

## Магнитные свойства наночастиц оксидов железа в матрице калиево-алюмоборатных стекол, подверженных терморadiационному воздействию

М.К. Салахитдинова,<sup>1,\*</sup> Э.М. Ибрагимова,<sup>2,†</sup> О.К. Кувандигов<sup>1,‡</sup>

<sup>1</sup>Самаркандский государственный университет. Самарканд, Узбекистан

<sup>2</sup>Институт ядерной физики АН Республики Узбекистан. Ташкент, Узбекистан

(Поступила в редакцию 16.04.2023; после доработки 20.04.2023; принята к публикации 21.04.2023)

В работе представлены результаты исследования магнитных свойств стекол состава  $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot B_2O_3$  (КАБ) с добавками  $Fe_2O_3$  2.0 и 3.0 масс.%, подвергнутых радиационной обработке в гамма-поле  $^{60}Co$  при мощности дозы 236 Р/с в течение 2 ч при комнатной температуре и при нагреве образцов до 423 К. Как при радиационном, так и при терморadiационном воздействии магнитная восприимчивость стекол следует закону Кюри–Вейсса при 4.2–200 К и незначительно отклоняется от этой зависимости при 200–340 К. Слабо выраженный магнитный гистерезис с низкой коэрцитивной силой обнаружен при низких температурах на фоне практически линейно зависящей от поля намагниченности. Анализ данных по температурной и полевой зависимостям намагниченности в слабых и сильных полях в сочетании с данными о структурных и оптических свойствах свидетельствует о том, что в стеклах формируются в основном наночастицы  $Fe_2O_3$  в нескомпенсированном антиферромагнитном состоянии, а также незначительное количество диссоциированных ионов Fe и  $Fe_3O_4$ .

PACS: 61.18.-j, 75.20.-g УДК: 53.09

Ключевые слова: калиевоалюмоборатные стекла, наночастицы оксидов железа, терморadiационная обработка, кривые намагничивания, магнитная восприимчивость, эффективный магнитный момент.

DOI: [10.55959/MSU0579-9392.78.2340502](https://doi.org/10.55959/MSU0579-9392.78.2340502)

### ВВЕДЕНИЕ

Поведение микро- и наночастиц оксидов железа в различных матрицах вызывает значительный интерес, так как такие частицы обладают значительным потенциалом использования в качестве магнитных сорбентов, биосовместимых материалов медицины, материалов для магнитной записи и др. [1–5]. Всего известно 16 модификаций оксидов железа, которые формируются в зависимости от окружения двухвалентного или трехвалентного железа. Из них наиболее изученными и стабильными являются FeO, гематит  $\alpha$ - $Fe_2O_3$ , маггемит  $\gamma$ - $Fe_2O_3$  и магнетит  $Fe_3O_4$ . Самым стабильным оксидом является  $\alpha$ - $Fe_2O_3$ , а его магнитные свойства сильно зависят как от размера частиц, так и от дефектов в объеме и на поверхности частиц, а также матрицы [2, 6, 7]. Если для крупных образцов  $\alpha$ - $Fe_2O_3$  является антиферромагнетиком с температурой Нееля  $T_N = 953$  К и температурой Морина  $T_M = 260$  К, выше которой появляется нескомпенсированный магнитный момент, то в наночастицах нескомпенсированный магнитный момент возникает уже при низких температурах [2]. Температура Морина в наночастицах  $\alpha$ - $Fe_2O_3$  частицах размером меньше 8–20 нм становится меньше 4 К [8–10], что связывается с изменением параметра решетки [11]. Возникновение

слабого ферромагнетизма в наночастицах  $\alpha$ - $Fe_2O_3$  возможно за счет нескомпенсированных магнитных моментов, дефектов в объеме и на поверхности наночастиц.

Калиевоалюмоборатные стекла (КАБ-стекла) с добавками оксида железа являются радиационно-оптическими материалами, перспективными для использования в приборах и устройствах, работающих в мощных радиационных полях и различных экстремальных условиях. Добавление оксидов железа, наряду с окрашиванием стекол, приводит к их большей радиационной устойчивости и делает их магнитоактивными, в частности приводит к возможности использования их магнитооптических свойств (см. [12–14], а также статью Э.М. Ибрагимовой и др. в этом журнале № 4 (2022)). Выполненные недавно структурные исследования в последней статье показали, что в таких стеклах преимущественно образуются наночастицы  $Fe_2O_3$  с широкой дисперсией по размерам частиц, тогда как доля FeO и  $Fe_3O_4$  незначительна. Целью настоящей работы является исследование магнитных свойств КАБ-стекол, активированных наночастицами ионами железа при радиационном и терморadiационном воздействиях.

### 1. ОБРАЗЦЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Объекты исследования — стекла состава  $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot B_2O_3$  без добавок  $Fe_2O_3$  и с добав-

\* E-mail: [smaysara@yandex.ru](mailto:smaysara@yandex.ru)

† E-mail: [ibragimova@inp.uz](mailto:ibragimova@inp.uz)

‡ E-mail: [quvandikov@rambler.ru](mailto:quvandikov@rambler.ru)

Таблица. Список исследованных образцов

№1	Исходное КАБ стекло без оксидов железа и без радиационного облучения
№2	2.0 масс.% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / радиационное облучение при комнатной температуре
№3	2.0 масс.% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / радиационное облучение при $T = 423$ К
№4	3.0 масс.% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / радиационное облучение при комнатной температуре

ками до 3.0 масс.%. Варка стекол проводилась при температуре  $1603 \pm 5$  К в лабораторных условиях из химически чистых реактивов в корундовых тиглях вместимостью 3 л. Температура варки была меньше температуры плавления оксидов железа. Образцы изготавливались в форме пластин площадью  $1 \text{ см}^2$  и толщиной  $1 \pm 0.05$  мм. Радиационная обработка при комнатной температуре и терморadiационная обработка при температуре облучения образцов 423 К проводились внутри гамма-поля  $^{60}\text{Co}$  при мощности излучения 236 Р/с в течение 2 ч. Структурные исследования были выполнены по методике, описанной в [9]. Исследование магнитных свойств наночастиц проводились с помощью СКВИД-магнитометра «Cryogenic S700XR» при  $t = 4.2 - 400$  К в полях до 4 Тл.

## 2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЯ

На рис. 1 представлены зависимости намагниченности образцов от приложенного магнитного поля до 1000 Гс при 5 К. Намагниченность содержащих оксиды железа стекол практически линейно зависит от поля, наклон кривых растет с увеличением содержания Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, а магнитный гистерезис удается выделить только на начальном участке кривых. Это поведение указывает на то, что в основном имеет место парамагнитный отклик и незначительный ферромагнитный вклад. Так как коэрцитивная сила не превышает 4 Гс, то ферромагнитный отклик, вероятно, связан с нескомпенсированным антиферромагнетизмом наночастиц  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , который возник за счет нескомпенсированных спинов на поверхности частиц или дефектов. Коэрцитивная сила частиц Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> и  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  на порядок величины больше, и поэтому даже их малое количество, по структурным данным не превышающее 2–3% [9], не может привести к наблюдаемому виду петли гистерезиса.

Парамагнитный отклик связан как с диссоциированными в матрице ионами железа, которые возникли в результате радиационного воздействия, так и с теми же нескомпенсированными магнитными моментами наночастиц  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . Возможная роль суперпарамагнитных частиц  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ма-

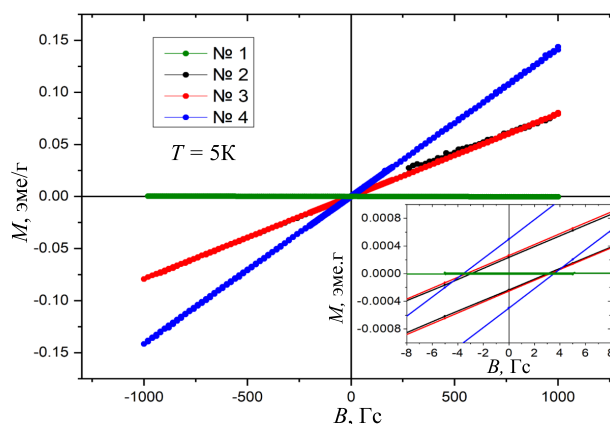


Рис. 1. Кривые намагничивания  $M(B)$  всех четырех образцов в магнитных полях до 1000 Гс и при температуре 5 К. На вставке представлен тот же график, но в другом масштабе

ловероятна, так как наши измерения намагниченности в слабых полях в режимах «ZFC» и «FC» не выявили температуру блокировки вплоть до 4.2 К.

Интересно, что кривые намагничивания образцов №2 и №3 практически совпадают, то есть терморadiационное воздействие при 423 К не приводит к дополнительным изменениям магнитных свойств по сравнению с радиационным воздействием при комнатной температуре.

На рис. 2 показана температурная зависимость намагниченности образца №4 в магнитном поле 4 Тл. Намагниченность быстро уменьшается при повышении температуры, как и следовало ожидать для парамагнитного отклика.

Парамагнитный отклик подтверждается и измерениями магнитной восприимчивости  $\chi$  в слабых полях. На рис. 3 показана температурная зависимость обратной восприимчивости  $\chi^{-1}(T)$  стекла КАБ, содержащего оксид железа, измеренная в интервале температур 4.2–340 К. Восприимчивость подчиняется закону Кюри–Вейсса,  $\chi = C/T - \theta$ , с положительным значением температуры  $\theta$ . Слабое отклонение от линейной зависимости  $\chi^{-1}(T)$  имеет место при  $T > 200$  К. Увеличение наклона кривой при  $T > 200$  К, то есть уменьшение ве-

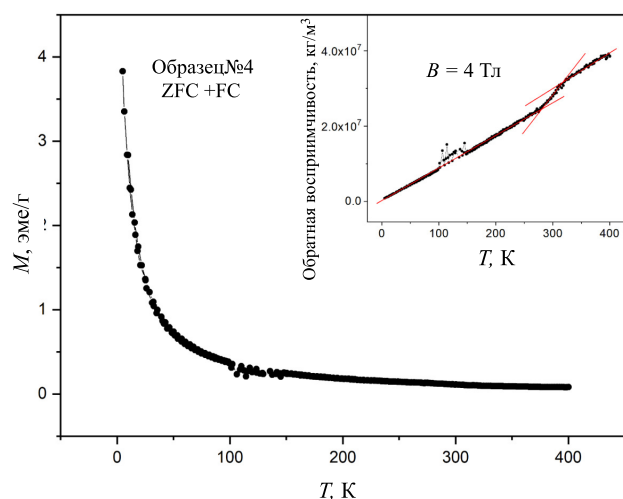


Рис. 2. Температурная зависимость намагниченности  $M(T)$  образца №4 при  $B = 4$  Тл (на вставке приведена температурная зависимость обратной магнитной восприимчивости  $\chi^{-1}(T)$  образца № 4 при  $B = 4$  Тл)

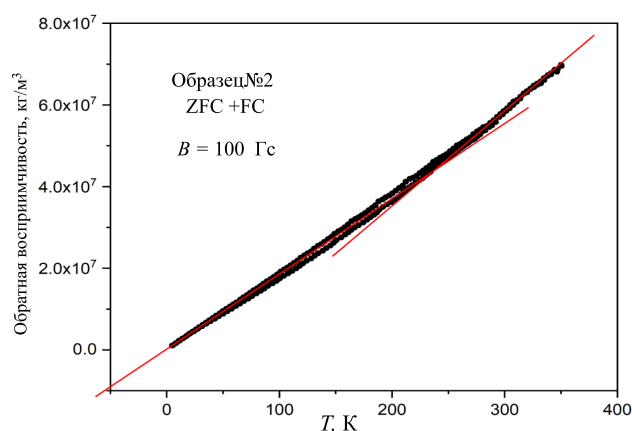


Рис. 3. Зависимость обратной магнитной восприимчивости от температуры при  $B = 100$  Гс образца № 2

личины температуры отсечки  $\theta$ , свидетельствует об уменьшении ферромагнитного взаимодействия между магнитными моментами при повышении температуры.

Из экспериментальных данных по восприимчивости можно по стандартной процедуре [7] оценить значение эффективного магнитного момента на формульную единицу  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Эта величина оказалась равной  $0.7 \mu\text{B}$ , то есть существенно меньше, чем магнитный момент железа в двухвалентном или трехвалентном состояниях. Это подтверждает, что парамагнетизм в основном определяется нескомпенсированными магнитными моментами.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ магнитных свойств КАБ-стекол с добавками  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  от 2.0 и 3.0 масс.% показывает, что в матрице стекла находятся изолированные ионы железа, возникшие при радиационном воздействии, и частицы  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , которые находятся в необычном для антиферромагнитного  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  состоянии, а именно в состоянии с нескомпенсированными магнитными моментами, которые определяют слабо выраженный магнитный гистерезис и основной парамагнитный вклад. Вклад других оксидов железа в магнитные свойства исследуемых стекол незначителен.

Авторы статьи выражают благодарность сотрудникам Технологического университета Лаппеенранта–Лахти, Лаппеенранта, Финляндия Егору А. Фадееву и Эркки Ладеранта за оказанную помощь в магнитных измерениях.

Работа выполнена по грантам А-4-9 и ОТ-Ф2-27 Министерства высшего и среднего специального образования Республики Узбекистан.

- [1] Zhong L.S., Hu J.S., Liang H.P. et al. // *Adv. Mater.* **18**. 2426. (2006).
- [2] Gubin S.P. *Magnetic Nanoparticles*. John Wiley & Sons, 2009. P. 483.
- [3] Pankhurst A., Connolly J., Jones S. K., Dobson J. // *J. Phys. D: Appl. Phys.* **36**. R167. (2003). <http://iopscience.iop.org/0022-3727/36/13/201>
- [4] Bedanta S., Barman A., Kleemann W. et al. // *J. Nanomaterials*. ID 952540. (2013).
- [5] Arbab Ali, Tufail Shah, Rehmat Ullah et al. // *Frontiers in Chemistry*. **9**. 1. (2021).
- [6] Suber L., Fiorani D., Imperatori P. et al. // *NanoStructured Materials*. **11**(6). 797. (1999).
- [7] Budker F., Hansen M.F., Koch C.B. et al. // *Phys. Rev. B*. **61**(10). 6826. (2000).
- [8] Schroerer D., Nininger Jr R.C. // *Phys. Rev. Lett.* **19**. 632. (1967).
- [9] Yamamoto N. // *J. Phys. Soc. Jpn.* **24**. 23. (1968).
- [10] Nininger R.C., Schroerer Jr.D. // *J. Phys. Chem. Solids*. **137**(39). (1978).
- [11] Ayyub P., Multani M., Barma M. et al. // *J. Phys. C*. **21**. 2229. (1988).
- [12] Mugiraneza S., Hallas A.M. // *Communications Physics*. **5**, N 1. 95. (2022).
- [13] Ibragimova E.M., Salakhitdinov A.N., Salakhitdinova M.K., Yusupov A.A // *J. Appl. Spectr.* **85**, N 2. 255. (2018).
- [14] Ibragimova E.M., Salakhitdinov A.N., Salakhitdinova M.K. et al. // *Journ. Magn. Magn. Mater.* **459**. 12. (2018).

## Magnetic properties of iron oxide nanoparticles in the matrix of potassium-aluminoborate glasses subjected to thermoradiation treatment

М. К. Salakhitdinova<sup>1,a</sup>, Е. М. Ibragimova<sup>2,b</sup>, О. К. Kuvandikov<sup>1,c</sup>

<sup>1</sup>*Samarkand State University named after Sharof Rashidov, Institute of Engineering Physics*

<sup>2</sup>*Institute of Nuclear Physics of Academy of Sciences of Republic of Uzbekistan*

<sup>3</sup>*Lappeenranta-Lahti University of Technology LUT*

E-mail: <sup>a</sup>[smaysara@yandex.ru](mailto:smaysara@yandex.ru), <sup>b</sup>[ibragimova@inp.uz](mailto:ibragimova@inp.uz), <sup>c</sup>[quvandikov@rambler.ru](mailto:quvandikov@rambler.ru)

The paper presents the results of investigations of the magnetic properties of glasses of the composition  $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot B_2O_3$  (KAB) with the addition of  $Fe_2O_3$  2.0 and 3.0 wt. subjected to radiation treatment in 60°C gamma field at dose rate of 236 R/s for 2 hours at room temperature and when samples are heated to 423 K. Both under radiation and thermoradiation exposure, the magnetic susceptibility of glasses follows the Curie–Weiss law at 4.2–200 K and slightly deviates from this dependence at 200–340 K. The weakly pronounced magnetic hysteresis with low coercive force was detected at low temperatures against the background of magnetization that depends almost linearly on the field. An analysis of data on the temperature and field dependences of magnetization in weak and strong fields, combined with data on structural and optical properties, indicates that mainly  $Fe_2O_3$  nanoparticles in the uncompensated antiferromagnetic state are formed in glasses, as well as an insignificant amount of dissociated Fe and  $Fe_3O_4$  ions.

PACS: 61.18.-j, 75.20.-g.

*Keywords:* potassium aluminoborate glasses, iron oxide nanoparticles, thermoradiation treatment, magnetization curves, magnetic susceptibility, effective magnetic moment.

*Received 2023.*

English version: *Moscow University Physics Bulletin*. 2023. **78**, No. 4. Pp. 527-530.

### Сведения об авторах

1. Салахитдинова Майсара Камолидиновна — канд. физ.-мат. наук, доцент; e-mail: [smaysara@yandex.ru](mailto:smaysara@yandex.ru).
2. Ибрагимова Эльвира Меметовна — доктор физ.-мат. наук, профессор, зав. лабораторией; e-mail: [ibragimova@inp.uz](mailto:ibragimova@inp.uz).
3. Кувандиков Облакул Кувандикович — доктор физ.-мат. наук, профессор; e-mail: [quvandikov@rambler.ru](mailto:quvandikov@rambler.ru).