

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Физический факультет

Кафедра общей физики

Леонов Николай Александрович

КУРСОВАЯ РАБОТА

**Влияние морфологических особенностей на магнитные свойства
нанокompозитного Ni-C материала**

Электромагнитный практикум, 2 курс, группа №20306

Научный руководитель:

Оценка научного руководителя

«_____» _____ 20__ г.

Преподаватель практикума

Оценка преподавателя практикума

«_____» _____ 20__ г.

Куратор практикума:

к.т.н. В.Т. Астрелин

Итоговая оценка

«_____» _____ 20__ г.

Новосибирск 2021

Аннотация

Целью работы являлось определение зависимости магнитной восприимчивости нанокompозитного Ni-C материала в виде порошка от условий синтеза.

Ni-C материал синтезировался при помощи электродугового плазмохимического метода при различных значениях силы тока, давления в камере и процентного содержания NiO. С использованием спектрального рентгенофазового анализа материалов определены характерные размеры частиц никеля. Далее были измерены магнитные восприимчивости порошков, полученных в различных условиях. На основании измерений построены зависимости.

Было установлено, что магнитная восприимчивость зависит от условий синтеза, силы тока, при которой создавался электродуговой разряд, давления в камере и процентного содержания NiO в изначальных компонентах.

Ключевые слова: магнитная восприимчивость, сила тока, давление, содержание NiO, синтез, спектральный рентгенофазовый анализ материалов

Оглавление

1. Введение.....	3
2. Теоретическая часть.....	4
3. Эксперимент	6
4. Выводы	14
5. Список литературы	15

1. Введение

В данной работе изучалась магнитная восприимчивость Ni-C порошков, синтезированных при различных условиях. Полученный порошок представляет собой наночастицы никеля, помещенные в углеродную матрицу. Углеродная матрица является биоинертной и поэтому такой материал не отторгается в организме человека, так как нет прямого взаимодействия с никелем. Данный материал обладает ферромагнитными свойствами, но его остаточная намагниченность равна нулю. То есть при отсутствии внешнего магнитного поля материал не имеет собственного магнитного поля. Достичь этого получается из-за размеров частиц, сравнимых с размерами доменов в частицах никеля.

Данные материалы могут использоваться при создании магнитных жидкостей. Так как наночастицы имеют крайне малый размер, то на их основе можно создавать устойчивые суспензии, при этом не потеряв магнитные свойства вещества. Как правило, магнитные жидкости применяются в электронных устройствах для отвода тепла или снижения трения в приборах с магнитными элементами, однако также их пытаются использовать для медицинских целей и в оптических устройствах.

Однако, магнитные свойства вещества могут зависеть от морфологических и структурных особенностей никелевых наночастиц, которые зависят от условий синтеза. Именно выявлению данных закономерностей посвящена настоящая курсовая работа.

2. Теоретическая часть

Получение Ni-C материала:

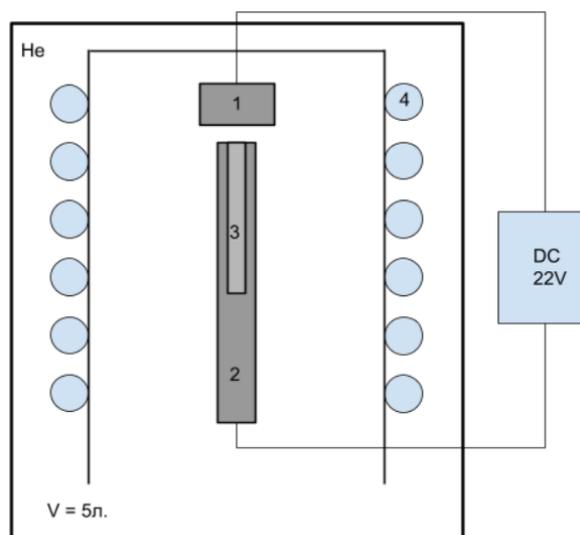


Рис. 1. Схема для получения Ni-C порошка: 1 - графитовый катод; 2 - графитовый анод; 3 - смесь Ni и C; 4 - трубки с водой

Для получения порошка из частиц Ni в углеродной матрице используют электродуговой плазмохимический реактор. Он представляет из себя вакуумную камеру объёмом 5л, из которой откачивают воздух, заменяя его He. Давление в камере можно варьировать. В камере находятся два графитовых электрода. Катод представляет из себя графитовый диск диаметром 20мм и высотой 12мм. Под ним на расстоянии 4мм закреплён цилиндрический графитовый анод с диаметром 8мм и высотой 80мм. В нём есть соосный вырез диаметром 4мм и глубиной 40мм, в который помещается смесь NiO и C в различных пропорциях. Электроды находятся под металлическим стаканом, вокруг которого намотаны трубки с циркулирующей водой, охлаждающие стенки стакана. Электроды подключены к источнику постоянного напряжения 22V.

При включении напряжения между электродами зажигается дуговой разряд, который нагревает поверхность графитового анода, с которого начинает

испаряться углерод вместе с NiO. При этом происходит разложение NiO на атомы никеля и кислорода, которые взаимодействуют с углеродным паром и образуют газы CO и CO₂ и наночастицы никеля в углеродной матрице. Газ остывает, оседая на стенках стакана, с которого его можно собрать.

Нанокompозитный Ni-C материал представляет собой частички никеля, покрытые слоями углерода, имеющего кристаллическую решетку.

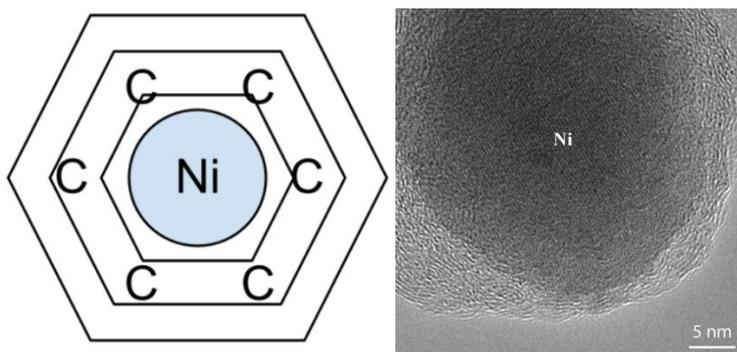


Рис. 2. Эскиз и снимок просвечивающего электронного микроскопа наночастицы Ni-C

Магнитные свойства

Никель является ферромагнетиком, то есть его магнитные свойства обуславливаются наличием макроскопических структур, намагниченных в одну сторону (доменов). При помещении во внешнее поле границы доменов смещаются. Атомов, магнитный момент которых направлен против поля, становится меньше, и ферромагнетик создает свое поле сонаправленное внешним. Из-за того, что размеры наночастиц никеля малы, в одной частице присутствуют только атомы, магнитный момент которых направлен в одну сторону (один домен на одну частицу). Поэтому у Ni-C порошка практически отсутствует остаточная намагниченность.

Отношение намагниченности среды к напряженности намагничивающего поля называется магнитной восприимчивостью.

3. Эксперимент

Измерение магнитной восприимчивости

В данной работе изучались порошки из нано-кристаллов Ni-C, полученных в разных условиях. В установку для синтеза помещались NiO компоненты в разном соотношении (33%, 67%, 100%NiO), при разном давлении в камере (3Тorr, 12Тorr, 100Тorr), и дуговой разряд создавался при различных значениях силы тока (60А, 120А, 150А).

Магнитная восприимчивость материалов измерялась с помощью измерителя магнитной восприимчивости SM-150L/SM150H. Измеритель содержит генератор колебаний (осциллятор) с приёмной катушкой. Когда образец помещается в приемную катушку, изменяется частота осциллятора. Это изменение пропорционально магнитной восприимчивости образца.

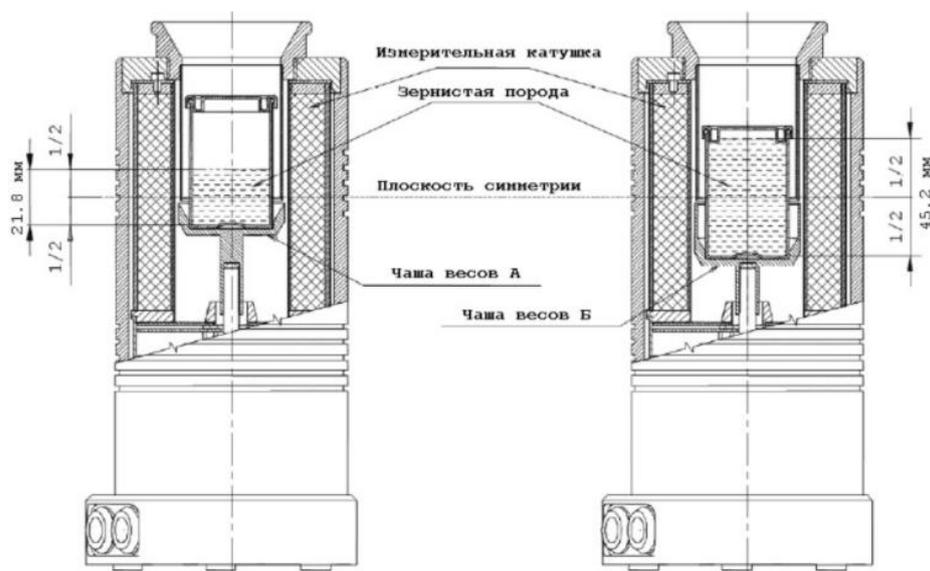


Рис. 3. Измеритель магнитной восприимчивости SM-150L/SM150H

В ходе эксперимента порошок помещался в пробирки, материал которых является диамагнетиком, то есть создает собственное внутреннее поле противвнешнего магнитного поля. Чтобы получить магнитную восприимчивость только порошка, сначала измерялась магнитная восприимчивость пустых пробирок, затем пробирок с порошком Ni-C. Из магнитной восприимчивости пробирки с порошком вычиталась магнитная восприимчивость пустой пробирки. Полученное значение являлось нужным

нам значением магнитной восприимчивости. Для того, чтобы уменьшить ошибку, проводилось десять измерений для одного образца. Также измерялась масса образцов, чтобы получить удельную магнитную восприимчивость. Затем с помощью средств MicrosoftExcel вычислялись средние значения восприимчивости для пробирок и порошков, считалась среднеквадратичная ошибка и удельная магнитная восприимчивость порошков.

Результаты

Данные представлены в таблице 1

Измерения χ пробирки с порошком	67% 120A 12 torr	100% 120A 12 torr	33% 120A 12 torr	67% 60A 12 torr	67% 150A 12 torr	67% 120A 3 torr	67% 120A 100 torr
1	3,06306	6,52737	1,64811	3,13126	1,42156	5,41954	1,67678
2	3,06385	6,51696	1,65011	3,11698	1,42142	5,42063	1,67671
3	3,04837	6,51492	1,64629	3,11316	1,41951	5,41867	1,67396
4	3,04891	6,51087	1,64762	3,11874	1,42097	5,41224	1,67384
5	3,05255	6,49179	1,64077	3,11705	1,42061	5,42511	1,67495
6	3,04536	6,49558	1,64280	3,11937	1,42026	5,42138	1,67482
7	3,05140	6,49268	1,64805	3,11549	1,42101	5,41873	1,67726
8	3,04800	6,51735	1,64556	3,11616	1,41778	5,42119	1,67627
9	3,04533	6,51309	1,63898	3,11382	1,42075	5,41670	1,67430
10	3,04151	6,47830	1,63863	3,11652	1,41908	5,42242	1,67686
Среднее значение χ порошка с пробиркой	3,05083	6,50589	1,64469	3,11786	1,42030	5,41966	1,67558
Ср.кв.откл. измерений	4,87E-04	2,11E-03	1,52E-04	2,33E-04	1,26E-05	1,09E-04	1,59E-05
Среднее значение χ порошка	3,05879	6,51083	1,64866	3,12163	1,42446	5,42307	1,67785
Масса порошка, г	0,071	0,142	0,067	0,114	0,053	0,142	0,063
Удельная χ порошка, 1/г	43,08156	45,85095	24,60679	27,38270	26,87657	38,19062	26,63256

Таблица 1. Удельная магнитная восприимчивость образцов Ni-C порошков

Обработка данных спектральногорентгенофазового анализа

Для того, чтобы узнать размеры кристаллов никеля, заключенных в углеродную матрицу, применим метод рентгенофазового анализа. Рентгенофазовый анализ основан на получении данных о химическом составе и размерах

кристаллической решетки пробы на основании порошковой рентгеновской дифракции. Основной задачей рентгенофазового анализа (РФА) является идентификация различных фаз в их смеси на основе анализа дифракционной картины, даваемой исследуемым образцом. Определение вещества в смеси проводится по набору его межплоскостных расстояний и относительным интенсивностям соответствующих линий на рентгенограмме. Когерентно рассеянные рентгеновские лучи интерферируют между собой, при этом дифракционной решеткой для рентгеновского излучения служит кристаллическая решетка, поскольку межплоскостные расстояния в кристалле сравнимы с длиной волны излучения. Усиленный отраженный сигнал можно наблюдать в виде пике на графиках. Размер кристалла можно вычислить из размеров пиков для соответствующих веществ, с помощью формулы Шеррера:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}; \quad (1)$$

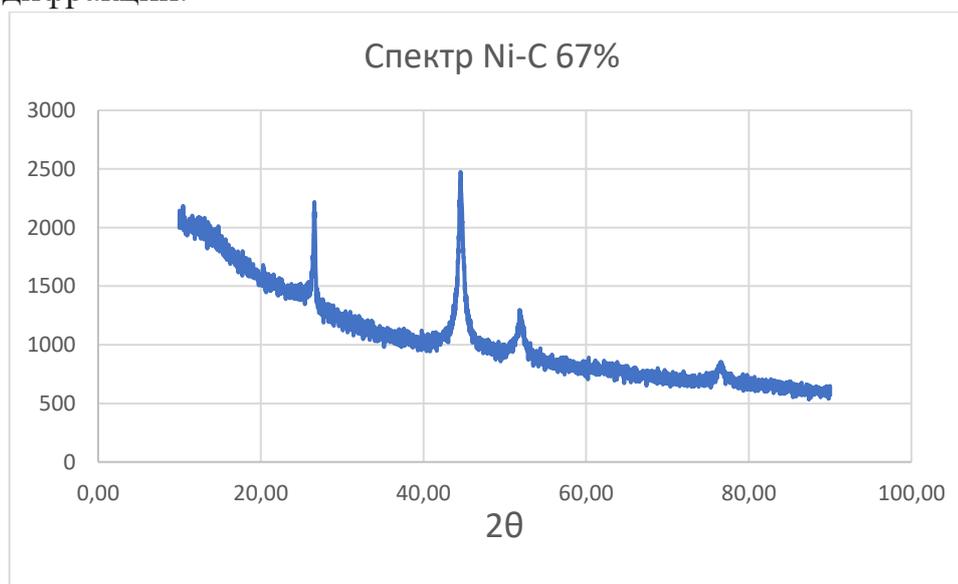
D — средний размер кристаллов;

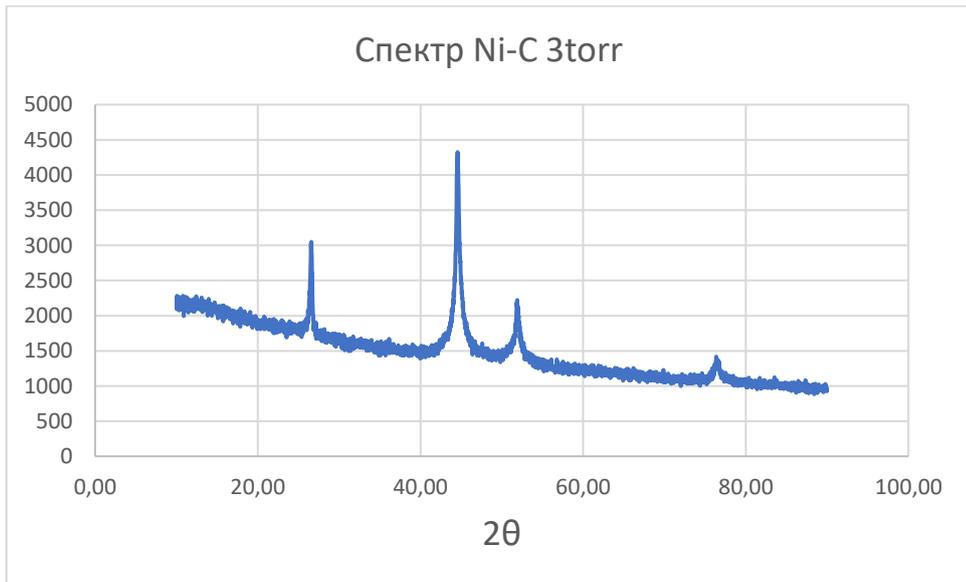
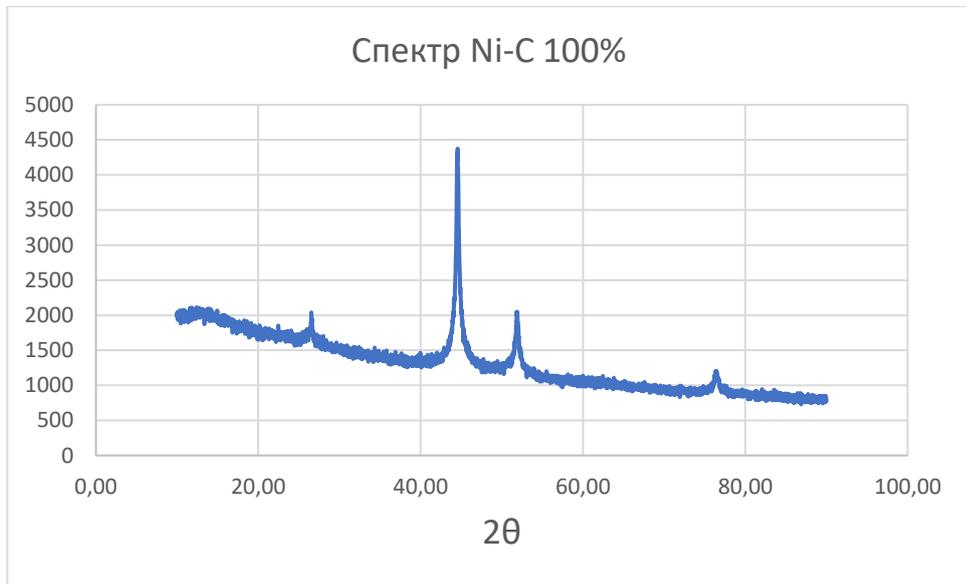
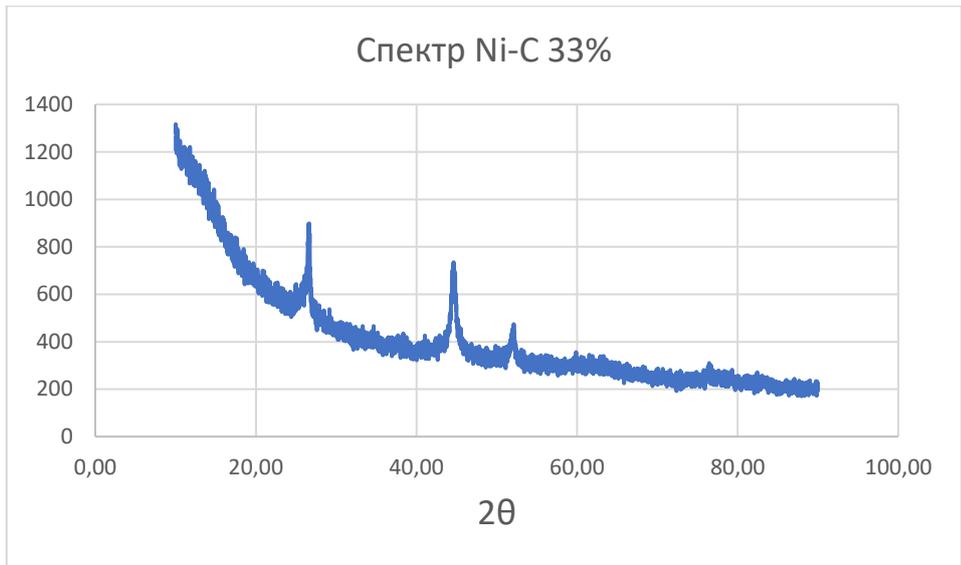
$K = 0,9$ — безразмерный коэффициент формы частиц (постоянная Шеррера);

$\lambda = 1,54\text{Å}$ — длина волны рентгеновского излучения;

β — ширина рефлекса на полувысоте в радианах;

θ — угол дифракции.





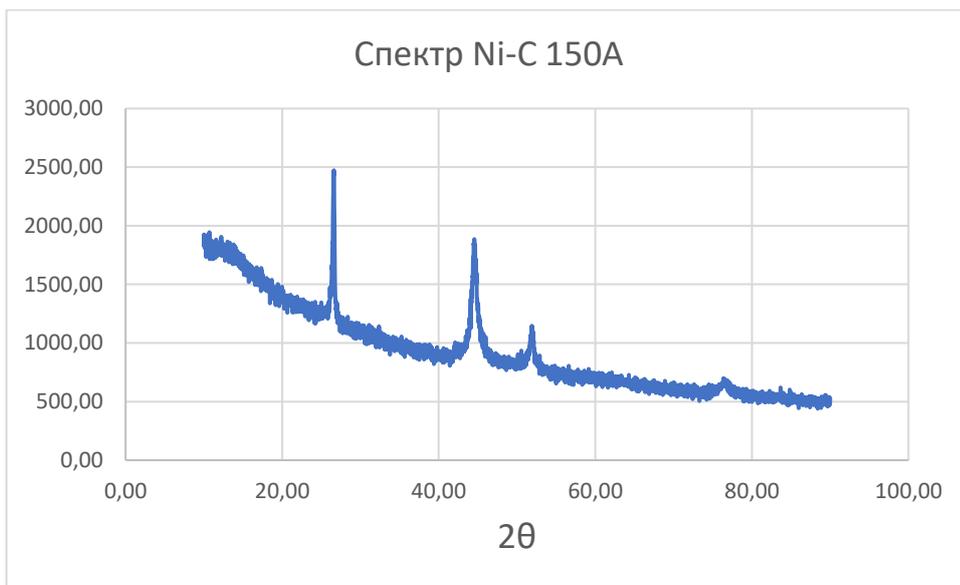
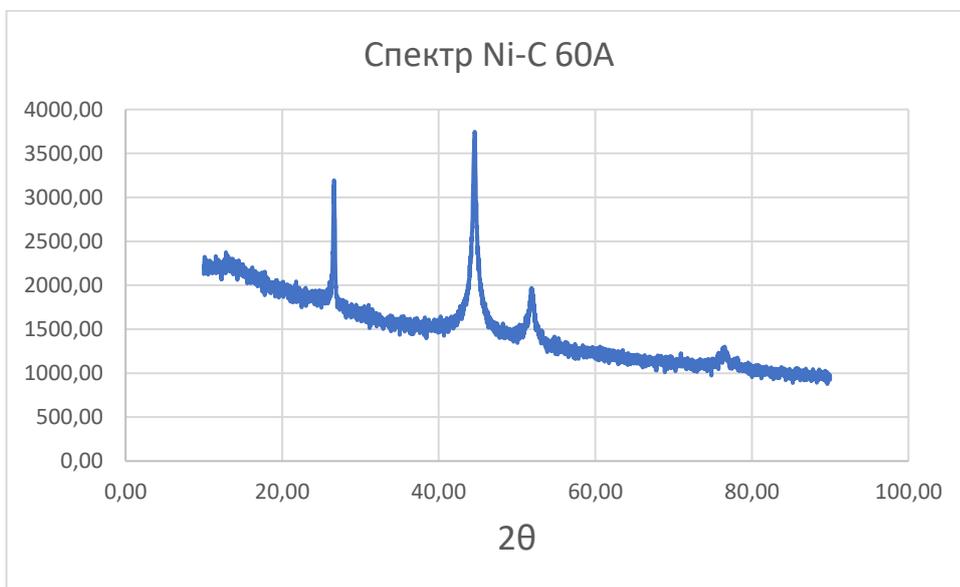
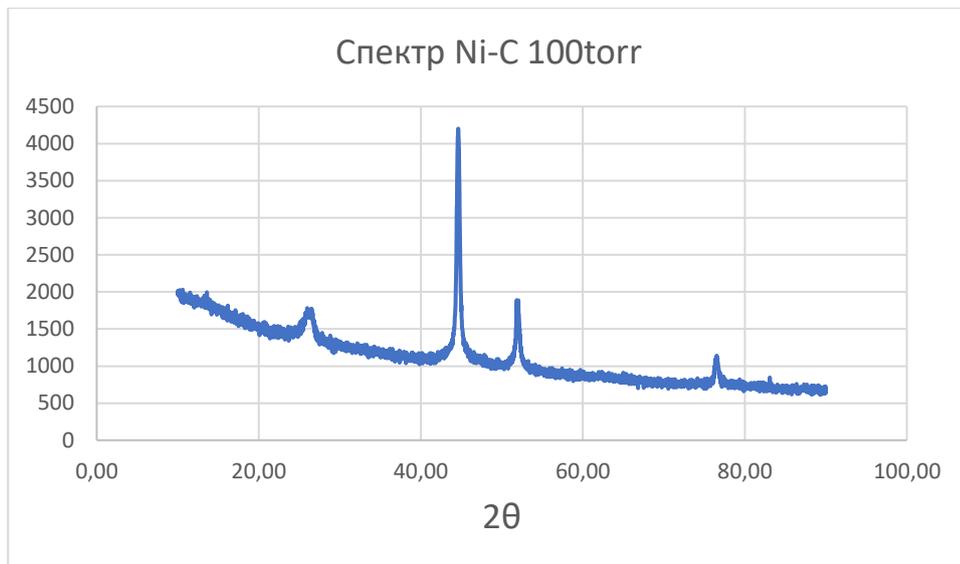


Рис. 5-11. Графики спектров Ni-O материалов

Первый пик каждого спектра соответствует углероду, второй - никелю. Из пиков на спектре был вычислен угол дифракции для никеля(θ). Он составил 0,777 радиан. Также был вычислена ширина рефлекса на полувысоте пика для каждого спектра. Подставив значения в формулу(1), были получены средние значения размеров кристаллов никеля в нанометрах. Также методом корундовых чисел были рассчитаны процентные соотношения Ni и C в порошках. Корундовое число – это коэффициент отношения наиболее интенсивных пиков на рентгенограмме при исследовании смеси эталонного чистого вещества и эталонного порошка корунда в равных соотношениях. Зная корундовые числа для разных веществ, можно рассчитать соотношение веществ, входящих в состав исследуемого материала.

	Ni размер кристалла, нм	Содержание Ni, %	Содержание C, %	Удельная χ порошка, 1/г
67%	16,3873	28,983	71,017	43,08
33%	17,4115	20,831	79,169	24,61
100%	28,5727	65,301	34,699	45,85
3Torr	17,6879	35,838	64,162	38,19
100Torr	25,9148	65,732	34,268	26,63
60A	16,6319	28,668	71,332	27,38
150A	16,8839	16,205	83,795	26,88

Таблица 2. Размеры кристаллов никеля, процентное содержание Ni и C в материалах и удельная магнитная восприимчивость для материалов, полученных в разных условиях

Далее на Рис. 12 представлена зависимость удельной магнитной восприимчивости, размера наночастиц никеля и процентного содержания никеля в материалах, синтезированных в экспериментах при распылении электродов, содержащих различное количество NiO. Для удельной магнитной восприимчивости и содержания никеля в материалах видны возрастающие тенденции, что может говорить об их взаимосвязи между собой. Размер наночастиц для экспериментов «33%» и «67%» примерно одинаков и увеличивается почти в два раза для эксперимента «100%».

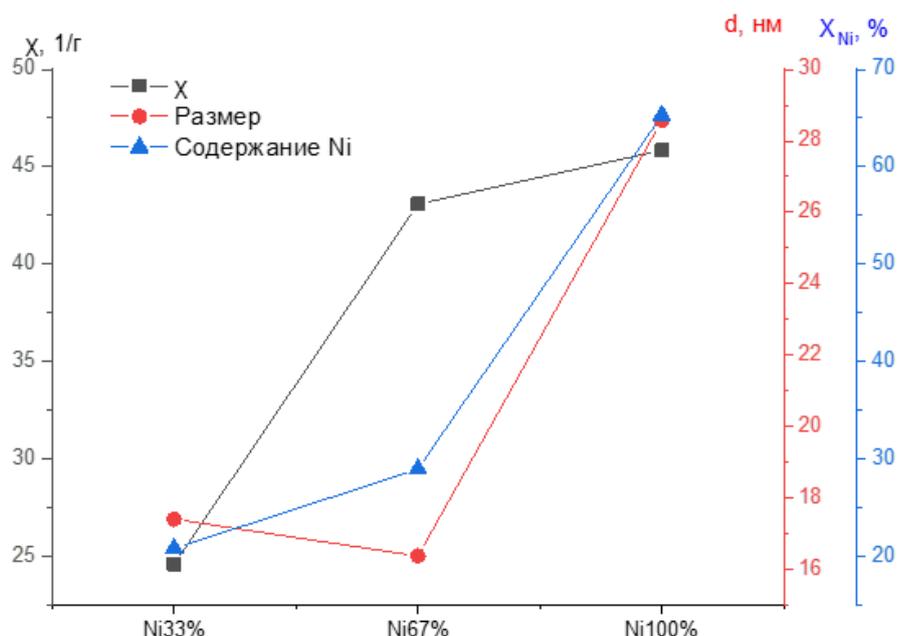


Рис.12. Зависимости удельной магнитной восприимчивости, среднего размера наночастиц никеля и процентного содержания никеля для образцов, полученных при распылении электродов с различным составом

На Рис.13 представлены зависимости удельной магнитной восприимчивости, размера наночастиц никеля и процентного содержания никеля в материалах, синтезированных в экспериментах с использованием различных давлений буферного газа. Так, магнитная восприимчивость слегка возрастает при увеличении давления буферного газа от 3 до 12 Торр и затем значительно уменьшается для давления 100Торр. Для среднего размера и содержания никеля в материалах зависимости ведут себя противоположно зависимости удельной восприимчивости, сначала немного уменьшаясь при увеличении давления от 3 до 12 Торр и затем значительно увеличиваясь при увеличении давления до 100 Торр. Подобные поведения свидетельствуют о том, что процессы формирования наночастиц при разных давлениях оказывают противоположные влияние на размер наночастиц и удельную магнитную восприимчивость.

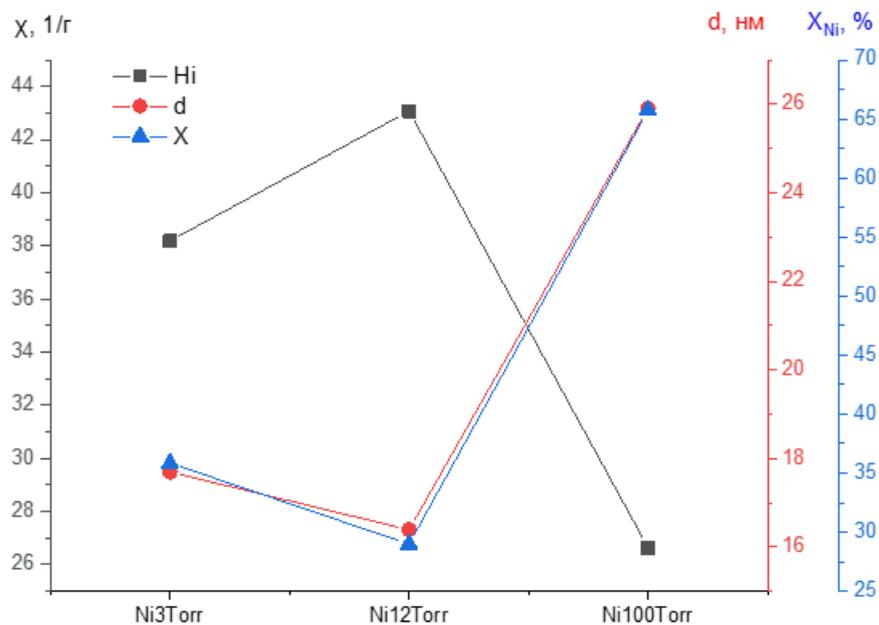


Рис.13. Зависимости удельной магнитной восприимчивости, среднего размера наночастиц никеля и процентного содержания никеля для образцов, полученных при разных давлениях буферного газа

На Рис.14 показаны зависимости удельной магнитной восприимчивости, размера наночастиц никеля и процентного содержания никеля в материалах, синтезированных в экспериментах с использованием различных сил тока электродугового разряда. В данных экспериментах значение среднего размера формируемых наночастиц практически не зависит от используемого тока разряда. При этом, содержание никеля остается практически одинаковым для токов 60А и 120А и резко падает для тока 150А. В то время как значение удельной магнитной восприимчивости имеет максимум для тока 120А.

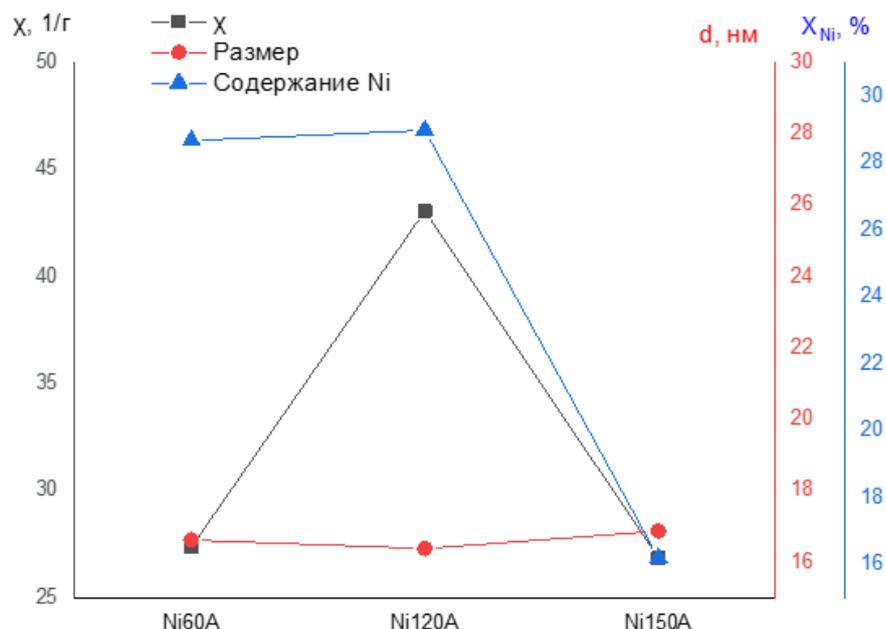


Рис.14. Зависимости удельной магнитной восприимчивости, среднего размера наночастиц никеля и процентного содержания никеля для образцов, полученных при разных силах тока электродугового разряда

4.Выводы

Было установлено, что увеличение содержания NiO в распыляемом электроде приводит как к увеличению содержания никелевых наночастиц, так и к увеличению магнитной восприимчивости синтезированных наноматериалов.

Показано, что материалы, синтезированные при меньших давлениях буферного газа (3 и 12 Торр), имеют меньшее содержание никеля и меньший средний размер никелевых наночастиц, но при этом обладают большей удельной магнитной восприимчивостью, чем материалы, синтезированные при больших давлениях буферного газа (100Торр).

Заключено, что сила тока электродугового разряда практически не влияет на средний размер формируемых никелевых наночастиц. Содержание никеля уменьшается при увеличении силы тока разряда. А удельная магнитная восприимчивость имеет максимум для тока разряда 120А.

Эти данные можно использовать, чтобы создавать порошки, идеально подходящие под создание магнитных жидкостей с заданной магнитной восприимчивостью и размером частиц.

Список литературы:

1. Формула Шеррера //Википедия URL//
https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%A4%D0%BE%D1%80%D0%BC%D1%83%D0%BB%D0%B0_%D0%A8%D0%B5%D1%80%D1%80%D0%B5%D1%80%D0%B0
0 (дата обращения: 16.11.2021)
2. Магнитные частицы никеля//cyberleninkaURL//
<https://cyberleninka.ru/article/n/magnitnye-svoystva-nanochastits-nikelya-v-matritse-oksida-niobiya/viewer>(дата обращения: 16.11.2021)
3. Методы синтеза магнитных жидкостей//sibranURL//
<https://www.sibran.ru/upload/iblock/b92/b9227b8878b673c220dea4ca97e2d7e2.pdf>
(дата обращения: 10.12.2021)
4. Князев А.В., Сулейманов Е.В. "Основы рентгенофазового анализа".
Учебное методическое пособие. Н. Новгород. 2005. 23 с.