

УДК 661.551.546.621

СТРУКТУРНЫЕ И РАЗМЕРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ D–МЕТАЛЛОВ ДЛЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКИ

Д. ф.-м. н. Н. Х. Копыт, к. ф.-м. н. К. И. Семенов

Одесский национальный университет им. И. И. Мечникова
Украина, г. Одесса
semenovki@odu.onu.ua

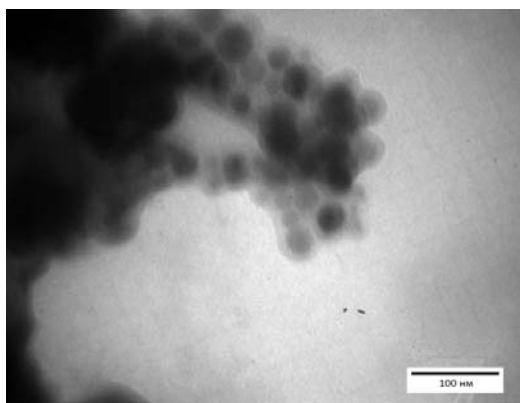
Проведены исследования на просвечивающем электронном микроскопе наночастиц оксидов железа, никеля и кобальта, полученных в импульсной электрической дуге при различной силе тока и давлении воздуха. Показано, что при увеличении тока и длительности импульса средний размер наночастиц увеличивается, а понижение давления приводит к сдвигу функции распределения по размерам в сторону меньших размеров и ее сужению.

Ключевые слова: наночастицы, оксиды металлов, нанокompозиты.

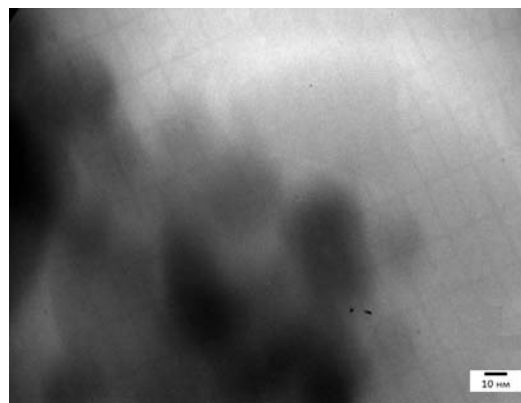
Области применения материалов на основе частиц нанометрового размера постоянно расширяются. Повышенный интерес к нанообъектам вызван обнаруженными у них необычными физическими и химическими свойствами, что связано с проявлением так называемых «квантовых размерных эффектов». В частности, материалы на основе магнитных наночастиц металлов и их оксидов могут использоваться в системах записи и хранения информации [1], в новых постоянных магнитах, в системах магнитного охлаждения, в качестве магнитных сенсоров и т. п. Свойства композиционных наноматериалов зависят от многих факторов, среди которых следует выделить химический состав, тип кристаллической решетки и степень ее дефектности, размер и форму частиц, морфологию (для структурно неоднородных частиц), взаимодействие частиц с окружающей их матрицей и соседними частицами [2]. Изменяя размеры, форму, состав и строение наночастиц, что в определяющей степени зависит от способа их получения, можно в определенных пределах управлять характеристиками материалов на их основе. Ввиду отсутствия четких представлений о механизмах формирования наночастиц, ценным является опыт их получения в различных условиях. Ранее авторы разработали методику получения наночастиц оксидов металлов [3, 4]. Целью работы было изучение структурных и размерных свойств нанопорошков оксидов железа, никеля и кобальта, полученных по авторской методике в воздушной (сухой воздух) электрической дуге.

Наночастицы изучались на просвечивающем электронном микроскопе ПЭМ-100-01 (Учебно-научный центр уникального оборудования и приборов ОНУ им. И. И. Мечникова). Подготовка образцов порошков велась как по традиционной методике [5], так и по разработанным зарубежной [6] и авторской [7, 8] методикам. На рисунке приведены фотографии наночастиц оксидов железа, полученных при длительности импульса 250 мкс и токе 60 А при атмосферном давлении. Также были получены распределения по размерам наночастиц оксидов Ni (II,III) и Co (II). Диапазон тока дуги составлял 40—100 А, диапазон давлений — $5 \cdot 10^4$ — 10^5 Па. Средний размер наночастиц оксидов железа составил 67—270 нм в зависимости от параметров дуги и давления. Наименьший зафиксированный средний диаметр наночастиц составил 2—3 нм. Для оксидов никеля и кобальта соответствующие диаметры составили 45—180 нм, 78—340 нм и 4—7 нм, 3—5 нм. Были проведены рентгеноструктурные исследования полученных порошков на рентгеновском дифрактометре ДРОН-1М (излучение Co с железным фильтром, напряжение на аноде 35 кВ, ток анода 35 мА, скорость сканирования 1 град/мин, диапазон интенсивности 4,102, постоянная времени 10 с, напряжение на ФЭУ — 690 В, щель счетчика 0,1 мм, окно 730 ч 5 мВ). Обработка дифрактограмм показала, что наночастицы оксида железа имели структуру характерную для гематита — тригональную систему с параметрами элементарной кубической ячейки $a=0,50380$ нм и $1,37720$ нм. Оксид кобальта представляли кристаллы кубической сингонии с параметрами элементарной ячейки $a=0,42667$ нм, оксид никеля имел кристаллы кубической сингонии с параметрами элементарной ячейки $a=0,41986$ нм.

а)



б)



Фотографии нанопорошка оксида железа с масштабом 100 нм (а) и 10 нм (б)

В работе были установлены зависимости размерных характеристик нанопорошков оксидов металлов (Fe_2O_3 , NiO , CoO) от электрических параметров импульсной дуги и давления воздуха. Показано, что при увеличении тока и длительности импульса средний размер наночастиц увеличивается, а понижение давления приводит к сдвигу функции распределения по размерам в сторону меньших размеров и ее сужению при практически неизменных структурных характеристиках наночастиц. Полученные данные дают возможность синтезировать нанопорошки металлов с контролируемыми свойствами, что крайне важно при промышленном производстве электронных компонентов с композитными материалами на основе нанопорошков (резистивные слои, датчики и т. д.).

ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Василевский, Ю. А. Носители магнитной записи.— Москва: Искусство. 1989.
2. Самонин В. В., Спиридонова Е. А., Подвизников М. Л., Голубев А. Г., Власов И. В. Управляемые сорбционные процессы на базе фуллереновых материалов // Тезисы Всероссийской конференции с элементами научной школы для молодежи «Проведение научных исследований в области индустрии наносистем и материалов».— Россия, г. Белгород, 2009.— С. 319–322.
3. Копыт Н. Х., Семенов К. И. Технология получения наночастиц в условиях больших градиентов температурного и электрического полей// Всеукраїнська конференція з міжнародною участю «Хімія, фізика і технологія поверхні».— Україна, м. Київ.— 2013.— С. 149.
4. Kopyt N. Kh., Semenov K., Kopyt N. N. Formation of rutile nanoparticles from the condensed disperse phase at a surface of high-temperature particles // Journal of Earth Science and Engineering.— 2013.— N 3. P. 251–262.
5. Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия.— Москва: Техноспера, 2006.
6. Воробьёв А. Б., Гутаковский А. К., Принц В. Я., Селезнёв В. А. Формирование однослойного массива наночастиц для просвечивающей электронной микроскопии // Журнал технической физики.— 2002.— Т. 70, вып. 6.— С. 116–118.
7. Патент 95969, Україна. Спосіб підготовки зразків для дослідження з упорядкованим розтушуванням наночастинок / Семенов К. І.— 2015.— Бюл. № 1.
8. Патент 87510, Україна. Спосіб контролю товщини напилюваного шару / Семенов К. І., Хлебнікова М. Є.— 2014.— Бюл. № 3.

N. Kh. Kopyt, K. I. Semenov

Structural and dimensional characteristics of oxide d-metal nanoparticles for composite materials for micro- and nanoelectronics

Nanoparticles of Fe, Ni and Co oxides produced in an electric arc, have been studied with a transmission electron microscope. It is shown that with increasing current and pulse duration, the average size of nanoparticles increases, and the pressure drop results in a shift in size distribution function in the direction of smaller dimensions and function narrowing.

Keywords: *nanoparticles, metal oxides, nanocomposites.*