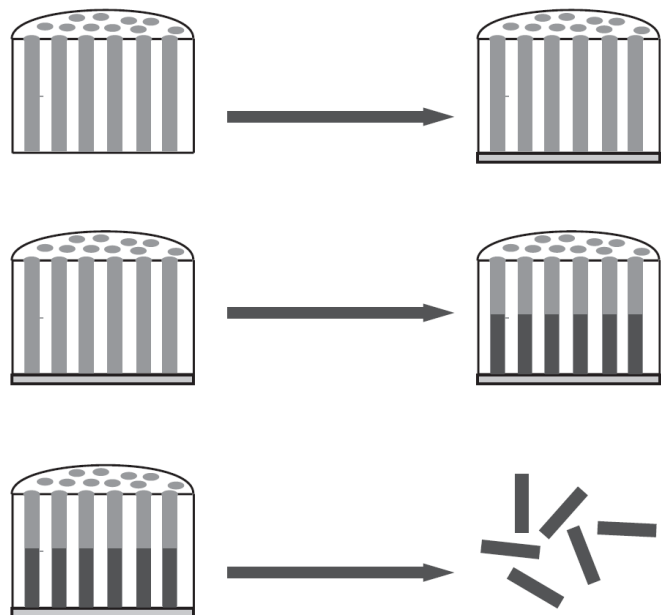


10. NIKELIO NANOVIELŲ GAVIMAS IR SAVYBIŲ TYRIMAS

Įvadas

Nanotechnologija yra fundamentalių ir taikomųjų mokslinių tyrimų sritis, kuri apima medžiagų sintezę, tyrimą, kontrolę ir manipuliavimą nanometriniame lygmenyje (1-100 nm), kuriame atsiranda unikalios medžiagų savybės ir reiškiniai, perspektyvūs naujiems pritaikymams. Dauguma įprastų medžiagų, susintetintų nanodarinių (nanodalelių, nanovielų, nanopluošto ir kt.) formoje, įgyja neįprastų savybių, pvz., žemesnė lydymosi temperatūra, chemiškai aktyvesnės, didesnis katalizinis aktyvumas, kitokios elektrinės, optinės, magnetinės savybės ir t.t. Nanotechnologijos apima ir naujų metodų, reikalingų medžiagų sintezei bei tyrimui (stebėjimui, matavimui, modeliavimui, manipuliavimui ir pan.) nanometriniame lygmenyje kūrimą. Tai labai intensyviai besivystanti mokslo sritis, o daug mokslininkų ir inžinierių mano, kad nanotechnologijų galimybės begalinės. Nano išmatavimų medžiagos jau gaminamos ir manipuluojamos ne tik mokslinėse laboratorijose, bet ir veržiasi į mūsų kasdienį gyvenimą medicinoje, energetikoje, informacinėse technologijose. Rinkai jau pasiūlyta nemažai nanotechnologijų sukurtų produktų.

Dabar intensyviai tiriamos ir nanovielos bei kitokios reguliarios panašios nanostruktūros, turinčios dideles taikymo galimybes nanoelektronikoje ir kitose srityse. Vienas iš galimų nanovielų sintezės metodų – sintezė naudojant nanoporų membranų trafaretą. Dažnai tam tikslui naudojamas porėtas aliuminio oksidas, turintis reguliarias išilgines nanoporas, kuriose ir auginamos nanovielelės (nanostrypeliai). Šios nanoporos elektrochemiškai užpildomos metalu ar metalų lydiniais, membrana chemiškai ištirpinama ir lieka susidarę



1 pav. Nanovielų sintezės shema, trafaretu naudojant aliuminio oksido membraną.

nanostrypeliai. Tokios sintezės procesas pavaizduotas 1 paveiksle: viršuje – vienoje pusėje poros uždengiamos elektrai laidžiu sluoksniu (pvz., sidabru, In/Ga lydiniu ir pan.), viduryje – ant laidaus sluoksnio porose elektrochemiškai auginamas metalas (pvz., Ni), apačioje – ištirpinama membrana (pvz., sidabras konc. HNO_3 , Al_2O_3 šarmo tirpale). Šis metodas jau naudojamas ir gaminant nanovielas iš oksidinių medžiagų. Ni nanovielos yra įdomios tuo, kad jos gali būti naudojamos magnetiniams duomenų kaupikliams, gali padidinti jų informacijos saugojimo tankį. Magnetinių nanovielų panaudojimas nanotechnologijose siejamas su galimybe kontroliuoti nanovielų vietą bei orientaciją.

Šio darbo tikslas yra elektrochemiškai pagaminti Ni nanovielas ir ištirti jų elgesį magnetiniame lauke.

Darbo aprašymas

1. Ni nanovielų gaminimas

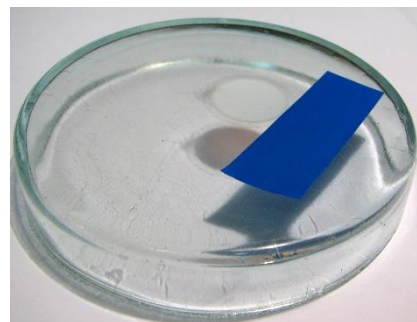
Nuplaunamas stiklinės Petri lėkštelės išorinis dugnas (plovimo priemone, vandeniu iš krano ir distiliuotu vandeniu), paviršius nusausinamas filtro popieriumi. Ant dugno neturi likti jokių nešvarumų ir riebalų, ypač toje vietoje, kur bus dedama membrana (neliesti pirštais). Net ir nedidelis riebalų kiekis gali užkšti dalį aliuminio oksido membranos porų.

Whatman Anodisc dėžutėje (2 pav.) yra aliuminio oksido membranos. Jos trapios, tad su jomis elgiamasi ypač atsargiai. Membranos krašte yra priklijuotas polipropileno žiedas, palengvinantis jų paėmimą ir manipuliavimą. Membranos imamos tik su pincetu ir tik už polipropileno žiedo, stengiantis nepaliesti trapios aliuminio oksido membranos. Vienoje membranos pusėje atsiveriantys kanalai (poros) yra siauresni, negu kitoje. Dėžutėje membranos sudėtos taip, kad viršutinis paviršius turi smulkesnes poras. Šitas paviršius bus užtepamas elektrai laidžia pasta.

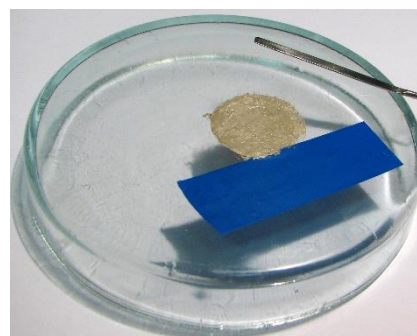
Pincetu iš Whatman dėžutės atsargiai išimama aliuminio oksido membrana ir padedama ant švaraus apverstos Petri lėkštelės dugno. Kad būtų patogiau užtepti



2 pav. Whatman Anodisc.



3 pav. Pritvirtinta Whatmano membrana.



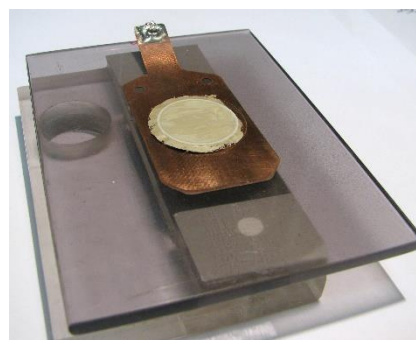
4 pav. Whatman membrana, užtepta elektrai laidžia pasta.

elektrai laidžią pastą, membranos polipropileno žiedo kraštas pritvirtinamas prie lėkštelės dugno lipnia juostele (3 pav.).

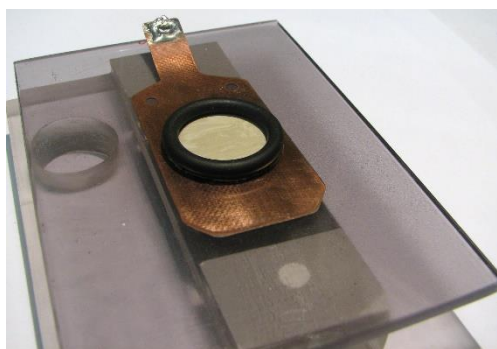
Membranos paviršius ir polipropileno žiedo kraštai užtepami plonu elektrai laidžios pastos sluoksniu – eutektiniu GaIn lydiniu. Membranos paviršiuje neturi likti neužteptų vietų, skylių (4 pav.).

Elektrolizės stovelio centre padedamas plokščias vario elektrodas ir ant jo padedama užtepta aliuminio oksido membrana, laidžia puse į apačią. (5 pav.). Ant aliuminio oksido membranos padedamas guminis žiedas (6 pav.) ir ant jo švelniai padedamas organinio stiklo elektrolizės indelis (7 pav.) Elektrolizės indelis atsargiai, bet gana stipriai prispaudžiamas prie gumos žiedo, indelio kraštai iš abiejų pusių pritvirtinami spaustukais prie elektrolizės stovelio (8 pav.). Į elektrolizės indelį įpilama nikeliavimo tirpalo (9 pav.). Nikeliavimo tirpalo sudėtis: 300 g/l $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 45 g/l H_3BO_3 ir 45 g/l $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

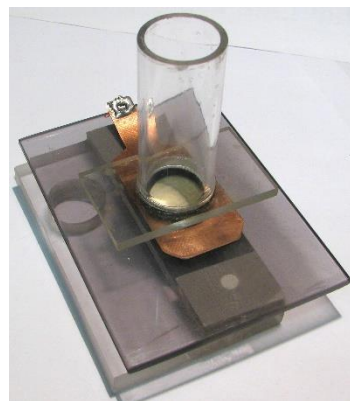
Įjungiamas maitinimo šaltinis ir nustatoma 1,5 V jo išėjimo įtampą. Į Ni dengimo tirpalą įmerkiamas Ni anodas (prijungiamas raudonas laidas) ir prijungiamas prie šaltinio “ + ” gnybto. Varinis elektrodas (juodas laidas) prijungiamas prie “ - ” gnybto (10, 11 pav.). Elektrolizę vykdoma 20-50 min. (kokį laiką pasirinkti klausti laboranto ar dėstytojo).



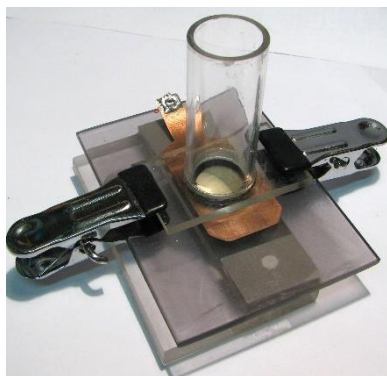
5 pav. Whatman membrana ant varinio elektrodo.



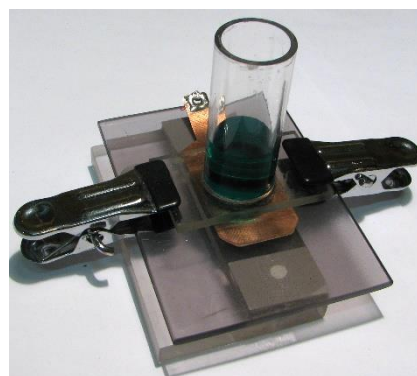
6 pav. Ant membranos padėtas guminis žiedas.



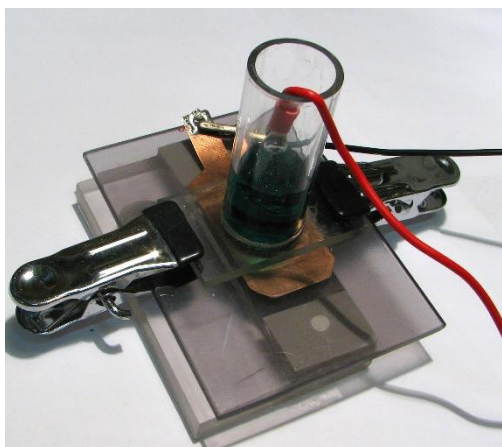
7 pav. Ant žiedo padėtas elektrolizės indelis.



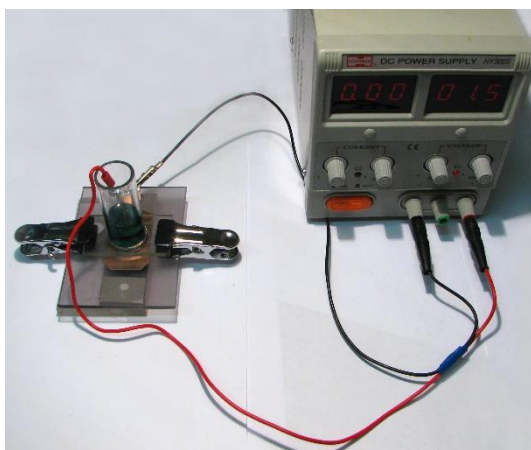
8 pav. Elektrolizės indelis pritvirtintas spaustukais.



9 pav. Elektrolizės indelis pripiltas nikeliavimo tirpalo.



10 pav. Elektrolizės indelis su elektrodais.



11 pav. Elektrocheminis Ni nusodinimas membranos porose.

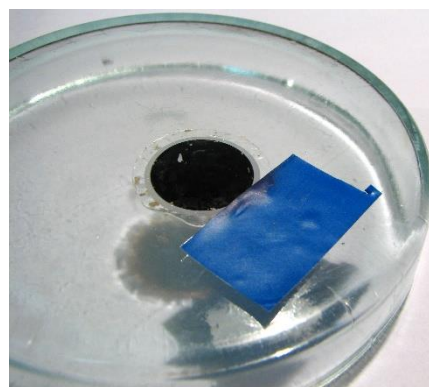
Pabaigus Ni nusodinimą, išjungiamas maitinimo šaltinis, ištraukiamas Ni anodas ir nuplaunamas vandeniui, nusausinamas. Nuo srovės šaltinio atjungiamas vario katodas. Nikeliavimo tirpalas išpilamas atgal į buteliuką, jis gali būti naudojamas daug kartų. Elektrolizės indelis praplaunamas distiliuotu vandeniu.

Ranka prispaudus iš viršaus elektrolizės indelį, atsargiai nuimami indelio tvirtinimo spaustukai, nuimamas elektrolizės indelis, guminis žiedas.

Membrana padedama ant Petri lėkštelės dugno vidinio švaraus paviršiaus, elektrai laidžia pasta į viršų. Membranos kraštas pritvirtinamas prie lėkštelės dugno lipnia juostele.

Traukos spintoje, naudojant vatos tamponą, suvilgytą konc. azoto rūgštimi, nuo membranos nuvaloma (nuėsdinama) elektrai laidži pasta. Nuėsdinus pastos sluoksnį, atsidengia juodas (dėl Ni porose) membranos paviršius (12 pav.). Dirbkite atsargiai, nes koncentruota azoto rūgštis yra labai pavojinga! Patekus konc. azoto rūgštis ant odos, ją greitai plaukite tekančiu vandeniu!

Nuėsdinus elektrai laidžią pastą, membrana nuplaunama distiliuotu vandeniu ir įdedama į 25 ml stiklinėlę su 6 M NaOH tirpalu. Po 5-10 min. aliuminio oksido membrana ištirpsta, tada pincetu ištraukiamas atsilaisvinęs plastikinis žiedelis. Po stiklinėle padedamas stiprus magnetas, kuris nikelio nanovieleles pritraukia prie dugno. Tebelaikant magnetą, išpilamas NaOH tirpalas, nanovielos praplaunamos kelis kartus distiliuotu vandeniu. Pabaigus plovimą, ant nanovielų stiklinėleje užpilama nedaug distiliuoto vandens (~10 ml). Gautasis tirpalas 25 ml stiklinėje talpinamas į ultragarso vonelę ir joje 300 sekundžių (5 min.) yra veikiamas ultragarso.



12 pav. Membrana po elektrai laidžios pastos nuėsdinimo.

2. Skenuojančios elektroninės mikroskopijos (SEM) tyrimas

Į 25 ml stiklinėlę įpilama 3-5 ml 2-propanolio ir pincetu į ją įdedama silicio plokštelė, matine puse į viršų (blizgia puse į apačią). Stiklinėlė patalpinama į ultragarso vonelę ir joje 300 sekundžių (5 min.) yra veikama ultragarso. Atsargiai, pincetu silicio plokštelė ištraukiama iš 2-propanolio ir blizgia puse į viršų padedama ant filtrinio popieriaus. Prilaikant pincetu silicio plokštelę, atsargiai, suspausto oro balionėliu nupučiami tirpiklio likučiai. Paruošta silicio plokštelė (blizgia puse į viršų) perkeliama ant optinio stikliuko. Ant nuvalytos blizgios silicio padėklo pusės yra užlašinamas vienas lašas nikelio nanovielų suspensijos. Optinis stikliukas kartu su silicio padėklu yra išdžiovinamas padėjus ant elektrinės plytelės krašto. Sausas ir paruoštas mėginys (silicio padėklas su Ni nanovielomis) pritvirtinamas abipuse anglies juostele prie SEM aliuminio laikiklio ir talpinamas į skenuojančio elektroninio mikroskopo kamerą. Kompiuterio ekrane stebima nikelio nanovielų morfologija. Išsisaugomos nikelio nanovielų nuotraukos, kurios turės būti pateiktos darbo aprašyme. Išmatuojami apytiksliai nanovielų geometriniai parametrai (skersmuo ir ilgis). Atliekamas elementinės sudėties tyrimas (EDX) ir išsisaugomi gautieji duomenys. Darbo aprašyme turės būti paaiškinami gautieji rezultatai ir padaromos išvados.

3. Nikelio nanovielų suspensijos elgesys magnetiniame lauke

Ištiriamas ir aprašomas nikelio nanovielų suspensijos elgesys magnetiniame lauke. Pradžioje, prie stiklinėlės su suspensija dugno pridedamas stiprus magnetas ir stebimas jo poveikis į nanovielų koncentraciją ir padėties kitimą, judinant magnetą.

4. Klausimų temos darbo gynimui

Nanomedžiagos ir nanotechnologijos.

Elektrocheminis Ni nusodinimas.

Ni nanovielų gaminimas ir savybės.

Darbe naudojama įranga (SEM, EDX), veikimo principai.

5. Literatūra

1. A. K. Bentley, M. Farhoud, A. B. Ellis, G. C. Lisensky, Anne-Marie Nickel, and W. C. Crone, "Template Synthesis and Magnetic Manipulation of Nickel Nanowires," *Journal of Chemical Education*, **82**, 765-768 (2005).
2. <http://mrsec.wisc.edu/Edetc/nanolab/nickel/index.html>
3. <http://www.mrsec.wisc.edu/edetc/cineplex/nickel>
4. <http://mrsec.wisc.edu/Edetc/nanotech/index.html>