения, что является последствием необходимости создания равновесных условий.

Определение удельной поверхности методом БЭТ основано на нахождении количества вещества, которое адсорбируется на поверхности твердого тела в условиях образования монослойного покрытия. В качестве адсорбата обычно используют инертные газы, которые не вступают в химическое взаимодействие с поверхностью твердых частиц.

Метод БЭТ очень чувствителен к химическому составу веществ, адсорбированных на поверхности частиц порошков, что следует учитывать при сравнении результатов, полученных различными исследователями на разных образцах порошков [24].

1.6 Термогравиметрический анализ

Термогравиметрический анализ представляет собой метод исследования, который регистрирует изменение массы образца в зависимости от его температуры в условиях программированного изменения температуры среды. Установка для проведения ТГА представляет собой совокупность следующих приборов: термовесы, которые непрерывно фиксируют массу; печь в которой расположен образец; термопара, регистрирующая температуру; программный регулятор температуры. Исследование ТГА можно проводить двумя способами и соответственно они делятся на два типа: изотермический и динамический при постоянной скорости нагрева. В результате этих исследований получают кривые зависимости изменения массы образца от температуры (времени) – термогравиметрическая (ТГ) кривая либо скорости изменения массы – дифференциальная термогравиметрическая (ДТГ) кривая.

Также возможно использование термогравиметрии совместно с дифференциальным термическим анализом (ДТА) или дифференциальной сканирующей калориметрией (ДСК). Такое использование называют синхронным термическим анализом (СТА). При проведении СТА главной особенностью и преимуществом является то, что изменение массы (ТГ) и тепловые эффекты (ДСК, ДТА) измеряются на одном образце за одно измерение в одной и той же системе.

Дифференциальная сканирующая калориметрия основана на сравнении тепловых потоков измеряемого образца и эталона, который представляет собой термически стабильный материал. В процессе нагревания или охлаждения, при возникновении какого-либо фазового превращения первого рода в исследуемом образце происходит выделение или поглощение теплоты, в результате чего температура образца меняется быстрее или медленнее, чем температура эталона, и на кривой зависимости тепловых потоков от времени (температуры) появляются характерные аномалии [25].

2 Объект и методы исследования

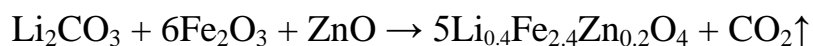
2.1 Объект исследования

В качестве объекта для исследования была изготовлена смесь исходных реагентов литий-цинкового феррита.

Методика изготовления исследуемой смеси:

В качестве исходных реагентов служили оксид железа Fe_2O_3 , карбонат лития Li_2CO_3 , оксид цинка ZnO . Порошки перед взвешиванием просушивались в сушильном шкафу в течение 3 часов при температуре 200°C .

Соотношение исходных компонентов в реакционной смеси было рассчитано по уравнению:



Смешивание реагентов для того чтобы получить литий-цинковый феррит $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ производилось в следующей пропорции

- $\text{Li}_2\text{CO}_3 = 6.63\% = 3.182 \text{ г}$;
- $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 86.054\% = 41.306 \text{ г}$;
- $\text{ZnO} = 7.31\% = 3.51 \text{ г}$.

Полученная смесь была пропущена через мелкое сито три раза для получения гомогенной смеси исходных реагентов.

Для проведения механической активации при различных режимах смесь исходных реагентов была разделена на 4 партии, каждая по 12 грамм. Первая партия – без механической активации, вторая партия – механическая активация в течение 15 минут, третья – в течение 30 минут, четвертая – в течение 60 минут. Механическая активация была произведена в мельнице – активаторе планетарного фрикционного типа АГО-2С (рис. 4) с использованием размольных стаканов и шаров из нержавеющей стали. Весовое соотношение порошка и шаров в стакане составляло 1:10.



Рисунок 4 – Активатор планетарного фрикционного типа АГО-2С

Полученные механически активированные порошки смеси исходных реагентов, представлены на рисунке 5.



Рисунок 5 – Механически активированные порошки литий-цинкового феррита при времени активации 15, 30, 60 мин

Также были изготовлены образцы методом одностороннего холодного прессования в виде таблеток. Для этого был использован пресс гидравлический ручной ПГР-10, представленный на рисунке 6.



Рисунок 6 – Пресс гидравлический ручной ПГР-10

В пресс-формы (рис. 7) был насыпан порошок массой 0,5 г. Формовка образцов (рис. 8) была произведена при постоянном давлении 127,5 МПа в течение 3 минут.



Рисунок 7 – Пресс-форма



Рисунок 8 – Порошки исходных реагентов при времени активации 0, 15, 30, 60 мин в виде таблеток

2.2 Методы исследования

Для анализа влияния механоактивации прекурсоров на дисперсность литий-цинковых ферритов были использованы такие методы как лазерная дифракция, сканирующая электронная микроскопия, метод Брюнера, Эммета и Теллера и термогравиметрический анализ.

Метод БЭТ

Исследование смеси исходных реагентов методом БЭТ, с помощью которого можно измерять удельную поверхность образцов, производится сравнением объемов газа адсорбата, поглощенного поверхностным слоем исследуемого образца и стандартного образца с известной величиной удельной поверхностью. В качестве газа адсорбата используется азот, а в качестве носителя – гелий.

Величина удельной поверхности образца $S_{уд}$ ($\text{м}^2/\text{г}$) определяется по формуле:

$$S_{уд} = S_0 \cdot V_m, \quad (4)$$

где S_0 – площадь, занимаемая 1 см^3 газа, который поглощается мономолекулярным слоем;

V_m – объем газа адсорбата, соответствующий образованию монослоя – количество газа адсорбата в 1 см^3 на 1 г образца, которое поглотилось бы при монослойном покрытии всей поверхности молекулами газа адсорбата.

Для расчета удельной поверхности следует пользоваться теорией БЭТ (п. 1.5).

Уравнение БЭТ (3) следует переписать, введя новые обозначения

$$y = b + kx, \quad (5)$$

где $b = 1/(V_m C)$;

$k = (C - 1)/(V_m C)$;

$x = p/p_s$.

Объем газа адсорбата, соответствующего образованию монослоя V_m , при помощи которого можно найти величину удельной поверхности определяется измерением количества адсорбированного газа при четырех заданных значениях отношения парциального к давлению насыщенного газа адсорбата p/p_s .

Измерение количества адсорбированного газа заключается в том, что исследуемый порошок пропускают через смесь газа носителя и газа адсорбата при этом происходит адсорбция азота на частицах порошка. По разнице объемов газа адсорбата до взаимодействия с исследуемым порошком и после определяют количество адсорбированного газа V . Далее строится график $\frac{p/p_s}{V(1-p/p_s)}$ от p/p_s .

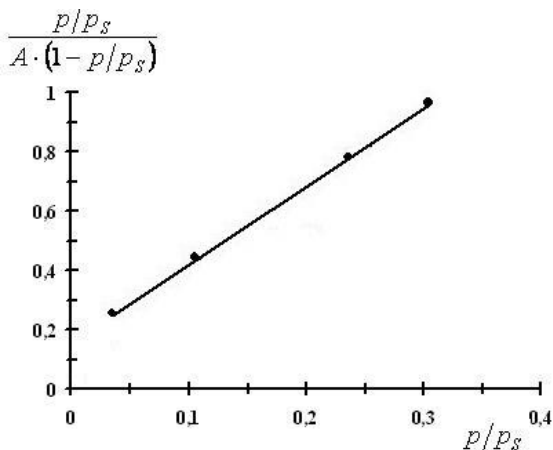


Рисунок 9 – Пример графика изотермы десорбции в координатах БЭТ

По графику (рис. 9) определяется тангенс угла наклона прямой линии к оси абсцисс k и отрезок, отсекаемый прямой на оси ординат b . С помощью этих значений определяется

$$V_m = \frac{1}{k + b} \quad (6)$$

Затем по формуле (4) определяется $S_{уд}$ [26].

Метод СЭМ

В работе для определения микроструктуры частиц используется сканирующий электронный микроскоп ТМ-3000 фирмы HITACHI (Япония), представленный на рисунке 10.

Измерение микроструктуры с помощью СЭМ заключается в том, что при облучении поверхности образца пучком электронов возникает несколько видов вторичных излучений, сигналы от которых могут фиксироваться соответствующими детекторами. После аналого-цифрового преобразования и усиления эти сигналы визуализируются посредством ПК. Развёртка пучка на экране монитора ПК происходит синхронно с развёрткой в самом микроскопе при этом на экране мониторе можно наблюдать увеличенное изображение объекта.

Главными параметрами сканирующего электронного микроскопа, которые необходимы для воссоздания изображения и исследования информации, заложенной в изображении, являются ускоряющее напряжение, рабочее расстояние и зондовый ток. Ускоряющее напряжение между катодом и анодом задаёт энергию падающих электронов, от которой зависит глубина проникновения электронов в образец. Рабочее расстояние, являющееся расстоянием между сфокусированной поверхностью образца и краем объективной линзы, позволяет определить получаемое разрешение, соотношение сигнал-шум, глубину резкости и получаемое минимальное увеличение изображения. Ток падающего пучка электронов определяет диаметр луча, который влияет на получаемое разрешение и на соотношение сигнал-шум изображения [27].



Рисунок 10 – СЭМ TM-3000

Максимальный размер образца при исследовании микроструктуры микроскопом TM-3000 составляет 70 мм в диаметре и 50 мм в высоту.

Метод лазерной дифракции

В работе для определения размеров частиц и распределения их по размерам используется дифракционный анализатор размеров частиц SALD-7101 фирмы SHIMADZU (Япония), представленный на рисунке 11.

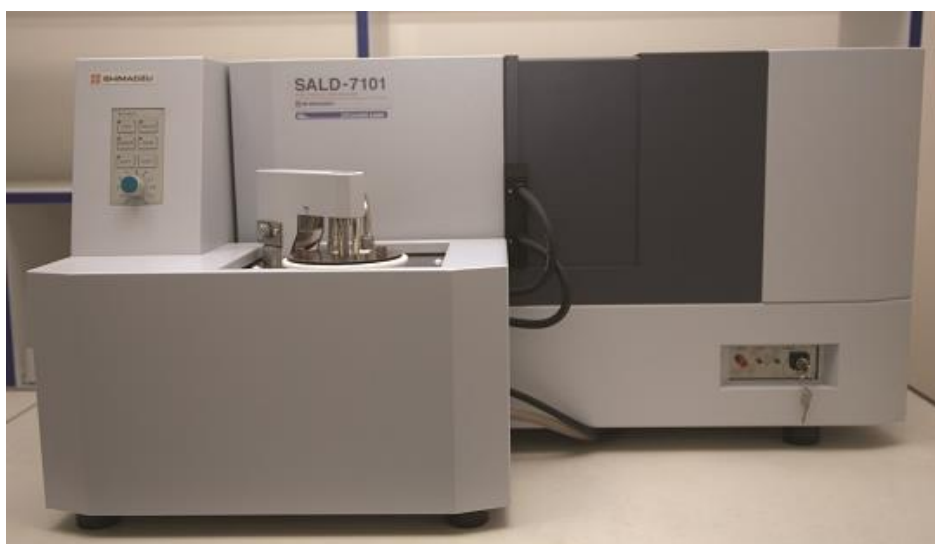


Рисунок 11 – Лазерный дифракционный анализатор размеров частиц SALD-7101

Принцип работы такого анализатора основан на регистрации интенсивности рассеянного света с длиной волны $\lambda=375$ нм от частиц порошка. То есть свет, испускаемый полупроводниковым ультрафиолетовым лазером, рассеивается под различными углами, исходя из размеров отдельных частиц порошка. Если частицы образца одинакового размера, то дифракция происходит под одинаковым углом, при этом интенсивность рассеянного света выражает количество таких частиц. При помощи детектора, который представляет собой многоэлементную кремниевую фотодиодную матрицу, происходит измерение углового распределения и соответствующих интенсивностей света.

Лазерный анализатор размеров частиц SALD-7101 предназначен для определения размеров частиц в диапазоне измерения от 0,01 до 300 мкм [28].

Термогравиметрический анализ

Для термогравиметрических и калориметрических измерений используется термический анализатор STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия), представленный на рисунке 12. Термоанализатор представляет собой совокупность следующих приборов: термовесы, которые непрерывно фиксируют массу; печь, в которой расположен образец; термопара, регистрирующая температуру; программный регулятор температуры.



Рисунок 12 – Комплексное оборудование – термоанализатор STA 449 C Jupiter и масс-спектрометр QMS 403C

Схема анализатора представлена на рисунке 13. В центре установки находятся термовесы, заключенные в отдельный кожух. При проведении измерений в установку пускают два типа газов: защитный и продувочный. Защитный газ – инертный газ, который создает инертную атмосферу вокруг измерительной системы. Продувочный газ – создает необходимую атмосферу для измерений.

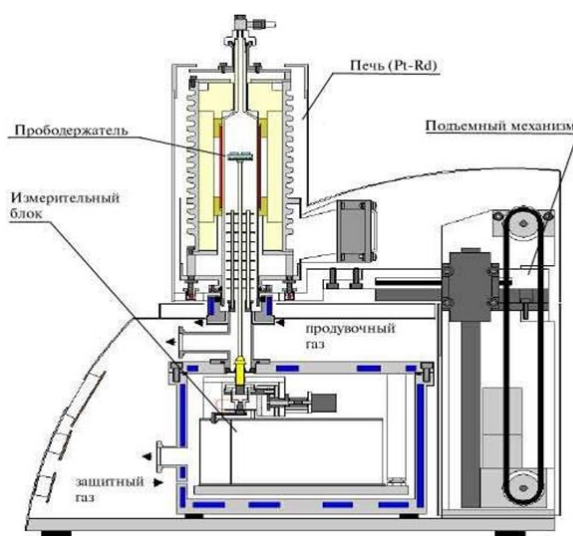


Рисунок 13 – Схема анализатора STA 449 C Jupiter

Исследовать с помощью такого анализатора можно твердые и жидкие вещества, неядовитые и не агрессивные к материалу тигля. Для образцов из смесей исходных реагентов литий-цинкового феррита используются тигли Al_2O_3 объемом 0,085 мл. При проведении более достоверных измерений точность начального определения веса должна быть не менее 0.1 мг. Также образец должен быть подготовлен к измерениям, что представляет собой обеспечения максимально возможной области контакта и наиболее равномерного распределения образца по дну тигля [25]. Для более корректных измерений в качестве эталона выступает порошок Al_2O_3 , который по массе равен массе исследуемого ферритового образца. Для контроля за магнитным состоянием образцов с внешней стороны измерительной ячейки крепится сборка из двух постоянных магнитов, создающие вблизи образцов поле ~ 5 Э (400 А/м).

Измерения термогравиметрических и калориметрических кривых следует производить в воздушной атмосфере в режиме линейного нагрева со скоростью $(5\div 50)^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ до температуры 800°C .

3 Экспериментальные исследования

3.1 Исследование методом БЭТ

Измерения величины удельной поверхности методом БЭТ, представленные в таблице 2, проводились по трём образцам для каждого состава.

Таблица 2 – Результаты исследования методом БЭТ

Наименование	Навеска образца, г	Величина удельной поверхности, $S_{уд}$, м ² /г	Среднее значение величины $S_{ср}$, м ² /г	D, мкм	Условия тренировки образцов
Fe ₂ O ₃	0,4335	8,74 8,71 8,72	8,72	0,1313	Тренировка проходила при нагревании образца в токе смеси газов (гелий+азот) при 120°С в течение 30 минут
Li ₂ CO ₃	0,2263	1,58 1,49 1,53	1,53	1,8586	
ZnO	0,2364	4,86 5,07 4,94	4,96	0,2156	
не МА Li _{0,4} Fe _{2,4} Zn _{0,2} O ₄	0,1784	8,31 8,38 8,26	8,32	0,1506	
15 мин МА Li _{0,4} Fe _{2,4} Zn _{0,2} O ₄	0,1939	9,17 9,1 9,31	9,2	0,1362	
30 мин МА Li _{0,4} Fe _{2,4} Zn _{0,2} O ₄	0,2054	14,02 14,07 13,93	14,01	0,0894	
60 мин МА Li _{0,4} Fe _{2,4} Zn _{0,2} O ₄	0,3868	24,82 24,87 24,78	24,82	0,0505	

Средний размер частиц определяли при помощи уравнения

$$D = \frac{6}{\rho \cdot S_{ср. уд}}, \quad (7)$$

где ρ – плотность образца (Fe₂O₃ – 5,242 г/см³, Li₂CO₃ – 2,11 г/см³, ZnO – 5,61 г/см³);

$S_{cp. уд.}$ – среднее значение величины удельной поверхности.

Для того чтобы определить плотность порошка литий-цинкового феррита пользовались формулой

$$\rho_{Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4} = \frac{m_{Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4}}{\frac{m_{Fe_2O_3}}{\rho_{Fe_2O_3}} + \frac{m_{Li_2CO_3}}{\rho_{Li_2CO_3}} + \frac{m_{ZnO}}{\rho_{ZnO}}} = 4,79 \text{ г/см}^3 \quad (8)$$

Рассчитанные значения по формуле (7) были занесены в таблицу 2.

По данным, представленным в таблице 2 можно заметить, что величина удельной поверхности увеличивается при увеличении времени механоактивации, что обусловлено увеличением дефектности частиц и уменьшением их размера. По рассчитанным данным видно, что средний размер частиц исходной смеси составил 0,1506 мкм, в то время как при механоактивации этот параметр уменьшается в зависимости от времени активации, то есть при 15 мин – 0,1362 мкм; 30 мин – 0,0894 мкм; 60 мин – 0,0505 мкм. Из вышесказанного можно сделать вывод, что с увеличением времени механоактивации увеличивается дисперсность реакционной смеси.

3.2 Исследование методом СЭМ

Исследование микроструктуры порошков методом СЭМ было проведено при помощи сканирующего электронного микроскопа ТМ-3000 фирмы НИТАСНІ (Япония) для исходных реагентов литий-цинкового феррита, немеханоактивированной смеси реагентов и смеси, подвергнутой механоактивации в течение 60 минут.

На рисунках 14-18 представлены изображения микроструктуры исследуемых порошков, полученные методом СЭМ.

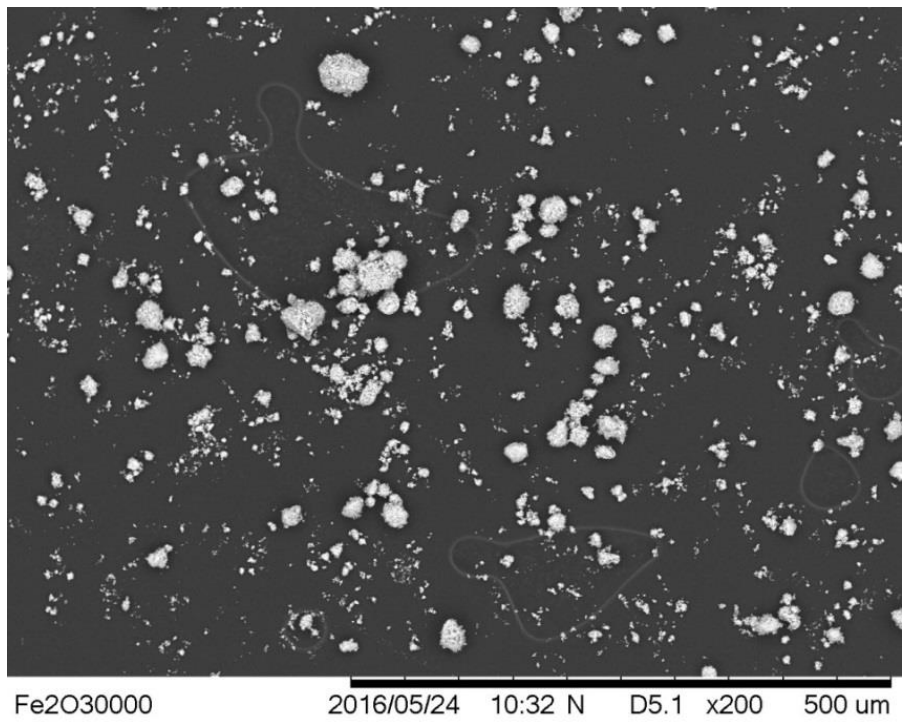


Рисунок 14 – Микрофотография частиц Fe_2O_3

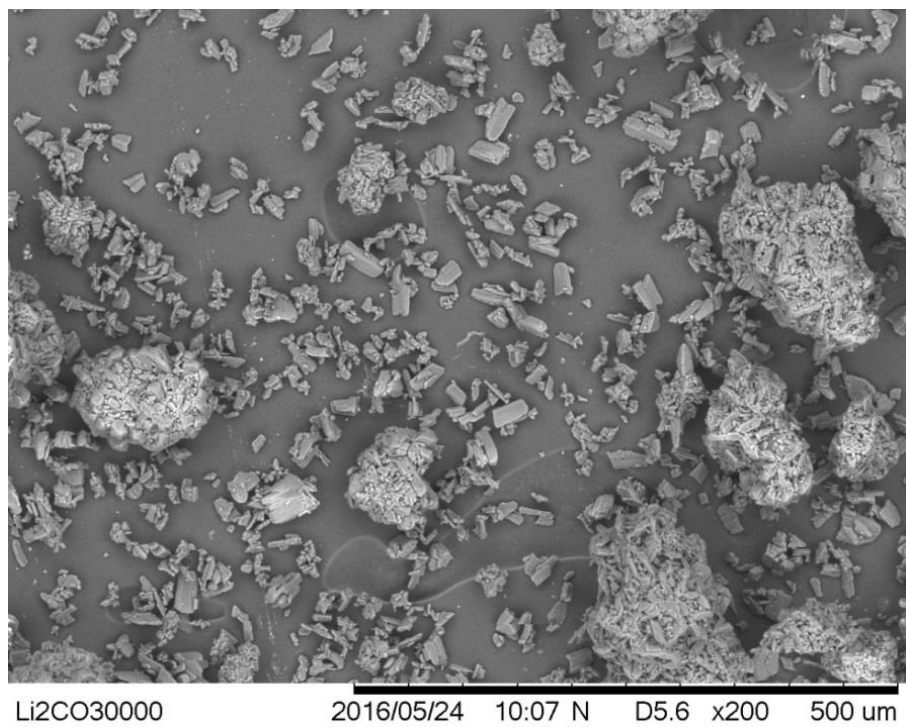
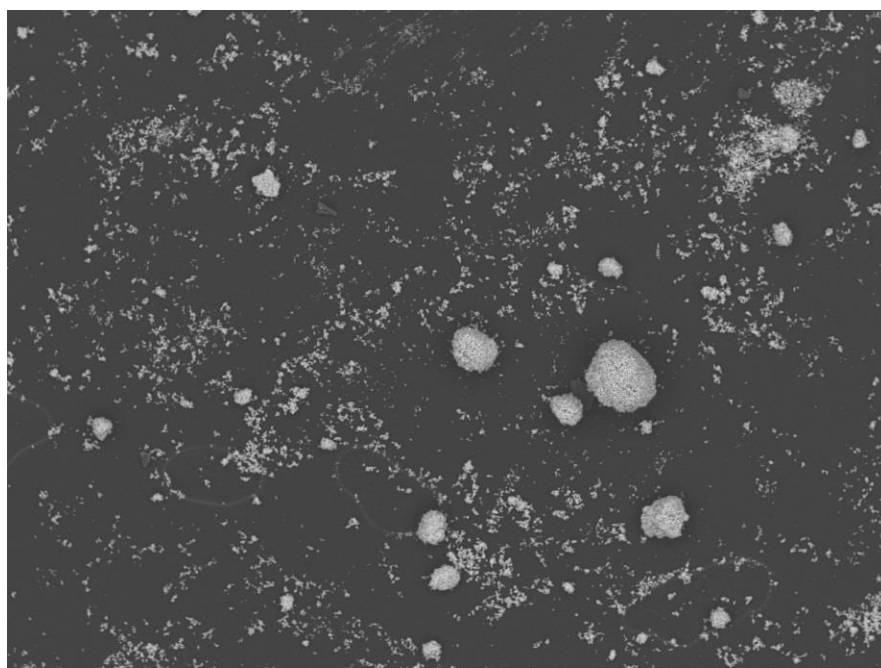
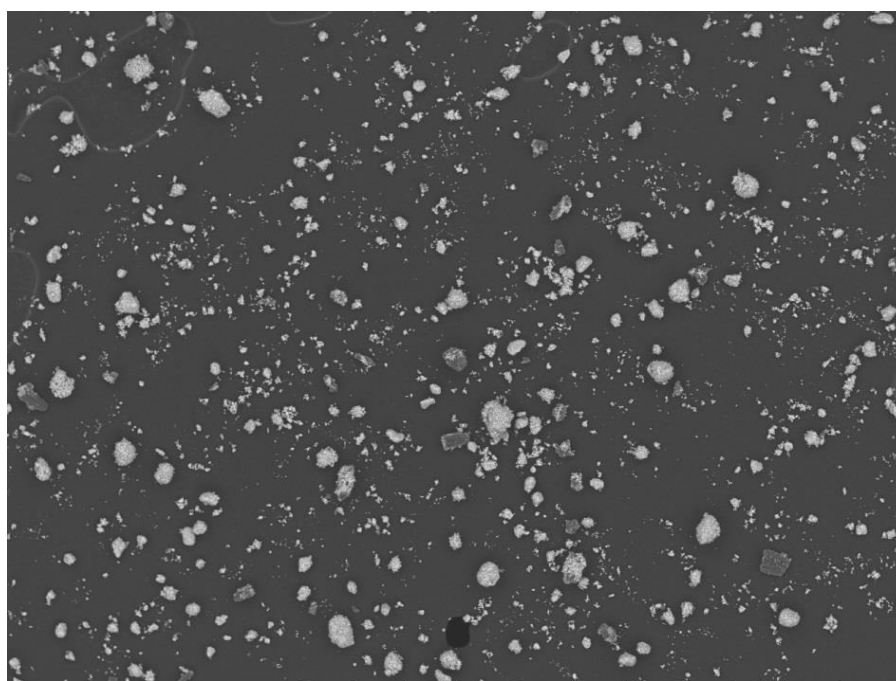


Рисунок 15 – Микрофотография частиц Li_2CO_3



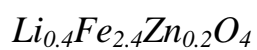
ZnO0000 2016/05/24 10:17 N D5.6 x200 500 um

Рисунок 16 – Микрофотография частиц ZnO



10000 2016/05/13 11:10 N D4.2 x200 500 um

Рисунок 17 – Микрофотография частиц исходной смеси реагентов



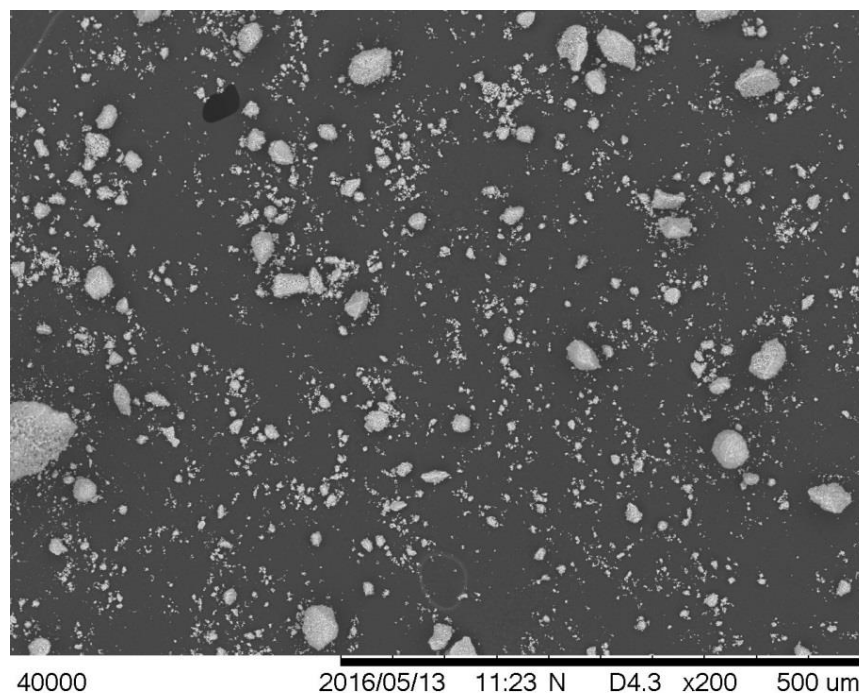


Рисунок 18 – Микрофотография частиц исходной смеси $Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4$ при механоактивации в течение 60 мин

Из представленных изображений видно, что исследуемые порошки содержат как отдельные частицы, так и их прочные агломераты произвольной формы. Самопроизвольная агрегация частиц возникает из-за того, что частицы обладают большим избытком поверхностной свободной энергии.

Изучение дисперсного состава исследуемых порошков методом СЭМ заключалось в определении размеров частиц по микрофотографиям. Полученные средние размеры частиц и агломератов были занесены в таблицу 3. Таблица 3 – Результаты исследования СЭМ

Наименование	Дч, мкм	Da, мкм
Fe_2O_3	2,05	14,47
Li_2CO_3	8,63	29,71
ZnO	3,23	6,561
не МА $Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4$	1,96	9,436
60 мин МА $Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4$	1,645	9,116

По рассчитанным данным видно, что средний размер частиц исходной смеси составил 1,96 мкм, в то время как при механоактивации этот параметр уменьшился до 1,645 мкм. Также при проведении механоактивации

уменьшается и средний размер агломератов, которые могут достигать нескольких микрометров. Следовательно, можно сделать вывод, что дисперсность реакционной смеси увеличивается при проведении механоактивации.

3.3 Исследование методом лазерной дифракции

Для определения размеров частиц и распределения их по размерам был использован дифракционный анализатор размеров частиц SALD-7101 фирмы SHIMADZU (Япония). Исследование проводилось для исходных реагентов литий-цинкового феррита, немеханоактивированной смеси реагентов и смеси, подвергнутой механоактивации в течение 60 минут.

Результаты определения размеров частиц исследуемых порошков, полученные методом лазерной дифракции представлены на рисунках 19-23.

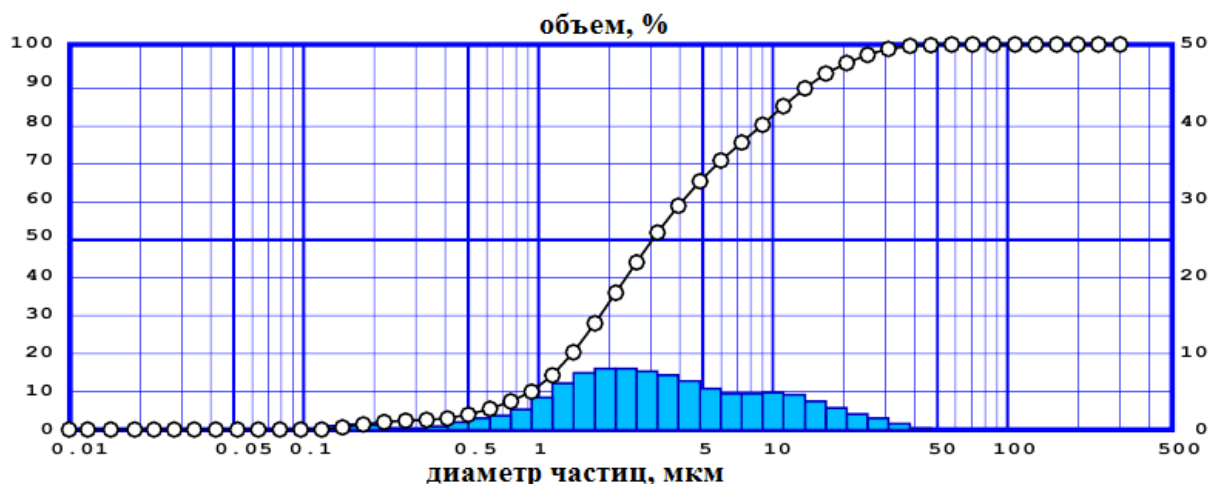


Рисунок 19 – Объемное дифференциальное и интегральное распределения частиц ZnO по размерам



Рисунок 20 – Объемное дифференциальное и интегральное распределения частиц Fe_2O_3 по размерам

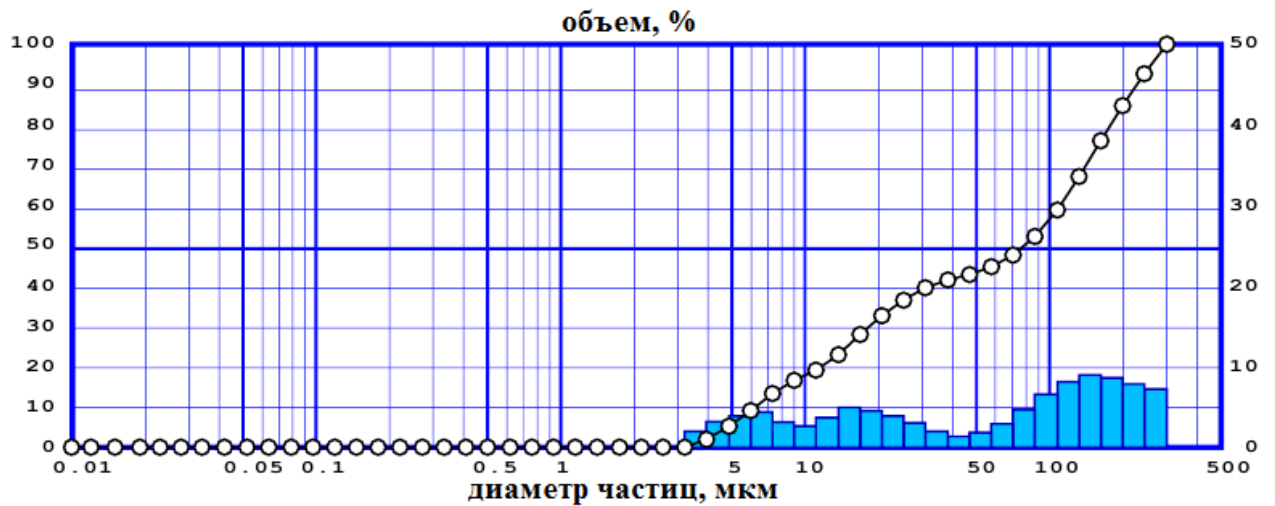


Рисунок 21 – Объемное дифференциальное и интегральное распределения частиц Li_2CO_3 по размерам

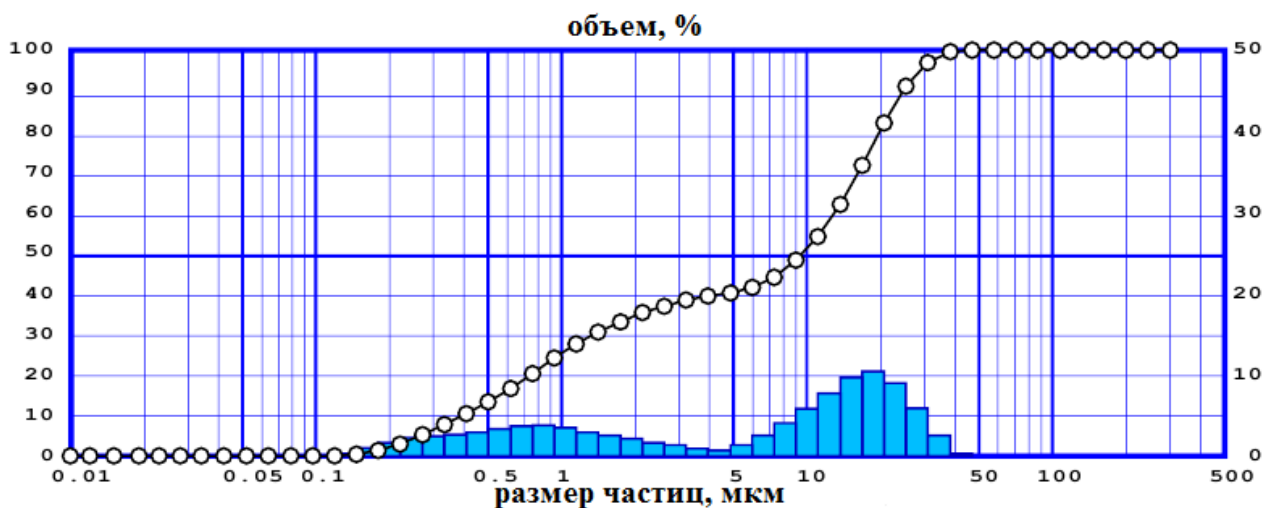


Рисунок 22 – Объемное дифференциальное и интегральное распределения частиц исходной смеси реагентов $Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4$ по размерам

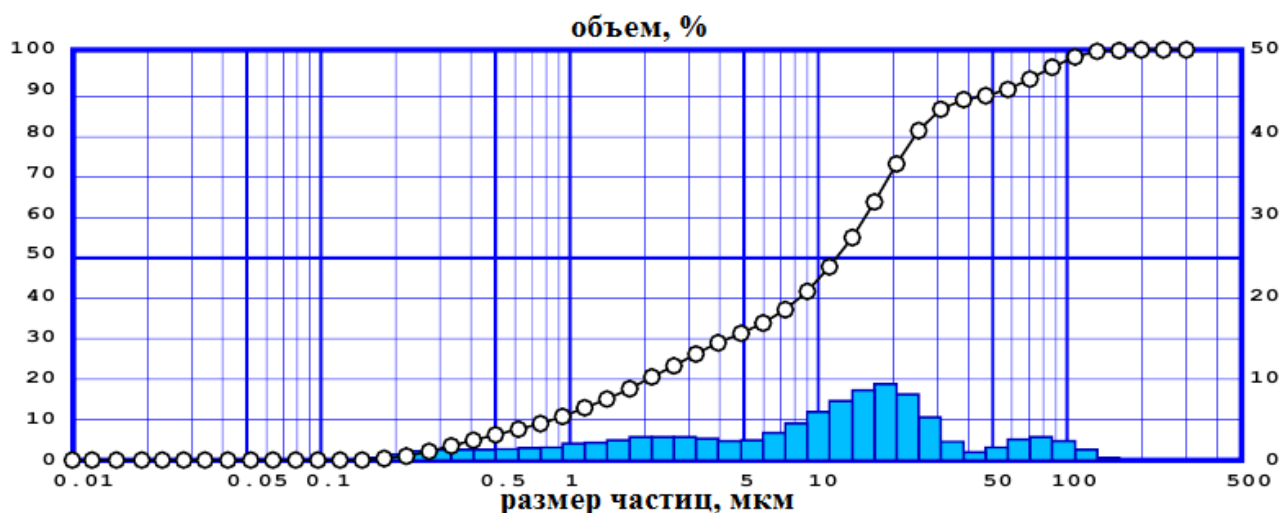


Рисунок 23 – Объемное дифференциальное и интегральное распределения частиц исходной смеси $Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4$ при механоактивации в течение 60 мин по размерам

Дифференциальное распределение представляется в виде гистограммы, в которой высота столбика соответствует объемной доле фракции с размером частиц, лежащем в некотором интервале от d до $d+\Delta$. А интегральное распределение описывается графиком, в котором по оси X откладывается размер частиц d , а по оси Y объемная доля частиц с размером менее d .

При использовании метода лазерной дифракции средним размером является значение диаметра эквивалентной сферы – это диаметр сферы, которая

имеет такой же объем или вес, что и реальная частица. Полученные в ходе исследования методом лазерной дифракции средние размеры диаметров эквивалентной сферы были занесены в таблицу 4.

Таблица 4 – Значения средних диаметров эквивалентной сферы, полученные методом лазерной дифракции

Наименование	D, мкм
Fe ₂ O ₃	5,523
Li ₂ CO ₃	57,078
ZnO	3,315
не МА Li _{0,4} Fe _{2,4} Zn _{0,2} O ₄	4,592
60 мин МА Li _{0,4} Fe _{2,4} Zn _{0,2} O ₄	8,328

Из представленного распределения на рисунке 22 видно, что размер всех частиц смеси исходных реагентов литий-цинкового феррита лежит в пределах от 0,119 до 46,907 мкм при этом половину объема всей смеси занимают агломераты, имеющие размер от 9,014 до 31,057 мкм. По распределению механоактивированной смеси исходных реагентов литий-цинкового феррита (рис. 23) видно, что размер всех частиц лежит в пределах от 0,119 до 161,620 мкм, а половину объема занимают агломераты, имеющие размер от 7,334 до 31,057 мкм.

Различия в распределениях на рисунке 22 и 23 связаны с тем, что в результате механоактивации смеси происходит диспергирование частиц, а также увеличение свободной энергии системы, из-за которой происходит образование агломератов, имеющих размер от 46,168 до 198,626 мкм.

3.4 Исследование термогравиметрическим анализом

Измерение термогравиметрических (ТГ/ДТГ) и калориметрической кривой (ДСК) исходной и механоактивированной смеси реагентов Li_{0,4}Fe_{2,4}Zn_{0,2}O₄ проводилось на термическом анализаторе STA 449C Jupiter (Netzsch, Германия). Полученные зависимости представлены на рисунке 24-25.

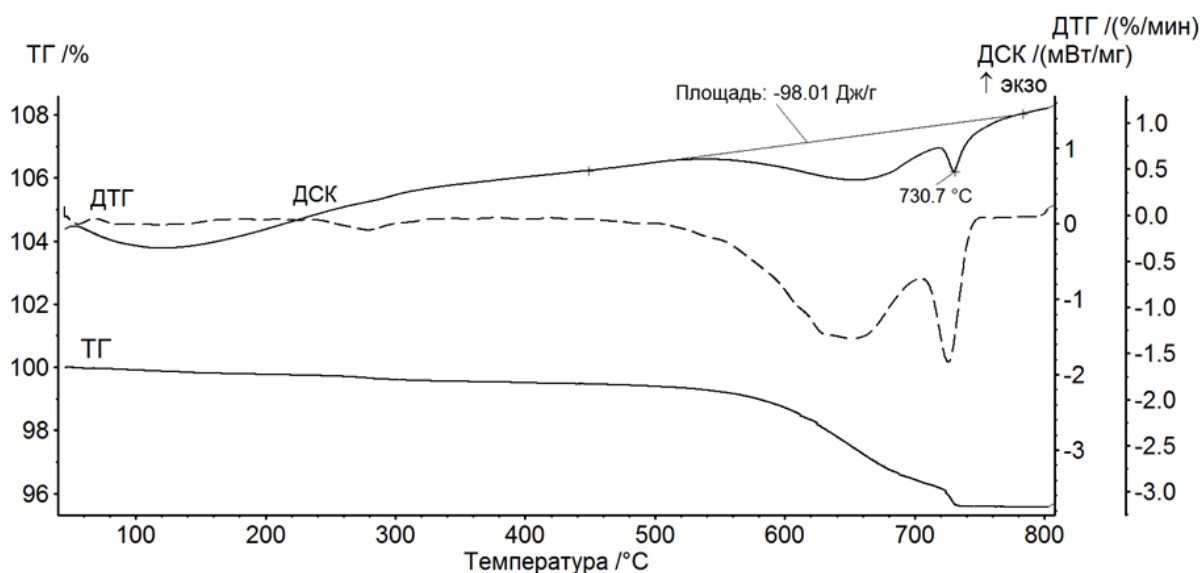


Рисунок 24 – ТГ/ДТГ/ДСК зависимости при нагреве исходной смеси реагентов

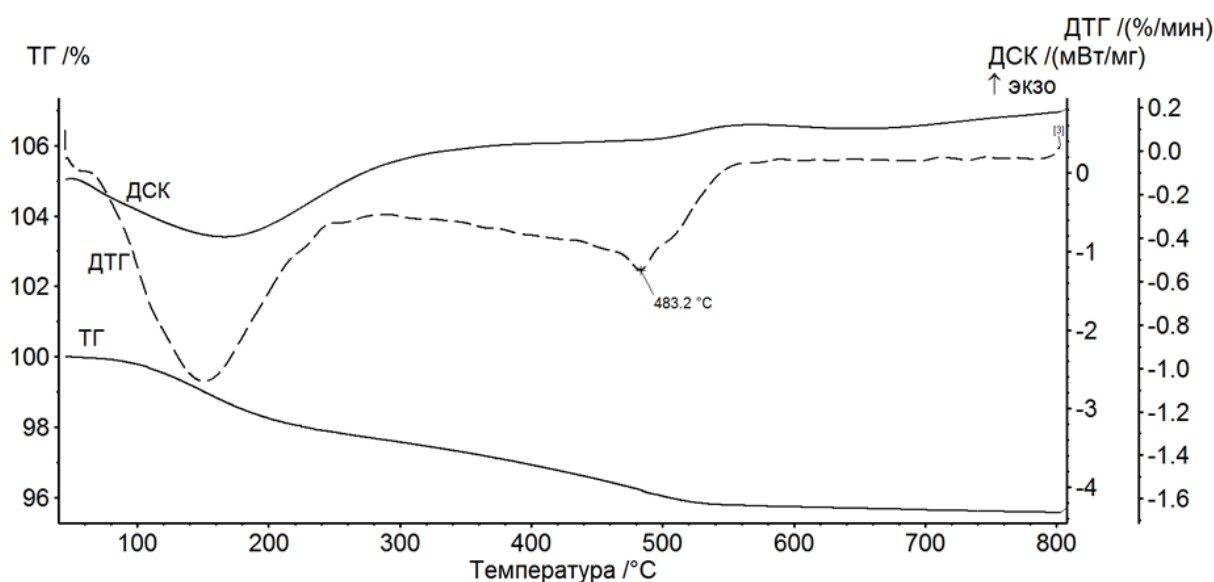
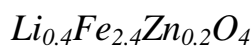


Рисунок 25 – ТГ/ДТГ/ДСК зависимости при нагреве исходной механоактивированной в течение 60 мин смеси реагентов $Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4$

На представленных зависимостях видно, что кривая ТГ обнаруживают размытый весовой спад, начинающийся с температуры $\sim 500^\circ\text{C}$ для исходной смеси и $\sim 350^\circ\text{C}$ – для механоактивированной смеси. Этим весовым спадам соответствуют эндотермические пики на кривых ДСК, которые хорошо коррелируют с зависимостями ДТГ. Изменение веса образцов обусловлены взаимодействием оксида железа и карбоната лития и, как показывают данные

по масс-спектрометрии, сопровождаются выделением углекислого газа с соответствующей потерей массы.

При нагреве смеси исходных реагентов, карбонат лития не успевает полностью разложиться и прореагировать с оксидом железа и поэтому на ТГ-кривой для исходной смеси видим резкий скачок веса при температуре приблизительно 730°C , который связан с тем, что, так как данная температура пика, соответствует температуре плавления карбоната лития и таким образом скачок на ТГ-кривой будет соответствовать процессу плавления.

Из зависимостей также можно увидеть, что интенсивности ДТГ пиков для исходных и механоактивированных образцов радикально различаются. Следовательно, можно сделать вывод, что механоактивация смеси значительно повышает скорость образования литиевого феррита.

4 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение

4.1 Оценка коммерческого потенциала и перспективности проведения научных исследований с позиции ресурсоэффективности и ресурсосбережения

4.1.1 Технологий QuaD

Технология QuaD (QQuality ADvisor) представляет собой гибкий инструмент измерения характеристик, описывающих качество новой разработки и ее перспективность на рынке и позволяющие принимать решение целесообразности вложения денежных средств в научно-исследовательский проект.

В основе технологии QuaD лежит нахождение средневзвешенной величины следующих групп показателей:

1. Показатели оценки коммерческого потенциала разработки:

- влияние нового продукта на результаты деятельности компании;
- перспективность рынка;
- пригодность для продажи;
- перспективы конструирования и производства;
- финансовая эффективность;
- правовая защищенность.

2. Показатели оценки качества разработки:

- динамический диапазон;
- вес;
- ремонтпригодность;
- энергоэффективность;
- долговечность;
- эргономичность;
- унифицированность;

– уровень материалоемкости разработки.

Для сравнения конкурентоспособности термогравиметрического метода выбран метод сканирующей электронной микроскопии. Выбранные показатели для оценки конкурентоспособности метода показаны в таблице 5.

Таблица 5 – Оценочная карта для сравнения конкурентных технических решений

Критерии оценки	Вес критерия	Баллы	Максимальный балл	Относительное значение (3/4)	Средневзвешенное значение (5x2)
1	2	3	4	5	6
Показатели оценки качества разработки					
1. Помехоустойчивость	0,1	75	100	0,75	0,075
2. Надежность	0,1	90	100	0,9	0,09
3. Уровень материалоемкости и разработки	0,05	95	100	0,95	0.0475
4. Безопасность	0,1	70	100	0,7	0,07
5. Простота эксплуатации	0,1	50	100	0,5	0,05
Показатели оценки коммерческого потенциала разработки					
6. Конкурентоспособность	0,25	90	100	0,9	0,225
7. Цена	0,1	30	100	0,3	0,03
8. Финансовая эффективность научной разработки	0,2	60	100	0,6	0,12
Итого	1				

Оценка качества и перспективности по технологии QuaD определяется по формуле:

$$P_{cp} = \sum B_i \cdot B_i, \quad (9)$$

где P_{cp} – средневзвешенное значение показателя качества и перспективности научной разработки;

B_i – вес показателя (в долях единицы);

B_i – средневзвешенное значение i -го показателя.

$$P_{cp} = 0,1 \cdot 75 + 0,1 \cdot 90 + 0,05 \cdot 95 + 0,1 \cdot 70 + 0,1 \cdot 50 + 0,25 \cdot 90 + 0,1 \cdot 30 + 0,2 \cdot 60 = 7,5 + 9 + 4,75 + 7 + 5 + 22,5 + 3 + 12 = 71$$

Показатель P_{cp} равный 71 говорит о том, что перспективность разработки считается выше средней и поэтому ее следует развивать.

4.2 Планирование научно-исследовательских работ

4.2.1 Структура работ в рамках научного исследования

Планирование комплекса предполагаемых работ осуществляется в следующем порядке:

- определение структуры работ в рамках научного исследования;
- определение участников каждой работы;
- установление продолжительности работ;
- построение графика проведения научных исследований.

Для выполнения научных исследований формируется рабочая группа, в состав которой могут входить научные сотрудники и преподаватели, инженеры, техники и лаборанты, численность групп может варьироваться. По каждому виду запланированных работ устанавливается соответствующая должность исполнителей.

В данном разделе необходимо составить перечень этапов и работ в рамках проведения научного исследования, провести распределение исполнителей по видам работ. Примерный порядок составления этапов и работ, распределение исполнителей по данным видам работ приведен в таблице 6.

Таблица 6 – Перечень этапов, работ и распределение исполнителей

Основные этапы	№ раб	Содержание работ	Должность исполнителя
Разработка технического задания	1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель
Выбор направления исследований	2	Подбор и изучение материалов по теме	Студент
	3	Выбор направления исследований	Руководитель
	4	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, лаборант
Теоретические и экспериментальные исследования	5	Подготовка образцов для экспериментов	Лаборант, студент
	6	Проведение экспериментов	Сотрудники других лабораторий
Обобщение и оценка результатов	7	Расшифровка данных и сравнение с имеющимися показателями	Лаборант, студент
Оформления отчета по НИР	8	Составление пояснительной записки	Руководитель, лаборант, студент

4.2.2 Определение трудоемкости выполнения работ

Трудовые затраты в большинстве случаев образуют основную часть стоимости разработки, поэтому важным моментом является определение трудоемкости работ каждого из участников научного исследования.

Трудоемкость выполнения научного исследования оценивается экспертным путем в человеко-днях и носит вероятностный характер, т.к. зависит от множества трудно учитываемых факторов. Для определения ожидаемого (среднего) значения трудоемкости $t_{ожi}$ используется следующая формула:

$$t_{ожi} = \frac{3t_{mini} + 2t_{maxi}}{5}, \quad (10)$$

где $t_{ожi}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения i -ой работы чел.-дн.;

t_{mini} – минимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (оптимистическая оценка: в предположении наиболее благоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.;

t_{maxi} – максимально возможная трудоемкость выполнения заданной i -ой работы (пессимистическая оценка: в предположении наиболее неблагоприятного стечения обстоятельств), чел.-дн.

Исходя из ожидаемой трудоемкости работ, определяется продолжительность каждой работы в рабочих днях T_{pi} , учитывающая параллельность выполнения работ несколькими исполнителями. Такое вычисление необходимо для обоснованного расчета заработной платы, так как удельный вес зарплаты в общей сметной стоимости научных исследований составляет около 65 процентов.

$$T_{pi} = \frac{t_{ожi}}{Ч_i}, \quad (11)$$

где T_{pi} – продолжительность одной работы, раб. дн.;

$t_{ожi}$ – ожидаемая трудоемкость выполнения одной работы, чел.-дн.;

$Ч_i$ – численность исполнителей, выполняющих одновременно одну и ту же работу на данном этапе, чел.

4.2.3 Разработка графика проведения научного исследования

При выполнении дипломных работ студенты в основном становятся участниками сравнительно небольших по объему научных тем. Поэтому наиболее удобным и наглядным является построение ленточного графика проведения научных работ в форме диаграммы Ганта.

Диаграмма Ганта – горизонтальный ленточный график, на котором работы по теме представляются протяженными во времени отрезками, характеризующимися датами начала и окончания выполнения данных работ. Для удобства построения графика, длительность каждого из этапов работ из рабочих дней следует перевести в календарные дни. Для этого необходимо воспользоваться следующей формулой:

$$T_{ki} = T_{pi} \cdot k_{\text{кал}}, \quad (12)$$

где T_{ki} – продолжительность выполнения i -й работы в календарных днях;

T_{pi} – продолжительность выполнения i -й работы в рабочих днях;

$k_{\text{кал}}$ – коэффициент календарности.

Коэффициент календарности определяется по следующей формуле:

$$k_{\text{кал}} (1,48) = \frac{T_{\text{кал}}}{T_{\text{кал}} - T_{\text{вых}} - T_{\text{пр}}}, \quad (13)$$

где $T_{\text{кал}}$ – количество календарных дней в году (366 дней);

$T_{\text{вых}}$ – количество выходных дней в году (111 дней);

$T_{\text{пр}}$ – количество праздничных дней в году (8 дней).

Рассчитанные значения в календарных днях по каждой работе T_{ki} округляем до целого числа. Все рассчитанные значения сводим в таблицу 7.

Таблица 7 – Временные показатели проведения научного исследования

Название работы	Трудоемкость работ									Исполнители	Длительность работ в рабочих днях, T_{pi}			Длительность работ в календарных днях, T_{ki}		
	t_{min} , чел-дни			t_{max} , чел-дни			$t_{ож}$, чел-дни				Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3							
Составление и утверждение технического задания	1	1	1	4	4	4	2,2	2,2	2,2	Руководитель	3	3	3	5	5	5
Подбор и изучение материалов по теме	6	6	6	13	13	13	8,8	8,8	8,8	Студент	9	9	9	14	14	14
Выбор направления исследований	3	3	3	7	7	7	4,6	4,6	4,6	Руководитель	5	5	5	8	8	8
Календарное планирование работ по теме	2	2	2	6	6	6	3,6	3,6	3,6	Руковод.-лабор.	2	2	2	3	3	3
Подготовка образцов для экспериментов	3	5	8	10	10	15	5,8	7	10,8	Лабор.-студ.	3	4	6	5	6	9
Проведение экспериментов	7	10	16	12	17	28	9	12,8	20,8	Сотруд. др. лабораторий	5	7	11	8	10	17
Расшифровка данных и сравнение с имеющимися показателями	9	10	7	12	14	13	10,2	11,6	9,4	Лабор.-студ.	6	6	5	9	9	8
Составление пояснительной записки	11	16	20	17	25	30	13,4	19,6	24	Руковод.-лабор.- дипл.	5	7	8	7	9	14

На основе таблицы 7 строим календарный план-график. График строится для максимального по длительности исполнения работ в рамках научно-исследовательского проекта с разбивкой по месяцам и декадам (10 дней) за период времени, отведённый на написания ВКР. При этом работы на графике выделим различной штриховкой в зависимости от исполнителей.

Таблица 8 – Календарный план график проведения НИР по теме

№ работ	Вид работ	Исполнители	$T_{ки}$, кал. дни	Продолжительность выполнения работ												
				Фев.		Март			Апрель			Май				
				2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3		
1	Составление ТЗ	Руководитель	5	■												
2	Изучение материалов	Студент	14	▬												
3	Выбор направления	Руководитель	8			■										
4	Планирование работ	Руковод.-лабор.	3				■									
5	Подготовка образцов	Лабор.-студ.	9				▬									
6	Проведение экспериментов	Сотрудники др. лабораторий	17					■								
7	Расшифровка данных	Лабор.-студ.	9								▬					
8	Пояснительная записка	Руковод.-лабор.-студ.	14											■		

■ - руководитель; ▬ - лаборант; ■ - сотрудники других лабораторий; ▬ - студент.

4.2.4 Бюджет научно-технического исследования

4.2.4.1 Расчет материальных затрат НТИ

Данная статья включает стоимость всех материалов, используемых при разработке проекта:

- приобретаемые со стороны сырье и материалы, необходимые для создания научно-технической продукции;
- покупные материалы, используемые в процессе создания научно-технической продукции для обеспечения нормального технологического процесса и для упаковки продукции или расходуемых на другие производственные и хозяйственные нужды (проведение испытаний, контроль, содержание, ремонт и эксплуатация оборудования, зданий, сооружений, других основных средств и прочее), а также запасные части для ремонта оборудования, износа инструментов, приспособлений, инвентаря, приборов, лабораторного оборудования и других средств труда, не относимых к основным средствам, износ спецодежды и других малоценных и быстроизнашивающихся предметов;
- покупные комплектующие изделия и полуфабрикаты, подвергающиеся в дальнейшем монтажу или дополнительной обработке;
- сырье и материалы, покупные комплектующие изделия и полуфабрикаты, используемые в качестве объектов исследований (испытаний) и для эксплуатации, технического обслуживания и ремонта изделий – объектов испытаний (исследований);

Расчет материальных затрат осуществляется по следующей формуле:

$$Z_m = (1 + k_T) \cdot \sum_{i=1}^m C_i \cdot N_{расхi}, \quad (14)$$

где k_T – коэффициент, учитывающий транспортно-заготовительные расходы;

m – количество видов материальных ресурсов, потребляемых при выполнении научного исследования;

C_i – цена приобретения единицы i -го вида потребляемых материальных ресурсов (руб./шт., руб./кг, руб./м, руб./м² и т.д.);

$N_{расхi}$ – количество материальных ресурсов i -го вида, планируемых к использованию при выполнении научного исследования (шт., кг, м, м² и т.д.).

Величина коэффициента (k_T), отражающего соотношение затрат по доставке материальных ресурсов и цен на их приобретение, зависит от условий договоров поставки, видов материальных ресурсов, территориальной удаленности поставщиков и т.д. Транспортные расходы принимаются в пределах от 15 до 25 процентов от стоимости материалов. Материальные затраты, необходимые для данной разработки, заносим в таблицу 9.

Таблица 9 – Материальные затраты

Наименование	Единица измерения	Количество			Цена за ед., руб.			Затраты на материалы (Z_M), руб.		
		Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
Бумага	лист	60	80	70	1	0,9	1,5	69	83	121
Картридж для принтера	шт.	1	1	1	1000	1000	1000	1150	1150	1150
Карбонат лития	кг	0,005	0,005	0,005	660	700	600	4	5	4
Оксид железа	кг	0,05	0,05	0,05	280	330	360	17	19	21
Оксид цинка	кг	0,005	0,005	0,005	590	650	550	4	4	4
Итого								1244	1261	1300

4.2.4.2 Расчет затрат на специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме.

Определение стоимости спецоборудования производится по действующим прейскурантам, а в ряде случаев по договорной цене. Расчет затрат по данной статье заносится в таблицу 10. При приобретении спецоборудования необходимо учесть затраты по его доставке и монтажу в размере 15 процентов от его цены. Стоимость оборудования, используемого при выполнении конкретного НТИ и имеющегося в данной научно-технической организации, учитывается в калькуляции в виде амортизационных отчислений.

Таблица 10 – Расчет бюджета затрат на приобретение оборудования для научных работ

Наименование оборудования	Количество единиц оборудования			Цена единицы оборудования, тыс. руб.			Общая стоимость оборудования, тыс. руб.		
	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
Прибор синхронного термического анализа STA 449 C Jupiter	1	1	1	6000	6000	6000	7452	7452	7452
Высокоточные весы	1	1	1	105	55	30	145	64	35
Пресс гидравлический ручной ПГР-10	1	1	1	84	92	88	97	106	102
Активатор планетарного фрикционного типа АГО-2С	1	1	1	100	250	500	127	317	633
Итого							7821	7939	8222

4.2.4.3 Основная заработная плата исполнителей темы

В настоящую статью включается основная заработная плата научных и инженерно-технических работников, рабочих макетных мастерских и опытных производств, непосредственно участвующих в выполнении работ по данной теме. Величина расходов по заработной плате определяется исходя из трудоемкости выполняемых работ и действующей системы окладов и тарифных ставок. В состав основной заработной платы включается премия, выплачиваемая ежемесячно из фонда заработной платы в размере от 20 до 30 процентов от тарифа или оклада. Расчет основной заработной платы сводится в таблице 11.

Таблица 11 – Расчет основной заработной платы

№ работ	Наименование этапов	Исполнители по категориям	Трудоемкость, чел.-дн.			Зарплата, приходящаяся на один чел.-дн., тыс. руб.			Всего заработная плата по тарифу (окладам), тыс. руб.		
			Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
1	Составление и утверждение технического задания	Руководитель	2,2	2,2	2,2	1,5	1,5	1,5	3,3	3,3	3,3
2	Подбор и изучение материалов по теме	Студент	8,8	8,8	8,8	0,25	0,25	0,25	2,2	2,2	2,2
3	Выбор направления исследований	Руководитель	4,6	4,6	4,6	1,5	1,5	1,5	6,9	6,9	6,9
4	Календарное планирование работ по теме	Руководитель, лаборант	3,6	3,6	3,6	2,1	2,1	2,1	7,7	7,7	7,7
5	Подготовка образцов для экспериментов	Лаборант, студент	5,8	7	10,8	0,88	0,88	0,88	5,1	6,2	9,5
6	Проведение экспериментов	Сотрудники других лабораторий	9	12,8	20,8	-	-	-	-	-	-
7	Расшифровка данных и сравнение с имеющимися показателями	Лаборант, студент	10,2	11,6	9,4	0,88	0,88	0,88	9	10,2	8,3
8	Составление пояснительной записки	Руководитель, лаборант, студент	13,4	19,6	24	2,38	2,38	2,38	31,9	46,7	57,1
Итого									66,1	83,1	95

Статья включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением НИИ, (включая премии, доплаты) и дополнительную заработную плату:

$$Z_{зп} = Z_{осн} + Z_{доп}, \quad (15)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата;

$Z_{доп}$ – дополнительная заработная плата (от 12 до 20 процентов от $Z_{осн}$).

Основная заработная плата руководителя (лаборанта, инженера) от предприятия (при наличии руководителя от предприятия) рассчитывается по следующей формуле:

$$Z_{осн} = T_p \cdot Z_{дн}, \quad (16)$$

где $Z_{осн}$ – основная заработная плата одного работника;

T_p – продолжительность работ, выполняемых научно-техническим работником, раб. дн.;

$Z_{дн}$ – среднедневная заработная плата работника, руб.

Среднедневная заработная плата рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (17)$$

где Z_m – месячный должностной оклад работника, руб.;

M – количество месяцев работы без отпуска в течение года: 11,2 месяца при отпуске в 24 раб. дня; 10,4 месяца при отпуске в 48 раб. дней;

F_d – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

Таблица 12 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Лаборант	Студент
Календарное число дней	366	366	366
Количество нерабочих дней: выходные, праздничные	119	119	119
Потери рабочего времени: отпуск, невыходы по болезни	48	48	72
Действительный годовой фонд рабочего времени	199	199	175

Месячный должностной оклад работника:

$$Z_m = Z_{тс} \cdot (1 + k_{пр} + k_d) \cdot k_p, \quad (18)$$

где $Z_{тс}$ – заработная плата по тарифной ставке, руб.;

$k_{пр}$ – премиальный коэффициент, равный 0,3;

k_d – коэффициент доплат и надбавок составляет примерно 0,2 – 0,5;

k_p – районный коэффициент, равный 1,3 (для Томска).

Таблица 13 – расчет основной заработной платы

Исполнители	$Z_{тс}$, тыс. руб.	$k_{пр}$	k_d	k_p	Z_m , тыс. руб.	$Z_{дн}$, тыс. руб.	T_p , раб. дн.	$Z_{осн}$, тыс. руб.
Руководитель	34,596	0,3	0,3	1,3	71,96	4,05	18	72,9
Лаборант	14,584	1,3	0	1,3	24,65	1,39	21	29,19
Студент	5,708	0	0	1,3	7,42	0,44	28	12,32
Итого $Z_{осн}$								114,41

4.2.4.4 Отчисления во внебюджетные фонды (страховые отчисления)

В данной статье расходов отражаются обязательные отчисления по установленным законодательством Российской Федерации нормам органам государственного социального страхования (ФСС), пенсионного фонда (ПФ) и медицинского страхования (ФФОМС) от затрат на оплату труда работников.

Величина отчислений во внебюджетные фонды определяется исходя из следующей формулы:

$$Z_{внеб} = k_{внеб} \cdot (Z_{осн} + Z_{доп}), \quad (19)$$

где $k_{внеб}$ – коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды (пенсионный фонд, фонд обязательного медицинского страхования и пр.).

На 2014 г. в соответствии с Федеральным законом от 24.07.2009 №212-ФЗ установлен размер страховых взносов равный 30%. На основании пункта 1 ст.58 закона №212-ФЗ для учреждений осуществляющих образовательную и научную деятельность в 2014 году водится пониженная ставка – 27,1%.

Таблица 14 – отчисления во внебюджетные фонды

Исполнитель	Основная заработная плата, тыс. руб		
	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
Руководитель	60,75	68,85	72,9
Лаборант	22,24	26,41	29,19
Студент	10,12	11,44	12,32
Коэффициент отчислений во внебюджетные фонды	0,271		
Итого			
Исполнение 1	25,23		
Исполнение 2	28,92		
Исполнение 3	31,01		

4.2.4.5 Формирование бюджета затрат научно-исследовательского проекта

Рассчитанная величина затрат научно-исследовательской работы (темы) является основой для формирования бюджета затрат проекта, который при формировании договора с заказчиком защищается научной организацией в качестве нижнего предела затрат на разработку научно-технической продукции.

Таблица 15 – Расчет бюджета затрат НТИ

Наименование статьи	Сумма, тыс. руб.			Примечание
	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3	
1. Материальные затраты НТИ	1,244	1,261	1,3	
2. Затраты на спецоборудование для научных работ	7821	7939	8222	
3. Затраты по основной заработной плате исполнителей темы	93,11	106,7	114,41	
4. Отчисления во внебюджетные фонды	25,23	28,92	31,01	
5. Контрагентные расходы	30	30	30	Затраты на проведение экспериментов в др. лаб.
6. Накладные расходы	1275,3	1296,9	1343,8	16% от суммы ст.1-5
7. Бюджет затрат НТИ	9245,9	9402,8	9742,5	Сумма ст. 1-6

4.3 Определение ресурсной (ресурсосберегающей), финансовой, бюджетной, социальной и экономической 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.

Интегральный показатель финансовой эффективности научного исследования получают в ходе оценки бюджета затрат трех (или более) вариантов исполнения научного исследования. Для этого наибольший интегральный показатель реализации технической задачи принимается за базу расчета (как знаменатель), с которым соотносятся финансовые значения по всем вариантам исполнения.

Интегральный финансовый показатель разработки определяется как:

$$I_{\text{финр}}^{\text{исп } i} = \frac{\Phi_{pi}}{\Phi_{\text{max}}}, \quad (20)$$

где $I_{\text{финр}}^{\text{исп } i}$ – интегральный финансовый показатель разработки;

Φ_{pi} – стоимость i -го варианта исполнения;

Φ_{max} – максимальная стоимость исполнения научно- исследовательского проекта (в т.ч. аналоги).

Полученная величина интегрального финансового показателя разработки отражает соответствующее численное увеличение бюджета затрат разработки в размах (значение больше единицы), либо соответствующее численное удешевление стоимости разработки в размах (значение меньше единицы, но больше нуля).

Интегральный показатель ресурсоэффективности вариантов исполнения объекта исследования можно определить следующим образом:

$$I_{pi} = \sum a_i \cdot b_i, \quad (21)$$

где I_{pi} – интегральный показатель ресурсоэффективности для i -го варианта исполнения разработки;

a_i – весовой коэффициент i -го варианта исполнения разработки;

b_i – балльная оценка i -го варианта исполнения разработки, устанавливается экспертным путем по выбранной шкале оценивания.

Таблица 16 – Сравнительная оценка характеристик вариантов исполнения проекта

Критерии	Весовой коэффициент параметра	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
1. Помехоустойчивость	0,1	5	5	5
2. Надежность	0,1	5	5	5
3. Уровень материалоемкости разработки	0,05	5	5	5
4. Безопасность	0,1	5	5	5
5. Простота эксплуатации	0,1	4	4	5
6. Конкурентоспособность	0,25	5	4	5
7. Цена	0,1	3	3	2
8. Финансовая эффективность научной разработки	0,2	4	4	4
Итого	1			

$$I_{p1} = 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,05 + 5 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,2 = 4,5$$

$$I_{p2} = 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,05 + 5 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,25 + 3 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,2 = 4,25$$

$$I_{p3} = 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,05 + 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,1 + 5 \cdot 0,25 + 2 \cdot 0,1 + 4 \cdot 0,2 = 4,5$$

Интегральный показатель эффективности вариантов исполнения разработки определяется на основании интегрального показателя ресурсоэффективности и интегрального финансового показателя по формуле:

$$I_{\text{исп}1} = \frac{I_{p1}}{I_{\text{фин}1}}, I_{\text{исп}2} = \frac{I_{p2}}{I_{\text{фин}2}} \text{ и т.д.} \quad (22)$$

Сравнение интегрального показателя эффективности вариантов исполнения разработки позволит определить сравнительную эффективность проекта и выбрать наиболее целесообразный вариант из предложенных.

Сравнительная эффективность проекта ($\mathcal{E}_{\text{ср}}$):

$$\mathcal{E}_{\text{ср}} = \frac{I_{\text{исп1}}}{I_{\text{исп2}}} \quad (23)$$

Таблица 17 – Сравнительная эффективность разработки

Показатели	Исп. 1	Исп. 2	Исп. 3
Интегральный финансовый показатель разработки	0,949	0,965	1
Интегральный показатель ресурсоэффективности разработки	4,5	4,25	4,5
Интегральный показатель эффективности	4,74	4,4	4,5
Сравнительная эффективность вариантов исполнения	1,08/1,05	0,93/0,98	0,95/1,02

Проведя расчет энерго- и ресурсоэффективности и сравнив различные исполнения приходим к выводу, что исполнение № 1 является наилучшим вариантом.

5 Социальная ответственность

5.1 Введение

Данная выпускная квалификационная работа заключается в исследовании механической активации прекурсоров на дисперсность ферритовых образцов. Объектом исследования при ее выполнении является порошок литий-цинкового феррита, а рабочей зоной – лабораторная комната в проблемной научно-исследовательской лаборатории электроники, диэлектриков и полупроводников (ПНИЛ ЭДиП) с расположенными в ней приборами, инструментами для приготовления ферритового порошка и рабочим местом для лаборанта.

В работе будет исследовано влияние различных условий механической активации в планетарной мельницы смесей исходных реагентов (прекурсоров) на дисперсность ферритовых порошков. Результаты послужат исходными данными для разработки метода получения ферритовых материалов в условиях высокоэнергетических воздействий.

Для исследований приготавливают пробы порошка из оксидов различных металлов и механически активируют их в мельнице-активаторе при различном временном промежутке. После этого некоторые из проб прессуют в таблетки при помощи гидравлического пресса, а другие оставляют в виде порошка для дальнейших исследований их дисперсности, которые происходят в других лабораториях.

В связи с тем, что в ходе ВКР приготавливаются пробы и анализируются экспериментальные данные, которые проводятся в других лабораториях, в данном разделе рассмотрим все возможные вредные и опасные факторы, которые могут возникнуть во время проведения подготовительного действия перед исследованием, а именно приготовление и активации порошка литий-цинкового феррита.

5.2 Производственная безопасность

5.2.1 Анализ выявленных вредных факторов при разработке и эксплуатации проектируемого решения в следующей последовательности

Объектом исследования является порошок феррита. Его перемешивают, а затем часть прессуют для проведения экспериментальных исследований. Соответственно при этом следует рассмотреть такие вредные факторы, как повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны и повышенный уровень шума при механической активации порошка в мельнице.

Повышенная или пониженная температура воздуха рабочей зоны

Микроклимат производственных помещений – это климат внутренней среды этих помещений, который определяется действующими на организм сочетаниями температуры, влажности и скорости движения воздуха, а также температуры окружающих поверхностей. Оптимальные микроклиматические условия обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта в течение 8-часовой рабочей смены, не вызывают отклонений в состоянии здоровья и создают предпосылки для высокой работоспособности.

Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны должны соответствовать ГОСТ 12.1.005–88 «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны». Оптимальные и допустимые нормы температуры, относительной влажности и скорости движения воздуха приведены в таблице 18 для категории Ib, к ней относятся работы с интенсивностью энергозатрат 121-150 ккал/ч (140-174 Вт), производимые сидя, стоя или связанные с ходьбой и сопровождающиеся некоторым физическим напряжением.

Таблица 18 – Оптимальные и допустимые нормы микроклимата в рабочей зоне производственных помещений (по ГОСТ 12.1.005–88)

Период года	Температура, °С					Оптимальная влажность, %		Скорость движения, м/с	
	Оптимальная	Допустимая на рабочих местах				Оптимальная	Допустимая не более	Оптимальная не более	Допустимая не более
		Верхняя		Нижняя					
		Пост.	Не пост.	Пост.	Не пост.				
Холодный	22-24	25	26	21	18	40-60	75	0,1	0,1
Теплый	23-25	28	30	22	20	40-60	70	0,1	0,1

Из таблицы 18 видно, что в анализируемой лабораторной комнате параметры микроклимата соответствуют нормам.

Микроклимат комнаты поддерживается на оптимальном уровне системой водяного центрального отопления, естественной вентиляцией, а также дополнительным прогревом в холодное время года.

Повышенный уровень шума

Шум – звуковые колебания в диапазоне слышимых частот, способные оказать вредное воздействие на безопасность и здоровье работника.

Шум на рабочем месте оказывает раздражающее влияние на работника, повышает его утомляемость, а при выполнении задач, требующих внимания и сосредоточенности, способен привести к росту ошибок и увеличению продолжительности выполнения задания. Длительное воздействие шума влечет тугоухость работника вплоть до его полной глухоты. Внезапные шумы высокой интенсивности, даже кратковременные (взрывы, удары и т.п.), могут вызвать как острые нейросенсорные эффекты (головокружение, звон в ушах, снижение слуха), так и физические повреждения (разрыв барабанной перепонки с кровотечением, поражения среднего уха и улитки).

Нормы шума должны соответствовать СН 2.2.4/2.1.8.562-96 «Санитарные нормы. Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки».

Оценка шума на рабочем месте заключается в сопоставлении результата измерения нормируемой величины с гигиеническим нормативом и принятия на основе этого решения о соответствии или несоответствии условий труда на данном рабочем месте безопасным с точки зрения шумового воздействия на работника.

Во время механической активации порошка феррита работает мельница-активатор, которая издает шум. В данном случае этот шум в лаборатории является непостоянным и его характеристикой является эквивалентный (по энергии) уровень звука, измеряемый в дБА. Эквивалентный уровень звука на рабочих местах для легкой физической трудовой деятельности и напряженности легкой степени равны 80 дБА по СН 2.2.4/2.1.8.562-96. Защита от шума и уменьшение его действия на организм к минимуму представляли собой уход лаборанта из помещения во время работы мельницы-активатора. Также в случае необходимости у лаборанта должно быть такое средство индивидуальной защиты, как беруши.

5.2.2 Анализ выявленных опасных факторов при разработке и эксплуатации проектируемого решения в следующей последовательности

Вероятность получение травмы в результате механического воздействия присутствует. Прессование порошка в таблетки гидравлическим прессом происходит при давлении 127,5 МПа, для того, чтобы избежать травм требуется, чтобы руки лаборанта были далеко от создающего давление элемента, в момент прессования.

При работе с планетарной мельницей-активатором есть риск нагрева барабанов, поэтому крайне важно использование охлаждающей системы. Охлаждающей жидкостью в данном случае является вода. Используемая система, подключается к электрической сети 220 В и если перед работой эту

систему не включить, существует опасность перегрева. Барабаны могут нагреться до температуры, опасной для человека и поэтому следует перед началом работы убедиться в том, что охлаждающая система включена и исправно работает, и только после этого начать эксперимент.

Перед началом работы с мельницей следует проверить соединения всех контактов и убедиться в отсутствии нарушения целостности защитного покрытия питательных узлов.

Теоретически при высоком нагреве барабанов (в том случае, если отключена охлаждающая система) возможно возникновение пожара. Поэтому крайне важным пунктом подготовки к выполнению механической активации ферритовых порошков является включение охлаждающей системы. При возникновении пожара необходимо немедленно прекратить проведение механической активации, проинформировать об этом заведующего лабораторией, и с помощью огнетушителя попытаться самостоятельно потушить очаг возгорания.

5.3 Экологическая безопасность

Для приготовления порошка литий-цинкового феррита следует использовать приспособления для перемешивания оксидов металлов между собой при этом небольшая часть образца остается на ступке, стенках чашке и на сито. Данные остатки смываются водой при мытье приспособлений, и попадают в трубопроводную систему. Из-за этого порошок феррита может попасть в почву и в подземные воды, но его концентрация в воде настолько мала, что вреда окружающей среде не принесет.

В ГН 2.1.5.1315-03 «Гигиенические нормы. Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования» ПДК лития в воде равно 0,03 мг/л, цинка – 1 мг/л и железа – 0,3 мг/л. Превышение же ПДК может оказать пагубное влияние на употребляющих такую воду людей, скот и растения.

5.4 Безопасность в чрезвычайных ситуациях

Чрезвычайные ситуации относятся к совокупности опасных событий или явлений, приводящих к нарушению безопасности жизнедеятельности.

Основными причинами возникновения чрезвычайных ситуаций являются, во-первых, внутренние, к которым относятся: сложность технологий, недостаточная квалификация персонала, проектно-конструкторские недоработки, физический и моральный износ оборудования, низкая трудовая и технологическая дисциплина. Во-вторых, внешние чрезвычайные ситуации, - это стихийные бедствия, неожиданное прекращение подачи электроэнергии, воды, технологических продуктов и т.д.

Пожарная безопасность

Пожарная безопасность предусматривает обеспечение безопасности людей и сохранения материальных ценностей предприятия на всех стадиях его жизненного цикла. Основными системами пожарной безопасности являются системы предотвращения пожара и противопожарной защиты, включая организационно-технические мероприятия.

Возникновение пожара в лаборатории может быть обусловлено нагревом барабанов, особенно если не была включена охлаждающая система или же она была неисправна. При этом возможно оплавление изоляции соединительных проводов, их оголение, как следствие - короткое замыкание, сопровождаемое искрением.

Следовательно, для целей обеспечения пожарной безопасности эксплуатация мельницы связана с необходимостью проведения обслуживающих, ремонтных и профилактических работ. При этом используются различные смазочные материалы, легковоспламеняющиеся жидкости, прокладываются временные электропроводки, ведут пайку и чистку отдельных узлов и деталей. Также всегда есть вероятность дополнительной пожарной опасности, которая требует соответствующих мер пожарной профилактики.

Пожарная профилактика – комплекс организационных и технических мероприятий, направленных на обеспечение безопасности людей, на предотвращение пожара, ограничение его распространения, а также на создание условий для успешного тушения пожара. Успех борьбы с пожаром во многом зависит от его своевременного обнаружения и быстрого принятия мер по его ограничению и ликвидации.

Исходя из установленной номенклатуры обозначений зданий по степени пожароопасности, анализируемое в данной работе помещение относится в категории Г.

Среди организационных и технических мероприятий, осуществляемых для устранения возможности пожара, выделяют следующие меры:

- использование только исправного оборудования;
- проведение периодических инструктажей по пожарной безопасности;
- назначение ответственного за пожарную безопасность помещений предприятия;
- издание приказов по вопросам усиления пожарной безопасности
- отключение электрооборудования, освещения и электропитания по окончании работ;
- курение в строго отведенном месте;
- содержание путей и проходов для эвакуации людей в свободном состоянии.

В лабораторной комнате должны висеть огнетушители, а также силовой щит, который позволяет мгновенно обесточить его. На видном месте в коридорах вывешены инструкции и обязанности сотрудников и план эвакуации в случае пожара. В случаях, когда не удастся ликвидировать пожар самостоятельно, необходимо вызвать пожарную охрану и покинуть помещение, руководствуясь разработанным и вывешенным планом эвакуации.

5.5 Организационные мероприятия обеспечения безопасности

Рабочее место является первичным звеном производства, оно представляет собой определенный участок производственной площади цеха, предназначенный для выполнения одним рабочим порученной работы, специально приспособленный и технически оснащенный в соответствии с характером этой работы. От того, насколько правильно и рационально будет организовано рабочее место, зависит безопасность и производительность труда. Как правило, каждое рабочее место оснащено основным и вспомогательным оборудованием и соответствующим инструментом. Отсутствие на рабочем месте удобного вспомогательного или нерациональное расположение, захламленность создают условия для возникновения травматизма.

В рабочее место входит: стол и стул лаборанта, стол с гидравлическим прессом, планетарная мельница-активатор, стеллаж с приспособлений, умывальник.

При работе должны быть предусмотрены перерывы длительностью 20 мин через 1-2 ч после начала работы, длительностью 30 мин примерно через 2 ч после обеденного перерыва; обеденный перерыв длительностью не менее 40 мин находится примерно в середине рабочего дня. Перерывы должны использоваться для активного отдыха и лечебно-профилактических мероприятий и процедур.

Процесс создания и механической активации порошка не является работой, при которой нужна высокая освещенность. При этом разряд работы будет V_B , для данного разряда требуется освещенность в 200 лк при системе общего освещения.

Персоналу, который работает с ферритовыми порошками необходимо при себе иметь такие средства индивидуальной защиты, как: халат, очки, перчатки. А персоналу, который работает с мельницей-активатором для профилактики необходимо иметь такое средство защиты, как беруши.

Заключение

При разработке выпускной работы была изучена литература по ферритам, механической активации и методам исследования смеси.

В ходе выполнения работы было исследовано влияние различных режимов механической активации исходных реагентов на дисперсность литий-цинкового феррита четырьмя методами. Методом БЭТ были проведены измерения величины удельной поверхности, рассчитаны средние размеры частиц для каждого состава. А также было определено, что величина удельной поверхности увеличивается, а средний размер частиц уменьшается при увеличении времени механоактивации. Изучение дисперсного состава исследуемых порошков методом СЭМ заключалось в определении размеров частиц по микрофотографиям. Средний размер частиц для исходной смеси получился больше, нежели для смеси подвергшейся механоактивации. Методом лазерной дифракции были получены распределения частиц по размерам. По ним было определено, что при механоактивации происходит диспергирование частиц и образование новых агломератов больших размеров. Так же были измерены термогравиметрические (ТГ/ДТГ) и калориметрическая кривая (ДСК) исходной и механоактивированной смеси. При температуре приблизительно 500°C на ТГ-кривой исходной смеси происходит весовой спад, для механоактивированной – при 350°C . Изменение веса обусловлено выделением углекислого газа с соответствующей потерей массы при взаимодействии оксида железа и карбоната лития. Резкий скачок веса на ТГ-кривой исходной смеси при температуре приблизительно 730°C , связан с тем, что карбонат лития не успел прореагировать с оксидом железа и стал плавиться при температуре плавления. Следовательно, механоактивация смеси повышает скорость образования литиевого феррита.

На основе полученных данных сделан вывод, что механоактивация смеси приводит к увеличению дисперсности, а также значительно повышает ее реакционную способность.

В дальнейшем полученные результаты исследования послужат исходными данными для разработки метода получения ферритовых материалов в условиях высокоэнергетических воздействий.

Список публикаций студента

1. Кошелева Е. Ю., Подворчан Ю. А., Яруллина А. Р. Адаптация первокурсников к университетской жизни: факторы стресса и механизмы поддержки // Молодой ученый. – 2015 – №. 11(91). – С. 1362-1364.

2. Яруллина А. Р. Разработка технологических процессов на ЗАО "Томский приборный завод" // Ресурсоэффективные системы в управлении и контроле: взгляд в будущее: сборник научных трудов IV Международной конференции школьников, студентов, аспирантов, молодых ученых: в 3 т., Томск, 5-10 Октября 2015. – Томск: ТПУ, 2015 – Т. 1 – С. 251-256.

Список использованных источников

1. Меньшова С. Б. Ферриты – изделия стратегического значения / Меньшова С. Б., Вергазов Р. М., Андреев В. Г. // Труды Международного симпозиума «Надежность и качество». – 2008. – Т. 1 – С. 16-19.

2. Ферриты [Электронный ресурс] – М.: Советская энциклопедия, 1969—1978. URL: http://enc-dic.com/enc_sovet/Ferrit-93532 – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения 10.04.2016 г.

3. Механическая активация при диспергировании твердых материалов. Сущность механической активации материалов и области ее использования [Электронный ресурс] / Биленко Л. Ф. Новый справочник химика и технолога – URL:http://chemanalytica.com/book/novyuy_spravochnik_khimika_i_tekhnologa/09_protssesy_i_apparaty_khimicheskikh_tekhnologiy_chast_I/5252 – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения 25.04.2016 г.

4. Способ получения порошка оксидного гексагонального ферримагнетика с w-структурой: пат. 2391183 РФ; заявл. 27.02.2010, опубл. 10.06.2010 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2391183&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

5. Способ получения порошка феррита бария пластинчатой формы: пат. 2022716 РФ; заявл. 18.03.1991, опубл. 15.11.1994 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2022716&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

6. Способ изготовления высокопроницаемых марганец-цинковых ферритов: пат. 2343579 РФ; заявл. 26.04.2007, опубл. 10.01.2009 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2343579&Ty

[peFile=html](#) – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

7. Суспензия для изготовления пресс-порошков магний-цинковых ферритов распылительной сушкой: пат. 2164839 РФ; заявл. 22.04.1999, опубл. 10.04.2001 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2164839&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

8. Способ синтеза ферритов: пат. 2507031 РФ; заявл. 08.11.2012, опубл. 20.02.2014 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2507031&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

9. Способ получения порошка оксидного гексагонального ферритмагнетика с w-структурой: пат. 2303503 РФ; заявл. 11.11.2005, опубл. 27.07.2007 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2303503&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

10. Способ получения материала на основе оксидного гексагонального ферритмагнетика с w-структурой и материал, полученный этим способом: пат. 2534481 РФ; заявл. 06.08.2013, опубл. 27.11.2014 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2534481&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 03.05.2016 г.

11. Способ получения радиопоглощающего никель-цинкового феррита: пат. 2486645 РФ; заявл. 13.10.2011, опубл. 27.06.2013 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2486645&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 04.05.2016 г.

12. Радиопоглощающий феррит: пат. 2473998 РФ; заявл. 21.04.2011, опубл. 27.01.2013 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2473998&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 04.05.2016 г.

13. Способ получения многослойного радиопоглощающего материала и радиопоглощающий материал, полученный этим способом: пат. 2423761 РФ; заявл. 07.06.2010, опубл. 10.07.2011 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2423761&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 04.05.2016 г.

14. Способ изготовления порошка феррита бария: пат. 2089349 РФ; заявл. 22.03.1994, опубл. 10.09.1997 [Электронный ресурс] – URL: http://www1.fips.ru/fips_servl/fips_servlet?DB=RUPAT&DocNumber=2089349&TypeFile=html – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 04.05.2016 г.

15. Механохимический синтез BiFeO_3 / Миллер А. И., Вербенко И. А., Гусев А. А., Шилкина Л. А., Павелко А. А., Андрюшин К. П., Резниченко Л. А. // Конструкции из композиционных материалов. – 2012. – №2 – С.47-50.

16. Исупов В. П. Механическая активация карбоната лития / Исупов В. П., Еремина Н. В., Булина Н. В. // Известия Томского политехнического университета. – 2013. – Т. 322, – № 3 – С. 29-31.

17. Механохимический синтез и каталитические свойства ферритов калия, магния и цинка / Курочкин В. Ю., Ильин А. А., Ильин А. П., Смирнов Н. Н. // Вестник Казанского технологического университета. – 2007. – №3. – С. 76-80.

18. Твердофазный синтез пентаферрита лития из механоактивированной смеси $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ / Суржиков А. П., Лысенко Е. Н., Малышев А. В., Казаковская О. Г. // Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения. – 2012. – Т. 3. – С. 45-47.

19. Казаковская О. Г. ТГ/ДСК анализ неизотермического синтеза LiFe_5O_8 из механоактивированной смеси $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3$ / Казаковская О. Г., Лысенко Е. Н., Суржиков А. П. // Современные техника и технологии: сборник трудов XVIII международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – 2012. – Т. 2. – С. 173-174.

20. Влияние базового химического состава на свойства Ni-Zn- ферритов, полученных методом радиационно-термического спекания [Электронный ресурс] / Андреев В. Г., Костишин В. Г., Читанов Д. Н., Николаев А. Н., Комлев А. С. // Инженерный вестник Дона. – 2013. – Т.26. – №3. – URL: <http://ivdon.ru/magazine/archive/n3y2013/1873> – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 05.05.2016 г.

21. Ильин А. А. Влияние механической активации на восстановление оксида железа(III) / Ильин А. А., Орлова М. В., Гордина Н. Е. // Химия и химическая технология. – 2010. – Т. 53. – В. 3. – С. 115-118.

22. Домкин К. И. Оптические методы определения размеров мелкодисперсных материалов / Домкин К. И., Трусов В. А., Недорезов В. Г. // Труды Международного симпозиума «Надежность и качество». – 2011. – Т.2. – С. 154–158

23. Растровая электронная микроскопия (РЭМ). [Электронный ресурс] / ПИМаш, Межкафедральная учебно-научная лаборатория "ФТИЭМ". – URL: <http://elmic.narod.ru/microscopy02.html> – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 21.12.2015 г.

24. Никитин Ю. И. Методы, приборы и результаты определения удельной поверхности алмазных порошков / Никитин Ю. И., Петасюк Г. А. // Сверхтвердые материалы. – 2008. – № 1. – С. 77-93.

25. Термогравиметрия наноуглеродных пленок [Электронный ресурс] / Московский государственный университет им. Ломоносова М. В. Физический факультет. Кафедра физики полимеров и кристаллов. – 2010. – 23 с. – URL: http://nano.msu.ru/files/systems/4_2010/practical/01_full.pdf – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 21.12.2015 г.

26. Бойко В. Ф. Сравнение результатов дифракционного и БЭТ анализов дисперсных систем пористых частиц / Бойко В. Ф., Власова Н. М. // Огнеупоры и техническая керамика. – 2007. – № 4. – С. 41-44.

27. Нагорнов Ю. С. Способы исследования поверхности методами атомно-силовой и электронной микроскопии. Учебное пособие / Нагорнов Ю. С., Ясников И. С., Тюрков М. Н. – Тольятти: ТГУ. – 2012. – 58 с.

28. Анализатор размеров частиц SALD-7101, лазерный, Shimadzu [Электронный ресурс] – URL: <http://www.optimum-lab.ru/product/analizator-razmerov-chastic-sald-7101-lazernyj-shimadzu/> – свободный. – Загл. с экрана – Яз. Рус. Дата обращения: 20.05.2016 г.