

UOT 541.73:547.458.81

PbS/LİH-PVS NANOKOMPOZİTİNİN SİLAR METODU İLƏ SİNTEZİ

X.A.İBRAHİMOVA, A.Ə.ƏZİZOV, O.O.BALAYEVA,
R.M.ALOSMANOV, G.Q.MÜRSƏLOVA*Bakı Dövlət Universiteti*
khazangul.ibrahimova1994@mail.ru

Məqalədə qurğuşun (II) sulfid nanohissəciklərinin polivinil spirti matrisində sintezi ZnAl-laylı ikili hidrokssidi ilə modifikasiya əsasında Na₂S·9H₂O birləşməsindən istifadə etməklə “ardıcıl ion qatının adsorbsiyası və reaksiyası” (SİLAR) metodu ilə aparılmasından bəhs olunur. Nanokompozitin sintezi otaq temperaturunda aparılmış, sulfidləşdirici reagent kimi Na₂S·9H₂O duzunun sulu məhlulundan istifadə olunmuşdur. Difraktometrədən alınan nəticələrə görə polimer matrisdə kubik quruluşlu PbS nanokristalları formalaşmışdır. ZnAl-LİH/PVS əsasında alınmış qurğuşun (II)sulfid nanohissəciklərinin orta ölçüsü 3-cü dövrdə 2,2 nm, 6-cı dövrdən sonra 2 nm olmuşdur. Nanokompozitdə optiki qadağan olunmuş zonanın eni 2,7 eV təşkil edir.

Açar sözlər: polimer nanokompozit, qurğuşun (II) sulfid, yarımkeçirici, optiki xassələr, quruluş xassələri.

Son illər polimerlər əsasında alınan nanokompozitlərə maraq artmışdır [1]. Yarımkeçirici nanokompozitlərin kvant ölçüsünün təsirləri və tətbiq sahələrinə dair çox sayda tədqiqat işləri aparılmışdır [2,4]. Nanoquruluşlu materiallar optiki, elektrik, maqnit xassələri ilə seçilən, yüksək səth sahəsinə malik olan birləşmələrdir [3].

PbS/PVS nanokompozitləri optik, struktur, istilik və mexaniki üsullardan istifadə etməklə xarakterizə olunurdu [4].

Nanohissəciklər arasında qurğuşun(II)sulfid özünün optiki xüsusiyyətləri və qadağan olunmuş zonanın eninin dar olması ilə seçilən vacib yarımkeçirici olduğu sübut edilmişdir (otaq temperaturunda 0,41 eV) [4,5]. PbS tərkibli nanokompozitdə qadağan olunmuş zonanın eni nanohissəciklərin ölçüsündən asılı olaraq dəyişə bilər [5]. PbS nanohissəcikləri günəş batareyaları [6], işıq yayan diodlar [7], infraqırmızı detektor [8], qaz sensoru [9], optiki gücləndirici kimi tətbiq olunur [10]. PbS nanokristalları işıq yayan diodlar kimi elektroluminisent cihazlarında istifadə olunur [7].

Dışaker Xumar və onun əməkdaşları vahid PbS nanohissəciklərini səthi aktiv maddədən istifadə edərək sintez etmişlər [11]. PbS strukturları hidroter-

mal böyümə metodu ilə səthi aktiv maddə və yaxud prekursor kimi qurğuşun asetat və sirkə turşusundan istifadə etməklə sintez edilmişdir. Qapalı PbS nanaqillər aşqar kimi üzvi molekulardan istifadə etməklə hidrotermal üsulla hazırlana bilər [11,12].

Qurğuşun(II) sulfid nanokristalı kimyəvi hamam çökməsi (CBD) üsulu ilə uğurla sintez edilmişdir [13].

Son zamanlarda müxtəlif metodlardan istifadə edərək PbS, CdS və CdS_xSe_{1-x} nanohissəcikləri polimer matrislərdə sintez edilmişdir [14,15].

Təqdim olunan işdə polivinil spirti matrisində ZnAl-laylı ikili hidrokسيد alınmış və modifikat əsasında sulfidləşdirici reagent kimi $Na_2S \cdot 9H_2O$ birləşməsindən istifadə etməklə PbS nanokristalları sintez olunmuşdur. Sintez prosesi otaq temperaturunda “ardıcıl ion qatının adsorbsiyası və reaksiyası” (SİLAR) metodu ilə aparılmışdır. Xüsusi stabilləşdirici xassəyə malik olan polivinil spirti nanohissəciklərin sintezində və böyüməsində mühüm rol oynamışdır.

Alınmış nanokompozitlər fiziki tədqiqat üsulları ilə analiz olunaraq, nəticələr müzakirə edilmişdir.

TƏCRÜBİ HİSSƏ

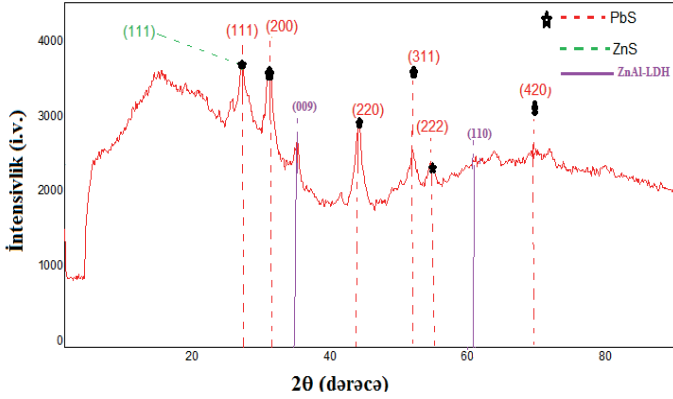
Aparılan tədqiqat nəticəsində polivinil spirtinin ZnAl-laylı ikili hidrokسيدlə modifikasiyası əsasında qurğuşun (II) sulfid nanokompoziti alınmışdır. 0,015 mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ və 0,005 mol $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ kristalhidratları ayrı-ayrılıqda hər biri 40 ml suda həll edildi. Alınmış məhlula 40 ml 10 %-li polivinil spirti və 25 ml NaOH əlavə edildi, 90°C temperaturda 10 saat qızdırıldı. Normal pH alınana kimi yuyuldu və havada quruduldu. ZnAl-LİH/PVS əsasında PbS nanohissəciklərinin sintezi üçün 0,06 qram polimer kompozit çəkilmiş və üzərinə 18 ml 0,01 M $Pb(NO_3)_2$ məhlulu əlavə edilmişdir. 24 saatdan sonra nümunələr distillə suyu ilə yuyulmuş və sulfidləşmə reaksiyasını aparmaq üçün 18 ml 0,01 M qatılıqlı $Na_2S \cdot 9H_2O$ əlavə olundu (1-ci dövrün başlaması). 24 saatdan sonra nümunələr bir daha distillə suyu ilə yuyulmuş və proses dövrlərlə təkrar olunmuşdur. 3-cü və 6-cı dövrlərdən sonra nümunələr havada qurudulmuşdur. Alınan birləşmənin quruluş xüsusiyyətləri Bruker 2D markalı rentgen toz difraktometri ilə öyrənilmişdir. Ultrabənövşəyi spektroskopiyaya ilə alınmış nümunələrin optiki xassələri Spekord 250 markalı UB spektrometrində ultrabənövşəyi-görünən oblastda tədqiq edilmiş, qadağan olunmuş zonanın eni hesablanmışdır.

NƏTİCƏLƏR VƏ ONLARIN MÜZAKİRƏSİ

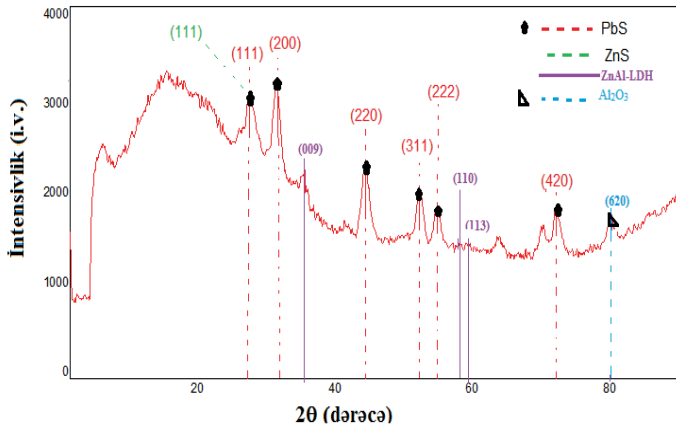
Müxtəlif reaksiya şəraiti və parametrləri seçməklə alınmış qurğuşun (II) sulfid nanohissəciklərində müşahidə olunan nəticələr fiziki tədqiqat metodları ilə analiz olunmuşdur. PbS nanohissəciklərinin orta ölçüsü Debay-Şerer tənliyi ilə hesablanmışdır [16].

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Burada, D-hissəciklərin diametri, K- sabit (0,9), λ - rentgen şüalarının dalğa uzunluğu (0,15406 nm), β -difraksiya zolağının yarımdalğa enidir.



Şək. 1. 0,01 M $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ məhlulundan istifadə etməklə hazırlanmış PbS/LiH-PVS nanokompozitinin difraktoqramı (3 dövr)



Şək. 2. 0,01 M $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ məhlulundan istifadə etməklə hazırlanmış PbS/LiH-PVS nanokompozitinin difraktoqramı (6 dövr)

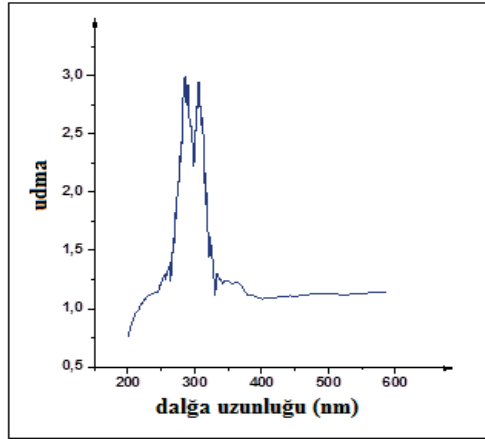
Şəkil 1-dən görüldüyü kimi PbS nanokristalı 2θ -nın 26° , 30° , 43° , 51° , 53° və 70° qiymətlərində 6 dəqiq piklə müşahidə olunur və bu dərəcələrə $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$, $\{311\}$, $\{222\}$ və $\{420\}$ difraksiya siqnalları uyğun gəlir. Şəkildə görünən güclü və iti difraksiya pikləri təmiz alınmış nanokristallara uyğun gəlir. 3-cü və 6-cı dövrün difraksiya siqnallarına nəzər saldıqda, demək olar ki, difraktoqramlar bir-birinə oxşardır. Bu oxşarlıq onların ölçülərində və kristal qəfəsində özünü göstərmişdir. PbS nanohissəciklərinin orta ölçüsü 3-cü tsikldən sonra 2,2 nm, 6-cı dövrdən sonra isə 2 nm olmuşdur. Buradan görünür ki, mühitdə PbS nanohissəcikləri ilə yanaşı ZnS hissəcikləri də formalaşmışdır.

Nanohissəciyin ölçüsünün kiçilməsi qadağan olunmuş zonanın eninin artmasına səbəb olur.

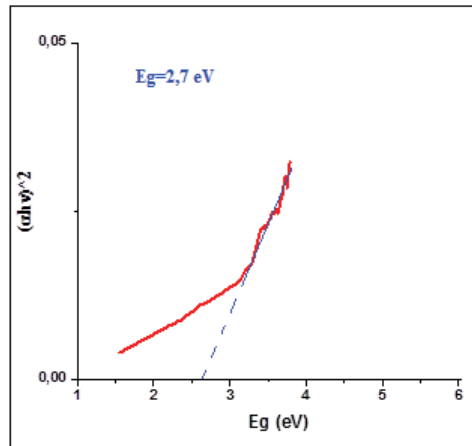
PbS/LiH-PVS nanokompozitinin optiki xassələri UB-gör. spektroskopiya metodu ilə öyrənilmişdir. Şəkil 3-də nanokompozitin udma spektri, şəkil 4-də $(\alpha hv)^2$ -nın qadağan olunmuş zonanın enindən asılılığı verilmişdir. Qadağan olunmuş zonanın eni aşağıdakı düsturla hesablanmışdır [17]:

$$\alpha \sim \frac{1}{hv} (hv - E_g)^{\frac{1}{2}} \quad (2)$$

Burada, α –udma əmsalı, hv -fotonun enerjisi, E_g -isə qadağan olunmuş zonanın enerjisidir.



Şəkil 3. PbS/LiH-PVS nanokompozitinin UB-gör. spektroskopiya ilə udma spektri



Şəkil 4. PbS/ LiH-PVS nanokompoziti üçün qadağan olunmuş zonanın eni

UB-gör. spektroskopiya metodu ilə PbS/LiH-PVS nanokompoziti üçün qadağan olunmuş zonanın eni 2,7 eV öyrənilmişdir. Ədəbiyyat materiallarından məlumdur ki, valent zona ilə keçirici zona arasında qadağan olunmuş zonanın eni hissəciyin ölçüsünün azalması ilə artır [18,19].

ӘДӘБИҢҢАТ

1. Baishya U., Sarkar D., Bull. Mater.Sci. 34, 1285–1288 (2011).
2. Ruiz-Hitzky E., Aranda P., Darder M., Ogawa M. Chem. Soc.Rev. 40, 801–828 (2011).
3. Balayeva N.O., Azizov A.A., Alosmanov R.M., Eyvazova G.M., Muradov M.B. Synthesis of CuS and PbSnanocrystalson the basis of PE/NBR polymer/ elastomeric composites for their applications, Composites B 53 (2013) 391–394
4. Xiang J., Yu S.-H., Liu B., Xu Y., Gen X., Ren L. Inorg. Chem. Commun. 7 (2004) 572. [14] Y. Liu, D. Hou, G. Wang, Chem. Phys. Lett. 379 (2003) 67.
5. Yu Y., Du F.P., Yu J.C., Zhuang Y.Y., Wong P.K. J. Solid State Chem. 177 (2004) 4640.
6. Lee S.M., Jun Y.W., Cho S.N., Cheon J.W. J. Am. Chem. Soc. 124 (2002) 11244.
7. Wise, F.W. 2000. Lead salt quantum dots: The limit of strong quantum confinement. *Acc. Chem. Res.*, 33: 773–780. doi:10.1021/ar970220q
8. Wu H., Yang Yi., Oh E., La F., Yu D. Nanotechnology 23,265602 (2012)
9. Yang X., Wu Q.S., Ding Y.P., Liu J. Korean Chem. Soc. 27,377–380 (2006)
10. Borhade A.V., Uphade B.K. ChalcogenideLett. 9, 299–306 (2012)
11. Xia Y.N., Yang P.D., Sun Y.G., Wu Y.Y., Mayers B., Gates B., Yin Y.D., Kim F., Yan Y.Q. Adv. Mater. 15 (2003) 353.
12. Rao C.N.R., Deepak F.L., Gundiah G., Govindaraj A. Prog. Solid State Chem. 31 (2003) 5
13. Mukherjee M., Datta A., Chakravorty D. Appl. Phys. Lett. 64 (1994) 1159.
14. Okuno T., Lipovskii A.A., Ogawa T., Amagai I., Masumoto Y., Lumin J. 87–89 (2000) 491.
15. Gunasekaran M., Ichimura M. Jpn. J. Appl. Phys. 44, 7345 (2005)
16. Garcia C., Coello V., Han Z., Radko I.P., Bozhevolnyi S.I. Opt. Express 20, 7771–7776 (2012)
17. Deshmukh S.H., Burghate D.K., Shilaska S.N., Deshmukh P.T. Indian J. Pure Appl. Phys. 46, 344–348 (2008)
18. Lee S.M., Jun Y.W., Cho S.N., Cheon J.W., Am J. Chem. Soc. 124 (2002) 11244.
19. Balayeva N.O., Mamiyev Z.Q. Synthesis and studies of CdS and ZnS-PE/NBR modified thermoplastic elastomeric copolymer nanocomposite films, Mater. Lett. 162 (2016) 121–125.

СИНТЕЗ НАНОКОМПОЗИТОВ РЬS/СДГ-ПВА СИЛАР МЕТОДОМ

**Х.А.ИБРАГИМОВА, А.А.АЗИЗОВ, О.О.БАЛАЕВА,
Р.М.АЛОСМАНОВ, Г.Г.МУРСАЛОВА**

РЕЗЮМЕ

В статье описан синтез наночастиц сульфида свинца (II) в матрице поливинилового спирта методом адсорбции и реакции ионного слоя (СИЛАР) с использованием комбинации $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, основанной на модификации ZnAl-бинарного гидроксида. Синтез нанокompозита проводили при комнатной температуре, а водный раствор соли $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ использовали в качестве реагента для сульфирования. По результатам дифрактометра в полимерной матрице формировались нанокристаллы PbS кубической структуры. Средний размер нанопроволок сульфида свинца (II), полученных на основе ZnAl- СДГ/ПВА, составлял 2,2 нм в 3-м цикле и 2 нм после 6-го цикла. Ширина запрещенной оптической зоны в нанокompозите составляет 2,7 эВ.

Ключевые слова: полимерные нанокompозиты, сульфид свинца (II), полупроводник, оптические свойства, структурные свойства.

THE SYNTHESIS OF PbS/LDH-PVA NANOCOMPOSITE BY SILAR METHOD

**Kh.A.IBRAHIMOVA, A.A.AZIZOV, O.O.BALAYEVA,
R.M.ALOSMANOV, G.Q.MURSELOVA**

SUMMARY

In this study we report the synthesis of lead (II) sulfide nanoparticles in a polyvinyl alcohol matrix by the method of adsorption and reaction of the ionic layer (SLAR) using $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ based on the modification of ZnAl-binary hydroxide. The nanocomposite synthesis was carried out at room temperature, and the aqueous solution of $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ salt was used as a sulfurizing reagent. According to the results from the diffractometer, cubic structure PbS nanocrystals were formed in the polymer matrix. The average size of lead (II) sulfide nanocomposite obtained on the basis of ZnAl-LDH/PVA was 2.2 nm in the 3rd cycle and 2 nm after the 6th cycle. The width of the optical forbidden zone in the nanocomposite is 2.7 eV.

Keywords: polymer nanocomposites, lead (II) sulfide, semiconductor, optical properties, structural properties.

Redaksiyaya daxil oldu: 09.10.2019-cu il

Çapa imzalandı: 24.02.2020-ci il