
Химия

УДК 621.762

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ПОЛУЧЕНИЯ НА СВОЙСТВА НАНОПОРОШКОВ КОБАЛЬТА

Дзидзигури Элла Леонтьевна,

канд. техн. наук, ст. науч. сотр. кафедры функциональных наносистем
и высокотемпературных материалов ФГОУ ВПО Национальный
исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Россия, 119049, г. Москва, Ленинский пр., д. 4. E-mail: avrore@gmail.com

Карпачёва Галина Петровна,

д-р хим. наук, профессор, зав. лаб. химии полисопряженных систем ФГБУН
Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева РАН,
Россия, 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 29. E-mail: gpk@ips.ac.ru

Перов Николай Сергеевич,

д-р физ.-мат. наук, профессор, зав. кафедрой магнетизма Физического
факультета ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет
им. М.В. Ломоносова», Россия 119991, г. Москва,
Ленинские горы, д. 1, стр. 2. E-mail: perov@magn.ru

Самохин Андрей Владимирович,

канд. техн. наук, ст. науч. сотр. лаборатории плазменных процессов
в металлургии ФГБУН Институт металлургии и материаловедения
им. Байкова РАН, Россия, 119991, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49.
E-mail: samokhin@imet.ac.ru

Надежда Викторовна Шатрова,

ассистент кафедры функциональных наносистем и высокотемпературных
материалов ФГОУ ВПО Национальный исследовательский
технологический университет «МИСиС»,
Россия, 119049, г. Москва, Ленинский пр., д. 4. E-mail: shatrova@misis.ru

*Актуальность работы обусловлена необходимостью промышленного получения нанопорошков кобальта с заданными свойствами.
Цель работы: получение нанопорошка кобальта методами плазмохимического синтеза, химического диспергирования и ИК-пиролиза, определение и сравнение их характеристик.*

***Методы исследования:** рентгенофазовый качественный и количественный анализ, расчёт среднего размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и распределения ОКР по размерам, просвечивающая и растровая электронная микроскопия, электронография, расчёт среднего размера частиц с использованием программного обеспечения, метод низкотемпературной адсорбции азота, масс-спектрометрия, вибрационная магнитометрия.*

***Результаты:** Изучены фазовый качественный и количественный составы, дисперсные характеристики, морфология, магнитные свойства нанопорошков кобальта, полученных тремя методами, определены размерные зависимости коэрцитивной силы. Установлено, что изученные нанопорошки имеют схожую морфологию, но различные качественный и количественный составы, дисперсные характеристики и магнитные свойства. Технологическая взаимозаменяемость данных материалов невозможна.*

Ключевые слова:

Нанопорошки, фазовый состав, морфология, дисперсность, магнитные свойства.

Введение

Разработка новых материалов и технологий относится к ключевым факторам технического и экономического развития общества. В настоящее время общепризнанно, что успех в этом процессе в ближайшем будущем будет определяться решением проблемы создания наноматериалов с требуемым уровнем потребительских характеристик [1–3].

Свойства материалов формируются на стадии их изготовления. Соответственно, различные технологии производства приводят, как правило, к различиям в свойствах (состав, структура, морфология и др.) получаемого продукта. В ещё большей степени это должно относиться к наноматериалам, поскольку добавляется так называемый размерный фактор [4, 5].

В связи с этим целью данной работы было получение нанопорошка кобальта тремя различными методами (плазмохимического синтеза, химического диспергирования и ИК-пиролиза), определение и сравнение их характеристик.

Исходные материалы и методы исследования

Получение нанопорошка кобальта плазмохимическим методом проводилось в струйном плазменном реакторе, генератором термической плазмы служил электродуговой плазмотрон мощностью 20 кВт. Схема процесса получения заключается в смешении дисперсного сырья с плазменной струей, испарении сырья, химическом превращении в газовой фазе с получением паров кобальта, формировании твёрдых частиц и осаждении нанопорошка на водоохлаждаемую поверхность реактора и в аппарате фильтрации [6]. В качестве плазмообразующего газа использовалась азото-водородная смесь, металлосодержащего сырья – гидроксид кобальта. Термообработка исходного нанопорошка проводилась в атмосфере водорода при температурах 300, 500, 700, 900 и 1100 °C в течение одного часа.

Метод химического диспергирования заключается в осаждении гидроксида металла из раствора солей щелочью при постоянном pH с последующим его восстановлением водородом [7]. В работе изучены нанопорошки Co, полученные в ходе металлизации в атмосфере водорода в течение 60 минут в интервале температур от 200 до 500 °C из свежеприготовленного гидроксида кобальта.

Для синтеза кобальт-углеродных нанопорошков методом ИК-пиролиза готовилась исходная композиция путем совместного растворения в диметилформамиде (ДМФА) полиакрилонитрила (ПАН) и соли металла $(Co(C_5H_7O_2)_2)$ [8]. Концентрация ПАН в растворе ДМФА составляла 5 массовых долей, %. Содержание металла в растворе полимера была равна 20 массовых долей, %. Пиролиз осуществлялся в камере установки импульсного фотонного ожига. Образцы системы C-Co получены при температурах 500, 600 и 700 °C в течение времени выдержки 2, 5, 7, 10, 15, 20 и 25 минут.

Определение элементного состава проводилось на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой X-7 (Thermo Elemental, США). Исследовались три параллельных навески по 60 мг.

Фазовый качественный и количественный составы определялись методом рентгенофазового анализа на рентгеновском дифрактометре «Дифрей-401» с фокусировкой по Брегга-Бретано. По результатам рентгеноструктурного анализа на основании анализа уширений дифракционных профилей был проведен расчет среднего размера областей когерентного рассеяния (ОКР) по размерам [9].

Морфология и дисперсность образцов исследована методами электронной микроскопии: на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) EM-301 фирмы «Philips» с ускоряющим напряжением 60–80 кВ и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) JEOL JSM-6610LV. По микрофотографиям определены средние арифметические диаметры частиц нанопорошка кобальта. Для достижения наименьшей ошибки промерено не менее 1000 частиц в каждом образце.

Измерение величины удельной поверхности нанопорошков проводилось на анализаторе удельной поверхности и пористости «Accusorb 2100» (фирма «Micromeritics», Франция) методом Брунауэра, Эммета и Теллера по низкотемпературной адсорбции азота. Погрешность измерений величины удельной поверхности составила 10 %.

Магнитные свойства исследовались на вибрационном магнитометре VSM «Lake Shore-7407» в полях до 10 кЭ при комнатной температуре. Порошкообразные образцы известной массы помещались в плоские пластиковые капсулы, которые закреплялись на держателе магнитометра. Контроль абсолютной величины магнитного момента осуществлялся по никелевому эталону массой 7 мг ($0,385 \cdot 10^{-4}$ Тл см³). Были проведены по две серии измерений магнитных свойств каждого образца. Значения коэрцитивной силы и намагничённости в сериях различались не более чем на 3 % [10].

Результаты исследований и их анализ

Исследования элементного состава показали, что суммарное количество примесей в изученных нанопорошках, за исключением кислорода, не превышало 1,5–2 массовые доли, %.

По результатам рентгенофазового анализа нанопорошков, полученных плазмохимическим синтезом, установлено (табл. 1), что все изученные образцы состоят из нескольких фаз: α -Co (гексагональная плотноупакованная (ГПУ) структура), β -Co (гранецентрированная кубическая (ГЦК) структура) и оксидные фазы – CoO и Co₃O₄. Количественное содержание фаз в образцах составило от 82 до 88 % ГЦК фазы, до 6 % ГПУ фазы, суммарное содержание оксидных фаз от 6 до 17 объёмных долей, %. Однако чёткой зависимости изменения количества оксидов от температуры термообработки не наблюдается. Поскольку термообработка проводилась в атмосфере водорода, оксидные фазы являются продуктом вторичного окисления.

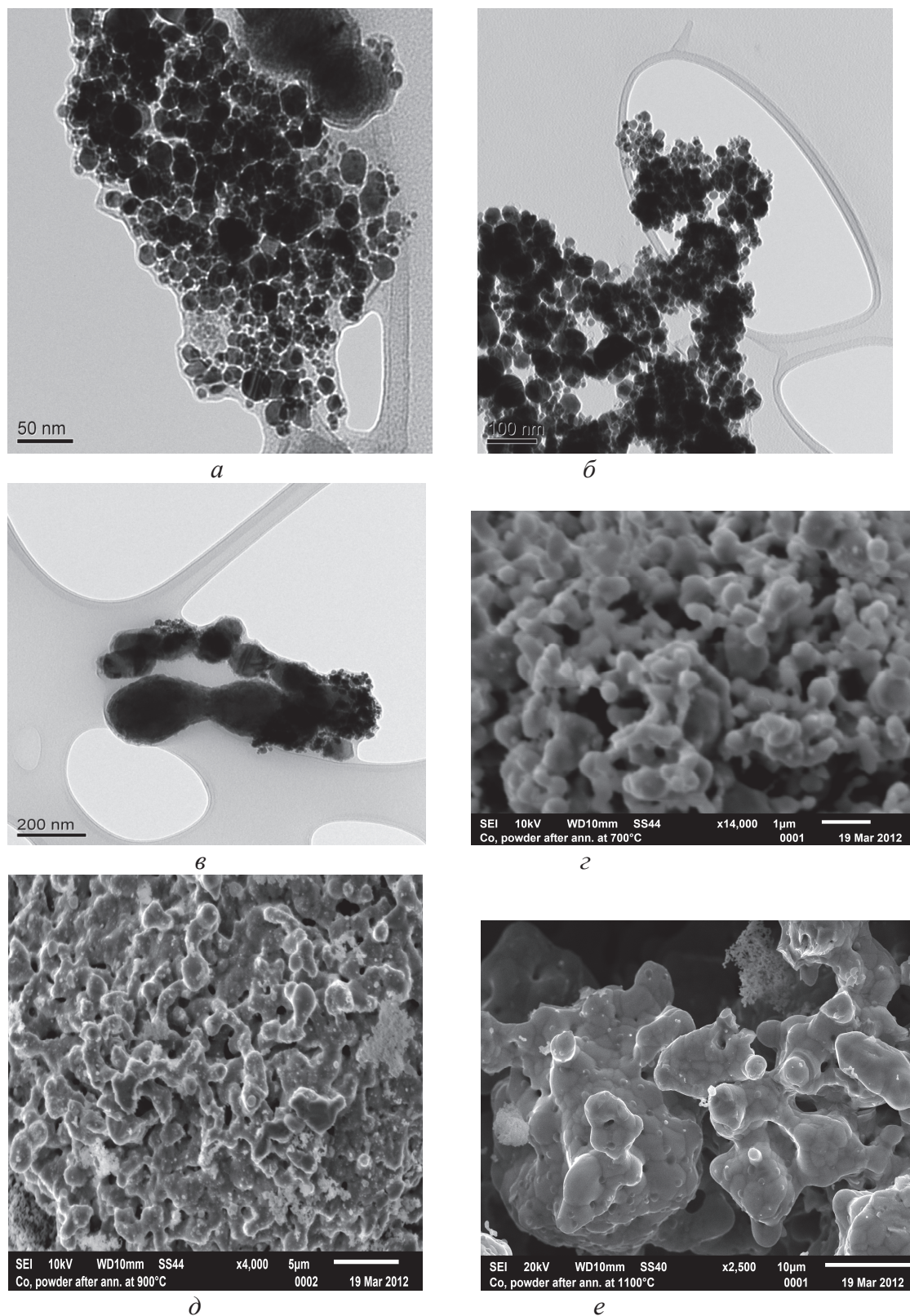


Рис. 1. ПЭМ (а, б, в) и СЭМ (г, д, е) изображения нанопорошка кобальта: а) исходный образец; отжиг при: б) 300; в) 500; г) 700; д) 900; е) 1100 °С

Таблица 1. Результаты количественного фазового анализа

Метод получения	Температура получения, °С	Фаза, объёмная доля, %			
		Со-ГЦК	Со-ГПУ	СоО	Со ₃ О ₄
Плазмохимический синтез	исходный	83	0	2	15
	300	88	6	4	2
	500	82	3	6	9
Химическое диспергирование	200	13	87	Рентгенографически не обнаруживаются	
	300	16	84		
	400	37	63		
	470	53	47		
	500	100	0		
ИК-пиролиз	500	100	0		
	600	100	0		
	700	>98	следы		

Образцы, полученные методом химического диспергирования при восстановлении в интервале 200...470 °С, содержат кобальт двух модификаций: ГЦК и ГПУ (табл. 1). С повышением температуры процесса количество Со-ГЦК увеличивается. В результате восстановления при 500 °С получен однофазный ГЦК-нанопорошок. На частицах присутствует оксидная оболочка толщиной 3–4 нм [11], однако методом рентгенофазового анализа она не обнаруживается.

На дифрактограммах нанопорошков, синтезированных методом ИК-пиролиза, идентифицируются пики металлического кобальта с ГЦК решеткой и углеродной фазы. Оксиды кобальта не обнаруживаются как рентгенофазовым анализом, так и методом электронографии.

Результаты электронно-микроскопических исследований нанопорошков, полученных плазмохимическим синтезом, показали, что исходный образец (рис. 1, а) состоит из частиц двух фракций: мелкой, с размером порядка 20–40 нм, и крупной, размером 150–200 нм. Форма частиц близка к сферической. Исходный нанопорошок слабо агрегирован. После отжига при 300 °С в материале наблюдается образование рыхлых агломератов из частиц мелкой фракции (рис. 1, б). Термообработка при 500 °С приводит к созданию частицами мелкой фракции довольно плотных агломератов (рис. 1, в). До температуры 700 °С признаки спекания и агрегирования не проявляются. В результате термообработки при 700, 900 и 1100 °С средний размер частиц и степень агрегирования резко увеличиваются (рис. 1, г–е).

С повышением температуры термообработки средний арифметический диаметр частиц изменяется от 30 до 800 нм (табл. 2). Образцы, отожжённые при 700, 900 и 1100 °С, наноразмерными уже не являются.

Средний арифметический диаметр исходного и восстановленных при 300 и 500 °С образцов очень незначительно изменяется с увеличением температуры термообработки. Средний объёмный диаметр нанопорошков приблизительно в 2,5 раза выше арифметического, что количественно подтверждает высокую полидисперсность данных материалов.

Таблица 2. Размерные характеристики нанопорошков Со, полученных плазмохимическим синтезом

Температура отжига, °С	Удельная поверхность, м ² /г	Эффективный диаметр, нм	Средний арифметический диаметр частиц, нм	Средний объёмный диаметр частиц, нм	Средний арифметический диаметр ОКР, нм
Исходный	10,14	67	30	76	29
300	8,41	80	35	86	28
500	7,18	94	40	95	25
700	3,11	217	600	>1000	35
900	0,22	3000	700	>1000	40
1100	0,018	3750	800	>1000	68

До термообработки при 700 °С практически не происходит рост среднего размера ОКР (табл. 2). Увеличение температуры отжига приводит к укрупнению ОКР, особенно значительно в ходе обработки при 1100 °С. Сравнение среднего арифметического диаметра и размеров кристаллитов показывает, что в исходном образце частицы состоят из одной ОКР. С увеличением температуры термообработки количество ОКР в одной частице резко возрастает.

Из результатов СЭМ-исследований нанопорошков, полученных методом химического диспергирования (рис. 2), следует, что образцы сильно агломерированы, каждая частица соединена с несколькими соседями контактными перешейками. Форма частиц кобальта близка к сферической. При увеличении температуры восстановления средний диаметр наночастиц возрастает от 56 до 83 нм (табл. 3).

Характерной особенностью этих образцов является практически монодисперсный размер частиц порошка при всех температурах получения. При этом средний арифметический диаметр незначительно отличается от среднего объёмного (табл. 3).

Размер ОКР в образцах, восстановленных при температурах 200...400 °С, значительно меньше диаметра частиц. В случае получения нанопорошка при 500 °С размер ОКР резко возрастает (табл. 3). Это может быть связано со структурой материала. Образцы, восстановленные при температурах 200...400 °С, состоят преимущественно из ГПУ-фазы, решётка которой легко деформируется. Нанопорошок, полученный при 500 °С, представляет собой только ГЦК структуру, которая более устойчива к микроскажениям. Однако при любом фазовом составе частицы состоят из нескольких ОКР и, следовательно, имеют внутренние границы раздела.

Таблица 3. Размерные характеристики нанопорошков Со, полученных методом химического диспергирования

Температура восстановления, °С	Удельная поверхность, м ² /г	Эффективный диаметр, нм	Средний арифметический диаметр частиц, нм	Средний объёмный диаметр частиц, нм	Средний арифметический диаметр ОКР, нм
200	11,6	59	56	58	14
300	9,4	72	66	68	12
400	8,1	84	68	72	10
500	5,2	131	83	86	57

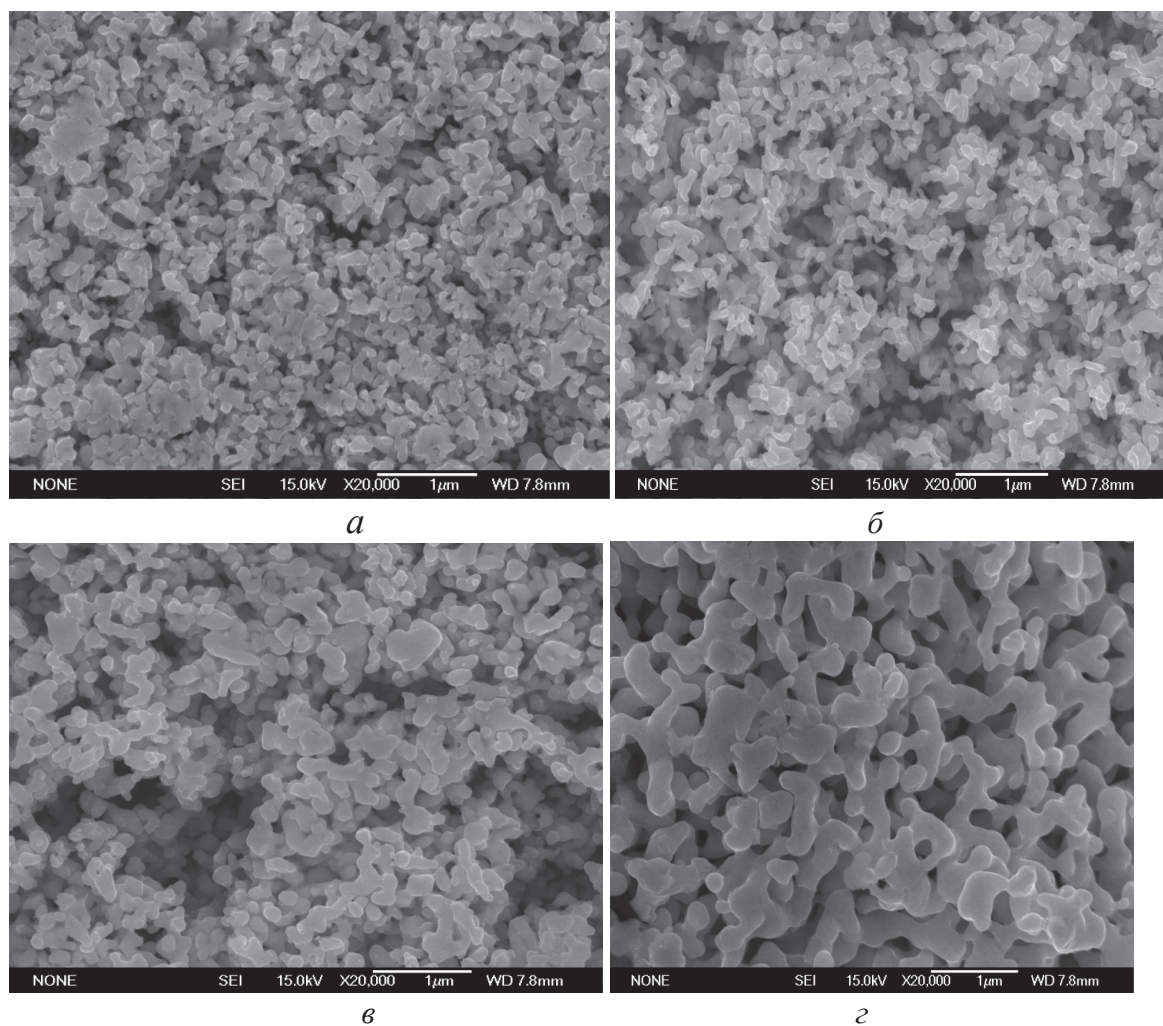


Рис. 2. СЭМ-изображения нанопорошка кобальта, полученного методом химического диспергирования при температурах: а) 200; б) 300; в) 400; г) 500 °С

ПЭМ-изображения нанопорошков, полученных методом ИК-пиролиза, представлены на рис. 3. Как видно из микрофотографий, наночастицы кобальта – темные включения – неравномерно распределены в полупрозрачной матрице. Углеродная фаза представляет собой чешуйки. Наночастицы кобальта, имеющие преимущественно сферическую или близкую к таковой форму, не контактируют друг с другом. Изменение температуры (рис. 3, а, в, г) или времени (рис. 3, а, б) пиролиза не приводит к заметным изменениям в морфологии нанопорошков.

Температура влияет на размеры очень незначительно. Средний арифметический диаметр частиц Со в нанопорошках, полученных при 500 и 600 °С, составляет 9 и 11 нм соответственно. Средний объемный диаметр примерно в 1,5 раза больше среднего арифметического размера, что вызвано присутствием в нанопорошках небольшого количества крупных металлических включений. Частицы преимущественно состоят из одной ОКР. Размерные характеристики частиц кобальта не изменяются от времени пиролиза в ходе получения при одной и той же температуре (табл. 4).

Таблица 4. Размерные характеристики нанопорошков Со, полученных методом ИК-пиролиза

Время пиролиза при 700 °С, мин	Средний арифметический диаметр частиц, нм	Средний объемный диаметр частиц, нм	Средний арифметический диаметр ОКР, нм
2	13	19	13
5	14	19	13
7	14	19	12
10	13	18	12
15	11	18	12
20	13	20	12
25	15	21	12

Значения удельной поверхности и рассчитанные из нее эффективные диаметры частиц представлены в табл. 2, 3. Как видно, повышение температуры отжига в плазмохимическом методе до 1100 °С приводит к уменьшению удельной поверхности почти на три порядка (табл. 2). Соответственно эффективный диаметр увеличивается от 67 нм в исходном нанопорошке до 3750 нм в порошке, термообработанном при 1100 °С. В методе химического диспергирования восстановление от

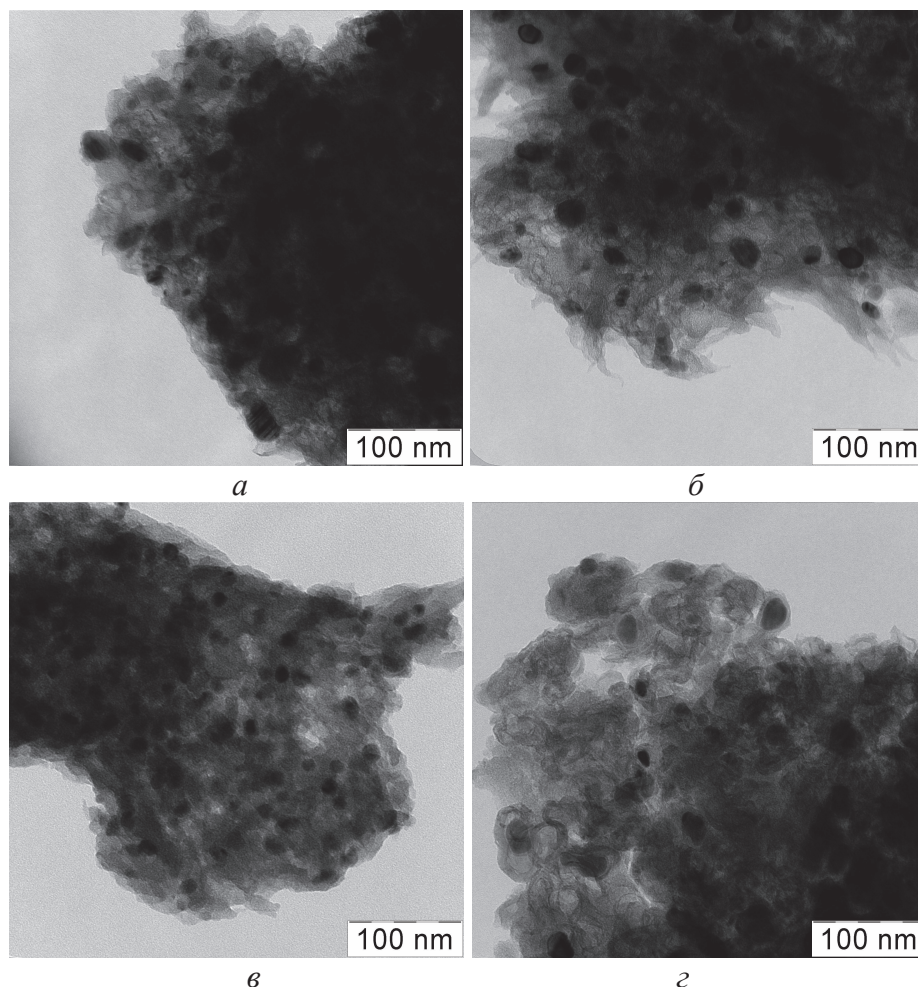


Рис. 3. ПЭМ-изображения нанопорошков C-Co, полученных при температурах: а) 500 °С в течение 2 мин; б) 500 °С в течение 25 мин; в) 600 °С в течение 20 мин; г) 700 °С в течение 5 мин

200 до 500 °С приводит к уменьшению удельной поверхности в два раза и, соответственно, увеличению средних эффективных размеров частиц, что объясняется продолжением процесса агрегирования частиц (табл. 3).

Петли гистерезиса у всех изученных нанопорошков имеют типичный ферромагнитный характер. Кривые симметричны относительно начала координат, что свидетельствует об отсутствии в образцах анизотропии, обусловленной наличием ферромагнитного ядра кобальта и антиферромагнитной оболочки оксидов кобальта [12]. Магнитные характеристики нанопорошков представлены в табл. 5.

Самые низкие значения магнитных свойств наблюдаются в образцах, полученных плазмохимическим синтезом, что, по всей видимости, связано с полидисперсным составом данных нанопорошков. В образцах, полученных методом химического диспергирования, коэрцитивная сила H_c и коэффициент прямоугольности имеют некоторые средние значения, в то время как намагниченность насыщения M_s и остаточная намагниченность M_r самые высокие из изученных материалов. Это может

быть связано с морфологическим строением данных нанопорошков в виде больших агрегатов, в которых частицы контактируют друг с другом.

Наибольший уровень коэрцитивной силы и коэффициента прямоугольности наблюдается в образцах, полученных ИК-пиролизом. Коэффициент прямоугольности M_r/M_s при этом достигает значения, близкого к максимально возможному для произвольно ориентированных частиц, – 0,48 [13]. Высокие значения H_c объясняются тем, что в данных нанопорошках частицы кобальта находятся в однодоменном состоянии, поскольку их средний диаметр составляет около 20 нм [14, 15]. В образцах, полученных при 500 °С в течение 2, 5 и 7 минут, коэрцитивная сила и коэффициент прямоугольности меньше, чем в других нанопорошках, и увеличиваются с ростом времени выдержки. Такая зависимость связана с процессами релаксации в кристаллической решётке металла. По результатам рентгеновской дифрактометрии в образцах, синтезированных при данных условиях, существуют области высокого несовершенства кристалла, близкого к аморфному состоянию. Выдержка в течение 10 минут, по всей видимости, достаточна для формирова-

ния структуры кобальта, близкой к равновесной. При этом магнитные свойства достигают некоторого характерного для нанокобальта значения, и дальнейшая выдержка на величинах H_c и M_r/M_s уже не сказывается. Не влияет на значения этих свойств и повышение температуры до 600 и 700 °С. Низкий уровень намагниченности насыщения в образцах, полученных методом ИК-пиролиза, связан с небольшим количеством наночастиц кобальта в материале – около 20 массовых долей, %.

Таблица 5. Магнитные характеристики нанопорошков кобальта

Метод получения	Условия получения		Коэрцитивная сила H_c , Э	Намагниченность насыщения M_s , Гс·см ³ /г	Остаточная намагниченность M_r , Гс·см ³ /г	M_r/M_s
	Температура, °С	Время, мин				
Плазмохимический синтез	исходный	60	193	88	4	0,04
	300	60	283	129	9	0,07
	500	60	214	102	6	0,06
Химическое диспергирование	200	60	365	148	29	0,21
	300	60	539	121	38	0,32
	400	60	204	137	18	0,13
	500	60	152	147	16	0,11
ИК-пиролиз	500	2	280	11,0	3,5	0,32
		5	500	12,5	4,4	0,35
		7	584	14,7	5,0	0,34
		10	625	11,0	4,4	0,40
		15	650	12,1	4,8	0,40
		20	625	11,8	4,8	0,40
	600	2	677	19,7	8,7	0,44
		5	621	19,6	8,6	0,44
		7	651	20,1	9,0	0,45
		10	636	23,3	10,3	0,44
		15	647	22,0	9,8	0,45
		20	661	23,6	10,7	0,45

Размерные зависимости коэрцитивной силы изученных нанопорошков приведены на рис. 4.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Маркетинговое исследование рынка нанопорошков // Российская национальная нанотехнологическая сеть. URL: <http://www.rusnanonet.ru/goods/68306/> (дата обращения: 12.02.2014).
- Матюшенко И.Ю., Вовк В.А., Моисеенко Ю.Н. Перспективы развития нанотехнологий в России // БизнесИнформ. – 2011. – № 6. – С. 17–25.
- Возможности применения нанопорошков в атомной энергетике / В.Ф. Петрунин, В.В. Попов, С.И. Гречишников, С.А. Коровин // Ядерная физика и инжиниринг. – 2013. – Т. 4. – № 6. – С. 555–563.
- Бучаченко А.Л. Нанохимия. Прямой путь к высоким технологиям нового века // Успехи химии. – 2003. – Т. 72. – № 5. – С. 419–437.
- Захаров Ю.А., Колмыков Р.П. Получение наноразмерных порошков никеля и кобальта для современной промышленности // Ползуновский вестник. – 2008. – № 3. – С. 137–140.

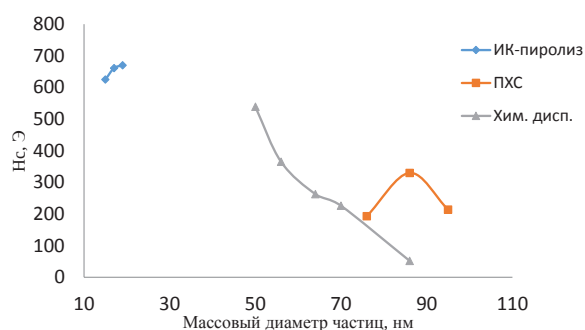


Рис. 4. Размерные зависимости коэрцитивной силы

Как известно [12, 16], размерная зависимость коэрцитивной силы представляет собой кривую с экстремумом, максимум которой для наночастиц кобальта приходится по разным оценкам на интервал 20–35 нм [17–20]. Соответственно, значения коэрцитивной силы у нанопорошков, полученных ИК-пиролизом, находятся на левой части графика. При этом H_c несколько увеличивается с ростом объёмного диаметра частиц. Для нанопорошков кобальта, полученных методом химического диспергирования, значения коэрцитивной силы лежат на правой части графика, монотонно уменьшаясь с увеличением размера частиц. Изменение H_c в образцах, полученных плазмохимическим методом, носит сложный характер и обусловлено, очевидно, полидисперсным составом материала.

Выводы

В результате проведённых исследований:

- 1) установлено, что во всех исследованных порошках форма наночастиц близка к сферической;
 - 2) показано, что дисперсные характеристики, фазовый состав и магнитные свойства нанопорошков обусловлены методом и условиями получения;
 - 3) взаимозаменяемость изученных нанопорошков в технологических цепочках невозможна.
6. Самохин А.В., Алексеев Н.В., Цветков Ю.В. Плазмохимические процессы создания нанодисперсных порошковых материалов // Химия высоких энергий. – 2006. – Т. 40. – № 2. – С. 120–125.
 7. Самсонова Т.В. Разработка условий получения ультрадисперсных материалов на основе Fe, Co, Ni с регулируемыми свойствами: дис... канд. техн. наук. – М., 1994. – 183 с.
 8. Ефимов М.Н. Металл-углеродные наноконкомпозиты на основе ИК-пиролизованного полиакрилонитрила и металлов платиновой группы: дис... канд. хим. наук. – М., 2009. – 165 с.
 9. Селиванов В.Н., Смыслов Е.Ф. Экспрессные методы рентгеновского анализа распределений кристаллитов и дислокационной структуры деформированных поликристаллитов. Теоретические и практические аспекты методов. Ч. 1 // Материаловедение. – 1998. – № 4. – С. 2–9.
 10. Perov N., Radkovskaya A. A vibrating Sample Anisometer // Proceeding of 1 and 2 Dimensional Magnetic Measurements and testing. – Austria, Bad-Gastain, 20–21 September, 2000. – Vienna: Vienna Magnetic Group report, 2001. – P. 104–108.

11. Исследование процессов окисления нанопорошков кобальта и никеля / Д.В. Лысов, Э.Л. Дзидзигури Ж.Е. Яхьева, Д.В. Кузнецов // Изв. Вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2013. – № 3. – С. 3–6.
12. Вонсовский С.В. Магнетизм. – М.: Наука, 1984. – 208 с.
13. Василевский Ю.А. Носители магнитной записи. – М.: Искусство, 1989. – 287 с.
14. Магнитные наночастицы: методы получения, строение, свойства / С.П. Губин, Ю.А. Кокшаров, Г.Б. Хомутов и др. // Успехи химии. – 2005. – Т. 74. – № 6. – С. 539–574.
15. Gudoshnikov S., Liubimov B., Matveets L., et al. Magnetic properties of Fe-based nanoparticle assembly // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2003. – V. 258–259. – P. 54–56.
16. Size effect and magnetic properties // Journal of Alloys and Compounds. URL: <http://ac.els-cdn.com> (дата обращения: 02.12.2014).
17. Губин С.П., Кокшаров Ю.А. Получение, строение и свойства магнитных материалов на основе кобальтосодержащих наночастиц // Неорганические материалы. – 2002. – Т. 38. – № 11. – С. 3–47.
18. Рыжонков Д.И., Лёвина В.В., Дзидзигури Э.Л. Наноматериалы. 2-е изд. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2010. – 365 с.
19. Непийко С.А. Физические свойства малых металлических частиц. – Киев: Наук. Думка, 1985. – 246 с.
20. Magnetic properties of systems with cobalt // Journal of Alloys and Compounds. URL: <http://ac.els-cdn.com> (дата обращения: 02.12.2014).

Поступила 07.02.2014 г.

UDC 621.762

EFFECT OF COBALT PRODUCTION METHOD ON PROPERTIES OF ITS NANOPOWDERS

Ella L. Dzidziguri,

Cand. Sc., National University of Science and Technology «MISiS», Russia, 119049, Moscow, Leninskiy prospect, 4. E-mail: avrore@gmail.com

Galina P. Karpacheva,

Dr. Sc., A.V. Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis, Russian Academy of Sciences, Russia, 119991, Moscow, Leninskiy prospect, 29. E-mail: gpk@ips.ac.ru

Nikolai S. Perov,

Dr. Sc., Lomonosov Moscow State University, Russia, 119991, Leninskie Gory, 1, bd. 2. E-mail: perov@magn.ru

Andrey V. Samokhin,

Cand. Sc., Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science RAS, Russia, 119991, Moscow, Leninskiy prospect, 49. E-mail: samokhin@imet.ac.ru

Nadezhda V. Shatrova,

National University of Science and Technology «MISiS», Russia, 119049, Moscow, Leninskiy prospect, 4. E-mail: shatrova@misiss.ru

The relevance of work is caused by the necessity to produce industrially cobalt nanopowders with specified properties.

The aim of the research: to obtain cobalt nanopowder by plasmachemical synthesis, sol-gel and infrared pyrolysis methods; to determine and to compare their characteristics.

Research methods: the X-ray phase qualitative and quantitative analysis, the average size calculation of coherent-scattering region and coherent-scattering region distribution by the sizes, the transmission and scanning electronic microscopy, the electron diffraction analysis, the calculation of the average size of particles with software, the method of low-temperature nitrogen adsorption, the mass spectrometry, the vibration magnetometry.

The results: The authors have studied phase qualitative and quantitative compositions, disperse characteristics, morphology, magnetic properties of cobalt nanopowders obtained by three methods and have determined dimensional dependences of coercive force. It was ascertained that the nanopowders have similar morphology, but various qualitative and quantitative compositions, disperse characteristics and magnetic properties. It is impossible to interchange these materials technologically.

Key words:

Nanopowders, phase composition, morphology, dispersion, magnetic properties.

REFERENCES

1. Marketingovoe issledovanie rynka nanoporoshkov [Marketing research of the market of nanopowders]. *Rossiyskaya natsionalnaya nanotekhnologicheskaya set* [Russian national nanotechnological network]. Available at: <http://www.rusnanonet.ru/gods/68306/> (accessed 12 February 2014).
2. Matyushenko I.Yu., Vovk V.A., Moiseenko Yu.N. Perspektivy razvitiya nanotekhnologiy v Rossii [Prospects of development of nanotechnologies in Russia]. *BusinessInform*, 2011, vol. 7, no 6, pp. 17–25.
3. Petrunin V.F., Popov V.V., Grechishnikov S.R., Korovin S.A. Vozможности primeneniya nanoporoshkov v atomnoy energetike [Possibilities of application of nanopowders in nuclear power engineering]. *Yadernaya fizika i inzhiniring – Nuclear physics and engineering*, 2013, vol. 4, no 6, pp. 555–563.
4. Buchachenko A.L. Nanokhimiya. Pryamoy put k vysokim tekhnologiyam novogo veka [Nanotechnology. Direct way to achieve high technologies of the new century]. *Uspekhi khimii*, 2003, vol. 72, no. 5, pp. 419–437.
5. Zakharov Yu., Kolmykov R.P. Poluchenie nanorazmernykh poroshkov nikelya i kobalta [Production of nano-sized powders of Nickel and cobalt for modern industry]. *Polzunovskiy Vestnik*, 2008, no 3, pp. 137–140.
6. Samokhin A.V., Alekseev N.V., Tsvetkov Yu.V. Plazmokhimicheskie protsessy sozdaniya nanodispersnykh poroshkovykh materialov [Plasma-chemical processes of creation of nano-dispersed powder materials]. *Khimiya vysokikh energy – High energy chemistry*, 2006, vol. 40, no. 2, pp. 120–125.
7. Samsonova T.V. *Razrabotka usloviy polucheniya ultradispersnykh materialov na osnove Fe, Co, Ni s reguliruemymi svoystvami*. Diss. Kand. nauk [Development of the conditions for obtaining nano-materials on the basis of Fe, Co, Ni adjustable properties. Cand. Diss.]. Moscow, 1994. 183 p.
8. Efimov M.N. *Metall-uglerodnye nanokompozity na osnove IR-pirrolizovannogo poliakrilonitrila i metallov platinovoy grupy*. Diss. Kand. nauk [Metal-carbon nanocomposites based on IR-pyrolyzed polyacrylonitrile and platinum group metals. Cand. Diss.]. Moscow, 2009. 165 p.
9. Selivanov V.N., Smyslov E.F. Ekspress metody rentgenovskogo analiza raspredeleniy kristallitov i dislokatsionnoy struktury deformirovannykh polikristallov. Teoreticheskie i prakticheskie aspekty metodov [Express methods of X-ray analysis of the distributions of crystallites and dislocation structure deformed of polycrystals. Theoretical and practical aspects of methods]. *Materialovedenie – Materials science*, 1998, no. 4, P. 1, pp. 2–9.
10. Perov N., Radkovskaya A. *A vibrating Sample Anisometer, Proceeding of 1 and 2 Dimensional Magnetic Measurements and testing*. Austria, Bad-Gastain, 20–21 September, 2000. Vienna Magnetic Group report, 2001, pp. 104–108.
11. Lysov V., Dzidziguri E.L., Yakhieva Zh.E., Kuznetsov D.V. Issledovanie protsessov okkisljeniia nanoporoshkov kobalta i nikelya [Study of oxidation of cobalt and nickel nanopowders]. *Izv. vuzov. Powder metallurgy and functional coatings*, 2013, no. 3, pp. 3–6.
12. Vonsovskiy S.V. *Magnetism* [Magnetism]. Moscow, Nauka, 1984. 208 p.
13. Vasilevsky Yu.A. *Nositeli magnitnoy zapisi* [Magnetic recording Media]. Moscow, Art, 1989. 287 p.
14. Gubin S.P., Koksharov Yu.A., Khomutov G.B. Magnitnye nanochastitsy: metody polucheniya, stroenie, svoystva [Magnetic nanoparticles: the methods of obtaining, structure, properties]. *Uspekhi khimii*, 2005, vol. 74, no. 6, pp. 539–574.
15. Gudoshnikov S., Liubimov B., Matveets L. Magnetic properties of Fe-based nanoparticle assembly. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2003, vol. 258–259, pp. 54–56.
16. Size effect and magnetic properties. *Journal of Alloys and Compounds*. Available at: <http://ac.els-cdn.com> (accessed 02 February 2014).
17. Gubin S.P., Koksharov Yu.A. Poluchenie, stroenie i svoystva magnitnykh materialov na osnove kobaltsoderzhashchikh nanochastits [Obtaining, structure and properties of magnetic materials based on the seafloor nanoparticles]. *Neorganicheskie materialy – Inorganic materials*, 2002, vol. 38, no. 11, pp. 3–47.
18. Ryzhonkov D.I., Levina V.V., Dzidziguri E.L. *Nanomaterialy* [Nanomaterials]. Moscow, BINOM. Knowledge laboratory, 2010. 365 p.
19. Nepiyko S.A. *Fizicheskie svoystva malykh metallicheskich chastits* [Physical properties of small metal particles]. Kyiv, Naukova Dumka, 1985. 246 p.
20. Magnetic properties of systems with cobalt. *Journal of Alloys and Compounds*. Available at: <http://ac.els-cdn.com> (accessed 02 February 2014).