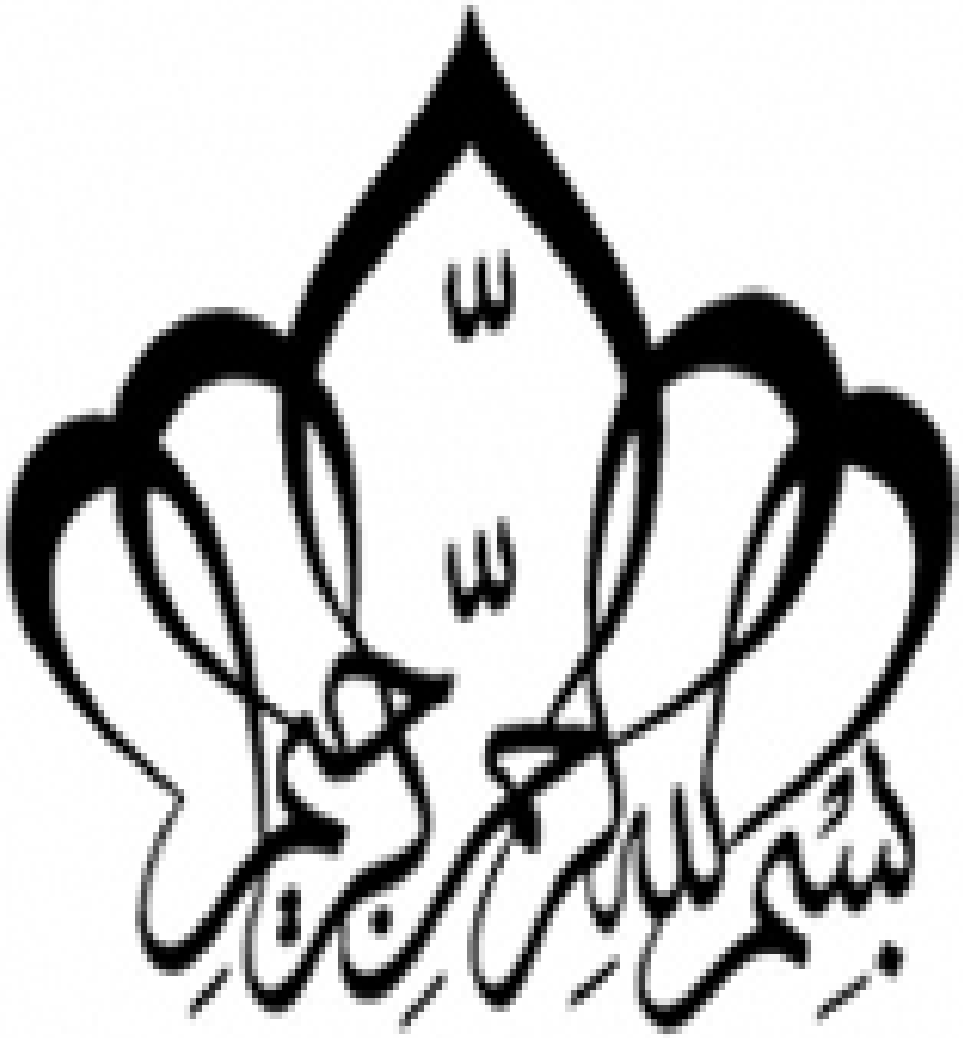

بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه کاشان

پژوهشکده علوم و فناوری نانو

پایان نامه

جهت اخذ درجه کارشناسی ارشد

در رشته علوم و فناوری نانو

گرایش نانوشیمی

عنوان:

تهیه و شناسایی نانو ذرات CdTe و Cu_2Te با استفاده از امواج ما فوق صوت

استاد راهنما:

پروفسور مسعود صلواتی نیاسری

به‌وسیله:

مجید قاسمی کوچ

شهریور ۱۳۹۱

تاریخ : ۱۳۹۱/۰۶/۲۰
شماره: ۲۰۷۴۲۲
پیوست :

دانشگاه کاشان

مدیریت تحصیلات تکمیلی دانشگاه

صورتجلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد

نام و نام خانوادگی دانشجو: **مجید قاسمی کوچ** شماره دانشجویی: **۸۹۳۱۵۲۱۰۰۰۷**

رشته: **علوم و فناوری نانو** گرایش: **نانو شیمی** پژوهشکده: **علوم و فناوری نانو**

عنوان پایان‌نامه " **تهیه و شناسایی نانو ذرات CdTe و Cu_2Te با استفاده از امواج مافوق صوت** "

این پایان‌نامه به مدیریت تحصیلات تکمیلی به منظور بخشی از فعالیت‌های تحصیلی لازم برای اخذ درجه کارشناسی ارشد ارائه می‌گردد.دفاع از پایان نامه در تاریخ ۹۱/۰۶/۰۸ مورد تأیید و ارزیابی هیأت داوران قرار گرفت و با نمره به عدد: ۱۹,۰۵ به حروف: نوزده و پنج صدم و درجه عالی به تصویب رسید.

اعضاء هیأت داوران

عنوان	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضاء
۱. استاد راهنما :	دکتر مسعود صلواتی نیاسری	استاد	
۲. متخصص وصاحب نظر داخل دانشگاه:	دکتر مسعود همدانیان	دانشیار	
	دکتر احمد اکبری	دانشیار	
۳ . نماینده تحصیلات تکمیلی دانشگاه:	قنبرعلی شیخ‌زاده	دانشیار	

محمدرضا منصورنیا

مدیر تحصیلات تکمیلی

وزارت علوم، تحقیقات و فناوری
دانشگاه کاشان
اداره کل تحصیلات تکمیلی و استعدادهای درخشان

((کمتر از آن است که شایسته تقدیم باشد))

تقدیم به ...

مادر مهربانم و فداکارم، که در دامان پر مهرش به من درس زندگی آموخت و در طی دوران تحصیلی دانشگاهی‌ام هم برایم پدر و هم مادر بود.

همسر عزیز و مهربانم، که روح امید و عشق را در من زنده کرد و به من آرامش و انگیزه‌ای مضاعف برای عبور از موانع سخت زندگی را هدیه کرد.

و

روح **پدر مهربانم** که یاد ایشان چون بهار، همیشه در خیالم سبز و جاری است.

سپاس‌گزاری

پروردگارا!

شاکرم از تمام نعماتی که به من عطا کردی که از شمارش عاجزم.

و

نیز خواهانم از تو که همانطور که به من آموختی که تنها حقیقت هستی تو هستی و هرچه که رنگ و بوی تو را دارد باقی‌است و غیر تو همه فانی آن را بر قلبم و قلب همه حقیقت جویان جاری کن تا در رفتارم این حقیقت نمایان شود

بر خود لازم می‌دانم از استاد گرامی، **جناب آقای دکتر صلواتی نیاسری**، که راهنمایی این پروژه را به عهده گرفته و اینجانب را از راهنمایی‌های خود بهره‌مند کردند، کمال تشکر و امتنان را داشته باشم.

از **جناب آقای دکتر اکبری** به عنوان داور خارج از دانشکده و **جناب آقای دکتر همدانیان** به عنوان داور داخل که مطالعه‌ی پایان‌نامه‌ی اینجانب را بر عهده گرفته و در جلسه‌ی دفاع شرکت نمودند بسیار سپاس‌گزارم. همچنین از **جناب آقای دکتر شیخ زاده** که به عنوان نماینده‌ی تحصیلات تکمیلی در جلسه‌ی دفاع حضور به عمل رساندند کمال تشکر را دارم.

در آخر از **هم‌کلاسی‌ها و هم‌آزمایشگاهی‌هایم** که این دوسال را با راهنمایی‌ها و هم-صحبتی آنها با خوشی سپری کردم، سپاس‌گزارم.

چکیده

نانوساختارها توجه زیادی را در میان علم مواد به دست آورده است، به این دلیل که خواص نانو بلور نه تنها به ترکیب بلکه به شکل، اندازه و فاز آنها بستگی دارد. تلوریدها به دلیل کاربرد اپتوالکتریکی و ترمو الکتریکی مواد جذابی می‌باشند. نانو ذرات CdTe و Cu_2Te در اندازه متوسط ۱۵ تا ۵۰ نانومتر با یک واکنش آسان سونوشیمی در دمای محیط تهیه شد. اثر پارامترهای مختلف از جمله ماده اولیه، عامل کاهنده، دما، نوع سورفکتانت، زمان واکنش و توان التراسونیک بر ساختار آنها مورد بررسی قرار گرفت. نانو ذرات با استفاده از پراش اشعه X (XRD)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، انرژی واگرا طیف‌سنجی اشعه X (EDX) و طیف فتولومینسانس (PL) شناسایی شدند.

کلمات کلیدی: نانوذرات، سونوشیمی، کادمیم تلورید، مس تلورید.

فهرست مطالب

عنوان **صفحه**

فصل اول: مقدمه ۱

۱- مقدمه ۲

۱-۱- روش‌های ساخت نانومواد ۲

۱-۱-۱-روش بالا به پایین ۲

۱-۱-۲- روش پایین به بالا ۳

۱-۱-۲-۱- روش‌های فیزیکی ۳

۱-۱-۲-۲- روش‌های شیمیایی ۴

۱-۲- هیدروترمال و سولوترمال ۴

۱-۳- تخریب حرارتی ۵

۱-۴- سل ژل ۷

۱-۵- مایکروویو ۹

۱-۶- میکروامولسیون و مایسل معکوس ۱۱

۱-۷- رسوب‌گذاری ۱۴

۱-۸- استفاده از امواج مافوق صوت ۱۶

۱-۸-۱- عوامل موثر بر فرایند سونوشیمی ۱۸

۱-۸-۲- روش‌های مختلف سونوشیمی ۲۰

۱-۸-۳- مزیت‌های استفاده‌ی سونوشیمی در نانو فناوری ۲۲

۱-۹- خواص و کاربرد کادمیم تلورید ۲۳

۱-۱۰- کاربرد نقاط کوانتومی CdTe ۲۸

۱-۱۰-۱- کاربرد در سلول‌های خورشیدی ۲۸
۱-۱۰-۲- تصویربرداری و ردیابی سلولی ۳۰
فصل دوم: بخش تجربی ۳۴
۲- بخش تجربی ۳۵
۲-۱- وسایل، مواد و دستگاه‌های مورد استفاده ۳۵
۲-۱-۱- وسایل آزمایشگاهی ۳۵
۲-۱-۲- مواد شیمیایی ۳۶
۲-۱-۳- دستگاه‌های مورد استفاده ۳۶
۲-۲- آماده‌سازی نمونه برای گرفتن تصویر SEM ۳۷
۲-۳- آماده‌سازی نمونه برای بررسی خواص نوری ۳۷
۲-۴- آماده‌سازی نمونه برای گرفتن طیف EDX ۳۸
۲-۵- روش انجام آزمایش ۳۸
۲-۵-۱- تهیه نانوذرات کادمیوم تلورید (CdTe) ۳۸
۲-۵-۱-۱- تشکیل نانوذرات CdTe ۳۹
۲-۵-۱-۲- اثر زمان واکنش بر اندازه ذرات ۴۳
۲-۵-۱-۳- اثر توان امواج التراسونیک بر اندازه ذرات ۴۴
۲-۵-۱-۴- اثر منبع کادمیم بر اندازه ذرات ۴۵
۲-۵-۱-۵- اثر سورفکتانت بر اندازه ذرات ۴۶
۲-۵-۱-۶- اثر حلال بر اندازه ذرات ۴۸
۲-۵-۲- تهیه نانوذرات Cu_2Te ۴۸
۲-۵-۲-۱- تشکیل نانوذرات Cu_2Te ۵۰

۲-۵-۲-۲- اثر زمان التراسونیک بر اندازه ذرات ۵۲
۲-۵-۲-۳- اثر توان امواج التراسونیک بر اندازه ذرات ۵۲
۲-۵-۲-۴- اثر دما بر اندازه ذرات ۵۴
۲-۵-۲-۵- اثر منبع تلور بر اندازه ذرات ۵۴
۲-۵-۲-۲- اثر ماده فعال سطحی بر اندازه ذرات ۵۵
فصل سوم: بحث و نتیجه‌گیری ۵۸
۳- بحث و نتیجه‌گیری ۵۹
۳-۱- معرفی ۵۹
۳-۲- بررسی نانو نانوذرات CdTe ۶۰
۳-۲-۱- نتایج پراش اشعه X ۶۰
۳-۲-۲- نتایج EDX ۶۶
۳-۲-۳- بررسی اثر سورفکتانت بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۶۶
۳-۲-۴- بررسی اثر زمان التراسونیک بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۷۲
۳-۲-۵- بررسی اثر توان امواج التراسونیک بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۷۶
۳-۲-۶- اثر منبع کادمیم بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۸۰
۳-۲-۷- اثر حلال بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۸۰
۳-۲-۸- طیف فتولومینسانس ۸۲
۳-۳- بررسی نانو ذرات Cu_2Te ۸۶
۳-۳-۱- نتایج پراش اشعه X ۸۶
۳-۳-۲- آنالیز EDX ۸۶
۳-۳-۳- طیف فوتولومینسانس ۸۷

۳-۳-۴- بررسی اثر توان امواج التراسونیک بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۹۰
۳-۳-۵- بررسی اثر زمان التراسونیک بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۹۰
۳-۳-۶- بررسی اثر دما بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۹۴
۳-۳-۷-بررسی ماده فعال سطحی بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۹۴
۳-۳-۸- بررسی اثر منبع تلور بر اندازه نانو ذرات از روی تصویر SEM ۹۸
۳-۴- جمع بندی و نتیجه‌گیری ۹۸
منابع و مآخذ ۱۰۱

فهرست شکل‌ها

عنوان **صفحه**

شکل ۱ـ۱ـ شکل ساده‌ای از فرآیند آسیاب مکانیکی..... ۳

شکل ۱ـ۲ـ طرح شماتیکی از خلاصه‌ی فرایند سل – ژل..... ۸

شکل ۱ـ۳ـ تصویر مایسل معکوس، بر اساس مدل اسکالمن که در سال ۱۹۴۳ منتشر شد..... ۱۲

شکل ۱-۴- ساختار a) مایسل نرمال و b) مایسل معکوس..... ۱۲

شکل ۱-۵- سازوکار تشکیل نانوذرات فلزی یا اکسید فلزی با روش میکروامولسیون..... ۱۳

شکل ۱-۶- طرح شماتیکی از هسته‌زایی و رشد ذرات به روش رسوب‌گذاری..... ۱۵

شکل ۱-۷- ساختارهایی برای سلول‌های خورشیدی حاوی نقاط کوانتومی..... ۲۹

شکل ۱-۸- طرح شماتیک از ساختار یک نقطه کوانتومی..... ۳۱

شکل ۲-۱- نمای سادهای از دستگاه مولد امواج فراصوت استفاده شده در این پروژه..... ۳۶

شکل ۲-۲- الگوی پراش اشعه a X) نمونه b A1) نمونه c A2) نمونه d A3) نمونه A4..... ۴۲

شکل ۲-۳- الگوی پراش اشعه X به همراه تصویر SEM، آنالیز EDX و طیف PL نمونه A5. ۴۳

شکل ۲-۴- تصاویر SEM: a) ۴۵ دقیقه (A4) b) ۳۰ دقیقه (A6) c) ۶۰ دقیقه (A5) d) ۱۵ دقیقه (A7)..... ۴۴

شکل ۲-۵- تصاویر SEM: a) ۷۵ وات (A4) b) ۶۰ وات (A8) c) ۵۰ وات (A9) d) بدون امواج (A3)..... ۴۵

شکل ۲-۶- تصاویر SEM: a) کادمیم استات دو آبه (A4) b) کادمیم نیترات چهار آبه (A10) ۴۶

شکل ۲-۷- تصاویر SEM: a) SDBS (A12) b) PEG4000 (A13) c) CTAB (A4) d) SDS (A11) ۴۷
شکل ۲-۸- - تصاویر SEM: a) حلال آب (A4) b) حلال اتانول (A14) c) حلال ۵۰٪ آب و ۵۰٪ اتانول (A15) d) حلال پروپیلن گلیکول (A16) ۴۹
شکل ۲-۹- الگوی پراش اشعه X به همراه تصویر SEM، آنالیز EDX و طیف PL نمونه B1 ۵۱
شکل ۲-۱۰- تصویر SEM: a) ۳۰ دقیقه (B3) b) ۴۵ دقیقه (B1) c) ۱۵ دقیقه (B8) ۵۳
شکل ۲-۱۱- تصویر SEM: a) ۷۵ وات (B1) b) ۶۵ وات (B6) c) ۵۵ وات (B4) ۵۳
شکل ۲-۱۲- تصویر SEM: a) ۵ درجه‌ی سانتی‌گراد (B9) b) ۸۰ درجه‌ی سانتی‌گراد (B10) ۵۴
شکل ۲-۱۳- تصویر SEM نمونه (B8) ۵۵
شکل ۲-۱۴- تصویر SEM: a) سورفکتانت CTAB (B2) b) سورفکتانت PEG4000 (B8) ۵۶
شکل ۲-۱۵- طرحی ساده از شیوه انجام واکنش ۵۷
شکل ۳-۱- الگو پراش اشعه X نمونه A1 ..... ۶۲
شکل ۳-۲- الگو پراش اشعه X نمونه A2 ..... ۶۳
شکل ۳-۳- الگو پراش اشعه X نمونه A3 ..... ۶۴
شکل ۳-۴- الگو پراش اشعه X نمونه A4 ..... ۶۵
شکل ۳-۵- آنالیز EDX نمونه A4 ..... ۶۷
شکل ۳-۶- تصویر SEM نمونه A12 (سورفکتانت SDBS) ۶۸
شکل ۳-۷- تصویر SEM نمونه A13 (سورفکتانت PEG4000) ۶۹
شکل ۳-۸- تصویر SEM نمونه A4 (سورفکتانت CTAB) ۷۰

شکل ۳-۹- تصویر SEM نمونه A11 (سورفکتانت SDS)..... ۷۱
شکل ۳-۱۰- تصویر SEM نمونه A5 (زمان ۶۰ دقیقه)..... ۷۳
شکل ۳-۱۱- تصویر SEM نمونه A6 (زمان ۳۰ دقیقه)..... ۷۴
شکل ۳-۱۲- تصویر SEM نمونه A7 (زمان ۱۵ دقیقه)..... ۷۵
شکل ۳-۱۳- تصویر SEM نمونه A8 (توان ۶۰ وات)..... ۷۷
شکل ۳-۱۴- تصویر SEM نمونه A9 (توان ۵۰ وات)..... ۷۸
شکل ۳-۱۵- تصویر SEMنمونه A3 (بدون امواج) ۷۹
شکل ۳-۱۶- تصویر SEM نمونه A10 (منبع کادمیم، کادمیم نیترات)..... ۸۱
شکل۳-۱۷- طیف PL نمونه A4..... ۸۲
شکل ۳-۱۸- تصویر SEM نمونه A14 (حلال اتانول)..... ۸۳
شکل ۳-۱۹- تصویر SEM نمونه A15 (حلال ۵۰٪ اتانول و ۵۰٪ آب)..... ۸۴
شکل ۳-۲۰- تصویر SEM نمونه A16 (حلال پروپیلن گلیکول)..... ۸۵
شکل ۳-۲۱- الگو پراش اشعه X نمونه B1..... ۸۷
شکل ۳-۲۲- الگو پراش اشعه X نمونه B1 و انلین شده در دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت جو آرگون به مدت چهار ساعت..... ۸۸
شکل ۳-۲۳- آنالیز EDX نمونه B1 و انلین شده در دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت جو آرگون به مدت چهار ساعت..... ۸۹
شکل ۳-۲۴- طیف فتولومینسانس نمونه B1 و انلین شده در دمای ۲۵۰ درجه سانتی‌گراد تحت جو آرگون به مدت چهار ساعت..... ۸۹
شکل ۳-۲۵- تصویر SEM نمونه B3 (زمان ۳۰ دقیقه و توان ۷۵ وات)..... ۹۱
شکل ۳-۲۶- تصویر SEM نمونه B6 (زمان ۳۰ دقیقه و توان ۶۵ وات)..... ۹۱

شکل ۳-۲۷- تصویر SEM نمونه B4 (زمان ۳۰ دقیقه و توان ۵۵ وات)..... ۹۲
شکل ۳-۲۸- تصویر SEM نمونه B1 (توان ۷۵ وات و زمان ۴۵ دقیقه)..... ۹۲
شکل ۳-۲۹- تصویر SEM نمونه B8 (توان ۷۵ وات و زمان ۱۵ دقیقه)..... ۹۳
شکل ۳-۳۰- تصویر FESEM نمونه B9 (در دمای ۵ درجه سانتی‌گراد)..... ۹۵
شکل ۳-۳۱- تصویر FESEM نمونه B10 (در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد)..... ۹۶
شکل ۳-۳۲- تصویر SEM نمونه B2 (سورفکتانت CTAB)..... ۹۷
شکل ۳-۳۳- تصویر FESEM نمونه B2 (سورفکتانت PEG4000)..... ۹۷
شکل ۳-۳۴- تصویر SEM نمونه B5 (منبع تلور پودر Te) ۹۸

فهرست جدول‌ها

جدول ۱-۱. مقایسه انواع روش‌های ساخت نانومواد..... ۲۴

جدول ۲-۱. واکنش‌های انجام شده در تهیه CdTe..... ۴۱

جدول ۲-۲. واکنش‌های انجام شده در تهیه Cu_2Te..... ۵۰

فهرست علائم واختصارات (Abbreviations)

SEM	Scanning Electron Microscope
FWHM	Full Width at Half Maximum
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
nm	Nanometer
PL	Photo Luminescent
EDX	Energy Dispersive Analysis of X-ray
XRD	X-ray diffraction pattern
SDS	Sodium dodecyl sulfat
SDBS	Sodium dodecyl banzen sulfat
CTAB	Cetyl trimethylammonium broumid
PEG	Polyethylene glycol
FESEM	Field Emission Scanning Electron Microscope

فصل اول:

مقدمه

بخش اول: مقدمه

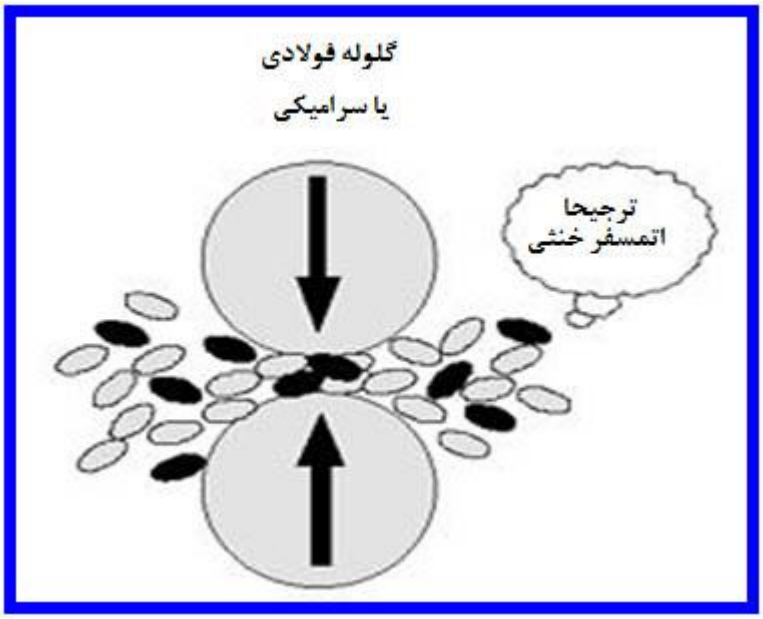
۱–۱– روش‌ها ساخت نانومواد

هرچند دسته‌بندی روش‌های ساخت نانومواد مانند انواع آنها تنوع زیادی دارد، ولی به طور کلی می‌توان این روش‌ها را در دو دسته کلی روش بالا به پایین و روش پایین به بالا دسته‌بندی کرد.

۱–۱–۱– روش بالا به پایین

در این روش اندازه یک ماده توده‌ای را به‌طور متناوب کاهش می‌دهیم تا به یک ماده با ابعاد نانومتری برسیم. که تهیه نانوذرات به روش آسیاب مکانیکی در این روش قرار داده می‌شود. در این روش، خواص نانوذرات حاصل تحت تأثیر نوع مادهٔ آسیاب‌کننده، زمان آسیاب و محیط اتمسفری آن قرار می‌گیرند. از این روش می‌توان برای تولید نانوذرات موادی استفاده

نمود که با روش های دیگر به آسانی تولید نمی‌شوند. البته آلودگی حاصل از مواد محیط آسیاب‌کننده هم می‌تواند مسأله‌ساز باشد.



شکل ۱-۱. شکل ساده‌ای از فرآیند آسیاب مکانیکی.

۱-۱-۲- روش پایین به بالا

در این روش بر خلاف روش قبلی در فاز مایع یا گاز با انجام واکنش و هسته زایی اولیه و کنترل رشد این هسته‌های ایجادشده ذرات ریز در ابعاد نانو بدست می‌آید. دو روش عمده روش فیزیکی و روش شیمیایی در این دسته قرار می‌گیرند.

۱-۱-۲-۱- روش‌های فیزیکی

در روش‌های فیزیکی بیشتر واکنش‌ها در فاز گاز انجام می‌شود و همچنین در این روش عمدتاً ابزارهای بسیار دقیق و در عین حال گران‌قیمتی مورد نیاز می‌باشد که به راحتی هم در

دسترس قرار نمی‌گیرد که یکی از عیوب این روش‌ها محسوب می‌شود. تهیه نانو ذرات با تکنیک‌های نشست بخار شیمیایی، نشست فیزیکی بخار، آئروسل، کندو پاش و سایش لیزری جزء این روش محسوب می‌شوند. البته از مزایای تهیه نانوذرات به روش فیزیکی می‌توان خلوص بالا، بلورینگی بسیار عالی، دقت و صحت بالا را ذکر کرد.

۱-۱-۲-۲- روش‌های شیمیایی

تولید نانومواد با استفاده از واکنش‌های شیمیایی در مقایسه با روش فیزیکی، بسیار ارزان‌تر و در دسترس‌تر است. مزیت این روش‌ها ارزان‌بودن، در دسترس‌بودن و ساده‌بودن آزمایش‌ها برای تولید نانوذرات می‌باشد. شاید به این دلیل بخش عظیمی از تحقیقات نانوذرات در دنیا با استفاده از روش‌های شیمیایی انجام می‌پذیرد. از جمله روش‌های شیمیایی متداول می‌توان تکنیک‌های ۱- هیدروترمال یا سولوترمال ۲- تخریب حرارتی ۳- سل-ژل ۴- مایکروویو ۵- امولوسیون معکوس ۶- رسوب گذاری ۷- سونوشیمی را نام برد که در ادامه مختصر توضیحی در مورد هر کدام از این روش‌ها داده می‌شود.

۱-۲- هیدروترمال و سولوترمال

تعریف کلمه هیدروترمال بعد از چندین بار تغییر تحت تاثیر فرهنگ یونانی به دو کلمه تقسیم می‌شود، هیدرو به معنای آب و ترمال به معنای گرماست. اخیراً براساس یافته‌های یاشیمورا[1] و بایراپ[2]، واژه‌ی هیدروترمال به هر واکنش همگنی اطلاق می‌شود که درحضور حلال (آب و یا غیر آب) در دمای بالاتر از دمای اتاق و فشار بالاتر از یک اتمسفر در یک سیستم بسته انجام می‌شود، اطلاق می‌شود [۱]. در واقع می‌توان گفت که مهر و موم‌کردن

[1] Yoshimura
[2] Byrappa