

МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НИКЕЛЬ-ЦИНКОВОГО
ФЕРРИТОВОГО ПОРОШКА С РАЗЛИЧНОЙ СТЕПЕНЬЮ
ДИСПЕРСНОСТИ© 2024 г. С. А. Бобуек^{а, *}, А. П. Суржиков^а, Е. Н. Лысенко^а, Е. В. Николаев^а, В. Д. Сальников^б^а Национальный исследовательский Томский политехнический университет, пр. Ленина, 30, Томск, 634050 Россия^б Балтийский федеральный университет имени И. Канта, ул. Александра Невского, 14, Калининград, 236041 Россия

* e-mail: sab45@tpu.ru

Поступила в редакцию 15.11.2023 г.

После доработки 29.12.2023 г.

Принята к публикации 10.01.2024 г.

Рассмотрено влияние дисперсности порошка никель-цинкового феррита состава $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ на его магнитные свойства. Материал синтезирован по керамической технологии с предварительной механической активацией прекурсоров. Варьирование дисперсности достигали различными режимами его сухого измельчения в шаровой мельнице. Установлены закономерности изменения намагниченности насыщения и коэрцитивной силы от режимов измельчения и удельной площади поверхности порошка. Определены изменения в характере протекания магнитного фазового перехода в области температуры Кюри у материалов с различной степенью дисперсности.

Ключевые слова: никель-цинковый феррит, керамические порошки, БЭТ, лазерная дифракция, термоманометрия

DOI: 10.31857/S0015323024040035, **EDN:** WROBXV

ВВЕДЕНИЕ

Никель-цинковые ферриты (НЦФ) относятся к магнитомягким керамическим материалам с ГЦК-структурой шпинели (пространственная группа $Fd-3m$). Общая формула ферритов данного семейства $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($0 < x_{\text{Zn}} < 1$).

В настоящее время НЦФ находят свое применение в СВЧ-технике [1], электронике [2], газоанализаторах [3], измерителях механических напряжений [4], магниторезистивных элементах [5], магнитной гипертермии [6] и многих других научно-технических сферах. Поскольку для решения широкого спектра прикладных задач необходимы материалы с различными техническими характеристиками, в настоящее время ведутся многочисленные исследовательские работы, направленные на модификацию физических свойств данных ферритов.

Большой интерес исследователей вызывает влияние концентрации цинка в составе НЦФ на их магнитные свойства. Например, в работе [6] выявлено, что при повышении концентрации цинка происходит повышение намагниченности насыщения, однако при значениях $x_{\text{Zn}} > 0.5$ данный магнитный параметр начинает умень-

шаться. Первоначальная тенденция увеличения намагниченности объясняется вытеснением диамагнитными катионами Zn^{2+} магнитоактивных Fe^{3+} из тетраэдрических пустот в октаэдрические, что уменьшает их вклад в компенсацию магнитного момента Ni^{2+} . Дальнейшее повышение концентрации цинка приводит к ослаблению сверхобменного взаимодействия между тетра- и октаэдрическими подрешетками, и доминирующим становится куда более слабый сверхобмен между двумя октаэдрическими подрешетками феррошпинели, что и приводит к уменьшению намагниченности.

В работе [7] также получили значение критической концентрации цинка, при превышении которой намагниченность насыщения феррита начинала уменьшаться. Она оказалась равной $x_{\text{Zn}} = 0.4$. Более того, было выявлено, что среди всей широкой линейки составов феррит с $x_{\text{Zn}} = 0.3$ выделяется двумя ключевыми особенностями. Обладая большой намагниченностью насыщения, он также имеет высокую температуру Кюри, превышающую 400°C , что позволяет его использовать в широком диапазоне рабочих температур. Данный фактор послужил основной причиной для выбора НЦФ состава

$\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ в качестве объекта исследований в настоящей работе.

Магнитные характеристики НЦФ-порошков могут различаться даже в тех случаях, когда их составы идентичны. Например, разница между значениями удельной намагниченности насыщения НЦФ $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, полученными в работах [8] и [9], составляет более 35 Гс·см³/г. Кроме того, возможны сильные различия по величине коэрцитивной силы H_c . Так, для НЦФ $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_4$, в работе [10] получено значение $H_c = 184$ Э, в то время как в [11] для материала того же состава коэрцитивная сила составила всего 15 Э. Столь сильные различия магнитных характеристик могли быть вызваны особенностями микроструктуры материалов, определяемой в том числе и средним размером частиц порошка.

На практике также имеет место целенаправленное изменение степени дисперсности ферритовых порошковых материалов для модификации их магнитных свойств. Одним из примеров такого рода модификаций может служить феномен суперпарамагнетизма, характерный также и для рассматриваемых в настоящей работе порошков НЦФ [12, 13].

Существует достаточно большое количество исследований, посвященных выявлению зависимости магнитных свойств порошковых материалов от размера частиц. Так, в работах [14, 15] изменяли температуру Кюри нанопорошков НЦФ состава $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$, путем диспергирования исходного материала в шаровой мельнице. В работе [16], измельчая порошок НЦФ композиции $\text{Ni}_{0.75}\text{Zn}_{0.25}\text{Fe}_2\text{O}_4$, фиксировали размер частиц, при котором материал начинал проявлять суперпарамагнитные свойства. Метод определения данного критического размера был основан на измерении коэрцитивной силы порошка, которая достигает своего максимума при переходе структуры ферримагнетика от многодоменного состояния к однодоменному.

Отличительной чертой большинства подобного рода работ является рассмотрение в качестве объекта исследования наноматериалов. При этом закономерности изменения магнитных

свойств с изменением микроструктуры у ферритовых порошков с более низкой дисперсностью изучены весьма слабо. Это подтверждает актуальность настоящей работы, целью которой является выявление зависимости коэрцитивной силы, намагниченности, а также параметров магнитного фазового перехода в области точки Кюри микронного ферритового порошка состава $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ от степени его дисперсности.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Никель-цинковый феррит $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ был синтезирован керамическим методом с предварительной механической активацией оксидной смеси $\text{NiO}-\text{ZnO}-\text{Fe}_2\text{O}_3$ в шаровой мельнице Retsch Emax в течение 60 мин при частоте оборотов размольной гарнитуры 1000 об/мин (материал стаканов и шаров — сталь, отношение массы загружаемого порошка к массе шаров 1:10). Механоактивация прекурсоров приводит к повышению их реакционной способности, что позволило провести синтез НЦФ при изотермической выдержке 900°C в течение 240 мин. Для сравнения в работах [8, 17] ферритизацию проводили при температурах выше 1000°C.

Фазовый состав полученного феррита контролировали методом рентгенофазового анализа (РФА). Измерения осуществлялись в диапазоне углов 2θ 15°–100, скорость сканирования 1.2°/мин при шаге 0.02°. Напряжение на рентгеновской трубке с медным анодом 30 кВ, ток 25 мА. Обработку рентгенограмм осуществляли в программной среде PowderCell 2.5.

Для варьирования дисперсности синтезированные образцы НЦФ измельчали в мельнице при девяти различных режимах, указанных в табл. 1.

Контроль дисперсности проводили методами лазерной дифракции и Брунауэра—Эммета—Теллера (БЭТ). Выбор данных методов основан на их активном применении при изучении структурных свойств порошковой ферритовой керамики [18–20].

Таблица 1. Шифры образцов НЦФ, измельченных в шаровой мельнице при различных условиях

Время, мин	Частота вращения, об/мин		
	500	1000	1500
15	S1	S4	S7
30	S2	S5	S8
60	S3	S6	S9

S0 — образец НЦФ без измельчения

Измерения магнитных свойств образцов проводили с помощью вибрационного магнитометра VSM Lakeshore 7400 System в магнитном поле ± 16 кЭ при комнатной температуре (~ 300 К). Для оценки намагниченности насыщения (M_s) был применен закон приближения к насыщению (1):

$$M(H) = M_s \cdot \left(1 - \frac{A}{H} - \frac{B}{H^2}\right), \quad (1)$$

где A и B – свободные параметры подгонки; H – напряженность магнитного поля.

Измерительная ячейка представляла собой алюминиевый тигель с крышкой, в котором образец плотно запечатывали холодной сваркой для фиксации, чтобы избежать движения его частиц в магнитном поле. Пробу для магнитных измерений готовили в виде тонкого диска, что позволило не учитывать размагничивающий фактор. Дополнительную фиксацию клеем не использовали, т.к. при данной конфигурации магнитометра это не влияет на характер и качество измерений. Массу навесок измеряли аналитическими весами Ohaus PA214 с точностью 0.1 мг. Относительная погрешность измерения массы навесок составляла порядка 5% и формировала основной вклад в неопределенность измерения гистерезисных характеристик.

Данные о характере протекания фазового перехода в области температуры Кюри получены методом термомагнитометрии (ТММ), проведенной на синхронном термическом анализаторе Netzsch STA 449C Jupiter. Данный вид термического анализа представляет собой термогравиметрию в постоянном магнитном поле и активно применяется при исследовании магнитных фазовых переходов в ферро- и ферромагнитных соединениях [17, 21–25]. Устройство экспериментальной ячейки для проведения ТММ показано на рис. 1.

Ячейка представляет из себя термовесы, с внешней стороны которых установлены два постоянных магнита, создающих магнитное поле напряженностью ~ 5 Э. Данные магниты установлены немного выше уровня расположения образца. Это приводит к тому, что исследуемые ферриты, обладающие спонтанной намагниченностью, втягиваются полем и оказывают на весы меньшее давление. Затем при нагревании до температуры Кюри НЦФ теряют свою намагниченность и прекращают взаимодействовать с внешним магнитным полем, в связи с чем на термограмме появляется аномалия, связанная с повышением веса (рис. 2).

Анализ аномалии по термогравиметрической (ТГ) и деривативной термогравиметрической (ДТГ) кривым позволяет получить ин-

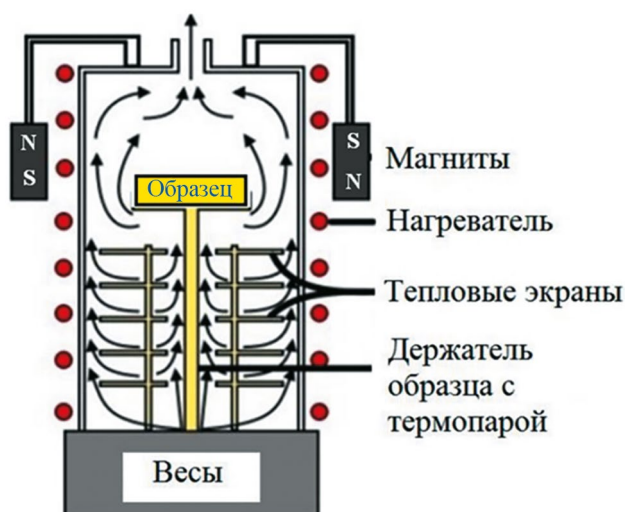


Рис. 1. Экспериментальная ячейка для проведения ТММ [7].

формацию о магнитном фазовом переходе. Его главными показателями являются: температурный диапазон перехода $\Delta T(^{\circ}\text{C})$ – диапазон, в котором наблюдается аномалия повышения веса; $\Delta m(\%)$ – относительное увеличение веса; $T_K(^{\circ}\text{C})$ – температура Кюри, соответствующая температуре, при которой скорость нарастания веса была максимальной (положение пика ДТГ-кривой).

Все измерения проведены на воздухе. Нагрев производили до температуры 800°C . Скорость нагрева $50^{\circ}\text{C}/\text{мин}$. При этом все ТГ-кривые, приведенные в работе, являются разностью между кривыми ТММ-анализа для исследуемого образца и контрольными кривыми, полученными в ходе термогравиметрии соответствующих образцов без системы из двух постоянных маг-

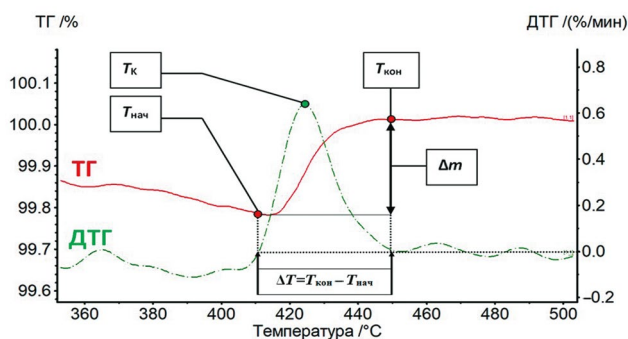


Рис. 2. Параметры термической аномалии на ТГ/ДТГ-кривых, получаемых в ходе ТММ магнитных образцов: $T_{\text{нач}}/T_{\text{кон}}$ – температура начала/окончания перехода; ΔT – температурный диапазон перехода; Δm – весовая ступень перехода; T_K – температура Кюри.

нитов. Это было сделано как для компенсации сторонних процессов, связанных с изменением массы образца (десорбция, окисление и т.д.), так и для учета влияния магнитного поля Земли.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Рентгеновская дифрактометрия. РФА синтезированного НЦФ показал его монофазность: все рефлексы соответствуют ферритовой фазе $\text{Ni}_{0.73}\text{Zn}_{0.29}\text{Fe}_{1.98}\text{O}_4$ (карточка 04-002-3818 [7]). Рентгенограмма представлена на рис. 3. Параметр кристаллической ячейки составил 8.371 Å, что хорошо согласуется со значениями, полученными в [7, 14, 25] для феррита этой композиции.

Анализ дисперсности порошка по методу БЭТ. Столбчатая диаграмма с полученными данными по площади удельной поверхности порошков НЦФ представлена на рис. 4. С увеличением частоты измельчения до 1000 об/мин удельная площадь сначала начинает расти, а затем наблюдается тенденция к ее уменьшению. Причиной этому может быть появление крупных агломератов частиц, которые образуются на вы-

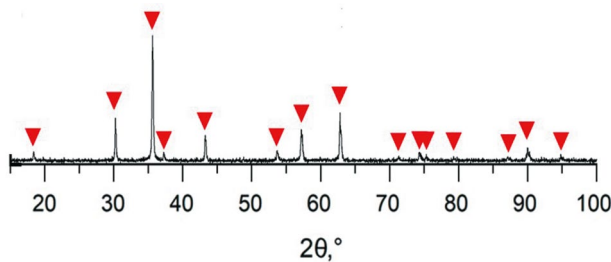


Рис. 3. Рентгенограмма синтезированного НЦФ (▼ — положение рефлексов фазы $\text{Ni}_{0.73}\text{Zn}_{0.29}\text{Fe}_{1.98}\text{O}_4$).

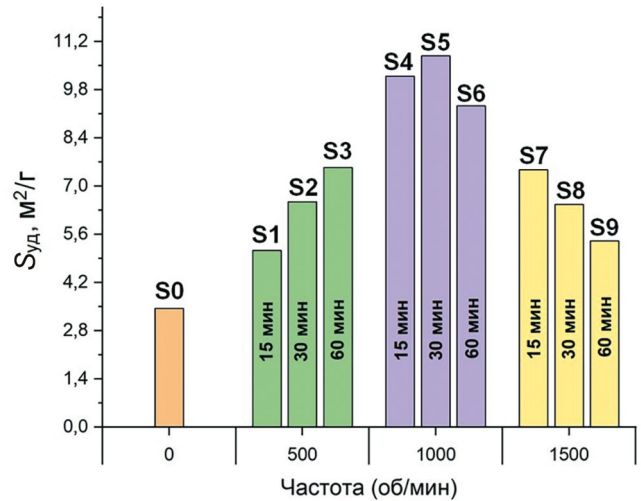


Рис. 4. Результаты БЭТ-анализа: $S_{уд}$ — площадь удельной поверхности, $\text{м}^2/\text{г}$.

соких частотах оборотов размольной гарнитуры при сухом измельчении.

Таким образом, по данным БЭТ-анализа наименьший размер частиц (соответствующий наибольшей площади удельной поверхности) удалось получить при измельчении на 1000 об/мин в течение 30 мин.

Лазерная дифракция. Результаты распределения частиц по размеру на основе объема (Q_3), полученные методом лазерной дифракции, представлены в табл. 2.

На рис. 5 приведены распределения в интегральной и дифференциальной форме для исходного образца, а также образцов S3, S6, S9. Картины распределения сформированы на основе шести независимых измерений по каждому образцу НЦФ (каждой итерации присвоен собственный цвет).

Таблица 2. Объемное распределение частиц по размеру (d_{10} , d_{50} , d_{90} — 10, 50, 90 процентиля распределения, d_{cp} — средний размер частиц)

Образец	d_{10} , мкм	d_{50} , мкм	d_{90} , мкм	d_{cp} , мкм
S0	0.6	4.3	15.7	5.7
S1	0.5	4.2	34.7	8.9
S2	0.6	22.2	40.3	18.2
S3	0.3	6.2	32.8	9.6
S4	0.6	25.3	45.7	20.3
S5	0.8	26.8	46.6	21.8
S6	0.4	17.5	35.6	14.1
S7	0.9	20.6	42.0	17.8
S8	0.7	17.5	38.2	15.4
S9	1.6	23.7	42.0	19.2

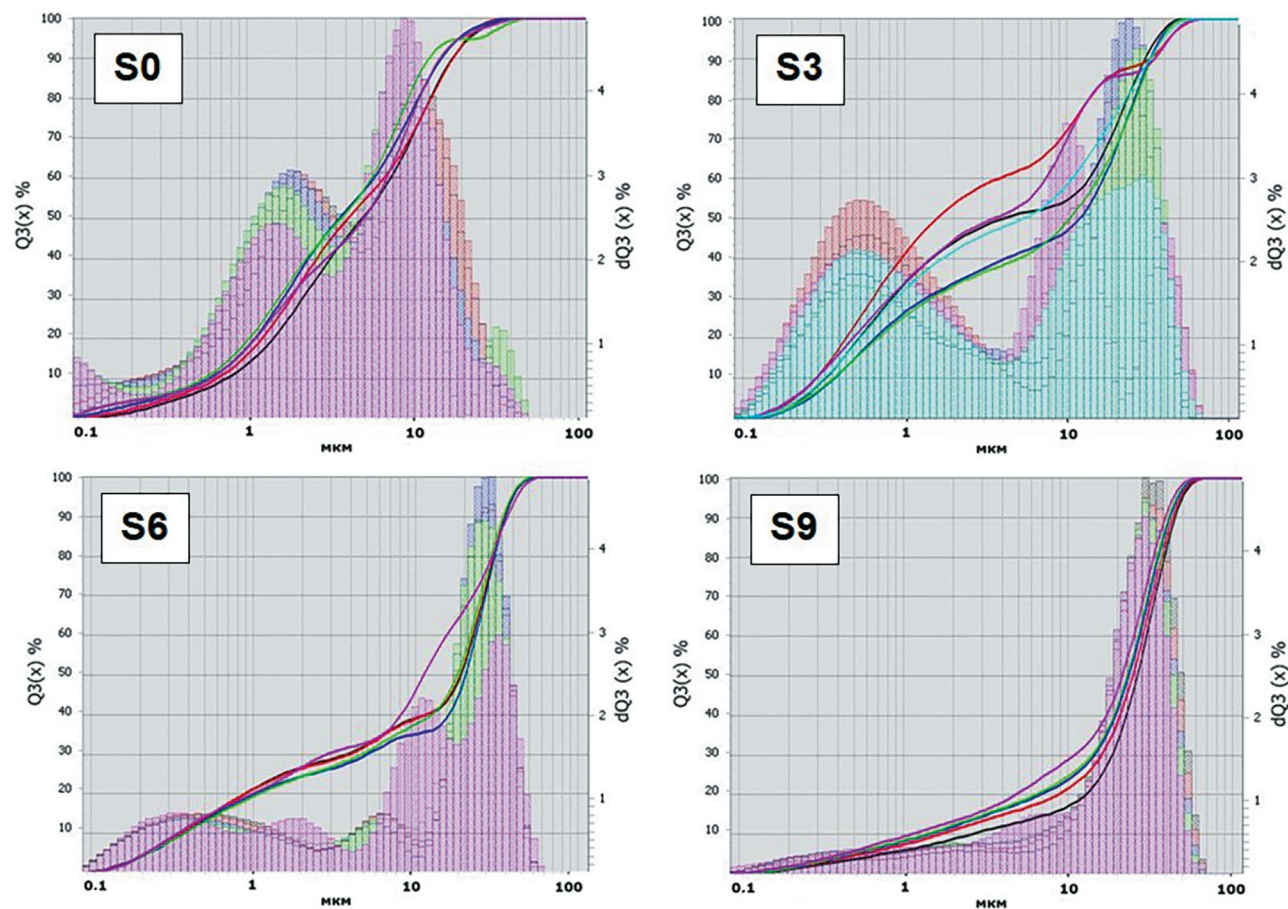


Рис. 5. Распределения частиц порошков НЦФ по размеру на основе объема (Q3).

Было выявлено, что в образце S3 наблюдается выделение субмикронной фракции НЦФ. В образцах S6 и S9 наблюдается постепенный дрейф пика в правую сторону по размерной шкале, что свидетельствует об образовании крупных агломератов. Похожую ситуацию наблюдали при БЭТ-анализе.

Агломерирование частиц при сухом диспергировании порошков – достаточно распростра-

ненное явление. Например, в работе [26] именно данный фактор рассматривали в качестве основной причины уменьшения удельной поверхности измельченного в шаровой мельнице порошка BaTiO₃. В работе [27] также наблюдали на СЭМ-изображениях агломерацию частиц порошка α-Fe₂O₃ при его диспергировании в широком временном диапазоне. Одна из возможных причин образования агломератов – увеличение

Таблица 3. Магнитные параметры НЦФ-порошков: H_c – коэрцитивная сила; M_s – намагниченность насыщения; M_R/M_s – приведенная остаточная намагниченность

Образец	H_c , Э	M_s , Гс·см ³ /г	M_R/M_s
S0	95	64	0.154
S2	156	67	0.206
S3	213	46	0.200
S5	500	50	0.307
S6	697	34	0.288
S8	545	41	0.267
S9	325	33	0.176

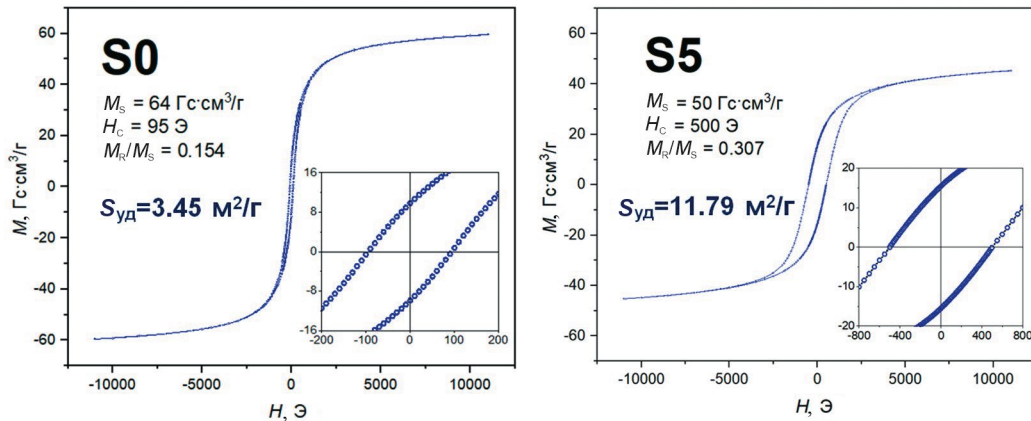


Рис. 6. Петли гистерезиса НЦФ-образцов с различной площадью удельной поверхности.

поверхностной энергии частиц, приводящей к образованию новых связей между соседними порошинками измельчаемого материала.

Измерение магнитных свойств. Результаты измерений магнитных характеристик порошковых НЦФ приведены в табл. 3.

Петли гистерезиса исходного образца S0 и образца с наибольшей площадью удельной поверхности S5 представлены на рис. 6. Наблюдается тенденция уменьшения намагниченности насыщения с увеличением времени измельчения порошков (рис. 7). Это может быть связано с увеличением дефектов кристаллической структуры частиц феррита при длительных механических воздействиях на них в шаровой мельнице. Постепенное накопление дефектов уменьшает число возможных сверхобменных взаимодействий в кристаллитах, что уменьшает намагниченность всего образца в целом.

Закономерность изменения коэрцитивной силы от режимов измельчения (рис. 8) имеет схожий вид с закономерностями, полученными для удельной площади поверхности образцов. Показано, что данный параметр уменьшается с увеличением среднего размера частиц. Этот феномен действительно характерен для мультимодальных частиц: их коэрцитивная сила увеличивается до т.н. критического размера, при котором они начинают проявлять суперпарамагнитные свойства [28].

Анализ магнитного фазового перехода. В табл. 4 приведены параметры магнитного фазового перехода в области точки Кюри, полученные в ходе ТММ. Полученные значения температуры Кюри близки к значениям, полученным в [29] для феррита того же состава, что также может подтвердить фазовый состав синтезированного порошка наряду с РФА.

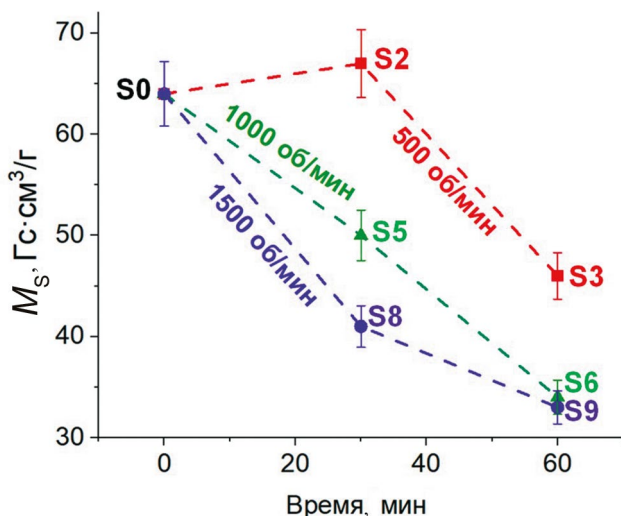


Рис. 7. Зависимость намагниченности насыщения от режимов измельчения НЦФ.

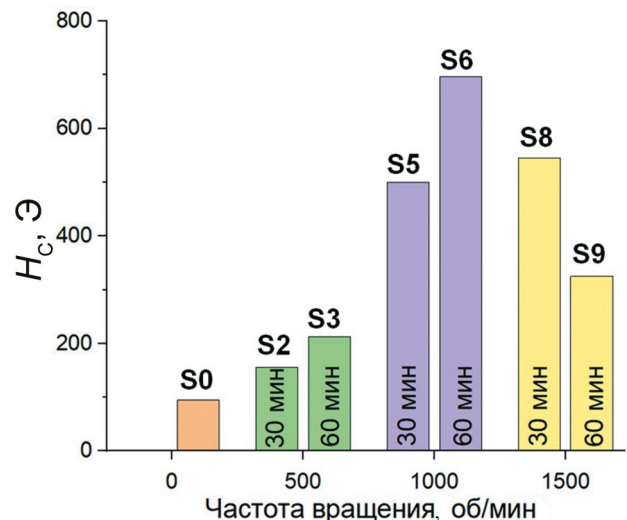


Рис. 8. Зависимость коэрцитивной силы от режимов измельчения НЦФ.

Таблица 4. Параметры магнитного фазового перехода

Образец	Δm , %	ΔT , °C	T_K , °C
S0	0.23	28	424
S1	0.19	29	420
S2	0.16	30	423
S3	0.15	28	424
S4	0.10	35	421
S5	0.06	33	422
S6	0.02	30	420
S7	0.10	54	424
S8	0.11	78	424
S9	0.04	88	420

Выявление термической аномалии перехода ферромагнетик—парамагнетик было затруднено в высокодисперсных образцах из-за сторонних процессов, перекрывающих весовую ступень перехода. В качестве сравнения на рис. 9 представлены термограммы образцов S0 и S6, сильно различающихся по площади удельной поверхности.

Установлено, что от площади удельной поверхности зависит величина весовой ступени

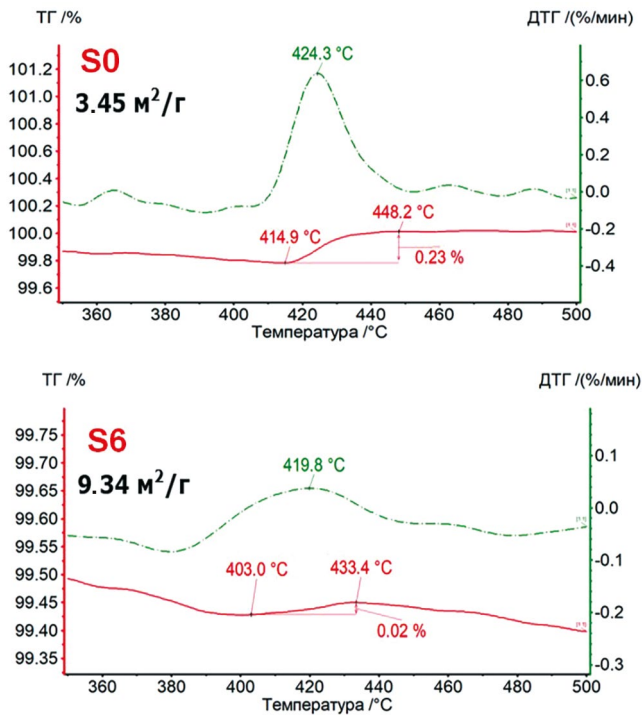


Рис. 9. Термограммы образцов в области температуры Кюри.

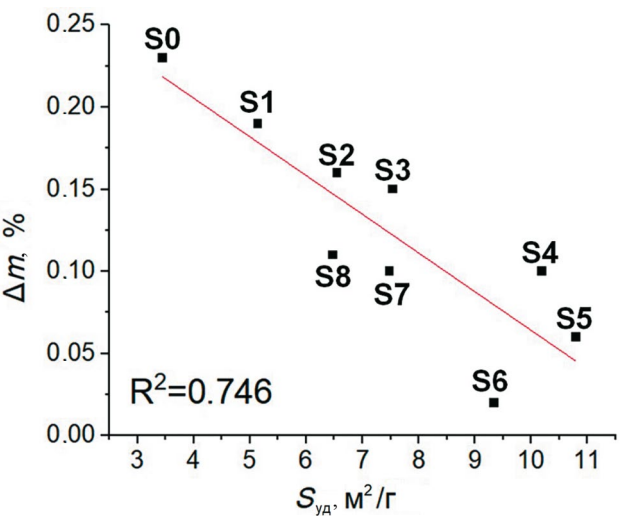


Рис. 10. Зависимость параметра Δm термической аномалии в точке Кюри от площади удельной поверхности $S_{уд}$ порошка НЦФ.

Δm термической аномалии (рис. 10). Это может быть объяснено фактором повышения дефектов кристаллической структуры с каждым появлением новой поверхности при разрушении исходной частицы. Разрыв сверхобменных связей приводит к уменьшению намагниченности порошка, что снижает степень его взаимодействия с внешним магнитным полем.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе рассмотрено влияние режимов измельчения ферритового порошка $Ni_{0.7}Zn_{0.3}Fe_2O_4$ на степень его дисперсности. Выявлено, что наиболее высокодисперсный порошок получает-

ся при сухом диспергировании в шаровой мельнице на частоте 1000 об/мин в течение 30 мин.

Полученные в работе закономерности говорят о сильном влиянии размера частиц ферритовых порошков на величину их намагниченности, коэрцитивной силы и параметров магнитного фазового перехода в области точки Кюри, что также подтверждает возможность модификации данных свойств путем изменения дисперсности материала. Выявлено, что намагниченность порошка уменьшается с увеличением времени измельчения независимо от частоты вращения размольной гарнитуры мельницы, а коэрцитивная сила увеличивается с повышением дисперсности порошка.

В ходе проведения ТММ установлено влияние площади удельной поверхности порошка на величину весовой ступени Δm термической аномалии в области точки Кюри. Это открывает возможность дальнейших исследований, направленных на адаптацию термомагнитометрического контроля в качестве метода уточнения данного микроструктурного параметра у магнитных порошковых материалов.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 19-72-10078-П, <https://rscf.ru/project/19-72-10078/>, ФГАОУ ВО “Национальный исследовательский Томский политехнический университет”, Томская обл.).

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Preeti H., Shilpa T., Deepika Ch., Blaise R., Atul T. Recent advances on synthesis, characterization and high frequency applications of Ni-Zn ferrite nanoparticles // J. Magn. Magn. Mater. 2023. V. 530. P. 167925.
2. Rohit J., Pooja P., Ankit V., Virender P.S. Magnetic and electrical traits of sol-gel synthesized Ni-Cu-Zn nanosized spinel ferrites for multi-layer chip inductors application // J. Solid State Chem. 2020. V. 289. P. 121462.
3. Madake S.B., Thorat J.B., Rajpure K.Y. Spray deposited multimetal Cu-Ni-Zn ferrite for gas sensing application // Sens. Actuator A Phys. 2021. V. 331. P. 112919.
4. Maciej K., Jacek S. Characterization of magnetoelastic properties of Ni-Zn ferrite in wide range of magnetizing fields for stress sensing applications // Measurement. 2021. V. 168. P. 108301.
5. Lovely G., Viji C., Maheen M., Mohammed E.M. Enhanced magnetic properties at low temperature of Mn substituted Ni-Zn mixed ferrite doped with Gd ions for magnetoresistive applications // Mater. Res. Bull. 2020. V. 126. P. 110833.
6. Tovstolytkin A.I., Kulyk M.M., Kalita V.M., Ryabchenko S.M., Zamorskyi V.O., Fedorchuk O.P., Solopan S.O., Belous A.G. Nickel-zinc spinel nanoferrites: Magnetic characterization and prospects of the use in self-controlled magnetic hyperthermia // J. Magn. Magn. Mater. 2019. V. 473. P. 422–427.
7. Astafyev A., Lysenko E., Surzhikov A., Nikolaev E., Vlasov V. Thermomagnetometric analysis of nickel-zinc ferrites // J. Therm. Anal. Calorim. 2020. V. 142. P. 1775–1781.
8. Hu J., Ma Y., Kan X. Investigations of Co substitution on the structural and magnetic properties of Ni-Zn spinel ferrite // J. Magn. Magn. Mater. 2020. V. 513. P. 167200.
9. Bajorek A., Berger C., Dulski M. Microstructural and magnetic characterization of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ferrite nanoparticles // J. Phys. Chem Solids. 2019. V. 129. P. 1–21.
10. Atiq Sh., Majeed M., Aqsa A., Abbas K. Synthesis and investigation of structural, morphological, magnetic, dielectric and impedance spectroscopic characteristics of Ni-Zn ferrite nanoparticles // Ceram. Int. 2017. V. 43. P. 2486–2494.
11. Anupama M.K., Srinatha N., Matteppanavar Sh., Basavaraj A. Effect of Zn substitution on the structural and magnetic properties of nanocrystalline NiFe_2O_4 ferrites // Ceram. Int. 2018. V. 44. P. 4946–4954.
12. Belekhar R.M., Wani M.A., Athawale S.A., Kakde S. Minimum hysteresis loss and amplified magnetic properties of superparamagnetic Ni-Zn nano spinel ferrite // Physics Open. 2022. V. 10. P. 100099.
13. Suli Ch., Shuzhou Ch., Guanghui Zh., Jizhou Ch. Fabrication and properties of novel superparamagnetic, well – Dispersed waterborne Polyurethane/Ni-Zn ferrite nanocomposites // Compos Sci Technol. 2015. V. 119. P. 108–114.
14. Kumar S., Singh J., Kaur H. Microstructural and magnetic properties of Zn substituted nickel ferrite synthesized by facile solution combustion method // Micro Nano Lett. 2019. V. 14. P. 727–731.
15. Kumar S., Kumar P., Singh V., Mandal U.K., Kotnala R.K. Synthesis, characterization and magnetic properties of monodisperse Ni, Zn-ferrite nanocrystals // J. Magn. Magn. Mater. 2015. V. 379. P. 50–57.
16. Liu G., Dai B., Ren Y. et al. Microstructure and magnetic properties of nickel-zinc ferrite ceramics fabricated by spark plasma sintering // Ceram. Int. 2022. V. 48. P. 10412–10419.
17. Chang H., Gan D., Kao P.W. The effect of composition on the Curie temperature of α -phase $(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{AlC}_x$ // Mater. Chem. Phys. 2006. V. 99. P. 30–33.
18. Ala M., Vijayakanth V., Prabhakar V.S.V., Ki H.K. Structural, BET and EPR properties of mixed zinc-manganese spinel ferrites nanoparticles for energy storage applications // Ceram. Int. 2023. V. 49. P. 19717–19727.
19. Rekha M.M., Veerabhadraswamy M., Maruthi N. Catalytic conversion of defatted rice bran into value

- added chemicals using copper ferrite: A sustainable approach // *J. Indian Chem. Soc.* 2023. V. 100. P. 101072.
20. *Rajinder K., Rohit J., Himanshi, Jahangeer A., Anant V.N., Saad M.A., Louis W.Y.L., Supriya A.P., Ridhima A., Sachin K.G., Bar-man P.B., Ragini R.S., Abhishek K.* A new hybrid non-aqueous approach for the development of Co doped Ni-Zn ferrite nanoparticles for practical applications: Cation distribution, magnetic and antibacterial studies // *Inorg. Chem. Commun.* 2023. V. 157. P. 111355.
 21. *Lysenko E.N., Astafyev A.L., Vlasov V.A., Surzhikov A.P.* Analysis of phase composition of LiZn and LiTi ferrites by XRD and thermomagnetometric analysis // *J. Magn. Magn. Mater.* 2018. V. 465. P. 457–461.
 22. *Surzhikov A.P., Malyshev A.V., Lysenko E.N., Vlasov V.A.* Structural, electromagnetic, and dielectric properties of lithium-zinc ferrite ceramics sintered by pulsed electron beam heating // *Ceram. Int.* 2017. V. 43. P. 9778–9782.
 23. *Lysenko E.N., Nikolaev E.V., Surzhikov A.P., Nikolaeva S.A.* Kinetic analysis of lithium–titanium ferrite formation from mechanically milled reagents // *Mater. Chem. Phys.* 2020. V. 239. P. 122055.
 24. *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.
 25. *Brzozowski R., Moneta M.E.* Correlation between thermal induced structural and magnetic transformations in Si-rich $\text{Fe}_{73}\text{Cu}_1\text{Si}_{16}\text{B}_7\text{Nb}_3$ metal alloy // *Nucl Instrum Methods Phys. Res. B.* 2012. V. 279. P. 208–211.
 26. *Pavlović V.P., Krstić J., Šćepanović M.J., Dojčilović J.R.* Structural investigation of mechanically activated nanocrystalline BaTiO_3 powders // *Ceram. Int.* 2011. V. 37. P. 2513–2518.
 27. *Lemine O.M.* Microstructural characterisation of $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ nanoparticles using, XRD line profiles analysis, FE-SEM and FT-IR // *Superlattices Microstruct.* 2009. V. 45. P. 576–582.
 28. *Liu G., Dai B., Ren Y., Zhang K.* Microstructure and magnetic properties of nickel-zinc ferrite ceramics fabricated by spark plasma sintering // *Ceram. Int.* 2022. V. 48. P. 10412–10419.
 29. *Sherstyuk D.P., Starikov A.Y., Zhivulin V.E.* Effect of Co content on magnetic features and SPIN states in Ni–Zn spinel ferrites // *Ceram. Int.* 2021. V. 47. P. 12163–12169.

Magnetic Properties of a Nickel–Zinc Ferrite Powder with Different Degrees of Dispersion

S. A. Bobuyok^{1, *}, A. P. Surzhikov¹, E. N. Lysenko¹, E. V. Nikolaev¹, V. D. Salnikov²

¹*The National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, 634050 Russia*

²*Immanuel Kant Baltic Federal University, Kaliningrad, 236041 Russia*

*e-mail: sab45@tpu.ru

The influence of the degree of dispersion of a nickel–zinc ferrite powder of a $\text{Ni}_{0.7}\text{Zn}_{0.3}\text{Fe}_2\text{O}_4$ composition on its magnetic properties has been considered. The material has been synthesized using the ceramic technology with preliminary mechanical activation of precursors. The degree of dispersion has been varied using different modes of its dry grinding in a ball mill. The patterns of the changes in saturation magnetization and the coercive force as a function of grinding modes and a specific surface area of the ferrite powder have been established. The changes in the pattern of the magnetic phase transition in the region of the Curie temperature of materials with different degrees of dispersion have been determined.

Keywords: nickel-zinc ferrite, ceramic powders, BET, laser diffraction, thermomagnetometry

Термины: термомагнитометрия — thermomagnetometry; thermomagnetometric method/testing — термомагнитометрический метод/контроль