

б) – изображение маркировки зёрен на поверхности

Для SBT-покрытия, нанесенного на кремниевую подложку с платиновым подслоем, количество частиц на участке площадью 5×5 мкм составляет около 750, средний размер частиц составляет 100 нм, шероховатость поверхности составляет порядка 35 нм. Результаты данных СЭМ для SBT-покрытия, нанесенного на кремниевую подложку, подтверждаются данными атомно-силовой микроскопии.

Литература

1. Иона, Ф. Сегнетоэлектрические кристаллы / Ф. Иона, Д. Ширане. – М.: Мир, 1965.
2. Morrison, F.D. Ferroelectric nanotubes / F.D. Morrison, Y. Luo, I.Szafraniak [et al.] // Rev. Adv. Mater. Sci. – 2003. – № 4. – P. 114–122.
3. Сеницына, О. Анализ и распознавание графической информации в наноскопии / О. Сеницына, А. Филонов, И. Яминский // Наноиндустрия. – 2009. – № 3. – С. 14–20.

**В.В. Сидский¹, А.В. Семченко¹, В.Е. Гайшун¹, Л.В. Судник²,
И.В. Ярец¹**

¹УО «Гомельский государственный университет
имени Франциска Скорины», Беларусь,

²ГНУ «Институт порошковой металлургии НАНБ», Беларусь

СТРУКТУРНЫЕ СВОЙСТВА ЗОЛЬ-ГЕЛЬ ПЛЁНОК СОСТАВА $Fe_xCo_yO_z: SiO_2$

В течение последнего десятилетия резко возрос интерес к наноразмерным системам, обладающим магнитными свойствами. Это объясняется их уникальными функциональными возможностями для последующего применения в опто- и наноэлектронике, измерительной технике, информационных технологиях нового поколения, средствах связи и пр. Эти системы могут синтезироваться в виде монолитов, пленок, порошков [1–2].

В данной работе рассматривается влияние температуры на структурные свойства плёночных образцов, содержащих соединения $Fe_xCo_yO_z$, и связь между составом магнитных частиц и их размерами.

Золь-гель методом получены покрытия со следующим соотношением соединений железа и кобальта в исходных золях

(Fe(NO₃)₂:Co(NO₃)₂): 1:0,3; 1:0,5; 0,5:1; 1:1. Затем образцы были поэтапно нагреты до температур 400°C, 600°C и 800°C. На каждом этапе на атомно-силовом микроскопе SOLVER P47-PRO снималась топография поверхности каждого образца.

С помощью программы Gwyddion получены данные о размерах и форме наночастиц, образовавшихся в золь-гель покрытии. Gwyddion – модульная программа для анализа данных сканирующей зондовой микроскопии. В первую очередь она предназначена для анализа профилей высоты, полученных с помощью методов сканирующей зондовой микроскопии (AFM, MFM, STM, SNOM/NSOM) [3].

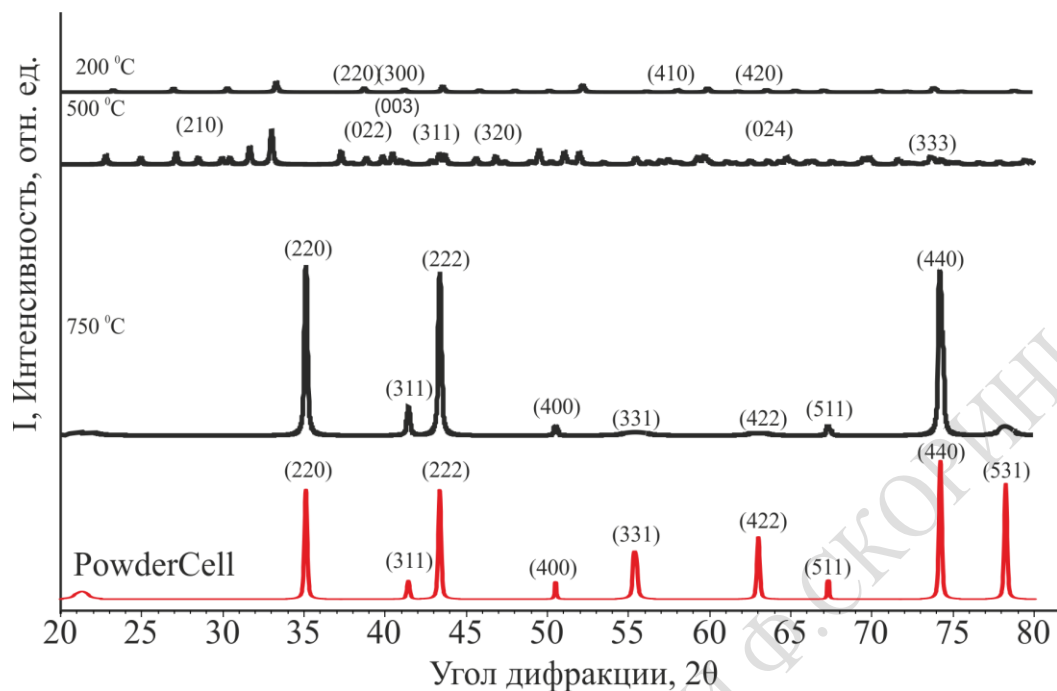
В таблице 1 приведено распределение частиц по размерам на участке, площадью 1×1 мкм на поверхности Fe_xCo_yO_z – SiO₂ покрытия для образцов с различным мольным соотношением Fe:Co и температурой отжига на воздухе 400, 600, 800 °C соответственно. Так, для Fe_xCo_yO_z – SiO₂ покрытия, отожженного при температуре 800 °C, с мольным соотношением Fe:Co 1:1, размер частиц увеличивается до 40 нм, соответственно число зерен на участке площадью 1×1 мкм уменьшается до 290. При мольном соотношении Fe:Co 0,5:1 средний размер частиц составляет 30 нм, при этом количество частиц увеличивается до 550. Формирование «зародыша» частиц начинается при температуре отжига на воздухе 400 °C.

Таблица 1 – Распределение частиц по размерам на участке площадью 1×1 мкм

Мольное соотношение Fe:Co	Температура отжига, °C								
	400			600			800		
	Число зёрен	Шероховатость, нм	Средний размер зерна, нм	Число зёрен	Шероховатость, нм	Средний размер зерна, нм	Число зёрен	Шероховатость, нм	Средний размер зерна, нм
1:0,3	143	0,17	41	837	1,62	20	872	1,22	20
1:0,5	13	0,62	31	939	0,472	16	569	0,88	28
0,5:1	1344	1,69	16	388	4,62	36	549	7,94	31
1:1	326	2,55	30	1146	3,749	15	287	8,78	40

При температуре отжига 600 °C наблюдается образование однородных мелких частиц со средним размером 15–20 нм. С увеличением температуры отжига до 800 °C происходит алгомерация частиц, число

зерен уменьшается, а средний размер частиц увеличивается до 40 нм, соответственно



ветственно шероховатость поверхности увеличивается до 8,7 нм.

Рисунок 1 – Рентгенограмма синтезированных $Fe_xCo_yO_z$ -пленок в зависимости от температуры.

Результаты сопоставления экспериментальных и теоретической рентгенограммы, построенной в программе PowderCell 2.0

На рисунке 1 представлены рентгенограммы исследуемых наночастиц $Fe_xCo_yO_z$ в зависимости от температуры. На основании полученных рентгенограмм с использованием программы Powder Cell

построили модель кристаллической решётки (рисунок 2) [4].

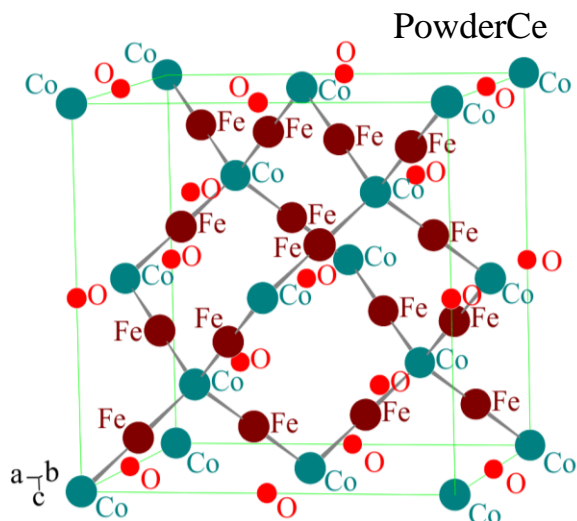
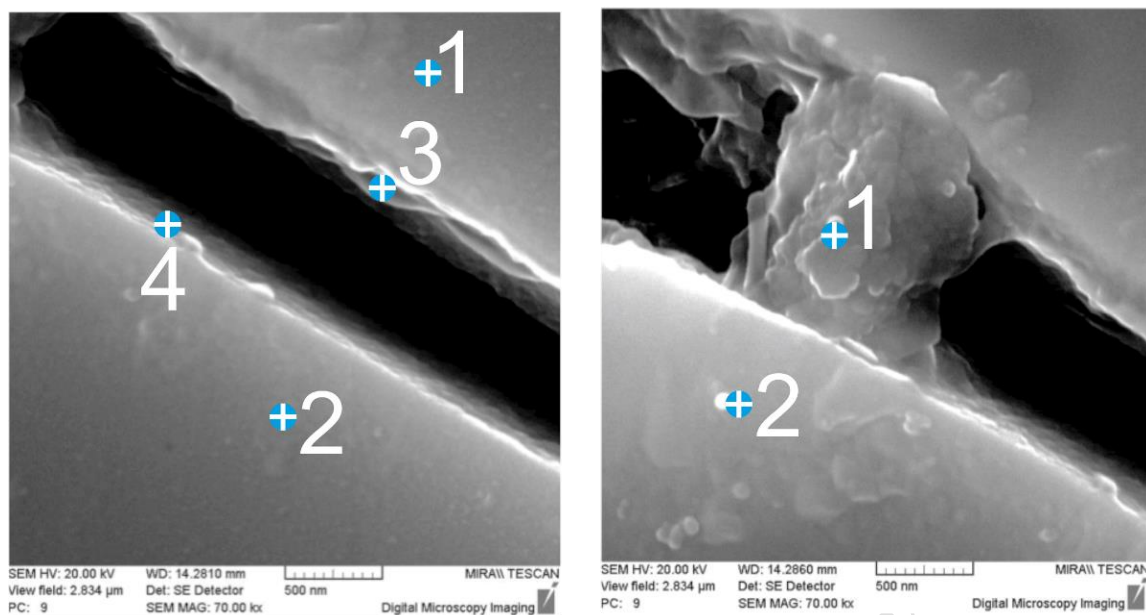


Рисунок 2 – Модель кристаллической решётки FeCo_2O_4 , построенная в программе PowderCell 2.0 ($T_{\text{отжига}}=750^\circ\text{C}$)

Как видно из представленных рентгенограмм, при низких температурах (200–300 °C) наночастица характеризуется кубической симметрией (тип ячейки – примитивная). В диапазоне температур 200–300 °C в матрице сосуществует смесь оксидов железа и кобальта. Далее в диапазоне температур 300–600 °C происходит переход от одной кристаллической фазы к другой. При отжиге при 600–750 °C образуются наночастицы со структурой шпинели.

При исследовании СЭМ-изображения и элементного анализа поверхности золь-гель пленок, содержащих соединения $\text{Fe}_x\text{Co}_y\text{O}_z - \text{SiO}_2$, выявлено фазовое образование частиц состава $\text{Fe}_x\text{Co}_y\text{O}_z$ в неорганической SiO_2 – матрице.

Итак, в результате анализа данных АСМ – изображений с помощью программы Gwyddion выявлена возможность варьирования размеров частиц (от 15 до 40 нм) в золь-гель покрытиях за счёт изменения концентрации и типа активаторов в SiO_2 – матрице, а также за счёт изменения температуры. С увеличением температуры отжига до 800 °C происходит алгомерация частиц, число зерен уменьшается, а средний размер частиц увеличивается до 40 нм, и шероховатость поверхности увеличивается до 8,7 нм. При температуре обработки на воздухе в диапазоне 600–900 °C образуются частицы CoFe_2O_4 с характерной кубической симметрией со структурой шпинели.



Область исследования	SiO ₂	Fe	Co	Область исследования	SiO ₂	Fe	Co
1	79,5	16,1	4,5	1	–	80,1	19,9
2	80,2	15,2	4,7	2	71,1	21,5	7,4
3	100	–	–				
4	100	–	–				

Рисунок 3 – СЭМ-изображение и элементный анализ поверхности золь-гель пленок, содержащих соединения $Fe_xCo_yO_z - SiO_2$, отожженных при температуре 750 °С

Литература

1. Kraus, W. POWDER CELL a Program for the Representation and Manipulation of Crystal Structures and Calculation of the Resulting X-ray Powder Patterns / W. Kraus, G. Nolze // *Hi. Appl. Cryst.* – 1996. – № 29. – P. 301–303.

2. Azadmanjiri, J. Preparation and electromagnetic properties of $Ni_{1-x}Cu_xFe_2O_4$ nanoparticle ferrites by sol-gel auto-combustion method / J. Azadmanjiri, U. K. Salehani, M.R. Barati, F. Farzan // *Materials Letters.* – 2007. – Vol. 61. – P. 84–87.

3. Shifeng, Y. Rapid synthesis of $Mn_{0.65}Zn_{0.35}Fe_2O_4/SiO_2$ homogeneous nanocomposites by modified sol-gel auto-combustion method / Y. Shifeng, W. Ling, L. Zhou // *Journal of Crystal Growth.* – 2004. – Vol. 273. – P. 226–233.

4. Синицына, О. Анализ и распознавание графической информации в наноскопии / О. Синицына, А. Филонов, И. Яминский // *Наноиндустрия.* – 2009. – № 3. – С. 14–20.