

**ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ СПЕКАНИЯ ЛИТИЕВОГО
ФЕРРИТА С ДОБАВКОЙ ZrO_2**

С.А. Николаева, Е.Н. Лысенко

Научный руководитель: зам. директора по научной работе ИНК, д.ф.-м.н. А.П. Суржигов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

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

E-mail: sal17@tpu.ru

**DILATOMETRIC RESEARCH INTO THE SINTERING PROCESSES
OF LITHIUM FERRITE WITH ADDITION OF ZrO_2**

S.A. Nikolaeva, E.N. Lysenko

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

National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina, 30, 634050,

E-mail: sal17@tpu.ru

Abstract. *By means of dilatometry method, mechanisms of the sintering of lithium ferrite $LiFe_5O_8$ with the addition of ZrO_2 (1 and 2 wt%) have been examined. The samples were prepared by standard ceramic technology. The zirconium dioxide was added to synthesized powder by mixing in planetary ball mill, and then the composite powders were sintered at temperatures of $1100^\circ C$. It was found that the addition of zirconium dioxide affect on sintering rate and density of the samples.*

Среди большого разнообразия ферритовых материалов для СВЧ, широкое распространение получил литиевый феррит ($LiFe_5O_8$). Ряд замещенных литиевых ферритов нашли применение в различных СВЧ и ВЧ устройствах благодаря высокой температуре Кюри (выше $600^\circ C$) и намагниченности насыщения (около 3600 Гс) [1]. Важным параметром для таких ферритовых систем является высокое электрическое сопротивление ($\rho > 10^6$ Ом·см), обеспечивающее малые диэлектрические потери материала. Получение $LiFe_5O_8$ по стандартной керамической технологии ранее было широко изучено [2].

Ранее было показано [3], что ZrO_2 в небольших количествах можно использовать как эффективную добавку при изготовлении некоторых ферритовых материалов, которая заметно влияет на микроструктуру и магнитные свойства ферритов. Так было установлено, что введение ZrO_2 (не более 5% масс.) в состав ферритов увеличивает значения начальной магнитной проницаемости и уменьшает магнитные потери [4], а также приводит к улучшению механических свойств, например, прочность на изгиб, микротвердость, трещиностойкость. В [5] показано, что добавка диоксида циркония вносит изменения и в электропроводность литиевого феррита.

В данной работе методом дилатометрии проведено исследование кинетических закономерностей спекания литиевого феррита с содержанием добавки диоксида циркония ZrO_2 (1% и 2% по массе).

Литиевый феррит был приготовлен по стандартной керамической технологии. Оксид железа Fe_2O_3 и карбонат лития Li_2CO_3 использовались как исходные реагенты в соотношении 5:1. Порошки перед смешиванием проходили сушку в сушильном шкафу 3 часа при температуре $200^\circ C$. Перемешивание

приготовленной смеси проводили в течении 10 минут в шаровой планетарной мельнице. Синтез полученной смеси был проведен при температуре 800°C в течение 120 минут в стандартной лабораторной печи "HimLabo". Синтезированный порошок литиевого феррита разделили на три партии. Порошок литиевого феррита из первой партии оставили без добавок (образец 1). К синтезированному порошку из второй партии добавили ZrO_2 1% по массе (образец 2) и к порошку из третьей партии был добавлен ZrO_2 2% по массе (образец 3). Для того чтобы обеспечить равномерное распределение ZrO_2 во всем объеме порошка литиевого феррита было проведено перемешивание в шаровой планетарной мельнице при нагрузке 60g в течение 20 минут.

Полученный порошок прессовали в таблетки диаметром 9 мм и толщиной 2,7 мм, масса таблетки составила 0,5 грамм. Холодное одностороннее прессование осуществлялось на гидравлическом прессе ПГр-10 при постоянном давлении 200МПа в течение трёх минут.

Уплотнение исследуемых образцов в процессе их нагрева с постоянной скоростью и последующей изотермической выдержкой исследовали методом дилатометрии с помощью высокочувствительного дилатометра DIL 402С. Нагревание до температуры спекания $t = 1100^\circ\text{C}$ осуществляли в воздушной среде со скоростью 10 град./мин. Время изотермической выдержки составило 120 минут. Плотность спеченной керамики определяли по геометрическим параметрам.

На рисунке 1 представлена дилатограмма спекания литиевого феррита с добавкой диоксида циркония ZrO_2 (1% и 2% по массе) при $t = 1100^\circ\text{C}$ в течение 120 минут. Прежде всего следует отметить, что спекание литиевого феррита носит многостадийный характер. Основной вклад в усадку образцов при их спекании вносят более высокотемпературные стадии, что согласуется с литературными данными [6]. Из рисунка видно, что заметное уплотнение феррита начинается при температуре выше 800°C. Кривые линейной усадки (1-3) показывают, что добавка диоксида циркония влияет на процесс спекания литиевого феррита. Из представленного графика видно, что процесс уплотнения происходит быстрее для образца 1 (кривая 1), т.е. для чистого литиевого феррита без добавок. С увеличением содержания ZrO_2 скорость спекания уменьшается, тем сильнее, чем больше концентрация введенной примеси (кривые 2 и 3).

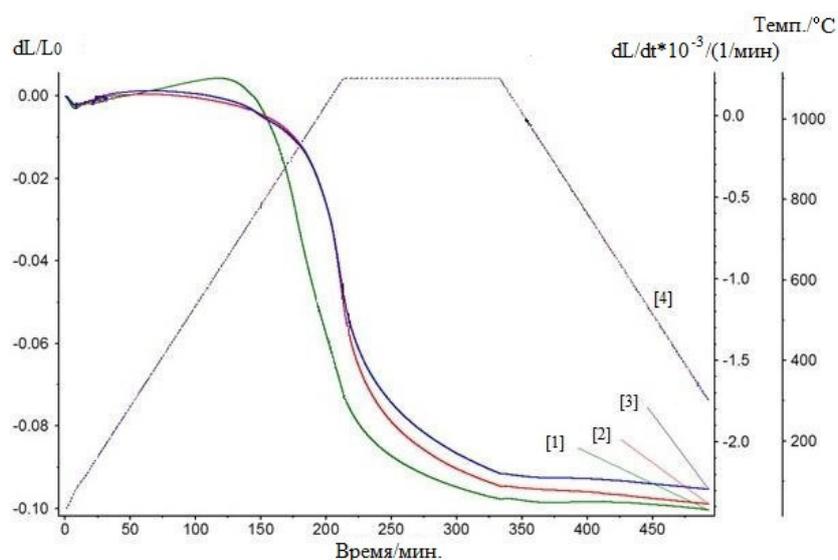


Рис. 1. Дилатограмма спекания литиевого феррита. Кривые линейной усадки (1-3): 1-образец 1; 2-образец 2; 3-образец 3. Температурный режим спекания - 4

Для исследуемых образцов была рассчитана плотность по геометрическим параметрам. В таблице 1 представлена плотность литиевого феррита. Для расчета плотности была использована формула: $\rho = \frac{m}{V}$, где $V = \pi r^2 h$.

Таблица 1

Плотность образцов литиевого феррита

Образец	Содержание ZrO ₂ , %	Плотность, г/см ³
1	0	4,06
2	1	4,03
3	2	3,85

Из представленных данных таблицы 1 видно, что наибольшим значением плотности обладает образец без добавки ZrO₂. Увеличение процентного содержания диоксида циркония в литиевом феррите ведет к снижению плотности образцов. Сравнивая полученные результаты, можно говорить о том, что добавка ZrO₂ влияет как на скорость спекания образцов, так и на их плотность.

Таким образом, результаты исследования показали, что данные по плотности исследуемых образцов согласуются с dilatометрическими измерениями, из которых следует уменьшение плотности образцов с увеличением добавки диоксида циркония.

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. White G.O, Patton C.E. Magnetic properties of lithium ferrite microwave materials // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1978. V.9. – P. 299.
2. Surzhikov A.P., Lysenko E.N., Malyshev A.V., Vasiljeva O.G., Pritulov A.M. Influence of mechanical activation of initial reagents on synthesis of lithium ferrite // Russian Physics Journal. – 2012. –V.6. – P.672–677.
3. Wang Sea-Fue, Yang Hsiao-Ching, Hsu Yung-Fu, Hsieh Chung-Kai. Effects of SnO₂,WO₃, and ZrO₂ addition on the magnetic and mechanical properties of NiCuZn ferrites // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2015. – V.374. – P. 381–387.
4. Sattar A.A., El-Sayed H.M., Agami W.R. and Ghani A.A. Magnetic Properties and Electrical Resistivity of Zr⁴⁺ Substituted Li-Zn Ferrite // American J. of Appl Sci. – 2007. – V.4. – P. 89–93
5. Lamonova S.A., Surzhikov A.P., Lysenko E.N. Electrical properties of lithium ferrite with addition of ZrO₂ // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. V.110.
6. Суржигов А.П., Франгулян Т.С., Гынгазов С.А. Дилатометрические исследования процессов спекания композиционной керамики из ультрадисперсных порошков системы zro2(y)-al2o3 при различных температурно-временных режимах обжига // Системы. Методы. Технологии. – 2012. – Т.16 – №4. С. 93–97.