

Figure 1 – CVA curves of ORR on $t\text{TiO}_2$ (a) and $n\text{TiO}_2$ (b) before and after modification by 5 nm-Au NPs (1 – bare TiO_2 ; 2 – TiO_2 - $0.75 \mu\text{g}/\text{cm}^2\text{Au}$; 3 – TiO_2 - $1.5 \mu\text{g}/\text{cm}^2\text{Au}$; 4 – TiO_2 - $3 \mu\text{g}/\text{cm}^2\text{Au}$)

REFERENCES

1. Chen W., Chen S. Oxygen Electroreduction Catalyzed by Gold Nanoclusters: Strong Core Size Effects // *Angew. Chemie - Int. Ed.* – 2009. Vol. 48. – P. 4386–4389.
2. Adžić R.R., Marković N.M., Vešović V.B. Structural effect in electrocatalysis: oxygen reduction on the Au(100) single crystal electrode // *J. Electroanal. Chem.* – 1984. Vol.165. – P. 105–120.
3. Maltanova H., Poznyak S., Starykevich M., Ivanovskaya M. Electrocatalytic activity of Au nanoparticles onto TiO_2 nanotubular layers in oxygen electroreduction reaction: size and support effects // *Electrochim. Acta.* – 2016. Vol. 222. – P. 1013–1020.

А.Л. Козловский^{1,2}, Е.Е. Шумская³, Е.Ю. Канюков⁴

¹ Казахско-Российский международный университет, Актөбе,

² Институт ядерной физики МЭ РК, Алматы,

³ ГО НИЦ по материаловедению, Минск,

⁴ ГНУ Институт химии новых материалов НАН Беларуси, Минск

ИЗМЕНЕНИЕ МАГНИТНЫХ ПАРАМЕТРОВ НАНОТРУБОК ПЕРМАЛЛОЯ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ИХ ДЛИНЫ

Существует ряд методов синтеза металлических нанотрубок (НТ), включая электрохимическое осаждение [1], электронно-лучевую литографию [2], химическое осаждение из паровой фазы [3], импульсное лазерное осаждение [4] и некоторые другие методы [5–7]. Метод электрохимического осаждения подходит для синтеза металлических наноструктур, поскольку он позволяет манипулировать физическими и химическими свойствами

наноструктур с высокой степенью контроля процесса [1, 8, 9] путем изменения состава электролита, потенциала и времени осаждения, а также параметров шаблона. Выбор этого метода дает возможность получать НТ с заданной длиной и предсказуемой структурой. Следовательно, такой способ обеспечивает хорошую степень контроля магнитных свойств наноструктур. Проведено большое количество исследований, демонстрирующих способность адаптировать форму и структуру наноматериалов путем выбора параметров матриц и условий осаждения, однако нет данных о том, как микроструктура и магнитные свойства зависят от длины нанотрубок. Чтобы устранить этот пробел, в работе проводится комплексное исследование корреляции между структурными и магнитными свойствами НТ FeNi различной длины, сформированных в порах ПЭТ-мембран методом матричного синтеза.

В качестве шаблонов для FeNi НТ использовались ионно-трековые мембраны ПЭТФ с диаметром пор 380 ± 10 нм и поверхностной плотностью $4 \cdot 10^7$ пор/см². Формирования пор и оценка их параметров описаны в другом месте [10, 11]. Электрохимическое осаждение внутри пор матрицы проводилось в потенциостатическом режиме при напряжении 1,75 В от электролита: FeSO₄ × 7H₂O (10 г / л), NiSO₄ × 7H₂O (110 г / л), H₃BO₃ (45 г / л) и C₆H₈O₆ (1,5 г / л). Процесс электроосаждения контролировали хроноамперометрическим методом с помощью Agilent 34410.

Структурные характеристики были выполнены с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ, Hitachi TM3030), энергодисперсионного анализа (ЭДА, Bruker XFlash MIN SVE) при ускоряющем напряжении 15 кВ. Толщину стенки НТ определяли методами газопроницаемости (Sartocheck® 3 Plus 16290). Рентгеноструктурный анализ (РЭМ, D8 ADVANCE ECO) проводили с использованием Cu Ka ($\lambda = 1,54060$ Å). Для идентификации кристаллических фаз и изучения кристаллической структуры, используется программное обеспечение Bruker AXSDIFFRAC.EVA v. 4.2 и международная база данных ICDD PDF-2. Петли магнитного гистерезиса НТ FeNi измеряли при комнатной температуре (T = 300 К) с помощью магнитометра с вибрирующим образцом (ВМ, «Cryogenic LTD») в магнитных полях ± 20 кЭ с направлением параллельно и перпендикулярно относительно оси НЦ.

НТ FeNi, состоящие из 20% железа и 80% никеля диаметром 380 нм, толщиной стенки 110 нм, длиной 3 мкм, 6 мкм, 9 мкм, 12 мкм и с «крышечками» в верхней части НТ, были получены методом шаблонного синтеза в порах ПЭТФ мембраны (рисунок).

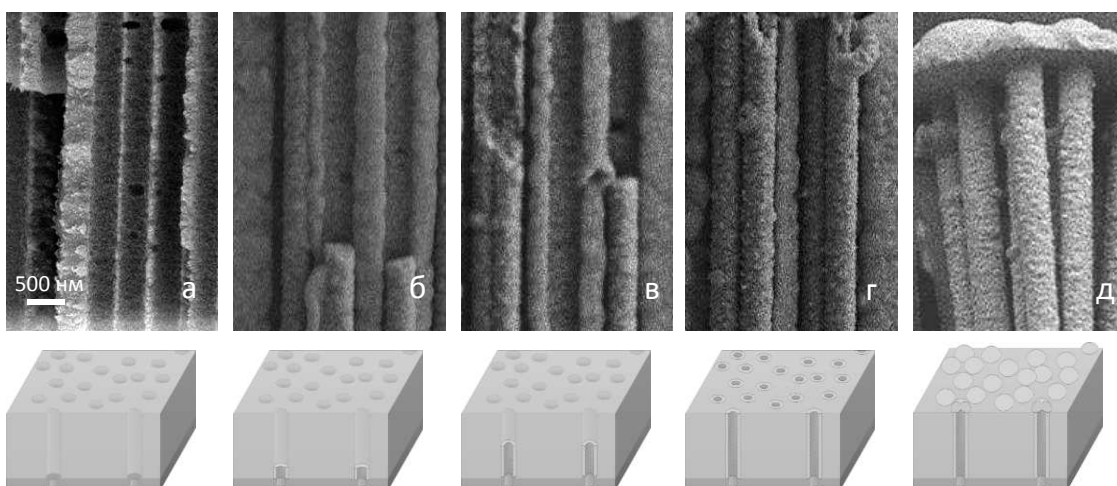


Рисунок 1 – СЭМ-изображения массивов нанотрубок FeNi после растворения ПЭТФ-мембран, соответствующих разным длинам: 3 мкм (а), 6 мкм (б), 9 мкм (в), 12 мкм (г), а также после шапки формирования (д)

Показано, что при увеличении длины НТ приводит увеличение степени кристалличности, а также к уменьшению параметра решетки и микродеформации структуры. Произошёл переход от зернистой структуры с большим количеством дефектов в коротких коротких НТ к поликристаллической малодефектной структуре в длинных. Неравномерный рост НТ приводил к образованию «шапочек» над отдельными наноструктурами, достигшими поверхности шаблона раньше других. Формирование «шапочек» сопровождалось новыми направлениями роста с двойникованием кристаллитов и развитием новых граней.

На основе анализа магнитных характеристик НТ FeNi (таблица) было продемонстрировано и объяснено наличие магнитной анизотропии со сложной зависимостью от длины в результате изменения аспектного отношения и неоднородности их структурных характеристик по длине. Значения основных магнитных параметров НТ FeNi различной длины определялись комбинированным эффектом магнитокристаллической анизотропии, упругих напряжений в структуре НТ и анизотропии формы.

Таблица – Параметры петель гистерезиса нанотрубок FeNi при двух разных ориентациях магнитного поля при разных длинах нанотрубок. H_c - коэрцитивность, M_r - остаточная намагниченность, а M_s - намагниченность насыщения

Длина мкм	Параллельно оси НТ		Перпендикулярно оси НТ	
	H_c , Oe	M_r/M_s	H_c , Oe	M_r/M_s
3	18	0,02	110	0,122
6	10	0,041	120	0,145
9	17	0,015	150	0,333
12	17	0,022	95	0,0945
Шапочки	12	0,013	80	0,085

Для малых длин НТ имеют небольшую степень кристалличности, высокую дефектность и малое соотношение сторон, что определяет низкую общую магнитную анизотропию. Рост НТ сопровождается увеличением степени кристалличности, а также снижением структурной дефектности, что приводит к увеличению магнитной анизотропии, которая увеличивается до длин НТ. Последующее уменьшение магнитной анизотропии связано с существенным уменьшением анизотропии формы. Дальнейшее осаждение металла приводит только к увеличению числа «шапочек» и, соответственно, к уменьшению общей магнитной анизотропии.

Таким образом, основной вывод исследования можно сформулировать как определение ограничений метода матричного синтеза для формирования наноструктур с заданной длиной и предсказуемыми структурными и магнитными свойствами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Towards smooth and pure iron nanowires grown by electrodeposition in self-organized alumina membranes / V. Haehnel et al. // *Acta Mater.* – 2010. – Vol. 58, № 7. – P. 2330–2337.
2. Fabrication and magnetic properties of arrays of amorphous and polycrystalline ferromagnetic nanowires obtained by electron beam lithography / J. I. Martín et al. // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2002. – Vol. 249, № 1–2. – P. 156–162.
3. Studies on Surface Facets and Chemical Composition of Vapor Grown One-Dimensional Magnetite Nanostructures / S. Barth et al. // *Cryst. Growth Des.* – 2009. – Vol. 9, № 2. – P. 1077–1081.
4. PLD-assisted VLS growth of aligned ferrite nanorods, nanowires, and nanobelts-synthesis, and properties / J. R. Morber et al. // *J. Phys. Chem. B.* – 2006. – Vol. 110, № 43. – P. 21672–21679.

5. Solvothermal synthesis and magneto-optical properties of Zn_{1-x}Ni_xO hierarchical microspheres / Z. Liu et al. // *J. Magn. Magn. Mater.* – 2011. – Vol. 323, № 7. – P. 1022–1026.
6. Metal nanotubes prepared by a sol–gel method followed by a hydrogen reduction procedure / Z. Hua et al. // *Nanotechnology.* – 2006. – Vol. 17, № 20. – P. 5106–5110.
7. Magnetic interaction in FeCo alloy nanotube array / D. Zhou et al. // *J. Magn.* – 2011. – Vol. 16, № 4. – P. 413–416.
8. Magnetic properties of Co nanopillar arrays prepared from alumina templates. / L. G. Vivas et al. // *Nanotechnology.* – 2013. – Vol. 24, № 10. – P. 105703.
9. Nanomaterials: A membrane-based synthetic approach / C. R. Martin // *Science* (80-.). – 1994. – Vol. 266, № December. – P. 1961–1966.
10. Characterization of Pet Track Membrane Parameters, in *NANO 2016: Nanophysics, Nanomaterials, Interface Studies, and Applications*, P. 79–91.
11. Evolution of the polyethylene terephthalate track membranes parameters at the etching process / E. Y. Kaniukov et al. // *J. Contemp. Phys. (Armenian Acad. Sci.)* – 2017. – Vol. 52, № 2. – P. 155–160.

УДК 546.282.3:546.824–31:547.89

А. Н. Мурашкевич¹, Е. К. Юхно¹,
О. А. Алисиенок¹, О. В. Федорова²
¹БГТУ, Минск,

¹Институт органического синтеза УрО РАН, Екатеринбург

**СИНТЕЗ И ТЕРМОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ
КОМПОЗИТОВНА ОСНОВЕ SiO₂–TiO₂,
МОДИФИЦИРОВАННЫХ
ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫМИ МАКРОЦИКЛИЧЕСКИМИ
ЭНДОРЕЦЕПТОРАМИ**

Ранее нами показана возможность увеличения сорбционной емкости и селективности краун-эфиров (КЭ) при сорбции катионов металлов из кислых растворов путем иммобилизации КЭ в композит SiO₂–TiO₂ в процессе золь-гель синтеза [1]. Установлена также эффективность формирования отпечатка катиона стронция в адсорбенте на этапе золь-гель-синтеза при использовании функционализированного КЭ, позволяющая увеличить адсорбцию