



Текстурирование в тонких кремнеземных пленках, допированных наночастицами Pt/Pd



Губанова Н.Н.^{1,2}, Матвеев В.А.², Шилова О.А.¹

¹ Институт химии силикатов РАН

² Петербургский институт ядерной физики НИЦ КИ

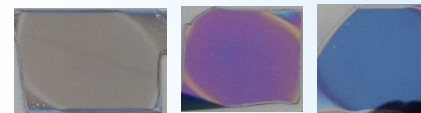
Исследование кремнеземных пленок, допированных наночастицами Pt/Pd, вызывает большой интерес в связи с их возможным применением в качестве каталитических слоев. Каталитические свойства биметаллических наночастиц в пленках определяются их размерами, структурой, и преимущественной ориентацией, которые в свою очередь зависят от метода их получения. Одним из наиболее технологически простых и мало затратных методов получения таких пленок является нанесение золя с помощью центрифугирования (spin-coating method).



Si(OEt)₄, EtOH, BuOH, H₂O, H⁺, [PtCl₆]²⁻, Pd²⁺

Нанесение с помощью центрифуги 2500 об/мин, сушка 130/250 С

Тонкая пленка



SiO₂ матрица с наночастицами Pt/Pd

ПЭМ фотографии (просвечивающий электронный микроскоп TITAN-80, НИЦ КИ, Москва). Анализ изображений и FFT преобразование с помощью программы Digital Micrograph Gatan.

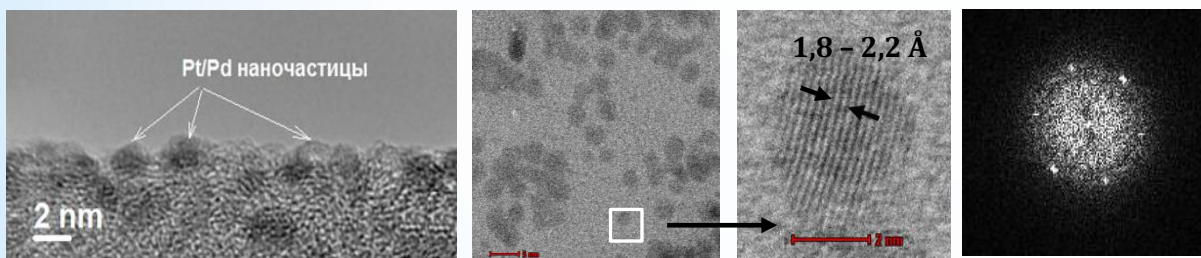


Рис. 1. Микрофотографии пленки золя состава 1Pt_1Pd_130 (профиль пленки – вид сбоку, «на просвет», наночастица Pt/Pd и ее FFT-образ).

Морфология поверхности пленок (атомно-силовая микроскопия, ИХС РАН, С.-Петербург).

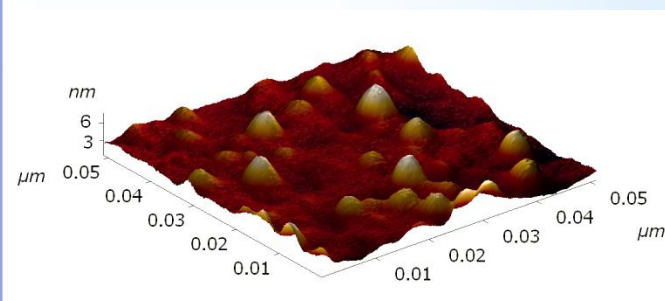


Рис. 2. 3D АСМ-изображения поверхности пленки 1Pt_1Pd_250

Толщина и шероховатость пленок (метод рентгеновской рефлектометрии зеркального отражения, дифрактометрический комплекс ДРОН-ЗМ (CuKα), ПИЯФ НИЦ КИ, Гатчина)

Образец пленки	2Pt_1Pd_250	1Pt_1Pd_250	1Pt_2Pd_250
Pt:Pd:Si, моль	1Pt:0.5Pd:15Si	1Pt:1Pd:14Si	1Pt:2Pd:11Si
d, nm	33.1±0.4	38.3±0.6	41.3±1.4
<n _e >, 10 ³ nm ⁻³	0.60±0.02	0.62±0.02	0.65±0.02
<ρ>, kg/m ³	2.07±0.07	2.21±0.07	2.22±0.07
σ, nm	6.1±0.2	6.3±0.2	7.2±0.4

Фазовый состав пленок (рентгенофазовый анализ на дифрактометрическом комплексе Rigaku SmartLab (CuKα, 9kW), Гатчина, ПИЯФ НИЦ КИ). Состав кристаллитов Pt/Pd определяли в ксерогелях .

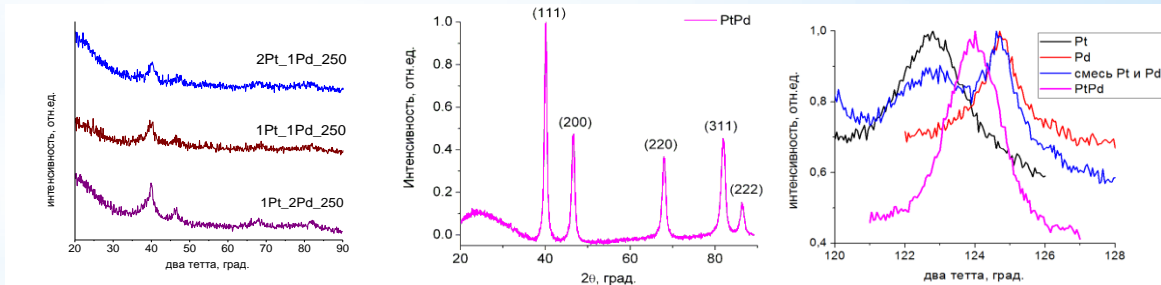


Рис. 3. Дифрактограммы пленок различного состава (а), ксерогеля состава 1Pt_1Pd с наночастицами Pt/Pd (б) и фрагменты рентгенограмм золь с наночастицами Pt или Pd, смеси золь Pt и Pd, и золя состава 1Pt_1Pd с биметаллическими наночастицами (в).

Исследование текстуры пленок методом съемки полюсных фигур (съемка полюсных фигур производилась на дифрактометрическом комплексе Rigaku SmartLab (CuKα, 9kW), Гатчина, ПИЯФ НИЦ КИ, при постоянном угле падения рентгеновского пучка на образец ω = 0.5 град.).

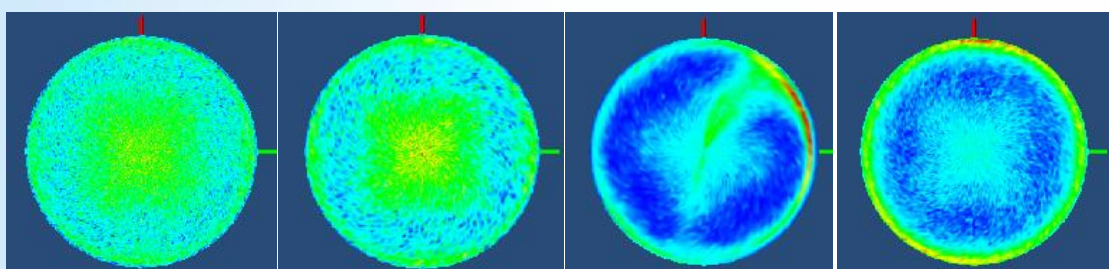


Рис. 4. Полюсные фигуры пленок с Pt/Pd наночастицами.

Проявление и усиление интенсивности, с увеличением содержания металлических частиц, колец на полюсных фигурах свидетельствует о наличии в пленках текстуры, плоскости {111} преимущественно ориентированы параллельно поверхности образцов.

Публикации:

Shilova O.A., Gubanova N.N., Matveev V.A., Ivanova A.G., Arsentiev M.Y., Pugachev K.E., Ivankova E.M., Kruchinina I.Yu. Processes of film-formation and crystallization in catalytically active 'spin-on glass' silica films containing Pt and Pd nanoparticles. Journal of Molecular Liquids, 2019, 288, P. 110996. <https://doi.org/10.1007/s10971-019-04971-y>

Gubanova N.N., Matveev V.A., Shilova O.A. Bimetallic Pt/Pd nanoparticles in sol-gel-derived silica films and xerogels. Journal of Sol-Gel Science and Technology. 2019, P. 1-9. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2019.110996>

Заключение

- ✓ Из золь, с помощью метода центрифугирования ("spin-coating" метод) формируются тонкие кремнеземные пленки (толщиной 30-40 нм), содержащие наночастицы Pt/Pd;
- ✓ Кристаллиты (наночастицы) Pt/Pd имеют размеры от 2-3 до 6 нм;
- ✓ Биметаллические наночастицы Pt/Pd обладают единой кристаллической структурой по типу твердого раствора;
- ✓ В кремнеземных пленках, допированных наночастицами Pt/Pd наблюдается текстурирование, кристаллиты ориентированы плоскостью {111} параллельно поверхности пленки и подложки.