

НАНОМАТЕРИАЛЫ И НАНОТЕХНОЛОГИИ

NANOMATERIALS AND NANOTECHNOLOGY

Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2021. Т. 24, № 3. С. 176—189.
DOI: 10.17073/1609-3577-2021-3-176-189

УДК 621.315.61:621.318.1

Синтез, структура и электромагнитные свойства нанокомпозитов FeCoAl/C

© 2021 г. Д. Г. Муратов^{1,2}, Л. В. Кожитов^{2,✉}, Е. В. Якушко², А. А. Васильев^{1,2},
А. В. Попкова³, В. А. Тарала⁴, Е. Ю. Коровин^{5,6}

¹ *Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской академии наук,
Ленинский просп., д. 29, Москва, 119991, Россия*

² *Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия*

³ *АО «НИИ НПО «ЛУЧ», ул. Железнодорожная, д. 24, Подольск, 142103, Россия*

⁴ *Северо-Кавказский федеральный университет,
ул. Пушкина, д. 1, Ставрополь, 355017, Россия*

⁵ *Институт физического материаловедения СО РАН,
ул. Сахьяновой, д. 6, Улан-Удэ, 670047, Бурятия, Россия*

⁶ *Национальный исследовательский Томский государственный университет,
просп. Ленина, д. 36, Томск, 634050, Россия*

✉ Автор для переписки: kozitov@misis.ru

Аннотация. Магнитные наночастицы играют важную роль в современных быстроразвивающихся отраслях науки и производственной сфере, таких как устройства магнитной записи и создание феррожидкостей, медицина и химия. Одной из проблем использования магнитных наночастиц является их высокая химическая активность, приводящая к окислению на воздухе и агломерации и определяемая вкладом их высокой удельной поверхности по отношению к объему. Покрытие наночастиц углеродом уменьшает взаимодействие между наночастицами. Методом ИК-пиролиза прекурсоров типа «полимер — соли металлов» синтезированы металл-углеродные наноккомпозиты FeCoAl/C. Изучено влияние температуры синтеза (ИК-нагрева) в диапазоне от 500 до 700 °С на структуру и состав полученных наноматериалов. Показано образование наночастиц тройного твердого раствора FeCoAl с ОЦК-типом кристаллической решетки на основе FeCo. Установлено, что с ростом температуры синтеза от 500 до 700 °С средний размер области когерентного рассеяния трехкомпонентных наночастиц увеличивается с 5 до 19 нм. Повышение содержания алюминия с 20 до 30 % относительно Fe и Co приводит к уменьшению наночастиц до 15 нм, но при этом образуется также твердый раствор на основе кристаллической решетки ГЦК-Co. Показано, что с ростом температуры синтеза наноккомпозитов и росте относительного содержания Al за счет более глубокой карбонизации и структурообразующего воздействия металлов снижается степень аморфности углеродной матрицы наноккомпозитов и наблюдается формирование упорядоченной структуры кристаллитов графитоподобной фазы. Изучено влияние температуры синтеза и относительного

содержания металлов на электромагнитные характеристики (комплексную диэлектрическую и магнитные проницаемости) полученных нанокomпозитов. Показано влияние условий синтеза на радиопоглощающие свойства, в частности на потери на отражение (RL) в диапазоне 3—13 ГГц.

Ключевые слова: наночастицы FeCoAl, углеродная матрица, металл–углеродные нанокomпозиты, ИК–пиролиз, рентгенофазовый анализ, КРС–спектроскопия, комплексная диэлектрическая проницаемость, комплексная магнитная проницаемость, потери на отражение

Для цитирования: Муратов Д.Г., Кожитов Л.В., Якушко Е.В., Васильев А.А., Попкова А.В., Тарала В.А., Коровин Е.Ю. Синтез, структура и электромагнитные свойства нанокomпозитов FeCoAl/C. *Известия вузов. Материалы электрон. техники.* 2021; 24(3): 176—189. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-3-176-189>

Synthesis, structure and electromagnetic properties of FeCoAl/C nanocomposites

D. G. Muratov^{1,2}, L. V. Kozhitov^{2,✉}, E. V. Yakushko², A. A. Vasilev^{1,2},
A. V. Popkova³, V. A. Tarala⁴, E. Yu. Korovin^{5,6}

¹ *A.V. Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis, RAS,
29 Leninsky Ave., Moscow 119991, Russia*

² *National University of Science and Technology MISiS,
4 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russia*

³ *JSC “Research Institute NPO” LUCH”,
24 Zheleznodorozhnaya Str., Podolsk, 142103, Russia*

⁴ *North Caucasus Federal University, 1 Pushkin Str., Stavropol 355017, Russia*

⁵ *Institute of Physical Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
6 Sakhyanova Str., Ulan-Ude 670047, Republic of Buryatia, Russia*

⁶ *Tomsk State University, 36 Lenin Ave., Tomsk 634050, Russia*

✉ Corresponding author: kozitov@mis.ru

Abstract. Magnetic nanoparticles play an important role in rapidly developing advanced branches of science and industry, e.g. fabrication of magnetic storage media, synthesis of ferromagnetic liquids, medicine and chemistry. One problem faced in the usage of magnetic nanoparticles is their high chemical activity leading to oxidation in air and agglomeration. The chemical activity of magnetic nanoparticles stems from the contribution of their large specific surface to volume ratio. Carbon coating of nanoparticles reduces the interaction between nanoparticles. FeCoAl/C metal–carbon nanocomposites have been synthesized using IR pyrolysis of polymer / metal salt precursors. The effect of synthesis temperature (IR heating) in the range from 500 to 700 °C on the structure and composition of the nanomaterials has been studied. We show that the forming particles are the FeCoAl ternary solid solution with a FeCo based bcc lattice. An increase in the synthesis temperature from 500 to 700 °C leads to an increase in the coherent scattering region of three–component nanoparticles from 5 to 19 nm. An increase in the aluminum content from 20 to 30 % relative to Fe and Co results in an increase in the size of the nanoparticles to 15 nm but this also entails the formation of a Co based solid solution having an fcc lattice. An increase in the nanocomposite synthesis temperature and a growth of the relative

Al content as a result of a more complete carbonization and the structure-building effect of metals reduce the degree of amorphousness of the nanocomposite carbon matrix and lead to the formation of graphite-like phase crystallites having an ordered structure. The effect of synthesis temperature and relative content of metals on the electromagnetic properties (complex dielectric and magnetic permeability) of the synthesized nanocomposites has been studied. Synthesis conditions affect the radio absorption properties of the nanocomposites, e.g. reflection loss (RL) in the 3–13 GHz range.

Keywords: FeCoAl nanoparticles, carbon matrix, metal-carbon nanocomposites, IR pyrolysis, X-ray phase analysis, Raman spectroscopy, complex dielectric permeability, complex magnetic permeability, reflection loss

For citation: Muratov D.G., Kozhitov L.V., Yakushko E.V., Vasilev A.A., Popkova A.V., Tarala V.A., Korovin E.Yu. Synthesis, structure and electromagnetic properties of FeCoAl/C nanocomposites films. *Izvestiya vuzov. Materialy elektronnoi tekhniki = Materials of Electronics Engineering*. 2021; 24(3): 176–189. <https://doi.org/10.17073/1609-3577-2021-3-176-189>

Введение

Магнитные наночастицы играют важную роль в современных быстроразвивающихся отраслях науки и производственной сфере. Применение магнитных наночастиц перспективно, в первую очередь, для следующих областей:

- развитие устройств магнитной записи и создание феррожидкостей [1, 2];
- медицина (транспорт лекарств, в качестве контрастного агента для магнитно-резонансной томографии, в гипертермии [3]);
- химия (в качестве катализаторов различных нефтехимических процессов [4]).

Уникальные физические и химические свойства частиц сплавов на основе металлов группы железа связаны с их структурными особенностями, электронным строением и химическим составом [5–11].

Одной из проблем использования магнитных наночастиц является их высокая химическая активность, приводящая к окислению на воздухе и агломерации и определяемая вкладом их высокой удельной поверхности по отношению к объему. Покрытие наночастиц углеродом уменьшает взаимодействие между наночастицами, однако, стоит заметить, что невысокий уровень кристалличности и дефекты оболочек графита воздействуют отрицательно на эффект защиты [12, 13].

Синтезированные наночастицы металлов или сплавов группы железа, не защищенные оболочкой, на воздухе окисляются с образованием оксидной пленки, обуславливающей значительную потерю ферромагнитных свойств. Графитовое покрытие, помимо защиты, существенно улучшает поглощение электромагнитных волн наночастицами металлов и сплавов, что связано с действием двух механизмов: диэлектрических потерь и магнитных потерь, при этом собственный естественный ферромагнитный резонанс часто наблюдается при более высокой частоте по сравнению с объемным материалом [14].

Другим фактором управления свойствами нанокмполитов является взаимодействие «магнитная наночастица — матрица», где величина дипольных взаимодействий сильно зависит от текстурных характеристик матрицы, в которой диспергированы наномангнитные частицы [15].

При синтезе металл-углеродных нанокмполитов для защиты ферромагнитных наночастиц сплавов, например FeCo, в качестве оболочки используют немагнитный, химически стойкий материал — углерод в различных морфологиях, включая нанопокртия [16–19], наностружку [20], нанотрубки [21, 22] и нановолокна [23, 24] с целью увеличения радиопоглощающих свойств. Главным преимуществом использования наноструктурированных гибридных материалов является увеличение относительной комплексной проницаемости и диэлектрической проницаемости. Механизмы, которые повышают комплексную проницаемость, включая подавление вихревых токов, обуславливают уменьшение обратного отражения и увеличение магнитокристаллической анизотропии, влияющей на частоту резонанса. Различные механизмы, такие как поляризация между магнитными и диэлектрическими фазами и естественная электронная релаксация диэлектрической фазы, также повышают комплексную диэлектрическую проницаемость [16–26].

К методам синтеза углеродных оболочек магнитных наночастиц относятся дуговой разряд [19], гидротермия [27], магнетронное и ионное лучевое распыление [28], лазерный пиролиз органических соединений [29] и распылительные методы [30]. Использование углерода в качестве оболочек наночастиц магнитного материала для защиты от окисления рассмотрено в работах [17–21, 24, 31].

Многие из этих методов имеют недостатки: неполное покрытие поверхности наночастиц углеродом, низкая эффективность формирования графита и трудности контроля равномерности углеродного покрытия, а также необходимость дополнительно этапа термообработки для защиты наночастиц

углеродом от окисления. Разработка новых процессов синтеза наночастиц магнитных материалов, позволяющих получить наночастицы и матрицу, защищающую их от окисления, одновременно в одном процессе без введения восстановителя является актуальной задачей.

Нами разработан синтез металл–углеродных нанокомпозитов с использованием системы «соли металлов—полимер—растворитель» пиролизом посредством ИК–нагрева, который является новым и перспективным направлением в создании эффективных радиопоглощающих покрытий (РПП) и материалов (РПМ) [32, 33]. Достоинством метода является возможность одновременного получения многокомпонентных наночастиц сплавов FeCoMe (Ni, Sm, Cr, Cu, Al) и углеродной матрицы за счет карбонизации полимера. Практически в углеродной матрице реализуется модель «ядро (FeCoMe) — оболочка (пиролизированный полимер)». Кобальт и никель достаточно дорогие металлы, поэтому целесообразно рассмотреть возможность их частичной замены в многокомпонентных сплавах на другие металлы, в частности Al.

Зная особенности процессов формирования нанокомпозитов FeCoAl/C, можно управлять магнитными и электромагнитными свойствами за счет контроля элементного состава, структуры, размера и морфологии многокомпонентных наночастиц, а также их кристаллической структурой. Кроме того, появляется возможность управления структурой углеродной матрицы, объединяющей наночастицы сплава, но препятствующей их агломерации, окислению и прямому обменному магнитному взаимодействию, при этом обеспечивающей высокую долю поверхности.

В настоящее время в литературе нет сведений о разработанной технологии получения нанокомпозитов FeCoAl/C, что делает данную работу актуальной.

Экспериментальная часть

Нанокомпозиты FeCoAl/C были синтезированы из прекурсора, представляющего собой систему «полиакрилонитрил — соли соответствующих металлов — растворитель». В работе использовали полиакрилонитрил (ПАН) с молекулярной массой 100—250 тыс. ат. ед. (порошок), полученный окислительно–восстановительной полимеризацией. В качестве источника металлов — ацетилацетонат железа (III) $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COCH}=\text{C}(\text{CH}_3)\text{O})_3$, ацетат кобальта четырёхводный $(\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O})$, хлорид алюминия (AlCl_3) безводный.

С целью изначального равномерного распределения металла в полимере готовили совместный раствор ПАН и солей металлов в общем для них растворителе — диметилформамиде (ДМФА).

После сушки совместного раствора (70 °C) до твердого остатка с постоянным весом (далее прекурсор) образцы подвергали двухстадийному ИК–пиролизу:

- первая стадия (предварительный отжиг на воздухе) — ступенчатый: нагрев до 150 °C с выдержкой 15 мин., затем нагрев до 220 °C с выдержкой 15 мин. (процесс проводится на воздухе);
- вторая стадия — дальнейший пиролиз в вакууме (~200 Па) при температуре от 500 до 700 °C с выдержкой 10 мин. Скорость нагрева составляла 50 К/мин.

Рентгенофазовые и рентгеноструктурные исследования проводили при комнатной температуре на рентгеновском дифрактометре DIFRAY, излучение $\text{CrK}\alpha$. Результаты эксперимента сопоставляли с эталонами из базы данных PDF-4 (International Centre for Diffraction Data, ICDD). По данным рентгенофазового анализа (РФА) проведены расчеты средних размеров синтезированных наночастиц сплава FeCo при помощи уравнений Дебая—Шерера.

Спектры комбинационного рассеяния света (КРС) получали с помощью КРС–спектрометра inVia Raman Microscope (Renishaw plc) при возбуждении лазером с длиной волны излучения 514 нм.

Измерения комплексных значений магнитной и диэлектрической проницаемости выполняли резонаторным методом на прямоугольном многомодовом резонаторе. В качестве генератора СВЧ и индикатора использовали векторный анализатор цепей E 8363 B фирмы Agilent Technologies. Измерения проводились с использованием аппаратуры и методик, разработанных в ЦКП «Центр радиофизических измерений, диагностики и исследования параметров природных и искусственных материалов» ТГУ¹.

Результаты и их обсуждение

В процессе ИК–пиролиза ПАН и формирования углеродной матрицы на его основе происходит выделение значительного количества различных газообразных продуктов, в том числе H_2 , NH_3 и CO , которые являются восстановителями для соединений металлов. Следует учитывать, что процесс восстановления протекает в твердой фазе полимера, поэтому восстановление металла происходит *in situ*, причем в процессе восстановления может участвовать атомарный водород, который образуется за счет деструкции основной полимерной цепи в процессе ИК–нагрева.

Введение в систему Fe—Co немагнитного металла–модификатора (Al), который часто используется в создании различных магнитных сплавов на основе железа, приводит к изменению как микроструктуры сплавов этого типа, так и их свойств.

¹ Томский региональный центр коллективного пользования. <http://www.ckp.tsu.ru/about/directions/radiophysics>

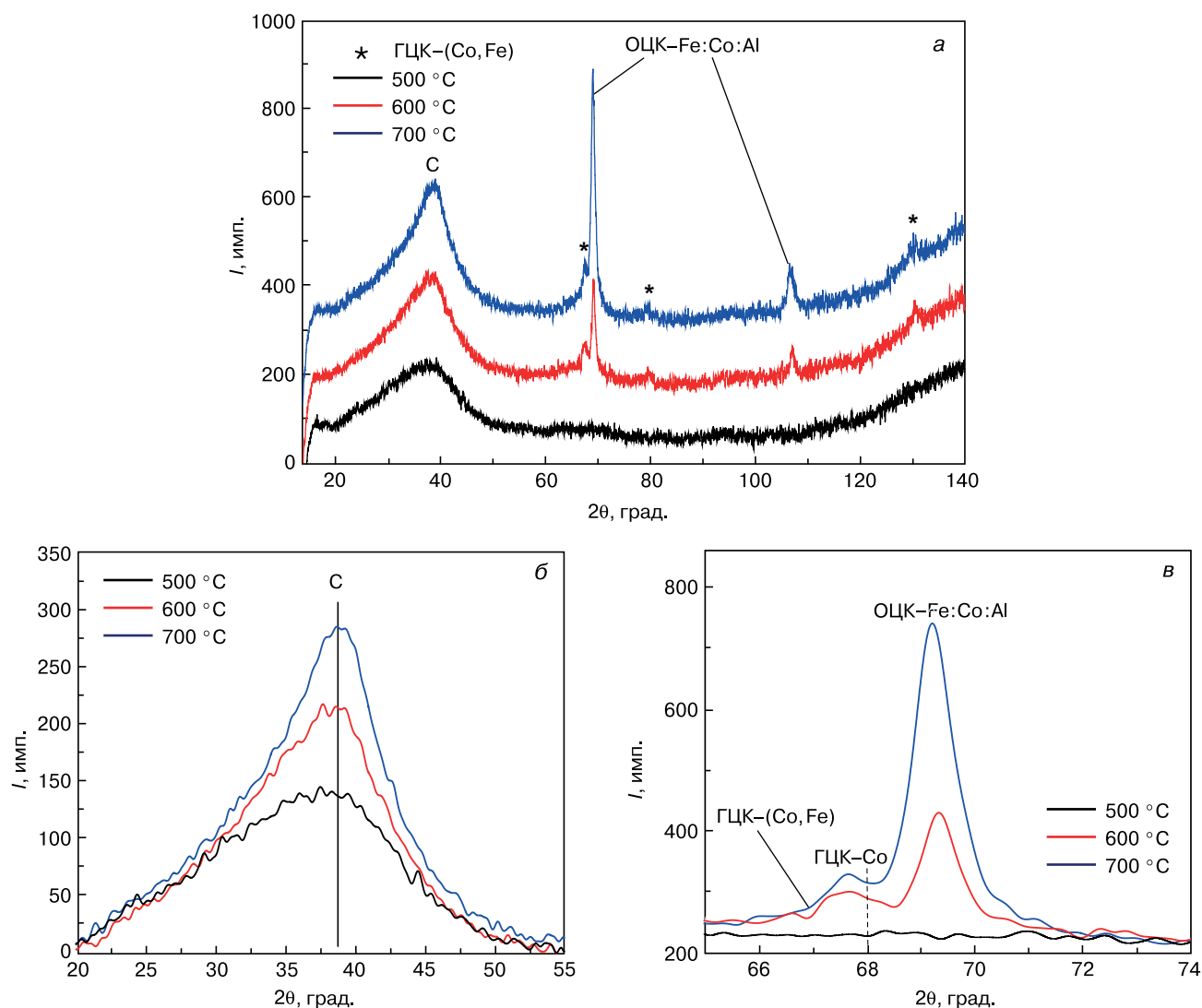


Рис. 1. Дифрактограммы нанокompозитов FeCoAl/C, синтезированных при различных температурах (а), фрагменты дифрактограмм вблизи углового диапазона для плоскости (002) графита (б) и для плоскостей (111) и (110) металлического сплава (в)
 Fig. 1. (a) X-ray diffraction patterns of FeCoAl/C nanocomposites synthesized at different temperatures, (б) fragments of X-ray patterns in the vicinity of the angular range for the graphite (002) plane and (в) for the (111) and (110) planes of the metallic alloy

Как показали результаты РФА, в отличие от нанокompозитов FeCo/C (с эквивалентным содержанием металлов) в нанокompозитах FeCoAl/C на основе ПАН не происходит формирование однофазной системы. Рентгеновские дифрактограммы нанокompозитов FeCoAl/C, синтезированных в диапазоне температур от 500 до 700 °C, представлена на рис. 1.

По данным РФА, в нанокompозитах, синтезированных при температуре $T_{\text{синт.}} = 500$ °C, металлы или оксиды присутствуют в рентгеноаморфном состоянии (т. е. средний размер частиц не превышает 3—5 нм). С ростом температуры синтеза до 600 °C выделяются две металлические фазы: с ОЦК и ГЦК типами кристаллической решетки. С учетом хорошей растворимости Al в Fe следует предположить, что формируются наночастицы тройного твердого раствора FeCoAl на основе ОЦК решетки сплава FeCo (19 нм при 700 °C). Тогда как ГЦК фаза пред-

ставлена наночастицами на основе твердого раствора железа в кобальте.

Рост температуры синтеза до 700 °C не приводит к изменению фазового состава нанокompозита.

Согласно результатам РФА, помимо наночастиц сплава FeCoAl с ОЦК-типом кристаллической решетки, наблюдается присутствие наночастиц с ГЦК-решеткой. Есть небольшой сдвиг положения максимумов ГЦК-фазы, что может быть связано с растворением небольшой доли алюминия в твердом растворе (Co, Fe). Образование такого твердого раствора обеспечивается присутствием как железа, так и кобальта, в которых растворимость алюминия различна.

Следует отметить, что максимумы рефлексов ГЦК-фазы сдвинуты относительно рефлексов чистого кобальта ($2\theta = 68,02^\circ; 80,48^\circ; 132^\circ$ (ID: 150806)) в сторону малых углов, что указывает на растворение достаточно большого количества железа и алюми-

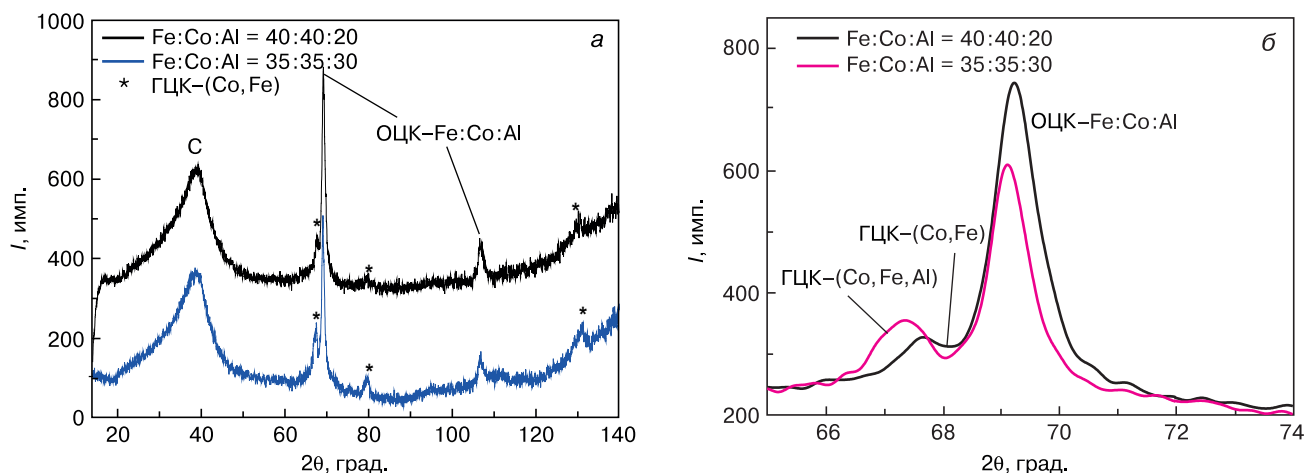


Рис. 2. Дифрактограммы нанокompозитов (а) и фрагмент дифрактограмм в области углов $2\theta = 65^\circ\text{--}74^\circ$ (б) с различным процентным соотношением масс металлов Fe : Co : Al ($T_{\text{синт.}} = 700^\circ\text{C}$)

Fig. 2. (a) X-ray diffraction patterns of nanocomposites and (b) fragment of X-ray diffraction pattern near $2\theta = 65^\circ\text{--}74^\circ$ for different ration of metal weights Fe : Co : Al ($T_{\text{synth}} = 700^\circ\text{C}$)

ния в кобальте по принципу замещения. Оксидов алюминия не обнаружено, что свидетельствует об их рентгеноаморфности или о растворении в других металлах с образованием сплава. В пользу образования сплава также свидетельствует смещение максимумов рефлексов ОЦК-фазы в сторону малых углов, что указывает на растворение атомов Al, так как он имеет больший атомный радиус (0,143 нм у Al и 0,126 нм у железа).

Изменение состава нанокompозита в сторону увеличения относительного содержания алюми-

ния с 20 до 30 % (отн.) не приводит к существенному изменению фазового состава, но наблюдается изменение интенсивности рефлексов металлических фаз, а также небольшое смещение максимумов относительно состава Fe : Co : Al = 40 : 40 : 20 (рис. 2).

Поскольку радиус атомов Al больше, чем у железа и кобальта, растворение алюминия приводит к более сильному смещению максимумов рефлексов ГЦК-фазы твердого раствора. Помимо этого, наблюдается смещение максимумов ОЦК-фазы в область малых углов, что также указывает на растворение алюминия.

Оценка размеров области когерентного рассеяния (ОКР) показала, что для ГЦК-фазы тройного сплава размер ОКР составил 10 нм, для ОЦК — 15 нм.

Таким образом, рост относительного содержания алюминия приводит к уменьшению среднего размера наночастиц ОЦК-фазы на 4 нм и росту размеров наночастиц ГЦК-фазы.

В процессе термообработки ПАН претерпевает ряд химических превращений, и в результате карбонизации образуется углеродный материал, который можно отнести к нанокристаллическим углеродным материалам [34]. Также известно, что в присутствии металлов могут формироваться сложные углеродные структуры [35—38], которые будут существенным образом влиять на свойства получаемых нанокompозитов.

Представленные на рис. 3 спектры КРС металл-углеродных композитов FeCoAl/C демонстрируют, что при повышении температуры синтеза в спектрах КРС отношение интенсивности D-полосы (I_D) к интенсивности G-полосы (I_G) уменьшается. Кроме того, незначительное снижение значения (I_D/I_G) было зарегистрировано при возрастании в нанокompозитах относительного содержания Al (соотношение Fe : Co : Al изменили с 40 : 40 : 20 до 35 : 35 : 30).

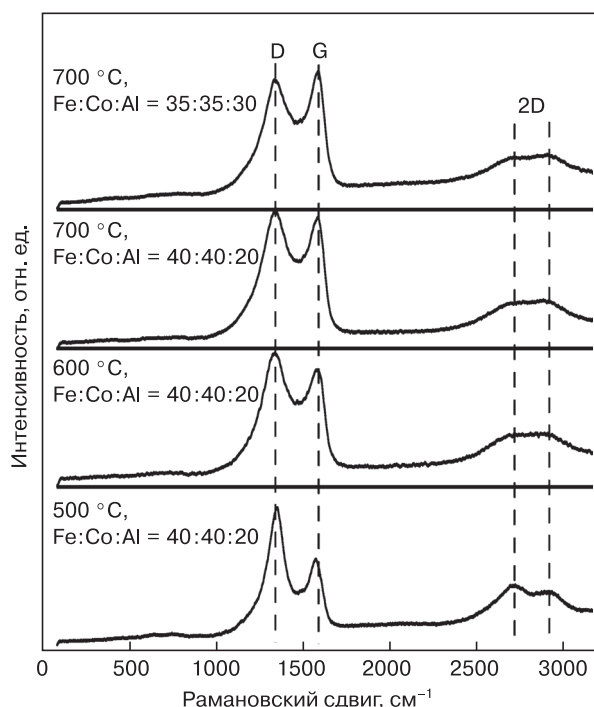


Рис. 3. Спектры КРС нанокompозитов FeCoAl/C, синтезированных при различных температурах и соотношении металлов

Fig. 3. Raman spectra of FeCoAl/C nanocomposites synthesized at different temperatures and metal ratios

Согласно работе [39], изменение отношения (I_D/I_G), свидетельствует об изменении размеров кластеров углерода (L_a), состоящих из шестигранных ароматических колец.

Размеры этих кластеров можно оценить при помощи следующего выражения [40]:

$$I_D/I_G = C(\lambda)/L_a, \quad (1)$$

где $C(\lambda)$ — коэффициент, зависящий от длины волны лазерного излучения, для лазера с $\lambda = 514$ нм $C(\lambda) = 4,4$ нм. Такая оценка позволила определить, что значение L_a при повышении температуры от 500 до 700 °С возрастает с 25—30 до 40 нм.

С целью детального изучения изменений микроструктуры углеродной матрицы при повышении температуры была проведена работа, связанная с разложением спектров КРС на три полосы D, G и G_{ac} , где полоса G_{ac} с максимумом в области 1520—1540 см^{-1} — это полоса, учитывающая вклад кластеров аморфного углерода.

Согласно рис. 4, наиболее существенные структурные превращения в исследуемых материалах происходят в диапазоне температур от 500 до 600 °С. При этом, в соответствии с работой [41], наблюдаемая тенденция к снижению отношения $I_D/I_{G_{ac}}$ указывает на уменьшение размеров кластеров аморфного углерода.

Таким образом, было установлено, что с повышением температуры синтеза наноконпозитов FeCoAl/C в микроструктуре углеродной матрицы размеры кластеров кристаллической составляющей увеличиваются, а аморфной снижаются, т. е. прослеживается тенденция к снижению степени аморфности материала.

Структурные превращения в матрице наноконпозитов, размера и состава наночастиц с увеличением температуры синтеза вызывают существенные изменения в электромагнитных характеристиках материалов.

Результаты исследования влияния температуры синтеза на диэлектрические и магнитные свойства наноконпозитов в СВЧ-полях представлены на рис. 5.

Из данных, представленных на рис. 5, б следует, что с ростом температуры синтеза наблюдается существенный рост μ'' -компоненты комплексной магнитной проницаемости. Учитывая, что эта компонента отвечает за долю поглощенного излучения, увеличение данного параметра от 0,04 до 0,12 вызывает рост магнитных потерь. При этом проявляется выделенный максимум при частоте ~11 ГГц, что, по-видимому, связано с увеличением размеров наночастиц сплава FeCoAl и, следовательно, с ростом намагниченности наноконпозита. При этом действительная часть комплексной магнитной проницаемости с ростом температуры синтеза наноконпозитов также возрастает приблизительно на 10 %.

Это в сумме с изменениями мнимой части приводит к росту тангенса магнитных потерь в рассматриваемом частотном диапазоне.

Диэлектрическая проницаемость и тангенс диэлектрических потерь (см. рис. 5, а и в) также увеличиваются с ростом температуры синтеза. Наиболее сильный рост наблюдается в интервале температур от 500 до 600 °С, что согласуется с результатами РФА и выводами из КРС-исследований.

С точки зрения практического применения создание радиопоглощающих элементов конструкций из полученных наноконпозитов, обладающих наименьшими массогабаритными характеристиками

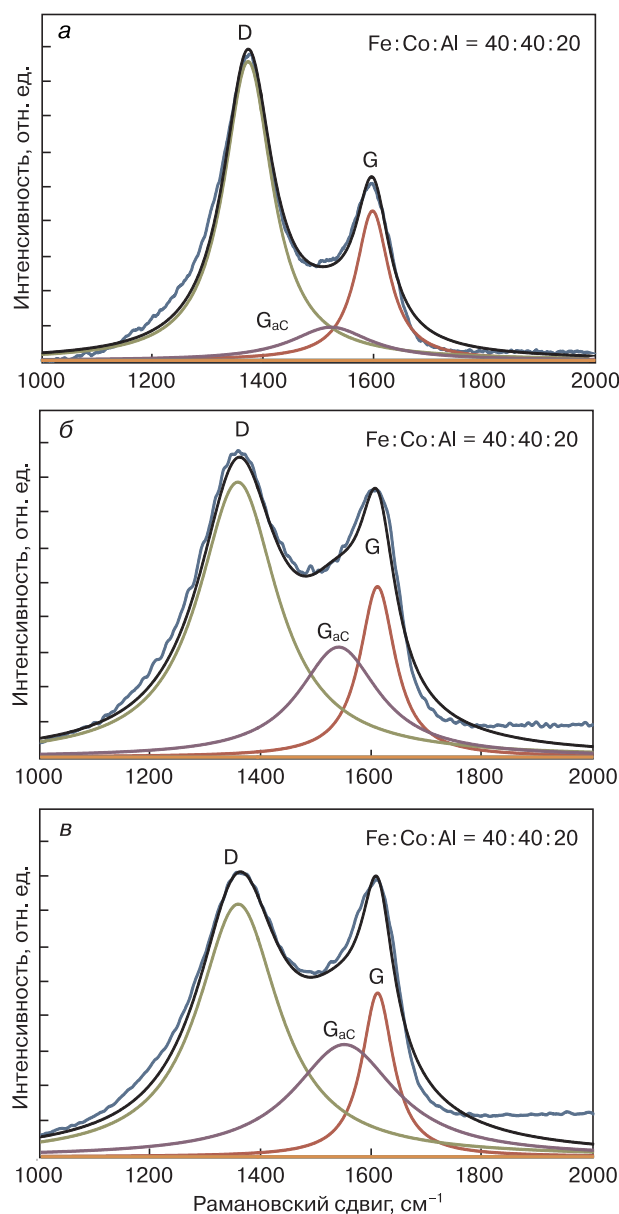


Рис. 4. Деконволюция спектров КРС наноконпозитов FeCoAl/C, синтезированных при различных температурах, °С: а — 500; б — 600; в — 700. Для описания каждой из полос использовалось распределение Лоренца

Fig. 4. Deconvolution of Raman spectra of FeCoAl/C nanocomposites synthesized at different temperatures (°C): (а) 500; (б) 600; (в) 700. Each band was described using the Lorentz distribution

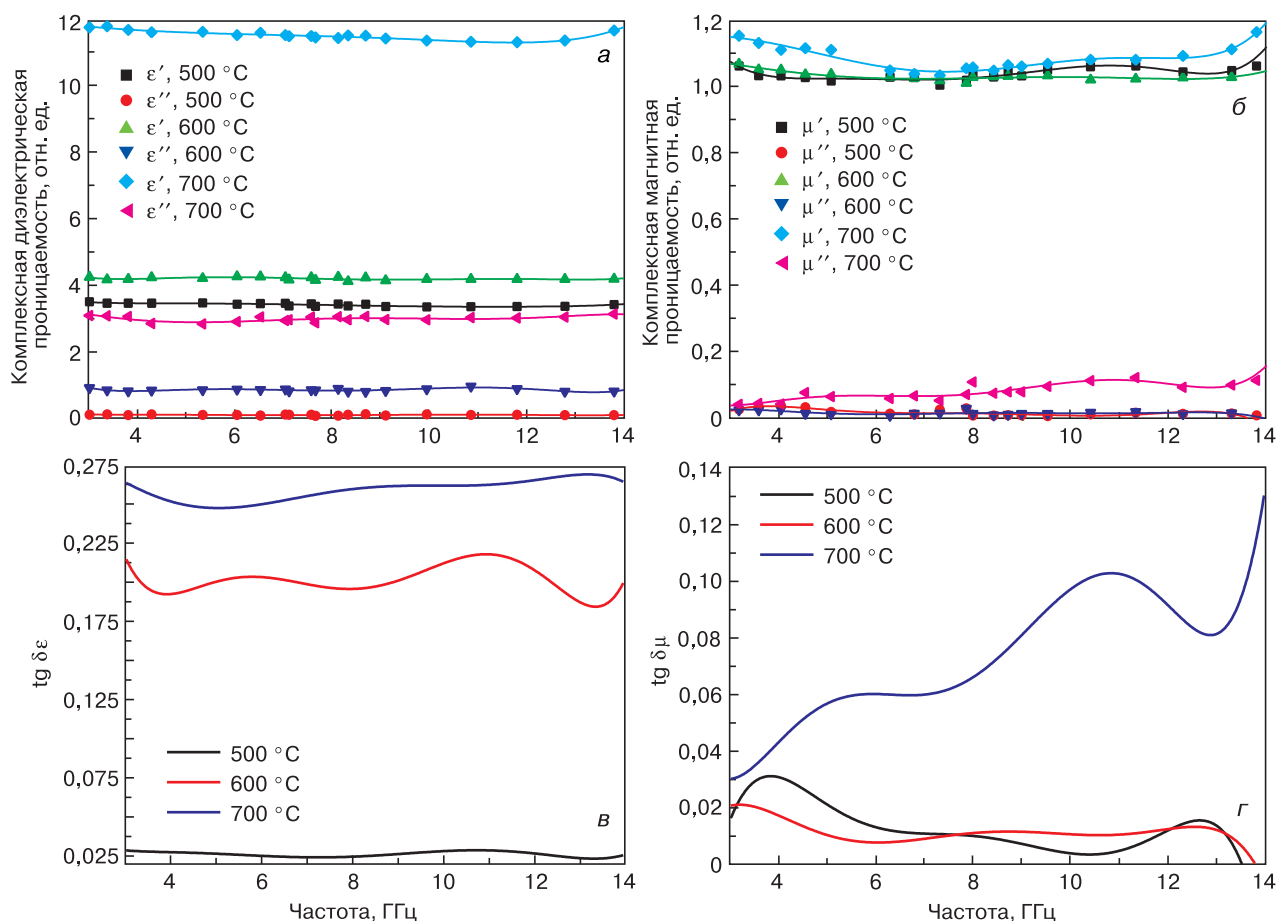


Рис. 5. Частотные зависимости комплексной диэлектрической (а) и магнитной (б) проницаемости, а также тангенса диэлектрических (в) и магнитных (г) потерь от температуры синтеза нанокмпозитов FeCoAl/C

Fig. 5. Frequency dependences of (a) complex dielectric and (б) magnetic permeability and tangents of (в) dielectric and (г) magnetic loss for different FeCoAl/C nanocomposite synthesis temperatures

наиболее эффективно в области частот естественного ферромагнитного резонанса, так как именно в этой области частот наблюдается максимальное значение тангенса угла магнитных потерь.

Расчеты показали, что оптимальная толщина слоя поглотителя на основе нанокмпозитов FeCoAl/C существенно отличается для образцов, синтезированных при различной температуре

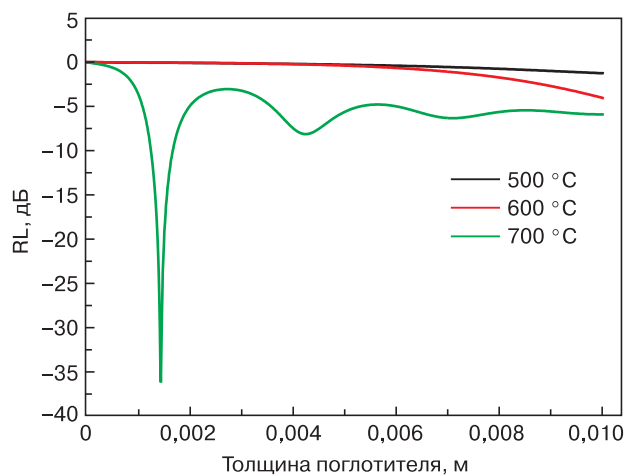


Рис. 6. Оптимизация толщины слоя поглотителя

Fig. 6. Optimization of absorbing layer thickness

(рис. 6). Так, для нанокмпозитов, синтезированных при 700 °C, оптимальными будут толщины 1,5 и 4,2 мм. При этом коэффициент потерь на отражение (RL) достигает значения -36 дБ (коэффициент поглощения 0,984). Для нанокмпозитов, синтезированных при 500 и 600 °C оптимальные значения толщины приходится на более высокие частоты, чем рассматриваемый диапазон (3—13 ГГц).

Как видно из результатов расчетов (см. рис. 6), образцы, синтезированные при 500 и 600 °C, неэффективны во всем диапазоне частот и толщин, так как коэффициент поглощения не превышает 57 % ($RL \geq 7,2$ дБ). Для нанокмпозита FeCoAl/C, полученного при 700 °C, при оптимальной толщине достигается максимальное поглощение при частоте 13,8 ГГц при толщине слоя поглотителя 1,5 мм, тогда как с ростом толщины слоя нанокмпозита минимум отражения (максимум поглощения) смещается в низкочастотную область и достигает значения -17 дБ при толщине 7 мм.

Результаты расчетов потерь на отражение при учете расположения нанокмпозита на металле приведены на рис. 7.

Также изучали влияние соотношения металлов в прекурсор на электромагнитные и радиопогло-

щающие свойства нанокompозитов FeCoAl/C. Исследования показали, что с ростом относительного содержания алюминия снижается тангенс диэлектрических потерь, как и компоненты диэлектрической проницаемости в целом (рис. 8, а и в), что, по-видимому, определяется ростом электропроводности нанокompозита в целом.

Магнитные потери при этом практически не меняются, хотя за счет формирования более крупных наночастиц твердого раствора на основе кобальта спектр становится более равномерным в диапазоне частот 3—13 ГГц и растет с повышением частоты от 0,03 до 0,1 отн. ед.

Результаты расчетов потерь на отражение при учете расположения нанокompозита на металле приведены на рис. 9.

Установлено, что минимум отражения ($RL = -14,3$ дБ) и максимум поглощения (80,7 %) могут быть достигнуты при толщине поглотителя 3 мм, что уступает как другим нанокompозитам, так и нанокompозиту FeCoAl/C с соотношением металлов 40 : 40 : 20.

Таким образом, наиболее перспективными, как и в случае с нанокompозитами FeCoAl/C, будут являться материалы, полученные при $T_{\text{синт.}} = 700$ °С и соотношении металлов Fe : Co : Al = 40 : 40 : 20.

Заклучение

Показана возможность синтеза нанокompозитов с наночастицами тройного сплава (твердого раствора) FeCoAl методом ИК-пиролиза металлоорганических прекурсоров. Установлено, что формируются наночастицы твердых растворов на основе ГЦК-Со и ОЦК-FeCo, при этом рост температуры синтеза приводит к увеличению размеров ОКР наночастиц сплава с 5 до 19 нм за счет агломерации и коалесценции металлов по мере их восстановления. Увеличение относительного содержания алюминия приводит к уменьшению размеров наночастиц FeCoAl с ОЦК типом решетки (15 нм), и росту относительного содержания наночастиц с ГЦК типом кристаллической решетки. Повышение температуры синтеза и относительного содержания алюминия в нанокompозите обуславливает формирование более упорядоченной углеродной матрицы нанокompозита, что выражается в более высокой степени кристалличности и снижении степени аморфности. Структурирование матрицы приводит к росту диэлектрических потерь за счет образования кристаллических неоднородностей и снижения степени аморфности. В то же время увеличение размеров наночастиц приводит к росту магнитных потерь при взаимодействии с СВЧ-излучением в диапазоне 3—13 ГГц. Также взаимодействие матрицы нанокompозитов и наночастиц сплава приводит к росту диэлектрической проницаемости, что обеспечивает более глубокое про-

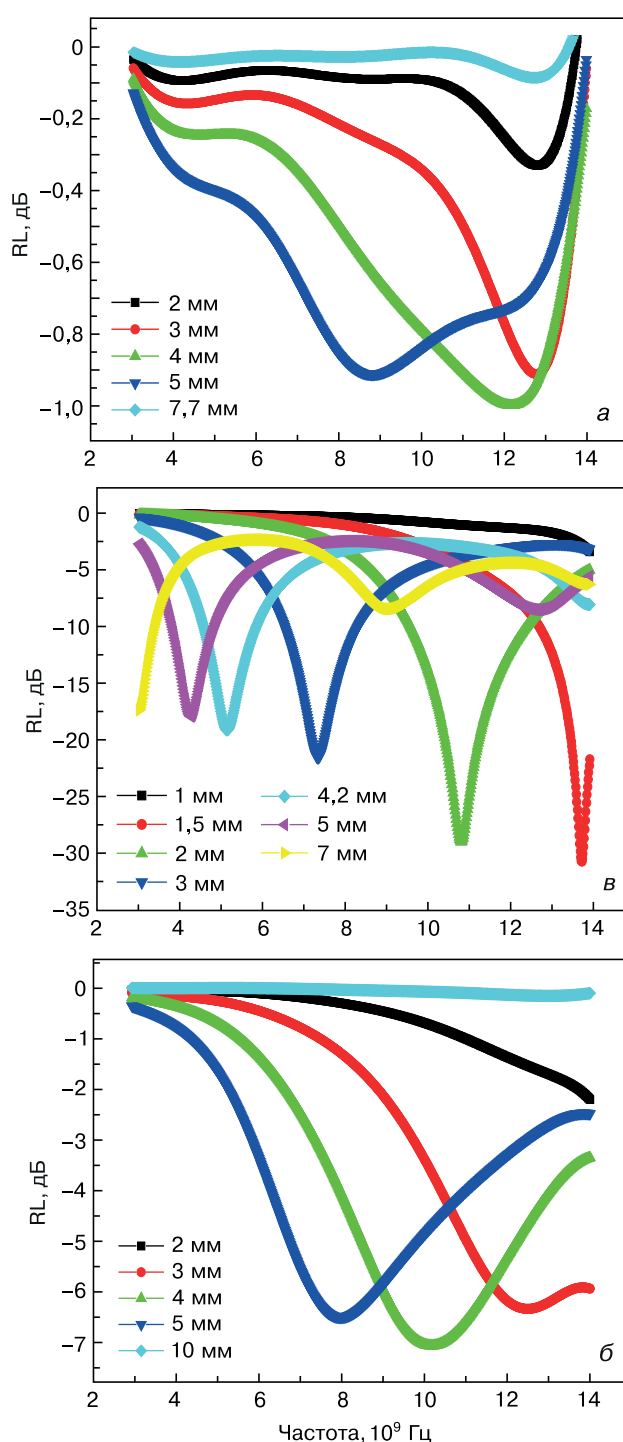


Рис. 7. Частотные зависимости коэффициента отражения нанокompозитов FeCoAl/C, синтезированных при различной температуре $T_{\text{синт.}}$, °С: а — 500; б — 600; в — 700

Fig. 7. Frequency dependences of reflection coefficient of FeCoAl/C nanocomposites synthesized at different temperatures $T_{\text{synth.}}$, °С: (а) 500, (б) 600 and (в) 700

никновение электромагнитной волны в материал и более эффективную диссипацию энергии. Наиболее перспективными для применения в качестве радиопоглощающих материалов являются нанокompозиты FeCoAl/C, полученные при 700 °С. Величина потерь на отражение составляет от -17 до -31 дБ, что соответствует поглощению от 86 до 97,2 %.

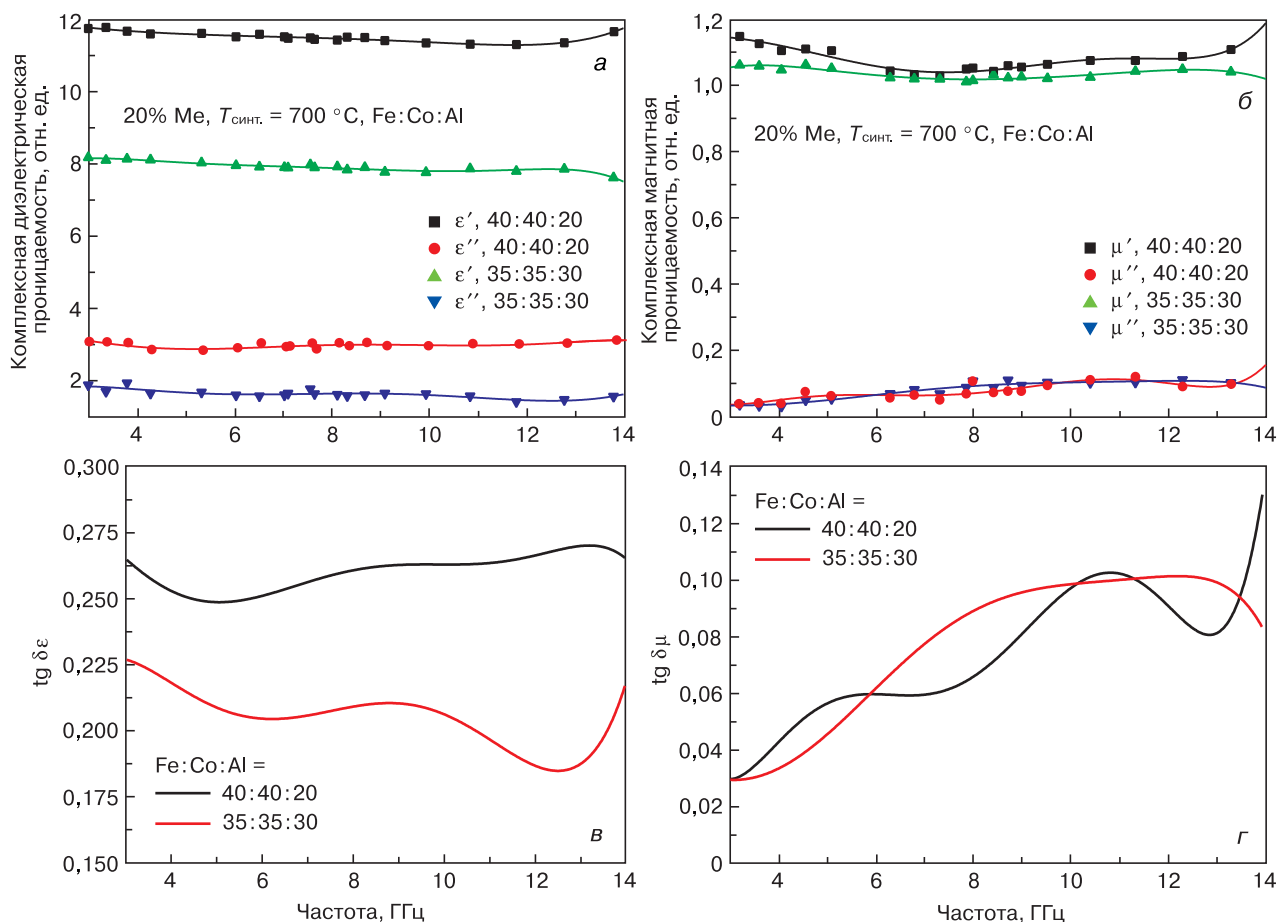


Рис. 8. Частотные зависимости комплексной диэлектрической (а), магнитной (б) проницаемостей и тангенса диэлектрических (в) и магнитных (г) потерь от процентного соотношения металлов в прекурсоре

Fig. 8. Frequency dependences of (a) complex dielectric and (б) magnetic permeability and tangents of (в) dielectric and (г) magnetic loss for different metal ratios in precursor

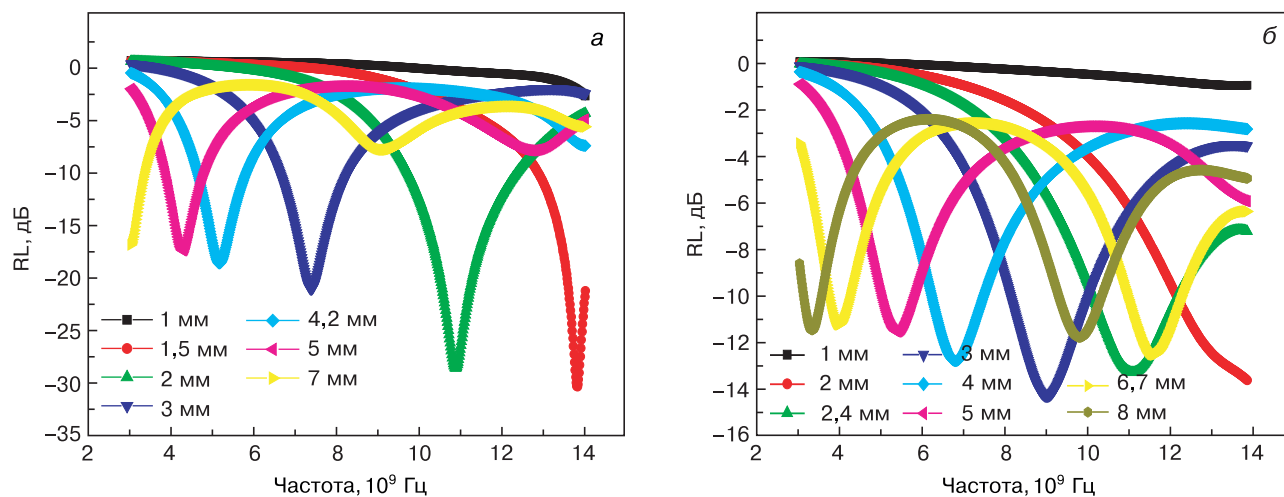


Рис. 9. Частотные зависимости коэффициента отражения нанокompозитов с различным соотношением металлов в прекурсоре Fe : Co : Al: а — 40 : 40 : 20; б — 35 : 35 : 30

Fig. 9. Frequency dependences of reflection coefficient of nanocomposites for different metal content ratios in precursor Fe : Co : Al: (a) 40 : 40 : 20; (б) 35 : 35 : 30

Библиографический список

1. Gubin S.P., Spichkin Y.I., Yurkov G.Yu., Tishin A.M. Nanomaterial for high-density magnetic data storage. *Russian J. Inorg. Chem.* 2002; 47(1): S32—S67. <http://www.amtc.ru/publications/articles/5rus.pdf>

2. Lu An-Hui, Salabas E.L., Schüth F. Magnetic nanoparticles: synthesis, protection, functionalization, and application. *Angew. Chem. Int. Ed.* 2007; 46(8): 1222—1244. <https://doi.org/10.1002/anie.200602866>

2. Xu Y.H., Bai J., Wang J.P. High-magnetic-moment multifunctional nanoparticles for nanomedicine applications. *J. Magn. Magn. Mater.* 2007; 311(1): 131—134. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.11.174>
4. Khadzhiev S.N., Kulikova M.V., Ivantsov M.I., Zemtsov L.M., Karpacheva G.P., Muratov D.G., Bondarenko G.N., Oknina N.V. Fischer-Tropsch synthesis in the presence of nanosized iron-polymer catalysts in a fixed-bed reactor. *Pet. Chem.* 2016; 56(6): 522—528. <https://doi.org/10.1134/S0965544116060049>
5. Xu M.H., Zhong W., Qi X.S., Au C.T., Deng Y., Du Y.W. Highly stable Fe-Ni alloy nanoparticles encapsulated in carbon nanotubes: Synthesis, structure and magnetic properties. *J. Alloys Compd.* 2010; 495(1): 200—204. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.01.121>
6. Bahgat M., Paek M.-K., Pak J.-J. Comparative synthesis of nanocrystalline Fe-Ni and Fe-Ni-Co alloys during hydrogen reduction of $Ni_xCO_{1-x}Fe_2O_4$. *J. Alloys Compd.* 2008; 466(1-2): 59—66. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.01.147>
7. Azizi A., Yoozbashizadeh H., Sadmezhaad S.K. Effect of hydrogen reduction on microstructure and magnetic properties of mechanochemically synthesized Fe-16.5Ni-16.5Co nano-powder. *J. Magn. Magn. Mater.* 2009; 321(18): 2729—2732. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.03.085>
8. Li X., Takahashi S. Synthesis and magnetic properties of Fe-Co-Ni nanoparticles by hydrogen plasma-metal reaction. *J. Magn. Magn. Mater.* 2000; 214(3): 195—203. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(00\)00081-0](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(00)00081-0)
9. Dalavi S.B., Theerthagiri J., Raja M.M., Panda R.N. Synthesis, characterization and magnetic properties of nanocrystalline $Fe_xNi_{80-x}Co_{20}$ ternary alloys. *J. Magn. Magn. Mater.* 2013; 344: 30—34. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.05.026>
10. Prasad N.Kr., Kumar V. Microstructure and magnetic properties of equiatomic FeNiCo alloy synthesized by mechanical alloying. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 2015; 26(12): 10109—10118. <https://doi.org/10.1007/s10854-015-3695-7>
11. Zehani K., Bez R., Boutahar A., Hlil E.K., Lassri H., Moscovici J., Mliki N., Bessais L. Structural, magnetic, and electronic properties of high moment FeCo nanoparticles. *J. Alloys Compd.* 2014; 591: 58—64. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.208>
12. Nautiyal P., Seikh Md.M., Lebedev O.I., Kundu A.K. Sol-gel synthesis of Fe-Co nanoparticles and magnetization study. *J. Magn. Magn. Mater.* 2015; 377: 402—405. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.10.157>
13. Ang K.H., Alexandrou I., Mathur N.D., Amaratunga G.A.J., Haq S. The effect of carbon encapsulation on the magnetic properties of Ni nanoparticles produced by arc discharge in de-ionized water. *Nanotechnology.* 2004; 15(5): 520—524. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/15/5/020>
14. Afghahi S.S.S., Shokuhfar A. Two step synthesis, electromagnetic and microwave absorbing properties of FeCo@C core-shell nanostructure. *J. Magn. Magn. Mater.* 2014; 370: 37—44. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.06.040>
15. Ibrahim E.M.M., Hampel S., Wolter A.U.B., Kath M., El-Gendy A.A., Klingeler R., Täschner C., Khavrus V.O., Gemming T., Leonhardt A., Büchner B. Superparamagnetic FeCo and FeNi nanocomposites dispersed in submicrometer-sized C spheres. *J. Phys. Chem. C.* 2012; 116(42): 22509—22517. <https://doi.org/10.1021/jp304236x>
16. Liu X.G., Ou Z.Q., Geng D.Y., Han Z., Jiang J.J., Liu W., Zhang Z.D. Influence of a graphite shell on the thermal and electromagnetic characteristics of FeNi nanoparticles. *Carbon.* 2010; 48(3): 891—897. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.011>
17. Liu X., Or S.W., Ho S.L., Cheung C.C., Leung C.M., Han Z., Geng D., Zhang Z. Full X-Ku band microwave absorption by Fe(Mn)/Mn₇C₃/C core/shell/shell structured nanocapsules. *J. Alloys Compd.* 2011; 509(37): 9071—9075. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.06.031>
18. Liu Q., Cao B., Feng C., Zhang W., Zhu S., Zhang D. High permittivity and microwave absorption of porous graphitic carbons encapsulating Fe nanoparticles. *Compos. Sci. Technol.* 2012; 72(13): 1632—1636. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.06.022>
19. Xie Zh., Geng D., Liu X., Ma S., Zhang Zh. Magnetic and microwave-absorption properties of graphite-coated (Fe,Ni) nanocapsules. *J. Mater. Sci. Technol.* 2011; 27(7): 607—614. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(11\)60115-1](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(11)60115-1)
20. Yang Y., Qia S., Wang J. Preparation and microwave absorbing properties of nickel-coated graphite nanosheet with pyrrole via in situ polymerization. *J. Alloys Compd.* 2012; 520: 114—121. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.12.136>
21. Zhao D.L., Zhang J.M., Li X., Shen Z.M. Electromagnetic and microwave absorbing properties of Co-filled carbon nanotubes. *J. Alloys Compd.* 2010; 505(2): 712—716. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.06.122>
22. Zhao D.L., Li X., Shen Z.M. Preparation and electromagnetic and microwave absorbing properties of Fe-filled carbon nanotubes. *J. Alloys Compd.* 2009; 471(1-2): 457—460. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.03.127>
23. Fan Y., Yang H., Liu X., Zhu H., Zou G. Preparation and study on radar absorbing materials of nickel-coated carbon fiber and flake graphite. *J. Alloys Compd.* 2008; 461(1-2): 490—494. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.07.034>
24. Zhang T., Huang D., Yang Y., Kang F., Gu J. Fe₃O₄/carbon composite nanofiber absorber with enhanced microwave absorption performance. *Mater. Sci. Eng. B.* 2013; 178(1): 1—9. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2012.06.005>
25. Lu B., Dong X.L., Huang H., Zhang X.F., Zh X.G., Lei J.P., Sun J.P. Microwave absorption properties of the core/shell-type iron and nickel nanoparticles. *J. Magn. Magn. Mater.* 2008; 320(6): 1106—1111. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.10.030>
26. Wang B., Zhang J., Wang T., Qiao L., Li F. Synthesis and enhanced microwave absorption properties of Ni@Ni₂O₃ core-shell particles. *J. Alloys Compd.* 2013; 567: 21—25. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.028>
27. Wang Z., Xiao P., He N. Synthesis and characteristics of carbon encapsulated magnetic nanoparticles produced by a hydrothermal reaction. *Carbon.* 2006; 44(15): 3277—3284. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.06.026>
28. Singh A., Lavigne P. Deposition of diamond-like carbon films by low energy ion beam and d.c. magnetron sputtering. *Surf. Coat. Technol.* 1991; 47(1-3): 188—200. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(91\)90281-Z](https://doi.org/10.1016/0257-8972(91)90281-Z)
29. Dumitrache F., Morjan I., Fleaca C., Birjega R., Vasile E., Kuncser V., Alcxandrescu R. Parametric studies on iron-carbon composite nanoparticles synthesized by laser pyrolysis for increased passivation and high iron content. *Appl. Surf. Sci.* 2011; 257(12): 5265—5269. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.11.069>
30. Yu F., Wang J.N., Sheng Z.M., Su L.F. Synthesis of carbon-encapsulated magnetic nanoparticles by spray pyrolysis of iron carbonyl and ethanol. *Carbon.* 2005; 43(14): 3018—3021. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.06.008>
31. Lin X.G., On Z.Q., Geng D.Y., Han Z., Jiang J.J., Lin W., Zhang Z.D. Influence of a graphite shell on the ther-

mal and electromagnetic characteristics of FeNi nanoparticles. *Carbon*. 2010; 48(3): 891—897. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.011>

32. Патент 2686223 C1 (RU). Способ синтеза нанокompозитов Ag/C. Л.В. Кожитов, В.С. Сонькин, А.Р. Мура- леев, Е.Г. Сидин, Д.Д. Маганов, Д.Г. Муратов, Е.В. Якуш- ко, А.В. Попкова, 2019. https://patents.s3.yandex.net/RU2686223C1_20190424.pdf

33. Патент 2593145 (RU). Способ получения нанокompозита FeNi₃/C в промышленных масштабах. В.В. Козлов, Д.Г. Муратов, В.Г. Костишин, Е.В. Якушко, Г.Е. Гельман, 2016. https://patents.s3.yandex.net/RU2593145C1_20160727.pdf

34. Муратов Д.Г., Козлов В.В., Крапучин В.В., Ко- житов Л.В., Карпачева Г.П., Земцов Л.М. Исследование электропроводности и полупроводниковых свойств нового углеродного материала на основе ИК–пиролизованного полиакрилонитрила ((C₃H₃N)_n). *Известия вузов. Материалы электронной техники*. 2007; (3): 26—30.

35. Kozitov L.V., Kostikova A.V., Kozlov V.V., Bula- tov M.F. The FeNi₃/C nanocomposite formation from the composite of Fe and Ni salts and polyacrylonitrile under IR–heating. *J. Nanoelectron. Optoelectron*. 2012; (7): 419—422.

36. Земцов Л.М., Карпачева Г.П., Ефимов М.Н., Мура- тов Д.Г., Багдасарова К.А. Углеродные наноструктуры на основе ИК–пиролизованного полиакрилонитрила. *Высо- комолекулярные соединения. Сер. А*. 2006; 48(6): 977—982.

37. Karpacheva G.P., Bagdasarova K.A., Bondaren- ko G.N., Zemtsov L.M., Muratov D.G., Perov N.S. Co–carbon nanocomposites based on IR–pyrolyzed polyacrylonitrile. *Polymer Sci. A*. 2009; 51(11–12): 1297—1302. <https://doi.org/10.1134/S0965545X09110157>

38. Dzidziguri L., Zemtsov L.M., Karpacheva G.P., Mu- ratov D.G., Sidorova E.N. Preparation and structure of metal–carbon nanocomposites Cu–C. *Nanotechnol. Russia*. 2010; 5(9–10): 665—668. <https://doi.org/10.1134/S1995078010090119>

39. Ferrari A.C., Robertson J. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Phys. Rev. B*. 2000; 61(20): 14095—14107. <https://doi.org/10.1103/physrevb.61.14095>

40. Tuinstra F., Koenig J.L. Raman spectrum of graphite. *J. Chem. Phys.* 1970; 53(3): 1126—1130. <https://doi.org/10.1063/1.167410>

41. Ferrari A.C. Raman spectroscopy of graphene and graphite: Disorder, electron–phonon coupling, doping and nonadiabatic effects. *Solid State Commun.* 2007; 143(1–2): 47—57. <https://doi.org/10.1016/j.ssc.2007.03.052>

References

1. Gubin S.P., Spichkin Y.I., Yurkov G.Yu., Tishin A.M. Nanomaterial for high–density magnetic data storage. *Rus- sian J. Inorg. Chem.*, 2002; 47(1): S32—S67. <http://www.amtc.ru/publications/articles/5rus.pdf>

2. Lu An–Hui, Salabas E.L., Schüth F. Magnetic nano- particles: synthesis, protection, functionalization, and appli- cation. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 2007; 46(8): 1222—1244. <https://doi.org/10.1002/anie.200602866>

3. Xu Y.H., Bai J., Wang J.P. High–magnetic–moment multifunctional nanoparticles for nanomedicine applica- tions. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2007; 311(1): 131—134. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2006.11.174>

4. Khadzhiev S.N., Kulikova M.V., Ivantsov M.I., Zemt- sov L.M., Karpacheva G.P., Muratov D.G., Bondarenko G.N., Oknina N.V. Fischer–Tropsch synthesis in the presence of nanosized iron–polymer catalysts in a fixed–bed reactor. *Pet. Chem.*, 2016; 56(6): 522—528. <https://doi.org/10.1134/S0965544116060049>

5. Xu M.H., Zhong W., Qi X.S., Au C.T., Deng Y., Du Y.W. Highly stable Fe–Ni alloy nanoparticles encapsulated in carbon nanotubes: Synthesis, structure and magnetic prop- erties. *J. Alloys Compd.*, 2010; 495(1): 200—204. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.01.121>

6. Bahgat M., Paek M.–K., Pak J.–J. Comparative syn- thesize of nanocrystalline Fe–Ni and Fe–Ni–Co alloys during hydrogen reduction of Ni_xCO_{1–x}Fe₂O₄. *J. Alloys Compd.*, 2008; 466(1–2): 59—66. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.01.147>

7. Azizi A., Yoozbashizadeh H., Sadmezhaad S.K. Ef- fect of hydrogen reduction on microstructure and magnetic properties of mechanochemically synthesized Fe–16.5Ni– 16.5Co nano–powder. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2009; 321(18): 2729—2732. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.03.085>

8. Li X., Takahashi S. Synthesis and magnetic properties of Fe–Co–Ni nanoparticles by hydrogen plasma–metal reac- tion. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2000; 214(3): 195—203. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(00\)00081-0](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(00)00081-0)

9. Dalavi S.B., Theerthagiri J., Raja M.M., Panda R.N. Synthesis, characterization and magnetic properties of

nanocrystalline Fe_xNi_{80–x}Co₂₀ ternary alloys. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2013; 344: 30—34. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.05.026>

10. Prasad N.Kr., Kumar V. Microstructure and magnet- ic properties of equiatomic FeNiCo alloy synthesized by me- chanical alloying. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.*, 2015; 26(12): 10109—10118. <https://doi.org/10.1007/s10854-015-3695-7>

11. Zehani K., Bez R., Boutahar A., Hlil E.K., Lassri H., Moscovici J., Mliki N., Bessais L. Structural, magnetic, and electronic properties of high moment FeCo nanoparticles. *J. Alloys Compd.*, 2014; 591: 58—64. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.11.208>

12. Nautiyal P., Seikh Md.M., Lebedev O.I., Kundu A.K. Sol–gel synthesis of Fe–Co nanoparticles and magnetization study. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2015; 377: 402—405. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.10.157>

13. Ang K.H., Alexandrou I., Mathur N.D., Amara- tunga G.A.J., Haq S. The effect of carbon encapsulation on the magnetic properties of Ni nanoparticles produced by arc discharge in de–ionized water. *Nanotechnology*, 2004; 15(5): 520—524. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/15/5/020>

14. Afghahi S.S.S., Shokuhfar A. Two step synthesis, electromagnetic and microwave absorbing properties of FeCo@C core–shell nanostructure. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2014; 370: 37–44. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2014.06.040>

15. Ibrahim E.M.M., Hampel S., Wolter A.U.B., Kath M., El–Gendy A.A., Klingeler R., Täschner C., Khavrus V.O., Gemming T., Leonhardt A., Büchner B. Superparamagnetic FeCo and FeNi nanocomposites dispersed in submicrometer– sized C spheres. *J. Phys. Chem. C*, 2012; 116(42): 22509—22517. <https://doi.org/10.1021/jp304236x>

16. Liu X.G., Ou Z.Q., Geng D.Y., Han Z., Jiang J.J., Liu W., Zhang Z.D. Influence of a graphite shell on the ther- mal and electromagnetic characteristics of FeNi nanoparti- cles. *Carbon*, 2010; 48(3): 891—897. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.011>

17. Liu X., Or S.W., Ho S.L., Cheung C.C., Leung C.M., Han Z., Geng D., Zhang Z. Full X–Ku band microwave ab-

sorption by Fe(Mn)/Mn₇C₃/C core/shell/shell structured nanocapsules. *J. Alloys Compd.*, 2011; 509(37): 9071—9075. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.06.031>

18. Liu Q., Cao B., Feng C., Zhang W., Zhu S., Zhang D. High permittivity and microwave absorption of porous graphitic carbons encapsulating Fe nanoparticles. *Compos. Sci. Technol.*, 2012; 72(13): 1632—1636. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2012.06.022>

19. Xie Zh., Geng D., Liu X., Ma S., Zhang Zh. Magnetic and microwave-absorption properties of graphite-coated (Fe,Ni) nanocapsules. *J. Mater. Sci. Technol.*, 2011; 27(7): 607—614. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(11\)60115-1](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(11)60115-1)

20. Yang Y., Qia S., Wang J. Preparation and microwave absorbing properties of nickel-coated graphite nanosheet with pyrrole via in situ polymerization. *J. Alloys Compd.*, 2012; 520: 114—121. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.12.136>

21. Zhao D.L., Zhang J.M., Li X., Shen Z.M. Electromagnetic and microwave absorbing properties of Co-filled carbon nanotubes. *J. Alloys Compd.*, 2010; 505(2): 712—716. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.06.122>

22. Zhao D.L., Li X., Shen Z.M. Preparation and electromagnetic and microwave absorbing properties of Fe-filled carbon nanotubes. *J. Alloys Compd.*, 2009; 471(1–2): 457—460. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.03.127>

23. Fan Y., Yang H., Liu X., Zhu H., Zou G. Preparation and study on radar absorbing materials of nickel-coated carbon fiber and flake graphite. *J. Alloys Compd.*, 2008; 461(1–2): 490—494. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2007.07.034>

24. Zhang T., Huang D., Yang Y., Kang F., Gu J. Fe₃O₄/carbon composite nanofiber absorber with enhanced microwave absorption performance. *Mater. Sci. Eng. B*, 2013; 178(1): 1—9. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2012.06.005>

25. Lu B., Dong X.L., Huang H., Zhang X.F., Zh X.G., Lei J.P., Sun J.P. Microwave absorption properties of the core/shell-type iron and nickel nanoparticles. *J. Magn. Magn. Mater.*, 2008; 320(6): 1106—1111. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.10.030>

26. Wang B., Zhang J., Wang T., Qiao L., Li F. Synthesis and enhanced microwave absorption properties of Ni@Ni₂O₃ core-shell particles. *J. Alloys Compd.*, 2013; 567: 21—25. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.03.028>

27. Wang Z., Xiao P., He N. Synthesis and characteristics of carbon encapsulated magnetic nanoparticles produced by a hydrothermal reaction. *Carbon*, 2006; 44(15): 3277—3284. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.06.026>

28. Singh A., Lavigne P. Deposition of diamond-like carbon films by low energy ion beam and d.c. magnetron sputtering. *Surf. Coat. Technol.*, 1991; 47(1–3): 188—200. [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(91\)90281-Z](https://doi.org/10.1016/0257-8972(91)90281-Z)

29. Dumitrache F., Morjan I., Fleaca C., Birjega R., Vasile E., Kuncser V., Alexandrescu R. Parametric studies on iron-carbon composite nanoparticles synthesized by laser pyrolysis for increased passivation and high iron content. *Appl. Surf. Sci.*, 2011; 257(12): 5265—5269. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.11.069>

30. Yu F., Wang J.N., Sheng Z.M., Su L.F. Synthesis of carbon-encapsulated magnetic nanoparticles by spray pyrolysis of iron carbonyl and ethanol. *Carbon*, 2005; 43(14): 3018—3021. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.06.008>

31. Lin X.G., On Z.Q., Geng D.Y., Han Z., Jiang J.J., Lin W., Zhang Z.D. Influence of a graphite shell on the thermal and electromagnetic characteristics of FeNi nanoparticles. *Carbon*, 2010; 48(3): 891—897. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.011>

32. Pat. 2686223 C1 (RU). Method of syntheses of nanocomposites Ag/C. L.V. Kozhitov, V.S. Sonkin, A.R. Muraleev, E.G. Sidin, D.D. Maganov, D.G. Muratov, E.V. Yakushko, A.V. Popkova, 2019. (In Russ.). https://patents.s3.yandex.net/RU2686223C1_20190424.pdf

33. Pat. 2593145 (RU). Method of producing FeNi₃/C nanocomposite on industrial scale. L.V. Kozhitov, V.V. Kozlov, D.G. Muratov, V.G. Kostishin, E.V. Yakushko, G.E. Gelman, 2016. (In Russ.). https://patents.s3.yandex.net/RU2593145C1_20160727.pdf

34. Muratov D.G., Kozlov V.V., Krapukhin V.V., Kozhitov L.V., Karpacheva G.P., Zemtsov L.M. Study of electrical conductivity and semiconductor properties of a new carbon material based on IR-pyrolyzed polyacrylonitrile ((C₃H₃N)_n). *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii. Materialy Elektronnoi Tekhniki = Materials of Electronics Engineering*, 2007; (3): 26—30. (In Russ.)

35. Kozitov L.V., Kostikova A.V., Kozlov V.V., Bulatov M.F. The FeNi₃/C nanocomposite formation from the composite of Fe and Ni salts and polyacrylonitrile under IR-heating. *J. Nanoelectron. Optoelectron.*, 2012; (7): 419—422.

36. Zemtsov L.M., Karpacheva G.P., Efimov M.N., Muratov D.G., Bagdasarova K.A. Carbon nanostructures Based on IR-pyrolyzed polyacrylonitrile. *Vysokomolekulyarnye soedineniya. Ser. A*, 2006; 48(6): 977—982.

37. Karpacheva G.P., Bagdasarova K.A., Bondarenko G.N., Zemtsov L.M., Muratov D.G., Perov N.S. Co-carbon nanocomposites based on IR-pyrolyzed polyacrylonitrile. *Polymer Sci. A*, 2009; 51(11–12): 1297—1302. <https://doi.org/10.1134/S0965545X09110157>

38. Dzidziguri L., Zemtsov L.M., Karpacheva G.P., Muratov D.G., Sidorova E.N. Preparation and structure of metal-carbon nanocomposites Cu-C. *Nanotechnol. Russia*, 2010; 5(9–10): 665—668. <https://doi.org/10.1134/S1995078010090119>

39. Ferrari A.C., Robertson J. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Phys. Rev. B*, 2000; 61(20): 14095—14107. <https://doi.org/10.1103/physrevb.61.14095>

40. Tuinstra F., Koenig J.L. Raman spectrum of graphite. *J. Chem. Phys.*, 1970; 53(3): 1126—1130. <https://doi.org/10.1063/1.167410>

41. Ferrari A.C. Raman spectroscopy of graphene and graphite: Disorder, electron-phonon coupling, doping and nonadiabatic effects. *Solid State Commun.*, 2007; 143(1–2): 47—57. <https://doi.org/10.1016/j.ssc.2007.03.052>

Информация об авторах / Information about the authors

Муратов Дмитрий Геннадьевич — канд. техн. наук, ведущий научный сотрудник; Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской академии наук, Ленинский просп., д. 29, Москва, 119991, Россия; доцент, Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»,

Dmitriy G. Muratov — Cand. Sci. (Eng.), Leading Researcher; A.V. Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis, RAS, 29 Leninsky Ave., Moscow 119991, Russia; Associate Professor, National University of Science and Technology MISIS, 4 Leninsky Ave.,

Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4865-288X>; e-mail: muratov@ips.ac.ru

Кожитов Лев Васильевич — доктор техн. наук, профессор; Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4973-1328>; e-mail: kozitov@misys.ru

Якушко Егор Владимирович — канд. техн. наук, доцент, кафедра технологии материалов электроники; Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6116-9665>; e-mail: yakushko@misys.ru

Васильев Андрей Александрович — младший научный сотрудник; Институт нефтехимического синтеза им. А.В. Топчиева Российской академии наук, Ленинский просп., д. 29, Москва, 119991, Россия; ассистент; Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Ленинский просп., д. 4, Москва, 119049, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3226-9584>; e-mail: vasilev@ips.ac.ru

Попкова Алёна Васильевна — старший научный сотрудник; АО «НИИ НПО «ЛУЧ», ул. Железнодорожная, д. 24, Подольск, 142103, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4657-9305>; e-mail: popkova-alena@rambler.ru

Тарала Виталий Алексеевич — канд. хим. наук, старший научный сотрудник; Северо-Кавказский федеральный университет, ул. Пушкина, д. 1, Ставрополь, 355017, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6688-2681>; e-mail: vitaly-tarala@yandex.ru

Коровин Евгений Юрьевич — канд. физ.-мат. наук; Институт физического материаловедения СО РАН, ул. Сахьяновой, д. 6, Улан-Удэ, 670047, Бурятия, Россия; Национальный исследовательский Томский государственный университет, просп. Ленина, д. 36, Томск, 634050, Россия; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5213-2951>; e-mail: korovin_ey@mail.tsu.ru

Moscow 119049, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4865-288X>; e-mail: muratov@ips.ac.ru

Lev V. Kozhitov — Dr. Sci. (Eng.), Professor; National University of Science and Technology MISiS, 4 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4973-1328>; e-mail: kozitov@misys.ru

Egor V. Yakushko — Cand. Sci. (Eng.), Associate Professor, Department of Technology of Electronics Materials, National University of Science and Technology MISiS, 4 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6116-9665>; e-mail: yakushko@misys.ru

Andrey A. Vasilev — Junior Researcher; A.V. Topchiev Institute of Petrochemical Synthesis, RAS, 29 Leninsky Ave., Moscow 119991, Russia; Assistant; National University of Science and Technology MISiS, 4 Leninsky Ave., Moscow 119049, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3226-9584>; e-mail: vasilev@ips.ac.ru

Alena V. Popkova — Senior Researcher; JSC "Research Institute NPO" LUCH", 24 Zheleznodorozhnaya Str., Podolsk, 142103, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4657-9305>; e-mail: popkova-alena@rambler.ru

Vitaly A. Tarala — Cand. Sci. (Chem.), Senior Researcher; North Caucasus Federal University, 1 Pushkin Str., Stavropol 355017, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6688-2681>; e-mail: vitaly-tarala@yandex.ru

Evgeniy Yu. Korovin — Cand. Sci. (Phys.-Math.); Institute of Physical Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 6 Sakhyanova Str., Ulan-Ude 670047, Republic of Buryatia, Russia; Tomsk State University, 36 Lenin Ave., Tomsk 634050, Russia; ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5213-2951>; e-mail: korovin_ey@mail.tsu.ru

Поступила в редакцию 26.08.2021; поступила после доработки 06.09.2021; принята к публикации 10.09.2021
Received 26 August 2021; Revised 6 September 2021; Accepted 10 September 2021

* * *