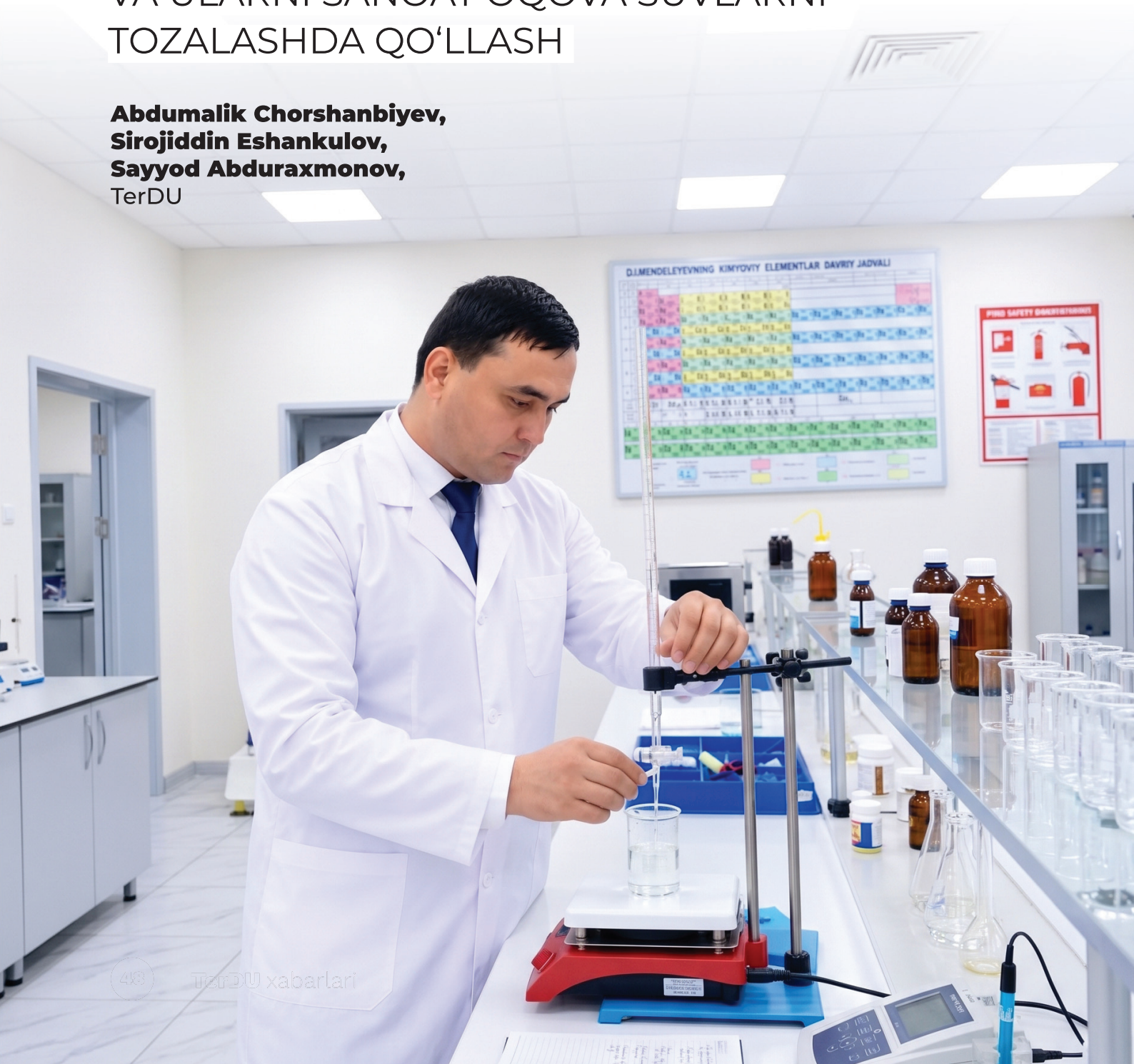


YANGI TURDAGI NANOTUZILISHLI METALL OKSIDLARINI OLISH

VA ULARNI SANOAT OQOVA SUVLARNI
TOZALASHDA QO'LLASH

**Abdumalik Chorshanbiyev,
Sirojiddin Eshankulov,
Sayyod Abduraxmonov,
TerDU**



Annotatsiya.

Ushbu maqolada Ni/TiO₂ nanomaterialining zol-gel usulida sintezi hamda sintez sharoitiga turli omillarning ta'siri o'rganilgan. Tadqiqot natijasida optimal sintez harorati va vaqti 500 °C haroratda 4 soat ekanligi aniqlandi. Dastlabki moddalarning mol nisbati (izopropil sipirt: TTIP: suv: Ni(NO₃)₂·6H₂O) 20:10:17:1: bo'lganda reaksiya unumi eng yuqori darajaga yetadi. Sintez qilingan yangi TiO₂ nanomaterialiga nikel ionlarini kiritish orqali materialning kristall panjarasi va yuzasiga ta'siri o'rganildi. Natijada, fotokatalitik faollik bo'yicha eng samarali kompozit sifatida 3% Ni kiritilgan Ni/TiO₂ nanomateriali aniqlandi. Skanerlovchi elektron mikroskop tasvirlar turli masshtablarda a-2 μm, b-5 μm, c-10 μm, d-20 μm tahlil qilindi. Yangi sintez qilingan 3% Ni kiritilgan Ni/TiO₂ nanomaterialining EDX tahlil natijalariga ko'ra, ushbu tahlillar elementlarning spektral xususiyatlarini aniqladi, Ni kiritilgan namunaning nisbatlarini ko'rsatdi va EDX usuli yordamida materialning tarkibini o'rganildi. Yangi sintez qilingan 3% Ni kiritilgan Ni/TiO₂ nanomaterialining Raman spektrilari tahlil cm⁻¹ cho'qqilarda Ni dopingidan kelib chiqadigan biroz siljishlar paydo bo'ldi.

Kalit so'zlar:

SEM-skanerlovchi elektron mikroskop, nanomaterial, sintez, spektroskopiya, UB-spektrofotometriya, TTIP-titan (IV) izopropoksidi, Raman tahlil.

Аннотация.

В данной статье изучен синтез наноматериала Ni/TiO₂ золь-гель методом и влияние различных факторов на условия синтеза. В результате исследования установлено, что оптимальная температура и время синтеза составляют 4 часа при 500 °C. Выход реакции достиг наивысшего уровня при молярном соотношении исходных материалов (изопропиловый спирт: TTIP: вода: Ni(NO₃)₂·6H₂O) 20:10:17:1:.. Изучено влияние введения ионов никеля в синтезированный новый наноматериал TiO₂ на кристаллическую решетку и поверхность материала. В результате наиболее эффективным композитом с точки зрения фотокаталитической активности был идентифицирован наноматериал Ni/TiO₂ с 3% Ni. Изображения, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа, анализировались в разных масштабах: а) - 2 мкм, б) - 5 мкм, в) - 10 мкм, г) - 20 мкм. Согласно результатам EDX-анализа синтезированного наноматериала Ni/TiO₂,

легированного 3% Ni, эти анализы выявили спектральные свойства элементов, показали пропорции легированного Ni образца и изучили состав материала с помощью метода EDX. Рамановские спектры синтезированного наноматериала Ni/TiO₂, легированного 3% Ni, показали небольшие сдвиги пиков в см⁻¹ из-за легирования Ni.

Ключевые слова:

СЭМ - сканирующий электронный микроскоп, наноматериал, синтез, спектроскопия, УФ-спектрофотометрия, TTIP - изопропоксид титана (IV), рамановский анализ.

Abstract.

In this article, the synthesis of Ni/TiO₂ nanomaterial by the sol-gel method and the influence of various factors on the synthesis conditions were studied. As a result of the study, it was found that the optimal synthesis temperature and time were 4 hours at 500 °C. The reaction yield reached the highest level when the molar ratio of the starting materials (isopropyl alcohol : TTIP : water : Ni(NO₃)₂·6H₂O) was 20:10:17:1:.. The effect of introducing nickel ions into the synthesized new TiO₂ nanomaterial on the crystal lattice and surface of the material was studied. As a result, the most effective composite in terms of photocatalytic activity was identified as the Ni/TiO₂ nanomaterial with 3% Ni. Scanning electron microscope images were analyzed at different scales: a-2 μm, b-5 μm, c-10 μm, d-20 μm. According to the results of EDX analysis of the newly synthesized Ni/TiO₂ nanomaterial with 3% Ni, these analyses determined the spectral properties of the elements, showed the proportions of the Ni-doped sample, and studied the composition of the material using the EDX method. Raman spectra analysis of the newly synthesized 3% Ni-doped Ni/TiO₂ nanomaterial showed slight shifts in the cm⁻¹ peaks due to Ni doping.

Key words:

SEM-scanning electron microscope, nanomaterial, synthesis, spectroscopy, UV-spectrophotometry, TTIP-titanium (IV) isopropoxide, Raman analysis.

Kirish.

Ni/TiO₂ nanotuzilishli fotokataliz uchun ideal yarim o'tkazgich sifatida qaralsa-da, u ko'rinadigan nurlanishni kam o'tkazishi va fotogeneratsiyalangan elektron/tirqish juftlarining tezkor rekombinatsiyasi kabi ba'zi cheklavlarga

Tajribaviy qism. Ni/TiO₂ nanomaterialining sintezi.

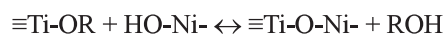
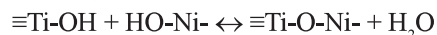
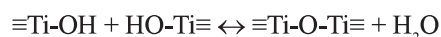
T/R	Moddaning nomi	Kimyoviy formulasi	Tozalik darajasi
1	Izopropil spirti	(CH ₃) ₂ CHOH	tozaligi>99.99%
2	Titan tetraizopropoksid	Ti(OCH(CH ₃) ₂) ₄	tozaligi>99.99%
3	Nikel nitrat	Ni(NO ₃) ₂ *6H ₂ O	tozaligi>99.99%
4	Xrom (III) xlorid	CrCl ₃ *4H ₂ O	tozaligi>99.99%

Ishlatilgan barcha kimyoviy moddalar analitik tozalikka ega va qo'shimcha tozalashlarsiz ishlatilgan.

ega.¹ Shunga ko'ra fotokataliz sohasining rivojlanishida tub burilish yasagan eng muhim kashfiyotlardan biri 1972 yilda Fujishima va Honda tomonidan kashf etilgan hisoblanadi.² Ko'rinadigan yorug'lik ostida sintezlangan polimorf Ni/TiO₂ zarralarining fotokatalitik faolligi suvli eritmalarida aniqlangan, so'ngra N-metilpirrolidon bilan erituvchi sifatida boyitilgan asosli eritmalarida o'rganilgan. Ni/TiO₂ ning ko'rinadigan yorug'lik ostida sintezlangan polimorf zarralarining fotokatalitik faolligi Ni/TiO₂ ning faolligidan taxminan 3,3 baravar yuqori edi.³ Nanomateriallar o'ziga xos panjara shtammlari tufayli quyma materiallarga nisbatan strukturaviy buzilishlarga yuqori chidamlilikni namoyish etadi. Shuning uchun, Ni/TiO₂ nanozarrachalarining sirt modifikatsiyasi, yaxlit Ni/TiO₂ modifikatsiyasidan ko'ra samaraliroq bo'lishi mumkin.⁴ Sol-gel texnologiyasi 1800 yillarning o'rtalaridayoq mavjud bo'lgan va deyarli bir asrdan keyin Schott Glass kompaniyasi (Jena, Germaniya)⁵ tomonidan qo'llanilgan. Sol-gel texnologiyasi kataliz uchun yangi materiallar⁶, kimyoviy sensorlar, membranalar, tolalar, optik daromad muhiti⁷, fotoxronik ilovalar va qattiq holat elektrokimyoviy qurilmalar va turli xil ilmiy va muhandislik sohalarida, masalan, keramika sanoati, yadro sanoati va elektron sanoatda qo'llaniladi. Ko'pgina tadqiqotlar shuni ko'rsatdiki, jarayonning turli xil variantlari va modifikatsiyalari katta bir xil konsentratsiyada va stexiometriya nazorati ostida toza yupqa plyonkalar yoki kukunlarni ishlab chiqarish uchun ishlatilgan.⁸

1% Ni kiritilgan Ni/TiO₂, 3% Ni kiritilgan Ni/TiO₂ va 5% Ni kiritilgan Ni/TiO₂ kabi nanokompozit materiallar sintezlari sol-gel usuli yordamida TTIP dan foydalanib sintez qilib olindi. Ushbu jarayonni bajarishda, birinchi navbatda 100 ml o'lchamli birinchi stakanga 50 ml izopropil spirtidan quyib olinib magnitli aralashtirgich

ustiga o'rnatildi va 1.42 gr 0.1 M TTIP ni ertmasi tayyorlab qo'shildi. Shundan so'ng 100 ml o'lchamli ikkinchi stakanga 25 ml H₂O quyilib unda 0.08 gr Ni(NO₃)₂*6H₂O tuzidan qo'shilib ertildi, so'ngra ustiga 25 ml izopropil spirt solinib aralashma tayyorlab olindi. Birinchi stakan ustiga buyretka o'rnatilib unga ikkinchi stakandagi eritma quyildi, magnitli aralashtirgichda 250 aylana/min. tezlikda aralashtirib turgan hollarda tomchilatib (25 sekunda 1 tomchidan) 7-8 soat davomida qo'shildi. Ushbu jarayonda sodir bo'ladigan kimyoviy reaksiyani quyidagicha keltirish mumkin:



Hosil bo'lgan mahsulot 10 soat davomida tindirishga qo'yildi. Tindirib olingan mahsulot filtdan o'tkazildi. Ikki-uch marotaba distillangan suvda yuvildi. Shundan so'ng mahsulotni quritish uchun 80 °C haroratda 2-3 soat davomida 16-rasmda ko'rsatilgan quritish pechiga qo'yildi. Quritib olingan qoldiq qo'lda maydalab olindi, so'ngra kalsinatsiya qilish uchun 500°C haroratda 4 soat davomida pechga qo'yildi.

1. Asosiy korpus: Issiqlikka chidamli maxsus metal,
2. Kuzatuv oynasi: Issiqlikka chidamli maxsus shisha.
3. Boshqaruv paneli: Haroratni sozlash, Vaqtini boshqarish, Dasturlash imkoniyati.
4. Ventilatsiya tizimi: Havoni aylantirib turish, Namlukni chiqarish.
5. Eshik mex-

1 Yang X., Wang D. Photophysics and photochemistry at the semiconductor/electrolyte interface for solar water splitting //Semiconductors and semimetals. – Elsevier, 2017. – T. 97. – C. 47-80.

2 Fujishima A, Rao T N, Tryk D A. Titanium dioxide photocatalysis. J Photochem Photobiol C Photochem Rev, 2000, 1: 1–21.

3 Carp O, Huisman C L, Reller A. Photoinduced reactivity of titanium dioxide. Prog in Solid State Chem, 2004, 32: 33–117.

4 Katouzadeh E., Zebarjad SM, Janghorban K. Paxta to'qimachilik mahsulotlariga qo'llaniladigan N-doped TiO₂ nano-qo'shimchalarining sintezi va ko'zga ko'rinadigan yorug'lik faolligi // Materials Research and Technology jurnali. – 2018. – T. 7. – Yo'q. 3. – 204-211-betlar.

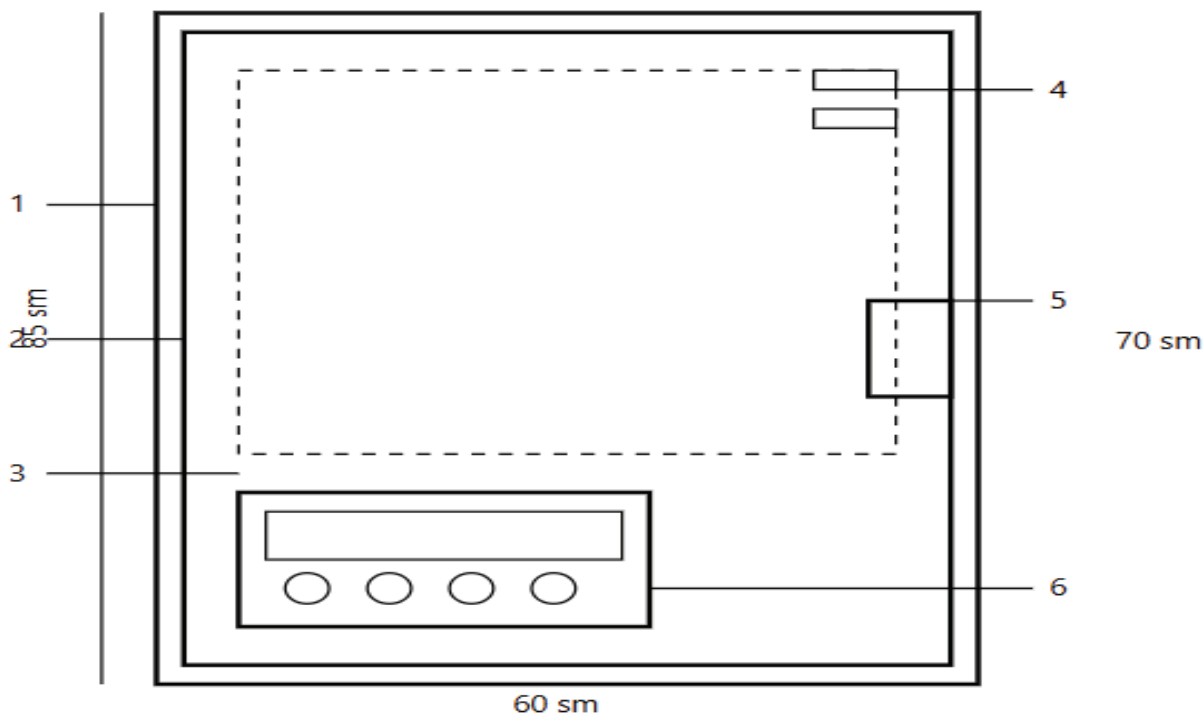
5 C.J. Brinker, G.W. Scherer, Sol-gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-gel Processing, Academic Press, Boston, MA, 1990.

6 Abood, M. K., E. T. Salim va J. A. Simon. "Optoelektronik dastur uchun oddiy kolloid suspenziyadan foydalangan holda tayyorlangan niobiy pentoksidi yupqa plyonka." *Nanoelektronika va materiallar xalqaro jurnali* 11.2 (2018).

7 De Souza, Gustavo CS va boshqalar. "CdTe-MTA kvant nuqtalari bilan o'rnatilgan silika plyonkalari orqali erkin reaktiv kislorod turlarining toza fotoinduksiya avlodi." *RSC avanslari* 6.11 (2016): 8563-8571.

8 Balaganapathi, T., et al. "PEG assisted synthesis of porous Ni/TiO₂ using sol-gel processing and its characterization studies." *Materials Chemistry and Physics* 189 (2017): 50–55.

1-rasm.

Quritish pechi GS-101 ning sxematik tasviri

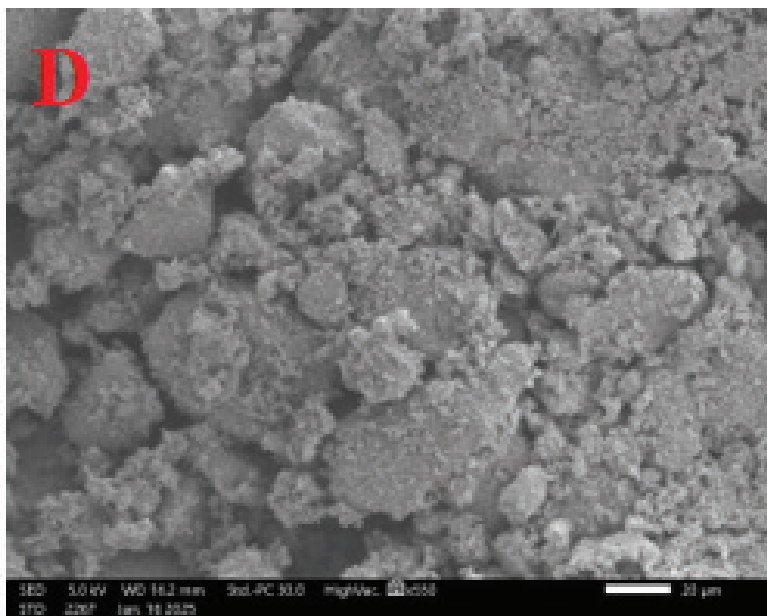
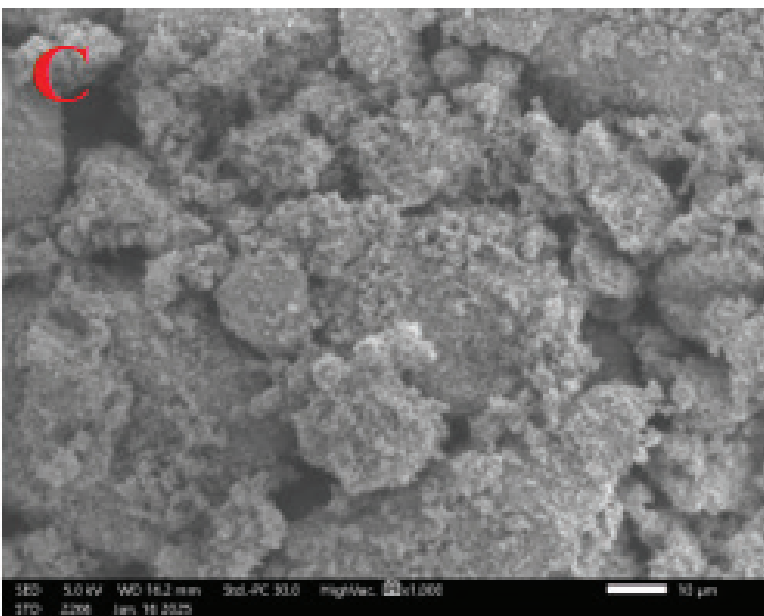
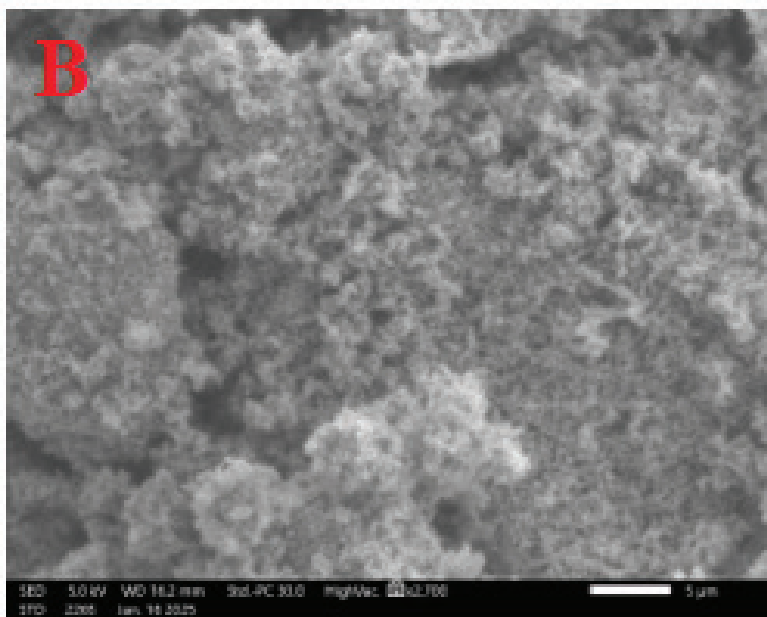
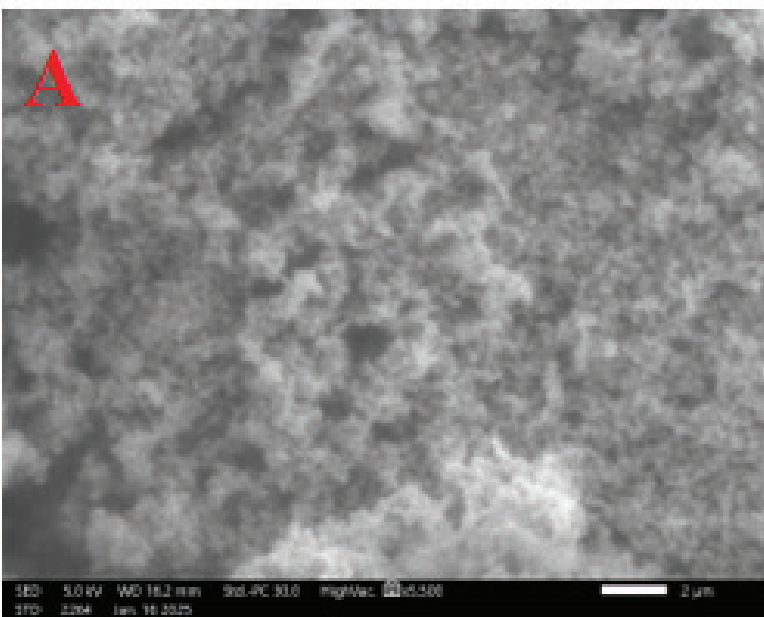
anizmi: Germetik yopilish tizimi, Issiqlik izolyatsiyasi.
6. Boshqaruv tugmalari: Harorat sozlash, Vaqt o'rnatish, Rejimlarni tanlash.

Ni kiritilgan TiO₂ nanomateriallarining SEM, EDX va Raman tahlili.

Sintez qilingan TiO₂ namunalariga tegishli ravishda 1%, 3%, va 5% miqdorda Ni metalli kiritildi. Adabiyot tahlillariga ko'ra, 5% gacha bo'lgan Ni konsentratsiyalar orasida ayniqsa, 3% Ni kiritilgan namunalar yuqori samaradorlik va o'ziga xos fizik-kimyoviy xususiyatlari bilan ajralib turadi [99]. Shu sababli, ushbu tadqiqot doirasida 3% Ni kiritilgan TiO₂ nanokompozitning SEM tahlili batafsil o'rganildi. 19-rasmda berilgan tasvirlar namunadagi Ni zarrachalarining taqsimlanishi va morfologik xususiyatlarini aks ettiradi. Tadqiqot davomida namunadan olingan SEM tasvirlar turli masshtablarda (a-2 μm , b-5 μm , c-10 μm , d-20 μm) tahlil qilindi. Tasvirlar Ni zarrachalarining TiO₂ matritsasidagi taqsimlanishi va struktura ichidagi o'zgarishlarni kuzatishga imkon beradi. 21a-rasmda, Ni zarrachalarining asosiy matritsa bo'ylab bir xil taqsimlanishi kuzatiladi. Zarrachalar o'lchami kichik bo'lib, ular yuzada nisbatan mayda agregatlar hosil qilgan. Shuningdek, TiO₂ yuzasida kichik g'ovaklar mavjudligi kuzatiladi, bu esa yuqori yuzalararo faollikka hissa qo'shishi mumkin. Shu bilan birga 21b-rasmda, Ni zarrachalarining to'planishi va agregatlarining kattalashgani aniqlanadi. Zarrachalar orasidagi masofa kamaygan, g'ovaklar soni esa sezilarli darajada ortgan. Bu holat, materialning katalitik faolligi

va elektr xususiyatlariga salmoqli ta'sir ko'rsatishi mumkin. 21c-rasmda esa yirik Ni agregatlarining shakllanishi qayd etilgan. Zarrachalar klasterlari orasidagi masofalar oshgan, bu esa materialning g'ovaklilikini sezilarli darajada kuchaytiradi. Shu bilan birga, g'ovaklarning o'lchamlari ham ortgan, bu esa gaz yoki suyuqliklar bilan o'zaro ta'sir yuzaga chiqishini yaxshilashi mumkin. 21d-rasmda, Ni zarrachalarining eng yirik agregatlari kuzatiladi. Bu bosqichda zarrachalar orasidagi bo'shliqlar kattalashgan bo'lib, strukturaning umumiy notekisligi va g'ovaklilik darajasining maksimal darajada oshgani aniqlanadi. Bunday struktura materialning mexanik barqarorligiga va yuzalararo kimyoviy ta'sirchanligiga ta'sir qilishi mumkin. Umuuman olganda, 3% Ni kiritilgan nanokompozitning SEM tahlili shuni ko'rsatadiki, A tasvirdan D tasvirga o'tgan sari Ni zarrachalarining to'planganligi va agregatlanish darajasi ortib boradi. Ushbu o'zgarishlar materialning fizik-kimyoviy xususiyatlari, jumladan, katalitik faollik, elektr o'tkazuvchanlik va mexanik xususiyatlariga sezilarli darajada ta'sir ko'rsatishi mumkin.

Shu bilan birga sol-gel usulida sintez qilib olingan TiO₂ namunasiga 1%, 3% va 5% Ni kiritilgan nanomaterialning EDX tahlili ham o'tkazildi (22a-rasm). Natijalar shuni ko'rsatdiki, TiO₂ Ka (4.52 keV) cho'qqilari Ti va O mavjudligini ko'rsatib, bu elementlar namunaning muhim tarkibiy qismi ekanligini tasdiqlaydi. Bunda TiO₂-96,124% ni tashkil qilganligini ko'rish mumkin. Shu bilan birga, 1% Ni Ka (7.48 keV) va Ni Kb (8.28 keV) cho'qqilari Ni asosiy va ikkilamchi cho'qqilarini ifodalaydi, bu namunada ularning sezilarli darajada 2.91% mavjudligini ko'rsat-



2-rasm.

*Ni kiritilgan TiO_2 nanomaterialning SEM tasvirlari
(a-2 μm , b-5 μm , c-10 μm va d-20 μm)*

di. Shuningdek, TiO_2 Ka (4.52 keV) choʻqqilari 92,291% boʻlgan boʻlsa, 3% Ni Ka (7.48 keV) va Ni Kb (8.28 keV) choʻqqilari Ni bu namunada 6.45% mavjudligini koʻrsatdi (22b-rasm). 5% Ni kiritilganda esa 9.529% ni tashkil qildi (22c-rasm). Ushbu tahlillar elementlarning spektral xususiyatlarini aniqladi, Ni kiritilgan namunaning nisbatlarini koʻrsatdi va EDX usuli yordamida materialning tarkibini isbotladi.

Shu bilan birga, 1%, 3% va 5% Ni kiritilgan namu-

nalarining Raman tahlillari ham oʻtkazildi. Tahlillar natijasida 1% va 5% Ni kiritilgan namunalarda 374 cm^{-1} dagi choʻqqi TiO_2 nanomaterialining anatza fazasiga xos boʻlib, 1% va 5% Ni kiritilgan namunalarda TiO_2 xos boʻlgan intensivlik oʻzgarishsiz qolganligi kuzatildi (23-a, c-rasm-lar). Biroq, 3% Ni kiritilgan namunada Ni dopingi natijasida yuqori tebranishli intensivlikda oʻzgarishlar kuzatildi. Shuningdek, 610 , 723 va 841 cm^{-1} choʻqqilarda Ni dopin-gidan kelib chiqadigan biroz siljishlar paydo boʻldi.



Ni kiritilgan TiO₂ nanomaterialning EDX tasvirlari (a-1% Ni, b-3% Ni, c-5% Ni kiritilgan namunalar)



1% ,3% va 5% Ni kiritilgan namunalarning Raman spektrlari