

УДК 546.56+546.57

DOI 10.33514/1694-7851-2023-1-320-325

**Жаснакунов Ж.К.**

хим. илим. канд., доц.

И. Арабаев атындагы Кыргыз мамлекеттик университети

e-mail: janarbek@mail.ru Бишкек ш.

**Таабалдиева Г.Т.**

магистрант

И. Арабаев атындагы Кыргыз мамлекеттик университети

## **ХИМИЯЛЫК КАЛЫБЫНА КЕЛТИРҮҮ МЕТОДУ МЕНЕН СИНТЕЗДЕЛГЕН КҮМҮШ ЖАНА НИКЕЛДИН НАНОКОМПОЗИТИНИН ФАЗАЛЫК КУРАМЫ ЖАНА ДИСПЕРСТҮҮЛҮГҮ**

**Аннотация:** Күмүш менен никелдин иондорун желатиндин же натрийдин додецилсульфатынын катышуусунда чогуу химиялык калыбына келтирүүдө, реакциянын чөйрөсүнө карабастан, күмүш менен никелдин нанодисперстүү бөлүкчөлөрүнөн турган наноккомпозит калыптатат. Синтезделген наноккомпозиттердин фазалык курамы жана дисперстүүлүгү, рентгенофазалык анализ жана электрондук микроскопия методдору менен изилденди. Наноккомпозиттин дисперстүүлүгү турукташтыргычка көз каранды болот. Дисперстүүлүгү жогору болгон наноккомпозит желатиндин катышуусунда калыптанаары аныкталды.

**Негизги сөздөр:** Химиялык калыбына келтирүү, желатин, наноккомпозит, фазалык курам, дисперстүүлүк, нанобөлүкчөлөр, күмүш, никель, гидразин, агрегаттар, рН чөйрө.

**Жаснакунов Ж.К.**

канд. хим. наук, доц.

Кыргызский государственный университет имени И. Арабаева,

e-mail: janarbek@mail.ru

**Таабалдиева Г.Т.**

магистрант

Кыргызский государственный университет им. И. Арабаева

## **ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ДИСПЕРСНОСТЬ НАНОКОМПОЗИТА СЕРЕБРА И НИКЕЛЯ, СИНТЕЗИРОВАННОГО МЕТОДОМ ХИМИЧЕСКОГО ВОССТАНОВЛЕНИЯ**

**Аннотация** При совместном химическом восстановлении ионов серебра и никеля в присутствии желатина или додецилсульфата натрия, независимо от состава реакционной среды, происходит образование наноккомпозита, состоящего из нанодисперсных частиц серебра и никеля. Методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии изучен фазовый состав и дисперсность наноккомпозитов, синтезированных в присутствии различных стабилизаторов. Дисперсность наноккомпозитов зависит от вида стабилизатора. Установлено, что наиболее высокодисперсные наноккомпозиты образуется в среде желатина.

**Ключевые слова:** Химическое восстановление, желатин, наноккомпозит, фазовый состав, дисперсность, наночастицы, серебро, никель, гидразин, агрегаты, рН среда.

**Zhasnakunov Zh.K.**

Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor

Kyrgyz State University named after I. Arabaeva,

e-mail: janarbek@mail.ru Bishkek.

**Taabaldieva G. T.**

Master's student

Kyrgyz State University named after I. Arabaeva

## PHASE COMPOSITION AND DISPERSION OF SILVER AND NICKEL NANOCOMPOSITE SYNTHESIZED BY CHEMICAL REDUCTION

**Annotation:** With the combined chemical reduction of silver and nickel ions in the presence of gelatin or sodium dodecyl sulfate, regardless of the composition of the reaction medium, a nanocomposite consisting of nanodispersed silver and nickel particles is formed. The phase composition and dispersion of nanocomposites synthesized in the presence of various stabilizers have been studied by X-ray phase analysis and electron microscopy. The dispersion of nanocomposites depends on the type of stabilizer. It is established that the most highly dispersed nanocomposites are formed in a gelatin medium.

**Keywords:** Chemical reduction, jelatine, nanocomposite, phase, dispersed, nanoparticles, silver, nickel, gidrazine, aggregation, pH environment.

Интерес к изучению стабилизированных наночастиц системы Ag-Ni, полученных методом химического восстановления, обусловлен возможностью контролирования кинетики роста, распределения по размерам и стабильности наночастиц при проведении реакций, что в конечном итоге определяет их каталитические, магнитные и медико-биологические свойства [1]. Синтез наночастиц металлов в присутствии стабилизаторов позволяет не только повышать их устойчивость, но и контролировать их размеры, а также управлять их морфологией, структурой и архитектурой [2]. Поэтому целью настоящей работы является изучение возможности синтеза наночастиц системы Ag-Ni при совместном химическом восстановлении ионов серебра и никеля в присутствии стабилизатора.

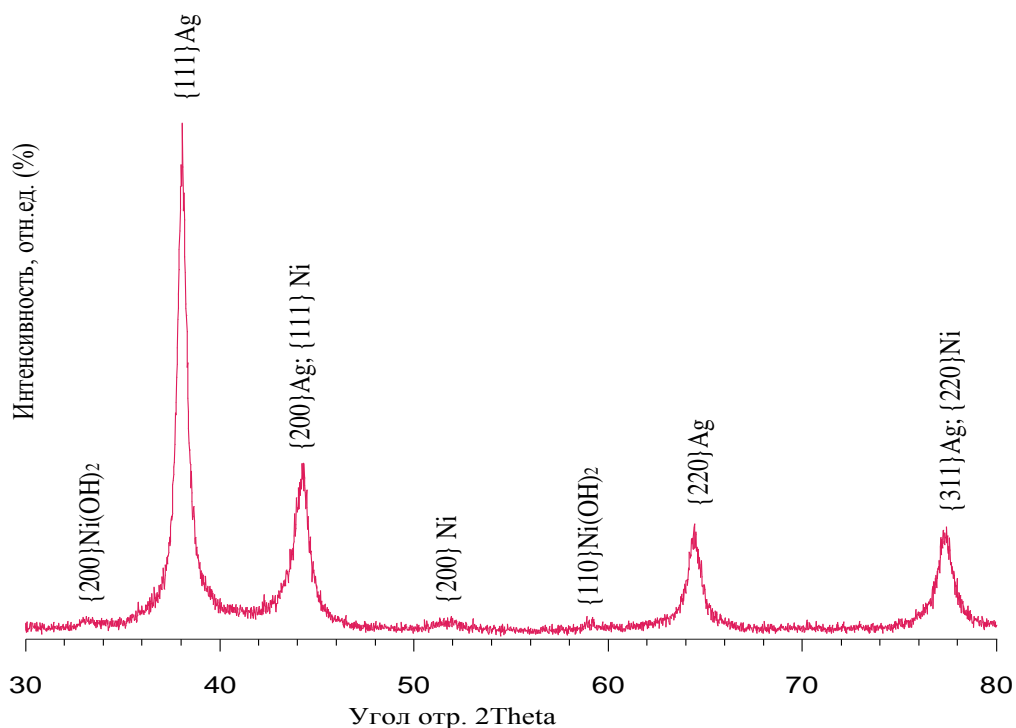
Растворы, содержащие определенные количества ионов  $\text{Ag}^+$  и  $\text{Ni}^{2+}$  были приготовлены из соответствующих нитратов  $\text{AgNO}_3$  и  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ . В качестве восстановителя использован 30% раствор гидразингидрата. Для стабилизации частиц в растворе использованы желатин и додецилсульфат натрия (ДСН)  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4\text{Na}$ . Содержание стабилизатора в растворе составляло 0,2%. Соотношение ионов  $\text{Ag}^+$  и  $\text{Ni}^{2+}$  в растворе в г-эквивалентах составляло 1:1.

Восстановление серебра и никеля из водных растворов зависит от pH реакционной среды и продуктом восстановления могут быть разные соединения. В работе [3] показано, что в растворах солей никеля и серебра в сильнощелочной среде образуются гидроксиды, которые затрудняют восстановление металлов гидразингидратом. Предварительными экспериментами установлено, что в щелочной среде ионы никеля полностью не восстанавливаются до металла. Поэтому для предотвращения образования гидроксидных фаз серебра и никеля в раствор вначале добавлен раствор гидроксида натрия до достижения pH = 10.

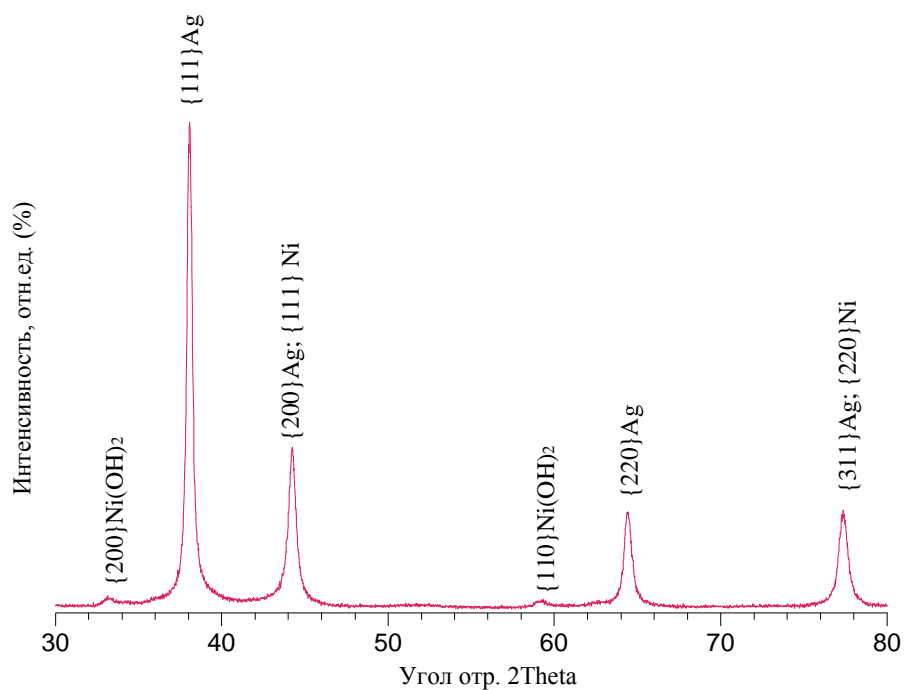
Продукты восстановления отделяется от жидкой фазы декантацией. Выделенные продукты промываются водой до нейтральной реакции, затем этиловым спиртом и высушиваются в сушильном шкафу при температуре 50-60 °С.

Фазовый состав полученных продуктов изучен методом рентгенофазового анализа. Дифрактограммы снимались на дифрактометре RINT-2500 HV на медном отфильтрованном излучении.

Дифрактограммы продуктов совместного восстановления ионов серебра и никеля в присутствии различных стабилизаторов приведены на рисунках 1 и 2, а результаты их расчета – в таблице 1.



**Рис. 1.** Дифрактограмма продукта совместного восстановления ионов серебра и никеля в присутствии желатина.



**Рис. 2.** Дифрактограмма продукта совместного восстановления ионов серебра и никеля в присутствии ДСН

Таблица 1.

Результаты расчета дифрактограмм продуктов совместного восстановления серебра и никеля в присутствии стабилизаторов.

| №       | Эксперимент. данные  |        | Фазовый состав |       |     |       |                     |       |
|---------|----------------------|--------|----------------|-------|-----|-------|---------------------|-------|
|         | I <sub>отн.ед.</sub> | d, А°  | Ag             |       | Ni  |       | Ni(OH) <sub>2</sub> |       |
|         |                      |        | hkl            | a, А° | hkl | a, А° | hkl                 | d, А° |
| Желатин |                      |        |                |       |     |       |                     |       |
| 1       | 5                    | 2,71   |                |       |     |       | 002                 | 2,71  |
| 2       | 100                  | 2,3595 | 111            | 4,087 |     |       |                     |       |
| 3       | 43                   | 2,0411 | 200            | 4,082 | 111 | 3,528 |                     |       |
| 4       | 8                    | 1,7610 |                |       | 200 | 3,522 |                     |       |
| 5       | 5                    | 1,5674 |                |       |     |       | 110                 | 1,57  |
| 6       | 24                   | 1,4471 | 220            | 4,093 |     |       |                     |       |
| 7       | 26                   | 1,2324 | 311            | 4,087 | 220 | 3,491 |                     |       |
| ДСН     |                      |        |                |       |     |       |                     |       |
| 1       | 4                    | 2,697  |                |       |     |       | 002                 | 2,71  |
| 2       | 100                  | 2,3642 | 111            | 4,09  |     |       |                     |       |
| 3       | 34                   | 2,0481 | 200            | 4,09  |     |       |                     |       |
| 4       | 32                   | 2,044  |                |       | 111 | 3,537 |                     |       |
| 5       | 3                    | 1,5563 |                |       |     |       | 110                 | 1,57  |
| 6       | 21                   | 1,446  | 220            | 4,09  |     |       |                     |       |
| 7       | 21                   | 1,233  | 311            | 4,09  | 220 | 3,49  |                     |       |

Анализ дифрактограмм показывает, что на фазовый состав продуктов совместного восстановления серебра и никеля влияет природа стабилизатора. Результаты расчета дифрактограммы продукта полученного в присутствии желатина показывают, что данный продукт состоит из трех фаз: металлических серебра, никеля и гидроксида никеля. Необходимо отметить о том, что серебро и никель имеют гранецентрированную кубическую решетку типа NaCl. Расчеты показывают, что среднее значение параметра решетки серебра и никеля, полученные в присутствии желатина составляет для серебра 4,087 А° и для никеля 3,51 А°.

В дифрактограмме второго образца, где стабилизатором является ДСН также проявляются линии, характерные для металлических серебра и никеля с ГЦК- решеткой с параметрами соответственно 4,09А° и 3,51А°. В дифрактограмме также присутствуют малоинтенсивные пики, относящиеся к гидроксиду никеля, который содержится в образце в незначительных количествах.

Влияние природы стабилизатора на фазовый состав продуктов совместного восстановления серебра и никеля можно объяснить различным составом и строением их молекул.

Согласно литературным данным [4] начальные стадии реакции восстановления металлов характеризуются кинетической заторможенностью.

Введение желатина предотвращает агрегацию и окислению частиц металлов. Стабилизирующий эффект связано с гидротропным действием желатина и образованием адсорбционных оболочек на поверхности частиц металлов [5].

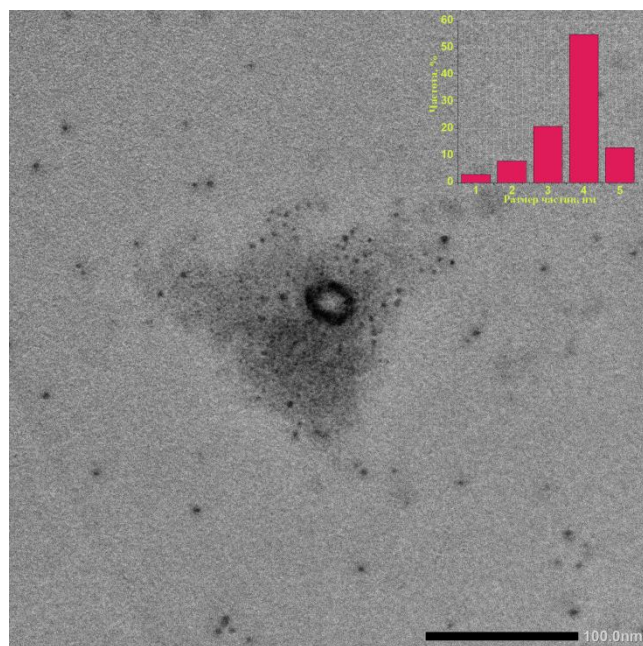
Следует отметить, что во всех четырех образцах рефлекс  $\{111\}$  никеля перекрывается с рефлексом  $\{200\}$  свойственной для серебра. Такое перекрывание происходит и в рефлексах  $\{220\}$  и  $\{311\}$  свойственные никелю и серебра соответственно. Такое проявление линий характерных для обоих металлов свидетельствуют о том что образуются биметаллические частицы со структурой ядро Ag – оболочка Ni [6].

По данным рентгеновской дифрактометрии концентрационно неравновесные растворы распадаются на бинарные ГЦК растворы на основе серебра и никеля, что выражается в расщеплении на парных пиков на дифрактограммах [7].

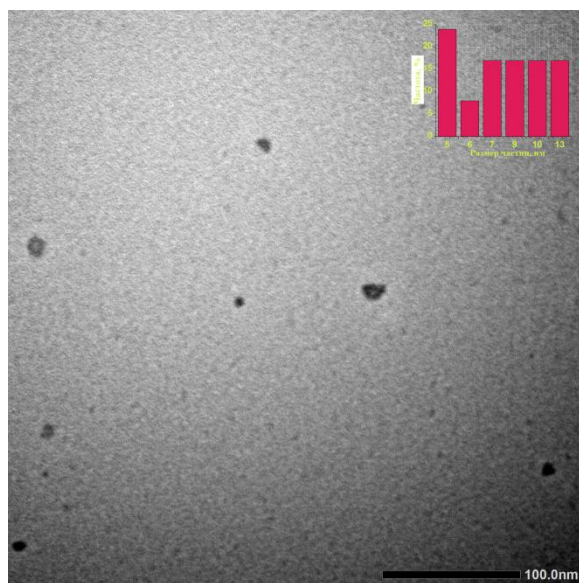
Дисперсность синтезированных нанопорошков серебра и никеля, изучено методом электронной микроскопии (Рис. 3 и 4).

Исследование образцов методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) показывает, что частицы двух образцов имеют сферическую форму.

На рисунках 3 и 4 приведены фотографии и гистограммы образцов синтезированные в средах желатина и ДСН. Как видно из рисунков, наночастицы композитов серебра и никеля синтезированные в желатине имеют средний размер 3-5 нм, а в среде ДСН 5-10 нм.



**Рис. 3.** Микрофотография и гистограмма частиц нанопорошков системы Ag-Ni, полученных в желатине.



**Рис. 4.** Микрофотография и гистограмма частиц нанопорошков системы Ag-Ni, полученных в ДСН.

Необходимо отметить, что в присутствии желатина образуются частицы серебра и никеля с одинаковым размером.

Таким образом, методом рентгенофазового анализа установлено, что на фазовый состав продуктов совместного восстановления ионов серебра и никеля влияет природа стабилизатора. Показано, что в присутствии желатина и ДСН происходит восстановление ионов серебра и никеля с образованием их нанокompозита.

#### Список использованной литературы:

1. Kishore S., Tamio E., Sang-Geun C. et. al. Single step synthesis and optical limiting properties of Ni-Ag and Fe-Ag bimetallic nanoparticles // *Optical Materials* – 2013. Vol. 35. – P. 860–867.
2. Бектуров Е.А., Кудайбергенов С.Е., Жармагамбетова А.К., Исаков Р.М., Ибраева Ж.Е., Шмаков С.Н. Полимер-протектированные наночастицы металлов. Алматы, 2010. – 274 с.
3. Лапсина П. В. Наноструктурированные порошки Ni, Co и системы Ni-Co полученные восстановлением кристаллических карбонатов водным раствором гидразингидрата: Автореф. дисс. канд. хим. наук – Кемерово, 2013. -20 с.
4. Свиридов В. В., Воробьев Т. Н., Гаевская Т. А., Степанова Л. И. Химическое осаждение металлов в водных растворах. – Минск: университетское, 1987. – 270 с.
5. Вегера А. В., Зимон А. Д. Синтез и физико-химические свойства наночастиц серебра, стабилизированных желатином // *Известия Томского политехнического университета* -2006. Т. 309. – С. 60-64.
6. Zhao L., Zhao J. Study of the solidification of Ni-Ag monotectic alloy // *Acta metallurgica sinica*. 2012. V.48. № 11. P. 1381-1386.
7. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ – М.: МИСИС, 1994. 328 с.

**Рецензент:** канд. хим. наук., и.о. доц. Бакенов Ж.Б.