

EDN: AOWAXY

УДК 546.05

Determination of Optimal Conditions for the Synthesis of Superparamagnetic Nickel Ferrite Nanoparticles Without Calcination Step

Svetlana V. Saikova^{a, b}, Anton E. Krolikov^a,
Diana I. Nemkova^{*a} and Aleksandr S. Samoilo^a

^a*Siberian Federal University*

^b*Institute of Chemistry and Chemical Technology SB RAS
Federal Research Center «Krasnoyarsk Scientific Center of the SB RAS»
Krasnoyarsk, Russian Federation*

Received 18.12.2023, received in revised form 21.02.2024, accepted 22.02.2024

Abstract. Currently, an urgent problem is the production of homogeneous superparamagnetic nanoparticles of nickel ferrite. In this paper, a new method for the production of superparamagnetic NiFe₂O₄ nanoparticles is proposed, based on the co-precipitation of iron and nickel ions in the presence of sodium borohydride without the calcination stage of the resulting product. By the method of fractional factorial experiment (DFE²⁷⁻⁴), optimal synthesis parameters were determined to ensure the production of a monophase product with a minimum particle size: C(Ni(NO₃)₂) = 0.1 M, C(Fe(NO₃)₃) = 0.2 M, m(NaBH₄) = 4 g, temperature 90 °C, synthesis time 30 min. The samples obtained in this work were characterized by X-ray phase analysis, transmission electron microscopy, dynamic light scattering, and measurement of the magnetization curves of the samples of a vibrating magnetometer. Under optimal conditions, nanoparticles representing the pure phase of nickel ferrite with a median size of 2.7 nm and having magnetic parameters corresponding to the superparamagnetic state were obtained: saturation magnetization of 13.9 emu/g, residual magnetization of 0.92 emu/g, coercive force of 13.3 Oe.

Keywords: nickel ferrite, nanoparticles, sodium borohydride, superparamagnetism, synthesis.

Acknowledgements. This work was supported by the Russian Science Foundation (project no. 22–73–10047).

Citation: Saikova S. V., Krolikov A. E., Nemkova D. I., Samoilo A. S. Determination of optimal conditions for the synthesis of superparamagnetic nickel ferrite nanoparticles without calcination step. *J. Sib. Fed. Univ. Chem.*, 2024, 17(1), 151–161. EDN: AOWAXY



© Siberian Federal University. All rights reserved

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0).

* Corresponding author E-mail address: diana.nemkova@bk.ru

Определение оптимальных условий синтеза суперпарамагнитных наночастиц феррита никеля без стадии прокаливания

С. В. Сайкова^{а, б}, А. Е. Кроликов^а,
Д. И. Немкова^а, А. С. Самойло^а

^аСибирский федеральный университет

^бИнститут химии и химической технологии СО РАН
ФИЦ «Красноярский научный центр СО РАН»

Российская Федерация, Красноярск

Аннотация. В настоящее время актуальной проблемой является получение однородных суперпарамагнитных наночастиц феррита никеля. В данной работе предложен новый способ получения суперпарамагнитных наночастиц NiFe_2O_4 , основанный на соосаждении ионов железа и никеля в присутствии борогидрида натрия без стадии прокаливания полученного продукта. Методом дробного факторного эксперимента (ДФЭ 2^{7-4}) определены оптимальные параметры синтеза, обеспечивающие получение монофазного продукта с минимальным размером частиц: $C(\text{Ni}(\text{NO}_3)_2) = 0.1 \text{ M}$, $C(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3) = 0.2 \text{ M}$, $m(\text{NaBH}_4) = 4 \text{ г}$, температура $90 \text{ }^\circ\text{C}$, время синтеза 30 мин. Полученные в работе образцы были охарактеризованы методами рентгенофазового анализа, просвечивающей электронной микроскопии, динамического рассеивания света, выполнены измерения кривых намагничивания образцов вибрационным магнитометром. В оптимальных условиях получены наночастицы, представляющие собой чистую фазу феррита никеля, имеющие медианный размер 2,7 нм и обладающие магнитными параметрами, соответствующими суперпарамагнитному состоянию: намагниченность насыщения 13,9 emu/g, остаточная намагниченность 0,92 emu/g, коэрцитивная сила 13,3 Oe.

Ключевые слова: феррит никеля, наночастицы, борогидрид натрия, суперпарамагнетизм, синтез.

Благодарности. Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 22–73–10047).

Цитирование: Сайкова С. В., Кроликов А. Е., Немкова Д. И., Самойло А. С. Определение оптимальных условий синтеза суперпарамагнитных наночастиц феррита никеля без стадии прокаливания. Журн. Сиб. федер. ун-та. Химия, 2024, 17(1). С. 151–161. EDN: AOWAXY

Введение

Магнитные наночастицы (НЧ), в частности ферриты цветных металлов, находят широкое применение при производстве интегральных электронных схем и радиоэлектронных компонент, при создании химических источников тока [1], микросхем и устройств хранения информации, а также при получении ионисторов (суперконденсаторов), фотоэлектрических устройств [2], катализаторов [3], магнитных пигментов [4, 5].

В зависимости от области применения к свойствам используемых материалов предъявляются конкретные требования. Для наночастиц определяющими являются размер и форма (например, сферическая или кубическая). Для удовлетворения этих требований необходим научно-обоснованный выбор метода синтеза и технологических параметров.

Известно, что в зависимости от размера наночастицы ферритов могут проявлять различные магнитные свойства. Так, при достижении критического размера менее 10–15 нм (в зависимости от толщины поверхностного слоя [6]) феррит никеля переходит из ферромагнитного в суперпарамагнитное состояние. Суперпарамагнитные наночастицы находятся в однодоменном состоянии, в отсутствие внешнего магнитного поля магнитные моменты таких частиц разупорядочены, а их средняя остаточная намагниченность равна нулю, а, значит, отсутствует агрегация частиц. Во внешнем магнитном поле суперпарамагнитные частицы ведут себя как парамагнетики даже при температуре ниже точек Кюри или Нееля. Данное свойство открывает новые возможности для использования наночастиц ферритов в качестве сенсоров и сканеров [7, 8], магнитного носителя для адресной доставки лекарственных средств, в магнитно-резонансной томографии [9] и микроволновых устройствах [10, 11].

Для получения наночастиц феррита никеля разработано множество методов, включая твердофазный синтез из исходных оксидов [12, 13], золь–гель метод [14–17], ультразвуковой метод [18], методы щелочного [19–24] и анионообменного соосаждения [25, 26]. Однако все они включают стадию высокотемпературной обработки, в ходе которой происходит спекание, агломерация частиц и, как следствие, увеличение их размера, что усложняет получение суперпарамагнитных НЧ.

В настоящей работе для решения данной проблемы предложен новый метод получения суперпарамагнитных частиц феррита никеля, основанный на соосаждении ионов Fe (III) и Ni (II) в присутствии борогидрида натрия. Данный способ позволяет получить однородные по составу, размерам и морфологии частицы, не содержащие примесей, в одну стадию, без прокаливания конечного продукта.

Целью работы является подбор оптимальных условий синтеза суперпарамагнитных наночастиц феррита никеля с использованием метода математического планирования и обработки результатов факторного эксперимента (ДФЭ 2^{7-4}).

Материалы и методы

В работе использовали следующие реактивы: NaBH_4 (хч, «Acros Organics»), NaOH (чда, «Химреактивснаб»), $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 5.5\text{H}_2\text{O}$ (цитрат натрия трехзамещенный) (чда, «ЛенРеактив»), $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (хч, «Химреактивснаб»), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (хч, «Химреактивснаб»), $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (хч, «Химреактивснаб»), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (хч, «Химреактивснаб»), NaNO_3 (хч, «Химреактивснаб»).

Для синтеза наночастиц NiFe_2O_4 смешивали по 20 мл растворов солей Fe^{3+} ($C = 0.2 \div 0.08 \text{ M}$) и Ni^{2+} ($C = 0.1 \div 0.04 \text{ M}$). К полученной смеси добавляли 10 мл раствора, содержащего (0,4–4 г) борогидрида натрия, а в некоторых опытах и 0,1 г 5,5-водного цитрата натрия. Осаждение проводили при постоянном перемешивании в течение (30–360 мин) при температуре 90 °С (на водяной бане). Часть опытов проводили в гидротермальных условиях при 130 °С в автоклаве с тефлоновым вкладышем (рабочая температура – 220 °С, давление – 3 МПа). Более полные условия процесса синтеза приведены в табл. 1, 2. Полученные наночастицы отделяли от рас-

Таблица 1. Значения независимых переменных

Table 1. Values of independent variables

Уровень варьирования	X ₁ , C(M)		X ₂ , T (°C)	X ₃ , τ (мин)	X ₄ , m _{NaBH₄} (г)	X ₅ , доп. окисление	X ₆ , природа аниона	X ₇ , m _{Na₃C₆H₅O₇} (г)
	Ni ²⁺	Fe ³⁺						
Верхний	0,10	0,20	130	30	0,4	+	NO ₃ ⁻	0,1
Нижний	0,04	0,08	90	360	4,0	-	Cl ⁻	0

Таблица 2. Матрица планирования ДФЭ 2⁷⁻⁴Table 2. Fractional factorial design (FFD 2⁷⁻⁴) matrix

№ опыта	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇
1	+	-	-	-	+	+	+	-
2	+	+	-	-	-	-	+	+
3	+	-	+	-	-	+	-	+
4	+	+	+	-	+	-	-	-
5	+	-	-	+	+	-	-	+
6	+	+	-	+	-	+	-	-
7	+	-	+	+	-	-	+	-
8	+	+	+	+	+	+	+	+

твора в поле постоянного магнита, несколько раз промывали дистиллированной водой, после чего выдерживали в сушильном шкафу при 80 °C до полного высыхания.

В некоторых опытах после отделения продукта осаждения сепарацией в поле постоянного магнита проводили дополнительную стадию его окисления. Для чего к частицам добавляли 10 мл воды, гомогенизировали суспензию в ультразвуковой ванне «Сапфир» (мощность – 50 Вт, рабочая частота – 35 кГц) в течение 5 минут, далее добавляли раствор 2 М щелочи до pH ~ 12 и 2 г нитрата натрия. Полученную смесь нагревали до 90 °C в течение 0,5 ч при постоянном перемешивании на магнитной мешалке. В ходе процесса окисления проводили редиспергирование наночастиц в ультразвуковой ванне в течение 30 с каждые 5 минут.

Фазовый состав образцов определяли методом рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Shimadzu XDR-600 в CuK_α-излучении, идентификацию фаз осуществляли с помощью картотеки базы данных Объединенного комитета по стандартам в порошковой дифракции Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). Размер области когерентного рассеяния полученных частиц рассчитывали по формуле Дебая-Шеррера:

$$d_{\text{ш}} = (0.94 \cdot \lambda) / (\beta \cdot \cos \theta). \quad (1)$$

Микрофотографии и картины микродифракции электронов получали на электронном микроскопе Hitachi 7700M при ускоряющем напряжении 110 кВ. Статистической обработке было подвергнуто 350 частиц.

Гидродинамический диаметр частиц определяли методом динамического рассеяния света (ДРС) с использованием прибора ZetasizerNanoZS (MalvernInstruments, Великобритания)

на длине волны лазерного излучения 632,8 нм и угле рассеяния 173°. Навески порошков феррита никеля (0,1 г) диспергировали в 20 мл дистиллированной воды при обработке ультразвуком в течение 10 мин. Образец полученного гидрозоля (1 мл) переносили в пластиковую кювету ($l=1\text{см}$) для измерения.

Магнитные свойства полученного материала исследовали с помощью вибрационного магнитометра для образцов в магнитном поле до 10 КЭ при 298 К. В качестве источника использовался электромагнит с высокой однородностью магнитного поля. Магнитные измерения проводились с использованием прямого метода измерения индуктивной электродвижущей силы. Механические колебания образца обеспечивались вибратором оригинальной конструкции [27]. Относительная нестабильность амплитуды колебаний составила 0,01 % при частоте 0,001 %. Регистрация сигнала проводилась с использованием системы из четырех измерительных катушек. Динамический диапазон устройства составлял $5 \cdot 10^{-6} \div 10^2$ ЭМУ.

Результаты и обсуждение

Оптимизация условий получения наночастиц феррита никеля

Для получения феррита никеля в данной работе используется соосаждение Fe(III) и Ni(II) в присутствии борогидрида натрия. На основании предварительных исследований мы предлагаем следующий механизм образования феррита никеля в растворе: восстановление борогидридом ионов Fe^{3+} и Ni^{2+} до металлического состояния с образованием химически упорядоченного железо-никелевого сплава тетратенита (FeNi), дальнейшее окисление продуктов восстановления кислородом воздуха и/или нитрат-ионами с формированием NiFe_2O_4 . Образование тетратенита непосредственно наблюдалось в некоторых экспериментах, осуществленных в условиях ограниченного объема воздуха (в гидротермальных условиях).

Схематично процесс образования феррита никеля можно представить уравнениями:



Исследование влияния условий процесса синтеза на формирование фазы феррита никеля проводили с использованием метода дробного факторного эксперимента (ДФЭ) 2^{7-4} . На основании анализа литературных данных и предварительных опытов были выбраны следующие факторы (уровни варьирования приведены в табл. 1): концентрация ионов Ni^{2+} , Fe^{3+} (С); температура синтеза (Т); время синтеза (τ); масса NaBH_4 (m_{NaBH_4}); осуществление дополнительной стадии окисления (доп. окисление); природа аниона; масса цитрата натрия ($m_{\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7}$).

В работе использовалась стандартная матрица планирования ДФЭ 2^{7-4} (табл. 2). При реализации дробно-факторного эксперимента провели три серии из 8 опытов. Статистический анализ результатов эксперимента проводили в программе STATISTICA DOE. Среднюю квадратичную ошибку и доверительный интервал (Δ , приведен в табл. 3) определяли при вероятности равной 0,95.

В рамках исследования построены две математические модели. В качестве целевой функции модели 1 выбрали долю фазы феррита никеля в образце (р, %), определенную методом

рентгенофазового анализа; в качестве целевой функции модели 2 – размер частиц феррита никеля (d , нм), рассчитанный по формуле Шеррера (1) из данных РФА. Все полученные результаты представлены в табл. 3.

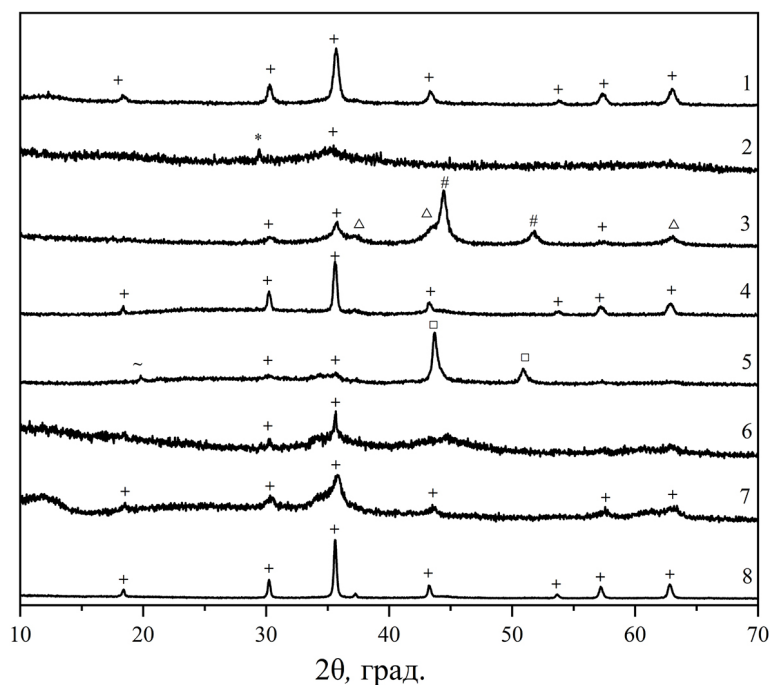
На рис. 1 приведены рентгенограммы образцов, полученных в опытах 1–8. По данным рентгенофазового анализа, хорошо кристаллизованный монофазный феррит никеля формируется в опытах 1, 4, 7 и 8 (JCPDS 86–2267), в опытах 2 и 6 получены аморфные продукты. Остальные образцы помимо целевого продукта содержат примеси нитрата и карбоната натрия, оксида никеля (JCPDS 73–1519) и тетрагидрата (JCPDS 71–8321, [28]).

В ходе статистического анализа значений частных откликов подтвердили однородность выборочных дисперсий, определили коэффициенты регрессии и порог их значимости (табл. 4: $b_0 - b_8$ – коэффициенты регрессии, Δb – доверительный интервал; значимые коэффициенты подчеркнуты).

Таблица 3. Значения частных откликов целевых функций

Table 3. The values of the private responses of the target functions

№ опыта	1	2	3	4	5	6	7	8	Δ
p , %	100	42,6	19,5	100	7,4	100	100	100	$\pm 2,4$
d , нм	16,8	3,2	9,4	25,6	3,7	11,8	7,1	31,2	$\pm 2,5$



+ – NiFe_2O_4 , * – NaNO_3 , Δ – NiO , # – Ni , ~ – Na_2CO_3 , \square – FeNi

Рис. 1. Дифрактограммы полученных образцов NiFe_2O_4 (опыты 1–8)

Fig. 1. X-ray diffraction pattern of the obtained NiFe_2O_4 samples (experiments 1–8)

Таблица 4. Значения коэффициентов уравнений регрессии

Table 4. Factors in the regression equation

Модель	D	b ₀	b ₁	b ₂	b ₃	b ₄	b ₅	b ₆	b ₇
p	3,1	71,2	<u>14,5</u>	<u>8,7</u>	<u>5,7</u>	<u>5,7</u>	<u>8,7</u>	<u>14,5</u>	<u>-28,8</u>
d	2,1	13,6	<u>4,4</u>	<u>4,7</u>	-0,2	<u>5,7</u>	<u>3,7</u>	1,0	-1,7

На основании полученных данных выведены две математические модели, описывающие зависимость доли фазы феррита никеля в продукте и размер частиц от условий проведения процесса:

$$p = 71.2 + 14.5x_1 + 8.7x_2 + 5.7x_3 + 5.7x_4 + 8.7x_5 + 14.5x_6 - 28.8x_7, \quad (5)$$

$$d = 13.6 + 4.4x_1 + 4.7x_2 + 5.7x_4 + 3.7x_5. \quad (6)$$

Анализ модели 1 (5) показал, что на формирование фазы феррита никеля влияют все факторы. В наибольшей степени доля целевой фазы зависит от факторов 1, 6 и 7. То есть для увеличения выхода продукта необходимо использовать нитраты Ni²⁺ и Fe³⁺ с концентрациями 0,1 М и 0,2 М соответственно и исключить присутствие в системе цитрата натрия. Высокая концентрация исходных солей (нитрат-ионов) способствует более полному протеканию реакции (4). Добавление цитрата натрия негативно сказывается на формировании фазы феррита, вероятно, в связи с образованием достаточно сильного комплекса цитрата с ионами Fe(III) ($\lg\beta = 11.4$), препятствующего осаждению железа, что нарушает стехиометрию продукта.

На размер полученных частиц (модель 2 (6)) влияют четыре фактора: концентрация исходных солей, количество борогидрида натрия, температура синтеза, а также дополнительная стадия окисления. Данные факторы влияют в равной степени и однонаправленно (табл. 3). Для уменьшения размера частиц необходимо вести синтез без дополнительного окисления при 90 °С с концентрациями Ni(NO₃)₂ = 0,08 М, Fe(NO₃)₃ = 0,04 М и NaBH₄ = 0,04 г. Повышение температуры синтеза и введение дополнительной стадии окисления, вероятно, активизируют процессы роста и агрегации частиц.

Поскольку влияние некоторых факторов на долю фазы феррита никеля и размер получаемых частиц разнонаправленно, оценили вклад каждого фактора и подобрали оптимальные условия, обеспечивающие получение монофазного продукта с минимальным размером частиц: C(Ni(NO₃)₂) = 0.1 М, C(Fe(NO₃)₃) = 0.2 М, m(NaBH₄) = 4 г, температура синтеза 90 °С, время синтеза 30 мин, без добавления Na₃C₆H₅O₇ и стадии дополнительного окисления.

*Изучение свойств наночастиц феррита никеля,
полученного в оптимальных условиях*

По данным рентгенофазового анализа, образец, полученный в оптимальных условиях, представляет собой чистую фазу феррита никеля (рис. 2, все максимумы соответствуют характерным дифракционным пикам NiFe₂O₄, JCPDS 86–2267). Размер области когерентного рассе-

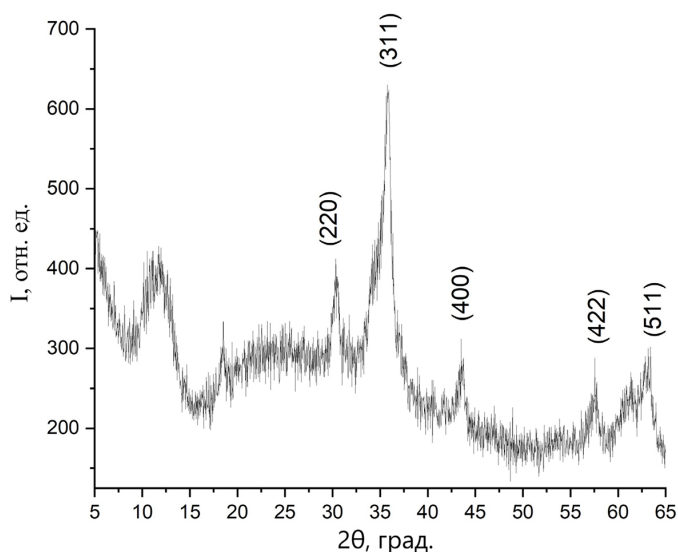


Рис. 2. Дифрактограмма образца феррита никеля, полученного в оптимальных условия

Fig. 2. Diffraction pattern of X-rays of nickel ferrite obtained under optimal conditions

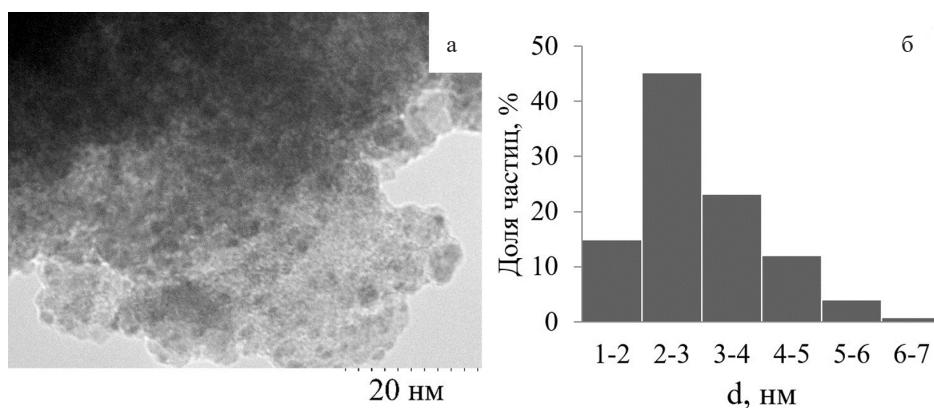


Рис. 3. Микрофотография (а) и диаграмма распределения по размерам (б) полученных частиц феррита никеля

Fig. 3. Micrograph (a) and particle size (б) distribution for nickel ferrite

яния (ОКР) кристаллитов, рассчитанный по формуле Шеррера (1) для трёх наиболее интенсивных рефлексов ($\langle 30,33 \rangle$; $\langle 35,73 \rangle$; $\langle 43,43 \rangle$), составил 7 ± 2 нм.

Согласно данным просвечивающей электронной микроскопии (рис. 3а), наночастицы имеют близкую к сферической форму. Распределение частиц по размерам, представленное на рис. 3б, подчиняется логнормальному закону с медианным размером наночастиц 2,7 нм, что неплохо согласуется с величиной ОКР.

Среднее значение гидродинамического диаметра частиц, синтезированных в оптимальных условиях, составило 1420 нм. Дзета-потенциал частиц, определенный при pH = 6 без добавления фонового электролита, положительный и составляет 20 мВ, что, вероятно, обусловлено адсорбцией ионов Fe^{3+} на поверхности наночастиц.

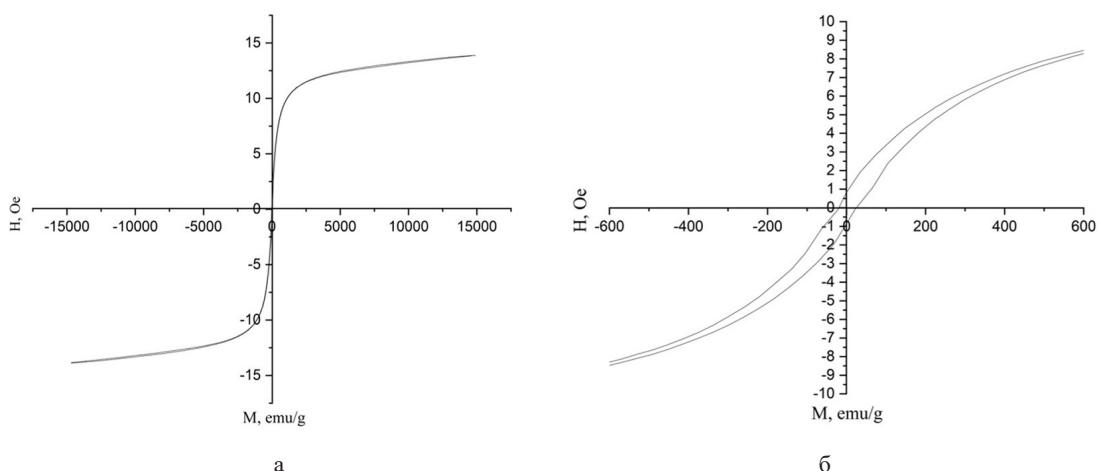


Рис. 4. Зависимость намагниченности наночастиц NiFe_2O_4 , полученных в найденных оптимальных условиях, от величины приложенного магнитного поля

Fig. 4. The magnetization function of NiFe_2O_4 nanoparticles obtained under optimal conditions depends on the magnitude of the magnetic field

На рис. 4 приведена зависимость намагниченности наночастиц NiFe_2O_4 , полученных в оптимальных условиях, от величины приложенного магнитного поля, измеренная при температуре 296 К. Вид кривой намагниченности характерен для суперпарамагнитных однодоменных наночастиц. При увеличении масштаба (от -500 до 500 emu/g) наблюдается незначительный гистерезис (рис. 4б), который свидетельствует о присутствии в образце некоторого количества более крупных наночастиц с ферромагнитным поведением. Значения намагниченности насыщения $\sim 13,9 \text{ emu/g}$, остаточной намагниченности $\sim 0,92 \text{ emu/g}$ и величины коэрцитивной силы (13,3 Oe) согласуются с приводимыми в литературе для наночастиц феррита никеля с критическим размером [6].

Таким образом, полученные данные свидетельствуют о формировании в найденных оптимальных условиях суперпарамагнитных наночастиц феррита никеля.

Заключение

В данной работе для получения суперпарамагнитных наночастиц феррита никеля предложен новый метод соосаждения ионов Fe^{3+} , Ni^{2+} в присутствии борогидрида натрия без стадии прокаливания. Методом математического планирования и обработки результатов эксперимента (ДФЭ 2^{7-4}) изучено влияние реакционных параметров и подобраны оптимальные условия, в которых получены сферические частицы феррита никеля размером $2,7 \pm 0,1 \text{ нм}$, обладающие суперпарамагнитными свойствами.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы / References

- [1] Balanov V. A., Kiseleva A. P., Krivoschapkina E. F. Synthesis of $(\text{Mn}_{(1-x)}\text{Zn}_x)\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles for magnetocaloric applications. *Sol-Gel Science and Technology* 2020. № 1, P. 16–20.
- [2] Hu J, Li L.-S., Yang W, Manna L, Wang L.-W., Alivisatos A. P. Linearly Polarized Emission from Colloidal Semiconductor Quantum Rods. *Science* 2001. Vol. 292(5524), P. 2060–2063.
- [3] Sloczynski J., Janas J., Machej T., Rynkowski J., Stoch J. Catalytic activity of chromium spinels in SCR of NO with NH_3 . *Applied Catalysis B* 2000. Vol. 24 (1), P. 45–60.
- [4] Wang X., Yang G., Zhang Z., Yan L., Meng J. Synthesis of strong-magnetic nanosized black pigment Zn. *Dyes and Pigments* 2007. Vol 74(2), P. 269–272.
- [5] Macera L., Daniele V., Mondelli C., Capron M. Scalable and One-Step Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles by Ion Exchange Process. *Nanomaterials* 2021. Vol. 11(3). P. 3–16.
- [6] Sun Y., Diao Y., Wang H., Chen G., Zhang M., Guo M. Synthesis, structure and magnetic properties of spinel ferrite $(\text{Ni}, \text{Cu}, \text{Co})\text{Fe}_2\text{O}_4$ from low nickel matte. *Ceramics International* 2017. Vol. 43(18), P. 16474–16481.
- [7] Pena M. A., Fierro J.L.G. Chemical Structures and Performance of Perovskite Oxides. *Chemical Reviews* 2001. Vol. 101(7), P. 1981–2018.
- [8] Темников А. Н. Магнитооптический преобразователь на основе суспензии суперпарамагнитных наночастиц для ввода информации в ЭВМ. *Вестник технологического университета* 2015. Т. 18(12), С. 159–163. [Temnikov A. N. Magneto-optical converter based on a suspension of superparamagnetic nanoparticles for entering information into a computer. *Bulletin of the Technological University* 2015. Vol.18(12), P. 159–163. (In Russ.)]
- [9] Chin F. C., Bey F. L., Chin W. L. Superparamagnetic iron oxide nanoparticles for drug delivery. *Applications of Nanocomposite Materials in Drug Delivery* 2018. P. 861–903.
- [10] Baykal A., Kasapoglu N., Durmus Z. CTAB-Assisted Hydrothermal Synthesis and Magnetic Characterization of $\text{Ni}_x\text{Co}_{(1-x)}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Nanoparticles ($x = 0.0, 0.6, 1.0$). *Turkish Journal of Chemistry* 2009. Vol. 33, P 33–45.
- [11] Gunjakar J. L., More A. M., Gurav K. V., Lokhande C. D. Chemical synthesis of spinel nickel ferrite $(\text{NiFe}_2\text{O}_4)$ nano-sheets. *Applied Surface Science* 2008. Vol. 254(18), P. 5844–5848.
- [12] Yang H., Zhang X., Weiqin A., Guanzhou Q. Formation of NiFe_2O_4 nanoparticles by mechanochemical reaction. *Materials Research Bulletin* 2004. Vol. 39(6), P. 833.
- [13] Azizi A., Sadrnezhaad S. K. Synthesis of Fe–Ni nano-particles by low-temperature hydrogen reduction of mechanically alloyed Ni-ferrite. *Ceramics International* 2010. Vol. 36(7), P. 2241.
- [14] Lisnevskaya I. V., Bobrova I. A., Lupeiko T. G. Synthesis of magnetic and multiferroic materials from polyvinyl alcohol-based gels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 2016. Vol. 37, P. 86.
- [15] Lisnevskaja I. V., Bobrova I. A., Petrova A. V., Lupeiko T. G. Comparison of the properties of magnetoelectric composites PZTSB-I – $\text{Ni}_{[0.9]}\text{Co}_{[0.1]}\text{Cu}_{[0.1]}\text{Fe}_{[1.9]}\text{O}_{[-\delta]}$ manufactured using sol-gel methods of component synthesis. *Journal of Inorganic Chemistry* 2012. Vol. 57, P. 474.
- [16] Sivakumar P., Ramesh R., Ramanand A., Ponnusamy S., Muthamizhchelvan C. Synthesis and characterization of nickel ferrite magnetic nanoparticles. *Materials Research Bulletin* 2011. № 46, P. 2208.
- [17] Mana R., Raguram T., Rajni K. S. Physical Properties of Nickel Ferrite Nanoparticles at different annealing temperature Prepared by Sol-Gel Technique. *Materials Today: Proceedings* 2019. № 18, P. 1753.

[18] Shafi K., Koltypin Y., Gedanken A. Sonochemical Preparation of Nanosized Amorphous NiFe₂O₄ Particles. *Journal of Physical Chemistry B*. 1997. V.101(33), P. 6409–6414.

[19] Chen D.H., He X.R. Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method. *Materials Research Bulletin* 2001. № 36, P. 1369.

[20] Hassan A., Khan M.A. Nanocrystalline Zn_{1-x}Co_{0.5x}Ni_{0.5x}Fe₂O₄ ferrites: Fabrication via co-precipitation route with enhanced magnetic and electrical properties. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 2015. Vol. 393, P. 56.

[21] Velmurugan K., Venkatachalapathy V.S. K., Sendhilnathan S. Synthesis of nickel zinc iron nanoparticles by coprecipitation technique. *Materials Research* 2010. Vol.13, P. 299.

[22] Gadkari A.B., Shinde T.J., Vasambekar P.N. Structural and magnetic properties of nanocrystalline Mg–Cd ferrites prepared by oxalate co-precipitation method. *Journal of Materials Science – Materials in Electronics* 2010. Vol. 21, P. 96.

[23] Nemkova D.I., Saikova S.V., Synthesis and Characterization of Core–Shell Magnetic Nanoparticles NiFe₂O₄@Au. *Metal-Containing Nanoparticles for Biomedical Applications* 2020. Vol. 10(8), P 1075.

[24] Nemkova D.I. Saikova S.V. Optimisation of nickel ferrite production conditions for the preparation of magnetic composite photocatalysts. *Journal of Inorganic Chemistry* 2024. Vol. 3 (в печати).

[25] Trofimova T. V., Saikova S. V. Anion exchange synthesis of copper ferrite powders. *Glass and ceramics* 2018. № . 2. P. 38–44.

[26] Saikova S.V., Nemkova D.I., Pikurova E.V., Samoilo A.S. Anion-Exchange Resin Precipitation of Nickel Ferrite Nanopowders Modified by Plasmonic Particles. *Russian Journal of Inorganic Chemistry* 2023, Vol. 68(8), P. 1011–1020.

[27] Патент 2481591 РФ. Великанов Д.А. Магнитометр со сверхпроводящим квантовым интерферометрическим датчиком. Опубл. 22.11.2011. [Patent 2481591 RU. Velikanov D.A. Magnetometer with superconducting quantum interferometric sensor. Publ. Date 22.11.2011 (In Rus.)]

[28] Roy S. Clarke J. Tetraenaite-ordered FeNi, a new mineral in meteorites. *American Mineralogist* 1980. Vol 65. P 624–630.