

Жаснакунов Ж.К., Мундузбекова И.Э., Сатывалдиев А.С.

**АММИАКТЫК ЧӨЙРӨДӨ СИНТЕЗДЕЛГЕН КҮМҮШ
МЕНЕН ЖЕЗДИН НАНОКОМПОЗИТИНИН ФАЗАЛЫК КУРАМЫ
ЖАНА ДИСПЕРСТҮҮЛҮГҮ**

Жаснакунов Ж.К., Мундузбекова И.Э., Сатывалдиев А.С.

**ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ДИСПЕРСНОСТЬ НАНОКОМПОЗИТА СЕРЕБРА
И МЕДИ СИНТЕЗИРОВАННЫЙ В АММИАЧНОЙ СРЕДЕ**

Z.K. Zhasnakunov, I.E. Munduzbekova, A.S. Satyvaldiev

**PHASE COMPOSITION AND DISPERSITY OF
SILVER AND COPPER NANOCOMPOSITE SYNTHESIZED
IN AN AMMONIACAL MEDIUM**

УДК: 546.56+546.57

Рентгенофазалык анализ жана электрондук микроскопия методдору аркылуу, күмүш менен жездин иондорун чогуу, аммиактык чөйрөдө, беттик активдүү заттарсыз, химиялык калыбына келтирүүдө, күмүш менен жездин нанобөлүкчөлөрүнүн механикалык аралашмасынан турган нанодисперстүү композициялык материал калыптанары аныкталды. Салыштыруу анализи көрсөткөндөй, СЭМ методу менен аныкталган бөлүкчөлөрдүн өлчөмү, когеренттик чачыроо аймагы (КЧА) аркылуу аныкталган металлдын өзүнчө бөлүкчөсүнүн өлчөмүнө караганда чон болот. Бул СЭМ методунун нанобөлүкчөлөрдүн агломераттарынын өлчөмүн камтыган жалпы өлчөмдү көрсөткөндүгү менен түшүндүрүлөт, ал эми күмүш менен жездин нанобөлүкчөлөрү стабилизаторсуз агрегацияга жөндөмдүү келет.

Негизги сөздөр: химиялык калыбына келтирүү, нанокөмпозит, фазалык курам, дисперстүүлүк, нанобөлүкчөлөр, күмүш, жез, гидразин, агрегаттар, чөйрө.

Методами рентгенофазового анализа и электронной микроскопии установлено, что при совместном химическом восстановлении ионов серебра и меди в аммиачной среде в отсутствие поверхностно-активных веществ, происходит образование механической смеси наночастиц серебра и меди, представляющий собой нанодисперсный композиционный материал бинарных металлов. Сравнительный анализ показывает, что средние размеры частиц композита определенные методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) существенно больше, чем размеры области когерентного рассеяния (ОКР) отдельных металлов. Это объясняется тем, что метод сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) фиксирует обций размер частиц, включающий агломератов наночастиц, а наночастицы серебра и меди склонны к агрегации в отсутствие стабилизатора.

Ключевые слова: химическое восстановление, нанокөмпозит, фазовый состав, дисперсность, наночастицы, серебро, медь, гидразин, агрегаты, среда.

By means of X-ray phase analysis and electron microscopy, it is established that when the chemical reduction of silver and copper ions in the ammoniacal medium in the absence of surface-active substances is combined, a mechanical mixture of silver and copper nanoparticles is formed, which is a nanodispersed composite material of binary metals. A comparative analysis shows that the average particle sizes of the composite determined by the scanning electron microscopy (SEM) method are substantially larger than the dimensions of the OCD of individual metals. This is explained by the fact that the SEM method fixes the total particle size including agglomerates of nanoparticles, and silver and copper nanoparticles tend to aggregate in the absence of a stabilizer.

Key words: chemical reduction, nanocomposite, phase, dispersed, nanoparticles, silver, copper, gidrazine, aggregation.

Нанокөмпозиты на основе бинарных металлических систем привлекают к себе внимание в разных отраслях науки. Причиной является обилие уникальных качеств, обусловленных малыми размерами. Сверхмалый размер частиц позволяет им проявлять особые характеристики, присущие наночастицам (НЧ) — магнитные, химические, оптические и другие свойства, которые отличают их от более крупных частиц.

Поэтому синтез и исследование наночастиц бинарных металлических систем является актуальной задачей.

Целью настоящего исследования является получение нанокөмпозита серебра и меди методом химического восстановления и изучение его фазового состава и дисперсности.

Водные растворы, серебра и меди, были приготовлены из AgNO_3 и $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Синтез нанокөмпозита серебра и меди основан на совместном химическом восстановлении ионов серебра и меди (II) гидразином в аммиачной среде при $\text{pH}=11$.

Для синтеза в 50 мл смеси водных растворов серебра и меди добавляется 10% - раствор аммиака до достижения pH раствора до 11. Раствор нагревается до 50-60°C и приливается раствор гидразина в количестве превышающий (в молях) 10 кратный избыток ионов серебра и меди. Раствор при непрерывном перемешивании магнитной мешалкой выдерживается при температуре в течение 30 минут. Затем продукт отделяется от жидкой фазы, промывается водой и этиловым спиртом на центрифуге и высушивается при 55-60°C.

Состав полученного нанокompозита устанавли-

вался методом рентгенофазового анализа с помощью дифрактометра RINT-2500 HV. Для определения дисперсности и морфологию синтезированных нанокompозита использован метод электронной микроскопии с использованием эмиссионной сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) JOEL JSM-7600F (университет Кумамото, Япония).

Дифрактограмма полученного нанокompозита представлено на рисунке 1, а результаты расчета ее в таблице. Результаты показывают, что при восстановлении ионов серебра и меди в среде аммиака образуются металлические серебро и медь.

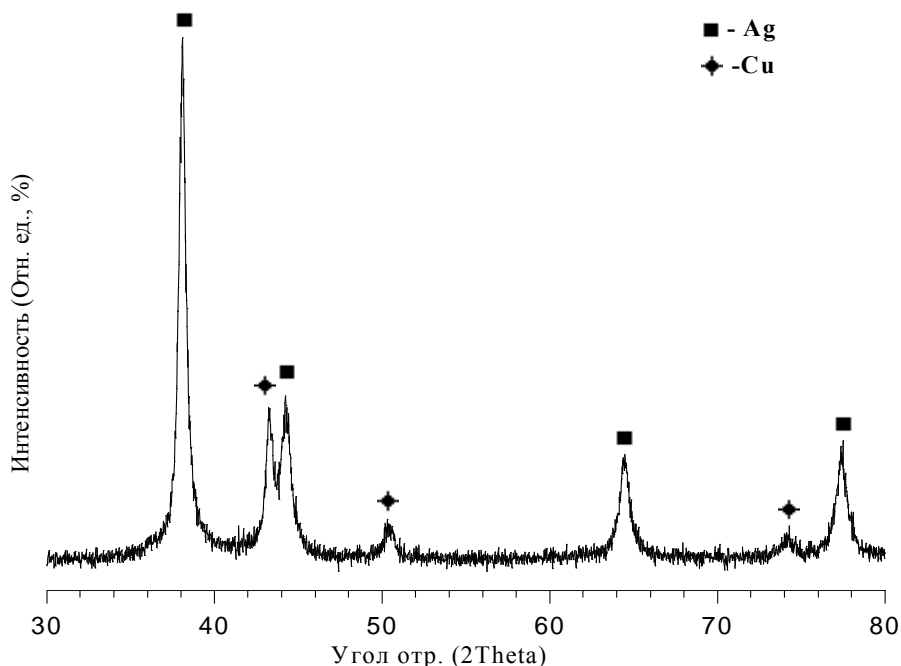


Рис. 1. Дифрактограмма продукта совместного восстановления серебра и меди в аммиачной среде.

Таблица 1

Результаты расчета дифрактограммы продукта восстановления серебра и меди в среде аммиака

№	Экспериментальные данные			Фазовый состав				ОКР
				Ag		Cu		
	2θ	I	d, Å	hkl	a, нм	hkl	a, нм	
1.	38,1	100	2,3618	111	0,409			10
2.	43,24	33	2,0923			111	0,3624	9
3.	44,24	35	2,0473	200	0,409			12
4.	50,32	13	1,8132			200	0,3626	26
5.	64,5	25	1,4447	220	0,4086			12
6.	73,98	10	1,2812			220	0,3624	13
7.	77,5	27	1,2316	311	0,4085			18

По литературным данным серебро и медь имеют гранцентрированную кубическую решетку [3]. Расчеты показывают, что значение параметра кристаллической решетки серебра и меди соответствует для массивных металлов [4]. Из этого можно предположить о том, что при химическом

восстановлении серебра и меди в среде аммиака не образуется твердого раствора или интерметаллида между этими металлами.

Это связано с тем, что состав продукта зависит от среды раствора. Влияние состава реакционной среды можно объяснить тем, что восстановление происходит

из различных ионов серебра и меди [5]. В аммиачной среде образуются комплексные ионы $[Ag(NH_3)_2]^+$ и $[Cu(NH_3)_4]^+$, которые отличаются по константе диссоциации и значению электродных потенциалов. Рассмотренные величины влияют на процесс восстановления и соответственно на образующиеся продукты [6].

По уширению дифракционных профилей

размеры частиц серебра составляют от 10 до 18 нм, а наночастицы меди, имеют более широкое распределение по размеру, по сравнению с частицами серебра и составляют от 9 до 26 нм.

Микрофотография и гистограмма частиц нанокompозита серебра и меди, полученного в аммиачной среде представлено на рисунке 2.

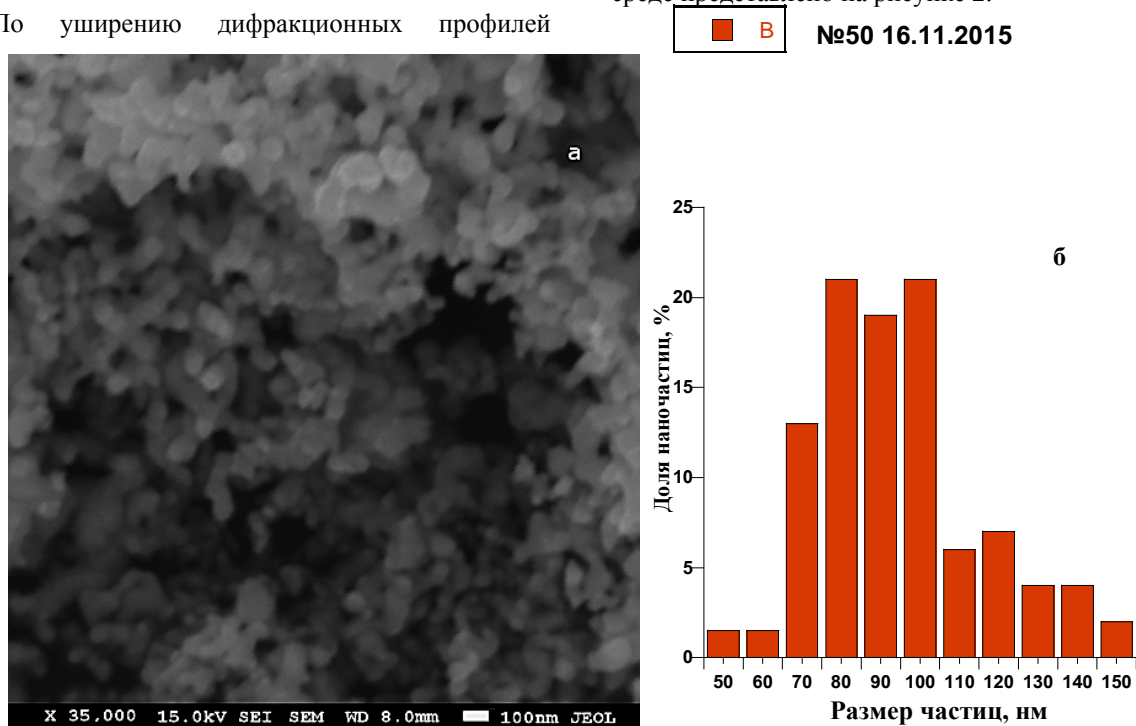


Рис. 2. Микрофотография (а) и гистограмма (б) частиц нанокompозита серебра и меди, полученного в аммиачной среде.

Результаты анализа микрофотографии продукта совместного восстановления серебра и меди показывают, что частицы имеют сферическую форму.

Из гистограммы (рис. 2б) нанокompозита видно, что частицы имеют средний размер 70-100 нм, т.е. композит является нанодисперсным.

Сравнительный анализ показывает, что средние размеры частиц композита определенные методом СЭМ существенно больше, чем размеры ОКР отдельных металлов. Это объясняется тем, что метод СЭМ фиксирует общий размер частиц, включающий агломератов наночастиц, а наночастицы серебра и меди склонны к агрегации в отсутствии стабилизатора.

Таким образом, при совместном восстановлении серебра и меди гидразином в аммиачной среде в отсутствии поверхностно-активных веществ, происходит образование механической смеси наночастиц серебра и меди, представляющий собой нанодисперсный композиционный материал

бинарных металлов.

Литература:

1. Кожитов Л.В., Косушкин В.Г., Крапухин В.В., Пархоменко Ю.Н. "Технология материалов микро- и нанoeлектроники". - М.: МИСиС. 2007. - 544 с.
2. Помогайло А.Д. Наночастицы металлов в полимерах. / А.Д. Помогайло, А.С. Розенберг, И.Е. Уфлянд. - М.: Химия, 2000. - 672 с.
3. Храмов А.С., Лукьянов И.В. Рентгеноструктурный анализ поликристаллов. Часть IV. - Казань: К(П)ФУ, 2010. - 76 с.
4. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. - М., 1994. - 328 с.
5. Пятницкий И.В., Сухан В.В. Аналитическая химия серебра - М.: Изд. «Наука» 1975. - 199 с.
6. Свиридов В.В., Воробьева Т.Н., Гаевская Т.В., Степанова Л.И. Химическое осаждение металлов из водных растворов. Минск: Университетское, 1978. - 392 с.
7. Авчинникова Е. А., Воробьева С. А. Синтез и свойства наночастиц меди, стабилизированных полиэтиленгликолем // Вестник БГУ. Сер. 2. 2013. - №3. - С. 12-16.

Рецензент: к.хим.н., доцент Насирдинова Г.К.