

Рис. 2. Информационные окна ПК при различных режимах работы модулей а) режим измерения температуры б) режим просмотра архива модуля измерения температуры

Литература

1. Кычкин, А.В. Модель синтеза структуры автоматизированной системы сбора и обработки данных на базе беспроводных датчиков // Автоматизация и современные технологии. – 2009. – № 7. – С.15 – 20.

УДК 621.382

СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА FeCo НАНОТРУБОК

студент гр. 10307112 Марцынкевич С. В.

Научный руководитель - ведущий научный сотрудник НПЦ НАН Беларуси по материаловедению Канюков Е.Ю.

Минск, Беларусь

Введение

Простым методом получения наноматериалов с заданной формой и размерами является шаблонный синтез [1], состоящий из двух основных этапов: получение пористых матриц и заполнение пор необходимым материалом. Заполнение пор обычно осуществляется посредством электрохимического осаждения [2], электронно-лучевой литографии [3], химического осаждения из газовой фазы [4], импульсного лазерного осаждения [5] и некоторых других методов [6-8] и др.

Особый интерес проявляется к наноструктурам, состоящим из сплава кобальта с железом [7], что обуславливается большей намагниченностью насыщения сплава FeCo по сравнению с ней в чистых ферромагнитных металлах Co, Ni и Fe [9].

Дополнительным фактором для создания и изучения свойств кобальт-железных наноструктур является возможность простой функционализации поверхности FeCo [10], позволяющей присоединять к ней лекарственные средства или белки. Это делает FeCo наноструктуры идеальным средством для адресной доставки полезных грузов с использованием магнитного поля.

Активное изучение возможностей практического применения ограничивается лишь отсутствием метода, обеспечивающего возможность контролируемого получения FeCo НТ с кристаллической структурой стенок. Учитывая это, в представляемой работе предлагается простая методика создания FeCo НТ посредством шаблонного синтеза и проводится характеристика их морфологических и магнитных свойств.

Методика получения FeCo наноструктур

Шаблонами для синтеза FeCo НТ служили трековые мембраны на основе пленки полиэтилентерефталата (ПЭТФ) марки Hostaphan® фирмы «Mitsubishi Polyester Film» (Германия) толщиной 12 мкм. Формирование пор в ПЭТФ шаблонах проводилось при

стандартной последовательности операций: облучение, УФ закрепление, химическое травление, промывка. Облучение быстрыми тяжелыми ионами (БТИ) $^{132}\text{Xe}^{22+}$ с энергией 1,75 МэВ/нуклон и флюенсом до 10^9 см^{-2} проводилось на ускорителе ДЦ-60 (Астана, Казахстан). УФ-сенсibilизация облученных пленок осуществлялась с каждой стороны в течение 30 минут при помощи UV-C лампы с длиной волны 253,7 нм. Трансформация образовавшихся в результате воздействия БТИ высокодефектных областей (латентных треков) в поры производилась посредством химического травления в растворе 2,2 М NaOH при температуре $85 \pm 1^\circ\text{C}$ в течение 60 сек, после чего полученные шаблоны обрабатывались в растворах нейтрализации (1,0% водный раствор уксусной кислоты) и промывались в деионизированной воде.

Формирование шаблонов для настоящего исследования проводилось при последовательном облучении БТИ (рисунок 1a) и травлении пленок ПЭТФ в растворе гидроксида натрия (рисунок 1b). Характерное РЭМ-изображение поверхности шаблона приведено на рисунке 1d, а бокового скола, полученного при скалывании предварительно замороженной в жидком азоте полимерной пленки, представлено на рисунке 1e.

Из рисунка 1d видно, что поры равномерно распределены по поверхности и пористость соответствует флюенсу облучения. Диаметры пор составляют $110 \pm 5 \text{ нм}$ при среднем расстоянии между ними $\sim 400 \text{ нм}$. Анализ боковых сколов (рисунок 1e) свидетельствует, что поры имеют цилиндрическую форму с незначительным изменением диаметра (5-7%) вдоль их длины.

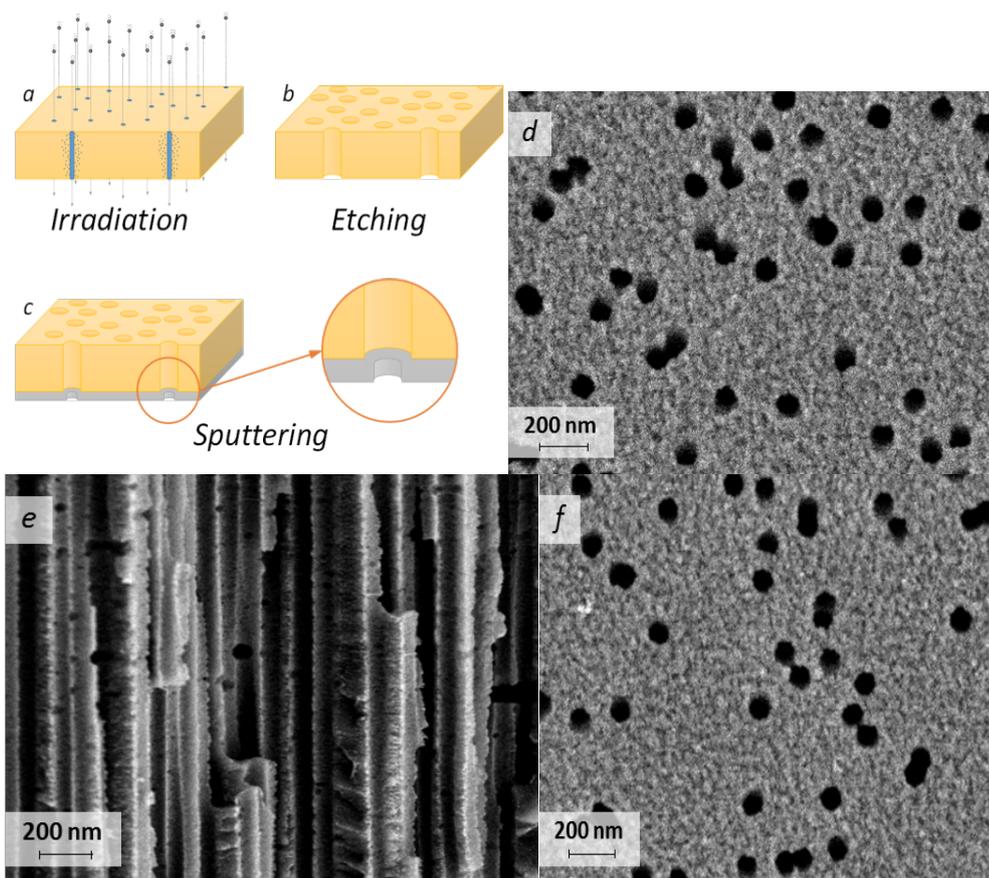


Рис. 1. Схематическое изображение процесса получения шаблонов для электрохимического осаждения FeCo наноструктур (a-c).

РЭМ-изображения бокового скола пленки ПЭТФ (e) и ее поверхности (d, f) до (d, e) и после напыления Au (f).

Заполнение пор металлом велось методом электрохимического осаждения. Для этого из полученных трековых мембран вырезались отдельные куски прямоугольной формы размером $1,0 \times 1,5 \text{ см}^2$. На них методом магнетронного напыления в вакууме наносился слой золота толщиной 10 нм, который служил рабочим электродом (катодом) при осаждении. Шаблоны с напыленными пленками Au плотно прижимались к держателю таким образом, чтобы обеспечить возможность доступа электролита к катоду исключительно через поры. Осаждение проводилось в потенциостатическом режиме при напряжениях $U=1,5 \text{ В}$ и $2,0 \text{ В}$ в электролите следующего состава: $\text{CoSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ (110 г/л), $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ (110 г/л), H_3BO_3 (25 г/л), $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ (3 г/л). Постоянный уровень кислотности раствора в процессе осаждения поддерживался добавлением аскорбиновой кислоты.

Степень заполнения пор металлом контролировалась хроноамперометрическим методом, с регистрацией величины тока на мультиметре Agilent 34410A (рисунок 2а).

Обычно процесс электрохимического осаждения металлов в поры состоит из 4 основных стадий: зародышеобразования, активного роста НТ, образования «крышек» на поверхности НТ и формирования непрерывной металлической пленки на поверхности шаблона.

Первая стадия. Введение разности потенциалов запускает процесс зародышеобразования на дне поры ПЭТФ шаблона (на катоде).

С точки зрения динамики изменения тока осаждения, начало формирования НТ сопровождается резким падением I на ХА. Такое поведение I связано с уменьшением концентрации ионов металла в поре. Учитывая, что восполнение количества ионов внутри поры возможно лишь за счет диффузии (конвективные потоки в столь малых объемах исключены), постоянная их концентрация может поддерживаться только при малых скоростях осаждения.

После установления равновесной концентрации ионов металла внутри поры начинается **вторая стадия** (активного роста НТ), которая в большинстве случаев сопровождается выходом значения I на плато. Однако, с учетом различных особенностей процесса, кривая ХА может иметь различный угол наклона, что связано как с особенностями процесса осаждения [11], [12], так и формой пор [13].

Третья стадия и связанный с ней рост силы тока, относится к достижению НС поверхности поры и формированию над ней «крышки». Рост силы тока связан с увеличением концентрации ионов во внешнем растворе и увеличением площади катода. Таким образом, увеличение силы тока свидетельствует о завершении этапа формирования НТ/НП.

Четвертая стадия. Рост пленки по всей поверхности подложки, которая характеризуется постоянной величиной силы тока.

На основании хроноамперограмм было определено время осаждения, соответствующее максимальной длине НТ (полному заполнению пор шаблона) – 650 сек для $U=1,5 \text{ В}$ и 260 сек для $U=2,0 \text{ В}$. Во избежание закупоривания или образования «крышек» на поверхности НТ, предназначенных для изучения структурных и магнитных характеристик, проводилось неполное заполнение пор металлом, как схематически показано на рисунке 3а. Для этого время осаждения было уменьшено до 600 сек при $U=1,5 \text{ В}$ и 240 сек для $U=2,0 \text{ В}$. Параметры, полученные при указанных режимах массивов FeCo НТ, контролировались с привлечением РЭМ.

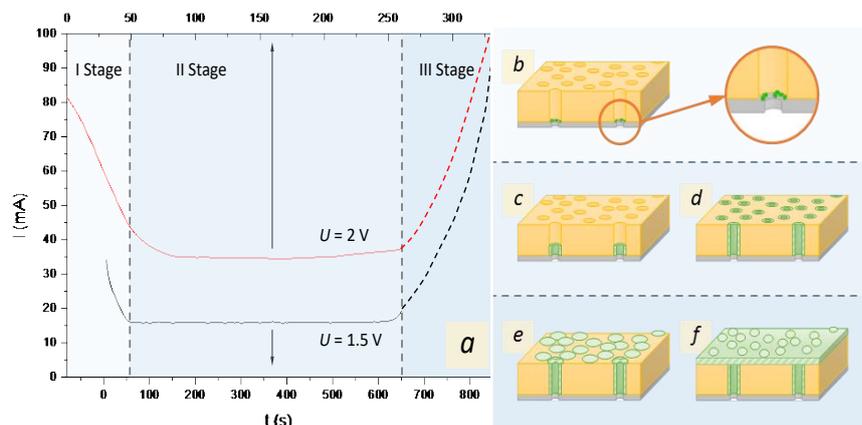


Рис. 2. Электрохимическое осаждение FeCo в поры ПЭТФ: хроноамперограммы осаждения FeCo наноструктур из электролита $\text{CoSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ (110 г/л), $\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$ (110 г/л), H_3BO_3 (25 г/л), $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ (3 г/л) при потенциалах осаждения 1,5 В и 2 В (а), а также схематическое изображение динамики изменения морфологии металлической фазы на основных этапах процесса (b-f).

Изучение состава, морфологических и структурных особенностей электроосажденных кобальт-железных наноструктур проводилось на растровом электронном микроскопе (РЭМ) Hitachi TM3030, оснащенный системой энергодисперсионного анализа (ЭДА) Bruker XFlash MIN SVE при ускоряющем напряжении 15 кВ. Оценка внутренних диаметров FeCo НТ осуществлялась манометрическим методом определения газопроницаемости [14], [15] с использованием прибора Sartochek® 3 Plus 16290. Диапазон изменений избыточного давления лежал в пределах от 0,008 до 0,020 МПа. Прецизионный контроль внешних и внутренних диаметров НТ проводился посредством просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на установке JEM-100 при ускоряющем напряжении 100 кВ. Кристаллическая структура металлической фазы исследовалась при дифракции электронов в выбранной области (SAED) на ПЭМ JEM-100, а также рентгенографически (РСА) на дифрактометре D8 ADVANCE с использованием $\text{Cu K}\alpha$ -излучения рентгеновской трубки и графитового монохроматора на дифрагированном пучке. Дифрактограммы записывались в угловом диапазоне $2\theta = 30-70^\circ$ с шагом $0,03^\circ$ при наборе спектров в течении 9 сек в каждой точке.

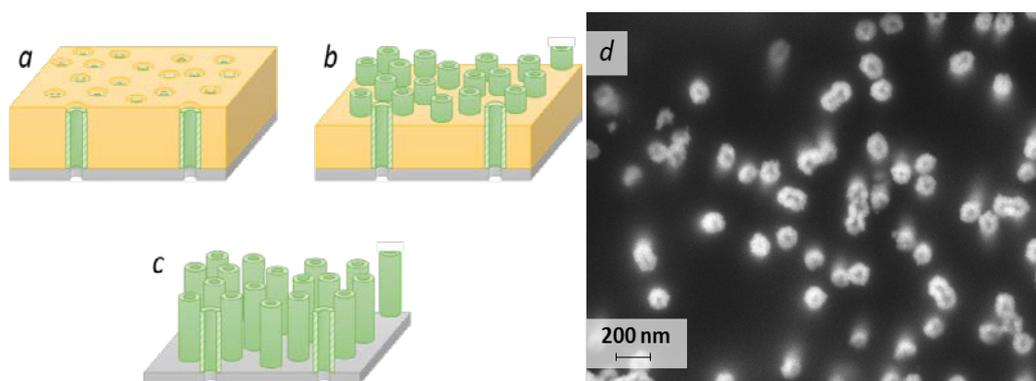


Рис. 3. Схематическое изображение (а-с), РЭМ-изображение (d-f) и ЭДА спектр (g, h) массива FeCo наноструктур полученных в результате электроосаждения при потенциале 1,5 В (е, g) и 2,0 В (d, f, h) в течение 600 сек и 240 сек, соответственно, внутри ПЭТФ шаблона (а), после его частичного (b, d) и полного удаления (с, е).

Электропроводность НТ определялась на основании изучения вольт-амперных характеристик (ВАХ) на мультиметре Agilent 34410А. Из графиков видно, что с увеличением U угол наклона ВАХ возрастает, что соответствует уменьшению сопротивления FeCo наноструктур, что происходит из-за увеличения в составе нанотрубки более проводящего металла Co.

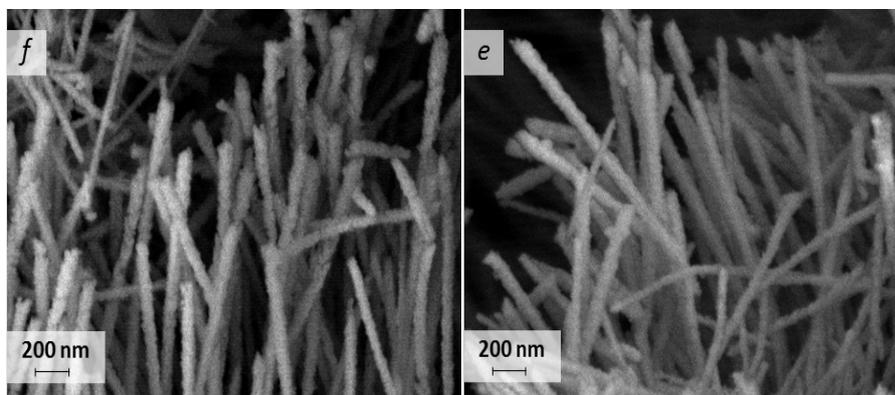
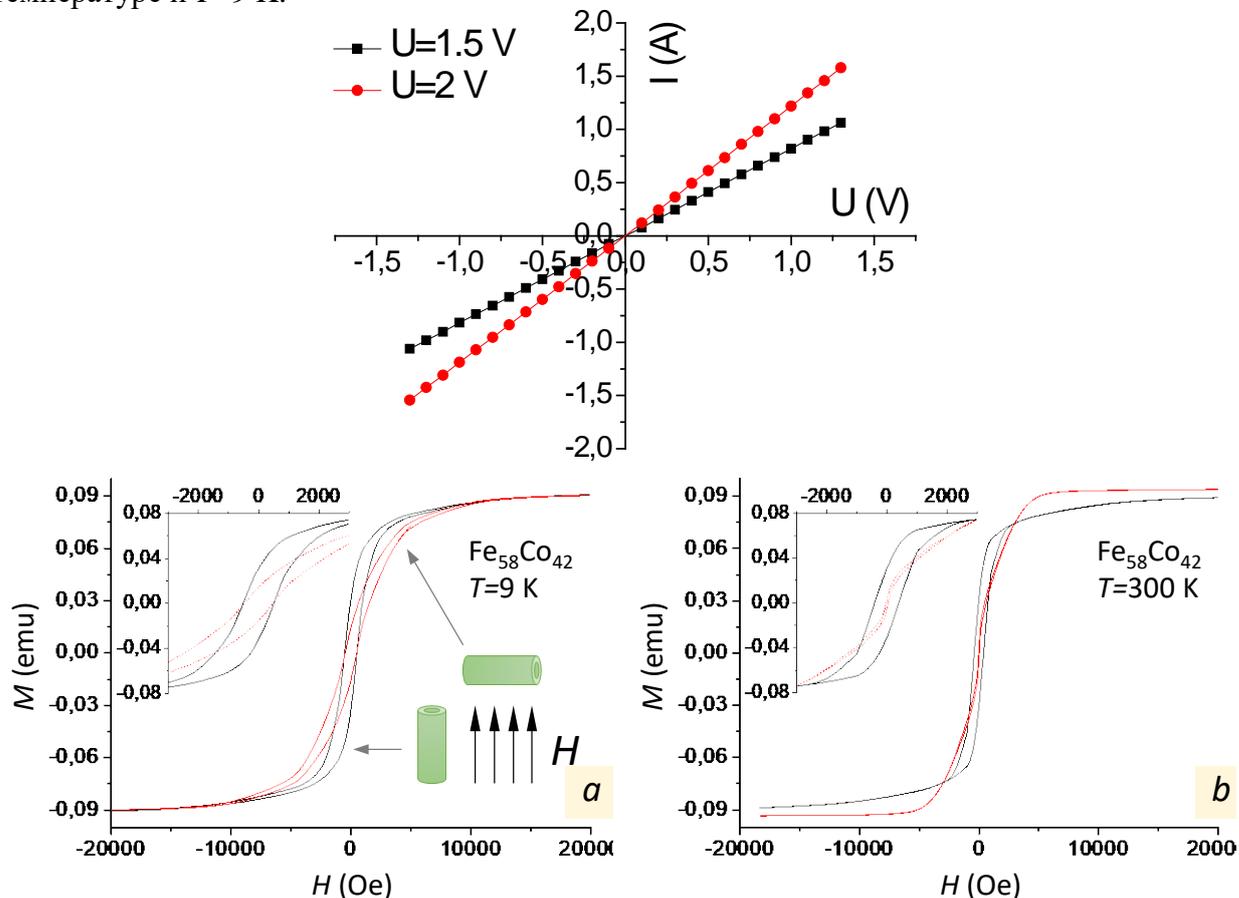


Рис. 4. Вольт-амперные характеристики FeCo нанотрубок, полученных при разных потенциалах электроосаждения.

Магнитные характеристики FeCo НТ изучались на универсальной измерительной системе (автоматизированный вибрационный магнитометр) «Liquid Helium Free High Field Measurement System (фирмы “Cryogenic LTD”, London, UK)». Измерения выполнялись индукционным методом путем измерения наведенной электродвижущей силы индукции в сигнальных катушках колеблющимся с определенной частотой намагниченным образцом в интервале магнитных полей ± 20 кЭ при комнатной температуре и $T=9$ К.



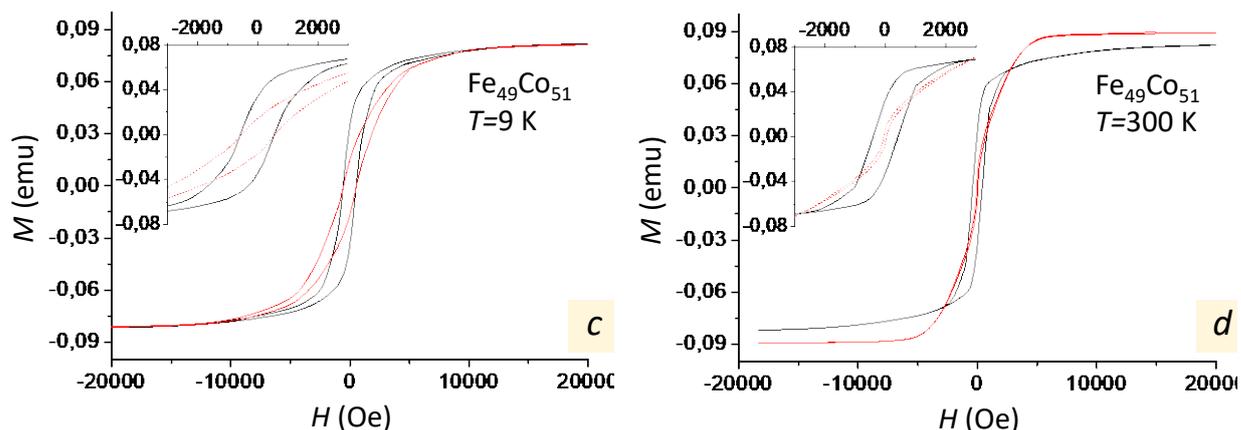


Рис. 5. Петли гистерезиса массива Fe₅₈Co₄₂ (a, b) и Fe₄₉Co₅₁ (c, d) нанотрубок в ПЭТФ шаблоне для параллельного (черная сплошная линия) и перпендикулярного (красная пунктирная линия) направления поля по отношению к ориентации нанотрубок при температурах 300 К (a, c) и 9 К (b, d).

Заключение

С использованием ионно-трековой технологии получены ПЭТФ шаблоны толщиной 12 мкм содержащие цилиндрические поры диаметром 110 нм и средним расстоянием между ними 400 нм. Электрохимическим методом синтезированы FeCo наноструктуры при различных потенциалах осаждения. На основании данных ЭДА показано, что увеличение потенциала осаждения с $U=1,5$ В до $U=2$ В приводит к смещению атомного соотношения металлов в сплаве FeCo в пользу кобальта с 42 ат.% до 51 ат.%. Детальное изучение полученных наноструктур методами РЭМ, ПЭМ и газопроницаемости позволило установить, что кобальт-железный осадок в порах имеет форму полых цилиндров (нанотрубок) длиной $11,8 \pm 0,2$ мкм при величине внешних диаметров, соответствующем диаметрам пор, и толщине стенок 21 нм и 18 нм для Fe₅₈Co₄₂ и Fe₄₉Co₅₁, соответственно.

Анализ структурных особенностей методами PCA и SAED позволил установить, что при более высоких потенциалах осаждения происходит увеличение степени кристалличности FeCo НТ от поликристалла (при $U=1,5$ В) до мозаичного монокристалла (при $U=2,0$ В). Увеличение степени кристалличности косвенно подтверждается ростом электропроводности от $4,6 \cdot 10^{-4}$ См до $6,9 \cdot 10^{-4}$ См. При обоих потенциалах FeCo НТ имеют ОЦК структуру с выделенным направлением (110) при параметре кристаллической решетки $a=2,8535$ Å для Fe₅₈Co₄₂ и $a=2,8531$ Å для Fe₄₉Co₅₁.

На основании анализа результатов измерения зависимости намагниченности от приложенного магнитного поля определены основные магнитные характеристики массива FeCo НТ: H_c , M_r , M_s и M_r/M_s при температурах 9 К и 300 К. Показано, что полученные характеристики сопоставимы с магнитными свойствами НП соответствующих размеров. Сравнение результатов измерения $M(H)$ с мессбауровскими спектрами позволило установить, что уменьшение намагниченности насыщения Fe₅₈Co₄₂ по отношению к Fe₄₉Co₅₁ связано с уменьшением степени кристалличности НТ. На основании анализа данных $M(H)$ и мессбауровских спектров установлено существование магнитной текстуры с преобладающим направлением вдоль оси НТ. Показано, что благодаря большой анизотропии формы, высокому аспектному соотношению (~ 100) и соответствию выделенного направления (110) оси магнитокристаллической анизотропии направление легкой оси намагниченности будет всегда лежать вдоль оси FeCo НТ.

Низкая стоимость описанных в работе методов, возможность управления физическими свойствами получаемых наноструктур через варьирование размерами и

химическим составом, а также простота функционализации поверхности железокобальтовых наноструктур, позволяющая присоединять к ним полезные грузы при адресной доставке лекарств и генов, открывает широкие перспективы для применения FeCo НТ в биотехнологиях.

Литература

1. D. Fink, A. . Petrov, V. Rao, M. Wilhelm, S. Demyanov, P. Szimkowiak, M. Behar, P. . Alegaonkar and L. . Chadderton, *Radiat. Meas.*, 2003, 36, 751–755.
2. V. Haehnel, S. Fähler, P. Schaaf, M. Miglierini, C. Mickel, L. Schultz and H. Schlörb, *Acta Mater.*, 2010, 58, 2330–2337.
3. J. I. Martín, M. Vélez, R. Morales, J. M. Alameda, J. V. Anguita, F. Briones and J. L. Vicent, *J. Magn. Magn. Mater.*, 2002, 249, 156–162.
4. S. Barth, S. Estrade, F. Hernandez-Ramirez, F. Peiro, J. Arbiol, A. Romano-Rodriguez, J. R. Morante and S. Mathur, *Cryst. Growth Des.*, 2009, 9, 1077–1081.
5. J. R. Morber, Y. Ding, M. S. Haluska, Y. Li, J. P. Liu, Z. L. Wang and R. L. Snyder, *J. Phys. Chem. B*, 2006, 110, 21672–21679.
6. Z. Liu, Q. Zhang, G. Shi, Y. Li and H. Wang, *J. Magn. Magn. Mater.*, 2011, 323, 1022–1026.
7. Z. Hua, S. Yang, H. Huang, L. Lv, M. Lu, B. Gu and Y. Du, *Nanotechnology*, 2006, 17, 5106–5110.
8. D. Zhou, T. Wang, M. G. Zhu, Z. H. Guo, W. Li and F. S. Li, *J. Magn.*, 2011, 16, 413–416.
9. J. Qin, J. Nogués, M. Mikhaylova, A. Roig, J. S. Muñoz and M. Muhammed, *Chem. Mater.*, 2005, 17, 1829–1834.
10. C. Kim, S. R. Torati, V. Reddy and S. S. Yoon, *Int. J. Nanomedicine*, 2015, 645.
11. C. Schönenberger, *J. Phys. Chem. B*, 1997, 5647, 5497–5505.
12. M. Motoyama, Y. Fukunaka, T. Sakka and Y. H. Ogata, *Electrochim. Acta*, 2007, 53, 205–212.
13. M. Motoyama, Y. Fukunaka, T. Sakka, Y. H. Ogata and S. Kikuchi, *J. Electroanal. Chem.*, 2005, 584, 84–91..
14. P. Shao, G. Ji and P. Chen, *J. Memb. Sci.*, 2005, 255, 1–11.
15. B. Tylkowski and I. Tsibranska, *J. Chem. Technol. Metall.*, 2015, 50, 3–12.

УДК 621.382

РАЗРАБОТКА СПЕЦИАЛИЗИРОВАННОЙ ОПЕРАЦИОННОЙ СРЕДЫ ДЛЯ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНЫХ СРЕДСТВ СИСТЕМЫ КОМПРЕССИИ РЕЧЕВОЙ ИНФОРМАЦИИ ПРИ ПЕРЕДАЧЕ ПО ПРОВОДНЫМ КАНАЛАМ И РАДИОКАНАЛАМ СВЯЗИ УКВ – ДИАПАЗОНА

студент Малый С.А.

Научный руководитель – к.т.н. Зайцев В.М.

Белорусский национальный технический университет
Минск, Беларусь

Актуальность

Для связи с морскими судами самым распространенным кодеком является кодек Inmarsat-M (система спутниковой радионавигации), используемый ныне всеми странами. Широкое применения этого кодека во всем мире позволяет считать его международным стандартом.

Кодек Inmarsat-M работает по алгоритму IMBE (улучшенное многополосное возбуждение). В основе лежит идея линейного предсказания, заключающаяся в