

ЧТО ОТРАЖЕНО В АРХЕОМАГНИТНОЙ ЗАПИСИ ОБОЖЖЕННОЙ КЕРАМИКИ?

© 2024 г. О. В. Пилипенко¹, *, Г. П. Марков¹, **, Н. В. Сальная², ***,
П. А. Минаев¹, ****, Н. А. Афиногенова³, *****

¹Институт физики Земли им. О.Ю. Шмидта РАН, г. Москва, Россия

²Геологический институт РАН, г. Москва, Россия

³Геофизическая обсерватория “Борок”, филиал Института физики Земли РАН,
пос. Борок, Ярославская обл., Россия

*E-mail: pilipenko@ifz.ru

**E-mail: gpmarkov@yandex.ru

***E-mail: nat@savi@inbox.ru

****E-mail: ps1100@ya.ru

*****E-mail: aphina312@mail.ru

Поступила в редакцию 17.10.2023 г.

После доработки 24.11.2023 г.

Принята к публикации 25.11.2023 г.

С целью сравнения археонапряженности, определенной методами Телье–Коэ и Вилсона, с известным, “истинным” значением геомагнитного поля во время и в месте обжига керамики на образцах керамики, изготовленной 21.02.2017 в г. Мышкин Ярославской области РФ, проведен комплекс археомагнитных и петромагнитных исследований.

Полученные результаты показывают два различных значения археонапряженности, соответствующих двум температурным интервалам. На низкотемпературном интервале (~150–350°C) получены значения ниже истинного примерно на 13 мкТл, на интервале (~350–600°C) значения археонапряженности достаточно близки к “истинному”. Причина данного явления, возможно, связана с наличием в исследуемой керамике мелких магнитных зерен, близких по размеру к суперпарамагнитным, которые при нагревах способны возобновить свой рост и достигнуть размеров однодоменного состояния.

Результаты петромагнитных исследований показывают, что носителями термоостаточной намагниченности в исследуемой керамике являются зерна окисленного магнетита, гематита и, возможно, ϵ -Fe₂O₃.

Ключевые слова: археоманетизм, археонапряженность геомагнитного поля, метод Телье–Коэ, метод Вилсона, обожженная керамика.

DOI: <https://doi.org/10.26907/2541-7746.2024.3.3-24>

1. ВВЕДЕНИЕ

Предметами исследования в археоманетизме служат, в основном, изготовленные из глины керамика и кирпичи, обожженные и выдержанные при достаточно высокой температуре, возможно, выше 1000°C. Ферромагнитные частицы, содержащиеся в керамике неоднородны по составу, концентрации и размеру зерен, что влияет на магнитные свойства керамики: магнитную восприимчивость, анизотропию магнитной восприимчивости, коэрцитивную и остаточную коэрцитивную силы. В археоманетизме главным и определяющим термоостаточную

намагниченность фактором является величина геомагнитного поля, в котором происходит остывание керамики или кирпичей после их обжига. По аналогии с палеонапряженностью в палеоманетизме будем называть напряженность магнитного поля, записанную в образцах керамики и определенную в лаборатории методами археоманетизма, археонапряженностью.

Данная работа проведена с целью: 1) сравнения экспериментально определенной археонапряженности методами Телье–Коэ и Вилсона с известными обсерваторным, модельным и измеренным во время и в месте изготовления

керамики значениями поля; 2) оценки влияния ферромагнитного состава керамики, скорости охлаждения образцов керамики и анизотропии термоостаточной намагниченности на определение археонапряженности.

2. ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом исследования служили образцы, изготовленные из двух одинаковых по минеральному составу керамических пластин, обожженных в специальной печи гончарной мастерской города Мышкин ($57^{\circ}47'23''$ с.ш., $38^{\circ}27'16''$ в.д.) 21.02.2017 г. По модели IGRF (13 Generation) напряженность геомагнитного поля 21.02.2017 г. в г. Мышкин составляла 53.05 ± 0.01 мкТл. Напряженность геомагнитного поля, записанного Геофизической обсерваторией “Борок” ($58^{\circ}03'45''$ с.ш., $38^{\circ}14'23''$ в.д.), расположенной в 32.5 км от г. Мышкин, в этот же день была 52.74 ± 0.01 мкТл. Проверка поля в гончарной мастерской г. Мышкин 15.02.2017 г. аппаратно-программным магнитометром с трехосным датчиком Холла АК8963 (Asahi Kasei, Япония, разрешение ± 0.15 мкТл) показала значение напряженности магнитного поля 54.0 ± 0.2 мкТл. Все это говорит о пространственно-временной стабильности геомагнитного поля.

Для изготовления керамики использовалась глина из природного карьера. Глиняное “тесто” было раскатано на две пластины толщиной ~ 2 см и размером $\sim 15 \times 15$ см. Далее эти пластины поместили в керамическую печь и выдерживали некоторое время при температуре свыше 1000°C . Остывание пластин происходило в печи естественным путем. Время и температура остывания пластин в печи фиксировались в журнале (табл. 1). Известно, что в 17:45 по местному времени температура в печи составляла 678°C , а в 18:45 — 563°C . Таким образом, скорость остывания пластин на данном временном интервале была $\sim 0.03^{\circ}/\text{с}$. За весь температурный интервал от 1000 до 265°C скорость остывания изменялась от 0.13 до $0.01^{\circ}/\text{с}$.

После обжига из пластин были изготовлены кубические образцы с ребрами 2 и 1 см для проведения петромагнитных и археомангнитных исследований. Размер пластин был достаточным, чтобы авторы работы не были ограничены в материале при повторных измерениях. Это дало возможность проверить необходимую в методической работе повторяемость результатов.

Таблица 1. Изменение температуры в печи после обжига керамики

Время	$T, ^{\circ}\text{C}$	Время	$T, ^{\circ}\text{C}$
16:30	1000	18:45	563
16:45	885	19:00	537
17:00	822	19:15	513
17:15	770	19:30	490
17:30	727	19:45	462
17:45	678	20:00	448
18:00	653	21:00	370
18:15	620	22:00	314
18:30	591	23:00	265

3. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

3.1. Термомагнитный анализ (ТМА)

На первом образце объемом 1 см^3 из каждой пластины было проведено исследование состава ферромагнитной фракции (ТМА) по намагниченности насыщения от температуры $J_s(T)$ и определение температур Кюри. ТМА был проведен на вибромагнитометре (ОРИОН, Россия). Образцы ступенчато нагревались на воздухе со скоростью $1^{\circ}/\text{с}$ до температур $250, 350, 400, 450, 500, 600, 700^{\circ}\text{C}$ в постоянном магнитном поле ~ 0.7 Тл и затем охлаждались до 30°C также со скоростью $1^{\circ}/\text{с}$.

На дублях образцов объемом 1 см^3 был проведен ТМА по зависимости остаточной намагниченности насыщения от температуры $J_{rs}(T)$ и определение температур деблокирования. J_{rs} создавалась намагничиванием образцов в импульсном магнитном поле ~ 0.7 Тл. Затем на трехкомпонентном магнитометре (ОРИОН, Россия) регистрировалась зависимость $J_{rs}(T)$ при нагреве на воздухе до температуры 675°C со скоростью $1^{\circ}/\text{с}$. Средняя температура деблокирования определена методом пересечения касательных [Gromme, 1969].

На порошкообразных пробах керамики массой ~ 0.7 г был проведен ступенчатый ТМА по зависимости магнитной восприимчивости от температуры на каптаре *Multi-Function Kappabridge MFK1-FA* (AGICO, Чехия) с температурной приставкой CS-3. Пробы ступенчато нагревались до температур $250, 350, 400, 450, 500, 600, 700^{\circ}\text{C}$ и затем охлаждались.

Для разделения спектров блокирующих температур высоко- и низкокоэрцитивных минералов выполнен ТМА по методике [Lowrie, 1990] на трех образцах-дублях. Образцы намагничивались в трех ортогональных направлениях: по оси X в поле 1.6 Тл, по оси Y в поле 0.5 Тл и по оси Z в поле 0.3 Тл на установке ASC IM-100 Impulse Magnetizer (США). Далее образцы ступенчато нагревались в терморазмагничивающей установке TD48 (ASC-Scientific, США) от 50 до 650°C с шагом 50°C, а, начиная с 650 до 690°C с шагом 20°C. Затем строились кривые размагничивания остаточной изотермической намагниченности J_{rs} отдельно для каждой компоненты.

3.2. Определение коэрцитивных параметров

На фрагментах керамики на вибромагнитометре (PMC VSM MicroMag 3900, США) были измерены петли магнитного гистерезиса при комнатной температуре и кривые обратного намагничивания, по которым определены гистерезисные параметры с коррекцией на величину парамагнитного и диамагнитного вкладов: J_s — намагниченность насыщения; J_{rs} — остаточная намагниченность насыщения; B_c — коэрцитивная сила; B_{cr} — остаточная коэрцитивная сила. Вычет величины парамагнитного вклада осуществлен в автоматическом режиме на VSM и составлял 30% от полной величины намагниченности насыщения.

Петли магнитного гистерезиса и определение коэрцитивной силы B_c , а также кривые обратного намагничивания и определение B_{cr} как функции температуры были измерены на образцах-дублях объемом 1 см³ на вибромагнитометре конструкции Ю.К. Виноградова (Орион, Россия) в поле 0.9 Тл. Эксперимент проводился на образце объемом ~1 см³ при температурах: 25, 100°C, далее с шагом 25°C до 300°C, далее с шагом 50°C до 500°C и, наконец, снова с шагом 25°C до 700°C.

3.3. Рентгенодифракционный метод

Изучение фазового состава и кристаллической структуры минералов исследуемой керамики осуществлялось методом порошковой рентгеновской дифракции на многофункциональном дифрактометре STADI-MP (STOE, Германия) с первичным изогнутым германиевым кристаллом—монохроматором. Германиевый кристалл—монохроматор (отражение 111) обеспечивает строго монохроматизированное $CoK\alpha_1$ -излучение длиной волны 1.788965 Å.

Рентгено съемка велась при комнатной температуре в дискретном режиме записи дифракционной картины в угловом диапазоне $3^\circ \leq 2\Theta \leq 100^\circ$ для изучения минеральной фракции и в диапазоне $10^\circ \leq 2\Theta \leq 120^\circ$ для изучения магнитной фракции с шагом сканирования 0.05° и временем набора информации в точке 30 с. Перед проведением рентгенофазового анализа магнитной фракции каждый образец предварительно вручную растирался до порошка в яшмовой ступке, затем диспергировался ультразвуком в водном растворе, содержащем поверхностно-активное вещество (мыло). Из водного раствора вручную, с помощью редкоземельного (FeNdB) постоянного магнита, по стенке пробирки вытягивалась магнитная фракция. Для улучшения процесса сепарации данная процедура проводилась несколько раз. При изучении минеральной фракции исследуемый образец предварительно растирался в порошкообразное состояние в яшмовой ступке и затем сразу же фиксировался на шайбе для проведения рентгенофазового анализа.

3.4. Методика археомагнитных исследований

Перед началом эксперимента по определению археонапряженности геомагнитного поля (B) были выполнены измерения естественной остаточной намагниченности (NRM), магнитной восприимчивости (K) и исследована анизотропия магнитной восприимчивости (AMS). Измерения NRM проводились на спинмагнитометре JR-6 (AGICO, Чехия) в трех ортогональных положениях вращения образца, чувствительность прибора $\sim 2.4 \times 10^{-6}$ А/м. Для измерения величины магнитной восприимчивости и анизотропии магнитной восприимчивости использовался каппаметр Multi-Function Kappabridge MFK1-FA (AGICO, Чехия).

После проведения термомагнитных анализов, рентгено-дифрактометрического исследования, определения ферромагнитного состава и коэрцитивных свойств, на образцах-дублях были проведены археомагнитные исследования.

Эксперимент по определению археонапряженности геомагнитного поля проводился по модифицированному методу двойных ступенчатых нагревов Телье—Коэ [Thellier, Thellier, 1959; Сое, 1967] с учетом анизотропии TRM [Сальная, 2022] на трехкомпонентном магнитометре (ОРИОН, Россия) в автоматическом режиме работы. Циклы нагрев—охлаждение без магнитного поля и нагрев—охлаждение в лабораторном магнитном поле $B_{\text{лаб}} = 50$ мкТл проводились

в температурном диапазоне от 100 до 600°C с шагом 25°C на воздухе. В компьютерной программе SrtViewer (версия 1.10.5.1, автор Г.В. Жидков) по результатам измерений для каждого образца строились диаграмма Зийдервельда (в координатах образца [Zijderveld, 1967]), кривая размагничивания $NRM(T)$ и диаграмма Араи–Нагаты [Nagata et al., 1963]. Для каждого образца по диаграмме Араи–Нагаты определялся угловой коэффициент k , равный тангенсу угла наклона прямой (линейной аппроксимации точек), и рассчитывалась величина археонапряженности геомагнитного поля по формуле $B = k \times B_{\text{лаб}}$. Расчет углового коэффициента k проводился на прямолинейном участке диаграммы Араи–Нагаты в температурном интервале (T_1, T_2) , подбираемом индивидуально для каждого образца.

Скорость нагрева, охлаждения и скорость охлаждения образца при создании лабораторной $TRM_{\text{лаб}}$ равнялись 1°C/с, что гораздо больше скорости охлаждения керамики в печи г. Мышкин. Для того, чтобы оценить влияние скорости охлаждения на результаты эксперимента на части образцов выполнен анализ Телье–Коэ на минимально возможной скорости охлаждения, равной 0.2°C/с.

Анализ результатов археомангнитных исследований проводился с помощью компьютерной программы SrtViewer, которая рассчитывала значение B , среднеквадратичную ошибку и параметры оценки качества данных. Ниже перечислим критерии отбора, которые использовались при анализе полученных результатов. Для оценки B на диаграммах Араи–Нагаты принимались в расчет только те образцы, для которых в температурном интервале (T_1, T_2) выполнялись следующие условия:

1) Число анализируемых точек на диаграмме Араи–Нагаты было не менее четырех.

2) $Gap \rightarrow 1$, где Gap – параметр, отражающий равномерность распределения анализируемых точек N на диаграмме Араи–Нагаты по оси NRM в температурном интервале (T_1, T_2) [Coe et al., 1978].

3) Интегральный параметр q (quality) оценки качества, объединяющий четыре параметра (Gap, f, σ, k) составлял $q \geq 5$, [Coe et al., 1978], где f – часть NRM , приходящаяся на интервал (T_1, T_2) от первоначальной NRM_0 ; σ – средняя квадратичная ошибка определения k .

4) Для того, чтобы контролировать возможные изменения в способности образца приобретать TRM , проводилась процедура $pTRM$ check, заключающаяся в проверочных нагревах до

более низких температур после каждого второго температурного цикла [Prévot et al., 1985]. Таким образом, повторно создавалась и измерялась $pTRM$ при температурах 150, 200, 300, 350, 400, 450, 500, 550 и 600°C ($pTRM$ check-point). Абсолютное значение максимального из отклонений $pTRM$ check points от их первоначальных значений в интервале (T_1, T_2) , нормированное на длину отрезка $NRM-pTRM$ в интервале (T_1, T_2) на диаграмме Араи–Нагата, выраженное в процентах – параметр $DRAT < 15\%$ [Selkin, Tauхе, 2000].

5) Сумма отклонений $pTRM$ check points от их первоначальных значений в интервале (T_1, T_2) – кумулятивный параметр $CDRAT < 16\%$ [Kissel, Laj, 2004].

Эксперименты по определению археонапряженности магнитного поля по методу Телье–Коэ с учетом анизотропии TRM [Сальная, 2022] проводились в несколько этапов. Уменьшение влияния магнитной анизотропии достигалось путем создания лабораторной $TRM_{\text{лаб}}$ в направлении характеристической компоненты NRM образцов керамики.

Вначале первый образец-дубль размагничивался температурой до 550°C на трехкомпонентном магнитометре и определялось направление характеристической компоненты NRM . Далее на этом же образце создавалась $TRM_{\text{лаб}}$ в направлении характеристической компоненты NRM . Затем $TRM_{\text{лаб}}$ размагничивалась температурой, определялись направление $TRM_{\text{лаб}}$ и угол между характеристической компонентой NRM и $TRM_{\text{лаб}}$. Если угол был $\leq 5^\circ$, то на следующих образцах-дублях создавалась $TRM_{\text{лаб}}$ в направлении характеристической компоненты NRM и проводились определения археонапряженности.

Если угол между характеристической компонентой NRM и $TRM_{\text{лаб}}$ составлял более 5° , то вектор напряженности лабораторного магнитного поля разворачивался таким образом, чтобы вновь созданный вектор $TRM_{\text{лаб}}$ был сонаправлен вектору характеристической компоненты NRM . После этого снова создавалась и затем размагничивалась температурой $TRM_{\text{лаб}}$ и определялось направление вектора $TRM_{\text{лаб}}$. На втором и последующих образцах-дублях создавалась $TRM_{\text{лаб}}$ до тех пор, пока угол между характеристической компонентой NRM и $TRM_{\text{лаб}}$ не становился $\leq 5^\circ$, после чего проводились определения археонапряженности магнитного поля.

Для получения статистически значимых результатов, эксперимент по определению археонапряженности магнитного поля по методу

Телье–Коэ с учетом анизотропии TRM и скорости охлаждения проводился на 9 образцах, выпиленных из пластины 1, и 9 образцах, выпиленных из пластины 2. Также по одному образцу из каждой пластины участвовало в эксперименте по учету анизотропии TRM . Для отслеживания зависимости результатов от скорости охлаждения образцов на 14 образцах был выполнен эксперимент Телье–Коэ со скоростью охлаждения $1^\circ/\text{с}$ и на 4 образцах со скоростью охлаждения $0.2^\circ/\text{с}$.

Для контроля результатов определения археонапряженности методом Телье–Коэ был проведен эксперимент по методу Вилсона [Wilson, 1961] на трехкомпонентном магнитометре в автоматическом режиме со скоростью охлаждения $1^\circ/\text{с}$. Определения по методу Вилсона проводились с учетом анизотропии TRM . Суть метода Вилсона заключается в сравнении кривой размагничивания $NRM(T)$ и кривой размагничивания лабораторной $TRM_{\text{лаб}}(T)$, полученной в известном лабораторном магнитном поле $B_{\text{лаб}} = 50$ мкТл. При совпадении кривых $NRM(T)$ и $TRM_{\text{лаб}}(T)$ на определенном интервале температур (T_1, T_2) график зависимости $NRM(TRM_{\text{лаб}})$ представляет собою прямую линию, угловой коэффициент которой $k = B/B_{\text{лаб}}$. Результаты археонапряженности анализировались с помощью компьютерной программы Wilson Viewer (автор Г.В. Жидков), которая рассчитывала значение B , стандартную ошибку отклонения точек от прямой линии на заданном температурном интервале (T_1, T_2), коэффициент детерминации R^2 и соответствие критерию Колмогорова–Смирнова. Коэффициент детерминации R^2 , равный квадрату коэффициента линейной корреляции, для линейной зависимости $NRM(TRM_{\text{лаб}})$ $R^2 \rightarrow 1$. Критерий Колмогорова–Смирнова показывает насколько хорошо график зависимости $NRM(TRM_{\text{лаб}})$ описывается линейной функцией.

4. РЕЗУЛЬТАТЫ ПЕТРОМАГНИТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Термомагнитный анализ по зависимости намагниченности насыщения от температуры показал, что ход кривых $J_s(T)$ первого и последующих нагревов совпадает (рис. 1). После 500°C кривые повторных нагревов проходят несколько ниже кривых первого нагрева, что свидетельствует об окислении магнетита. Кривые $J_s(T)$ имеют вогнутый вид, характерный для парамагнетика. После достижения 700°C остается приблизительно 15% от начальной величины J_s , что

говорит о большом вкладе парамагнитных минералов.

На кривой зависимости $J_{rs}(T)$ (рис. 2) наблюдается перегиб, соответствующий интервалу температур блокирования $\sim 150\text{--}160^\circ\text{C}$. При температуре 580°C образец полностью размагничивается. Кривые первого и второго нагревов фактически повторяют друг друга.

Термомагнитный анализ по зависимости магнитной восприимчивости от температуры показал, что кривые повторных нагревов (рис. 3, теплые тона цвета) проходят несколько ниже, что также говорит об окислении магнетита.

Судя по виду петель магнитного гистерезиса (рис. 4), в составе данной керамики присутствует несколько магнитных минералов. Об этом говорит перегиб в районе 0.2 Тл, который соответствует низкокоэрцитивному минералу, например, магнетиту, и рост магнитного момента вплоть до 1 Тл, что характерно для гематита (рис. 4а, б). Петли магнитного гистерезиса сжаты в средней части и расширены в верхней и нижней частях – имеют так называемую “wasp-waist” форму. Такая форма петель магнитного гистерезиса указывает на наличие в составе как однодоменных, так и суперпарамагнитных частиц магнетита [Roberts et al., 1995], и низко- и высококоэрцитивных минералов (устное сообщение В.П. Щербакова).

Петля магнитного гистерезиса закрывается в магнитном поле ~ 1 Тл. Отношение $J_{rs}/J_s = 0.14\text{--}0.16$. B_{cr} достигает высоких значений 0.26 Тл, отношение B_{cr}/B_s также достаточно высокое (37.3–40.3). Все это свидетельствует о наличии в составе керамики высококоэрцитивных минералов.

Результаты обработки дифрактограмм магнитной фракции исходных образцов с использованием метода Ритвельда [Rietveld, 1969] показали присутствие в каждой отсепарированной порошковой пробе фазы с кристаллической структурой в форме шпинели (кубическая сингония, пространственная группа $Fd3m$), со средними значениями параметра элементарной кристаллической решетки a : образец 1 – ~ 0.8339 нм и образец 2 – ~ 0.8341 нм, табл. 2. Заметим, что при этих значениях параметра a шпинельная фаза отвечает окисленному магнетиту, поскольку близка к кристаллической решетке маггемита. Количественный анализ показал, что содержание шпинельной фазы в исследуемом магнитном порошке составляет $\sim 75\%$ (масс.), также в каждом из образцов присутствует гематит $\sim 25\%$ (масс.). Иных магнитных фаз

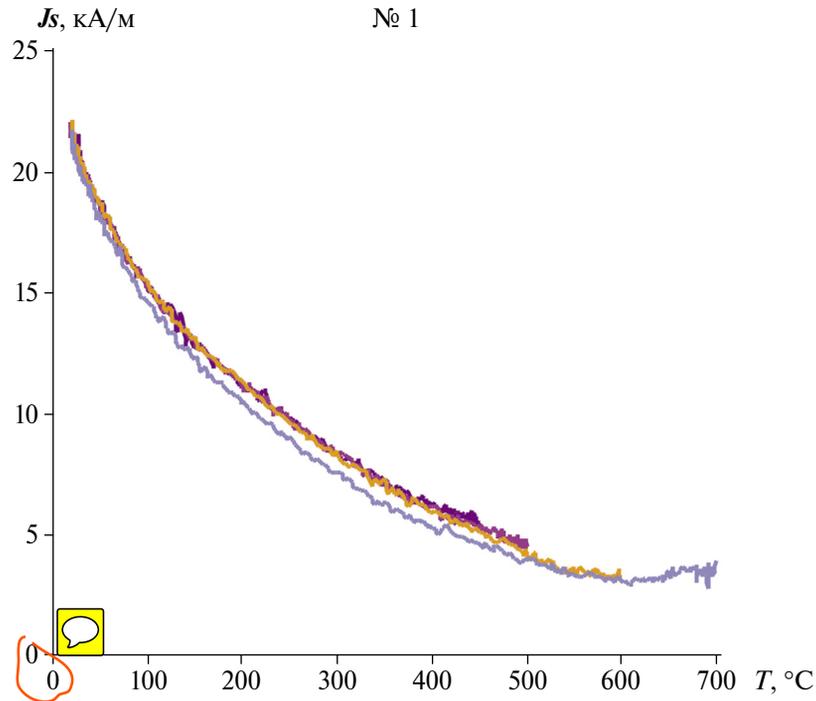


Рис. 1. Результаты ТМА двух образцов из разных пластин по зависимости намагниченности насыщения J_s от температуры T . Фиолетовый цвет соответствует нагреву до 450°C, розовый цвет – до 500°C, оранжевый цвет – до 600°C, серый цвет – до 700°C.

не обнаружено. Анализ минеральной фракции показал наличие в образцах большого количества кварца (~63% масс.) полевого шпата и ~5% (масс.) матита.

На кривой зависимости $V_{cr}(T)$ наблюдается минимум в диапазоне ~160–180°C (рис. 5а), что говорит о наличии в составе керамики магнитного минерала с низкой температурой Кюри.

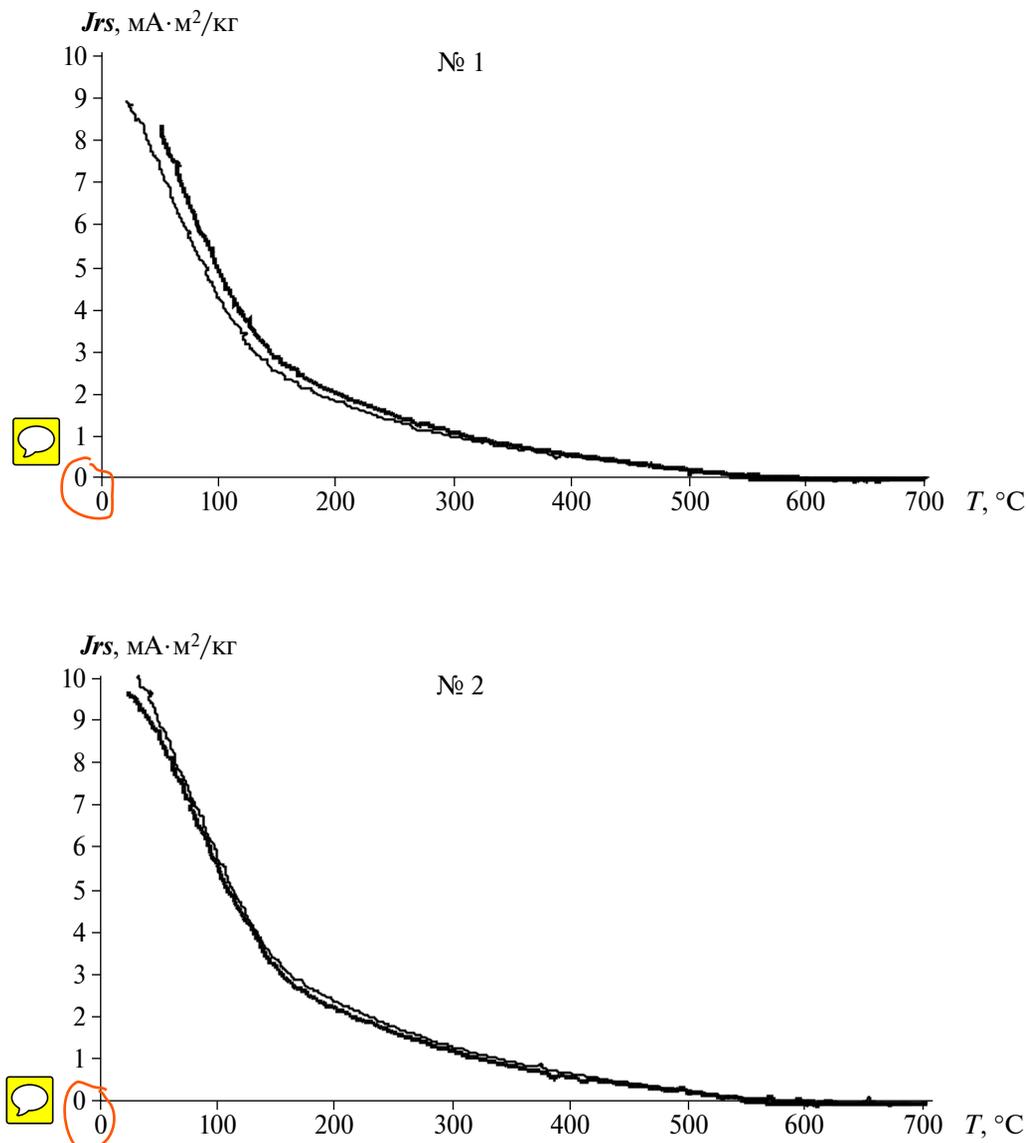


Рис. 2. Примеры термомагнитного анализа по зависимости остаточной намагниченности насыщения J_{rs} от температуры T . Жирная линия – первый нагрев, тонкая линия – второй нагрев.

В этом же диапазоне температур также наблюдается перегиб на кривых $J_{rs}(T)$ (рис. 2). В качестве такого магнитного минерала может выступать ϵ - Fe_2O_3 . Температура Кюри у чистого синтетического ϵ - Fe_2O_3 , полученного в лаборатории, составляет 207–227°C [Kurmoo et al., 2005; Namai et al., 2009]. У ϵ - Fe_2O_3 , который часто обнаруживают в археологических находках и в котором ионы трехвалентного железа могут быть замещены ионами немагнитных металлов, температура Кюри может быть значительно ниже 200°C [Kosterov et al., 2021].

При температуре 350°C наблюдается максимум V_{cr} , что соответствует температуре фазового перехода маггемита в гематит [Evans, Heller,

2003]. Неполное снижение кривой $V_{cr}(T)$ до 600°C говорит о наличии ферромагнитного минерала с точкой Кюри >600°C, что подтверждает вывод рентгенодифрактометрического исследования о содержании в керамике окисленного магнетита и гематита.

Кривая зависимости $V_{cr}(T)$ показала наличие двух минимумов при температурах ~180°C и 600°C (рис. 5б), что подтверждает вывод о наличии в исследуемой керамике ϵ - Fe_2O_3 и окисленного Fe_3O_4 .

Тест Лаури [Lowrie, 1990] показал наличие в керамике магнитожесткого минерала с низкой температурой деблокирования ~200°C (рис. 6а, 6в). Соответствующие этому минералу

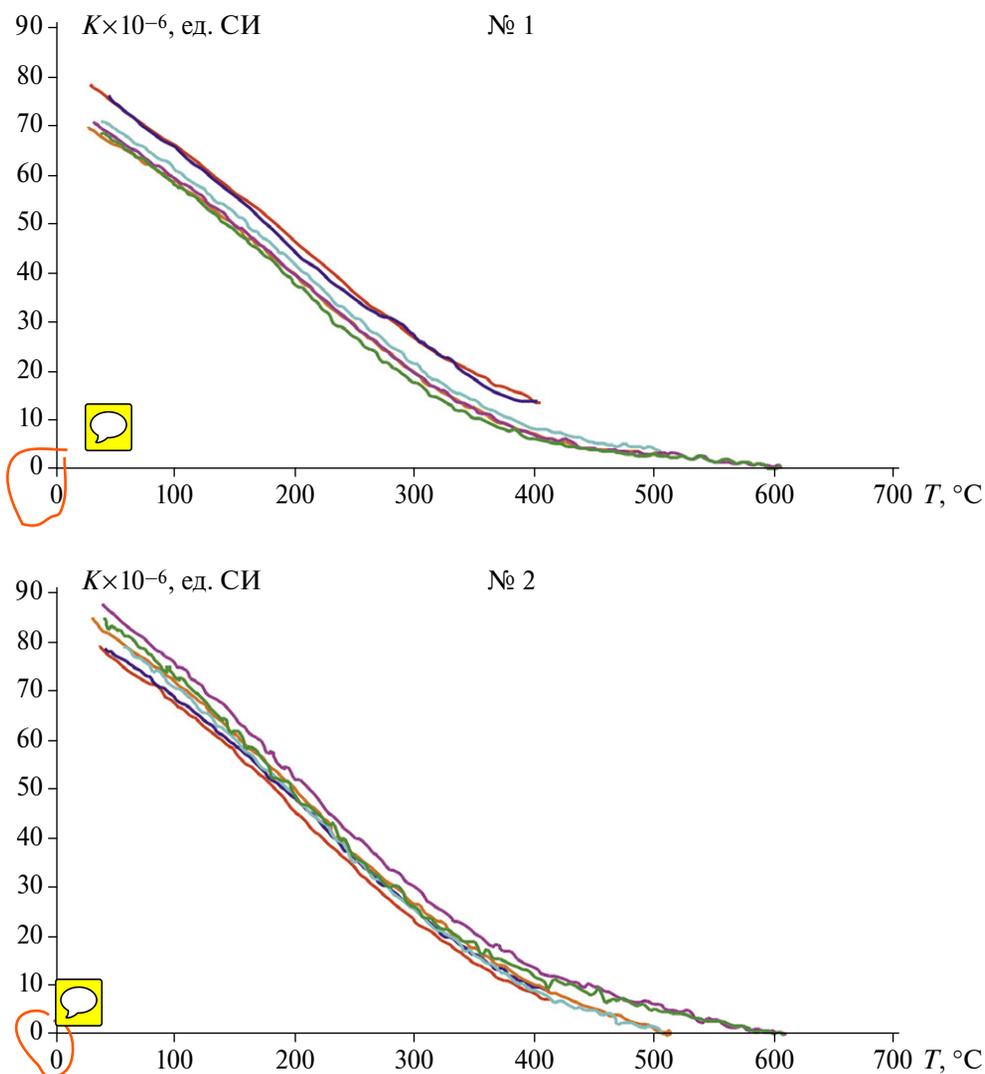


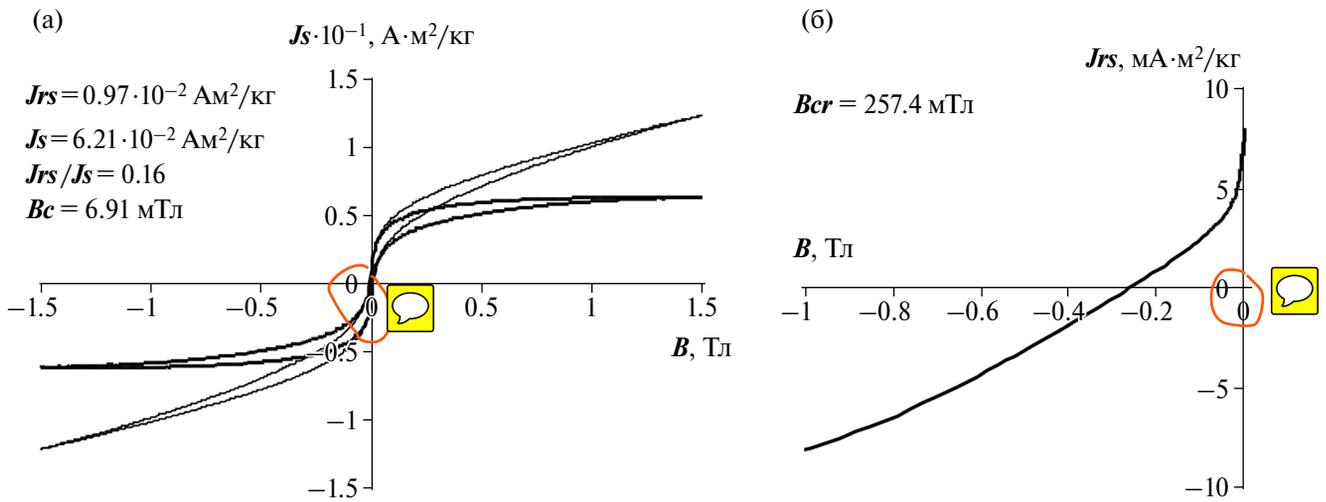
Рис. 3. Результаты ступенчатого терромагнитного анализа по зависимости магнитной восприимчивости K от температуры T . Ступенчатые нагревы до 400, 500 и 600°C. Теплые тона – нагрев, холодные тона – охлаждение.

кривые всегда проходят над кривыми магнитомягких минералов. В качестве такого магнитожесткого минерала с низкой температурой деблокирования может выступать фаза, подобная $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Гётит, являясь высококоэрцитивным ферромагнитным минералом, также обладает низкой температурой деблокирования. В отличие от $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, нахождение гётита в керамике, подвергшейся длительному высокотемпературному обжигу, при котором температура достигала 1000°C, маловероятно [Kosterov et al., 2021], поскольку данный минерал при нагреве выше 250°C переходит в гематит. Также в исследуемых образцах присутствует высококоэрцитивный минерал с максимальной температурой деблокирования (~600°C), который отвечает $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Такая низкая для гематита температура деблокирования указывает на замещение железа

атомами примесей и/или на очень малый размер частиц.

Помимо этого, в образцах присутствуют магнитомягкие минералы, отвечающие магнетиту и/или маггемиту с температурой деблокирования 550–600°C и магнитному минералу с температурой деблокирования 100–150°C (рис. 6а, 6в). Интересно, что минерал с низкой температурой деблокирования не является ошибкой эксперимента, а действительно присутствует в керамике, о чем свидетельствуют результаты теста Лаури насыщения образцов в низких магнитных полях (рис. 6б, 6г). На кривых $J_{rs}(T)$, соответствующих полю 0.3 Тл, имеет место перегиб в районе 100–150°C. Возможно, что этим магнитным минералом являются очень малого размера частицы $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, в близком к суперпарамагнитному состоянии.

№ 1



№ 2

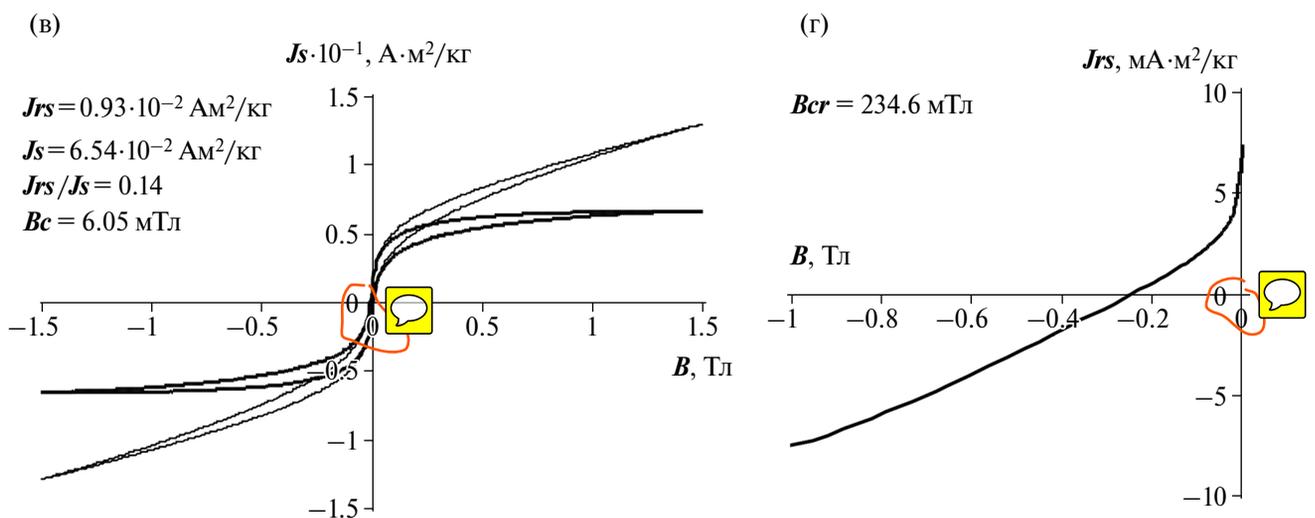


Рис. 4. Петли магнитного гистерезиса до удаления парамагнитного и диамагнитного вкладов — кая линия и после — жирная линия (а), (в). Кривые перемагничивания в обратном магнитном поле (б), (г). 

Анизотропия магнитной восприимчивости (*AMS*), измеренная на пяти дублях керамики, достигает 62% (рис. 7б). Распределение проекций осей эллипсоида *AMS* на стереограмме (рис. 7а) характерно для плоскостной анизотропии, и может быть связано с технологией изготовления керамики, когда глиняное “тесто” раскатывалось на пластины в горизонтальной плоскости, разворачивая оси легкого намагничивания ферромагнитных зерен в плоскости давления.

Таким образом, проведенные магнито-минералогические и рентгено-дифрактометрические исследования позволяют сделать вывод, что магнитными минералами в изученной керамике

являются зерна как низкокоэрцитивного минерала — окисленного магнетита, так и высококоэрцитивных минералов — $\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ и $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Образцы обладают высокой плоскостной *AMS*, что обуславливает необходимость учета анизотропии *TRM* в ходе проведения экспериментов по методу Телье–Коэ.

5. РЕЗУЛЬТАТЫ АРХЕОМАГНИТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для учета анизотропии *TRM* на пилотном образце первой пластины керамики создавалась *TRM* в направлении вектора *NRM*.

Таблица 2. Результаты рентгенофазового анализа магнитной фракции, выделенной из образцов керамических пластин

Образец пластины 1	Образец пластины 2
Гематит $a = 5.02602(3) \text{ \AA}$ $c = 13.72001(2) \text{ \AA}$ Массовая доля: $\sim 22.2\%$	Гематит $a = 5.02569(9) \text{ \AA}$ $c = 13.71783(5) \text{ \AA}$ Массовая доля: $\sim 27.7\%$
Оксидный магнетит $a = 8.3392(5) \text{ \AA}$ Массовая доля: $\sim 77.8\%$	Оксидный магнетит $a = 8.34059(6) \text{ \AA}$ Массовая доля: $\sim 72.3\%$

Примечание: Ошибка в последнем знаке параметров кристаллической решетки указана в скобке. Максимальная ошибка количественного анализа составляет не более 1%.

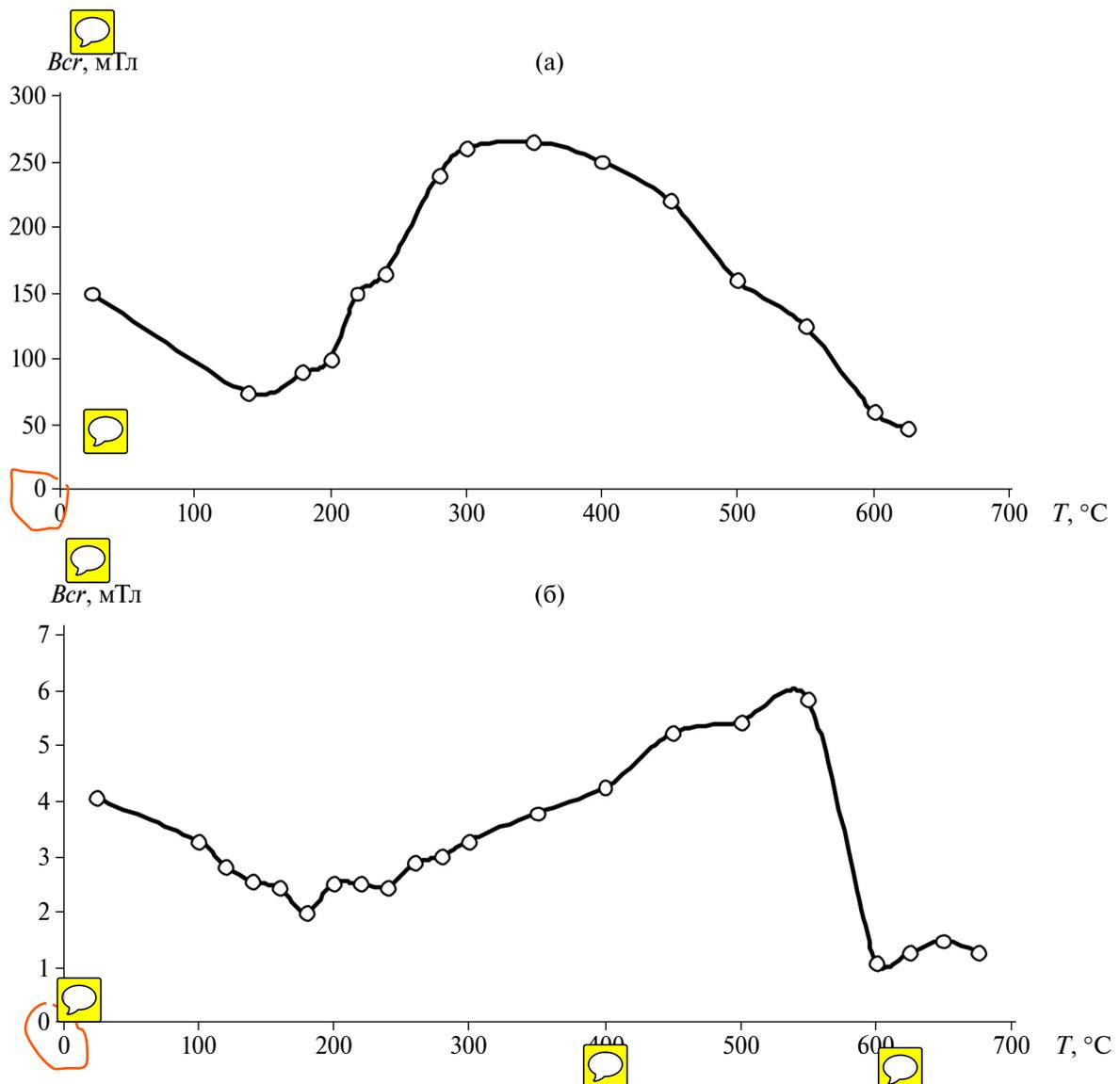


Рис. 5. Зависимости остаточной коэрцитивной силы V_{cr} (а) и коэрцитивной силы V_c (б) от температуры.

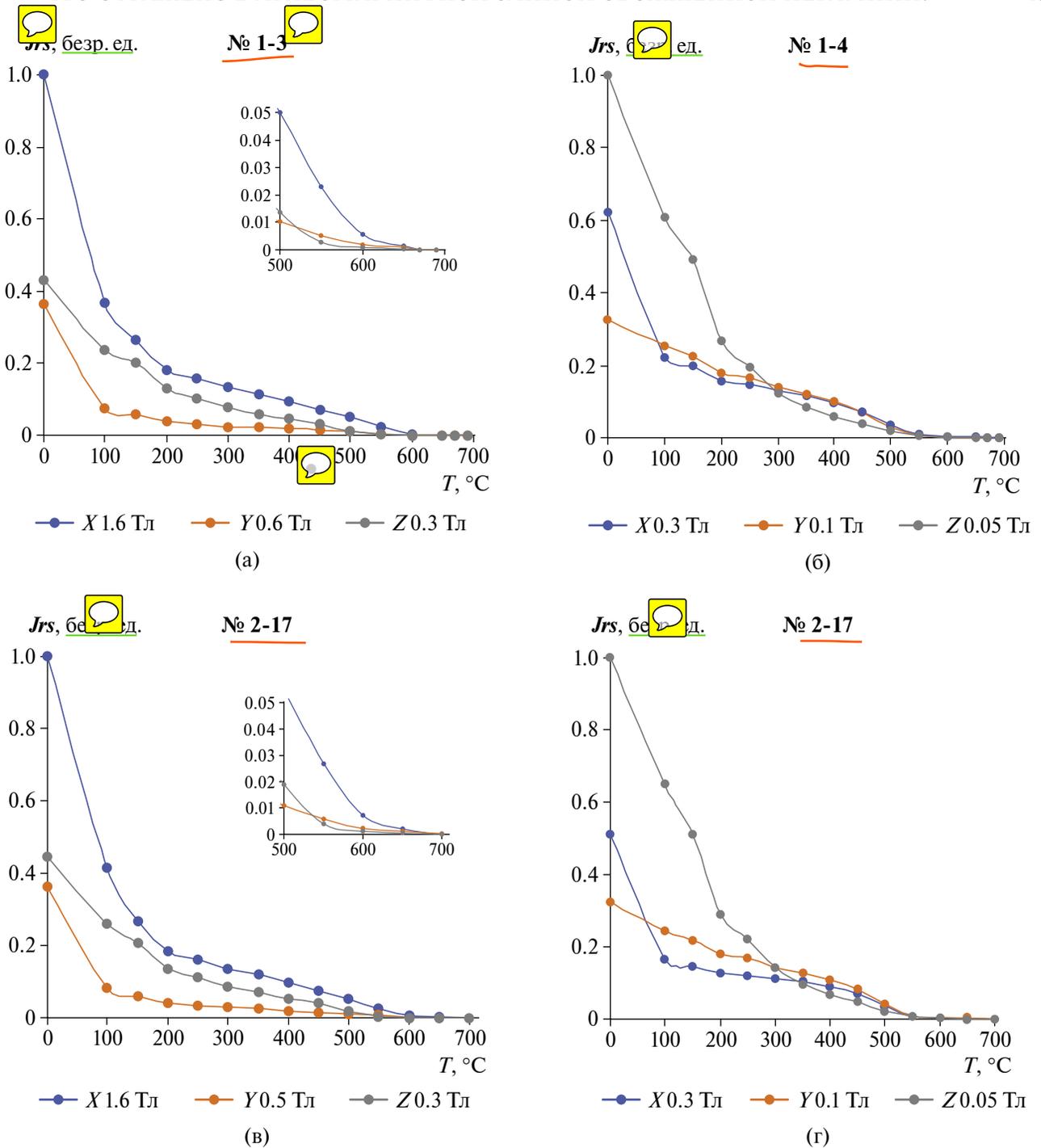


Рис. 6. Тест Лаури. Для создания остаточной намагниченности J_{rs} намагничивание образцов выполнено в трех ортогональных направлениях: (а), (в) – по оси X в магнитном поле 1.6 Тл, по оси Y в магнитном поле 0.5 Тл, по оси Z в магнитном поле 0.3 Тл; (б), (г) – по оси X в магнитном поле 0.3 Тл, по оси Y в магнитном поле 0.1 Тл, по оси Z в магнитном поле 0.05 Тл.

Первоначально, угол между NRM и TRM составлял $\sim 7.5^\circ$, поэтому потребовалось внесение поправки Δ в направление магнитного поля H . После разворота вектора H на угол Δ и создания повторной TRM , угол между NRM и TRM составлял 1.1° (рис. 8).

На пилотном образце второй пластины керамики угол между NRM и TRM составлял $\sim 2.3^\circ$, то есть меньше 5° , и внесение поправки в направление магнитного поля H не потребовалось.

После проведения экспериментов по методике Телье–Коэ при скоростях охлаждения 1



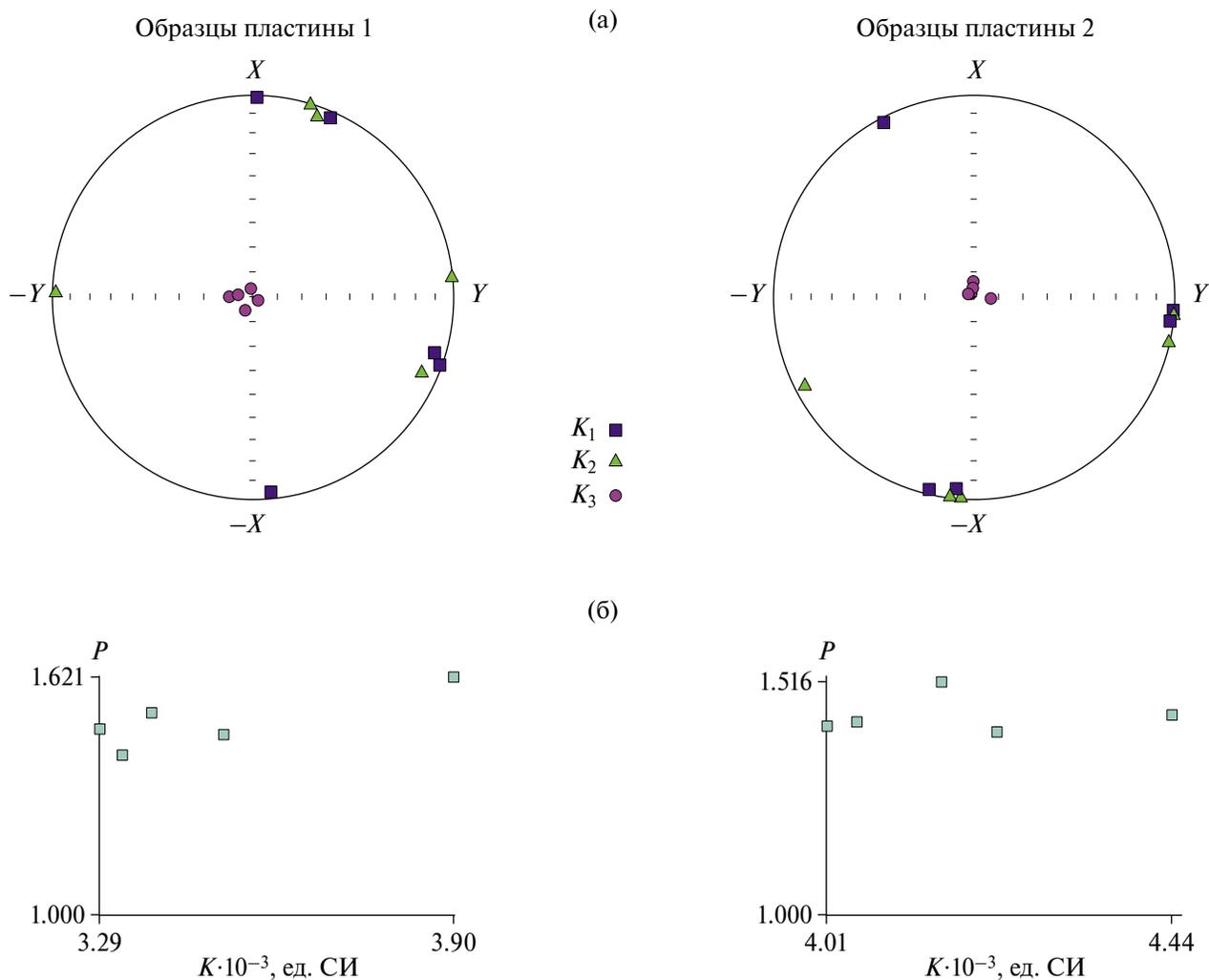


Рис. 7. (а) — Stereographic projections of the principal axes of the AMS ellipsoid in the coordinate system of the samples, in which the coordinate axes X and Y lie in the plane of the clay test, and the Z axis is perpendicular to this plane: K_1 — maximum axis; K_2 — intermediate axis; K_3 — minimum axis of the AMS ellipsoid; (б) — графики зависимости степени магнитной анизотропии P от магнитной восприимчивости K .

и $0.2 \uparrow$ °/с получены значения археонапряженности магнитного поля, рассчитанные на всем температурном интервале $150\text{--}600^\circ\text{C}$ (табл. 3). Все полученные значения удовлетворяют перечисленным выше критериям отбора (1–5). Большинство результатов показывают заниженные значения археонапряженности. Несмотря на прямолинейный вид диаграмм Араи–Нагаты и удовлетворительные диаграммы Зийдервельда (рис. 9, рис. 10), значения археонапряженности магнитного поля занижены в среднем на $5\text{--}10$ мкТл. Взвешенное среднее значение [Тейлор, 1985] археонапряженности 43.4 ± 0.1 мкТл. Это примерно на 9.3 мкТл ниже напряженности магнитного поля, имевшего место во время обжига керамики и измеренного в Геофизической обсерватории “Борок”, 52.7 ± 0.1 мкТл.

Значения археонапряженности, полученные на образцах 2-9, 2-10, 2-11, 2-12, которые охлаждались со скоростью $0.2 \uparrow$ °/с при расчете по всему температурному интервалу $150\text{--}600^\circ\text{C}$, в целом почти не отличались от величин палеонапряженности, полученных со скоростью охлаждения $1 \uparrow$ °/с (табл. 3). Это говорит о том, что на исследуемых образцах эффект скорости охлаждения можно не учитывать.

С другой стороны, температурное размагничивание образцов показало, что на диаграммах Зийдервельда большинство образцов демонстрировали небольшой перегиб в интервале $325\text{--}350^\circ\text{C}$, незначительно меняя (не более, чем на 10°) направление вектора характеристической намагниченности. Можно сказать, что на диаграммах Зийдервельда выделялось

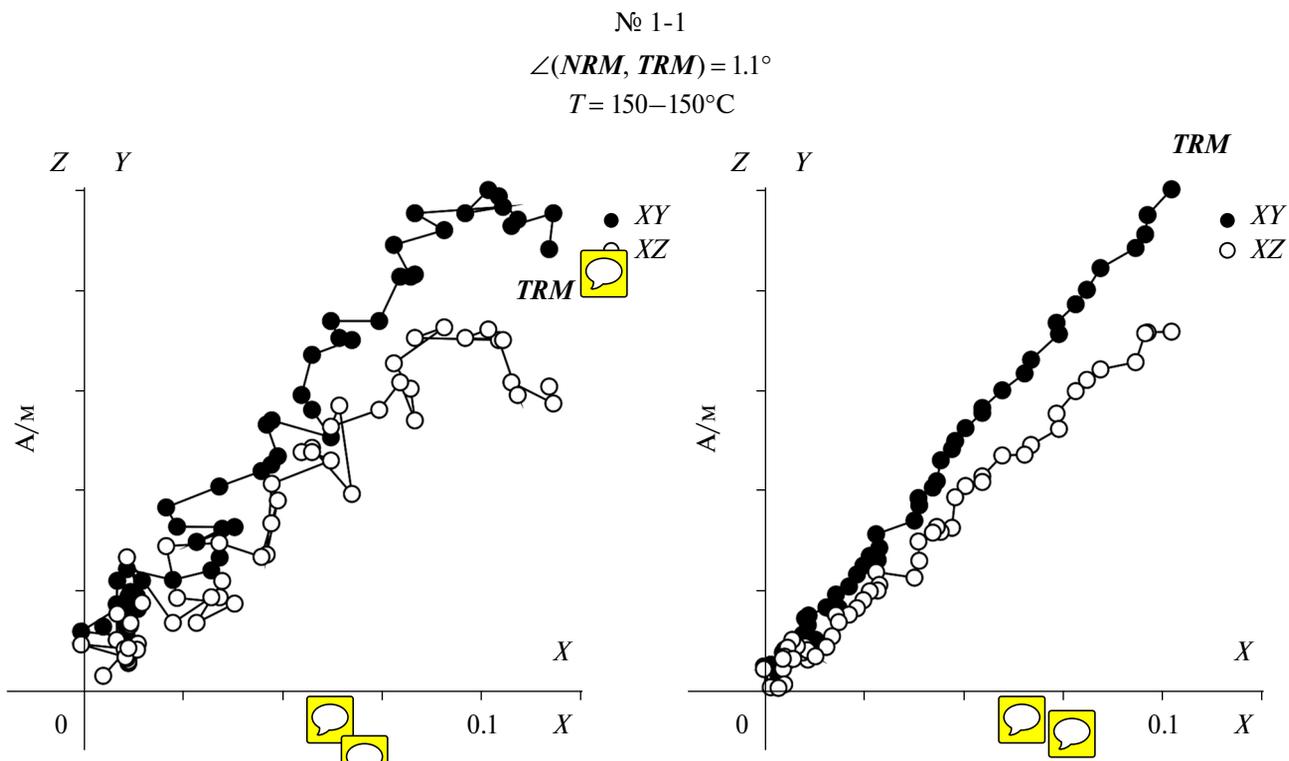


Рис. 8. Примеры диаграмм Зейдверельда терморазмагничивания *NRM* – (а) и *TRM* – (б) пилотного образца 1-1 для учета анизотропии *TRM*.

две компоненты намагниченности: первая – в низкотемпературном интервале 150–350°C, вторая – в высокотемпературном 350–600°C (рис. 9). В то же время, диаграммы Арай–Нагаты этих образцов показывают изменение угла наклона линии аппроксимации в районе 325–350°C.

Результаты оценки величины археонапряженности геомагнитного поля и параметров качества на высокотемпературном и низкотемпературном интервалах также приведены в табл. 3. На высокотемпературном интервале только семь определений археонапряженности магнитного поля удовлетворяли и вышеперечисленным критериям отбора (1). Взвешенная средняя величина археонапряженности магнитного поля на этом температурном интервале дает наилучшее приближение (51.1 ± 0.3 мкТл) к величине магнитного поля (52.7 ± 0.1 мкТл), измеренного в Геофизической обсерватории “Борок” во время обжига керамики. Расчет величины археонапряженности магнитного поля на низкотемпературном интервале, напротив, дает заниженные на ~ 12.7 мкТл значения. Средняя взвешенная величина археонапряженности на этом интервале 40.0 ± 0.1 мкТл.

6. ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Уменьшение угла наклона прямых аппроксимации диаграмм Арай–Нагаты при температуре 150–350°C может наблюдаться, если в ходе эксперимента Телье–Коэ разрушаемая температурой часть *NRM* меньше, чем приобретаемая *pTRM*. При остывании керамики в магнитном поле процесс образования в ней *TRM* идет от высоких температур к низким. В эксперименте Телье–Коэ образование *pTRM*_{лаб} идет наоборот последовательно от низких температур к высоким. Эти два процесса, в принципе, могут приводить к неодинаковым значениям *pTRM*, если образование *TRM* идет на многодоменных зернах [Виноградов, Марков, 1989; Shcherbakova et al., 2000].

Для проверки этого предположения на десяти образцах керамики был проведен эксперимент по методу Вилсона [Wilson, 1961] (рис. 11). Величины археонапряженности, определенные по этому методу, рассчитанные для низкотемпературного и высокотемпературного интервалов, приведены в таблице 4. Средние величины археонапряженности, рассчитанные по десяти образцам, на низкотемпературном интервале оказываются примерно на 12 мкТл ниже, чем определенные на

Таблица 3. Параметры оценки качества определений археонапряженности H геомагнитного поля и значения археонапряженности со среднеквадратичной ошибкой σ , определенные на образцах двух керамических пластин

№ образца	$T_1-T_2, ^\circ\text{C}$	N	Gap	q	$DRAT, \%$	$CDRAT, \%$	$H \pm \sigma, \text{ мкТл}$
Весь температурный интервал							
1-3	150–600	19	0.91	27.03	4.24	1.17	43.3 ± 0.9
1-4	150–600	19	0.92	57.12	2.83	3.57	46.3 ± 0.5
1-5	150–600	19	0.92	63.65	2.95	1.12	40.3 ± 0.4
1-6	150–600	19	0.92	57.62	3.92	4.10	40.7 ± 0.4
1-7	150–600	19	0.92	49.66	2.06	8.78	43.6 ± 0.5
1-8	150–600	19	0.91	72.99	4.81	14.72	41.3 ± 0.4
1-9	150–600	19	0.92	57.60	3.28	4.80	41.1 ± 0.5
1-10	150–600	19	0.92	21.62	2.66	2.73	34.1 ± 0.9
1-11	150–600	19	0.91	62.35	3.21	5.02	43.6 ± 0.4
2-3	150–600	19	0.93	37.78	2.02	1.43	54.2 ± 0.4
2-4	150–600	19	0.92	66.10	4.89	7.22	48.9 ± 0.5
2-6	150–600	19	0.92	38.44	2.32	3.40	37.9 ± 0.5
2-7	150–600	19	0.92	54.05	3.02	5.33	44.7 ± 0.5
2-8	150–600	19	0.92	47.14	2.40	3.50	44.9 ± 0.5
2-9	150–600	10	0.85	51.80	1.77	2.41	41.2 ± 0.5
2-10	150–600	10	0.84	57.80	3.16	4.36	42.2 ± 0.4
2-11	150–600	10	0.85	62.08	1.99	3.18	42.9 ± 0.4
2-12	150–600	10	0.84	38.38	4.65	3.17	42.3 ± 0.6
Взвешенная средняя величина H со взвешенной ошибкой Δ							43.4 ± 0.1
Высокотемпературный интервал: максимально приближенные к современному полю значения							
1-3	300–600	13	0.82	5.69	8.15	2.25	50.2 ± 2.5
1-4	325–600	12	0.88	7.79	7.32	9.24	50.5 ± 1.4
1-5	350–600	11	0.87	8.10	9.37	3.56	47.1 ± 1.0

Таблица 3 (окончание)

№ образца	$T_1-T_2, ^\circ\text{C}$	N	Gap	q	$DRAT, \%$	$CDRAT, \%$	$H \pm \sigma, \text{ мкТл}$
1-6	375–575	9	0.84	2.73	13.76	0.71	48.6±1.5
1-7	325–550	10	0.86	4.42	6.32	29.76	49.4±2.0
1-10	350–575	10	0.86	2.06	9.64	6.59	50.9±3.5
2-3	200–600	17	0.92	37.62	2.55	1.82	52.0±0.3
2-4	150–550	17	0.91	55.99	5.06	9.94	49.1±1.0
2-6	350–550	9	0.83	5.06	8.69	6.56	49.8±1.4
2-7	350–575	10	0.86	3.10	9.79	13.71	49.2±2.8
2-8	325–600	12	0.86	4.91	6.57	9.59	51.49±2.1
2-9	350–550	5	0.73	5.24	6.72	9.18	47.5±1.2
Взвешенная средняя величина H со взвешенной ошибкой Δ							51.1±0.3
Низкотемпературный интервал: заниженные значения поля H							
1-3	150–300	7	0.81	21.90	3.01	2.04	40.0±0.5
1-4	150–325	8	0.84	22.82	4.60	5.91	43.8±0.7
1-5	150–325	8	0.84	29.31	3.54	2.49	39.3±0.5
1-6	150–325	8	0.84	15.39	2.82	1.23	41.3±1.0
1-7	150–325	8	0.84	11.50	2.54	5.00	41.4±1.3
1-10	150–300	7	0.83	5.36	5.85	6.25	36.9±1.5
2-6	150–325	9	0.85	11.0	3.35	1.43	35.4±1.3
2-7	150–300	7	0.82	7.30	6.80	7.66	43.7±1.5
2-8	150–325	8	0.83	16.12	0.94	0.68	42.8±0.9
2-9	150–350	5	0.73	214.9	2.51	4.82	39.9±0.1
2-10	150–350	5	0.72	29.87	4.40	4.58	42.9±0.5
Взвешенная средняя величина H со взвешенной ошибкой Δ							40.1±0.1

Примечание: Взвешенная средняя величина артефакта напряженности геомагнитного поля H со взвешенной ошибкой Δ выделена жирным шрифтом. Серым цветом выделены параметры оценки качества определений, выходящие за референтные значения и неучтенные при оценке среднего. Номера образцов керамики, выделенные жирным шрифтом, соответствуют образцам, скорость остывания которых в эксперименте Телье равнялась 0.2°/с.

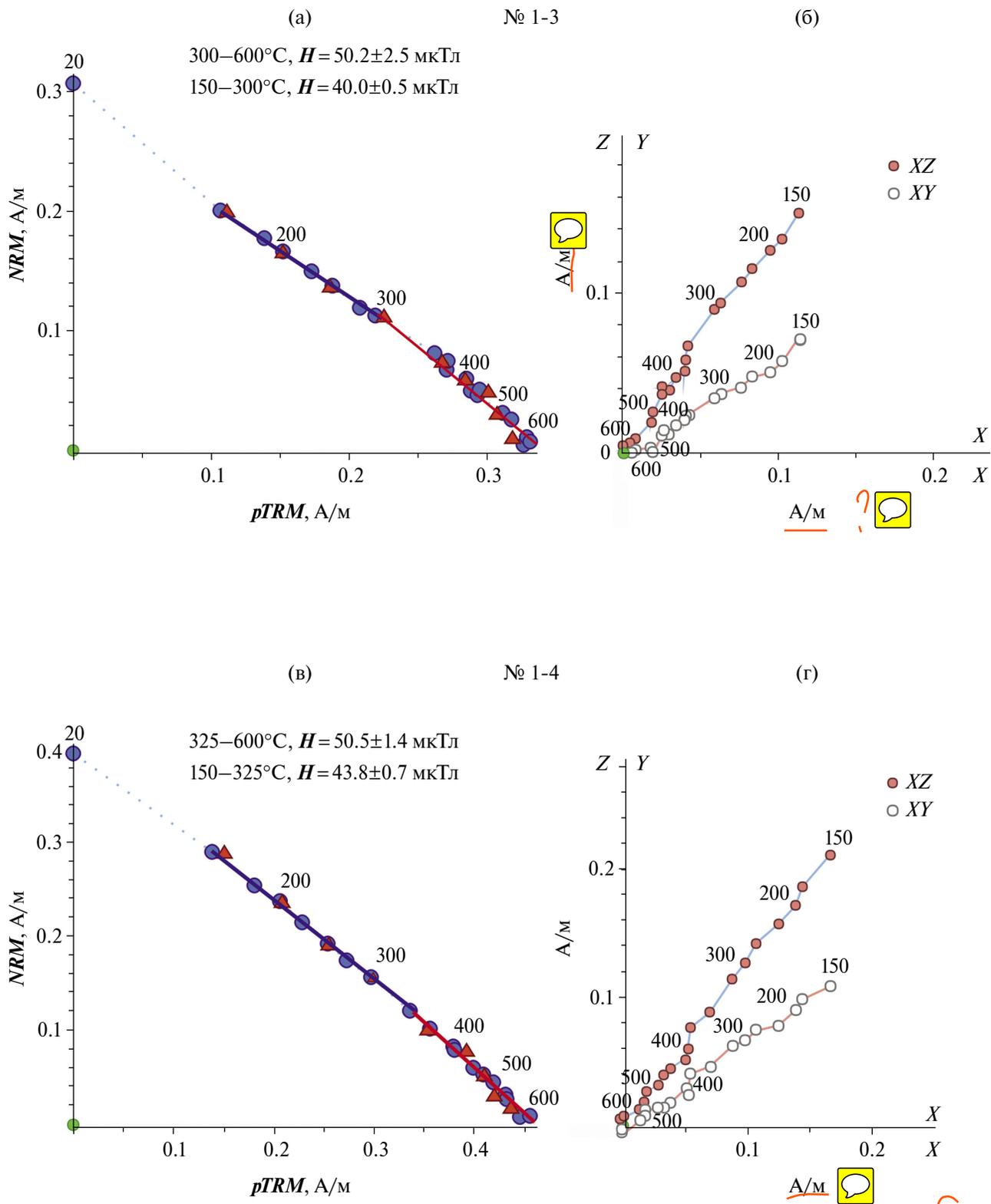
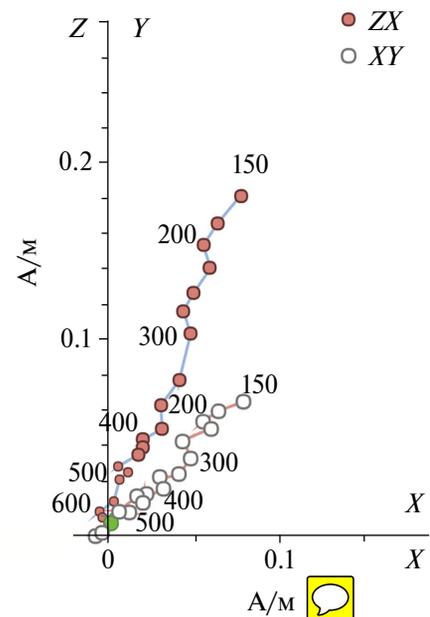
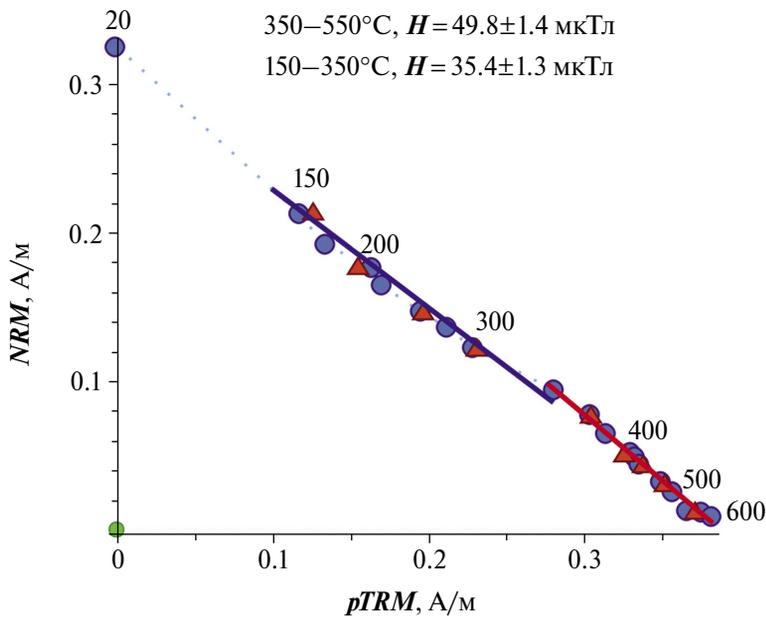


Рис. 9. Примеры диаграмм Арай–Нагаты (а), (в), (д) и Зийдервельда (б), (г), (е) со скоростью охлаждения 1°/с и диаграммы Арай–Нагата (ж) и Зийдервельда (з) со скоростью охлаждения 0.2°/с. Числами около точек обозначены температуры нагрева в °С.

(д)

№ 2-6

(е)



(ж)

№ 2-9

(з)

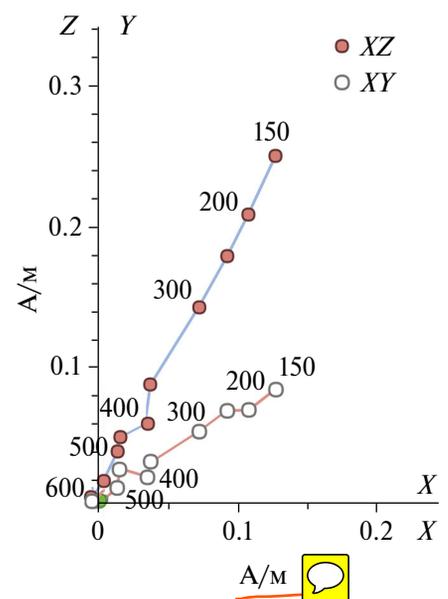
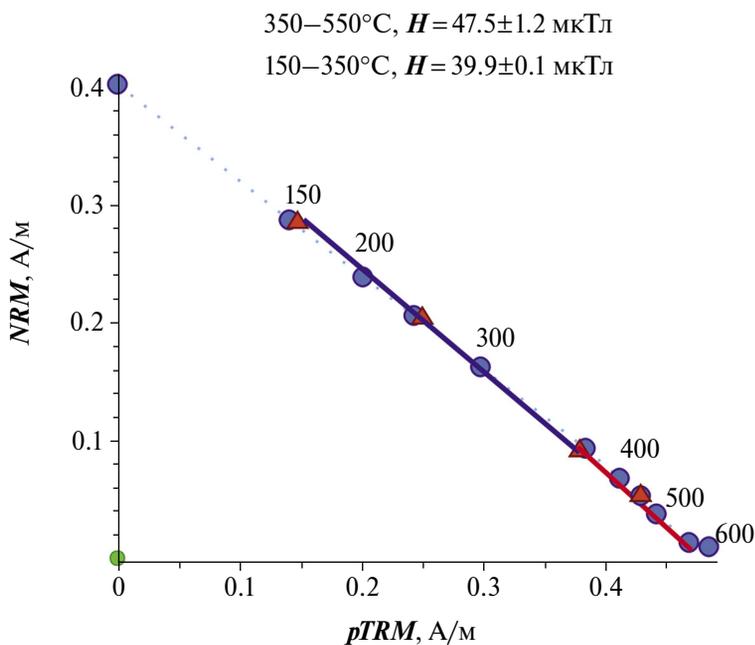


Рис. 9 (окончание)

высокотемпературном интервале, что совпадает с результатами определения археонапряженности по модифицированному методу Телье–Коэ. На выбранных интервалах расчета (табл. 4)

кривые температурного размагничивания NRM и вновь созданной $TRM_{\text{лаб}}$ совпадают или располагаются почти параллельно друг другу. Температурные ряды NRM и $TRM_{\text{лаб}}$ имеют высокий

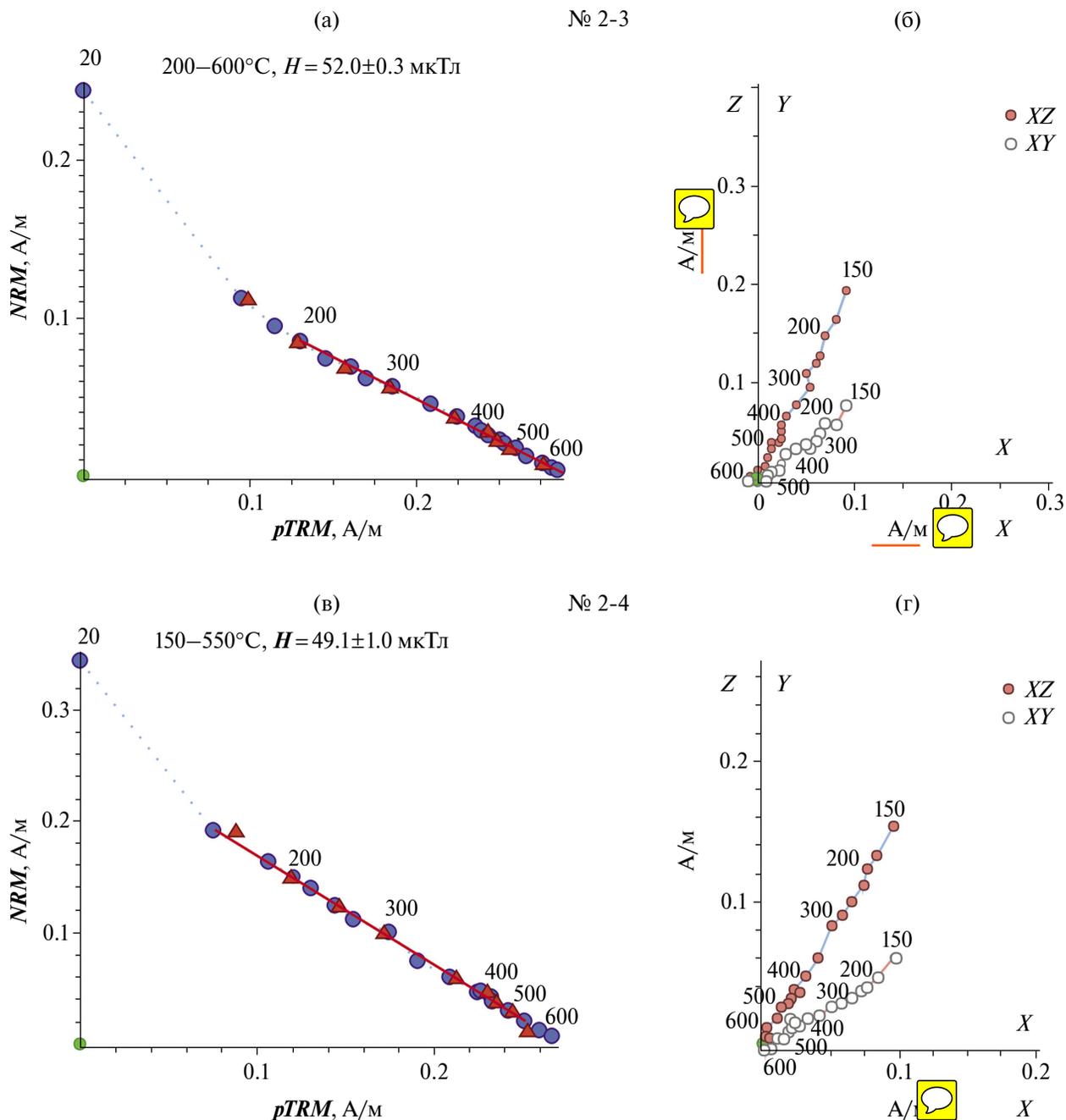


Рис. 10. Примеры диаграмм Арай–Нагаты (а), (в) и Зийдervельда (б), (г) со скоростью охлаждения $1^\circ/\text{с}$. Расчет археонапряженности магнитного поля велся практически на всем температурном интервале. Числами около точек обозначены температуры нагрева в $^\circ\text{C}$.

коэффициент детерминации R^2 и удовлетворяют критерию Колмогорова–Смирнова.

Таким образом, было показано, что процесс приобретения TRM в гончарной мастерской идентичен процессу приобретения $pTRM$ в эксперименте по методу Телье–Коэ, и это не могло быть причиной расхождения величин архео-напряженности, рассчитанных для разных температурных интервалов.

Другим объяснением данного явления могло бы быть наличие в составе данной керамики фазы $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$, которой не было изначально в составе глиняного “теста” и которая могла образоваться при обжиге и длительной выдержке керамики при температуре выше 900°C [Tronc et al., 1998; Bukhtiyarova et al., 2011]. В эксперименте Телье–Коэ после нагрева до температуры Кюри $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ теряет свои ферромагнитные свойства.

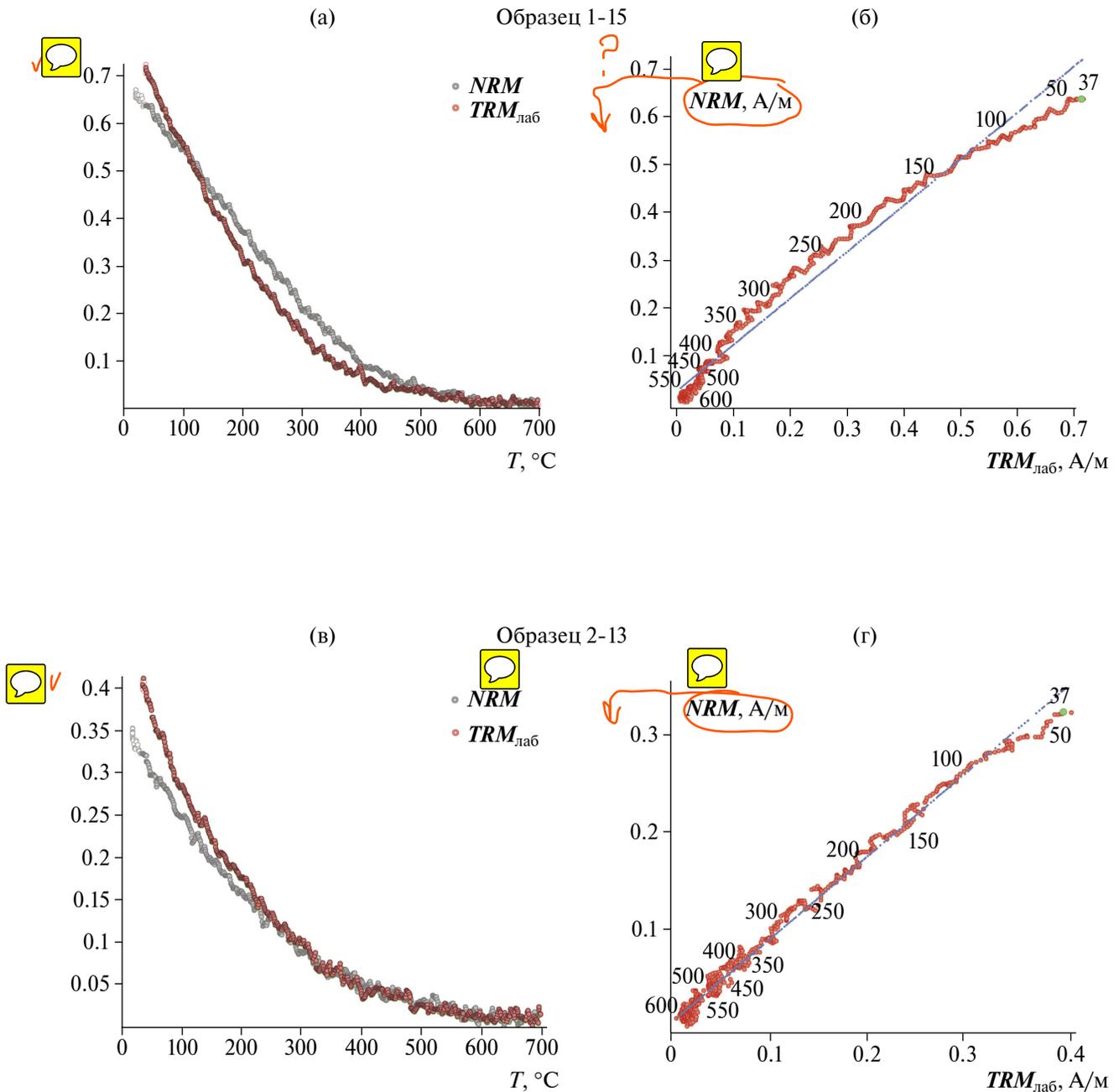


Рис. 11. Кривые температурного размагничивания NRM и $TRM_{лаб}$ – (а), (в). Кривая зависимости $NRM(TRM_{лаб})$ – красная линия (б), (г). Голубая прямая – линейная аппроксимация. Числа около точек на кривой обозначают температуры нагрева в $^{\circ}C$.

При этом приобретаемая $pTRM$ становится равной разрушаемой части NRM и изменение наклона прямых аппроксимации диаграмм Арай-Нагаты было бы при температурах ниже $200^{\circ}C$, а не в наблюдаемом интервале температур $325-350^{\circ}C$.

Еще одним возможным объяснением изменения наклона прямых на диаграммах Арай-Нагаты в районе $325-350^{\circ}C$ может служить

деблокирование магнитных моментов зерен, размером очень близким к границе перехода из суперпарамагнитного состояния в стабильное однодоменное (устное сообщение А.А. Костерова). Об этом свидетельствует рост кривых Vcr после минимума при $150^{\circ}C$. Магнитные зерна с самыми малыми размерами и соответственно с самыми малыми деблокирующими температурами при повторных нагревах будут способны возобновить свой рост, и некоторые из них

Таблица 4. Значения археонапряженности H геомагнитного поля со стандартной ошибкой σ , рассчитанные по методу Вилсона на образцах двух керамических пластин для двух температурных интервалов

№ образца	Низкотемпературный интервал T_1-T_2 , °C	$H \pm \sigma$, мТл	Высокотемпературный интервал T_1-T_2 , °C	$H \pm \sigma$, мТл
1-13	150–220	36.3 ± 0.3	220–375	52.9 ± 0.3
1-14	150–225	36.5 ± 0.1	225–400	51.7 ± 0.2
1-15	150–200	40.9 ± 0.6	200–390	52.6 ± 0.2
1-16	150–300	49.0 ± 0.3	300–600	52.5 ± 0.2
1-17	150–220	38.9 ± 0.4	200–400	52.3 ± 0.1
2-13	150–350	41.3 ± 0.2	350–650	52.2 ± 0.2
2-14	150–300	50.2 ± 0.3	300–550	52.5 ± 0.2
2-15	150–300	42.5 ± 0.1	300–550	50.9 ± 0.2
2-16	140–300	37.2 ± 0.5	300–650	50.2 ± 0.2
2-17	150–300	41.0 ± 0.1	300–410	53.2 ± 0.6
Взвешенная средняя величина H со взвешенной ошибкой Δ		40.5 ± 0.1		52.0 ± 0.1

Примечание: Взвешенная средняя величина археонапряженности геомагнитного поля H со взвешенной ошибкой σ выделена жирным шрифтом.

достигнут границы стабильного однодоменного состояния. Такие зерна внесут дополнительный вклад в $pTRM_{\text{лаб}}$, но не в NRM , что и приведет к занижению наклона прямых на диаграммах Арай–Нагаты в низкотемпературном интервале 150–350°C.

7. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Для воспроизведения величины геомагнитного поля, имеющего место во время обжига керамики, изготовленной в известном месте и в известное время, проведены эксперименты по методам Телье–Коз (с учетом скорости охлаждения и анизотропии TRM) и по методу Вилсона (с учетом анизотропии TRM). Установлено, что данная керамика содержит в своем

составе окисленный магнетит, гематит и $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Наличие $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$ в исследуемой керамике, по-видимому, обусловлено высокой температурой обжига и длительной выдержкой при этой температуре. Адекватно отражающие магнитное поле, имевшее место во время обжига керамики, определения археонапряженности, получены на высокотемпературном интервале 350–550°C диаграмм Арай–Нагаты и Вилсона. При этом низкотемпературный интервал 150–350°C показал заниженные (в среднем на ~ 13 мкТл) значения археонапряженности. Это, возможно, связано с наличием в исследуемой керамике мелких магнитных зерен, близких по размеру к суперпарамагнитным, которые при последующих нагревах способны возобновить свой рост и достигнуть стабильного однодоменного состояния.

Таким образом, полученные в данной работе результаты показали, что археомангнитные исследования изготовленной керамики и, что важно, других археологических образцов дают достоверные определения археонапряженности только на высокотемпературном интервале.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Археомангнитные, петромагнитные и рентгенодифрактометрические исследования выполнены в Центре коллективного пользования “Петрофизика, геомеханика и палеомагнетизм” ИФЗ РАН [Веселовский и др., 2022] при финансовой поддержке Гос. задания № FMWU-2022-0005 ИФЗ РАН и Геофизической обсерватории “Борок” при финансовой поддержке Гос. задания № 0144-2019-0024 ИФЗ РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Веселовский Р.В., Дубиня Н.В., Пономарев А.В. и др. Центр коллективного пользования Института физики Земли им. О.Ю. Шмидта РАН “Петрофизика, геомеханика и палеомагнетизм” // Геодинамика и тектонофизика. 2022. Т. 13. № 2. 0579. <https://doi.org/10.5800/GT-2022-13-2-0579>

Виноградов Ю.К., Марков Г.П. О влиянии вторичного низкотемпературного прогрева на магнитное состояние многодоменного магнетита. Исследования в области палеомагнетизма и магнетизма горных пород / Щербатова В.В. (ред.). М.: ИФЗ РАН. 1989. С. 31–39.

Сальная Н.В. Эволюция напряженности магнитного поля на территории Европейской части России во втором тысячелетии нашей эры. Дис. ... канд. физ.-мат. наук. Санкт-Петербург. 2022. 210 с.

Тейлор Дж. Введение в теорию ошибок. М.: Мир. 1985. 272 с.

Bukhtiyarova G.A., Shuvaeva M.A., Bayukov O., Martynov O.N. Facile synthesis of nanosized ϵ -Fe₂O₃ particles on the silica support // Journal of Nanoparticle Research. 2011. V. 13. № 10. Pp. 5527–5534.

Coe R.S. Paleointensities of the Earth’s magnetic field determined from tertiary and quaternary rocks // J. Geophys. Res. 1967. V. 72. P. 3247–3262.

Coe R.S., Gromme S., Mankinen E.A. Geomagnetic paleointensity from radiocarbon-dated flows on Hawaii and the question of the Pacific nondipole low // J. Geophys. Res. 1978. V. 83. P. 1740–1756.

Gromme C.S., Wright T.L., Peck D.L. Magnetic properties and oxidation of iron-titanium oxide minerals in Alae and Ma-kaopuhi lava lakes, Hawaii // J. Geophys. Res. 1969. V. 74. P. 5277–5294.

Kissel C., Laj C. Improvements in procedure and paleointensity selection criteria (PICRIT-03) for Thellier and Thellier determinations: application to Hawaiian basaltic long cores // Phys. Earth Planet. Inter. 2004. V. 147. P. 155–169.

Kosterov A., Kovacheva M., Kostadinova-Avramova M., Minnaev P., Salnaia N., Surovitskii L., Yanson S., Sergienko E., Kharitonskii P. High-coercivity magnetic minerals in archaeological baked clay and bricks // Geophys. J. Int. 2021. V. 224. P. 1256–1271.

Kurmoo M., Rehspringer J.L., Hutlova A., D’Orleans C., Vilminot S., Estournes C., Niznansky D. Formation of nanoparticles of ϵ -Fe₂O₃ from yttrium iron garnet in a silica matrix: an unusually hard magnet with a Morin-like transition below 150 K // Chem. Mater. 2005. V. 17. P. 1106–1114.

Lowrie W. Identification of ferromagnetic minerals in a rock by coercivity and unblocking temperature properties // Geophys. Res. Lett. 1990. V. 17. P. 159–162.

Nagata T., Arai Y., Momose K. Secular variation of the geomagnetic total force during the last 5000 years // J. Geophys. Res. 1963. V. 68. P. 5277–5281.

Namai A., Sakurai S., Nakajima M., Suemoto T., Matsumoto K., Goto M., Sasaki S., Ohkoshi S. Synthesis of an electromagnetic wave absorber for high-speed wireless communication // J. Am. Chem. Soc. 2009. V. 131. P. 1170–1173.

Prevot M., Mankinen E.A., Coe R.S., Gromme S.C. The Steens Mountain (Oregon) geomagnetic polarity transition 2. Field intensity variations and discussion of reversal models // J. Geophys. Res. 1985. V. 90. № B12. P. 10417–10448.

Roberts A.P., Cui Y., Verosub K.L. Wasp-waisted hysteresis loops: Mineral magnetic characteristics and determination of components in mixed magnetic systems // J. Geophys. Res. 1995. V. 100. P. 17909–17924.

Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures // J. Appl. Crystallogr. 1969. V. 2. P. 65–71.

Selkin P.A., Tauxe L. Long-term variations in palaeointensity // Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. A. 2000. V. 358. P. 1065–1088.

Shcherbakova V.V., Shcherbakov V.P., Heider F. Properties of partial thermoremanent magnetization in pseudosingle domain and multidomain magnetite grains // J. Geophys. Res. 2000. V. 105. P. 767–781.

Thellier E., Thellier O. Sur l’intensité du champ magnétique terrestre dans le passé historique et géologique // Ann. Geophys. 1959. V. 15. P. 285–378.

Tronc E., Chaneac C., Jolivet J.P. Structural and magnetic characterization of ϵ -Fe₂O₃ // J. Solid State Chem. 1998. V. 139. P. 93–104.

Wilson R.L. Paleomagnetism in Northern Iceland. Pt. 1: The thermal demagnetization of natural magnetic moments in rock // Geophys. J. Roy. Astr. Soc. 1961. V. 5. P. 45–69.

Zijderveld J.D.A. Demagnetization of rocks: analysis of results // Methods in Paleomagnetism. Elsevier. Amsterdam. 1967. P. 254–286.

