

А. Лесбаев , Д. Акалим , Д. Ережеп* 

Satbayev University, г. Алматы, Казахстан

*e-mail: darhan_13@physics.kz

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КОМПОЗИТНЫХ ВОЛОКОН НА ОСНОВЕ Fe_3O_4

В современных фундаментальных и прикладных исследованиях защитные материалы, содержащие наноструктуры, становятся все более популярными, что обуславливает их широкое применение в таких областях, как медицина, фармацевтика, электроника и многих других. В данной работе рассматривается метод химической конденсации для интеграции магнитных наночастиц с суперпарамагнитными свойствами в структуры полимерных волокон, открывая новые горизонты для разработки материалов, способных защищать от электромагнитного излучения. Наночастицы магнетита (Fe_3O_4) были синтезированы методом химической конденсации при оптимальном соотношении двух водных растворов солей железа. В качестве исходных реагентов использовались сульфат железа ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), трихлорид железа ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) и 25%-ный водный раствор аммиака ($NH_4OH \cdot H_2O$). Исследования сосредоточены на изучении ультратонких композитных волокон, полученных из синтезированных наночастиц магнетита. В работе будет проведен детальный анализ кристаллической структуры, фазового состава и физико-химических свойств магнитных наполнителей. Для этого будут использованы методы визуализации, такие как сканирующая электронная микроскопия (SEM), трансмиссионная электронная микроскопия (TEM), рентгеноструктурный анализ (XRD) и энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (EDAX). Также будет проведен анализ факторов, влияющих на экранирующие свойства композитных материалов. Полученные результаты могут значительно расширить спектр применения полимерных волокон в качестве защитных материалов в различных высокотехнологичных отраслях.

Ключевые слова: Наночастицы, Магнетит, Fe_3O_4 , Химическая конденсация, Защитные материалы, Электромагнитное излучение.

A. Lesbayev, D. Akalim, D. Yerezhep*

Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

*e-mail: darhan_13@physics.kz

Investigation of nanostructured composite fibers based on Fe_3O_4

In modern fundamental and applied research, protective materials containing nanostructures are becoming increasingly popular, which leads to their widespread use in fields such as medicine, pharmaceuticals, electronics and many others. In this paper, a chemical condensation method is considered for the integration of magnetic nanoparticles with superparamagnetic properties into the structures of polymer fibers, opening up new horizons for the development of materials capable of protecting against electromagnetic radiation. Magnetite nanoparticles (Fe_3O_4) were synthesized by chemical condensation with an optimal ratio of two aqueous solutions of iron salts. Iron sulfate ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), iron trichloride ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) and 25% aqueous ammonia solution ($NH_4OH \cdot H_2O$) were used as initial reagents. The research focuses on the study of ultrathin composite fibers obtained from synthesized magnetite nanoparticles. A detailed analysis of the crystal structure, phase composition and physico-chemical properties of magnetic fillers will be carried out in the work. Imaging techniques such as scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffraction analysis (XRD) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDAX) will be used for this purpose. An analysis of the factors affecting the shielding properties of composite materials will also be carried out. The results obtained can significantly expand the range of applications of polymer fibers as protective materials in various high-tech industries.

Key words: Nanoparticles, Magnetite, Fe_3O_4 , chemical condensation, protective materials, electromagnetic radiation..

А. Лесбаев, Д. Акалим, Д. Ережеп*
Satbayev University, Алматы қ., Қазақстан
*d.yerezhep@satbayev.university

Fe_3O_4 негізіндегі наноқұрылымды композиттік талшықтарды зерттеу

Заманауи іргелі және қолданбалы зерттеулерде наноқұрылымдары бар қорғаныс материалдары барған сайын танымал бола бастады, бұл олардың медицина, фармацевтика, электроника және т.б. сияқты салаларда кеңінен қолданылуына әкеледі. Бұл жұмыс магниттік нанобөлшектерді суперпарамагниттік қасиеттерімен полимер талшықтарының құрылымдарына біріктіруге арналған химиялық конденсация әдісін қарастырады, бұл электромагниттік сәулеленуден қорғауға қабілетті материалдарды әзірлеудің жаңа көкжиектерін ашады. Магнетит нанобөлшектері (Fe_3O_4) темір тұздарының екі сулы ерітіндісінің оңтайлы қатынасында химиялық конденсация әдісімен синтезделді. Бастапқы реагенттер ретінде темір сульфаты ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), темір трихлориді ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) және 25% аммиак сулы ерітіндісі ($NH_4OH \cdot H_2O$) қолданылды. Зерттеулер синтезделген магнетит нанобөлшектерінен алынған ультра жұқа композициялық талшықтарды зерттеуге бағытталған. Жұмыста магниттік толтырғыштардың кристалдық құрылымына, фазалық құрамына және физика-химиялық қасиеттеріне егжей-тегжейлі талдау жасалады. Ол үшін сканерлеуші электронды микроскопия (SEM), трансмиссиялық электронды микроскопия (TEM), рентгендік құрылымдық талдау (XRD) және энергетикалық дисперсиялық рентгендік спектроскопия (EDAX) сияқты бейнелеу әдістері қолданылады. Сондай-ақ, композициялық материалдардың скринингтік қасиеттеріне әсер ететін факторларға талдау жасалады. Нәтижелер полимерлі талшықтарды әртүрлі жоғары технологиялық салаларда қорғаныс материалдары ретінде қолдану аясын едәуір кеңейте алады.

Түйін сөздер: күн элементі, перовскит, функционалды қабат, деградация, тұрақтылық.

Введение

С быстрым развитием информационных технологий и все более широким использованием электромагнитных волн в гигагерцовом диапазоне возникли серьезные опасения по поводу электромагнитных помех. Эти помехи могут нарушить работу оборудования и систем в различных областях, таких как медицина, промышленность, торговля и военная сфера, что может привести к угрозам безопасности и эксплуатационным трудностям. В современном технологически развитом мире электронные устройства играют важную роль в различных аспектах нашей повседневной жизни. Они используются в производстве, бытовой технике, офисах, больницах, на транспорте, военных объектах и даже на спутниках для связи и управления. Однако эти композитные материалы могут генерировать электромагнитное излучение, которое способно вызывать электромагнитные помехи (ЭМП), нарушая работу других электронных систем. Для минимизации данного риска и обеспечения стабильной работы всех устройств необходимо внедрение соответствующих мер экранирования и защиты. Помимо искусственных источников, электромагнитные волны могут также генерироваться природными явлениями, такими как грозовые разряды, солнечные вспышки, электро-

статические разряды, а также магнитные бури и космические лучи. Магнитные бури, вызванные солнечной активностью, могут создавать значительные помехи в работе спутниковых систем и линий электропередач, в то время как космические лучи могут оказывать влияние на высокочувствительные приборы и вызывать сбои в электронике. Электромагнитные помехи могут серьезно повлиять на серверные центры обработки данных и другие сетевые устройства, особенно в критически важных областях, таких как оборонная и банковская сферы. Любая утечка конфиденциальной информации вследствие воздействия электромагнитных помех может привести к серьезным последствиям, что подчеркивает важность принятия мер для защиты данных систем от подобных внешних воздействий. Для предотвращения подобных рисков следует разрабатывать и применять экранирующие материалы, фильтры и защитные системы, которые могут эффективно подавлять электромагнитные возмущения и обеспечивать безопасность функционирования электронных устройств [1–5].

На основании вышеизложенной информации можно сделать вывод, что материалы, устойчивые к электромагнитным помехам, имеют решающее значение для стабильной работы электронных устройств и защиты людей и окружающей среды от вредного электромагнитного

излучения. Поэтому крайне важно исследовать материалы и методы, которые могут наилучшим образом предотвратить электромагнитные помехи в современных электронных системах [6–11].

Однако эффективность экранирования системы также зависит от того, как материал экрана взаимодействует с электромагнитными волнами и рассеивает их. Отражение происходит из-за различий в свойствах материала экрана и падающей волны, известных как несоответствие импеданса. В результате часть электромагнитного излучения отражается от поверхности экрана. Потери на отражение связаны с взаимодействием подвижных зарядов в материале экрана и электромагнитного излучения и определяются как отношение сопротивления материала к его собственному удельному сопротивлению [12] [13]. Чтобы эффективно экранировать электромагнитное излучение, материал должен обладать определенными свойствами: высокой электропроводностью (σ), высокой диэлектрической проницаемостью (ϵ) и высокой магнитной проницаемостью (μ). Эффективность экранирования композитных волокон определяется их способностью сочетать электропроводность и магнитную проницаемость, что обеспечивает как отражение, так и поглощение электромагнитного излучения. Первичное отражение зависит от отношения проводимости к проницаемости, тогда как поглощение пропорционально их произведению. Включение Fe_3O_4 в состав волокон способствует увеличению магнитной проницаемости, что позволяет улучшить эффективность поглощения. Кроме того, за счет умеренной электропроводности наноструктурированных волокон важную роль в экранировании играет диэлектрическая проницаемость (ϵ), которая дополнительно повышает эффективность взаимодействия с электромагнитными волнами. Эти параметры оказывают существенное влияние на способность блокировать электромагнитное излучение [14–16].

В современных электронных устройствах материалы, защищающие от электромагнитных помех, играют решающую роль. Эти материалы должны обладать определенными свойствами: они должны быть устойчивыми к коррозии, гибкими, иметь низкий коэффициент теплового расширения и простыми в обработке. Кроме того, они должны эффективно блокировать электромагнитное излучение. Чтобы обеспечить легкость и долговечность устройств, материалы, используемые для защиты от помех, также сами должны быть легкими и долговечными.

Поскольку электронные системы уменьшаются в размерах, материалы для защиты от помех должны быть не только легкими, но и высоконадежными.

В отличие от традиционных экранирующих материалов, таких как металлы и ферромагнитные композиты, наноструктурированные композитные волокна на основе Fe_3O_4 обеспечивают не только защиту от электромагнитных помех, но и легкость и гибкость, что делает их удобными для использования в различных сферах, включая электронику и телекоммуникации. Использование наноструктурированных волокон позволяет оптимизировать их электромагнитные свойства и добиться высокой эффективности в экранировании без значительного увеличения массы или жесткости материала. Однако, хотя металлы эффективны, у них есть ограничения. Например, их может быть трудно формировать, и они имеют высокую плотность. Кроме того, металлы подвержены коррозии и могут быть дорогими в производстве, что делает их менее желательными для определенных применений [17–19].

Наночастицы магнетита, также известные как Fe_3O_4 , являются перспективным решением для защиты от электромагнитных помех. Эти наночастицы обладают уникальными свойствами, включая магнитные и диэлектрические характеристики, а также хорошую теплопроводность. Стоит отметить, что эти наночастицы нетоксичны и эффективно проводят электричество, что делает их безопасным и эффективным вариантом для различных применений. Еще одним преимуществом наночастиц магнетита является их способность контролировать свою форму, что отличает их от других магнитных материалов [20–25].

В данной статье представлен синтез магнетита (Fe_3O_4) с использованием двух методов: химической конденсации и жидкофазного горения. Целью исследования было изучение влияния различных химических путей и типов защитных реагентов на образование Fe_3O_4 , а также его фазовый состав, чистоту и т.п.

Методы

2.1 Метод химической конденсации (наночастиц Fe_3O_4)

Наночастицы Fe_3O_4 могут быть синтезированы методом химической конденсации, который включает несколько этапов. Сначала происходит приготовление исходных растворов, содержащих соли железа, например, $FeCl_2$ и $FeCl_3$.

Эти растворы смешиваются в присутствии щелочного агента, такого как аммиак или гидроксид натрия, что приводит к осаждению частиц Fe_3O_4 . Затем полученный осадок промывается, сушится и подвергается термической обработке для стабилизации структуры наночастиц. Такой подход позволяет контролировать размер и форму наночастиц, что важно для достижения оптимальных свойств экранирования.

На первом этапе синтеза готовятся исходные растворы солей железа. В качестве исходных веществ обычно используют хлориды железа (FeCl_2 и FeCl_3), которые растворяют в деионизированной воде для получения исходных растворов. Важно поддерживать определенное соотношение и концентрацию солей для обеспечения желаемых характеристик конечного продукта.

Далее, к растворам солей железа добавляется щелочной агент, такой как аммиак (NH_3) или гидроксид натрия (NaOH), который действует как осадитель. В результате добавления щелочного агента происходит реакция осаждения, в ходе которой образуются наночастицы Fe_3O_4 . Этот процесс осуществляется при тщательном контроле температуры и скорости добавления реагентов, что позволяет регулировать размер и распределение частиц. Температура синтеза обычно поддерживается в диапазоне $60\text{-}80^\circ\text{C}$ для достижения оптимальных условий образования магнетита.

После осаждения наночастицы отделяются от раствора путем центрифугирования, промываются деионизированной водой и этанолом для удаления остатков примесей и побочных продуктов реакции. Промывание повторяется несколько раз для достижения высокой чистоты наночастиц. Затем осадок сушат при повышенной температуре (обычно около $60\text{-}80^\circ\text{C}$) в течение нескольких часов для удаления остаточной влаги.

На заключительном этапе наночастицы подвергаются термической обработке, чтобы улучшить их кристаллическую структуру и стабилизировать магнитные свойства. Термическая обработка проводится при температуре порядка $200\text{-}300^\circ\text{C}$, что способствует увеличению кристалличности и улучшению магнитной проницаемости полученных наночастиц.

Таким образом, метод химической конденсации позволяет получить наночастицы Fe_3O_4 с высоким уровнем контроля над их структурой и свойствами. Этот метод обеспечивает возможность синтеза наночастиц с оптимальными

характеристиками для применения в композитных волокнах, предназначенных для защиты от электромагнитного излучения.

2.2 Композиты с использованием наночастиц

Производство композиционных материалов с использованием наночастиц магнетита (Fe_3O_4) в качестве добавок осуществляется в несколько этапов. Этот процесс позволяет создать материалы с улучшенными электромагнитными свойствами за счет равномерного распределения наночастиц магнетита в матрице композита.

На первом этапе подготавливается полимерная матрица, которая будет служить основой для композита. В качестве матрицы могут использоваться различные полимеры, такие как полиэтилен, полипропилен, эпоксидные смолы или полиуретаны, в зависимости от требуемых свойств конечного материала. Полимер предварительно расплавляется или растворяется для создания однородной массы.

Затем к полимерной матрице добавляются наночастицы магнетита. Важно обеспечить равномерное распределение наночастиц в объеме матрицы, так как это влияет на электромагнитные и механические свойства композита. Для этого используются различные методы смешивания, такие как ультразвуковое диспергирование, механическое перемешивание или высокоэнергетическое смесительное оборудование. Эти методы позволяют достичь высокой степени дисперсии наночастиц и предотвратить их агломерацию.

После добавления наночастиц магнетита смесь подвергается процессу формования, в ходе которого композит приобретает требуемую форму. Формование может осуществляться методами литья под давлением, экструзии или прессования, в зависимости от особенностей производственного процесса и типа полимерной матрицы. Во время формования важно контролировать условия, такие как температура и давление, чтобы избежать деградации полимера и сохранить структуру наночастиц.

На заключительном этапе производится охлаждение и затвердевание материала, после чего композитный материал готов к использованию. Дополнительно могут быть проведены обработки, такие как термическая стабилизация или механическая обработка, чтобы улучшить свойства конечного продукта и придать ему необходимые характеристики.

2.3 Характеристика

Для оценки характеристик композиционных материалов с добавлением наночастиц магнетита были проведены различные виды анализа: морфологический, структурный, поверхностный и магнитный.

Морфология материалов изучалась с использованием сканирующего электронного микроскопа (FEI Quanta 200i 3D), что позволило определить распределение наночастиц в полимерной матрице и выявить возможные агломераты. Для детального анализа структуры и размеров наночастиц использовался просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM-1011, который обеспечивал высокое разрешение и позволял выявить особенности формы и размера частиц.

Удельная поверхность наночастиц оценивалась методом БЭТ (Брунауэра-Эммета-Теллера) с помощью прибора «СОРБОМЕТР-М». Данный параметр играет важную роль в взаимодействии наночастиц с полимерной матрицей и влияет на эффективность экранирования. Высокая удельная поверхность способствует лучшему взаимодействию наночастиц с окружающей средой, повышая эффективность экранирования.

Магнитные свойства наночастиц изучались с помощью вибрационного магнитометра Cryogenic 14T. Измерение магнитного момента позволило определить магнитную проницае-

мость наночастиц, что является ключевым фактором для оценки их вклада в экранирующие свойства. Результаты показали, что наночастицы магнетита обладают высокой магнитной проницаемостью, что способствует значительному улучшению экранирующих характеристик композита.

Экранирующие свойства композиционных материалов оценивались с использованием автоматизированной системы измерения коэффициента пропускания и отражения (SNA 0,01-18). Анализ падения и отражения волн проводился в диапазоне частот от 0,7 до 17 ГГц с использованием рупорной антенны 6P-23M, что позволило точно измерить коэффициенты отражения и пропускания, а также определить эффективность экранирования.

Результаты и обсуждения

Кристаллическую структуру магнетитовых наночастиц изучали методом рентгеноструктурного анализа, используя дифрактометры MiniFlex 300/600 и Dron-4. Результаты показали, что магнетитовые наночастицы, полученные химической конденсацией, имеют кристаллическую структуру шпинели. В Таблице 1 представлены результаты рентгенофазового анализа, а на Рисунке 1 изображены данные рентгеноструктурного анализа, выполненного с применением дифрактометра MiniFlex 300/600.

Таблица 1 – Рентгеновские дифрактометрические данные наночастиц

<i>2-theta(deg)</i>	<i>d(ang.)</i>	<i>Heightcps</i>	<i>FWHMdeg</i>	<i>Int. I cps deg</i>	<i>Phase name</i>
18,5(4)	4,8(11)	71(24)	0,6(14)	65(14)	Fe304(111)
30,1(3)	2,9(3)	481(63)	0,5(3)	354(22)	Fe304(2,2,0)
35,5(14)	2,5(9)	1876(125)	0,5(13)	1530(25)	Fe304(3,1,1)
43,2(4)	2,1(18)	474(63)	0,5(4)	364(21)	Fe304(4,0,0)
53,6(10)	1,7(3)	201(41)	0,7(10)	220(23)	Fe304(4,2,2)
57,2(4)	1,6(10)	701(76)	0,6(3)	641(20)	Fe304(5,1,1)
62,7(3)	1,5(6)	1008(92)	0,6(2)	943(24)	Fe304(4,4,0)
71,3(7)	1,3(12)	66(23)	0,9(4)	101(24)	Fe304(6,2,0)
74,2(12)	1,3(18)	214(42)	0,7(19)	326(30)	Fe304(5,3,3)

Результаты рентгенофазового анализа свидетельствуют о том, что исследуемый образец представлен преимущественно фазой магнетита (Fe_3O_4), содержащего наночастицы с отклонениями от стехиометрического состава. Снижение параметра кристаллической решетки служит

этому подтверждением. Это подтверждается уменьшением параметра кристаллической решетки. Также возможно наличие небольшого количества гематита (Fe_2O_3), но его трудно идентифицировать из-за сходства их кубической симметрии. Дифракционная картина образца по-

казывает типичный фон для железосодержащих соединений при использовании медного излучения. Помимо кристаллических фаз, выявленных дифракционными линиями, присутствует

аморфная фаза, проявляющаяся ореолом с максимумом на $18,8^\circ$. Средний размер кристаллитов оксида железа, рассчитанный по уравнению Шеррера, составил 13 нанометров.

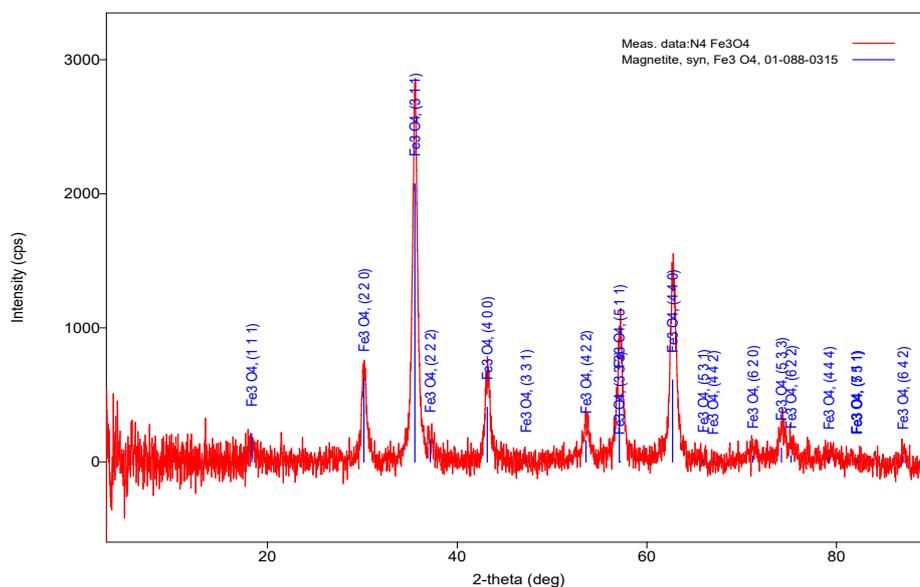


Рисунок 1 – Рентгенограмма наночастиц магнетита

Для исследования наночастиц магнетита использовался микроскоп Leica DM600M (Рисунок 2). Наблюдения при увеличениях от $\times 100$ до $\times 1500$ позволили изучить текстуру поверхности наночастиц. Наночастицы магнетита имели характерный черный цвет с металлическим блеском, который был замечен при всех увеличениях. Электронная микроскопия не подошла бы для этого, так как требует предварительной суш-

ки образцов. Одним из ключевых достоинств магнетитовых наночастиц является отсутствие необходимости в сушке перед добавлением их в защитные покрытия, что делает возможным их использование непосредственно после синтеза. Для подготовки к исследованию наночастицы промывали дистиллированной водой и затем подвергали сушке при температуре 70°C (48 часов).

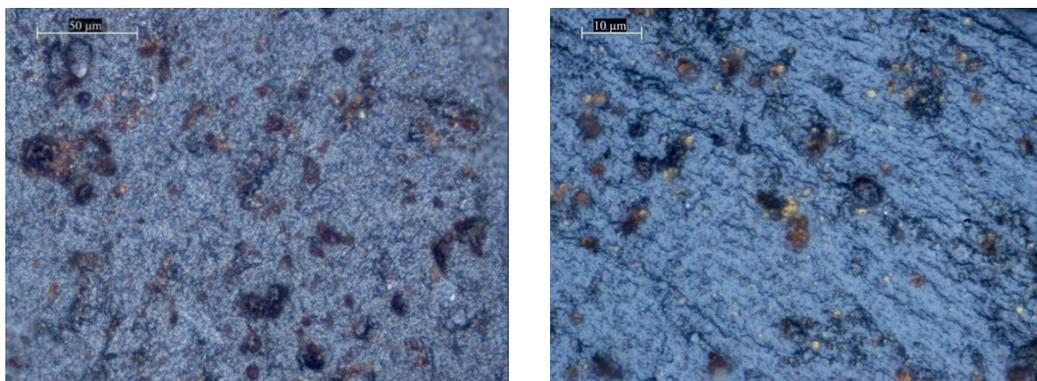
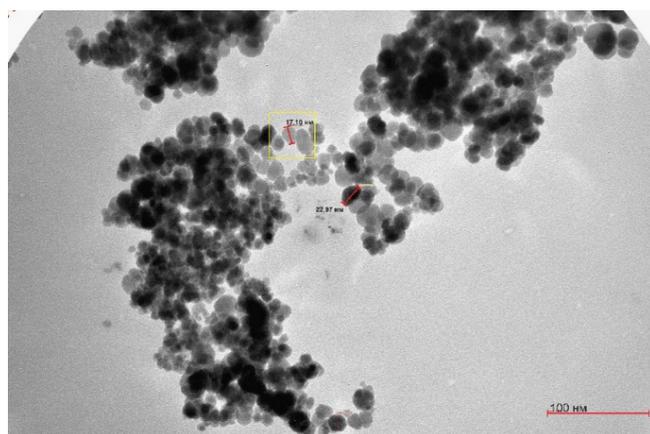


Рисунок 2 – Оптические изображения наночастиц при различных увеличениях. Правое изображение было получено при увеличении 50 мкм, а левое – при увеличении 10 мкм.

В данном исследовании для определения размера, структуры и формы материалов применялась просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Объектом анализа были магнетитовые наночастицы (см. Рисунок 3). Результаты показали, что средний размер сферических наночастиц составляет $11 \pm 0,3$ нанометра. Также были обнаружены агломераты или кластеры наночастиц, которые, вероятно, образовались в процессе подготовки к ПЭМ-анализу.



При разработке композиционных материалов важно учитывать гранулометрический состав порошка, выступающего в качестве активного компонента. На Рисунке 3 приведена гистограмма распределения размеров частиц порошка, которая была построена на основе измерения 30 случайно выбранных наночастиц. Анализ показал наличие бимодального распределения частиц различных размеров.

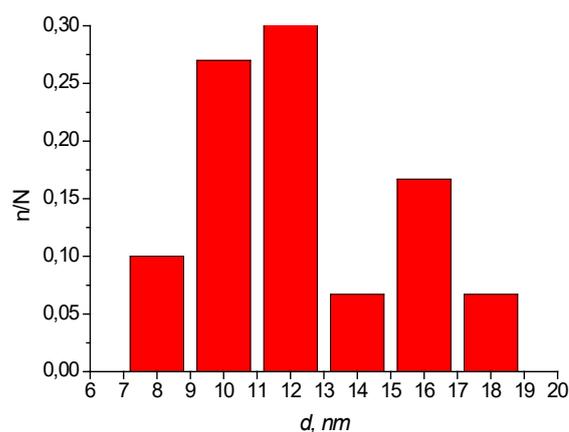


Рисунок 3 – ПЭМ-изображения наночастиц магнетита (справа), полученные с помощью СКК, и распределение по размерам (слева)

Удельная поверхность частиц является критическим параметром, который оказывает значительное влияние на их реакционную активность и эффективность применения. Именно измерение этого показателя позволяет точно определить средний размер частиц, что важно для оценки их химической и физической поведения. Магнетитовые наночастицы, полученные методом химической конденсации, были тщательно проанализированы методом БЭТ (Брунауэра-Эмметта-Теллера), и результаты показали высокую удельную площадь поверхности в $131,88 \text{ м}^2/\text{г}$. Такой высокий показатель свидетельствует о значительном потенциале данных наночастиц для различных приложений. Исходя из полученных данных, средний размер магнетитовых наночастиц может быть рассчитан по следующей формуле:

$$D = \frac{6}{\rho \cdot S} \quad (3)$$

где D – средний размер наночастиц, ρ – плотность материала, а S – удельная поверхность. Этот расчет позволяет более точно оценить ха-

рактеристики наночастиц и их потенциальные применения в таких областях, как катализ, магнетизм и композитные материалы.

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) дала возможность детально изучить форму и размер наночастиц магнетита, применяемых в нашем исследовании. Результаты показали, что частицы имеют преимущественно сферическую форму, а их средний диаметр составляет приблизительно 10 нанометров с очень малым стандартным отклонением – всего 0,5 нанометра. Это высокое качество размерного распределения согласуется с данными, полученными при ПЭМ-исследованиях, что подтверждает точность нашего подхода. Более того, примененная методика синтеза, основанная на использовании сульфата железа, трихлорида железа и 25%-го раствора аммиака, продемонстрировала свою способность стабильно обеспечивать синтез магнетитовых наночастиц с точно контролируемыми размерами и в значительных количествах. Это свидетельствует о высоком потенциале методики для масштабного производства наноматериалов с заданными свойствами.

Рентгеноструктурный анализ, выполненный на дифрактометрах и Dron-4, показал, что магнетитовые наночастицы состоят исключительно из одной фазы – Fe_3O_4 и имеют кристаллическую структуру типа шпинель. Важно отметить, что параметр кристаллической решетки этих наночастиц оказался ниже, чем у традиционных сыпучих материалов, что указывает на возможные уникальные физико-химические свойства, обусловленные наномасштабным размером частиц. Такое изменение в параметре решетки может свидетельствовать о значительных изменениях в характеристиках материала, таких как магнитные или каталитические свойства, что делает эти наночастицы перспективными для различных областей применения.

Согласно результатам, полученным с использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и энергодисперсионного рентгеновского анализа (EDAX), было установлено, что магнетитовые наночастицы обладают сферической формой и плотной непористой структурой. Энергодисперсионный анализ (EDAX) позволил уточнить химический состав наночастиц: 45,32% атомов приходится на железо, а 54,68% – на кислород. Такая точность данных свидетельствует о стабильности состава, а плотная структура частиц подчеркивает их потенциальную устойчивость в различных приложениях, что делает эти наноматериалы особенно интересными для дальнейшего изучения и использования.

Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) также показали, что наночастицы имеют средний размер 11 нанометров и сферическую форму. Распределение частиц по размерам оказалось бимодальным, при этом среднее значение размера составляет 10 нанометров, рассчитанное на основе измерений удельной поверхности. Эти выводы согласуются с результатами, полученными с помощью TEM и SEM, что подтверждает надежность наших анализов и выводов.

Магнитные характеристики образцов магнетитовых наночастиц были измерены с использованием криогенного вибрационного магнитометра, работающего при мощности 14 Тесла. Полученные данные представлены на Рисунке 4. Результаты измерений продемонстрировали, что магнетитовые наночастицы переходят в суперпарамагнитное состояние, о чем свидетельствует отсутствие гистерезисной петли на кривой намагниченности под воздействием внешнего магнитного поля. Этот феномен можно объяснить формированием однодоменной структуры внутри наночастиц, что способствует равномерному распределению намагниченности по всему объему частиц. Такой переход в суперпарамагнитное состояние делает наночастицы особенно привлекательными для использования в высокочувствительных магнитных приложениях, где минимизация остаточной намагниченности является ключевым фактором.

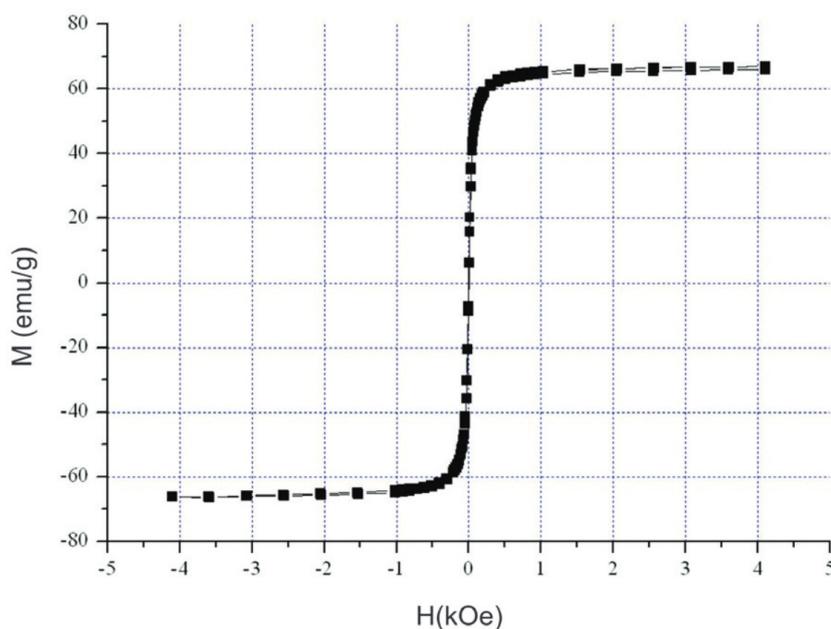


Рисунок 4 – Магнитный гистерезис наночастиц

Механические свойства экранирующего композиционного материала исследовали на образцах цементного камня, которые были изготовлены из цементного теста с добавлением магнетитовых наночастиц. После процесса затвердевания полученный цементный камень соответствовал нормативным требованиям стандартов ГОСТ и ASTM C349. Использование магнетитовых наночастиц позволило усилить цементный камень, что повышает его перспективность для применения в строительных и защитных материалах. Полученные образцы показали не только соответствие стандартам, но и улучшенные физико-механические характеристики, что делает их отличным кандидатом для инновационных строительных решений.

Выбор цементного камня для данного исследования обусловлен тем, что бетон является композитным материалом, включающим вяжущее, воду, заполнители (как крупные, так и мелкие) и армирующие элементы. Эти составляющие оказывают значительное влияние на точность измерений, связанных с влиянием магнетитовых наночастиц на механические свойства бетона. Чтобы обеспечить качественную оценку и точное определение воздействия магнетита на характеристики композита, в испытаниях были использованы два различных типа цемента: портландцемент и белый цемент Ultra CEM Blanc. Для всех образцов водоцементное отношение поддерживалось на постоянном уровне, равном 0,45, что позволило минимизировать вариативность и гарантировать воспроизводимость результатов. Такой подход позволил объективно оценить влияние магнетитовых наночастиц на механические свойства композиционного материала и сделал возможным сравнение различных типов цемента в условиях одинаковой подготовки.

Для определения максимальной концентрации магнетитовых добавок, при которой сохраняются механические свойства цементного камня, были изготовлены образцы с различными массовыми долями магнетитовых наночастиц. В качестве эксперимента массовая доля наночастиц составила 0,5% для белого цемента и 1% как для белого, так и для портландцемента. Для проведения испытаний на механические свойства использовали образцы стандартного размера 40 x 40 x 160 миллиметров. Такой подход позволил провести сравнительный анализ влияния магне-

титовых добавок на различные типы цемента и определить оптимальную концентрацию, при которой механические характеристики цементного камня остаются на высоком уровне, обеспечивая прочность и долговечность материала.

Учитывая важность механических свойств цементных материалов, которые занимают центральное место в строительной отрасли благодаря их прочности и устойчивости к воздействию внешних факторов, критически важно оценивать способность бетона выдерживать внешние нагрузки. Эта способность напрямую зависит от прочности цементной матрицы и эффективности ее сцепления с заполнителями. В данном исследовании проводились измерения прочностных характеристик цементного камня с добавлением магнетитовых наночастиц и без них, в соответствии с требованиями стандартов ASTM. Существенное увеличение прочности было зафиксировано на протяжении первых 28 дней отверждения, после чего темпы ее роста значительно снизились. Для оценки долгосрочного поведения материала измерения механических свойств проводились спустя 28 дней, что позволило выявить потенциальные преимущества использования магнетитовых наночастиц в качестве модифицирующей добавки для улучшения характеристик композиционных строительных материалов.

Сначала стандартными методами измеряли прочность на изгиб до разрушения, а затем проводили испытания на прочность при сжатии с использованием сломанных образцов. Для обеспечения точности каждый образец прошел три испытания на изгиб и шесть испытаний на сжатие. После проведения каждого испытания образцы подвергались тщательному визуальному осмотру с целью выявления возможных трещин. Образцы, на которых были обнаружены трещины, исключались из дальнейших испытаний на прочность, чтобы избежать искажения результатов. Окончательные измерения, использованные для оценки механических характеристик образцов, изготовленных на основе белого цемента Ultra CEM Blanc, представлены в Таблице 2. Такой подход обеспечил высокую точность и надежность результатов, исключив влияние дефектов на общую оценку прочностных свойств материала, что особенно важно при анализе инновационных добавок в цементных композициях.

Таблица 2 – Испытания механических свойств

Массовая доля магнетита	Прочность на изгиб (кН)			Прочность на сжатие (кН)					
	0%	4100	4350	4300	126,8	150,1	151	155	149
0,5%	4250	4370	4650	115,5	-	152,5	112,3	126,3	127,5
1%	4650	4450	4700	-	144,7	139,7	153	149,3	152,7

Результаты проведенных испытаний показывают, что прочность на изгиб эталонного образца, не содержащего магнетитовых наночастиц, составила в среднем примерно 4250 кН. В то время как образцы с добавлением 0,5% магнетитовых наночастиц продемонстрировали среднюю прочность на уровне 4423 кН, а образцы с 1% наночастиц показали увеличение до примерно 4600 кН. Несмотря на отмеченный рост прочности, различия между образцами без добавок и с добавками магнетита были незначительными, что указывает на отсутствие существенного влияния магнетитовых наночастиц на прочность при изгибе. Тем не менее, данный результат демонстрирует потенциальную устойчивость магнетитовых добавок при сохранении базовых механических свойств материала, что может быть полезным при рассмотрении других параметров, таких как магнитные или термические свойства.

Средняя прочность на сжатие контрольного образца, не содержащего магнетит, составила приблизительно 148 кН. Образцы с добавлением магнетита в количестве 0,5% и 1% продемонстрировали средние значения прочности около 127 кН и 148 кН соответственно. Неоднородность результатов при испытаниях на сжатие может быть связана с возникновением микротрещин после проведения испытаний на изгиб, которые остались незамеченными и не могли быть выявлены без разрушительного контроля. Такие микротрещины могут существенно снижать прочностные характеристики, что подчеркивает важность использования неразрушающих методов анализа для более точной оценки качества материала. Эти результаты показывают, что добавление магнетитовых наночастиц не приводит к значительному изменению прочности на сжатие, однако они позволяют сохранить основные механические свойства материала.

Несмотря на указанные сложности, общие результаты испытаний показали, что добавление магнетитовых наночастиц в концентрации до 1,00% не оказало существенного влияния

на прочностные характеристики цемента Ultra SEM. Этот цемент выделяется высоким уровнем механической прочности и эстетически привлекательным белым цветом благодаря специфическому химическому составу и уникальной технологии производства. Исследование подтвердило, что введение магнетитовых наночастиц в матрицу цементного камня не снижает эксплуатационные свойства бетона, сохраняя его механическую стабильность. Это делает магнетитовые добавки перспективными для применения в строительстве, особенно в случаях, где требуется сохранение высокого уровня прочности и декоративного внешнего вида материала.

Заключение

В результате проведенного исследования успешно синтезированы магнетитовые наночастицы наноразмерного масштаба с суперпарамагнитными свойствами, используя метод химической конденсации. Анализ, выполненный посредством просвечивающей электронной микроскопии и метода БЭТ, показал, что синтезированные наночастицы имеют средний диаметр около 11 нанометров, а удельная площадь поверхности позволила оценить их размер как $10 \pm 0,1$ нм. Эти результаты указывают на высокую однородность и стабильность синтеза, что делает магнетитовые наночастицы особенно перспективными для применения в различных областях, таких как магнитно-резонансная томография (МРТ), таргетная доставка лекарственных препаратов и экранирование электромагнитных излучений.

В рамках исследования также изучалось влияние суперпарамагнитных наночастиц на экранирующие свойства композиционных материалов. Было установлено, что оптимальная концентрация магнетитовых наночастиц в цементном камне обеспечивает максимальное ослабление микроволнового излучения благодаря сбалансированному сочетанию поглощения, пропускания и отражения энергии. Эти резуль-

таты подчеркивают значительный потенциал магнетитовых наночастиц как эффективного модификатора для повышения экранирующих свойств строительных материалов, обеспечивая их надежную защиту от микроволнового воздействия и снижая уровень электромагнитного загрязнения.

Кроме того, было выявлено, что при концентрации магнетитовых наночастиц, превышающей 0,5 мас.%, начинается взаимодействие между частицами, что ограничивает перемагничивание суперпарамагнетиков и снижает эффективность поглощения микроволновой энергии. Это подчеркивает критическую важность точного контроля концентрации наночастиц для достижения максимальной эффективности экранирования и оптимального поведения магнитных свойств в композиционных материалах. Таким образом, результаты настоящего исследования открывают широкие перспективы для дальней-

шего применения магнетитовых наночастиц в строительных материалах, которые требуют высокой устойчивости к электромагнитным воздействиям, особенно в условиях современных высокотехнологичных и урбанизированных сред.

В перспективе рекомендуется провести более детальные исследования влияния различных концентраций магнетитовых наночастиц на прочностные характеристики и долговечность композиционных материалов, а также изучить возможности применения этих материалов для защиты от других видов электромагнитного излучения.

Благодарности

Данная работа была поддержана Министерством науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP19679690).

Литература

1. Z.P. Wu, T. Liu, D.M. Chen, G. Wu, Q.H. Wang, Y.H. Yin, Y.S. Li, Q.F. Xu, A. Krishnamurthy, A facile method to improving the electromagnetic interference shielding of a free-standing and foldable carbon nanotube mat, *RSC Adv.* 6 (2016) 62485–62490. <https://doi.org/10.1039/C6RA11507A>.
2. R.B. Jagadeesh Chandra, B. Shivamurthy, S.D. Kulkarni, M.S. Kumar, Hybrid polymer composites for EMI shielding application- a review, *Mater. Res. Express.* 6 (2019) 082008. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aaff00>.
3. M. Patadia, A. Quinn, M. Tank, C. Jolowsky, L. Luiz, A. Psulkowski, M. Kurilich, A. De Leon, R. Liang, R. Sweat, Enhanced multifunctionality in carbon fiber/carbon nanotube reinforced PEEK hybrid composites: Superior combination of mechanical properties, electrical conductivity, and EMI shielding, *Compos. Part B Eng.* 284 (2024) 111674. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2024.111674>.
4. R. Bahramian, M.B. Nezafati, S. Hamed Aboutalebi, Recent progress and prospects of two-dimensional materials for electromagnetic interference shielding, *FlatChem.* 47 (2024) 100722. <https://doi.org/10.1016/j.flatc.2024.100722>.
5. P. Velayudhan, K. M S, N. Kalarikkal, S. Thomas, Exploring the Potential of Sustainable Biopolymers as a Shield against Electromagnetic Radiations, *ACS Appl. Bio Mater.* 7 (2024) 3568–3586. <https://doi.org/10.1021/acsabm.4c00421>.
6. S. Wen, D.D. Chung, Electromagnetic interference shielding reaching 70 dB in steel fiber cement, *Cem. Concr. Res.* 34 (2004) 329–332. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2003.08.014>.
7. Y.-J. Chen, Y. Li, B.T.T. Chu, I.-T. Kuo, M. Yip, N. Tai, Porous composites coated with hybrid nano carbon materials perform excellent electromagnetic interference shielding, *Compos. Part B Eng.* 70 (2015) 231–237. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2014.11.006>.
8. R. Kumar, S.R. Dhakate, P. Saini, R.B. Mathur, Improved electromagnetic interference shielding effectiveness of light weight carbon foam by ferrocene accumulation, *RSC Adv.* 3 (2013) 4145. <https://doi.org/10.1039/c3ra00121k>.
9. H. Liu, Y. Yang, N. Tian, C. You, Y. Yang, Foam-structured carbon materials and composites for electromagnetic interference shielding: Design principles and structural evolution, *Carbon N. Y.* 217 (2024) 118608. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2023.118608>.
10. G.K. Sharma, S.L. Joseph, N.R. James, Recent Progress in Poly (3,4-Ethylene Dioxythiophene): Polystyrene Sulfonate Based Composite Materials for Electromagnetic Interference Shielding, *Adv. Mater. Technol.* 9 (2024). <https://doi.org/10.1002/admt.202301203>.
11. N. Luo, Y. Zhang, H. Zhang, T. Liu, Y. Wang, F. Chen, Q. Fu, Electromagnetic interference shielding performance of lightweight aramid nanofiber/graphene composite aerogels, *J. Mater. Chem. A.* 12 (2024) 10359–10368. <https://doi.org/10.1039/D3TA07473K>.
12. M. Rahaman, D. Khastgir, A.K. Aldalbah, eds., *Carbon-Containing Polymer Composites*, Springer Singapore, Singapore, 2019. <https://doi.org/10.1007/978-981-13-2688-2>.
13. D.D.L. Chung, Materials for Electromagnetic Interference Shielding, *J. Mater. Eng. Perform.* 9 (2000) 350–354. <https://doi.org/10.1361/105994900770346042>.
14. J. Joo, A.J. Epstein, Electromagnetic radiation shielding by intrinsically conducting polymers, *Appl. Phys. Lett.* 65 (1994) 2278–2280. <https://doi.org/10.1063/1.112717>.

15. A. De Souza Gomes, ed., *New Polymers for Special Applications*, InTech, 2012. <https://doi.org/10.5772/3345>.
16. N.C. Das, T.K. Chaki, D. Khastgir, A. Chakraborty, Electromagnetic interference shielding effectiveness of ethylene vinyl acetate based conductive composites containing carbon fillers, *J. Appl. Polym. Sci.* 80 (2001) 1601–1608. <https://doi.org/10.1002/app.1253>.
17. M. Das, P.P. Sethy, B. Sundaray, EMI shielding performance of graphene oxide reinforced polyaniline/polystyrene solution cast thin films, *Synth. Met.* 296 (2023) 117369. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2023.117369>.
18. A. Rezvani-Moghaddam, Z. Ranjbar, U. Sundararaj, A. Jannesari, A. Dashtdar, Edge and basal functionalized graphene oxide nanosheets: Two different behavior in improving electrical conductivity of epoxy nanocomposite coatings, *Prog. Org. Coatings.* 172 (2022) 107143. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2022.107143>.
19. S. Yasufuku, Technical progress of EMI shielding materials in Japan, *IEEE Electr. Insul. Mag.* 6 (1990) 21–30. <https://doi.org/10.1109/57.63095>.
20. K. Osouli-Bostanabad, E. Hosseinzade, A. Kianvash, A. Entezami, Modified nano-magnetite coated carbon fibers magnetic and microwave properties, *Appl. Surf. Sci.* 356 (2015) 1086–1095. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.08.115>.
21. X. Wang, X. Xing, H. Zhu, J. Li, T. Liu, State of the art and prospects of Fe₃O₄/carbon microwave absorbing composites from the dimension and structure perspective, *Adv. Colloid Interface Sci.* 318 (2023) 102960. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2023.102960>.
22. H. Salimkhani, F. Movvassagh-Alanagh, H. Aghajani, K. Osouli-Bostanabad, Study on the Magnetic and Microwave Properties of Electrophoretically Deposited Nano-Fe₃O₄ on Carbon Fiber, *Procedia Mater. Sci.* 11 (2015) 231–237. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.11.118>.
23. S. Bagheri, N.M. Julkapli, Modified iron oxide nanomaterials: Functionalization and application, *J. Magn. Mater.* 416 (2016) 117–133. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.05.042>.
24. A.P. Mehta, C. V. Pardeshi, Multifunctional Magnetic Nanoparticles: An Effective Theranostic Carrier System, in: *Nanomater. Drug Deliv. Syst.*, Springer International Publishing, Cham, 2023: pp. 175–207. https://doi.org/10.1007/978-3-031-30529-0_6.
25. K.Q. Jabbar, A.A. Barzinjy, S.M. Hamad, Iron oxide nanoparticles: Preparation methods, functions, adsorption and coagulation/flocculation in wastewater treatment, *Environ. Nanotechnology, Monit. Manag.* 17 (2022) 100661. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2022.100661>.

Авторлар туралы мәлімет:

Лесбаев Айдос Бакытжанович – PhD, Жалпы физика кафедрасының меңгерушісі, Қ.И. Сәтбаев атындағы ҚазҰТЗУ (Алматы қ-сы, Қазақстан, эл.пошта: i_dos_90@mail.ru);

Әкәлім Досжан Алибекулы – Қ.И. Сәтбаев атындағы ҚазҰТЗУ докторанты (Алматы қ-сы, Қазақстан, эл.пошта: doszhan.a.a@gmail.com).

Ережеп Дархан Есейұлы (корреспонденция авторы) – PhD, т.ғ.к., Стандарттау, сертификаттау және метрология кафедрасының меңгерушісі, Қ.И. Сәтбаев атындағы ҚазҰТЗУ (Алматы қ-сы, Қазақстан, эл.пошта: darhan_13@physics.kz).

Сведения об авторах:

Лесбаев Айдос Бакытжанович – PhD, заведующий кафедрой общей физики, КазНИТУ им. К.И. Сатпаева (г. Алматы Казахстан, эл.почта: i_dos_90@mail.ru);

Ақалим Досжан Алибекулы – докторант КазНИТУ им. К.И. Сатпаева (г. Алматы Казахстан, эл.почта: doszhan.a.a@gmail.com).

Ережеп Дархан Есейұлы (автор-корреспондент) – PhD, к.т.н., заведующий кафедрой Стандартизации, сертификации и метрологии, КазНИТУ им. К.И. Сатпаева (г. Алматы Казахстан, эл.почта: darhan_13@physics.kz).

Information about authors:

Aidos Lesbayev – PhD, General Physics department head, Satbayev University (Almaty, Kazakhstan, email: i_dos_90@mail.ru);

Doszhan Akalim – doctoral student of Satbayev University (Almaty, Kazakhstan, email: doszhan.a.a@gmail.com).

Darkhan Yerezhep (corresponding author) – PhD, cand. of tech. sciences, Standardization, certification and metrology department head, Satbayev University (Almaty, Kazakhstan, email: darhan_13@physics.kz).

Принято к печати 21 октября 2024 г