

Жаснакунов Ж. К.

доцент

И. Арабаев атындагы Кыргыз мамлекеттик университети

Бишкек ш.

Кубанычбек кызы А.

магистрант

И. Арабаев атындагы Кыргыз мамлекеттик университети

Бишкек ш.

janarbek@mail.ru

Ag-Ni СИСТЕМАСЫНЫН НАНОКОМПОЗИТИНИН ФАЗАЛЫК КУРАМЫ ЖАНА ДИСПЕРСТУУЛUGY

Аннотация. Күмүш жана никель иондорун стабилизатордун катышуусунда химиялык калыбына келтирүүдөн Ag-Ni системасынын наноккомпозитин алуу мүмкүнчүлүгүн изилдөө жүргүзүлгөн илимий иштин максаты болуп эсептелет. Күмүштүн жана никелдин тиешелүү нитраттарынан күмүштүн жана никелдин белгилүү сандагы иондорун кармаган эритмелер даярдалды. Иондорду калыбына келтиргич катары гидразиндин гидриди колдонулду. Эритмедеги бөлүкчөлөрдү турукташтыруу үчүн желатин жана натрийдин додецилсульфаты (ДСН) колдонулду. Күмүш менен никелдин иондорун желатиндин же натрийдин додецилсульфатынын катышуусунда чогуу химиялык калыбына келтирүүдө, реакциянын чөйрөсүнө карабастан, күмүш менен никелдин нанодисперстүү бөлүкчөлөрүнөн турган наноккомпозит калыптанат. Синтезделген наноккомпозиттердин фазалык курамы жана дисперстүүлүгү, рентгенофазалык анализ жана электрондук микроскопия методдору менен изилденди. Күмүш менен никелдин бирге калыбына келүү продуктысынын фазалык курамына турукташтыргычтын табияты таасирин тийгизет. Желатиндин катышуусунда синтезделген үлгүнүн РФА жыйынтыгы көрсөткөндөй бул продукт үч фазадан турат: металлдык күмүш, никель жана никелдин гидроксиди. Турукташтыргыч ДСН болгон экинчи үлгүнүндө металлдык күмүш жана никелге мүнөздүү сызыктар жана никелдин гидроксидине тиешелүү болгон интенсивдүүлүгү төмөн сызыктар аныкталды. Наноккомпозиттердин дисперстүүлүгү турукташтыргычтын түрүнө жараша 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.

Доцент

Кыргызский государственный университет имени И. Арабаева

г. Бишкек

Кубанычбек кызы А.

Магистрант

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ДИСПЕРСНОСТЬ НАНОКОМПОЗИТОВ СИСТЕМЫ Ag-Ni

Аннотация. Целью настоящей работы является изучение возможности синтеза нанокomпозитов системы Ag-Ni при совместном химическом восстановлении ионов серебра и никеля в присутствии стабилизатора. Растворы, содержащие определенные количества ионов серебра и никеля были приготовлены из соответствующих нитратов серебра и никеля. В качестве восстановителя использован раствор гидразингидрата. Для стабилизации частиц в растворе использованы желатин и додецилсульфат натрия (ДСН). При совместном химическом восстановлении ионов серебра и никеля в присутствии желатина или додецилсульфата натрия, независимо от состава реакционной среды, происходит образование нанокomпозита, состоящего из нанодисперсных частиц серебра и никеля. Методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии изучен фазовый состав и дисперсность нанокomпозитов, синтезированных в присутствии различных стабилизаторов. На фазовый состав продуктов совместного восстановления серебра и никеля влияет природа стабилизатора. Результаты РФА образца синтезированного в присутствии желатина показывают, что данный продукт состоит из трех фаз: металлических серебра, никеля и гидроксида никеля. Во втором образце, где стабилизатором является ДСН также присутствует линии, характерные для металлических серебра и никеля, а также малоинтенсивные линии, относящиеся к гидроксиду никеля. Дисперсность нанокomпозитов зависит от вида стабилизатора. Установлено, что наиболее высокодисперсные нанокomпозиты образуются в среде желатина.

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

Zhasnakunov Zh.K.

assistant professor

Kyrgyz State University named after I. Arabaev

Bishkek c.

Bekturova Ch.T.

Master's student

Kyrgyz State University named after I. Arabaev

Bishkek c.

janarbek@mail.ru

PHASE COMPOSITION AND DISPERSITY OF NANOCOMPOSITES OF THE Ag-Ni SYSTEM

Annotation The purpose of this work is to study the possibility of synthesizing nanocomposites of the Ag-Ni system through the joint chemical reduction of silver and nickel ions in the presence of a stabilizer. Solutions containing certain amounts of silver and nickel ions were prepared from the corresponding nitrates of silver and nickel. A solution of hydrazine hydrate was

used as a reducing agent. Gelatin and sodium dodecyl sulfate (DSN) are used to stabilize the particles in the solution. 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. The phase composition of the products of joint reduction of silver and nickel is influenced by the nature of the stabilizer. The XRD results of a sample synthesized in the presence of gelatin show that this product consists of three phases: metallic silver, nickel and nickel hydroxide. In the second sample, where the stabilizer is SDS, there are also lines characteristic of metallic silver and nickel, as well as low-intensity lines related to nickel hydroxide. The dispersity 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 Ag^+ и Ni^{2+} были приготовлены из соответствующих нитратов 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 Ag^+ и 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 $\text{pH} = 10$.

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.

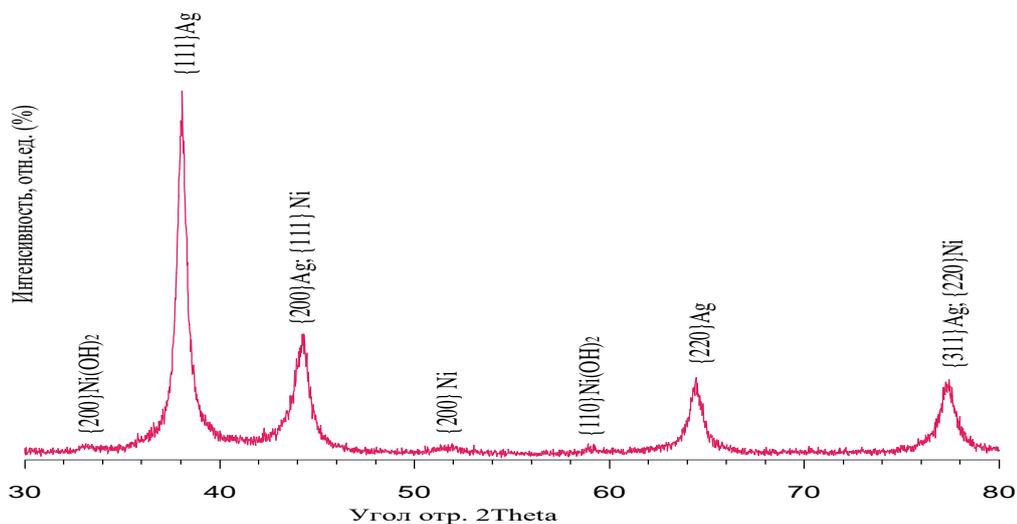


Рис.1. Дифрактограмма продукта совместного восстановления ионов серебра и никеля в присутствии желатина.

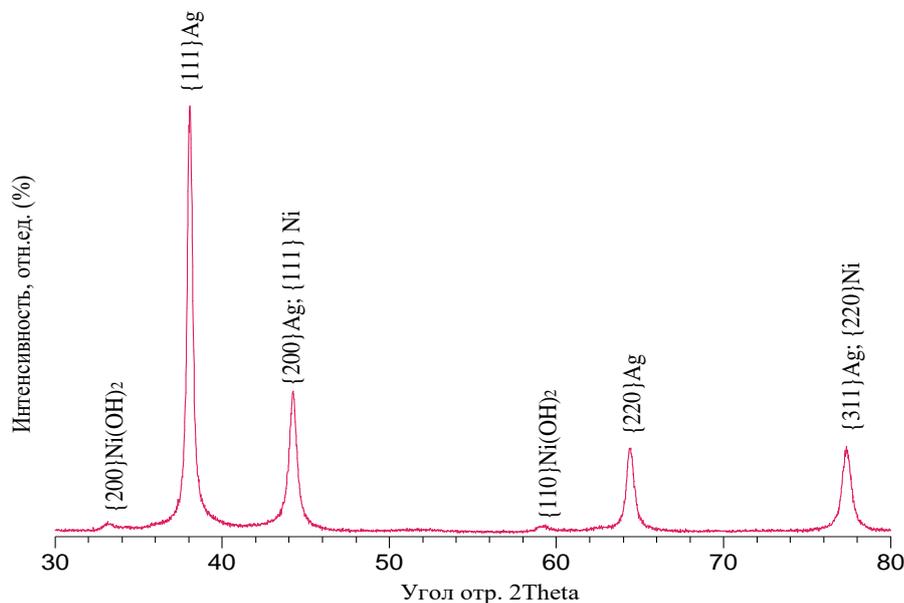


Рис. 2. Дифрактограмма продукта совместного восстановления ионов серебра и никеля в присутствии ДСН

Таблица 1.

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

№	Эксперимент.	Фазовый состав
---	--------------	----------------

	данные							
	I _{отн.} ед.	d, А°	Ag		Ni		Ni(OH) ₂	
			kl	, А°	kl	, А°	kl	д, А°
Желатин								
1	5	2, 71					02	2, 71
2	100	2, 3595	11	4 ,087				
3	43	2, 0411	00	4 ,082	11	3 ,528		
4	8	1, 7610			00	3 ,522		
5	5	1, 5674					10	1, 57
6	24	1, 4471	20	4 ,093				
7	26	1, 2324	11	4 ,087	20	3 ,491		
ДСН								
1	4	2, 697					02	2, 71
2	100	2, 3642	11	4 ,09				
3	34	2, 0481	00	4 ,09				
4	32	2, 044			11	3 ,537		
5	3	1, 5563					10	1, 57
6	21	1, 446	20	4 ,09				
7	21	1, 233	11	4 ,09	20	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 гранцентрированную кубическую решетку типа NaCl. Расчеты показывают, что среднее значение параметра решетки серебра и никеля, полученные в присутствии желатина составляет для серебра $4,087 \text{ \AA}$ и для никеля $3,51 \text{ \AA}$.

В дифрактограмме второго образца, где стабилизатором является ДСН также проявляются линии, характерные для металлических серебра и никеля с ГЦК- решеткой с параметрами соответственно $4,09 \text{ \AA}$ и $3,51 \text{ \AA}$. 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].

Согласно литературным данным [6] начальные стадии реакции восстановления металлов характеризуются кинетической заторможенностью. При восстановлении ионов никеля в присутствии ДСН индукционный период составляет 15 мин. Во время индукционного периода за счет окисления нестойких частиц никеля формируется частицы гидроксида никеля.

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.

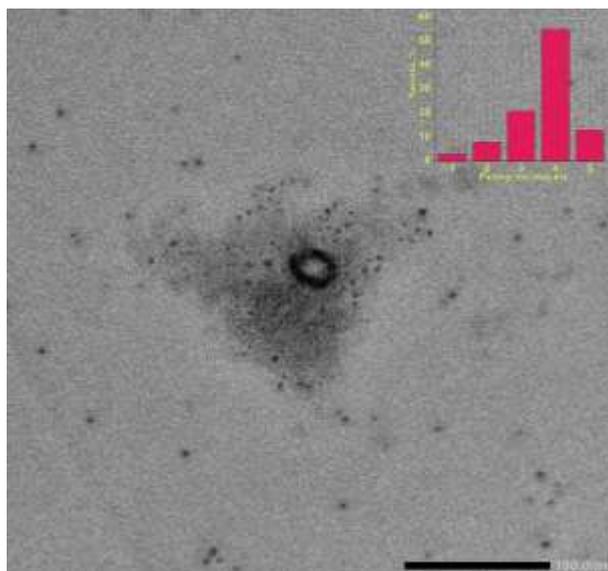


Рис. 3. Микрофотография и гистограмма частиц нанопорошков системы Ag-Ni, полученных в желатине.

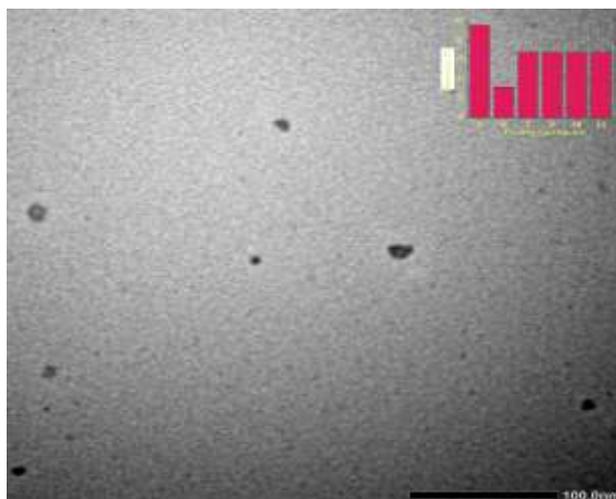


Рис. 4. Микрофотография и гистограмма частиц нанопорошков системы Ag-Ni, полученных в ДСН

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 желатины и ДСН происходит восстановление ионов серебра и никеля с образованием их нанокompозита.

Список литератур

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., Искаков 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. Жаснакунов Ж.К., Таабалдиева Г.Т. Фазовый состав и дисперсность нанокompозита серебра и никеля, синтезированного методом химического восстановления // Вестник КГУ им. И. Арабаева, журнал, 2023, выпуск 1. – Бишкек, – С. 320 – 325.
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: кандидат химических наук, профессор Сагындыков Ж.