Uzbek Journal of Physics
DOI: https//doi.org/10.52304/.v25i2.424

Получение наночастиц оксида никеля

И.Ж. Абдисаидов[*,1], С.Г. Гуломжанова[1], У.Б. Рахмонова[2]

[1] Институт ионно-плазменных и лазерных технологий АН РУз, ул. Дурмон йули 33, 100125, Ташкент, Узбекистан
[2] Национальный университет Узбекистана им. Мирзо Улугбека, Университетская 4, 100174, Ташкент, Узбекистан

Received 10.04.2023, revised 08.05.2023

* Corresponding author: e-mail ilyos.abdisaidov@mail.ru, Phone: +99 897 155 92 81

При получении углеродных наноматериалов в основном используют наночастицы металлов, реже их оксидов. Наночастицы оксида никеля были исследованы с помощью рентгеноструктурного анализа и обнаружено, что они имеют стандартную кубическую кристаллическую структуру. По формуле Дебая-Шеррера оценен размер частиц, который составляет ~12 нм. ИК-Фурье-спектроскопия показывает колебания в диапазоне 483–719 $см^{-1}$. Результаты спектроскопии комбинационного рассеяния света показывают, что пик оксида никеля лежит на частоте 509 $см^{-1}$, а это указывает на возможность использовать наночастицы оксида никеля в качестве катализатора при выращивании углеродных нанотрубок.

Ключевые слова: золь-гель метод, оксид никеля, наночастица, никелевый катализатор, ИК Фурье, рамановская спектроскопия.

When obtaining carbon nanomaterials, the metal nanoparticles are mainly used, far less their oxides. Nickel oxide nanoparticles have been examined by X-ray diffraction analysis and found to have a standard cubic crystal structure. According to the Debye-Scherrer formula, the particle size was estimated to be ~12 nm. FT-IR spectroscopy shows fluctuations in the range 483–719 cm^{-1}. The results of Raman spectroscopy show that the nickel oxide peak lies at a frequency of 509 cm^{-1}, and this indicates the possibility of using nickel oxide nanoparticles as a catalyst in the growth of carbon nanotubes.

Keywords: sol-gel method, nickel oxide, nanoparticle, nickel catalyst, FTIR, Raman spectroscopy.

I. Введение

Методы синтеза наночастиц с помощью различных физико-химических процессов постоянно развиваются из-за растущей потребности в них в промышленности. Наночастицы используются в функциональных наносистемах [1], являются сырьевым продуктом в нанотехнологии [2], используются в приборах фотоэлектроники [3], а также в качестве неорганического прекурсора [4]. Как и все другие, наночастицы оксидов металлов (НОМ) имеют квантовые границы. В НОМах эти квантовые свойства проявляются из-за большего числа поверхностных атомов, чем внутренних, что и порождает их уникальные физико-химические, оптические и электронные свойства. Использование НОМов зависит от качественных параметров самих наночастиц, таких как поверхностная площадь, форма, размеры, устойчивость, кристалличность, коррозионная стойкость, проводимость и фотокаталитическая активность [5].

Синтез НОМов осуществляется физическими и химическими методами. К физическим относятся механический размол, распыление, электронно-лучевое испарение, лазерная абляция, электрораспыление. Химические методы представлены золь-гель синтезом, гидротермальным синтезом, методами соосаждения, методом микроэмульсий и химическим осаждением из паровой фазы. Золь-гель метод выделяется простотой, дешевизной и быстротой процесса синтеза, процесс ведется в низкотемпературных условиях, при этом сохраняется дисперсность и форма полученных частиц и, кроме того, есть возможность получения сложных композитов [6].

Что касается оксида никеля (NiO), то это – Что касается оксида никеля (NiO), то это химически устойчивое вещество, имеющее интересные оптические, электрические и магнитные свойства. Так наночастицы NiO применяются в электрическом хромировании [7], в качестве катализатора [8], в биомедицине [9], в газовых датчиках [10], в солнечной энергетике [11], в литий-ионных батареях [12], в прозрачных проводящих слоях [13].

Представляет интерес освоить изготовление наночастиц NiO с воспроизводимыми характеристиками, приемлемыми для их применения в процессах синтеза углеродных нанотрубок.

II. Методика эксперимента

Для получения наночастиц NiO и последующего их применения в синтезе углеродных нанотрубок использовали золь-гель метод. Для синтеза NiO в качестве прекурсора был выбран нитрат никеля ($Ni(NO_3)_26H_2O$), добавляемый в раствор гидроксида аммония (NH_4OH) в деионизированной воде. Синтез наночастиц NiO осуществляется в следующем порядке: 7.25 г соли $Ni(NO_3)_26H_2O$ растворяется в 50 мл деионизированной воды. В полученный раствор добавляется по каплям 2 молярный NH_4OH в объеме 100 мл и смесь перемешивается с помощью магнитной мешалки MS7-H550-S DLAB при температуре 85°C в течение 3 часов до получения суспензии светло-зеленого цвета. Старение суспензии проводили при комнатной температуре в течение 20 часов, затем на центрифуге EBA 20S отделяли осадок в виде гидроксида никеля ($Ni(OH)_2$) и кальцинировали его в печи SNOL при температуре 400°C в течение 2 часов. Продуктом процесса кальцинации получается порошок наночастиц NiO чёрного цвета. Кристаллическая структура, чистота и фазовый состав синтезированных наночастиц оксида никеля оценивали с помощью дифрактометра XRD-6100 Shimadzu с источником излучения Cu-Kα с длиной волны λ=1.541874 Å в диапазоне углов 10°–80° с угловой скоростью 0.05°. Структуру, химическую связь и образование функциональных групп наночастиц изучали с помощью инфракрасной Фурье-спектроскопии Agilent Technologies Cary 640 Series. Комбинированный спектр светорассеяния наночастиц NiO получен с помощью рамановского спектрометра в диапазоне 100–2000 рамановский сдвиг/см$^{-1}$.

III. Экспериментальные результаты и обсуждение

На рис. 1 показан спектр рентгеновской дифракции, характерный для углов 2θ=37.27°, 43.33°, 62.90°, 75.67°, 79.20°. Острые, яркие и интенсивные пики, указывающие на кристаллическую, а именно, на однофазную кубическую структуру NiO с a = 4.1901 Å, были обнаружены при этих углах для плоскостей дифракции (111), (200), (220), (311), (222). Отметим, что в спектре рентгеновской дифракции NiO примесные пики не наблюдались, что указывает на высокую чистоту синтезированных наночастиц. Используя формулу Дебая-Шеррера [14], был рассчитан средний размер наночастиц NiO

$$D = K\lambda/\beta\cos\theta, \quad (1)$$

где D – размер кристаллита, K = 0.9 – постоянная Шеррера, λ – длина волны рентгеновского излучения (излучения Cu-Kα), θ – угол Брэггса, β – уширение линии, измеренное на полной ширине на половине максимума (FWHM).

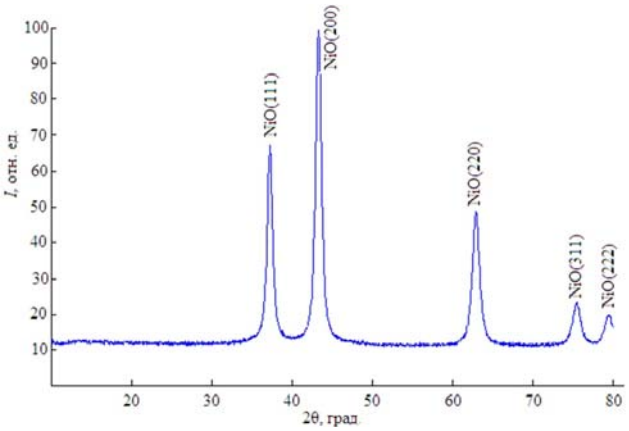


Рисунок 1. Рентгенограммы наночастиц NiO, отожженных на воздухе при 400°C.

Средний размер кристаллитов наночастиц NiO составляет ~12 нм. Для сравнения приводим результаты XRD анализа, проведенные в [15], которые показали, что наночастицы NiO также имеют кубическую фазовую структуру, но со случайно ориентированной морфологией и средним размером наночастиц ~20 нм. То есть прокаливание при низких температурах, примененное в нашем случае, даёт лучший результат по размерам частиц полученного катализатора.

©Академия наук Республики Узбекистан, 2023 г.

Инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье (FTIR), результаты которой приведены на рис. 2, показывает множество полос в диапазоне 4000–400 см$^{-1}$. Можно выделить пики на частотах 2928 см$^{-1}$, 1447, 1375, 1298, 1122, 959, 900, 719, 483 см$^{-1}$. Пики или полосы поглощения между 483–719 см$^{-1}$ относятся к NiO. Остальные полосы, например, полоса 1447 см$^{-1}$, указывают на то, что в образце есть гидроксид-ионы и их присутствие в ИК-спектре связано с поглощением воды. Эти данные, согласно [16], указывают на наличие эффекта гидратации, а пики в области 1300 см$^{-1}$ относятся к колебательной связи карбонатных ионов, абсорбированных из атмосферы.

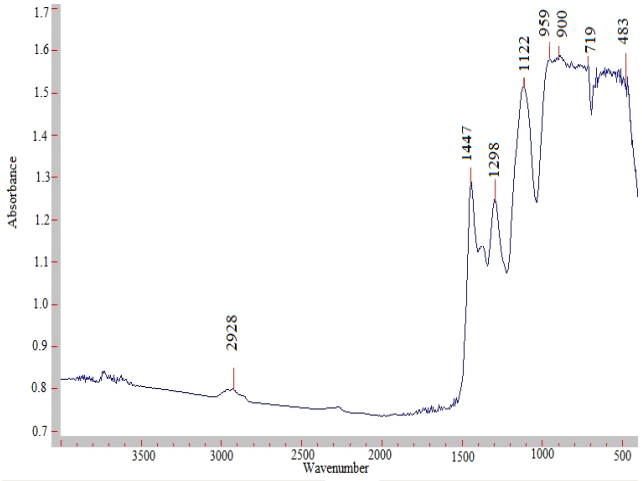


Рисунок 2. ИК-Фурье картины наночастиц оксида никеля после отжига при температуре 400°C.

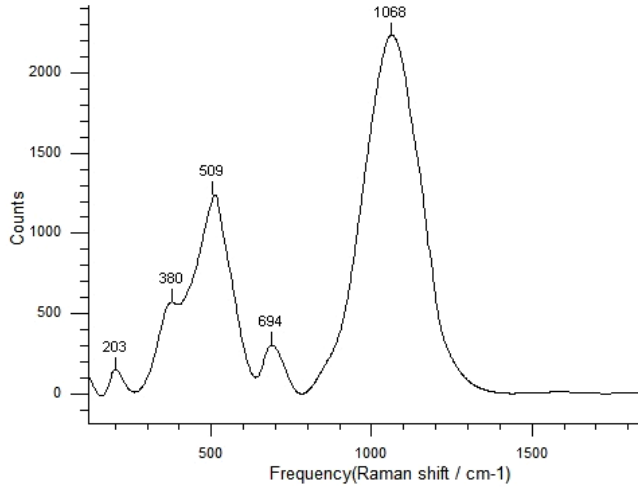


Рисунок 3. Рамановские спектры наночастиц NiO, отожженных при 400°C.

Рамановские спектры полученных наночастиц NiO показаны на рис. 3.

С использованием спектроскопии комбинационного рассеяния при возбуждении линиями RL532 Class 3B лазера с длиной волны излучения 532 нм получен спектр комбинационного рассеяния (рис. 3), где виден несимметричный пик при ~509 см$^{-1}$, характерный для режима растяжения Ni-O. Из сравнения полученных результатов (рис. 3) с рамановскими спектрами из [7] следует, что указывающий на присутствие NiO пик 518 см$^{-1}$ в нашем случае сдвинут на частоту 509 см$^{-1}$, что связано с различием характеристик падающего лазерного луча рамановского спектрометра.

IV. Заключение

Наночастицы оксида никеля были успешно синтезированы золь-гель методом. В результате комплексных исследований было выявлено, что средний размер полученных наночастиц составляет ~12 нм. ИК-спектроскопия указывает на типичную для NiO область колебаний в диапазоне 483–719 см$^{-1}$, спектроскопия комбинационного рассеяния указывает на пик частиц NiO при частоте 509 см$^{-1}$, что однозначно подтверждает возможность их использования в качестве катализаторов при синтезе углеродных нанотрубок.

Метаданные

Preparation of nickel oxide nanoparticles

I.J. Abdisaidov[1], S.G. Gulomjanova[1], U.B. Rakhmonova[2]

[1]Institute of Ion-Plasma and Laser Technologies of Uzbekistan Academy of Sciences, Durmon yuli st. 33, 100125, Tashkent, Uzbekistan
[2]National University of Uzbekistan named after Mirzo Ulugbek, Universitetskaya str. 4, 100174, Tashkent, Uzbekistan

When obtaining carbon nanomaterials, the metal nanoparticles are mainly used, far less their oxides. Nickel oxide nanoparticles have been examined by X-ray diffraction analysis and found to have a standard cubic crystal structure. According to the Debye-Scherrer formula, the particle size was estimated to be ~12 nm. FT-IR spectroscopy shows fluctuations in the range 483–719 cm^{-1}. The results of Raman spectroscopy show that the nickel oxide peak lies at a frequency of 509 cm^{-1}, and this indicates the possibility of using nickel oxide nanoparticles as a catalyst in the growth of carbon nanotubes.

©Академия наук Республики Узбекистан, 2023 г.

Keywords: sol-gel method, nickel oxide, nanoparticle, nickel catalyst, FTIR, Raman spectroscopy

Литература (References)

[1] L.A. Paramo, A.A. Feregrino-Pérez, R. Guevara, S. Mendoza, and K. Esquivel. Nanomaterials **10**(9), 1654-1686 (2020).
[2] R. Magaye, and J. Zhao. Environmental Toxicology and Pharmacology **34**(3), 644-650 (2012).
[3] A. Angela, B. Cardenas and M. Serbena. Ciencia e engenaria de materials **24**, 374-381 (2021).
[4] L.G. Teoh, and K.D. Li. Materials Transactions **53**(12), 2135-2140 (2012).
[5] S. Akin, and S. Sonmezoglu, In Emerging materials for energy conversion and storage, Elsevier, 39-79 (2018).
[6] M. Bonomo. Journal of Nanoparticle Research **20**(8), (2018).
[7] M. Alagiri, S. Ponnusamy and C. Muthamizhchelvan. Journal of Materials Science: Materials in Electronics **23**(3), 728-732 (2012).
[8] A. Shamim, Z. Ahmad, S. Mahmood, U. Ali, T. Mahmood, and Z. Ahmad. Open Journal of Chemistry **2**(1), 16-20 (2019).
[9] A.A. Ezhilarasi, J.J. Vijaya, K. Kaviyarasu, M. Maaza, A. Ayeshamariam, and L.J. Kennedy. Journal of Photochemistry and Photobiology **164**, 352-360 (2016).
[10] G. Zhu, C. Xi, H. Xu, D. Zheng, Y. Liu, X. Xu, and X. Shen, RSC Advances **2**(10), 4236-4241 (2012).
[11] T. Tangcharoen, W. Klysubun and C. Kongmark. Journal of Molecular Structure **1156**, 524-533 (2018).
[12] A.K. Rai, L.T. Anh, C.J. Park and J. Kim. Ceramics International **39**(6), 6611-6618 (2013).
[13] N.N.M. Zorkipli, N.H.M. Kaus and A.A. Mohamad. Procedia Chemistry **19**, 626-631 (2016).
[14] N. Dharmaraj, P. Prabu, S. Nagarajan, C.H. Kim, J.H. Park, H.Y. Kim, Materials Science and Engineering **128**, 111-114, (2006).
[15] B.I. Nandapure, A.N.Z. Parvin and S.B. Kondawar. International Journal of Researches in Biosciences, Agraculture and Technology **2**, 60-64 (2015).
[16] Z.N. Kayani, M. Butt, Y. Ali, S. Riaz and S. Naseem. Materials Today: Proceedings **2**(10), 5804-5807 (2015).

Никел оксиди нанозаррачаларини тайёрлаш

И.Ж. Абдисаидов[1], С.Г. Гуломжанова[1], У.Б. Рахмонова[2]

[1]ЎзР ФА Ион-плазма ва лазер технологиялари институти, Дўрмон йўли, 33, 100125, Тошкент, Ўзбекистон
[2]Мирзо Улуғбек номидаги Ўзбекистон миллий университети, Университет кўчаси, 4, 100174, Тошкент, Ўзбекистон

Углерод наноматериалларини олишда асосан металл нанозаррачалар, камроқ ҳолатларда эса уларнинг оксидлари ишлатилади. Никел оксиди нанозарралари рентген нурлари дифракцион таҳлили билан текширилди ва стандарт кубик кристалл тузилишга эга эканлиги аниқланди. Дебъе-Шеррер формуласига кўра, заррача ўлчами ~12 нм деб баҳоланди. ИҚ-спектроскопияси 483–719 $см^{-1}$ диапазонидаги тебранишларни кўрсатади. Раман спектроскопияси натижалари шуни кўрсатадики, никел оксиди чўққиси 509 $см^{-1}$ частотада ётади ва бу никел оксиди нанозаррачаларидан углерод нанозарачаларини ўстиришда катализатор сифатида фойдаланиш имкониятини кўрсатади.

Калит сўзлар: золь-гель усули, никель оксиди, нанозаррача, никель катализатори, Фурье ИҚ-спектраскопияси, Раман спектроскопияси

©Академия наук Республики Узбекистан, 2023 г.