

УДК 538.9

СИНТЕЗ НАНОТРУБОК НА ОСНОВЕ NiSe

Зиберт Александр Витальевич

alexandr.zibert@bk.ru

Студент 2 курса ЕНУ им. Л.Н. Гумилева, Нур-Султан, Казахстан

Научный руководитель –Шлимас Д.И.

Методом электрохимического осаждения были получены нанотрубки на основе NiSe. С применением метода рентгенофазового анализа и сканирующей электронной микроскопии

получены: геометрия полученных структур, зависимости влияния разности прикладываемых потенциалов на фазовый состав и основные кристаллографические характеристики.

На сегодняшний день методы синтеза наноматериалов позволяют получать структуры различной геометрии и физико-химическими свойствами. Это обуславливает широкий спектр их возможного применения от микроэлектроники, основы для топливных ячеек, индикаторов различных химических элементов, до биомедицины и биоинженерии [1-3].

Из всего множества методов синтеза в силу простоты, удобства и возможности контролировать геометрию и скорость роста получаемых наноструктур наиболее оптимальным является метод электрохимического осаждения. В основе данного метода лежит применение различных шаблонов с заданной геометрией, которые позволяют контролировать геометрические параметры получаемых структур, а изменение прикладываемой разности потенциалов позволяет с высокой точностью получать наноструктуры заданного фазового состава и определенной кристаллической структурой [4].

Особый интерес представляют наноструктуры на основе Ni и Se. Интерес к Ni наноструктурам обусловлен магнитным свойствам. Например, наноструктуры NiO могут быть использованы в суперконденсаторах. Наноструктуры на основе Se обладают уникальными оптоэлектрическими и полупроводниковыми свойствами, вследствие чего могут быть использованы, например, в конструкции выпрямителей тока, микросхем, солнечных батарей. В силу небольшой разницы между электроотрицательностью Ni и Se могут быть получены различные стехиометрические соединения путем изменения условий синтеза. Такие композитные материалы могут быть использованы в конструкции солнечных батарей, в качестве катализаторов для производства водорода, в литий-ионных батареях, в оптоэлектрических приборах [5-7].

В ходе работы нанотрубки NiSe были получены из следующего электролита: $\text{NiSO}_4 \times 6\text{H}_2\text{O}$ 100 г/л, SeO_2 20 г/л. Осаждение проводилось при разности потенциалов от 1.5 В до 2 В. Процесс контролировался методом хроноамперометрии при помощи мультиметра Agilent 34410A.

На рисунке 1 предоставлены СЭМ изображения полученных нанотрубок.

Нанотрубки имеют конусообразную форму, а также уплотнение рядом с центром осаждения. В таблице 1 предоставлены данные по геометрии полученных структур.

Таблица 1

Сравнение размера и формы кристаллитов

Разность потенциалов	Диаметр уплотнения	Длина уплотнения	Диаметр верхней части трубки
1.5 В	0.46 μm	1.65 μm	0.22 μm
1.75 В	0.48 μm	1.65 μm	0.278 μm
2 В	--	--	0.38 μm

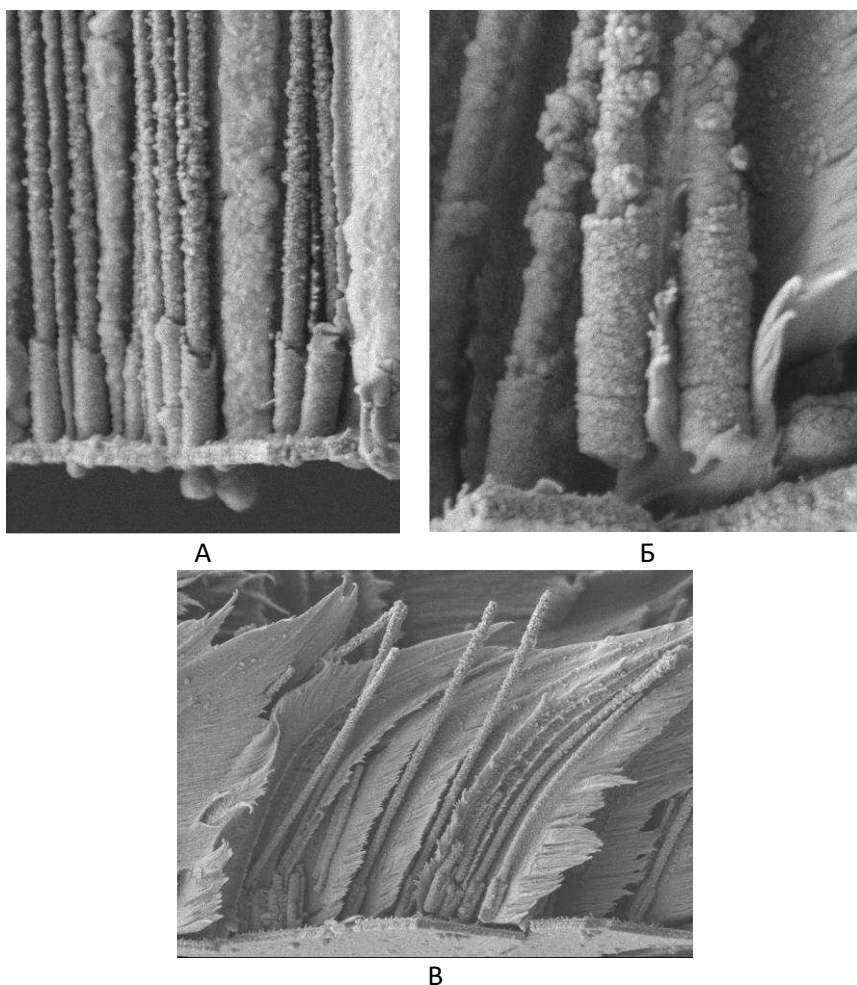


Рисунок 1 – СЭМ изображение NiSe наноструктур, осажденных при разности приложенных потенциалов: А) 1.5 В Б) 1.75 В В) 2 В

Исходя из таблицы 1, диаметр верхней части трубки при увеличении разности потенциалов увеличивается, и уменьшается конусность структур.

На рисунке 2 представлена динамика изменения рентгеновских дифрактограмм исследуемых наноструктур в зависимости от условий синтеза.

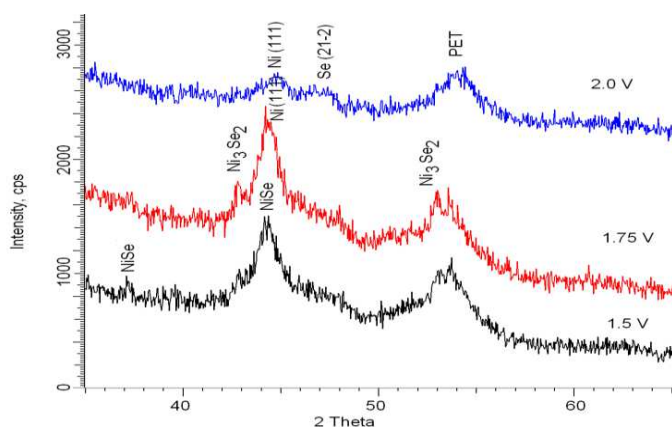


Рисунок 2 – Рентгеновские дифрактограммы исследуемых образцов

Вид дифрактограмм свидетельствует о поликристаллической структуре полученных объектов. Для наноструктур полученных при разности прикладываемых потенциалов 1.5 В структура соответствует фазе селенида никеля (NiSe) с гексагонального типа решеткой пространственной группы $R\bar{6}3/mmc(194)$, с параметрами кристаллической решетки

$a=4.07723\text{Å}$, $c=6.68237\text{Å}$. Средний размер кристаллитов полученных наноструктур не превышает 7 нм, о чем свидетельствует уширенная малоинтенсивная форма дифракционных пиков. Асимметрия пика в область малых углов говорит о наличие в структуре большого количества напряжений и дислокационных дефектов, плотность которых составляет $2.04 \cdot 10^{16}$.

Для образцов полученных при разности потенциалов 1.75 В наблюдается наличие двух фаз в структуре: преобладающей является фаза никеля с гранцентрированной кубической решеткой (64.5%) и малоинтенсивной фазы селенида никеля Ni_3Se_2 с ромбического типа решеткой (35.5%). Оценка фазового состава проводилась с применением метода Ритвельда, который позволяет оценить вклад различных фаз в структуре. Параметры кристаллической решетки для фазы никеля составляют $a=3.54107\text{Å}$, для фазы Ni_3Se_2 $a=6.01620\text{Å}$, $c=7.22514\text{Å}$. Отклонение параметров кристаллической решетки для обеих фаз обусловлено наличием твердых растворов замещения и внедрения атомов никеля и селена в узлах кристаллической решетки. При этом наблюдаются резкое различие в размерах кристаллитов для различных фаз, для никеля размер кристаллитов составляет 10.8 нм, для селенида никеля - 36.1 нм. Различие размеров кристаллитов обусловлено различием в типе кристаллических решеток.

Для образцов полученных при разности потенциалов 2.0 В наблюдают малоинтенсивные уширенные пики, характерные для рентгеноаморфных или сильноразупорядоченных структур двух фаз никеля и селена с гранцентрированной и ромбической кристаллической решеткой соответственно. Параметры кристаллической решетки составляют для никеля $a=3.50566\text{Å}$, для фазы $a=11.43801\text{Å}$, $c=4.45685\text{Å}$. Увеличение параметров свидетельствует о формировании твердого раствора никеля и селена в структуре.

Таким образом, изменяя разность прикладываемых потенциалов можно получать наноструктуры различного фазового состава, что в дальнейшем можно использовать в практическом применении.

Список использованных источников

1. Ouyang J. Application of nanomaterials in two-terminal resistive-switching memory devices //Nano reviews. – 2010. – V. 1. – №. 1. – P. 5118.
2. Guo S., Wang E. Noble metal nanomaterials: controllable synthesis and application in fuel cells and analytical sensors //Nano Today. – 2011. – V. 6. – №. 3. – P. 240-264.
3. Pollini M., Paladini F., Cooper I.R. Application of Nanomaterials in Bioengineering //Journal of Nanomaterials. – 2018. – V. 2018.
4. Реутов В.Ф., Дмитриев С.Н. Ионно-трековая нанотехнология //Российский химический журнал (Журнал Рос. хим. общества им. ДИ Менделеева). – 2002. – Т. 46. – №. 5. – С. 74-80.
5. Kate R.S., Khalate S.A., Deokate R.J. Overview of nanostructured metal oxides and pure nickel oxide (NiO) electrodes for supercapacitors: a review //Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – V. 734. – P. 89-111.
6. Zhang S.Y. et al. Synthesis of selenium nanoparticles in the presence of polysaccharides //Materials Letters. – 2004. – V. 58. – №. 21. – P. 2590-2594.
7. Subbarao U. et al. Size and morphology controlled NiSe nanoparticles as efficient catalyst for the reduction reactions //Journal of Solid State Chemistry. – 2016. – V. 244. – P. 84-92.