

## РАДИАЦИОННО-ТЕРМИЧЕСКИЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ ЛИТИЙ-ЦИНКОВОЙ ФЕРРИТОВОЙ КЕРАМИКИ

Е.Н. Лысенко, А.П. Суржиков, А.В. Малышев, В.А. Власов, Е.В. Николаев

Елена Николаевна Лысенко, Анатолий Петрович Суржиков, Андрей Владимирович Малышев, Виталий Анатольевич Власов, Евгений Владимирович Николаев

Исследовательская школа физики высокоэнергетических процессов, Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр-т Ленина, 30, Томск, Российская Федерация, 634050

E-mail: lysenkoen@tpu.ru, surzhikov@tpu.ru, malyshev@tpu.ru, vlvitan@tpu.ru, nikolaev0712@gmail.com

*В работе проведено исследование структурных и магнитных свойств литий-цинковой ферритовой керамики состава  $Li_{0,4}Fe_{2,4}Zn_{0,2}O_4$ , полученной при комплексном высокоэнергетическом воздействии, основанном на использовании механической активации смеси исходных реагентов  $Fe_2O_3-Li_2CO_3-ZnO$  в планетарной мельнице АГО-2С и последующего нагрева в пучке электронов непрерывного действия ЭЛВ-6 с энергией электронов 1,4 МэВ до температуры спекания 1050 °С в течение 140 мин. Рентгенофазовый анализ показал уширение интенсивностей рефлексов дифрактограммы вследствие уменьшения размеров кристаллитов и увеличения величины микродеформаций в результате механического измельчения. Установлено, что предварительное механическое активирование смеси исходных реагентов в планетарной мельнице позволяет не только ускорить процессы синтеза ферритовых материалов, но и объединить технологические этапы синтеза и спекания в один этап радиационно-термической обработки, заключающийся в нагреве пресс-заготовок пучком высокоэнергетических электронов до температуры спекания. Литий-цинковая ферритовая керамика, полученная радиационно-термическим методом, характеризуется высокой плотностью и низкой пористостью, а также высокими значениями удельной намагниченности и температуры Кюри.*

**Ключевые слова:** литий-цинковый феррит, керамика, радиационно-термический метод, механическая активация, пучок электронов

## RADIATION-THERMAL METHOD FOR LITHIUM-ZINC FERRITE CERAMICS MANUFACTURING

E.N. Lysenko, A.P. Surzhikov, A.V. Malyshev, V.A. Vlasov, E.V. Nikolaev

Elena N. Lysenko, Anatoly P. Surzhikov, Andrey V. Malyshev, Vitaly A. Vlasov, Evgeniy V. Nikolaev

Research School of High-Energy Physics, National Research Tomsk Polytechnic University, Lenina ave., 30, Tomsk, 634050, Russia

E-mail: lysenkoen@tpu.ru, surzhikov@tpu.ru, malyshev@tpu.ru, vlvitan@tpu.ru, nikolaev0712@gmail.com

*The structural and magnetic properties of lithium-zinc ferrite ceramics of  $Li_{0,4}Fe_{2,4}Zn_{0,2}O_4$  composition, which was obtained under complex high-energy action based on the use of mechanical activation of  $Fe_2O_3-Li_2CO_3-ZnO$  initial reagents mixture in AGO-2C planetary mill and subsequent its heating to a sintering temperature of 1050 °C for 140 min by ELV-6 continuous electrons beam with an electron energy of 1.4 MeV, were investigated. X-ray phase analysis showed a broadening of diffraction peaks due to the decrease in the crystallite sizes and the increase in the values of microdeformation as a result of mechanical milling. It was established that preliminary mechanical activation of the initial reagents mixture in a planetary mill allows not only to accelerate the*

*synthesis of ferrite materials, but also to combine the both technological stages of synthesis and sintering in one stage of radiation-thermal treatment, consisting in a heating of press-billets by a high-energy electron beam to a sintering temperature. Lithium-zinc ferrite ceramics, obtained by the radiation-thermal method, is characterized by high density and low porosity as well as high values of the specific magnetization and the Curie temperature.*

**Keywords:** lithium-zinc ferrite, ceramics, radiation-thermal method, mechanical activation, electron beam

**Для цитирования:**

Лысенко Е.Н., Суржиков А.П., Малышев А.В., Власов В.А., Николаев Е.В. Радиационно-термический метод получения литий-цинковой ферритовой керамики. *Иzv. вузов. Химия и хим. технология.* 2018. Т. 61. Вып. 6. С. 69–75

**For citation:**

Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Malyshev A.V., Vlasov V.A., Nikolaev E.V. Radiation-thermal method for lithium-zinc ferrite ceramics. *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.* 2018. V. 61. N 6. P. 69–75

## ВВЕДЕНИЕ

Известно, что существующая керамическая технология производства ферритовых материалов и изделий из них представляет собой многоэтапный процесс, включающий предварительный синтез ферритовых порошков с последующим высокотемпературным спеканием с целью получения высокоплотной ферритовой керамики с заданными эксплуатационными характеристиками [1-7]. Зачастую данный технологический процесс изготовления ферритов помимо сложности, многооперационности, чрезвычайной длительности, высоких материальных и людских затрат не обеспечивает качества выпускаемой продукции по эксплуатационным параметрам.

Научные результаты, полученные в работах [8-15], показали, что одним из эффективных способов производства ферритов является радиационно-термический (РТ) нагрев ферритовых образцов с помощью высокоэнергетических электронных пучков, как на стадии синтеза ферритовых порошков [8-13], так и на стадии спекания ферритовой керамики [14, 15]. При этом было установлено, что РТ нагрев существенно увеличивает реакционную активность твердофазной системы, что дает возможность существенно снизить температуры синтеза и спекания, повысить однородность конечного продукта, а также улучшить основные электромагнитные характеристики ферритов. Основные результаты по этому направлению были получены на литиевых и литий-замещенных ферритах, подвергнутых РТ нагреву импульсным пучком электронов с энергиями более 1 МэВ.

Вместе с тем, неоднократно было показано, что метод механической активации порошковых реагентов в высокоэнергетических планетарных мельницах позволяет получать высокодисперсные порошки, а также значительно гомогенизировать и

ускорить протекание твердофазовых реакций сложных составов, включая ферриты [16-24]. В наших предыдущих работах [25, 26] были проведены исследования процесса синтеза литий-цинковых и литий-титановых ферритовых порошков в условиях совместных высокоэнергетических воздействий, основанных на РТ нагреве в импульсном пучке высокоэнергетических электронов реакционных смесей, предварительно механически активированных в планетарной мельнице. Результаты показали качественно лучший результат по сравнению с чисто РТ нагревом, который заключался в значительном сокращении температурно-временных режимов синтеза ферритовых порошков конечного состава.

Целью настоящей работы является исследование структурных и магнитных свойств литий-цинковой ферритовой керамики, полученной при комплексном высокоэнергетическом воздействии, основанном на использовании механической активации смеси исходных реагентов и нагрева в пучке электронов непрерывного действия. Дополнительно были проведены исследования одноэтапного получения феррита РТ нагревом предварительно механически активированных образцов с целью определения возможности исключения стадии предварительного синтеза.

## МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В работе исследовалась литий-цинковая ферритовая керамика состава  $\text{Li}_{0,4}\text{Fe}_{2,4}\text{Zn}_{0,2}\text{O}_4$ , которая относится к основной группе материалов современной микроволновой техники. Исходными реагентами служили промышленные порошки  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (чда),  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (хч),  $\text{ZnO}$  (чда), которые предварительно смешивались и механически активировались на планетарной мельнице АГО-2С с использованием стальных размольных стаканов и шаров в

течение 60 мин при комнатной температуре. Весовое соотношение материала и шаров составляло 1:10. Использовали режим максимальной энергонапряженности мельницы  $g = 60$ , частота вращения барабанов в переносном движении 2200 об./мин. Затем образцы компактировались односторонним холодным прессованием в виде таблеток диаметром 15 мм и толщиной 2 мм. Давление прессования составляло 200 МПа.

Далее образцы были разделены на две партии. Образцы из первой партии (образцы А) были получены путем термического синтеза из механоактивированной смеси исходных реагентов с дальнейшим спеканием РТ нагревом. После синтеза образцы А размалывались вручную в корундовой ступе, затем к ним добавлялся 12% водный раствор поливинилового спирта и проводилось повторное компактирование в виде таблеток для дальнейшего РТ спекания.

Образцы из второй партии (образцы Б) были получены путем одноэтапного РТ нагрева механоактивированной смеси исходных реагентов, минуя стадию предварительного синтеза.

РТ нагрев образцов был выполнен на ускорителе ЭЛВ-6 (Институт ядерной физики им. Будкера, СО РАН, г. Новосибирск), обеспечивающем непрерывный пучок ускоренных электронов с энергией 1.4 МэВ [27, 28]. Спекание образцов проводилось при температуре 1050 °С в течение 140 мин в специальной теплоизолирующей ячейке с внутренними стенками и крышкой из шамота. Стальной корпус ячейки имел полую конструкцию для охлаждения проточной водой с целью исключения расплавления элементов ячейки при высоких температурах.

Определение фазового состава и параметров кристаллической решетки исследуемых образцов проводилось методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре ARL X'TRA (Швейцария). Измерения дифрактограмм осуществлялись на  $\text{CuK}\alpha$ -излучении в диапазоне  $2\theta = (10-90)^\circ$  при скорости сканирования  $0,02^\circ/\text{с}$ . Идентификация фаз проводилась с использованием порошковой базы данных PDF-4 Международного центра дифракционных данных (ICDD). Обработка экспериментальных дифрактограмм осуществлялась с использованием программы PowderCell 2.4.

Плотность и открытая пористость керамических образцов измерялись методом гидростатического взвешивания с использованием высокоточных лабораторных весов Shimadzu AUW 220D.

Микроструктура поверхности керамических образцов исследовалась с использованием

сканирующего электронного микроскопа SEM Hitachi TM-3000. Средний размер зерен оценивался по микрофотографиям методом секущих.

Измерение удельной намагниченности ( $\sigma_s$ ) проводили при комнатной температуре на вибрационном магнитометре в магнитном поле с амплитудой 10 кЭ. Температура Кюри образцов была измерена термомагнитометрическим методом, который представляет собой термогравиметрический ТГ/ДТГ анализ образцов в магнитном поле [29, 30]. ТГ/ДТГ измерения осуществлялись с помощью термического анализатора STA 449C Jupiter фирмы Netzsch (Германия).

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлены рентгеновские дифрактограммы для исходной (рис. 1а) и механоактивированной (рис. 1б) смеси исходных реагентов  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$ . С помощью программы Powder Cell определены структурные параметры, размер областей когерентного рассеяния (ОКР) и величины внутренних упругих микронапряжений ( $\Delta d/d$ ) исследованных материалов. Эти данные сведены в табл. 1.

**Таблица 1**  
**Структурные параметры смеси  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$**   
**Table 1. Structural parameters of a mixture of  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZnO}$**

Образец	Состав	Параметр решетки, Å	ОКР, nm	$\Delta d/d \cdot 10^3$
Исходная смесь	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$a=b=5,036; c=13,756$	72	0,8
	ZnO	$a=b=3,251; c=5,207$	79	0,2
	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$	$a=b=c=8,352$	17	4,4
МА смесь	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$a=5,051; b=13,783$	20	3,0
	ZnO	$a=b=3,350; c=5,307$	9	6,8
	Шпинель	$a=b=c=8,388$	22	2,3

Данные РФА для исходной смеси реагентов (рис. 1а) свидетельствуют о наличии фаз  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (PDF №40-142), ZnO (PDF №26-170) и  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (PDF №66-941) для литий-цинкового состава (на рисунке помечены отражения от данных фаз). Кроме того было обнаружено, что рефлексы при  $2\theta \approx 30,3^\circ, 43^\circ$  соответствуют 100% шпинельной фазе. Для исходной смеси, шпинельная фаза принадлежит  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  (PDF №79-196), которая добавляется в небольшом количестве (~3% масс) в исходный порошок оксида железа. Немаркированные рефлексы при  $2\theta \approx 35,5^\circ, 54^\circ$  соответствуют фазам, включающим  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  и шпинельные фазы, отражения которых сливаются в единые рефлексы.

На дифрактограммах рис. 1б наблюдается уширение интенсивностей рефлексов вследствие уменьшения размеров кристаллитов и увеличения

микродеформаций в результате механического измельчения. Было обнаружено, что в процессе механоактивации исходной смеси реагентов содержание  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  уменьшается при неизменном содержании оксида цинка. При этом наблюдается образование значительного количества шпинельной фазы, концентрация которой составляет 19,3%.

Из-за близких параметров решетки оценить принадлежность шпинельной фазы в механоактивированной смеси по результатам РФА анализа оказалось не простой задачей. С одной стороны, можно предположить образование шпинельной фазы литий-цинкового феррита в результате высокоэнергетического помола в планетарной мельнице. Однако, результаты нашей предыдущей работы по термическому анализу в термoанализаторе STA 449C показали уменьшение веса при нагреве механоактивированной смеси  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{ZnO}$ , которое соответствовало расчетному значению для выхода  $\text{CO}_2$  по формуле  $\text{Li}_2\text{CO}_3 + 6\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{ZnO} \rightarrow 5\text{Li}_{0,4}\text{Fe}_{2,4}\text{Zn}_{0,2}\text{O}_4 + \text{CO}_2$  [31]. Таким образом, литий-цинковая ферритовая фаза во время механоактивации не образуется.

Мы связываем наличие шпинельной фазы с  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (PDF №36-314), образование которой во

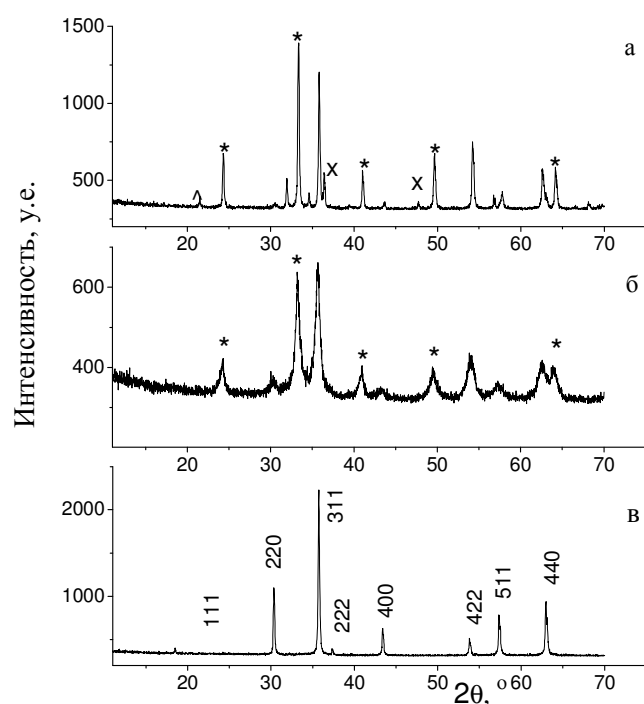


Рис. 1. Рентгенограммы для исходной (а), механоактивированной (б) смеси  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{ZnO}$  и для Li-Zn феррита (в):  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (\*),  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (^),  $\text{ZnO}$  (x), шпинельная фаза (#)  
Fig. 1. X-ray diffraction patterns for the initial (a), mechanically activated (b) mixture of  $\text{Li}_2\text{CO}_3$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{ZnO}$  and for Li-Zn ferrite (v):  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (\*),  $\text{Li}_2\text{CO}_3$  (^),  $\text{ZnO}$  (x), spinel phase (#)

время механоактивации  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  также подтверждается в работе [32]. В пользу последнего предположения говорят полученные в данной работе результаты по измерению магнитных свойств данных составов, которые показали увеличение намагниченности насыщения механоактивированных смесей вследствие образования магнитной фазы  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Рентгенограмма для образцов А после спекания приведена на рис. 1в. По результатам РФА анализа все образцы были монофазными и соответствовали химической формуле литий-цинковой феррошпинели состава  $\text{Li}_{0,4}\text{Fe}_{2,4}\text{Zn}_{0,2}\text{O}_4$ . Для образцов Б рентгеновские отражения были идентичными. Значения параметра кристаллической решетки для обоих типов образцов А и Б близки к теоретическому значению для Li-Zn феррошпинели ( $a = 0,8364$  нм). Величины параметров решетки и области когерентного рассеяния (ОКР) приведены в табл. 2.

Таблица 2  
Структурные и магнитные параметры Li-Zn феррита  
Table 2. Structural and magnetic parameters of Li-Zn ferrite

Тип образцов	$a$ , нм	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Пористость, %	Средний размер зерен, мкм	$\sigma_s$ , Гс·см <sup>3</sup> /г	$T_c$ , °C
А	0,8359	4,09	14,5	2,2	70,5	508
Б	0,8356	4,33	9	1,8	71,8	505

На рис. 2 приведены микрофотографии поверхности образцов Li-Zn ферритовой керамики после спекания для обоих типов образцов. Как следует из рис. 2, ферритовая керамика имеет мелкозернистую поликристаллическую однородную структуру с распределением размера зерен по Гауссу. Однако, наблюдается различие в пористости и размере зерен для разных типов образцов. Видно, что образцы Б характеризуются более мелкозернистой структурой и меньшей пористостью по сравнению с образцами А.

Данные гидростатического взвешивания образцов согласуются с результатами микроструктурного анализа. Установлено, что для образцов, полученных без предварительного синтеза, характерно образование более плотной и менее пористой керамики по сравнению с образцами, полученными двухэтапным способом (табл. 1).

Согласно данным, приведенным в табл. 1,

удельная намагниченность ( $\sigma_s$ ) имеет близкие значения для обоих типов образцов и соответствует

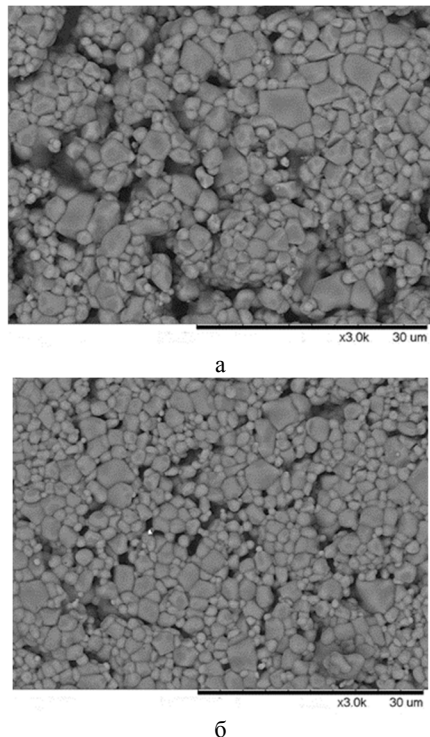


Рис. 2. Микрофотографии образцов литий-цинковой ферритовой керамики, полученной в РТ условиях для образцов А (а) и Б (б)  
Fig. 2. Microphotographs of samples of lithium-zinc ferrite ceramics obtained at RT conditions for samples A (a) and Б (b)

литературным данным по намагниченности Li-Zn феррита [15].

Результаты термогравиметрического измерения образцов в магнитном поле показали (рис. 3), что температура Кюри для образцов обоих типов варьируется в пределах 505–508 °С, и эти значения близки к литературным значениям, соответствующим литий-цинковому ферриту состава  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$  [29].

#### ВЫВОДЫ

Предварительное механическое активирование смеси исходных реагентов  $\text{Fe}_2\text{O}_3\text{-Li}_2\text{CO}_3\text{-ZnO}$  в

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Parveen K., Juneja J.K., Sangeeta S., Raina K.K., Prakash C. Improved dielectric and magnetic properties in modified lithium-ferrites. *Ceram. Int.* 2015. V. 41. P. 3293–3297.
2. Cook W., Manley M. Raman characterization of  $\alpha$ - and  $\beta$ - $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  prepared through a solid-state reaction pathway. *J. Solid State. Chem.* 2010. V. 183. P. 322–326.
3. Rakshit S.K., Parida S.C., Naik Y.P., Venugopal V. Thermodynamic studies on lithium ferrites. *J. Solid State Chem.* 2011. V. 184. P. 1186–1194.
4. Verma V., Gairola S.P., Pandey V., Tawale J.S., Su H., Kotanala R.K. High permeability and low power loss of Ti

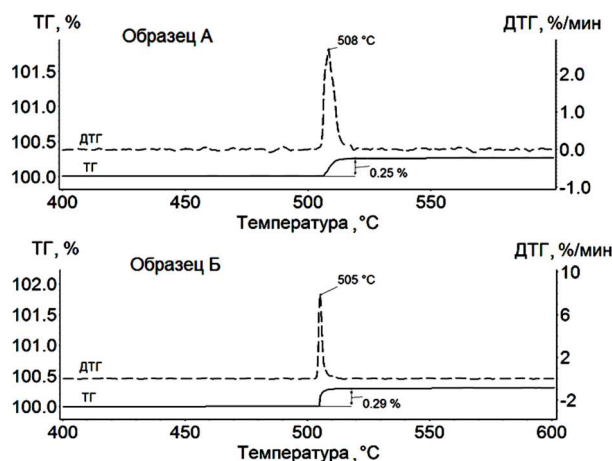


Рис. 3. Термомагнитометрический анализ литий-цинковых ферритов  
Fig. 3. Thermomagnetic analysis of lithium-zinc ferrites

планетарной мельнице позволяет объединить технологические этапы синтеза ферритовой шихты и спекания ферритовой керамики в один этап радиационно-термической обработки, заключающийся в нагреве пресс-заготовок пучком высокоэнергетических электронов до температуры спекания.

Литий-цинковая ферритовая керамика состава  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ , полученная радиационно-термическим методом, характеризуется высокой плотностью и низкой пористостью, а также высокими значениями удельной намагниченности и температуры Кюри.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках государственного задания «Наука», проект №11.980.2017/4.6.

Авторы выражают благодарность Брягину А.А. и Коробейникову М.В. (ИЯФ СО РАН им. Г.И. Будкера, г. Новосибирск) за оказанную помощь при проведении радиационно-термических экспериментов на импульсном линейном ускорителе ИЛУ-6.

#### REFERENCES

1. Parveen K., Juneja J.K., Sangeeta S., Raina K.K., Prakash C. Improved dielectric and magnetic properties in modified lithium-ferrites. *Ceram. Int.* 2015. V. 41. P. 3293–3297.
2. Cook W., Manley M. Raman characterization of  $\alpha$ - and  $\beta$ - $\text{LiFe}_5\text{O}_8$  prepared through a solid-state reaction pathway. *J. Solid State. Chem.* 2010. V. 183. P. 322–326.
3. Rakshit S.K., Parida S.C., Naik Y.P., Venugopal V. Thermodynamic studies on lithium ferrites. *J. Solid State Chem.* 2011. V. 184. P. 1186–1194.
4. Verma V., Gairola S.P., Pandey V., Tawale J.S., Su H., Kotanala R.K. High permeability and low power loss of Ti

- and Zn substitution lithium ferrite in high frequency range. *J. Magn. Magn. Mater.* 2009. V. 321. P. 3808–3812.
5. **Teixeira S.S., Graça M.P.F., Costa L.C.** Dielectric, morphological and structural properties of lithium ferrite powders prepared by solid state method. *J. Non-Crystalline Solids.* 2012. V. 358. P. 1924–1929.
  6. **Gruskova A., Jancarik V., Slama J., Dosoudil R.** Effect of Zn-Ti substitution on electromagnetic properties of Li ferrites. *J. Magn. Magn. Mater.* 2006. V. 304. P. 762–765.
  7. **Ruiz M.S., Jacobo S.E.** Electromagnetic properties of lithium zinc ferrites doped with aluminum. *Physica B.* 2012. V. 407. P. 3274–3277.
  8. **Васендина Е.А., Лысенко Е.Н., Власов В.А., Суржиков А.П., Соколовский А.Н.** Применение электронных пучков для повышения эффективности твердофазного синтеза оксидных материалов. *Техника и технология силикатов.* 2011. № 4. С. 6–11.
  9. **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. P. 674–680.
  10. **Surzhikov A.P., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., Pritulov A.M.** Dependence of lithium–zinc ferros spinel phase composition on the duration of synthesis in an accelerated electron beam. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2012. V. 110. N 2. P. 733–738.
  11. **Суржиков А.П., Васендина Е.А., Лысенко Е.Н., Николаев Е.В.** Кинетика процесса фазообразования в системе  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{--TiO}_2\text{--Fe}_2\text{O}_3$  при радиационно-термическом синтезе. *Перспективные материалы.* 2013. № 8. С. 5–10.
  12. **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.
  13. **Ancharova U.V., Mikhailenko M.A., Tolochko B.P., Lyakhov N.Z., Korobeinikov M.V., Bryazgin A.A., Bezuglov V.V., Shtarklev E.A.** Synthesis and staging of the phase formation for strontium ferrites in thermal and radiation thermal reactions. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2015. V. 81. P. 012122.
  14. **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. Materials.* 2014. V. 50. P. 1317.
  15. **Malyshev A.V., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Nikolaeva S.A.** Electromagnetic properties of  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$  ferrite sintered by continuous electron beam heating. *Ceram. Int.* 2016. V. 42. P. 16180–16183.
  16. **Зырянов В.В.** Механохимический синтез сложных оксидов. *Усп. химии.* 2008. Т. 77. № 2. С. 107–136.
  17. **Кузнецова Л.И., Кузнецов П.Н., Казбанова А.В., Жижжаев А.М., Аввакумов Е.Г., Болдырев В.В.** Влияние механической обработки смесей  $\text{MoO}_3$  ( $\text{WO}_3$ ) – гидроксид циркония на их фазовый состав. *Иzv. вузов. Химия и хим. технология.* 2008. Т. 51. Вып. 11. С. 33–36.
  18. **Berbenni V., Marini A., Matteazzi P., Ricceri R., Welham N.J.** Solid-state formation of lithium ferrites from mechanically activated  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{--Fe}_2\text{O}_3$  mixtures. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2003. V. 23. P. 527–536.
  5. **Teixeira S.S., Graça M.P.F., Costa L.C.** Dielectric, morphological and structural properties of lithium ferrite powders prepared by solid state method. *J. Non-Crystalline Solids.* 2012. V. 358. P. 1924–1929.
  6. **Gruskova A., Jancarik V., Slama J., Dosoudil R.** Effect of Zn-Ti substitution on electromagnetic properties of Li ferrites. *J. Magn. Magn. Mater.* 2006. V. 304. P. 762–765.
  7. **Ruiz M.S., Jacobo S.E.** Electromagnetic properties of lithium zinc ferrites doped with aluminum. *Physica B.* 2012. V. 407. P. 3274–3277.
  8. **Vasendina E.A., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Surzhikov A.P., Sokolovskiy A.N.** The use of electron beams to increase the efficiency of solid-phase synthesis of oxide materials. *Tekhnika i Tekhnologiya Silikatov.* 2011. N 4. P. 6–11 (in Russian).
  9. **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. P. 674–680.
  10. **Surzhikov A.P., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Vasendina E.A., Pritulov A.M.** Dependence of lithium–zinc ferros spinel phase composition on the duration of synthesis in an accelerated electron beam. *J. Therm. Anal. Calorim.* 2012. V. 110. N 2. P. 733–738.
  11. **Surzhikov A.P., Vasendina E.A., Lysenko E.N., Nikolaev E.V.** Kinetics of phase formation in a  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{--TiO}_2\text{--Fe}_2\text{O}_3$  system during radiation-thermal synthesis. *Perspektivnye Materialy.* 2013. N 8. P. 5–10 (in Russian).
  12. **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.
  13. **Ancharova U.V., Mikhailenko M.A., Tolochko B.P., Lyakhov N.Z., Korobeinikov M.V., Bryazgin A.A., Bezuglov V.V., Shtarklev E.A.** Synthesis and staging of the phase formation for strontium ferrites in thermal and radiation thermal reactions. *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* 2015. V. 81. P. 012122.
  14. **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. Materials.* 2014. V. 50. P. 1317.
  15. **Malyshev A.V., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Nikolaeva S.A.** Electromagnetic properties of  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$  ferrite sintered by continuous electron beam heating. *Ceram. Int.* 2016. V. 42. P. 16180–16183.
  16. **Zyryanov V.V.** Mechanochemical synthesis of complex oxides. *Usp. Khimii.* 2008. V. 77. N 2. P. 107–136 (in Russian).
  17. **Kuznetsova L.I., Kuznetsov P.N., Kazbanova A.V., Zhizhaev A.M., Avvakumov E.G., Boldyrev V.V.** The effect of mechanical treatment of  $\text{MoO}_3$  ( $\text{WO}_3$ ) – zirconium hydroxide mixtures on their phase composition. *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol.* 2008. V. 51. N 11. P. 33–36 (in Russian).
  18. **Berbenni V., Marini A., Matteazzi P., Ricceri R., Welham N.J.** Solid-state formation of lithium ferrites from mechanically activated  $\text{Li}_2\text{CO}_3\text{--Fe}_2\text{O}_3$  mixtures. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2003. V. 23. P. 527–536.

19. **Болдырев В.В.** Механохимия и механическая активация твердых веществ. *Усп. химии*. 2006. Т. 75. С. 203.
20. **Kavanlooe M., Hashemi B., Maleki-Ghaleh H., Kavanlooe J.** Effect of annealing on phase evolution, microstructure, and magnetic properties of nanocrystalline ball-milled LiZnTi ferrite. *J. Electronic materials*. 2012. V. 41. P. 3082–3086.
21. **Widatallah H.M., Ren X.L., Al-Omari I.A.** The influence of TiO<sub>2</sub> polymorph, mechanical milling and subsequent sintering on the formation of Ti-substituted spinel-related Li<sub>0.5</sub>Fe<sub>2.5</sub>O<sub>4</sub>. *J. Mater. Sci*. 2006. V. 41. P. 6333–6338.
22. **Kosova N.V., Devyatkina E.T., Slobodkin A.B.** Application of mechanical activation for the synthesis of cathode materials based on solid solutions. *Chemistry for sustainable development*. 2009. V. 17. P. 133–141.
23. **Berbenni V., Bruni G., Milanese C., Girella A., Marini A.** Synthesis and characterization of LaFeO<sub>3</sub> powders prepared by a mixed mechanical/thermal processing route. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2017. DOI: 10.1007/s10973-017-6878-z (publ. online).
24. **Mihalache V.** Thermal analysis of ball-milled Fe-14Cr-3W-0.4Ti-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ferritic steel powder. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2016. V. 124. P. 1179–1192.
25. **Суржиков А.П., Лысенко Е.Н., Власов В.А., Малышев А.В., Николаев Е.В.** Исследование процесса ферритообразования в системе Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-ZnO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в условиях высокоэнергетических воздействий. *Изв. вузов. Физика*. 2013. Т. 56. № 6. С. 69–73.
26. **Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Vlasov V.A., Nikolaev E.V., Malyshev A.V., Bryazgin A.A., Korobeynikov M.V., Mikhailenko M.A.** Synthesis of substituted lithium ferrites under the pulsed and continuous electron beam heating. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 2017. V. 392. P. 1–7.
27. **Kuksanov N.K., Fadeev S.N., Golubenko Y.I., Kogut D.A., Korchagin A.I., Lavrukhin A.V., Nemytov P.I.** Development of the model range and improve performance accelerators ELV. *Problems of atomic science and technology*. 2012. N 3. P. 15–18.
28. **Kuksanov N.K., Fadeev S.N., Salimov R.A., Golubenko Y.I., Kogut D.A., Korchagin A.I., Lavrukhin A.V., Nemytov P.I., Domarov E.V., Semenov A.V.** Technical facilities for improving the quality of irradiation of materials by ELV accelerators. *Physics of Particles and Nuclei Letters*. 2014. V. 11. N 5. P. 610–614.
29. **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. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2013. V. 112. P. 739–745.
30. **Wang T, Wang H, Wang F, Li J, Zhang Q, Huang X.** Certification of reference materials of Alumel, nickel and iron for Curie point. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2018. V. 131. P. 1979–1985.
31. **Nikolaev E.V., Surzhikov A.P., Lysenko E.N.** Kinetic analysis of lithium-zinc ferrite synthesis by thermogravimetric method. *Adv. Mat. Res.* 2015. V. 1085. P. 255–259.
32. **Zdujčić M., Jovalekić C., Karanović Lj., Mitrić M.** The ball milling induced transformation of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder in air and oxygen atmosphere. *Mater. Sci. Eng. A*. 1999. V. 262. P. 204–213.
19. **Boldyrev V.V.** Mechanochemistry and mechanical activation of solids. *Usp. Khimii*. 2006. V. 75. P. 203 (in Russian).
20. **Kavanlooe M., Hashemi B., Maleki-Ghaleh H., Kavanlooe J.** Effect of annealing on phase evolution, microstructure, and magnetic properties of nanocrystalline ball-milled LiZnTi ferrite. *J. Electronic materials*. 2012. V. 41. P. 3082–3086.
21. **Widatallah H.M., Ren X.L., Al-Omari I.A.** The influence of TiO<sub>2</sub> polymorph, mechanical milling and subsequent sintering on the formation of Ti-substituted spinel-related Li<sub>0.5</sub>Fe<sub>2.5</sub>O<sub>4</sub>. *J. Mater. Sci*. 2006. V. 41. P. 6333–6338.
22. **Kosova N.V., Devyatkina E.T., Slobodkin A.B.** Application of mechanical activation for the synthesis of cathode materials based on solid solutions. *Chemistry for sustainable development*. 2009. V. 17. P. 133–141.
23. **Berbenni V., Bruni G., Milanese C., Girella A., Marini A.** Synthesis and characterization of LaFeO<sub>3</sub> powders prepared by a mixed mechanical/thermal processing route. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2017. DOI: 10.1007/s10973-017-6878-z (publ. online).
24. **Mihalache V.** Thermal analysis of ball-milled Fe-14Cr-3W-0.4Ti-0.25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ferritic steel powder. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2016. V. 124. P. 1179–1192.
25. **Surzhikov A.P., Lysenko E.N., Vlasov V.A., Malyshev A.V., Nikolaev E.V.** Investigation of the process of ferrite formation in the Li<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-ZnO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system under high-energy actions. *Russ. Phys. J.* 2013. V. 56. N 6. P. 681–685.
26. **Lysenko E.N., Surzhikov A.P., Vlasov V.A., Nikolaev E.V., Malyshev A.V., Bryazgin A.A., Korobeynikov M.V., Mikhailenko M.A.** Synthesis of substituted lithium ferrites under the pulsed and continuous electron beam heating. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 2017. V. 392. P. 1–7.
27. **Kuksanov N.K., Fadeev S.N., Golubenko Y.I., Kogut D.A., Korchagin A.I., Lavrukhin A.V., Nemytov P.I.** Development of the model range and improve performance accelerators ELV. *Problems of atomic science and technology*. 2012. N 3. P. 15–18.
28. **Kuksanov N.K., Fadeev S.N., Salimov R.A., Golubenko Y.I., Kogut D.A., Korchagin A.I., Lavrukhin A.V., Nemytov P.I., Domarov E.V., Semenov A.V.** Technical facilities for improving the quality of irradiation of materials by ELV accelerators. *Physics of Particles and Nuclei Letters*. 2014. V. 11. N 5. P. 610–614.
29. **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. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2013. V. 112. P. 739–745.
30. **Wang T, Wang H, Wang F, Li J, Zhang Q, Huang X.** Certification of reference materials of Alumel, nickel and iron for Curie point. *J. Therm. Anal. Calorim*. 2018. V. 131. P. 1979–1985.
31. **Nikolaev E.V., Surzhikov A.P., Lysenko E.N.** Kinetic analysis of lithium-zinc ferrite synthesis by thermogravimetric method. *Adv. Mat. Res.* 2015. V. 1085. P. 255–259.
32. **Zdujčić M., Jovalekić C., Karanović Lj., Mitrić M.** The ball milling induced transformation of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder in air and oxygen atmosphere. *Mater. Sci. Eng. A*. 1999. V. 262. P. 204–213.

Поступила в редакцию (Received) 25.09.2017

Принята к опубликованию (Accepted) 27.04.2018