ЗОЛЬ-ГЕЛЬ СИНТЕЗ ФЕРРИТА БАРИЯ СО СТРУКТУРОЙ МАГНЕТОПЛЮМБИТА ДЛЯ МИКРОВОЛНОВОГО ПОГЛОЩЕНИЯ

Д. В. Ивашенко[1], В. В. Паньков[1], И. Я. Миттова[1]

[1)] Белорусский государственный университет, пр. Независимости, 4, 220030 Минск, Беларусь, e-mail: ivashenkodm@gmail.com
[2)] Воронежский государственный университет, Университетская площадь, 1, 394018 Воронеж, Россия, e-mail: imittova@mail.ru

Магнитные частицы бариевого феррита со структурой магнетоплюмбита состава $BaFe_{12}O_{19}$ получены золь-гель методом. Установлены структурные особенности и магнитные свойства полученных ферритов с помощью рентгенофазового анализа, электронной микроскопии и магнитометрии. Показано изменение фазового состава порошков в ходе увеличения температуры их обжига на основе анализа полученных спектров. Следует отметить высокую чистоту полученных порошков и однородное распределение по размеру частиц, полученных достаточно легко масштабируемым методом. Полученные порошки обладают магнитными свойствами, позволяющими создать на их основе перспективные материалы для поглощения микроволнового излучения.

Ключевые слова: магнитные частицы; феррит; микроволновое поглощение.

SOL-GEL SYNTHESIS OF BARIUM FERRITE WITH THE STRUCTURE OF MAGNETOPLUMBITE FOR MICROWAVE ABSORBTION

D.V. Ivashenko[1], V.V.Pankov[1], I.Ya. Mittova[2]

[1)] Belarusian State University, Nezavisimosti Ave. 4, 220030 Minsk, Belarus
[2)] Voronezh State University, Universitetskaya pl. 1, 394018 Voronezh, Russia
Corresponding author: D.V. Ivashenko (ivashenkodm@gmail.com)

Magnetic particles of barium ferrite with composition $BaFe_{12}O_{19}$ were obtained by the sol-gel method. The structural and magnetic properties of ferrites have been established using X-ray phase analysis, electron microscopy, and magnetometry. The change in the composition of the powder during annealing is shown based on the analysis of the obtained spectra. It should be noted high purity and uniform particle size distribution of the powders obtained by such easily scalable method. The powders have magnetic properties that make it possible to create promising materials for microwave absorption on their basis.

Key words: magnetic particles; ferrite; microwave absorption.

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы актуальной проблемой стала разработка эффективных микроволновых поглотителей из-за роста количества разнообразных источников электромагнитного излучения и расширения используемого ими частотного диапазона.

По сравнению с ферритами со структурой шпинели и граната, феррит с гексагональной структурой (со структурой магнетоплюмбита) обладает более выраженной магнитной анизотропией, большой намагниченностью насыщения и высокой часто-

той естественного ферромагнитного резонанса. Таким образом, ферриты со структурой магнетоплюмбита как поглотитель микроволн перспективны для применения в высокочастотном диапазоне. Известным представителя этого класса соединений является феррит бария, который уже известен для применения в качестве микроволнового поглотителя [1].

Хорошо известно, что диэлектрические и магнитные свойства можно модулировать замещением Fe^{3+} и Ba^{2+} другими ионами [2]. Известно также о влиянии формы и размера частиц на магнитные свойства и свойства электромагнитного поглощения. В [3] было показано, что значение электромагнитных потерь для наноразмерных частиц феррита может быть больше, чем у частиц микрометрового размера. Главным недостатком использования наночастиц ферритов является уменьшение значения намагниченности насыщения, что является важной характеристикой при разработке микроволновых поглотителей.

В настоящей работе представлен метод синтеза магнитных частиц бариевого феррита методом золь-гель синтеза с последующим термолизом.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для получения бариевого феррита $BaFe_{12}O_{19}$ методом золь-гель синтеза использовались нитрат бария $Ba(NO_3)_2$, нитрат железа девятиводный $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ и лимонная кислота гидрат ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$). Вещества растворяли в деионизированной воде в молярном соотношении нитратов металлов к лимонной кислоте 1:3. Раствор прекурсора нагревали на плитке для испарения избытка воды до образования геля. Полученный гель помещали в муфельную печь при температуре 200 °C пока не произойдет самовоспламенение. Продукт сгорания дополнительно отжигали в течение 3 ч при 300 °C в муфельной печи для удаления следов углерода. Полученный порошок промывали деионизированной водой и сушили на воздухе.

Рентгенограммы порошкообразных образцов были получены на дифрактометре ДРОН-2.0 (CoKα-излучение) в интервале $2\theta = 20° – 80°$.

Микроструктура и морфология частиц была изучена методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с использованием микроскопа LEO 1455 VP.

Измерение удельной намагниченности насыщения и магнитной восприимчивости проводилось на автоматизированной установке для измерения магнитных характеристик (вибрационный магнетометр). Чувствительность установки к измерению величины удельной магнитной восприимчивости составляет 10^{-11} $кг^{-1}$, а к удельной намагниченности 10^{-3} $А*м^2/кг$ при массе образца 0,003 грамма.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Рентгенофазовый анализ показывает образование гексагональной структуры типа магнетоплюмбита при температурах выше 900 °C (рисунок 1). Сравнение проводилось по базе данных COD № 96-900-8138 [4]. С ростом температуры обработки происходит изменение фазового состава, снижение дефектности и упорядочивание структуры.

Анализ полученных спектров позволяет определить изменения фазового состава порошков в ходе увеличения температуры их обжига. Установлено, что порошок, полученный после горения геля, состоит из фаз Fe_3O_4, $BaFe_2O_4$. Первоначальное образование фазы магнетита позволяет предположить восстановление трехвалентного железа до двухвалентного состояния в результате восстановительного горения лимонной кислоты с образованием магнетита $Fe^{2+}Fe^{3+}{}_2O_4$. При последующей термической обработ-

ке с увеличением температуры обжига происходят взаимные реакции между первоначально образовавшимися фазами с образованием фазы феррита бария $BaFe_{12}O_{19}$ при температуре 900 °С.

На рисунке 2 представлены СЭМ-изображения полученных порошков феррита. Наблюдается интенсивное протекание процессов рекристаллизации во время обжига при 900 °С, сопровождающееся увеличением размеров частиц и появлением у них огранки. В результате обжига при температуре 900 °С в течение 1 ч размер частиц достигает 0,8–1,0 мкм.

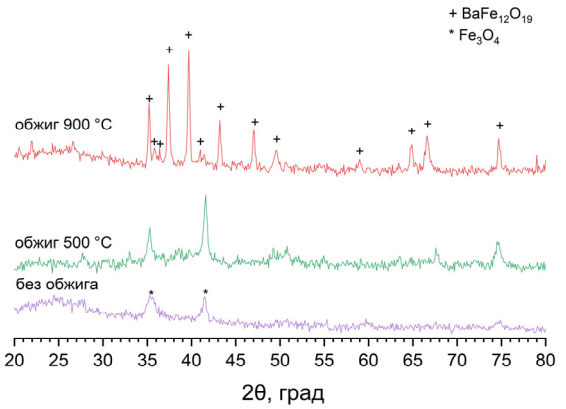
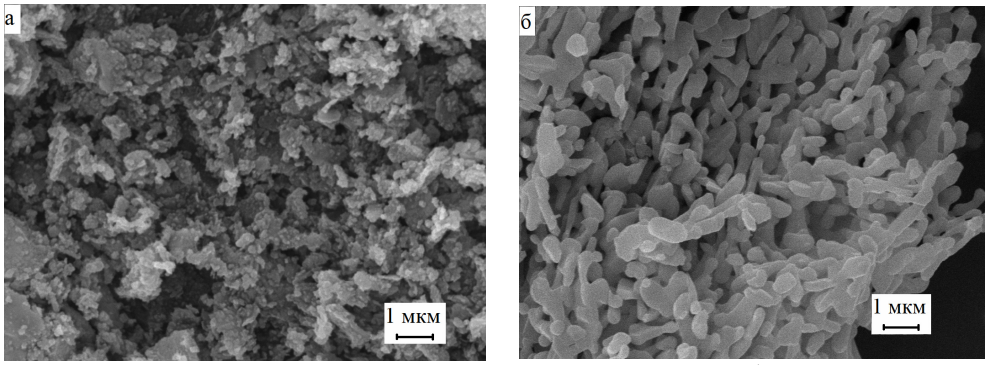


Рисунок 1. Рентгенодифрактограммы полученных порошков



а ***б***

Рисунок 2. SEM-изображения полученных порошков, после обжига при 500 °С (*а*) и 900 °С (*б*)

На рисунке 3 представлена кривая изменения намагниченности *M* в зависимости от напряжённости магнитного поля *H* порошков бариевого феррита, обожжённого при 900 °С в течение 1 ч. Из полученных данных следует, что материал является магнитожестким с коэрцитивной силой Hc = 0,36 Тл, при этом намагниченность насыщения достигает $M_s = 49$ А*м^2*кг$^{-1}$.

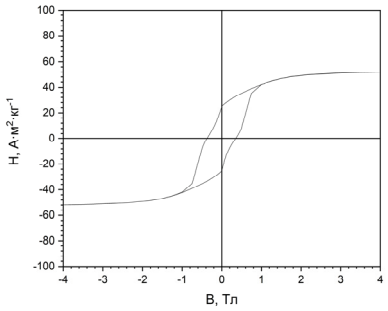


Рисунок 3. Кривая намагничивания феррита бария, после обжига при 900 °С

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе предложен метод синтеза феррита бария со структурой магнетоплюмбита с использованием метода золь-гель синтеза с последующей термообработкой. Установлены структурные особенности и магнитные свойства полученных ферритов с помощью рентгенофазового анализа, электронной микроскопии и магнитометрии.

Последующая термическая обработка полученных порошков позволяет управлять фазовым составом ферритов, размером полученных частиц, а также их формой и магнитными свойствами. Все эти факторы влияют на свойства поглощения электромагнитного излучения материалом. Повышение температуры термообработки приводит к частичной рекристаллизации частиц и упорядочиванию кристаллической структуры феррита. Следует отметить высокую чистоту полученных порошков и однородное распределение по размеру частиц, полученных достаточно легко масштабируемым методом.

Полученные порошки обладают магнитными свойствами, позволяющими создать на их основе перспективные материалы для поглощения микроволнового излучения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЕ ССЫЛКИ

1. Characterization of M-type barium hexagonal ferrite-based wide band microwave absorber / M. R. Meshram [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials — 2004. — V.271, № 2-3. — P. 207-214.
2. Microwave absorption properties of Ce-substituted M-type barium ferrite / C. Sun, S.Kangning, C. Pengfei // Journal of Magnetism and Magnetic Materials — 2012. — V. 324, № 5. — P. 802–805.
3. Microwave absorptive behavior of ZnCo-substituted W-type Ba hexaferrite nanocrystalline composite material / S. Ruan [et al.] // Journal of Magnetism and Magnetic Materials — 2000. — V. 212, № 1–2. — P. 175-177.
4. The crystal structure and refinement of ferrimagnetic barium ferrite, BaFe12O19 / W. D. Townes, J. H. Fang, A. J. Perrotta // Zeitschrift für Kristallographie-Crystalline Materials— 1967. — V. 125, № 1-6. — P. 437-449.

ПОЛУЧЕНИЕ И АКТИВАЦИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК ПОЛИПИРРОЛА

О. И. Истакова[1], Д. В. Конев[1,2], М. А. Воротынцев[1,2]

[1)] Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии Россий-ской академии наук, проспект академика Семенова, 1, 142432 Черноголовка, Россия
[2)] Институт физической химии и электрохимии имени А.Н. Фрумкина Российской академии наук, Ленинский проспект 31, 119071 Москва, Россия, e-mail: oistakova@gmail.com

Тонкие пленки полипиррола (толщиной около 30 нм) были осаждены на поверхность электрода потенциостатическим окислением из разбавленного раствора пиррола в ацетонитриле. Показано, что их последующая обработка методом многоцикловой вольтамперометрии в широком диапазоне потенциалов (до −2,0 В относительно Ag/Ag^+ в ацетонитиле) приводит к их "активации", т.е. к расширению области их редокс-отклика в отрицательном направлении, а также к почти равномерному распределению редокс-активности в этом диапазоне потенциалов. Проанализированы спек-