

Сыргакбек кызы Д., Сатывалдиев А.С., Мурзубраимов Б.М.

**КҮМҮШТҮ КАЛЫБЫНА КЕЛТИРҮҮ ПРОДУКТУСУНУН
ФАЗАЛЫК КУРАМЫНА ЖАНА ДИСПЕРСТТҮҮЛҮГҮНӨ РЕАКЦИЯЛЫК
ЧӨЙРӨНҮН ТААСИРИ**

Сыргакбек кызы Д., Сатывалдиев А.С., Мурзубраимов Б.М.

**ВЛИЯНИЕ РЕАКЦИОННОЙ СРЕДЫ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ДИСПЕРСНОСТЬ
ПРОДУКТА ВОССТАНОВЛЕНИЯ СЕРЕБРА**

Syrgakbek kyzy D., A.S. Satyvaldiev, B.M. Murzubraimov

**IN FLUENCE OF THE REACTION MEDIUM ON THE PHASE COMPOSITION
AND DISPERSION OF SILVER REDUCTION PRODUCT**

УДК: 541.182.023.4+546.57

Күмүштүн иондорун гидразин менен калыбына келтиргенде, өлчөмдөрүнө реакциялык чөйрөнүн курамы таасир эткен, металлдын нанобөлүкчөлөрүнүн пайда болушу рентген фазалык анализ методу менен көрсөтүлгөн. Күмүштүн өлчөмү төмөн нанобөлүкчөлөрү щелочтук чөйрөдө пайда болот.

Негизги сөздөр: калыбына келтирүү, күмүш, гидразин, нанобөлүкчөлөр, реакциялык чөйрө, дифрактограмма.

Методом рентгенофазового анализа показано, что при восстановлении ионов серебра гидразином происходит образование наночастиц металла, на размеры которых влияет состав реакционной среды. Более низкоразмерные наночастицы серебра образуются в щелочной среде.

Ключевые слова: восстановление, серебро, гидразин, наночастицы, реакционная среда, дифрактограмма.

By the method of X-ray diffraction was showed that the reduction of silverions by hydrazine, metal nanoparticles are formed, the size of which influences the composition of the reaction medium. More nanosized particles of silver are formed in an alkaline environment.

Key words: reduction, silver, hydrazine, nanoparticles, reaction medium, diffraction pattern.

Большой практический интерес представляют наночастицы серебра, т.к. они обладают следующими ценными качествами: уникальными оптическими свойствами, обусловленными поверхностным плазмонным резонансом; высококоразвитой поверхностью; каталитической активностью; высокой емкостью двойного электрического слоя и др. Благодаря этому наночастицы серебра служат материалом для создания электронных, оптических, сенсорных устройств нового поколения, катализаторов и т.д. [2]. Актуальной проблемой является получение стабильных наночастиц серебра, т.к. они подвергаются быстрому окислению и легко агрегируют в растворах, что затрудняют их применение. Поэтому целью настоящей работы является получение наночастиц серебра методом химического восстановления в различных условиях.

Синтез наночастиц серебра проводился путем восстановления ионов серебра, находящихся в растворе нитрата серебра, с использованием в качестве восстановителя гидразина. Раствор, содержащий ионы серебра, был приготовлен из нитрата серебра AgNO₃ марки «хч». Гидразин использовался в виде 63% раствора гидразина N₂H₄ марки «хч». Гидразин от других восстановителей отличается тем, что

продуктом его окисления является молекулярный азот, который не загрязняет серебро. Поэтому нами изучены возможности получения наноразмерного серебра при восстановлении его ионов гидразином в нейтральной, аммиачной и щелочной среде.

Восстановление серебра проводился по следующей методике. Для синтеза наночастиц серебра в нейтральной среде в раствор, содержащий определенное количество серебра, добавляется определенное количество раствор гидразина. Для синтеза наночастиц серебра в аммиачной среде рН раствора, содержащего определенное количество серебра, поднимают до 11 с помощью 10%-раствора NH₄OH и затем добавляют определенное количество раствор гидразина. Для синтеза наночастиц серебра в щелочной среде рН раствора, содержащего определенное количество серебра, поднимают до 11 с помощью насыщенного раствора NaOH и затем добавляют определенное количество раствора гидразина. Необходимо отметить, что во всех случаях перед добавлением гидразина растворы нагреваются до 40°C. Растворы периодически перемешиваются и выдерживаются при этой температуре в течение 1 часа. Выпавший осадок отделяется декантацией, промывается водой до нейтральной реакции, затем промывается этиловым спиртом (96%) и высушивается при комнатной температуре.

В аммиачной и щелочной средах ионы серебра образуют комплексный ион [Ag(NH₃)₂]⁺ и гидроксид AgOH и в результате происходит сдвиг значения электродного потенциала серебра в более отрицательную область (0,373 В для [Ag(NH₃)₂]⁺) по сравнению с потенциалом простого иона Ag⁺ (0,799 В) [3]. Это приводит к уменьшению скорости восстановления серебра, а это должен способствовать к получению наночастиц серебра более высокой дисперсности.

Определение фазового состава продуктов восстановления серебра проводился методом рентгенофазового анализа. Дифрактограммы снимались на дифрактометре RINT-2500 HV на медном отфильтрованном излучении. Дисперсность синтезированных продуктов определена методом электронной спектроскопии. Микрофотографии продуктов сняты на эмиссионном сканирующем электронном микроскопе JOEL JSM-7600F.

Дифрактограммы продуктов восстановления серебра представлены на рисунке, а результаты их расчетов приведены в таблице 1.

Анализ дифрактограмм продуктов восстановления серебра показывает, что продукты, независимо от состава реакционной среды, состоят из одной

фазы (рис.), которая представляет собой металлическое серебро с гранцентрированной кристаллической решеткой. Среднее значение параметра решетки синтезированных порошков серебра в зависимости от реакционной среды составляет от 0,4090 нм до 0,4093 нм (табл.1).

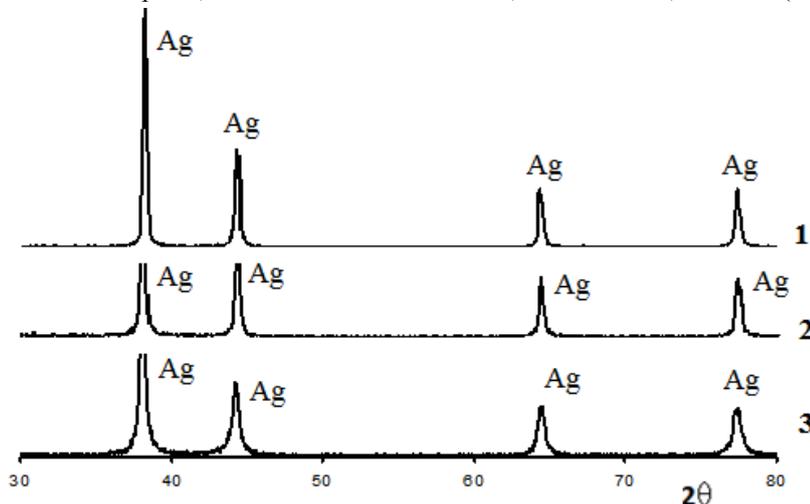


Рис. Дифрактограммы продуктов восстановления серебра гидразином в нейтральной (1), аммиачной (2) и щелочной (3) среде.

Таблица 1

Результаты расчета дифрактограмм продуктов восстановления серебра

№	Экспериментальные данные		Фазовый состав	
	I	d, нм	Ag	
			hkl	a, нм
Нейтральная среда				
1	100	0,23630	111	0,4093
2	40	0,20464	200	0,4093
3	23	0,14471	220	0,4093
4	24	0,12337	311	0,4092
Аммиачная среда				
1	100	0,23630	111	0,4093
2	33	0,20437	200	0,4087
3	21	0,14459	220	0,4090
4	21	0,12327	311	0,4088
Щелочная среда				
1	100	0,23630	111	0,4093
2	31	0,20464	200	0,4093
3	20	0,14471	220	0,4093
4	19	0,12329	311	0,4089

Таблица 2

Проведена оценка размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) частиц по уширению рефлексов на дифрактограммах по формуле Шеррера – Селякова [4]:

$$d = \frac{\lambda_{Cu}}{\beta \cdot \cos \theta}$$

где d – размер ОКР, нм; λ_{Cu} – длина волны излучения медного анода (0,1540 нм); θ – угол рассеяния; β – физическое уширение линии на дифрактограмме

$\beta = \frac{\omega \cdot \pi}{180}$, ω – ширина дифракционного максимума на половине его высоты.

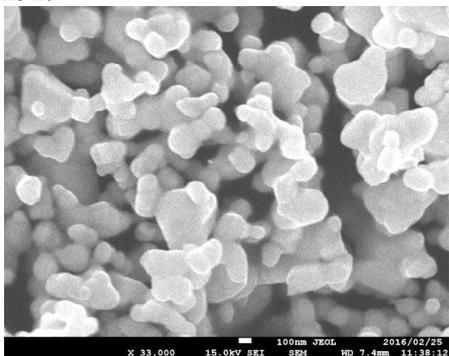
Результаты расчета размеров ОКР порошков серебра, синтезированных методом химического восстановления представлены в таблице 2.

Параметр кристаллической решетки (a) и размеры ОКР (d) наночастиц серебра, синтезированных методом химического восстановления

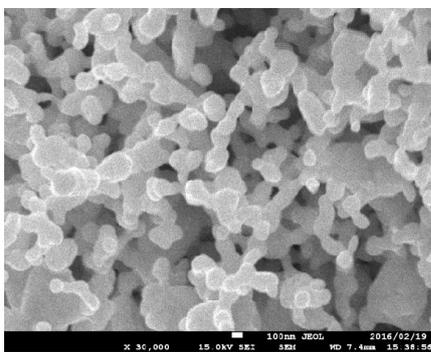
№	Условие синтеза	a, нм	d, нм
1	Нейтральная среда	0,4093	30
2	Аммиачная среда	0,4090	26,2
3	Щелочная среда	0,4092	17,3

Результаты расчета размеров ОКР подтверждают образование наночастиц серебра при химическом восстановлении (табл. 2). Размеры частиц порошка серебра зависят от состава реакционной среды. Более низкоразмерные нанопорошки серебра образуются при восстановлении ионов серебра в щелочной среде.

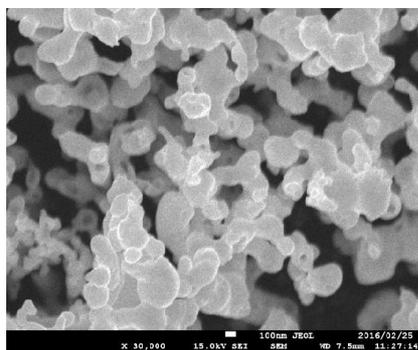
Дисперсность продуктов восстановления серебра определена методом электронной микроскопии. Микрофотографии продуктов представлены на рисунке 2.



1



2



3

Рис. 2. Микрофотографии продуктов восстановления серебра гидразином в нейтральной (1), аммиачной (2) и щелочной (3) среде.

Анализ микрофотографий показывает, что порошки серебра представляют собой полидисперсную систему, состоящую из сферических агломератов разных размеров, состоящих из нанодисперсных частиц с размерами 20-30 нм.

Таким образом, методом рентгенофазового анализа показано, что при восстановлении ионов серебра гидразином происходит образование наночастиц металла, на величину которых влияет состав реакционной среды. Синтезированные наночастицы серебра коагулируют с образованием агрегатов.

Литература:

1. Крутиков Ю.А., Кудринский А.А., Оленин А.Ю., Лисичкин Г.В. Синтез и свойства наночастиц серебра: достижения и перспективы // Успехи химии, 2008, т.77, №3. - С.242-269.
2. төөлөрдө негизги метод катары базистик жана отчеттук а Л.И. Химическое осаждение металлов из водных растворов.- Минск: Университетское, 1978.-392 с.
3. Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник. – Л.: Химия, 1977. - 376 с.
4. Авчинникова Е.А., Воровьева С.А. Синтез и свойства наночастиц меди, стабилизированных полиэтиленгликолем // Вестник БГУ, 2013, сер.7, №3. – С. 12-16.

Рецензент: к.х.н., доцент Молдошев А.М.