

* * *

Свойства композиционных материалов на основе ультрадисперсных ферромагнитных наполнителей

СЕРЕБРЯННИКОВ С.В., ЧЕПАРИН В.П., СМИРНОВ Д.О., РУМЯНЦЕВ П.А.,
КИТАЙЦЕВ А.А., ЕРЕМЦОВА Л.Л.

Исследуются полученные механохимическим способом ультрадисперсные порошки гексаферритов бария типа М, легированных ионами скандия. Показано, что диспергирование порошков гексаферрита приводит к уменьшению поглощения электромагнитной энергии в композиционных материалах на сверхвысоких частотах, а частота ферромагнитного резонанса изменяется незначительно.

Ключевые слова: гексагональные ферриты, ультрадисперсные порошки, магнитные спектры, естественный ферромагнитный резонанс

Вследствие больших полей анизотропии и намагниченности насыщения гексагональные ферриты (ГФ) являются перспективными материалами для применения в микроволновой области частот. Они используются в композиционных материалах (КМ) (полимерное связующее с наполнителем) в качестве наполнителя, который эффективно поглощает электромагнитную энергию в области сверхвысоких частот за счет эффекта естественного ферромагнитного резонанса, частота которого определяется значением внутрискристаллического поля

Superdispersed M-type scandium ion-doped barium hexaferrite powders obtained using a mechanical-chemical method are studied. It is shown that subjecting hexaferrite powders to dispersion results in smaller absorption of electromagnetic energy in composite materials at microwave frequencies, whereas the frequency of ferromagnetic resonance changes insignificantly.

Key words: hexagonal ferrites, superdispersed powders, magnetic spectra, natural ferromagnetic resonance

магнитной анизотропии. Поле анизотропии изменяется при замещении катионов железа диамагнитными ионами.

Изменение магнитных и электродинамических характеристик порошков гексаферритов происходит также и при уменьшении размера частиц феррита, в том числе и до наноразмеров, что увеличивает влияние дефектности поверхностного слоя частиц порошка. Ультрадисперсная структура ГФ наполнителей со средним размером частиц не более 100 мкм в высокоэнергетической планетарной

мельнице (механосинтез) формируется в интервале времени 5, 90 мин.

В статье рассмотрено влияние среднего размера частиц ферромагнитного наполнителя ($\text{BaSc}_{1,2}\text{Fe}_{10,8}\text{O}_{19}$) на электродинамические характеристики и магнитные свойства композиционных радиопоглощающих материалов. Средний размер частиц порошка исследован с помощью лазерного анализатора наночастиц Nanotrac.

Для проведения измерений распределения частиц по размеру на анализаторе наночастиц Nanotrac применялась суспензия с использованием глицерина в качестве жидкой дисперсионной среды. При исследовании частиц порошков ГФ наблюдался процесс седиментации крупной фракции частиц феррита.

На рис. 1 показаны кривые распределения размеров частиц порошка при различном времени помола.

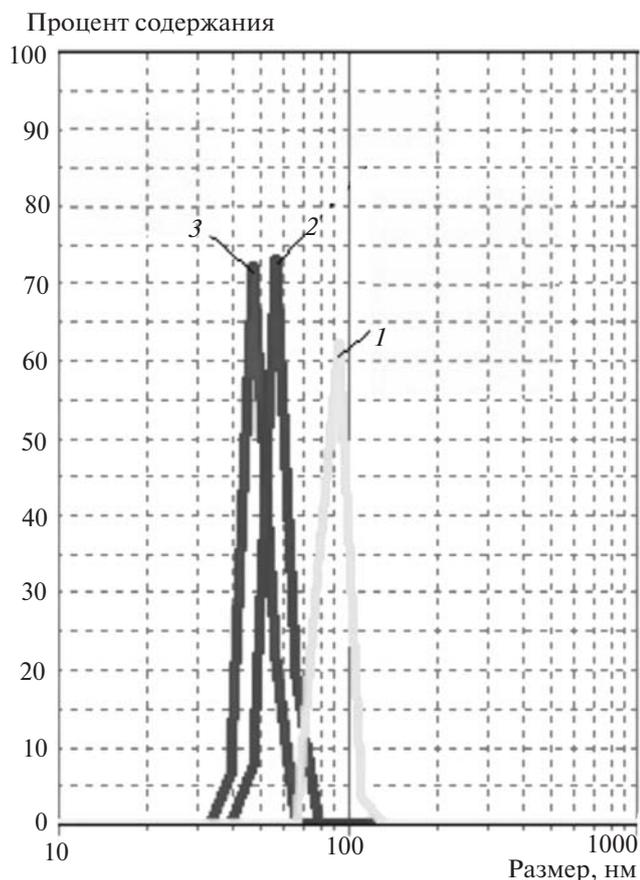


Рис. 1. Распределение размеров частиц гексагонального феррита в зависимости от времени помола: 1 — время помола 60 мин; 2 — 70 мин; 3 — 90 мин

Видно, что диспергирование в течение 90 мин приводит к уменьшению размера частиц до 50 нм. В исследуемой суспензии присутствуют фракции как с меньшими, так и с большими размерами частиц порошка гексаферрита. Осадок порошка, обра-

зованный в результате процесса седиментации, анализировался на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss Leo 1420 (Германия).

На рис. 2 показаны субмикронные и наноразмерные частицы порошков при различном времени диспергирования. Интенсивность процесса измельчения после 70 мин времени помола уменьшается. Дальнейшее увеличение времени помола приводит к равномерному распределению размера частиц. Преобладающей фракцией являются частицы размером 200–400 нм.

Дополнительная информация о среднем размере кристаллитов порошка гексаферрита получена по методу БЭТ (адсорбции азота). Сопоставление результатов измерений на лазерном анализаторе наночастиц, растровом электронном микроскопе и по методу БЭТ представлено на рис. 3.

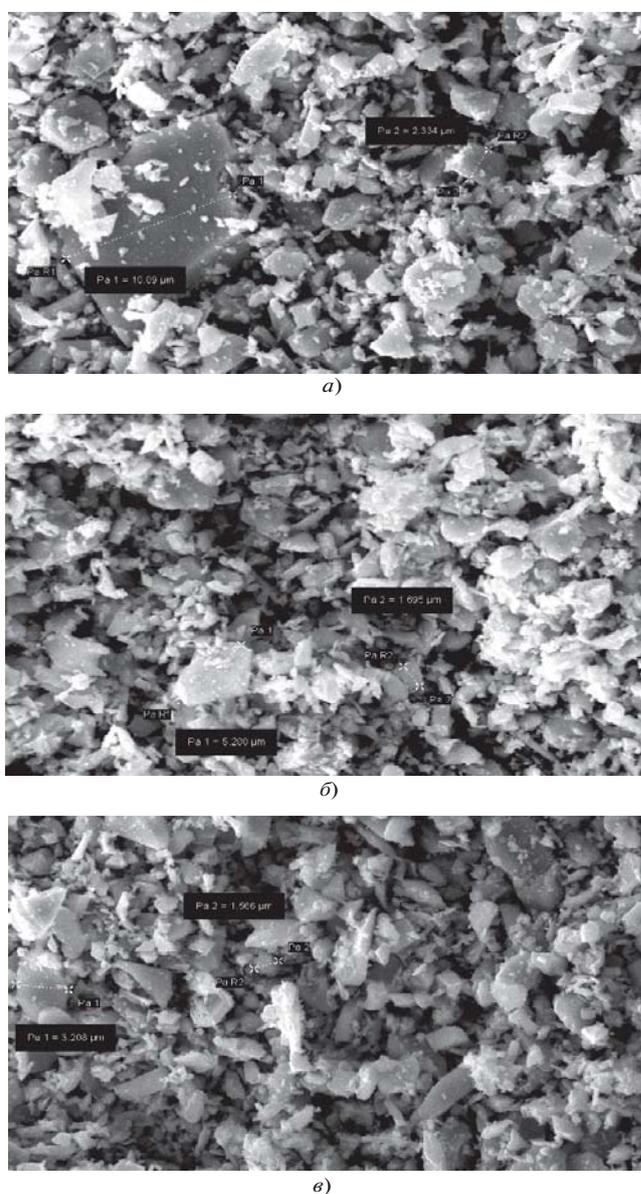


Рис. 2. Микроструктура порошка феррита, полученного при различном времени диспергирования: а — время диспергирования 60 мин; б — 70 мин; в — 90 мин

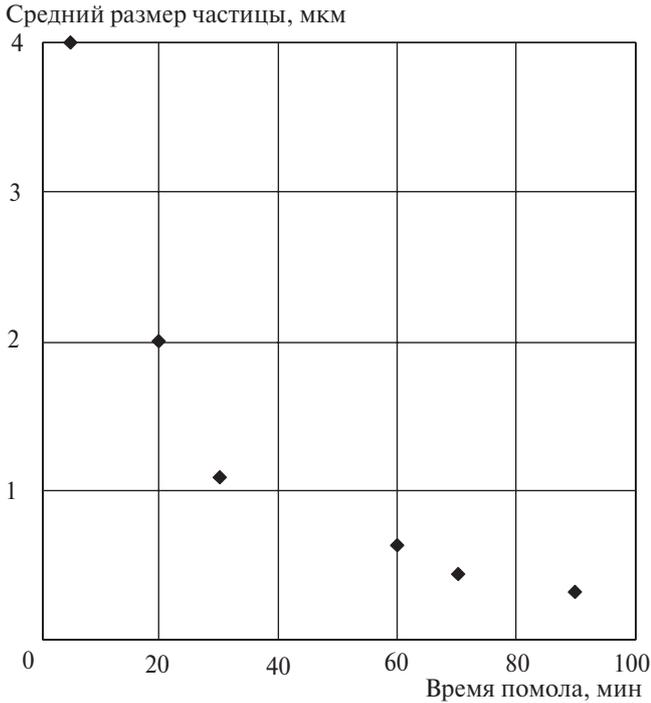


Рис. 3. Зависимость распределения среднего размера частиц от времени механосинтеза

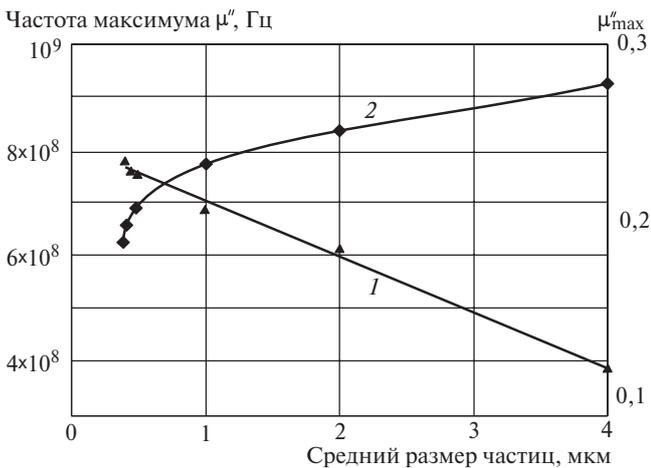


Рис. 4. Зависимость частоты (кривая 1) и амплитуды (2) максимума μ''_{max} от среднего размера частиц

Композиционные материалы на основе ГФ порошков исследовались на приборе Agilent E4991 A RF Impedance/Material Analyzer. Определены спектры комплексной магнитной проницаемости в диапазоне частот от 10 МГц до 3 ГГц. Магнитные спектры КМ показали, что уменьшение среднего размера частиц феррита до 320 нм приводит к уменьшению действительной (μ') и мнимой (μ'') частей магнитной проницаемости, а также смещению максимума μ'' соответствующего резонансу доменных границ в ГФ наполнителе, в область более высоких частот.

Наблюдаемое увеличение частоты максимума μ'' (рис. 4) при уменьшении среднего размера частиц можно объяснить увеличением жёсткости домен-

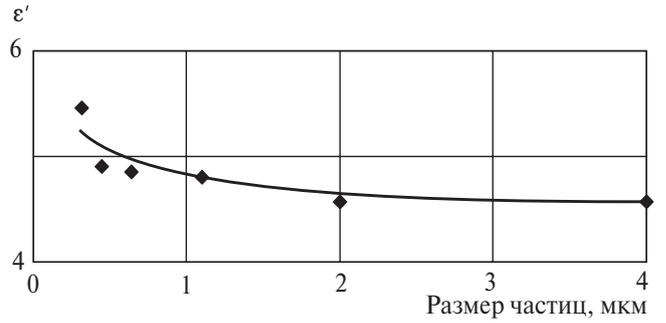


Рис. 5. Зависимость ϵ' от размера частиц

ных связей и дополнительным вкладом поля поверхностной анизотропии увеличения внутренних напряжений [1].

Измерение диэлектрических спектров проводилось на приборе Agilent E4991 A RF Impedance/Material Analyzer в диапазоне частот от 1 МГц до 3 ГГц.

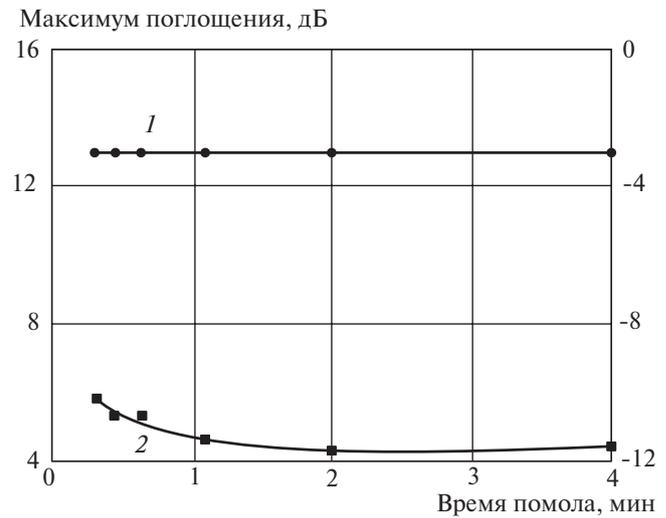


Рис. 6. Зависимость частоты максимума поглощения (1) и максимума поглощения (2) от размера частиц

На рис. 5 представлена зависимость действительной части диэлектрической проницаемости ϵ' от размера частиц. Выявлено, что уменьшение среднего размера частиц ферромагнитного наполнителя приводит к незначительному увеличению ϵ' композиционного материала, связанному, по-видимому, с вкладом в поляризацию, обусловленную неоднородностью ансамбля частиц [2].

Проведено исследование влияния размера частиц на поглощение электромагнитного излучения композиционным материалом. Измерение СВЧ параметров композиционных материалов проводилось волноводным методом с согласованной нагрузкой.

На рис. 6 показана зависимость максимального значения поглощения электромагнитного излучения и частоты максимума поглощения от среднего размера частиц.

Показано, что уменьшение среднего размера частиц приводит к уменьшению поглощения электромагнитного излучения. При этом частота естественного ферромагнитного резонанса практически не изменяется, что, по-видимому, связано с незначительным вкладом поверхностной анизотропии.

Таким образом, уменьшение размера частиц гексагонального ферромагнитного наполнителя не оказывает существенного влияния на частоту ФМР. Поглощение ЭМИ и магнитная проницаемость композита уменьшаются вместе с уменьшением размера частиц.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Смит Я., Вейн Х. Ферриты. – М.: Изд-во иностр. л-ры, 1958.
2. Крупичка С. Физика ферритов и родственных им магнитных окислов, т. 2. – М.: Мир, 1976.

Серебрянников Сергей Владимирович окончил электромеханический факультет (ЭМФ) Московского энергетического института (МЭИ) в 1975 г. В 2003 г. защитил докторскую диссертацию «Влияние электрических полей и модификации полимеров на эксплуатационные свойства материалов электро-технического назначения» в МЭИ. Ректор МЭИ (ТУ).

Чепарин Владимир Петрович окончил ЭМФ МЭИ в 1962 г. В 1970 г. защитил кандидатскую диссертацию «Получение и исследование монокристаллов магнитоодноосных ферритов с малыми собственными полями анизотропии». Зам. заведующего кафедрой физики электротехнических материалов и компонентов и автоматизации электротехнических комплексов (ФЭМАЭК).

Смирнов Денис Олегович окончил институт электротехники МЭИ в 2006 г. В 2009 г. защитил кандидатскую диссертацию «Композиционные радиопоглощающие материалы на основе ферромагнитных соединений» в МЭИ. Ассистент кафедры ФЭМАЭК.

Румянцев Павел Александрович окончил институт электротехники МЭИ в 2009 г. Ведущий инженер кафедры ФЭМАЭК.

Китайцев Александр Алексеевич окончил радиотехнический факультет МЭИ в 1965 г., кандидат технических наук (1971 г.). Скончался в 2010 г.

Еремцова Лариса Леонидовна окончила ЭМФ МЭИ в 1987 г. Ведущий программист кафедры ФЭМАЭК.