

УДК 521.5+342.6

Ә.Р. Әсембаева, М.Ф. Кәдір, Ж.К. Калкозова

Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Қазақстан, Алматы қ.

Aliya.aseмбаeva@mail.ru

Meri...kf@mail.ru

ОКСИДТІ НАНОМАТЕРИАЛДАРДЫ СИНТЕЗДЕУ ӘДІСТЕРІ

Аннотация. Тәжірибелік жұмыс барысында оксидті наноматериалдарды синтездеу әдістері игеріліп, гидротермалды синтез әдісі және золь – гель әдісі арқылы мырыш оксидінің жұқа қабыршақтары мен наностержендері өсірілді. Золь - гель әдісінің басқа синтездеу әдістерінен негізгі артықшылығы бастапқы реагенттер мен компоненттердің жоғары дәрежеде гомогенизациясы болып табылады. Осындай нәтижеге бастапқы заттардың тұздары (нитраттар мен карбонаттар) мен оксидтерінің алғашқы ерітіндіде еруі арқылы қол жеткізе аламыз. Золь-гель әдісі дәстүрлі синтездеу әдістерімен салыстырғанда синтездің оңай технологиялық схемасымен, қондырғының қарапайымдылығымен, қолданылатын реагенттердің аз мөлшерінің қолданылуымен ерекшеленеді. Наноқұрылымды материалдарды синтездеудің золь – гель әдісі арқылы мырыш оксидінің жұқа қабыршақтарын алудың технологиялық шарттарын меңгеру, олардың морфологиялық және оптикалық қасиеттерін зерттеу, сондай ақ, гидротермалды синтездеу әдісі арқылы мырыш оксидінің наностержендері алу мақсаттары орындалды. Оксидті жартылай өткізгішті наноматериалдарды өсірудің тиімді параметрлері (реагенттердің концентрациясы, синтездеу уақыты және температурасы, күйдіру температурасы) анықталды. Алынған үлгілердің құрылымдық қасиеттері, морфологиясы, шағылу спектрлері, оптикалық өткізу және жұту спектрлері өлшенді. Реагенттердің концентрациясы мен синтездеу параметрлерінің өзгерісі алынған соңғы өнімге қандай деңгейде әсер ететіні көрсетілген.

Түйін сөздер: Мырыш оксиді, золь–гель әдісі, гидротермалды синтез, жұқа қабыршақтар, наностержендер.

Кіріспе

Наноқұрылымды материалдар өзінің бірегей қасиеттерінің арқасында қазіргі материалтануда алдыңғы орынды алады [1-2]. Дәннің өте кішкентай өлшемі бірегей физикалық, химиялық, механикалық және т.б. қасиеттерінің өзгерісіне әкеледі, сонымен қатар материалтану, қатты дене физикасы, биология және де перспективті технология саласындағы мамандардың қызығушылығын арттыруда [3-6]. ZnO қабықшасы жоғары каталитикалық қасиеттерге ие, бөлме температурасында ультракүлгін аумақта эффективті сәуле шығара алады, көрінетін диапазонда жоғары мөлдірлігімен сипатталады [7-8]. Мөлдір ZnO қабықшаларын алуда ең қарапайым әрі тиімді әдіс золь-гель технологиясы болып табылады. Ал ZnO – ның наностержендерін өсірудің арзан әрі оңай әдістерінің бірі – гидротермалды синтез [9-10].

Тәжірибелік бөлім

Наноқұрылымдарды синтездеудің золь – гель әдісі қалыңдығы бірнеше нанометр мен 100 – ге жуық микронға дейінгі аумақта болатын жұқа жабындыларды алуға мүмкіндік береді. Бірінші қабат жабындыны отырғызу үшін құрамында наноөлшемді мырыштың тұздары және гидроксид немесе оксид бар жоғары дисперсті коллоидтық ерітінді – ZnO – ның золін алуымыз керек. Одан кейін зольді жұқа әрі біртекті етіп төсеніш бетіне отырғызамыз. Соңынан термиялық өңдеуге ұшыратылды.

Мырыштың реагенттері ретінде мырыш ацетатын, ал дисперсті орта ретінде су, 50% -тік этанолдың спирттік ерітіндісі және 96% -тік концентрленген этанол қолданылды. Тәжірибе барысында суды және 50% -тік этанолдың спирттік ерітіндісін қолданған кезде ерітіндінің беткі қабатта тез таралуының жоғарғы дәрежесіне қол жеткізу қиын болатындығы дәлелденді. Және

мырыш ацетатының ерітіндісін төсенішке отырғызып, кептіргеннен кейін шыны төсеніш бетінде қабыршақ өспеген бос аумақтар қалғандығы көрінді. Сондықтан тәжірибеде 96% -тік концентрленген этанолдағы золь қолданылды.

ZnO қабықшасының қалыңдығын арттыру мақсатында мырыш ацетатының концентрациясын 0,218 М-ден арттырғанда ерітіндінің мөлдірлігінің жоғала басталғанын байқадық. Бұл коллоидты ерітіндінің жойылып, онда микроскопиялық преципитаттардың пайда болғанын дәлелдейді. Мөлдір ерітіндіге қол жеткізу үшін жүргізілген жұмыстар барысында мырыш ацетатының этанолдағы ерітіндісі концентрациясы 0,1М – мен 0,21М – ден асқан кезде мөлдірлігін жоғалта бастағанымен, 0,22М және 0,4М – ден жоғары концентрациялы мырыш ацетатының этанолдағы ерітіндісін 60°C еріту шартында ұстау арқылы мөлдір әрі тұрақты ерітіндіні алуға да болатыны дәлелденді. Алынған ерітіндінің абсолютті мөлдірлігіне қол жеткізу үшін катализатор ретінде оған сүт қышқылы қосылды. Ерітіндінің концентрациясына байланысты қабаттың қалыңдығын анықтау үшін кремний төсеніштерінің бетіне бірнеше қабат мырыш оксидінің жабындылары отырғызылды.

Зерттеулердің нәтижелері және талқылаулар

Синтезделген үлгілердің құрылымдық қасиеттерін зерттеу. Золь – гель әдісімен кремний төсенішінде алынған ZnO-ның жұқа қабыршақтарының морфологиялық қасиеттері СЭМ-да қаралды. Қосымшадағы 1а суретте 0,218 М және 0,327 М –ге дейінгі концентрациялы мырыш ацетатының 96%-дық этанолдағы ерітіндісінде алынған мырыш оксидінің 1, 3, 5 және 8 қабат жұқа жабындыларының морфологиясы көрсетілген. Сурет 1 б, в, г, д суреттерінде ZnO-ның 0,4г/10мл концентрациялы ерітіндісінен аса сапалы және беті біртекті қабыршақтар өскен. Суреттің оң жақ бөлігінде көрсетілген қабыршақтың қалыңдығы қабат саны артқан сайын өсіп отырған. ZnO – ның қалыңдығы өскен сайын оның оптикалық қасиеттері жоғары болады. Атап айтқанда оптикалық

шағылу коэффициенті төмендейді. Бұл қабыршақтарды антишағылдырғыш жабындылар ретінде қолдану мүмкіндігін арттырады.

Сондықтан зерттеу жұмыстары сол температурада жүргізілді. Қосымшада 2 суретте негізгі реагенттердің 25 мМ концентрациясындағы ерітіндісінде өсірілген наностержендер көрсетілген, суретте көрініп тұрғандай реагенттердің төмен концентрациясында наностержендер ұзындығы да төмендеу, жіңішке болып өскен. Ал қосымшада келтірілген 3 суретте негізгі реагенттердің концентрацияларын 50 мМ-ға арттырсақ, стержендерінің ұзынырақ әрі жуандау болып өсетіні байқалады. Демек, уақыт пен температураны өзгертпей, реагенттердің концентрациясын арттыру наностержендердің өсуіне әсер етеді деген қорытындыға келуге болады.

Гидротермалды синтездеу әдісі арқылы ZnO-ның наностержендерін алу және қасиеттерін зерттеу.

Гидротермалды синтез әдісі арқылы кремний төсенішінде алынған бастапқы қабатта ZnO наноөзектерінің массиві алынды. Ол үшін әртүрлі концентрациялардағы цинк нитраты $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ және уротропиннің $C_3H_{12}N_4$ судағы ерітіндісі дайындалды. Технологиялық шарттарды өңдеу мақсатында реагенттердің әртүрлі концентрациясында, әртүрлі уақыттарда, $T=96^\circ C$ температурада жүргізілді. Тәжірибелер нәтижесі $96^\circ C$ температураны стержендер өсуіне қолайлы деп көрсетті.

Қорытынды

• Оптоэлектроникада, газдық датчиктерде және сенсорларда, күн энергетикасында және күн элементтерінде, жылу элементтерінде және каталитикалық реакторларда, аккумуляторларда қолданылатын жартылай өткізгішті материалдарға, олардың қасиеттеріне, синтезделу жолдарына шолу жасалынған.

• Кремний төсеніштерінің беттерінде ZnO – ның жұқа қабықшалары золь-гель әдісімен отырғызылған. Реагенттердің әртүрлі концентрацияларын пайдалану арқылы мөлдір ерітінді жасалып, сол

ерітіндіден біртектілігі жоғары, мөлдір әрі өткізгіш жабындылар алынған.

• Кремний төсенішінде алынған жабындылардың морфологиясы мен құрылымы СЭМ-де қаралды. ZnO – ның қабыршақтарының қалыңдығы қабат санына пропорционал екендігі және концентрациясы 0,22М – ден төмен ерітінділерден аса сапалы әрі беттік құрылымы біртекті қабыршақтар алуға болатындығы анықталды.

• Кремний төсенішінің бастапқы қабатында алынған ZnO наностержендерінің морфологиясы растрлы электронды микроскопта Quanta 200i 3D (FEI Company) зерттелді. Гидротермалды синтез әдісі арқылы ZnO наностержендерінің массивін алудың технологиялық шарттары анықталды. Ұзын әрі бағытталған ZnO наностержендерінің массивін алуда наностержендердің ұзындығы негізгі реагенттердің концентрациясына және синтез уақытына тәуелді болатындығы анықталды.

Пайдаланылған әдебиеттер тізімі

- 1 Антоненко С.В. Технология тонких пленок: Учебное пособие. М.: МИФИ, 2008. – 104 с.
- 2 Под ред. Майссел Л. Глэнг Р. Технология тонких пленок (справочник). Нью – Йорк .1970. пер с англ. под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. Т. 1. М., «Сов. радио», 1977, 664 с.

3 Под ред. Майссел Л. Глэнг Р. Технология тонких пленок (справочник). Нью – Йорк .1970. пер с англ. под ред. М.И. Елинсона, Г.Г. Смолко. Т. 2. М., «Сов. радио», 1977, 778 с.

4 Шретер Ю.Г. Ребане Ю.Т. Зыков В.А. Сидоров В.Г. Широкозонные полупроводники. — СПб.: Наука, 2001.

5 Сергейченко А.В., Шевченко А.А. Материаловедение и технология тонкопленочных структур. – Минск: БНТУ, 2009. – 80с.

6 Дубровский В.Г. Теория формирования эпитаксиальных наноструктур. — СПб., 2006. — 350 с.

7 Редькин А.Н. Контролируемый газофазный синтез наноструктур для наноэлектроники, фотоники и микросистемной техники. Черноголовка 2012 г.

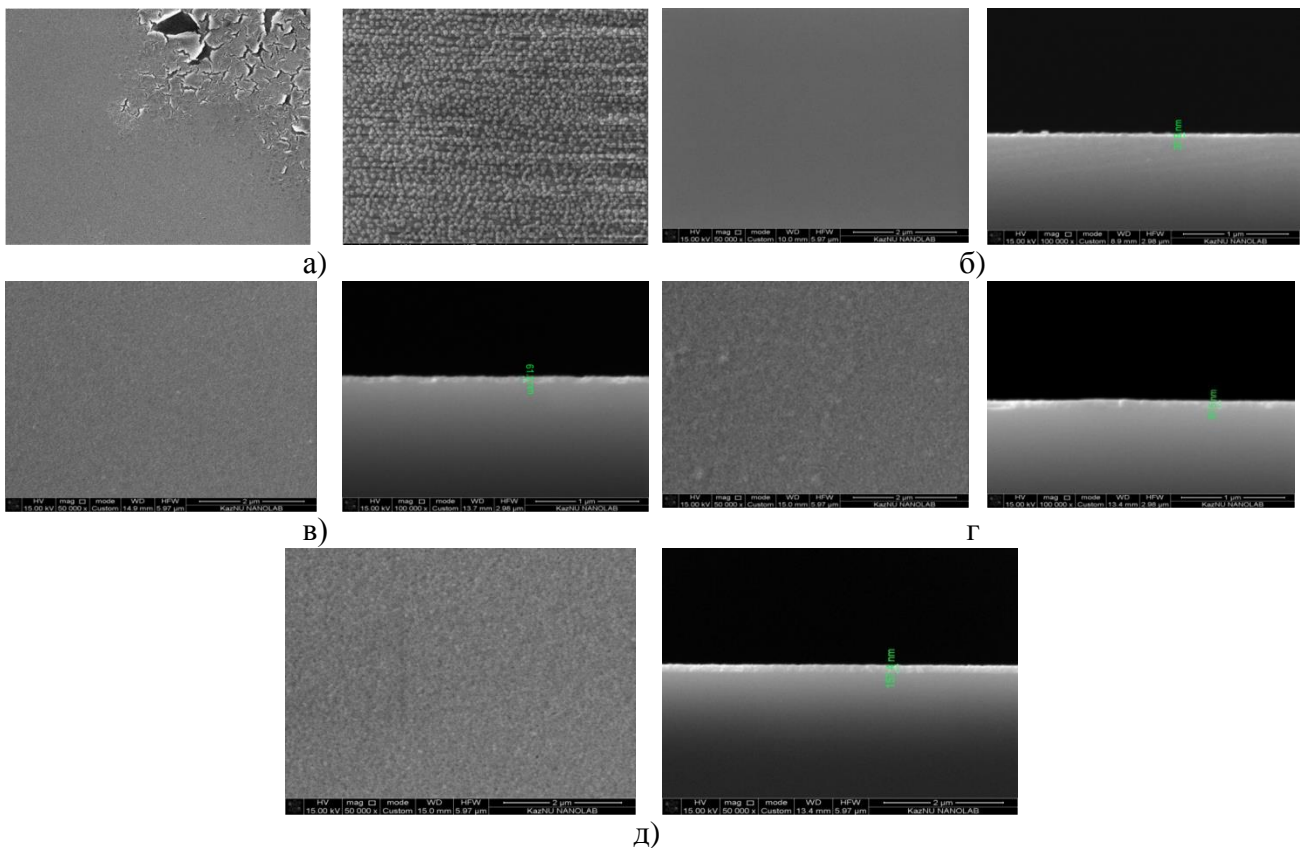
8 McGlynn E. Effect of polycrystallinity on the optical properties of highly oriented ZnO grown by pulsed laser deposition / E. McGlynn, J. Fryar, G. Tobin // Thin Solid Films. – 2004. – Vol. 485, №1–2. – P. 330–335.

9 Kamalasanan, M.N. Sol-gel synthesis of ZnO thin films / M.N. Kamalasanan, S. Chandra //Thin Solid Films. – 1996. – Vol. 288. – P. 112–115.

10 Мухаммед Абид Аль Карим. Структурные и оптические свойства солнечных элементов на основе пленок ZnO и AlN. – Сумы 2012.

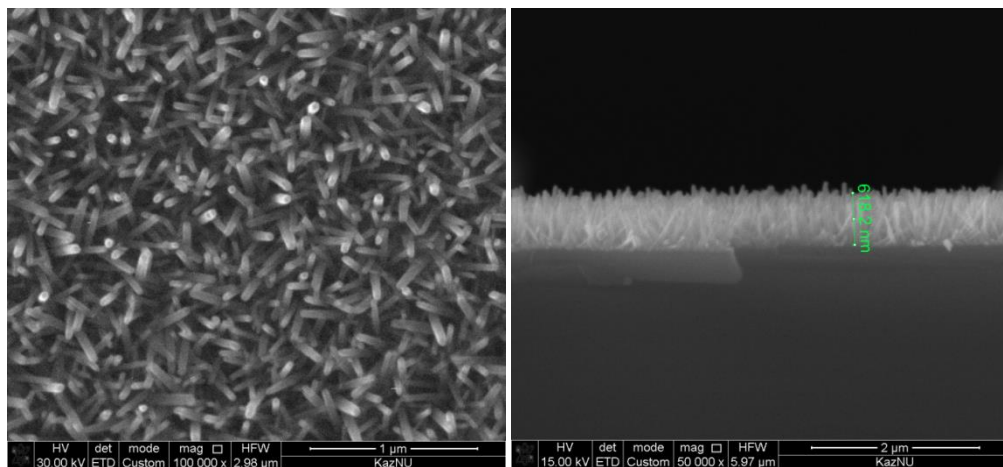
Принята в печать 16.03.17

Қосымша 1

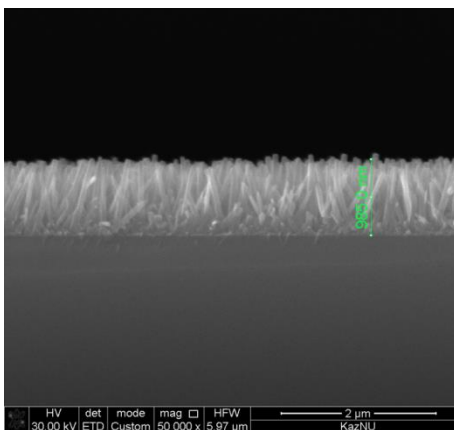
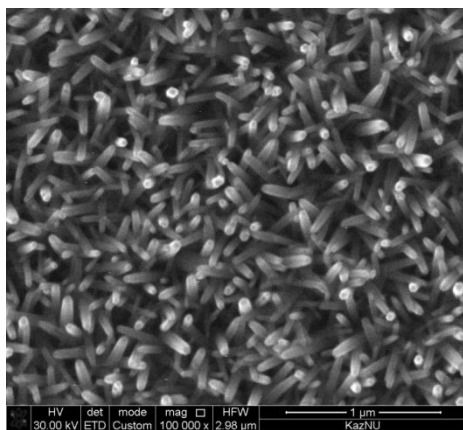


а) мөлдір емес ерітіндіден алынған жабындылардың беттік морфологиясы; б) мөлдір ерітіндіден алынған 1 қабат ZnO – ның беттік морфологиясы мен қалыңдығы, негізгі параметрлер: синтез уақыты $t = 1$ сағ, термиялық күйдіру температурасы $T = 450^\circ\text{C}$.
 в) 3 қабат ZnO – ның; г) 5 қабат ZnO – ның; д) 8 қабат ZnO – ның жабындыларының беттік морфологиясы және қалыңдығы, негізгі параметрлер: синтез уақыты $t = 1$ сағ, термиялық күйдіру температурасы $T = 450^\circ\text{C}$.

1 – сурет. Кремний төсеніштеріндегі мөлдір және мөлдір емес ерітінділерде алынған ZnO – ның СЭМ бейнесі



2 – сурет. Мырыш нитраты мен уротропиннен (25 мМ) 96°C , 1 сағат уақытта алынған ZnO наностержендерінің массивінің СЭМ бейнелері



3 – сурет. Мырыш нитраты мен уротропиннен (50 мМ) 96°С , 1 сағатта алынған ZnO наностержендерінің массивінің СЭМ бейнелері

Әсембаева Әлия Рысхалыққызы, Кәдір Меруерт Фазылханқызы, Калкозова Жанар Каниевна

Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық университеті Алматы қ., Қазақстан

Aliya.aseмбаeva@mail.ru

ОКСИДТІ НАНОМАТЕРИАЛДАРДЫ СИНТЕЗДЕУ ӘДІСТЕРІ

Аннотация. Тәжірибелік жұмыс барысында оксидті наноматериалдарды синтездеу әдістері игеріліп, гидротермалды синтез әдісі және золь – гель әдісі арқылы мырыш оксидінің жұқа қабыршақтары мен наностержендері өсірілді. Золь - гель әдісінің басқа синтездеу әдістерінен негізгі артықшылығы бастапқы реагенттер мен компоненттердің жоғары дәрежеде гомогенизациясы болып табылады. Осындай нәтижеге бастапқы заттардың тұздары (нитраттар мен карбонаттар) мен оксидтерінің алғашқы ерітіндіде еруі арқылы қол жеткізе аламыз. Золь-гель әдісі дәстүрлі синтездеу әдістерімен салыстырғанда синтездің оңай технологиялық схемасымен, қондырғының қарапайымдылығымен, қолданылатын реагенттердің аз мөлшерінің қолданылуымен ерекшеленеді.

Нанокұрылымды материалдарды синтездеудің золь – гель әдісі арқылы мырыш оксидінің жұқа қабыршақтарын алудың технологиялық шарттарын меңгеру, олардың морфологиялық және оптикалық қасиеттерін зерттеу, сондай ақ, гидротермалды синтездеу әдісі арқылы мырыш оксидінің наностержендері алу мақсаттары орындалды. Оксидті жартылайөткізгішті наноматериалдарды өсірудің тиімді параметрлері (реагенттердің концентрациясы, синтездеу уақыты және температурасы, күйдіру температурасы) анықталды. Алынған үлгілердің құрылымдық қасиеттері, морфологиясы, шағылу спектрлері, оптикалық өткізу және жұту спектрлері өлшенді. Реагенттердің концентрациясы мен синтездеу параметрлерінің өзгерісі алынған соңғы өнімге қандай деңгейде әсер ететіні көрсетілген.

Түйін сөздер: Мырыш оксиді, золь–гель әдісі, гидротермалды синтез, жұқа қабыршақтар, наностержендер.

Әсембаева Әлия Рысхалыққызы, Кәдір Меруерт Фазылханқызы, Калкозова Жанар Каниевна

Казахский национальный университет им. аль-Фараби, г.Алматы, Казахстан

Aliya.aseмбаeva@mail.ru

МЕТОДЫ СИНТЕЗА ОКСИДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Аннотация: В данной исследовательской работе изучались методы синтеза оксидных полупроводниковых наноматериалов. С помощью гидротермального синтеза были синтезированы наностержни оксида цинка, а также были получены тонкие пленки оксида

цинка золь-гель методом. Преимуществом золь-гель метода является гомогенизация высокого уровня исходных реагентов и компонентов. Гомогенизация была достигнута путем растворения солей (нитраты и карбонаты) и оксидных соединений исходных реагентов. Технология метода золь – гель по сравнению с другими традиционными методами синтеза пленок является самым простым. Так же для работы не требуется сложная установка.

В ходе экспериментальной работы были выполнены такие задачи как обработка технологических параметров получения тонких пленок, исследование их морфологических и оптических свойств, а также получение наностержней оксида цинка методом гидротермального синтеза. Были выявлены оптимальные параметры (концентрация реагентов, время синтеза и температура синтеза, температура отжига) синтеза оксидных полупроводниковых наноматериалов. Проведены исследования структурных свойств, морфологии, спектра отражения, оптического пропускания и поглощения синтезированных образцов. В результате экспериментальной работы было выявлено что начальная концентрация реагентов и изменение параметров синтеза влияет на свойства полученных образцов.

Ключевые слова: оксид цинка, метод золь-гель, гидротермальный синтез, тонкие пленки, наностержни.

Assembayeva Aliya Ryskhalykkyzy, Kadir Meruyert Fazykhankyzy, Kalkozova Zhanar Kanievna

Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

Aliya.asembaeva@mail.ru

METHODS OF SYNTHESIS OXIDE NANOMATERIALS

Abstract. In this paper we studied the methods of synthesizing nanomaterials. Through the hydrothermal synthesis were synthesized zinc oxide nanorods, and a zinc oxide thin films were prepared by sol-gel method. The advantage of the sol-gel method is a high-level homogenization of the initial components. Homogenization was achieved by dissolving the salt and the compound oxide of initial materials. Technology of the sol – gel method compared to traditional synthesis methods films is the simplest. During the experimental work was performed tasks such as processing of technological parameters of producing thin films, the study of their morphological and optical properties, as well as obtaining zinc oxide nanorods by hydrothermal synthesis. Optimal parameters of synthesizing oxide semiconductor nanomaterials have been identified. The research of structural properties, morphology, reflection spectrum of the optical transmission and absorption of the synthesized samples. It was found that the concentration of reagents and synthesis parameters change affects the properties of the obtained samples.

Keywords: zinc oxide, sol gel method, hidrothermal synthesis, thin films, nanorod.