ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА НАНОРАЗМЕРНЫХ ЧАСТИЦ ОКСИДОВ ЖЕЛЕЗА, ПОЛУЧЕННЫХ В ИМПУЛЬСНОМ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ РАЗРЯДЕ ПОДВОДНОЙ ПЛАЗМЫ

PHASE COMPOSITION AND MAGNETIC PROPERTIES OF NANOSIZED PARTICLES OF IRON OXIDES PRODUCED IN A PULSE ELECTRIC DISCHARGE OF UNDERWATER PLASMA

А.В. Хлюстова[1]*, М.Н. Шипко[2], М.А. Степович[3], А.В. Агафонов[1], З.Х. Калажоков[4], Х.Х Калажоков[4]**, Н.А. Сироткин[1], А.А. Вирюс[5], В.Г. Костишин[6], Е.С. Савченко[6]***

[1] Институт химии растворов им. Г.А. Крестова РАН, ул. Академическая, д. 1, г. Иваново, 153045, Россия, *ava@isc-ras.ru; +7-920-3453922
[2] Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, ул. Рабфаковская, д. 34, г. Иваново, 153003, Россия, michael-1946@mail.ru;
[3] Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, ул. Степана Разина, д. 26, г. Калуга, 248023, Россия, m.stepovich@mail.ru;
[4] Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова, ул. Чернышевского, д. 173, г. Нальчик, 360004, Россия, **kll49@mail.ru;
[5] Институт экспериментальной минералогии им. Академика Д.С. Коржинского РАН, ул. Академика Осипьяна, д. 4, г. Черноголовка Московской обл., 142432, Россия, allavirus@yandex.ru;
[6] Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский проспект, д. 4, г. Москва, 119049, Россия, ***savchenkoelena@ya.ru

Ранее нами были проведены исследования динамики развития и результаты действия электрического разряда в водной среде при синтезе композитов Fe-NiCr. Целью настоящей работы является изучение влияния параметров импульсного подводного разряда на распределение элементов в формируемых оксидах и гидроксидах при распылении нихромовых электродов.

Previously, we have studied the dynamics of development and the results of the action of an electric discharge in an aqueous medium during the synthesis of Fe-NiCr composites. The purpose of this work is to study the influence of the parameters of a pulsed underwater discharge on the distribution of elements in the formed oxides and hydroxides during sputtering of nichrome electrodes.

Исследования низкотемпературной плазмы в контакте с жидкостью представляют большой интерес из-за возможностей применения образующихся материалов в биомедицине, очистке воды от органических и неорганических загрязнений, синтезе наноструктур. Композиты синтезировались при воздействии подводной плазмы [1], возбуждаемой между двумя металлическими электродами Fe и NiCr в объеме дистиллированной воды. Проводилось 4 серии экспериментов с разными значениями тока разряда и разной полярности материалов электродов.

Рентгенофазовый анализ проводился с использованием порошкового дифрактометра D2 PHASER (Brucker, CuK_α-излучение, λ=1.5406 Å). Морфологию поверхности и элементный состав получаемых образцов анализировали при помощи растрового электронного микроскопа Quattro S (Thermo Fisher Scientific, Czech Republic), оборудованного системой энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS Thermo Fisher Scientific, Czech Republic).

Рентгенограммы полученных образцов приведены на рис. 1. Номера экспериментов, указанные на рентгенограммах, соответствуют номерам экспериментов в таблице.

Номер эксперимента	Сила тока разряда	Материал		Толщина трубки, нм
		анода	катода	
1	0,25А	Fe	NiCr	95-125
2	0,8 А	Fe	NiCr	70-90
3	0,25 А	NiCr	Fe	90-105
4	0,8 А	NiCr	Fe	130-145

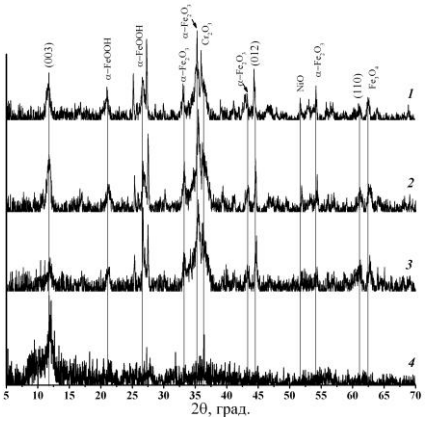

Рис. 1. Рентгенограммы синтезированных материалов, полученные в условиях экспериментов 1, 2, 3, 4 – см. таблицу.

Fig. 1. X-ray diffraction patterns of the synthesized materials obtained under the conditions of experiments 1, 2, 3, 4 - see the table.

Для всех образцов присутствовали рефлексы, относящиеся к слоистой структуре. Для образцов с первого по третий присутствовали пики, относящиеся к α-FeOOH, α-Fe_2O_3, Fe_3O_4, Cr_2O_3 NiO. В экспериментах с Fe анодом и NiCr катодом (эксперименты 1 и 2) ток разряда не оказывал влияние на фазовый состав. Смена полярности материала электрода при токе 0,25 А (эксперименты 3) также не влияла на состав получаемого порошка. Заметные различия регистрировались в экспериментах с NiCr анодом и Fe катодом (эксперименты 4): увеличение тока разряда до 0,8 А приводило к исчезновению рефлексов, относящихся к оксидам железа. Отсутствие пиков, относящихся к соединениям никеля, объясняется встраиванием Ni в слоистые структуры NiFeCr.

Микрофотографии порошков, полученные в растровом электронном микроскопе, представлены на рис. 2. На рисунках видна слоистая структура синтезированных материалов. Толщина трубок из РЭМ-измерений указана в таблице.

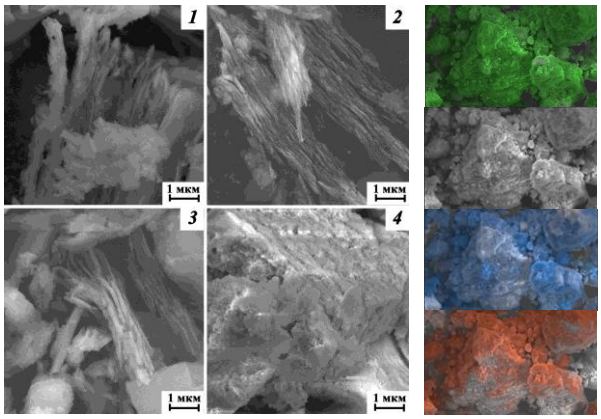

Рис. 2. Микрофотографии структуры синтезированных материалов, полученные в растровом электронном микроскопе. Слева: номера микрофотографий отвечают номерам экспериментов в таблице 1. Справа: цветокодированные микрофотографии, цвет отвечает распределению элементов (сверху вниз) в эксперименте 1: Fe, Cr, Ni, O.

Fig. 2. Micrographs of the structure of the synthesized materials obtained in a scanning electron microscope. Left: micrograph numbers correspond to experiment numbers in Table 1. Right: color-coded micrographs, color corresponds to the distribution of elements (from top to bottom) in experiment 1: Fe, Cr, Ni, O.

Результаты элементного состава участков поверхности исследованных образцов присутствие хрома в экспериментах 2 и 3 не обнаружили. В то же время поверхность всех исследованных образцов содержала большое количество кислорода, что объясняется присутствием оксидных и оксигидроксидных структур.

Выводы

Установлено, что в условиях подводной плазмы можно провести синтез слоистых структур типа мейкснерита. Определён элементный состав и параметры кристаллической решетки полученных слоистых структур в зависимости от условий проведения эксперимента: межплоскостное расстояние d_{003} и d_{110}, параметры решётки *a* и *c*, размеры кристаллитов. Поверхность всех исследованных образцов содержала большее количество кислорода, что связывается с условиями получения наночастиц. В то же время для всех экспериментов характерным являлось низкое содержание хрома.

1. Хлюстова А.В., Сироткин Н.А., Агафонов А.В., Степович М.А., Шипко М.Н. О динамике развития и результатах действия электрического разряда в водной среде // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2023. – № 2. – С. 57-62.