

ساخت نانوذرات اکسید قلع و بررسی اثر دما بر ساختار آنها

پاکروان، راضیه^۱؛ کاظمی نژاد، ایرج^۱؛ فربد، منصور^۱

^۱گروه فیزیک، دانشگاه شهید چمران، اهواز

چکیده

در این تحقیق، نانوذرات اکسید قلع به روش رسوب شیمیایی تحت شرایط دمایی مختلف تولید شدند. نانوذرات تولید شده با استفاده از الگوی پراش پرتو ایکس (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز جرم سنجی حرارتی (TGA) مورد مطالعه و بررسی قرار گرفتند. مطالعه الگوی پراش پرتو ایکس، ساختار تتراگونال نمونه‌ها را تأیید کرد. بررسی تصاویر SEM نشان داد که با افزایش دما، اندازه ذرات کاهش می‌یابد و مطالعه آنالیز TGA نشان داد که با افزایش دما، کاهش جرم صورت گرفته است.

Synthesis of SnO₂ nanoparticles and investigation of temperature on their structure

Pakravan, razie¹; Kazeminezhad, Iraj¹; Farbod, Mansour¹

¹ Department of Physics, Faculty of science, Shahid Chamran University, Ahvaz

Abstract

In this study, SnO₂ nanoparticles were synthesized at different temperatures by chemical precipitation. The particles were studied using XRD, SEM and TGA. X-ray diffraction (XRD) studies confirmed the SnO₂ tetragonal structure of the specimens and the SEM images showed the mean particles size decrease when the temperature increases. TGA analysis showed that by increasing temperature, mass is decreased.

مقدمه

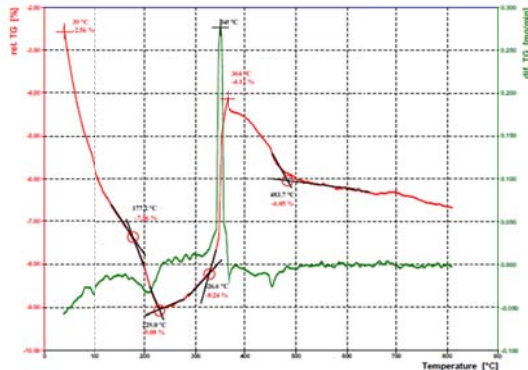
دارد، یکی از مواد برجسته در خانواده یاکسیدهای فلزی می‌باشد [۴-۲].

در سال ۱۹۶۲ سیاما^۱ برای اولین بار اکسید قلع را به عنوان ماده نیم-رسانا به علت حساسیت بالا، پاسخ سریع به گاز مورد سنجش و پایداری بالا برای مواد حسگر گازی بکار برد [۷-۵]. یکی از روش‌های ساخت حسگر گازی اکسید قلع، روش رسوب بخار فیزیکی است که روشی مبتنی بر تکنیک خلاء می‌باشد. این روش به علت امکان کنترل پذیری خلوص و ضخامت لایه، به طور وسیعی برای نشان دادن لایه‌های حساس به گاز به کار می‌رود [۸]. اساس این روش، تبخیر ماده‌ی مورد نظر در محفظه خلأ و چگالش بخار آن بر روی زیر

نیم‌رساناها گروهی از مواد شیمیایی هستند که در مواردی از قبیل وابستگی هدایت الکتریکی به دما، نور، غلظت حامل‌های بار در واحد حجم و فاصله‌ی نوارهای ظرفیت (هدایت) با فلزات تفاوت دارند. این تفاوت‌ها سبب بروز رفتارهای جالبی در این گروه از مواد می‌شود که در فلزات مشاهده نمی‌شود [۱]. در سال‌های اخیر، اکسید قلع توجه محققین زیادی را به خود جلب کرده است. اکسید قلع یک نیم‌رسانای نوع n با گاف انرژی ای در حدود ۳/۶ eV می‌باشد و به واسطه‌ی خواص فیزیکی و پتانسیل کاربردی که در صنایع الکترونیک، به عنوان آند در باتری‌های لیتیومی، ساخت سلول‌های خورشیدی، سوپرکازن‌ها، کاتالیزورها و حسگرهای گازی

^۱Seiyama

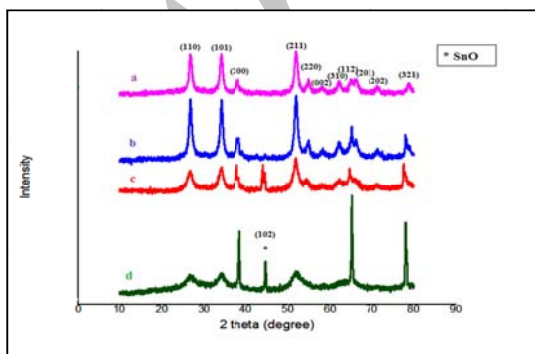
^۲Physical vapor deposition (PVD)



شکل ۱: نمودار جرم‌سنجی حرارتی نانوذره SnO₂

بررسی نتایج پراش پرتو ایکس

ساختار پودرهای بدست آمده با دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD) با آند مس $CuK\alpha$ و طول موج $(\lambda=1/054056\text{\AA})$ بررسی شد. الگوی XRD محصولات بدست آمده در دماهای متفاوت در شکل ۲ نشان داده شده است. با مقایسه این الگوی پراش با کارت استاندارد (۰۰-۰۰۱-۰۶۵۷) مربوط به اکسید قلع، مشاهده می‌شود که قله‌های نمونه‌ی تولید شده در دمای ۶۰۰ درجه سانتیگراد (دمای بهینه) کاملاً بر کارت استاندارد اکسید قلع منطبق است و هیچ‌گونه ناخالصی در این محصول مشاهده نمی‌شود. اما نمونه‌های تولید شده در دماهای ۴۰۰، ۵۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتیگراد دارای قله‌ای در زاویه $2\theta=44/70$ هستند که با مقایسه با کارت استاندارد (۰۰-۰۰۷-۰۱۹۵) مشخص می‌شود این قله‌ها مربوط به صفحه‌ی (۱۰۲) و تشکیل فاز SnO می‌باشند.



شکل ۲: الگوی XRD نانوذرات SnO₂ تهیه شده در دماهای مختلف: (a) دمای ۶۰۰°C، (b) دمای ۵۰۰°C، (c) دمای ۴۰۰°C، (d) دمای ۳۰۰°C

لاپه‌ی مناسب است. در دو دهه‌ی اخیر، روش‌های متفاوت زیادی برای تولید نانوساختارهای اکسید قلع توسط محققان مورد مطالعه قرار گرفته‌اند [۹-۱۱].

ما در این مقاله به بررسی نانوساختارهای اکسید قلع تولید شده به روش رسوب شیمیایی در دماهای مختلف می‌پردازیم.

کار آزمایشگاهی

به منظور تهیه‌ی نانوذرات اکسید قلع، ابتدا ۰/۹ گرم از اکسید قلع $(SnCl_2 \cdot 2H_2O)$ را در ۴۰ میلی‌لیتر اتانول خالص حل کرده و به مدت ۳۰ دقیقه روی همزن قرار دادیم و همزمان، حدود ۱ میلی‌لیتر آمونیاک آبی (25wt%) قطره‌قطره به محلول اضافه کردیم. در ادامه رسوب سفیدرنگی به وجود آمد و سپس رسوب به دست آمده را با آب دوبار یونیزه و اتانول شستشو داده و تحت خلأ با دستگاه روتاری خشک نمودیم. پودرهای به دست آمده در دماهای ۳۰۰، ۴۰۰، ۵۰۰ و ۶۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت تکلیس داد شدند.

پس از مرحله‌ی ساخت، ماهیت ساختار محصولات بوسیله دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD)، شکل و اندازه آنها با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و درصد کاهش جرم نمونه با آنالیز جرم-سنجی حرارتی (TGA) مورد مطالعه و آنالیز قرار گرفت.

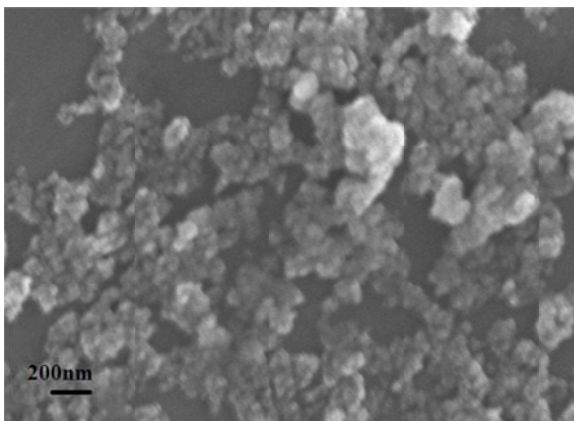
بحث و نتیجه‌گیری

آنالیز جرم‌سنجی حرارتی

به منظور ارزیابی رفتار ماده در برابر تغییرات دمایی، آنالیز TGA مورد استفاده قرار گرفت. نمونه از دمای اتاق تا ۹۰۰ درجه سانتیگراد با آهنگ ۱۰ درجه بر دقیقه گرما داده شد. همان‌گونه که شکل ۱ نشان می‌دهد کاهش جرمی در محدوده‌ی ۶۰۰-۵۵۰ درجه سانتی-گراد رخ می‌دهد. با افزایش بیشتر دما تغییری در جرم ماده صورت نمی‌گیرد، بدین ترتیب دمای بهینه‌ی نانوذرات تولید شده، ۶۰۰ درجه سانتیگراد می‌باشد.

نتیجه گیری

در این تحقیق، نانوذرات اکسیدقلع به روش رسوب شیمیایی در دماهای مختلف تولید شدند. نمودار جرم سنجی حرارتی مشخص کرد که دمای بهینه ی تولید نانوذرات، ۶۰۰ درجه ی سانتی گراد می-باشد. تصاویر SEM نانوذرات تولید شده نشان می دهد که افزایش دما منجر به تولید نانوذراتی با اندازه ی کوچکتر و کاستن از کلوخه-ای شدن می شود. همچنین این تصاویر تأیید می کند که نانوذرات تولید شده، ساختاری تقریباً کروی دارند. الگوی XRD نمونه ها تأیید می کند که در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد، نمونه ی تولید شده کاملاً خالص می باشد و دماهای دیگر دارای قله ی اضافی هستند که مربوط به تشکیل فاز ی از SnO می باشد.



شکل ۴: تصویر SEM نانوذرات SnO₂ تهیه شده در دمای ۶۰۰°C.

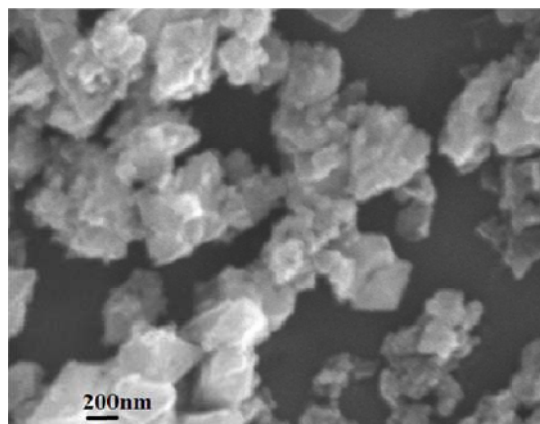
تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی

به منظور تعیین اندازه ی ذرات تولید شده و ریخت آنها از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل (۱۴۵۵۷p) ساخت شرکت LEO آلمان استفاده شد. تصاویر SEM نشان دادند که نمونه ها در دماهای مختلف، دارای ریخت ها و اندازه های متفاوت هستند. شکل ۳، تصویر SEM نانوذرات اکسیدقلع را در دمای ۳۰۰°C نشان می دهد.

شکل ۴، تصویر SEM نانوذرات اکسیدقلع را در دمای ۶۰۰°C نشان می دهد. اطلاعات حاصل از آنالیز نمونه ها برای تعیین شکل ساختاری و اندازه ی نمونه های تولید شده در دماهای مختلف در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱: شکل ساختاری و اندازه ی نمونه های تولید شده در دماهای مختلف.

متوسط اندازه ذرات (nm)	ریخت	دما (°C)
۲۲۹	کلوخه ای	۳۰۰
۱۹۴	کلوخه ای	۴۰۰
۸۸	کلوخه ای-کروی	۵۰۰
۷۱	تقریباً کروی	۶۰۰



شکل ۳: تصویر SEM نانوذرات SnO₂ تهیه شده در دمای ۳۰۰°C.

مرجع ها

- [1] C. Tecklim; "Synthesis, optical properties, and chemical-biological sensing applications for one-dimensional inorganic semiconductor nanowire"; Progress in materials science 58, (2013) 705-748
- [2] J. Morales, L. Sanchez, Solid State Ionics 126 (1999) 219.
- [3] Y. Wang, J.Y. Lee, Electrochem. Commun. 5 (2003) 292.
- [4] M. Warnken, K. Lazark, M. Wark, Phys. Chem. Chem. Phys. 3 (2001) 1870.
- [5] G. Korotcenkov, Metal oxides for solid-state gas sensors: what determines our choice? Materials Science and Engineering B 139 (2007) 1-23.

- [6] T. Yamazaki, H. Okumura, C.J. Jin, A. Nakayama, T. Kikuta, N. Nakatani, Effect of density and thickness on H₂-gas sensing property of sputtered SnO₂ films, *Vacuum* 77 (2005) 237–243.
- [7] R. Dolbec, M.A. El Khakani, A.M. Serventi, R.G. Saint-Jacques, Influence of the nanostructural characteristics on the gas sensing properties of pulsed laser deposited tin oxide thin films, *Sensors and Actuators B* 93 (2003) 566–571.
- [8] Ferroni M., Boscarino D., Comini E., Gnani D., Guidi V., Martinelli G., Nelli P., Rigato V. and Sberveglieri G., "Nanosized Thin Films of Tungsten-Titanium Mixed Oxides as Gas Sensors", *Sensors and Actuators B* 58, 1999, 289-294.
- [9] Z. Cai and J. Li; "Facile synthesis of single crystalline SnO₂ nanowire"; *Ceramics International* 39, (2013) 377-382.
- [10] W. Zeng, B. Miao and L. Lin; "Hydrothermal synthesis and gas sensing properties of variety low dimensional nanostructures of SnO₂"; *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures* 47, (2013) 116 -121.
- [11] P. Song, Q. Wang, Z. Yang; "Preparation, characterization and acetone sensing properties of Ce-doped SnO₂ hollow spheres"; *Sensors and Actuators B: Chemical* 173, (2012) 839-846.

Archive of SID