

УДК 539.2

Б.Т. Лесбаев<sup>1</sup>, М. Ауелханкызы<sup>1</sup>, Б.З. Мансуров<sup>2</sup>, А.Б. Лесбаев<sup>2</sup>, Г.О. Турешева<sup>1</sup>,  
Н.Г. Приходько<sup>1</sup>, З.А. Мансуров<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Институт проблем горения, г. Алматы, Казахстан

<sup>2</sup>Физико-технический факультет, КазНУ им. аль-Фараби, казахстан, г. Алматы

\*E-mail: zmansurov@kaznu.kz

## Синтез наночастиц оксида никеля в диффузионном пламени на встречных струях

**Аннотация.** В работе приведены результаты исследования синтеза наночастиц оксида никеля. Синтез осуществлялся на поверхности нихромовой проволоки диаметром 0,3 мм в диффузионном пропан-кислородном пламени на встречных струях. Располагая нихромовую проволоку в определенной зоне объема пламени и варьируя временем ее обработки, были синтезированы наноразмерные частицы оксида никеля размерами от 70 нм до 500 нм. Были проведены исследования полученных образцов методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии.

**Ключевые слова:** оксида никеля, нихромовая проволока, синтез в диффузионном пламени.

### Введение

Наноразмерные материалы обладают целым рядом уникальных свойств, что позволяет их широко применять при разработке новых технологических процессов [1]. В настоящее время существует большое количество различных способов производства наноразмерных частиц, которые можно разделить на четыре основных: с использованием жидких реактивов, механический, синтез из газовой фазы и сборка на месте. Несмотря на многообразие существующих способов, разработка новых способов не теряет своей актуальности. Это, прежде всего, связано с тем, что успехи в использовании наночастиц в значительной мере зависят от возможностей методов синтеза, т.е., позволяет ли выбранный метод получать частицы удовлетворяющие требованиям определённой научной или практической задачи. Также немаловажную роль играет экономическая сторона вопроса. Метод синтеза наночастиц в пламенах углеводородов имеет свои преимущества:

- задавая условия горения можно регулировать температуру в объеме пламени, которая является немаловажным фактором, а образующиеся промежуточные продукты горения (радикалы, ионы, осколки молекул и т.д.) использовать в

качестве строительного материала для синтезируемых продуктов;

- возможность создания непрерывного процесса, а так же то, что реакции в пламени протекают практически мгновенно, среднее время полного превращения топлива в «заданный» продукт составляет  $10^{-3}$ - $10^{-6}$  секунды;

- энергетическое воздействие и введение каталитических добавок в реакционную зону пламени позволяет влиять на процесс протекания реакций и в конечном итоге на массовый выход, структуру и чистоту продуктов реакции.

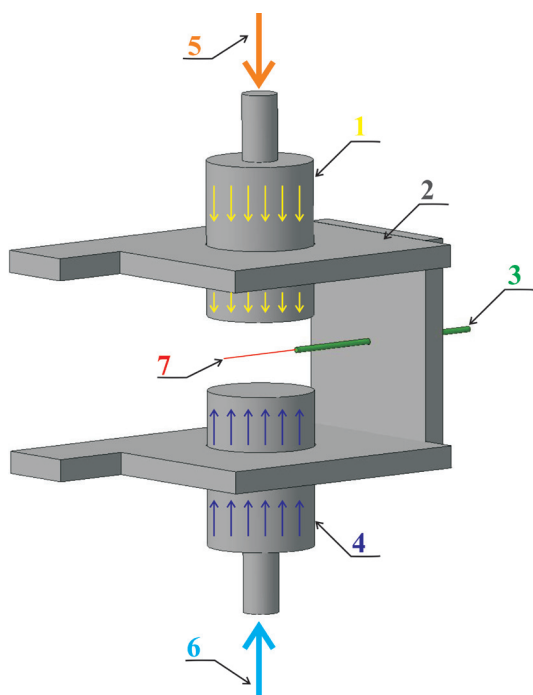
Пламя успешно используется для роста различных нано- и микро- частиц, таких как фуллерены [2], углеродные нанотрубки [3]. Весьма интересными объектами таких исследований являются оксидные наноматериалы. В последние годы значительно увеличилось количество работ по изучению наноразмерных окислов никеля, молибдена и др. металлов. Работа [4] посвящена изучению роста в ацетиленовом пламени наночастиц оксида молибдена на различных подложках. В работе [5] изучен процесс синтеза наночастиц оксида вольфрама при горении пропана с добавками ацетилена, которые в дальнейшем используются для повышения выходной мощности солнечных элементов. Все эти исследования показывают, что метод синтеза наночастиц в

пламени является не только экономичным и простым способом, но и позволяет манипулировать размерами и свойствами частиц на наноуровне.

### Экспериментальная часть

Синтез наночастиц оксида никеля проводился в диффузионном пропан-кислородном пламени на встречных струях. В качестве подложки для роста наночастиц оксидов никеля была использована нихромовая проволока диаметром 0,3 мм. Проволоку, для синтеза наночастиц, предварительно обрабатывали 25%-м раствором азотной кислоты в течение 20 минут. На рисунке 1 приведены схематическое изображение и фотогра-

фия горелочного устройства установки. Реактор собран из двух полых цилиндров диаметром 150 мм и высотой 80 мм, изготовленных из нержавеющей стали. Цилиндры установлены по вертикальной оси напротив друг друга. С одной стороны установки закреплен специальный механизм позволяющий плавно перемещать закрепленные на ней алундовую трубку и термопару. Алундовая трубка используется для подачи нихромовой проволоки, а термопара расположенная на одном уровне, позволяет измерять температуру в выбранной области пламени. Их месторасположение контролируется с помощью катетометра, точность прибора составляет 0,001мм.



1 – камера равномерной подачи окислителя; 2 – крепление конструкции; 3 – держатель 4 – камера равномерной подачи топлива; 5 – подача пропана; 6 – подача кислорода; 7 – нихромовая проволока

**Рисунок 1** – Схема и фотография горелки на встречных струях

Расход пропана варьировался от 120-150 см<sup>3</sup>/мин, кислорода 35-55 см<sup>3</sup>/мин. На плоскости соприкосновения пропана и кислорода зажигалось пламя с видимым фронтом по высоте порядка 1 см и по длине 3,5-4,0 см. Пламя характеризуется тремя основными зонами: кислородной, топливной и зоной где протекают основные химические реакции горения (рисунок 2).

В зоне топлива можно проводить восстановление металла, в средней зоне при наличии катализаторов, происходит рост углеродных нанотрубок, в зоне окислителя образуются оксиды металлов. В работе была поставлена задача синтезирования наночастиц оксидов никеля и исследования проводились в зоне окислителя.

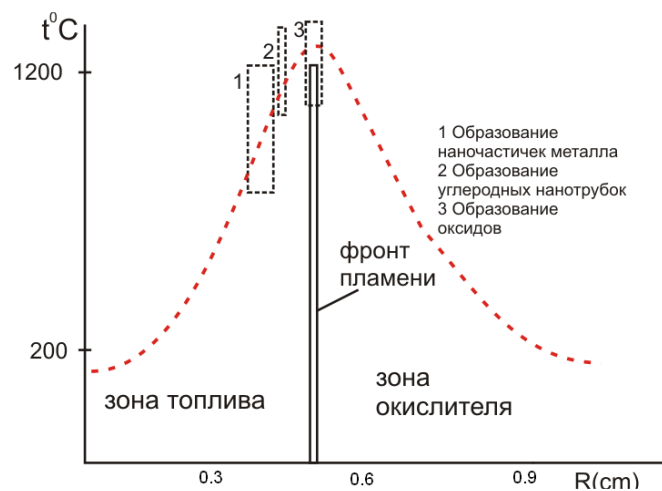


Рисунок 2 – Фотография пропан-кислородного пламени на встречных струях и расположения зон по вертикали

### Результаты и обсуждение

Фронт диффузионного пламени на встречных струях разделяется потоками топлива и окислителя и изменение градиента температуры по вертикали достигают  $1300 \text{ K/cm}$  [5]. Когда нихромовая проволока вводится в зону окислителя под воздействием кислорода происходит окисление никеля до  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  и за счет высокой температуры происходит ее интенсивное испарение, рисунок

3. За счет градиента температуры и высокой теплопроводности поверхность и окружение нихромовой проволоки всегда ниже температуры пламени и это способствует кристаллизации испарившейся с нижней горячей поверхности оксида  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  в более холодной боковой области нихромовой проволоки до стабильного оксида  $\text{NiO}$  и таким образом происходит наращивание слоя наночастиц оксида никеля.

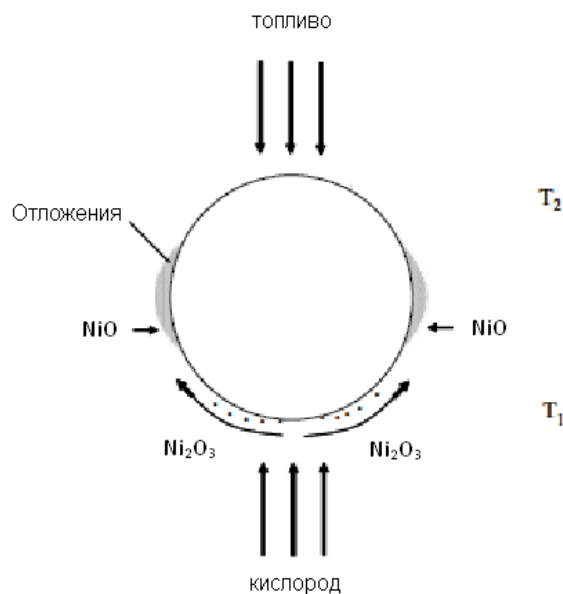
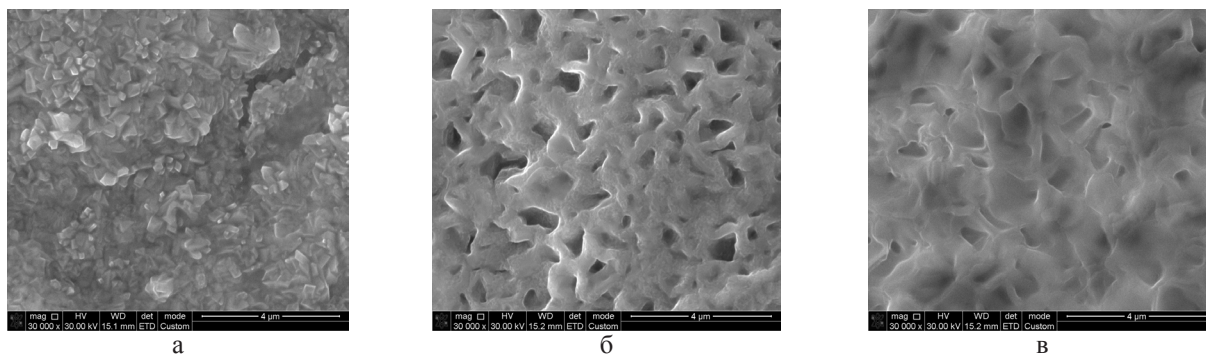


Рисунок 3 – Механизм образования наночастиц оксида никеля в противоточном пламени

Опираясь на вышеизложенное можно предположить, что время нахождения в пламени никромовой проволоки будет оказывать существенное воздействие на размеры образующихся наночастиц оксидов никеля. На рисунке 4

представлены СЭМ изображения поверхности никромовой проволоки, обработанной в кислородной зоне диффузионного противоточного пропан-кислородного пламени в течении 5, 10 и 30 секунд.

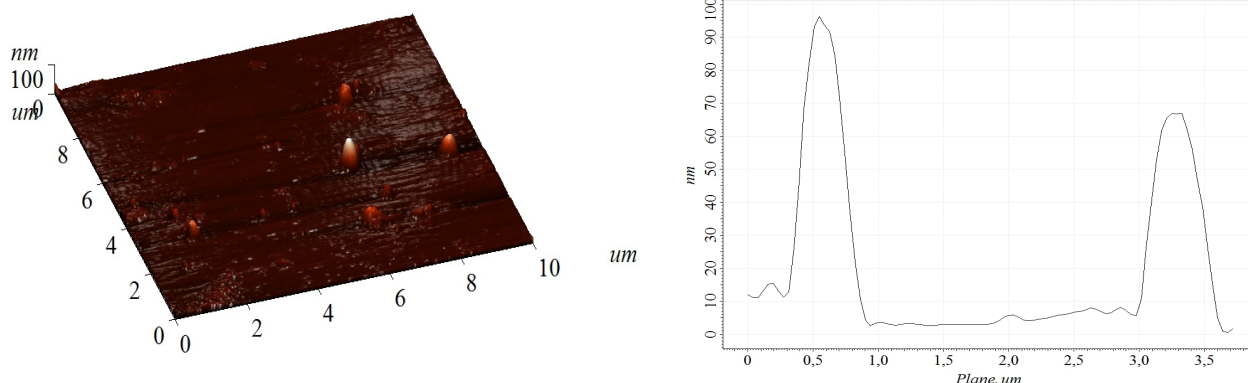


**Рисунок 4** – Нихромовая проволока, обработанная в кислородной зоне диффузионного противоточного пропан-кислородного пламени в течении: а – 5 сек; б – 10 сек; в – 30 сек

Анализ изображений показывает, что уже при 5 секундной обработке пламенем на поверхности никромовой проволоки образуются кристаллические структуры, которые с течением времени увеличиваются в размере, и происходит слияние мелких частиц в более крупные. Эта динамика роста хорошо видна на рисунках б) и в). Быстрому процессу роста наночастиц никеля способствуют высокая температура, и реакция атомарного кислорода с нановыступами никеля образующихся после травления азотной кислотой. Атомарный кислород образуется за счет процессов горения.

Для исследования структуры, морфологии и свойств, отдельно взятых наочастиц оксидов ни-

келя, полученные образцы никромовой проволоки подвергли воздействию ультразвука, предварительно поместив их в этиловый спирт. После 10 минут воздействия ультразвука получали суспензию этилового спирта с наночастицами оксида никеля. Полученную суспензию в количестве 0,1 мл наносили на поверхность полированного кремния, высушивали и полученную поверхность исследовали методом атомно-силовой микроскопии. Исследования проводились на базе Национальной нанотехнологической лаборатории открытого типа. На рисунке 5 приведены результаты исследований с частицами полученных при 5 секундной обработке пламенем.

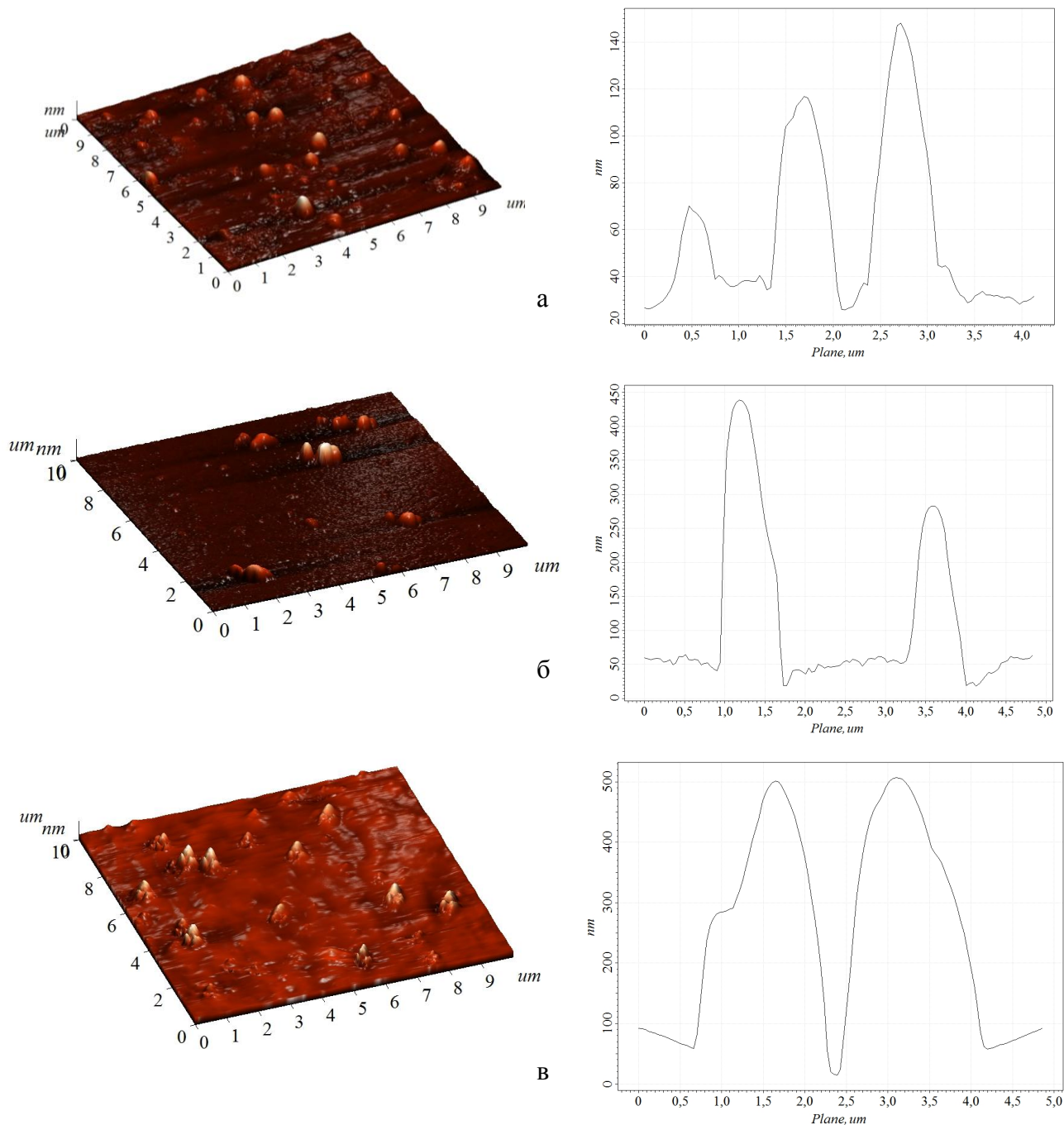


**Рисунок 5** – Наночастицы оксиды никеля полученные при 5-секундной обработке пламенем на поверхности кремниевой пластины



Из анализа рисунков видно, что выделенные наночастицы имеют большой разброс по размерам, но преобладают более мелкие частицы. Сред-

ний размер частиц 70 нм. Далее была рассмотрена динамика роста наночастиц никеля с увеличением времени обработки пламенем, рисунок 6.

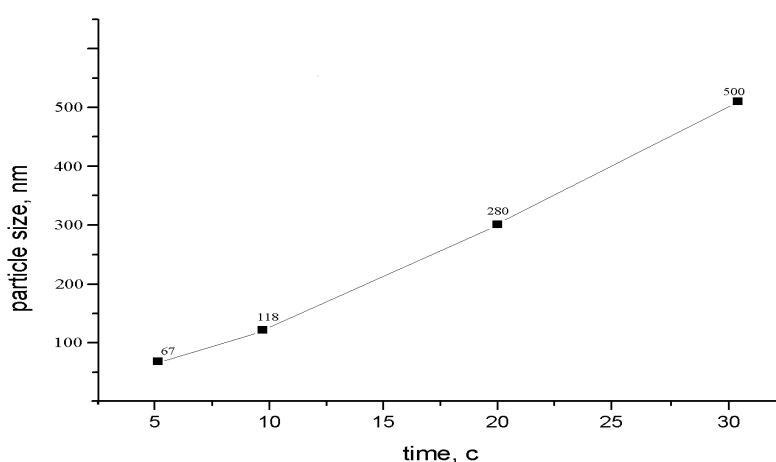


**Рисунок 6** – Наночастицы оксида никеля, полученные при обработке пламенем:  
а – 10 сек, б – 20 сек, в – 30 сек на поверхности кремниевой пластины

Мы видим, что 10 секундная обработка пламенем приводит к увеличению размеров отдельных частиц, которые сохраняют индивидуальность, средний размер частиц порядка 110-120 нм. При 20 секундной обработке начинается процесс слипания растущих частиц и размеры образующиеся частиц становятся более сравнимы по величине. 30 секундная обработка приводит к слиянию нескольких наночастиц в одно целое при этом происходит рост как по высоте так и по горизонтали. Средний размер по высоте 350 нм по горизонтали 500-600 нм, разброс по раз-

мерам становится минимальным. Исследования по увеличению времени обработки нихромовой проволоки пламенем показали, что дальнейший рост частиц происходит в первые 2 минуты. При этом рост происходит не по высоте и размеры частиц по поверхности доходят до 700 нм. Последующая обработка пламенем не приводит к ощутимым изменениям размеров, структуры и свойств наночастиц оксида никеля.

На рисунке 7 приведен график динамики роста наночастиц оксида никеля в зависимости от времени обработки пламенем.



**Рисунок 7** – Зависимость увеличения размеров наночастиц оксида никеля на поверхности нихромовой проволоки от времени (5 до 30 сек)

Полученные образцы планируется использовать в качестве антиотражающего покрытия в солнечных элементах. Характер светопропускания по длинам волн вещества нанесенного на поверхность солнечного элемента имеет немаловажное значение для его эффективной работы. Исходя из этого были измерены спектры пропускания покрытия из наночастиц оксида никеля на поверхности кварцевой подложки с концентрацией в  $8 \times 10^4$  частиц/см<sup>2</sup> в диапазоне длин волн от 400 нм до 1100 нм. На рисунке 8 приведены результаты для наночастиц со средним размером в 100 нм.

Полученные результаты показали, что в коротковолновой области наблюдается незначительное уменьшение коэффициента пропускания, вследствие поглощения света на наноструктурах, тогда как, в видимой и длинноволновой областях коэффициент пропускания достигает до 93%. Кривая пропускания показывает, что структура наноксидного покрытия во всем диапазоне длин волн достаточно прозрачна и наночастицы оксида никеля в данной концентрации не будут блокировать свет, падающий на поверхность солнечного элемента.

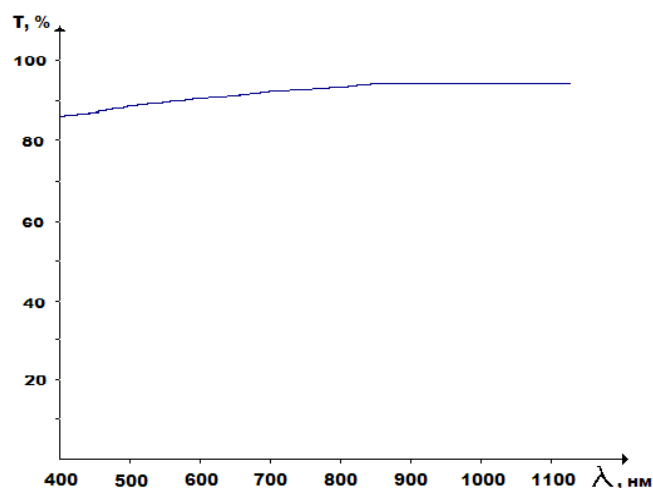


Рисунок 8 – Коэффициент пропускания наночастиц оксидов никеля от длины волны

### Заключение

Проведенные исследования показали, что, варьируя временем контакта нихромовой проволоки с пламенем можно регулировать размеры получаемых наночастиц оксидов никеля на наноуровне, что важно для их дальнейшего применения.

### Литература

- 1 Гусев А.В. наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: Физматлит, 2007. 416 с.
- 2 Мансуров З.А. Образование сажи полициклических ароматических углеводородов,

фуллеренов и углеродных нанотрубок при горении углеводорода // Инженерно-физический журнал. Т.84. – Минск, 2011. – С. 116-149.

3 Раков Э.Г. Нанотрубки и фуллерены: учебное пособие. – М.: Логос, 2006. – 376 с.

4 Wilson Merchan-Merchan, Alexei V. Saveliev, Lawrence A. Kennedy. Chemical Physics Letters 422. - 2006. – P. 72–77.

5 Kuznetsov I.A., Greenfield M.J., Mehta Y.U., Merchan-Merchan W., Salkar G., Saveliev A.V. Increasing the solar cell power output by coating with transition metal-oxide nanorods // Applied Energy 88. 2011. – P. 4218–4221.

Б.Т. Лесбаев, М. Әуелханқызы, Б.З. Мансуров, А.Б. Лесбаев, Г.О. Турешева, Н.Г. Приходько, З.А. Мансуров  
**Қарама-қарсы диффузионды жалында никель оксидінің нанобөлшектерін синтездеу**

Жұмыста никель оксидінің нанобөлшектерін зерттеу келтірілген. Синтез қарсы ағыншаларда диффузионды пропан-оттекті жалында диаметрі 0,3 мм нихром сымының бетінде жүзеге асырылады. Нихром сымын жалын көлемінің нақты бір аймағында орналастыра отырып және оны өңдеу уақытын өзгерте отырып, өлшемдері 70 нм-ден 500 нм-ге дейінгі никель оксидінің нанобөлшекті синтезделген. Алынған үлгілерді сканирлеуші электронды және атомды-күшті микроскопия әдістері арқылы зерттеу жүргізілді.

**Түйін сөздер:** никель оксиді, нихром проволокасы, диффузиялық жалындағы синтез.

B.T. Lesbayev, M. Auyelkhankyzy, B.Z. Mansurov, A.B. Lesbayev, G.O. Turesheva, N.G. Prihodko, Z.A. Mansurov  
**Synthesis of nanoparticles of nickel oxide in the diffusion flame on a collision of the jet**

The paper presents the results of the study synthesis of nanoparticles of nickel oxide. The synthesis was carried out on the surface of the nichrome wire 0.3 mm in diameter in the diffusion of propane-oxygen flame in colliding jets. With a nichrome wire in a certain area of the flame and varying the time of processing, have been synthesized nickel oxide nanoscale particles ranging in size from 70 nm to 500 nm. Studies have been conducted of the samples by scanning electron and atomic force microscopy.

**Keywords:** nickel oxide, Nichrome wire, the synthesis in a diffusion flame.