

Abdisaidov Ilyos Jo'rayevich
Ion-plazma va lazer texnologiyalari instituti
Katta ilmiy xodimi
Email: abdisaidov@iplt.uz +998971559281

UO'K 661.874.

NIKEL OKSID NANOZARRALARI O'LCHAMIGA KALSINATSIYA HARORATINING TA'SIRI

Annotatsiya. Nanokristall nikel oksid nanozarralari zol-gel usulida sintez qilingan. Nikel oksid nanozarralari havoda 2 soat vaqt davomida $300^{\circ}\text{C} \div 800^{\circ}\text{C}$ haroratlarda termik ishlov berish ya'ni kalsinatsiya jarayoni amalga oshirilgan. Kukun holatidagi nikel oksidi nanozarralarining strukturaviy xossalari rentgen nurlari difraksiyasi yordamida o'rganilgan. Nikel gidroksidning konversiyasi hamda sintez qilingan nikel oksidi nanozarralari o'lchamiga kalsinatsiya haroratiga bog'liqligi aniqlangan.

Kalit so'zlar: nikel oksid, zol-gel usuli, nikel nitrat geksagidrat, ammoniy gidroksid, nikel godroksid, kalsinatsiya, Raman spektrometriyasi, rentgen difraktogrammasi.

Абдисаидов Илёс Жураевич
Институт ионно-плазменных и лазерных технологий
Старший научный сотрудник

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПРОКАЛИВАНИЯ НА РАЗМЕР НАНОЧАСТИЦ ОКСИДА НИКЕЛЯ

Аннотация. Нанокристаллические наночастицы оксида никеля синтезированы золь-гель методом. Наночастицы оксида никеля подвергались термической обработке, т.е. прокаливанию, на воздухе в течение 2 часов при температурах $300^{\circ}\text{C} \div 800^{\circ}\text{C}$. Структурные свойства наночастиц порошкообразного оксида никеля изучались с помощью рентгеновской дифракции. Определена зависимость конверсии гидроксида

никеля и размера синтезированных наночастиц оксида никеля от температуры прокаливания.

Ключевые слова: оксид никеля, золь-гель метод, гексагидрат нитрата никеля, гидроксид аммония, гидроксид никеля, прокаливание, Рамановская спектроскопия, рентгеновская дифрактограмма.

Abdisaidov Ilyos Juraevich

Institute of Ion-Plasma and Laser Technologies

Senior Researcher

EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE ON THE SIZE OF NICKEL OXIDE NANOPARTICLES

Abstract. *Nanocrystalline nickel oxide nanoparticles were synthesized by the sol-gel method. Nickel oxide nanoparticles were subjected to heat treatment, i.e. calcination, in air for 2 hours at temperatures of 300°C÷800°C. Structural properties of powdered nickel oxide nanoparticles were studied using X-ray diffraction. The dependence of nickel hydroxide conversion and the size of synthesized nickel oxide nanoparticles on the calcination temperature was determined.*

Keywords: *nickel oxide, sol-gel method, nickel nitrate hexahydrate, ammonium hydroxide, nickel hydroxide, calcination, Raman spectrometry, X-ray diffractogram.*

Kirish

Nikel oksid (NiO) nanozarralari noyob elektr, magnit va optik xususiyatlarga ega bo'lgan p-tip yarimo'tkazgichdir. NiO nanozarralari ferromagnitik xususiyatlarga hamda keng taqiqlangan zona kengligiga (3,6÷4,0 eV) ega bo'lgan kimyoviy barqaror material hisoblanadi [1]. So'nggi yillarda NiO nanozarralari fotovoltaik qurilmalar [2], elektrokimyoviy superkondensatorlar [3], katalizatorlar, aqlli oynalar [4], elektroxrom plyonkalar [5], gaz sensorlari va bo'yoqlarga sezgir bo'lgan fotokatodlar [6] kabi sohalarda keng qo'llanilmoqda.

Xususan, nano-o'lchovli zarralar katta sirt maydoni tufayli o'lchamga bog'liq bo'lgan elektro-optik, magnit-optik, kimyoviy va mexanik xususiyatlarning keng diapazonini namoyish etadi [7]. Shuning uchun tadqiqot e'tibori olimlar tomonidan NiO nanozarrachalarini sintez qilishning turli yo'nalishlariga qaratilgan. Umuman olganda, nanozarrachalar asosan fizik va kimyoviy usullar yordamida sintez qilinadi. Fizik va kimyoviy usullarga birgalikda cho'ktirish usuli, zol-gel usuli, mikroemulsiya usuli, solvotermik sintez, ultratovushli nurlanish, mikroto'lqinli nurlanish va anodik yoy plazmasi usuli kiradi [8]. Nanozarralarning shakli va o'lchamini nazorat qilishni ta'minlaydigan sintez usuli ilmiy tadqiqotlar uchun muhim sanaladi. Zol-gel usuli - boshqa fizik va kimyoviy usullarga nisbatan yuqori sifatli nanozarralar sintez qilishning samarali usuli hisoblanadi. Ushbu usul iqtisodiy jihatdan arzon, termik ishlov berish haroratining pastligi, ishlab chiqarilgan materialning bir xilligi va murakkab tuzilmalar yoki kompozit materiallarning shakllanishi kabi o'ziga xos afzalliklarga ega [9].

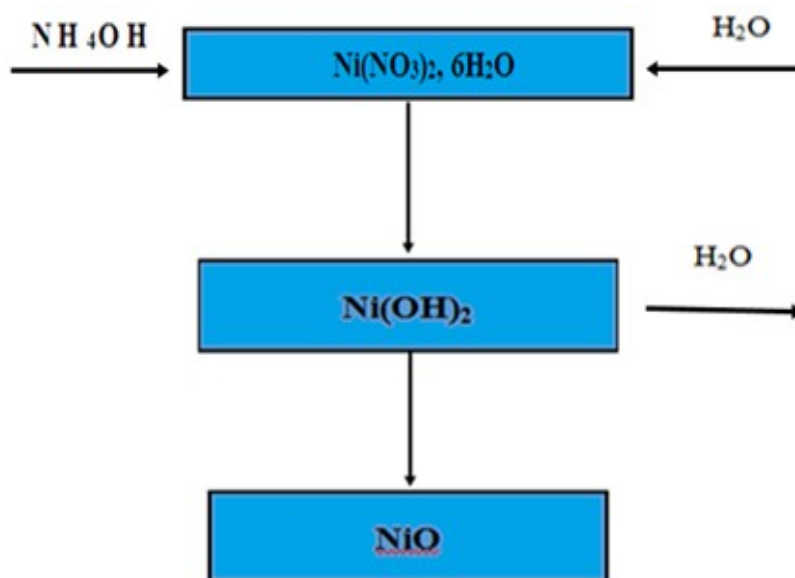
Zol-gel usulida nanozarralar sintez jarayoniga ta'sir etuvchi parametrlar: prekursor turi, reagentlar nisbati, reaksiya vaqti, reaksiya harorati va boshqalar hisoblanadi [10]. Ushbu ta'sir parametrlari orasida kalsinlanish vaqti asosiy omil hisoblanmaydi, ammo kalsinlanish harorati va eritmaning pH qiymati NiO nanozarrachalarining diametri va sirt maydoni uchun muhim ekanligi to'g'risida mazkur ishda [11] ta'kidlab o'tilgan. Ushbu [12] ishda NiO nanozarralarining strukturaviy, tebranish va optik xususiyatlarini har xil tavlaniish vaqtlari bilan har xil haroratlarda zol-gel usuli bilan sintez qilingan holda o'rganishgan. Kristallit o'lchami kalsinatsiya harorati ko'tarilganda oshishi va panjara parametri hamda nuqsonlar soni kamayishi kuzatilgan. Ushbu [13] tadqiqotda turli haroratlarda NiO yupqa plyonkalari shisha tagliklarda zol-gel spinli qoplash jarayoni bilan muvaffaqiyatli amalga oshirilganligi hamda eng yuqori g'ovaklik 450°C haroratda kalsinlangan plyonkada kuzatilgan. Kalsinatsiya harorati oshishi bilan g'ovaklik ham ortishi hamda uning xususiyatlariga ta'sir qilishi ta'kidlab o'tilgan. Bundan tashqari [14] ishda NiO plyonkalarini 400 dan 700°C gacha bo'lgan turli haroratlarda kalsinatsiya jarayonini amalga oshirgan holda, yaxshi nanokristalli

kubik tuzilishga ega bo'lgan, bir xil sirt morfologiyasi va o'rtacha o'lchami taxminan 40-60 nm bo'lgan nanozarralar sintez qilishgan.

Yuqoridagi natijalardan shuni ko'rishimiz mumkinki, zol-gel usulida NiO nanozarralari xususiyatlariga kalsinatsiya haroratining ta'siri yetarli darajada o'rganilmagan. Ushbu tadqiqotda nanokristall NiO kukunini zol-gel usulida sintez qilish va kalsinatsiya haroratining ularning tuzilishi, morfologiyasi, optik xususiyatlariga ta'siri keng diapazonda o'rganilgan.

Tadqiqod metodologiyasi

NiO nanozarralari sintezi. NiO nanozarralari zol-gel usuli yordamida sintez qilindi va sintez jarayonining sxematik ko'rinishi 1-rasmda ko'rsatilgan.

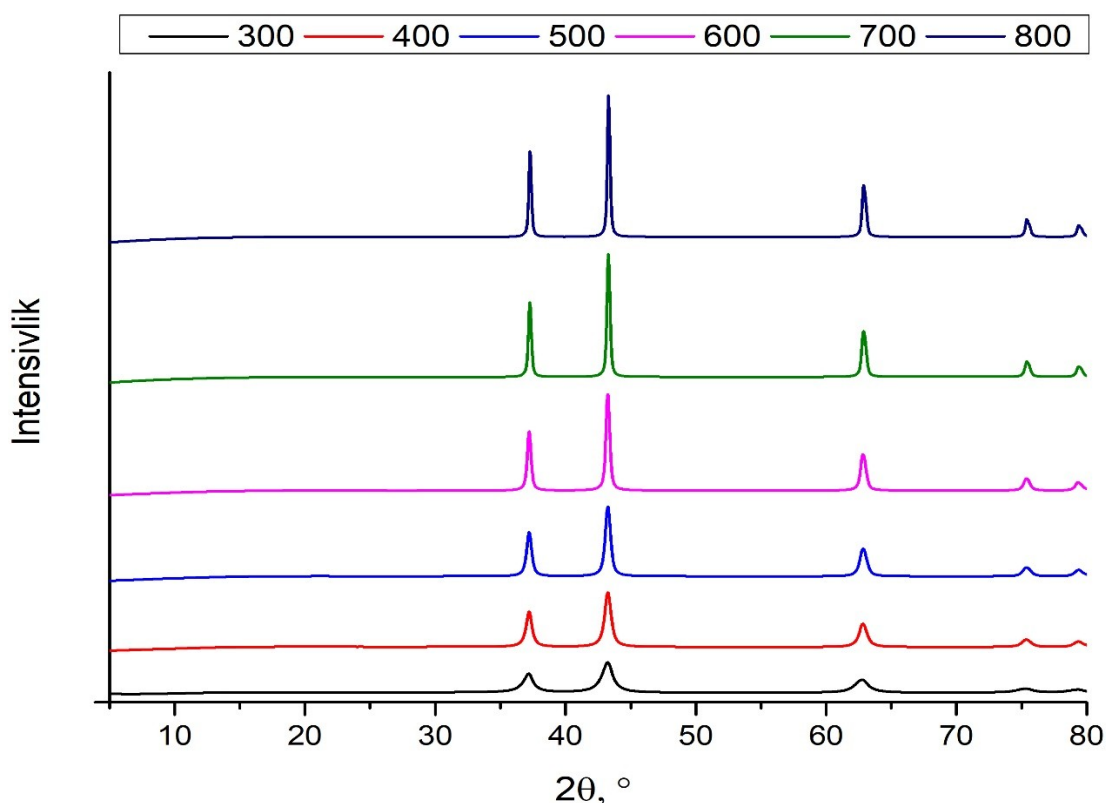


1-rasm. Zol-gel usulida NiO nanozarralarini sintez qilish jarayonining sxematik ko'rinishi.

Boshlang'ich reagentlar sifatida nikel nitrat geksagidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) tuzi, ammoniy gidroksid (NH_4OH) va deionizatsiyalangan suvdan foydalanilgan. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ va NH_4OH ning 1:2 nisbatdagi suvli eritmasi shisha kolbaga solindi va magnitli aralashtirish qurilmasi yordamida 85°C haroratda 3 soat vaqt davomida aralashtirildi. Hosil bo'lgan suspenziya xona haroratida 20 soat vaqt davomida tindirildi ya'ni, yetilish jarayoni amalga oshirildi. Suspenziya tarkibidagi moddalar fazalar bo'yicha sentrifuga qurilmasi yordamida ajratildi. Ajratib olingan nikel gidroksid ($\text{Ni}(\text{OH})_2$) SNOL laboratoriya pechida 400°C haroratda 2 soat vaqt davomida kalsinlandi va natijada NiO nanozarralari hosil bo'ldi.

Tahlillar va natijalar

Zol-gel usulida $300^{\circ}\text{C} \div 800^{\circ}\text{C}$ kalsinatsiya haroratlarida sintez qilingan kukun holatidagi NiO nanozarralarining kristall tuzilishi, tozaligi va fazaviy tarkibi, to'liq uzunligi $\lambda = 1.541874 \text{ \AA}$ ga teng Cu-K α nurlanish manbai bo'lgan SMARTLAB (Rigaku) difraktometri yordamida difraksiya burchagi (2θ) $5^{\circ} \div 80^{\circ}$ gacha oraliqda, $5^{\circ}/\text{min}$ burchak tezlik, $0,02^{\circ}$ qadam bilan tekshirib ko'rildi. Quyidagi 2-rasmda $300^{\circ}\text{C} \div 800^{\circ}\text{C}$ haroratlarda kalsinlangan NiO kukunlari uchun Rentgen nurlari difraksiyasi (XRD) difraktogrammalari keltirib o'tilgan.



2-rasm. NiO kukunining turli kalsinatsiya haroratlaridagi XRD difraktogrammalari

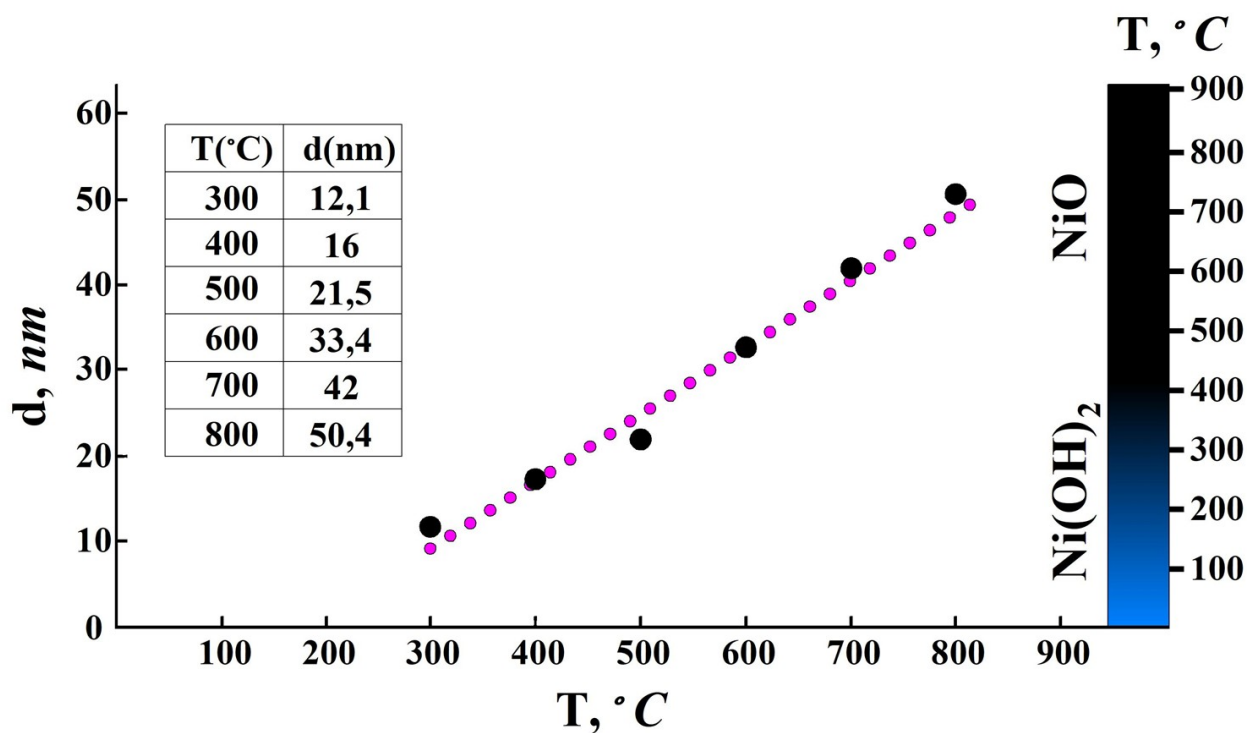
2-rasmdan ko'rinib turibdiki, grafikning gorizontall o'qida difraksiya burchagi 2θ , vertikal o'qida esa intensivlik berilgan bo'lib, bu yerda, $2\theta = 37.15^{\circ}$, 43.22° , 62.73° , 75.28° , 79.31° difraksiya burchaklarida, NiO ning Miller indeksleri NiO(111), NiO (200), NiO (220), NiO (222), NiO (311) uchun kristalli, ya'ni $a = 4,1848 \text{ \AA}$ bo'lgan NiO ning bir fazali kub tuzilishi ko'rsatadigan keskin, yuqori intensivlikdagi cho'qqilar aniqlandi hamda kukun diffraksiyasi standartlari bo'yicha qo'shma qo'mita (Joint Committee on Powder Diffraction Standards

(JCPDS)) № 47-1049 fayl [15] bilan yaxshi mos keladi. E'tibor berishimiz kerak bo'lgan yana bir holat, NiO ning XRD difraktogrammasida qo'shimcha yondosh cho'qqilari kuzatilmagan, bu esa sintez qilingan nanozarralarning tozalik darajasi yuqori ekanligidan dalolat beradi. NiO nanozarralarining difraktogrammasidan foydalanib, Debay-Sherrer formulasini [16] qo'llagan holda, sintez qilingan NiO nanozarralarining o'rtacha kristallit o'lchamini nazariy jihatdan baholashimiz mumkin. Debay-Sherrer formulasi quyida ko'rsatilgan.

$$D = K\lambda / \beta \cos \theta$$

Bu yerda: $K=0,9$ -Sherrer doimiysi, λ -rentgen nurlanishining to'liq uzunligi (Cu-K α nurlanishi), θ -Bregg burchagi, β - cho'qqining yarim kengligi.

NiO ning XRD difraktogrammalaridan hamda Debay-Sherrer formulasidan foydalangan holda olingan natijalar quyidagi 3-rasmda keltirilgan.



3-rasm. NiO nanozarralari o'lchamining kalsinatsiya haroratiga bog'liqligi

Kalsinatsiya harorati 300 ÷ 800°C oralig'ida o'zgartirilib, sintez qilingan NiO nanozarralarining o'lchami ~12 nm dan 50 nm gacha bo'lgan oraliqda ekanligi quyidagi 3-rasmda ko'rsatilgan. Eng kichik o'lchamli NiO nanozarrachalari 300°C haroratda sintez qilindi, ammo 3-rasmdagi ustun shaklda

keltirilgan $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ning NiO ga konversiyasi ma'lumotlariga asosan, ushbu haroratda $\text{Ni}(\text{OH})_2$ qoldig'i ham mavjud ekanligi, ya'ni kalsinatsiya harorati $\text{Ni}(\text{OH})_2$ ning konversiyasi uchun yetarli emasligini anglatadi. 3-rasmdagi grafikdan sintez qilingan NiO nanozarralari o'lchami kalsinatsiya haroratiga to'g'ri proporsional, ya'ni kalsinatsiya harorati qancha katta bo'lsa, hosil bo'lgan nanozarralar o'lchami ham kattalashib borayotganligini ko'rishimiz mumkin. Bunga asosiy sabab, kalsinatsiya harorati ko'tarilishi aglomeratsiya jarayoni oshishiga olib keladi va natijada sintez qilingan NiO nanozarralarining o'lchami ham kattalashadi.

Xulosa

NiO nanozarralari 300°C dan 800°C gacha bo'lgan turli haroratlarda kalsinlangan. XRD natijalari shuni ko'rsatdiki, kukun holatidagi NiO nanozarralari yaxshi nanokristall kubik tuzilishga ega. Kalsinatsiya harorati ta'sirida $\text{Ni}(\text{OH})_2$ tarkibidagi suv molekulalari bug'lanib, hosil bo'lgan NiO nanozarralari atomlari tebranish amplitudasi chiziqli ravishda ortib boradi, buning natijasida nanozarralar aglomeratsiyalanish darajasi ham chiziqli ortadi, bu hodisa ilk bor nanozarralar o'lchamining kalsinatsiya haroratiga chiziqli bog'liqligi bilan tasdiqlandi.

Foydalanilgan adabiyotlar

1. Bonomo M. Synthesis and characterization of NiO nanostructures: a review //Journal of Nanoparticle Research. – 2018. – T. 20. – №. 8. – C. 222.
2. Grancini G., Nazeeruddin M. K. Dimensional tailoring of hybrid perovskites for photovoltaics //Nature Reviews Materials. – 2019. – T. 4. – №. 1. – C. 4-22.
3. Jiao Y. et al. Metal-organic framework derived Ni/NiO micro-particles with subtle lattice distortions for high-performance electrocatalyst and supercapacitor //Applied Catalysis B: Environmental. – 2019. – T. 244. – C. 732-739.
4. Islam S. M. et al. Hybrid dynamic windows using reversible metal electrodeposition and ion insertion //Nature Energy. – 2019. – T. 4. – №. 3. – C. 223-229.
5. Xu B. et al. Solution-processed nanoporous NiO -dye- ZnO photocathodes: Toward efficient and stable solid-state p-type dye-sensitized solar cells and dye-sensitized photoelectrosynthesis cells //Nano Energy. – 2019. – T. 55. – C. 59-64.
6. Adiba et al. Structural and optical properties of sol gel synthesized NiO nanoparticles //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing LLC, 2020. – T. 2270. – №. 1. – C. 110011.

7. Hong S. J. et al. Characterization of nickel oxide nanoparticles synthesized under low temperature //Micromachines. – 2021. – T. 12. – №. 10. – C. 1168.
8. Zahra S. et al. Polyol-mediated synthesis of nickel oxide nanoparticles through aqueous sol-gel route //BMC chemistry. – 2022. – T. 16. – №. 1. – C. 105.
9. Rao B. G., Mukherjee D., Reddy B. M. Novel approaches for preparation of nanoparticles //Nanostructures for novel therapy. – Elsevier, 2017. – C. 1-36.
10. Katiyar A. et al. Structural and physical parameters of sol-gel spin coated ZnO thin films: Effect of sol concentration //Materials Today: Proceedings. – 2020. – T. 29. – C. 1098-1103.
11. Wu Y. et al. Influence of some parameters on the synthesis of nanosized NiO material by modified sol-gel method //Materials Letters. – 2007. – T. 61. – №. 14-15. – C. 3174-3178.
12. Bala N., Rath S. Effect of thermal annealing on the structural and optical properties of nickel oxide nanoparticles //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2020. – T. 2220. – №. 1.
13. Abdullah M. A. R. et al. Preparation of nickel oxide thin films at different annealing temperature by sol-gel spin coating method //AIP Conference Proceedings. – AIP Publishing, 2016. – T. 1733. – №. 1.
14. Godse P. et al. Effect of annealing on structural, morphological, electrical and optical studies of nickel oxide thin films //Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology. – 2011. – T. 1. – №. 02. – C. 35.
15. He X. et al. Large exchange bias and enhanced coercivity in strongly-coupled Ni/NiO binary nanoparticles //RSC advances. – 2019. – T. 9. – №. 52. – C. 30195-30206.
16. Fatimah S. et al. How to calculate crystallite size from x-ray diffraction (XRD) using Scherrer method //ASEAN Journal of Science and Engineering. – 2022. – T. 2. – №. 1. – C. 65-76.