

3 Knight B. P., Pelosi F., Michaud G. F. et al. Clinical consequences of electrocardiographic artifact mimicking ventricular tachycardia // New England Journal of Medicine. 1999. N 341. P. 1270-1274.

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА ЛИТИЙ-ТИТАНОВЫХ ФЕРРИТОВ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДОВ ТЕРМИЧЕСКОГО И РФА АНАЛИЗОВ**

*Тойчбай Э., Астафьев А.Л.*

*Томский политехнический университет, г. Томск*

*Научный руководитель: Суржиков А.П., д. ф-м. н., заведующий кафедрой физических методов и проборов контроля качества*

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

Традиционным методом контроля гомогенности состава является метод рентгенофазового анализа (РФА). Однако в случае с литий-замещенными феррошпинелями, РФА в количественном плане и с точки зрения достоверности требует дополнительных операций уточнения, поскольку данный метод не позволяет разделять все возможные шпинельные фазы образование которых возможно в многокомпонентных системах  $\text{Li}_{0.5(1+x)}\text{Fe}_{2.5-1.5x}\text{Ti}_x\text{O}_4$  [1]. Таким образом, осуществить корректное разложение таких отражений практически невозможно.

По этой причине для анализа фазовых превращений при синтезе литий-замещенных ферритов возможно применение метода термомагнитометрии ТГ(М)/ДТГ(М), который представляет собой метод термогравиметрического анализа с приложенным на образцы магнитным полем [2]. Возможности метода ТГ(М)/ДТГ(М) продемонстрированы на примерах синтеза литиевого [3] и литий-цинкового [4] феррита, но возможность применения магнитометрического метода при исследовании синтеза литий-титановых ферритов широкого состава требует дополнительной проработки.

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

Исследованные литий-замещенные феррошпинели были изготовлены методом твердофазного синтеза по реакции:  $\text{Li}_2\text{CO}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2 \rightarrow \text{Li}_{0,5(1+x)}\text{Fe}_{2,5-1,5x}\text{Ti}_x\text{O}_4 + \text{CO}_2$ , где  $x = 0,4$ .

На этапе твердофазного синтеза образцы были разделены на две группы, одна часть образцов (группа А) обжигалась в течение 480 минут с включением операции помола через каждые 120 минут, вторая (группа Б), после компактирования обжигалась в течение 480 минут с единичной промежуточной операцией помола и перемешиванием.

После операции обжига образцы подвергались РФА и ТГ(М)/ДТГ(М) анализам. РФА анализ проводился на дифрактометре *ARL X'TRA*. Идентификация фаз проводилась с использованием порошковой базы данных *PDF-4* Международного центра дифракционных данных (ICDD), с использованием программного продукта *PowderCell 2.4*. Термогравиметрический анализ осуществлялся на термическом анализаторе *STA 449C Jupiter* фирмы *Netzsch* (Германия), с прикрепленной магнитной сборкой, из двух постоянных магнитов ( $H \sim 5 \text{ Э}$ ), для осуществления контроля над магнитным состоянием образцов.

Определение фазового состава проводилось с помощью математического моделирования с применением программного обеспечения *Peak Separation*, разработанного фирмой *Netzsch*.

На рисунке 1 представлены рентгеновские дифрактограммы для образцов А и Б. При анализе фазового состава образцов в программе *Powder Cell 2.4* включался широкий набор фаз литий-титановых ферритов  $x_{\text{Ti}}=0;0.2;0.4;0.6;0.8$ .

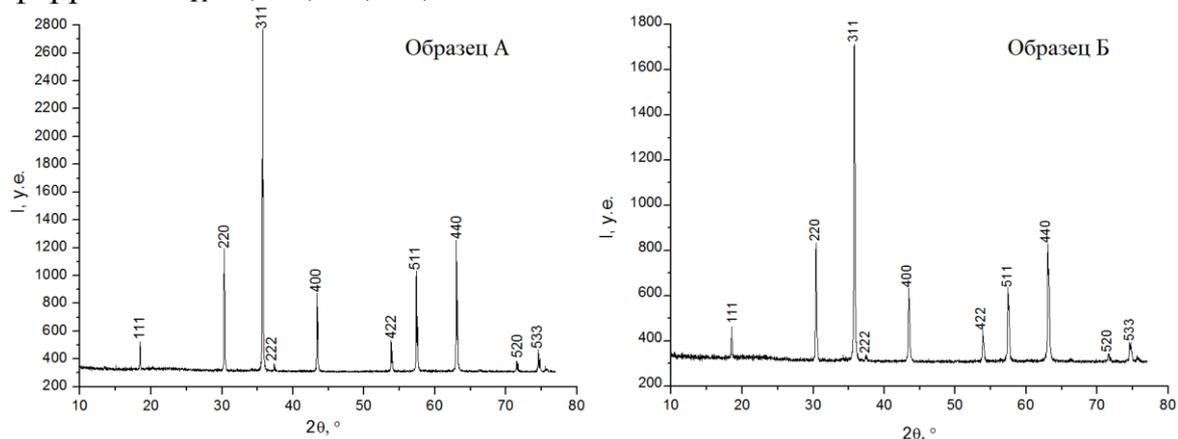


Рисунок 1 – Дифрактограммы для образцов  $\text{Li}_{0,6}\text{Fe}_{2,2}\text{Ti}_{0,2}\text{O}_4$  синтезированных при различных режимах

Результаты РФА анализа представлены в таблице 1 и показывают, что все наблюдаемые рефлексы принадлежат шпинельной фазе. Идентификация фаз показала существенное различие между образцами разных типов. Для группы А, РФА метод показал, полную гомогенность

состава, в то время как в образцах группы Б, необходимый состав получен не был.

Иной результат показал термомагнитометрический анализ, представленный на рисунке 2.

Таблица 1 Результат РФА анализа

Тип образца	Фазы	Концентрация фазы, %
А	$\text{Li}_{0.6}\text{Fe}_{2.2}\text{Ti}_{0.4}\text{O}_4$	100
Б	$\text{Li}_{0.65}\text{Fe}_{2.05}\text{Ti}_{0.3}\text{O}_4$	44.6
	$\text{Li}_{0.82}\text{Fe}_{1.56}\text{Ti}_{0.63}\text{O}_4$	46
	$\text{LiFe}_5\text{O}_8$	2.4

Таблица 2 Результат математического моделирования

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

На кривых ТГ(М) наблюдалось наличие весовых скачков при температурах переходов «ферромагнетик-парамагнетик» для каждой из присутствующих в образце магнитных фаз. Таким образом, количество пиков на кривых ДТГ(М), являющиеся производными кривых ТГ(М), характеризует количество доминирующих в образце магнитных фаз.

Численные значения, соответствующие каждому пику, определенному при моделировании, приведены в таблице 2. Как видно из таблицы 2, значения концентрации фазы колеблются в диапазоне от 0.1 до 0,34 %. Однако, у образцов группы А, наблюдается высокое содержание фаз с содержанием титана близкое к  $x_{\text{Ti}}=0.3$ . В тоже время, у образцов группы Б наблюдается большое содержание переходных фаз.

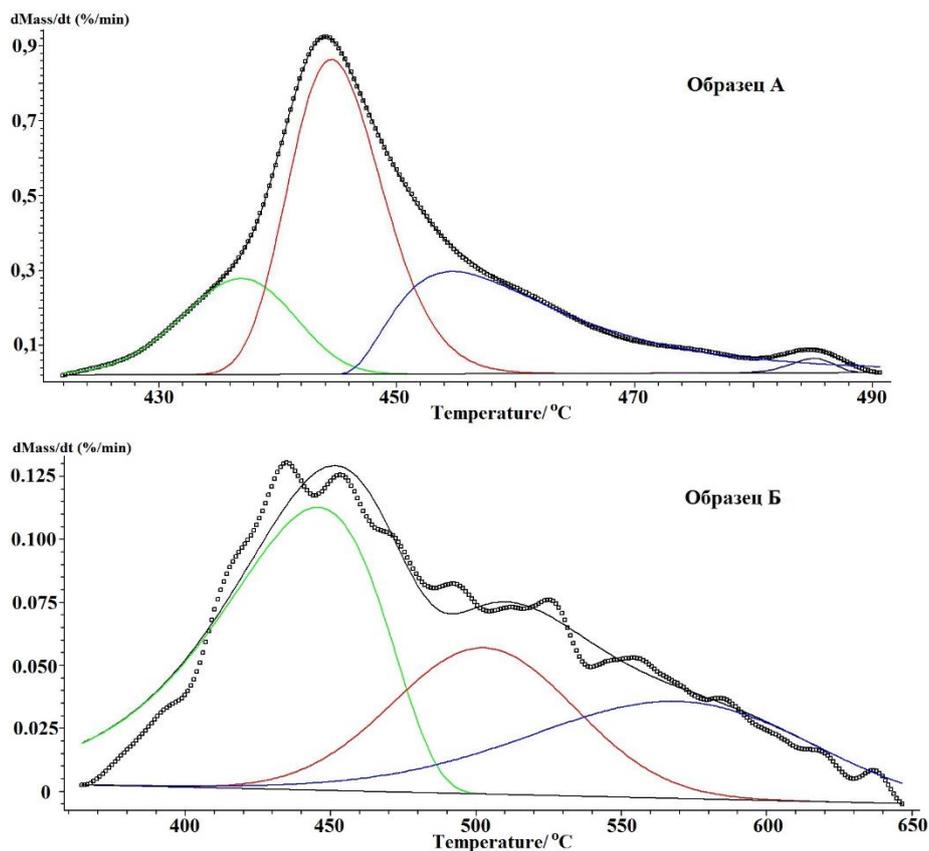


Рисунок 2 – Результат разложения кривой математическим моделированием: сплошная линия результат разложения экспериментальная кривая ДТГ(М), пунктир – экспериментальная кривая ДТГ(М)

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

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

## Список информационных источников

1. Левин Б.Е., Третьяков Ю.Д., Летюк Л.М. Физико-химические основы получения, свойства и применение ферритов. – М.: Металлургия, 1979. – 472 с.
2. Gallagher P.K. Thermomagnetometry. // J. Therm. Anal. Calorim. – 1997. – V.49. – № 1. С. 33–44.
3. Surzhikov A.P., Pritulov A.M., Lysenko E.N., Sokolovskiy A.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A. Calorimetric investigation of radiation-thermal synthesized lithium pentaferriite//J. Therm. Anal. Calorim. – 2010. – V.101. – № 1. –С. 11–13.
4. Surzhikov A.P., Lysenko E.N., Vasendina E.A. Sokolovskii A.N., Vlasov V.A., Pritulov A.M. Thermogravimetric investigation of the effect of annealing conditions on the soft ferrite phase homogeneity // J. Therm. Anal. Calorim. –2011. – V. 104. – №. 2. – P. 613–617.

## МАТЕМАТИЧЕСКАЯ КОРРЕКЦИЯ АПЕРТУРНЫХ ИСКАЖЕНИЙ ПРИ ПОЛУЧЕНИИ МАССИВОВ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ДАННЫХ

*Трофимчук С.А.*

*Томский политехнический университет*

*Научный руководитель: Капранов Б.И., д.т.н., ведущий эксперт кафедры физических методов и приборов контроля качества*

Компьютерная томография один из методов неразрушающего послойного исследования внутренней структуры объекта. Суть всех типов томографии одина: по суммарной информации, полученной от некоторого сечения (слоя) вещества, нужно определить локальную информацию, а именно, плотность вещества в сечении  $s(x, y)$ , где  $x, y$  – координаты в сечении, а затем по плотностям  $s_z(x, y)$  в ряде сечений, где  $z$  – координата, перпендикулярная сечению, получить (сконструировать) объемную плотность  $s(x, y, z)$ . В разных типах томографии суммарная информация качественно различна, например, в рентгеновской томографии это интенсивность на детекторах  $I(l, \theta)$  и математическим описанием этой информации служит интегральное уравнение Радона или Фредгольма. Также есть тенденция описать все виды томографии единым так называемым основным уравнением