

СИНТЕЗ НАНОКОМПОЗИТА S-AgCl МЕТОДОМ ОСАЖДЕНИЯ СЕРЫ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ ИЗ РАСТВОРА В ДИМЕТИЛСУЛЬФОКСИДЕ

Н.В. Хан¹, М.С. Мадикасимова¹, М.М. Буркитбаев¹, Ф.Х. Уракаев²

¹Казахский Национальный Университет им. аль-Фараби, 05004, г. Алматы, Казахстан,
пр. аль-Фараби, 71

²Институт Геологии и Минералогии им. В.С. Соболева СО РАН, 630090, г. Новосибирск, Россия,
пр. Коптюга, 3
natasha.khan.v@gmail.com

Наночастицы галогенидов серебра (AgX, X = Cl, Br, I) относятся к классу полупроводниковых материалов, которые широко применяют в фотографической технике, начиная с 19 века [1]. Функциональными свойствами AgX являются также их фотокаталитическая и противомикробная активность [2, 3]. В свою очередь сера (S), ее модификации и наночастицы серы (наносера) обладают полупроводниковыми, противогрибковыми и гидрофобными свойствами, что дает возможность использовать этот элемент в электронике, биомедицине и сельском хозяйстве [4–6].

Как видно, получение нанокompозитов на основе S и AgCl имеет практический интерес, так как такие структуры могут обладать рядом универсальных и востребованных свойств. Поэтому цель данной работы состояла в получении нового нанокompозита S–AgCl. Исходя из этого, были поставлены следующие задачи: разработка и подбор оптимальных режимов сольвотермического синтеза; изучение физико-химических характеристик полученных нанокompозитов.

Нанокompозиты, как и исходные растворы, были приготовлены в среде диметилсульфоксида (ДМСО) в температурном диапазоне от 25 до 120°C. Синтез проводили при помощи установки, состоящей из трехгорлой колбы, силиконовой масляной бани и обратного холодильника. Стехиометрические расчеты проводили исходя из следующей реакции:



В трехгорлую колбу наливали 100 мл ДМСО и при постепенном нагреве с перемешиванием вносили туда 2 г элементной серы. Как только температура раствора достигла 120°C, сера полностью растворилась в ДМСО. Далее, в раствор S в ДМСО приливали половину раствора хлорида аммония (NH₄Cl), чтобы избежать образования сульфида серебра. По истечению некоторого времени, раствор перестали нагревать и, при достижении комнатной температуры, в колбу поочередно капельным методом добавляли растворы AgNO₃ и оставшуюся часть NH₄Cl. Далее реакционную смесь оставляли на 12 часов до полноты образования и стабилизации продуктов синтеза в растворе. Полученную суспензию центрифугировали (10 мин, 4000 об/мин), а образовавшийся осадок промывали 2 раза ультрачистой водой и затем сушили при 50°C в течение 12-16 часов.

В данном способе наносера образуется во время остывания ее раствора в ДМСО, а при комнатной температуре в процессе синтеза AgCl выпадает из раствора в виде композита S–AgCl. Образцы S–AgCl были изучены методами рентгенофазового анализа (РФА), энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Посредством РФА был исследован фазовый состав продуктов синтеза. Согласно анализу рентгенограмм (рис. 1), образец представлен характерными пиками S (в форме S₈) и AgCl. В свою очередь, ЭДС анализ подтвердил наличие S (44.48 Ат%), Ag (29.06 Ат%) и Cl (26.46 Ат%) (рис. 2).

Изучение морфологии частиц и их размеров проводили путем анализа СЭМ снимков (рис. 3). Измерениями СЭМ установлено, что образец представлен частицами сферической и овальной формы (рис. 3 а), также можно заметить присутствие крупных включений неправильной формы (рис. 3 б). Размер синтезированных частиц варьируется от 160 нм до 10 мкм.

В заключение отметим, что проведенная работа позволила разработать оптимальный режим получения нанокompозита состава S–AgCl. Рутинными методами физико-химического анализа был установлен фазовый и элементный состав образцов S–AgCl, а также определены размеры и

морфологические особенности составляющих композит частиц. В настоящее время проводится изучение функциональных свойств этого нового материала.

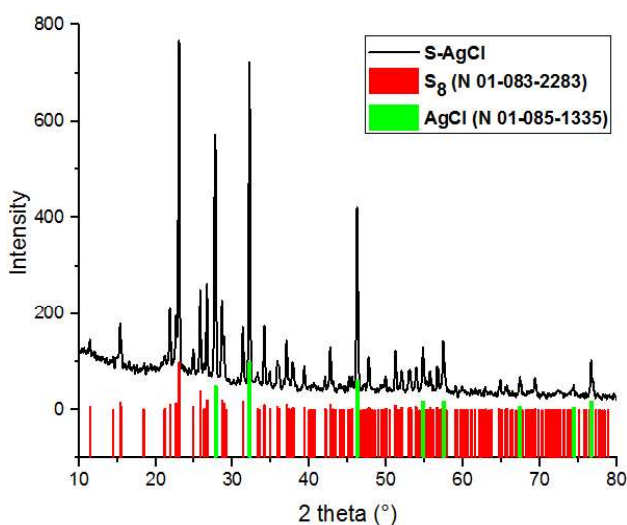


Рисунок 1 - Рентгенограмма S–AgCl

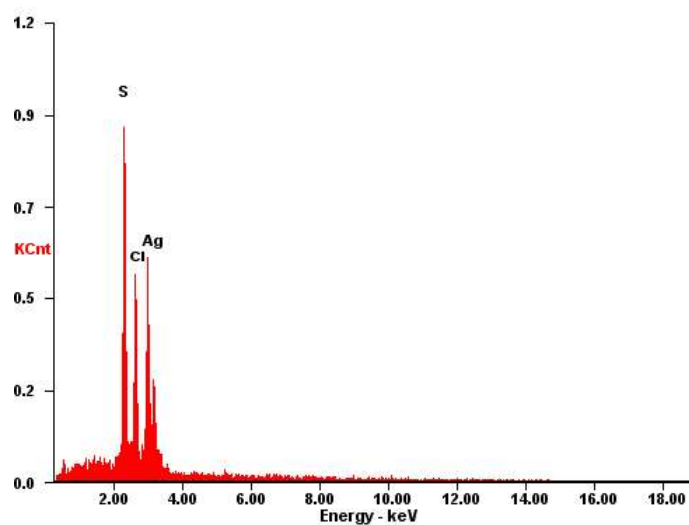
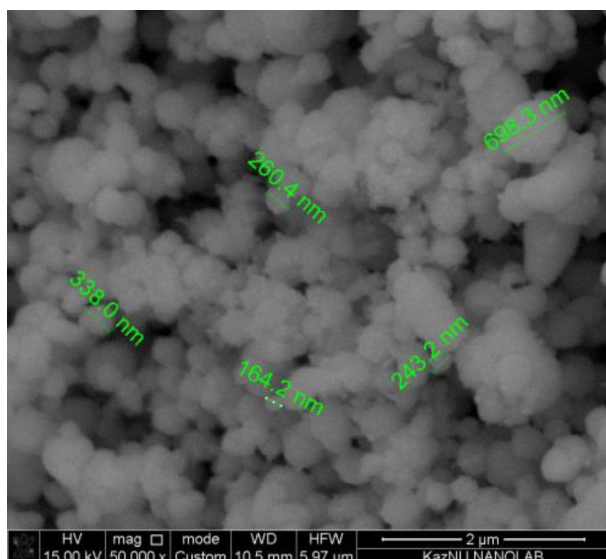
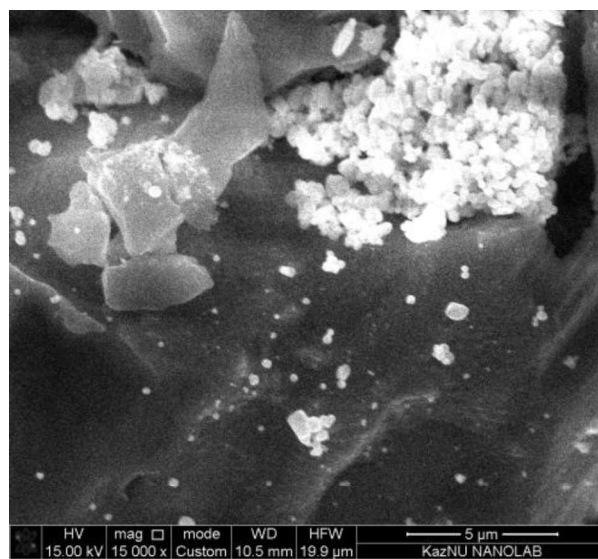


Рисунок 2 - ЭДС анализ S–AgCl



а)



б)

Рисунок 3 - СЭМ анализ S–AgCl

Работа поддержана грантами Республики Казахстан № AP05133115 и № BR05234566.

Литература

1. Marucci G., Monno A., van der Werf I. D. Non invasive micro-Raman spectroscopy for investigation of historical silver salt gelatin photographs // *Microchemical Journal*. – 2014. – Т. 117. – С. 220-224.
2. Kalnina D., Gross A K., Onufrijevs P. *et al.* The antimicrobial action of silver halides in calcium phosphate // *Key Engineering Materials*. – Trans Tech Publications, 2015. – Т. 631. – С. 384-389.
3. Su M., Liu H., Ma J. Synthesis of cube-like Ag@AgCl photocatalyst with enhanced photocatalytic activity // *Journal of Materials Sci.: Materials in Electronics*. – 2016. – Т. 27. – №. 10. – С. 10707-10711.
4. Teng Y., Zhou Q., Gao P. Applications and challenges of elemental sulfur, nanosulfur, polymeric sulfur, sulfur composites, and plasmonic nanostructures // *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*. – 2019. – С. 1-45.
5. Griffith C. M., Woodrow J. E., Seiber J. N. Environmental behavior and analysis of agricultural sulfur // *Pest Management Science*. – 2015. – Т. 71. – №. 11. – С. 1486-1496.
6. Xiao P., Sun L., Liao D. *et al.* Unexpected effect of electrode architecture on high-performance lithium–sulfur batteries // *ACS Applied Materials & Interfaces*. – 2018. – Т. 10. – №. 39. – С. 33269-33275.