

28. Некряч Е.Ф., Атаманенко И.Д., Байденко В.И., Эннан А.А. // Докл. АН УССР. Сер. Б. -1975. -№ 8. -С. 723—726.
29. Некряч Е.Ф., Самченко З.А., Байденко В.И., Эннан А.А. // Там же. -1975. -№ 7. -С. 626—629.
30. Байденко В.И., Эннан А.А. // Журн. прикл. химии. -1988. -**61**, № 3. -С. 536—540.
31. Думанский А.В., Некряч Е.Ф. // Коллоидн. журн. -1955. -**17**, № 2. -С. 168—171.
32. Байденко В.И., Эннан А.А., Захаренко Ю.С. // Вестн. Одесского нац. ун-та. -2003. -**8**, № 7—8. -С. 24—39.
33. Ермоленко И.Н., Люблинер И.П. // Журн. прикл. химии. -1972. -**45**, № 4. -С. 748—751.
34. А.с. 786088 СССР, М. кл.3 А62В 7/10 / А.А. Эннан, В.И. Байденко, О.А. Ковалев и др. -Опубл. 07.12.80; Бюл. № 45.
35. Эннан А.А., Байденко В.И., Большаков Д.А. // Экотехнологии и ресурсосбережение. -1995. -№ 4. -С. 65—70.
36. Загорская М.К., Вулих А.И., Ксензенко В.И. // Пылеулавливание и очистка газов в цветной металлургии. -М.: Металлургия. -1970. -№ 31. -С. 133—142.
37. Байденко В.И. Дисс. ... канд. хим. наук (02.00.04). -Одесса, 1984.
38. Байденко В.И., Эннан А.А. // Журн. прикл. химии. -1987. -**60**, № 1. -С. 57—61.
39. Мелешко В.П., Шамрицкая И.П., Полухина Н.А. // Журн. физ. химии. -1970. -**44**, № 7. -С. 1748—1751.
40. Жбанков Р.Г. Инфракрасные спектры целлюлозы и ее производных. -Минск: Наука и техника, 1964.
41. Морачевский Ю.В. // Докл. АН СССР. -1958. -**122**, № 4. -С. 612—613.
42. Calise V.J., Lane M. // Ind. Eng. Chem. -1949. -**41**, № 11. -P. 2554—2563.
43. Schwartz R., Meller W.D. // Z. anorg. allgem. Chem. -1958. -**296**, № 1—2. -S. 274—279.
44. Мицюк Б.М. Взаимодействие кремнезема с водой в гидротермальных условиях. - Киев: Наук. думка, 1974.
45. Осборн Г. Синтетические ионообменники. -М.: Мир, 1964.
46. Кац Б.М., Дзержко Е.К. и Эннан А.А. // Журн. прикл. химии. -1976. -**49**, № 8. -С. 1737—1739.
47. Кац Б.М., Дзержко Е.К., Кононенко А.Ф. и др. // Пром. и сан. очистка газов. -1976. -№ 3. -С. 20—22.
48. Кац Б.М., Малиновский Е.К. // Журн. прикл. химии. -1979. -**52**, № 1. -С. 135—138.
49. Куриленко О.Д., Эннан А.А., Некряч Е.Ф., Байденко В.И. // Вестн. АН УССР. -1975. -№ 7. -С. 37—45.
50. Егорова Е.Н. Методы выделения кремневой кислоты и аналитического определения кремнезема. - М.;Л.: Изд-во АН СССР, 1959.
51. Айлер Р. Химия кремнезема. - М.: Мир, 1982. -Ч. 1.
52. Эннан А.А., Асаулова Т.А. // Тр. Междунар. научн.-практ. конф. "Защита окружающей среды, здоровье, безопасность в сварочном производстве" (11—13 сентября 2002 г., Одесса). -Одесса: Астропринт, 2002. -С. 286—295.

Физико-химический институт защиты окружающей среды и человека Министерства образования и науки Украины и НАН Украины, Одесса

Поступила 27.06.2006

УДК 549.211

## Л.С. Семко, П.П. Горбик, Л.П. Сторожук, Л.С. Дзюбенко, І.В. Дубровін, О.І. Оранська, С.Л. Рево СТРУКТУРНІ ПЕРЕТВОРЕННЯ В НАНОКРИСТАЛІЧНОМУ МАГНЕТИТІ

Досліджено процеси перетворення в структурі нанокристалічного магнетиту при нагріванні в інтервалі температур 20—1000 °С і визначено магнітні характеристики одержаних порошоків. За допомогою методів ДТА, термогравиметрії, рентгенофазового аналізу показано, що нагрівання недиспергованого і додатково диспергованого магнетиту при  $T \geq 400$  °С приводить до суттєвих змін в його структурі (руйнування кристалічної ґратки, окиснення) і перетворення в  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Обробка магнетиту в ультразвуковому диспергаторі протягом 10 хв не впливає на вигляд дифрактограм, проте приводить до деякої зміни високотемпературних перетворень у магнетиті та зниженню його магнітних характеристик.

Сучасне досягнення нанотехнологій відкриває реальні можливості для створення унікальних магнітних матеріалів на основі нанорозмірних і нанокристалічних частинок металів та їх оксидів [1, 2]. Перспективним матеріалом для одержання виробів для мікроелектроніки, спінтроніки, лазерної техніки, медицини є нанокристалічний маг-

нетит [1—3]. Відомо [4—10] застосування останнього та його модифікованих форм для створення сучасних магнітокерованих лікарських препаратів.

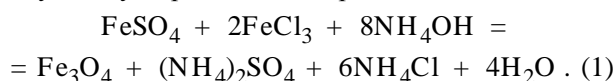
Раніше [6, 7] нами було одержано магнетит з нанорозмірними частинками (20—50 нм) та досліджено його властивості. Негативним фактором в процесі синтезу магнетиту є агрегація його час-

© Л.С. Семко, П.П. Горбик, Л.П. Сторожук, Л.С. Дзюбенко, І.В. Дубровін, О.І. Оранська, С.Л. Рево, 2007

тинок [8—10]. Тому для подальшого його використання і створення нанокompatитів на основі магнетиту, модифікованого полімерами або оксидами металів, для руйнування агрегатів порошок магнетиту бажано піддавати диспергуванню в ультразвуковому обладнанні. Окрім того, як магнетит, так і нанокompatити на його основі в процесі синтезу та експлуатації піддають нагріванню. Вищезгадані фактори нагрівання та диспергування можуть вплинути на структуру, магнітні властивості, термостабільність та інші характеристики магнетиту та нанокompatитів на його основі [8—10]. Проте вплив температури та диспергування на процеси перетворення в структурі нанокристалічного магнетиту вивчено недостатньо. Немає також єдиної думки щодо механізмів перетворень магнетиту в  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  при нагріванні.

Мета даної роботи — дослідити процеси перетворення при нагріванні в структурі порошоків нанокристалічного недиспергованого та додатково диспергованого магнетиту та визначити їх магнітні характеристики.

Для здійснення поставленої мети було одержано зразки нанокристалічного магнетиту двох типів: вихідний магнетит без додаткового диспергування (варіант 1) і магнетит, додатково оброблений в ультразвуковому диспергаторі УЗДН-2 (варіант 2). Вихідний магнетит одержували, використовуючи реакцію співосадження розчинів солей дво- і тривалентного заліза ( $\text{FeSO}_4$  та  $\text{FeCl}_3$ ) в лужному середовищі за рівнянням:



Використовували 50 %-ві розчини заліза при співвідношенні тривалентного заліза до двовалентного 2:1 за умови надлишку двовалентного заліза. Суміш солей заліза додавали до 25 %-го водного розчину аміаку, ретельно перемішуючи протягом 15 хв при температурі 35—40 °С та рН 9—10. У результаті отримували золь магнетиту, який осаджували в магнітному полі. Осад магнетиту багаторазово промивали дистильованою водою і очищували в магнітному полі від побічних продуктів синтезу. Для одержання зразків варіанту 1 порошок магнетиту висушували в сушильній шафі за температури 80 °С протягом 6 год до постійної маси.

Для визначення впливу температури на структуру магнетиту його порошок піддавали нагріванню в печі на повітрі відповідно до температур 390, 400, 450, 470 °С і витримували за цих температур протягом 2 год.

Для одержання зразків варіанту 2 спочатку проводили синтез вихідного нанокристалічного магнетиту, його промивання і очистку в магнітному полі, аналогічно, як для зразків варіанту 1. Проте перед сушкою диспергували одержаний магнетит в ультразвуковому диспергаторі УЗДН-2 протягом 10 хв у водному середовищі за частоти 22 кГц. У результаті диспергування утворився гель магнетиту, який сушили аналогічно зразкам варіанту 1. Одержаний порошок магнетиту поступово нагрівали зі швидкістю 2 °С на хвилину в атмосфері аргону (або на повітрі) до температур 390, 400, 450, 500 °С, витримували за цих температур 2 год, а потім охолоджували до кімнатної температури.

Для вивчення процесів перетворень у нанокристалічному магнетиті при нагріванні застосовували метод диференційного термічного аналізу (ДТА) та диференціального термогравіметричного аналізу (ДТГА). Криві ДТА, втрати маси ТГ та швидкості втрати маси ДТГ реєстрували на дериватографі Q-1500D фірми МОМ (Будапешт) в інтервалі температур 20—1000 °С при швидкості нагрівання 10 град/хв. Як еталон використовували  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Проба досліджуваних зразків складала 150 мг. Для характеристики процесів, що відбуваються при термографічних дослідженнях, вводили наступні позначення:  $m_1$  та  $m_2$  — значення початкової маси та за певної температури відповідно,  $\Delta m = m_1 - m_2$ ,  $\Delta m/m_1$  — відносне значення втрати маси зразка, %.

Морфологію порошоків магнетиту і їх розмірів досліджували, застосовуючи растрову електронну мікроскопію. Для вивчення структури магнетиту використовували рентгеноструктурний аналіз. Дифрактограми зразків реєстрували на дифрактометрі ДРОН-УМ1 з геометрією зйомки по Бреггу-Брентано у випроміненні  $\text{MoK}_\alpha$ -лінії аноду і Zr-фільтром у відбитих променях, як описано в роботі [6]. При цьому вводили такі позначення:  $I$  — інтенсивність,  $\text{с}^{-1}$ ;  $2\theta$  — значення кута відбитого променя (у кутових градусах). Середній розмір кристалітів магнетиту визначали по уширенню ліній (311).

Для вивчення магнітних властивостей порошоків магнетиту використовували вібраційний магнітометр (частота коливання мембрани 70 Гц). Дослідження проведено в сталих магнітних полях з напруженістю до 150 кА/м. На основі експериментальних результатів будували циклічні залежності значень питомої намагніченості ( $\sigma_f$ ) від напруженості магнітного поля (петлі гістерезису). Використовуючи ці залежності, визначали нас-

тупні магнітні характеристики порошоків магнетиту та нанокompatивів — значення граничної питомої намагніченості при насиченні ( $\sigma_s$ ), залишкової питомої намагніченості ( $\sigma_r$ ) та коерцитивної сили ( $H_c$ ).

Одержані порошки нанокристалічного недиспергованого та диспергованого магнетиту мають наступні характеристики: питома поверхня 99—100 м<sup>2</sup>/г, середній розмір кристалітів 30—50 нм.

Дані, одержані методами електронної мікроскопії, ДТА, термогравіметричного і рентгенофазового аналізу, результати магнітних випробовувань наведені на рис. 1—3.

Дані ДТА і ДТГ свідчать, що в магнетиті при нагріванні на повітрі відбувається ряд ендотермічних процесів, що відповідають певним перетворенням. Так, в області температур 80—230 °С на кривій ДТА спостерігається ендотермічний ефект з мінімумом за температури 120 °С (для зразка попередньо диспергованого магнетиту варіанту 2) та 130 °С (для недиспергованого магнетиту варіанту 1). Відповідно, на кривих ДТГ також спостерігаються мінімуми при  $T = 115$  °С (варіант 2) і 120 °С (варіант 1). Відносне значення втрати маси від загальної втрати маси  $\Delta m/m$  в інтервалі температур 20—230 °С для зразка недиспергованого магнетиту складає 3 %, для зразка диспергованого магнетиту — 4 % і здійснюється за рахунок фізично сорбованої води.

При подальшому підвищенні температур для недиспергованого магнетиту на кривих ДТА і ДТГ спостерігаються мінімуми при 278 °С, що відповідають видаленню зв'язаної води. На відміну від недиспергованого магнетиту для диспергованого вигляд кривих ДТА і ДТГ в межах температур 210—400 °С дещо відрізняється. Так, для диспергованого магнетиту за підвищення температури ( $T > 230$  °С) на кривій ДТА спостерігається спочатку ділянка, паралельна термографічній осі, а потім відбувається зростання на гілці кривої в області температур 280—400 °С. Відповідно, на кривій ДТГ спостерігається мінімум при температурі 280 °С. У зв'язку з накладанням екзотермічного процесу окиснення на ендотермічний мінімум в області  $T = 280$  °С на кривій ДТА для зразка диспергованого магнетиту ендотермічний мінімум відсутній, але на кривій ДТГ мінімум спостерігається, що пов'язано з можливим процесом втрати маси за рахунок дегідроксилювання поверхні магнетиту. Вважаємо, що такий вигляд кривих ДТА і ДТГ в межах температур 280—400 °С пов'язаний з протіканням одночасно двох процесів — змиканням гідроксильних

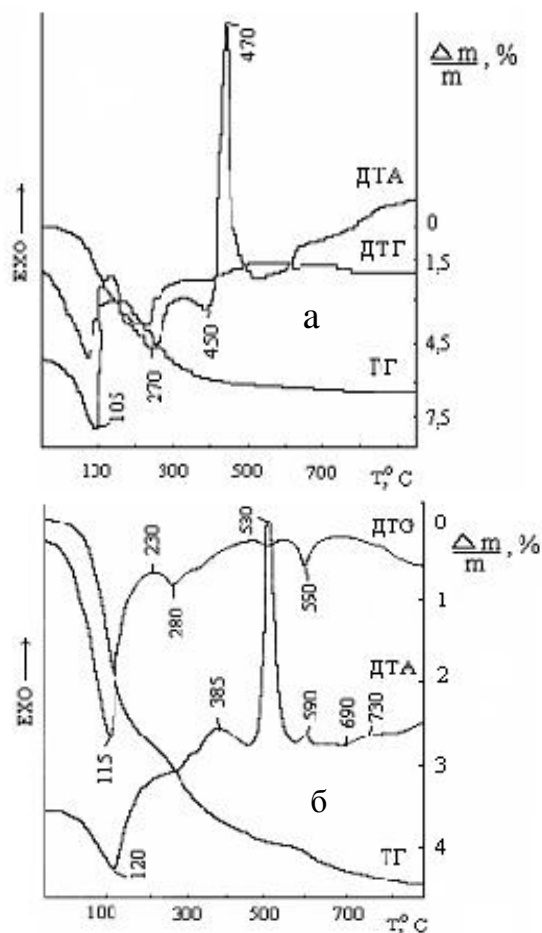
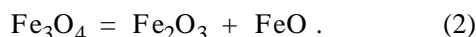


Рис. 1. Криві ДТА та термогравіметрії магнетитів вихідного (а) та підданого диспергуванню в ультразвуковому диспергаторі (б).

груп на поверхні магнетиту і початком окиснення його поверхні. Це узгоджується з літературними даними [12, 13] щодо дегідроксилювання поверхні оксидів та з даними робіт [6, 7]. Згідно з [12] за умови нагрівання оксидів вище температури 170 °С імовірна взаємодія поверхневих гідроксильних груп оксидів з виділенням води. Виходячи з даних повного диференційного термічного аналізу (рис. 1), процес дегідроксилювання вірогідний при  $T > 230$  °С і максимальна швидкість цього процесу досягається при 278 °С для недиспергованого магнетиту і при 285 °С для диспергованого.

При подальшому підвищенні температури на кривих ДТА для зразків порошоків як недиспергованого, так і диспергованого магнетиту в інтервалі температур 400—550 °С спостерігається ендотермічний ефект з мінімумом при 450 °С. На цей процес при  $T > 450$  °С накладається екзотермічний процес з відповідним максимумом для

недиспергованого магнетиту при 480 °С і для диспергованого — при 530 °С. Зроблено припущення, що наявність вищезгаданих ендотермічних ефектів на кривих ДТА відповідних зразків пов'язана з руйнуванням кристалічної ґратки магнетиту, а екзотермічних — з окисненням FeO до  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Розкладу магнетиту відповідає реакція:



Для визначення механізму перетворень магнетиту та його окиснення поряд з дериватографічними дослідженнями аналогічні зразки нагрівали в атмосфері аргону до 390, 400, 450, 470 °С (в інтервалі температур ендотермічного мінімуму). Додатково проводили рентгенофазний аналіз одержаних зразків (рис. 2) та визначали їх магнітні характеристики. Проведено аналіз одержаних результатів. Для цього співставляли дифрактограми зразків порошків вихідного магнетиту без попереднього диспергування та без термообробки (рис. 2, крива 1), зразків як недиспергованого, так і диспергованого магнетиту, нагрітих в атмосфері аргону до 390, 400, 450, 470 °С і витриманих при цій температурі 2 год (рис. 2, криві 2—4).

Порівняльний аналіз свідчить, що дифрактограми порошків як недиспергованого, так і диспергованого магнетиту, температура термообробки яких не перевищує 390 °С, ідентичні. На дифрактограмі магнетиту (рис. 2, крива 1) спостерігаються піки за  $2\theta = 13.75, 16.1, 19.45, 23.85,$

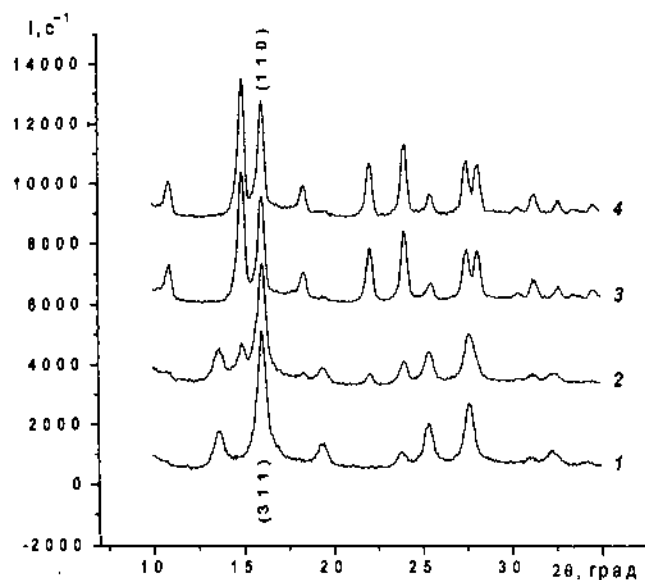


Рис. 2. Дифрактограми зразків вихідного магнетиту, підданого ультразвуковій обробці (1–3) та витриманих при 20 (1), 400 (2) і 450 °С (3) і магнетиту без попередньої ультразвукової обробки, нагрітого до 470 °С (4).

25.4, 27.75, 31.1, 32.4 кутових градусів з міжплощинними відстанями 2.98, 2.53, 2.09, 1.71, 1.61, 1.48, 1.32, 1.27 Å, що відповідають кристалічній фазі магнетиту Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (JCPDS № 19-629) з кубічною структурою типу шпінелі. На дифрактограмах магнетиту, нагрітого до 400 °С (рис. 2, крива 2) інтенсивність піків магнетиту зменшується. Крім того, на дифрактограмі з'являються піки при  $2\theta = 10.8, 15.05, 18.4, 22.1, 24.05$  кутових градусів з міжплощинними відстанями 3.76, 2.70, 2.21, 1.84, 1.70 Å, що відносяться до фази гематиту,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS № 33-664) з гексагональною сингонією. Дифрактограми зразків магнетиту, нагрітого до 450 (3) і 470 °С (4) з попередньою обробкою ультразвуком та без неї, відповідно, мають однаковий вигляд. Всі піки, а саме при  $2\theta = 14.95, 16.1, 18.45, 22.1, 24.05, 25.6, 27.55, 28.15, 30.45, 31.25, 32.7, 33.55, 34.6$  кутових градусів з міжплощинними відстанями 3.71, 2.72, 2.53, 2.21, 1.84, 1.70, 1.60, 1.48, 1.45, 1.34, 1.31, 1.25, 1.22, 1.19 Å відносяться до фази гематиту,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (JCPDS № 33-664).

Окрім вищенаведеного, оцінено розміри нанокристалітів порошків магнетиту варіантів 1 і 2, які виявились однаковими і складали 30–50 нм, проте середні розміри дисперсного порошку попередньо диспергованого магнетиту зменшились від 0.5 до 0.2 мкм. Отже, диспергування магнетиту в ультразвуковому диспергаторі не впливає на вигляд термограм і розмір кристалітів та зменшує середній розмір порошків.

Незначні залишкові магнітні властивості зразків магнетиту, нагрітого до температури 400 та 470 °С, можуть бути пов'язані з присутністю малих кількостей магнетиту чи  $\gamma$ -оксиду заліза (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), оскільки їх основний пік (311) співпадає з піком (110)  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а їх малоінтенсивні піки на дифрактограмах не спостерігаються. Отже, за допомогою рентгенофазового аналізу (рис. 2) і випробування зразків у магнітному полі встановлено, що при температурах, вищих за 400 °С, при нагріванні як на повітрі, так і в атмосфері аргону в складі порошку магнетиту з'являється фракція слабого феромагнетика  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (рис. 2, крива 1). При температурах вищих за 470 °С магнетит значно втрачає магнітні властивості. Оскільки розклад магнетиту спостерігається як на повітрі, так і в атмосфері аргону, то, імовірно, цей процес відбувається за рахунок атомарного кисню самої ґратки магнетиту без допомоги кисню повітря.

Найбільш вірогідно, що процеси змикання гідроксильних груп приводять до утворення йонів кисню на поверхні частинок магнетиту.

У роботі [12] наведено моделі дегідроксилу-

вання поверхні оксидів з видаленням води за реакцією:



Проте, на думку авторів [14], внаслідок утворення йонів кисню на поверхні оксидів відбувається об'ємний процес — дифузія від'ємних йонів кисню в глибинні шари ґратки і дифузія до поверхні катіонів ґратки. Можна припустити, що в результаті цих процесів і утворення дефектів відбувається руйнування кристалічної ґратки магнетиту.

Слід підкреслити, що екзотермічний ефект, який спостерігається на кривій ДТА з максимумом при 480 (варіант 1) та 530 °С (варіант 2), ми віднесли до процесу окиснення FeO, що утворився після розкладу магнетиту.

Отже, з одержаних даних ДТА та ДТГА випливає, що основні процеси окиснення FeO закінчуються при  $T \leq 600$  °С. Слід зазначити, що екзотермічний пік для недиспергованого магнетиту проявляється при 480 °С, тобто за нижчих температур, ніж для диспергованого (530 °С). Найбільш вірогідно, це пов'язано з менш рівноважним станом останнього [13].

Проте за температур більше 600 °С практично весь магнетит переходить в  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Про перетворення магнетиту на  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  свідчать дані рентгенофазного аналізу. Окрім того, в області температур 680—710 °С на кривих ДТА чітко проявляється перехід другого роду. Цей перехід ми

інтерпретували як точку Неєля — температуру антиферомагнітного розпорядкування в частинках  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , він проявляється в зламі кривої ДТА в області переходу і зміщенні термографічної осі відносно осі координат. За літературними даними [15] точка Неєля  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  знаходиться в межах 687 °С, що узгоджується з одержаними експериментальними результатами.

Що стосується точки Кюрі магнетиту (температури, вище якої  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  втрачає феромагнітні властивості), то на термограмі вона чітко не проявляється. Згідно з літературними даними [15] для магнетиту точка Кюрі знаходиться в області температур 550—600 °С. Проте перехід, по меншій мірі, більшої частини нанокристалічного магнетиту в слабкий феромагнетик  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  на повітрі і в атмосфері аргону відбувається при більш низьких температурах, ніж точка Кюрі.

Таким чином, область експлуатації порошка розглянутого нанокристалічного магнетиту без ультразвукової обробки і магнетиту, який піддавали ультразвуковому диспергуванню, без втрати магнітних властивостей не може перевищувати 400 °С.

До інформативних методів по визначенню впливу диспергування на властивості магнетиту належить визначення його магнітних характеристик. З рис. 3 бачимо, що для зразків нанокристалічного магнетиту характерні вузькі петлі гістерезису. Це свідчить про малі втрати енергії при

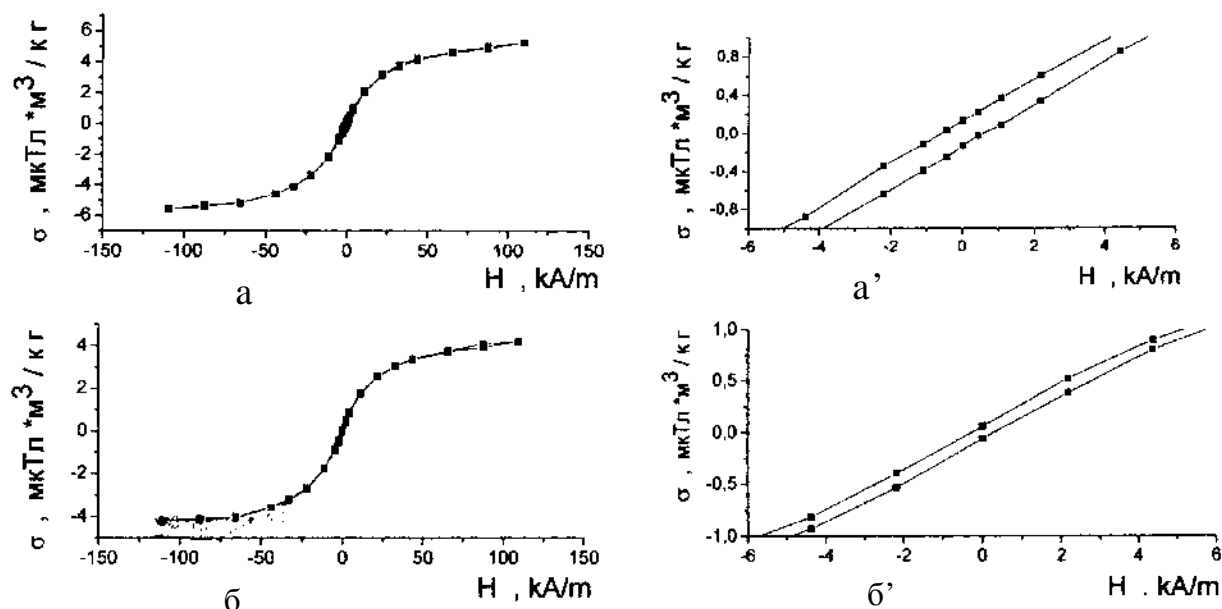


Рис. 3. Залежність питомої намагніченості  $\sigma$  від напруженості магнітного поля (петлі гістерезису) для зразка нанокристалічного магнетиту (а) та диспергованого магнетиту (б). а', б' — фрагменти відповідних рисунків а і б для визначення значень коерцитивної сили  $H_c$  та залишкової намагніченості  $\sigma_r$ .

переманічуванні зразків. Зразки порошку вихідного магнетиту без попереднього диспергування (рис. 3, а) мають граничну питому намагніченість насичення  $\sigma_s = 5.58$  мкТл·м<sup>3</sup>/кг, дуже низькі значення коерцитивної сили  $H_c = 0.58$  кА/м та залишкової намагніченості  $\sigma_r = 0.13$  мкТл·м<sup>3</sup>/кг. Додаткове подрібнення магнетиту в ультразвуковому диспергаторі протягом 10 хв приводить до невеликого зниження його магнітних характеристик:  $\sigma_s = 4.69$  мкТл·м<sup>3</sup>/кг,  $H_c = 0.21$  кА/м,  $\sigma_r = 0.05$  мкТл·м<sup>3</sup>/кг (рис. 3, б). Проте таке зниження можна вважати неістотним. Тому попереднє диспергування магнетиту протягом невеликого часу в процесі одержання різного роду нанокompatитів суттєво не змінить його магнітні характеристики.

Таким чином, показано, що нагрівання і витримка нанокристалічного магнетиту при  $T \geq 400$  °С приводить до суттєвих змін в його структурі (руйнуванню кристалічної ґратки, окисненню) і перетворення в слабкий ферромагнетик  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , а також до втрати його магнітних властивостей. Диспергування магнетиту в ультразвуковому обладнанні не впливає на розмір нанокристалітів його порошоків, а лише на розмір агрегатів частинок, проте приводить до деякої зміни перетворень у магнетиті (відсутності ендотермічного мінімуму на кривій ДТА при 278 °С, підвищення температури екзотермічного максимуму, що відповідає окисненню, на 50 °С) та невеликого зниження його магнітних характеристик.

**РЕЗЮМЕ.** Исследованы процессы превращения в структуре нанокристаллического магнетита при нагревании в интервале температур 20—1000 °С и определены магнитные характеристики полученных порошков. С помощью методов ДТА, термогравиметрии, рентгенофазового анализа показано, что нагревание недиспергированного и дополнительно диспергированного магнетита при температурах  $T \geq 400$  °С приводит к существенным изменениям в его структуре (разрушению кристаллической решетки, окислению) и превращению в  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Обработка магнетита в ультразвуковом диспергаторе на протяжении 10 мин не влияет на вид дифрактограмм, но вызывает некоторые изменения высокотемпературных превращений в магнетите и понижение его магнитных характеристик.

**SUMMARY.** We studied transformation processes of structure of nanocrystal magnetite upon heating in the temperature interval 20—1000 °С and identified magnetic characteristic of the obtained powders. By the DTA, ther-

mogravimetry, X-ray phase analysis methods, it was shown that heating of non-desintegrated and additionally desintegrated magnetite at temperatures  $T \geq 400$  °С leads to substantial changes in its structure (destruction of the crystal lattice, oxidation) and transformation to  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Treatment of the magnetite in ultrasonic bath during 10 minutes does not influences the shape of diffractograms but causes some changes in high-temperature transformations of the magnetite and a decrease of its magnetic characteristics.

1. *Нанотехнология в ближайшем десятилетии. Прогноз направлений исследований* / Под. ред. М.К. Роко, Р.С. Уильямса: Пер. с англ. -М.: Мир, 2002.
2. *Помогайло А.Д., Розенберг С.С., Уфленд И.К.* Наночастицы металлов в полимерах. -М.: Химия, 2000.
3. *Рымарчук В.И., Маленков А.Г., Радкевич Л.А., Сабодаш В.М.* Физические основы применения ферромагнетиков, введенных в организм // Биофизика. -1990. -**35**, вып.1. -С. 145—154.
4. *Оборотова Н.А.* // Антибиотики и химиотерапия. -1991. -**36**, № 10. -С. 47—50.
5. *Gruttner C., Teller J., Sehut W., Westphal F. et al.* Preparation and characterization of magnetic nanospheres for in vivo application. Scientific and Chemical Applications of Magnetic Carriers / Ed. Hafeli et al. -New York: Plenum Press, 1999. -P. 53—67.
6. *Петрановська А.Л., Федоренко О.М., Горбик П.П. та ін.* // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології. -2005. -**3**, вип. 3. -С. 812—823.
7. *Петрановська А.Л., Федоренко О.М., Горбик П.П. та ін.* // Тез. доп. міжнарод. конф. NANSYS-2004 (Київ, жовтень 12—14, 2004). -Київ: Академперіодика, 2004. -С. 15.
8. *Семко Л.С., Горбик П.П., Сторожук Л.П. и др.* // Тез. докл. международ. конф. "Современное материаловедение: достижения и проблемы". -MMS-2005. -Киев, Украина. -Сентябрь, 2005. -Том II. -С. 693, 694.
9. *Semko L.S., Gorbik P.P., Storozhuk L.P. et al.* // Abstr. of Int. Conf. "Functional Materials". -ICFM-2005. -Ukraine, Crimea, Partenit, 2005. -P. 273 (DR-9/4).
10. *Semko L.S., Gorbik P.P., Storozhuk L.P. et al.* // NATO advanced research workshop "Pure and applied surface chemistry and nanomaterials for human life and environmental protection". -Int. conf. "Nanomaterials in chemistry, biology and medicine". -Book of abstr. -Kyiv, Ukraine. -September 14—17, 2005. -P. 120.
11. *Оранская Е.И., Горников Ю.И., Фесенко Т.В.* // Завод. лаборатория. -1994. -**60**, № 1. -С. 28.
12. *Литтл Л.* Инфракрасные спектры адсорбированных молекул / Пер. с англ. -М.: Мир, 1969.
13. *Берг Л.Г.* Введение в термографию. -М.: Наука, 1969.
14. *Крылов О.В., Киселев В.Ф.* Адсорбция и катализ на переходных металлах и их оксидах. -М.: Химия, 1981.
15. *Таблицы физических величин: Справочник* / Под. ред. акад. И.К. Кикоина. -М.: Атомиздат, 1976.