Литература

1. Геллер, Ю. А. Инструментальные стали : справочник / Ю. А. Геллер. – Москва : Металлургия, 1984. – 584 с.
2. Полезная модель ВУ 8260, МПК G 01 N 3/00 (2006.01). Устройство для испытания на контактную усталость и износ : опубл. 30.06.2012 / Степанкин И. Н., Панкратов И. А., Кенько В. М., Поздняков Е. П., Степанкина Л. В. ; заявитель Гомел. гос. техн. ун-т им. П. О. Сухого. – URL: <https://elib.gstu.by/handle/220612/23227> (дата обращения: 04.10.2024).

УДК 546:54.057

**ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ НА СИНТЕЗ
ПОРОШКОВ MgO : CoO И ZnO : CoO: СТРУКТУРА,
ВАЛЕНТНОЕ СОСТОЯНИЕ ИОНОВ КОБАЛЬТА
И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ В МАТРИЦЕ ОКСИДОВ**

М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Бойко

Учреждение образования «Гомельский государственный технический университет имени П. О. Сухого», Республика Беларусь

Представлено исследование воздействия технологических режимов синтеза порошков MgO : CoO и ZnO : CoO на их структурные параметры и валентное состояние ионов кобальта. Установлено, что размеры частиц ZnO : CoO варьируются от 390 до 800 нм, а размеры частиц MgO : CoO находятся в диапазоне от 430 до 810 нм. В процессе прессования полученных порошков для формирования мишеней наблюдается трансформация валентного состояния ионов кобальта с образованием Co₂O₃. Результаты EDX-анализа подтверждают интегральную однородность распределения ионов кобальта в матрицах оксидов цинка и магния, при этом концентрация кобальта соответствует расчетным значениям. Данные результаты подчеркивают важность контроля технологических параметров для достижения заданных свойств композитных материалов.

Ключевые слова: MgO : CoO, ZnO : CoO, структура, золь-гель метод, EDX-анализ, НЧ металлов, СЭМ.

**THE INFLUENCE OF TECHNOLOGICAL MODES
ON THE SYNTHESIS OF MgO : CoO AND ZNO : CoO POWDERS:
STRUCTURE, VALENCE STATE OF COBALT IONS
AND DISTRIBUTION IN THE OXIDE MATRIX**

M. F. S. H. AL-Kamali, A. A. Boika

Sukhoi State Technical University of Gomel, the Republic of Belarus

This paper presents a study of the impact of MgO : CoO and ZnO : CoO powder synthesis process modes on their structural parameters and the valence state of cobalt ions. It was found that the ZnO : CoO particle sizes range from 390 to 800 nm, while the MgO : CoO particle sizes are in the range from 430 to 810 nm. During the pressing of the obtained powders to form targets, a transformation of the valence state of cobalt ions is observed with the formation of Co₂O₃. The results of EDX analysis confirm the integral uniformity of the distribution of cobalt ions in matrices of zinc and magnesium oxides, while the cobalt concentration corresponds to the calculated values. These results highlight the importance of controlling process parameters to achieve the desired properties of composite materials.

Keywords: MgO : CoO, ZnO : CoO, structure, sol-gel method, EDX-analysis, NPs, SEM.

Многофункциональные гибридные композиционные материалы на основе оксидов переходных металлов привлекают значительное внимание благодаря своим

уникальным свойствам, включая электрические, каталитические, магнитные, оптические характеристики и структурную стабильность [1, 2]. Эти комбинированные особенности делают многофункциональные композиты привлекательными для множества промышленных применений. Благодаря сложной структуре композита, способной аккумулировать высокие плотности энергии, такие материалы обещают перспективы в области преобразования и хранения энергии. Однако для эффективного применения методов вакуумного напыления необходимо поддерживать высокую степень плотности, сохранять первоначальный размер частиц и химический состав, а также обеспечивать однородность состава покрытия. В этом контексте золь-гель синтез представляет собой мощный инструмент, позволяющий вводить легирующие добавки в матрицу композита, распределяя их на молекулярном уровне или адсорбируя на поверхности частиц в виде тонкого, в том числе нанометрового слоя.

Целью данного исследования является изучение структурных, морфологических и фазовых параметров синтезируемых материалов, а также оценка их потенциала для разработки элементов микро- и нанoeлектроники. В рамках работы были разработаны и исследованы двухкомпонентные металлоксидные системы, легированные наночастицами оксида кобальта, сформированные на основе высокопористых кобальто-содержащих ксерогелей.

Методы исследования. Высокая однородность как гранулометрического, так и химического состава композиционного материала является ключевым условием для получения равномерных покрытий при вакуумном напылении. Для достижения молекулярно-однородного распределения легирующих добавок необходимо сорбировать их на поверхности ультрадисперсных глобул порошка, формируя тонкий слой нанометровой толщины. Это возможно при использовании компонентов химической чистоты не ниже марки «ОСЧ». Метод золь-гель был применен для синтеза порошков $\text{MgO} : \text{CoO}$ и $\text{ZnO} : \text{CoO}$, в которых использовались гексагидрат хлорида кобальта(II) $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (ХЧ; ГОСТ 4525-77), магний оксид MgO (ХЧ; ГОСТ 4526-75) и цинк оксид ZnO (ЧДА; ГОСТ 10262-73) в качестве исходных компонентов. Процесс формирования наночастиц методом золь-гель проиллюстрирован на рис. 1.

Рис. 1. Схема технологических этапов получения ксерогелевых матриц MgO или матриц ZnO , легированных CoO

Структура полученных материалов была исследована с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на приборе S-4800 (филиал НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «Интеграл») для анализа изменений морфологии поверхности синтезированных ксерогельных заготовок. Элементный состав был определен методом EDX (EDS) с использованием энергодисперсионного микроанализатора Quantex 200 (без азотного микроанализатора с XFlash Detector 5030) с разрешением 125 эВ (производство «Bruker», Германия). Исследования проводились сотрудниками НТЦ «Белмикросистемы», филиала «Белмикросистемы» ОАО «ИНТЕГРАЛ» – управляющей компании холдинга «ИНТЕГРАЛ».

На рис. 2 представлены результаты EDX-анализа порошков ZnO : CoO и MgO : CoO. Полученные данные указывают на интегральную однородность распределения ионов кобальта в матрице, причем расчетная концентрация добавленных компонентов соответствует фактически измеренной в порошке.

Рис. 2. EDX-анализ порошка состава после термобработки на воздухе при 700 °С:
а – ZnO : CoO; б – MgO : CoO

Также установлено, что размеры частиц ZnO : CoO варьируются от 390 до 800 нм, в то время как размеры частиц MgO : CoO находятся в диапазоне от 430 до 810 нм (рис. 3). В ходе прессования полученных порошков для формирования мишеней наблюдается трансформация валентного состояния ионов кобальта с образованием Co₂O₃.

а)

б)

Рис. 3. СЭМ-изображение микропорошка ксерогеля, сформированного на основе золя водной дисперсии MgO или ZnO. Ксерогели обрабатывали на воздухе при $t = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч:
а – ZnO : CoO; б – MgO : CoO

В результате исследования влияния технологических режимов синтеза порошков MgO : CoO и ZnO : CoO на их структуру и валентное состояние ионов кобальта установлено следующее: размеры частиц ZnO : CoO варьируются в диапазоне от 390 до 800 нм, в то время как размеры частиц MgO : CoO составляют от 430 до 810 нм. При прессовании полученных порошков для формирования мишеней наблюдается трансформация валентного состояния ионов кобальта с образованием Co_2O_3 . Результаты EDX-анализа подтверждают, что распределение ионов кобальта в матрицах оксидов цинка и магния обладает интегральной однородностью, при этом концентрация кобальта соответствует расчетным значениям.

Литература

1. Аль-Камали, М. Ф. С. Х. Мишени (MgO : CoO и ZnO : CoO), получаемые золь-гель методом для вакуумного напыления / М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Бойко // Высокотемпературная химия оксидных систем и материалов : сб. тез. докл. X Всерос. конф. (с междунар. участием), посвящ. 75-летию ИХС РАН, Санкт-Петербург, 25–28 сент. 2023 г. / ИХС РАН. – Санкт-Петербург, 2023. – С. 142–144.
2. Аль-Камали, М. Ф. С. Х. Мишени SiO_2 : CuO (Cu^0) для нанесения тонких пленок ионно-лучевого распыления, полученные золь-гель методом / М. Ф. С. Х. Аль-Камали, А. А. Бойко, Хамдан А. С. Аль-Шаамири // Доклады Национальной академии наук Беларуси. – 2022. – Т. 66, № 3. – С. 348–355.