

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭТИЛЕНА, МОДИФИЦИРОВАННОГО МНОГОСЛОЙНЫМИ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ Fe–СО-КАТАЛИЗАТОРА

© С. И. Мосеенков¹, В. Л. Кузнецов^{1,2}, А. В. Заворин^{1,2}, Г. В. Голубцов^{1,2},
Е. Ю. Коровин³, В. И. Суслев³, А. В. Ищенко¹, А. Н. Серкова¹,
Д. И. Сергеев³, Д. А. Великанов⁴

¹ Институт катализа им. Г. К. Борескова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, д. 5

² Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
630090, г. Новосибирск, ул. Пирогова, д. 2

³ Национальный исследовательский Томский государственный университет,
634050, г. Томск, пр. Ленина, д. 36

⁴ Института физики им. Л. В. Киренского СО РАН,
660036 г. Красноярск, Академгородок, д. 50, стр. 38
E-mail: moseenkov@catalysis.ru; moseenkov@gmail.com

Поступила в Редакцию 11 апреля 2019 г.

После доработки 22 ноября 2019 г.

Принята к публикации 14 декабря 2019 г.

Проведено исследование влияния остаточного катализатора синтеза многослойных углеродных нанотрубок (МУНТ) на электрофизические свойства композитов МУНТ–полиэтилен, полученных методом механического смешения в расплаве. Содержание остаточного катализатора варьировали путем изменения времени синтеза МУНТ. Используемые в работе нанотрубки были охарактеризованы с использованием просвечивающей и растровой электронной микроскопии, атомно-эмиссионного анализа, рентгенофазового анализа и измерений магнитной проницаемости. Структуру полученных композитов исследовали с использованием оптической и растровой электронной микроскопии. Были получены зависимости удельной намагниченности от приложенного магнитного поля, объемной электропроводности от объемного содержания наполнителя в композите и частотные зависимости отражения, пропускания и поглощения электромагнитного излучения в диапазоне 0.01–18 ГГц. Установлено, что полученные композиты характеризуются равномерным распределением нанотрубок в полимерной матрице, а зависимость объемной электропроводности от содержания МУНТ в композите имеет перколяционный характер. Вариация времени синтеза нанотрубок позволяет получать МУНТ с высоким содержанием ферромагнитных частиц, представляющих собой сплав, близкий по стехиометрии к составу активного компонента катализатора. Показано, что использование композитов, модифицированных МУНТ с высоким содержанием остаточного катализатора, является более эффективным для поглощения электромагнитного излучения за счет увеличения в них магнитных потерь.

Ключевые слова: многослойные углеродные нанотрубки; ферромагнитные частицы катализатора; полимерные композиты; механическое смешение в расплаве; гигагерцовый диапазон; поглощение электромагнитного излучения

DOI: 10.31857/S0044461820040131

Благодаря уникальным физико-механическим свойствам [1–3] многослойные углеродные нано-

трубки (МУНТ) вызывают интерес исследователей во всем мире и являются одним из основных мате-

риалов развивающихся нанотехнологий. Благодаря высокой электропроводности и высокому аспектному отношению введение небольших количеств МУНТ в полимерные или керамические матрицы позволяет увеличить электропроводность получаемых композитов на 5–10 порядков [4]. Вместе с тем варьирование характеристик МУНТ (внешнего диаметра, длины, функционального состава поверхности), их содержания в композите и способа получения композита позволяет управлять распределением нанотрубок в получаемом материале, что открывает широкие возможности для использования получаемых композитов в качестве функциональных материалов [5–7], например для увеличения электромагнитной совместимости устройств.

Стремительный рост количества устройств, использующих беспроводную передачу данных, приводит к загрязнению электромагнитным излучением окружающей среды и оказывает влияние на здоровье человека и нормальное функционирование электроники. Это увеличивает актуальность разработки материалов для увеличения электромагнитной совместимости, в качестве которых обычно используют материалы с высокими диэлектрическими и магнитными потерями. Диэлектрические потери определяются как $D_e = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$ (ε' и ε'' — реальная и мнимая части диэлектрической проницаемости), зависят от проводимости материала и характеризуют диссипацию энергии, создаваемой внешним электрическим полем. Магнитные потери $D_m = \frac{\mu''}{\mu'}$ (μ' и μ'' — реальная и мнимая части магнитной восприимчивости) соответствуют потерям энергии внутри магнитного материала из-за фазовой задержки между приложенным и наведенным магнитными полями и характеризуют диссипацию энергии, создаваемой внешним магнитным полем. Для минимизации отражения электромагнитного излучения от поглотителя также необходимо согласование волнового сопротивления поглощающей среды и свободного пространства [8]. Потери на отражение (1) и волновое сопротивление материала (2) определяются как [9]

$$RL = 20 \log_{10} \left| \frac{Z - Z_0}{Z + Z_0} \right|, \quad (1)$$

$$Z = Z_0 \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \tanh \left(i 2 \pi f d / c \sqrt{\frac{\mu}{\varepsilon}} \right), \quad (2)$$

где Z — волновое сопротивление материала, Z_0 — волновое сопротивление свободного пространства

(377 Ом), $\varepsilon = \varepsilon' - i\varepsilon''$ и $\mu = \mu' - i\mu''$ — комплексные диэлектрическая и магнитная проницаемость соответственно, f — частота, c — скорость света, d — толщина слоя, $i^2 = -1$.

Таким образом, варьируя параметры ε и μ материала, можно минимизировать отражение электромагнитного излучения от его поверхности.

В отличие от материалов с диэлектрическими потерями материалы с магнитными потерями (или с диэлектрическими и магнитными потерями одновременно) для задач увеличения электромагнитной совместимости активно исследуются только последние годы [10–15]. Магнитные потери в композитах с дисперсными магнитными частицами определяются механизмами релаксации их магнитного момента [16, 17]. Ферромагнитные металлы (Fe, Ni, Co) и их сплавы имеют высокие значения магнитного насыщения, но из-за высокой проводимости потери на вихревые токи приводят к уменьшению магнитной проницаемости [18], поэтому для эффективного поглощения электромагнитного излучения требуется уменьшение размеров магнитных частиц ниже критического [19]. При уменьшении размера наночастиц наблюдается переход из ферромагнитного состояния в суперпарамагнитное состояние, что приводит к дополнительному увеличению частоты релаксации [20, 21], а наличие физического контакта между магнитными наночастицами препятствует спиновой флуктуации [22], что ведет к снижению частоты релаксации частиц. Таким образом, для расширения рабочего частотного диапазона композитов с магнитными потерями и эффективного использования магнитных частиц необходимо создание материала с равномерным распределением магнитных частиц минимального размера.

Известно, что для синтеза МУНТ одними из наиболее эффективных катализаторов являются катализаторы на основе Fe и Co [23]. Активные каталитические частицы Fe–Co-сплава формируются на стадии активации и сопоставимы по размерам с внешним диаметром растущих на них нанотрубок. Регулирование времени синтеза МУНТ позволяет получать нанотрубки с увеличенным содержанием дисперсных магнитоактивных частиц Fe–Co-сплава, сформированных на стадии активации катализатора, а зауглероживание или инкапсулирование в каналах МУНТ частиц сплава, происходящее при дезактивации катализатора, предотвращает окисление частиц при выносе образца на воздух.

Цель работы — получение композитов на основе матрицы полиэтилена, модифицированной МУНТ с высоким содержанием магнитоактивных частиц

Fe–Co-сплава, обладающих одновременно диэлектрическими и магнитными потерями, и проведение сравнительного исследования влияния магнитоактивных частиц на взаимодействие таких композитов с электромагнитным излучением в гигагерцовом диапазоне частот.

Экспериментальная часть

Многослойные углеродные нанотрубки получали методом химического газофазного осаждения путем разложения смеси этилена с аргоном (1:1) при 680°C на катализаторе с активным компонентом состава Fe₂Co [24]. Содержание ферромагнитных частиц катализатора в МУНТ регулировали изменением времени роста нанотрубок. В работе использовали два типа МУНТ с суммарным содержанием Fe и Co (по данным атомно-эмиссионного анализа) 1.1 и 25.2 мас% для образцов NT и NT-k, для которых длительность синтеза составляла 15 и 3 мин соответственно.

Для получения композитов с полиэтиленом (Daelim LH3750m) навески порошков МУНТ и полиэтилена предварительно смешивали в ножевой мельнице в течение 3 мин до получения равномерной смеси. Полученную смесь обрабатывали на экструдере-смесителе Dynisco LME. Особенностью данного экструдера-смесителя является возможность регулирования зазора между вращающимся валом и неподвижной головкой, через который проходит расплав композита. Величина зазора определяет максимальный размер проходящих частиц и интенсивность сдвиговой деформации в расплаве, способствующей разрушению агрегатов нанотрубок. Обработку проводили при температуре шнека 135°C и температуре головки 145°C в две стадии. Сначала смесь порошков сплавляли при величине зазора между шнеком и головкой 500 мкм, затем проводили диспергирование МУНТ в полимере путем семи последовательных обработок при расстоянии между шнеком и головкой 100 мкм. Пленки композитов толщиной 500 ± 10 мкм получали методом горячего прессования в течение 5 мин при 140°C и давлении 2 МПа. С использованием такой методики были получены композиты C-NT с содержанием нанотрубок NT 0.83, 1.3, 2.1, 3.2, 4.3 и 5.5 об% и композиты C-NT-k с содержанием нанотрубок NT-k 0.84, 1.3, 2.1, 3.3, 4.4 и 5.6 об%.

Исходные МУНТ были охарактеризованы с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, JEM-2010, Jeol), растровой электронной микроскопии (РЭМ, JSM6460LV, Jeol), рентгенофазового анализа (РФА, ARL X'TRA, Thermo Scientific). Магнитную проницаемость по-

рошков МУНТ определяли по изменению модуля импеданса и фазового сдвига комплексного сопротивления катушки, в которую вносили исследуемый образец (МНИПИ Е7-30). Полученные значения пересчитывали с учетом степени заполнения катушки и насыпной плотности образцов (0.13 и 0.085 г·см⁻³ для NT и NT-k соответственно).

Структуру полученных композитов исследовали с использованием методов оптической микроскопии (БиоМед 5) и РЭМ. Образец для оптической микроскопии получали путем расплавления композита между предметными стеклами при 150°C и давлении 1 МПа. Исследования методом РЭМ проводили на разломах пленок композитов, полученных при их разрушении под слоем жидкого азота. Для предотвращения подзарядки и деструкции образца на исследуемую поверхность наносили тонкий (~10 нм) слой золота. Измерения удельной намагниченности композитов в зависимости от напряженности магнитного поля проведено с использованием вибрационного магнитометра 7410 VSM (Lake Shore) в полях до 20 кЭ. Объемную электропроводность композитов определяли из измерений вольт-амперной характеристики, которые проводили с использованием источника-измерителя Keithley 6487 и измерительной камеры Keithley 8009. Расчет удельной проводимости проводили с использованием данных третьего измерения вольт-амперной характеристики в области линейной зависимости тока от напряжения для всех композитов при напряженности электрического поля 3 В·мм⁻¹. Частотные зависимости отражения, пропускания и поглощения в диапазоне 0.01–18 ГГц определяли в коаксиальной ячейке N-типа с использованием анализатора цепей N5247A (Agilent Technologies) [25].

Обсуждение результатов

Структура и свойства исходных МУНТ. С использованием методов ПЭМ и РЭМ было проведено исследование структуры исходных МУНТ NT и NT-k (рис. 1). Методом ПЭМ было установлено, что частицы Fe–Co-сплава присутствуют в структуре образцов МУНТ в основном в виде частиц двух типов: инкапсулированных в каналах нанотрубок с размером 4–8 нм (рис. 1, а) и в виде зауглероженных частиц с размером 10–15 нм (рис. 1, б, в). Присутствие инкапсулированных частиц Fe–Co-сплава в каналах МУНТ связано с процессом дезактивации катализатора, когда работающие частицы активного компонента частично втягиваются в канал образующейся нанотрубки, а зауглероженных частиц сплава Fe и Co — со спеканием дисперсного активного компо-

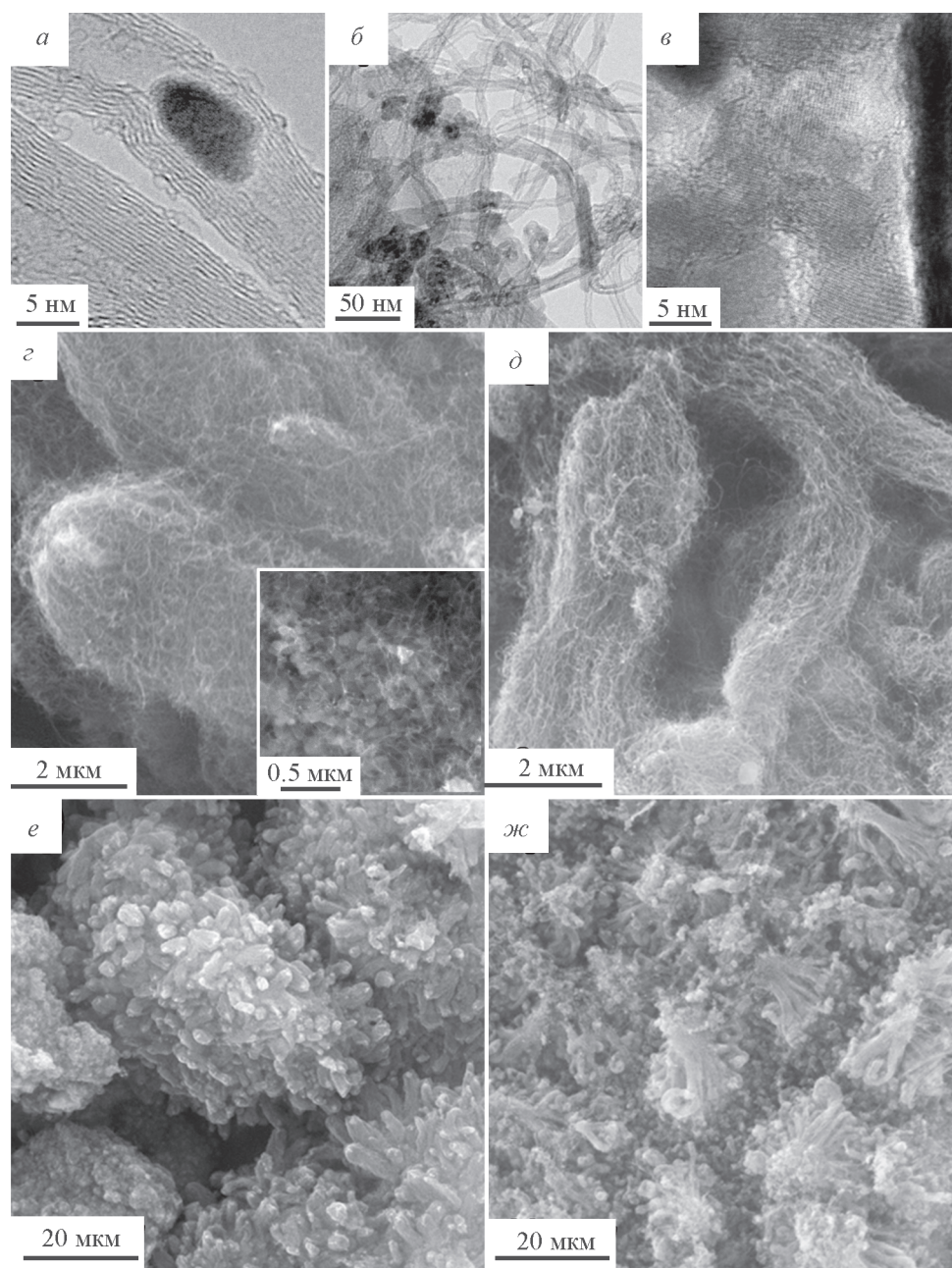


Рис. 1. Характерные изображения образцов многослойных углеродных нанотрубок с различным временем синтеза, полученные с использованием просвечивающей и растровой электронной микроскопии.

a–в — ПЭМ-изображения образца NT-k; *г, е* — РЭМ-изображения образца NT-k; *д, ж* — РЭМ-изображения образца NT.

нента в процессе активации катализатора и их последующим зауглероживанием [23]. По данным ПЭМ размер зауглероженных частиц не зависит от времени синтеза МУНТ.

С использованием метода РЭМ (рис. 1, *г–ж*) было установлено, что остаточный катализатор представляет собой уплотненные частицы высокодисперсных шпинелей на основе Fe, Co и Al [26]. Растущие нанотрубки формируют плотные тяжи на поверхности катализатора. В образцах NT-k длина тяжей МУНТ

составляла 5–10 мкм, а в образцах NT — 15–25 мкм (рис. 1, *е, ж*), что связано с различным временем синтеза нанотрубок. Установлено, что тяжи МУНТ состоят из контактирующих одиночных переплетенных нанотрубок. Кроме того, в объеме образца NT-k содержится значительное количество частиц носителя катализатора (рис. 1, *г, вставка*) со средним размером 50–70 мкм, которые могут структурировать МУНТ и облегчать их диспергирование в полимерной матрице.

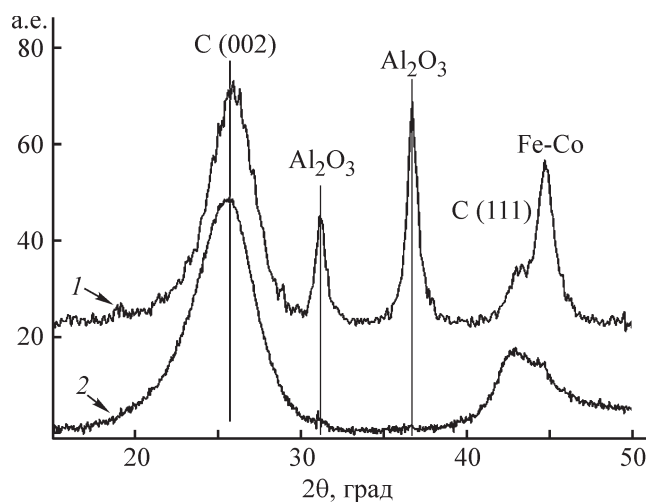


Рис. 2. Рентгенограммы образцов исходных многослойных углеродных нанотрубок NT (2) и NT-k (1).

Анализ рентгенограмм образцов NT и NT-k показал наличие рефлексов $2\theta = 25^\circ$ (002) и $2\theta = 43^\circ$ (111), характерных для нанотрубок (рис. 2). Для образца NT-k интенсивность этих пиков меньше, чем для образца NT, за счет высокого содержания остаточного катализатора. В рентгенограмме образца NT-k присутствуют пики, характерные для шпинельных фаз на основе Al_2O_3 в составе носителя катализатора и активных частиц Fe-Co-сплава [27]. Ввиду того, что на рентгенограмме отсутствуют пики, характерные для металлического Co, можно предположить,

что металлы Fe и Co образуют сплав состава Fe_2Co , соответствующий составу активного компонента катализатора.

Были получены частотные зависимости магнитной проницаемости образцов МУНТ NT и NT-k (рис. 3). Установлено, что μ' , μ'' и тангенс угла магнитных потерь образцов имеют сходную частотную зависимость в диапазоне 10 кГц–3 МГц, а различия в их абсолютной величине вызваны разным содержанием магнитных частиц. Определено, что величина магнитной проницаемости нелинейно зависит от содержания металлов в образце, так как суммарное содержание Fe и Co в образце NT-k больше в 22.8 раза, чем в образце NT (по данным атомно-эмиссионного анализа), при этом магнитная проницаемость образца NT-k в 3 раза больше NT. Данное различие, по-видимому, вызвано частичным окислением частиц металлов в образце NT-k кислородом воздуха.

Таким образом, результаты исследования исходных МУНТ NT и NT-k методами ПЭМ, РЭМ, РФА и путем определения частотной зависимости магнитной проницаемости показали, что можно эффективно управлять содержанием Fe_2Co -частиц в получаемых нанотрубках и магнитной проницаемостью МУНТ путем изменения времени их синтеза.

Исследование структуры и свойств композитов. Структура композитов была исследована с использованием методов оптической микроскопии и РЭМ (рис. 4).

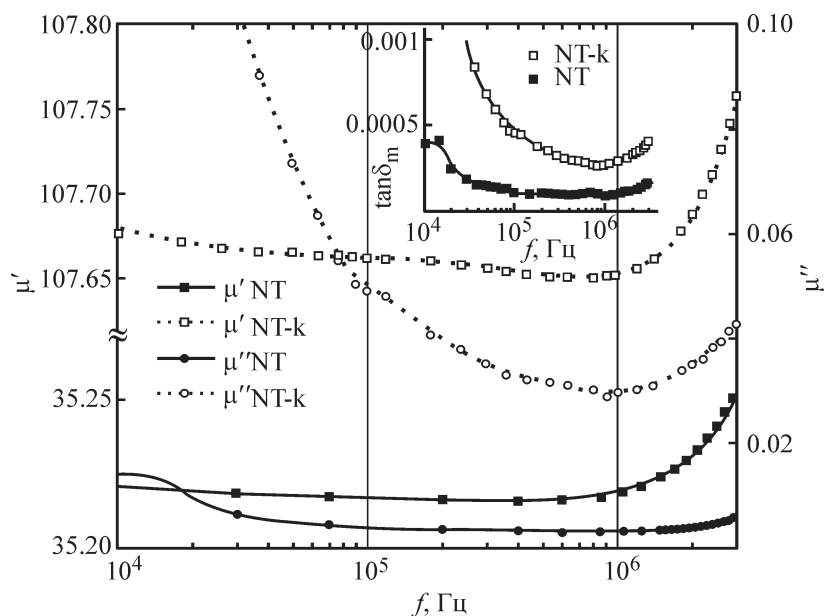


Рис. 3. Частотная зависимость магнитной проницаемости образцов многослойных углеродных нанотрубок NT и NT-k, скорректированная с учетом их насыпной плотности.

На вставке приведена частотная зависимость тангенса угла магнитных потерь для образцов NT и NT-k.

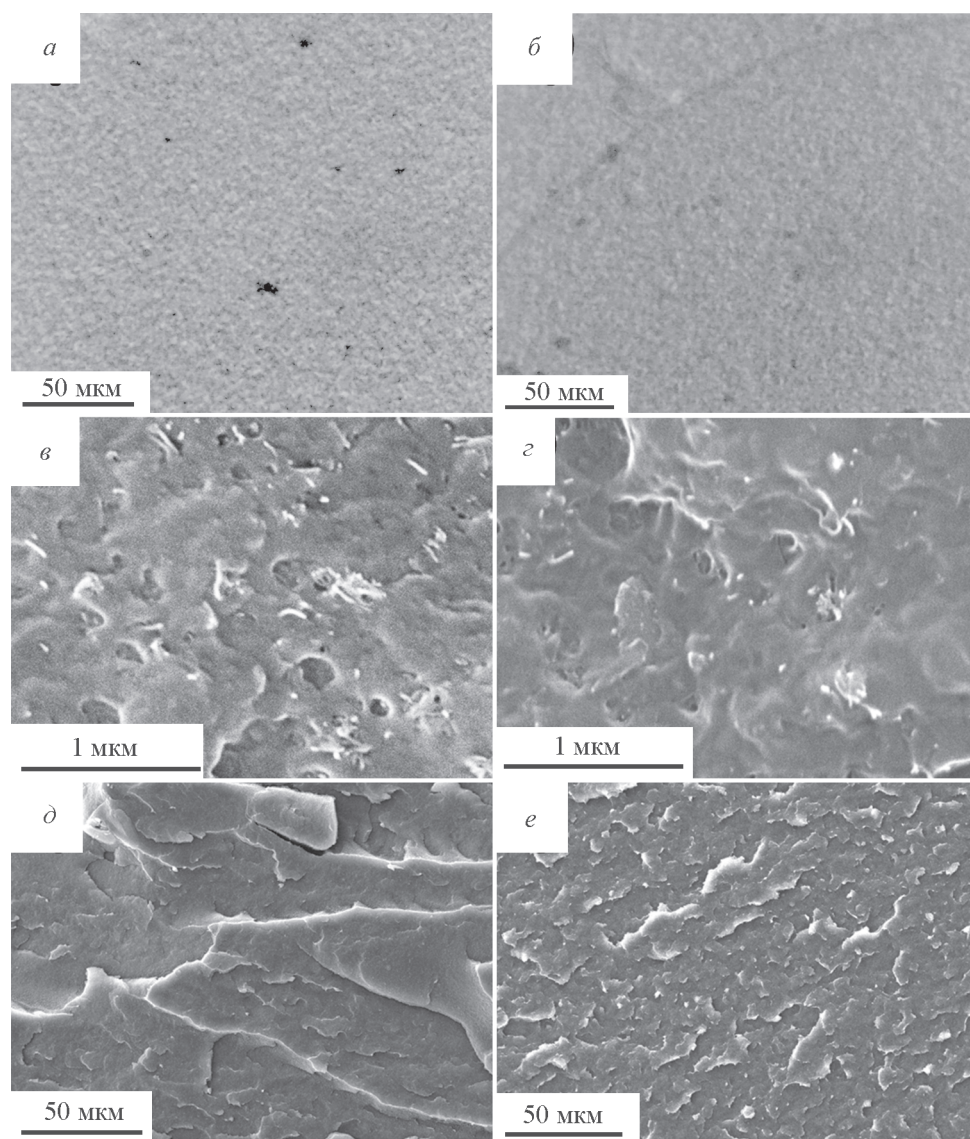


Рис. 4. Характерные изображения композитов на примере образцов с одинаковым содержанием нанотрубок: 2.1 об% C-NT (слева) и 2.1 об% C-NT-k (справа), полученные с использованием оптической микроскопии (*а, б*) и растровой электронной микроскопии (*в–е*).

С использованием метода оптической микроскопии установлено, что оптическая плотность матрицы композитов незначительно изменяется по всему полю изображения. В структуре композитов присутствует небольшое количество плотных черных включений размером 5–10 мкм (рис. 4, *а, б*), представляющих собой агрегаты нанотрубок. На РЭМ-изображениях композитов не наблюдается каких-либо крупных включений, агрегатов или тяжей МУНТ (рис. 4, *д, е*). Изображения РЭМ высокого увеличения показали, что на поверхность наблюдаются единичные нанотрубки и наиболее прочные первичные агрегаты МУНТ размером 200–400 нм (рис. 4, *в, з*). Таким образом, проведенное исследование структу-

ры композитов методами оптической микроскопии и РЭМ позволяет заключить, что за счет интенсивного механического воздействия в процессе получения композитов происходит разрушение основного числа первичных агрегатов нанотрубок, а полученные композиты имеют высокую равномерность распределения нанотрубок в полимерной матрице.

С использованием вибрационного магнитометра были получены данные о зависимости удельной намагниченности от приложенного магнитного поля для образцов композитов 5.5 об% C-NT и 5.6 об% C-NT-k (рис. 5).

Нелинейный характер кривых намагниченности и наличие гистерезиса свидетельствуют о на-

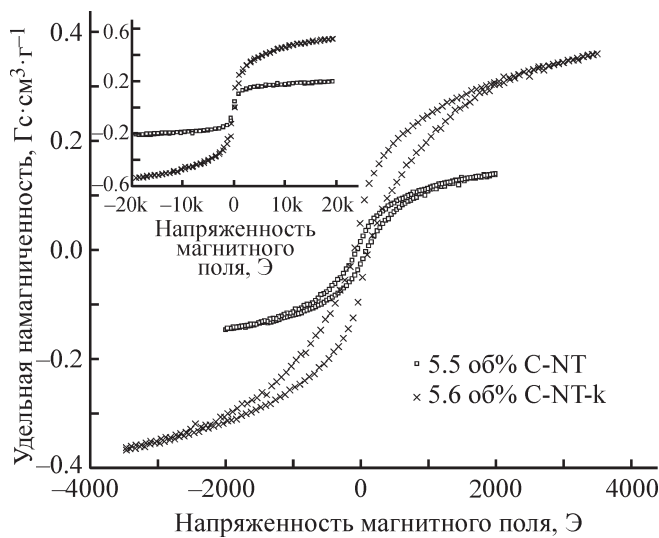


Рис. 5. Зависимость удельной намагниченности от напряженности магнитного поля в диапазоне ± 3500 Э для образцов композитов 5.5 об% C-NT и 5.6 об% C-NT-k. На вставке приведена зависимость удельной намагниченности этих образцов от напряженности магнитного поля в диапазоне ± 20 кЭ.

линии ферромагнитных частиц в композитах. Установлено, что для композита 5.5 об% C-NT коэрцитивная сила и магнитное насыщение составляют $75 \text{ Гс} \cdot \text{см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$ и 1600 Э , а для композита 5.6 об% C-NT-k — $105 \text{ Гс} \cdot \text{см}^3 \cdot \text{г}^{-1}$ и 2300 Э соответственно. Большая величина магнитного насыщения для образца 5.6 об% C-NT-k свидетельствует об увеличении в нем доли магнитных частиц по сравнению с

образцом 5.5 об% C-NT. Увеличение коэрцитивной силы с ростом содержания металлических частиц, наблюдаемое для композитов, согласуется с увеличением размера металлических частиц с 4–8 для МУНТ NT до 10–15 нм для NT-k, определенным методом ПЭМ. В силу малого размера магнитные частицы во всех композитах являются однодоменными [28, 29]. Полученные результаты также согласуются с данными о механизме дезактивации катализатора синтеза МУНТ, когда в процессе роста нанотрубок периодически происходит инкапсулирование фрагментов каталитических частиц во внутреннем канале нанотрубок в виде металлических частиц размером 4–8 нм (соответствует диаметру внутреннего канала в нанотрубках). Данный процесс протекает до тех пор, пока размер каталитической частицы превышает диаметр растущей нанотрубки и приводит к диспергированию активного компонента.

Установлено, что зависимость объемной электропроводности композитов от объемного содержания МУНТ на постоянном токе (рис. 6) имеет перколяционный характер. Для композитов C-NT-k характерно большее значение проводимости по сравнению с композитами C-NT при близком содержании МУНТ.

Аппроксимация полученных концентрационных зависимостей объемной проводимости композитов теоретической функцией $\sigma \sim (p - p_c)^t$ [30] (рис. 6, вставка) позволила установить значения критической концентрации МУНТ (p_c) и критический индекс проводимости (t) в зависимости от использован-

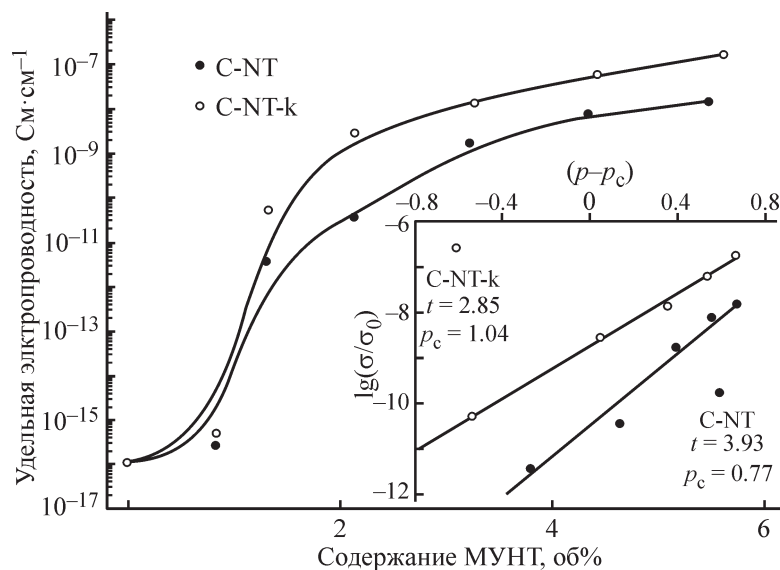


Рис. 6. Зависимость объемной электропроводности на постоянном токе от объемной концентрации многослойных углеродных нанотрубок в композитах C-NT и C-NT-k.

На вставке приведена аппроксимация данных объемной электропроводности функцией $\sigma \sim (p - p_c)^t$.

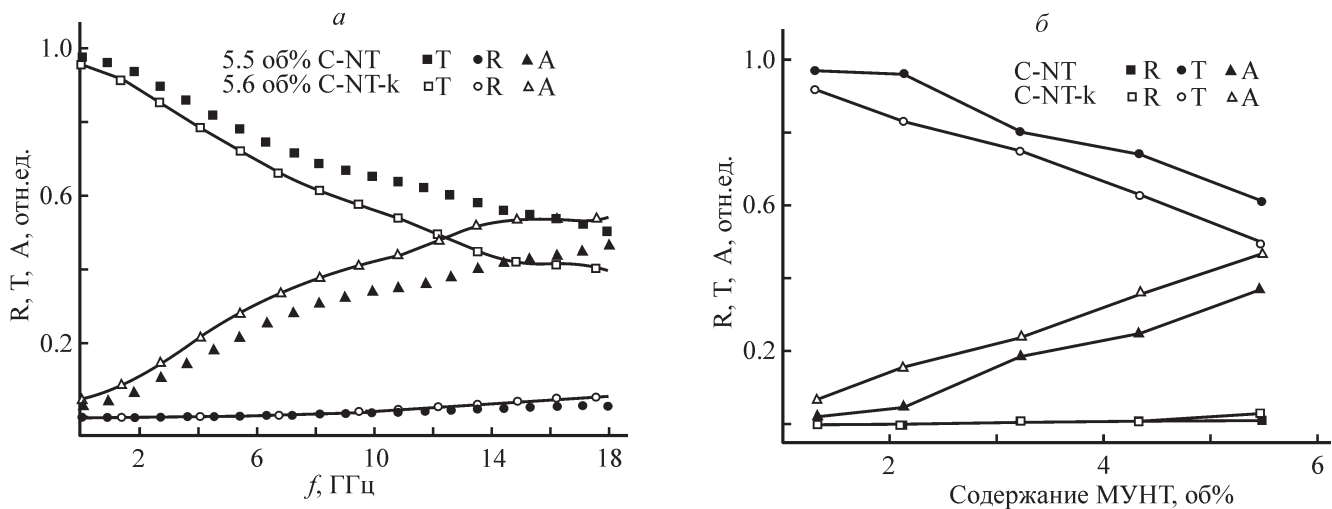


Рис. 7. Характерные частотные зависимости пропускания (Т), отражения (R) и поглощения (А) на примере композитов C-NT 5.5 об% и C-NT-k 5.6 об% (а) и зависимость пропускания, отражения и поглощения от объемного содержания многослойных углеродных нанотрубок в композитах C-NT и C-NT-k при фиксированной частоте 12 ГГц (б).

ных МУНТ: для композитов серии C-NT $p_c = 0.77$ и $t = 3.93$, для композитов C-NT-k $p_c = 1.04$ и $t = 2.85$. Таким образом, за счет меньшего времени синтеза и соответственно меньшей длины нанотрубок композиты C-NT-k имеют более высокий порог перколяции по сравнению с композитами C-NT. При этом большая объемная проводимость композитов C-NT-k по сравнению с композитами C-NT при близком содержании нанотрубок свидетельствует о большем числе контактов между индивидуальными нанотрубками в композите. Причиной этого может являться остаточный катализатор, который способствует разрушению агрегатов МУНТ в процессе получения композитов C-NT-k.

Исследование частотной зависимости отражения, пропускания и поглощения электромагнитного излучения композитами в диапазоне 0.01–18 ГГц (рис. 7, а) показало, что для всех образцов характерно увеличение поглощения и отражения и уменьшение пропускания с ростом частоты. Для композитов C-NT-k в области частот 14–18 ГГц наблюдается изменение характера частотной зависимости поглощения и пропускания по сравнению с композитами C-NT.

Можно видеть, что во всем интервале концентраций МУНТ композиты C-NT-k демонстрируют большее поглощение и меньшее пропускание электромагнитного излучения (рис. 7, б). Данный эффект можно объяснить только наличием магнитных потерь в композитах. Необходимо отметить, что при содержании МУНТ в композитах 5.5 (C-NT) и 5.6 об% (C-NT-k) массовое содержание металлов в них составляет ~0.1 и 2.5 мас% соответственно. Это по-

зволяет предположить, что увеличение содержания металлов в композите до 10–15 мас% за счет дальнейшего уменьшения времени синтеза МУНТ или увеличение содержания МУНТ в композите может позволить значительно усилить эффект поглощения электромагнитного излучения в гигагерцовом диапазоне частот.

Выводы

Установлено, что за счет изменения времени синтеза многослойных углеродных нанотрубок можно получать образцы с высоким содержанием магнитоактивных металлических частиц, которые представляют собой сплав, близкий по стехиометрии к составу активного компонента катализатора. Получаемые таким способом частицы являются ферромагнитными. Увеличение времени синтеза многослойных углеродных нанотрубок приводит к уменьшению среднего размера магнитных частиц за счет их диспергирования в каналах нанотрубок.

Сокращение времени синтеза многослойных углеродных нанотрубок приводит к уменьшению их длины и увеличению содержания остаточного катализатора. Использование таких нанотрубок для получения композитов ведет к небольшому увеличению порога перколяции и, вместе с тем, к увеличению проводимости композита выше порога перколяции. Увеличение содержания ферромагнитных частиц металла в композите, модифицированном МУНТ, способствует увеличению поглощения электромагнитного излучения за счет роста магнитных потерь.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 17-73-20293.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

Информация об авторах

Мосеенков Сергей Иванович, к.х.н.,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7761-5896>
Кузнецов Владимир Львович, к.х.н.,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9087-5630>
Заворин Алексей Валерьевич, магистрант,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1970-4596>
Голубцов Георгий Викторович, магистрант,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3243-2815>
Коровин Евгений Юрьевич, к.ф.-м.н., доцент,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5213-2951>
Суслев Валентин Иванович, к.ф.-м.н., доцент,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0935-975X>
Иценко Аркадий Владимирович, к.х.н.,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7183-3905>
Серкова Александра Николаевна,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0388-8984>
Сергеенко Даниил Игоревич,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0545-2498>
Великанов Дмитрий Анатольевич, к.ф.-м.н., доцент,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2662-0470>

Список литературы

- [1] De Volder M. F. L., Tawfick S. H., Baughman R. H., Hart A. J. Carbon nanotubes: Present and future commercial applications // *Science*. 2013. V. 339. N 6119. P. 535–539. <https://doi.org/10.1126/science.1222453>
- [2] Popov V. Carbon nanotubes: Properties and application // *Mater. Sci. Eng.: R: Reports*. 2004. V. 43. N 3. P. 61–102. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2003.10.001>
- [3] Feller J.-F., Castro M., Kumar B. Polymer–Carbon Nanotube Composites. Elsevier, 2011. P. 760–803.
- [4] Bauhofer W., Kovacs J. Z. A review and analysis of electrical percolation in carbon nanotube polymer composites // *Composites Sci. Technol.* 2009. V. 69. N 10. P. 1486–1498. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2008.06.018>
- [5] Spitalsky Z., Tasis D., Papagelis K., Galiotis C. Carbon nanotube–polymer composites: Chemistry, processing, mechanical and electrical properties // *Progress Polym. Sci.* V. 35. N 3. P. 357–401. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2009.09.003>
- [6] Gong S., Zhu Z. H., Meguid S. A. Anisotropic electrical conductivity of polymer composites with aligned carbon nanotubes // *Polymer*. 2015. V. 56. P. 498–506. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2014.11.038>
- [7] González M., Pozuelo J., Baselga J. Electromagnetic shielding materials in GHz range // *Chem. Record*. 2018. V. 18. N 7–8. P. 1000–1009. <https://doi.org/10.1002/tcr.201700066>
- [8] Li J., Lu W., Suhr J., Chen H., Xiao J. Q., Chou T.-W. Superb electromagnetic wave-absorbing composites based on large-scale graphene and carbon nanotube films // *Sci. Reports*. 2017. V. 7. N 2349. P. 110. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-02639-7>
- [9] Wang G., Gao Z., Wan G., Lin S., Yang P., Qin Y. High densities of magnetic nanoparticles supported on graphene fabricated by atomic layer deposition and their use as efficient synergistic microwave absorbers // *Nano Research*. 2014. V. 7. N 5. P. 704–716. <https://doi.org/10.1007/s12274-014-0432-0>
- [10] Cheng H., Wei S., Ji Y., Zhai J., Zhang X., Chen J., Shen C. Synergetic effect of Fe₃O₄ nanoparticles and carbon on flexible poly (vinylidene fluoride) based films with higher heat dissipation to improve electromagnetic shielding // *Composites. Part A: Appl. Sci. Manufacturing*. 2019. V. 121. P. 139–148. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2019.03.019>
- [11] Liu Y., Lu M., Wu K., Yao S., Du X., Chen G., Zhang Q., Liang L., Lu M. Anisotropic thermal conductivity and electromagnetic interference shielding of epoxy nanocomposites based on magnetic driving reduced graphene oxide@Fe₃O₄ // *Composites Sci. Technol.* 2019. V. 174. P. 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2019.02.005>
- [12] Lee S.-H., Kang D., Oh I.-K. Multilayered graphene-carbon nanotube-iron oxide three-dimensional heterostructure for flexible electromagnetic interference shielding film // *Carbon*. 2017. V. 111. P. 248–257. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2016.10.003>
- [13] Sankaran S., Deshmukh K., Ahamed M. B., Khadheer Pasha S. K. Recent advances in electromagnetic interference shielding properties of metal and carbon filler reinforced flexible polymer composites: A review // *Composites. Part A: Appl. Sci. Manufacturing*. 2018. V. 114. P. 49–71. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.08.006>
- [14] Abbasi H., Antunes M., Velasco J. I. Recent advances in carbon-based polymer nanocomposites for electromagnetic interference shielding // *Progress Mater. Sci.* 2019. V. 103. P. 319–373. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.02.003>
- [15] Wang C., Murugadoss V., Kong J., He Z., Mai X., Shao Q., Chen Y., Guo L., Liu C., Angaiah S., Guo Z. Overview of carbon nanostructures and nanocomposites for electromagnetic wave shielding // *Carbon*. 2018. V. 140. P. 696–733. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.09.006>

- [16] Kodama R. H. Magnetic nanoparticles // *J. Magnetism Magnetic Mater.* 1999. V. 200. N 1. P. 359–372. [https://doi.org/10.1016/S0304-8853\(99\)00347-9](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(99)00347-9)
- [17] Dosoudil R., Usakova M., Franek J., Slama J., Gruskova A. Particle size and concentration effect on permeability and EM-wave absorption properties of hybrid ferrite polymer composites // *IEEE Transactions on Magnetism.* 2010. V. 46. N 2. P. 436–439. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2009.2033347>
- [18] Liu W., Zhong W., Jiang H. Y., Tang N. J., Wu X. L., Du W. Y. Synthesis and magnetic properties of FeNi₃/Al₂O₃ core-shell nanocomposites // *Eur. Phys. J. B — Condensed Matter and Complex Systems.* 2005. V. 46. N 4. P. 471–474. <https://doi.org/10.1140/epjb/e2005-00276-2>
- [19] Zhang X. F., Guan P. F., Dong X. L. Transform between the permeability and permittivity in the close-packed Ni nanoparticles // *Appl. Phys. Lett.* 2010. V. 97. N 033107. P. 13. <https://doi.org/10.1063/1.3464975>
- [20] Liu X. G., Li B., Geng D. Y., Cui W. B., Yang F., Xie Z. G., Kang D. J., Zhang Z. D. (Fe, Ni)/C nanocapsules for electromagnetic-wave-absorber in the whole Ku-band // *Carbon.* 2009. V. 47. N 2. P. 470–474. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2008.10.028>
- [21] Song N.-N., Yang H.-T., Liu H.-L., Ren X., Ding H.-F., Zhang X.-Q., Cheng Z.-H. Exceeding natural resonance frequency limit of monodisperse Fe₃O₄ nanoparticles via superparamagnetic relaxation // *Sci. Reports.* 2013. V. 3. N 3161. P. 15. <https://doi.org/10.1038/srep03161>
- [22] Song N.-N., Ke Y.-J., Yang H.-T., Zhang H., Zhang X.-Q., Shen B.-G., Cheng Z.-H. Integrating giant microwave absorption with magnetic refrigeration in one multifunctional intermetallic compound of LaFe_{11.6}Si_{1.4}C_{0.2}H_{1.7} // *Sci. Reports.* 2013. V. 3. N 2291. P. 15. <https://doi.org/10.1038/srep02291>
- [23] Usoltseva A., Kuznetsov V., Rudina N., Moroz E., Haluska M., Roth S. Influence of catalysts' activation on their activity and selectivity in carbon nanotubes synthesis // *Physica Status Solidi B.* 2007. V. 244. N 11. P. 3920–3924. <https://doi.org/10.1002/pssb.200776143>
- [24] Andreev A. S., Krasnikov D. V., Zaikovskii V. I., Cherepanova S. V., Kazakova M. A., Lapina O. B., Kuznetsov V. L., d'Espinose de Lacaillerie J. Internal field ⁵⁹Co NMR study of cobalt-iron nanoparticles during the activation of CoFe₂/CaO catalyst for carbon nanotube synthesis // *J. Catal.* 2018. V. 358. P. 62–70. <https://doi.org/10.1016/j.jcat.2017.11.025>
- [25] Сусляев В. И., Кузнецов В. Л., Журавлев В. А., Мазов И. Н., Коровин Е. Ю., Мосеенков С. И., Дорожкин К. В. Исследование электромагнитного отклика полимерных композитных материалов, содержащих углеродные наноструктуры, в диапазоне частот 10 МГц–1.1 ТГц // *Изв. вузов. Физика.* 2012. Т. 55. № 8. С. 103–108 [Suslyayev V. I., Kuznetsov V. L., Zhuravlev V. A., Mazov I. N., Korovin E. Yu., Moseenkov S. I., Dorozhkin K. V. An investigation of electromagnetic response of composite polymer materials containing carbon nanostructures within the range of frequencies 10 MHz–1.1 THz // *Russ. Phys. J.* 2013. V. 55. N 8. P. 970–976. <https://doi.org/10.1007/s11182-013-9909-7>].
- [26] Пат. РФ 2373995 (опубл. 2009). Способ получения высокодисперсных нанесенных катализаторов и синтез углеродных нанотрубок.
- [27] Kuznetsov V. L., Krasnikov D. V., Schmakov A. N., Elumeeva K. V. In situ and ex situ time resolved study of multi-component Fe–Co oxide catalyst activation during MWNT synthesis // *Physica Status Solidi B.* 2012. V. 249. N 12. P. 2390–2394. <https://doi.org/10.1002/pssb.201200120>
- [28] Li Q., Kartikowati C. W., Horie S., Ogi T., Iwaki T., Okuyama K. Correlation between particle size/domain structure and magnetic properties of highly crystalline Fe₃O₄ nanoparticles // *Sci. Reports.* 2017. V. 7. N 9894. P. 17. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-09897-5>
- [29] Nascimento V. P., Passamani E. C., Takeuchi A. Y., Larica C., Nunes E. Single magnetic domain precipitates of Fe/Co and Fe and Co in Cu matrix produced from (Fe–Co)/Cu metastable alloys // *J. Phys.: Condensed Matter.* 2001. V. 13. N 4. P. 665–682. <https://doi.org/10.1088/0953-8984/13/4/313>
- [30] Елецкий А. В., Книжник А. А., Потапкин Б. В., Кенни Х. М. Электрические характеристики полимерных композитов, содержащих углеродные нанотрубки // *Успехи физ. наук.* 2015. Т. 185. № 3. С. 225–270. <https://doi.org/10.3367/UFNr.0185.201503a.0225> [Eletsckii A. V., Knizhnik A. A., Potapkin B. V., Kenny J. M. Electrical characteristics of carbon nanotube-doped composites // *Physics-Uspokhi.* 2015. V. 58. N 3. P. 209–251. <https://doi.org/10.3367/UFNe.0185.201503a.0225>].