

تاریخ: ۱۳۸۷/۱۰/۲۲
شماره: ۸۷/۲۹۸

بسمه تعالی

شماره مقاله: 325

نهمین کنفرانس ماده چگال انجمن فیزیک ایران ۱۳۸۷
۱۵ و ۱۶ بهمن
اهواز - دانشگاه شهید چمران

جناب آقای مسعود کریمی پور

احتراماً، ضمن اهدای سلام و تشکر از ارسال مقاله تان تحت عنوان :

. سنتز نانوذرات اکسید قلع با ناخالصی کبالت به روش سل - ژل و بررسی خواص ساختاری و اپتیکی آنها

به نهمین کنفرانس ماده چگال انجمن فیزیک ایران. با کمال مسرت به اطلاع میرساند که مقاله مذکور برای ارائه به صورت پوستر در کنفرانس پذیرفته شد.

زمان ارائه مقاله حضرتعالی طبق برنامه زیر تعیین شده است:

ساعت ۱۶:۵۰ تا ۱۹:۰۰ روز سه شنبه ۱۳۸۷/۱۱/۱۵

موجب امتنان خواهد بود اگر هنگام تنظیم پوستر نکات زیر را رعایت فرمایید.

۱- برای ارائه هر پوستر در کنفرانس، فضایی به عرض ۹۰ سانتیمتر در نظر گرفته شده است. متمنی است متن پوستر را طوری تهیه فرمایید که از فاصله حدود ۱ متر خوانده شود.

۲- برای ارائه توضیحات به بازدیدکنندگان، حضور در کنار پوستر در زمان تعیین شده برای ارائه پوستر الزامی است.

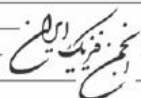
متمنی است در صورتی که به دلیلی از شرکت در کنفرانس منصرف شدید، در اولین فرصت کمیته علمی (دفتر انجمن) را مطلع فرمایید تا خللی در برنامه کنفرانس پیش نیاید.

طبق روال، انجمن از مقاله دهندگانی که بدون اطلاع قبلی مقاله خود را در کنفرانس ارائه نکنند، تا دو سال مقاله دیگری نخواهد پذیرفت.

با احترام

محمدرضا اجتهادی

دبیر کمیته علمی نهمین کنفرانس ماده چگال ۱۳۸۷



سنتز نانوذرات اکسید قلع با ناخالصی کبالت به روش سل-ژل و بررسی خواص ساختاری و

اپتیکی آنها

پیرمرادی، هادی^{1و2}؛ احمدپور، علی^{2و1}؛ شاه‌طهماسبی، ناصر^{1و3}؛ کریمی پور، مسعود^{1و3و4}

¹مرکز پژوهشی نانوتکنولوژی، دانشگاه فردوسی مشهد

²گروه مهندسی شیمی، دانشگاه فردوسی مشهد

³گروه فیزیک، دانشگاه فردوسی مشهد

⁴گروه فیزیک، دانشگاه ولی عصر (عج) رفسنجان

چکیده

نانوذرات اکسید قلع با ناخالصی کبالت با نسبت های مولی $Co/Sn = 0, 2, 4, 8, 10, 12$ درصد به روش سل-ژل و با استفاده از ماده پیشبرنده کلرید قلع دوآبه و نیترات کبالت، عامل کمپلکس ساز اسید سیتریک و عامل پلیمرساز اتیلن گلیکول تهیه شده اند. اندازه گیری های XRD تشکیل فاز کاستریت اکسید قلع با ساختار تتراگونال با جهت گیری ارجح فضایی (110) که راستای (101) با آن در رقابت است، را برای تمام نمونه ها نشان داد. تصاویر TEM نیز توزیع نانوذرات بین 10 تا 100 نانومتر را نشان می دهد. طیف جذبی نانوذرات با استفاده از اسپکتروفتومتر اندازه گیری شده و مقادیر گاف انرژی آنها بدست آمد.

Synthesis of SnO_2 : Co doped nano particles by sol-gel method and study of their structural and optical properties

Pirmoradi, Hadi^{1,2}; Ahmadpour, Ali^{1,2}; Shahtahmasebi, Naser^{1,3}; Karimipour, masoud^{1,3,4}

¹Nanotechnology center of Ferdowsi university of Mashhad

²Department of chemical engineering, Ferdowsi university of Mashhad

³Department of physics, school of basic science, Ferdowsi university of Mashhad

⁴Department of physics, Vali Asr university, Rafsanjan

Abstract

Tin oxide nano particles with doping Co in various molar rations ($Co/Sn=0, 2, 4, 8, 10, \text{ and } 12\%$) were synthesized by sol-gel method using $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ as precursor and citric acid as complex agent and ethylene glycol as polymer agent. XRD photographs were prepared and show the cassitrite phase formation with tetragonal structure and preferred orientation (110) that may be followed by (101) plane. TEM images show the size distribution of nano particles between 10 nm and 100nm. Absorbance spectra were prepared with spectrophotometer and the band gap of nano particles was determined.

PACS No.81.05

مقدمه

مدت 1hr همزده شده و سپس به مدت 18hr در دمای 120°C رفلکس شد تا سل نهایی حاصل شود. پس از آن سل بدست آمده را در حمام روغن به مدت 8hr در دمای 80°C قرارداده تا ژل تشکیل شود. ژل بدست آمده را در دمای 220°C خشک کرده و سپس ژل خشک شده را در دمای 550°C کلسینه کرده تا نانوپودر نهایی بدست آید. تنها پارامتر متغیر در این فرایند مقدار وزنی نیترات کبالت بوده که از 0, 0,57, 1,141, 2,282, 2,85 و 3,42gr برای بدست آوردن نسبت مولی ناخالصی 0, 2, 4, 8, 10 و 12% به ترتیب، استفاده شد. برای تشخیص ساختار کریستالی لایه ها از دستگاه XRD مدل AdvancBruker8D با طول موج $0/15405\text{nm}$ درزواپای $2\theta = 20-70$ استفاده شد. برای تعیین خواص اپتیکی، جذب و محاسبه گاف انرژی نانوذرات از دستگاه اسپکتروفوتومتر مدل LABOMET استفاده شد.

نتایج و بحث

اندازه گیری ساختاری

طیف XRD نانوذرات بدست آمده بر حسب افزایش درصد ناخالصی در شکل 1 آمده است که الگوهای پراش ساختار خوب بلوری نانوذرات با فاز مشخص کاستریت و ساختار تتراگونال با راستای ارجح تر (110) را نشان میدهد که الیته راستای (101) نیز با آن در رقابت بوده و با افزایش میزان ناخالصی به طور عموم از شدت پیک ها کم شده و پهن شدن پیک ها بنا به رابطه شرر نشان از افزایش بی نظمی در ساختار است و حتی رشد ترجیحی در راستاهای (101) و (110) برای درصدهای مولی ناخالصی کبالت 8 و 10% تقریباً برابر هستند. در طیف های پراش فاز شاخصی مبنی بر حضور کبالت دیده نمی شود که یکی از علت های آن می تواند به خاطر کم بودن درصد ناخالصی باشد. بعلاوه کبالت در حضور قلع به طور مستقل فاز تشکیل نمی دهد و بنا به گزارشات [5] ترکیب SnCo_2O_4 با ساختار مکعبی را تشکیل میدهد. از مقایسه ثابت شبکه مکعبی SnCo_2O_4 ($a=b=c=8,6376 \text{ \AA}$) و ثابت شبکه تتراگونال فاز کاستریت SnO_2 ($a=b=4,7382 \text{ \AA}$ و $c=3,1 \text{ \AA}$)

درمی یابیم که تشکیل فاز مکعبی نسبت به تتراگونال نیاز به انرژی بیشتری و تشکیل زنجیره های پلیمری طولانی تری در شبکه ژل دارد. هر چند که اثرات حضور کبالت کاملاً در ظاهر نانوذرات نیز

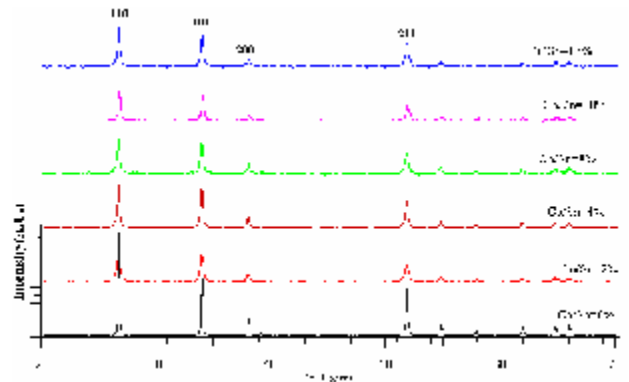
آنچه اکسیدهای رسانای شفاف¹ را مورد توجه قرار می دهد خصوصیات آنها در حوزه اپتیک و الکترونیک است. این اکسیدها بیش از یک قرن است که شناخته شده اند. آنها در گستره ی نور مرئی دارای شفافیت زیاد و به طور همزمان دارای هدایت الکتریکی خوبی نیز می باشند و به طور وسیعی در ابزارهای اپتوالکترونیکی مانند نمایشگرهای صفحه تخت، سلول های خورشیدی؛ قطعات پیزوالکتریکی مورد استفاده قرار گرفته اند [1]. لایه های نازک اکسیدهای قلع، روی، ایندیوم و لایه های آلیبده آنها به سرعت توسعه یافته و صنعتی شدند. به عنوان مثال لایه های نازک و نانوذرات SnO_2 با ناخالصی هایی مانند Al, In, Fe, Ga موسوم به نیم رساناهای نوع P کاربردهای وسیعی را در صنعت به خود اختصاص داده اند [2]. همچنین لایه های نازک اکسید قلع با ناخالصی های مختلف مانند Li و Cu نیز سنتز شده که به عنوان حسگر گازی مورد بررسی قرار گرفته اند [3و4]. در این کار پژوهشی نانوذرات اکسید قلع با درصدها ناخالصی مختلف کبالت به روش سل-ژل تهیه شده و اثر افزایش درصد ناخالصی در خواص ساختاری و اپتیکی آنها مطالعه شده است.

روشهای آزمایشی

برای تهیه نانوذرات اکسید قلع با ناخالصی کبالت از 0,05M کلرید قلع دو آبه (11,321gr) به عنوان پیشبرنده واکنش، و مقادیر وزنی مساوی با آن آب و الکل خالص (11,321gr) به عنوان حلال استفاده شدند. پس از ترکیب کردن این مواد و هم زدن در دمای اتاق به مدت یک ساعت یک محلول شفاف اولیه بدست آمد. از نیترات کبالت به عنوان تامین کننده ناخالصی در ترکیب استفاده شد بدین صورت که ابتدا نیترات کبالت با درصد مشخص مولی برای حصول ناخالصی های مختلف در 10cc آب حل شده و سپس این محلول ثانویه به صورت قطره قطره همراه با هم زدن به محلول اولیه اضافه شد تا محلول آغازین بدست آید. عامل های پلیمرساز (تیلن گلیکول) و کمپلکس ساز (اسید سیتریک)، هر دو با نسبت مولی ثابت 2,5 به کلرید قلع دو آبه برای تمام مراحل تهیه به محلول آغازین اضافه شده و سل اولیه تشکیل شد. سل اولیه به

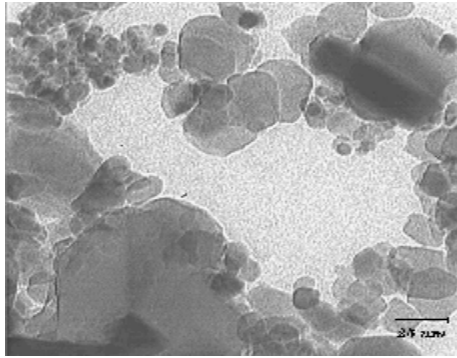
¹ Transparent Conductive Oxides (TCOs)

دیده شد بدین شکل که با افزایش میزان ناخالصی کبالت رنگنانوذرات سبز و تیره تر شد.

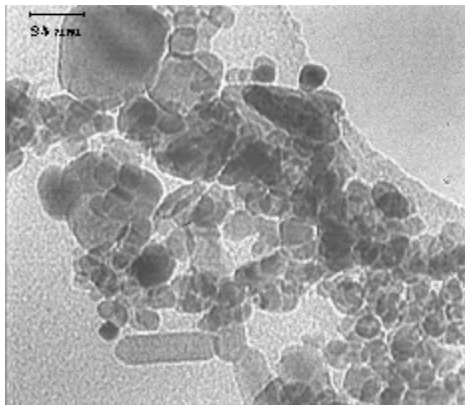


شکل ۱: نمودار طیف XRD نانوذرات تهیه شده با درصدهای مولی مختلف ناخالصی کبالت فاز کاستریت اکسید قلع

تصاویر TEM از نانوذرات نشان دهنده توزیع غیر یکنواخت از ۱۰ تا ۱۰۰ nm می باشد اما با افزایش میزان ناخالصی کبالت توزیع اندازه نانوذرات یکنواخت تر و کوچکتر شده به طوری که برای میزان ۱۲ درصد مولی ناخالص کبالت توزیع اندازه ذرات تقریباً بین ۱۰ تا ۴۰ نانومتر است (شکل ۲-د). کوچک شدن شدت قله های طیف XRD و پهن تر شدن آنها نیز گواه این مطلب است.



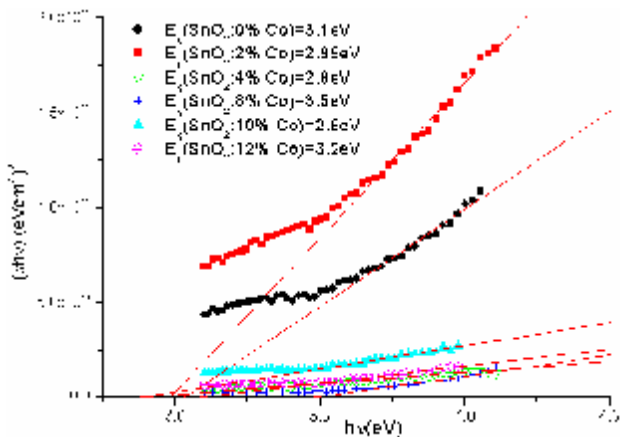
(ج)



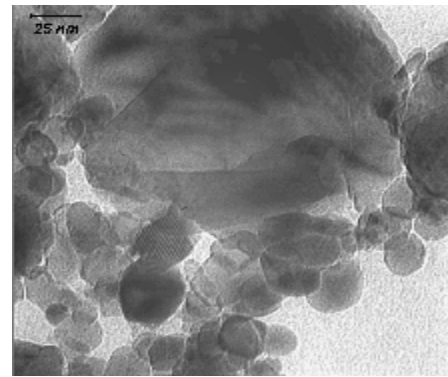
(د)

شکل ۲: تصاویر TEM از نانوذرات تهیه شده با نسبت های مولی مختلف ناخالصی Co/Sn بر حسب % (الف) 0 (ب) 2 (ج) 8 و (د) 12. اندازه گیری اپتیکی:

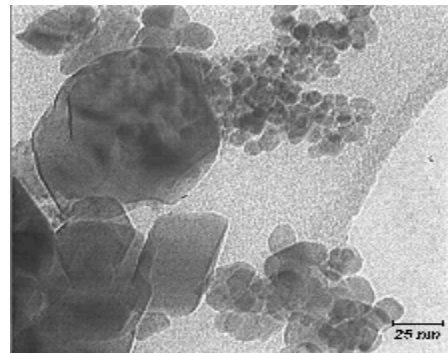
پس از تهیه طیف جذبی نانوذرات با دستگاه اسپکتروفوتومتر، گاف اپتیکی مستقیم آنها با استفاده از فرمول تاوک [6] محاسبه شده که در شکل 3 آمده است. مقادیر گاف انرژی بدست آمده کمتر از مقادیر پیش بینی شده برای نانوذرات بوده اما به طور کلی با افزایش میزان ناخالصی می توان گفت که گاف انرژی کاهش یافته است.



شکل 3: نمودار طیف جذبی تاوک برای محاسبه گاف انرژی نانوذرات بر حسب تغییر میزان ناخالصی مشخص شده در شکل.



(الف)



(ب)

نتیجه گیری

نانوذرات اکسید قلع ناخالص شده با کبالت برای نسبت های مولی Co/Sn کم (از 0 تا 0,12) با استفاده از روش سل ژل تهیه شده که با حضور میزان کبالت حتی در کمترین نسبت مولی ناخالصی (0,02) در ترکیب رنگ نانوذرات سبز شده و با افزایش این نسبت، رنگ نانوذرات تیره تر شده. همچنین تصاویر TEM نشان میدهند که با افزایش نسبت مولی کبالت به قلع اندازن ذرات کوچکتر و توزیع آنها یکنواخت تر می شود. کاهش شدت قله های و افزایش پهنای طیف پراش پرتو X تهیه شده از نانوذرات نیز گویای همین مطلب است.

مرجع ها

- [1] Recent developments in field of crystalline p-type transparent conducting oxide thin films; A.N.Banerjee, k.k.Chattopadhyay; 2005;.
- [2] Fe-doped SnO₂ transparent semi-conducting thin films deposited by spray pyrolysis technique: Thermoelectric and p-type conductivity properties, M.-M. Bagheri-Mohagheghi, N. Shahtahmasebi, M.R. Alinejad, A. Youssefi c, M. Shokooh-Saremi, *Solid State Sciences*, 2008
- [3] Electrical, optical and structural properties of Li-doped SnO₂ transparent conducting films deposited by the spray pyrolysis technique: a carrier-type conversion study, Mohammad-Mehdi Bagheri-Mohagheghi and Mehrdad Shokooh-Saremi, *Semicond. Sci. Technol.* 19 (2004) 764–769
- [4] The effect of deposition parameters on the sensing behaviors of nano structure SnO₂:Cu gas sensor, Rezvani Hosein, *Second Conferece on Nanostructures, (NS2008)*
- [5] Magneto-optical Faraday effect in Cobalt-doped SnO₂ transparent semi-conducting films prepared by spray pyrolysis technique, M. R. Alinejad, M. Ghanaatshoar, M. M. Tehrani, M. M. Bagheri Mohagheghi, S.M. Mohsenib, *Proceedings of the Third Moscow International Symposium on Magnetism* (2005)
- [6] " Optical behaviour of sprayed tin sulphide thin films", N. Koteeswara Reddy, K.T. Ramakrishna Reddy, *Materials Research Bulletin* 41 (2006) 414–422