

## ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ЛИТИЕВОГО ФЕРРИТА ПОЛУЧЕННОГО НА ОСНОВЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ОКСИДА ЖЕЛЕЗА

Николаев Е.В., Лысенко Е.Н.

Научный руководитель: Суржиков А.П., д.ф.-м.н, зав.кафедрой  
Томский политехнический университет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30  
E-mail: nikolaev0712@sibmail.com

### Введение

Литиевые ферриты на основе  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  являются важнейшим функциональным материалом современной СВЧ электроники [1]. Кроме того, эти соединения вызывают интерес в качестве материала радиопоглощающих покрытий и наполнителей феррит-полимерных композитов [2]. Однако, чистый литиевый феррит без добавок на практике редко используется ввиду низких значений электромагнитных характеристик, определяемые главным образом микроструктурой феррита [3]. Вместе с тем,  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  имеет самое высокое значение температуры Кюри среди литий-замещенных ферритов, что делает его термически стабильным материалом и привлекательным для его использования в качестве СВЧ ферритового материала с особыми условиями эксплуатации [4].

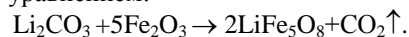
В данной работе, нами был опробован путь управления процессами формирования микроструктуры и основных электромагнитных характеристик  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  за счет варьирования степени дисперсности оксида железа, использующегося в качестве основного исходного реагента. При этом в работе рассматривался оксид железа, изготовленный путем окисления ультрадисперсных порошков железа, полученных электровзрывным методом [5]. Следуя из анализа литературных источников данный подход для получения ферритовой керамики ранее не применялся и характеризуется абсолютной новизной.

### Методика эксперимента

В работе были исследованы два типа литиевых ферритов, изготовленных из различных исходных реагентов. Образцы типа А были получены путем синтеза  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  по обычной керамической технологии из исходных реагентов оксида железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (марки ЧДА) и карбонат лития  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (марки ХЧ).

Для синтеза образцов типа В в качестве одного из исходных реагентов был использован оксид железа, изготовленный путем окисления ультрадисперсных порошков железа со средним размером частиц ~100 нм, полученных электровзрывным методом по методике, представленной в [6]. Окисление железа проводили на воздухе в стандартной лабораторной печи сопротивления типа МПЛ-6 «ХимЛаб» с программируемым терморегулятором «ВАРТА» при температуре  $700^\circ\text{C}$  в течение 120 минут. Полученный таким образом наноразмерный  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  в дальнейшем служил в качестве исходного реагента для синтеза литиевого феррита.

Синтез литиевых ферритов проводился при температуре  $900^\circ\text{C}$  в течение 120 минут в соответствии с уравнением:



Спекание ферритовой керамики осуществлялось в лабораторной печи при температурах  $1100^\circ\text{C}$  в течение 120 минут. Скорость нагрева и охлаждения образцов составляла ~10 град/мин.

Оценка плотности и кажущейся пористости образцов проводилась методом гидростатического взвешивания с использованием весов Shimadzu AUW220D. Для получения снимков поверхности спеченной ферритовой керамики использовали сканирующий электронный микроскоп Hitachi TM-3000.

Контроль фазового состава образцов проводился методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре ARL X'TRA (Швейцария). Измерения дифрактограмм осуществлялись на  $\text{CuK}\alpha$ -излучении в диапазоне  $2\theta = (10-140)^\circ$  при скорости сканирования 0,02/с. Идентификация фаз проводилась с использованием порошковой базы данных PDF-4 Международного центра дифракционных данных (ICDD). Полученные рентгенограммы обрабатывались методом полнопрофильного анализа с использованием программного комплекса Powder Cell 2.5.

Для определения электрической проводимости ферритов в работе был применен двухэлектродный метод, основанный на измерении проводимости образцов с нанесенными на торцевые стороны серебряными электродами [7]. Намагниченность насыщения измеряли в импульсном магнитном поле с амплитудой 5 кЭ на магнитометре Н-04.

### Экспериментальные результаты

На рис.1 приведена рентгенограмма для синтезированных образцов литиевого феррита, которая характеризуется основным наличием упорядоченной фазы  $\alpha\text{-LiFe}_5\text{O}_8$ .

На рисунке 2 приведены микрофотографии (внутренняя структура на разломе) для образцов типа А (рис. 2а) и образцов типа В (рис. 2б). Из рисунка видно, что образцы типа В, изготовленные из ультрадисперсного порошка имеют хорошо развитую мелкозернистую поликристаллическую структуру со средним размером зерна ~1.4 мкм. В то время как, для образцов типа А наблюдается вид припекшихся частиц порошка и высокая пористость, что указывает на необходимость повышения температуры спекания. В данном случае более

высокие температуры могут привести к нарушению стехиометрического состава литиевого феррита.

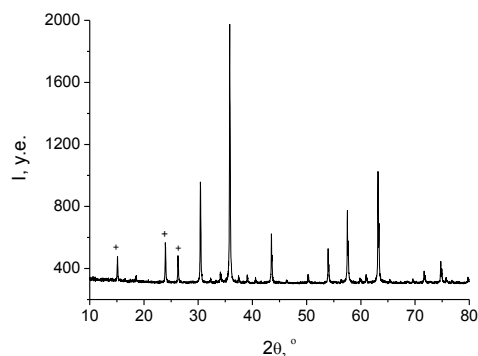


Рис.1. Дифрактограмма синтезированного литиевого феррита; + – сверхструктурные отражения  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$

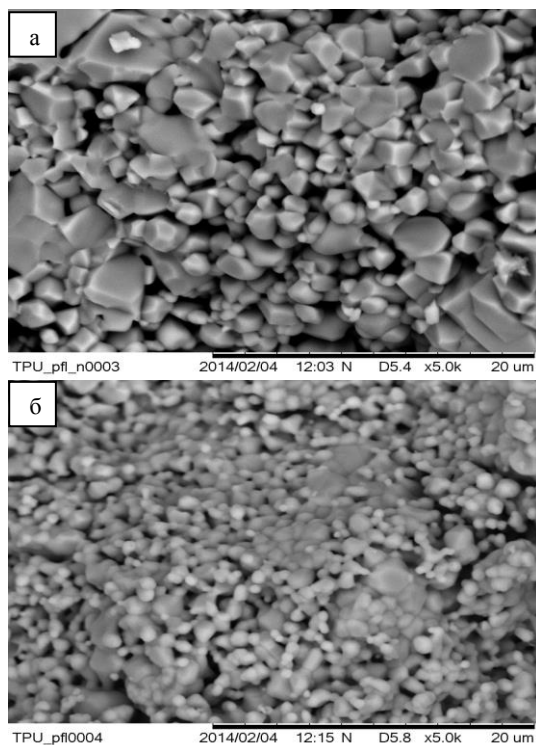


Рис. 2. Микроструктура литиевой ферритовой керамики: образцы А, изготовленные из порошка оксида железа микронного размера (а), образцы В - из ультрадисперсного порошка оксида железа (б).

В таблице 1 приведены все измеренные основные значения структурных и электромагнитных параметров исследуемых в работе образцов. Из данных приведенных в таблице следует, что все исследуемые образцы ферритовой керамики на основе  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  имеют высокие значения электрического сопротивления и температуры Кюри. Однако, для образцов типа А характерны низкие значения плотности с пористостью выше 10 %, что указывает на низкое качество такой ферритовой керамики.

Таблица 1. Экспериментальные данные основных структурных и электромагнитных характеристик ферритовых образцов

	Образцы А	Образцы В
Средний размер зерна, мкм	-	1.4
Плотность, г/см <sup>3</sup>	3.38	4.2
Пористость, %	24	9.2
Температура Кюри, °С	628	630
$\rho$ при $T = 20$ °С, Ом·см	$1.0 \cdot 10^8$	$1.0 \cdot 10^7$
Намагниченность насыщения, 4лMs, Гс	3400	3350

Сравнивая характеристики для исследуемых в работе образцов ферритовой керамики, можно заметить, что керамика, полученная на основе наноразмерного порошка оксида железа обладает более лучшими эксплуатационными характеристиками, что делает ее пригодной для использования в качестве СВЧ магнитного материала. Особую привлекательность данной керамики придают высокие значения температуры Кюри и высокие значения удельного электрического сопротивления при достаточно высокой плотности материала, что значительно способствует уменьшению диэлектрических и магнитных потерь в СВЧ диапазоне.

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

#### Литература

1. Baba P.D., Argentina G.M., Courtney W.E. et al. Fabrication and properties of microwave lithium ferrites // IEEE Trans Magn 8. - 1972. - P. 83-94.
2. Qitu Zhang, Jie Song, Lixi Wang Lithium-zinc-ferrite microwave electromagnetic consumable material and preparation method thereof // Пат.101696106 КНР. 2010.
3. Левин Б.Е., Третьяков Ю.Д., Летюк Л.М. Физико-химические основы получения, свойства и применение ферритов. – М.: Металлургия, 1979. – 472 с.
4. Яворовский Н.А. Получение ультрадисперсных порошков методом электрического взрыва // Изв. вузов. Физика. - 1994. - № 4. - С. 114-136.
5. Surzhikov A.P., Franguljyan T.S., Lysenko E.N., Gyngazov S.A. Investigation of structural states and oxidation processes in  $\text{Li}_0.5\text{Fe}_2.5\text{O}_4$  using TG analysis // J. Therm. Anal. Calorim. - 2012 - Vol. 108 - Issue 3 - p. 1207-1212.
6. Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Zhuravkov S.P., Vlasov V.A., Pustovalov A.V., Yavorovsky N.A. The oxidation kinetics study of ultrafine iron powders by thermogravimetric analysis // J. Therm. Anal. Calorim. - 2014. –V.115.-P.1447-1452.
7. Павлов Л.П. Методы измерения параметров полупроводниковых материалов. - М.: Высш. шк., 1987. – 239с.