

## МЕХАНИЗМЫ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И РОСТА ПРИ ОКИСЛЕНИИ НАНОЧАСТИЦ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА

Толочко О. В.\*, Кадомцев А. Г., Амосова О. В.

\*Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,  
Санкт-Петербург,  
Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург

В настоящее время все большее внимание уделяется исследованию магнитных наночастиц на основе железа и его оксидов в связи с широкими потенциальными возможностями их промышленного применения для магнитных лент, носителей информации, магнитных жидкостей и др. В настоящем исследовании нами были экспериментально изучены основные закономерности фазообразования при термической обработке наночастиц на основе железа в ходе термической обработки в окислительной атмосфере. Исследования структуры и свойств частиц проводились методами высокоразрешающей электронной микроскопии, рентгеновского фазового анализа, рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, термогравиметрического анализа и магнитометрии. В докладе будут обсуждаться механизмы формирования наночастиц, фазовые превращения и магнитные свойства при их окислительной термообработке.

Ферромагнитные наночастицы на основе железа были синтезированы методом химической конденсации пара при использовании пентакарбонила железа в качестве прекурсора. Синтез наночастиц проводился в атмосфере инертного газа: аргона или гелия. В зависимости от экспериментальных параметров, полученные частицы имели средний диаметр от 6 до 25 нм. Непосредственно после получения частицы были пирофорны, поэтому на поверхности свежеприготовленных наночастиц путём контролируемого окисления была сформирована оксидная оболочка толщиной 2–3 нм, состоящая, в основном, из магнетита. Параметр кристаллической решетки сердечника (твердый раствор на основе ОЦК железа) увеличивался при уменьшении размера частиц, что объяснено эпитаксиальным ростом оксидной оболочки на их поверхности, приводящим к растягивающим напряжениям внутри металлического сердечника.

Окислительная термообработка частиц проводилась при нагревании в атмосфере воздуха. Было исследовано влияние температуры на их размер, форму и фазовый состав. Окислительная термообработка приводит к последовательному формированию оксидных фаз. При нагреве до температур порядка 300°C существенных структурных изменений не происходит; некоторый рост размеров частиц происходит только за счет увеличения оксидной оболочки. При повышении температуры в структуре частиц начинают формироваться внутренние полости, рентгеновские рефлексы от металлической фазы исчезают. Формирование фазы  $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ , обладающей высокой поверхностной энергией, происходит при температурах до 400°C. Это сопровождается коагуляцией наночастиц с образованием непрерывной структуры в виде стержней, которые при повышении температуры распадаются с образованием новых частиц  $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$  большего размера (30...50 нм) стабильных до температур 1000°C. Размер частиц  $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$  тем больше, чем больше размер исходных наночастиц.

Для более детального изучения начальных стадий процесса окисления наночастиц и термической стабильности нами была проведена низкотемпературная термическая обработка в атмосфере аргона, содержащей 10<sup>-4</sup> об.% кислорода. При этом наблюдается существенное уменьшение параметра кристаллической решетки альфа железа с ростом магнитной индукции насыщения частиц. Это связано со срывом когерентности на межфазной границе металл-оксид при росте оксидной оболочки и с релаксацией

внутренних напряжений. Таким образом, низкотемпературная термическая обработка может быть рекомендована для улучшения магнитных свойств покрытых оксидом наночастиц на основе железа.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 07-03-00659)*

## **СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИИМИДА И ФЕРРОМАГНИТНЫХ НАНОЧАСТИЦ**

**Ким Д.\*, Ли Д. В.\*, Васильева Е. С., Толочко О. В., Бетехтин В. И.\*\*,  
Кадомцев А. Г.\*\*, Амосова О. В.\*\***

*Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, Санкт-Петербург,  
\* Корейский институт машиностроения и материалов, Кёнгам, Чанвон, Республика Корея  
\*\* Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург*

Введение наноразмерных неорганических наполнителей в полимеры привело к появлению нового класса материалов, так называемым, наноккомпозитам. Такие композиционные материалы могут быть использованы для покрытий, антифрикционных материалов, в качестве компонентов для высокочастотных магнитных экранов и др. Особую привлекательность имеют наноккомпозиты на основе полиимидных матриц, благодаря их высоким механическим показателям и термической стабильности. Полиимиды в максимально возможной степени (насколько это возможно для органических веществ и полимеров) по своим термостойким показателям приближены к аналогичным показателям большинства неорганических наполнителей. Ожидается, что при целенаправленной разработке полиимид-керамических наноккомпозитов, они способны найти огромное применение в электронике, аэрокосмической промышленности (конструкционные и абразивные материалы), медицине (биоматериалы для медицинских приборов и сенсоров), разделительных мембранах, микро-электромеханических системах.

В работе методом газофазного синтеза были получены наночастицы на основе дисульфида вольфрама и магнитные наночастицы на основе железа. На базе полученных частиц были приготовлены наноккомпозиционные материалы на основе полиимида. Структура и свойства композиционных материалов были изучены методами растровой электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии, рентгенофазового анализа.

Гибкие ( $\epsilon \leq 10\%$ ) пленочные образцы наноккомпозита могут получены при содержании до 20 вес. % наночастиц на основе железа в полиимидной матрице. Механические свойства этих образцов практически не ухудшаются по сравнению с исходным полимерным материалом: прочность остается на том же уровне, деформация до разрыва снижается незначительно, не нарушая при этом эластичности образцов. При этом происходит существенный рост модуля Юнга пленочных образцов наноккомпозитов. При содержании частиц до 10 % образцы прозрачны в оптической области. Намагниченность образцов растет линейно при увеличении концентрации частиц. Величина коэрцитивной силы может регулироваться путем создания упорядоченного расположения частиц в полимерной матрице с помощью магнитного поля на стадии формирования пленок ПАК.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 07-03-00659)*