

**ОЦЕНКА ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ТЕРМОМАГНИТОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАГНИТНОЙ ФАЗЫ**А.Л. Астафьев, Е.Н. Лысенко, Р.Н. Гамиров

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

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

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

E-mail: [astafyev@tpu.ru](mailto:astafyev@tpu.ru)**ESTIMATION OF THE THERMOMAGNETOMETRIC METHOD SENSITIVITY FOR MAGNETIC  
PHASE DETERMINATION**

A.L. Astafyev, E.N. Lysenko, R.N. Gamirov

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)

*In this article, the sensitivity of thermomagnetometric method for magnetic phase determination in a components mixture was estimated by thermogravimetric analysis in magnetic field of lithium-zinc ferrite and iron dioxide mixture with ferrite content of 2, 4, 6 and 100%. It was shown that the thermomagnetometric method allows to determine a ferrite magnetic phase which is not less than 2 mass % in analyzed mixture.*

Ферриты являются одним из ключевых элементов большинства современных электронных и радиотехнических устройств. При получении многокомпонентных ферритовых материалов большое внимание следует уделять фазовому составу продуктов синтеза.

Одним из наиболее распространенных методов контроля фазового состава является метод рентгенофазового анализа (РФА). Однако в случае литий-замещенных феррошпинелей, РФА требует дополнительных процедур уточнения полученных данных, поскольку на стадии синтеза возможно образования целого ряда феррошпинелей вида  $\text{Li}_{0.5(1-x)}\text{Zn}_x\text{Fe}_{2.5-0.5x}\text{O}_4$ , имеющих близкие параметры решетки [1]. Таким образом, невозможность корректного разложения рентгеновских отражений приводит к необходимости разработки дополнительного метода оценки фазового состава. Одним из таких методов является метод термомангнетометрического анализа ТГ/ДТГ, который представляет собой метод термогравиметрического анализа с приложенным на образцы магнитным полем [2]. Возможности метода ТГ/ДТГ оценки фазового состава ферритовых материалов продемонстрированы в ряде работ как на качественном [3], так и на количественном уровне [4]. Однако, для широкого использования данной методики на практике следует тщательно проработать граничные условия её применения. Таким образом, в настоящей работе предпринята попытка определить минимальную чувствительность термомангнетометрического метода определения магнитной фазы на примере литий-замещённой феррошпинели  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ .

**Методика эксперимента.** Исследованный литий-замещенный феррит изготавливался методом твердофазного синтеза по реакции  $\text{Li}_2\text{CO}_3 + 6\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{ZnO} \rightarrow 5\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{CO}_2$  на воздухе, в печи сопротивления при температуре 800 °С в течении 6 часов с включением промежуточных операций

## «ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

помола и измельчения через каждые 120 минут. Результат рентгенофазового анализа показал 100% наличие  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$  фазы после проведения синтеза. Затем литиевый феррит смешивали в агатовой ступке с порошком  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (немагнитная фаза) в различных весовых пропорциях таким образом, чтобы получились образцы с относительным весовым содержанием фазы  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$  равным 2, 4, 6 и 100%. Таким образом, образцы представляли собой смесь магнитной и немагнитной фаз  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  с различным весовым содержанием.

Исследуемые образцы подвергались ТГ/ДТГ анализу, проводимому на термическом анализаторе STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия) с прикрепленной магнитной сборкой для осуществления контроля над магнитным состоянием образцов. Нагрев образцов осуществлялся в корундовых тиглях на воздухе с линейной скоростью 50 °С/мин. Для обработки ТГ/ДТГ результатов использовали программу «Proteus Analysis» (Netzsch, Германия).

**Экспериментальные результаты и их обсуждение.** Как показано в работе [3], содержание ферритовой фазы можно определить по величине скачка в весовой зависимости при прохождении образцом температуры Кюри во внешнем магнитном поле (рис.1). В отсутствие магнитного поля весовых изменений не наблюдается (рис.1, ТГ пунктирная кривая). Если приложить внешнее магнитное поле, то на кривой ТГ появляется весовой скачок  $\Delta m$  (рис.1, ТГ сплошная кривая), обусловленный прекращением магнитного взаимодействия между ферритом и приложенным полем. По положению максимума деривативной ДТГ кривой в области скачка  $\Delta m$  можно определить температуру Кюри.

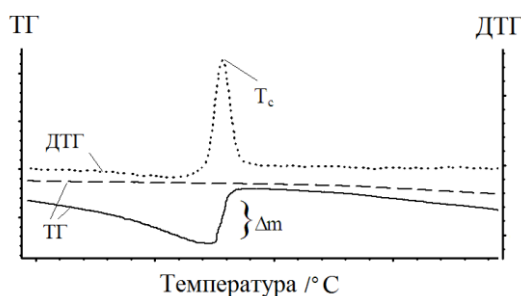


Рис.1. ТГ/ДТГ кривые для ферритового материала при нагреве в магнитном поле (сплошная кривая ТГ, точечная кривая ДТГ) и без наложения поля (пунктирная кривая ТГ).

На рисунке 2 представлены ТГ и ДТГ кривые для образцов  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  с различным содержанием литий-цинковой ферритовой фазы. Анализ кривых для чистого литиевого феррита (рис. 2а) показывает магнитный фазовый переход при температуре, соответствующей точке Кюри для  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$  [4]. При этом высота скачка на ТГ кривой максимальна и равна 0.324 %. (табл. 1). С уменьшением содержания магнитной фазы в смеси (рис. 2 б, в, г), наблюдается уменьшение высоты скачка ТГ кривой вплоть до 0.003% для смеси с 2% содержанием  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ . При этом отчетливо можно оценить положение, высоту и полуширину кривой ДТГ. И как показано в работе [4], полученные значения площадей пиков ДТГ можно сопоставить с количественным содержанием фаз в феррите.

Таким образом, результаты показали, что метод терромагнитометрического анализа позволяет определить ферритовую фазу с весовым содержанием, по крайней мере, не менее чем 2 %. Однако, данная работа требует продолжения в плане определения чувствительности терромагнитометрического метода определения фазового состава ферритов с различной намагниченностью.

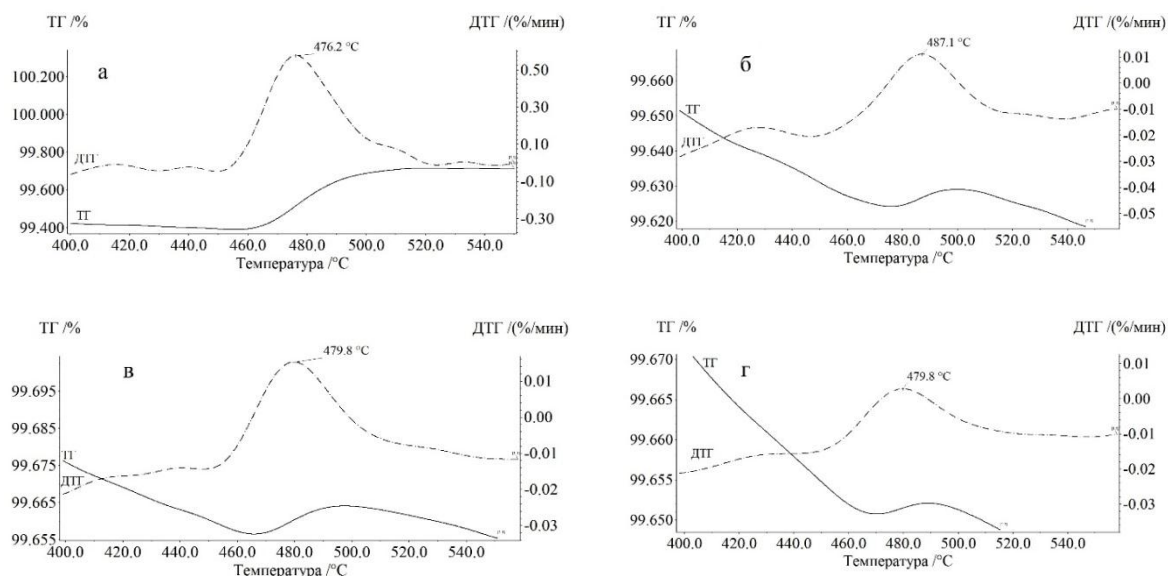


Рис. 2. ТГ/ДТГ зависимости для образцов  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4 + \text{Fe}_2\text{O}_3$  при различном содержании литий-цинковой фазы в смеси: а – 100 вес.%; б – 2 вес.%; в – 4 вес.%; г – 6 вес.%.

Таблица 1

Параметры магнитного фазового перехода для  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$

Содержание фазы $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ в смеси (%)	Весовой скачок, $\Delta m$ (%)	Температура Кюри, $T_c$ (°C)
100	0,324	476,2
6	0,01	486,4
4	0,01	478,3
2	0,003	486,4

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

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

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. // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. – 1997. – V.49. – № 1. – С. 33–44.
3. 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.
4. 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.