



Получение магнитных наноструктур на основе коллоидных частиц гексаферрита стронция и диоксида кремния

Выполнил:
ученик 10 «Л» класса СУНЦ МГУ
Деянков Данила Андреевич

Научный руководитель:
Магистрант 2 г/о ФНМ МГУ
Анохин Евгений Олегович

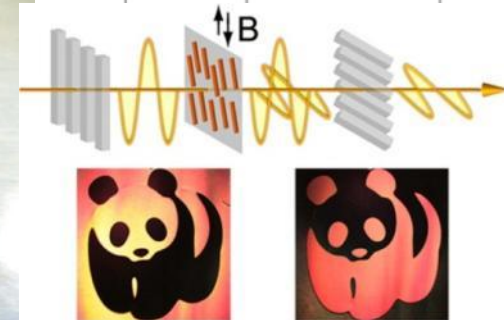
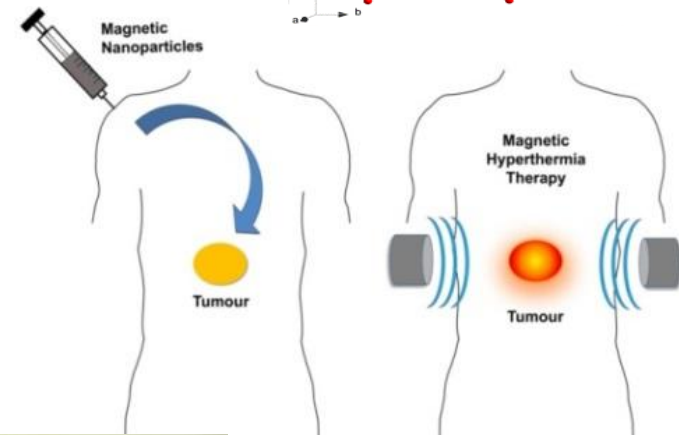
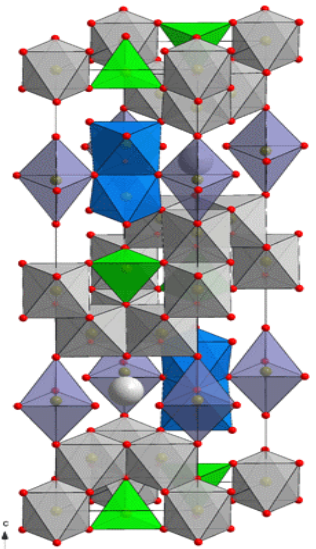


Гексаферриты М-типа

$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ – магнитотвердый ферромагнетик

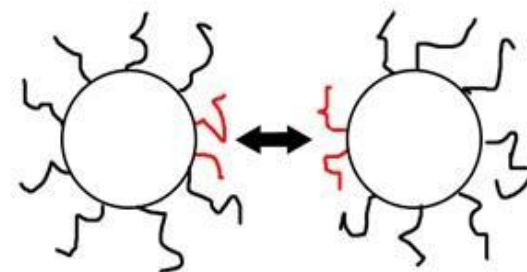
Перспективные применения:

- Изготовление магнитных нанокompозитов, покрытий и наноструктур
- Магнитная запись
- Биомедицинские применения
- Управление световыми потоками (магнитооптика)

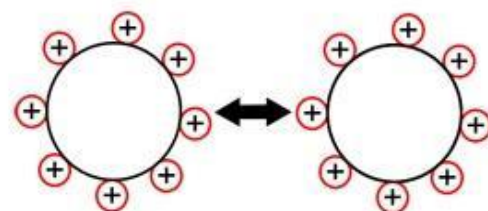


Модификация коллоидных частиц SiO₂

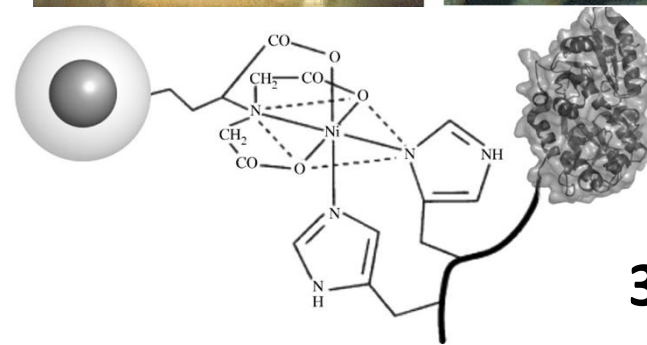
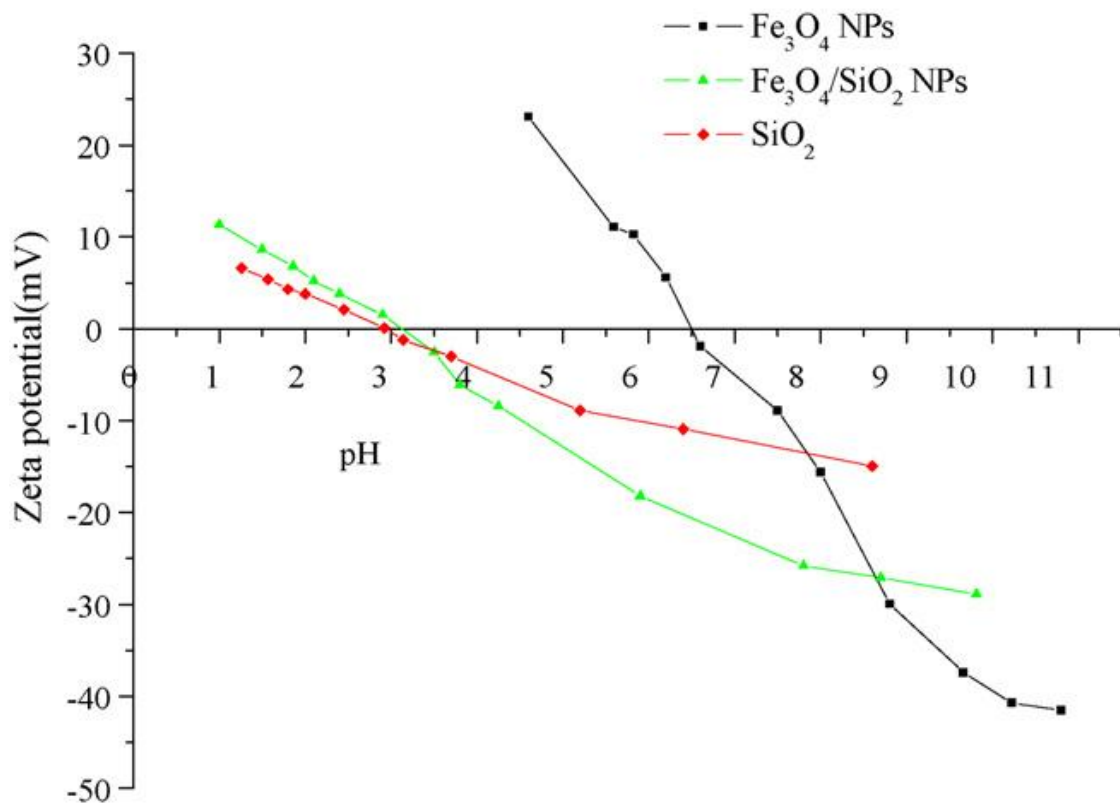
- Снижение полидисперсности, в т.ч. для образования наноструктур;
- Дальнейшая модификация;
- Расширение коллоидной стабильности;



Стерическая стабилизация



Электростатическая стабилизация



Цель и задачи

Целью данной работы является разработка методов получения коллоидных частиц гексаферрита стронция различной морфологии и модификации их поверхности.

Задачи:

- 1) Синтезировать стабильные коллоидные растворы на основе магнитотвердых наночастиц гексаферрита стронция различной морфологии;
- 2) Разработать методики функционализации коллоидных частиц покрытиями SiO_2 ;
- 3) Изучить микроструктуру и свойства полученных материалов;
- 4) Изучить стабильность и свойства коллоидов на основе модифицированных частиц.

Синтез коллоидных растворов

Измельченная смесь
 Fe_2O_3 , SrCO_3 и H_3BO_3
(Al_2O_3 , NaHCO_3)

Плавление
 1350°C

Закалка

Стекло
 $\text{Na}_2\text{O}\cdot\text{SrO}\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{B}_2\text{O}_3$

Отжиг

$600-700^\circ\text{C}$

Отмывка матрицы и боратов
в 3% HCl , отделение на
магните, декантация

$\times 3$

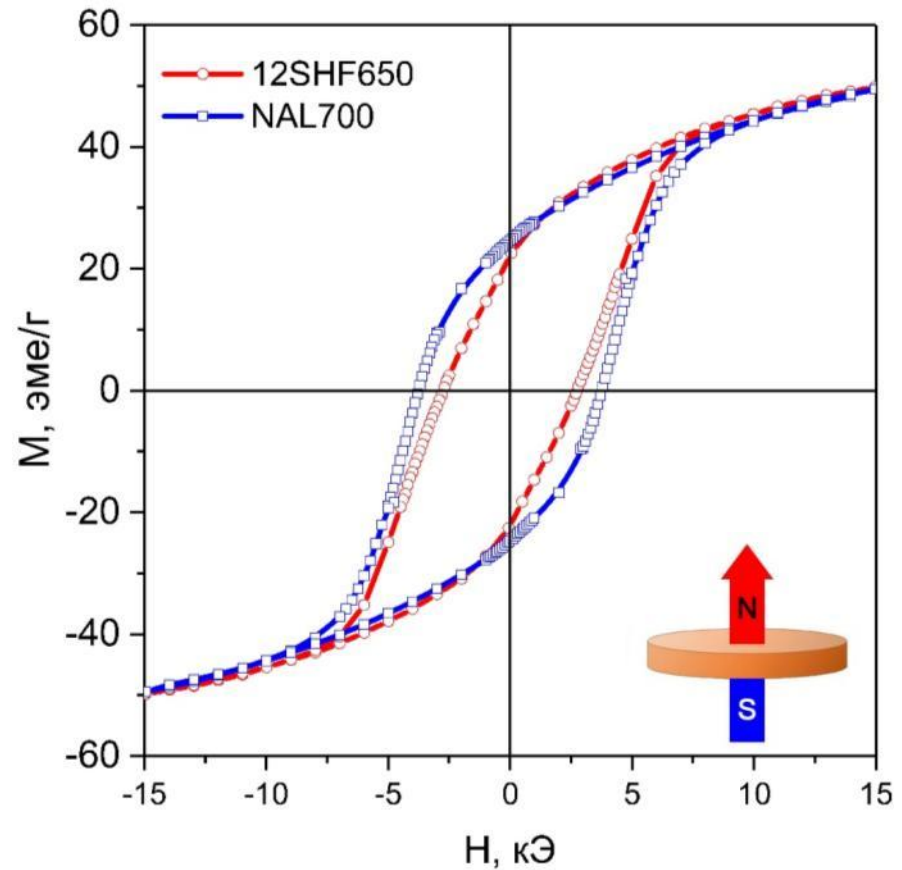
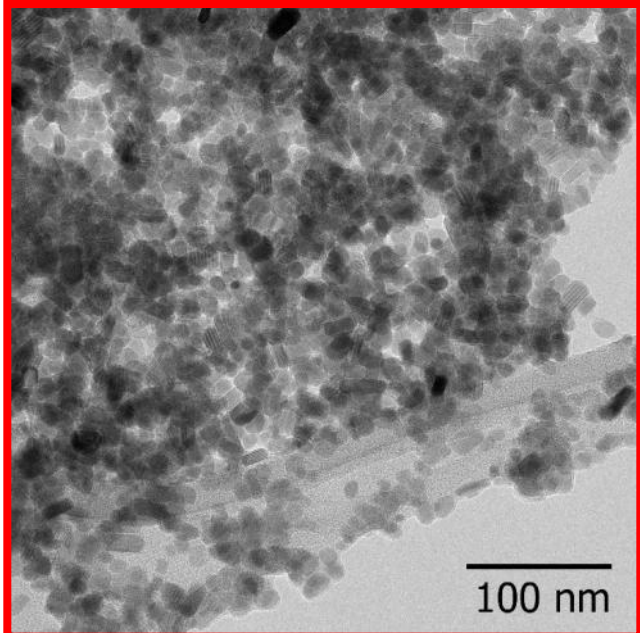
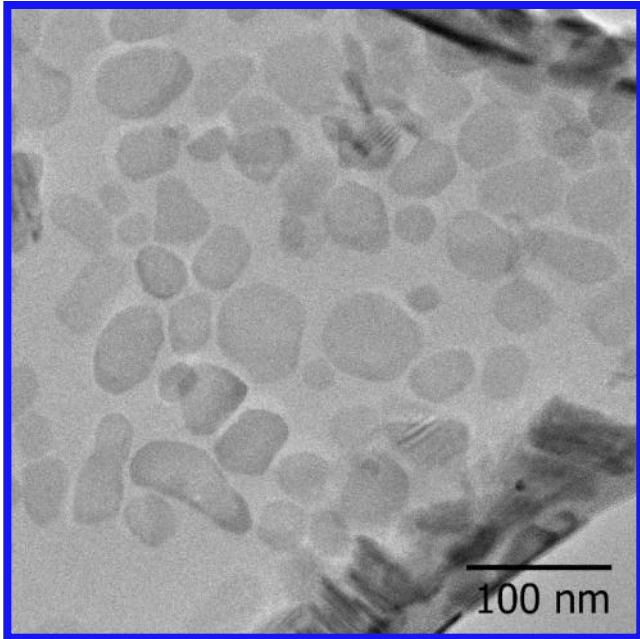
Стеклокерамика
 $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ + бораты и
стеклянная матрица



**ЗАЧЕМ ТАК
СЛОЖНО?**

Отдельные изолированные
частицы высокого
структурного качества

Характеристика коллоидных частиц



NAL700

Размер **50x5 нм**

$H_c = 3,74$ кЭ

$M_R = 24,7$ эме/г

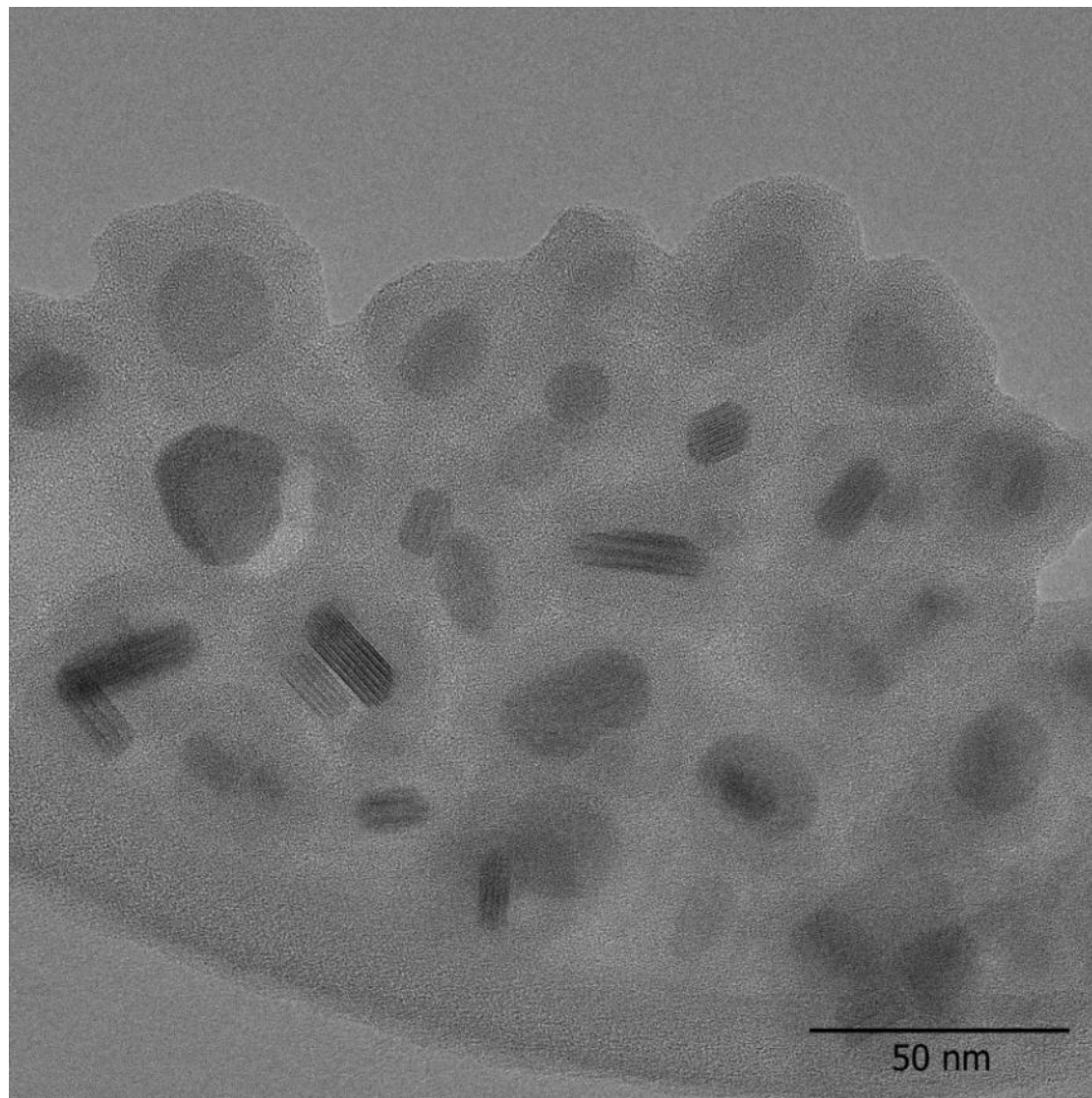
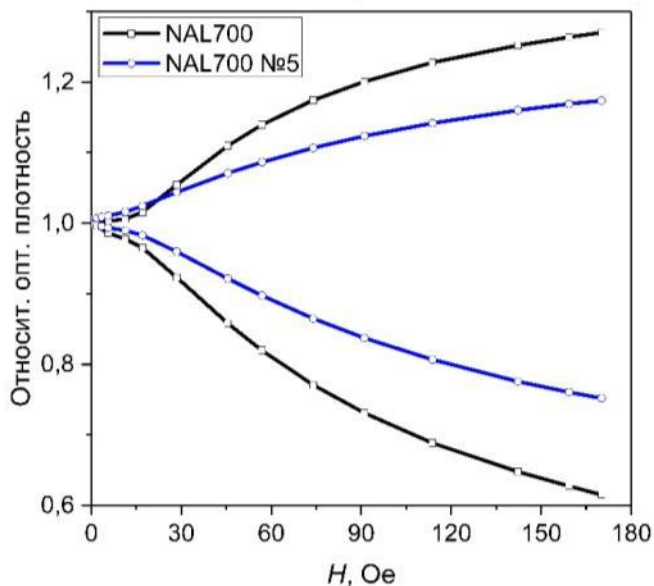
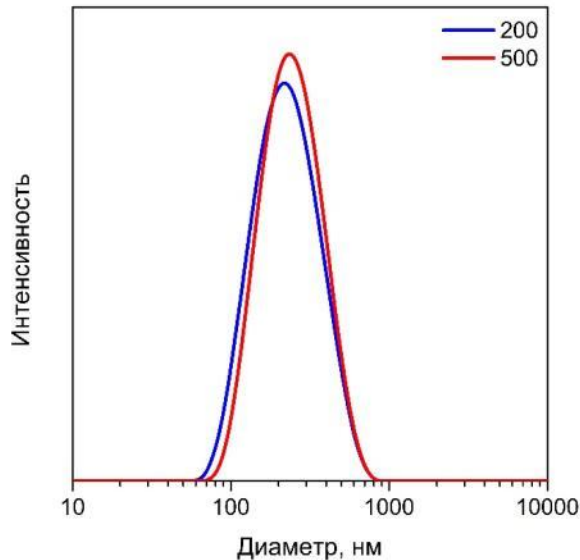
12SHF650

Размер **18x11 нм**

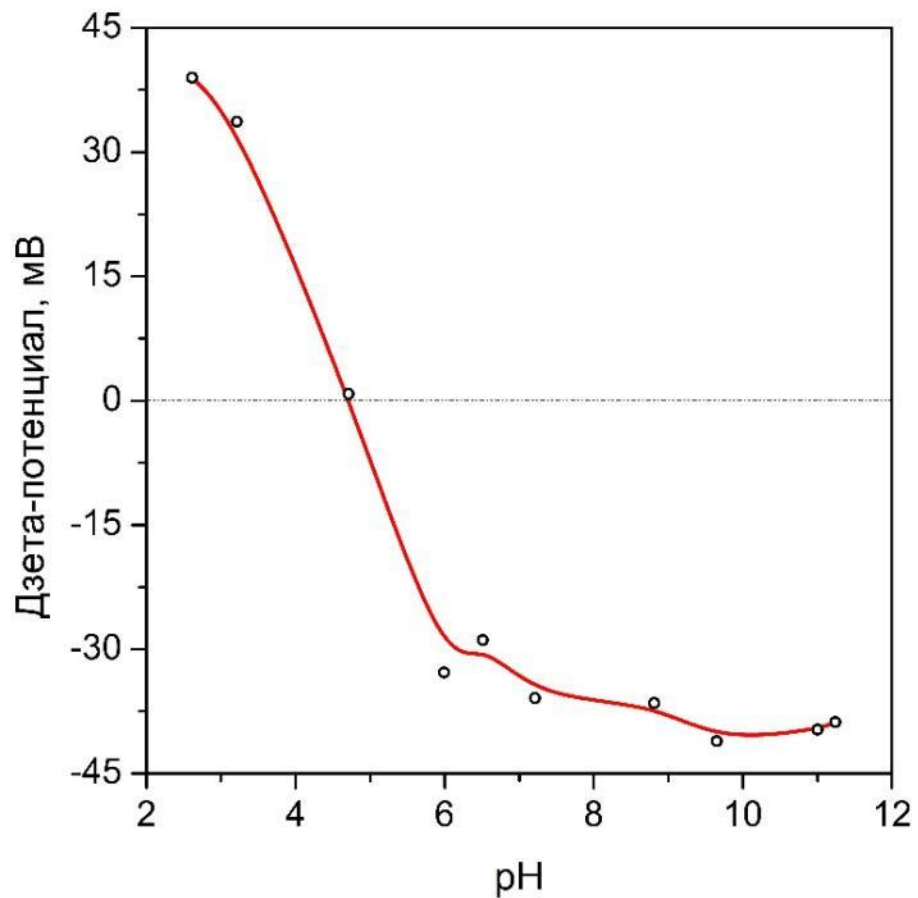
$H_c = 2,74$ кЭ

$M_R = 22,1$ эме/г

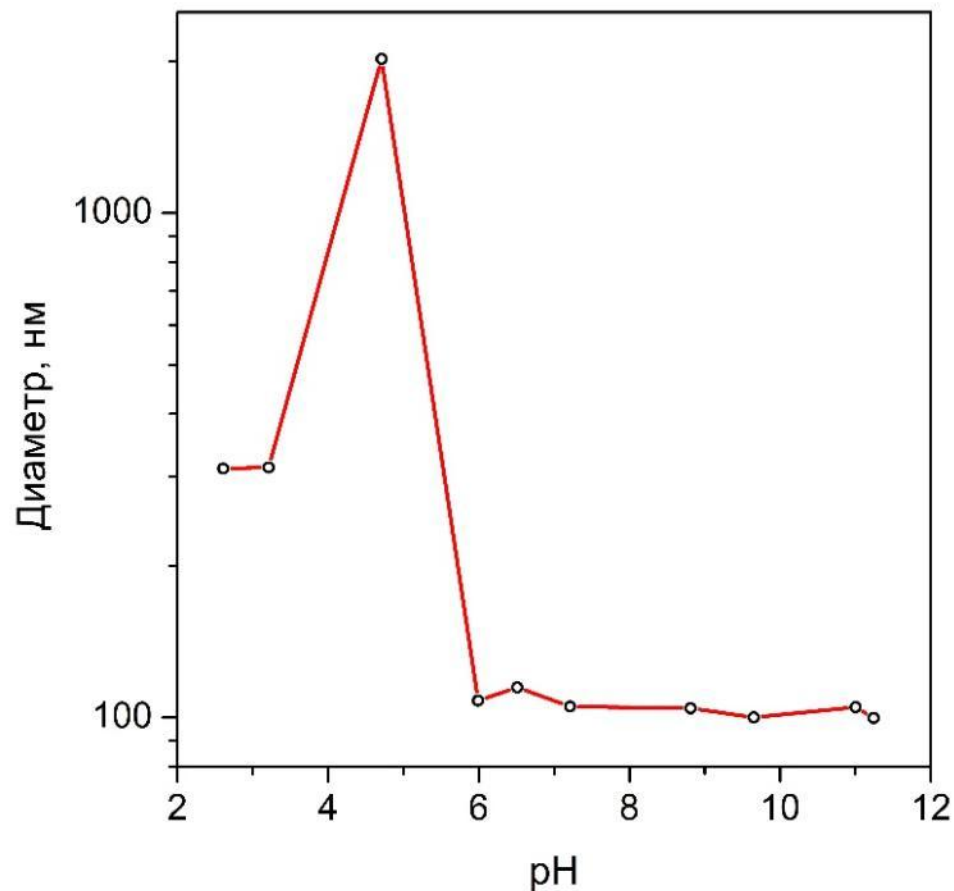
Модификация частиц силикатом



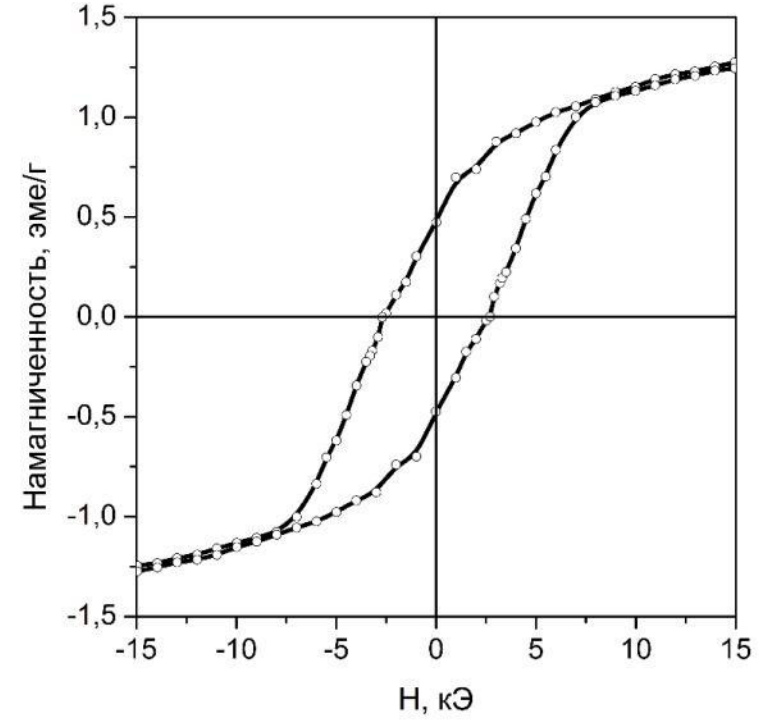
Стабильность модифицированных частиц



Изоэлектрическая
точка pH = 4,7



Доращивание частиц с помощью ТЭОС



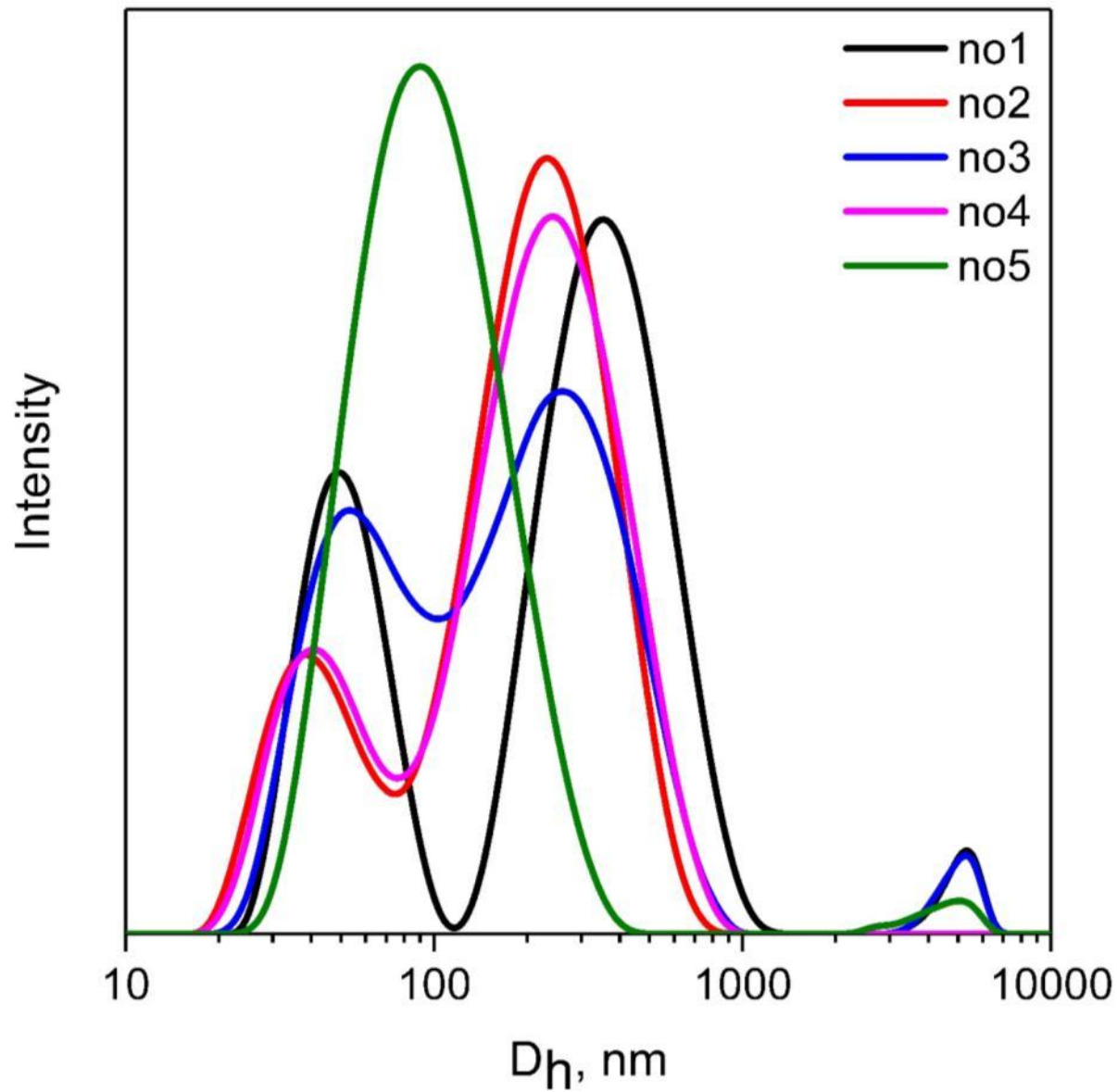
$$\omega_{SHF} = 2.5 \%$$

Выводы

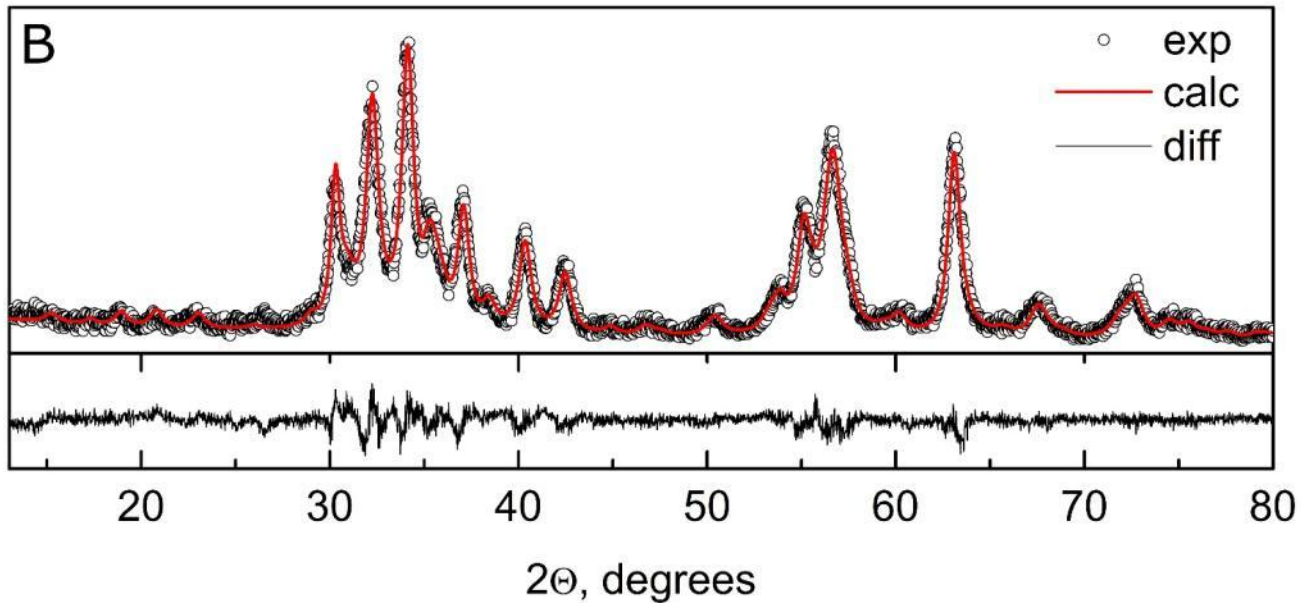
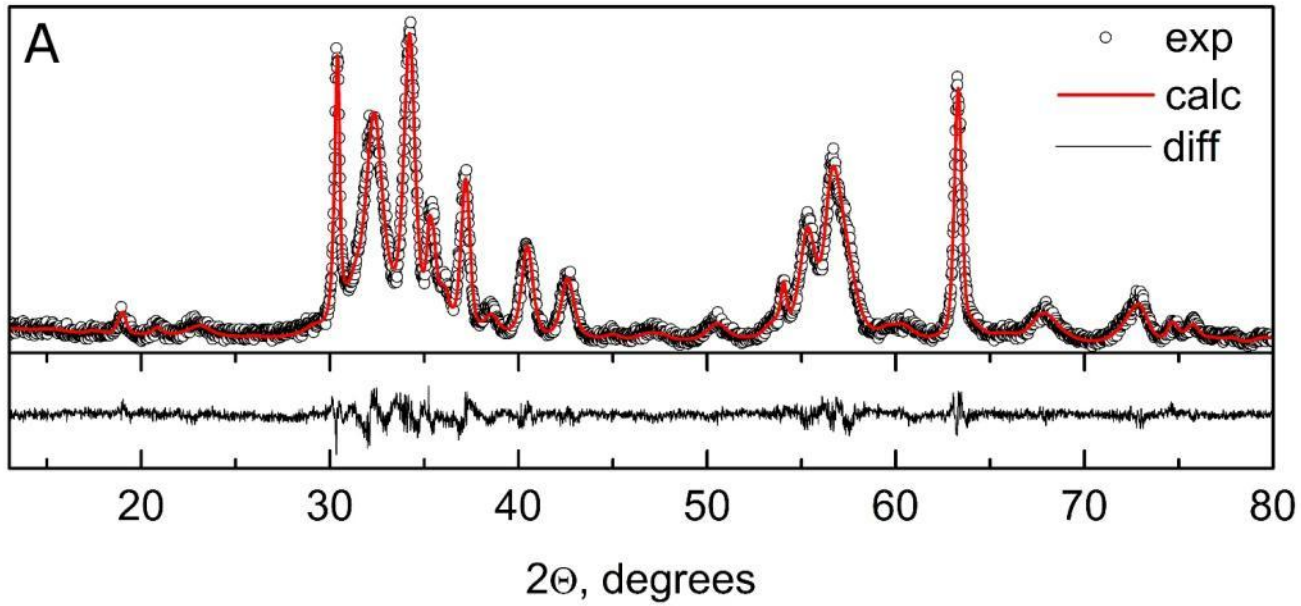
- Получены стабильные коллоидные растворы магнитотвёрдых наночастиц гексаферрита стронция со средним диаметром 18-50 и толщиной 5-12 нм в зависимости от образца, обладающие высокими значениями коэрцитивной силы и намагниченности.
- Разработана методика покрытия коллоидных частиц тонким слоем диоксида кремния путём кислотного гидролиза силиката.
- Исследована стабильность золь модифицированных частиц. Установлено, что модифицированные частицы обладают значительным отрицательным дзета-потенциалом в нейтральной и щелочной среде, определена зона стабильности коллоидов на основе подобных частиц: золи сохраняют агрегационную и седиментационную стабильность в интервале pH от 6 до 11.
- Модифицированные силикатом частицы использованы для дальнейшего дорастивания слоя SiO_2 с помощью ТЭОС. В результате впервые получены стабильные золи, представляющие собой композит гексаферрит стронция / диоксид кремния со структурой типа «ядро-оболочка».

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ СЛАЙДЫ

Распределение коллоидных частиц по гидродинамическим диаметрам в зависимости от выбора способа покрытия

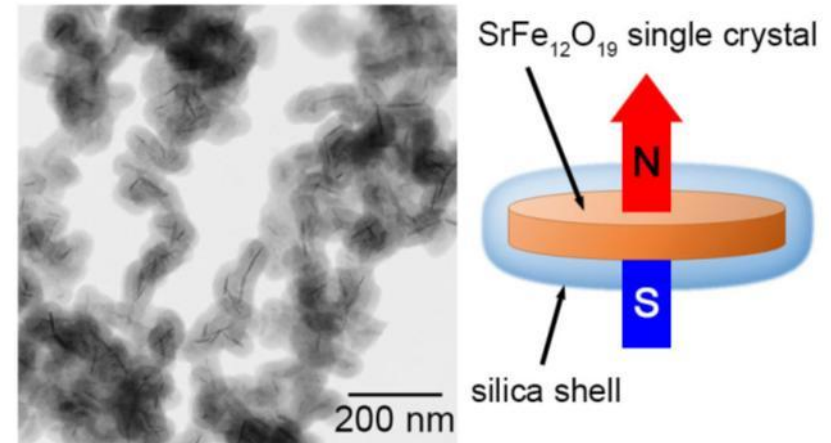
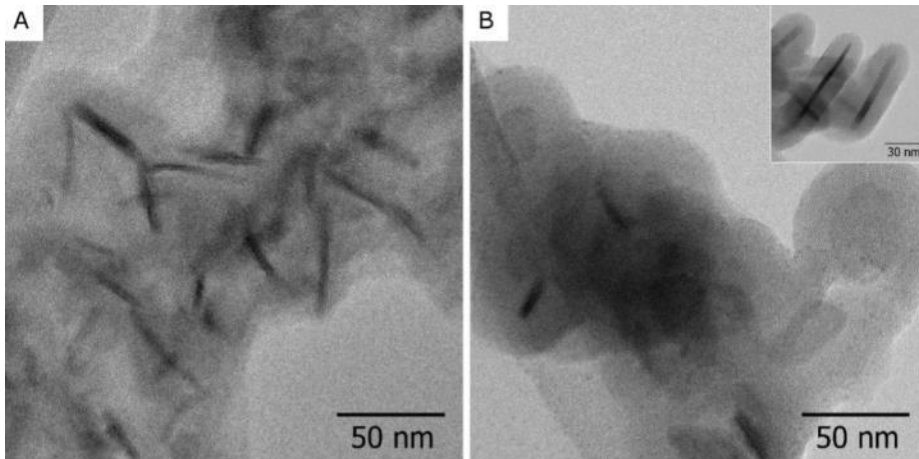


РФА коллоидных частиц



Покрывтие коллоидных наночастиц SiO_2

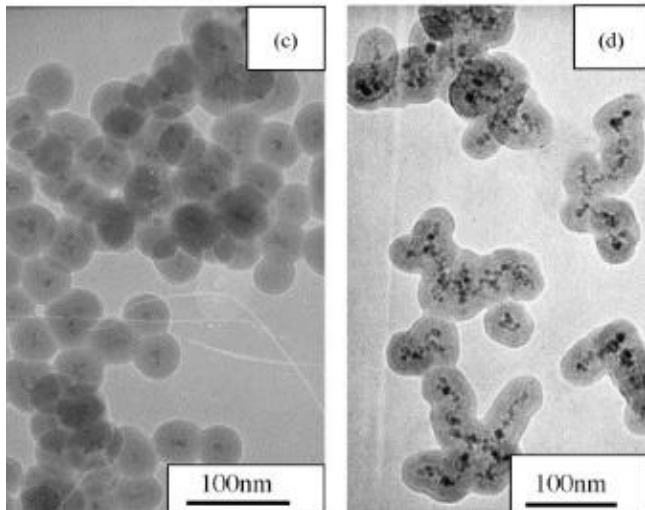
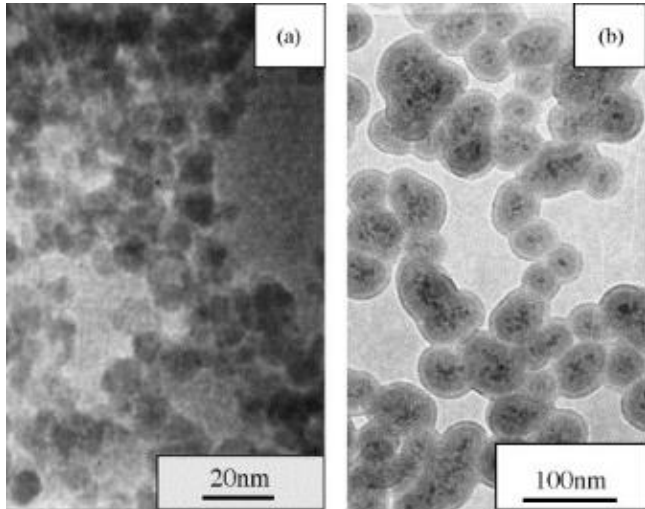
Метод Штобера:



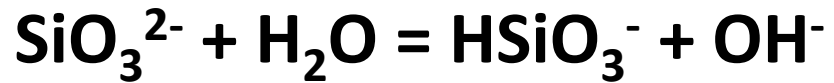
«+»: удастся покрыть отдельные частицы гексаферрита

«-»: покрытые частицы необратимо агрегируют

Покрывтие коллоидных наночастиц SiO₂



Гидролиз силикат-аниона протекает в кислой среде:



Почему этот метод лучше?

- Специфическая адсорбция протонов на поверхности
- Быстрое протекание гидролиза
- Отсутствие спирта

Образцы

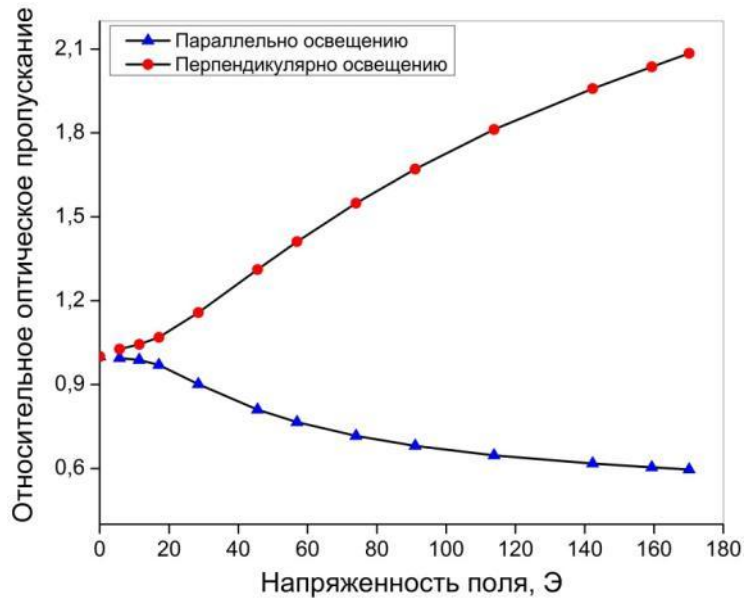
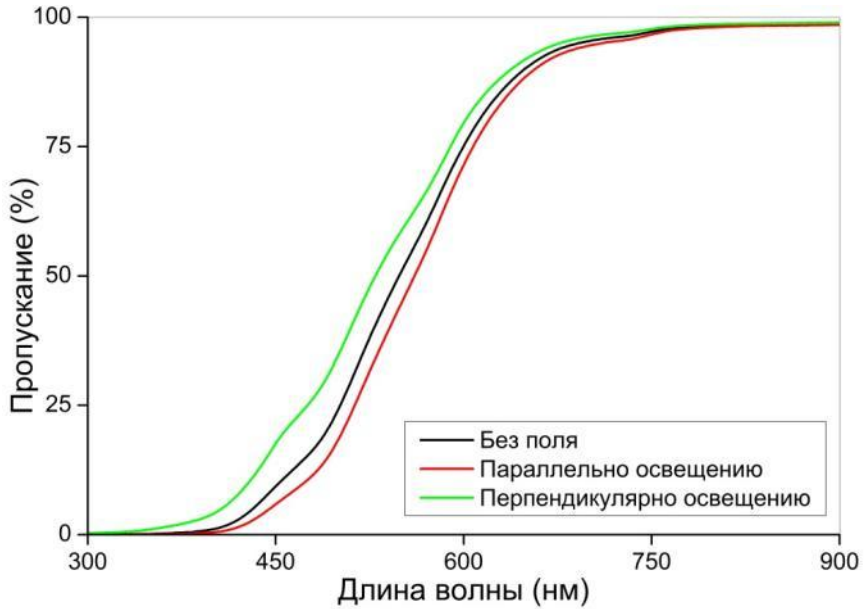
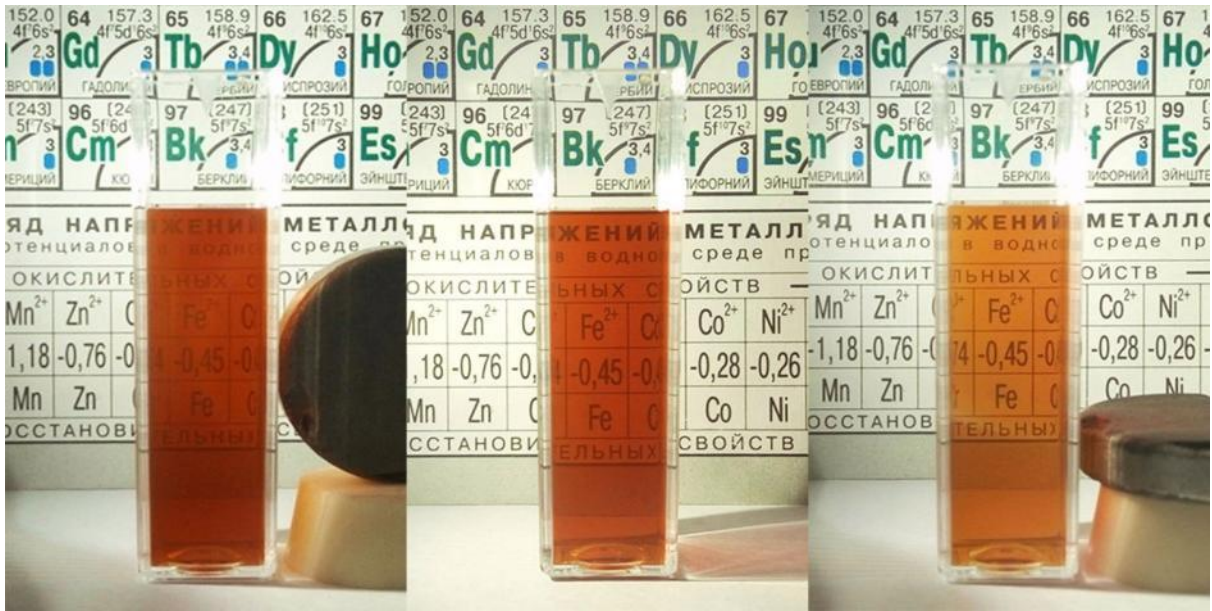
- Пластинки



- Бочонки

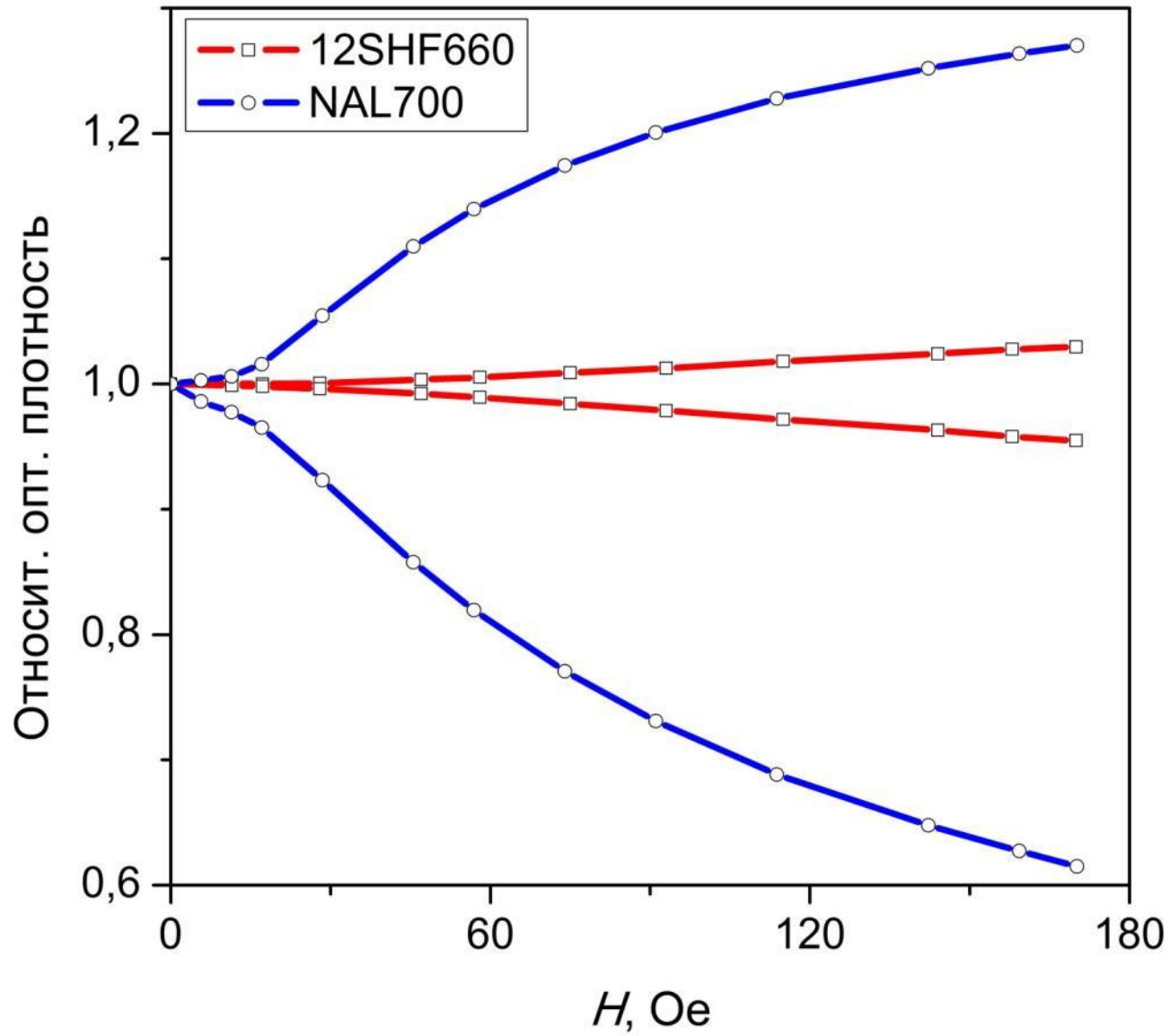


Магнитооптика в постоянном поле



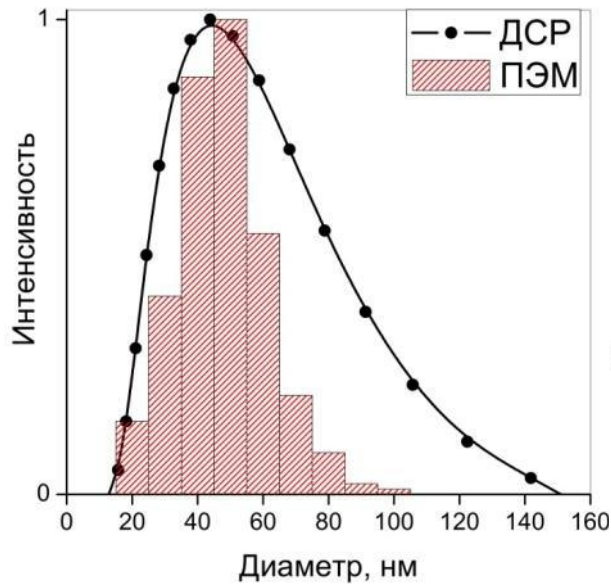
Магнитооптика

«Пластинки» vs «бочонки»



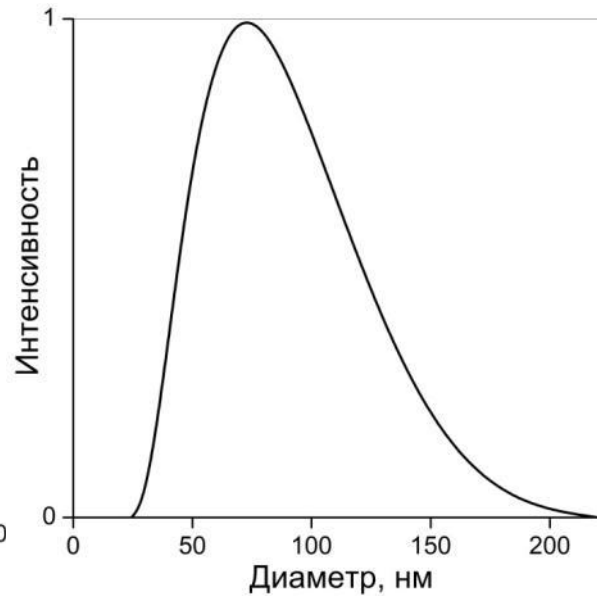
Распределения коллоидных частиц по размеру и дзета-потенциалу

Образец 1

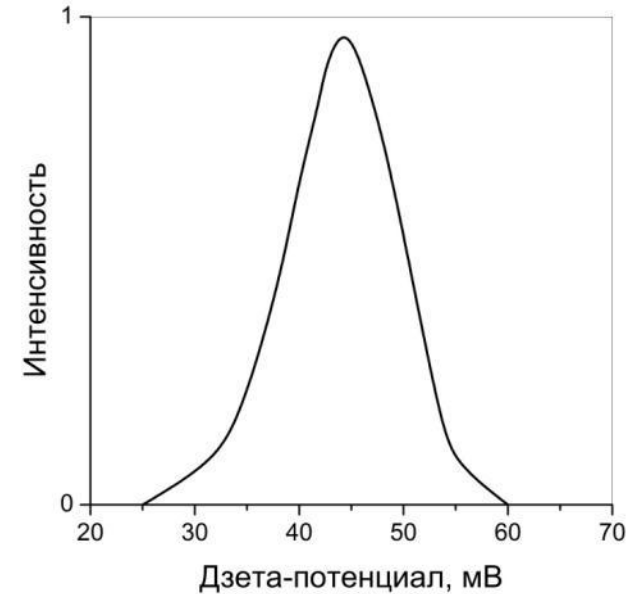


$$D_{\text{гидр}} = 80 \text{ нм}$$

Образец 2



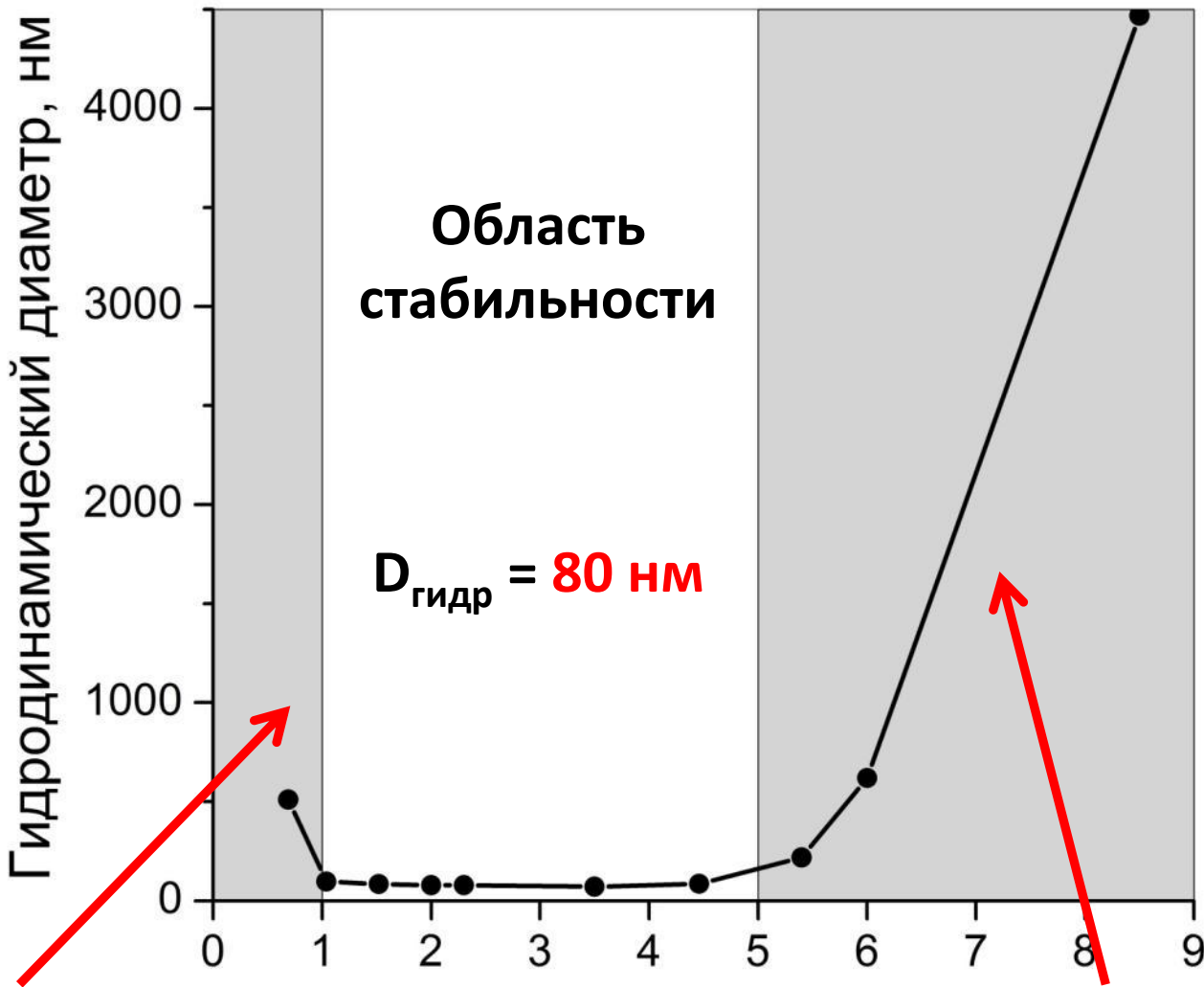
$$D_{\text{гидр}} = 65 \text{ нм}$$



$$\zeta = +44 \text{ мВ}$$

Стабильность = агрегационная + седиментационная
устойчивости

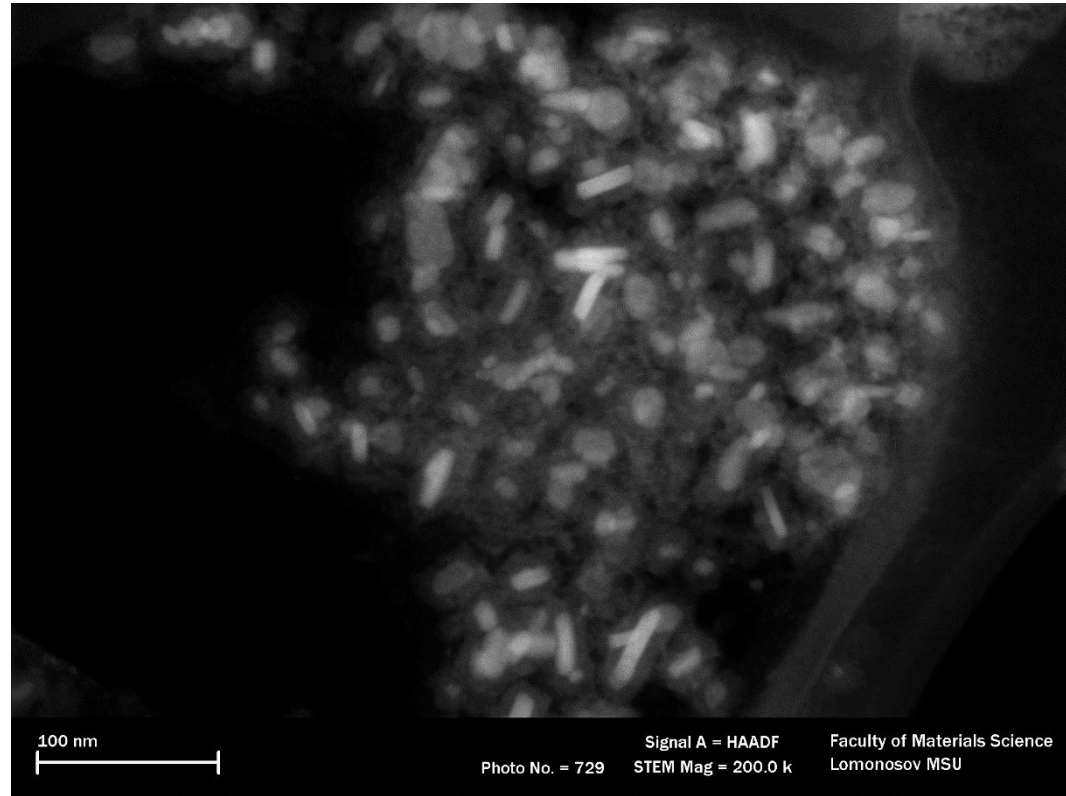
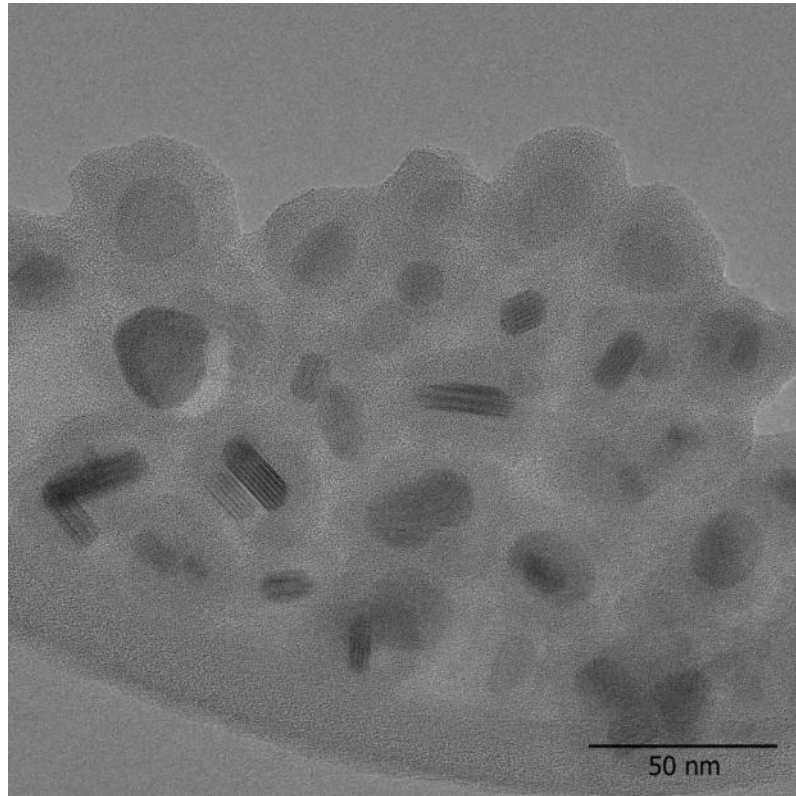
Стабильность коллоидных растворов (золей)



Область обратимой агрегации

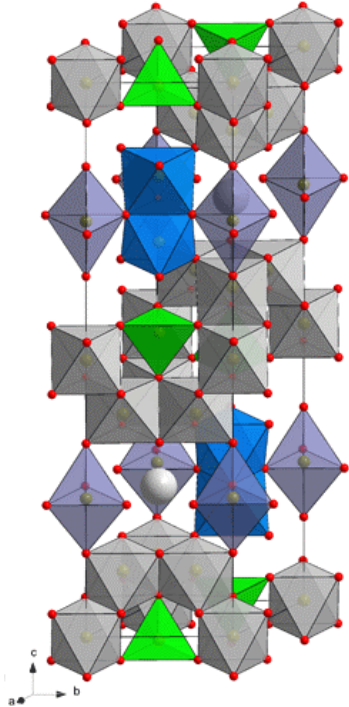
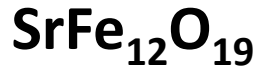
Область необратимой агрегации

Модификация частиц



Гексаферриты М-типа

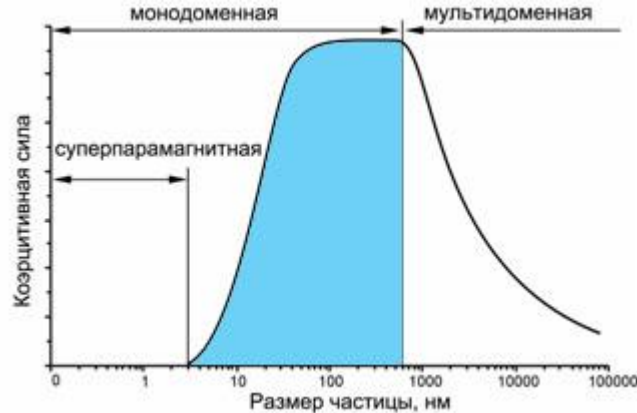
Пространственная группа $R\bar{6}_3/mmc$



Позиция Fe^{3+}	Спин	Окружение	Кол-во
$12k$	\uparrow	октаэдр	6
$4f_1$	\downarrow	тетраэдр	2
$4f_2$	\downarrow	октаэдр	2
$2a$	\uparrow	октаэдр	1
$2b$	\uparrow	бипирамида	1

Свойства $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$

- **одноосная магнитокристаллическая анизотропия**
 $K_1 = 3.57 \times 10^6$ эрг/см³
- **намагниченность насыщения** (293 К)
 монокристалл 74 эме/г
 высокодисперсные порошки 60 – 70 эме/г
- **температура Кюри** ~ 750 К
- **коэрцитивная сила** до 21000 Э

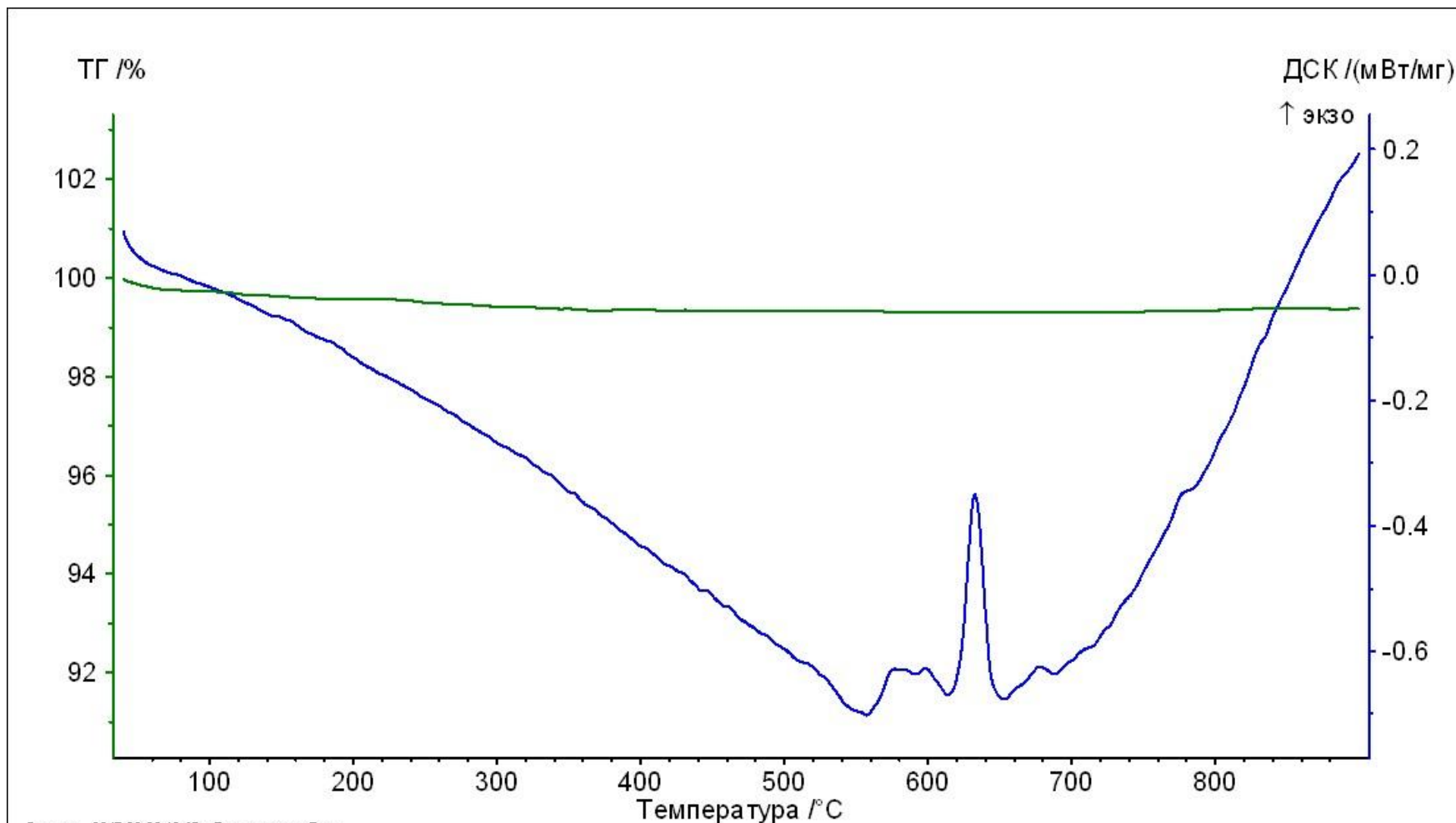


Метод кристаллизации стекла

- высокая степень гомогенизации исходных реагентов;
- рост частиц в изолирующей матрице;
- проведение легирования;
- возможность выделения частиц при растворении немагнитной матрицы.

$$H_{C_{\max}} = 0.48 \cdot \left(2 \cdot \frac{K_1}{M_S} + (N_{\perp} - N_{\parallel}) \cdot M_S \right)$$

ДСК 12SHF



Главное 2017-09-26 13:45 Пользователь: Тана

Прибор: NETZSCH STA 409 PC/PG Файл: C:\NETZSCH\Proteus\data5\Trusov\04890_AVS-KRF_5_900_Air_Pt.ngb-dsv

Проект:	Материал:	Сегменты:	1/1
Код образца: 04890	Файл коррекции: 04713_corr_5_1480_Air_Ai2O3.ngb-bsp	Тигель:	DTA/TG crucible Al2O3
Дата/время: 26.09.2017 10:05:19	Темп. кал./Файлы чувст.: tcal_5_Ai2O3_Air_10-03-2017.ngb-tsv / sens_5_Ai2O3_Air_10-03-2017.ng...	Атмосфера:	AIR(80/20)/30 / ARGON1--- / ARGO...
Лаборатория: Каф. неорганич. хи...	Диапазон: 40/5.0(К/мин)/900	TG корр./диап. измер.:	B20/30000 мг
Оператор: Shatalova	Прободерж./ТП: DSC(TG) HIGH RG 2 / S	ДСК корр./диап. измер.:	822/5000 мкВ
Образец: AVS-KRF, 17,474 мг	Режим/тип измер.: ДСК-ТГ / образец с коррекцией		