بسم الله الرحمن الرحیم

وزارت علوم، تحقیقات و فناوری

دانشگاه دامغان

دانشکده شیمی

پایان‌نامه کارشناسی ارشد شیمی (گرایش معدنی)

تهیه و شناسایی نانواکسیدهای مس طی تجزیه حرارتی کمپلکس‌های سالن مس(II)، بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) و بیس سالیسیل آلدهید مس(II) در حضور و غیاب امولسیون کننده اسید سیتریک

توسط:

محبوبه فتحی ارطه

استادان راهنما :

دکتر عظیم ملک زاده

دکتر حمیدرضا مردانی

شهریور ماه ۱۳۹۲

وزارت علوم، تحقیقات و فناوری

دانشگاه دامغان

دانشکده شیمی

پایان‌نامه کارشناسی ارشد شیمی (گرایش معدنی)

تهیه و شناسایی نانواکسیدهای مس طی تجزیه حرارتی کمپلکس‌های سالن مس(II)، بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) و بیس سالیسیل آلدهید مس(II) در حضور و غیاب امولسیون کننده اسید سیتریک

توسط:

محبوبه فتحی ارطه

استادان راهنما :

دکتر عظیم ملک زاده

دکتر حمیدرضا مردانی

شهریور ماه ۱۳۹۲

به نام خدا

تهیه و شناسایی نانواکسیدهای مس طی تجزیه حرارتی کمپلکس‌های سالن مس(II)، بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) و بیس سالیسیل آلدهید مس(II) در حضور و غیاب امولسیون کننده اسید سیتریک

توسط:

محبوبه فتحی ارطه

پایان نامه

ارائه شده به تحصیلات تکمیلی دانشگاه به عنوان بخشی
از فعالیت های تحصیلی لازم برای اخذ درجه‌ی کارشناسی ارشد

در رشته:

شیمی (گرایش معدنی)
از دانشگاه دامغان

ارزیابی و تأیید شده توسط کمیته پایان نامه با درجه: عالی

دکترعظیم ملک‌زاده ، استادیار رشته شیمی معدنی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (استاد راهنما)

دکتر حمیدرضا مردانی، استادیار رشته شیمی معدنی، دانشگاه پیام نور دامغان (استاد راهنما)

دکتر غلامحسین گریوانی، دانشیار رشته شیمی معدنی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (استاد داور)

دکتر ربابه علیزاده ، استادیار رشته شیمی معدنی، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (استاد داور)

دکتر احمد سلیمان‌پور، استادیار رشته شیمی تجزیه، دانشکده شیمی، دانشگاه دامغان (نماینده تحصیلات تکمیلی)

شهریور ماه ۱۳۹۲

تقدیم به پدر و مادر عزیزم . . .

آنان که جاودانه ترین سرمایه زندگی ام هستند . . .

توان شان رفت تا به توانائی بر سم و موی شان سپید گشت تار ویم سپید بماند . . .

در برابر وجود گرامی شان زانوی ادب بر زمین می زنم و بر دستان پر مهر شان بوسه می زنم . . .

سپاس گزاری

شکر مخصوص خداوند است و بس لیک نبود در توان هیچ کس

سپاس فراوانم را تقدیم استاد راهنمای ارجمند جناب آقای دکتر ملک زاده می نمایم که با کمک های بی دریغ شان و با صبوری بسیار مرا در طول دوره آموزش و تحقیق یاری رساندند، قطعاً بدون زحمات دلسوزانه شان تهیه و تدوین پایان نامه در این مدت مقدور نبود. همواره قدردان تلاش ایشان در جهت رساندن بنده به جایگاه بالاتر علمی و اجتماعی خواهم بود.

از استاد بزرگوار جناب آقای دکتر مردانی که در جهت پیشبرد کار و حصول نتیجه، کمک های ارزنده ای نمودند بسیار سپاس گزارم.

از اساتید محترم جناب آقای دکتر کریوانی و سرکار خانم دکتر علیزاده به دلیل زحمت قرائت پایان نامه و حضور در جلسه دفاعیه تشکر می نمایم. همچنین از حضور نماینده تحصیلات تکمیلی جناب آقای دکتر سلیمان پور قدردانی می-نمایم.

چکیده

تهیه و شناسایی نانواکسیدهای مس طی تجزیه حرارتی کمپلکس‌های سالن مس(II)، بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) و بیس سالیسیل آلدهید مس(II) در حضور و غیاب امولسیون کننده اسید سیتریک

توسط

محبوبه فتحی ارطه

نانو ذرات اکسید مس با روش تجزیه حرارتی از کمپلکس‌های سالن مس(II) ، بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) و بیس سالیسیل آلدهید مس(II) در حضور و غیاب امولسیون‌کننده‌ی اسید سیتریک تهیه شد. تاثیر امولسیون کننده و دمای کلسینه شدن بر گونه تشکیل شده و توزیع اندازه ذرات بررسی شد. ابتدا کمپلکس‌های پیش ماده تهیه و توسط طیف‌های FT-IR، جذب الکترونی و آنالیز گرمایی، TG-DTA، بررسی شد. سپس در دماهای ۳۴۰ و ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد برای مدت ۵ ساعت کلسینه شد. محصولات با استفاده از طیف‌بینی FT-IR و XRD مطالعه شد. سیستم بلوری مونوکلینیک برای محصولات مشاهده شد. میانگین اندازه ذرات با روش شرر محاسبه شد. برای نانوذرات تهیه شده انرژی بند گپ با استفاده از طیف جذب الکترونی و رابطه تاوک محاسبه شد.

فهرست مطالب

فصل اول: مقدمه ۱
۱-۱- نانو ۲
۱-۲- نانو پودرها و خواص آن‌ها ۲
۱-۳- کاربردهای متنوع ترکیبات نانو ۳
۱-۴- کاربردهای نانو ذرات اکسید فلزی ۳
۱-۵-مطالعه روش‌های شیمیایی تهیه نانواکسیدها ۴
۱-۶- اکسید مس ۵
۱-۷- کاربردها ۶
۱-۸-روش‌های تهیه نانو ذرات اکسید مس ۶
۱-۹-روش تجزیه گرمایی ۷

فصل دوم: تجربی ۹
۲-۱- تهیه لیگاندسالن و سالیسیلدن آنیلین ۱۰
۲-۲- تهیه کمپلکس سالن مس(II) ۱۰
۲-۳- تهیه کمپلکس بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) ۱۱
۲-۴- تهیه کمپلکس بیس سالیسیل آلدهیدمس(II) ۱۱
۲-۵- روش تهیه نانو ذرات ۱۱
۲-۶- دستگاه‌های مورد استفاده ۱۲
۲-۶-۱- طیف بینی زیرقرمز تبدیل فوریه ۱۲
۲-۶-۲- طیف بینی جذبی فرابنفش-مرئی ۱۲
۲-۶-۳- مطالعه پراش پرتوx نمونه های پودری ۱۳
۲-۶-۴- وزن سنجی گرمائی-تفاضلی ۱۳
۲-۶-۵- آلتراسونیک ۱۳

فصل سوم: بحث ونتیجه‌گیری ۱۴
۳-۱- شناسایی کمپلکس سالن مس(II) CuL1 ..... ۱۵
۳-۱-۱- تفسیر طیف FT-IR کمپلکس CuL1 ..... ۱۵
۳-۱-۲- تفسیر طیف جذب الکترونی کمپلکس CuL1 ..... ۱۶
۳-۲- شناسایی کمپلکس بیس سالیسیلدن آنیلین مس(II) CuL2 ..... ۱۷
۳-۲-۱- تفسیر طیفFT-IR کمپلکس CuL2 ..... ۱۷
۳-۲-۲- تفسیر طیف جذب الکترونیکمپلکس CuL2 ..... ۱۸
۳-۳ شناسایی کمپلکس بیس سالیسیل آلدهید مس (II) CuL3 ..... ۱۹

۳-۳-۱- تفسیر طیف FT-IR کمپلکس CuL3 ..... ۱۹
۳-۳-۲- تفسیر طیف جذب الکترونی کمپلکس CuL3..... ۲۰
۳-۴- تجزیه وزن سنجی گرمائی- تفاضلی ۲۱
۳-۴-۱-طیف‌های TG-DTA کمپلکس (CuL1) در حضور(L_1A) و غیاب (L_1P) اسیدسیتریک..... ۲۱
۳-۴-۲- طیف‌های TG-DTA کمپلکس (CuL2) در حضور (L_2A) و غیاب (L_2P) اسیدسیتریک..... ۲۳
۳-۴-۳- طیف‌های TG-DTA کمپلکس (CuL3) در غیاب(L_3P) اسیدسیتریک ۲۴
۳-۵- شناسائی نانو اکسید مس سنتز شده ۲۵
۳-۵- ۱- مطالعه XRDنمونه‌های اکسید مس تهیه شده ۲۵
۳-۵-۲- طیف FT-IR نانو اکسیدهای مس سنتز شده ۲۷
۳-۶- تعیین انرژی بندگپ نمونه‌های اکسید مس سنتز شده..... ۲۹
۳-۷- نتیجه گیری..... ۳۱

منابع ۳۲
پیوست..... ۳۸

فهرست جداول

جدول۱-۱: برخی مشخصات شیمیایی و فیزیکی اکسید مس ۵
جدول۲-۱: کمپلکس‌های مس کلسینه شده در دماهای مختلف با و بدون اسید سیتریک ۱۲
جدول ۳-۱: پارامترهای شبکه نانواکسیدهای مس سنتز شده ۲۷
جدول ۳-۲اندازه ذرات برحسب نانومتر برای نانواکسیدهای سنتزشده قبل و بعد از سونیکشن ۲۷
جدول۳-۳: انرژی بندگپ نانواکسیدهای سنتزشده ۳۱

فهرست شکل‌ها

شکل ۱-۱: ساختار بلوری CuO ۵
شکل۱-۲: نانو پودرهای CuO ۵
شکل۳-۱: ساختارکمپلکس CuL1 ..... ۱۵
شکل۳-۲: طیف زیرقرمز کمپلکس CuL1 ..... ۱۶
شکل۳-۳: طیف جذبی کمپلکس CuL1 ..... ۱۷
شکل ۳-۴: طیف زیرقرمز کمپلکس CuL2 ..... ۱۸
شکل۳-۵: ساختار کمپلکس CuL2 ..... ۱۸
شکل۳-۶: طیف جذبی کمپلکس CuL2 ..... ۱۹
شکل۳-۷: ساختار کمپلکس CuL3 ..... ۱۹
شکل ۳-۸: طیف زیرقرمز کمپلکس CuL3 ..... ۲۰
شکل۳-۹: طیف جذبی کمپلکس CuL3 ..... ۲۱
شکل ۳-۱۰: طیف وزن سنجی گرمایی- تفاضلی نمونه L_1P ۲۲
شکل ۳-۱۱: طیف وزن سنجی گرمایی- تفاضلی نمونه L1A ۲۲
شکل ۳-۱۲: طیف وزن سنجی گرمایی- تفاضلی نمونه L2P ۲۳
شکل ۳-۱۳: طیف وزن سنجی گرمایی- تفاضلی نمونه L_2A ۲۴

شکل ۳-۱۴: طیف وزن سنجی گرمایی- تفاضلی نمونه L_3P ۲۵
شکل ۳-۱۵: نتایج آنالیز XRD نمونه‌ها (a) پس از کلسینه شدن و (b) بعداز ۳۰دقیقه سونیکشن در آب اکسیژنه ۳۰٪ در دمای $70\ c^{\circ}$ ۲۶
شکل۳-۱۶: نتایج آنالیز FT-IR نمونه‌ها (a) پس از کلسینه شدن و (b) بعداز ۳۰دقیقه سونیکشن در آب اکسیژنه ۳۰٪ در دمای $70C^{\circ}$ ۲۸
شکل۳-۱۷: طیف جذبی نمونه L_1P ۳۰
شکل ۳-۱۸: طیف $(Ahυ)^2$–hυ نمونه L_1P ۳۰
شکل۱: طیف جذب الکترونی نمونه L_2P ۳۹
شکل۲: طیف $(Ahυ)^2$–hυ نمونه L_2P ۳۹
شکل۳: طیف جذب الکترونی نمونه L_3P ۴۰
شکل۴: طیف $(Ahυ)^2$–hυ نمونه L_3P ۴۰
شکل۵: طیف جذب الکترونی نمونه L_1A ۴۱
شکل ۶: طیف $(Ahυ)^2$–hυ نمونه L_1A ۴۱
شکل۷: طیف جذب الکترونی نمونه L_2A ۴۲
شکل ۸: طیف $(Ahυ)^2$–hυ نمونه L_2A ۴۲
شکل۹: طیف جذب الکترونی نمونه L_3A ۴۳
شکل۱۰: طیف (Ahυ)2–hυ نمونه L3A ۴۳

فصل اول

مقدمه

۱-۱- نانو

نانومتر یک واحد اندازه گیری است برابر با $۱۰^{-۹}$ متر و تمام اشیاء که اندازه آن‌ها در حد ۱۰۰- ۱ نانومتر است، نانو مقیاس نامیده می‌شوند. موضوع جذابیت مقیاس نانو مربوط به خواص مواد است. یافته‌های دانشمندان نشان می‌دهد که خواص مواد در مقیاس نانو بسیار متفاوت از مقیاس ماکرو است. به عبارت دیگر اگر ذرات ماده‌ی خالص در حد چند نانومتر کوچک شود این ذرات ویژگی‌های متفاوتی با ذرات بزرگ اولیه خواهند داشت. این در حالی است که کوچک کردن ذرات یک تغییر فیزیکی است و انتظار می‌رود که با این تغییر فیزیکی، ویژگی‌های اصلی ماده تغییر نکند. این امر سبب شده مقیاس نانو بیش از سایر مقیاس‌ها مورد توجه قرار گیرد.

علم نانو صرفاً تحقیق در مقیاس نانو است. زمانی که مواد در مقیاس نانو مطالعه و بررسی می‌شوند واکنش‌ها و رفتار اتم‌ها در مقایسه با مطالعه آن‌ها در سطح مولکولی متفاوت است زیرا در این قلمرو خصوصیات فیزیکی مواد تغییر می‌کند. تفاوت در قلمرو نانو به اندازه‌ای است که حتی رنگ، نقطه ذوب، خصوصیات شیمیایی و خواص دیگر مواد در خارج از این محدوده کاملاً متفاوت است [۱].

۱-۲- نانو پودرها و خواص آن‌ها

نانو ذرات در اواخر سال ۱۹۹۰ تهیه شد. خواص فیزیکی و شیمیایی این ذرات به اندازه و شکل آن‌ها بستگی دارد. نانو پودرها را می‌توان مجموعه‌ای از ذرات دانست که اندازه آن‌ها کم‌تر از ۱۰۰ نانومتر است. نانوذرات در حال حاضر از طیف وسیعی از مواد ساخته می‌شوند. معمول-ترین آن‌ها نانوذرات سرامیکی، فلزی، پلیمری و نانوذرات نیمه رسانا هستند [۲]. خواصی که مورد بررسی قرار می‌گیرند عبارتند از: اندازه، شکل، سطح ویژه، ساختار خواص شیمیایی و

شبکه بلوری. در فناوری نانو، اولین اثر کاهش اندازه ذرات، افزایش سطح است. افزایش نسبت سطح به حجم نانو ذرات باعث می‌شود که اتم‌های واقع در سطح، اثر بیشتری نسبت به اتم‌های درون حجم ذرات بر خواص فیزیکی ذرات داشته باشند این ویژگی واکنش‌پذیری نانوذرات را به شدت افزایش می‌دهد. علاوه بر این، افزایش سطح ذرات فشار سطحی را تغییر داده منجر به تغییر فاصله بین ذرات یا فاصله بین اتم‌های ذرات می‌شود.

با کوچک شدن اندازه ذرات در واقع مساحت سطح مواد افزایش داده می‌شود، به عبارتی نسبت سطح به حجم مواد به شدت افزایش می‌یابد که این ویژگی باعث غلبه یافتن رفتار اتم‌های واقع در سطح ذره به رفتار اتم‌های درونی شده و واکنش‌پذیری نانوذرات را به شدت افزایش می‌دهد [۱].

۱-۳- کاربردهای متنوع ترکیبات نانو

مواد نانو مهندسی شده در صنایع غذایی شامل نانوکامپوزیت‌هایی هستند که در ساخت ظروف مواد غذایی برای حفظ سلامت مواد غذایی به مدت طولانی استفاده می‌شوند. توسعه تحقیقات بر روی نانو حسگرها سبب شده که این مواد بتوانند برخی ترکیبات سمی موجود در مواد غذایی نظیر باکتری سالمونلا، حشره‌کش‌ها و ... را قبل از بسته بندی شناسایی کنند. از کاربردهای دیگر ترکیبات نانو می‌توان به مواردی مانند: تصفیه آلاینده‌ها، حذف آرسنیک موجود در آب، کاربرد در نانوفیلترها، نانو پلیمرهای متخلخل، نانولوله‌های جاذب گازهای سمی، تصفیه پساب‌ها و ... اشاره کرد [۳].

۱-۴- کاربردهای نانوذرات اکسید فلزی

از مهم‌ترین کاربردهای نانوذرات اکسید فلزی می‌توان به موارد زیر اشاره کرد: تهیه ترکیبات جاذب شیمیایی، تهیه ترکیبات دارای خواص نوری و الکتریکی، خاصیت کاتالیزوری در

واکنش‌های هیدروژناسیون فاز مایع، تهیه نانوسیم‌ها و هدایت‌گرهای الکترونی، تهیه ترکیبات پیشرفته مغناطیسی، تهیه تصاویر زیستی و کاربردهای درمانی، استفاده در بدنه هواپیماها و توربین‌ها، تهیه الکتروکرومیک‌ها، تولید خازن‌های الکتروشیمیایی و ... [۸- ۴].

۱-۵- مطالعه روش‌های شیمیایی تهیه نانواکسیدها

انتخاب روش ساخت نانو مواد بسیار مهم بوده و بستگی به ترکیب شیمیایی نانوماده، کاربرد آن، امکانات آزمایشگاهی، هزینه اقتصادی و نوع مواد واکنش دهنده اولیه دارد. در روش‌های ساخت نانومواد باید نکات زیر را مد نظر قرار داد:

- تولید این ذرات باید به شکلی باشد که توزیع اندازه ذرات یکسان باشد زیرا خواص مواد در مقیاس نانو تابعی از اندازه است.

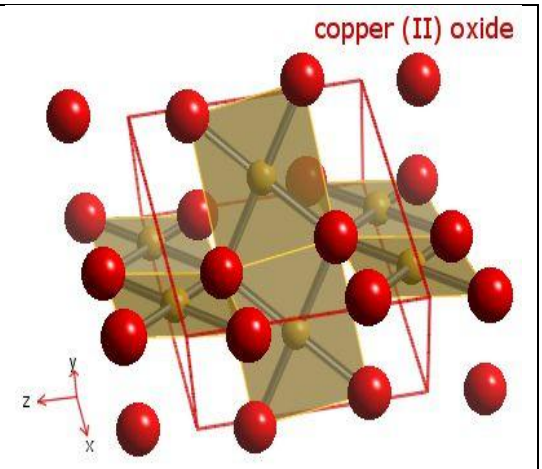
- پایداری نانومواد به گونه‌ای باشد که با گذشت زمان سبب به هم چسبیدن (به اصطلاح کلوخه شدن ذرات) و در نتیجه تشکیل ذرات بزرگ‌تر نشود.

لذا مطالعه‌ی عوامل مختلف از جمله اثر پیش ماده، دما و سایر شرایط واکنش ضروری است [۱]. روش‌های متنوعی در تهیه نانوذرات اکسید فلزی وجود دارد که از جمله آن‌ها می‌توان به روش‌های سل- ژل[۱]، تهیه در میکروامولسیون‌ها[۲]، تهیه مکانوشیمیایی[۳]، تجزیه حرارتی[۴]، فرآیندهای خود اشتعالی[۵]، تهیه هیدروترمال[۶]، روش‌های سونوشیمیایی[۷] ته‌نشینی مستقیم[۸] و غیره اشاره کرد [۱۰- ۷].

[1] Sol-gel
[2] Micro-emulsifier
[3] Mechanochemical method
[4] Thermal decomposition
[5] Self combustion synthesis
[6] Hydrothermal Synthesis
[7] Sonochemical
[8] Direct sedimentation

۱-۶- اکسید مس (CuO)

اکسید مس یک نیم رسانای نوع P با ساختار شبکه مونوکلینیک است. در شکل‌های (۱-۱) و (۱-۲) ساختار بلوری و پودر قهوه‌ای تیره CuO نشان داده شده است. برخی مشخصات فیزیکی و شیمیایی اکسید مس در جدول ۱- ۱ گزارش شده است.



شکل ۱-۱: ساختار بلوری CuO

شکل ۱-۲: نانو پودرهای CuO

جدول ۱- ۱ : برخی مشخصات شیمیایی و فیزیکی اکسید مس

نام آیوپاک: Copper oxide	
نام‌های دیگر: Cupric oxide, Tenorite	
مشخصات	
فرمول مولکولی	CuO
جرم مولی	79.545g/mol
شکل ظاهری	قهوه‌ای تیره
چگالی	6.31 g/cm^3
دمای ذوب	1326°C
دمای جوش	2000°C
انحلال پذیری در آب	نامحلول
انحلال پذیری در اسید	محلول
انرژی بندگپ	1.2-1.7 eV

۱-۷- کاربردها

نانواکسید مس دارای ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی منحصر به‌فردی است که ناشی از تأثیر اندازه‌ی کوانتومی و سطح موثر وسیع می‌باشد به طوری‌که با توده[1] آن متفاوت است [۱۱]. نانواکسید مس ماده صنعتی مهمی است که می‌تواند استفاده گسترده‌ای در حسگرهای گازی، واسطه ذخیره‌سازی مغناطیسی، باتری‌ها، تبدیل انرژی خورشیدی، نیم رساناها، کاتالیزگر ناهمگن، الکترودهای لیتیوم و ابزار نشر میدان داشته باشد. نانواکسید مس می‌تواند به شکل-های متنوعی مانند نانوصفحه[2]، نانوشاتل[3]، نانوذرات[4] تولید شود [۱۰].

از مواد آلی حاوی فلزات نقره، مس، روی به عنوان مواد ضد باکتری استفاده می‌شود. تأثیر ضد باکتری نانوذرات فلزی به دلیل اندازه بسیار کوچک و نسبت بالای سطح به حجم آنهاست و این امکان را می‌دهد که مستقیماً با غشاء میکروبی تماس داشته باشد و یون فلزی آزاد کند [۱۲].

۱-۸- روش‌های تهیه نانوذرات اکسید مس

روش‌های متنوع برای تهیه نانو ذرات اکسید مس مورد استفاده قرار گرفته است. از جمله: سل- ژل[5]، رسوب دهی[6]، واکنش حالت جامد[7]، سنتز سونوشیمیایی[8]، تابش‌دهی میکروویو[9]، گرماکافت[10] و تجزیه حرارتی[11] [۱۳]. اکثر روش‌های تهیه اکسیدهای فلزی هزینه‌بر، وقت‌گیر،

[1] Bulk
[2] Nanoplatelet
[3] Nanoshuttle
[4] Nanoparticles
[5] Sol-gel
[6] Precipitation
[7] Solid-state reaction
[8] Sonochemical synthesis
[9] Microwave irradiation
[10] Pyrolysis
[11] Thermal decomposition

نیازمند به دما و فشار بالا و ابزارهای گران‌قیمت می‌باشند. با توجه به این مشکلات، سعی ما بر این است که این ترکیب مهم و پرکاربرد را با استفاده از روشی مناسب و ساده تهیه کنیم. در این مسیر استفاده از افزودنی‌های آلی جهت کنترل انباشتگی، رشد و آرایش مناسب ذرات اولین گام است [۱۴,۱۵].

بنابراین در این تحقیق استفاده از افزودنی آلی اسید سیتریک طی روش سیترات که یک روش تجزیه گرمایی به حساب می‌آید، در دستور کار قرار گرفت. تشکیل کمپلکس‌های سیترات در این روش به نحوی مؤثر از کاتیون‌های پراکنده فلزی حفاظت می‌کند و بنابراین سبب تشکیل آسان‌تر اکسیدهای کربناتی می‌شود [۱۶,۱۷].

۱-۹- روش تجزیه گرمایی

روش تجزیه گرمایی به عنوان یکی از راه‌های سنتز نانو مواد پیشنهاد شده است. در این روش پیش ماده پس از رسیدن به دمای مشخصی دچار تخریب در ساختار شیمیایی خود می‌شود. از آن جهت که در طول تجزیه گرمایی پیوندهای شیمیایی باید شکسته شوند، معمولاً کل فرایند گرماگیر[1] می‌باشد. این فرایند با نام گرماکافت و گاه پیرولیز نیز شناخته می‌شود. به‌طور دقیق‌تر، پیرولیز به واکنش‌های تخریب شیمیایی مواد اطلاق می‌شود که در آن‌ها اکسیژن دخالتی ندارد. فرایند تجزیه گرمایی یک فرایند برگشت‌ناپذیر[2] است.

در این روش از ترکیبات فلز- آلی[3] به عنوان پیش ماده استفاده می‌شود. لیگاندها که جزء آلی ترکیبات کمپلکسی فلز- آلی هستند، در دمای بالا دچار تخریب حرارتی می‌شوند، که این فرایند اساس سنتز نانوذرات با این ترکیبات است [۱۸].

[1] Endothermic
[2] Irriversible
[3] Organometallic Compounds

مانند سایر روش‌های شیمیایی(روش‌های تر) تهیه نانومواد، افزودن ترکیبات شیمیایی خاص می‌تواند منجر به کنترل اندازه شکل و ساختار محصول شوند. این ترکیبات هر چند به‌طور مستقیم در فرایندهای شیمیایی دخیل نمی‌شوند اما بر اثر برهمکنش‌های متفاوت با ذرات محصول، اثر خود را اعمال می‌نمایند [۱۹].

روش تجزیه گرمایی می‌تواند به عنوان یکی از روی‌کردهای سنتز نانوذرات مورد استفاده قرار گیرد. اجزای اصلی در این روش سنتزی عبارت از یک یا چند پیش ماده آلی- فلزی، یک حلال با دمای جوش بالا و عوامل افزودنی مختلف (همچون عوامل پایدار کننده، عوامل اکسنده یا کاهنده) است. جهت تولید ترکیبات خالص معمولاً از دمای پایین‌تر و اتمسفر گاز بی اثر استفاده می‌شود. سنتز نانوذرات فلزی خالص، نانوذرات اکسید فلزی (به خصوص نانوذرات اکسیدی مغناطیسی) و نانوذرات نیمه‌رسانا به عنوان قابلیت‌های این روش ذکر شده‌اند [۲۰].

همان‌طور که اشاره شد روش‌های متنوعی برای تهیه نانوذرات اکسید فلزی وجود دارد، اما وجود برخی مشکلات که به آن‌ها اشاره شد، سبب شد که استفاده از روشی ساده و کم‌خطر در دستور کار قرار گیرد. به همین منظور در این تحقیق، تهیه نانو اکسید مس به روش تجزیه گرمایی در دماهای مختلف و طی عمل کلسینه کردن در حضور امولسیون‌کننده آلی اسید سیتریک مورد مطالعه قرار گرفت. از دلایل انتخاب این روش می‌توان به برتری‌های ویژه در سادگی، ارزانی، راندمان تولید بالا، مدت زمان کوتاه تشکیل محصولات، عدم وجود خطر سمیت، عدم استفاده از حلال‌های شیمیایی پرخطر، پایداری محصولات، عدم حضور مشکلاتی مانند دما و فشار بالا، سازگار با محیط زیست به جهت عدم استفاده از هرگونه حلال آلی یا مواد شیمیایی دیگر و قابلیت کنترل استوکیومتری به همراه پارامترهای ساختاری و کنترل اندازه، ریخت و تشکیل فاز محصولات اشاره کرد [۲۱].

فصل دوم

بخش تجربی