



Sveučilište u Zagrebu
Prirodoslovno-matematički fakultet
Kemijski odsjek
Poslijediplomski sveučilišni studij kemije
Smjer: Anorganska i strukturna kemija

SOL – GEL SINTEZA NANOČESTICA METALNIH OKSIDA

KEMIJSKI SEMINAR I

Dalibor Tatar

Mentor: prof. dr. sc. Igor Đerđ

Voditelj smjera: prof. dr. sc. Dubravka Matković – Čalogović

1. UVOD (1/1)

- nanočestice metalnih oksida – široka upotreba
- sol – gel sinteza
 - fazno čisti produkti
 - jednostavna i energetski isplativa
 - kontrola oblika i veličina nanočestica
 - nastanak homogenih uzoraka
- opisane sinteze i metode karakterizacije

2. METALNI OKSIDI (1/1)

- spojevi najmanje jednog metalnog kationa i aniona kisika
- jedinstvena svojstva u odnosu na bulk
- veća specifična površina
- primjena ovisi o veličini, obliku, stabilnosti i drugim svojstvima

2.1. SINTEZA NANOČESTICA (1/1)

METODE SINTEZE NANOČESTICA

FIZIKALNE METODE

Mehanokemijska sinteza – kuglični mlin

Raspršivanje (engl. Sputtering)

Laserska ablacija

KEMIJSKE METODE

Sol – gel sinteza

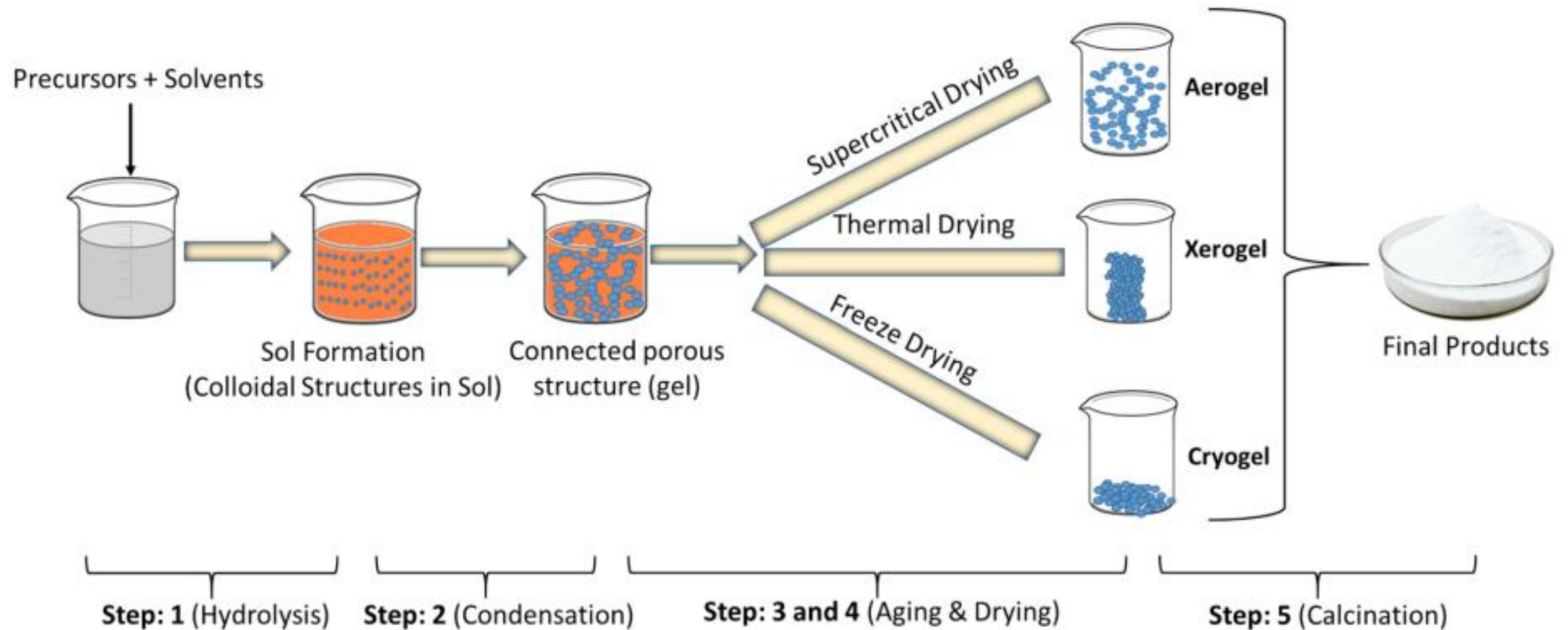
Hidrotermalna sinteza

Koprecipitacijske metode

2.2. UTJECAJ OBLIKA I VELIČINE NA SVOJSTVA (1/1)

- katalitička aktivnost zlata – hemisferičan oblik bolji od sferičnog
- oksidacija stirena – korištenje nanokockica Ag – **4X** brža reakcija od korištenja sferičnih nanočestica, a **14X** od korištenja nanopločica
- važnost kontroliranja sintetskih puteva za nastanak čestica točno određenog oblika i veličine

3. SOL – GEL SINTEZA (1/2)



3. SOL – GEL SINTEZA (2/2)

- 1. korak – **hidroliza** metalnog prekursora u otapalu
- 2. korak – **kondenzacija** – nastanak polimerne mreže
- 3. korak – **starenje** – smanjenje poroznosti i nakupljanje čestica
- 4. korak – **sušenje** – eliminacija preostalog otapala – nastanak gela
- 5. korak – **kalcinacija** – spaljivanje ostataka

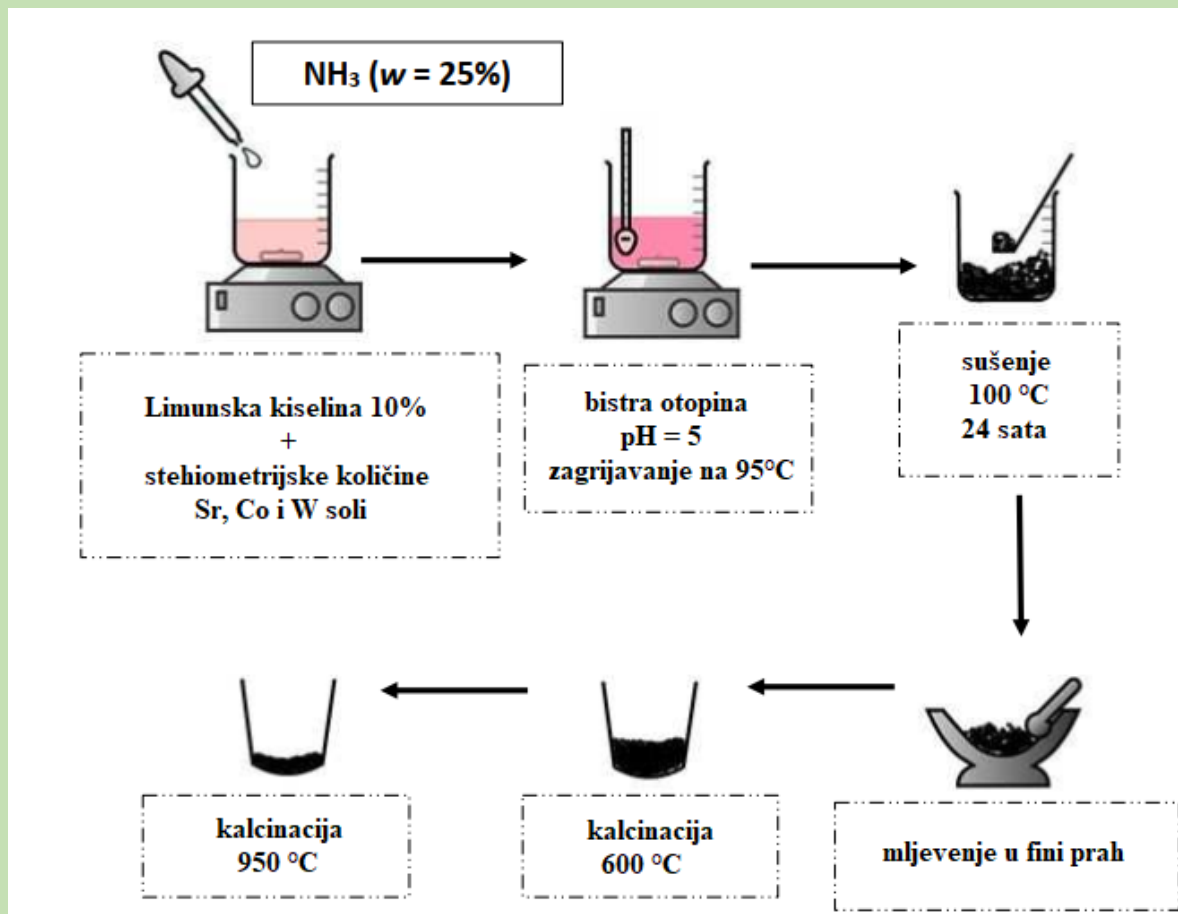
3.1. PECHINI METODA (1/1)

- sinteza dielektrika, magnetskih materijala, vodiča, katalizatora
- stvaranje citratnih kompleksa
- formiranje citratnog gela – 100 °C
- oksidacija i piroliza polimernog matriksa – 400 °C

3.2. MODIFICIRANA VODENA SOL – GEL METODA (1/2)

- korišćenje malih molekula (limunska kiselina) – kelatni agensi
- stabiliziranje kompleksa
- isparavanje otapala – nastanak koncentrirane otopine metalnih kelata

3.2. MODIFICIRANA VODENA SOL – GEL METODA (2/2)

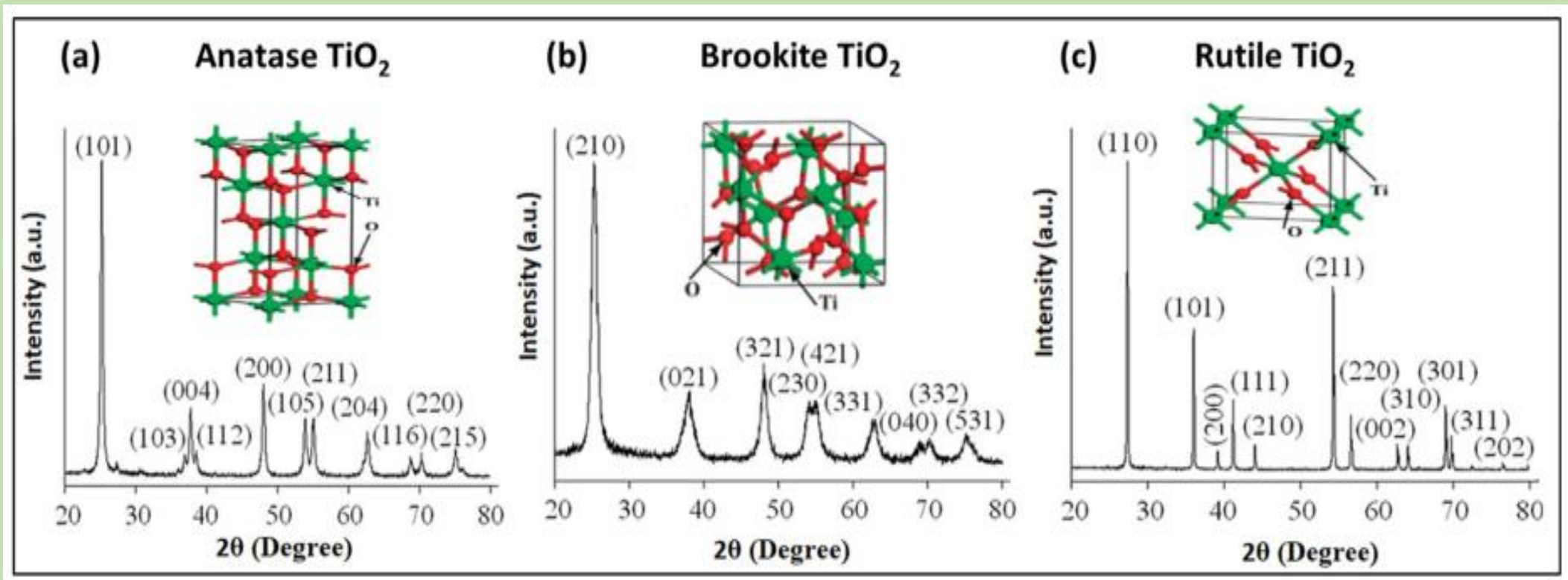


4.1. SINTEZA TiO₂ NANOČESTICA (1/1)

- usporedba hidrotermalne i sol – gel metode
 - titanijev(IV) izopropoksid, etanol i dušična kiselina
 - isti reakcijski uvjeti
 - manja veličina čestica kod sol – gel metode
- kristalne modifikacije TiO₂ nanočestica – temperature kalcinacije
 - anatas
 - rutil
 - brukit

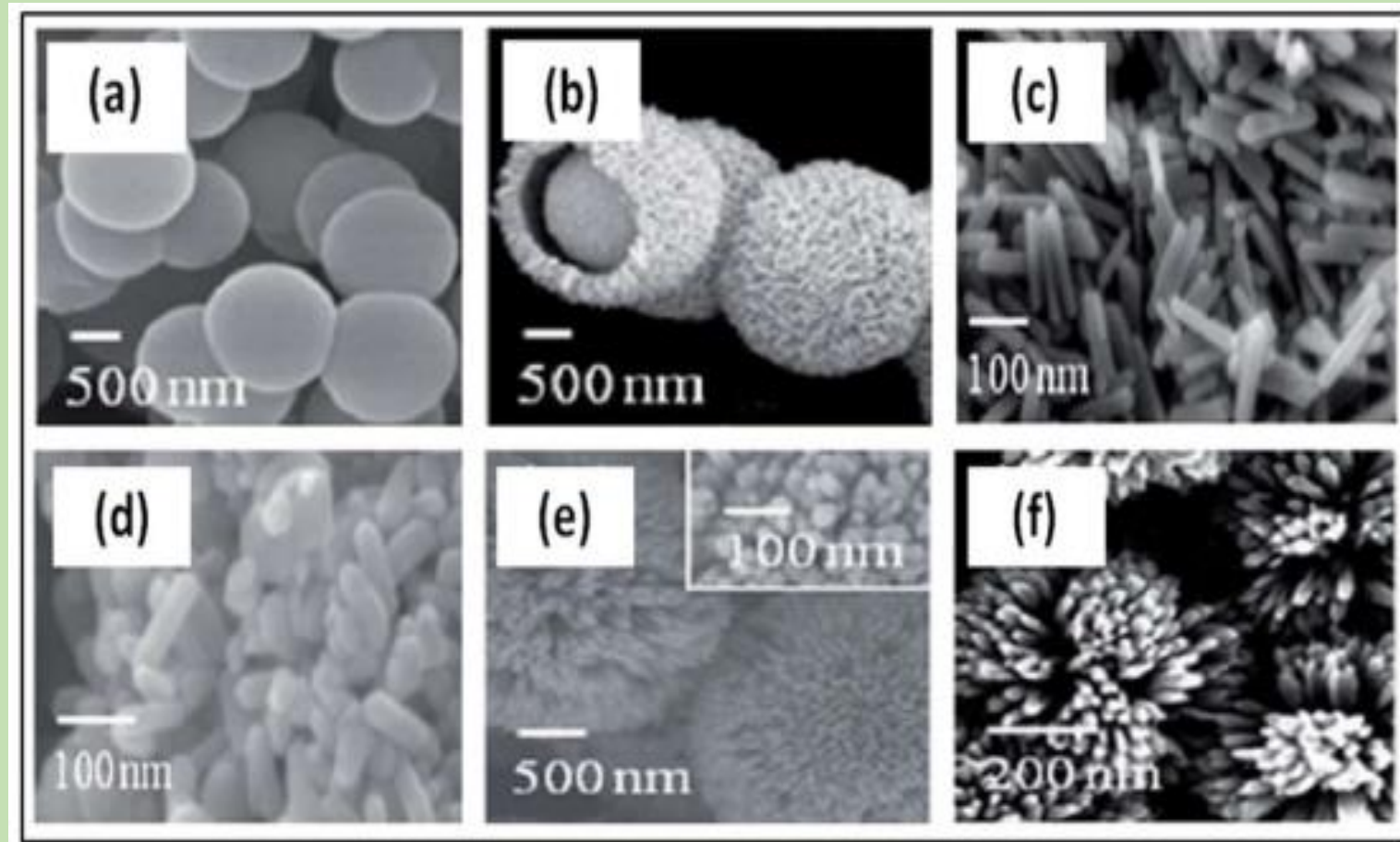
4.2. KARAKTERIZACIJA TiO_2 (1/3)

- Rentgenska difrakcija praha TiO_2 : (a) anatas, (b) brukit, (c) rutil

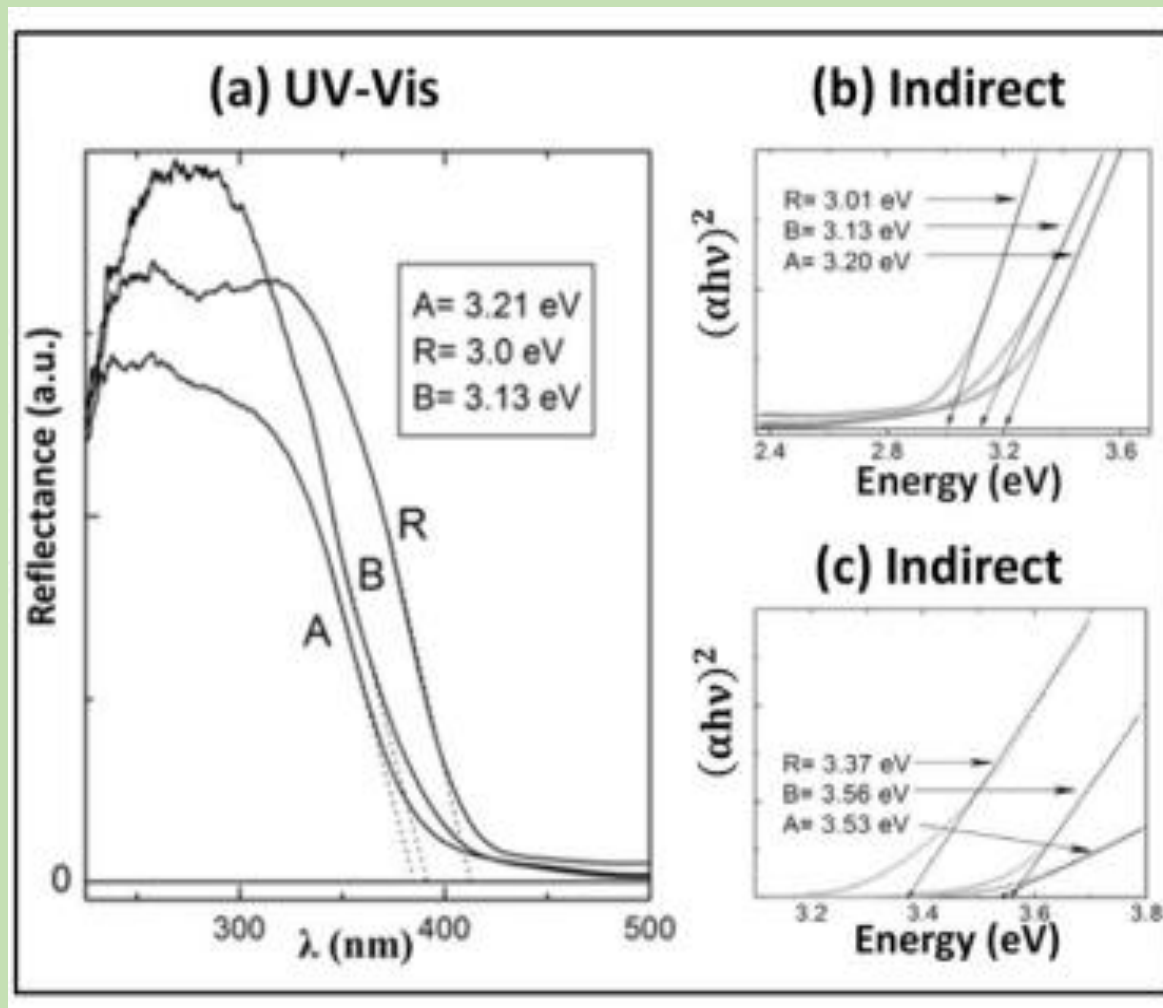


4.2. KARAKTERIZACIJA TiO₂ (2/3)

- SEM analiza: (a) i (b) anatas, (c) i (d) brukit i (e) i (f) rutil nanočestica



4.2. KARAKTERIZACIJA TiO₂ (3/3)



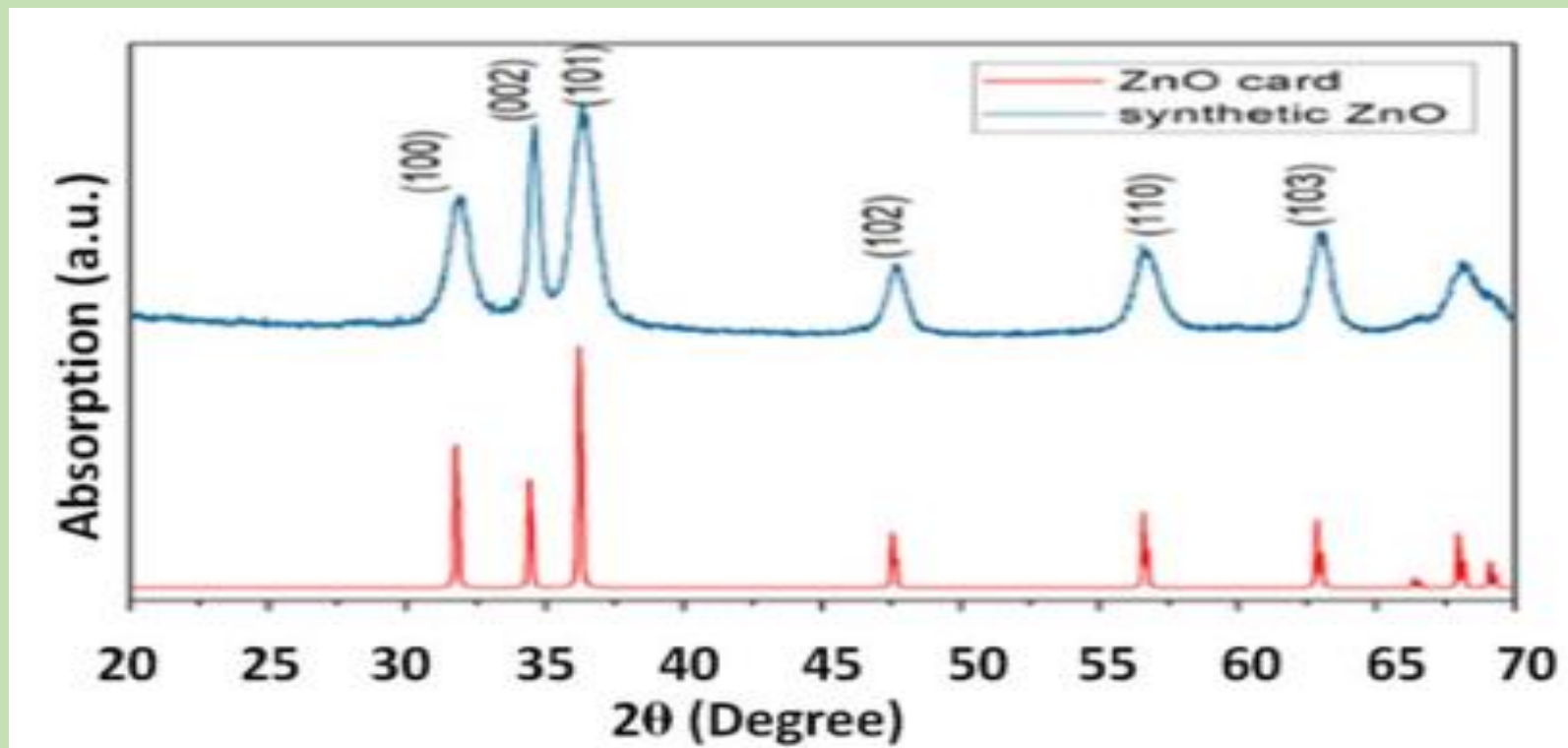
- (a) UV-Vis spektar nanočestica TiO₂ (A – anatas; B – brukit; R - rutil),
- (b) i (c) optički energetske procjep nanočestica TiO₂ (A – anatas; B – brukit; R - rutil)

5.1. SINTEZA ZnO NANOČESTICA (1/1)

- agens za dekontaminaciju sarina
 - Cinkov acetat, etanol i oksalna kiselina
- utjecaj temperature i NaOH na sol – gel sintezu ZnO
 - Povećanje temperature i/ili koncentracije NaOH – raste veličina čestica
- Ga, Al, Sn, Ni – dopirani ZnO – fotokatalitička, luminiscentna i optoelektronička svojstva

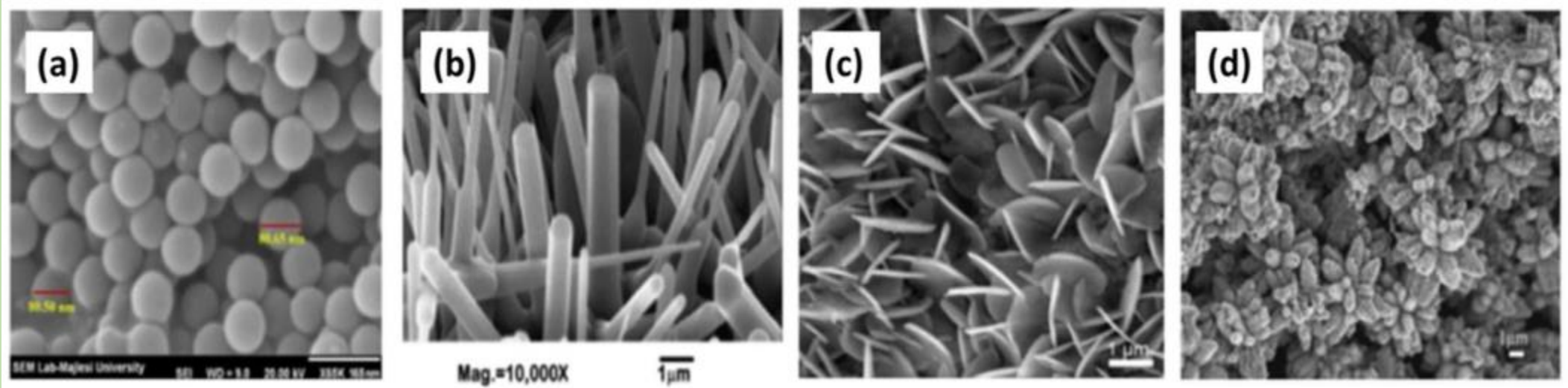
5.2. KARAKTERIZACIJA ZnO (1/3)

- heksagonalna struktura ZnO
- Rentgenska difrakcija praha uspoređena s standardnim vrijednostima



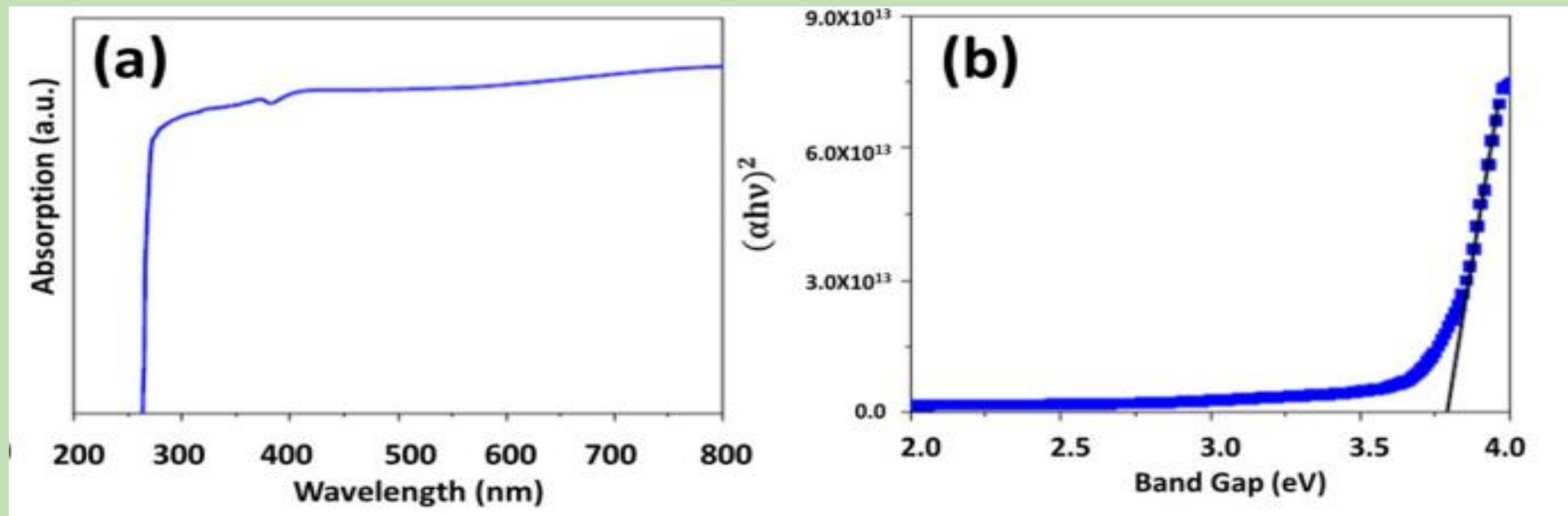
5.2. KARAKTERIZACIJA ZnO (2/3)

- FESEM i SEM analiza različitih struktura ZnO: (a) 0D, (b) 1D, (c) 2D i (d) 3D



5.2. KARAKTERIZACIJA ZnO (3/3)

- (a) UV-Vis spektar nanočestica ZnO,
- (b) određivanje energetske procjepa iz UV-Vis spektra nanočestica ZnO



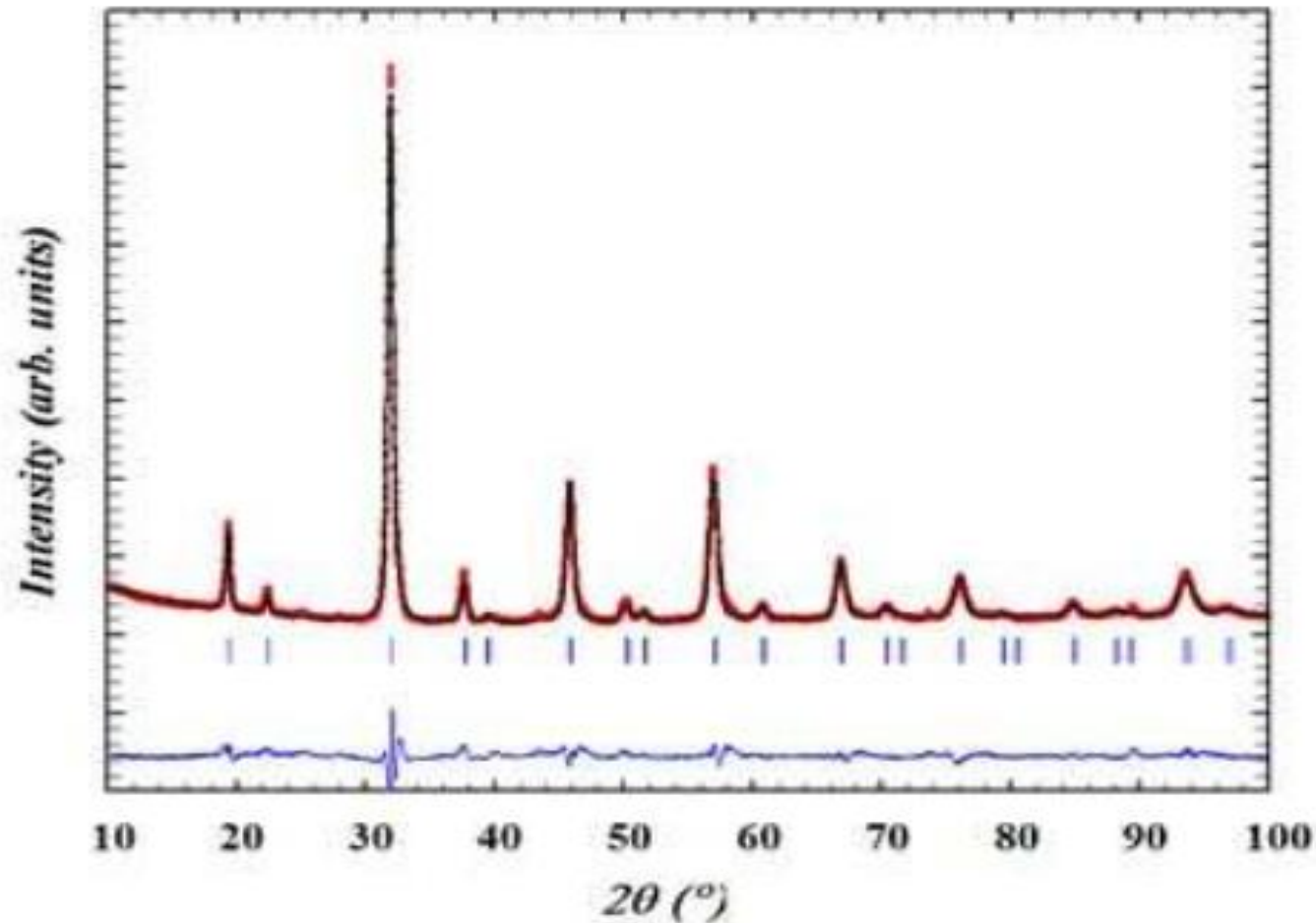
6. SOL –GEL SINTEZA $\text{Sr}_3\text{Co}_2\text{WO}_9$ (1/1)

- opća formula – ABX_3
- Sintetizirani trostruki perovskit
 - veličina čestica 23 nm
 - $a = 7,9073 \text{ \AA}$
 - citratna ruta sinteze
 - 81% iskorištenje
 - stroncijev(II) nitrat, kobalt(II) nitrat, amonijev volframat, 10% vodena otopina limunske kiseline

6.1. KARAKTERIZACIJA $\text{Sr}_3\text{Co}_2\text{WO}_9$ (1/4)

- za određivanje sintetskog mehanizma korišteno je:
 - UV-Vis spektroskopija
 - Ciklička voltometrija
 - Temperaturno ovisna rentgenska difrakcija praha
 - Termogravimetrijska analiza
- za određivanje kristalne strukture korišteno je:
 - Rentgenska difrakcija praha
 - Transmisijska elektronska mikroskopija (TEM)
 - Rentgenska fotoelektronska spektroskopija (XPS)
 - Raman spektroskopija
- određena magnetska i dielektrična svojstva

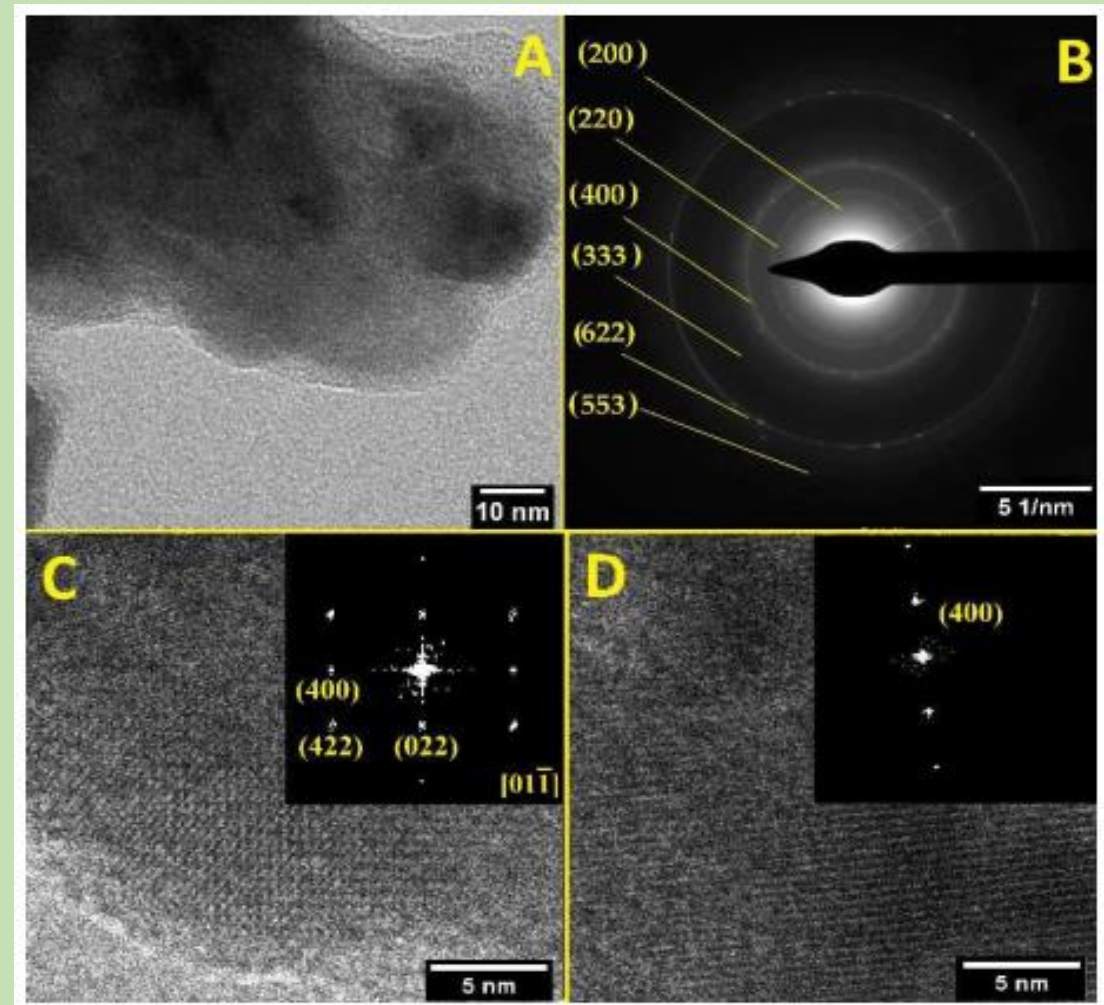
6.1. KARAKTERIZACIJA $\text{Sr}_3\text{Co}_2\text{WO}_9$ (2/4)



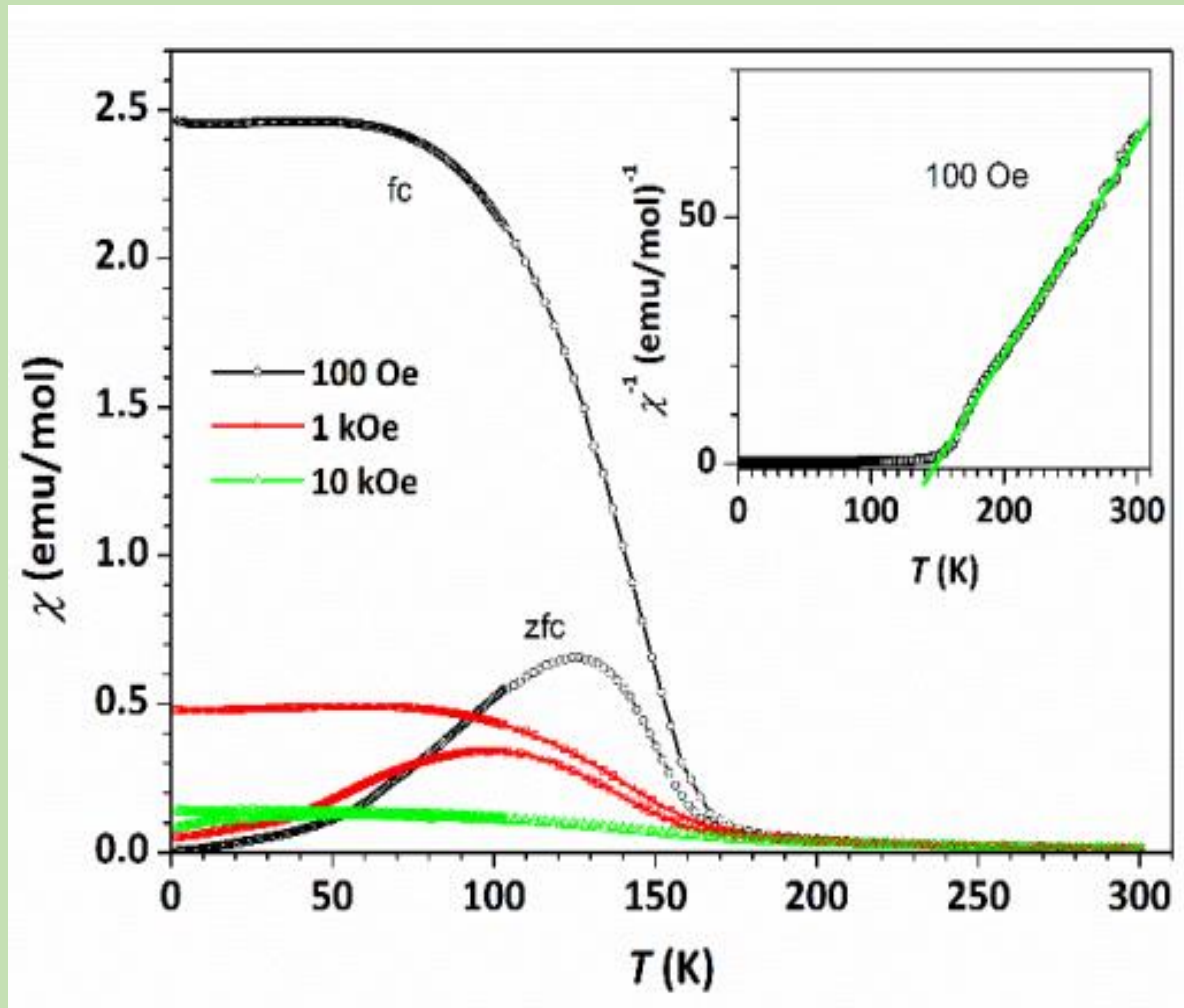
- rentgenska difrakcija praha
- Rietveldova analiza
- fazno čisti uzorak
- $a = 7,9073 \text{ \AA}$
- Fm-3m

6.1. KARAKTERIZACIJA $\text{Sr}_3\text{Co}_2\text{WO}_9$ (3/4)

- HRTEM (A)
- HRTEM s FFT (C i D)
- SAED (B)



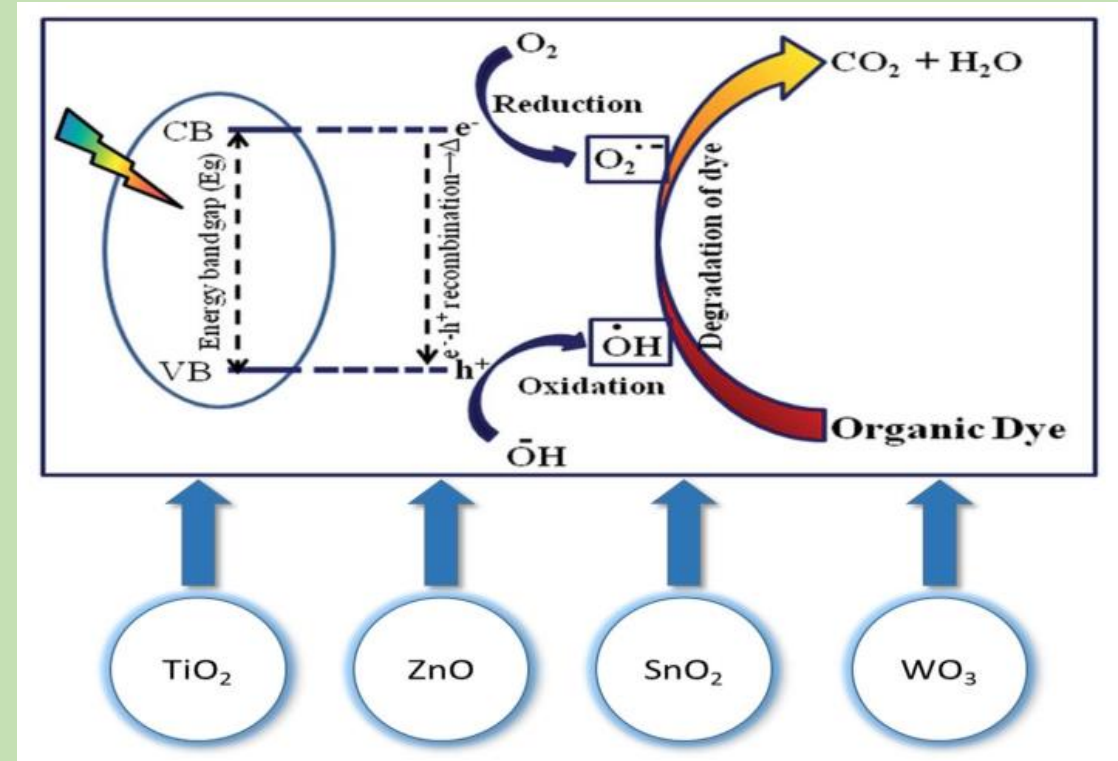
6.1. KARAKTERIZACIJA $\text{Sr}_3\text{Co}_2\text{WO}_9$ (4/4)



- određivanje magnetskih svojstava
- 2 stupnja hlađenja
- osjetljivost uzorka kao funkcija temperature mjereno u različitim magnetskim poljima

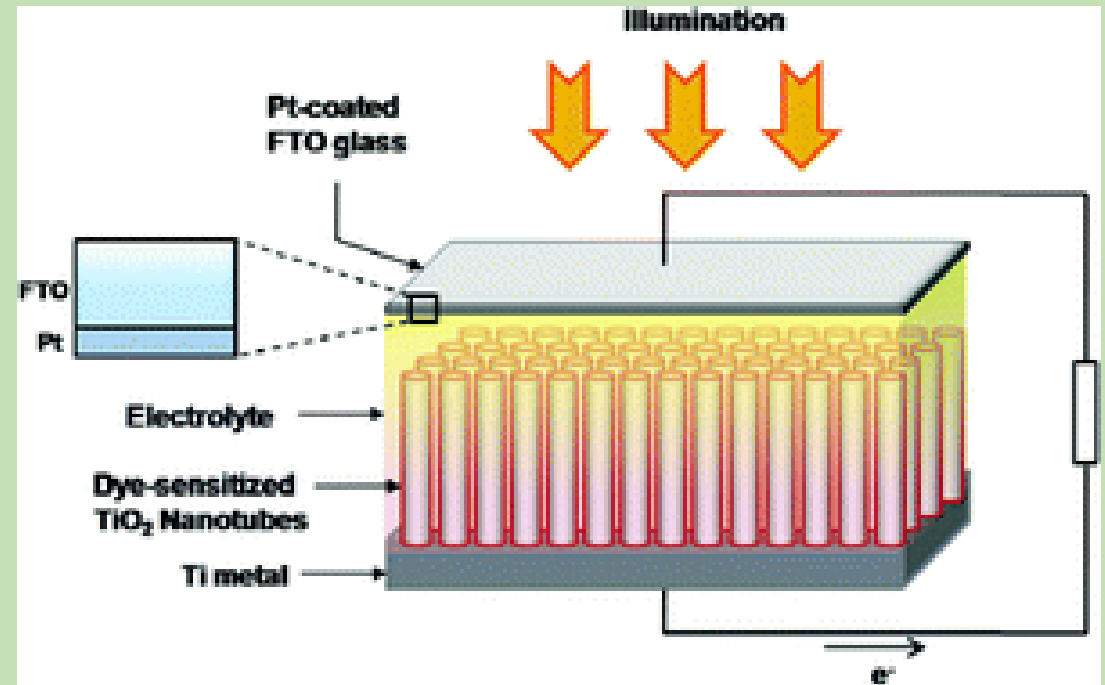
7.1. FOTOKATALITIČKA PRIMJENA (1/1)

- fotogenerirani nosači naboja
- utjecaj na tehnološki razvoj
- pročišćavanje otpadnih voda
- razgradnja organskih boja



7.2. PRIMJENA U SOLARNIM ČELIJAMA(1/1)

- prijenos elektrona
- bolja energetska učinkovitost
- nanočestice TiO_2
 - perovskitne solarne ćelije
 - solarne ćelije osjetljive na boju



7.3. PROIZVODNJA VODIKA (1/1)

- razvijanje vodika odvija se fotokatalitičkom reakcijom
- direktno razvijanje iz vode i sunčeva svjetla
 - solarne ćelije
- kemijska stabilnost
- fotoanode

7.4. POHRANA ENERGIJE (1/1)

- velika specifična površina metalnih oksida
- aglomeracija
- izrada elektroda i elektrodnog materijala

8. ZAKLJUČAK (1/1)

- **smanjenje veličina čestica**
- **široka primjena**
- **sol – gel metoda**
 - efikasnija od ostalih fizikalnih i kemijskih metoda sinteze nanočestica
 - veliko iskorištenje
 - utjecaj na veličinu i oblik nanočestica
 - ekonomska isplativost