

Sinteza NiO

Au fost sintetizate pulberi oxidice pe bază de NiO prin metode diferite, în scopul evaluării performanțelor senzitive pentru diferite gaze de test și de asemenea pentru a corela proprietățile senzitive cu cele structurale, morfologice și de chimia suprafeței.

1. **NiO1 – Metoda 1** - NiO a fost obținut printr-o metodă de sinteză hidrotermală pornind de la azotatul de Ni ca Ni (NO₃)₂ hidratat, ca precursor anorganic pentru Ni, apa ca solvent, etilen glicol (EG) ca agent de direcționare structurală și acid etilendiaminetetraacetic (EDTA) ca agent de complexare. Amestecul obținut prin dizolvarea reactivilor menționați mai sus în apă, s-a menținut sub agitare continuă timp de 24 de ore, la temperatura camerei, urmată de tratament hidrotermal la 180°C timp de 24 de ore. Precipitatul rezultat a fost filtrat și spălat cu apă și etanol, uscat la 100°C, și tratat termic în aer la 400°C, timp de 8 ore. Ulterior, o parte din pulbere a fost tratată termic la 500°C, timp de 8h în aer. Scopul a fost acela de a urmări modificările în structura cristalină, morfologie precum și chimia suprafeței. Având în vedere că în mecanismul de sensing un rol important îl au grupările OH_{ads} pe suprafață (detectate prin XPS), practic gradul de hidroxilare al suprafeței, am efectuat acest tratament termic la temperatură mai mare pentru a monitoriza ponderea acestora. Probele au fost **notate NiO-1_400** și respectiv **NiO-1_500**.
2. **NiO2 – Metoda 2** – Această metodă de preparare abordează de asemenea un protocol de sinteză care implică tratamentul hidrotermal. În acest caz ca precursor pentru Ni am folosit acetilacetonatul de Ni (Ni(C₅H₇O₂)₂), ca solvent etanol, urea (CO(NH₂)₂) ca agent de hidroloză, Tripropilamina (TPA) ca agent de direcționare structurală, Polivinil pirolona (PVP) ca stabilizator și hidroxidul de tetrabutil amoniu (TBAOH) ca mediator de pH. NiAcAc a fost dizolvat în etanol, după care s-a adăugat PVP. După 30 minute de agitare la temperatura camerei a fost adăugată ureea și TPA iar pH-ul a fost reglat la valoarea ~11 cu TBAOH. Soluția obținută a fost lăsată sub agitare continuă până a doua zi în vederea maturării, apoi tratată hidrotermal la 180°C timp de 24h. Soluția tratată hidrotermal a fost lasată la temperatura ambiantă timp de 3 săptămâni, până la obținerea unui gel cu aspect de rășină. Acesta a fost uscat la 80°C, sub vid timp de 2h apoi tratat termic la 400°C, timp de 8h în aer. Întrucât cantitatea

obținută a fost relativ mică (0.44 g) nu a mai fost realizat tratamentul termic la temperatura de 500°C ca în cazul metodei 1. Proba a fost notată cu **NiO-2_400**.

3. **NiO3 – Metoda 3** –În acest caz am dezvoltat printr-o metoda de autoasamblare, obținerea unui NiO modificat cu Graphene nanoplatelets (GNP). Ca precursor de Ni am utilizat acetilacetoantul de nichel (NiAcAc) iar ca solvent apa și etanol în raport de 1:1. NiAcAc a fost dispersat în amestecul de apă și etanol, sub agitare puternică (1000 rot/min), la o temperatură de 40°C, timp de 30 minute, după care se adaugă Triton X100 și Tripopilamina ca agenți de direcționare structurală, hidroxidul de tetrabutil amoniu (TBAOH) pentru solubilizarea completă a ionilor de Ni precum și GNP. Amestecul obținut se menține la temperatura camerei sub agitare timp de 48h, ultrasonicat 30 minute pentru dispersarea foarte bună a grafenei și pentru a evita formarea aglomeratelor de Ni. După uscare pulberea de culoare neagră este supusă tratamentului termic la 400°C și respectiv 500°C, timp de 6h în aer. Probele au fost notate: **NiO_rGO_400** respectiv **NiO_rGO_500**