

# ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

## PHYSICAL CHARACTERISTICS AND THEIR STUDY

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2017. Т. 20, № 3. С. 220—234.

DOI: 10.17073/1609-3577-2017-3-220-234

УДК 621.318.1:548.73

### Особенности кристаллической структуры и текстуры изотропных и анизотропных поликристаллических гексагональных ферритов $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , полученных методом радиационно–термического спекания

© 2017 г. И. М. Исаев<sup>1</sup>, С. В. Щербаков<sup>2</sup>, В. Г. Костишин<sup>1,§</sup>, А. Г. Налогин<sup>2</sup>, В. В. Мокляк<sup>3</sup>,  
Б. К. Остафийчук<sup>4</sup>, А. А. Алексеев<sup>1,2</sup>, В. В. Коровушкин<sup>1</sup>, Е. А. Белоконов<sup>1,2</sup>,  
М. В. Калинин<sup>4</sup>, М. А. Михайленко<sup>5</sup>, М. В. Коробейников<sup>6</sup>, А. А. Брызгин<sup>6</sup>, Д. В. Салогуб<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,  
Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия*

<sup>2</sup> *АО «НПП «Исток им. Шокина»,  
Вокзальная ул., д. 2а, Фрязино, Московская область, 141190, Россия*

<sup>3</sup> *Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,  
бульвар акад. Вернадского, д. 36, Киев, 03680, Украина*

<sup>4</sup> *Прикарпатский национальный университет им. В. Стефаника,  
ул. Т. Шевченко, д. 57, Ивано–Франковск, 76025, Украина*

<sup>5</sup> *Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН  
ул. Кутателадзе, д. 18, Новосибирск, 630128, Россия*

<sup>6</sup> *Институт ядерной физики им. Будкера СО РАН,  
просп. Академика Лаврентьева, д. 11, Новосибирск, 630090, Россия*

**Аннотация.** Методами рентгеновской дифракции и рентгенофазового анализа изучена кристаллическая структура и текстура изотропных и анизотропных поликристаллических гексагональных ферритов (гексаферритов)  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , полученных методом радиационно–термического спекания (РТС). Сырые заготовки и изотропных, и анизотропных гексаферритов получены стандартным методом керамической технологии из одного сырья ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{BaCO}_3$  марки «ч.д.а.») и на одном и том же оборудовании. Различие состояло в том, что прессование анизотропных заготовок проведено в магнитном поле  $H = 10$  кЭ. Для спекания сырых заготовок использовали линейный электронный ускоритель ИЛУ–6 (энергия электронов  $E_e = 2,5$  МэВ) ИЯФ им. Г. И. Будкера СО РАН. Образцы спекали в воздушной атмосфере в течение 1 ч при температуре 1200, 1250, 1300 и 1350 °С. Впервые показано, что с помощью технологии РТС, используя сырые заготовки

Исаев Игорь Магомедович<sup>1</sup> — канд. техн. наук, доцент, проректор по безопасности и общим вопросам, e-mail: isa@mail.ru; Щербаков Сергей Владиленович<sup>2</sup> — канд. техн. наук, заместитель генерального директора — директор по научной работе; Костишин Владимир Григорьевич<sup>1,§</sup> — доктор физ.–мат. наук, профессор, заведующий кафедрой ТМЭ, e-mail: drvdkostishyn@mail.ru; Налогин Алексей Григорьевич<sup>2</sup> — канд. техн. наук, начальник НПК–9, e-mail: alexeinalogin@gmail.com; Мокляк Владимир Владимирович<sup>3</sup> — канд. физ.–мат. наук, профессор, зав. кафедрой, e-mail: kmnt@pu.if.ua; Алексеев Альберт Александрович<sup>1,2</sup> — начальник сектора 91, e-mail: aleksevalbert@bk.ru; Коровушкин Владимир Васильевич<sup>1</sup> — доктор геолог.–минерал. наук, профессор, e-mail: krvsch@mail.ru; Белоконов Евгений Анатольевич<sup>1,2</sup> — инженер второй категории, e-mail: amon.moment@gmail.com; Калинин Михаил Васильевич<sup>4</sup> — канд. физ.–мат. наук, старший научный сотрудник, e-mail: kmnt@pu.if.ua; Михайленко Михаил Александрович<sup>5</sup> — канд. хим. наук, старший научный сотрудник, e-mail: mikhailenkoma79@gmail.com; Коробейников Михаил Васильевич<sup>6</sup> — канд. техн. наук, старший научный сотрудник лаборатории 14, e-mail: M.V.Korobeynikov@inp.nsk.su; Брызгин Александр Альбертович<sup>6</sup> — канд. техн. наук, заведующий лабораторией 14, e-mail: A.A.Bryazgin@inp.nsk.su; Салогуб Дмитрий Владимирович<sup>1</sup> — магистр, e-mail: salogub.dmitry@yandex.ru

§ Автор для переписки

из ферритизированной шихты, можно получать высококачественные однофазные изотропные и анизотропные гексаферриты  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Приведены данные об особенностях кристаллической структуры и текстуры полученных гексаферритов. Впервые установлено, что для поликристаллических бариевых гексаферритов типа М зависимость параметра преобладающей ориентации кристаллической текстуры «pref.orient.o1» от степени магнитной текстуры  $f$  описывается выражением «pref.orient.o1» =  $-0,005f + 0,6886$ .

**Ключевые слова:** гексагональный поликристаллический феррит  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , изотропный и анизотропный гексаферрит, кристаллическая структура, кристаллическая текстура, магнитная текстура, параметр «pref.orient.o1», ферритизированная шихта, прессование в магнитном поле

**Введение**

Кристаллическая структура гексагональных ферритов (гексаферритов)  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  имеет решетку магнетоплюмбита  $\text{PbFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Впервые эта структура была изучена в работе [1]. Благодаря высоким значениям удельного сопротивления и магнитной проницаемости электромагнитного СВЧ-поля сложнозамещенные поликристаллические гексаферриты бария находят применение в производстве циркуляторов, вентилях, резонаторов, фильтров, фазовращателей с рабочим диапазоном 1—110 ГГц [2—11]. Особую перспективу из этого класса материалов представляют анизотропные (текстурированные) сложнозамещенные поликристаллические гексаферриты. Эти материалы относятся к так называемым магнитноодноосным и обладают высокими значениями полей магнитной анизотропии [4, 8—11]. Применение указанных материалов в ферритовых СВЧ-приборах резонансного типа позволяет уменьшить напряженность внешнего поля и, следовательно, габариты и вес магнитной системы [11].

На сегодняшний день наиболее широко применяемой промышленной технологией получения изотропных и анизотропных поликристаллических гексагональных ферритов является керамическая технология [9, 10, 12—17]. Основной недостаток этой технологии — высокие энергозатраты, высокая длительность технологического процесса, низкий процент выхода годных. Альтернативой классической керамической технологии в получении гексаферритов бария может стать технология радиационно-термического спекания (РТС) — технология спекания с помощью потоков быстрых электронов, продемонстрировавшая свои уникальные возможности при синтезе поликристаллических ферритов некоторых составов [18—41]. Преимущество РТС заключается в скорости и низкой инерционности разогрева материалов, отсутствии контакта нагреваемого тела и нагревателя, однородности нагрева материала по всему объему, а главное — в высокой энергоэффективности технологического процесса и его малой длительности [18—41]. Радиационно-термический метод продемонстрировал свои уникальные возможности при синтезе и спекании некоторых сложнооксидных соединений, портландцементных клинкеров, а также при вскрытии и обогащении минерального сырья. В области радиационно-термического

синтеза литиевых ферритов системные исследования выполнены в работах ученых Томского политехнического университета под руководством проф. А. П. Суржикова [18—29], в области РТС  $\text{MnZn}$ -,  $\text{Mg-Zn}$ - и  $\text{Ni-Zn}$ -ферритов — в работах кафедры Технологии материалов электроники НИТУ «МИСиС» под руководством проф. В. Г. Костишина [30—37, 40]. Детальные исследования радиационно-термической активации диффузии представлены в научных публикациях томских ученых. Несомненно, мировое первенство в изучении РТС-ферритов принадлежит томской научной школе (А. П. Суржиков, С. А. Гынгазов, А. М. Притулов, Ю. М. Анненков и других). Следует отметить, что в научной литературе имеется небольшое количество работ по изучению влияния РТС на свойства только гексаферритов типа W, причем эти работы не содержат комплексных исследований [42—44]. Наши поиски не обнаружили в научной печати публикаций с представлением результатов исследований по РТС как изотропных, так и анизотропных поликристаллических гексагональных ферритов типа М, за исключением публикаций авторов настоящей работы [38, 39, 41].

Цель работы — изучение возможности получения при использовании технологии РТС качественных изотропных и анизотропных гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  для постоянных магнитов и подложек микрополосковых приборов СВЧ-электроники.

**Образцы и методы исследования**

**Объекты исследований и их получение.** Объектами исследования являлись изотропные и анизотропные поликристаллические гексагональные ферриты бария, изготовленные методом РТС. Сырые заготовки поликристаллических гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  получали с использованием стандартной керамической технологии. Информация о каждой партии сырых образцов представлена в таблице.

**Информация о партиях сырых заготовок гексаферритов**

[Batch information of raw hexaferrite billets]

Название партии	Химический состав	Количество образцов, шт.	Примечание
ГБ-12А	$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	5	Анизотропные
ГБ-12И	$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	5	Изотропные

В качестве исходного сырья использовали: оксид железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  марки «ч.д.а» ТУ 6–09–5346–87 и барий углекислый  $\text{BaCO}_3$  марки «ч.д.а.» ГОСТ 4158–80. Карбонат бария при температуре выше  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  разлагается на оксид бария и углекислый газ  $\text{CO}_2$ .

Используемая технологическая схема получения методом РТС анизотропных гексаферритов для исследования представлена на рис. 1.

Смешивание исходных компонентов проводили в течение 24 ч в шаровой мельнице при соотношении шаров : шихты : воды = 2 : 1 : 1. По окончании операции смешивания шихту помещали в кювету из нержавеющей стали и ставили в сушильный шкаф, в котором выдерживали при температуре  $130\text{ }^\circ\text{C}$  до полного испарения влаги. После операции сушки шихту перетирали через сито и высыпали в кювету из никеля. Затем шихту помещали в силитовую электропечь и проводили ферритизацию. Температура ферритизации составляла  $1150\text{ }^\circ\text{C}$  для партий гексаферрита стронция (ГС) и  $1250\text{ }^\circ\text{C}$  для партий гексаферрита бария (ГБ). Изотермическая выдержка составляла 5 ч.

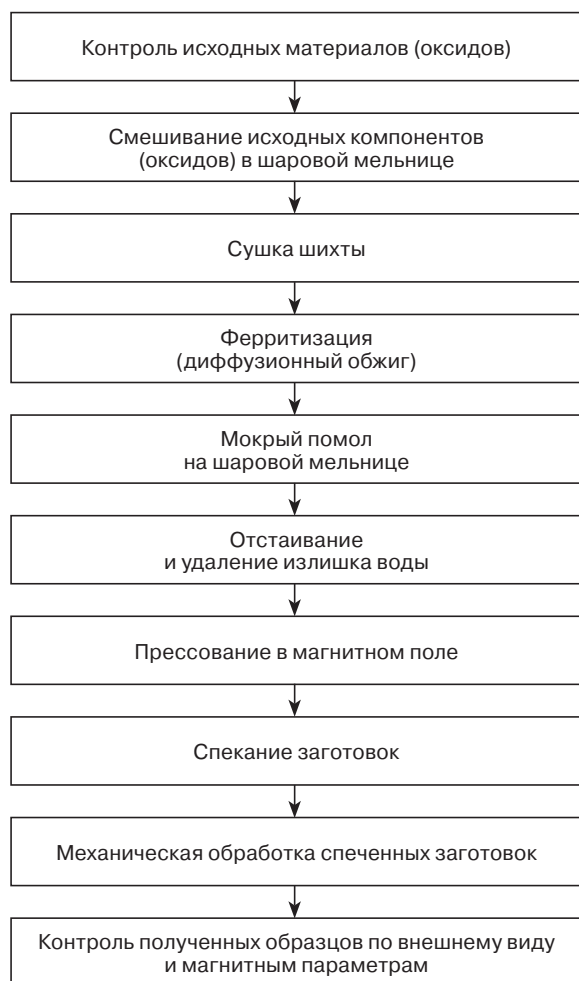


Рис. 1. Технологическая схема получения методом РТС анизотропных гексагональных поликристаллических ферритов

Fig. 1. Technological scheme of obtaining by the method of radiation–thermal sintering of anisotropic hexagonal polycrystalline ferrites

По окончании операции ферритизации проводили мокрый помол шихты в шаровой мельнице с таким же соотношением шаров, шихты и воды в течение 96 ч. Полученную в результате мокрого помола водную суспензию переливали в емкость и отстаивали в нормальных условиях 3 и более суток. После этого излишки воды удаляли, а полученную густую суспензию направляли на операцию прессования. Влажность суспензии перед проведением операции прессования составляла в пределах 30–35 %.

Получение прессовок гексаферрита осуществляли в пресс–форме с матрицей из латуни и с пуансонами из магнитомягкой стали. Конструкция пресс–формы позволяет создавать магнитное поле в зазоре между пуансонами, куда размещают подлежащую текстурированию суспензию. Нижний пуансон снабжен отверстиями для удаления воды через фетровый фильтр, расположенный на нем. Дополнительно пуансоны оснащены фильтрами из хлопчатобумажной бязи для исключения прилипания заготовок.

Магнитное поле создавали электромагнитом, состоящим из двух катушек, закрепленных на станине. Станина одновременно выполняет функцию магнитопровода. В верхнюю катушку входит плунжер пресса с укрепленным на нем наконечником. Форма наконечника способствует концентрации магнитного поля. В нижней катушке расположено основание для пресс–формы с отверстием для стока воды, оканчивающееся штуцером для крепления шланга, соединенного через ловушку с форвакуумным насосом.

Прессование анизотропных заготовок проводили в присутствии магнитного поля, приложенного вдоль направления прессования. Удаление излишка влаги из пресс–формы осуществляли форвакуумным насосом через каналы на нижнем пуансоне с фильтрующими элементами в течение 5 мин при включенном магнитном поле. Использовали оптимальное давление прессования, позволяющее получать плотные образцы без трещин и расслоений. Намагничивающее поле в процессе прессования составило 10 кЭ.

Прессование изотропных сырых заготовок гексаферритов бария проводили аналогичным образом (как и анизотропных): те же технологическая схема (см. рис. 1), режимы и оборудование, с той лишь разницей, что магнитное поле в процессе прессования не прикладывали.

Остаточная влажность отпрессованных заготовок составляла ~10 %.

Спрессованные заготовки сушили в естественных условиях не менее 2 сут, затем они поступали на спекание.

РТС сырых заготовок проводили с использованием быстрых электронов на линейном Ускорителе ИЛУ–6 для радиационных технологий на

энергию 2,5 МэВ в Институте ядерной физики им. Г. И. Буджера СО РАН. Для проведения спекания методом РТС в работе была специально разработана и изготовлена ячейка для РТС [45].

Методом РТС было спечено по 5 шт. сырых заготовок образцов анизотропного и изотропного гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  при температуре 1200, 1250, 1300 и 1350 °С. Скорость роста температуры при спекании составляла 50 К/мин, время спекания варьировали от 10 до 120 мин. Значения температуры РТС, скорости нагрева и времени были выбраны, исходя из литературных данных по спеканию бариевых гексаферритов по традиционной керамической технологии [2—4, 9—10, 12—17], а также, исходя из опыта коллектива авторов по спеканию ферритовой керамики.

**Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ объектов исследования.** Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ образцов проводили на рентгеновском дифрактометре ДРОН-8 (Россия, АО НПП «Буревестник», г. Санкт-Петербург).

Использовали  $\text{CoK}\alpha_1$ -излучение. Длина волны излучения  $\lambda = 0,178897$  нм. Фокусировку осуществляли по методу Брэгга—Брентано с двумя щелями Соллера. Измерения проводили при комнатной температуре.

Использовали программу расшифровки Powder Cell 2/4. Наиболее корректной расшифровка рентгеновских дифрактограмм получилась при применении модели наличия преобладающей ориентации March/Dollase [46], т. е. при допущении наличия кристаллической текстуры в образцах. Основной характеристикой текстуры в этом случае является параметр «pref.orient.o1» [46], который указывает на тип текстуры и характеризует относительную величину влияния текстуры на интенсивность соответствующих рефлексов. При этом возможны следующие варианты:

- «pref.orient.o1» > 1 — иголки ;
- «pref.orient.o1» < 1 — пластинки ;
- «pref.orient.o1» = 1 — полная разориентация, текстура отсутствует.

Для определения степени магнитной текстуры образец устанавливали на держатель плоскостью, перпендикулярной гексагональной оси, которая должна совпадать с направлением текстуры, и измеряли интенсивности базисной линии и линии сравнения.

Для гексаферритов бария наиболее удобными для исследования являются линии с индексами <008> и <107>, как наиболее интенсивные. Аналогичные измерения проводили и для изотропного образца того же состава. Степень текстуры определяли по формуле

$$f = (P - P_0)/(1 - P_0) \cdot 100 \%, \quad (1)$$

где  $P_0 = I_{008}^0/(I_{008}^0 + I_{107}^0)$ ;  $P = I_{008}/(I_{008} + I_{107})$ ;  $I_{008}^0$ ,  $I_{107}^0$ ,  $I_{008}$ ,  $I_{107}$  — интенсивности базисной линии и линии сравнения для нетекстурированного и текстурированного образцов, соответственно.

### Результаты и их обсуждение

**Изотропный гексаферрит  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ .** На рис. 2 и 3 представлены характерные рентгеновские дифрактограммы образцов изотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ-12И), полученных методом РТС в течение 1 ч при температуре спекания 1200 (см. рис. 2, а), 1250 (см. рис. 2, б), 1300 (см. рис. 3, а) и 1350 (см. рис. 3, б) °С.

Все образцы являются монофазными, для них характерна кристаллическая структура гексаферрита бария  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (ICSD #16157) [47]. Для всех образцов характерно наличие достаточно выраженной текстуры типа пластинчатых частичек со значением «pref.orient.o1» в пределах 0,66—0,74. Причем с увеличением температуры РТС плоскость среза пластин (по существу их поверхность) меняется из (107) в случае температур спекания 1200 и 1250 °С на (001) для температур спекания 1300 и 1350 °С. Изменение можно четко проследить на рентгенограммах соответствующих образцов по изменению соотношения интенсивностей рефлексов (107) и (008).

Анализ экспериментальных и расчетных данных показал, что степень магнитной текстуры изотропных гексаферритов при температуре РТС-спекания  $T = 1200\div 1250$  °С составляет порядка 3 %, при дальнейшем повышении температуры спекания она увеличивается до 4,9 % при 1300 °С, а при достижении температуры спекания 1350 °С степень текстуры уменьшается до 3,6 % (рис. 4).

Наличие незначительной магнитной текстуры в изотропных гексаферритах является известным фактом [48]. Такая текстура обусловлена чешуй-

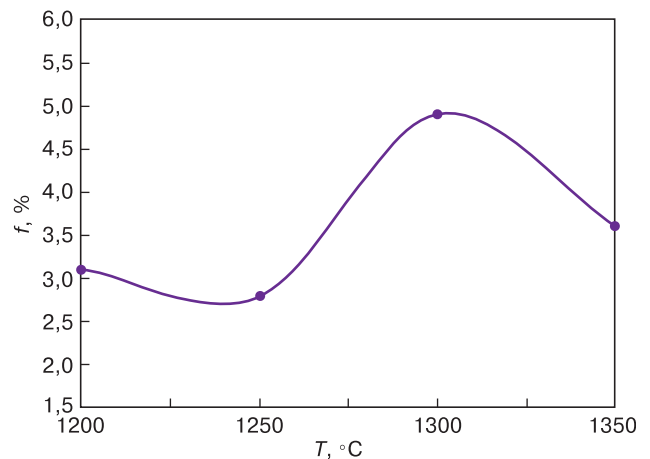


Рис. 4. Зависимость от температуры РТС степени магнитной текстуры  $f$  для образцов изотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ-12И)

Fig. 4. Radiation-thermal sintering temperature dependence of the degree of magnetic texture  $f$  for samples of isotropic  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  hexaferrite (batch GB-12I)

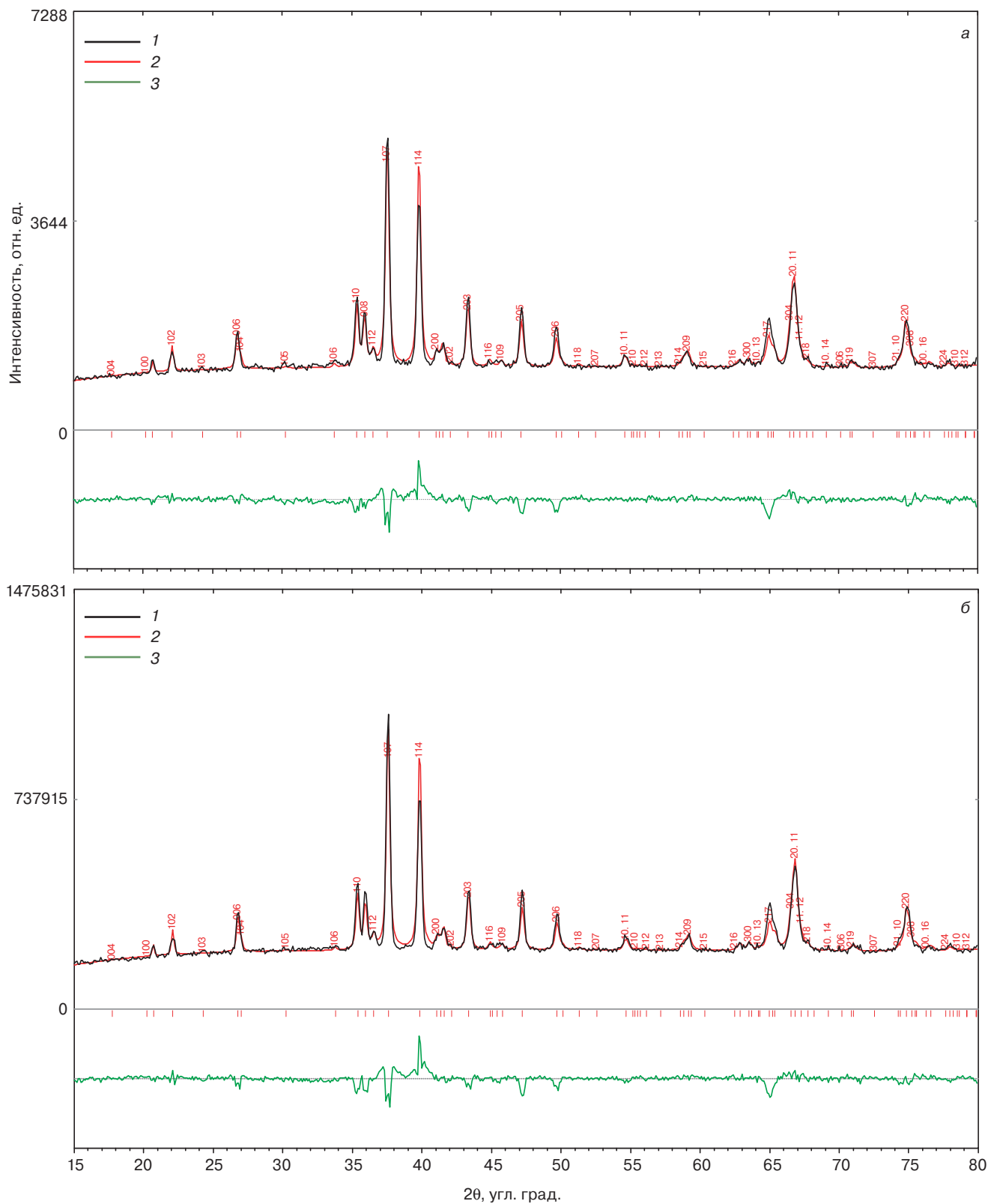


Рис. 2. Характерные рентгеновские дифрактограммы изотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ–12И), полученного методом РТС при температуре спекания 1200 (а) и 1250 (б) °С:  
 1 — эксперимент; 2 — модель; 3 — разностный спектр

Fig. 2. Typical X-ray diffraction patterns of isotropic hexaferrite  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (batch GB–12I) obtained by the radiation–thermal sintering method at a temperature of 1200 (a) and 1250 (b) °C:  
 (1) experiment; (2) model; (3) difference spectrum

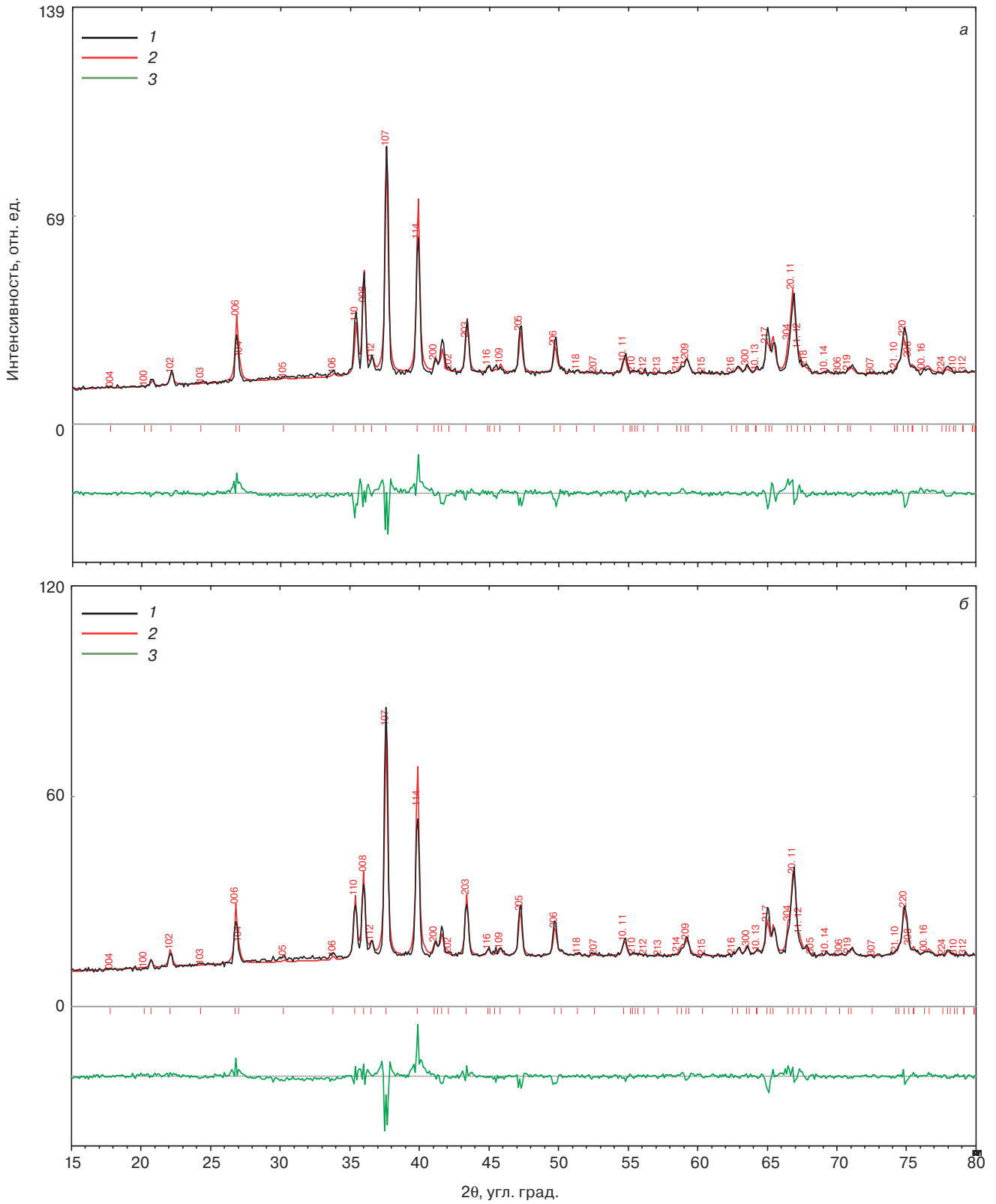


Рис. 3. Характерные рентгеновские дифрактограммы изотропного гексаферрита BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> (партия ГБ–12И), полученного методом РТС при температуре спекания 1300 (а) и 1350 (б) °С:  
 1 — эксперимент; 2 — модель; 3 — разностный спектр

Fig. 3. Typical X-ray diffraction patterns of isotropic hexaferrite BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> (batch GB–12I) obtained by the radiation–thermal sintering method at a temperature of 1300 (a) and 1350 (б) °C:  
 (1) experiment; (2) model; (3) difference spectrum

чатой формой частиц гексаферрита, образованных в процессе ферритизации. При прессовании сырой заготовки изотропного гексаферрита, несмотря на отсутствие магнитного поля, частицы гексаферрита ориентируются плоскостью чешуйки поперек оси прессования. В результате образуется магнитная текстура, степень которой увеличивается при спекании [48].

На рис. 5 представлена зависимость параметров решетки ( $a$  и  $c$ ) и области когерентного рассеяния (ОКР) изотропных гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ–12И) от температуры РТС. Как видно из рис. 5, параметр решетки  $a$  вначале увеличивается (при температуре  $T > 1250$  °С), а по достижении температуры 1300 °С — уменьшается. Параметр решетки

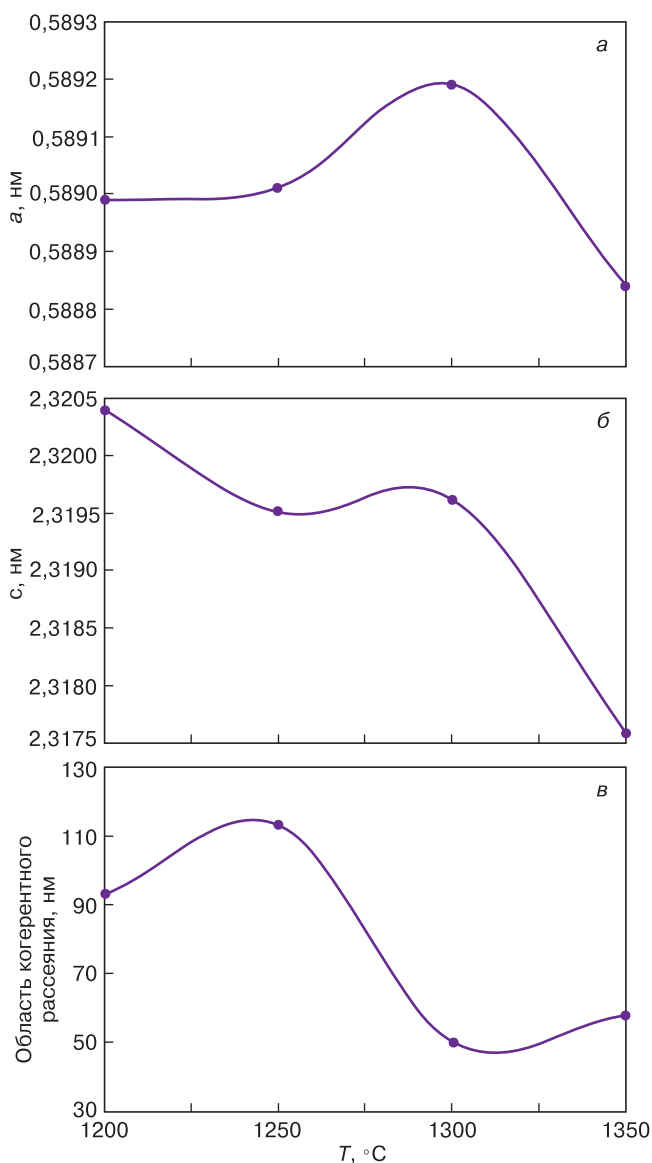


Рис. 5. Зависимости от температуры РТС параметров решетки  $a$  (а) и  $c$  (б) и ОКР (в) для образцов изотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ–12И)

Fig. 5. Temperature dependences of the radiation–thermal sintering of the lattice parameters  $a$  (a) and  $c$  (б) and the coherent scattering region (в) for samples of isotropic  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  hexaferrite (batch GB–12I)

с показывает тенденцию сильного уменьшения с ростом температуры РТС. Тенденцию менее яркого уменьшения с ростом температуры демонстрирует ОКР.

**Анизотропный гексаферрит  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ .** На рис. 6 и 7 представлены рентгеновские дифрактограммы образцов анизотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ–12А), полученных методом РТС при температуре спекания 1200, 1250, 1300 и 1350 °С.

Все образцы являются монофазными, для них характерна кристаллическая структура гексаферрита бария  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (ICSD #16157) [47]. Для всех образцов партии ГБ–12А наблюдается четко выраженная кристаллическая текстура типа пластинчатых частиц с плоскостью среза (001). Для системы образцов этой партии при увеличении температуры РТС наблюдается что-то наподобие фазового перехода при переходе от температур спекания 1200–1250 °С к температурам 1300–1350 °С: резкое уменьшение параметра «pref.orient.o1» от 0,38–0,40 до значений 0,26–0,28, сопровождающееся удлинением кристаллической решетки вдоль направления [001] и уменьшением ребра гексагона.

Следует отметить, что при обработке рентгенограм образцов, полученных при температурах РТС 1200 и 1250 °С применяли кривые типа Лоренца. Для корректного описания высокоинтенсивных рефлексов семейства (001) профиль линии пришлось поменять из Лоренцевского на типа псевдо–Войта (смесь Лоренца и Гаусса). Кроме того, для образцов партии ГБ–12А, полученных при температурах РТС 1300 и 1350 °С, обнаружен пик между 45° и 46°, идентифицировать который не удалось. Различные варианты обработки этого пика позволили заключить, что это не дополнительная фаза, а один из рефлексов деформированной структуры гексаферрита.

По данным рентгенограмм и расчетов в соответствии с формулой (1), степень магнитной текстуры  $f$  анизотропных гексаферритов (партия ГБ–12А) при температуре РТС 1200 °С составляет порядка 55 %, при дальнейшем повышении температуры спекания она увеличивается, достигая 91,3 % при 1350 °С (рис. 8). Следует отметить, что рост  $f$  с увеличением температуры спекания характерен и для классического термического спекания анизотропных гексаферритов. Данный факт объясняется интенсификацией процессов рекристаллизации с повышением температуры спекания: мелкие и «плохо» ориентированные кристаллиты поглощаются лучше ориентированными и большими по размеру кристаллитами.

На рис. 9 представлены зависимости параметров решетки ( $a$  и  $c$ ) и размеры ОКР анизотропных гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ–12А) от температуры РТС–спекания. Как видно из рис. 9, параметр решетки  $a$  не меняется при  $T = 1250$  °С (по отношению к его значению при  $T = 1200$  °С), при температуре  $T > 1250$  °С уменьшается, а по достиже-

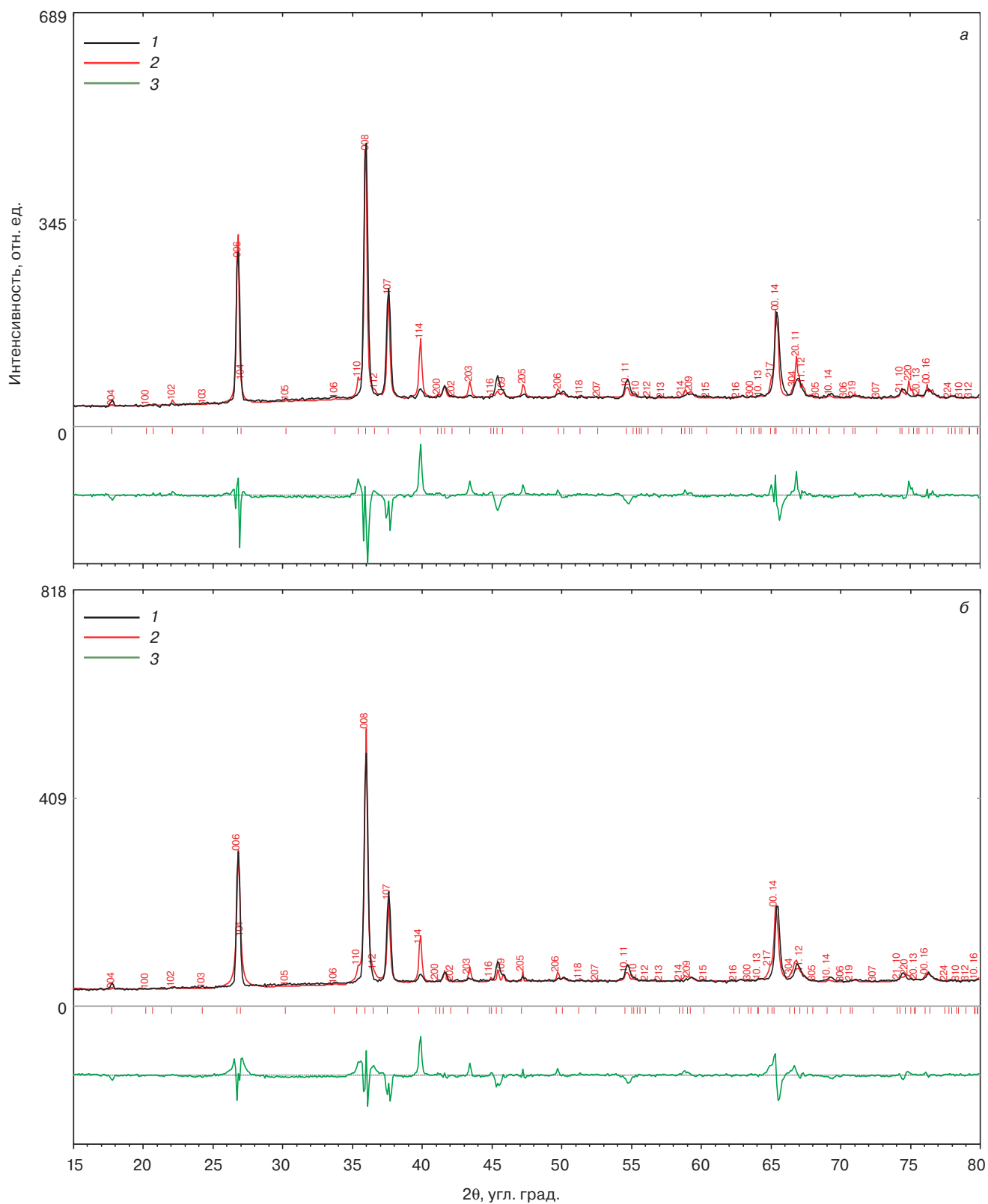


Рис. 6. Характерные рентгеновские дифрактограммы анизотропного гексаферрита BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> (партия ГБ–12А), полученного методом РТС при температуре спекания 1200 (а) и 1250 (б) °С: 1 — эксперимент; 2 — модель; 3 — разностный спектр

Fig. 6. Typical X-ray diffraction patterns of anisotropic hexaferrite BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> (batch GB–12A) obtained by the radiation–thermal sintering method at a sintering temperature of 1200 (a) and 1250 (b) °C: (1) experiment; (2) model; (3) difference spectrum



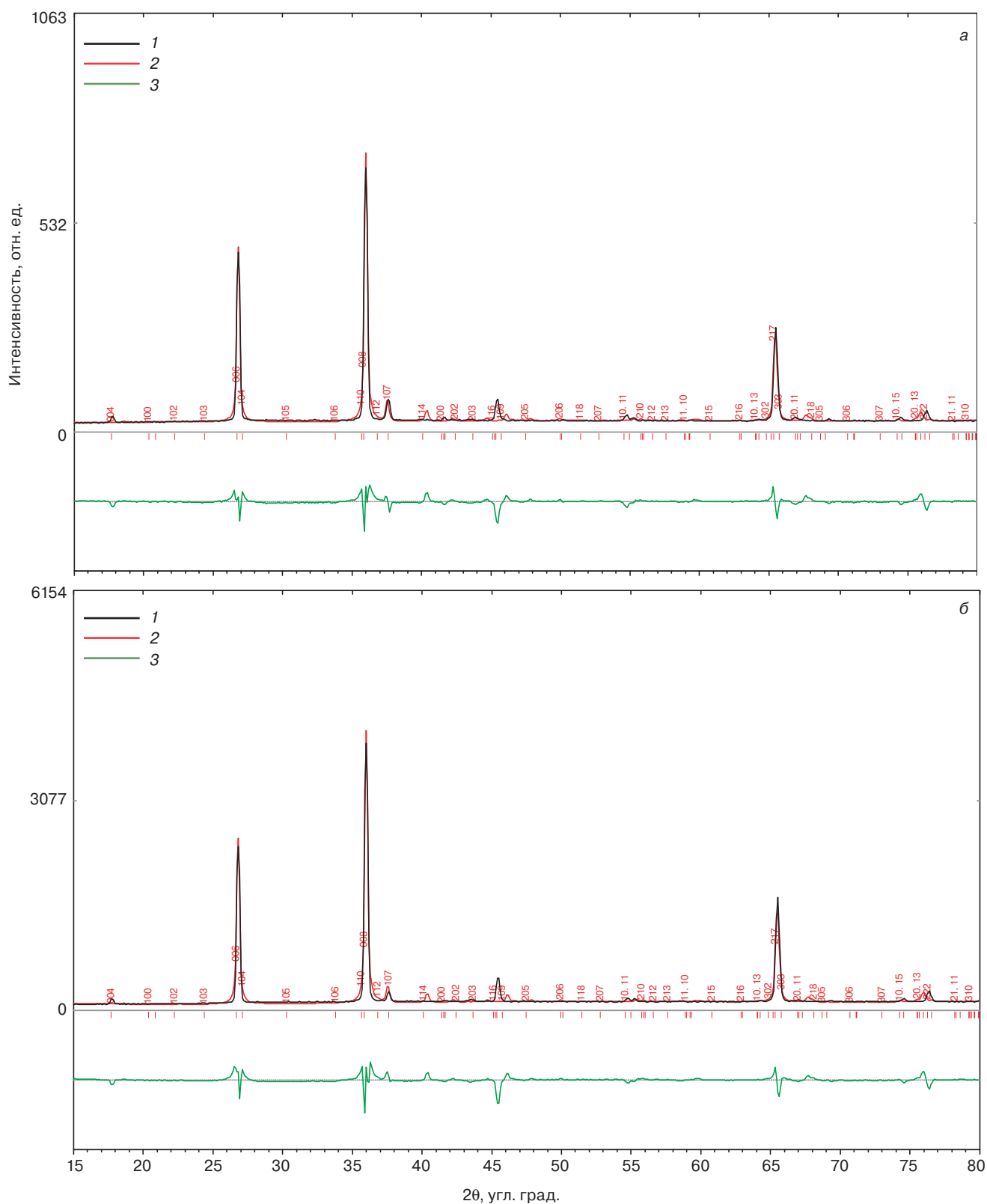


Рис. 7. Характерные рентгеновские дифрактограммы анизотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (партия ГБ–12А), полученного методом РТС при температуре спекания 1300 (а) и 1350 (б) °С:  
1 — эксперимент; 2 — модель; 3 — разностный спектр

Fig. 7. Typical X-ray diffraction patterns of anisotropic hexaferrite  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (batch GB–12A) obtained by the Radiation–thermal sintering method at a sintering temperature of 1300 (a) and 1350 (b) °C:  
(1) experiment; (2) model; (3) difference spectrum

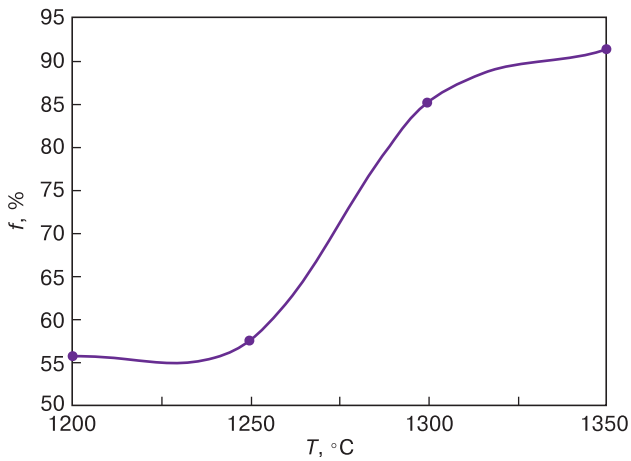
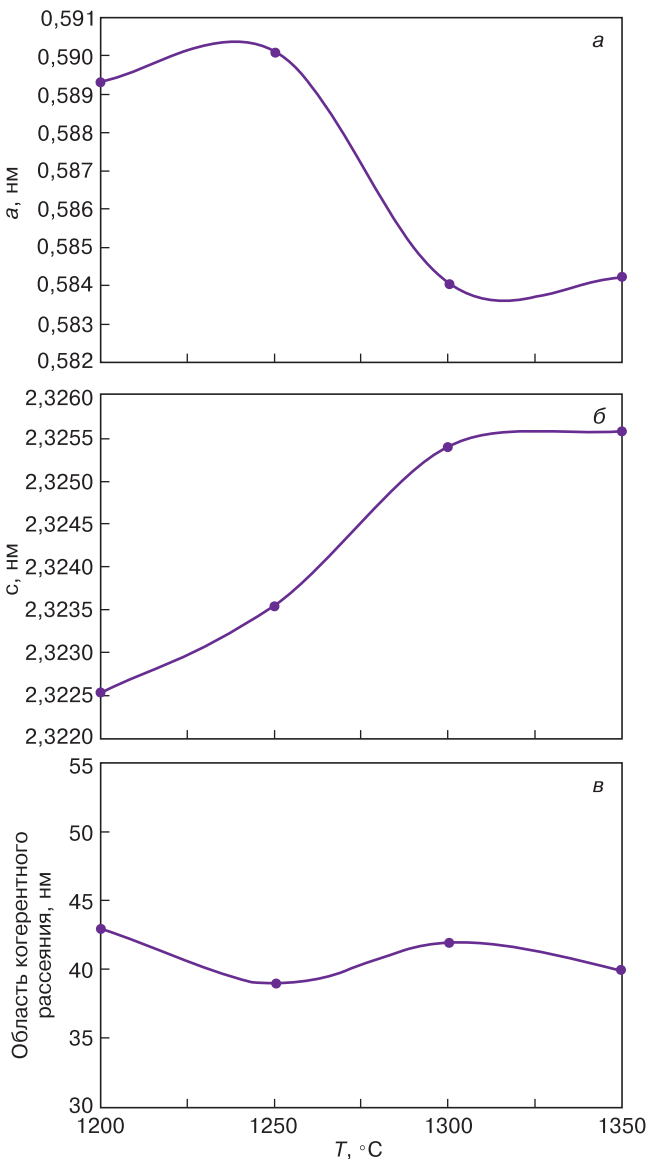


Рис. 8. Зависимость от температуры РТС степени текстуры  $f$  для образцов анизотропного гексаферрита  $BaFe_{12}O_{19}$  (партия ГБ–12А)

Fig. 8. Temperature dependence of the radiation–thermal sintering degree of texture  $f$  for samples of anisotropic hexaferrite  $BaFe_{12}O_{19}$  (batch GB–12A)



нии температуры 1300 °С и затем 1350 °С не претерпевает дальнейших изменений. Параметр решетки с интенсивно растет с увеличением температуры РТС, достигая при  $T = 1300$  °С значения  $c = 2,32540$  нм. Дальнейший рост  $T$  до 1350 °С увеличивает его лишь до  $c = 2,32558$  нм.

Зафиксированные изменения параметров решетки  $a$  и  $c$  анизотропных гексаферритов партии ГБ–12А с увеличением температуры РТС указывают на удлинение кристаллической решетки вдоль направления [001] и уменьшение ребра гексагона.

Изменений размера ОКР с ростом температуры РТС анизотропных гексаферритов партии ГБ–12А обнаружено не было.

Представленные выше результаты, а также результаты работы [46] говорят в пользу того, что между значением параметра кристаллической текстуры «pref.orient.o1» и степенью магнитной текстуры  $f$  гексаферритов существует тесная связь. Учитывая тот факт, что исследованные в настоящей работе гексаферриты (изотропные и анизотропные) обладают широким спектром значений степени магнитной текстуры, была поставлена задача установить, по–возможности, для поликристаллических гексагональных бариевых ферритов математическую зависимость параметра кристаллической текстуры «pref.orient.o1» от степени магнитной текстуры.

Анализ значений параметра «pref.orient.o1» всех исследованных в работе образцов и его сопоставление со значениями степени магнитной текстуры

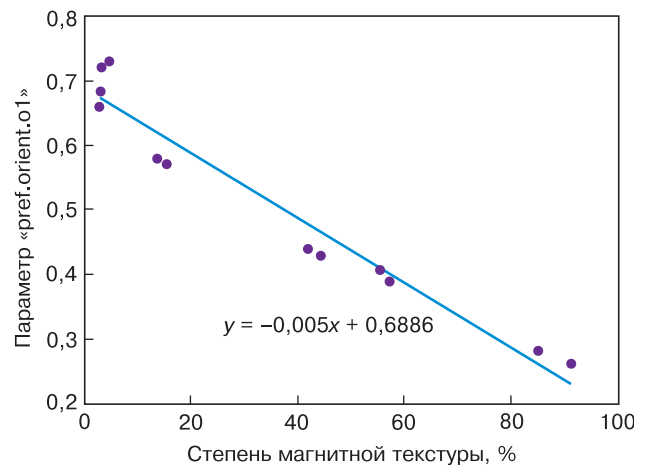


Рис. 10. Зависимость параметра преобладающей ориентации кристаллической текстуры «pref.orient.o1» от степени магнитной текстуры  $f$  поликристаллических гексагональных бариевых ферритов

Fig. 10. The dependence of the parameter of the predominant orientation of the crystalline texture «pref.orient.o1» on the degree of magnetic texture  $f$  of polycrystalline hexagonal barium ferrites

Рис. 9. Зависимости от температуры РТС параметров решетки  $a$  и  $c$  и размера ОКР для образцов анизотропного гексаферрита  $BaFe_{12}O_{19}$  (партия ГБ–12А)

Fig. 9. Temperature dependences of the radiation–thermal sintering of the lattice parameters  $a$  and  $c$  and the size of the coherent scattering region for anisotropic  $BaFe_{12}O_{19}$  hexaferrite samples (batch GB–12A)

этих же образцов позволил обнаружить, что такая зависимость представляет прямую линию (рис. 10).

Математическое выражение для прямой линии, описывающей указанную зависимость можно описать как

$$\langle \text{pref.orient.01} \rangle = -0,005f + 0,6886, \quad (2)$$

где  $f$  — степень текстуры, %.

### Заключение

Впервые показано, что с помощью технологии РТС, используя сырые заготовки из ферритизированной шихты, можно получать высококачественные изотропные и анизотропные гексаферриты  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Методами рентгенодифракционной спектроскопии и рентгенофазового анализа изучены особенности кристаллической структуры и текстуры изотропных и анизотропных поликристаллических гексагональных бариевых ферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , полученных методом РТС при температурах 1200, 1250, 1300 и 1350 °С.

Во всех образцах полученных и исследованных двух партий поликристаллических гексагональных ферритов, не обнаружено иных фаз, кроме гексаферрита. Все образцы являются монофазными, для них характерна кристаллическая структура гексаферрита бария  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  (ICSD #16157).

Для изотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  характерно наличие достаточно выраженной кристаллической текстуры типа пластинчатых частичек со значением  $\langle \text{pref.orient.01} \rangle$  в пределах 0,66—0,74. Причем с увеличением температуры РТС плоскость среза пластин меняется из (107) в случае температур спекания 1200 и 1250 °С на (001) для температур спекания 1300 и 1350 °С.

Несмотря на отсутствие магнитного поля в процессе прессования все образцы изотропного гексаферрита  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  обладают незначительной магнитной текстурой 3,0—4,9 %. Такая текстура обусловлена чешуйчатой формой частиц гексаферрита, образованных в процессе ферритизации.

Для анизотропных гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  при увеличении температуры РТС от 1200—1250 °С до 1300—1350 °С наблюдается эффект наподобие фазового перехода: резкое уменьшение параметра  $\langle \text{pref.orient.01} \rangle$  от 0,38—0,40 до значений 0,26—0,28, сопровождающееся удлинением кристаллической решетки вдоль направления [001] и уменьшением ребра гексагона. Указанный эффект следует связывать с интенсивным формированием магнитной текстуры при температурах 1300 и 1350 °С.

Для анизотропных гексаферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ , полученных при температурах РТС 1300 и 1350 °С, обнаружен пик между 45° и 46°, идентифицировать который не удалось. Указанный пик является од-

ним из рефлексов деформированной структуры гексаферрита.

Впервые для поликристаллических гексагональных бариевых ферритов типа М получена зависимость параметра преобладающей ориентации кристаллической текстуры  $\langle \text{pref.orient.01} \rangle$  от степени магнитной текстуры.

### Библиографический список

- Adelsköld V. X-ray studies on magneto-plumbite,  $\text{PbO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$  and other substances resembling «beta-alumina»,  $\text{Na}_2\text{O} \cdot 11\text{Al}_2\text{O}_3$  // Arkiv för kemi. Mineralogi och Geologi. 1938. V. 12A, N 29. P. 1—9.
- Özgür Ü., Alivov Y., Morkoç H. Microwave ferrites, part 1: fundamental properties // J. Materials Science: Materials in Electronics. 2009. V. 20, Iss. 9. P. 789—834. DOI: 10.1007/s10854-009-9923-2
- Harris V.G. Modern microwave ferrites // IEEE Trans. Mag. 2012. V. 48, Iss. 3. P. 1075—1104. DOI: 10.1109/TMAG.2011.2180732
- Лакс Б., Баттон К. Сверхвысокочастотные ферриты и ферримангнетики. М.: Мир, 1965. 676 с.
- Щербаков С. В. Развитие СВЧ-электроники в рамках реализации государственных программ / Электроника и микроэлектроника СВЧ. Сб. статей VI Всероссийской конференции. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. С. 15—23.
- Щербаков С. В. Развитие СВЧ-электроники в России // Материалы научно-технической конференции «СВЧ-электроника-2016». Фрязино, 2016.
- Устинов А., Кочемасов В., Хасьянова Е. Ферритовые материалы для устройств СВЧ-Электроники. Основные критерии выбора // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2015. № 8. С. 86—92. URL: [http://www.electronics.ru/files/article\\_pdf/4/article\\_4907\\_795.pdf](http://www.electronics.ru/files/article_pdf/4/article_4907_795.pdf)
- Харинская М. Микроволновые ферритовые материалы. Ну как без них СВЧ-приборам обойтись! // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2000. № 1. С. 24—27. URL: [http://www.electronics.ru/files/article\\_pdf/1/article\\_1518\\_892.pdf](http://www.electronics.ru/files/article_pdf/1/article_1518_892.pdf)
- Летюк Л. М., Костишин В. Г., Гончар А. В. Технология ферритовых материалов магнитоэлектроники. М.: МИСиС, 2005. 352 с.
- Анциферов В. Н., Летюк Л. М., Андреев В. Г., Гончар А. В., Дубров А. Н., Костишин В. Г., Майоров В. Р., Сатин А. И. Проблемы порошкового материаловедения. Ч. V. Технология производства порошковых ферритовых материалов: учебник для студентов вузов. Екатеринбург: УрО РАН, 2005. 408 с.
- Яковлев Ю. М., Генделев С. Ш. Монокристаллы ферритов в радиоэлектронике. М.: Сов. радио, 1975. 360 с.
- Kostishyn V. G., Korovushkin V. V., Chitanov D. N., Korablev Yu. M. Obtaining and properties of hexaferrite  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  for high-coercivity permanent magnets and substrates microstrip microwave devices of mm-range // J. Nano- Electron. Phys. 2015. V. 7, N 4. P. 04057-1—04057-47. URJ: [http://nbuv.gov.ua/UJRN/jnep\\_2015\\_7\\_4\\_59](http://nbuv.gov.ua/UJRN/jnep_2015_7_4_59)
- Andreev V. G., Kostishyn V. G., Ursulyak N. D., Nalagin A. G., Kudashov A. A. Influence of modes shredding of source components by processes to synthesis and activity of powder sintering hexaferrite // J. Nano- Electron. Phys. 2015. V. 7, N 4. P. 04070. URL: [https://jnep.sumdu.edu.ua/download/numbers/2015/4/articles/jnep\\_2015\\_V7\\_04070.pdf](https://jnep.sumdu.edu.ua/download/numbers/2015/4/articles/jnep_2015_V7_04070.pdf)
- Kostishyn V. G., Panina L. V., Timofeev A. V., Kozhitov L. V., Kovalev A. N., Zyuzin A. K. Dual ferroic properties of hexagonal ferrite ceramics  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  and  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  // J. Mag. Mater. 2016. V. 400. P. 327—332. DOI: 10.1016/j.jmmm.2015.09.011
- Kostishyn V. G., Panina L. V., Kozhitov L. V., Timofeev A. V., Kovalev A. N. Synthesis and multiferroic properties of M-type  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  hexaferrite ceramics // J. Alloys Compd. 2015. V. 645. P. 297—300. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.05.024
- Trukhanov A. V., Trukhanov S. V., Kostishyn V. G., Panina L. V., Korovushkin V. V., Turchenko V. A., Vinnik D. A., Yakovchenko E. S., Zagorodnii V. V., Launetz V. L., Oliynyk V. V., Zubar T. I.,

- Tishkevich D. I., Trukhanova E. L. Correlation of the atomic structure, magnetic properties and microwave characteristics in substituted hexagonal ferrites // *J. Mag. Mag. Mater.* 2018. V. 462. P. 127—135. DOI: 10.1016/j.jmmm.2018.05.006
17. Trukhanov A. V., Kostishyn V. G., Panina L. V., Korovushkin V. V., Turchenko V. A., Thakur P., Thakur A., Yang Y., Vinnik D. A., Yakovenko E. S., Matzui L. Yu., Trukhanova E. L., Trukhanov S. V. Control of electromagnetic properties in substituted M-type hexagonal ferrites // *J. Alloys Compd.* 2018. V. 754. P. 247—256. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.04.150
18. Гальцева О. В. Твердофазный синтез литиевых ферритов в пучке ускоренных электронов: дис. ... канд. техн. наук. Томск, 2009. 160 с.
19. Васендина Е. А. Радиационно-термический синтез легированных литиевых ферритов в пучке ускоренных электронов: дис. ... канд. техн. наук. Томск, 2011. 169 с.
20. Гынгазов С. А. Радиационно-термическая активация диффузионного массопереноса в оксидной керамике: дис. ... д-ра техн. наук. Томск, 2011. 217 с.
21. Лысенко Е. Н. Радиационно-термическая активация диффузии кислорода в поликристаллических литий-титановых ферритах: дис. ... канд. физ.-мат. наук. Томск, 2003. 170 с.
22. Лысенко Е. Н., Васендина Е. А., Власов В. А., Соколовский А. Н., Кондратьев А. А., Гальцева О. В. Намагниченность порошковой смеси  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{—Fe}_2\text{O}_3\text{—ZnO}$ , ферритизованной в пучке ускоренных электронов // *Известия вузов. Физика.* 2011. Т. 54, № 1—3. С. 71—74. URL: <https://www.lib.tpu.ru/fulltext/v/Conferences/2011/K03/314.pdf>
23. Усманов Р. У. Формирование структуры и магнитных свойств поликристаллических литий-титановых ферритов при радиационно-термическом воздействии: дис. ... канд. физ.-мат. наук. Томск, 2005. 159 с.
24. Шабардин Р. С. Разработка технологии радиационно-термического спекания литий-титановой ферритовой керамики: дис. ... канд. техн. наук. Томск, 2004. 162 с.
25. 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 pentaferrite // *J. Therm. Anal. Calorim.* 2010. V. 101, Iss. 1. P. 11—13. DOI: 10.1007/s10973-010-0788-7
26. Surzhikov A. P., Pritulov A. M., Usmanov R. U., Galtseva O. V. Synthesis of lithium orthoferrite in the beam of accelerated electrons // *Proc. Conf. «Chaos and Structures in Nonlinear Systems. Theory and Experiment».* Astana (Kazakhstan): ENU, 2006. P. 198—200.
27. Суржигов А. П., Притулов А. М., Гальцева О. В., Усманов Р. У., Малышев А. В., Безуглов В. В. Влияние степени компактирования реагентов на твердофазный синтез пентаферрита лития в пучке ускоренных электронов // В сб.: *Радиационная физика твердого тела.* М.: ГНУ НИИ МПТ, 2007. С. 475—478.
28. Суржигов А. П., Притулов А. М., Гальцева О. В., Усманов Р. У., Соколовский А. Н., Власов В. А. Формально-кинетический анализ твердофазного синтеза пентаферрита лития в пучке ускоренных электронов // В сб.: *Радиационная физика твердого тела.* М.: НИИ МИТ, 2008. С. 365—371.
29. Суржигов А. П. Радиационно-термическое спекание ферритовой керамики: автореф. дис. ... д-ра физ.-мат. наук. Благовещенск, 1993. 36 с.
30. Костишин В. Г., Андреев В. Г., Канева И. И., Панина Л. В., Читанов Д. Н., Юданов Н. А., Комлев А. С., Николаев А. Н. Получение методом радиационно-термического спекания MgZn-ферритов с уровнем свойств NiZn-феррита марки 600НН // *Известия Юго-Западного государственного университета.* 2013. № 5. С. 228—235.
31. Костишин В. Г., Коровушкин В. В., Панина Л. В., Комлев А. В., Юданов Н. А., Адамцов А. Ю., Николаев А. Н., Андреев В. Г. Структура и свойства MnZn-ферритовой керамики, полученной методом радиационно-термического спекания // *Известия Юго-Западного государственного университета.* Серия: Техника и технологии. 2013. № 2. С. 53—59.
32. Костишин В. Г., Кожитов Л. В., Коровушкин В. В., Андреев В. Г., Читанов Д. Н., Юданов Н. А., Морченко А. Т., Комлев А. С., Адамцов А. Ю., Николаев А. Н. Получение магнитомягких ферритов марки 2000НН методом радиационно-термического спекания из предварительно ферритизированной шихты и из шихты без ферритизации // *Известия Юго-Западного государственного университета.* Серия: Физика и химия. 2013. № 2. С. 8—18.
33. Костишин В. Г., Андреев В. Г., Коровушкин В. В., Читанов Д. Н., Юданов Н. А., Морченко А. Т., Комлев А. С., Адамцов А. Ю., Николаев А. Н. Получение ферритовой керамики марки 2000НН методом радиационно-термического спекания по полной и короткой технологической схемам // *Неорганические материалы.* 2014. Т. 50, № 12. С. 1387—1392. DOI: 10.7868/S0002337X14110086
34. Костишин В. Г., Андреев В. Г., Панина Л. В., Читанов Д. Н., Юданов Н. А., Комлев А. С., Николаев А. Н. Получение магнитомягкой Mg-Zn-ферритовой керамики с уровнем свойств Ni-Zn-феррита марки 600НН методом радиационно-термического спекания // *Неорганические материалы.* 2014. Т. 50, № 11. С. 1266—1271. DOI: 10.7868/S0002337X14110074
35. Костишин В. Г., Коровушкин В. В., Панина Л. В., Андреев В. Г., Комлев А. С., Юданов Н. А., Адамцов А. Ю., Николаев А. Н. Магнитная структура и свойства MnZn-ферритов, полученных методом радиационно-термического спекания // *Неорганические материалы.* 2014. Т. 50, № 12. С. 1352—1356. DOI: 10.7868/S0002337X14120112
36. Kiselev B. G., Kostishin V. G., Komlev A. S., Lomonosova N. V. Substantiation of economic advantages of technology of radiation-thermal agglomeration of ferrite ceramics // *Tsvetnyye Metally.* 2015. V. 2015, Iss. 4. P. 7—11. DOI: 10.17580/tsm.2015.04.01
37. Kostishyn V. G., Komlev A. S., Korobeynikov M. V., Bryazgin A. A., Shvedunov V. I., Timofeev A. V., Mikhailenko M. A. Effect of a temperature mode of radiation-thermal sintering the structure and magnetic properties of Mn-Zn-ferrites // *J. Nano-Electron. Phys.* 2015. V. 7, N 4. P. 04044(4pp). URL: <http://essuir.sumdu.edu.ua/handle/123456789/43251>
38. Kostishyn V., Isaev I., Scherbakov S., Nalagin A., Belokon E., Bryazgin A. Obtaining anisotropic hexaferrites for the base layers of microstrip SHF devices by the radiation-thermal sintering // *Eastern-European Journal of Enterprise Technologies.* 2016. V. 5, N 8. P. 32—39.
39. Исаев И. М. Радиационно-термическое спекание в пучке быстрых электронов поликристаллических гексагональных ферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  и  $\text{BaFe}_{12-x}(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Ti}, \text{Mn})_x\text{O}_{19}$  для постоянных магнитов и подложек микрополосковых приборов СВЧ-электроники: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2017. 31 с.
40. Комлев А. С. Радиационно-термическое спекание в пучке быстрых электронов поликристаллических феррошпинелей: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2018. 22 с.
41. Костишин В. Г., Исаев И. М., Комлев А. С., Тимофеев А. В., Щербakov С. В. и др. Особенности кристаллической структуры и фазового состава анизотропных гексагональных ферритов  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  и  $\text{BaFe}_{9,5}\text{Al}_{2,5}\text{O}_{19}$ , полученных методом радиационно-термического спекания // *Материалы XXIV Международной конференции «Электромагнитное поле и материалы (фундаментальные физические исследования)».* М., 2016. С. 409—424.
42. Найден Е. П., Минин Р. В., Игин В. И., Журавлев В. А. Влияние радиационно-термической обработки на фазовый состав и структурные параметры СВС-продукта на основе гексаферрита W-типа // *Известия вузов. Физика.* 2013. Т. 56, № 6. С. 63—68.
43. Zhuravlev V. A., Naiden E. P., Minin R. V., Itin V. I., Suslyayev V. I., Korovin E. Yu. Radiation-thermal synthesis of W-type hexaferrites // *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2015. V. 81. P. 012003. DOI: 10.1088/1757-899X/81/1/012003
44. Naiden E. P., Zhuravlev V. A., Minin R. V., Suslyayev V. I., Itin V. I., Korovin E. Yu. Structural and magnetic properties of SHS-produced multiphase W-type hexaferrites: Influence of radiation-thermal treatment // *Int. J. Self-Propag. High-Temp. Synth.* 2015. V. 24, Iss. 3. P. 148—151. DOI: 10.3103/S1061386215030073
45. Комлев А. С., Исаев И. М., Костишин В. Г., Читанов Д. Н., Тимофеев А. В. Ячейка для радиационно-термического спекания

ния. НОУ–ХАУ. Зарегистрировано в депозитарии ноу–хау НИТУ «МИСиС» № 81–219–2016 ОИС от 29 декабря 2016 г.

46. Toraya H., Marumo F. Preferred orientation correction in powder patten–fitting // Mineralogical Journal. 1981. V. 10, N 5. P. 211–221.

47. База данных для полностью идентифицированных неорганических кристаллических структур. URL: <https://icsd.fiz-karlsruhe.de/search/>

48. Канева И. И., Костишин В. Г., Андреев В. Г., Читанов Д. Н., Николаев А. Н., Кислякова Е. И. Получение гексаферрита бария с повышенными изотропными свойствами // Известия вузов. Материалы электрон. техники. 2014. Т. 17, № 3. С. 183–188. DOI: 10.17073/1609-3577-2014-3-183-188

*Работа выполнена частично при финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках соглашения о предоставлении субсидии № 14.575.21.0030 от 27 июня 2014 г. (RFMEFI57514X0030).*

*Статья поступила в редакцию 23 октября 2017 г.*

*Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoi tekhniki = Materials of Electronics Engineering. 2017, vol. 20, no. 3, pp. 220–234. DOI: 10.17073/1609-3577-2017-3-220-234*

## Features of crystal structure and texture of isotropic and anisotropic polycrystalline hexagonal ferrites BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>, obtained by the method of radiation-thermal sintering

I. M. Isaev<sup>1</sup>, S. V. Shcherbakov<sup>2</sup>, V. G. Kostishyn<sup>1,§</sup>, A. G. Nalogin<sup>2</sup>,  
V. V. Mokljak<sup>3</sup>, B. K. Ostafijchuk<sup>4</sup>, A. A. Alekseev<sup>1,2</sup>, V. V. Korovushkin<sup>1</sup>, E. A. Belokon<sup>1,2</sup>,  
M. V. Kalinjuk<sup>4</sup>, M. A. Mihaylenko<sup>5</sup>, M. V. Korobeynikov<sup>6</sup>, A. A. Bryazgin<sup>6</sup>, D. V. Salogub<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *National University of Science and Technology MISiS,  
4 Leninsky Prospekt, Moscow 119049, Russia*

<sup>2</sup> *JSC “RPC “Istok” named after Shokin”,  
2a Vokzalnaya Str., Fryazino, Moscow Region 141190, Russia*

<sup>3</sup> *G. V. Kurdyumov Institute for Metal Physics of the N.A.S. of Ukraine,  
36 Boulevard Acad. Vernadsky, Kiev 03680, Ukraine*

<sup>4</sup> *Vasyl Stefanyk Precarpathian National University,  
57 T. Shevchenko Str., Ivano-Frankivsk, 76025, Ukraine*

<sup>5</sup> *Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of SB RAS,  
18 Kutateladze Str., 630128 Novosibirsk, Russia*

<sup>6</sup> *Budker Institute of Nuclear Physics of Siberian Branch Russian Academy of Sciences,  
11 Acad. Lavrentieva Prospekt, Novosibirsk 630090, Russia*

**Abstract.** In this work the crystal structure and texture of isotropic and anisotropic polycrystalline hexagonal ferrites BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> obtained by the method of radiation–thermal sintering was studied using X–ray diffraction and X–ray phase analysis. Crude blanks of both isotropic and anisotropic hexaferrites were obtained by the standard method of ceramic technology from one raw material (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and BaCO<sub>3</sub> of the “analytical grade” brand) and on the same equipment with the only difference that the pressing of anisotropic blanks was carried out in magnetic field H = 10 kOe. For sintering raw billets a linear electron accelerator ILU–6 (electron energy E<sub>e</sub> = 2.5 MeV) INP them. G.I. Budker SB RAS was used. Samples were sintered in air for one hour at 1200 °C, 1250 °C, 1300 °C, and 1350 °C.

It is shown for the first time that using the RTS technology, using raw blanks from ferritized charge, could be obtained high–

### Information about authors:

**Igor M. Isaev<sup>1</sup>:** Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Vice–Rector for Security and General Affairs (isa@mail.ru); **Sergey V. Shcherbakov<sup>2</sup>:** Cand. Sci. (Eng.), Deputy General Director – Director for Research; **Vladimir G. Kostishyn<sup>1,§</sup>:** Dr. Sci. (Phys.–Math.), Professor, Head of the Department of Technology for Electronic Materials (drvkostishyn@mail.ru); **Aleksey G. Nalogin<sup>2</sup>:** Cand. Sci. (Eng.), Head of NPK–9 (alex-einalogin@gmail.com); **Vladimir V. Mokljak<sup>3</sup>:** Cand. Sci. (Phys.–Math.), Senior Researcher (mvvmcv@mail.ru); **Bogdan K. Ostafijchuk<sup>4</sup>:** Dr. Sci. (Phys.–Math.), Professor, Head of Department (kmnt@pu.if.ua); **Albert A. Alekseev<sup>1,2</sup>:** Head of Sector 91 (alekseevalbert@bk.ru); **Vladimir V. Korovushkin<sup>1</sup>:** Dr. Sci. (Geol.–Mineral.), Professor (krvsch@mail.ru); **Evgeny A. Belokon<sup>1,2</sup>:** Engineer of the Second Category (amon.moment@gmail.com); **Mihail V. Kalinjuk<sup>4</sup>:** Cand. Sci. (Phys.–Math.), Senior Researcher, (kmnt@pu.if.ua); **Mihail A. Mihaylenko<sup>5</sup>:** Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher (mikhailenkoma79@gmail.com); **Mihail V. Korobeynikov<sup>6</sup>:** Cand. Sci. (Eng.), Senior Researcher, Laboratory 14, (M.V.Korobeynikov@inp.nsk.su); **Aleksandr A. Bryazgin<sup>6</sup>:** Cand. Sci. (Eng.), Head of Laboratory 14, e–mail: A.A.Bryazgin@inp.nsk.su; **Dmitriy V. Salogub<sup>1</sup>:** Magister (salogub.dmitry@yandex.ru)

§ Corresponding author

quality single-phase isotropic and anisotropic hexaferrites BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>. The data on the features of the crystal structure and texture of the obtained objects of research are given.

It was first shown that for polycrystalline hexagonal barium ferrites of type M, the dependence of the «pref.orient.o1» predominant orientation of the crystal texture parameter on the degree of magnetic texture f is described by the expression «pref.orient.o1» = -0.005f + 0.6886.

**Keywords:** hexagonal polycrystalline ferrite BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>, isotropic hexaferrite, anisotropic hexaferrite, crystal structure, crystal texture, magnetic texture, texture degree, parameter «pref.orient.o1», ferritized charge, pressing in a magnetic field

References

1. Adelsköld V. X-ray studies on magneto-plumbite, PbO·6Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and other substances resembling «beta-alumina», Na<sub>2</sub>O·11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Arkiv för kemi. Mineralogi och Geologi*, 1938, vol. 12A, no. 29, pp. 1—9.
2. Özgür Ü., Alivov Y., Morkoç H. Microwave ferrites, part 1: fundamental properties. *J. Materials Science: Materials in Electronics*, 2009, vol. 20, no. 9, pp. 789—834. DOI: 10.1007/s10854-009-9923-2
3. Harris V. G. Modern microwave ferrites. *IEEE Trans. Mag.*, 2012, vol. 48, no. 3, pp. 1075—1104. DOI: 10.1109/TMAG.2011.2180732
4. Lax B., Button K. J. *Sverkhvysokochastotnye ferrity i ferrimagnitiki* [Microwave ferrites and ferrimagnetics]. Moscow: Mir, 1965, 676 p.
5. Shcherbakov S. V. The development of microwave electronics in the framework of the implementation of state programs. *Materialy VI-i Vserossiiskoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii «Elektronika i mikroelektronika SVCh» = Proceedings of the VI<sup>th</sup> All-Russian Scientific-Technical Conference «Electronics and Microelectronics of Microwave»*. St. Petersburg: SPbGETU «LETI», 2017, pp. 15—23. (In Russ.)
6. Shcherbakov S. V. The development of microwave electronics in Russia. *Materialy nauchno-tekhnicheskoi konferentsii «SVCh-elektronika-2016» = Materials of the scientific and technical conference «Microwave Electronics-2016»*. Fryazino, 2016. (In Russ.)
7. Ustinov A., Kochemasov V., Khasyanova E. Ferrite materials for microwave electronics. selection prime criterions. *Electronics: Science, Technology, Business*, 2015, no. 8, pp. 86—92. (In Russ.). URL: [http://www.electronics.ru/files/article\\_pdf/4/article\\_4907\\_795.pdf](http://www.electronics.ru/files/article_pdf/4/article_4907_795.pdf)
8. Harinskaya M. Microwave ferrite materials. Well how can microwave devices do without them? *Electronics: Science, Technology, Business*, 2000, no. 1, pp. 24—27. (In Russ.). URL: [http://www.electronics.ru/files/article\\_pdf/1/article\\_1518\\_892.pdf](http://www.electronics.ru/files/article_pdf/1/article_1518_892.pdf)
9. Letyuk L. M., Kostishin V. G., Gonchar A. V. *Tekhnologiya ferritovykh materialov magnitoelektroniki* [Technology of ferrite materials of magnetoelectronics]. Moscow: MISiS, 2005, 352 p. (In Russ.)
10. Antsiferov V. N., Letyuk L. M., Andreev V. G., Gonchar A. V., Dubrov A. N., Kostishyn V. G., Satin A. I. *Problemy poroshkovogo materialovedeniya. Chast' V. Tekhnologiya proizvodstva poroshkovykh ferritovykh materialov* [Problems of powder materials. Part V. The technology of production of powdered ferrite materials]. Ekaterinburg: Uro RAN, 2005. 408 p. (In Russ.)
11. Yakovlev Yu. M., Gendelev S. Sh. *Monokrystally ferritov v radioelektronike* [Single crystals of ferrites in radio electronics]. Moscow: Sovetskoe radio, 1975, 360 p. (In Russ.)
12. Kostishyn V. G., Korovushkin V. V., Chitanov D. N., Korablev Yu. M. Obtaining and properties of hexaferrite BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> for high-coercivity permanent magnets and substrates microstrip microwave devices of mm-range. *J. Nano-Electron. Phys.*, 2015, vol. 7, no. 4, pp. 04057—1—04057—47. URJ: [http://nbuv.gov.ua/UJRN/jnep\\_2015\\_7\\_4\\_59](http://nbuv.gov.ua/UJRN/jnep_2015_7_4_59)
13. Andreev V. G., Kostishyn V. G., Ursulyak N. D., Nalagin A. G., Kudashov A. A. Influence of modes shredding of source components by processes to synthesis and activity of powder sintering hexaferrite. *J. Nano-Electron. Phys.*, 2015, vol. 7, no. 4, p. 04070. URL: [https://jnep.sumdu.edu.ua/download/numbers/2015/4/articles/jnep\\_2015\\_V7\\_04070.pdf](https://jnep.sumdu.edu.ua/download/numbers/2015/4/articles/jnep_2015_V7_04070.pdf)
14. Kostishyn V. G., Panina L. V., Timofeev A. V., Kozhitov L. V., Kovalev A. N., Zyuzin A. K. Dual ferroic properties of hexagonal ferrite ceramics BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> and SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub>. *J. Mag. Mater.*, 2016, vol. 400, pp. 327—332. DOI: 10.1016/j.jmmm.2015.09.011
15. Kostishyn V. G., Panina L. V., Kozhitov L. V., Timofeev A. V., Kovalev A. N. Synthesis and multiferroic properties

- of M-type SrFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> hexaferrite ceramics. *J. Alloys Compd.*, 2015, vol. 645, pp. 297—300. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.05.024
16. Trukhanov A. V., Trukhanov S. V., Kostishyn V. G., Panina L. V., Korovushkin V. V., Turchenko V. A., Vinnik D. A., Yakovenko E. S., Zagorodnii V. V., Launetz V. L., Olynyk V. V., Zubar T. I., Tishkevich D. I., Trukhanova E. L. Correlation of the atomic structure, magnetic properties and microwave characteristics in substituted hexagonal ferrites. *J. Mag. Mater.*, 2018, vol. 462, pp. 127—135. DOI: 10.1016/j.jmmm.2018.05.006
17. Trukhanov A. V., Kostishyn V. G., Panina L. V., Korovushkin V. V., Turchenko V. A., Thakur P., Thakur A., Yang Y., Vinnik D. A., Yakovenko E. S., Matzui L. Yu., Trukhanova E. L., Trukhanov S. V. Control of electromagnetic properties in substituted M-type hexagonal ferrites. *J. Alloys Compd.*, 2018, vol. 754, pp. 247—256. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.04.150
18. Galtseva O. V. Solid-phase synthesis of lithium ferrites in a beam of accelerated electrons: Diss. Cand. Sci. (Eng). Tomsk, 2009, 160 p. (In Russ.)
19. Vasendina E. A. Radiation-thermal synthesis of doped lithium ferrites in an accelerated electron beam: Diss. ... Cand. Sci. (Eng). Tomsk, 2011, 169 p. (In Russ.)
20. Gyngazov S. A. Radiation-enhanced thermal activation of diffusion processes in oxide ceramics: Diss. ... Dr. Sci. (Eng). Tomsk, 2011, 217 p. (In Russ.)
21. Lysenko E. N. Radiation-thermal activation of oxygen diffusion in polycrystalline lithium-titanium ferrites: Diss. ... Cand. Sci. (Phys.-Math.). Tomsk, 2003, 170 p.
22. Lysenko E. N., Vasendina E. A., Vlasov V. A., Sokolovsky A. N., Kondratyuk A. A., Galtseva O. V. Magnetization of the Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>—Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>—ZnO powder mixture ferritized in a beam of accelerated electrons. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedenii. Fizika*, 2011, vol. 54, no. 1—3, pp. 71—74. (In Russ.). URL: <https://www.lib.tpu.ru/fulltext/v/Conferences/2011/K03/314.pdf>
23. Usmanov R. U. Formation of the structure and magnetic properties of polycrystalline lithium-titanium ferrites under radiation-thermal exposure: Diss. ... Cand. Sci. (Phys.-Math.). Tomsk, 2005, 159 p. (In Russ.)
24. Shabardin R. S. Development of the technology of radiation-thermal sintering of lithium-titanium ferrite ceramics: Diss. ... Cand. Sci. (Eng). Tomsk, 2004, 162 p. (In Russ.)
25. 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, vol. 101, no. 1, pp. 11—13. DOI: 10.1007/s10973-010-0788-7
26. Surzhikov A. P., Pritulov A. M., Usmanov R. U., Galtseva O. V. Synthesis of lithium orthoferrite in the beam of accelerated electrons. *Proc. Conf. «Chaos and Structures in Nonlinear Systems. Theory and Experiment»*. Astana (Kazakhstan): ENU, 2006, pp. 198—200.
27. Surzhikov A. P., Pritulov A. M., Galtseva O. V., Usmanov R. U., Malyshev A. V., Bezuglov V. V. Effect of the degree of compaction of reagents on the solid-phase synthesis of lithium pentaferriite in a beam of accelerated electrons. *V sbornike: Radiatsionnaya fizika tverdogo tela = In Proc.: Radiation Physics of Solids*. Moscow: GNU NII MPT, 2007, pp. 475—478. (In Russ.)
28. Surzhikov A. P., Pritulov A. M., Galtseva O. V., Usmanov R. U., Sokolovsky A. N., Vlasov V. A. Formal kinetic analysis of solid-phase synthesis of lithium pentaferriite in a beam of accelerated electrons. *V sbornike: Radiatsionnaya fizika tverdogo tela = In Proc.: Radiation Physics of Solids*. Moscow: GNU NII MPT, 2008, pp. 365—371. (In Russ.)
29. Surzhikov A. P. Radiation-thermal sintering of ferrite ceramics: Summary Diss. ... Dr. Sci. (Phys.-Math.). Blagoveshchensk, 1993, 36 p. (In Russ.)
30. Kostishin V. G., Andreyev V. G., Kaneva I. I., Panina L. V., Chitanov D. N., Yudanov N. A., Komlev A. S., Nikolaev A. N. Re-

ceiving by the method of radiation and thermal agglomeration of Mg–Zn–ferrite with level of Ni–Zn–ferrite properties of brand 600HH. *Proc. Southwest State University*, 2013, no. 5, pp. 228–235. (In Russ.)

31. Kostishin V. G., Korovushkin V. V., Panin L. V., Komlev A. S., Yudanov N. A., Adamtsov A. Yu., Nikolaev A. N., Andreev V. G. Structure and properties of Mn–Zn ferrite of the ceramics received by the method of radiation and thermal agglomeration. *Proc. South–West State University. Series Technics and Technologies*, 2013, no. 2, pp. 53–59. (In Russ.)

32. Kostishyn V. G., Kozitov L. V., Korovushkin V. V., Andreev V. G., Chitanov D. N., Yudanov N. A., Morchenko A. T., Komlev A. S., Adamtsov A. Y., Nikolaev A. N. Getting brand 2000NN soft ferrite by radiation–thermal sintering from charge pre–ferritization and charge without ferritization. *Proc. South–West State University. Series Physics and Chemistry*, 2013, no. 2, pp. 8–18. (In Russ.)

33. Kostishin V. G., Andreev V. G., Korovushkin V. V., Chitanov D. N., Yudanov N. A., Morchenko A. T., Komlev A. S., Adamtsov A. Yu., Nikolaev A. N. Preparation of 2000NN ferrite ceramics by a complete and a short radiation–enhanced thermal sintering process. *Inorg. Mater.*, 2014, vol. 50, no. 12, pp. 1317–1323. DOI: 10.1134/S0020168514110089

34. Kostishin V. G., Andreev V. G., Panina L. V., Chitanov D. N., Yudanov N. A., Komlev A. S., Nikolaev A. N. Soft–magnetic Mg–Zn ferrite ceramics comparable in performance to 600NN Ni–Zn ferrite: Fabrication by radiation–enhanced thermal sintering. *Inorg. Mater.*, 2014, vol. 50, no. 11, pp. 1174–1178. DOI: 10.1134/S0020168514110077

35. Kostishin V. G., Korovushkin V. V., Panina L. V., Andreev V. G., Komlev A. S., Yudanov N. A., Adamtsov A. Yu., Nikolaev A. N. Magnetic structure and properties of Mn–Zn ferrites prepared by radiation–enhanced thermal sintering. *Inorg. Mater.*, 2014, vol. 50, no. 12, pp. 1252–1256. DOI: 10.1134/S0020168514120115

36. Kiselev B. G., Kostishin V. G., Komlev A. S., Lomonosova N. V. Substantiation of economic advantages of technology of radiation–thermal agglomeration of ferrite ceramics. *Tsvetnye Metally*, 2015, vol. 2015, no. 4, pp. 7–11. DOI: 10.17580/tsm.2015.04.01

37. Kostishyn V. G., Komlev A. S., Korobeinikov M. V., Bryazgin A. A., Shvedunov V. I., Timofeev A. V., Mikhailenko M. A. Effect of a temperature mode of radiation–thermal sintering the structure and magnetic properties of Mn–Zn–ferrites. *J. Nano–Electron. Phys.*, 2015, vol. 7, no. 4, p. 04044(4pp). URL: <http://essuir.sumdu.edu.ua/handle/123456789/43251>

38. Kostishyn V., Isaev I., Scherbakov S., Nalagin A., Belokon E., Bryazgin A. Obtaining anisotropic hexaferrites for the base layers of microstrip SHF devices by the radiation–thermal sintering. *Eastern–European Journal of Enterprise Technologies*, 2016, vol. 5, no. 8, pp. 32–39.

39. Isaev I. M. Radiation–thermal sintering in a beam of fast electrons of polycrystalline hexagonal ferrites  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  and  $\text{BaFe}_{12-x}(\text{Al}, \text{Ni}, \text{Ti}, \text{Mn})_x\text{O}_{19}$  for permanent magnets and substrates of

microstrip microwave devices: Summary Diss. ... Cand. Sci. (Eng). Moscow, 2017, 31 p. (In Russ.)

40. Komlev A. S. Radiation–thermal sintering in a beam of fast electrons of polycrystalline ferrous spinels: Summary Diss. ... Cand. Sci. (Eng). Moscow, 2018, 22 p. (In Russ.)

41. Kostishin V. G., Isaev I. M., Komlev A. S., Timofeev A. V., Shcherbakov S. V. et al. Features of the crystal structure and phase composition of anisotropic hexagonal ferrites  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  and  $\text{BaFe}_{9.5}\text{Al}_{2.5}\text{O}_{19}$ , obtained by the method of radiation–thermal sintering. *Materialy KhKhIV Mezhdunarodnoi konferentsii “Elektromagnitnoe pole i materialy (fundamental’nye fizicheskie issledovaniya)” = Materials of the XXIV International conference “Electromagnetic field and materials (fundamental physical research)”*. Moscow, 2016, pp. 409–424. (In Russ.)

42. Naiden E. P., Minin R. V., Itin V. I., Zhuravlev V. A. Influence of radiation–thermal treatment on the phase composition and structural parameters of the SHS product based on W–type hexaferrite. *Russ Phys J.*, 2013, V. 56, no. 6, pp. 674–680. DOI: 10.1007/s11182–013–0084–7

43. Zhuravlev V. A., Naiden E. P., Minin R. V., Itin V. I., Suslyayev V. I., Korovin E. Yu. Radiation–thermal synthesis of W–type hexaferrites. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, 2015, vol. 81, pp. 012003. DOI: 10.1088/1757–899X/81/1/012003

44. Naiden E. P., Zhuravlev V. A., Minin R. V., Suslyayev V. I., Itin V. I., Korovin E. Yu. Structural and magnetic properties of SHS–produced multiphase W–type hexaferrites: Influence of radiation–thermal treatment. *Int. J. Self–Propag. High–Temp. Synth.*, 2015, vol. 24, no. 3, pp. 148–151. DOI: 10.3103/S1061386215030073

45. Komlev A. S., Isaev I. M., Kostishin V. G., Chitanov D. N., Timofeev A. V. Cell for radiation–thermal sintering. KNOW–HOW. *Zaregistrovano v Depozitarii nou–khau NITU «MISIS» № 81–219–2016 OIS ot 29 dekabrya 2016 g. = Registered in the NUST MISIS Know–How Depository No. 81–219–2016 OIS, December 29, 2016.* (In Russ.)

46. Toraya H., Marumo F. Preferred orientation correction in powder patten–fitting. *Mineralogical Journal*, 1981, vol. 10, no. 5, pp. 211–221.

47. Database for fully identified inorganic crystal structures. (In Russ.). URL: <https://icsd.fiz–karlsruhe.de/search/>

48. Kaneva I. I., Kostishin V. G., Andreev V. G., Chitanov D. N., Nikolaev A. N., Kislyakova E. I. Obtaining Barium Hexaferrite Brand 7BI215 with Isotropic Properties. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*, 2014, no. 3, pp. 183–188. (In Russ.). DOI: 10.17073/1609–3577–2014–3–183–188

#### Acknowledgments

This work was partially supported by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation under the agreement on the provision of subsidy No. 14.575.21.0030 dated June 27, 2014 (RFMEFI57514X0030).

Received October 23, 2017