

**ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТЬ ТЕРМОМАГНИТОМЕТРИЧЕСКОГО АНАЛИЗА МАГНИТНОЙ ФАЗЫ  
В СМЕСИ  $\text{LiFe}_5\text{O}_8+\text{Al}_2\text{O}_3$ .**

Э. Тойчбай, А.Л. Астафьев, Е.Н. Лысенко.

Научный руководитель: профессор, д.ф-м.н. А.П. Суржигов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

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

E-mail: [astafyev@tpu.ru](mailto:astafyev@tpu.ru)

**THE SENSITIVITY OF THERMOMAGNETOMETRIC ANALYSIS FOR MAGNETIC PHASE  
DETERMINATION IN  $\text{LiFe}_5\text{O}_8+\text{Al}_2\text{O}_3$  MIXTURE.**

E. Toichbay, A.L. Astafyev, E.N. Lysenko.

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.P. Surzhikov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

E-mail: [astafyev@tpu.ru](mailto:astafyev@tpu.ru)

***Abstract.** In this work, the sensitivity of thermomagnetometric method for determination of magnetic phase in a components mixture was estimated by thermogravimetric analysis in magnetic field of pure lithium ferrite and aluminum oxide mixture at various weight ratios of 0.5, 1, 2 wt. %. Samples were investigated with using thermal and X-Ray analysis and it was shown that the thermomagnetometric method allows to determine a ferrite magnetic phase which is not less than 0.5 mass % in analyzed mixture.*

Необходимость оценки фазового состава многокомпонентных магнитных материалов и невозможность корректного разложения рентгеновских отражений фаз с близким параметром решетки приводит к необходимости разработки дополнительного метода. Одним из таких методов является термомагнитометрический анализ. Возможности ТГ метода продемонстрированы в ряде работ как на качественном [1], так и на количественном уровне [2], а также установлена чувствительность данного метода для смеси  $\text{Li}_{0,4}\text{Fe}_{2,4}\text{Zn}_{0,2}\text{O}_4+\text{Fe}_2\text{O}_3$  [3].

Данная работа является продолжением работы [3], в которой в качестве исследуемого материала использовался  $\text{Li}_{0,4}\text{Fe}_{2,4}\text{Zn}_{0,2}\text{O}_4$  обладающий максимальной намагниченностью порядка 356 Гс, и направлена на определение применимости термомагнитометрического метода оценки фазового состава для материала, обладающего меньшим значением намагниченности насыщения. В данной работе, в качестве такого материала был выбран  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  обладающий намагниченностью насыщения 264 Гс. Идентификация фаз проводилась в немагнитном материале оксиде алюминия.

**Методика эксперимента.** Исследованный литиевый феррит изготавливался методом твердофазного синтеза по реакции  $\text{Li}_2\text{CO}_3+\text{Fe}_2\text{O}_3\rightarrow\text{LiFe}_5\text{O}_8$  на воздухе, в печи сопротивления при температуре 900 °С в течении 2 часов. Полученный феррит исследовался на фазовую однородность методом рентгенофазового анализа, который показал 100% содержание конечного продукта синтеза. Литиевый феррит измельчали в агатовой ступке и смешивали путем протирания смеси через сито с промышленным порошком  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в различных весовых пропорциях таким образом, чтобы получились образцы с относительным весовым

содержанием фазы пентаферрита лития равным 0,5, 1, 2 вес.%. Таким образом, образцы представляли собой смесь магнитной и немагнитной фаз общим весом 2 грамма с различным процентным весовым содержанием  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$ .

Образцы исследовались методом термогравиметрического анализа (ТГ/ДТГ), проводимому на термическом анализаторе STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия), а также исследовались рентгенофазовым анализом на дифрактометре ARL X-TRA с полупроводниковым Si(Li) Пельтье детектором в диапазоне углов  $2\theta$  от 10 до  $70^\circ$ . Обработка полученных термогравиметрических кривых проводилась в программном продукте Proteus Analysis (Netzsch, Германия). Рентгенограммы расшифровывались методом полнопрофильного анализа с использованием специализированного программного комплекса Powder Cell 2.5.

**Экспериментальные результаты и их обсуждение.** На рисунке 1 представлены ТГ и ДТГ кривые для образцов  $\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$  с различным содержанием литиевой ферритовой фазы. Термический анализ кривой для чистого литиевого феррита (рис. 1а) выявил наличие магнитного фазового перехода при температуре  $625,3^\circ\text{C}$ , которая соответствует точке Кюри для  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  [1]. При этом высота скачка на ТГ кривой максимальна и равна  $0,35253\%$ . С уменьшением содержания магнитной фазы в смеси (рис. 1б, в, г), наблюдается уменьшение высоты скачка ТГ кривой вплоть до  $0,0008\%$  для смеси с  $0,5\%$  содержанием  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  (рис. 1г). При этом отчетливо можно оценить положение, высоту и полуширину кривой ДТГ. И как было установлено в работе [2], значения площадей пиков ДТГ можно сопоставить с количественным содержанием фаз в феррите.

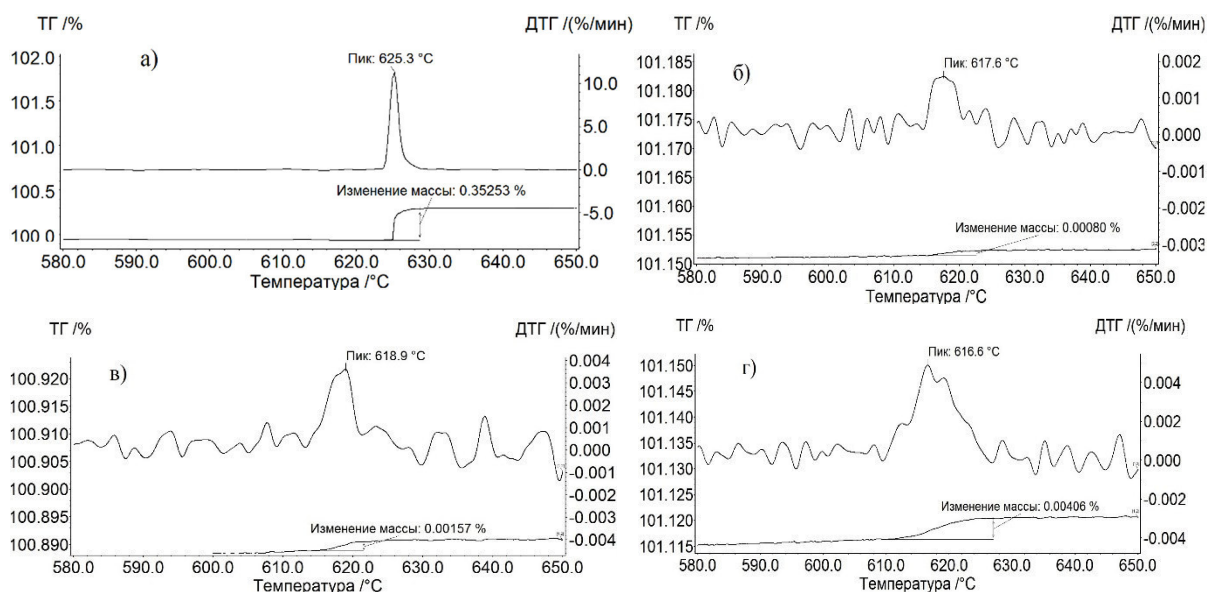


Рис. 1. ТГ/ДТГ зависимости для образцов  $\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$  при различном содержании пентаферрита лития в смеси: а) 100 вес.%, б) 0,5 вес.%, в) 1 вес.%, г) 2 вес.%

Как показано в работе [1, 3], содержание ферритовой фазы определяется по величине скачка в весовой зависимости при прохождении образцом температуры Кюри во внешнем магнитном поле. Как видно из рисунка 1, увеличение содержания магнитной фазы в смеси компонентов ведет к росту значения весового скачка на термогравиметрической кривой. На рентгенограммах (рис. 2) наблюдается

увеличение интенсивности для трех основных рефлексов пентаферрита лития, однако это увеличение не существенное.

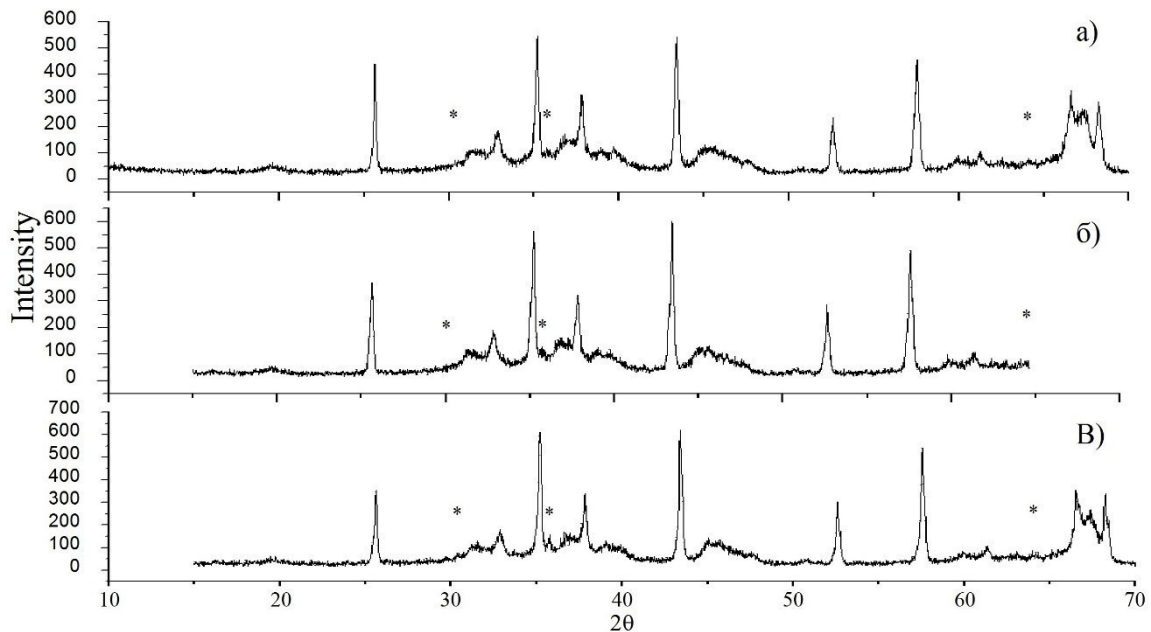


Рис. 2. Рентгенограммы для образцов состоящих из смеси компонентов ( $\text{LiFe}_5\text{O}_8 + \text{Al}_2\text{O}_3$ ) в различных весовых пропорциях: а) 1 вес.%, б) 1,5 вес.%, в) 2 вес.%. (\* фаза  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$ )

Расшифровка рентгенограмм, для всех исследованных образцов дает значения содержания пентаферрита лития на уровне погрешности метода измерения. Таким образом корректное определение  $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  возможно только при 2 и более вес. %.

Таким образом, исследование показало, что метод термомагнитометрического анализа позволяет определить ферритовую фазу не менее чем 0,5 вес. % в смеси с немагнитным компонентом для образцов с намагниченностью насыщения более 264.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках государственного задания в сфере научной деятельности.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Surzhikov A.P., Pritulov A.M., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., Malyshev A.V. Analysis of the phase composition and homogeneity of ferrite lithium-substituted powders by the thermomagnetometry method // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 2013 – Vol. 112. – P. 739–745.
2. Astafyev A.L., Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Neudahina N.A. Development of control method for ferrite phase composition using thermomagnetometric analysis // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2014. – Vol. 66. – Paper #012037.
3. Astafyev A.L., Lysenko E.N., Surzhikov A.P. Estimation of thermomagnetometry method sensitivity for magnetic phase determination // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering – 2016. – Vol. 110. – Paper #012090.