

NEWS

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN
PHYSICO-MATHEMATICAL SERIES

ISSN 1991-346X

Volume 6, Number 310 (2016), 91– 98

UDC: 535.34

Y.A. Ryabikin, B.A. Rakymetov, B.A. Baytimbetova, T. Aytmukan,
V.V. Klimenov, D.A. Muratov, A.U. Mereke, A.U. Umirzakov

LLP "Physical-Technical Institute", Almaty
yuar-39@mail.tu

**IDENTIFICATION OF CAPABILITIES OF THE EPR METHOD
IN STUDYING POROUS NICKEL ANODES BASED ON DEFINITION
OF PARAMAGNETIC CHARACTERISTICS OF CARBON FILMS**

Abstract. In order to create a power supply based on the use as the porous nickel anode it was investigated the possibility of studying the electron paramagnetic resonance (EPR). To this end, the EPR spectra of thin carbon films on various substrates were investigated. Measuring by EPR was carried out on the spectrometer of the JOEL company. The spectrometer operates in 3-centimeter wavelength range. The maximum sensitivity of the spectrometer was 5×10^9 spin / sample at 100 kHz modulation of the magnetic field. As a reference sample it was used Mn^{+2} ions in MgO. Spectra measurement of samples was conducted in air at room temperature. Samples for measurement were placed in an ampoules made of special glass, not giving the EPR signal. The article presents the results of the study of thin carbon films by EPR method. The carbon films were deposited on various substrates: glass, quartz, silicon, aluminum, nickel, etc. Analysis of the EPR line of the thin carbon film showed that it is composed of: graphene, carbon nanotubes and graphite. Changing the parameters of the EPR spectrum of graphite on its rotation angle relative to the rotational direction of the magnetic field indicates that the graphite film is in the crystalline state. However, the EPR signal was unable to detect the carbon film deposited on a nickel substrate. This is due to the strong signal from a ferromagnetic nickel substrate. It is further assumed to hold similar EPR measurements of the carbon film deposited directly on the porous nickel anode.

Keywords: carbon film, sample, electron paramagnetic resonance, carbonation, spectrum, graphene, graphite, nickel substrate.

УДК: 535.34

Ю.А. Рябикин, Б.А. Рақыметов, Б. А. Байтимбетова, Т. Айтмукан,
В.В. Клименов, Д.А. Муратов, А.У. Мереке, А.У. Умирзаков

ТОО «Физико-технический институт», Алматы

**ВЫЯСНЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДА ЭПР
ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ПОРИСТОГО НИКЕЛЕВОГО АНОДА
НА ОСНОВЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМАГНИТНЫХ
ХАРАКТЕРИСТИК УГЛЕРОДНЫХ ПЛЕНОК**

Аннотация. В целях создания источника тока на основе использования в качестве анода пористого никеля была исследована возможность его изучения методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). С этой целью были изучены спектры ЭПР тонких углеродных пленок на различных подложках. Измерения методом ЭПР проводились на японском спектрометре фирмы JOEL. Спектрометр работает в 3-х сантиметровом диапазоне длин волн. Максимальная чувствительность спектрометра составляла $5 \cdot 10^9$

спин/образец при 100 кГц модуляций магнитного поля. В качестве реперного образца использовались ионы Mn^{2+} в MgO . Измерения спектров образцов проводились в атмосфере воздуха при комнатной температуре. Образцы для измерений помещались в ампулу из специального стекла, не дающего сигнала ЭПР. В статью представлены результаты исследования тонких углеродных пленок методом ЭПР. Углеродные пленки наносились на различные подложки: стекло, кварц, кремний, алюминий, никель и др. Анализ линии ЭПР тонкой углеродной пленки показал, что в ее состав входят графен, углеродные нанотрубки и графит. Изменение параметров спектра ЭПР графита от угла вращения образца относительно направления магнитного поля говорит о том, что графит находится в пленке в поликристаллическом состоянии. Но сигнал ЭПР не удалось обнаружить в углеродной пленке, нанесенной на никелевую подложку. Это может быть обусловлено сильным ферромагнитным сигналом от никелевой подложки. В дальнейшем предполагается проведение аналогичных измерений ЭПР на углеродной пленке, нанесенной непосредственно на пористый никелевый анод.

Ключевые слова: углеродистая пленка, образец, электронный парамагнитный резонанс, карбонизация, спектр, графен, графит, никелевая подложка.

Было проведено несколько экспериментов по изучению методом ЭПР тонких углеродных пленок, нанесенных на различные подложки. Они показали большую информативность этого метода в изучении парамагнитных характеристик используемых образцов. Проведение этих измерений обусловлены необходимостью оценки возможности метода ЭПР для изучения пористого никелевого анода. Кроме того, изучение парамагнитных характеристик углеродистых соединений само по себе представляет большой научный интерес.

Ранее было показано [1-4], что в случае многостеночных нанотрубок (MWNT) эффективным методом контроля содержания нанотрубок в образце является ЭПР-спектроскопия.

Измерения проводились при комнатной температуре в атмосфере воздуха на спектрометре ЭПР японском фирмы JOEL, работающем в 3-х см диапазоне длин волн. Максимальная чувствительность спектрометра составляла $5 \cdot 10^9$ спин/образец при 100 кГц модуляции магнитного поля.

В качестве реперного образца использовались ионы Mn^{2+} в MgO . Сигналы от образцов с g-фактором ~ 2 записываются между 3-й и 4-й компонентами шестилинейчатого спектра от Mn^{2+} . Образец размером 3x5 мм помещался в ампулу из специального стекла, не дающего сигнала ЭПР. При выполнении резонансных условий путем изменения магнитного поля в определенных пределах появлялся сигнал ЭПР, который детектировался и подавался для распечатки спектра на принтер.

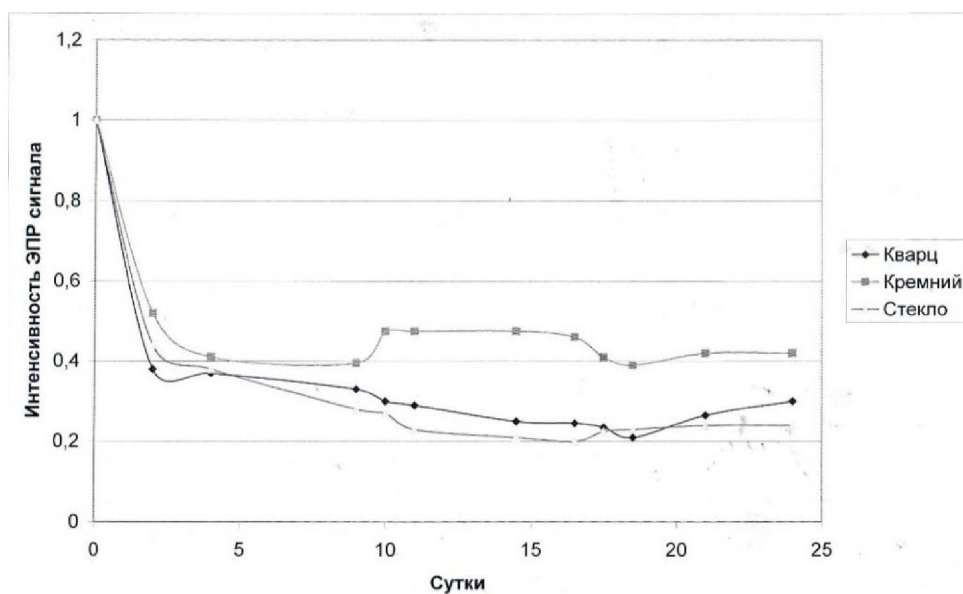


Рисунок 1 - Изменение интенсивности сигнала ЭПР тонкой углеродной пленки от времени после ее нанесения

Здесь приведены некоторые результаты изучения углеродных пленок методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). При изучении поведения интенсивности сигнала ЭПР от времени после напыления плёнки установлено, что имеет место изменение ее величины. (рис. 1). Менее чем за двое суток после нанесения пленки на кварц, стекло и кремний ее ЭПР интенсивность упала более чем в 2 раза. Затем до 8 суток она практически не изменялась. А от 8 суток до 18 суток наблюдается медленное ее уменьшение для кварца и стекла, тогда как для кремния отмечается ее небольшое возрастание. После 18 суток для стекла и кварца отмечено небольшое возрастание интенсивности, а для кремния – падение. С 18 до 25 суток наблюдается стабилизация уровня интенсивности сигнала ЭПР.

Обычно углеродные пленки имеют довольно сложный структурный состав. В основном в него входят графены и графеноподобные образования, нанотрубки различных параметров, графиты разнообразной организации и их окислы.

Полученные результаты показали, что в зависимости от условий проведения эксперимента соотношения между составляющими углеродной плёнки могут заметно меняться.

Актуальность развития методов получения графена обусловлена его уникальными свойствами. Графен имеет высокую электро- и теплопроводность, прозрачность и механическую прочность, что делает его полезным материалом для использования во многих областях науки и технологий [1-3], включая квантовую электронику.

В работе используется методика получения графеновых структур, входящих в состав углеродных пленок, образующихся при магнетронном или ультразвуковом воздействии на возгоняемые пары ароматических углеводородов [4-7] и проведение исследования их парамагнитных свойств.

Из анализа ЭПР спектра образца установлено, что в углеродной пленке при напылении, помимо графена, образуются также углеродные нанотрубки ($g=2,0037$) и графиты.

Ширина линии ЭПР углеродной пленки на стекле в этом случае получается равной $\Delta H=16,4\text{Э}$. Скорее всего, ее уширение обусловлено диполь-дипольным взаимодействием между графенами и нанотрубками. Амплитуда сигнала от углеродной пленки, нанесенной на алюминий, в 3 раза меньше, чем на стекле, а ширина линии составляет 8,3 Э. На спектре наблюдаются изгибы, позволяющие выделить вклады в суммарную линию от графенов, нанотрубок и графитов. Их соотношение в пленке для данного случая равно 2:5,2:1,8.

В работе так же рассмотрена возможность определения парамагнитных характеристик пламени твердого топлива на основе измерения методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР) тонких углеродных пленок, получаемых из продуктов отбора из различных частей пламени.

Метод ЭПР широко используется для изучения разреженных пламен (3-5 мм рт.ст.) с использованием стандартных спектрометров ЭПР, работающих в 3-х сантиметровом диапазоне длин волн [1-4]. Небольшие размеры кварцевых трубок и кювет, используемых в этом диапазоне ЭПР-спектроскопии, несколько ограничивают его возможности из-за гибели активных центров на стенках кварцевых реакторов. Представляет интерес попытка использования спектрометров ЭПР, работающих на более низких частотах, с резонаторами больших размеров, что приводит к значительному увеличению размеров кварцевых реакторов и, соответственно, к уменьшению гибели на их стенках активных центров [9].

Тем не менее, впервые изучение практически при атмосферном давлении горячего пламени при его получении в резонаторе было проведено на 3-х сантиметровом спектрометре в кварцевой трубке, проходящей через резонатор. При этом методом ЭПР регистрировались атомы водорода [10].

Неоднородно уширенные линии спектра ЭПР, которыми являются линии ЭПР углеродных пленок, зачастую содержат большую и полезную информацию как об изучаемых парамагнитных центрах (ПЦ) как таковых, так и о структуре изучаемого объекта, в состав которого они входят. Рассмотрению природы неоднородно уширенных линий ЭПР и их анализу посвящен ряд работ

теоретического и экспериментального плана, например [1-3]. К сожалению, на основании использования этих работ не всегда удается получить полную и однозначную информацию о некоторых характеристиках парамагнитных центров, входящих в состав изучаемого объекта – значений их g -факторов и относительного их вклада в суммарный спектр ЭПР. К тому же эти методы требуют проведения дополнительных непростых экспериментов, связанных с насыщением спектра ЭПР микроволновой мощностью при различных ее уровнях. А обработка полученных результатов - чрезвычайно кропотливая работа, занимающая много времени.

Здесь предлагается простой и информативный метод анализа неоднородно уширенных линий ЭПР, уширение которых обусловлено сложением отдельных линий ЭПР изучаемого образца, имеющих различные значения интенсивности, величин g – факторов и ширин линии ЭПР. Он устраняет отмеченные недостатки, позволяя получить результат, заключающийся в том, что на основе рассмотрения проведенной линии, соединяющей максимум и минимум спектра ЭПР изучаемого образца, анализируются на ней точки перегиба, что позволяет определить количество компонент, составляющих спектр, соотношения их величин и значения их g – факторов.

Известно, что метод ЭПР широко используется при изучении углеродных систем, например, [8-18]. В данном случае рассмотрение проведено на примере неоднородно уширенной линии ЭПР тонкой углеродной пленки, нанесенной на стеклянную подложку. Вообще, плёнка может наноситься на различные подложки, в частности, на кварц, кремний, стекло и др. Тонкие углеродные пленки различной структуры находят самое широкое применение во многих областях науки и техники. Это обусловлено рядом их полезных свойств, таких как высокая твердость, диэлектрические характеристики, теплопроводность и др. Свойства тонких углеродных пленок в значительной степени определяются способом их получения. В рассматриваемом случае пленки получали на установке AX5200S-ECR фирмы Seku Technotron Corp., оснащенной микроволновым излучателем для возбуждения плазмы. При плазменном разложении смеси CH_4 и H_2 и осаждении углерода на различные подложки (стекло, кварц, кремний и др.) на них образуются углеродные пленки темноватого цвета. В нашем случае время осаждения углерода на подложку с образованием пленки было 2 часа при возбуждении плазмы в смеси $\text{CH}_4 + \text{H}_2 + \text{Ar}$ при давлении $3,8 \cdot 10^{-2}$ торр. Подводимая микроволновая мощность в камеру составляла 540 Вт, а отраженная – 84Вт, натекание CH_4 и H_2 было одинаковым и равным $20 \text{ см}^3/\text{мин}$. Измерения толщины пленки на микроскопе показали, что исходная пленка имеет толщину 1,2 мкм, а после отжига полученной углеродной пленки, например, до 800°C ее толщина уменьшилась до 0.8 мкм. Отжиг образцов полученных углеродных пленок проводился на этой же установке в атмосфере различных газов, а также в вакууме с остаточным давлением $\sim 3 \cdot 10^{-6}$ торр.

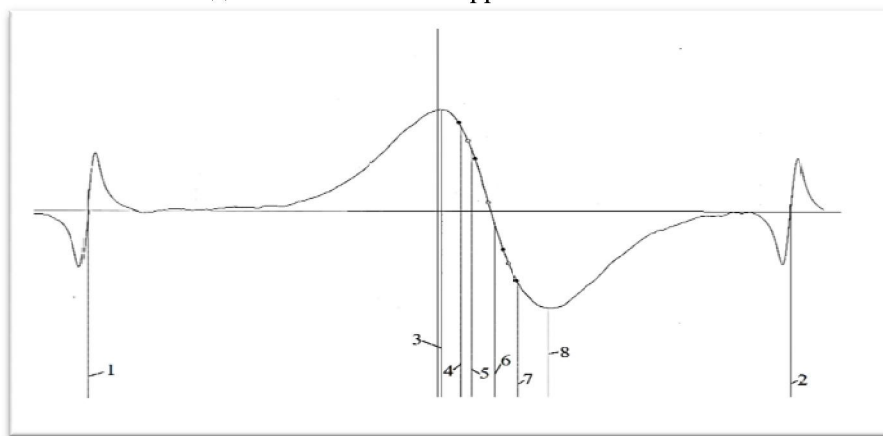


Рисунок 2 - Спектр ЭПР тонкой углеродной пленки на стекле при напылении в течение 2-х ч.
Где: 1) 331.446, $g=2.03256$, 2) 340.627, $g=1.98078$, 3) 336.321, $g=2.00612$, 4) 336.552, $g=2.00475$, 5) 336.687, $g=2.00394$, 6) 36.981, $g=2.00219$, 7) 337.260, $g=2.00054$, 8) 337.633, $g=1.99832$

Как уже упоминалось, в ЭПР-спектроскопии в качестве вторичного образца часто используются ионы двухвалентного марганца в решетке окиси магния (Mn^{2+} в MgO). Спектр ЭПР этого образца состоит из шести линий ЭПР, между 3-ей и 4-ой компонентами которого обычно записывается спектр изучаемого образца. Анализ третьей линии ЭПР, как и всех остальных линий спектра двухвалентного марганца, показывает, что на линии, соединяющей ее максимум и минимум, отсутствуют какие-либо изгибы (изломы). Эта линия идеально прямая.

Но другую картину можно наблюдать на подобной линии исследуемого образца. Так, в случае изучаемого нами образца тонкой углеродной пленки на поверхности стекла (кстати, аналогичная картина наблюдается и при использовании подложек из других материалов: кварц, кремний и т. д.) на этой прямой обнаружены три излома (смотри рисунок).

На рисунке приведен спектр ЭПР углеродной пленки, полученной при плазменном разложении смеси CH_4 и H_2 в Ag и осаждении образующегося при этом углерода на стекло. Темные точки на линии, соединяющей максимум и минимум этого спектра, соответствуют началу и концу каждого из трех участков, образующихся в результате изломов на этой линии. Светлые точки характеризуют середину каждого участка, т.е. средние значения их интенсивностей и величин их g -факторов. Таким образом, эти изломы делят эту линию на три части, каждая из которых характеризуется своим значением g -фактора и размером. Как это следует из рисунка, соотношение между величинами участков определяется как 2:5,2:1,8. Это свидетельствует о том, что получаемая тонкая углеродная пленка обусловлена тремя составляющими. В подписи к рисунку представлены величины магнитного поля и значения g -факторов, соответствующие выделенным точкам на спектре. Кроме того, значения магнитного поля и g -факторов под номером 1 и 2 соответствуют параметром 3-и 4 линии спектра марганца. Первый участок имеет $g=2.00420$, что характерно для спектра ЭПР графена и его соединений. Второй участок имеет $g=2.0031$. С таким g -фактором могут быть углеродные компоненты, обусловленные углеродными нанотрубками. Третья компонента углеродной пленки имеет g -фактор, равный $2.00118 \div 2.00164$ в зависимости от угла вращения образца в магнитном поле. Это свидетельствует о наличии в составе углеродных плёнок разных форм графита с некоторой степенью его кристалличности.

Аналогичная картина может наблюдаться на углеродных пленках, получаемых при их осаждении на подложку (кварц, кремний и др.) при отсосе из различных частей пламени продуктов горения твердого топлива с помощью капилляра. Не исключено, что в силу более сложной структуры пламени твердого топлива и спектры ЭПР будут иметь более богатый характер, чем в приведённом примере. Однако, это в принципе не помешает проведению зондирования пламени предлагаемой методикой, что позволит получить полезную информацию о структуре пламени твердого топлива.

Таким образом, предлагаемая методика анализа неоднородно уширенной линии ЭПР, рассмотренная на примере тонкой углеродной пленки, позволяет определить количество составляющих сложного спектра ЭПР, в частности спектра горячего пламени, их относительные значения интенсивностей и величины их g -факторов. Конечно, эту методику можно использовать и при анализе неоднородно уширенных линий ЭПР, соответствующих некоторым другим парамагнитным системам.

Методом ЭПР были исследованы еще некоторые системы полезные для использования их в квантовой электронике.

Известно [19-21], что нитрид кремния (Si_3N_4), являясь важной компонентой в современной кремниевой микроэлектронике, находит в ней широкое применение в качестве изолирующих и пассивирующих покрытий. В связи с этим исследование их различных физических свойств представляется весьма актуальным. Так, в работе [21] были детально исследованы его оптические свойства. Нам представляется полезным изучение его парамагнитных характеристик методом электронного парамагнитного резонанса (ЭПР). Были исследованы 3 серии образцов:

1. Образцы SiO_2/Si , имплантированные Zn энергией 150 Кэв и флюенсом $7,5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, а также облученные Хе энергией 200 Мэв и флюенсом $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$. (№6)

2. SiN_x/Si , облученные Хе энергией 200 Мэв и флюенсом $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$. (№B23)

3. $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2/\text{Si}$, облученные Хе энергией 200 Мэв и флюенсом $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$. (№1)

Эти образцы исследовались в зависимости от ориентации плоскости образца относительно направления внешнего магнитного поля при 0° , 60° , 120° , 180° . Результаты измерений сведены в таблицу, представленную ниже.

В таблице I_c и I_c^H амплитуды сигнала ЭПР измеренного исследуемого образца и нормированного на 3-го линию спектра образца ионов Mn^{2+} в MgO_2 встроенного в резонатор для регистрации условий записи изучаемого образца, I_{Mn} – амплитуда сигнала от Mn^{2+} , ΔH – ширина линии изучаемого образца в эрстедах, ΔH^2 ее квадрат, $I_c^H \cdot \Delta H^2$ интегральная интенсивность спектра, g-фактор спектра ЭПР изучаемого образца, далее вес образца в граммах, нормировочный коэффициент на 1 грамм и интегральная нормированная интенсивность на 1 грамм, получаемая умножением $I_c^H \cdot \Delta H^2$ на предыдущий коэффициент. Видно, что вращение образца мало влияет на интегральную его интенсивность. По нашему мнению, это связано с аморфной структурой исследуемого образца.

Таблица

№	I_c	I_{Mn}	K_{Mn}	I_c^H	ΔH	ΔH^2	$I_c^H \Delta H^2$	g-factor	Вес (гр)	Коэф. нормирования на 1гр	Отн. интенсив., нормир. на 1гр
6 (0°)	95	134	1	95	15.3	233.9	22221	2.00600	0,0123	81,3	180 656
6 (60°)	94	133	1.008	94.1	15.3	233.9	22010	2.00564			178 941
6 (120°)	93	132	1.015	94.4	15.3	233.9	22079	2.00581			179 502
6 (180°)	93	128	1.05	97.4	15.1	228.6	22256	2.00592			180 941
B23 (0°)	115	77	1	75	15.1	229.2	1719147	2.00526	0,0123	81,3	139 762
B23 (60°)	83	72	1.07	79	14.7	215.5	170247	2.00531			138 230
B23 (120°)	74	74	1.04	92.5	15.2	229.5	189350	2.00559			153 950
B23 (180°)	91	87	0.72	82.8	15.02	225.6	186797	2.00540			151 866
1 (0°)	83	87	1	83	15.8	248.9	206587	2.00436	0,0243	41,2	85 015
1 (60°)	87	95	0.92	80	15.6	243.4	194497	2.00447			80 092
1 (120°)	91	97	0.9	81.9	15.8	248.9	203849	2.00445			83 985
1 (180°)	89	95	0.92	81.8	15.7	246.0	202867	2.00442			83 582

Была также сделана попытка исследовать спектр ЭПР углеродной пленки на подложке из никеля. К сожалению, из-за сильного сигнала ферромагнитного резонанса (ФМР) от никеля обнаружить сигнал ЭПР от углеродной пленки на нем не удалось.

Таким образом, приведенные данные ЭПР измерений различных углеродистых систем показали перспективность их изучения методом ЭПР. К сожалению, изучение углеродной пленки, нанесенной на подложку из пластины никеля, оказалось невозможным из-за сильного ферромагнитного резонансного сигнала от никеля. Можно надеяться, что это поглощение в пористом никеле окажется слабее. К тому же, не исключено, что ФМР сигнал сам может дать полезную информацию о свойствах пористого никелевого анода в зависимости от условий его использования. Дальнейшие исследования покажут правомерность этого предположения.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Панфилов В.Н., Цветков Ю.Д., Воеводский В.В. Кинетика и катализ. 1960, Т. 1, № 2, С. 333.
- [2] Панфилов В. Н. Кинетика и катализ. 1962, Т. 3, В. 5, С. 643.
- [3] Карпинский Б. В., Мансуров З.А., Дубинин В.В., Рябикин Ю.А. и др. Тез. Докл. третьего Всесоюзного симп. по горению и взрыву. Ленинград, 1971.
- [4] Сагиндыков А.А., Мансуров З.А., Рябикин Ю.А., Ксандопуло Г.И. Сб. Ингибирование цепных и газовых реакций, Алма-Ата, 1971, С. 38
- [5] Байтимбетова Б.А., Верменичев Б. М., Рябикин Ю. А. Мансуров З. А. Горение и плазмохимия. 2013. Т11. №1. С76.

- [6] Байтимбетова Б.А., Рябикин Ю. А. Мансуров З. А. Докл. Нац. АН РК. 2015. №6. С 88.
- [7] Рябикин Ю. А., Байтимбетова Б.А. Мырзахметова А.А. XIII Международная научная конференция Физика твердого тела – 2016 Астана.
- [8] Карпинский Б.В., Мансуров З.А., Дубинин В.В., Рябикин Ю.А., и др. Горение и взрыв, Матер. 3-го Всесоюзного симп. М. Наука, 1972, С. 716
- [9] Рябикин Ю.А., Ксандопуло Г.И. Парамагнитный резонанс, Всесоюз. Юбил. Конф. Казань, 1969, ЭПР. Ч. 1, Казань, 1971, С. 297
- [10] Ю.А. Рябикин, Ю.М. Гершензон, В.В. Дубинин, З.А. Мансуров, и др. Изв. АН СССР, Сер. хим. 1972, № 2, С. 464.
- [11] Бротиковский О.И., Жидомиров Г.М., Казанский В.Б., Шелимов Б.Н. "Теор. Экспер. Хим.", 1971, Т. 7, В 2, С. 245.
- [12] Гринберг О.Я., Дубинский А.А., Лебедев Я.С. Докл. АН СССР, 1971, Т. 196, № 3, С. 627.
- [13] Basu S., Mcleneyhlm K.A. J. Magn. Rez. 1983. №2, P. 335.
- [14] Королева Н.В. Физико-химические методы исследования углей и продуктов их переработки. М. Изд-во МХТИ, 1984. С 48.
- [15] Kosaka M., Ebbesen T.W., Hiura H., Tanigakia K. Chem. Phys. Let. 1995, V. 233, Issues 1–2, P. 47.
- [16] Рябикин Ю.А., Мансурова Р.М., Запквара О.В. Вестник КазНУ, 2001, Сер. Хим, №3 (20), С.164.
- [17] Васильева Л.М., Шкляев А.Н., Ануфриенко В.С. Исследование бурых углей методом ЭПР, Пиролиз бурых углей. Новосибирск: Наука, 1973, С. 44.
- [18] Рябикин Ю.А., Каирбеков Ж.К., Запквара О.В., Ешова Ж.Т. ХТТ, 2011, № 2, С. 53.
- [19] Шипатов Э. Т. Обратное рассеяние быстрых ионов. Теория, эксперимент, практика. Ростов: Издательство Ростовского университета, 1988, С. 160.
- [20] Грищенко В.А. Литовченко В.Г. Строение и электронная структура аморфных диэлектриков в кремниевых МДП-структурах, Новосибирск: Наука, 1993, С. 278.
- [21] Власукова Л.А., Комаров Ф.Ф., Пархоменко И.Н., Мильчанин О.В., Леонтьев А.В., Мудрый А.В., Тогамбаева А. К. Оптические свойства пленок нитрида кремния, полученных плазмохимическим осаждением из газовой фазы // Прикладная спектроскопия, 2013, Т.80, №1, С. 92

REFERENCES

- [1] Panfilov V.N., Tsvetkov Y.D., Provincial V.V. Kinetics and Catalysis. **1960**. Volume 1, number 2, pp 333. (in Russ.)
- [2] Panfilov V.N. Kinetics and Catalysis. **1962** Volume 3, V. 5, pp 643. (in Russ.)
- [3] Karpinski B.V., Mansurov Z.A., Dubinin V.V., Ryabikin Yu.A. et al. Proc. Dokl. Third All-Union Symp. on combustion and explosion. Leningrad **1971**. (in Russ.)
- [4] Sagindykov A., Mansurov Z.A., Ryabikin Yu.A., Kсандопуло G.I. Coll. Inhibition of chain reactions and gas, Alma-Ata, **1971**, P. 38. (in Russ.)
- [5] Baytimbetova B.A., Vermenich B.M., Ryabikin Yu.A., Mansurov Z.A. Burning and plasma chemistry. **2013**. T11. №1. P76.
- [6] Baytimbetova B.A., Ryabikin Yu.A., Mansurov Z.A. Dokl. Nat. Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan. **2015**. №6. P 88. (in Russ.)
- [7] Ryabikin Yu.A. Baytimbetova B.A., Myrzhakhmetova A.A. XIII International Conference of Solid State Physics - 2016 Astana. (in Russ.)
- [8] Karpinski B.V., Mansurov Z.A., Dubinin V.V., Ryabikin Yu.A., et al. The combustion and explosion, Mater. 3rd All-Union Symp. M. Science, **1972**, pp 716. (in Russ.)
- [9] Ryabikin Yu.A., Kсандопуло G.I. Paramagnetic Resonance, All-Union. Anniversary. Conf. Kazan, 1969 EPR. Part 1, Kazan, 1971, pp 297. (in Russ.)
- [10] Ryabikin Yu.A., Gershenzon Y.M., Dubinin V.V., Mansurov Z.A. and others. Math. AN SSSR, Ser. Chem. **1972**, number 2, pp 464. (in Russ.)
- [11] Brotikovskiy O.I., Zhidomirov G.M., Kazansky V.B., Shelimov B.N. "Theory. Experiment. Chem." **1971**, T. 7, №2, S. 245. (in Russ.)
- [12] Greenberg O.J., Dubinsky A.A., Lebedev, Y.S. Dokl. Academy of Sciences of USSR, **1971**, T. 196, number 3, pp 627. (in Russ.)
- [13] Basu S., Mcleneyhlm K.A. J. Magn. Rez. **1983**. №2, P. 335.
- [14] Koroleva N.V. Physical and chemical methods of research of coal and products. M. Publishing House MChTI, **1984**. With 48. (in Russ.)
- [15] Kosaka M., Ebbesen T.W., Hiura H., Tanigakia K. Chem. Phys. Let. **1995**, V. 233, Issues 1-2, P. 47.
- [16] Ryabikin Yu.A., Mansurov R.M., Zashkvara O.V. Bulletin of the KNU, **2001**, Ser. Chem, №3 (20), P.164. (in Russ.)
- [17] Vasilieva L.M., Shklyayev A.N., Anufrienko V.S. The study of brown coal by the EPR method, pyrolysis of brown coal. Novosibirsk: Nauka, **1973**, pp 44. (in Russ.)

- [18] Ryabikin Yu.A., Kairbekov J.C., Zashkvara O.V., Eshova Z.T. XTT, **2011**, № 2, P. 53. (in Russ.)
- [19] Chipatov E.T. inverse scattering of fast ions. Theory, experiment, practice. Rostov: Rostov University Publishing, **1988**, 160 P. (in Russ.)
- [20] Gritsenko V.A., Litovchenko V.G. The structure and electronic structure of amorphous dielectrics in silicon MIS structures, Novosibirsk: Nauka, **1993**, 278 pp. (in Russ.)
- [21] Vlasukova L.A., Komarov F.F., Parkhomenko I.N., Milchanin O.V., Leontyev A.V., Mudry A., Togambaeva A.K. Optical properties of silicon nitride films obtained plasma chemical vapor deposition // Applied spectroscopy, **2013**, T.80, №1, pp 92. (in Russ.)

ӘОЖ: 535.34

**Ю.А. Рябкин, Б.А. Рақыметов, Б.А. Байтимбетова, Т. Айтмукан,
В.В. Клименов, Д.А. Муратов, А.У. Мереке, А.У. Умирзаков**

ТОО «Физика-техникалық институт», Алматы қ., Қазақстан
E-mail: yuar-39@mail.ru

КӨМІРТЕКТІ ҚАБЫҚШАНЫҢ ПАРАМАГНИТТІ ҚАСИЕТІН АНЫҚТАУ НЕГІЗІНДЕ КЕУІКТІ НИКЕЛЬДІ АНОДТЫ ЗЕРТТЕУ ҮШІН ЭПР ӘДІСІНІҢ МҮМКІНДІГІ

Аннотация. Анод ретінде кеуікті никельді қолдану арқылы тоқ көзін тудыру мақсатында, электронды парамагнитті резонанс (ЭПР) әдісімен оны зерттеу мүмкіндігі қарастырылды. Осы мақсатта әртүрлі төсеніш үстіне жұқа көміртекті қабықшаның ЭПР спектрі зерттелді. ЭПР әдісімен зерттеу жапондық JOEL фирмасының спектрометрінде жүргізілді. Спектрометр 3 сантиметрлік толқын ұзындығында жұмыс істейді. Магниттік өрістің модуляциясы 100 кГц болғанда, спектрометрдің максималдық сезімталдығы $5 \cdot 10^9$ спин/үлгі. Бағыттаушы (сынамалы) үлгі ретінде MgO-де Mn^{2+} иондары қолданылды. Өлшеуге арналған үлгілер арнайы ЭПР сигналын бермейтін шыны ампулаға салынды. Мақала ЭПР әдісі бойынша көміртекті жұқа қабықшаны зерттеу жұмысының нәтижелері келтірілген. Көміртекті қабықшалар әртүрлі төсеніш үстіне кондырылды: шыны, кварц, кремний, алюминий, никель және басқада.

Үлгінің спектрін өлшеу ауа атмосферасында, бөлме температурасында іске асты. Жұқа көміртекті қабықшаның ЭПР сызығының сараптамасы, оның құрамында графен, көміртекті нано түтікше және графит барын көрсетті. Графит спектрі параметрінің бұрышқа қатысты өзгеруі, бұл графиттің жұқа қабықшада поликристалды түрінде кездесетінін көрсетеді. Бірақ никель төсенішінің үстіне орналасқан көміртекті қабықшаның ЭПР сигналы тіркелмеді. Бұл құбылыс никель төсенішінің қатты ферромагниттілігінің сигналының салдарынан болуы мүмкін. Келешекте осыған сәйкес өлшеулер кеуікті никельді анод үстіне орналасқан көміртекті қабықшаға жүргізілу жоспарлануда.

Түйін сөздер: көміртекті жұқа қабықшалар, үлгі, электронды парамагнитті резонанс, карбонизация, спектр, графен, графит, никельді төсеніш.