

СИНТЕЗ, СТРУКТУРА І МАГНІТНІ ВЛАСТИВОСТІ НАНОРОЗМІРНИХ ПОРОШКІВ ФЕРИТІВ ЗАЛІЗА

С. О. Юр'єв, С. І. Ющук

Національний університет “Львівська політехніка”, кафедра фізики

© Юр'єв С. О., Ющук С. І., 2014

Дрібнодисперсні порошки магнетиту отримували двома методами, які відрізнялись між собою вихідними продуктами – реагентами для його синтезу. У першому методі суміш водних розчинів хлоридів заліза FeCl_2 і FeCl_3 осаджували за допомогою концентрованого NH_4OH до $pH = 8,0-10,0$, а в другому – використовували розчини хімічно чистої солі Мора – $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ та FeCl_3 , а осадження проводили аналогічно як і у першому методі. Отримано дрібнодисперсні порошки з розміром частинок від 5 до 25 нм.

Окремі порції порошків піддавали термообробці на повітрі при температурах 300–723 К (6 год.). Такий відпал приводить до утворення $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Відпал дрібнодисперсного порошку, отриманого з розчинів хлоридів, у вакуумі 10^{-5} мм рт. ст. при $T=773$ К протягом 20 год. приводить до утворення однофазного магнетиту Fe_3O_4 , для якого спостерігався фазовий перехід, що було встановлено за допомогою ЯГР вимірювань.

Ключові слова: магнетит, нанопорошок, ядерний гамма-резонанс, фазовий перехід.

Вступ

Мікро- та нанодисперсні порошки магнітних матеріалів все частіше стають об'єктами досліджень їх магнітних властивостей, які істотно залежать від розмірів частинок та морфології кластерів, що вони утворюють.

Технологію отримання нанопорошків магнітних матеріалів різної структурної модифікації, як на основі металів, так і їх оксидів сьогодні описали багато авторів, наприклад [1]. Найбільш застосовним для отримання оксидних нанопорошків є метод їх спільного осадження з водних розчинів солей металів [2–4]. Високий ступінь однорідності і нижча температура синтезу феритів з дрібнодисперсних порошків є основними перевагами такого методу над керамічною технологією.

Водночас мікроструктура, а також і магнітні властивості отриманих таким способом диспергованих матеріалів є мінливими і залежать від багатьох чинників, особливо від складу використаних вихідних продуктів, методів і параметрів синтезу матеріалів та їх температурної обробки.

Мікро- та нанопорошки магнетиту Fe_3O_4 сьогодні мають успішне практичне використання: традиційно в якості наповнювача магнітних рідин, а також можуть бути використані в медицині для магнітокерованої доправки ліків, під час розроблення пристроїв електроніки з новими функціональними можливостями тощо.

При всій обізнаності про кристалічну та магнітну структури та інші фізичні властивості об'ємних моно- та полікристалів Fe_3O_4 морфологія малорозмірних частинок магнетиту, зміна їх магнітної мікроструктури і фізичних властивостей залежно від способу отримання, а також режимів температурної обробки ще залишаються малодослідженими та не знаходять широкого відображення в науковій літературі.

Мета досліджень полягає у вивченні магнітної мікроструктури, морфології та магнітних властивостей нанорозмірних порошків магнетиту Fe_3O_4 , отриманих двома способами спільного осадження.

Приготування зразків і методика досліджень

Вихідними продуктами – реагентами при отриманні Fe_3O_4 в першому методі (А) слугували 0,01 н. розчини солей FeCl_2 та FeCl_3 , що були взяті в молярному співвідношенні 1:2, тобто в співвідношенні, в якому іони Fe^{2+} та Fe^{3+} входять у магнетит. Сіль FeCl_3 приготували кип'ятінням

α -Fe₂O₃ (збагачення по Fe⁵⁷ – 86 %) в 10 % розчині HCl в колбі зі зворотним холодильником. Після повного розчинення α -Fe₂O₃ кислота, що знаходилась в розчині, нейтралізувалась до pH = 5,0 додаванням NH₄OH (зразок №1). У деяких випадках нейтралізація не проводилась (зразки №2, 3). Під час синтезу зразків №1, 2 через розчини солей дво- та тривалентного заліза продувався очищений аргон для витіснення вільного кисню. Осадження всіх зразків проводили додаванням до суміші розчинів солей концентрованого NH₄OH до pH = 8,0-10,0. Порошкоподібну масу, що випала в осад, промивали в дистильованій воді за температури 293 К до зникнення реакції на лужність. Промиті осади висушували за кімнатної температури протягом 120 год. (зразки №1, 2) та за 353 К 14 год. (зразок №3). Потім проводили відпал частини дрібнодисперсного порошку №1 у вакуумі 10⁻⁵ мм рт. ст. при T = 773 К протягом 20 год.

Другий метод (Б), застосований для отримання нанокристалічного фериту заліза Fe₃O₄, збагаченого на 2 % мас. ізотопом Fe⁵⁷, полягав у такому. Змішували 0,1 н розчини хімічно чистої солі Мора – Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O та хлориду заліза (III), що містили 0,01 моля FeO і 0,01 моля Fe₂O₃, відповідно. Розчин хлориду заліза (III) був попередньо приготовлений шляхом розчинення в соляній кислоті суміші 2% Fe₂⁵⁷O₃ та 98% Fe₂O₃ марки *o.s.c.* природного ізотопного складу. Осадження проводили за допомогою концентрованого розчину аміаку до pH = 8,0. Одержаний розчин з осадом гідрооксидів нагрівали до кипіння і залишали охолоджуватись на добу. Після фільтрації та промивання дистильованою водою осад сушили дві доби за кімнатної температури і 2–3 год. за T = 378 К до постійної маси. Окремі порції порошоків із загальної суміші піддавали термообробці на повітрі за температур 300–723 К протягом 6 год.

Електронномікроскопічні дослідження показали, що отримані двома методами порошки складаються з частинок з розмірами від 5 до 25 нм. Рентгеноструктурні вимірювання вказували на те, що отримані порошки є однофазними, а їх стала кристалічної решітки становить $8,383 \pm 0,005$ Å. Згідно з [5] така стала решітки відповідає магнетиту Fe₃O₄. Величина, пропорційна магнітному моменту зразка, вимірювалась диференціальним методом [6].

Дослідження ядерного гамма-резонансу (ЯГР) проводили за T = 295 і 85 К на установці з сталим прискоренням [7]. Використовували джерело резонансних γ -квантів Co⁵⁷(Cr). Мьосбауерівські спектри обробляли на комп'ютері за допомогою програми *Univem MS 701*. Ширина лінії в ЯГР спектрі для металічного α -Fe становила 0,29 мм/с. Ізомерні зсуви вимірювали відносно α -Fe.

Вивчення ступеня дисперсності зразків методом електронної мікроскопії

Розміри частинок, отриманих двома методами порошоків, визначали за допомогою електронного мікроскопа. Зразки порошку наносили на тонку колодієву підкладку, закріплену на мідній сітці. Для кращого розрізнення окремих частинок застосовували темнопольний метод зображення. З вибраної під мікроскопом ділянки порошку отримували мікродифракційну картину, яка складалась з системи кілець, що відповідають окремим відбиттям від частинок речовини. Потім апертурна діафрагма встановлювалась так, щоб крізь неї проходило 2–3 сильних відбиттів від частинок. Розміри частинок визначали з мікроснімків отриманого зображення.

Мінімальні розміри частинок, що можна було достовірно розрізнити, становили в околі 5 нм. На рис. 1, 2 наведені мікрофотографії зразків феритових порошоків №1 і 2, отриманих методом А. У зразку №1 найчастіше (~ 80 %) зустрічаються частинки з лінійними розмірами 11,5–18,0 нм. Частка частинок з розмірами ~5,0 і ~ 25,0 нм незначна. Для зразка №2 найчастіше (> 60 %) зустрічаються частинки розміром 8,0–12,0 нм. Частка частинок з розміром ~ 5,0 нм тут дещо більша, ніж в №1.

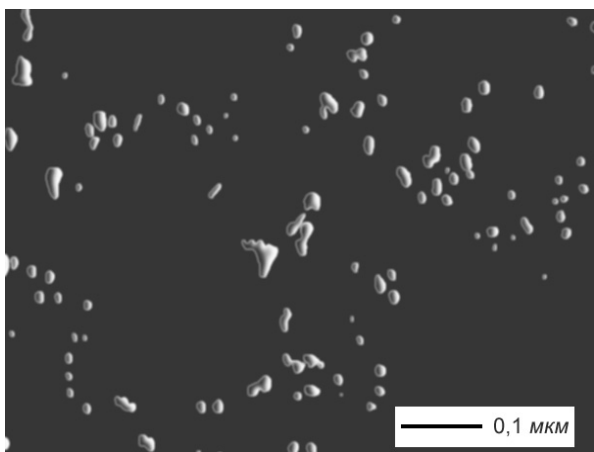


Рис. 1. Зображення з електронного мікроскопа дрібнодисперсного порошку №1. Середній розмір частинок 11,5–18,0 нм

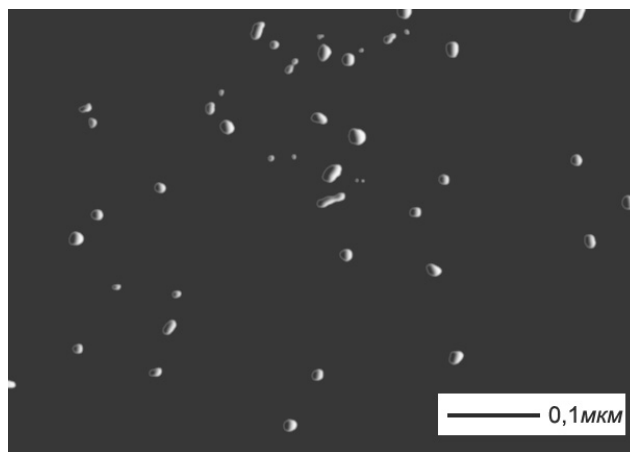


Рис. 2. Зображення з електронного мікроскопа дрібнодисперсного порошку №2. Середній розмір частинок 8,0–12,0 нм

Розмір найбільших частинок в зразку №2 не перевищує 20 нм. У зразку №3 80 % частинок мають розміри 8,0–11,5 нм. Решта 20 % частинок є меншими від 8,0 нм.

Мікрофотографії порошку, отриманого методом Б, мають вигляд, аналогічний до мікрофотографії, що наведена на рис. 2.

Результати експерименту та їх обговорення

Загальновідомо, що в ЯГР спектрі об'ємного полікристалічного магнетиту за кімнатної температури спостерігається лише два зєманівських секстети, один з яких відповідає іонам заліза в тетраедричній (А) підрешітці, а другий – іонам заліза в октаедричній (В) підрешітці [7, 8].

Для розшифрування ЯГР спектрів нанорозмірних частинок феритів багато авторів пропонують альтернативні моделі обробки спектрів, зумовлені різними розмірами та різними ступенями кристалізації частинок.

У нашій роботі ЯГР-спектр свіжосинтезованого зразка, отриманого методом Б (рис. 3), за своїм виглядом відповідає нестехіометричному магнетиту. На спектрі цього зразка октаедричним та тетраедричним іонам заліза відповідають секстети з параметрами, характерними для чистого магнетиту, але з відмінним від нього співвідношенням інтенсивностей тетра- та окталіній.

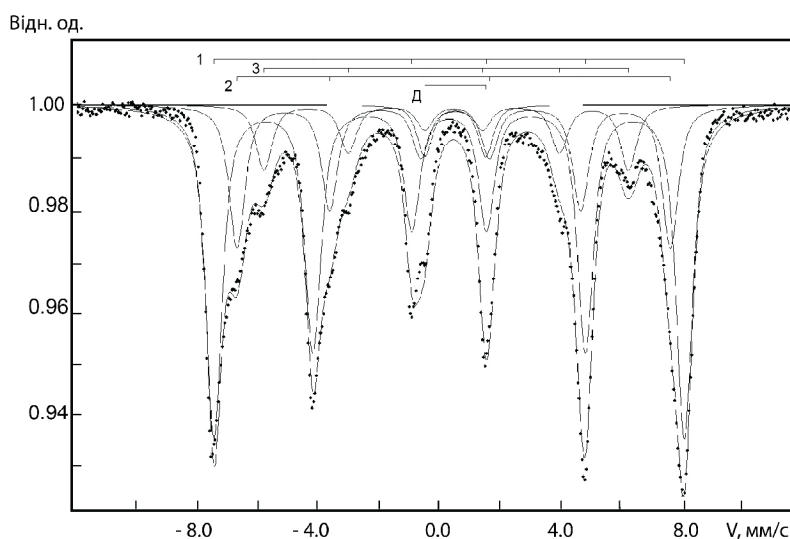


Рис. 3. Спектр Fe^{57} при $T = 295$ К зразка дрібнодисперсного порошку, що не піддавався термообробці

ЯГР-спектр, виміряний за кімнатної температури, ми розклали на три секстети і один дублет. Секстет 1 належить до іонів Fe^{3+} , що знаходяться в тетраедричних положеннях. Секстет 2 відповідає іонам ($\text{Fe}^{2+} + \text{Fe}^{3+}$), що знаходяться в кисневих октаедрах. Інтенсивності першого і другого секстетів відрізняються і становлять відповідно 57,41 і 24,35 %, що не узгоджується з заселеностями тетраедричної і октаедричної підрешіток стехіометричного магнетиту [9]. На нашу думку, цей факт, очевидно, пов'язаний з особливостями формування нанорозмірних частинок фериту Fe_3O_4 , отриманого за цією технологією.

В елементарній комірниці стехіометричного магнетиту Fe_3O_4 32 іони кисню розміщені в вузлах гранецентрованої кубічної решітки, а іони заліза займають положення з тетраедричним і октаедричним кисневим оточенням. Вісім тетра-положень заселені іонами Fe^{3+} , вісім окта-положень – іонами Fe^{2+} , і ще вісім окта-положень – іонами Fe^{3+} . Якщо магнетит нестехіометричний, то вважається, що в окта-положеннях утворюються катіонні вакансії. Це приводить до того, що у мьосбауерівському спектрі магнетиту інтенсивність ліній, які відповідають октаедричним іонам заліза, буде зменшуватись. Крім того, згідно з [10], за кімнатної температури відношення імовірностей ефекту Мьосбауера $f_{\text{окта}}/f_{\text{тетра}}=0,94 \pm 0,02$, що також робить внесок у зменшення інтенсивності резонансних ліній секстета 2 порівняно з секстетом 1.

Однак, ці причини є недостатніми, щоб пояснити таку різницю відмінності інтенсивностей ліній тетра- і октасекстетів, адже октаедричних іонів у стехіометричному магнетиті є удвічі більше, ніж тетраедричних. ЯГР дослідження монокристалічного магнетиту при $T = 4,2 \text{ K}$, проведене в [11], виявило наявність п'яти нееквівалентних В-положень заліза з різними значеннями ефективних магнітних полів (H_{ef}) від 350 до 539 кЕ. Очевидно, ще можуть виникати додаткові нееквівалентні положення для іонів заліза через спотворення кристалічної ґратки дрібнодисперсного фериту.

Для тетраіонів Fe^{3+} в магнетиті також існують нееквівалентні положення, зумовлені різним В-оточенням, але їм відповідають близькі значення H_{ef} , що приводить лише до розширення резонансних ліній. Оскільки секстет 3 (рис. 3) має ізомерний зсув, характерний для октаедричних положень заліза, то ми цей секстет також відносимо до іонів ($\text{Fe}^{2+} + \text{Fe}^{3+}$) в октаедрах. У разі зменшеного розміру частинок феритового порошку частина октаіонів заліза переходить у стан, близький до суперпарамагнітного, і саме ці іони на ЯГР-спектрі відповідають за секстет №3 [12].

Квадрупольний дублет Д з малою інтенсивністю (3,9 %) і великим розщепленням $\Delta=2,01 \text{ мм/с}$, очевидно, належить двовалентним іонам заліза, що знаходяться в немагнітній фазі. Можливо, це ультрадрібні частинки магнетиту, що перебувають в парамагнітному стані, або залишки солі Мора, яка використовувався під час синтезу зразків.

На рис. 4 наведено ЯГР спектр зразка, відпаленого на повітрі при $T = 673 \text{ K}$. Порівняно зі спектром невідпаленого порошку (рис. 3) зникла структурованість резонансних ліній, а загальна їх ширина зменшилась.

У табл. 1 наведено значення ефективних магнітних полів H_{ef} на ядрах Fe^{57} , ізомерних зсувів δ для трьох секстетів, а також квадрупольних розщеплень Δ та ізомерних зсувів для дублетів, на які було розкладено кожен спектр. Видно, що зі зростанням температури відпалу значення H_{ef} для всіх секстетів зростають. Це може бути пов'язано зі збільшенням розмірів частинок внаслідок їх спікання, а також окисненням двовалентного заліза і перетворенням магнетиту в ферит $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, який має також структуру шпінелі з катіонними вакансіями в октапідрешітці, що відповідає структурній формулі $\text{Fe}^{3+}[\square_{1/3}\text{Fe}_{5/3}^{3+}]\text{O}_4$, (у квадратні дужки поміщені іони Fe^{3+} і катіонні вакансії октаедричної підрешітки).

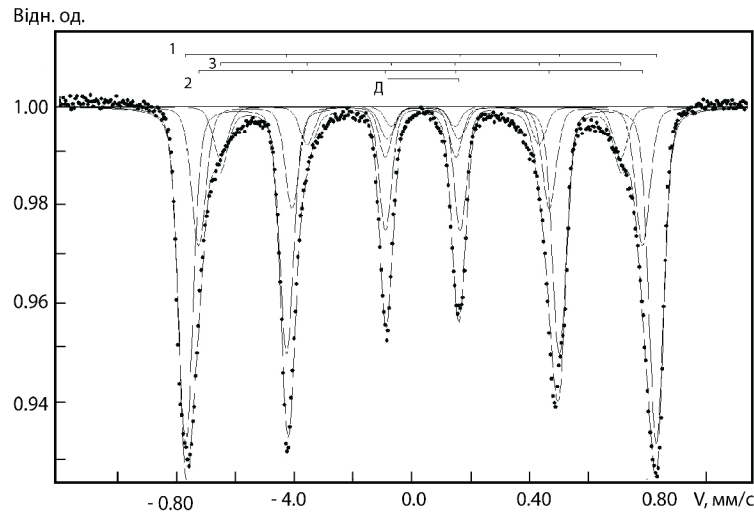


Рис. 4. Спектр Fe⁵⁷ при T = 295 К зразка дрібнодисперсного порошку після відпалу за 673 К

Таблиця 1. Ефективні магнітні поля H_{ef} , ізомерні зсуви δ , квадрупольні розщеплення Δ , відносні інтенсивності $S_{відн.}$ секстетів і дублета в нанопорошках Fe₃O₄, отриманих методом Б

Лінії	ЯГР параметри	Без термообробки	Відпал при 473 К	Відпал при 573 К	Відпал при 673 К
Секстет № 1	$H_{ef}, кЕ$	482	489	492	497
	$\Delta, мм/с$	0,32	0,32	0,32	0,34
	$S_{відн.}, \%$	57,7	67,4	67,9	61,8
Секстет № 2	$H_{ef}, кЕ$	444	371	420	423
	$\delta, мм/с$	0,50	0,37	0,34	0,34
	$S_{відн.}, \%$	24,35	10,31	8,37	9,63
Секстет № 3	$H_{ef}, кЕ$	373	452	463	469
	$\delta, мм/с$	0,35	0,32	0,31	0,30
	$S_{відн.}, \%$	11,2	17,9	21,9	25,5
Дублет	$\Delta, мм/с$	2,01	2,28	2,39	2,41
	$\delta, мм/с$	0,52	0,30	0,36	0,38
	$S_{відн.}, \%$	3,9	4,4	1,87	2,9

Точність вимірювання H_{ef} становила $\pm 1,0 кЕ$, $\delta - \pm 0,02 мм/с$, $\Delta - \pm 0,02 мм/с$.

Кристалічна структура $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ є подібною до структури магнетиту, але на відміну від Fe₃O₄ ферит $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ не містить іонів Fe²⁺. Хоча іони Fe³⁺ в $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ займають тетраедричні і октаедричні положення, однак, магнітні поля на ядрах цих іонів близькі за величиною, і ЯГР спектр складається з шести ліній, ніби для одного значення магнітного поля, яке згідно з [13] становить $496 \pm 0,7 кЕ$, що добре узгоджується з нашими даними для секстету 1 (див. табл. 1) за температури відпалу T = 673 К. Секстети з меншими значеннями H_{ef} , очевидно відповідають частинкам фериту з меншими розмірами.

На рис. 5 наведено графік залежності магнітного моменту (у відносних одиницях) порошку фериту від температури відпалу протягом 6 год. на повітрі. Видно, що в інтервалі 473–523 К магнетит Fe₃O₄ переходить в

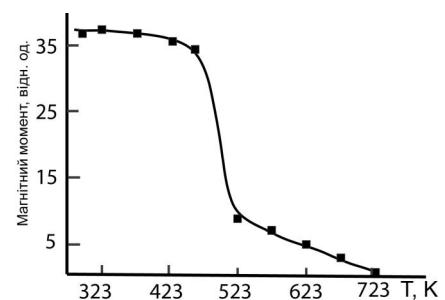


Рис. 5. Залежність магнітного моменту від температури відпалу

γ -Fe₂O₃, який має менший магнітний момент. При подальшому відпалі при $T=723\text{ K}$ γ -Fe₂O₃ переходить антиферомагнетик α -Fe₂O₃, що підтверджено рентгенівськими дослідженнями.

На рис. 6, 7 наведено ЯГР- спектри фериту, отриманого в результаті відпалу у вакуумі дрібнодисперсного порошку №1. Відпал порошку у вакуумі, як встановлено, приводить до утворення кластерних утворень з розмірами (15,0–46,0) нм, що сприяє появі в ЯГР- спектрі чіткої надтонкої структури, характерної для магнетиту. Квадрупольний дублет Д на спектрах (рис. 6, 7) відповідає незначній кількості іонів заліза, які знаходяться в парамагнітному стані.

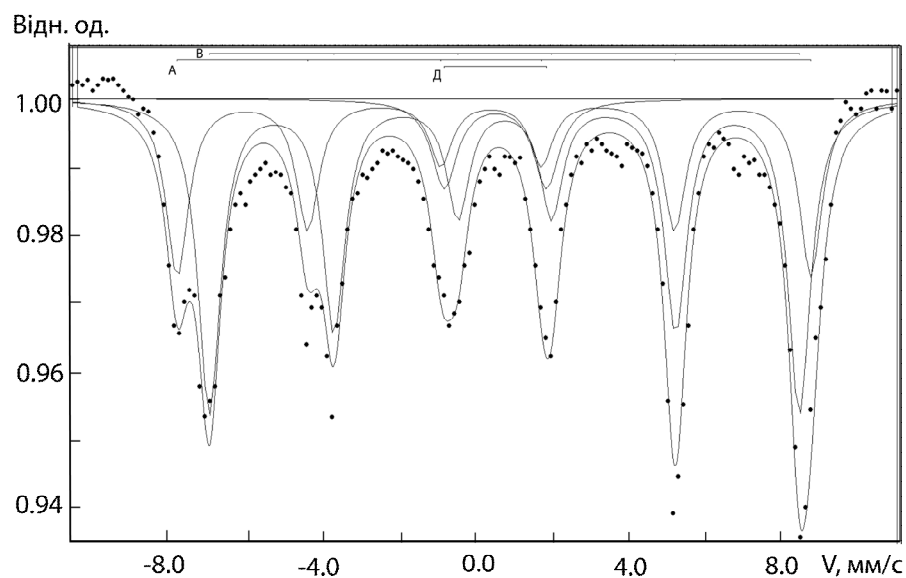


Рис. 6. ЯГР-спектри фериту при $T = 295\text{ K}$, отриманого в результаті відпалу у вакуумі дрібнодисперсного порошку № 1

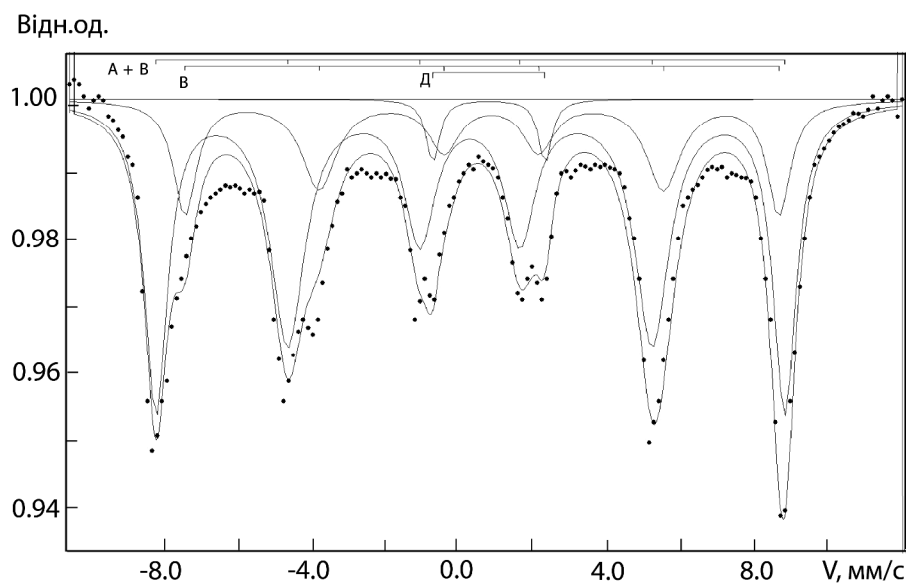


Рис. 7. ЯГР- спектри фериту при $T=85\text{ K}$, отриманого в результаті відпалу у вакуумі дрібнодисперсного порошку №1

Як уже повідомлялось, ЯГР спектри фериту Fe₃O₄ за кімнатної температури є накладанням двох секстетів, що відповідають іонам заліза, які знаходяться в тетраедричній і октаедричній підрешітках. У зв'язку з тим, що ефективні магнітні поля на ядрах іонів заліза в А- і В-підрешітках

мають близькі значення, не всі компоненти зєманівських спектрів цих підрешіток розрізняються. Невелика різниця полів зумовлює лише незначне розширення окремих ліній мьосбауєрівських спектрів.

Вигляд спектрів на рис. 6, 7 пов'язаний з наявністю в магнетиті переходу порядок-безлад за температури 119 K, відомого як "перехід Вервея" [7, 8]. Вище від температури переходу при $T=295\text{ K}$, де кристал є кубічним, в октаедричних положеннях відбувається швидкий обмін електронами між іонами Fe^{3+} і Fe^{2+} і на ЯГР- спектрі для всіх октаіонів заліза спостерігається один зєманівський секстет В (рис. 6), якому відповідає одне значення H_{ef} (див. табл. 2). При охолодженні нижче 119 K симетрія кристала стає орторомбічною, відбувається зміна низки фізичних властивостей магнетиту, зокрема різке зростання електричного опору. Електрична провідність різко падає від 250 до 40 $\text{Om}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$. Виникає упорядкування октаедричних іонів Fe^{3+} і Fe^{2+} , які розміщуються пошарово взаємно перпендикулярними рядами. Між іонами $\text{Fe}^{3+}(\text{B})$ і $\text{Fe}^{2+}(\text{B})$ припиняється швидкий обмін електронами, про що свідчить про присутність у спектрі двох зєманівських секстетів, які відповідають іонам $\text{Fe}^{3+}(\text{A+B})$ і $\text{Fe}^{2+}(\text{B})$ (рис. 7, табл. 2).

Що стосується квадрупольних дублетів, які знаходяться в центральній частині спектрів (рис. 6 і 7), то вони мають великі квадрупольні розщеплення Δ : 2,56 мм/с при 295 K і 2,91 мм/с при 85 K, що дозволяє зробити висновок про їх приналежність до іонів двовалентного заліза в парамагнітній домішці [14].

Висновки

1. При осадженні водних розчинів солей дво- і тривалентного заліза двома методами, що відрізняються вихідними реагентами та параметрами синтезу, одержано нанодисперсні порошки магнетиту Fe_3O_4 з розмірами частинок від 5,0 до 25,0 нм різної стехіометрії.
2. Встановлена за допомогою ЯГР відмінність заселеностей окта- і тетрапідрешіток іонами заліза порівняно зі стехіометричним магнетитом, очевидно, пов'язана з дрібнодисперсністю фериту, вибором вихідних реагентів та умов синтезу.
3. Відпал нанодисперсного порошку магнетиту у вакуумі 10^{-5} мм рт. ст. при $T = 773\text{ K}$ (20 год.) приводить до утворення кластерних утворень з розмірами (15,0–46,0) нм, що сприяє появі в ЯГР спектрі надтонкої магнітної структури, характерної для об'ємних зразків магнітовпорядкованого магнетиту.
4. Для нанопорошку магнетиту з розмірами частинок (15,0–46,0) нм спостерігається фазовий перехід, відомий як "перехід Вервея", який раніше фіксувався методом ЯГР в об'ємних зразках моно- і полікристалічного магнетиту.
5. Зі зростанням температури відпалу нанодисперсного порошку магнетиту на повітрі значення H_{ef} для всіх секстетів зростають, що пов'язано з окисленням двовалентного заліза і поступовим перетворенням магнетиту в ферит $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$.

Таблиця 2. Магнітні поля (κE) на ядрах Fe^{57} в порошках Fe_3O_4

T, K	$\text{Fe}^{2+}(\text{B})$	$\text{Fe}^{3+}(\text{B})$	$\text{Fe}^{3+}(\text{A})$
295	459±1,0		493±1,0
85	480±2,0	505±1,0	

- [1] Бушкова В.С., Тафійчук Ю.М., Вилка І.Я. Особливості технології одержання і дослідження нанорозмірних феритів системи $\text{NiAl}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ // Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології, 10, № 2 (2012) 297-302.
- [2] Upadhyay C., Verma H.C., Rath C., Sahu K.K., Anand V.S., Das R.P., Mishra N.C. Mössbauer study of nanosize $\text{Mn}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ // Journ. Alloys and Comp. 326, №1-2 (2001) 94-99.
- [3] Rath C., Anand S., Das R.P., Sahu K., Kulkarni S.D., Datta S.K., Mishra N.C. Dependence on cation distribution of particle size, lattice parameter and magnetic properties in nanosize Mn-Zn ferrite // Journ. of Appl. Phys. 91, №7 (2002) 2211-2215.

- [4] Taeguyn K., Seunghan H., Hyeon Y. Effect of Cu ions on the formation and magnetic properties of nanocrystalline magnetite prepared in an aqueous solution // IEEE Trans. Magn. 41, №10 (2005) 3484-3486.
- [5] X- ray diffraction data cards. Publ. by Joint. Commit. Chem. analys. by X- ray diffract. Methods, Copyright, 1955.
- [6] Кифер И.И., Пантюшин В.С.. Испытания ферромагнитных материалов / М: Госэнергоиздат, 1955.
- [7] Ющук С.І., Юр'єв С.О., Трухтанов В.А.. Магнітні поля на ядрах атомів у феритах // Вид-во Нац. ун-ту "Львівська політехніка", 2009.
- [8] Bauminger R., Cohen S.G., Marinov A., Ofer S., Segal E. Study of the low temperature transition in magnetic and the internal fields acting on iron nuclei in some spinel ferrites using Mössbauer absorption // Phys. Rev. 122(5) (1961) 1447-1450.
- [9] Бляссе Ж. Кристаллохимия феррошпинелей / М.: Metallurgia, 1968.
- [10] Greatrex R. Mössbauer spectroscopy / in: Spectroscopic properties inorg. and organomet. compounds (London), Vol. 6, 1973.
- [11] Evans B.J., Westrum E.F. Multiple ordering and the low-temperature phase transition in Fe₃O₄ // Phys. Rev. B.1. 5, № 9 (1972) 3791-3794.
- [12] Крупянский Ю.Ф., Суздалев И.П. Размерные эффекты в малых частицах Fe₃O₄ // ЖЭТФ, Т. 67, № 2 (1974) 736-739.
- [13] Krauth A., Tomandl G. Nachweig von durch Druck-order Mahlbehandlung verursachten bleibenden Fechlordanungen in Eisenoxiden mittels Mössbauer effect // Phys. Stat. Solidi, 37, № 1 (1970) 193-197.
- [14] Гольданский В.И. Эффект Мессбауэра и его применение в химии. – М.: Изд. АН СССР, 1963.

SYNTHESIS, STRUCTURE AND MAGNETIC PROPERTIES OF NANOSIZED POWDERS OF IRON FERRITES

S. O. Yuryev, S. I. Yushchuk

Lviv Polytechnic National University, Department of Physics

© Yuryev S. O., Yushchuk S. I., 2014

Fine magnetite powders were obtained by two methods that differed of source products - reagents for its synthesis. In the first method, a mixture of aqueous solutions of ferric chloride and FeCl₂ and FeCl₃ was precipitated using concentrated NH₄OH to pH = 8,0 -10,0, and in the second method a chemically pure Mora salt solutions - Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O and FeCl₃ were used, and the deposition was carried out similarly as in the first method. Fine powders with particle size of 5 to 25 nm were obtained.

Some portions of powders were subjected to heat treatment in air at temperatures of 300...723 K (6 hours). This annealing leads to the formation of γ-Fe₂O₃. The annealing of fine powder derived from chloride in vacuum 10⁻⁵ mm Hg century at T = 773 K for 20 hours leads to the formation of single-phase Fe₃O₄ magnetite, for which phase transition was observed and it was established with the help of NGR measurements..

Key words: magnetite, nanopowder, nuclear gamma resonance, the phase transition.