





دانشگاه صنعتی شاهرود

دانشکده: فیزیک و مهندسی هسته ای

گروه: نانو فیزیک

پایان نامه کارشناسی ارشد

سنتز و مشخصه یابی Fe_2O_3 بدون آلاینش و آلاینش یافته برای کاربردهای

ضد باکتری

سیده پریسا عابدی

استاد راهنما:

دکتر محمد باقر رحمانی

استاد مشاور:

دکتر فرخنده رضائی

بهمن ۱۳۹۷

شماره:

تاریخ:

باسمه تعالی



دانشگاه صنعتی شاهرود

مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۳) صورتجلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

با نام و یاد خداوند متعال، ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد خانم سیده پریسا عابدی با شماره دانشجویی ۹۵۰۹۸۸۴ رشته فیزیک گرایش نانو تحت عنوان سنتز و مشخصه یابی Fe_2O_3 بدون آلاینش و آلاینش یافته برای کاربردهای ضد باکتری که در تاریخ ۱۳۹۷/۱۱/۸ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می گردد:

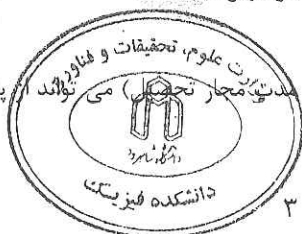
☐ مردود	☒ قبول (با درجه:)
☒ عملی	☐ نظری
نوع تحقیق:	

عضو هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضاء
۱- استاد راهنمای اول	دکتر محمد باقر رحمانی	استادیار	
۲- استاد راهنمای دوم			
۳- استاد مشاور	دکتر فرخنده رضایی	استادیار	
۴- نماینده تحصیلات تکمیلی	دکتر سید ایمان حسینی	استادیار	
۵- استاد ممتحن اول	دکتر محمد ابراهیم قاضی	دانشیار	
۶- استاد ممتحن دوم	دکتر سعید حسامی پيله رود	استادیار	

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده: دکتر سعید حسامی پيله رود

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:

تبصره: در صورتی که کسی مردود شود حداکثر یکبار دیگر (در مدت مجاز تحصیلی) می تواند از پایان نامه خود دفاع نماید (دفاع مجدد نباید زودتر از ۴ ماه برگزار شود).



مشکرو قدردانی:

پاس خدای را که سخوران در ستودن او بماند و شمارندگان، شمردن نعمت های او ندانند و کوشندگان، حق او را کزاردن نتوانند.

در ابتدا مراتب پاسکنداری خود را از استاد راهنمای گرامی خود جناب آقای دکتر محمد باقر رحانی به خاطر کمک ها و راهنمایی ارزنده شان در انجام

این پایان نامه ابراز می نمایم. همچنین از اساتو مشاور عزیزم دکتر فرخنده رضایی کمال تشکر را دارم.

از مؤلین محترم آزمایشگاه، آقای مهندس عسکری و آقای شهیدی به منظور زحمات و بهکاریشان در انجام این تحقیق صمیمانه پاسکندارم.

همچنین از دوست عزیزم خانم مرضیه سادات حسینی برای همراهی و دوستی صادقانه اش تشکر و قدردانم.

تقدیم اثر:

دکمال عشق و احترام این پایان نامه را.....

به پدر و مادرم به پاس عاطفه سرشار و کرمای امید بخش وجودشان که در این سردترین روزگار ان بهترین پشتیبان است.

به خواهران عزیزم که محظاتی ناب باور بودن، جسارت خواستن، عظمت رسیدن و تمام تجربه های یکتا و زیبای زندگیم مدیون حضور سبز

آنهاست.

تقدیم می کنم.

تعهد نامه

اینجانب سیده پریسا عابدی دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته علوم و فناوری نانو گرایش نانو فیزیک دانشکده فیزیک دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان نامه سنتز و مشخصه یابی Fe_2O_3 بدون آلاینش و آلاینش یافته برای کاربردهای ضد باکتری تحت راهنمایی دکتر محمد باقر رحمانی متعهد می شوم.

تحقیقات در این پایان نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است .

در استفاده از نتایج پژوهشهای محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است .

مطالب مندرج در پایان نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است .

کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد و مقالات مستخرج با نام « دانشگاه صنعتی شاهرود » و یا « Shahrood University of Technology » به چاپ خواهد رسید .

حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان نامه تأثیرگذار بوده اند در مقالات مستخرج از پایان نامه رعایت می گردد.

در کلیه مراحل انجام این پایان نامه ، در مواردی که از موجود زنده (یا بافتهای آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است .

در کلیه مراحل انجام این پایان نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است .

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه های رایانه ای، نرم افزار ها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود. استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی باشد.

چکیده:

هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) پایدارترین فاز اکسید آهن است و کاربردهای فراوانی در حسگرهای گازی، کاتالیزوری و مواد آنتی باکتریال دارد. در این پایان نامه در بخش اول لایه‌های نازک هماتیت به روش اسپری پیرولیز در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C بر روی زیر لایه شیشه لایه نشانی شد. سپس عملکرد حسگری لایه‌های نازک هماتیت به غلظت‌های مختلف بخار اتانول در دماهای مختلف اندازه‌گیری شد. تحلیل الگوی XRD لایه‌های سنتز شده نشان‌دهنده بلورینگی نمونه‌ها در دمای زیر لایه ۴۰۰ و ۴۵۰°C است. تصاویر FESEM لایه‌های نازک نشان داد که با افزایش دمای زیرلایه به ۴۰۰ و ۴۵۰°C سطح نمونه‌ها تخلخل بیشتری پیدا کردند، اما در نمونه تهیه شده در ۵۰۰°C سطح یکنواخت تری از نانو دانه‌ها تشکیل شد. اندازه‌گیری‌های حسگری گازی به ۲۰۰ ppm بخار اتانول مقادیر پاسخ ۴۵، ۴۶، ۳۰ و ۲۰٪ را برای نمونه‌های تهیه شده در دماهای زیرلایه ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C نشان داد. در بخش دوم این پایان نامه، نانو ذرات اکسید گرافن با روش متداول هامرز بهبود یافته سنتز شدند. همچنین نانو کامپوزیت های $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ با نسبت های وزنی متفاوت به روش آبی-گرمایی سنتز شدند. با استفاده از روش ویلیامسون حال تحلیل الگوی XRD بیشترین اندازه بلورک و کمترین کرنش را برای کامپوزیت تهیه شده با ۰/۰۷۲gr نسبت وزنی $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ نشان داد. همچنین بر اساس آنالیز UV-Vis با افزایش GO در نانو کامپوزیت نسبت $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ افزایش در جذب نور مشاهده شد. اثرات آنتی باکتریال همه ی نانو کامپوزیت ها به باکتری های گرم مثبت استافیلوکوکوس اورئوس و گرم منفی اشرشیا کولی اندازه گیری شد و در پایان نامه گزارش شد.

کلمات کلیدی: هماتیت، اسپری پیرولیز، اکسید گرافن، کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن یافته، آنتی باکتریال، حسگری گازی

لیست مقالات مستخرج از پایان نامه

عابدی، سیده پریسا؛ رحمانی، محمد باقر " رشد و مشخصه‌یابی و بررسی ویژگی های حسگری گازی لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (هماتیت) "، کنفرانس فیزیک ایران ۹۷ ص ۱۲۴۷، قزوین.

عابدی، سیده پریسا؛ رحمانی، محمد باقر؛ رضایی، فرخنده " تاثیر دمای زیر لایه بر ویژگی‌های لایه های نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (هماتیت) "، کنفرانس فیزیک ایران ۹۷ ص ۱۸۶۸، قزوین.

۱- فصل اول: مقدمه

- ۱-۱ مقدمه ۲
- ۲-۱ اکسید آهن ۲
- ۳-۱ هماتیت ۴
- ۴-۱ گرافن ۵
- ۵-۱ اکسید گرافن ۷
- ۶-۱ اکسید گرافن کاهش یافته ۷
- ۷-۱ مواد ضد باکتری ۹
- ۱-۷-۱ باکتری اشرشیاکلای ۱۰
- ۲-۷-۱ باکتری استافیلوکوکوس ۱۱
- ۸-۱ جمع بندی ۱۲

۲- فصل دوم: مروری بر مقالات روش‌های رشد و بررسی خواص آنتی باکتریال و

حسگری هماتیت

- ۱-۲ مقدمه ۱۴
- ۲-۲ وابستگی خصوصیات فیزیکی لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در کاربرد آنتی باکتریال ۱۴
- ۳-۲ سنتز و مشخصه‌یابی لایه نازک هماتیت توسط روش اسپری پیرولیز ۱۷
- ۴-۲ سنتز و مشخصه‌یابی کامپوزیت اکسید آهن با گرافن کاهش یافته و نقره ۲۰
- ۵-۲ سنتز کامپوزیت $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ و بررسی خاصیت حسگری آن ۲۳

۲-۶ جمع بندی..... ۲۷

۳- فصل سوم: معرفی روش های مشخصه یابی ساختاری نمونه ها

۳-۱ مقدمه ۳۰

۳-۲ روش های سنتز نانو ساختارها ۳۰

۳-۳ روش اسپری پایرولیز..... ۳۱

۳-۴ لایه نشانی به روش هیدروترمال..... ۳۲

۳-۵ الگوی پراش پرتو ایکس XRD ۳۳

۳-۶ میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) ۳۶

۳-۷ طیف سنج فوتولومینوسانس (PL)..... ۳۷

۳-۸ دستگاه طیف سنجی - مرئی فرابنفش (UV-Vis) ۳۷

۳-۹ طیف سنجی رامان ۳۹

۳-۱۰ طیف سنج تبدیل فوریه مادون قرمز..... ۴۰

۳-۱۱ حسگر گازی..... ۴۱

۳-۱۲ جمع بندی..... ۴۴

۲- فصل چهارم: نتایج و بحث

۴-۱ مقدمه ۴۶

۴-۲ تهیه لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ به روش اسپری پایرولیز و بررسی ویژگی حسگری..... ۴۶

۴-۲-۱ سنتز لایه نازک هماتیت در دماهای مختلف زیر لایه..... ۴۶

۴۷.....	۲-۲-۴ نتایج ساختاری.....
۴۹.....	۳-۲-۴ مورفولوژی سطح.....
۵۱.....	۴-۲-۴ طیف سنجی رامان.....
۵۲.....	۵-۲-۴ ویژگی‌های اپتیکی لایه نازک هماتیت.....
۵۵.....	۶-۲-۴ طیف سنجی فوتولومینوسانس
۵۶.....	۷-۴-۲ سنجش حسگر گازی
۷۵.....	۳-۴ بررسی خاصیت ضد باکتری نانو ذرات هماتیت آلاینده با اکسید گرافن.....
۷۵.....	۱-۳-۴ سنتز اکسید گرافن.....
۷۶.....	۲-۳-۴ سنتز نانو ذرات هماتیت
۷۶.....	۳-۳-۴ سنتز کامپوزیت هماتیت و اکسید گرافن کاهش یافته
۷۸.....	۴-۳-۴ بررسی ویژگی‌های ساختاری نمونه‌ها
۸۰.....	۵-۳-۴ بررسی ریخت شناسی سطح.....
۸۴.....	۶-۳-۴ طیف سنجی رامان.....
۸۶.....	۷-۳-۴ طیف سنجی مادون قرمز.....
۸۷.....	۸-۳-۴ مطالعه ویژگی نوری نمونه‌ها.....
۹-۳-۴	۹ بررسی اثر ضد باکتریایی نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و کامپوزیت اکسید آهن با
۹۰.....	اکسید گرافن کاهش یافته.....
۹۸.....	۴-۴ جمع بندی.....

۵- فصل پنجم: نتیجه‌گیری و پیشنهادات

۵-۱ مقدمه ۱۰۲

۵-۲ بررسی اثر دمای زیر لایه بر خواص فیزیکی، اپتیکی و حسگری گازی لایه‌های نازک هماتیت تهیه شده

به روش اسپری پیرولیز ۱۰۲

۵-۳ رشد و تحلیل نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و هماتیت آلاش یافته با اکسید گرافن کاهش

یافته ۱۰۴

۵-۴ پیشنهاد برای فعالیت‌های پژوهشی در آینده ۱۰۶

مراجع ۱۰۷

فهرست شکل ها

- شکل ۱-۱: ساختار بلوری الف) هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) و ب) مگنتیت (Fe_3O_4)..... ۴
- شکل ۱-۲: تصویر شبکه شش ضلعی اتم گرافن..... ۶
- شکل ۱-۳: در سمت راست تصویری از صفحه‌ی اکسید گرافن و تصویر سمت چپ شبکه گرافن کاهش یافته است..... ۸
- شکل ۱-۴: تصویر میله‌ای شکل باکتری اشرشیاکلا..... ۱۰
- شکل ۱-۵: تصویر میکروسکوپی باکتری استافیلوکوکوس به صورت خوشه‌های انگور..... ۱۱
- شکل ۱-۲: طیف XRD از لایه‌های تشکیل شده با ضخامت ۱۵۶، ۱۰۳ و ۲۵۱ nm..... ۱۵
- شکل ۲-۲: تصاویر FESEM از لایه‌های هماتیت با ضخامت الف) ۱۵۶، ب) ۲۰۳ و ج) ۲۵۶nm..... ۱۶
- شکل ۲-۳: نتایج آزمایش روی باکتری استافیلوکوکوس با: الف) لایه شیشه‌ای خالی و لایه‌های هماتیت با ضخامت ب) ۱۵۶، ج) ۲۰۳ و د) ۲۵۱ nm..... ۱۷
- شکل ۲-۴: طیف پراش پرتو ایکس برای نمونه‌های سنتز شده در دماهای مختلف..... ۱۸
- شکل ۲-۵: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های لایه نازک هماتیت در دماهای الف) ۳۲۵، ب) ۳۵۰، ج) ۳۷۵ و د) ۴۰۰°C..... ۱۹
- شکل ۲-۶: نمودار تغییر ضخامت لایه‌های هماتیت با افزایش دمای زیر لایه..... ۱۹

شکل ۷-۲ نمودار تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ نسبت به $h\nu$ در لایه‌های هماتیت سنتز شده با دماهای متفاوت زیر

لایه.....۲۰

شکل ۸-۲ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی: الف) نانو ورقه‌های گرافن ب) نانوکامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$

ج) کامپوزیت نانو صفحات $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$۲۱

شکل ۹-۲ پراش پرتو ایکس برای نانو کامپوزیتهای الف) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ و ب) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$۲۲

شکل ۱۰-۲ طیف سنجی نور مرئی نمونه‌های: الف) GO ، ب) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ و ج) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$۲۳

شکل ۱۱-۲ طیف XRD از نمونه الف) GO و ب) $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}) (8:1)$۲۴

شکل ۱۲-۲ تصویر FT-IR از نمونه‌های GO ، Fe_2O_3 ، $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}) (8:1)$۲۵

شکل ۱۳-۲ تصویر SEM از نمونه‌های: الف) Fe_2O_3 ، ب) GO و ج) $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}) (8:1)$۲۵

شکل ۱۴-۲ الف) تأثیر دمای کار روی پاسخ حسگر گازی نانو ذرات $(\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}) (8:1)$ در غلظت 200 ppm

ب) منحنی پاسخ و بازیابی برای کامپوزیتهای $(8:1)$ ، $(10:1)$ و $(12:1)$ در دمای 260°C برای غلظت

200 ppm۲۶

شکل ۱۵-۲ الف) منحنی پاسخ و بازیابی برای نمونه‌های $(8:1)$ ، $(10:1)$ و $(12:1)$ در غلظت‌های 800 ppm -

۵ در دمای 260°C ب) پاسخ کامپوزیتهای $(8:1)$ ، $(10:1)$ و $(12:1)$ به گازهای مختلف در دمای 260°C

برای غلظت 200 ppm۲۷

شکل ۱-۳: الف) دستگاه اسپری پایرولیز مورد استفاده در این پایان نامه ب) طرح الگووار دستگاه.....۳۱

شکل ۲-۳ طرح شماتیک از شبکه بلوری برای نشان دادن قانون براگ.....۳۴

- شکل ۳-۳: الف) دستگاه XRD مورد استفاده در این پایان نامه ب) طرح کلی از دستگاه XRD..... ۳۵
- شکل ۳-۴: الف) دستگاه FESEM ب) طرح کلی دستگاه میکروسکوپ الکترون روبشی..... ۳۶
- شکل ۳-۵: دستگاه طیف نگار مورد استفاده در این پایان نامه واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود..... ۳۸
- شکل ۳-۶: دستگاه میکرو رامن (Micro Raman) مدل واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود..... ۴۰
- شکل ۳-۷: دستگاه طیف سنجی مادون قرمز مدل در دانشگاه فردوسی مشهد..... ۴۱
- شکل ۳-۸: دستگاه حسگری طراحی و ساخته شده در دانشگاه صنعتی شاهرود..... ۴۳
- شکل ۴-۱: الگوی پراش XRD نمونه های لایه نازک اکسید آهن در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ °C..... ۴۸
- شکل ۴-۲: تصاویر ریخت شناسی سطح توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی برای نمونه های الف) ST35، ب) ST40، ج) ST45 و د) ST50..... ۵۰
- شکل ۴-۳: نمودار اندازه گیری رامن برای نمونه های ST35، ST40، ST45 و ST50..... ۵۱
- شکل ۴-۴: نمودار جذب نمونه های لایه نازک اکسید آهن سنتز شده در دماهای زیر لایه ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ °C..... ۵۲
- شکل ۴-۵: نمودار عبور نمونه های لایه نازک هماتیت سنتز شده در دماهای زیر لایه ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ °C..... ۵۳
- شکل ۴-۶: گاف نواری $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در دمای سنتز ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ °C..... ۵۴
- شکل ۴-۷: طیف رامن نمونه های هماتیت سنتز شده در دمای مختلف زیر لایه..... ۵۶

شکل ۴-۸: الف) تصویر قطعه حسگری نمونه لایه نازک هماتیت ب) الگوی نمونه حسگری ج) تصویر

الگووار از محفظه حسگری.....۵۸

شکل ۴-۹ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۰

شکل ۴-۱۰ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۰

شکل ۴-۱۱ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۱

شکل ۴-۱۲ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای 250°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۱

شکل ۴-۱۳ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۳

شکل ۴-۱۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۳

شکل ۴-۱۵ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۴

شکل ۴-۱۶ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 250°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و

۱۰۰۰.....۶۴

شکل ۱۷-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۶۶

شکل ۱۸-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۶۶

شکل ۱۹-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۶۷

شکل ۲۰-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای 250°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۶۷

شکل ۲۱-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۶۹

شکل ۲۲-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۶۹

شکل ۲۳-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۷۰

شکل ۲۴-۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای 250°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰.....۷۰

- شکل ۴-۲۵ حساسیت نمونه‌های لایه نازک هماتیت (الف) ST35 (ب) ST40 (ج) ST45 (د) ST50 در غلظت‌های مختلف در دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C ۷۳
- شکل ۴-۲۶ حساسیت نمونه‌های لایه نازک هماتیت در غلظت ۲۰۰ ppm برای دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C ۷۴
- شکل ۴-۲۷ الگوی پراش پرتو x نمونه‌های (الف) اکسید گرافن (ب) اکسید آهن (ج) کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته با درصدهای وزنی مختلف اکسید گرافن ۷۹
- شکل ۴-۲۸ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) نمونه‌های (الف) اکسید گرافن (ب) اکسید آهن و کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته با درصدهای وزنی مختلف اکسید گرافن (ج) FG1، (د) FG2 و (ه) FG3 در دو مقیاس ۲۰۰ nm و ۱ μ m ۸۳
- شکل ۴-۲۹ طیف EDX برای نمونه‌های (الف) اکسید گرافن (ب) اکسید آهن (ج) کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته ۸۴
- شکل ۴-۳۰ طیف رامان نمونه اکسید گرافن (ب) طیف رامان نمونه‌های اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته ۸۵
- شکل ۴-۳۱ طیف FTIR نمونه‌های (الف) اکسید گرافن (ب) کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته ۸۷
- شکل ۴-۳۲ نمودار درصد جذب نور مرئی برای نمونه‌های G ، FG1 ، FG2 و FG3 ۸۸
- شکل ۴-۳۳ طیف درصد عبور نور بر حسب طول موج برای نمونه‌های G ، FG1 ، FG2 و FG3 ۸۹
- شکل ۴-۳۴ نمودار درصد جذب نور مرئی برای نمونه‌های (الف) FG1، (ب) FG2 و (ج) FG3 ۹۰

شکل ۳۵-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید گرافن بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus) ۹۲

شکل ۳۶-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus) ۹۳

شکل ۳۷-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته (FG1) بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus) ۹۴

شکل ۳۸-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن کامپوزیت با اکسید گرافن کاهش یافته (FG2) بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus) ۹۵

شکل ۳۹-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته (FG3) بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus) ۹۶

شکل ۴۰-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال نمونه‌های F , G , FG1 , FG2 , FG3 در غلظت ۱ mg/mL بر روی دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus) ۹۷

فهرست جدول ها

- جدول ۱-۱ ویژگی های اکسیدهای آهن..... ۳
- جدول ۱-۴: شرایط لایه نشانی برای تهیه لایه نازک اکسید آهن..... ۴۷
- جدول ۲-۴: مشخصات ساختاری محاسبه شده متعلق به فاز بلوری هماتیت..... ۴۹
- جدول ۳-۴ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST35 در دماها و غلظت های مختلف گاز اتانول..... ۶۲
- جدول ۴-۴ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST40 در دماها و غلظت های مختلف گاز اتانول..... ۶۵
- جدول ۵-۴ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST45 در دماها و غلظت های مختلف گاز اتانول..... ۶۸
- جدول ۶-۴ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST50 در دماها و غلظت های مختلف گاز اتانول..... ۷۱
- جدول ۷-۴ مواد مورد استفاده در سنتز اکسید گرافن..... ۷۵
- جدول ۸-۴: نامگذاری نمونه های سنتز شده..... ۷۷
- جدول ۹-۴ مشخصات ساختاری محاسبه شده متعلق به فاز بلوری هماتیت و اکسید گرافن..... ۸۰
- جدول ۱۰-۴ اثر آنتی باکتریال غلظت های مختلف اکسید گرافن بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس ۹۲

جدول ۴-۱۱ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف اکسید آهن بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس

اورئوس.....۹۳

جدول ۴-۱۲ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته

(FG1) بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس.....۹۴

جدول ۴-۱۳ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته

(FG2) بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس.....۹۵

جدول ۴-۱۴ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته

(FG3) بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس.....۹۶

جدول ۴-۱۴ اثر آنتی باکتریال نمونه‌های G , F , FG1 , FG2 , FG3 در غلظت ۱mg/mL بر دو باکتری

اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس.....۹۷

فصل اول

مقدمه

۱-۱ مقدمه

نانو فناوری علمی است کاربردی که بر ساخت، شناسایی و کاربرد مواد و تجهیزات در ابعاد نانو تمرکز دارد. این دانش در طبقه بندی علوم مختلفی شامل فیزیک، شیمی، پزشکی و دیگر زمینه‌های علمی قرار می‌گیرد که به مطالعه و بررسی مواد در ابعاد نانو می‌پردازد. واژه نانو به ایجاد و خلق ساختارهای بزرگتر از اتم و کوچکتر از حالت توده اطلاق می‌شود که حداقل در یک بعد کمتر از nm ۱۰۰ باشند. این مواد دارای تفاوت‌های قابل ملاحظه‌ای نسبت به رفتار فیزیکی اتم و خواص ماده در حالت توده می‌باشد. دستیابی به توانایی و دانش کنترل خواص مواد نانو می‌تواند منجر به تولید علوم، محصولات و فناوری‌های نو گردد. در این فصل به مطالعه‌ی اکسید آهن و فازهای مختلف آن پرداخته می‌شود، فاز آلفای اکسید آهن (هماتیت) به صورت مختصر معرفی و ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی آن بررسی می‌گردد، گرافن، اکسید گرافن و گرافن کاهش یافته به عنوان مواد مناسب جهت کامپوزیت با اکسید آهن معرفی و خواص آن‌ها بررسی می‌شود و کاربرد این مواد در زمینه‌های مختلف صنعتی، زیستی و پزشکی مورد تحقیق قرار خواهد گرفت.

۱-۲ اکسید آهن

آهن و اکسیژن دو عنصر از چهار عنصر رایج در پوسته زمین می‌باشند که ترکیب شیمیایی این دو ماده در طول هزاران سال نقش مهمی را در فرآیندهای طبیعی زیست شناسی و زمین شناسی ایفا کرده‌اند. آهن از عناصر فلزات واسطه است که ایزوتوپ های پایدار آن ^{58}Fe , ^{57}Fe , ^{56}Fe , ^{54}Fe می‌باشد. در جدول ۱-۱ برخی از ویژگی‌های فیزیکی اکسیدهای آهن ذکر شده است [۱].

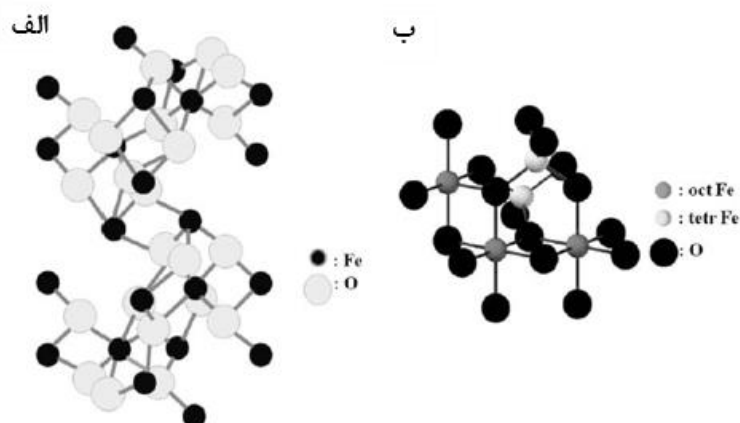
جدول ۱-۱ ویژگی‌های اکسیدهای آهن [۱].

اکسید آهن	ماگمیت	مگنتیت	هماتیت
فرمول ملکولی	$\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$	Fe_3O_4	$\alpha - \text{Fe}_2\text{O}_3$
چگالی (g/cm^3)	۴/۸۷	۵/۱۸	۵/۲۶
نقطه ذوب ($^{\circ}\text{C}$)	-	۱۵۸۳-۱۵۹۷	۱۳۵۰
سختی	۵	۵/۵	۶/۵
نوع مغناطیسی	فری مغناطیس	فرو مغناطیس	فرومغناطیس ضعیف یا آنتی فرومغناطیس
دمای کوری (K)	۸۲۰-۹۸۶	۸۵۰	۹۵۶
سیستم بلوری	مکعبی یا چهارگوشی	مکعبی	راست گوشه، شش گوشه
گروه فضایی	(مکعبی) $P4_332$ (چهارگوشی) $P4_12_12$	$\text{Fd}3\text{m}$	(شش گوشه) $R3c$
پارامترهای شبکه (nm)	(مکعبی) $a=0.83474$ $a=0.8347$ $c=2.501$ (چهارگوشی)	$a=0.8396$	(شش گوشه) $a=0.5034$ $c=1.375$ $a_{Rh}=2.5427$ $\alpha=55/3^{\circ}$ (راست گوشه)

به طور طبیعی، آهن در لایه ظرفیت خود هشت الکترون دارد و به دلیل الکترونگاتیوی اکسیژن

می‌تواند با آن ترکیب‌های دو ظرفیتی و سه ظرفیتی تشکیل بدهد. پلی مورف‌های اکسید آهن اغلب

در طبیعت به عنوان مواد معدنی یافت می‌شوند. هماتیت^۱ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) و ماگمیت^۲ ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) در خاک، سنگ‌ها، رودخانه و دریاها حضور دارند [۲]. از دیگر فازهای اکسید آهن، فاز بتای اکسید آهن ($\beta\text{-Fe}_2\text{O}_3$) و زتای ($\epsilon\text{-Fe}_2\text{O}_3$) آن در سال‌های اخیر سنتز و گسترده شده است. در این میان متداول-ترین اکسیدهای آهن را می‌توان هماتیت، ماگمیت و مگنتیت^۳ (Fe_3O_4) نام برد [۳].



شکل ۱-۱ ساختار بلوری (الف) هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) و (ب) مگنتیت (Fe_3O_4)

۳-۱ هماتیت

هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) یکی از پایدارترین فازهای اکسید آهن می‌باشد. هماتیت نیم‌رسانای نوع n با ساختار شش وجهی است که در آن اتم‌های اکسیژن به صورت تنگ پکیده چنان قرار گرفته‌اند که دو سوم حجم مکان‌های هشت وجهی توسط یون‌های آهن اشغال شده است. گاف انرژی $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در حدود ۲/۵-۲/۱ eV است. هماتیت به دلیل ویژگی‌ها و مزایای آشکار خود مانند هزینه پایین، مقاومت در برابر خوردگی، غیر سمی بودن و سازگاری خوب با محیط زیست از اهمیت فراوانی

¹ Hematite
² Maghemite
³ Magnetite

برخوردار است. تنها نقطه ضعف قابل توجه هماتیت رسانایی کم در نتیجه عملکرد پایین الکتریکی و الکتروشیمیایی می باشد. در نانو مواد با تغییر در اندازه و ریخت شناسی ذرات می توان قابلیت ترابری بار، خواص الکتریکی و مغناطیسی را اصلاح نمود. از این رو انتخاب روش سنتز مناسب می توان خواص فیزیکی ماده را بهبود بخشید [۴]. فاز آلفای اکسید آهن کاربردهای فراوانی نظیر استفاده به عنوان فتوالکتروود در سلول های خورشیدی و کاتالیزور خوبی برای اکسایش سیکلو هگزان می باشد. هماتیت به عنوان حسگرهای گازی برای آشکارسازی گازهایی مانند اتانول، استون، فرمالدهید و دیگر گازهای سمی کاربرد زیادی دارد. از دیگر کاربرد هماتیت ویژگی ضد باکتری آن در تشخیص های درمانی و ابزار پزشکی می باشد [۵، ۶]. هماتیت از جذاب ترین و مهم ترین اکسیدهای فلزی می باشد که به صورت نانو ساختارهای مختلف قابل سنتز است که از میان آن ها می توان به نانوساختارهای: میله ای^۴، مکعبی^۵، گل شکل^۶، ساختارهای سلسه مراتبی^۷ و نانو صفحات^۸ اشاره نمود [۷]. در ادامه به ترکیبات مختلف گرافنی به عنوان کاندیدای خوبی برای کامپوزیت کردن با هماتیت پرداخته می شود. کامپوزیت های حاصل برای ویژگی های حسگری گاز و ضد باکتری و غیره مورد مطالعه قرار می گیرند.

۱-۴ گرافن

گرافن دارای ساختار دو بعدی از یک لایه منفرد شبکه لانه زنبوری کربنی است. صفحات گرافن با کنار هم قرار گرفتن اتم های کربن تشکیل می شوند. در یک صفحه گرافن، هر اتم کربن با ۳ اتم کربن دیگر پیوند یافته است. این سه پیوند در یک صفحه قرار گرفته و زوایای بین آنها با یکدیگر

^۴ Rod

^۵ Cubic

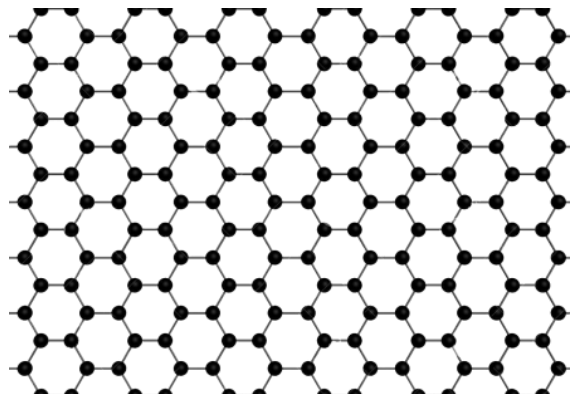
^۶ Flower like

^۷ Hierarchical

^۸ Plate

مساوی و برابر با ۱۲۰ درجه است. اتم های کربن در وضعیتی قرار می گیرند که شبکه ای از شش ضلعی های منظم را ایجاد می کنند. در برخی مواقع، شکل این صفحه به گونه ای تغییر می کند که در آن پنج ضلعی ها و هفت ضلعی هایی نیز تشکیل می شود.

در یک صفحه گرافن، هر اتم کربن یک پیوند آزاد در خارج از صفحه دارد. این پیوند مکان مناسبی برای قرار گیری برخی گروه های عاملی و هم چنین اتم های هیدروژن است. پیوند بین اتم های کربن در اینجا کووالانسی بوده و بسیار محکم است. لایه های گرافن توسط پیوندهای واندروالس روی هم قرار گرفته اند. این پیوند بسیار ضعیف است و لایه های گرافن به راحتی می توانند روی هم بلغزند به همین دلیل گرافیت نرم است. گرافن به علت داشتن ویژگی های فوق العاده در رسانندگی الکتریکی و رسانندگی گرمایی، چگالی بالا، رسانندگی اپتیکی و خواص مکانیکی به ماده ای منحصر بفرد تبدیل شده است. گرافن دارای ویژگی هایی است که آن را برای کاربردهای الکترونیک مطلوب می سازد. یکی از این ویژگی ها حرکت بالای حامل های بار در گرافن است. الکترون ها در گرافن به صورت آزادانه حرکت می کنند. همچنین گرافن به یک تک مولکول گاز می تواند واکنش نشان بدهد و در نتیجه برای ساخت ماده ردیاب در حسگرها از جذابیت زیادی برخوردار می باشد.



شکل ۱-۲: تصویری از شبکه ی شش ضلعی اتم های گرافن

امروزه روش‌های بسیار متنوعی برای ساخت گرافن بکار برده می‌شود که از متداول‌ترین آنها می‌توان به روش‌های لایه برداری مکانیکی، لایه برداری شیمیایی، سنتز شیمیایی و رسوب بخار شیمیایی (CVD)^۹ را نام برد. برخی روش‌های دیگری همانند شکافتن نانو لوله‌های کربنی و ساخت با امواج ماکروویو نیز اخیراً بکار برده شده‌اند. از میان روش‌های مختلف، سنتز اکسید گرافن به روش هامرز^{۱۰} بیشتر مورد استفاد محققان قرار گرفته است [۸].

۱-۵ اکسید گرافن

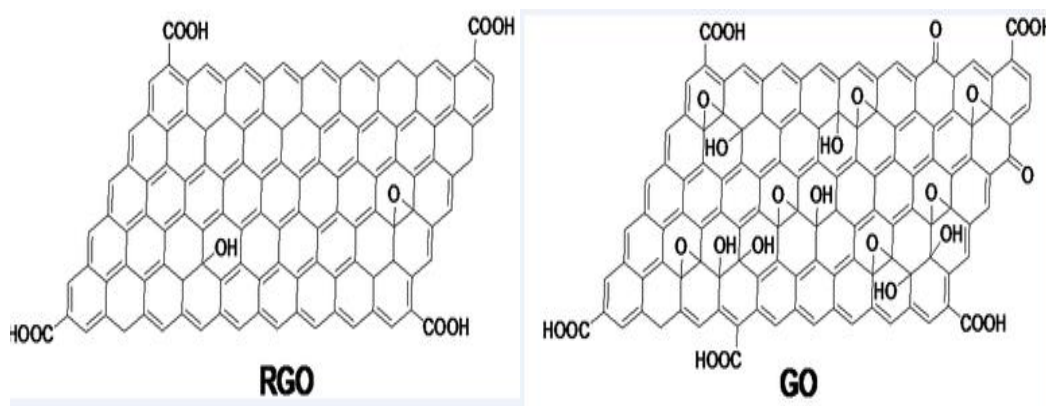
اکسید گرافن (GO) ماده ای دو بعدی است که به صورت تک لایه، با ساختار شش ضلعی و بلوری ساخته شده است که بر روی صفحاتش، گروه های اکسیژنی وجود دارد. این ماده به دلیل وجود گروه‌های اکسیژنی و به هم ریختن ساختار اصلی گرافنی، از خواص اصلی گرافن مانند رسانایی (الکتریکی-حرارتی) خوبی برخوردار نیست؛ ولی به دلیل وجود گروه‌های اکسیژنی، توانایی برهم کنشی بهتری با مواد دارد و این امکان را به ما می‌دهد که با پیوندهای کووالانسی صفحات را به پلیمرها یا مواد دیگری، پیوند بزنیم. این ماده همچنین از زیست سازگاری بهتری برخوردار است و در صنایع پزشکی کاربردهای بهتری از خود نشان می‌دهد [۹].

۱-۶ اکسید گرافن کاهش یافته

⁹ Chemical vapor deposition

¹⁰ Hummers method

اکسید گرافن کاهش یافته (rGO) شکلی از اکسید گرافن است که گروه‌های حاوی اکسیژن در آن حذف و یا کاهش پیدا کرده است تا گرافن خالص‌تر به دست آید. اکسید گرافن می‌تواند به صورت شیمیایی و یا حرارتی به گرافن کاهش یافته تبدیل شود. اکسید گرافن کاهش یافته به دلیل چگالی نقص کمتر نسبت به اکسید گرافن در حالی که اندازه دانه و فاصله صفحات حفظ شده است، از اهمیت بالایی برخوردار است [۱۰].



شکل ۱-۳ در سمت راست تصویری از صفحه‌ی اکسید گرافن و تصویر سمت چپ شبکه گرافن کاهش یافته است

کامپوزیت اکسید گرافن کاهش یافته با هماتیت به عنوان حسگر گازی برای سنجش گازهای سمی و زیست حسگرهای نانویی برای کنترل دارو و بیماری‌ها [۱۱-۱۳]، تبدیل و ذخیره سازی انرژی در باتری‌های لیتیومی [۱۴]. و به عنوان فوتوکاتالیست در صنعت کاربرد فراوانی دارد [۱۵]، همچنین مطالعاتی در زمینه خواص ضد باکتریایی GO و rGO گزارش شده است [۱۶] که به کاربرد این مواد در زمینه‌ی ابزارات پزشکی و داروسازی اشاره دارد.

۷-۱ مواد ضد باکتری

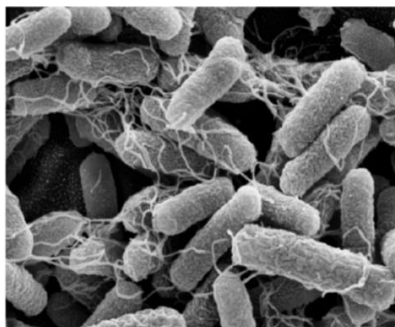
ظهور پر مخاطره‌ی عفونت‌های باکتریایی در طول سال‌ها منجر به افزایش علاقه محققان در توسعه‌ی عوامل ضد میکروبی مختلف شده است، به همین علت مواد ضد باکتری نقش مهمی را در حفظ سلامت انسان‌ها بر عهده دارند. فناوری نانو امکان تغییر و توسعه‌ی ویژگی‌های برجسته‌ی مواد را در ابعاد نانویی با تغییر در سطح اتمی و یا ملکولی فراهم می‌کند. مواد ضد باکتری دارای کاربردهای وسیعی در تشخیص و درمان بیماری‌های عفونی، زیست شناسی، سیستم‌های کنترل و انتقال دارو و ابزار زیستی و پزشکی می‌باشد [۱۷]. از میان نانو مواد مختلف، نانو ذرات فلزی و اکسیدهای فلزی مانند آهن و فازهای مختلف آن، روی و اکسید روی (Zn, ZnO)، مس و اکسید مس (Cu, CuO)، نقره (Ag) و منیزیم (Mg) فضای مناسبی را در میان عوامل ضد باکتریایی ایجاد می‌کنند که علت آن بزرگی سطح به نسبت حجم آن‌ها و بالا بودن فعالیت ضد میکروبی این مواد است. از فلزات و اکسیدهای فلزی که خاصیت ضد باکتری آن‌ها مورد مطالعه قرار گرفته است می‌توان به نقره، اکسید نقره، مس، اکسید مس، طلا، تیتانیوم، دی اکسید تیتانیوم، روی، اکسید روی و آهن اشاره کرد [۱۸]. خاصیت ضد باکتری هماتیت و کامپوزیت‌های آن در گزارش‌های مختلف بررسی شده است، که بدلیل مقرون به صرفه بودن، پایداری و اندازه نانو مقیاس این ماده در دستگاه‌های پزشکی و سایر موارد زیستی می‌تواند کاربرد داشته باشد [۱۹]. دو نوع باکتری استفاده شده در این پایان‌نامه جهت بررسی خاصیت ضد باکتری مواد رشد داده شده، استافیلوکوکوس اورئوس^{۱۱} و اشرشیاکولی^{۱۲} است که در ادامه توضیح مختصری در مورد این باکتری‌ها آورده شده است.

¹¹ Staphylococcus aureus (S.aureus)

¹² Escherichia coli (E.coli)

۱-۷-۱ باکتری اشرشیاکولی

باکتری اشرشیا کولی که مختصراً ای کولی نامیده می‌شود توسط متخصص اطفال و باکتری شناس آلمانی، تئودور اشریخ^{۱۳} در سال ۱۸۸۵ کشف شد و اکنون به عنوان بخشی از خانواده اشرشیا طبقه بندی می‌شود. ای کولی باکتری گرم منفی میله‌ای شکل است که به طور شایع در بخش تحتانی روده حیوانات خون گرم یافت می‌شود. اغلب گونه‌های ای کولی بی ضرر هستند اما برخی از انواع آن باعث مسمومیت وخیم غذایی در انسان‌ها می‌شود. گونه‌های بی ضرر این باکتری به طور طبیعی در روده انسان وجود دارند و ممکن است با تولید ویتامین‌های K و B_{۱۲} و با پیشگیری از استقرار باکتری‌های آسیب رسان در روده به میزبان سود برسانند. برخی از گونه‌های ای کلای مانند H_۷-۰۱۵۷ و H_۴-۰۱۰۴ سم‌های کشنده‌ای را تولید می‌کنند که می‌توانند باعث مسمومیت غذایی شوند. گونه H_۷-۰۱۵۷ به خاطر ایجاد عوارض وخیم و حتی مرگبار مانند سندروم هموتیک یورتیک مشهور است که ممکن است موجب نارسایی کلیه شود. این باکتری در بیرون از بدن برای مدت محدودی می‌تواند زنده بماند در نتیجه به عنوان میکروب برای آزمایش نمونه‌های محیطی آلودگی مناسب است [۲۰].

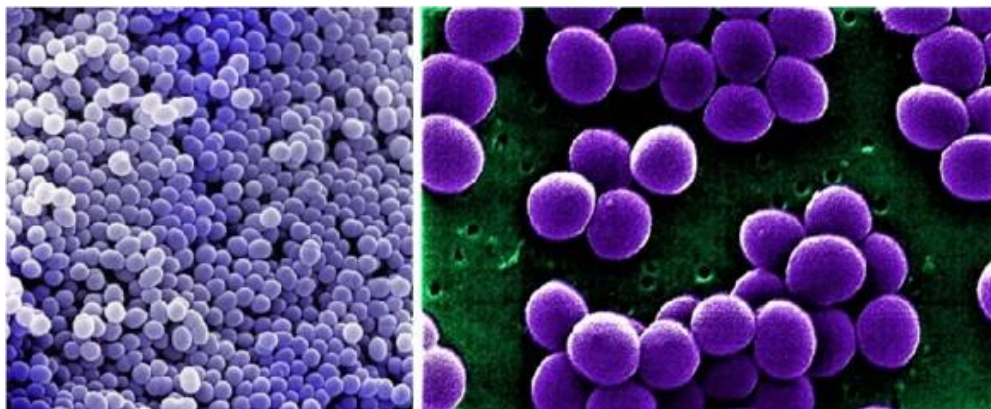


شکل ۱-۴: تصویر میله‌ای شکل باکتری اشرشیا کلای

¹³ Theodor Escherich

۱-۷-۲ باکتری استافیلوکوکوس اورئوس

باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (اس اورئوس) از خانواده استافیلوکوکاسی بوده و کروی شکل هستند که به صورت خوشه انگور دیده می‌شوند. اس اورئوس به دلیل مؤثر نبودن آنتی بیوتیک‌های معمولی در درمان آن نسبت به سایر گونه‌ها از اهمیت بالایی برخوردار است. اس اورئوس باکتری گرم مثبت است که در پوست بدن نیز دیده می‌شود و از مهم‌ترین باکتری‌های آلوده کننده مواد غذایی می‌باشد و باعث ایجاد طیف وسیعی از بیماری‌ها مانند عفونت‌های پوستی، سرگیجه، اسهال و سندروم پوسته پوسته شدن در انسان است. اس اورئوس به عنوان یکی از ۵ عامل شایع ایجاد کننده عفونت‌های بیمارستانی به ویژه عفونت‌های زخم پس از جراحی است. پس از کشف پنیسیلین، از این دارو برای درمان عفونت‌های استافیلوکوکوسی استفاده شد اما به مرور این باکتری به آنتی بیوتیک‌ها مقاوم شد در نتیجه تلاش برای مقابله با این باکتری مورد توجه محققان بسیاری قرار گرفته است [۲۱].



شکل ۱-۵: تصویر میکروسکوپی باکتری استافیلوکوکوس به صورت خوشه‌های انگور

۸-۱ جمع بندی

در این فصل ابتدا به معرفی آهن و فازهای مختلف اکسید آهن پرداخته شد. در میان فازهای مختلف آهن، فاز آلفای آن (هماتیت) که در این پایان نامه مورد بررسی قرار خواهد گرفت را به طور کامل شرح داده شد و خواص فیزیکی و شیمیایی آن مطالعه گردید همچنین در قسمت بعدی این فصل گرافن، اکسید گرافن و اکسید گرافن کاهش یافته را به عنوان مواد مناسب جهت کامپوزیت با هماتیت معرفی کرده و خواص و کاربردهای آن تحقیق شد. در بخش پایانی فصل تأثیر مواد ضدباکتری بر صنعت و پزشکی مطالعه شد و اهمیت هماتیت به عنوان ماده‌ای ضد باکتری، زیست سازگار و حسگری مناسب در سنجش گازهای سمی در ابعاد نانو ساختار مورد بحث قرار گرفت.

فصل دوم

مروری بر مقالات:

روش های سنشرو بررسی خواص آنتی باکتریال و حسمکری همایت

۲-۱ مقدمه

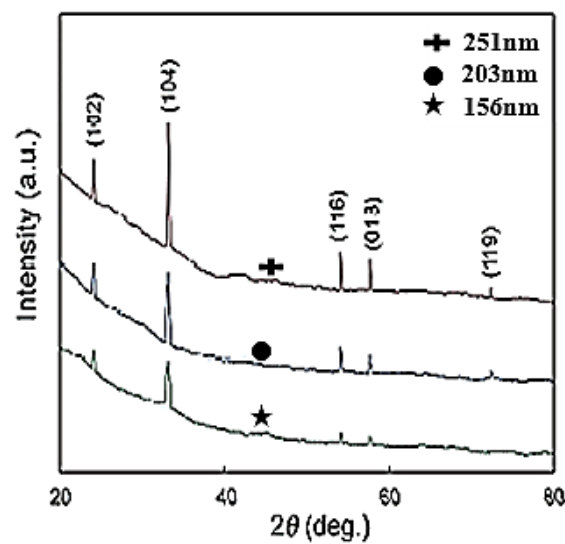
در این فصل به مرور مقالات هماتیت پرداخته می‌شود که به روش‌های مختلف اسپری پیرولیز، آبی-گرمایی و جذب پی در پی لایه یونی سنتز شده‌اند. در بخش اول سنتز هماتیت به روش جذب لایه یونی انجام شده است و خاصیت ضد باکتری هماتیت با تغییر در ضخامت لایه‌ها بررسی می‌گردد. بخش دوم تأثیر دمای زیر لایه بر ویژگی ساختاری و اپتیکی لایه نازک هماتیت مرور می‌شود. در بخش سوم کامپوزیت هماتیت با گرافن و نقره برای کاربرد در کاتالیزورها گزارش می‌شود و در بخش آخر کامپوزیت گرافن و هماتیت با درصد‌های مختلف هماتیت به روش آبی-گرمایی سنتز شده و کاربرد نمونه‌ها در ساخت حسگر گازی برای آشکارسازی گازهای مختلف مطالعه می‌شود.

۲-۲ وابستگی خصوصیات فیزیکی لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در کاربرد آنتی باکتریال

یوبال و همکاران لایه‌های نازک هماتیت را توسط روش جذب و واکنش پی در پی لایه یونی (SILAR)^{۱۴} بر روی زیرلایه شیشه‌ای سنتز کردند [۲۲]. در این سنتز از کلرید آهن ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.5 mol/L به عنوان پیش ماده کاتیونی و از هیدروکسید سدیم (NaOH) 1 mol/L به عنوان پیش ماده آنیونی استفاده شد. زیرلایه پس از شستشو به مدت ۲۰ ثانیه در پیش ماده کاتیونی غوطه‌ور شد و Fe^{3+} روی سطح زیر لایه جذب گردید. سپس به مدت ۲۰ ثانیه در آب دوبار تقطیر شستشو داده شد تا پیوندهای آزاد از سطح لایه جدا شوند. لایه درون پیش ماده آنیونی برای ۲۰ ثانیه‌ی دیگر غوطه‌ور شد و پس از آن در آب دوبار تقطیر طی ۲۰ ثانیه شستشو داده شد. فرآیند لایه نشانی بالا در سه زیر لایه در نظر گرفته شده ۴۰، ۵۰ و ۶۰ مرتبه تکرار گردید و ضخامت لایه‌ها به ترتیب

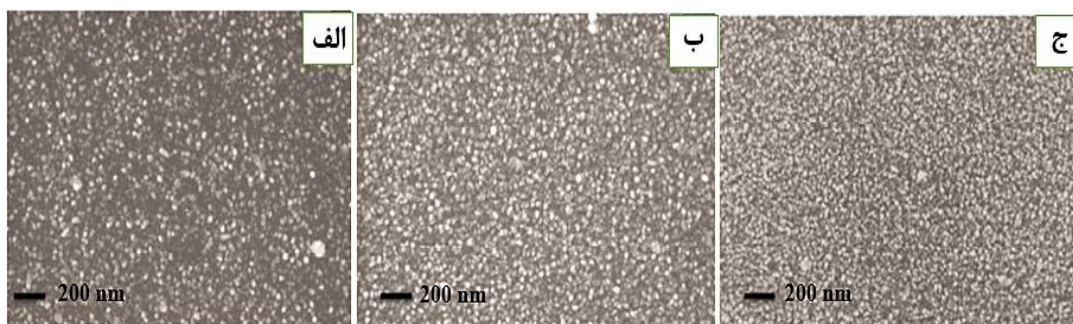
and reaction method ^{۱۴} Successive ionic layer adsorption

۱۵۶، ۲۰۳ و ۲۵۱ nm تخمین زده شد. برای تبدیل Fe(OH)_3 به FeO(OH) لایه‌ها به مدت ۲ ساعت در دمای ۵۷۳K قرار داده شدند و برای رسیدن به فاز آلفای اکسید آهن ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) به مدت ۳ ساعت در دمای ۷۷۳K بازپخت گردیدند. شکل ۱-۲ الگوی پراش پرتو ایکس را برای لایه‌های اکسید آهن نشان می‌دهد. نتیجه می‌شود با افزایش ضخامت لایه‌ها شدت قله‌های هماتیت در صفحات (۱۰۲)، (۱۱۴)، (۱۰۴)، (۰۱۳) و (۱۱۹) افزایش می‌یابد.



شکل ۱-۲ الگوی XRD از لایه‌های تشکیل شده با ضخامت ۱۵۶، ۲۰۳ و ۲۵۱ nm [۲۲].

شکل ۲-۲ ریخت شناسی سطح لایه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) را نشان می‌دهد از تصاویر نتیجه می‌شود نانوذرات اکسید آهن به صورت یکنواخت روی سطح زیر لایه توزیع شده‌اند و با افزایش ضخامت تراکم دانه‌ها روی سطح بیشتر شده که باعث افزایش تخلخل سطح لایه‌ها می‌شود.



شکل ۲-۲ تصاویر FESEM از لایه‌های هماتیت با ضخامت الف (۱۵۶، ب) ۲۰۳ و ج) ۲۵۱ nm [۲۲].

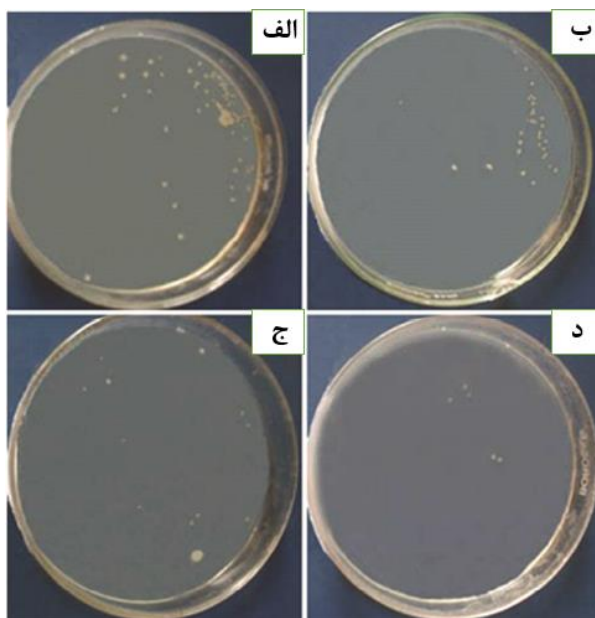
در این گزارش ویژگی ضد باکتری لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ با ضخامت‌های ۱۵۶، ۲۰۳ و ۲۵۱ nm برای باکتری استافیلوکوکوس مورد بررسی قرار گرفت و بازده ضد باکتری نمونه‌ها از رابطه زیر محاسبه گردید.

$$E(\%) = \frac{A - B}{A} \times 100 \quad (۱ - ۲)$$

در رابطه بالا E بازده ضد باکتری، A تعداد باکتری‌های زنده مانده در لایه شیشه‌ای خالی و B تعداد باکتری‌های زنده مانده در تماس با لایه‌های هماتیت است.

نتایج آزمایش در شکل ۲-۳ نشان می‌دهد که با افزایش ضخامت لایه‌ها از ۱۵۶ تا ۲۵۱ nm بازده ضد باکتری از ۳۷/۵٪ به ۸۷/۵٪ افزایش یافت که علت آن می‌تواند بهبود تخلخل سطح لایه با افزایش ضخامت باشد. در لایه نازک هماتیت یون‌های آهن آرایش Fe^{3+} دارند و در تماس با باکتری کاهش پیدا کرده و تبدیل به Fe^{2+} شده و رادیکال آزاد هیدروکسیل تولید می‌کنند. این رادیکال‌های آزاد هیدروکسیل و یون Fe^{2+} می‌توانند به پروتئین‌ها و اسیدهای هسته‌ای آسیب برسانند و باعث تضعیف تکثیر DNA و کشتن باکتری استافیلوکوکوس شوند. در لایه‌های هماتیت با افزایش ضخامت لایه،

غلظت یون Fe^{3+} افزایش می‌یابد در نتیجه تعداد باکتری بیشتری نابود می‌شود که نشان دهنده‌ی ارتباط مستقیم ضخامت لایه‌ها با خاصیت ضد باکتری است.

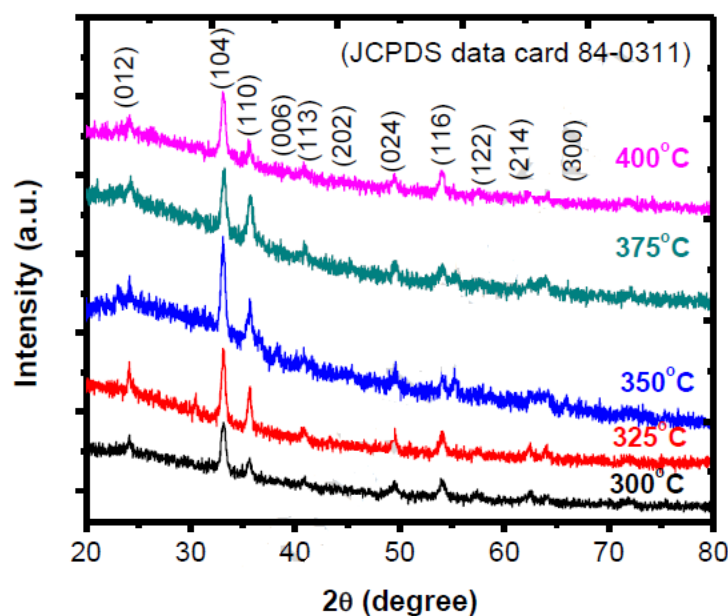


شکل ۲-۳ نتایج آزمایش روی باکتری استافیلوکوکوس با: الف) لایه شیشه‌ای خالی و لایه‌های هماتیت با ضخامت (ب) ۱۵۶، (ج) ۲۰۳ و (د) ۲۵۱ nm [۲۲].

۲-۳ سنتز و مشخصه‌یابی لایه نازک هماتیت توسط روش اسپری پیرولیز

یاداو و همکاران برای تهیه لایه نازک هماتیت به روش اسپری پیرولیز از کلرید آهن M ۰/۲۵ و متانول استفاده کردند [۲۳]. دمای زیر لایه بین ۳۰۰، ۳۲۵، ۳۵۰، ۳۷۵ و $400^{\circ}C$ متغیر بود و پارامترهای دیگر ثابت در نظر گرفته شد. آهنگ اسپری بین ۳-۴ mL/min و فاصله نازل تا زیر لایه ۳۰ cm تنظیم گردید از شیشه آمورف و شیشه‌ی FTO به عنوان زیر لایه استفاده شد.

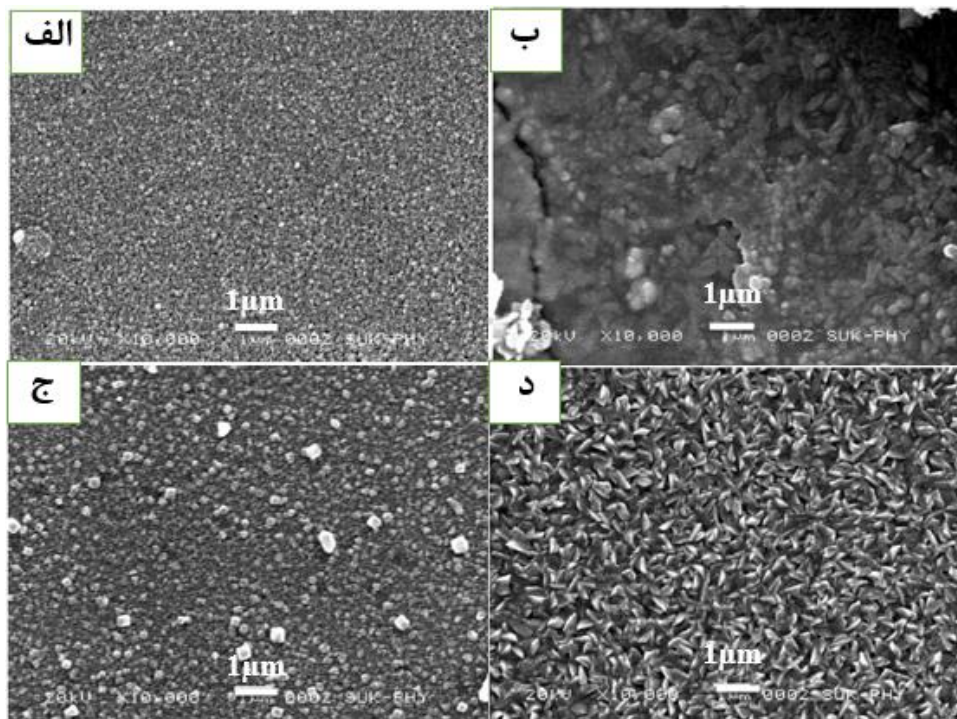
شکل ۲-۴ پراش پرتو ایکس (XRD) را برای لایه‌های مختلف نشان می‌دهد. برای لایه‌های تشکیل شده پراش صفحات (۰۱۲)، (۱۰۴)، (۱۱۰)، (۰۰۶)، (۱۱۳)، (۲۰۲)، (۰۲۴)، (۱۱۶)، (۱۲۲)، (۲۱۴) و (۳۰۰) مشاهده می‌شود که نشان دهنده‌ی تشکیل هماتیت است و وجود ماده‌ی دیگری مشاهده نمی‌شود. افزایش شدت در (۱۰۴) افزایش بلورینگی را در هماتیت نشان می‌دهد.



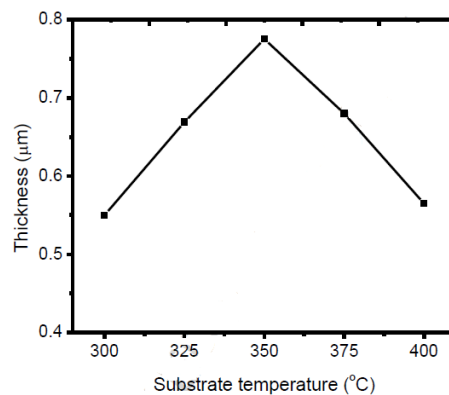
شکل ۲-۴ طیف پراش پرتو ایکس برای نمونه‌های سنتز شده در دماهای مختلف [۲۳].

شکل ۲-۵ تصاویر SEM از لایه‌های سنتز شده را نشان می‌دهد. لایه نازک هماتیت در دمای ۳۲۵°C دارای سطح صاف و یکنواخت است و در دماهای بالاتر ورقه‌های هماتیت متراکم‌تر می‌شوند. با تغییر دمای زیرلایه ضخامت لایه‌ها نیز تغییر می‌کند. ضخامت لایه‌های محاسبه شده برای دماهای ۳۰۰، ۳۲۵، ۳۵۰، ۳۷۵ و ۴۰۰°C به ترتیب ۰/۵۵، ۰/۶۷، ۰/۷۸، ۰/۶۸ و ۰/۵۷ μm است که در نمودار شکل ۲-۶ مشاهده می‌شود. از دمای ۳۰۰ تا ۳۵۰°C ضخامت لایه‌ها افزایش می‌یابد و از دمای

۳۵۰°C ضخامت لایه‌ها کاهش می‌یابد، دلیل این رفتار می‌تواند افزایش دما و تجزیه حرارتی قطره‌های اسپری شده قبل از رسیدن به زیر لایه باشد.

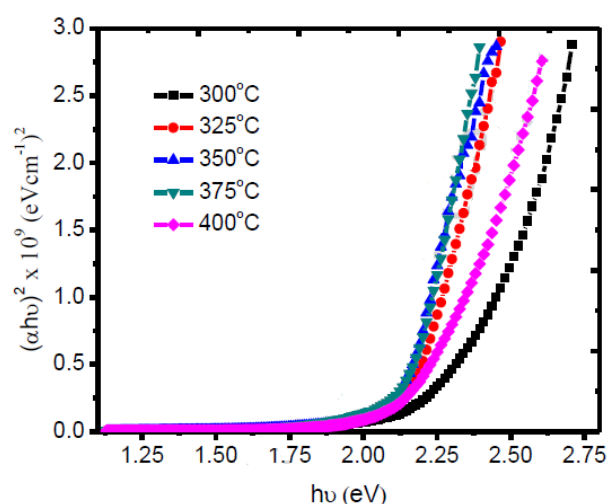


شکل ۲-۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های لایه نازک هماتیت در دماهای (الف) ۳۲۵°C ، (ب) ۳۵۰°C ، (ج) ۳۷۵°C و (د) ۴۰۰°C [۲۳].



شکل ۲-۶ نمودار تغییر ضخامت لایه‌های هماتیت با افزایش دمای زیر لایه [۲۳].

از شکل ۷-۲ گاف نواری لایه‌ها را می‌توان تخمین زد، در دمای 300°C گاف نواری $2/36\text{ eV}$ است و تا دمای 350°C به مقدار $2/14\text{ eV}$ کاهش می‌یابد و با افزایش دما از 350°C به 400°C گاف نواری به $2/23\text{ eV}$ افزایش پیدا می‌کند. علت افزایش گاف نواری در دمای 375°C نسبت به 350°C را می‌توان افزایش بلوری شدن لایه با افزایش دما در نظر گرفت.

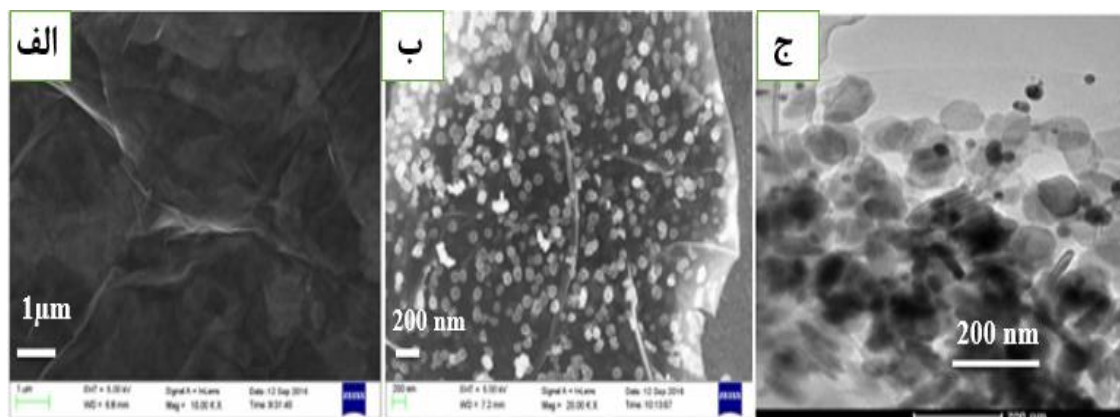


شکل ۷-۲ نمودار تغییرات $(\alpha h\nu)^2$ نسبت به $h\nu$ در لایه‌های هماتیت سنتز شده با دماهای متفاوت زیر لایه [۲۳].

۴-۲ سنتز و مشخصه یابی کامپوزیت اکسید آهن با گرافن کاهش یافته و نقره

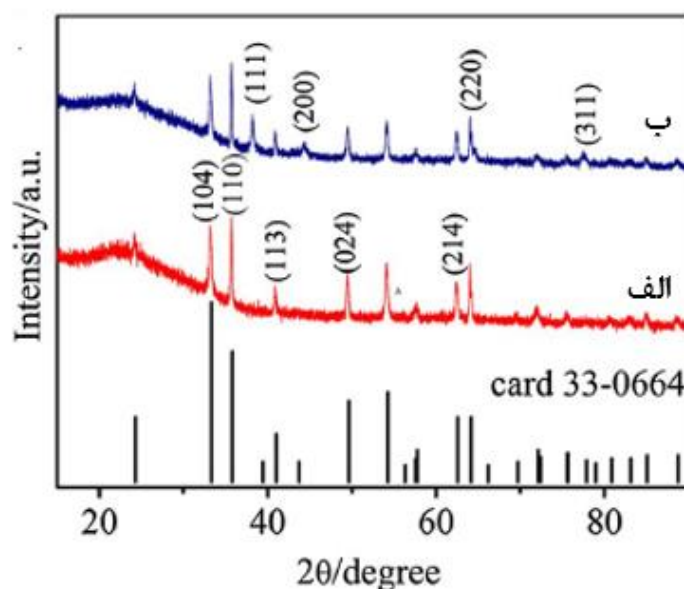
ژانگ و همکاران اکسید گرافن را توسط روش هامرز اصلاح یافته سنتز کردند [۲۴]. برای کامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ ، 40 mg اکسید گرافن در 50 mL اتانول توسط اولتراسونیک به مدت ۲ ساعت مخلوط گردید سپس $1/352\text{ gr}$ کلرید آهن شش آبه و $3/5\text{ mL}$ آب مقطر به محلول اضافه و ۳۰ دقیقه همزده شد پس از آن 4 gr استات سدیم اضافه شده و در اتوکلاو به مدت ۲۴ ساعت در دمای 180°C قرار گرفت. محلول بعد از شستشو در دمای 60°C به مدت ۱۲ ساعت گذاشته شد. برای کامپوزیت

محصول بدست آمده با نقره ۲۰ mg از کامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ در ۲۵ ml محلول نیترات نقره و ۳ ml از محلول ۱۰ میلی مولار NaBH_4 به آرامی اضافه شده سپس مخلوط به مدت ۳ ساعت در دمای اتاق همزده شد و پس از شستشو در دمای 40°C برای ۱۲ ساعت خشک گردید. از تصاویر SEM شکل ۲-۸ مشخص می شود در شکل (الف) GO دارای ساختار ورقه ای بزرگ می باشد. همچنین شکل (ب) تصویر $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ را نشان می دهد که نانو صفحات Fe_2O_3 روی نانو ورقه های rGO پراکنده شده اند. در شکل (ج) وجود لکه های تاریک نشان دهنده ی نانو ذرات نقره روی سطح کامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$ می باشد.



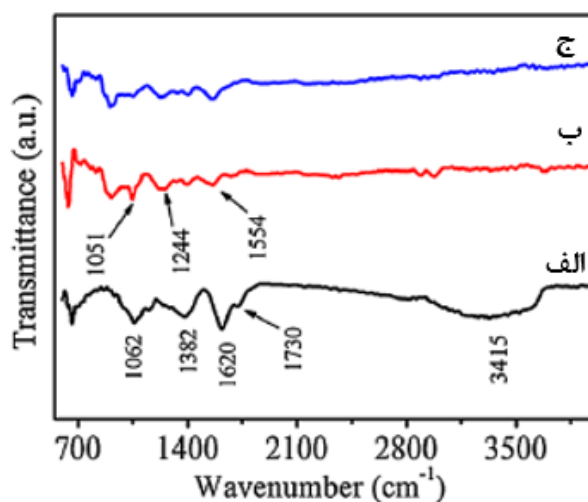
شکل ۲-۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی: (الف) نانو ورقه های گرافن (ب) نانو کامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ (ج) کامپوزیت نانو صفحات $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$ [۲۴].

قله های مشخص شده در طیف نگاری XRD در شکل ۲-۹ نشان دهنده تشکیل هماتیت در پیک های (۱۱۰)، (۱۱۳)، (۰۲۴)، (۲۱۴) و (۱۰۴) و تشکیل نقره در قله های (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰) و (۳۱۱) است.



شکل ۲-۹ پراش پرتو ایکس برای نانو کامپوزیتهای الف ($\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$) و ب ($\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$) [۲۴].

شکل ۲-۱۰ طیف FT-IR نمونه‌ها را نشان می‌دهد. طیف (الف) برای اکسید گرافن در cm^{-1} 3415^1 به ارتعاش گروه هیدروکسیل اشاره دارد و نوارهای جذب در 1062 و 1730 cm^{-1} به ارتعاش کششی $\text{C}=\text{O}$ و $\text{C}-\text{O}$ گروه‌های COOH مربوط می‌شود. قله‌های مشخص شده در 1620 cm^{-1} به هیبریداسیون $\text{C}=\text{C SP}^2$ اختصاص داده شده است. علاوه بر این نوار جذب در 1382 cm^{-1} با کشش $\text{C}-\text{OH}$ همراه است. در شکل (ب) قله 3415 cm^{-1} برای نانو کامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ ناپدید شد و نوارهای دیگر انتقال آبی پیدا کرده و قله‌ها به صورت واضحی ضعیف شده‌اند. پس از بارگیری نانو ذرات نقره در شکل (ج) گروه‌های حاوی اکسیژن دوباره ضعیف و ناپدید شدند که نشان دهنده این است که اکسید گرافن در طی فرآیند به گرافن کاهش یافته تبدیل شده است.



شکل ۲-۱۰ طیف سنجی نور مرئی نمونه های الف) GO ، ب) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ و ج) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$ [۲۴].

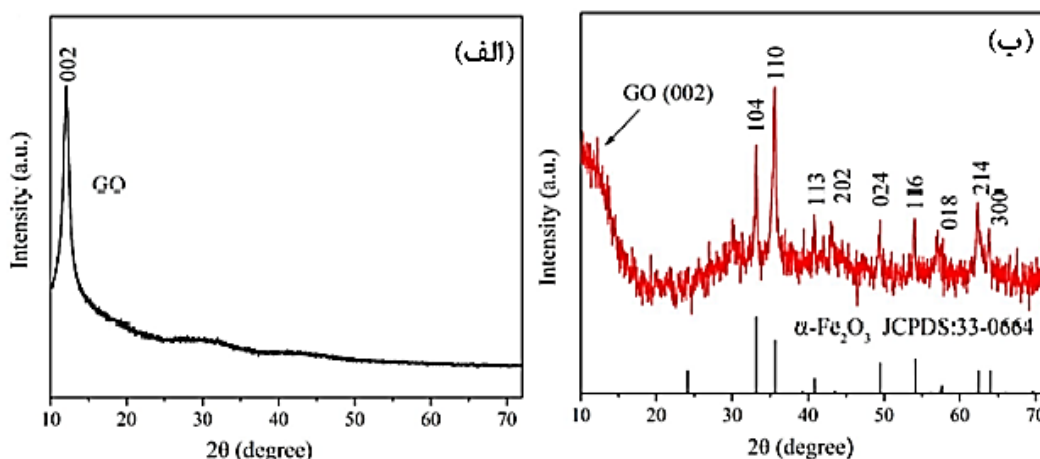
از نانو کامپوزیت‌های $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}/\text{Ag}$ برای ساخت حسگر جهت تشخیص H_2O_2 استفاده شد. از گزارش بدست آمده در این تحقیق نتیجه شد حسگر الکتروشیمیایی به دلیل داشتن قابلیت الکتروکاتالیزوری بالا می‌تواند در حسگری و کاتالیزوری کاربرد داشته باشد.

۲-۵ سنتز کامپوزیت $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ و بررسی ویژگی حسگری آن

برای سنتز نانو کامپوزیت‌های $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3/\text{rGO}$ جیا و همکاران او، ۲۰ mg اکسیدگرافن را در ۳۰ mL محلول آب-الکل توسط اولتراسونیک در مدت ۲ ساعت مخلوط کردند [۲۵]. سپس نسبت‌های مختلف $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : \text{GO}$ به صورت (۸:۱)، (۱۰:۱) و (۱۲:۱) در ۵۰ mL محلول آب-الکل حل شده و به محلول اولیه اضافه شد پس از آن مخلوط آب-آمونیاک را تا رسیدن به pH ۱۰ به صورت قطره‌ای اضافه و ۳ ساعت در اولتراسونیک همزده شد. مخلوط به اتوکلاو ۱۰۰ mL منتقل گردید و در دمای

۱۰۰°C به مدت ۱۲ ساعت قرار گرفت، محصول بدست آمده چندین بار توسط آب مقطر و الکل شستشو یافت و در دمای ۷۰°C به مدت ۱۲ ساعت خشک گردید.

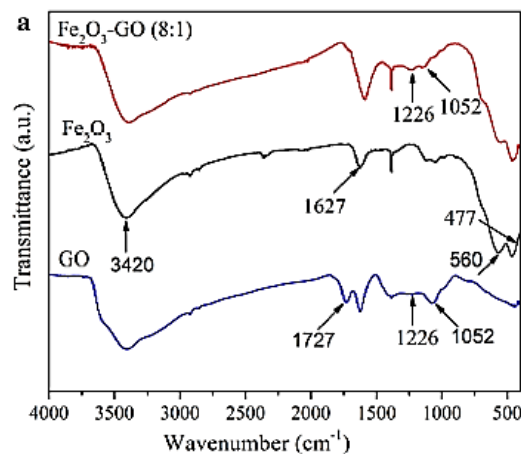
شکل ۱۱-۲ الگوی پراش پرتو ایکس را برای نانو کامپوزیت (۸:۱) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ و GO نشان می‌دهد. مطابق شکل ۱۱-۲ (الف) GO دارای پراش قوی در صفحه (۰۰۲) می‌باشد و مطابق شکل ۱۱-۲ (ب) در صفحات (۱۱۶)، (۰۲۴)، (۲۰۲)، (۱۱۳)، (۱۱۰)، (۱۰۴)، (۲۱۴) و (۰۱۶) قله‌هایی مشاهده شد که نشان دهنده حضور هماتیت در کامپوزیت می‌باشد. همچنین قله ضعیف (۰۰۲) در کامپوزیت نشان دهنده اکسید گرافن است.



شکل ۱۱-۲ طیف XRD از نمونه الف) GO و ب) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ (۸:۱) [۲۵].

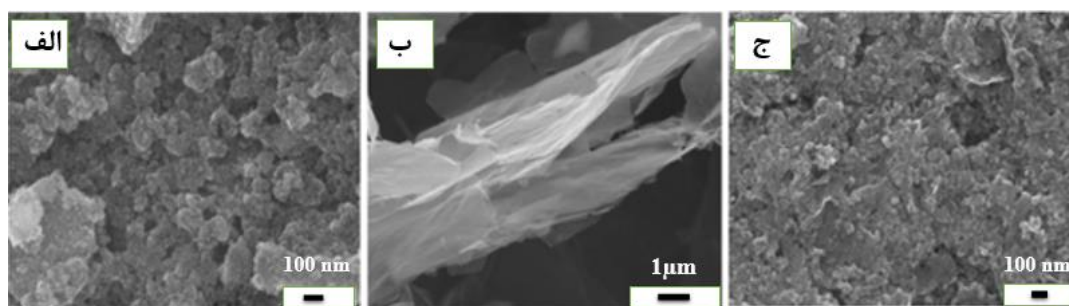
از آنالیز FT-IR برای تائید نتیجه XRD استفاده شد. نوارهای جذب شکل ۱۲-۲ در ۱۶۲۷ و cm^{-1} 1342 نشان دهنده ارتعاش کششی O—H ملکول‌های جذب شده و ارتعاش خمشی آب جذب شده می‌باشد برای نانو کامپوزیت (۸:۱) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ ارتعاش کششی C—OH در 1226cm^{-1} و ارتعاش

کششی اپوکسی C—O—C در 1052cm^{-1} مشاهده می‌شود علاوه بر این جذب ارتعاشی Fe—O در 560 و 477cm^{-1} نشان دهنده تشکیل هماتیت است.



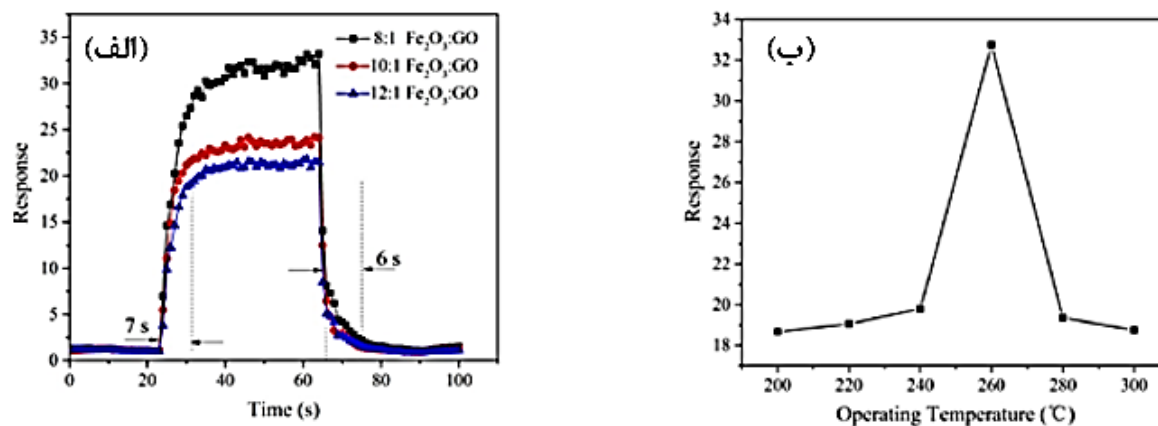
شکل ۲-۱۲ تصویر FT-IR از نمونه‌های Fe_2O_3 , $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ (۸:۱) [۲۵].

مورفولوژی سطح نانو ذرات توسط میکروسکوپ FESEM اندازه گیری شد. در شکل ۲-۱۳ (الف) نانو ذرات Fe_2O_3 انباشته شده و ساختارهای کلوخه‌ای را تشکیل می‌دهند. مطابق شکل ۲-۱۳ (ب)، GO دارای ساختار لایه‌ای و سطح صاف است و از شکل ۲-۱۳ (ج) نانو کامپوزیت‌های GO (۸:۱) $\text{Fe}_2\text{O}_3/$ مشاهده می‌شود که نانوذرات Fe_2O_3 بر روی نانو ساختارهای GO قرار گرفته‌اند.



شکل ۲-۱۳ تصویر SEM از نمونه‌های: (الف) Fe_2O_3 ، (ب) GO و (ج) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ (۸:۱) [۲۵].

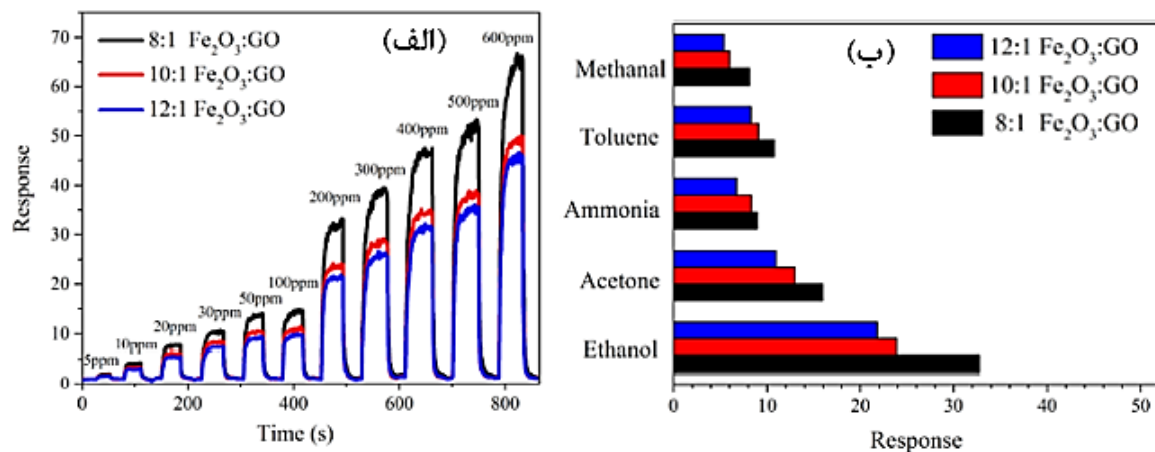
حسگر گازی توسط این کامپوزیت‌ها ساخته شد و تأثیر گاز اتانول در دمای مطلوب 360°C -
 ۲۰۰ به میزان ۲۰۰ ppm بررسی شد. نتیجه حسگر گازی در دمای 260°C برای سه نمونه (۸:۱)،
 (۱۰:۱) و (۱۲:۱) از شکل ۲-۱۴ (الف) مشاهده می‌شود، پاسخ نانوکامپوزیت $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ با نسبت-
 های (۸:۱)، (۱۰:۱) و (۱۲:۱) برای حس کردن ۲۰۰ ppm اتانول به ترتیب ۳۲/۷۴، ۲۳/۸۸ و ۲۱/۷۹
 ثانیه اندازه گیری شد که نشان می‌دهد با افزایش آهن میزان پاسخ کاهش می‌یابد. در نتیجه حسگر
 مطلوب برای بررسی حسگری گاز کامپوزیت (۸:۱) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ در نظر گرفته شد. مطابق شکل ۲-
 ۱۴ (ب) پاسخ به گاز اتانول تا دمای کار 260°C به تدریج افزایش یافته و پس از آن پاسخ گاز به
 شدت کاهش می‌یابد.



شکل ۲-۱۴ (الف) منحنی پاسخ و بازیابی برای کامپوزیت‌های (۸:۱)، (۱۰:۱) و (۱۲:۱) در دمای 260°C برای ۲۰۰ ppm. (ب) تأثیر دمای کار روی پاسخ حسگر گازی نانو ذرات (۸:۱) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ برای ۲۰۰ ppm [۲۵].

در شکل ۲-۱۵ (الف) تغییرات غلظت گاز اتانول با میزان پاسخ برای سه نمونه بررسی شد که از
 شکل واضح است با افزایش غلظت اتانول مقدار پاسخ نیز افزایش می‌یابد. در شکل ۲-۱۵ (ب) تأثیر
 گازهای مختلف به میزان ۲۰۰ ppm در دمای کار 260°C اندازه‌گیری شد که مطابق شکل میزان

واکنش حسگر به گاز اتانول در میان گازهای هدف بیشتر است و نانو کامپوزیت (۸:۱) $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{GO}$ حساسیت بیشتری نسبت به سایر نمونه‌ها از خود نشان داد.



شکل ۱۵-۲ (الف) منحنی پاسخ و بازیابی برای نمونه‌های (۸:۱)، (۱۰:۱) و (۱۲:۱) در غلظت‌های ۵-۸۰۰ ppm در دمای 260°C . (ب) پاسخ کامپوزیت‌های (۸:۱)، (۱۰:۱) و (۱۲:۱) به گازهای مختلف در دمای 260°C برای غلظت ۲۰۰ ppm

۲-۶ جمع‌بندی

در این فصل به بررسی گزارش محققان پیرامون روش‌های مختلف سنتز اکسید آهن و کامپوزیت آن با گرافن پرداخته شد. آزمایش‌های انجام شده توسط یوبال و همکاران افزایش بازده خاصیت ضد باکتری هماتیت با افزایش ضخامت لایه‌ها را نتیجه داد که علت آن تغییر در میزان تخلخل لایه‌ها با افزایش دوره‌های لایه نشانی در نظر گرفته شد. یاداو و همکاران گزارش کردند که با افزایش دمای زیر لایه ویژگی اپتیکی لایه‌ها تغییر می‌کند همچنین جیا و همکاران در تحقیقات خود مشاهده کردند که با افزایش میزان هماتیت در کامپوزیت گرافن و هماتیت میزان پاسخ حسگرگازی برای گاز اتانول کاهش می‌یابد. بررسی تأثیر گازهای مختلف روی نانو کامپوزیت‌های سنتز شده نشان داد که هماتیت به گاز اتانول نسبت به دیگر گازها واکنش پذیری بیشتری دارد.

فصل سوم

روش‌های تهیه و مشخصه‌یابی نمونه‌ها

۳-۱ مقدمه

شناخت نانو ساختارها وابسته به پیشرفت روش‌های مختلف ساخت و مشخصه‌یابی مواد می‌باشد. علم نانو مواد بدون اندازه‌گیری و شناخت مواد کامل نبوده از این رو رشد تکنولوژی تجهیزات و روش‌های مشخصه‌یابی فیزیکی و شیمیایی امروزه مورد توجه پژوهشگران زیادی قرار گرفته است. به منظور استفاده کاربردی از نانو مواد، پژوهشگران به بررسی ویژگی‌های فیزیکی و شناخت روش‌های مشخصه‌یابی می‌پردازند. انواع گوناگونی از طیف نگاری‌های الکترونی برای بررسی پیوندهای شیمیایی نانو مواد، مقدار آرایش به کار رفته در ساختارها، تحلیل ریخت شناسی سطح و تشخیص نوع ماده‌ی تشکیل شده به کار می‌رود. در این بخش به طور مختصر به معرفی روش‌های رشد و دستگاه‌های سنتز و مشخصه‌یابی نانو ساختارها شامل اسپری پایرولیز^{۱۵}، آبی-گرمایی، میکروسکوپ الکترون روبشی گسیل میدان^{۱۶} (FESEM)، پراش پرتو ایکس^{۱۷} (XRD)، طیف نگاری نوری^{۱۸} (UV-Vis)، طیف نگاری فوتولومینوسانس^{۱۹} (PL)، طیف نگاری رامان^{۲۰}، طیف نگاری تبدیل فوریه مادون قرمز^{۲۱} (FT-IR) و حسگر گازی پرداخته می‌شود.

۳-۲ روش‌های سنتز نانو ساختار

از مهم‌ترین عواملی که بر ویژگی‌ها و کیفیت ساختار نانویی مواد تأثیر فراوانی دارند روش‌های رشد و سنتز می‌باشند. تغییر در روش سنتز می‌تواند تأثیر بسزایی بر اندازه گاف نواری، خواص

¹⁵ Spray pyrolysis

¹⁶ Field effect scanning electron microscope

¹⁷ X-Ray Diffraction

¹⁸ UV-Vis Spectroscopy

¹⁹ Photoluminescence

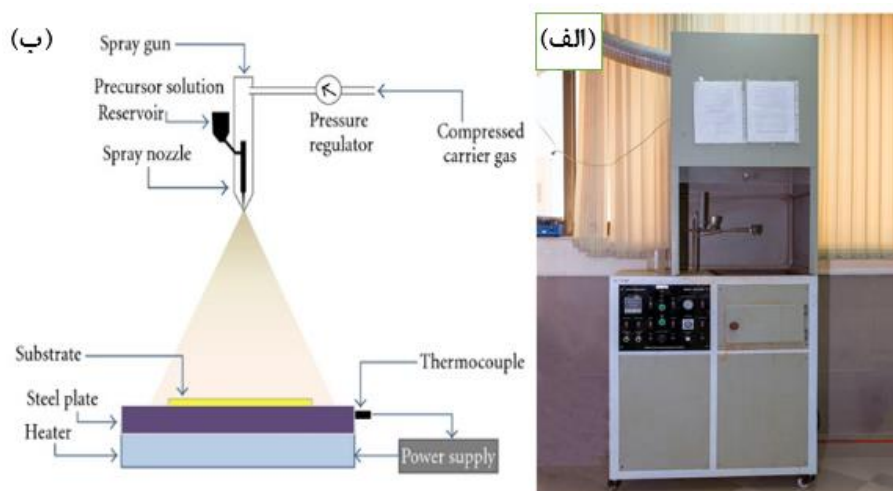
²⁰ Raman Spectroscopy

²¹ Fourier transform infrared Spectroscopy

ساختاری، ریخت شناسی سطح و دیگر ویژگی‌های مواد داشته باشد. از روش‌های لایه نشانی فیزیکی و شیمیایی می‌توان به روش تبخیر حرارتی شیمیایی، تبخیر حرارتی فیزیکی، کندوپاش، سل-ژل، آبی-گرمایی و افشانه پیرولیز اشاره کرد [۲۶]. در ادامه دو روش افشانه پیرولیز و آبی-گرمایی مورد استفاده در این تحقیق بررسی می‌شوند.

۳-۳ اسپری پیرولیز

روش افشانه گرمایی (اسپری پیرولیز) روشی برای رشد لایه نازک با کنترل پارامترهای رشد لایه است که به دلیل داشتن تکنولوژی ساده‌تر و امکان لایه نشانی در سطوح بزرگ اهمیت دارد. به دلیل قابلیت کنترل ضخامت و رسوب دهی لایه از این روش در کارهای صنعتی و تحقیقاتی به طور گسترده‌ای استفاده می‌شود [۲۷]. شکل ۱-۳ دستگاه اسپری پیرولیز و طرح الگووار از دستگاه را نشان می‌دهد.



شکل ۱-۳: الف) دستگاه اسپری پیرولیز مورد استفاده در این پایان نامه ب) طرح الگووار دستگاه

همان‌طور که در شکل ۳-۱ مشاهده می‌شود محفظه اسپری شامل نازل و صفحه داغ زیر لایه است. هود، صفحه کنترل کننده دما و کمپرسور هوا از دیگر اجزای اصلی دستگاه می‌باشند. پارامترهای قابل کنترل در این دستگاه دمای زیر لایه، فاصله نازل تا زیر لایه، فشار گاز حامل و آهنگ افشاندن محلول بر روی زیر لایه است. توسط بخش کنترل دستگاه، میزان چرخش صفحه‌ی داغ و نازل را می‌توان تنظیم کرد. برای افشاندن محلول آماده شده بر روی زیر لایه ابتدا دمای زیرلایه توسط جریان عبوری از المنت‌ها تنظیم می‌شود سپس محلول توسط کمپرسور هوا و با آهنگ مورد نظر از استوانه مدرج واقع در قسمت بالایی نازل خارج و بر روی زیر لایه اسپری می‌گردد. بالا بودن دمای زیر لایه موجب تجزیه حرارتی محلول پس از اسپری می‌شود و لایه مورد نظر بر روی زیر لایه رشد می‌یابد.

۳-۴ لایه نشانی به روش آبی-گرمایی

واژه آبی-گرمایی دارای منشاء زمین شناختی است از این واژه برای اولین بار یک زمین‌شناس انگلیسی در توصیف عمل آب در دما و فشارهای بالا، که باعث ایجاد صخره‌ها و کانی‌های مختلف می‌شود، استفاده کرد. منشاء تولید بزرگترین تک بلورهای موجود در طبیعت و مقدار بسیار زیادی از تک بلورهای مصنوعی ساخته شده در آزمایشگاه‌ها، آبی-گرمایی است. روش آبی-گرمایی یکی از قوی‌ترین و پرکاربردترین روش‌های از پایین به بالا برای تولید نانو ذرات است. استفاده از این روش به دلیل ساده بودن و صرفه اقتصادی مورد توجه بسیار قرار گرفته است. آبی-گرمایی به عنوان روشی بر پایه شکل‌گیری و رشد بلورها در اثر واکنش‌های شیمیایی و تغییرات قابلیت انحلال مواد در یک محلول آبی تحت دما و فشار مناسب شناخته می‌شود. در گذشته سنتز آبی-گرمایی در دما و فشار

بالا و بیشتر در حالت بحرانی صورت می‌گرفت [۲۸]. در این روش ابتدا واکنش‌دهنده‌ها در حلال مناسب حل می‌شوند. در صورت نیاز برای حل شدن یا توزیع بهتر محلول، از امواج فراصوت و یا همزن مغناطیسی استفاده می‌شود. سپس محلول مواد اولیه درون اتوکلاو ریخته شده و مهر و موم می‌شود. اتوکلاو حاوی محلول، درون کوره قرار داده شده و تا دمای مناسب حرارت دهی می‌شود. در اثر این دما دادن فشار درون اتوکلاو بالا رفته و شرایط مناسب برای واکنش فراهم می‌شود. پس از گذشت زمان کافی برای انجام واکنش شیمیایی درون اتوکلاو، حرارت دهی متوقف شده، محصولات از درون آن بیرون آمده و در صورت نیاز برای خشک سازی و بازپخت درون کوره قرار می‌گیرند.

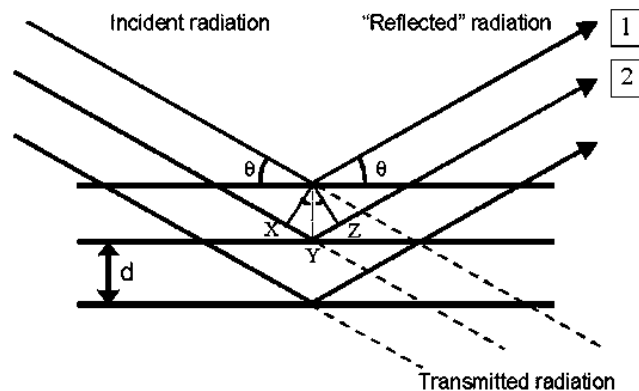
۳-۵ الگوی پراش پرتو ایکس

پراش پرتو ایکس (XRD) روشی کاربردی برای شناسایی ساختار بلوری نانو مواد است. شکل ۳-۳ نمونه‌ای از دستگاه پراش پرتو ایکس و طرحواره آن را نشان می‌دهد. لایه‌های مورد نظر در محل معینی در دستگاه قرار گرفته و پرتویی با خط تابش $\text{Cu K}\alpha 1$ برابر با طول موج $1.5406 \text{ \AA}$ به آن‌ها گسیل می‌شود. از آنجا که نگه‌دارنده نمونه قابل چرخش است تابش فرودی با زوایای مختلف می‌تواند سطح نمونه را جاروب کند. توسط داده‌های بدست آمده می‌توان نوع ساختار بلوری نمونه‌ها را با توجه به موقعیت قله و مقایسه با کارتهای استاندارد JCPDS^{۲۲} شناسایی کرد همچنین اندازه بلورک و ثابت‌های شبکه از روابط زیر محاسبه می‌شوند.

برای تعیین ثابت‌های شبکه اطلاع از فاصله بین صفحات بلوری (d) مورد نیاز است که از رابطه براگ به صورت زیر بدست می‌آید [۲۹].

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (۱-۳)$$

در این رابطه λ طول موج پرتو ایکس، d فاصله بین صفحات بلوری و θ زاویه بین محور پرتو و صفحه بلوری است.



شکل ۲-۳ طرح شماتیک از شبکه بلوری برای نشان دادن قانون براگ

با استفاده از رابطه‌ی ویلیامسون-هال و الگوی پراش پرتو X می‌توان اندازه دانه و کرنش ذرات را بدست آورد [۳۰].

$$\beta \cos\theta = \frac{0.9\lambda}{D} + 2A\varepsilon \sin\theta \quad (۳-۳)$$

که در روابط بالا β پهنا قله در نیم ارتفاع آن بر حسب رادیان، D اندازه بلورک‌ها بر حسب nm، A ثابت (معمولاً $A=1$) θ زاویه پراش براگ، λ طول موج پرتو X بر حسب nm است و ε کرنش است. همان‌طور که از معادله (۳-۴) مشخص است اگر داده‌های مربوط به β بر حسب برای چندین قله در الگوی پراش پرتو ایکس در زوایای مختلف رسم شود باید بر روی یک خط راست واقع شوند

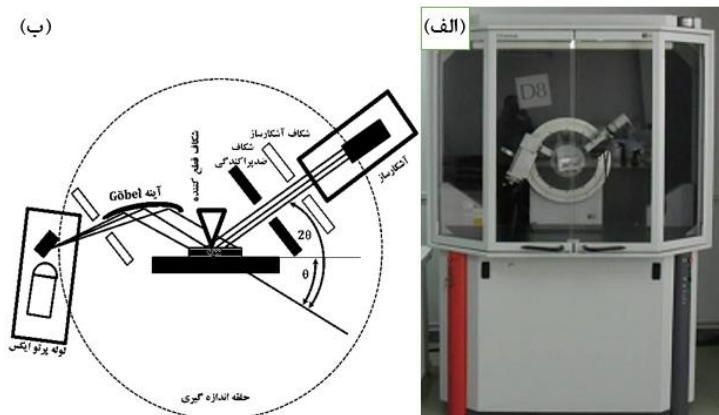
که از روی شیب آن می‌توان کرنش و از روی عرض از مبدأ آن می‌توان اندازه دانه را تعیین کرد. چنین خطی به نمودار ویلیامسون-هال مرسوم می‌باشد.

$$\begin{cases} Y = \beta \cos \theta \\ X = \sin \theta \\ a = 2A\varepsilon \\ b = \frac{0/9\lambda}{D} \end{cases} \quad \beta \cos \theta = \frac{0/9\lambda}{D} + 2A\varepsilon \sin \theta \rightarrow Y = aX + b \quad (\text{१-३})$$

با رسم خط ویلیامسون-هال می‌توان از روی عرض از مبدأ (b) اندازه دانه را حساب کرد. همچنین چگالی در رفتگی‌ها که به عنوان طول خطوط در رفتگی در واحد حجم بلور بیان می‌شود از رابطه زیر محاسبه می‌شود [۲۲].

$$\delta = \frac{1}{D^2} \quad (\omega - \mathfrak{r})$$

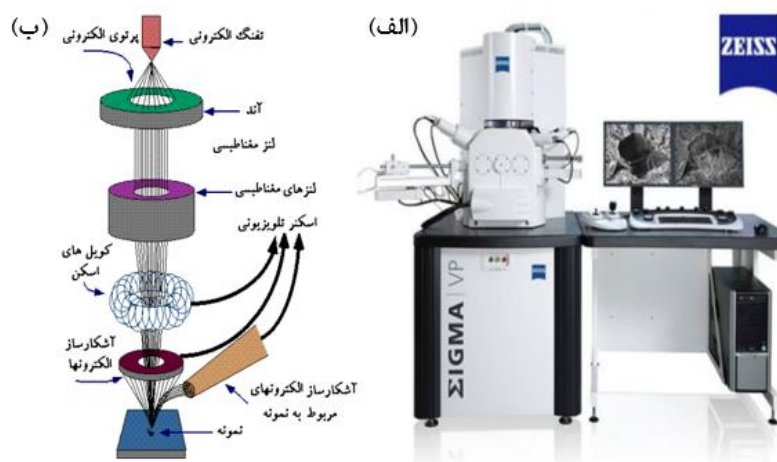
در این پایان نامه از دستگاه XRD مدل D8-Advance Bruker Cu Kal ($\lambda=0.15406$ nm) برای آنالیز ساختاری نمونه‌ها استفاده شد.



شکل ۳-۳: الف) دستگاه XRD مورد استفاده در این پایان نامه ب) طرح کلی از دستگاه XRD

۳-۶ میکروسکوپ الکترون روبشی گسیل میدان

میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) از اعمال یک میدان الکتریکی برای تولید پرتو الکترونی مبتنی بر پدیده‌ی تونل زنی استفاده می‌شود. با اعمال یک میدان قوی بر سطح فلز، به دلیل کاهش سد پتانسیل احتمال پدیده‌ی تونل زنی افزایش می‌یابد و شار بزرگی از الکترون‌ها ایجاد می‌شود. مقدار بار گسیل شده به بزرگی میدان اعمال شده بستگی دارد. باریکه الکترونی پس از برخورد به ماده از سطح گسیل می‌شوند که حاوی اطلاعاتی درباره‌ی مشخصات سطح نمونه می‌باشند. در مواردی که نمونه رسانای خوبی نباشد برای جلوگیری از تجمع الکترون‌ها بر روی سطح و در نتیجه خراب شدن تصویر، یک لایه بسیار نازک از فلزهای رسانا مانند طلا بر روی نمونه لایه نشانی می‌شود. در شکل ۳-۵ طرحواره و تصویری از دستگاه FESEM مدل Hitachi S-4160 مورد استفاده در این پایان نامه نشان داده شده است.



شکل ۳-۴: (الف) دستگاه FESEM (ب) طرح کلی دستگاه میکروسکوپ الکترون روبشی

۳-۷ طیف نگاری فوتولومیناسنس

در فرایند لومینسانس الکترون های ماده مورد نظر که در تراز انرژی پایه قرار دارند با گرفتن انرژی از یک منبع مشخص به حالت های پراثری تر برانگیخته می شوند. در هنگام بازگشت الکترون های ماده از حالت برانگیخته به حالت پایه، انرژی را به صورت نور (انرژی فوتون ها) نشر می دهند. به طور معمول (به جز در موارد خاص) به دلیل دخالت برخی از انتقالات درون مولکولی (یا اتمی) از جمله اتلاف انرژی به صورت گرما، انرژی که باعث برانگیخته شدن الکترون ها می شود از انرژی نور نشر شده بیشتر است. یکی از معروف ترین انواع لومینسانس، فوتولومینسانس (PL) است که در آن تحریک به وسیله فوتون ها انجام می شود. در این فرایند نمونه توسط لیزر یا لامپی با انرژی فوتونی بیشتر نسبت به گاف نواری برای ایجاد زوج الکترون و حفره برانگیخته می شود سپس الکترون ها و حفره ها توسط گسیل فوتون ها به انرژی پایین تر می رسند و طیفی بوسیله ی ضبط کردن نشر به عنوان یک تابع از طول موج بدست می آید. این مورد روشی است که برای شناسایی خواص الکترونیکی و نوری نیم رساناها و مولکول ها به کار می رود. همچنین روشی غیرمخرب برای بررسی ساختار الکترونیکی مواد است [۳۱].

۳-۸ طیف نگاری عبوری و بازتاب اپتیکی

مطالعه بر هم کنش تابش الکترومغناطیسی با ماده را طیف سنجی می نامند. دستگاه طیف سنج نوری اطلاعاتی از مشخصات اپتیکی نانو ساختارها مانند طیف عبور، بازتاب و جذب اپتیکی را در اختیار محققان قرار می دهد. توسط داده های طیف عبوری پارامترهای گوناگونی از جمله ضخامت

لایه، ضریب جذب، ضریب شکست، ضریب خاموشی و گاف نواری نمونه‌ها را می‌توان بدست آورد. دستگاه شامل دو جایگاه، یکی برای نمونه رشد یافته و دیگری نمونه مرجع است. نمونه مرجع برای لایه نازک، زیر لایه استفاده شده و برای پودر، حلالی که پودر در آن پراکنده شده می‌باشد.

اگر فوتونی با انرژی $h\nu$ بر ماده فرود آید که انرژی آن برابر و یا بیشتر از گاف نواری باشد، فوتون جذب شده و انرژی آن صرف برانگیخته شدن الکترون از نوار ظرفیت به نوار رسانش می‌شود. فرایند جذب به مستقیم یا غیر مستقیم بودن گاف نواری بستگی دارد. گاف نواری از رابطه زیر محاسبه می‌شود [۳۲].

$$(\alpha h\nu)^n = (h\nu - E_g) \quad (3-6)$$

در رابطه بالا α ضریب جذب، $h\nu$ انرژی نور و n بستگی به ماهیت انتقال الکترون دارد. در این پایان نامه از دستگاه طیف نگاری UV-Vis مدل Shimadzu برای آنالیز نمونه‌ها استفاده شد.



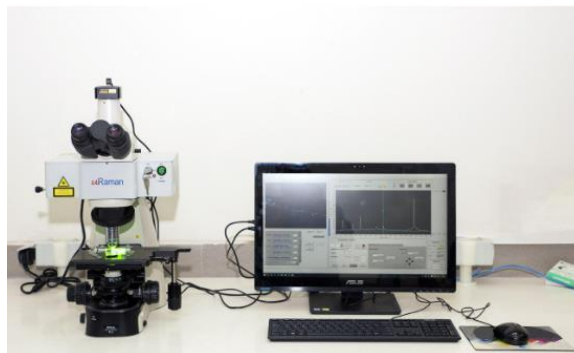
شکل ۳-۵: دستگاه طیف نگار (UV-Vis) مورد استفاده در این پایان نامه واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود

۳-۹ طیف نگاری رامان اسپکتروسکوپی

طیف نگاری رامان مطالعه نوعی از برهمکنش بین نور و ماده است که در آن نور دچار پراکندگی ناکشسان می‌شود. در آزمایش‌های طیف سنجی رامان، فوتون‌های تک طول موج (در ناحیه‌ی مرئی، نور تکفام گفته می‌شوند) روی نمونه متمرکز می‌شوند، از لیزر به عنوان چشمه تکفام شدت بالا استفاده می‌شود. فوتونها با مولکول‌ها برهمکنش کرده و بازتابیده، جذب یا پراکنده می‌شوند. طیف سنجی رامان فوتونهای پراکنده شده را مطالعه می‌کند. غالباً فوتون‌هایی که با مولکول‌ها برهمکنش می‌کنند، به طور الاستیک پراکنده می‌شوند به این نوع پراکندگی، پراکندگی رایلی^{۲۳} گفته می‌شود و فوتون‌های پراکنده شده همان طول موج نور فرودی را دارند. اما تقریباً از هر یک میلیون فوتون، یک فوتون به طور غیرالاستیک پراکنده می‌شود. در پراکندگی رامان، فوتون فرودی با ماده برهمکنش می‌کند و طول موج آن به سمت طول موج‌های بیشتر یا کمتر شیف‌ت می‌یابد. اگر شیف‌ت به طول موج‌های بیشتر غالب باشد این پراکندگی را رامان استوکس می‌گویند. اتفاقی که در این جا می‌افتد آن است که فوتون با ابر الکترونی پیوندهای گروه‌های عاملی برهمکنش می‌کند و الکترون را به یک حالت مجازی برانگیخته می‌کند سپس الکترون از حالت مجازی به یک حالت ارتعاشی یا چرخشی برانگیخته واهلش می‌یابد. این باعث می‌شود که فوتون مقداری از انرژی خود را از دست بدهد و به صورت پراکندگی رامان استوکس آشکارسازی شود. انرژی از دست داده شده ارتباط مستقیمی با گروه عاملی، ساختار مولکولی متصل به آن، نوع اتم‌ها و محیط آن دارد. طیف‌های رامان هر مولکول، منحصر به فرد است از این رو می‌توان مانند اثر انگشت ترکیبات مواد را تشخیص داد به این صورت که ترکیبات داخل نمونه به وسیله‌ی تطبیق دادن طیف با طیف‌های مرجع شناسایی و در تشخیص

²³ Rayleigh scattering

ترکیبات مولکولی روی یک سطح، درون یک مایع یا در هوا استفاده کرد [۳۳]. برای گرفتن آنالیز نمونه‌ها از دستگاه میکرو رامن مدل uRaman-532-C در این پایان نامه استفاده شد.



شکل ۳-۶: دستگاه میکرو رامن (Micro Raman) واقع در دانشگاه صنعتی شاهرود

۳-۱۰ طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز

طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT-IR) روشی است که از طریق بررسی برهم کنش های بین تابش الکترومغناطیسی و ارتعاشات هسته ای، به آنالیز ساختار مولکول ها می پردازد. برهم کنش تابش مادون قرمز با یک نمونه باعث تغییر در انرژی ارتعاشی مولکول های آن می شود و روش مناسبی برای شناسایی گروه های عاملی و ساختار مولکولی است. برای شناسایی یک نمونه مجهول، نوع گروه های عاملی و پیوندهای موجود در مولکول های آن، طیف مادون قرمز نمونه را رسم نموده و با مراجعه به جداول مربوطه موقعیت ارتعاش پیوندهای مختلف مشخص می شود. از ویژگی های FT-IR این است که تمام طول موج های ناحیه طیفی مورد نظر در یک زمان به نمونه تابیده می شود. در حالی که در روش های پاشنده تنها بخش کوچکی از طول موج ها در یک زمان به نمونه می رسند. بنابراین

سرعت، قدرت تفکیک و نسبت سیگنال به نویز در روش تبدیل فوریه برتری قابل ملاحظه‌ای نسبت به روش‌های دیگر مانند طیف سنجی IR دارد. برخی اطلاعاتی که می‌توان از طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FT-IR) بدست آورد شامل شناسایی کیفی و کمی ترکیبات آلی حاوی نانو ذرات، تعیین نوع گروه عاملی و پیوندهای موجود در مولکول‌ها می‌باشد. در این پایان نامه از دستگاه طیف سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز مدل AVATAR 370 FT-IR استفاده شد.



شکل ۳-۷ دستگاه طیف سنجی مادون قرمز مدل در دانشگاه فردوسی مشهد

۳-۱۱ حسگر گازی

تشخیص و نظارت بر گازهای قابل اشتعال و سمی برای صرفه جویی در انرژی و نیز حفاظت از محیط زیست حائز اهمیت است. حسگرهای گاز برای نظارت بر گازها در محیط‌های داخلی و صنعتی مورد استفاده قرار می‌گیرند. به دلیل طیف گسترده ای از کاربرد حسگرها، ساخت حسگرهایی با حساسیت بیشتر و تلاش برای یافتن مواد مناسب با خواص سطحی مورد نیاز در حال پیشرفت است. در میان انواع حسگرهای گازی، حسگرهای گازی مبتنی بر اکسیدهای فلزی نیمه رسانا مانند: In_2O_3 , ZnO , SnO_2 , Fe_2O_3 از گروه‌های امیدوار کننده می‌باشند. از مزایای حسگرهای گازی نیمه رسانا هزینه کم، آماده سازی قابل کنترل، حساسیت بالا، میزان پاسخ سریع، سهولت استفاده و قابلیت

تشخیص تعداد گازهای بیشتر را می‌توان عنوان کرد. روش کلی کار حسگرهای نیمه رسانا بر اساس واکنش ملکول‌های اکسیژن بر روی سطح اکسید با ملکول‌های گاز مورد آزمایش است که منجر به تغییر مقاومت در مواد حساس به گاز می‌باشد [۳۴].

خصوصیات گازسنجی اکسیدهای فلزی به ترکیب شیمیایی و مورفولوژی سطح وابسته است. از مهمترین پارامترهای یک حسگر حساسیت، زمان پاسخ، زمان بازیابی، انتخاب و پایداری می‌باشد. دانشمندان برای ساخت حسگرهایی با کارایی و حساسیت بیشتر از روش‌های مختلفی برای کنترل ترکیبات شیمیایی و مورفولوژی سطح استفاده کردند به عنوان مثال حسگرهایی را بر پایه اکسیدهای فلزی با ساختار توخالی و سلسه مراتبی برای افزایش سطح تماس و نفوذ پذیری سطح ساختند [۱۲].

از حسگرهای گازی برای شناسایی گازهای سمی مختلفی استفاده می‌شود. از آن‌جا که اتانول به دلیل تولید بخارات سمی برای محیط زیست مخاطره آمیز است به همین علت آشکارسازی گاز اتانول در سطح ppm مورد توجه محققان قرار گرفته است. اتانول با فرمول ملکولی C_2H_5OH دارای بوی زننده و خاصیت آتشگیری است. اتانول از رایج‌ترین و پرکاربردترین الکل‌ها است که در صنایع غذایی، زیست پزشکی، حمل و نقل و صنایع شیمیایی کاربرد دارد [۳۵].

عملکرد حسگرهای گاز را می‌توان با استفاده از پارامترهای مختلفی مانند حساسیت، زمان پاسخ، توانایی انتخاب، زمان برگشت پذیری، زمان بازیابی و پایداری ارزیابی کرد. حساسیت کوچکترین حجم غلظت گاز هدف است که می‌تواند در زمان تشخیص سنجیده شود. حساسیت را می‌توان به صورت Ra / Rg برای کاهش گازها تعریف کرد. درصد حساسیت گاز از رابطه زیر بیان می‌شود.

$$S = \frac{(Ra - Rg)}{Ra} \times 100 \quad (۷ - ۳)$$

در رابطه‌ی بالا S درصد حساسیت، Rg مقاومت گاز و Ra مقاومت حسگر در معرض هوا است. مفهوم انتخاب حسگر، توانایی حسگر برای تشخیص یک گاز خاص در میان مخلوطی از گازها است. زمان پاسخ، زمانی است که غلظت گاز به مقداری می‌رسد که حسگر می‌تواند یک سیگنال الکتریکی تولید کند. هنگامی که غلظت گاز درون محفظه‌ی حسگری به مقدار اولیه‌ی خود باز می‌گردد، یک سنسور نیز به حالت اصلی خود باز می‌گردد که برگشت پذیری گفته می‌شود. زمان بازیابی، زمان مورد نیاز برای یک سیگنال حسگر است تا گاز محفظه حسگر به مقدار اولیه خود پس از تغییر غلظت برسد. پایداری، قابلیت سنسور گاز برای تکرار نتایج برای یک دوره زمانی خاص است. حسگر ایده‌آل باید دارای حساسیت بالا، انتخاب و پایداری مناسب، زمان پاسخ کوتاه و زمان بازیابی و هزینه تولید پایین باشد [۳۶].

دستگاه حسگر مورد استفاده در این پایان نامه، دستگاهی دست ساز است که در شکل ۳-۸ نمایی از این دستگاه مشاهده می‌شود.



شکل ۳-۸ دستگاه حسگری طراحی و ساخته شده در دانشگاه صنعتی شاهرود

برای سنجش حسگر گازی ابتدا باید غلظت گاز مورد آزمایش محاسبه شود. غلظت گاز بر حسب ppm از رابطه زیر قابل محاسبه می‌باشد.

$$ppm = \frac{V_g}{(V_g + V)} \times 10^6 \quad (۳ - ۱۱)$$

که در رابطه بالا Vg حجم گاز مورد نظر و V حجم هوای موجود در محفظه است. اگر گاز مورد سنجش در فاز مایع باشد برای تعیین تراکم فاز گازی پس از تبخیر از رابطه‌ی گاز ایده‌آل استفاده می‌شود.

$$PVg = nRT \quad (۳-۱۲)$$

که در رابطه بالا Vg حجم گاز مورد نظر، R ثابت گازها، P فشار اتمسفر و T دمای محیط است. برای بدست آوردن جرم گاز مورد سنجش از رابطه زیر می‌توان استفاده کرد.

$$n = \frac{m}{N} \quad (۳-۱۳)$$

در این رابطه n برابر با $10^{23} \times 6.022 \times 10^{-23} \text{ mol}^{-1}$ ، M جرم مولی گاز مورد نظر و m جرم گاز می‌باشد.

۳-۱۲ جمع‌بندی

در این فصل روش‌های مختلف رشد نانو ذرات را نام برده و دو روش اسپری پیرولیز و هیدروترمال به طور مختصر مطالعه و بررسی شدند. در بخش بعدی فصل به معرفی و شرح روش کار دستگاه‌های اندازه‌گیری و آنالیز نانو ذرات پرداخته شد که شامل دستگاه پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان، طیف سنج مادون قرمز، طیف سنج فوتولومینسانس، طیف سنج رامان اسپکتروسکوپی و دستگاه حسگر گازی است همچنین روابط لازم برای محاسبه‌ی داده‌های بدست آمده در بخش‌های مختلف آورده شده است.

فصل چہارم

نتیجہ و بحث

۴-۱ مقدمه

در این فصل به‌ارائه نتایج و بحث در مورد کارهای تجربی انجام شده در این پایان نامه پرداخته شده است. لایه نازک هماتیت در دماهای مختلف به روش اسپری پايرولیز رشد یافت و حساسیت لایه‌ها به گاز اتانول توسط دستگاه حسگری گازی مورد بررسی قرار گرفت. همچنین اکسید گرافن به روش اصلاح شده هامرز تهیه شد. اکسید آهن و کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته به روش آبی-گرمایی سنتز شد. سپس ویژگی‌های ضد باکتری اکسید گرافن، اکسید آهن و کامپوزیت آن‌ها مورد آزمایش قرار گرفت. آنالیز ساختاری، ریخت شناسی سطح و بررسی خواص فیزیکی و شیمیایی نمونه‌ها توسط پراش پرتو ایکس، طیف نگاری مادون قرمز، میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی، طیف نگاری فوتولومینوسانس، رامان و UV-Vis انجام شد.

۴-۲ تهیه لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ به روش اسپری پايرولیز و بررسی ویژگی حسگری

۴-۲-۱ سنتز لایه نازک هماتیت در دماهای مختلف زیر لایه

سنتز لایه‌های نازک هماتیت به روش اسپری پايرولیز و مشابه با روش سنتز آلا و همکاران وی انجام شد [۳۲]. در سنتز لایه نازک هماتیت ابتدا زیرلایه شیشه‌ای به دقت تمیز شد، بدین منظور زیر لایه توسط مایع شوینده و آب شستشو داده شد و در مخلوطی از آب مقطر، اتانول و استون با نسبت ۳:۱:۱ به مدت ۲ دقیقه جوشانده شد سپس در اولتراسونیک به مدت ۲۲ دقیقه در دمای $^{\circ}\text{C}$ ۵۰ قرار گرفت. برای آماده سازی محلول، $8/08\text{ gr}$ پودر نیترات آهن نه آبه $(\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ به 100 mL آب سه بار تقطیر اضافه و محلول به روی همزن مغناطیسی قرار داده شد. پس از حل

شدن کامل پودر، ۱cc اسید نیتریک به صورت قطره‌ای به محلول اضافه شد تا محلولی شفاف جهت اسپری بر روی زیر لایه شیشه‌ای بدست آید. چهار نمونه مختلف در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C بر روی زیرلایه شیشه‌ای لایه نشانی شد و به ترتیب ST35، ST40، ST45 و ST50 نام گذاری گردید. پارامترهای لایه نشانی در جدول ۴-۱ آورده شده است.

جدول ۴-۱: شرایط لایه نشانی برای تهیه لایه نازک اکسید آهن در این پایان نامه

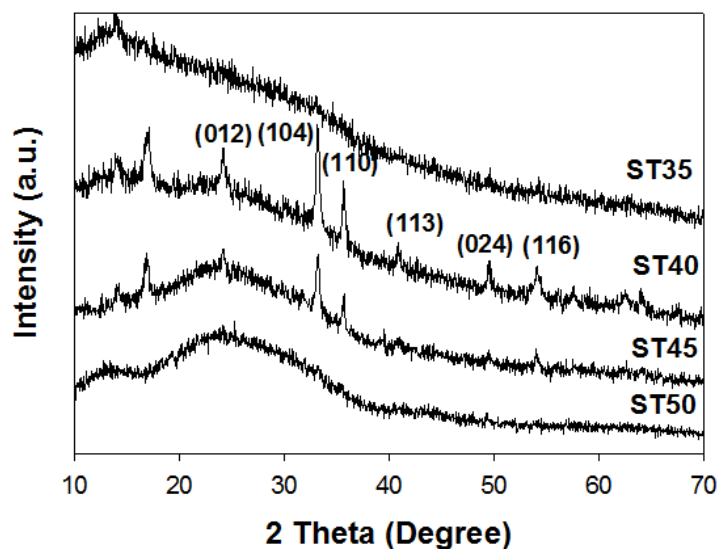
پارامتر لایه نشانی	مقدار
حجم محلول	۱۰۰ mL
دمای زیر لایه	۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C
فاصله نازل تا زیرلایه	۳۵ cm
فشار گاز حامل (هوای خشک)	۲/۵ bar
آهنگ اسپری	۵ mL/min

۴-۲-۲ نتایج ساختاری

شکل ۴-۱ الگوهای پراش پرتو X (XRD) را برای لایه های نازک اکسید آهن نشان می دهد. نتایج به دست آمده از بررسی الگوهای پرتو X بیانگر این است که نمونه های ST40 و ST45 دارای ساختار شش گوشه و قله هایی در راستای صفحات ترجیحی (۱۰۴)، (۰۱۲)، (۱۱۰)، (۱۱۶)، (۱۱۳)، (۰۲۴) مشاهده می شود که در تطابق با کارت استاندارد JCPDS No. 79-0007 می باشند. افزایش

شدت قله‌ها در نمونه‌های ST40 و ST45 نشان دهنده‌ی بهبود در بلوری شدن هماتیت است. این نتایج در مطالعات انجام شده توسط سایر محققان نیز گزارش شده است [۳۷, ۳۸].

برای دو نمونه ST50 و ST35 الگوی پراش پرتو X هیچ گونه پیکی را نشان نمی‌دهد که نشان دهنده آمورف بودن لایه‌های نازک در دماهای ST35 و ST50 است. دلیل عدم رشد بلوری در این دو دما می‌تواند وابستگی بلورینگی هماتیت به دمای زیر لایه باشد. نمونه‌ی ST35 به علت پایین بودن دمای زیر لایه (350°C) ساختار هماتیت بلوری نشده است [۳۹]. همچنین برای نمونه‌ی ST50 بالا بودن دمای زیر لایه باعث تجزیه‌ی حرارتی قطره‌های اسپری قبل از رسیدن به زیر لایه می‌شود در نتیجه نمونه‌ی ST50 هیچ گونه قله‌ای را نشان نمی‌دهد [۲۳].



شکل ۴-۱: الگوی XRD نمونه های لایه نازک اکسید آهن در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و 500°C .

برای بررسی دقیق‌تر خواص ساختاری، اندازه بلوک‌ها (D)، کرنش‌های بلوری (ϵ) و چگالی دررفتگی‌ها (δ) برای نمونه‌های ST40 و ST45 به روش ویلیامسون-هال از روابط (۳-۳)، (۳-۴) و (۳-۵) محاسبه شد که نتایج آن در جدول ۲-۴ آورده شده است.

جدول ۲-۴: مشخصات ساختاری محاسبه شده متعلق به فاز بلوری هماتیت

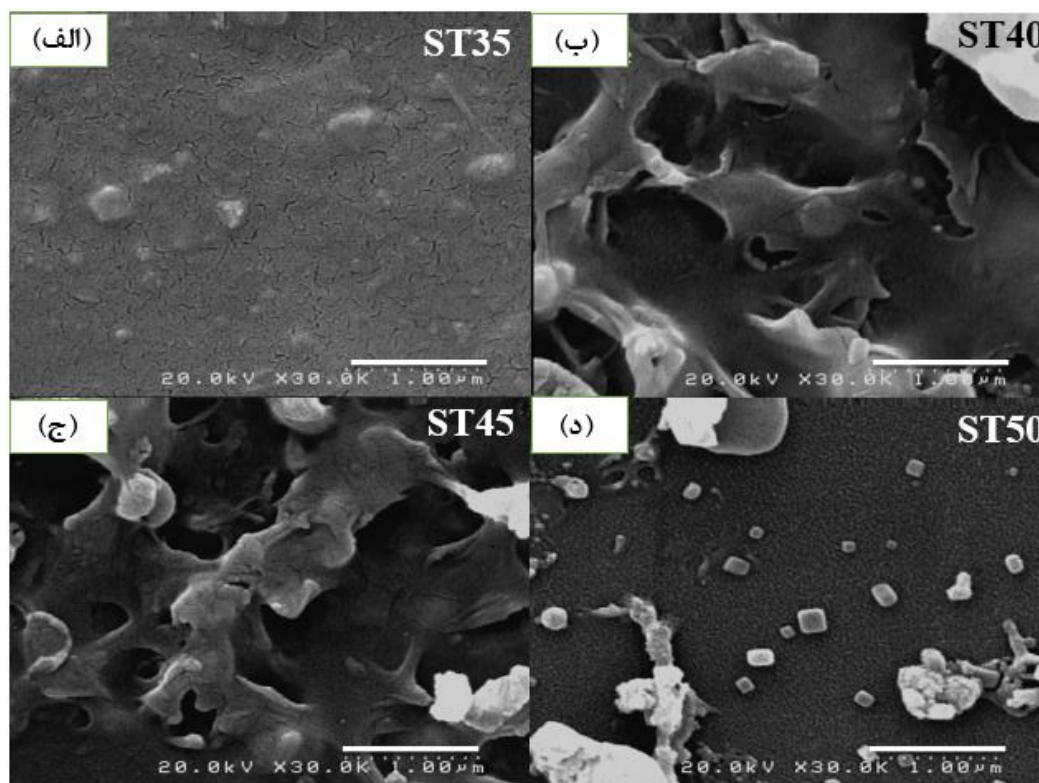
نمونه	D(nm)	$\delta(\times 10^{-2} \text{ nm}^{-2})$	$\epsilon(\times 10^{-2})$
ST40	۸/۷۱	۱/۳۱	۱/۷۴
ST45	۱۲/۷۱	۰/۶۱	۰/۸۶

راستاهای (۰۱۲)، (۱۰۴)، (۱۱۰) و (۱۱۳) به عنوان راستاهای آسان رشد در رابطه ویلیامسون-هال در نظر گرفته شد. مطابق جدول با افزایش دمای زیرلایه اندازه بلورک افزایش، کرنش و چگالی دررفتگی کاهش می‌یابد. چگالی دررفتگی به علت ایجاد نقص در ساختار بلوری رخ می‌دهد و به عوامل مختلفی چون فرآیند رشد لایه، حضور دررفتگی در سطح زیر لایه و آلودگی موجود در سطح زیر لایه بستگی دارد. دررفتگی‌ها باعث تبدیل تک بلور به چند بلورک در راستاهای بلوری مختلف شده در نتیجه کاهش دررفتگی موجب افزایش اندازه بلورک‌ها می‌شود [۲۲، ۴۰].

۳-۲-۴ ریخت شناسی سطح

به منظور مطالعه ریخت شناسی سطح لایه نازک هماتیت از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان (FESEM) استفاده شد. اندازه دانه نمونه‌ها توسط نرم افزار دیجی مایزر برای ۵ دانه محاسبه شد. در شکل ۲-۴ تصاویر لایه نازک هماتیت برای نمونه‌های ST35، ST40، ST45 و ST50

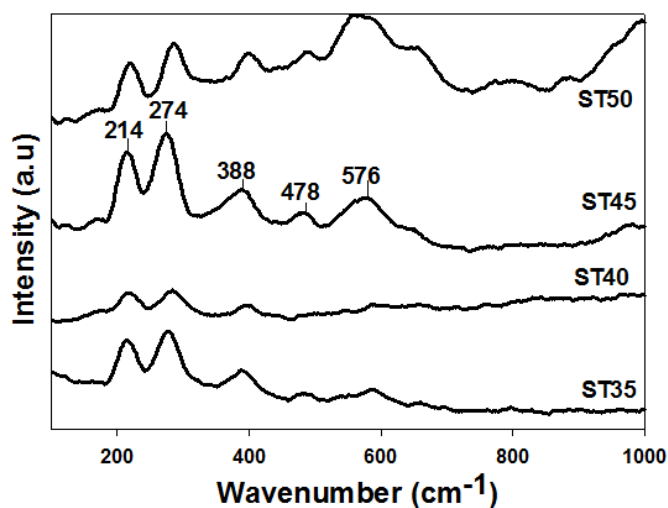
در مقیاس $1\mu\text{m}$ مشاهده می‌شود. تصویر ۴-۲ (الف) برای نمونه ST35 سطحی نسبتاً صاف با دانه‌هایی بر روی سطح را نشان می‌دهد، میانگین اندازه دانه‌ها روی سطح نمونه در حدود 66 nm محاسبه شد. با افزایش دمای زیر لایه، مطابق شکل ۴-۳ (ب) سطح نمونه ST40 متخلخل و لایه لایه می‌شود و میانگین اندازه ذرات آن 36 nm محاسبه گردید. در تصویر ۴-۳ (ج) نمونه ST45 مشاهده می‌شود که تخلخل سطح نمونه نسبت به نمونه ST40 افزایش یافته است و اندازه متوسط ذرات به میزان 43 nm افزایش داشته‌اند. تصویر ۴-۳ (د) نمونه ST50 را نشان می‌دهد. با افزایش دمای زیر لایه نانو ذرات متراکم‌تر شده و ظهور دانه‌های مکعبی در سطح نمونه مشاهده می‌شود [۲۳]. اندازه متوسط ذرات با افزایش دمای رشد افزایش داشته و مقدار آن 76 nm اندازه گیری شد.



شکل ۴-۲ تصاویر ریخت شناسی سطح توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی برای نمونه‌های هماتیت سنتز شده در دماهای (الف) 350°C ، (ب) 400°C ، (ج) 450°C و (د) 500°C

۴-۲-۴ طیف نگاری رامان

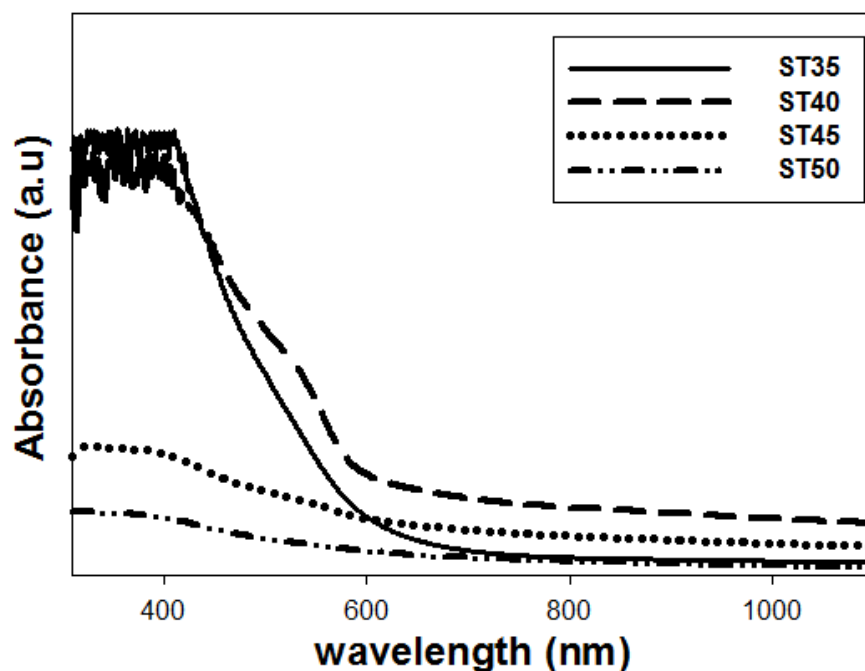
طیف رامان نمونه‌های لایه نازک $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در شکل ۳-۴ آورده شده است. مطابق مطالعات انجام شده هماتیت خالص دارای پنج خط فونون در طیف رامان است که دو حالت فونون Ag و سه حالت فونون Eg در مشاهده می‌شود [۴۱]. قله های ۲۱۴ و 478 cm^{-1} با حالت فونون Ag همراه هستند، در حالی که قله های ۳۸۸، ۲۷۴ و 576 cm^{-1} مربوط به حالت های Eg فونون هستند. این نتایج نشان می دهد که محصول $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ است. از نتایج طیف رامان مشخص می‌شود هیچ‌گونه ناخالصی و یا سایر فازهای اکسید آهن مانند مگنتیت یا ماگمیت یافت نشده که نشان دهنده خلوص بالای محصول است. با این حال برخی تغییرات در شدت قله‌های نمونه‌ها دیده می‌شود که ممکن است به دلیل تفاوت‌هایی در اندازه و شکل ذرات باشد. نتایج مشابهی با طیف سنجی رامان نانوذرات $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ گزارش شده است [۴۲، ۶]. بنابراین، اندازه گیری های طیف سنجی رامان نشان می دهد فیلم های تشکیل شده صرفاً هماتیت هستند.



شکل ۳-۴ نمودار اندازه گیری رامان برای نمونه‌های لایه نازک هماتیت سنتز شده در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ $^{\circ}\text{C}$.

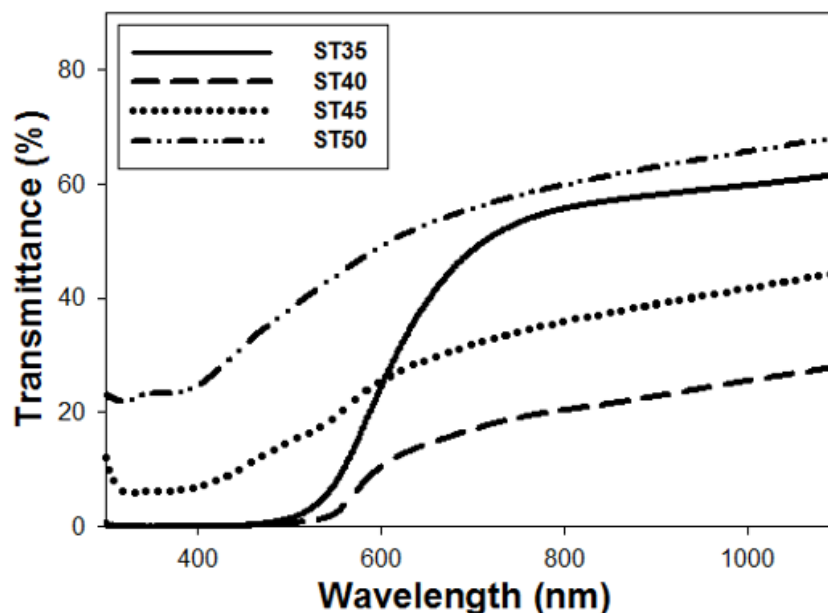
۵-۲-۴ ویژگی اپتیکی لایه نازک هماتیت

طیف جذب اپتیکی لایه‌های نازک هماتیت به دست آمده از طیف سنج نوری UV-Vis در بازه طول طوج ۳۰۰-۱۱۰۰ nm در شکل ۴-۴ نشان داده شده است. همانطور که در شکل مشاهده می‌شود میزان جذب اپتیکی برای نمونه‌ها با افزایش دمای زیر لایه از دمای ۴۰۰ تا ۵۰۰°C کاهش می‌یابد. که علت آن تغییر در ساختار بلوری نمونه‌ها می‌باشد. با افزایش دمای زیر لایه و تجزیه حرارتی قطره‌های اسپری شده بر روی زیر لایه، ضخامت لایه کم می‌شود. با کاهش ضخامت لایه تعداد فوتون‌های کمتری توسط سطح به دام افتاده و میزان جذب نور کاهش می‌یابد [۴۳، ۴۴].



شکل ۴-۴: نمودار جذب نمونه‌های لایه نازک اکسید آهن سنتز شده در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C.

نمودار طیف عبور نمونه‌ها در شکل ۴-۵ آورده شده است. همانطور که ملاحظه می‌شود میزان عبور نمونه‌ها در ناحیه‌ی ۵۵۰ nm افزایش شدیدی داشته است علت آن را می‌توان افزایش دمای زیر لایه در نظر گرفت که با افزایش دما میزان ضخامت لایه‌ها کاهش یافته در نتیجه عبور نمونه‌ها افزایش می‌یابد. نمونه ST35 نسبت به دو نمونه ST45 و ST40 دارای جذب کمتر و عبور بیشتر است که علت این رفتار غیر عادی می‌تواند آمورف بودن نمونه باشد.

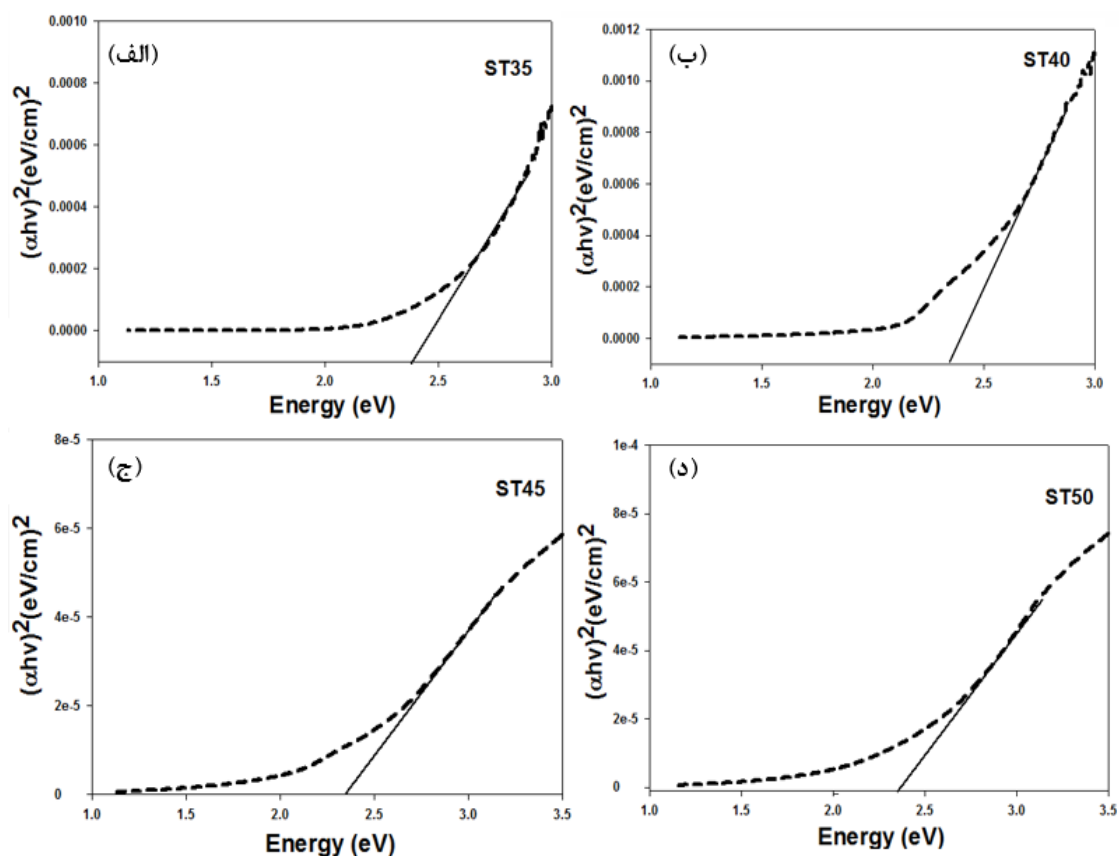


شکل ۴-۵: نمودار عبور نمونه‌های لایه نازک هماتیت سنتز شده در دماهای

زیر لایه ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ °C و ۵۰۰

گاف نواری انرژی اپتیکی برای لایه نازک هماتیت ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) را می‌توان با استخراج از لبه جذب توسط معادله ۳-۶ محاسبه نمود. شکل ۴-۶ نمودار $h\nu$ را بر حسب $(\alpha h\nu)^2$ نشان می‌دهد. مقدار گاف نواری مستقیم $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ برای نمونه‌های ST35, ST40, ST45 و ST50 به ترتیب ۲/۳۸،

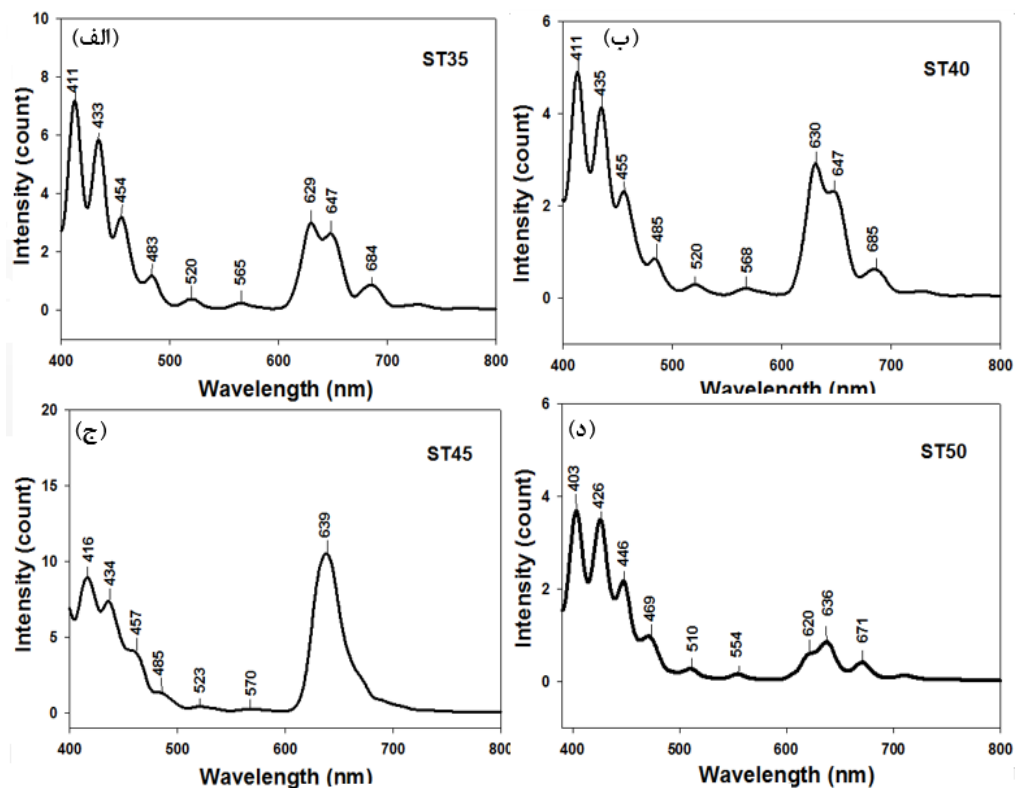
۲/۳۵، ۲/۳۰، ۲/۳۵eV محاسبه شد که نشان‌دهنده کاهش گاف نواری با افزایش دمای زیرلایه می باشد. این نتیجه در توافق با گزارش محققان است [۴۵]. کاهش گاف نواری با افزایش دمای سنتز را می توان به تفاوت در اندازه بلورک و میزان بلورینگی نمونه‌ها با تغییرات دمای زیر لایه نسبت داد که مطابق با جدول ۴-۲ اندازه بلورک افزایش یافته در نتیجه مقدار گاف نواری کاهش پیدا کرده است [۴۶].



شکل ۴-۶: گاف نواری مستقیم $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در دمای سنتز ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ °C

۴-۲-۶ طیف سنجی فوتولومینسانس

به منظور بررسی بیشتر ویژگی‌های نوری لایه‌های نازک هماتیت در دماهای مختلف سنتز، از طیف سنجی فوتولومینسانس استفاده شد. شکل ۴-۷ طیف فوتولومینسانس نانو ذرات هماتیت را نشان می‌دهد. مطابق شکل ۴-۷ (الف) برای نمونه ST35 قله‌هایی در محدوده ۵۲۰، ۵۶۵، ۴۱۱، ۴۳۳، ۴۵۴، ۴۸۳، ۶۴۷، ۶۲۹ و ۶۸۴ nm مشاهده می‌شود. شکل ۴-۷ (ب) برای نمونه ST40 در مناطق ۴۱۱، ۴۳۵، ۴۵۵، ۴۸۵، ۵۲۰، ۵۶۸، ۶۳۰، ۶۴۷ و ۶۸۵ nm قله‌هایی مشاهده گردید. همچنین در شکل ۴-۷ (ج) برای نمونه ST45 در محدوده ۴۱۶، ۴۳۴، ۴۵۷، ۴۸۵، ۵۲۳، ۵۷۰ و ۶۳۹ nm مشاهده شد. شکل ۴-۷ (د) مربوط به نمونه ST50 دارای قله‌هایی در نواحی ۴۰۳، ۴۲۶، ۴۴۶، ۴۶۹، ۵۱۰، ۵۵۴، ۶۲۰، ۶۳۶ و ۶۷۱ nm مشاهده شد. از آنجا که ساختار هماتیت در حالت توده‌ی خود هیچ‌گونه طیف فوتولومینسانسی را نشان نمی‌دهد نتیجه می‌شود که هر چهار نمونه‌ی سنتز شده دارای ساختار نانویی می‌باشند. [۴۷].

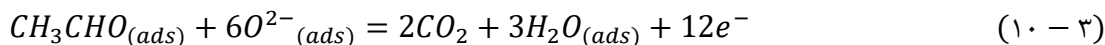
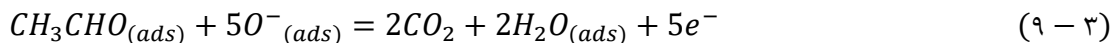
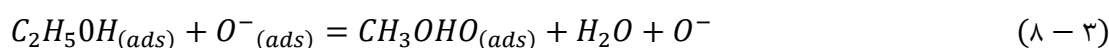


شکل ۴-۷ طیف فوتولومینسانس نمونه‌های هماتیت سنتز شده در دماهای زیر لایه ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰ °C

۴-۲-۷ حسگر گازی هماتیت در حضور گاز اتانول

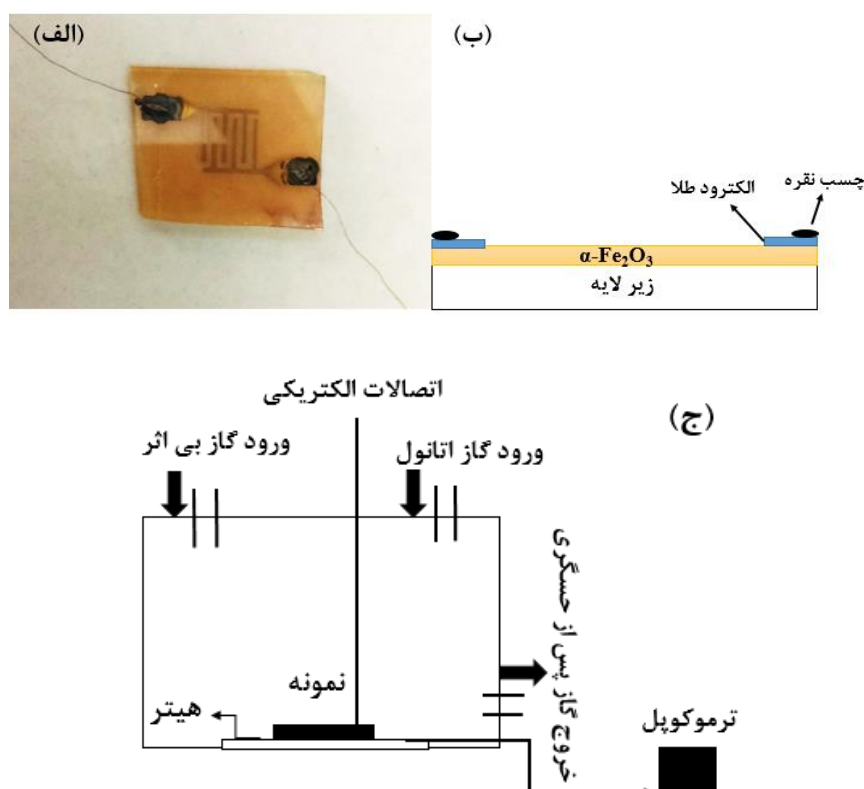
در این بخش به بررسی خاصیت حسگری گازی لایه‌های نازک هماتیت رشد یافته در دماهای مختلف زیر لایه پرداخته می‌شود. مکانیزیم حسگرهای هماتیت به این صورت است که وقتی حسگرهای $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ در معرض هوا قرار می‌گیرند، مولکول‌های اکسیژن بر روی سطح اکسید جذب می‌شوند. مولکول‌های اکسیژن جذب شده با جذب الکترون آزاد از سطح هماتیت اکسیژن‌های یونیزه شده مانند O_2^- , O^- , O^{2-} تولید می‌کنند. به دلیل حجم زیاد الکترون‌های آزاد جذب شده روی سطح هماتیت، حسگر وضعیت مقاومت بالا را نشان می‌دهد هنگامی که حسگر هماتیت در معرض گازی کاهنده مانند اتانول قرار می‌گیرد، مولکول‌های اتانول روی سطح نانوذرات هماتیت

واکنش شیمیایی انجام داده و مولکول های اتانول توسط گونه های اکسیژن جذب شده به H_2O و CO_2 واکنش نشان می دهند. الکترون های به دام افتاده به نانوذرات هماتیت باز می گردند، که منجر به کاهش مقاومت حسگر می شوند. روابط شیمیایی زیر نشان دهنده واکنش شیمیایی گاز اتانول با هماتیت است [۳۵].



برای بررسی حسگرگازی لایه های نازک هماتیت، ابتدا لایه ها در ابعاد $1/5 \times 1/5 \text{ cm}^2$ برش داده شدند، سپس الکتروود شانه ای طلا به ضخامت ۱۰۰ نانومتر بر روی لایه هماتیت توسط روش کندوپاش DC لایه نشانی گردید. برای اتصال نمونه به دستگاه اهم متر، نمونه توسط چسب نقره به سیم های مسی متصل گردید و درون محفظه حسگری قرار داده شد. شکل ۴-۸ (الف) نمونه لایه نازک هماتیت پس از الکتروود گذاری و آماده سازی به عنوان قطعه حسگر گازی را نشان می دهد. شکل ۴-۸ (ج) تصویر الگووار محفظه حسگری را نشان می دهد. همان طور که در شکل مشاهده می شود نمونه داخل محفظه حسگری بر روی هیتر قرار می گیرد. سپس نمونه توسط سیم مسی به دستگاه مقامت سنج متصل می گردد. بعد از عایق بندی کامل محفظه ی حسگری، دمای محفظه را افزایش داده تا مقاومت هماتیت بر روی دستگاه مقامت سنج نمایش داده شود. پس از ثابت شدن

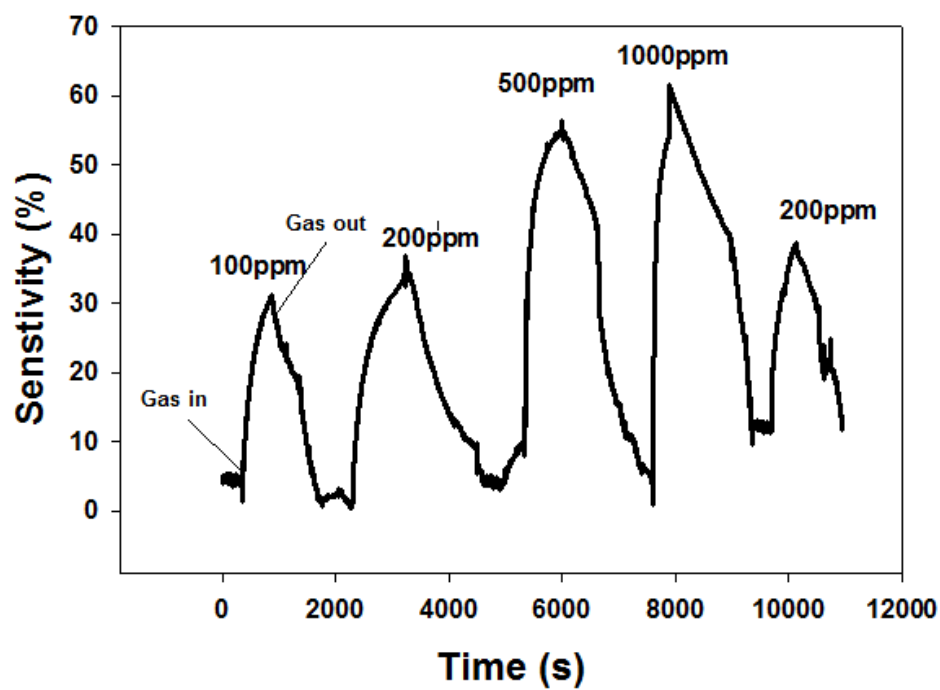
مقاومت هماتیت در دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و 250°C ، گاز اتانول با غلظت‌های مشخص به داخل محفظه حسگر تزریق می‌شود. تغییر مقاومت حسگر قبل و بعد از تزریق گاز توسط دستگاه اهم متر در بازه‌ی زمانی ۰/۵ ثانیه ثبت می‌گردد. پس از اندازه‌گیری تغییر مقاومت در هر غلظت از گاز اتانول، برای برگشتن حسگر به حالت اولیه از گاز بی اثر استفاده می‌شود، به این صورت که گاز بی اثر به آهستگی به داخل محفظه وارد شده و گاز اتانول باقی مانده از روزنه‌ی تعبیه شده بر روی دستگاه خارج می‌شود در این حالت مقاومت نمونه باید به حالت اولیه خود باز گردد. محل ورود گاز بی اثر و خروج گاز اتانول در سیستم حسگری در شکل ۴-۸ (ج) مشخص گردیده است.



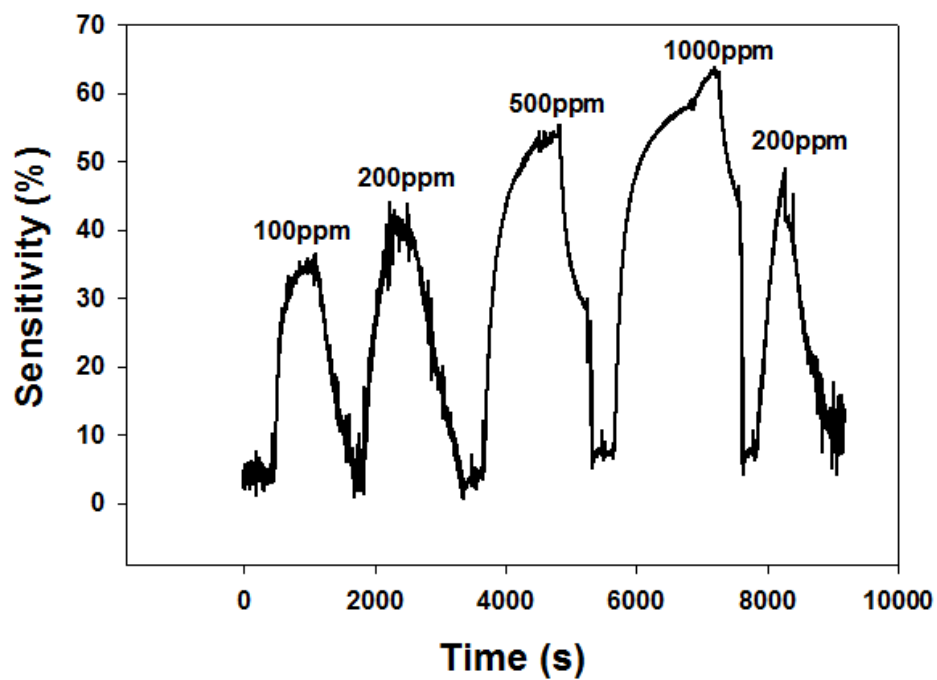
شکل ۴-۸: (الف) تصویر قطعه حسگری نمونه لایه نازک هماتیت (ب) الگوی نمونه حسگری (ج) تصویر

الگووار از محفظه حسگری

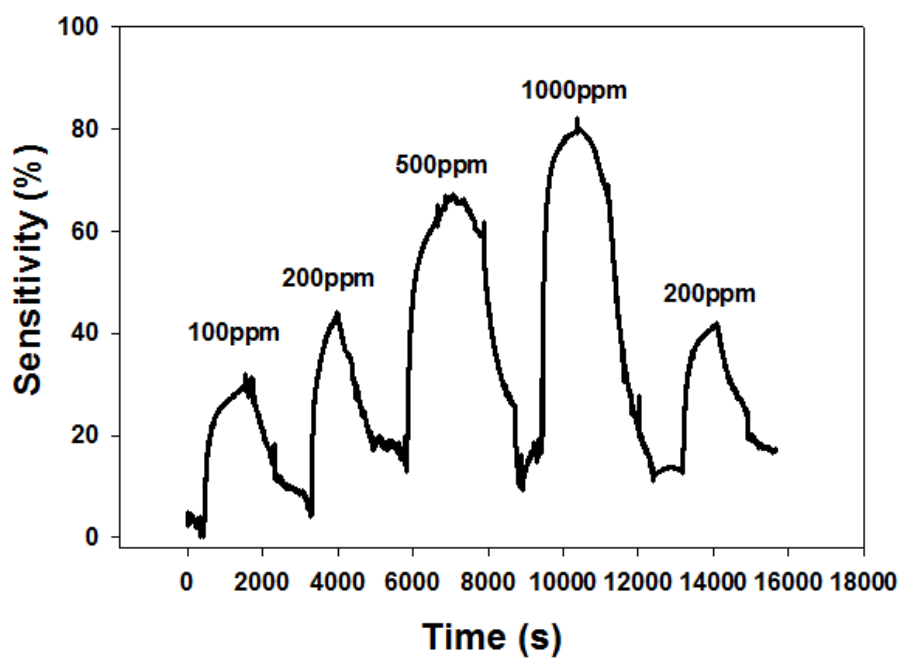
برای سنجش حسگری گاز اتانول روی نمونه‌های لایه نازک هماتیت، نمونه به مدت ۲۴ ساعت در تاریکی قرار داده شد هنگامی که مقاومت نمونه در دمای مورد نظر ثابت شد، اتانول در غلظت مشخص به درون سیستم حسگری وارد می‌شود و به مدت ۳۰ دقیقه نمونه در معرض اتانول قرار می‌گیرد و چون بازیابی نمونه و رسیدن به مقاومت اولیه طی زمان طولانی‌تری انجام می‌شود اتانول به مدت ۴۵ دقیقه توسط گاز بی‌اثر و روزه خروج هوا از سیستم خارج می‌شود. در این سنجش تغییر مقاومت نمونه برای چهار دمای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ ppm و ۱۰۰۰ ppm اندازه‌گیری شد. از آنجا که بررسی پایداری یک حسگر از مهم‌ترین ویژگی‌های یک حسگر خوب می‌باشد در این آزمایش برای هر نمونه غلظت ۲۰۰ ppm دوباره تکرار می‌شود تا تکرارپذیری نمونه تست شود. نتایج سنجش حسگری به صورت شکل و جدول در ادامه آورده شده است.



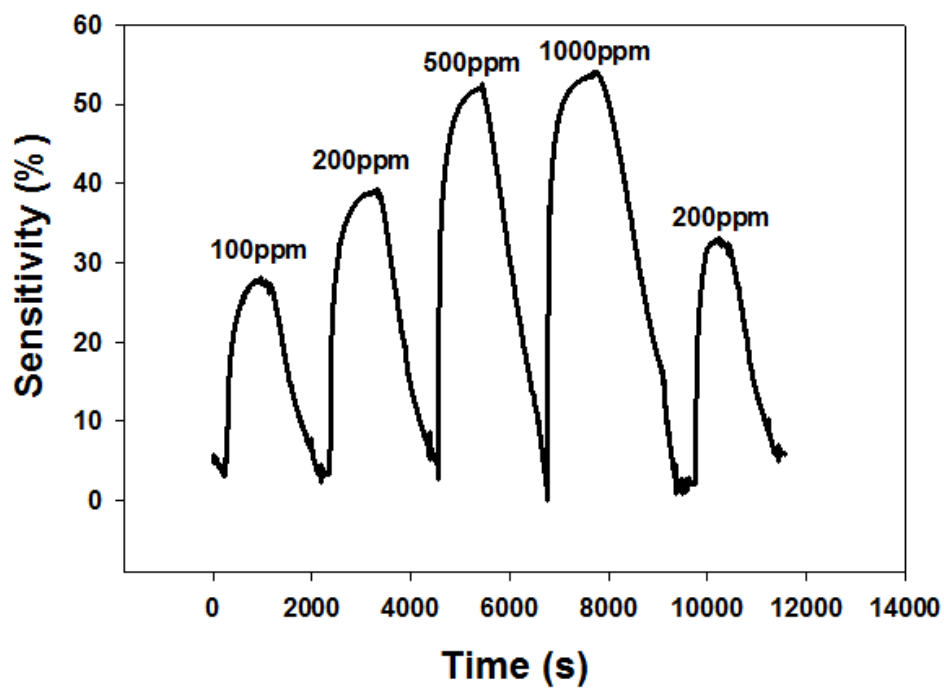
شکل ۴-۹ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



شکل ۴-۱۰ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



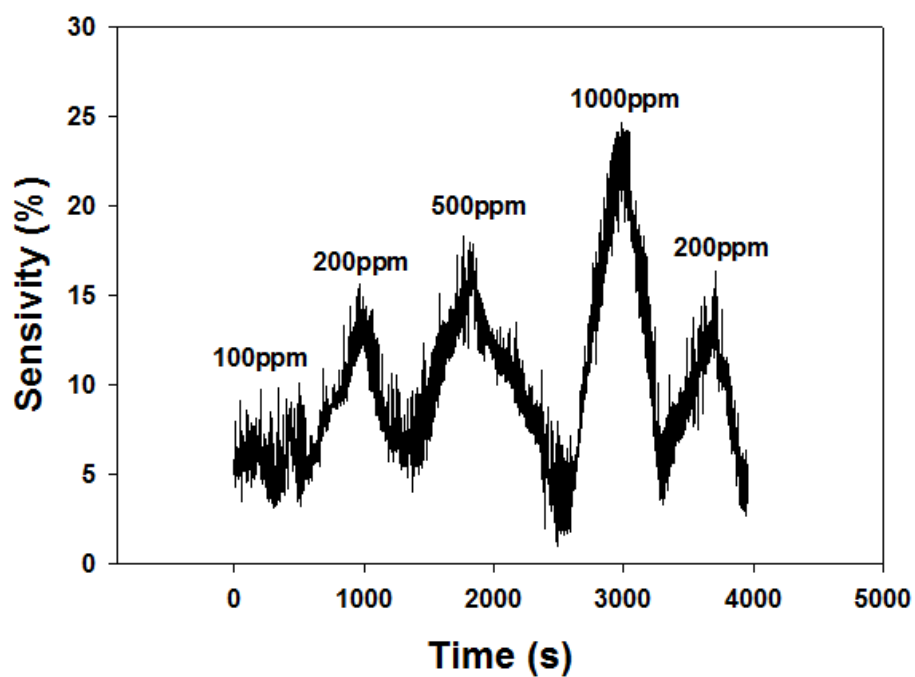
شکل ۴-۱۱ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای ۲۲۵ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



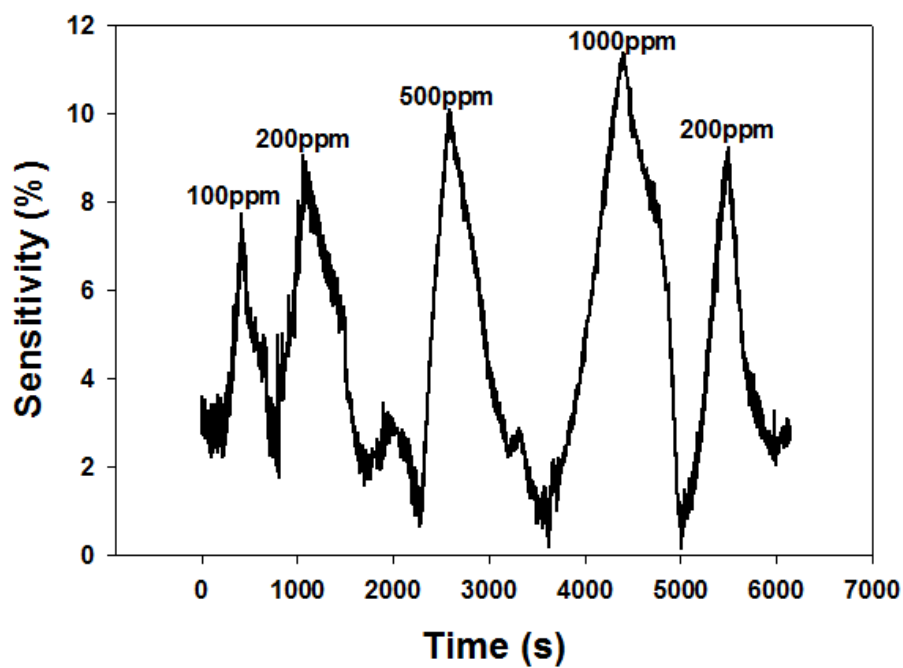
شکل ۴-۱۲ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST35 در دمای ۲۵۰ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm

جدول ۳-۴ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST35 در دماها و غلظت‌های مختلف گاز اتانول

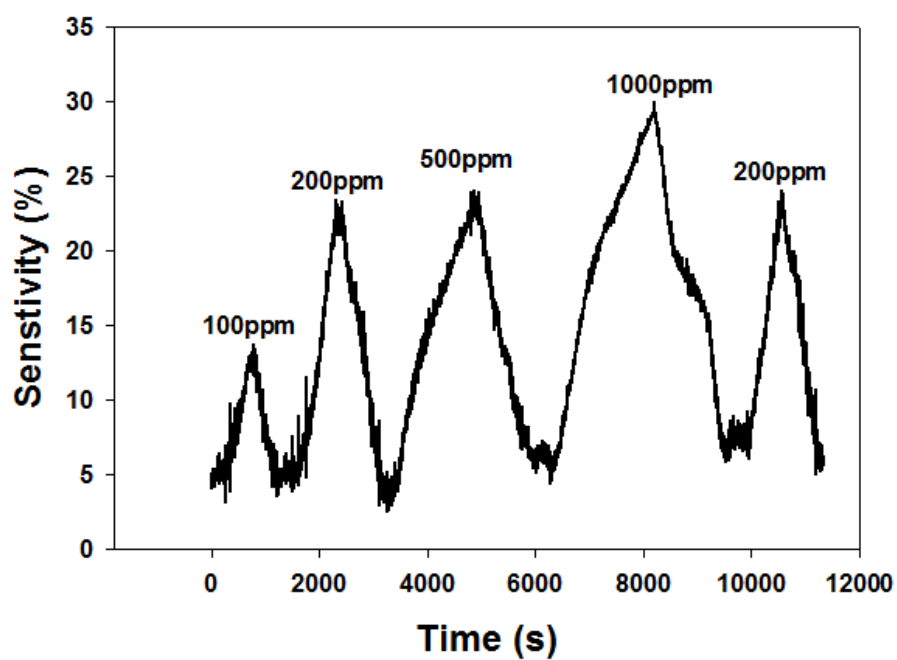
دمای کار حسگر	غلظت (ppm)	۱۰۰	۲۰۰	۵۰۰	۱۰۰۰	۲۰۰
۱۷۵°C	پاسخ (%)	۳۱	۳۷	۵۶	۶۱	۳۸
	زمان پاسخ (s)	۵۱۷	۸۳۶	۴۸۸	۲۶۰	۴۰۳
	زمان بازیابی (s)	۸۳۳	۱۱۵۰	۱۴۳۸	۱۳۵۲	۷۲۰
۲۰۰°C	پاسخ (%)	۳۶	۴۵	۵۳	۶۳	۴۸
	زمان پاسخ (s)	۳۹۱	۴۱۸	۷۱۳	۱۱۸۰	۳۹۲
	زمان بازیابی (s)	۷۳۶	۱۰۳۳	۵۶۶	۴۴۴	۷۱۳
۲۲۵°C	پاسخ (%)	۳۲	۴۴	۶۷	۸۱	۴۲
	زمان پاسخ (s)	۹۹۰	۷۰۱	۱۱۱۳	۷۸۴	۵۷۸
	زمان بازیابی (s)	۱۳۱۹	۱۱۱۲	۱۴۸۵	۱۸۹۷	۹۵۱
۲۵۰°C	پاسخ (%)	۲۸	۳۹	۵۲	۵۴	۳۳
	زمان پاسخ (s)	۵۵۹	۶۵۷	۵۹۴	۶۲۵	۳۹۵
	زمان بازیابی (s)	۱۱۵۳	۱۲۵۲	۱۴۱۶	۱۸۴۲	۱۲۵۱



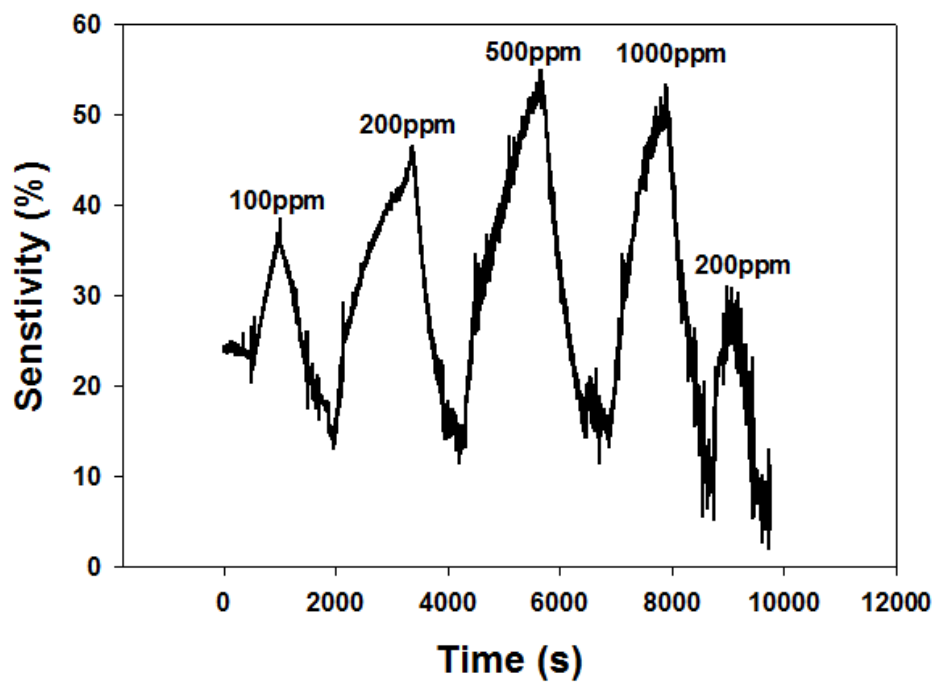
شکل ۴-۱۳ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



شکل ۴-۱۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰ ppm



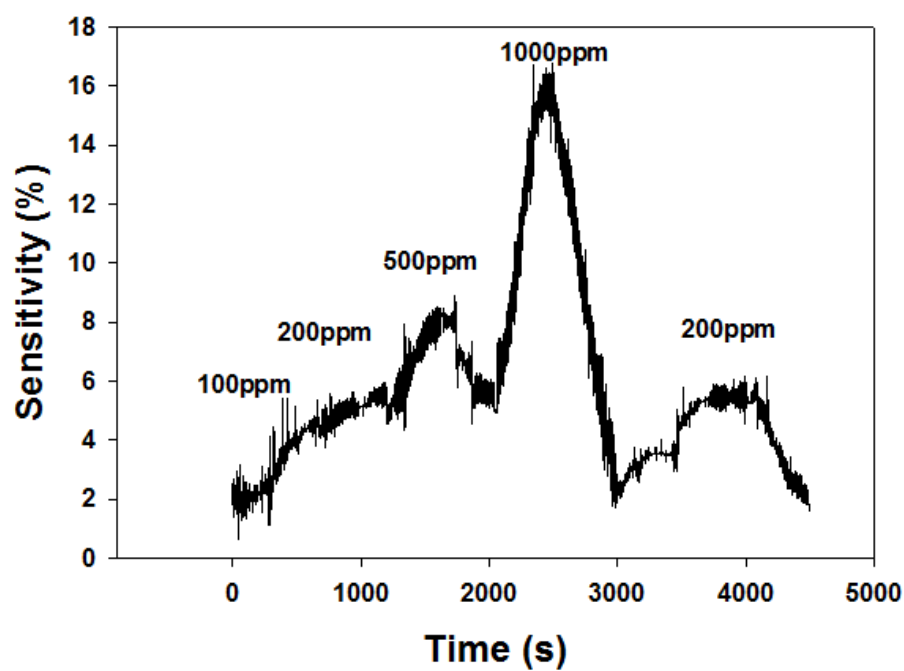
شکل ۴-۱۵ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



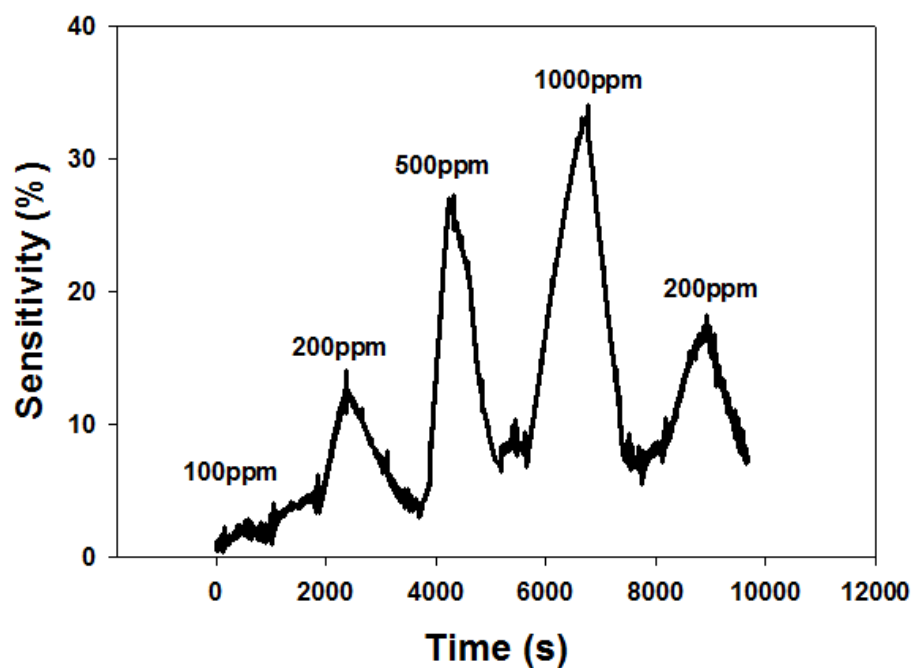
شکل ۴-۱۶ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST40 در دمای 250°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm

جدول ۴-۴ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST40 در دماها و غلظت‌های مختلف گاز اتانول

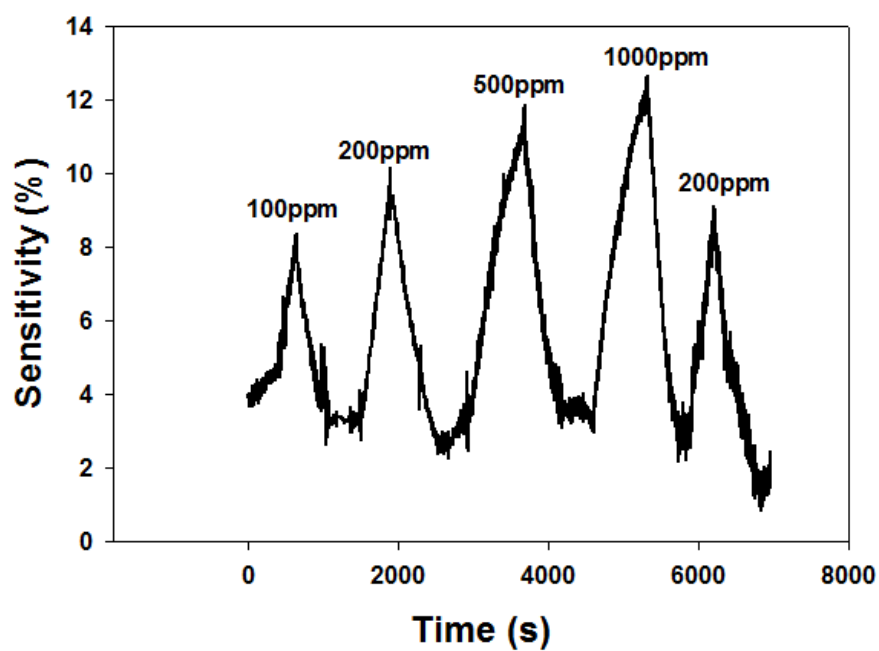
۲۰۰	۱۰۰۰	۵۰۰	۲۰۰	۱۰۰	غلظت (ppm)	دمای کار حسگر
۱۵	۲۴	۱۸	۱۵	-	پاسخ (%)	۱۷۵°C
۳۶۹	۳۹۳	۴۹۱	۳۷۰	-	زمان پاسخ (s)	
۲۸۳	۳۵۷	۶۶۳	۳۵۰	-	زمان بازیابی (s)	
۹	۱۱	۱۰	۹	۷	پاسخ (%)	۲۰۰°C
۴۲۸	۷۹۰	۳۱۷	۲۹۷	۲۴۷	زمان پاسخ (s)	
۴۹۴	۶۴۲	۹۸۸	۶۷۵	۳۱۳	زمان بازیابی (s)	
۲۳	۲۹	۲۴	۲۳	۱۳	پاسخ (%)	۲۲۵°C
۶۰۴	۱۶۳۹	۱۱۵۷	۹۲۲	۶۳۲	زمان پاسخ (s)	
۷۴۸	۱۳۵۲	۱۱۵۱	۸۶۳	۴۰۳	زمان بازیابی (s)	
۳۱	۵۳	۵۴	۴۶	۳۷	پاسخ (%)	۲۵۰°C
۳۱۵	۱۰۰۵	۱۲۹۲	۱۱۷۸	۴۳۳	زمان پاسخ (s)	
۴۶۱	۷۴۷	۸۹۲	۷۷۵	۷۷۶	زمان بازیابی (s)	



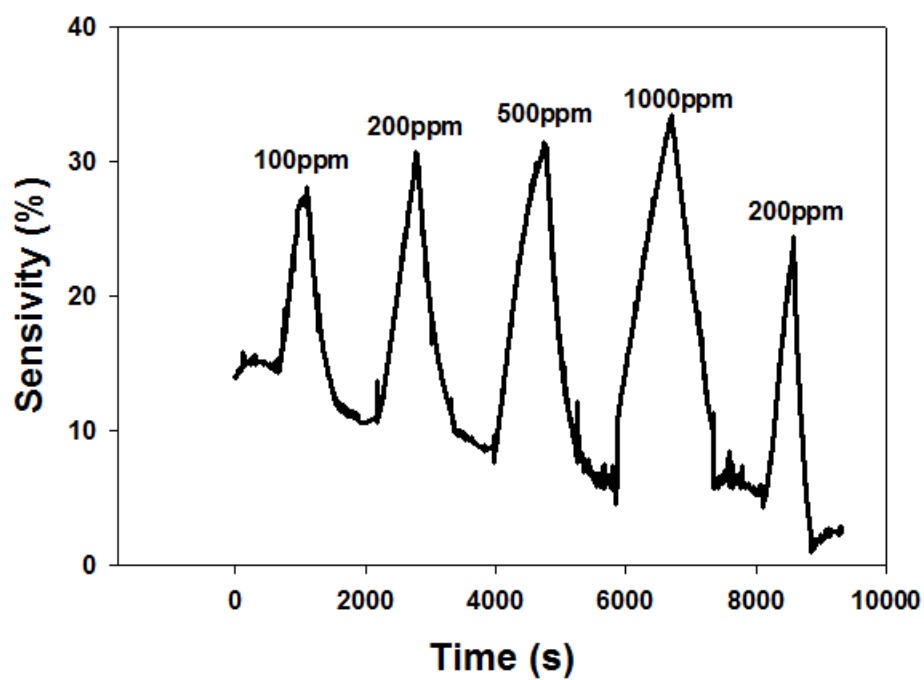
شکل ۴-۱۷ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای 175°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



شکل ۴-۱۸ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای 200°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



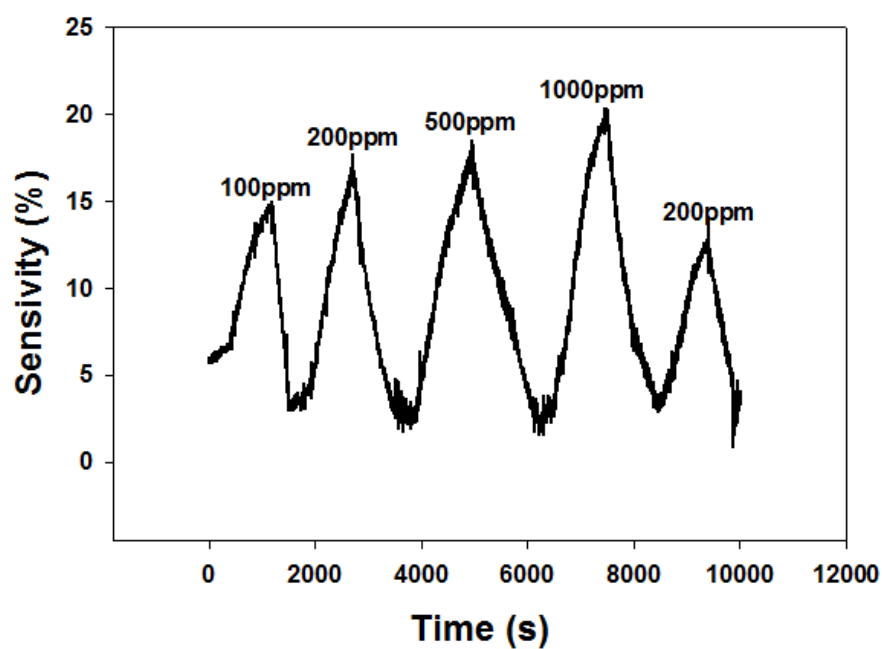
شکل ۴-۱۹ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای ۲۲۵ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



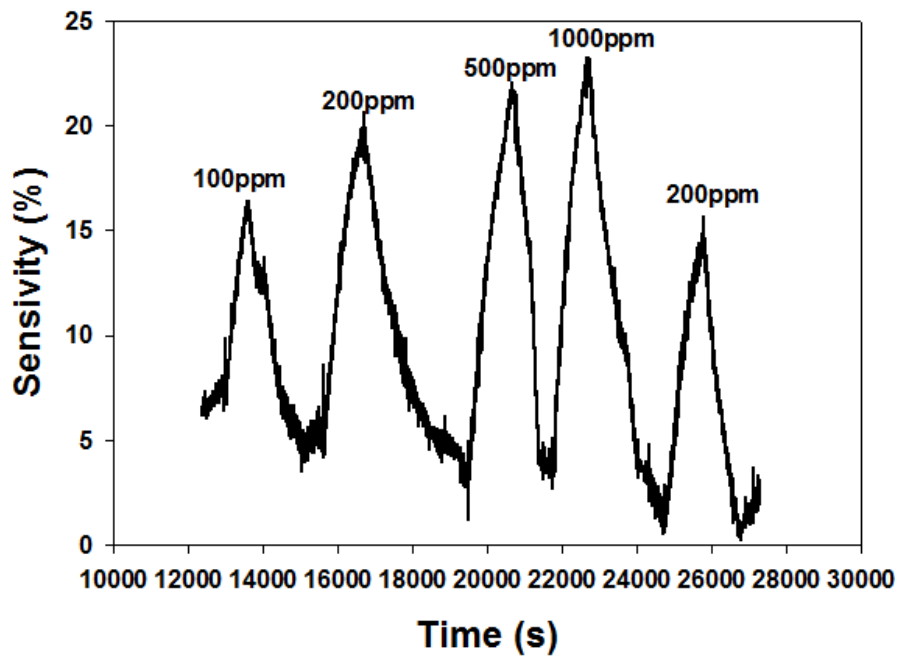
شکل ۴-۲۰ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST45 در دمای ۲۵۰ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm

جدول ۴-۵ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST45 در دماها و غلظت‌های مختلف گاز اتانول

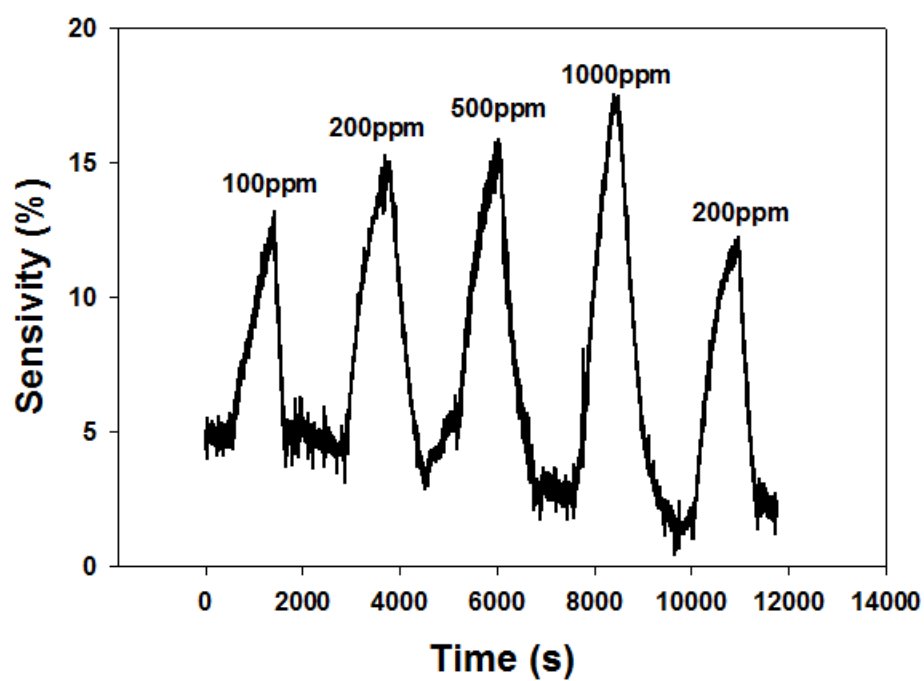
دمای کار حسگر	غلظت (ppm)	۱۰۰	۲۰۰	۵۰۰	۱۰۰۰	۲۰۰
۱۷۵°C	پاسخ (%)	-	-	۸	۱۶	۶
	زمان پاسخ (s)	-	-	۳۸۱	۴۰۶	۲۳۴
	زمان بازیابی (s)	-	-	۳۴۴	۵۲۹	۶۶۳
۲۰۰°C	پاسخ (%)	-	۱۴	۲۷	۳۴	۱۸
	زمان پاسخ (s)	-	۶۰۲	۵۱۹	۱۰۶۵	۸۶۱
	زمان بازیابی (s)	-	۱۳۸۰	۱۰۰۵	۱۰۳۵	۷۷۸
۲۲۵°C	پاسخ (%)	۸	۱۰	۱۲	۱۳	۹
	زمان پاسخ (s)	۳۰۸	۴۱۲	۶۱۱	۷۵۷	۳۴۷
	زمان بازیابی (s)	۴۴۹	۶۷۸	۶۳۳	۵۱۷	۶۳۳
۲۵۰°C	پاسخ (%)	۲۸	۳۰	۳۱	۳۳	۲۵
	زمان پاسخ (s)	۴۹۰	۵۹۰	۸۸۵	۸۵۹	۵۴۰
	زمان بازیابی (s)	۸۳۵	۶۸۷	۸۶۲	۹۳۴	۴۲۱



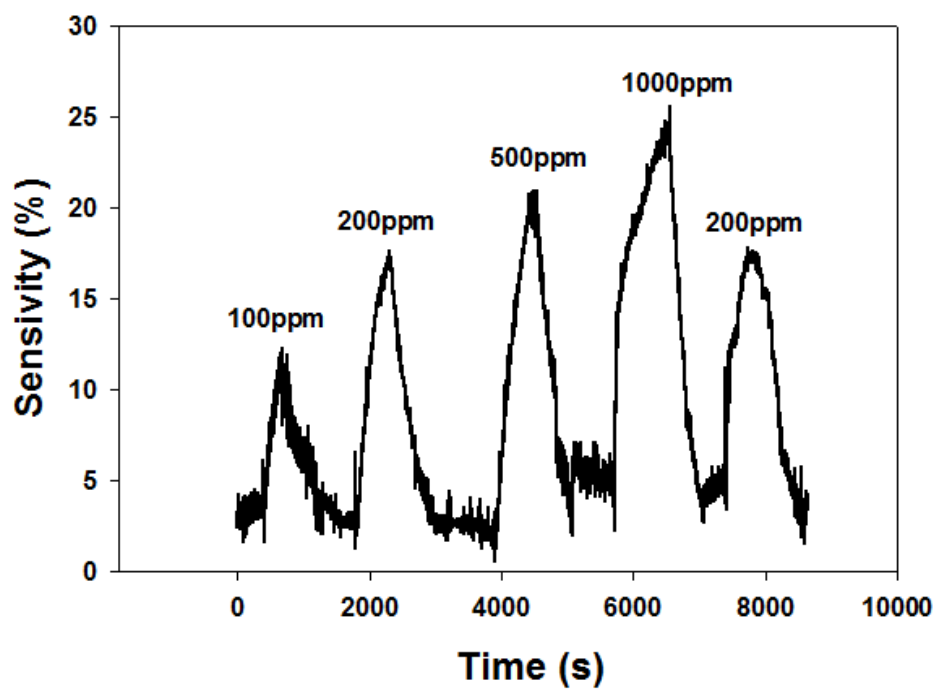
شکل ۴-۲۱ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای ۱۷۵ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



شکل ۴-۲۲ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای ۲۰۰ °C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



شکل ۴-۲۳ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm



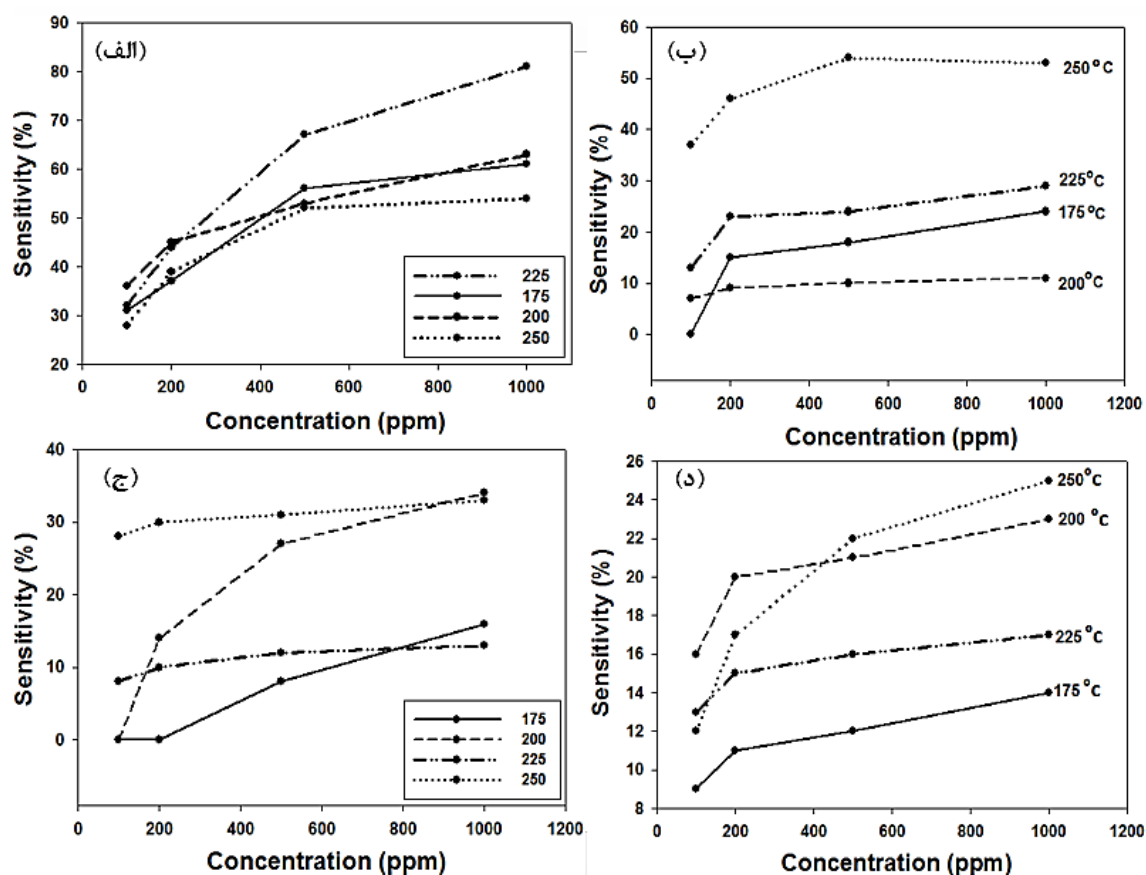
شکل ۴-۲۴ نمودار حساسیت نمونه‌ی ST50 در دمای 225°C در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm

جدول ۴-۶ درصد پاسخ، زمان پاسخ و زمان بازیابی نمونه ST50 در دماها و غلظت‌های مختلف گاز اتانول

دمای کار حسگر	غلظت (ppm)	۱۰۰	۲۰۰	۵۰۰	۱۰۰۰	۲۰۰
۱۷۵°C	پاسخ (%)	۹	۱۱	۱۲	۱۴	۷
	زمان پاسخ (s)	۷۴۸	۸۶۲	۱۱۵۱	۱۰۹۳	۸۳۳
	زمان بازیابی (s)	۵۴۷	۹۴۷	۱۳۸۰	۱۰۶۰	۶۰۵
۲۰۰°C	پاسخ (%)	۱۶	۲۰	۲۱	۲۳	۱۵
	زمان پاسخ (s)	۷۰۵	۸۵۱	۱۱۴۶	۸۵۵	۸۵۴
	زمان بازیابی (s)	۱۶۳۱	۱۹۶۶	۹۲۶	۱۴۸۱	۱۳۳۵
۲۲۵°C	پاسخ (%)	۱۳	۱۵	۱۶	۱۷	۱۲
	زمان پاسخ (s)	۸۲۵	۷۵۵	۷۵۲	۸۲۱	۷۰۴
	زمان بازیابی (s)	۴۷۰	۷۹۰	۹۲۳	۱۱۸۵	۶۲۲
۲۵۰°C	پاسخ (%)	۱۲	۱۸	۲۲	۲۶	۱۸
	زمان پاسخ (s)	۲۴۶	۴۶۷	۴۴۲	۶۵۰	۳۷۱
	زمان بازیابی (s)	۹۳۴	۷۶۳	۶۴۰	۶۴۳	۸۰۸

شکل‌های ۹-۴ تا ۲۴-۴ نمودار درصد حساسیت نمونه‌ها در معرض گاز اتانول با گذشت زمان را نشان می‌دهد. مطابق نتایج نشان داده شده با ورود گاز اتانول به داخل محفظه مقاومت نمونه کاهش می‌یابد و با خارج شدن گاز اتانول و ورود گاز بی‌اثر نمونه به مقاومت اولیه‌ی خود باز می‌گردد. درصد حساسیت نمونه‌ها از رابطه‌ی ۳-۷ محاسبه گردید. همان‌طور که در شکل‌های بالا واضح است تمام نمونه‌ها در غلظت ۲۰۰ ppm تکرپذیر بوده‌اند. و با افزایش غلظت گاز اتانول، حساسیت نیز افزایش یافته است.

نتایج حسگری نمونه ST35 در جدول ۳-۴ آورده شده است. زمان پاسخ و بازیابی و درصد حساسیت نمونه مشاهده می‌شود که بیشترین درصد حساسیت برای نمونه ST35 در دمای 225°C اندازه‌گیری شد. جدول ۴-۴ مربوط به نتایج حسگری نمونه ST40 است. با توجه به جدول نمونه ST40 در دمای 250°C بیشترین پاسخ را به گاز اتانول نشان داده است. نتایج حسگری نمونه ST45 در جدول ۵-۴ آورده شده است. نمونه در دمای 200°C دارای حساسیت بیشتری نسبت به سایر دماهای اندازه‌گیری شده می‌باشد. در دمای 175°C نمونه حساسیتی را در غلظت‌های ۱۰۰ و ppm ۲۰۰ از خود نشان نداد. جدول ۶-۴ مقدار حساسیت، زمان پاسخ و زمان بازیابی را برای نمونه‌ی ST50 نشان می‌دهند. مطابق نتایج نمونه در دمای 250°C دارای بیشترین حساسیت است.



شکل ۴-۲۵ حساسیت نمونه‌های لایه نازک هماتیت (الف) ST35 (ب) ST40 (ج) ST45 (د) ST50 در غلظت‌های مختلف در دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C

جهت سنجش دقیق‌تر، نمودار حساسیت نمونه‌های سنتز شده برای غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰،

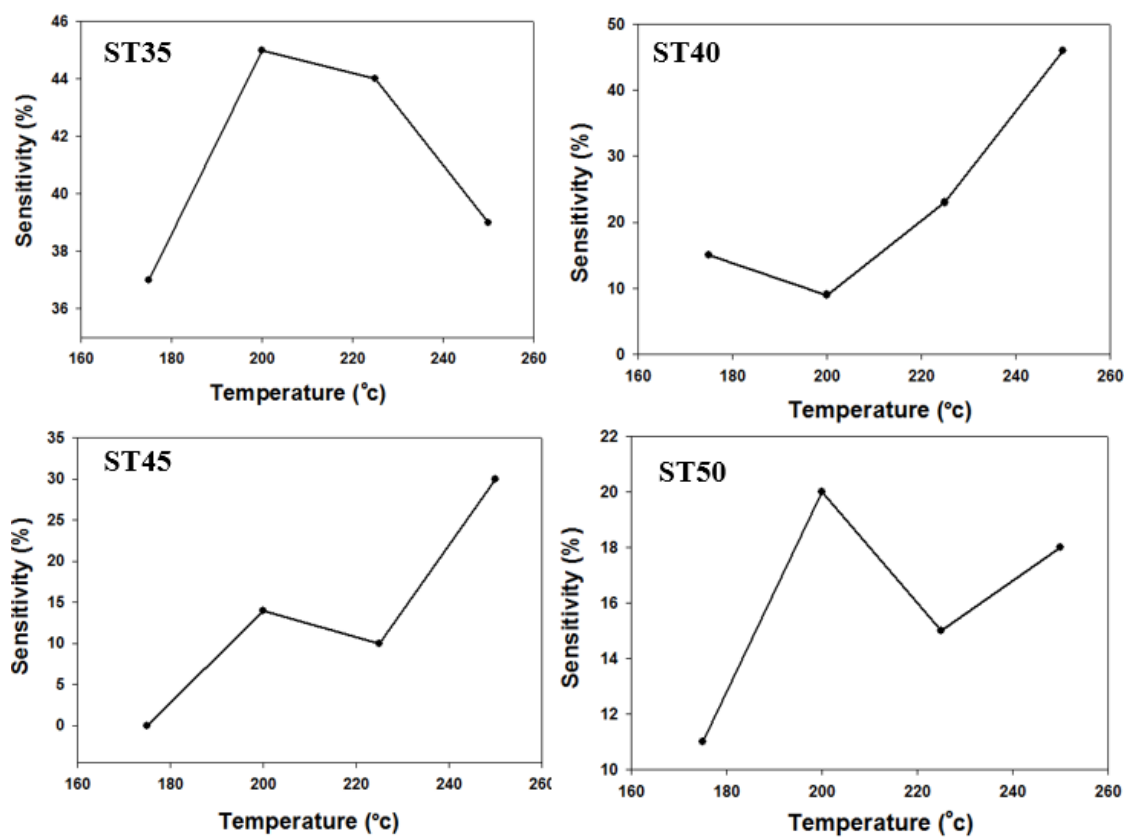
۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm در دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C مطابق شکل ۴-۲۵ رسم می‌شود. در

شکل ۴-۲۵ (الف) بیشترین درصد حساسیت مربوط به دمای ۲۲۵ °C است. بیشترین تغییرات

حساسیت در نمونه ST40 شکل ۴-۲۵ (ب) در دمای ۲۵۰ °C مشاهده می‌شود. برای نمونه ST45

شکل ۴-۲۵ (ج) بیشترین غلظت در دمای ۲۰۰ °C اندازه‌گیری شد و در شکل ۴-۲۵ (د) بیشترین

تغییرات حساسیت در دمای ۲۵۰ °C مشاهده شد.



شکل ۴-۲۶ حساسیت نمونه‌های لایه نازک هماتیت در غلظت ۲۰۰ ppm برای دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C

شکل ۴-۲۶ نمودار تغییرات حساسیت نمونه‌های لایه نازک هماتیت در غلظت انتخابی ۲۰۰ ppm از گاز اتانول در دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰ °C را نشان می‌دهد. در نمونه ST35 بیشترین حساسیت اندازه‌گیری شده مربوط به دمای ۲۰۰ °C است. در نمونه‌های ST40 و ST45 ماکزیم حساسیت در دمای ۲۵۰ °C سنجش گردید و برای نمونه ST50 بیشترین حساسیت به گاز اتانول در دمای ۲۰۰ °C اندازه‌گیری شد

۳-۴ سنتز و بررسی خاصیت ضد باکتری نانو ذرات هماتیت و نانو کامپوزیت هماتیت با اکسید گرافن کاهش یافته

۴-۳-۱ سنتز اکسید گرافن

در این تحقیق سنتز اکسید گرافن از روش اصلاح شده‌ی هامرز انجام گرفت. ۳۶mL اسید سولفوریک درون بشر شیشه‌ای بر روی همزن مغناطیسی قرار گرفت و توسط مگنت سرامیکی همزده شد، ۴mL اسید فسفریک به آرامی اضافه گردید و پس از آن که مواد به خوبی مخلوط شدند، ۰/۳gr پودر گرافیت به محلول اضافه کرده و پس از گذشت نیم ساعت ۱/۸gr پتاسیم پرمنگنات به آهستگی اضافه شد. پس از اضافه کردن پتاسیم پرمنگنات محلول به رنگ سبز درآمد و به مدت ۳ روز روی همزن مغناطیسی قرار داده شد. پس از گذشت ۳ روز محلول درون حمام یخ قرار گرفته و مخلوطی از ۴۰mL آب مقطر و ۲/۷mL آب اکسیژنه به صورت قطره‌ای به آن اضافه شد. در این مرحله روی سطح ماده کف‌های زرد رنگی ایجاد گردید و در نهایت محلول رنگ زرد طلایی به خود گرفت. سپس محلول درون فالكوم ریخته و ۴ مرتبه توسط آب مقطر و اسید کلریک و ۴ مرتبه با آب مقطر، ۲ مرتبه اول با دور ۸۰۰۰ rpm و ۲ مرتبه آخر با دور ۱۰۰۰۰ rpm و ۱۱۰۰۰ سانترفیوژ شد. پس از شستشوی محلول توسط سانترفیوژ، ماده برای ۴ روز در دمای ۶۰°C قرار گرفت تا خشک سازی انجام شود. در جدول ۴-۷ مقادیر مواد مورد استفاده در سنتز ذکر شده است. نمونه اکسید گرافن سنتز شده G نامگذاری شد.

جدول ۴-۷ مواد مورد استفاده در سنتز اکسید گرافن

نام ماده	آب مقطر	آب اکسیژنه	پتاسیم پرمنگنات	پودر گرافیت	اسید فسفریک	اسید سولفریک
فرمول ملکولی	H ₂ O	H ₂ O ₂	KMNO ₄	Graphite	H ₃ PO ₄	H ₂ SO ₄
مقدار (gr,mL)	۴۰	۲/۷	۱/۸	۰/۳	۴	۳۶

۴-۳-۲ سنتز نانو ذرات هماتیت

سنتز نانو ذرات هماتیت به روش هیدروترمال و مطابق گزارش لیو و همکاران وی انجام شد [۴۸]. برای سنتز هماتیت ۰/۸۱ gr کلرید آهن شش آبه ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) به ۲۰ mL آب سه بار تقطیر اضافه شد و توسط دستگاه اولتراسونیک مخلوط شد. ۱/۰۸ gr اوره ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) به آرامی به محلول اضافه گردید و به مدت ۱۵ min در دمای 25°C قرار گرفت. محلول به یک بشر با حجم ۱۰۰ cc منتقل شد و ۸۰ mL آب سه بار تقطیر به آن اضافه گردید و در اولتراسونیک تحت امواج فراصوت به مدت ۳۰ قرار گرفت تا محلولی شفاف و زرد رنگ حاصل شود. سپس بشر داخل ظرف تفلونی در دار قرار داده شد و مجموعه به یک راکتور از جنس استیل منتقل شد. راکتور به خوبی عایق بندی شد و در داخل کوره الکتریکی به مدت ۸ ساعت در دمای 180°C قرار گرفت. سپس اجازه داده شد که محلول حاصل به طور طبیعی خنک شود. پس از انجام سانترفیوژ در دور ۴۰۰۰ rpm محصول جدا سازی شد و ۳ مرتبه ابتدا توسط آب مقطر و ۳ مرتبه با اتانول با دور ۴۰۰۰ rpm شستشو و سانترفیوژ شد و در نهایت به مدت ۳ ساعت در دمای 50°C و در خلاء تحت خشک سازی قرار گرفت. نمونه سنتز شده F نامگذاری شد.

۴-۳-۳ سنتز کامپوزیت هماتیت و اکسید گرافن کاهش یافته

کامپوزیت نانو ذرات هماتیت با اکسید گرافن کاهش یافته مشابه روش بالا انجام می‌شود. ۰/۰۸۱ gr پودر اکسید گرافن در ۲۰ mL آب سه بار تقطیر پراکنده شد و به مدت ۲۰ min در اولتراسونیک قرار گرفت. سپس ۰/۸۱ gr کلرید آهن شش آبه ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) به مخلوط اضافه شد و پس از حل شدن کامل محلول، ۱/۰۸ گرم اوره ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$) به آرامی اضافه گردید سپس ۸۰ mL

آب سه بار تقطیر به محلول اضافه شد و محلول تحت امواج فراصوت اولتراسونیک در دمای 25°C به مدت ۱۵ min قرار داده شد تا محلولی قهوه‌ای رنگ حاصل گردد. محلول به بشری با حجم ۱۰۰cc منتقل شد سپس بشر درون ظرف تفلونی قرار گرفت و مجموعه به راکتور منتقل گردید و به مدت ۸ ساعت درون کوره الکتریکی در دمای 180°C قرار گرفت. پس از خارج کردن ماده از کوره اجازه داده شد که ماده در دمای اتاق خنک گردد. سپس ماده به مدت ۱۰ min در دور ۴۰۰۰ rpm قرار گرفت تا محصول جدا سازی شود و ۳ مرتبه با آب مقطر و ۳ مرتبه با اتانول در مدت زمان ۱۰ min دقیقه در دور ۴۰۰۰ rpm شستشو و سانتریفیوژ شد و در دمای 50°C برای ۳ ساعت تحت خلاء گذاشته شد تا خشک سازی ماده انجام گیرد. این روش سنتز برای اکسید گرافن با گرم‌های ۰/۰۷۲gr و ۰/۰۳۶gr نیز تکرار شد و سه نمونه سنتز شده FG1، FG2 و FG3 نامگذاری شدند. در جدول ۴-۸ نمونه‌های سنتز شده معرفی می‌شوند.

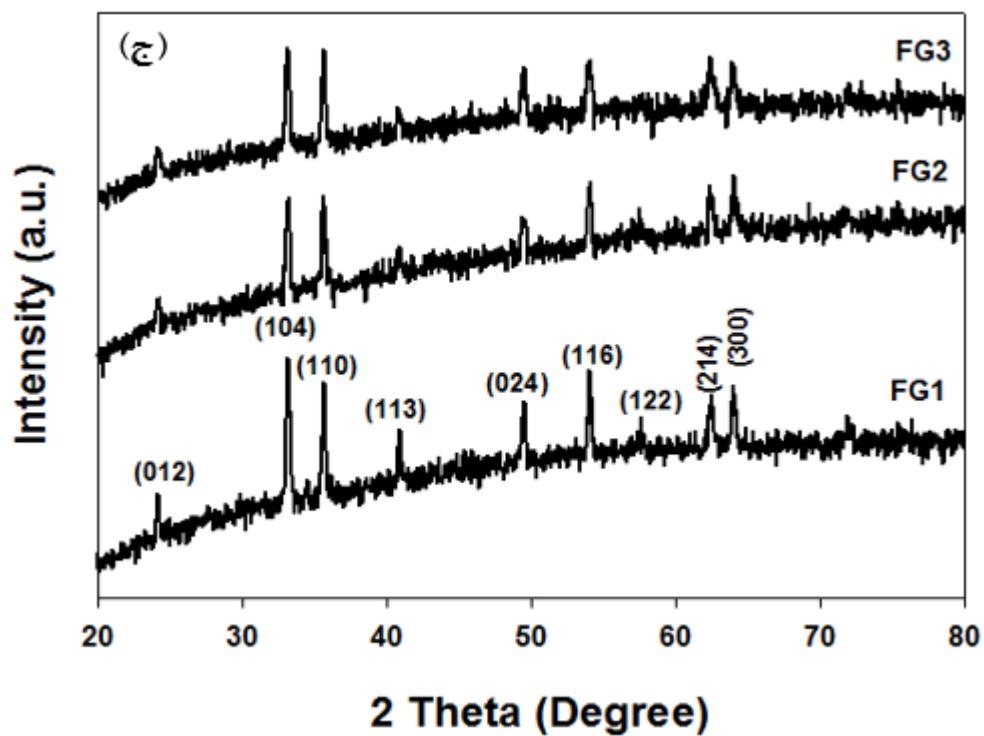
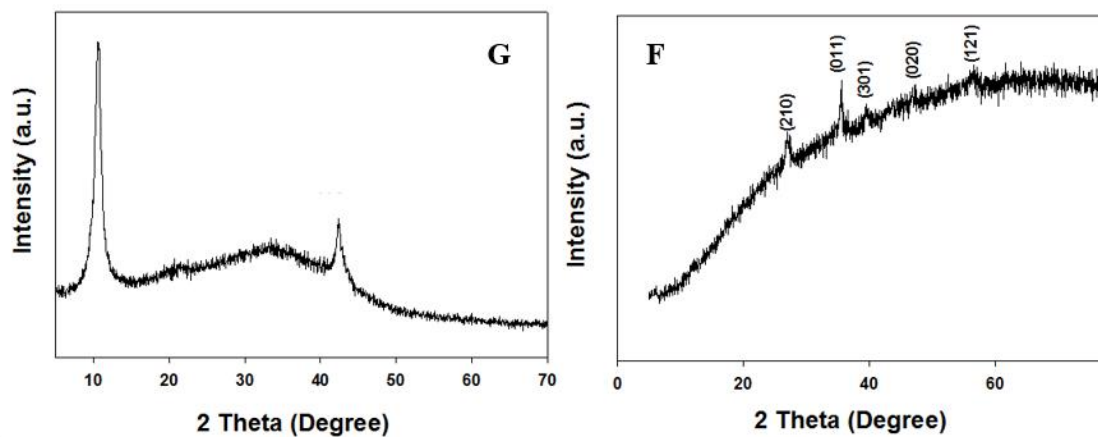
جدول ۴-۸: نامگذاری نمونه‌های سنتز شده

نام گذاری نمونه	نمونه سنتز شده
G	اکسید گرافن
F	هماتیت
FG1	کامپوزیت هماتیت و اکسید گرافن (۰/۰۱۸)
FG2	کامپوزیت هماتیت و اکسید گرافن (۰/۰۳۶)
FG3	کامپوزیت هماتیت و اکسید گرافن (۰/۰۷۲)

۴-۳-۴ بررسی ویژگی‌های ساختاری نمونه‌ها

الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) نمونه‌های اکسید گرافن، اکسید آهن و کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته با مقادیر مختلف اکسید گرافن در شکل ۴-۲۷ مشاهده می‌شود. تصویر ۴-۲۷ (الف) نتایج آنالیز پرتو ایکس برای اکسید آهن را نشان می‌دهد. نمونه F دارای قله‌هایی در صفحات (۲۱۰)، (۰۱۱)، (۳۰۱)، (۰۲۰) و (۱۲۱) می‌باشد که مطابق کارت استاندارد JCDPS No. 81-0463 فاز شش‌گوشی گوتیت^{۲۴} (FeO(OH)) اکسید آهن را نشان می‌دهد [۲۲]. تصویر ۴-۲۷ (ب) الگوی پراش پرتو ایکس نمونه اکسید گرافن (GO) را نشان می‌دهد، نمونه GO دارای قله‌های ترجیحی در زوایای $2\theta = 12/6$ و $2\theta = 43/56$ است. این نتیجه نشان‌دهنده تشکیل ساختار اکسید گرافن است و مشابه با گزارش محققان دیگر است [۴۹]. در شکل ۴-۲۷ (ج) تحلیل ساختاری پراش پرتو ایکس برای نمونه‌های هماتیت کامپوزیت شده با درصدهای (۰/۵، ۱ و ۲٪) از اکسید گرافن است، قله‌های ایجاد شده در صفحات (۰۱۲)، (۱۰۴)، (۱۱۰)، (۱۱۳)، (۰۲۴)، (۱۱۶)، (۱۲۲)، (۲۱۴)، (۳۰۰) نشان دهنده تشکیل فاز آلفای اکسید آهن با ساختار شش‌گوشی مطابق با کارت استاندارد JCPDS No. 79-0007 می‌باشد. در شکل هیچ‌گونه قله‌ای مربوط به حضور گرافن کاهش یافته در کامپوزیت‌های تشکیل شده مشاهده نمی‌شود، علت آن بالا بودن شدت پراکندگی هماتیت است که باعث همپوشانی قله‌های گرافن کاهش یافته است [۱۵، ۵۰]. در ادامه توسط تحلیل‌های دیگر حضور گرافن کاهش یافته در کامپوزیت تحقیق می‌شود.

²⁴ Goethite



شکل ۴-۲۷ الگوی پراش پرتو x نمونه‌های الف) اکسید گرافن ب) اکسید آهن ج) کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته با درصدهای وزنی مختلف اکسید گرافن

جدول ۹-۴ مشخصات ساختاری محاسبه شده متعلق به فاز بلوری هماتیت و اکسید گرافن

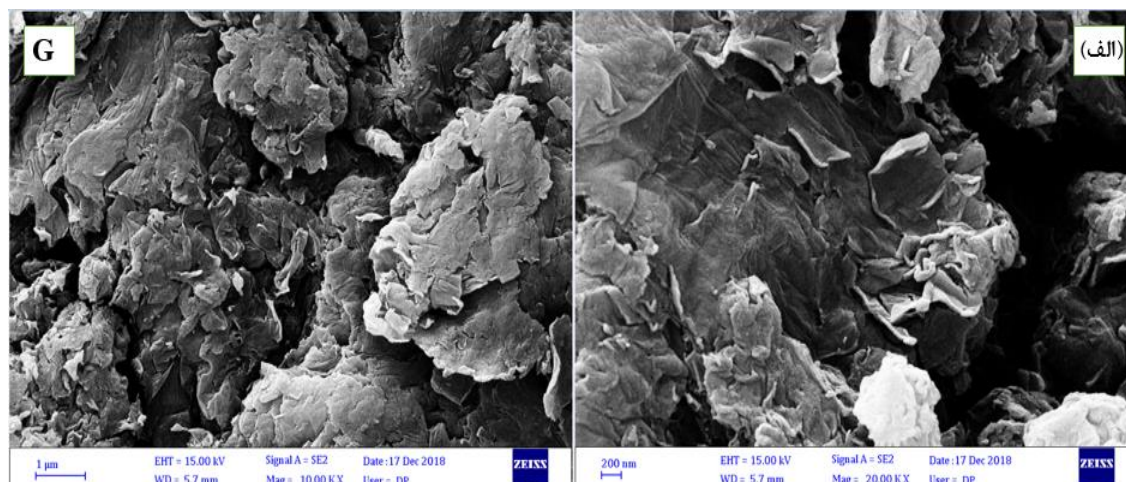
نمونه	D(nm)	$\delta(\times 10^{-2} \text{ nm}^{-2})$	$\varepsilon (\times 10^{-2})$
G	۶/۶۹	۲/۲۳	۲/۵۸
F	۱۶/۴۹	۰/۳۶	۳/۲
FG1	۳۰/۱۴	۰/۱۱	۰/۰۷
FG2	۳۱/۰۵	۰/۱۰	۰/۱۴
FG3	۳۱/۰۵	۰/۱۰	۰/۰۳

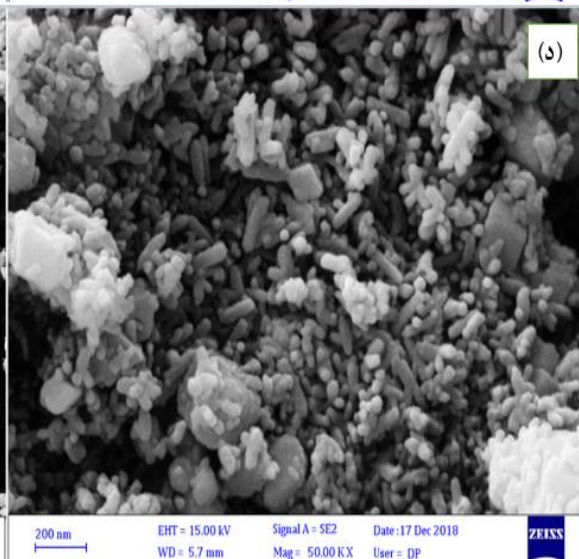
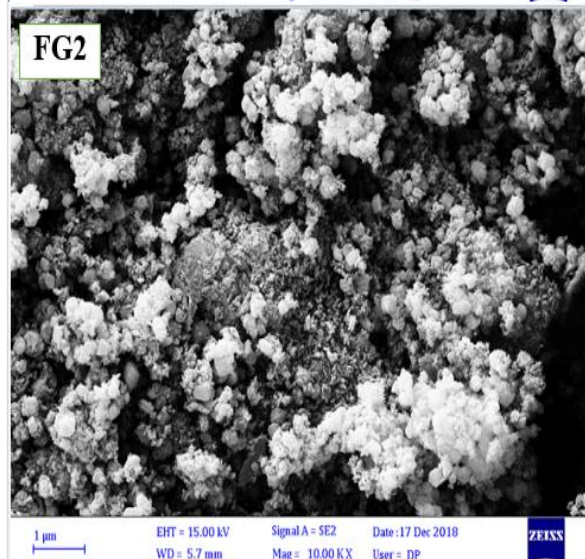
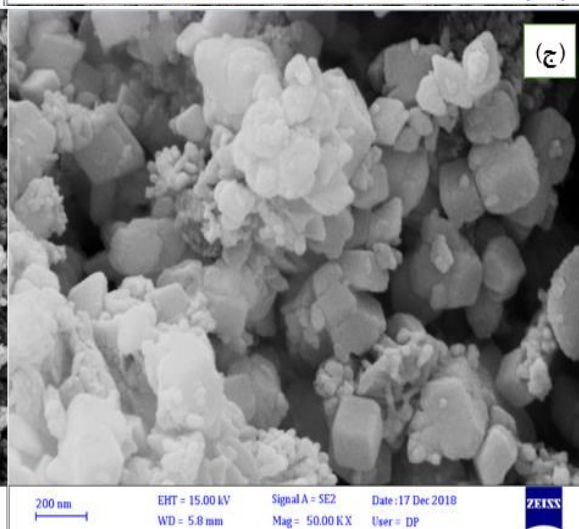
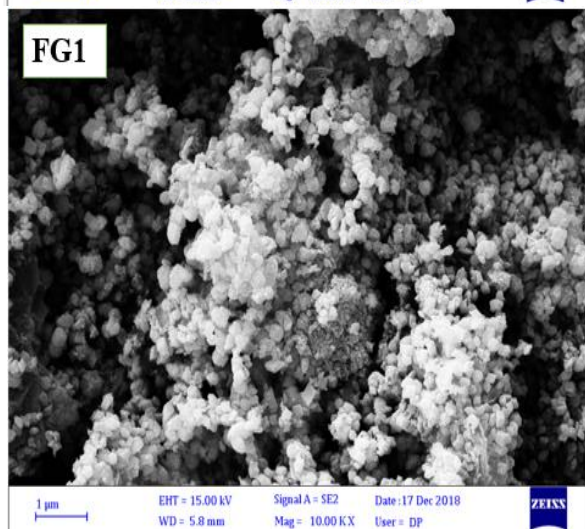
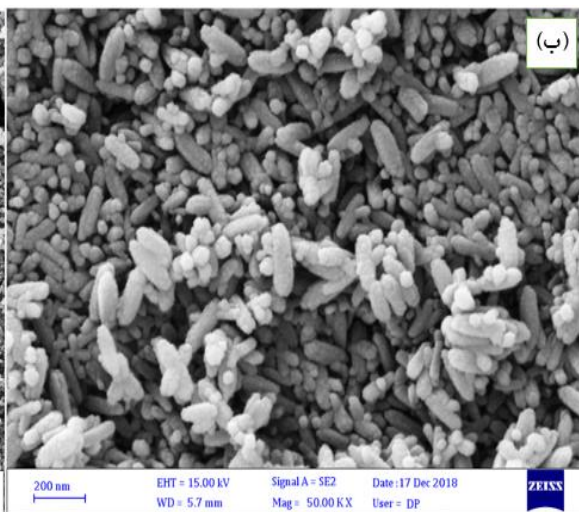
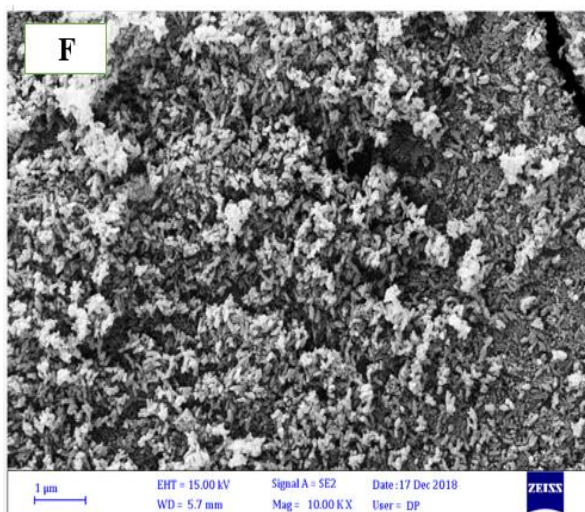
اندازه بلورک و کرنش بلوری نمونه‌ها توسط رابطه ویلیامسون-هال (۳-۳) و (۴-۳) محاسبه شد. همچنین چگالی دررفتگی از رابطه ۳-۵ محاسبه گردید و نتایج آن در جدول ۹-۴ مشاهده می‌شود. مشاهده می‌شود با افزایش درصد اکسید گرافن در نمونه‌های کامپوزیت شده، اندازه بلورک افزایش می‌یابد. چگالی دررفتگی نمونه‌ها نیز کاهش می‌یابد از آنجا که چگالی دررفتگی در ساختار بلوری ناشی از نقص‌های ساختاری در بلور است با کاهش چگالی دررفتگی نقص‌های ساختاری کاهش می‌یابند [۵۱].

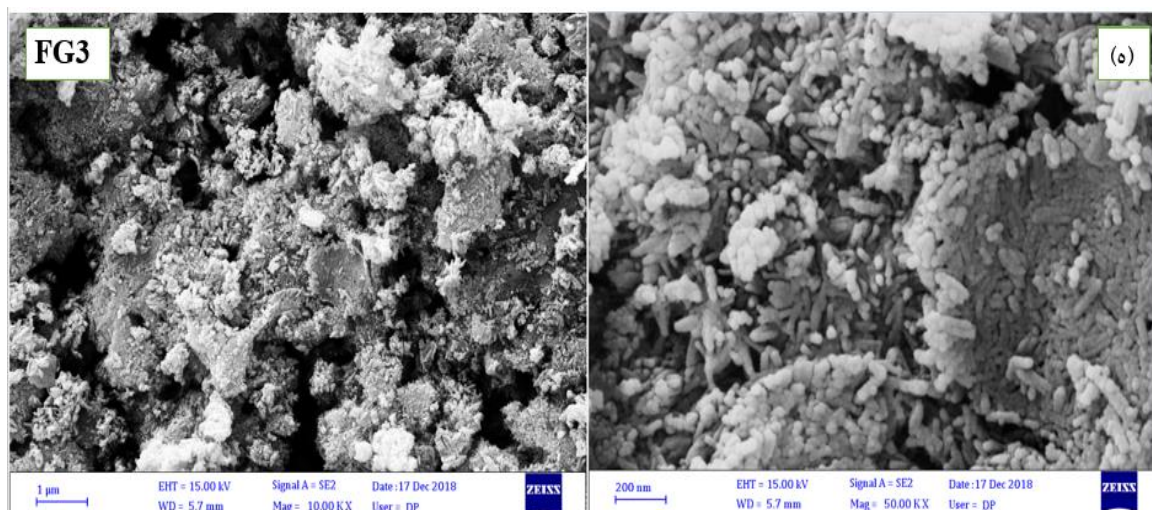
۴-۳-۵ بررسی ریخت شناسی سطح نمونه‌ها

شکل ۴-۲۸ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان (FESEM) را در دو مقیاس ۲۰۰ nm و ۱ μm برای نمونه‌های G، F، FG1، FG2 و FG3 نشان می‌دهد. اندازه دانه‌ها توسط نرم افزار دیجی مایزر برای ۵ دانه اندازه گیری شد. صفحات اکسید گرافن در نمونه G به صورت لایه‌ای

بر روی یکدیگر قرار گرفته‌اند. اندازه متوسط صفحات گرافن $26/80\text{ nm}$ محاسبه شد. در تصویر F نانوذرات دانه برنجی شکل اکسید آهن مشاهده می‌شود، قطر میانگین نانو ذرات $50/49\text{ nm}$ اندازه‌گیری شد. شکل FG1 نانو کامپوزیت‌های هماتیت با اکسید گرافن را نشان می‌دهد، در تصویر تجمع نانو ذرات هماتیت با شکل‌های مکعبی بر روی صفحات اکسید گرافن کاهش یافته نشان داده شده است. قطر میانگین نانو ذرات FG1، $180/2\text{ nm}$ می‌باشد. در تصاویر FG2 و FG3 مشاهده می‌شود با افزایش درصد اکسید گرافن کاهش یافته نانو ذرات هماتیت بر روی صفحات اکسید گرافن به صورت نانو ذرات برنجی شکل قرار می‌گیرند و قطر نانو ذرات هماتیت برای نمونه‌های FG2 و FG3 به ترتیب $57/63\text{ nm}$ و $30/80\text{ nm}$ محاسبه گردید. مطابق تصاویر نتیجه می‌شود با افزایش اکسید گرافن در کامپوزیت، قطر نانو ذرات هماتیت کاهش یافته است و صفحات اکسید گرافن کاهش یافته مانع از تجمع ذرات هماتیت بر روی هم می‌شود که علت آن می‌تواند کاهش گروه‌های اکسیژنی بر روی سطح اکسید گرافن با تبدیل آن به گرافن کاهش یافته باشد [۱۵، ۵۲].

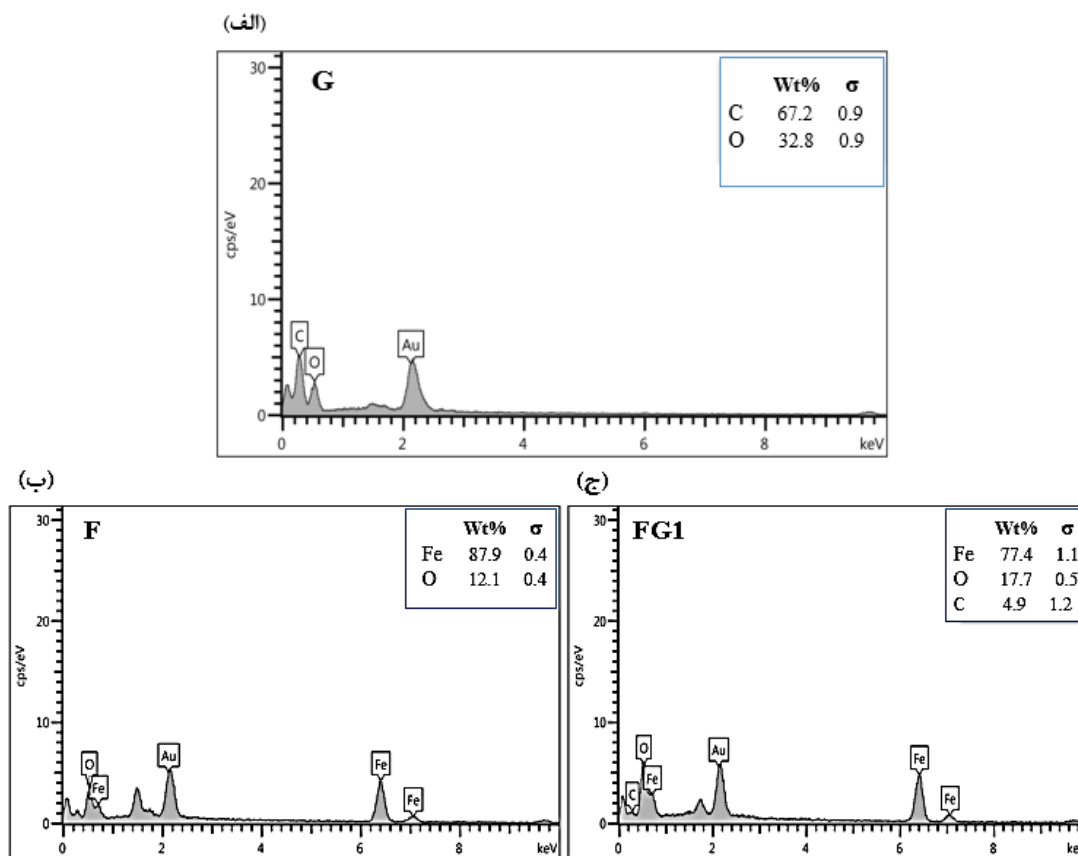






شکل ۴-۲۸ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (FESEM) نمونه‌های الف) اکسید گرافن (ب) اکسید آهن و کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته با درصدهای ۵/۰، ۱ و ۲٪ اکسید گرافن (ج) FG1، (د) FG2 و (ه) FG3 در دو مقیاس ۲۰۰ nm و ۱ μm

تصاویر ۴-۲۹ طیف EDX را برای محاسبه درصد اتمی و وزنی عناصر مربوط به نمونه‌های G و F، FG1 نشان می‌دهد. همان‌طور که در تصاویر مشخص است نمونه اکسید گرافن (G) شامل کربن و اکسیژن با درصد اتمی و وزنی مشخص در شکل می‌باشد. اکسید آهن (F) از عناصر آهن و اکسیژن تشکیل شده است. نمونه کامپوزیت شده هماتیت با اکسید گرافن نیز حاوی عناصر کربن، اکسیژن و آهن می‌باشد، از نتایج طیف EDX هیچ‌گونه ناخالصی در نمونه‌ها مشاهده نمی‌شود. نتایج بدست آمده مشابه با گزارش دیگران است [۴۸].

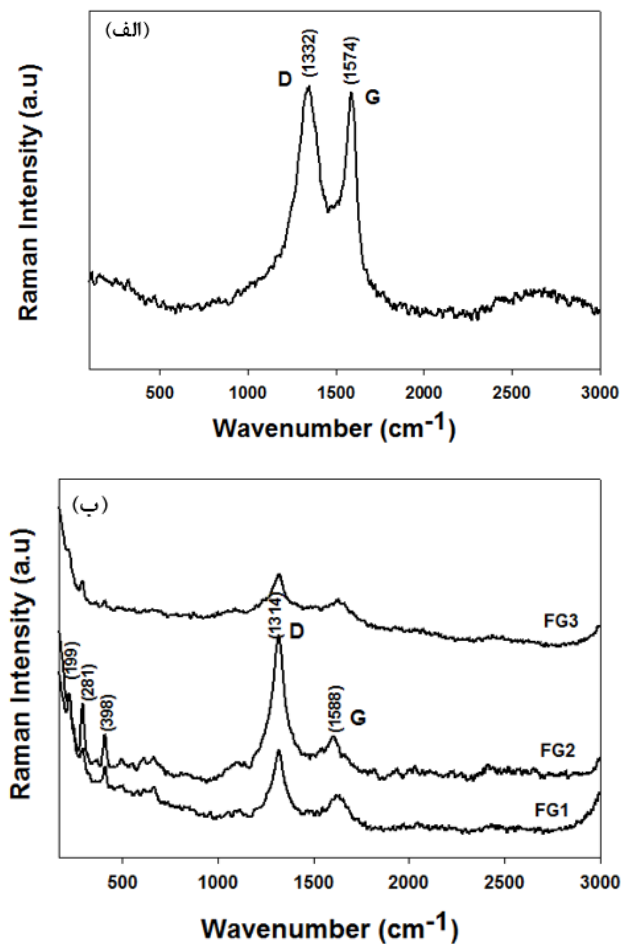


شکل ۴-۲۹ طیف EDX برای نمونه‌های الف) اکسید گرافن ب) اکسید آهن ج) کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته

۴-۳-۶ طیف سنجی رامان

شکل ۴-۳۰ طیف رامان نمونه اکسید گرافن GO و تصویر ۴-۳۰ اکسید آهن کامپوزیت شده با گرافن کاهش یافته (FG1, FG2, FG3) را نشان می‌دهد. در شکل ۴-۳۰ دو قله مشخص در ۱۳۳۲ و 1574cm^{-1} به نوارهای D و G در GO نسبت داده می‌شوند. در طیف رامان G مربوط به شبکه کربن بلوری شده است و D نقص‌های شبکه کربن را نشان می‌دهد [۵۳]. نسبت شدت نوار D به G معیاری از نقص‌های موجود در ساختار نانو مواد را نشان می‌دهد. نسبت شدت I_D/I_G برابر با مقدار ۱/۰۱ محاسبه شد. شکل ۴-۳۰ طیف رامان نمونه‌های کامپوزیت شده را نشان می‌دهد که

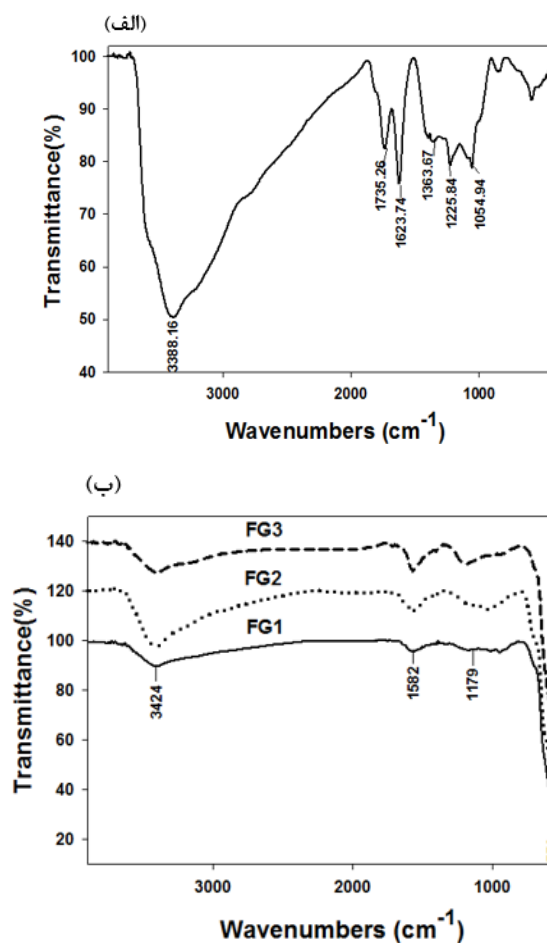
شدت قله‌های رامان با تغییر میزان گرافن کاهش یافته تغییراتی داشته است. کاهش شدت نوار G در نمونه‌های کامپوزیت شده نسبت به قله‌های اکسید گرافن بیانگر تبدیل اکسید گرافن به گرافن کاهش یافته می‌باشد. از محاسبه‌ی نسبت I_D/I_G برای نمونه‌ها FG3, FG2, FG1 مقادیر ۱/۷۳، ۱/۸۲، ۱/۰۹ حاصل شد که نشان می‌دهد ساختار اکسید گرافن به گرافن کاهش یافته همراه با نقص‌های ساختاری بیشتر در نمونه FG2 و کاهش نقص ساختاری در ۱/۰۹ است [۵۴، ۵۵]. قله‌های ایجاد شده در ۱۹۹، ۲۸۱ و 398cm^{-1} مربوط به ساختار هماتیت می‌باشند [۵۶].



شکل ۴-۳۰ الف) طیف رامان نمونه اکسید گرافن ب) طیف رامان نمونه‌های اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته

۷-۳-۴ بررسی طیف نگاری تبدیل فوریه مادون قرمز

شکل ۴-۳۱ (الف) طیف تبدیل فوریه (FTIR) مادون قرمز اکسید گرافن را نشان می‌دهد. برای اکسید گرافن به دلیل ارتعاش کششی O—H، جذب شدید و وسیعی در ناحیه cm^{-1} ۳۳۸۸/۱۶ مشاهده می‌گردد. کشش گروه‌های COOH که در لبه ورق‌های GO قرار دارد در cm^{-1} ۱۷۳۵/۲۶ اندازه‌گیری شد. جذب‌های ناشی از ارتعاش خمشی O—H در حدود cm^{-1} ۱۶۲۳/۷۴ مشاهده می‌شود [۵۷]. نوار جذب در cm^{-1} ۱۳۶۳/۶۷ نشان دهنده‌ی کشش C—OH است. قله ایجاد شده در نوار جذب ۱۰۵۴/۹۴ مربوط به ارتعاش کششی گروه COOH می‌باشد [۲۴]. شکل ۴-۳۱ (ب) طیف مادون قرمز کامپوزیت هماتیت با اکسید گرافن کاهش یافته (rGO) را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود نوار جذب در ناحیه cm^{-1} ۳۴۲۴ مربوط به گروه‌های هیدروکسیل است که نسبت به اکسید گرافن ضعیف‌تر شده است، علت این پدیده حذف گروه‌های اکسیژنی در کامپوزیت و تبدیل اکسید گرافن به اکسید گرافن کاهش یافته می‌باشد [۵۸]. نمونه FG1 دارای کمترین شدت در نوار cm^{-1} ۳۴۲۴ است که بیشترین کاهش اکسیژن را در نمونه نشان می‌دهد. نوارهای جذب در محدوده cm^{-1} ۴۷۷ را می‌توان به حالت‌های ارتعاشی Fe—O اختصاص داد و باندهای ایجاد شده در نواحی ۵۵۰ تا cm^{-1} ۵۶۰ را می‌توان به جذب در شبکه اکسید آهن ارتباط داد که نشان دهنده تعامل قوی نانو ذرات تشکیل شده با اوره است [۴۸، ۵۹].



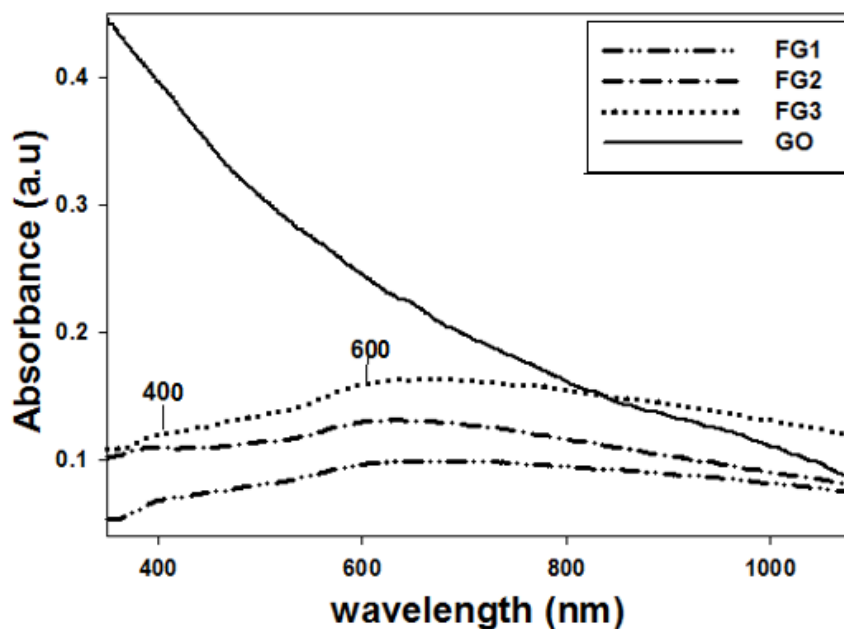
شکل ۳-۴ طیف FTIR نمونه‌های الف) اکسید گراف (ب) کامپوزیت اکسید آهن و اکسید گرافن کاهش یافته

۴-۳-۸ مطالعه ویژگی‌های نوری نمونه‌ها

شکل ۳-۴ طیف سنجی نوری نمونه‌های FG1, FG2, FG3 را نشان می‌دهد. مطابق شکل

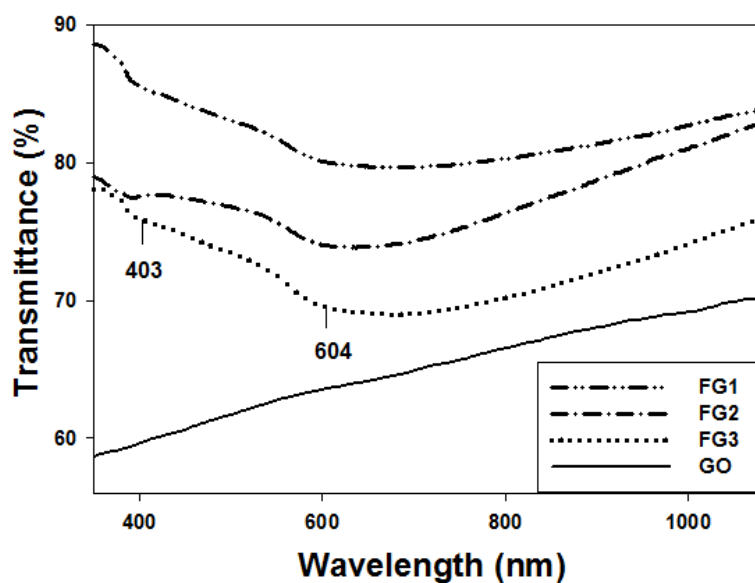
۳-۴ نمونه‌ها دو قله جذب در بازه طول موج ۴۰۰ و ۶۰۰ nm دارند و پس از آن جذب کاهش می‌یابد. با افزایش نسبت جرمی اکسید گرافن کاهش یافته (rGO) در نمونه‌ها میزان جذب کامپوزیت-ها در محدوده‌ی نور مرئی افزایش می‌یابد که به اثرات صفحات سیاه و سفید اکسید گرافن کاهش یافته مربوط است. واضح است که تعداد صفحات اکسید گرافن کاهش یافته تأثیر مستقیمی بر جذب

نور در محدوده‌ی مرئی دارند در نتیجه استفاده از این مواد می‌تواند برای کاربردهای نوری مانند استفاده بهینه از انرژی خورشیدی کارآمد باشد [۵۴، ۶۰].



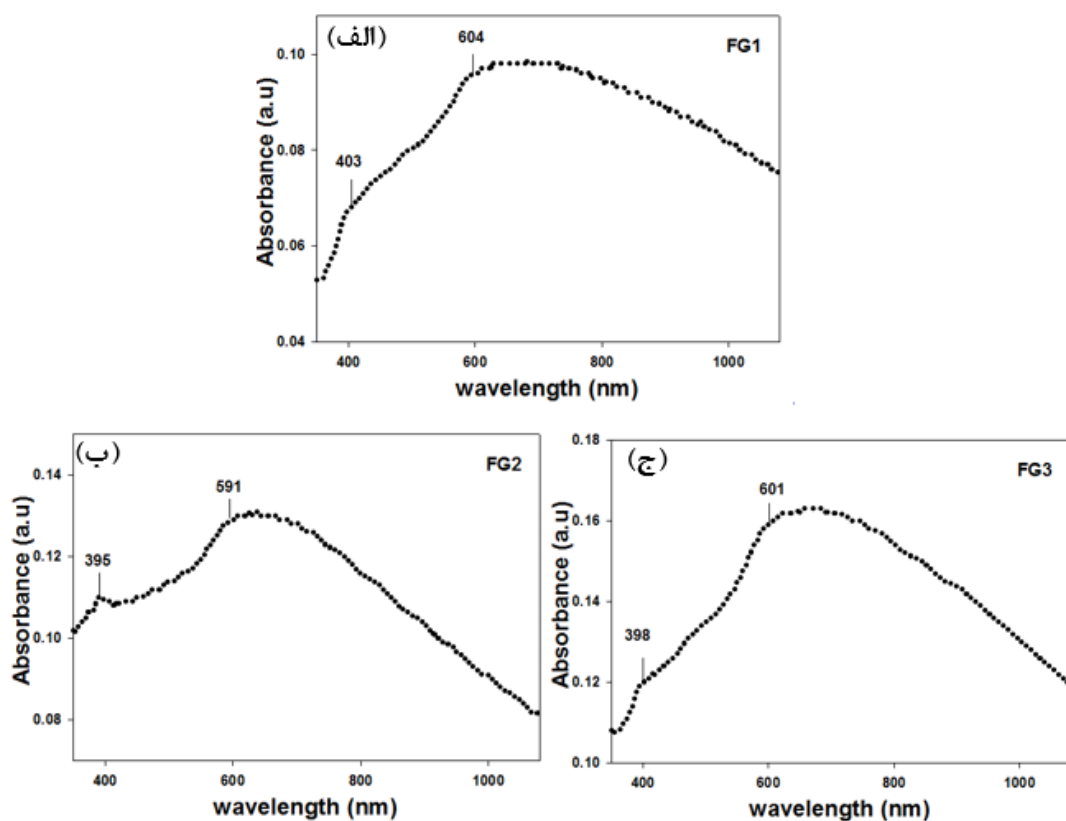
شکل ۴-۳۲ نمودار درصد جذب نور مرئی برای نمونه‌های FG3 و FG2 ، FG1 ، G

درصد عبور نور مرئی برای نمونه‌های کامپوزیت شده در شکل ۴-۳۳ مشاهده می‌شود. نمونه FG1 دارای بیشترین عبور و نمونه FG2 دارای کمترین عبور نور مرئی می‌باشد. در شکل میزان عبور و جذب نمونه‌های کامپوزیت شده با اکسید گرافن مقایسه شده‌اند. کاهش عبور نور با افزایش درصد اکسید گرافن کاهش یافته ارتباط مستقیم دارد علت آن میزان عبور پایین اکسید گرافن است که در شکل نشان داده شده است در نتیجه با افزایش درصد اکسید گرافن در سنتز نانو ذرات کامپوزیت شده، اکسید گرافن کاهش یافته در نمونه بیشتر و میزان عبور نور کاهش می‌یابد.



شکل ۴-۳ طیف درصد عبور نور بر حسب طول موج برای نمونه‌های FG1، FG2، FG3 و GO

گاف نواری از نمودار جذب برای نمونه‌های FG1، FG2، FG3 از شکل ۴-۳ به ترتیب ۲/۰۵، ۲/۰۹ و ۲/۰۶ محاسبه شد. نمونه FG1 دارای کمترین گاف نواری و نمونه FG2 بیشترین گاف نواری را نشان می‌دهد که می‌تواند به علت تغییر در تهی‌جای اکسیژن در نمونه‌ها باشد که با نتایج بدست آمده از طیف نگاری مادون قرمز در شکل (۴-۳۱) همخوانی دارد.



شکل ۴-۳ نمودار درصد جذب نور مرئی برای نمونه‌های الف (FG1، ب (FG2 و ج (FG3

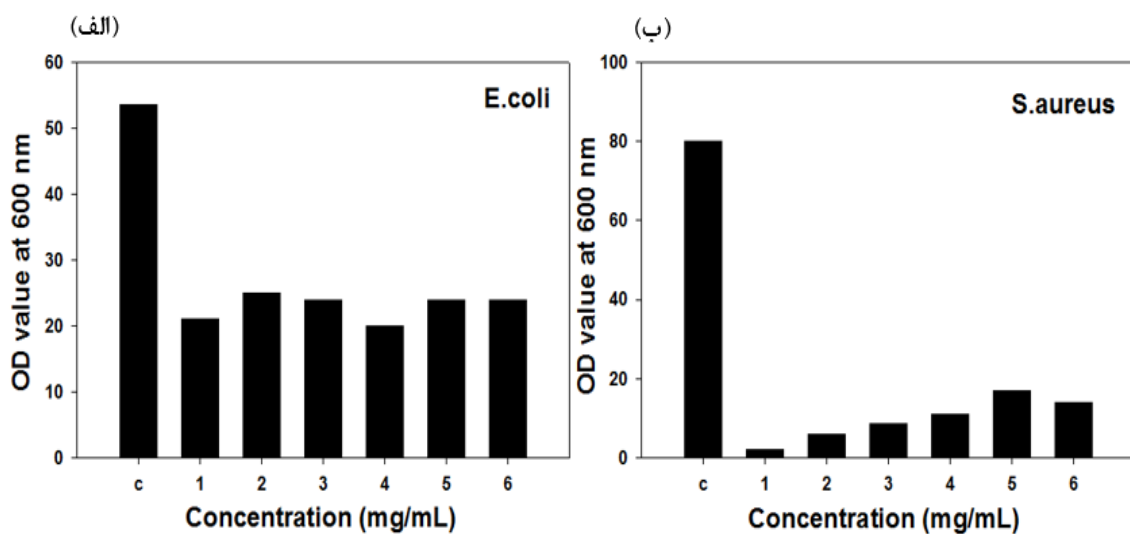
۴-۳-۹ بررسی اثر ضد باکتریایی نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و

کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته

برای تعیین ویژگی آنتی‌باکتریال نانوذرات سنتز شده از باکتری گرم منفی اشرشیاکولی (به شماره ATCC25922) و گرم مثبت استافیلوکوکوس اورئوس (به شماره PTCC1112) استفاده شد. ابتدا سویه‌های خریداری شده به محیط کشت BHI (Brain heart in fusion) منتقل شد و حدود ۲۴ ساعت در دمای 37°C نگهداری و احیا شد و سپس در محیط بلاداآگار برای اثبات اخلاص کلنی کشت داده شد.

آزمون فعالیت ضد باکتری نانو ذرات

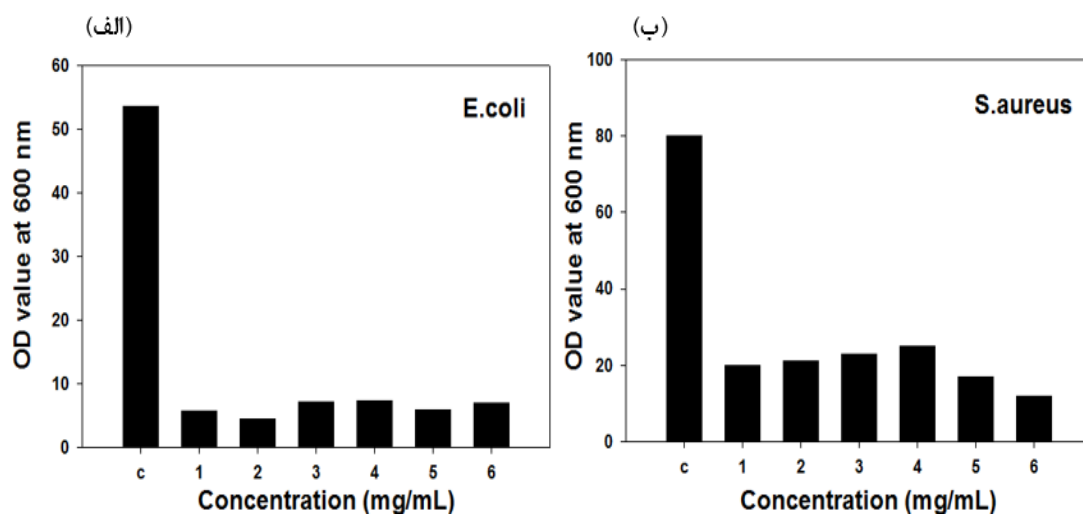
برای تهیه محیط کشت گروه تست، ۱ mL از استاندارد نیم مک فارلند با غلظت 1×10^5 cells/mL به ۹ mL از محیط کشت TSB (Tryptic Soy Broth) که به ترتیب غلظت‌های ۱، ۲، ۳، ۴، ۵ و ۶ mg/mL از نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و نانو کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته به آن اضافه شد. برای تهیه محیط کشت گروه کنترل (C)، ۱ mL از استاندارد نیم مک فارلند به ۹ mL از محیط کشت TSB اضافه گردید. درب ظروف حاوی محیط‌های کشت گروه تست (باکتری + نانوذرات) و گروه کنترل (فاقد نانو ذرات) با رعایت شرایط استریل با فویل پوشانده شده و به صورت هوازی در انکوباتور در دمای 37°C قرار داده شد. سپس در زمان ۳ ساعت پس از کشت جذب نوری در طول موج ۶۰۰ nm با دستگاه اسپکتروفوتومتری (Biotech-nvaapee-england) اندازه‌گیری شد. در نهایت منحنی رشد تست و شاهد رسم شده و با هم مقایسه شد.



شکل ۳۵-۴ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید گرافن بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

جدول ۴-۱۰ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف اکسید گرافن بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس

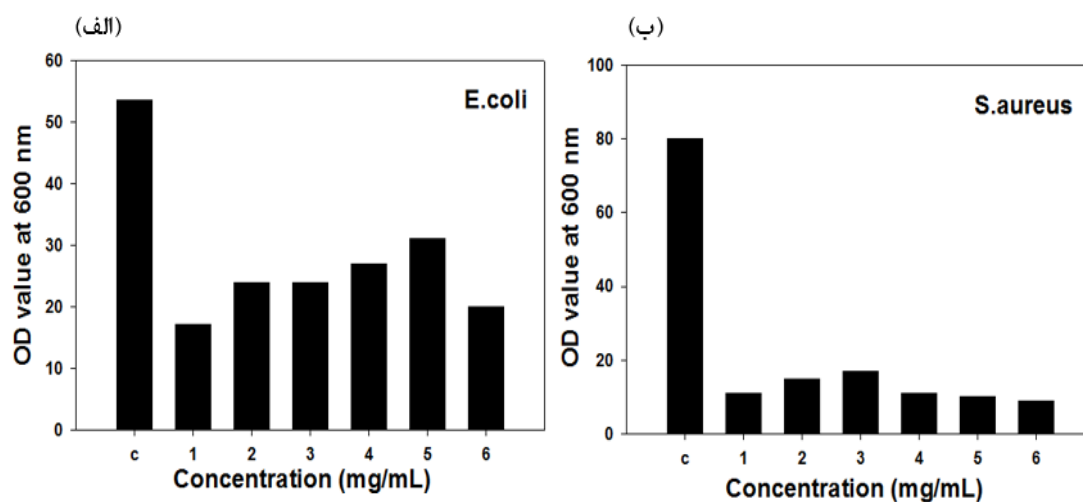
غلظت ماده (mg/mL)	۱	۲	۳	۴	۵	۶
باکتری اشرشیا کولی (E.coli)	۲۱	۲۵	۲۴	۲۰	۲۴	۲۴
باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)	۲	۶	۸/۵	۱۱	۱۷	۱۴



شکل ۴-۳۶ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن بر دو باکتری الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

جدول ۴-۱۱ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف اکسید آهن بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس

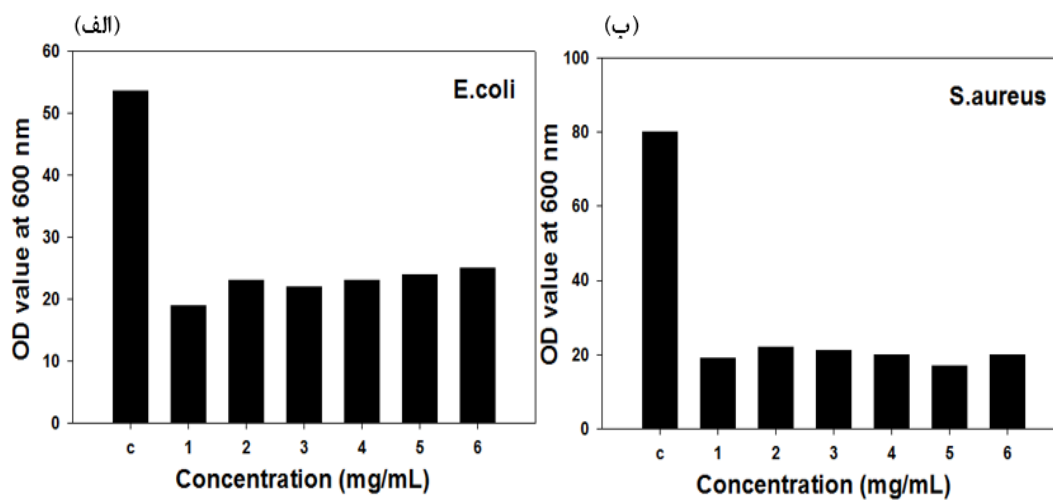
غلظت ماده (mg/mL)	۱	۲	۳	۴	۵	۶
باکتری اشرشیا کولی (E.coli)	۵/۷	۴/۵	۷/۲	۷/۴	۵/۸	۶/۹
باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)	۲۰	۲۱	۲۳	۲۵	۱۷	۱۲



شکل ۴-۳۷ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته (FG1) بر دو باکتری
الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

جدول ۴-۱۲ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته (FG1) بر دو
باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس

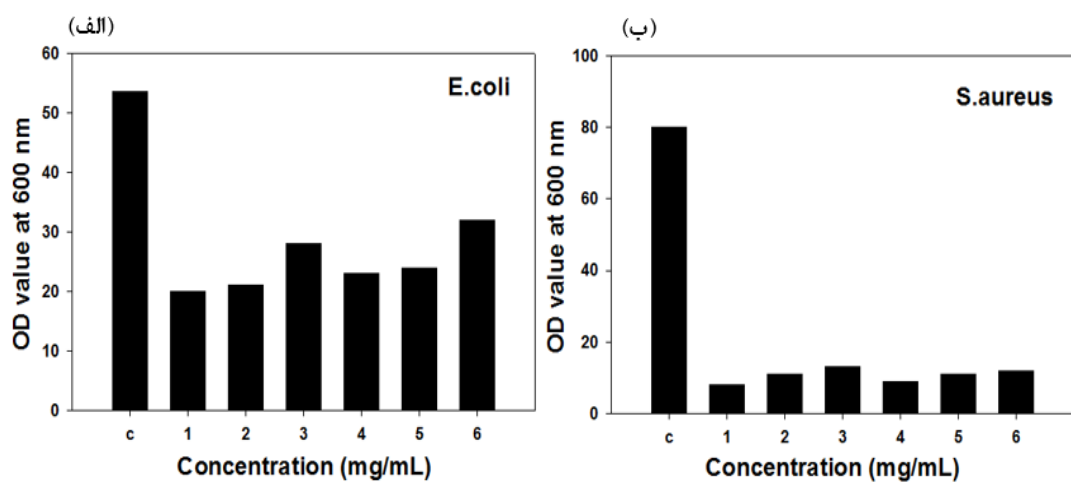
غلظت ماده (mg/mL)	۱	۲	۳	۴	۵	۶
باکتری اشرشیا کولی (E.coli)	۱۷	۲۴	۲۴	۲۷	۳۱	۲۰
باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)	۱۱	۱۵	۱۷	۱۱	۱۰	۹



شکل ۴-۳۸ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته (FG2) بر دو باکتری
الف) اشرشیا کولی (E.coli) و ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

جدول ۴-۱۳ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته (FG2) بر دو
باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس

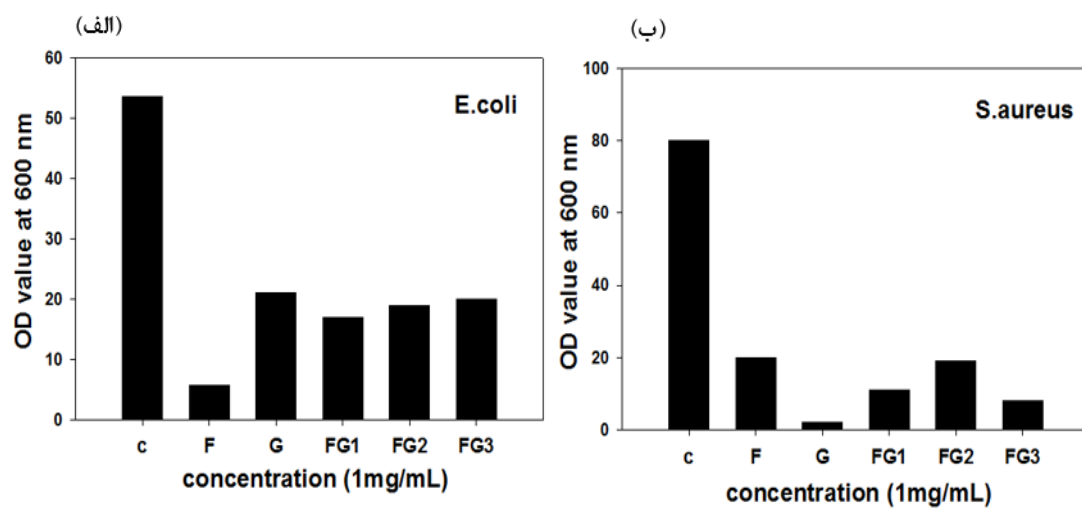
غلظت ماده (mg/mL)	۱	۲	۳	۴	۵	۶
باکتری اشرشیا کولی (E.coli)	۱۹	۲۳	۲۲	۲۳	۲۴	۲۵
باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)	۱۹	۲۲	۲۱	۲۰	۱۷	۲۰



شکل ۴-۳۹ نمودار اثر آنتی باکتریال اکسید آهن کامپوزیت شده با اکسید گرافن کاهش یافته (FG3) بر دو باکتری (الف) اشرشیا کولی (E.coli) و (ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

جدول ۴-۱۴ اثر آنتی باکتریال غلظت‌های مختلف کامپوزیت اکسید آهن با اکسید گرافن کاهش یافته (FG3) بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس

غلظت ماده (mg/mL)	۱	۲	۳	۴	۵	۶
باکتری اشرشیا کولی (E.coli)	۲۰	۲۱	۲۸	۲۳	۲۴	۳۲
باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)	۸	۱۱	۱۳	۹	۱۱	۱۲



شکل ۴-۴۰ نمودار اثر آنتی باکتریال نمونه‌های G, F, FG1, FG2, FG3 در غلظت ۱mg/mL بر دو باکتری (الف) اشرشیا کولی (E.coli) و (ب) استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

جدول ۴-۱۴ اثر آنتی باکتریال نمونه‌های G, F, FG1, FG2, FG3 در غلظت ۱mg/mL بر دو باکتری اشرشیا کولی و استافیلوکوکوس اورئوس

FG3	FG2	FG1	G	F	C	غلظت ماده (mg/mL)
۲۰	۱۹	۱۷	۲۱	۵/۷	۵۳/۵	باکتری اشرشیا کولی (E.coli)
۸	۱۹	۱۱	۲	۲۰	۸۰	باکتری استافیلوکوکوس اورئوس (S.aureus)

شکل‌های ۴-۳۵ تا ۴-۳۹ اثر ضد باکتری نانوذرات سنتز شده بر روی دو باکتری ای کولی و اس اورئوس را در غلظت‌های مختلف نانو ذرات نشان می‌دهد. مقدار نمونه کنترل (C) برای باکتری ای کولی OD ۵۳/۵ و باکتری اس اورئوس OD ۸۰ اندازه‌گیری شد. با توجه به نتایج بدست آمده بیشترین اثر ضد باکتری نمونه F در غلظت ۲ mg/mL به میزان OD ۴/۵ برای باکتری ای کولی و برای باکتری اس اورئوس در غلظت ۶ mg/mL در مقدار OD ۱۲ اندازه‌گیری شد. همچنین برای نمونه G بیشترین تأثیر ضد باکتری ماده در غلظت ۴ mg/mL برای باکتری ای کولی به میزان OD ۲۰ و برای باکتری اس اورئوس در غلظت ۱ mg/mL در مقدار OD ۲ اندازه‌گیری شد. نمونه‌های FG3, FG2, FG1 نیز دارای بیشترین اثر ضد باکتریایی در مقادیر ۱۷، ۱۹ و OD ۲۰ برای باکتری ای کولی و مقادیر ۹، ۱۷ و OD ۸ برای باکتری اس اورئوس محاسبه گردید. از شکل ۴-۴۰ (الف) نتیجه می‌شود که نمونه F دارای بیشترین اثر ضد باکتریایی برای باکتری اشرشیا کولی در غلظت mg/mL ۱ نسبت به سایر نمونه‌ها است. و برای باکتری استافیلوکوکوس اورئوس نمونه G در غلظت mg/mL ۱ دارای بیشترین خاصیت آنتی باکتریایی می‌باشد.

۴-۴ جمع‌بندی

در این فصل به کارهای تجربی انجام شده در این پایان نامه پرداخته شد. لایه‌های نازک هماتیت به روش اسپری پیرولیز در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C سنتز شدند و ویژگی‌های ساختاری، اپتیکی و ریخت شناسی سطح لایه‌ها بررسی شد. همچنین ویژگی‌های حسگری لایه‌های هماتیت در دما و غلظت‌های مختلف برای گاز اتانول سنجیده شد. بهترین پاسخ حسگری گاز اتانول مربوط به نمونه ST35 در دمای ۲۰۰°C می‌باشد. در بخش بعدی فصل نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و کامپوزیت هماتیت با اکسید گرافن کاهش یافته به روش آبی-گرمایی انجام شد.

ویژگی‌های ساختاری فیزیکی و شیمیایی نمونه‌ها از آنالیز پراش پرتو ایکس، رامان و طیف سنجی مادون قرمز تحقیق شد. خواص نوری نمونه‌ها توسط طیف عبور و جذب طیف سنج نور مرئی مورد سنجش قرار گرفت و در انتها به بررسی خاصیت ضد باکتری نمونه‌ها روی دو باکتری گرم مثبت استافیلوکوکوس و گرم منفی اشرشیاکلی پرداخته شد.

فصل پنجم:

نتیجه گیری و پیشنهادات

۵-۱ مقدمه

در این پایان نامه به مطالعه و بررسی ویژگی‌های ساختاری، ریخت شناسی و نوری لایه‌های نازک هماتیت سنتز شده به روش اسپری پايرولیز پرداخته شد و حسگری لایه‌ها توسط گاز اتانول مورد سنجش قرار گرفت. نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و کامپوزیت هماتیت و اکسید گرافن توسط روش آبی-گرمایی رشد داده شدند و ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی نانو ذرات آنالیز گردید. همچنین خاصیت ضد باکتری نانو مواد در برابر باکتری استافیلوکوکوس و اشرشیا کلی مورد آزمایش و مطالعه قرار گرفت. در این فصل به جمع‌بندی نتایج بدست آمده از سنتز و مشخصه‌یابی لایه‌های نازک هماتیت و نانو ذرات آلایش یافته و بدون آلایش هماتیت با اکسید گرافن کاهش یافته پرداخته می‌شود و پیشنهاداتی متناسب با تحقیقات انجام شده جهت ادامه و تکمیل این گزارش در بخش پایانی آورده شده است.

۵-۲ بررسی اثر دمای زیر لایه بر خواص فیزیکی، اپتیکی و حسگری گازی

لایه‌های نازک هماتیت تهیه شده به روش اسپری پايرولیز

لایه‌های نازک هماتیت به روش اسپری پايرولیز در دماهای ۳۵۰، ۴۰۰، ۴۵۰ و ۵۰۰°C بر روی زیر لایه شیشه‌ای رشد داده شدند. نتایج بدست آمده از الگوی پراش پرتو ایکس برای لایه‌ها نشان دهنده این است که دو نمونه ST40 و ST45 در ساختار بلوری شش گوشه و در فاز هماتیت (α) (Fe_2O_3) قرار دارند. شدت قله‌ها در نمونه ST40 بیشتر است که نتیجه بلورینگی بهتر این نمونه می‌باشد. با استفاده از داده‌های XRD نتیجه شد که با افزایش دمای زیر لایه اندازه بلورک نمونه‌ها افزایش یافته است که سبب کاهش چگالی در رفتگی و کرنش نمونه‌ها می‌شود. دو نمونه ST35 و

ST50 هیچ گونه قله‌ای که مربوط به فاز هماتیت باشد را نشان ندادند که دلیل بر آمورف شدن نمونه‌ها است. نمونه ST40 خواص ساختاری بهتری را نسبت به سایر نمونه‌ها از خود نشان داد. طیف سنجی رامان برای لایه‌های نازک هماتیت پنج خط فونون در قله‌های ۲۱۴، ۴۷۸، ۲۷۴، ۳۸۸ و 576cm^{-1} را نشان می‌دهد که نشان دهنده فاز هماتیت و خلوص بالای لایه‌ها است.

نتایج ریخت شناسی سطح لایه‌ها، اثر دمای زیر لایه بر اندازه و شکل دانه‌ها را شامل می‌شود. با افزایش دمای زیر لایه از ۳۵۰ به ۴۰۰°C نمونه‌ها از سطحی صاف و یکنواخت به سطحی لایه‌ای و متخلخل تبدیل می‌شوند و اندازه دانه‌ها کاهش پیدا می‌کند. با افزایش دمای زیر لایه در دمای ۴۵۰°C تخلخل سطح نمونه و اندازه دانه افزایش می‌یابد. برای نمونه ST50 در دمای رشد ۵۰۰°C اندازه دانه‌ها افزایش یافته و مکعبی شکل می‌شوند.

نتایج طیف سنجی نوری لایه‌های نازک هماتیت نشان می‌دهد با افزایش دمای زیر لایه از دمای ۴۰۰ تا ۵۰۰°C درصد جذب اپتیکی نمونه‌ها کاهش می‌یابد. علت آن کاهش ضخامت لایه‌ها با افزایش دما می‌باشد. درصد عبور نور مرئی نیز با افزایش دمای رشد کاهش می‌یابد. گاف نواری برای نمونه‌های ST35, ST40, ST45 و ST50 به ترتیب ۲/۴۸، ۲/۳۴، ۲/۲۸، ۲/۳۵ eV محاسبه شد. دلیل کاهش گاف نواری با افزایش دمای سنتز تفاوت در اندازه بلورک و میزان بلورینگی نمونه‌ها نسبت داد. در طیف سنجی فوتولومینسانس چهار قله در محدوده طول موج ۴۳۹، ۴۵۹، ۴۸۰ و ۶۳۶nm ایجاد شده است که نشان دهنده ساختار نانویی نمونه‌ها در فاز هماتیت می‌باشند.

نتایج حسگری گازی نمونه‌های لایه نازک هماتیت برای سنجش گاز اتانول در غلظت‌های ۱۰۰، ۲۰۰، ۵۰۰ و ۱۰۰۰ ppm نشان دهنده آن است که بیشترین حساسیت نمونه ST35 در دمای ۲۲۵°C برای غلظت ۱۰۰۰ ppm است. مقدار حساسیت ۸۱٪ محاسبه شد. بالاترین میزان حساسیت برای نمونه ST40 ۵۴٪ در دمای ۲۵۰°C و غلظت ۵۰۰ ppm است. نمونه ST45 در دمای ۲۰۰°C

و غلظت ۱۰۰۰ ppm از بیشترین پاسخ به مقدار ۳۴٪ برخوردار است. بالاترین حساسیت نمونه ST50 برای غلظت ۱۰۰۰ ppm و در دمای سنجش ۲۵۰°C با مقدار ۲۶٪ محاسبه گردید. از نمودار تغییرات حساسیت در غلظت انتخابی ۲۰۰ ppm برحسب دماهای ۱۷۵، ۲۰۰، ۲۲۵ و ۲۵۰°C، دمای کار نمونه‌های ST35, ST40, ST45 و ST50 به ترتیب ۲۰۰، ۲۵۰، ۲۵۰ و ۲۰۰°C بدست آمد.

۵-۳ رشد و تحلیل نانو ذرات اکسید گرافن، اکسید آهن و کامپوزیت اکسید

آهن با اکسید گرافن کاهش یافته و بررسی خاصیت ضد باکتری

نانو صفحات اکسید گرافن به روش اصلاح شده هامرز تهیه شد. نانو ذرات اکسید آهن و کامپوزیت هماتیت با اکسید گرافن کاهش یافته به روش آبی-گرمایی آماده شدند. نتایج الگوی پراش پرتو ایکس برای نمونه G بلوری شدن صفحات اکسید گرافن را نشان می‌دهد. پس از آنالیز XRD نمونه F، قله‌های ایجاد شده نمایشگر فاز گوتیت از اکسید آهن می‌باشند. طیف نگاری پرتو ایکس برای نمونه‌های کامپوزیت شده وجود فاز بلوری هماتیت را مشخص می‌کند. با افزایش اکسید گرافن در نانو کامپوزیت‌ها شدت پراش پرتو ایکس کاهش یافته است. اندازه بلورک، چگالی در رفتگی و کرنش نمونه‌ها برای نمونه اکسید آهن، اکسید گرافن و نانو کامپوزیت‌ها محاسبه شد. با افزایش درصد اکسید گرافن در نانو کامپوزیت‌ها اندازه بلورک افزایش و چگالی در رفتگی کاهش پیدا کردند.

تحلیل ریخت شناسی سطح نمونه‌ها توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی صفحات لایه لایه برای گرافن و نانو ذرات برنجی شکل را برای اکسید آهن (گوتیت) نتیجه داد. قطر متوسط نانو ذرات کامپوزیت شده با افزایش نسبت جرمی اکسید گرافن کاهش یافت و نانو ذرات از ساختار مکعبی شکل به نانو ذرات برنجی تغییر یافتند. از نمودارهای EDX عناصر تشکیل دهنده نمونه‌ها مشخص گردید.

با توجه به این تحلیل هیچ‌گونه ناخالصی در نمونه‌های سنتز شده یافت نشد که نشان دهنده خلوص بالای محصولات است.

طیف سنجی رامان دو قله در نوارهای مربوط به شبکه بلوری کربن G و D نقص‌های شبکه برای اکسید گرافن را نشان می‌دهد، این قله‌ها برای سایر گزارش‌ها نیز نشان دهنده تشکیل اکسید گرافن است. با تحلیل طیف سنجی رامان برای نمونه‌های کامپوزیت شده شدت نوار D نسبت به نوار G با افزایش نسبت جرمی اکسید گرافن متغیر است. تغییرات (I_D/I_G) معیاری از نقص‌های ساختار نانو ذرات می‌باشند که برای نمونه‌های FG3, FG2, FG1 تغییرات شدت به میزان ۱/۷۳، ۱/۸۲ و ۱/۰۹ محاسبه شد.

در طیف سنجی مادون قرمز نوارهای جذب در نانو ذرات کامپوزیت شده نسبت به نانو صفحات اکسید گرافن شدت ضعیف‌تری داشته‌اند که علت آن می‌تواند حذف گروه‌های اکسیژنی از اکسید گرافن و تبدیل آن به اکسید گرافن کاهش یافته باشد.

مطالعه نوری نمونه‌ها توسط طیف جذب و عبور نور مرئی صورت گرفت. با افزایش نسبت جرمی اکسید گرافن در نمونه‌های کامپوزیت شده درصد جذب نور مرئی افزایش و درصد عبور کاهش پیدا کرد که علت آن اثر صفحات گرافن با جذب بالا و عبور کم بر نمونه‌ها است. مقادیر گاف نواری برای نمونه‌های FG3, FG2, FG1 به ترتیب ۲/۰۵، ۲/۰۹ و ۲/۰۶ محاسبه شد. تغییرات گاف نواری نمونه‌ها به علت تغییر در تراکم تپی جاهای اکسیژن می‌باشد.

با بررسی نتایج ضد باکتری نانو ذرات سنتز شده بر روی دو باکتری اشرشیاکولی و استافیلوکوکس اورئوس، نمونه اکسید آهن دارای بیشترین اثر ضد باکتری در غلظت در غلظت ۲mg/mL به میزان OD ۴/۵ اندازه‌گیری شد. همچنین بیشترین اثر ضد باکتری بر روی باکتری

استافیلوکوکوس اورئوس مربوط به نمونه اکسید گرافن با غلظت در غلظت ۱ mg/mL به مقدار OD ۲ اندازه گیری شد.

۴-۵ پیشنهاد برای فعالیتهای پژوهشی در آینده

۱- تغییر سایر پارامترهای لایه نشانی در روش اسپری پیرولیز برای رشد بهتر لایه های نازک هماتیت

۲- استفاده از دیگر روش های لایه نشانی مانند اسپاترینگ، تبخیر شیمیایی و فیزیکی حرارتی و سل-ژل

۳- سنجش حسگری گازی هماتیت توسط گازهای چون استون، فرمالدهید، متانول و آمونیاک

۴- سنجش حسگری گاز نانو ذرات کامپوزیت شده هماتیت و اکسید گرافن کاهش یافته در دمای اتاق

۵- کامپوزیت نانو ذرات هماتیت با دیگر فلزات ضد باکتری مانند نقره، اکسید روی، اکسید مس برای افزایش خاصیت ضد باکتری

مراجع

- [1] A.S. Teja, P.-Y. Koh, Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles, Progress in crystal growth and characterization of materials 55(1-2) (2009) **22-45**.
- [2] A. Al-Baitai, Computational studies of the interaction of pollutants with iron oxide surfaces, UCL (University College London), **2011**.
- [3] M. Tadic, L. Kopanja, M. Panjan, S. Kralj, J. Nikodinovic-Runic, Z. Stojanovic, Synthesis of core-shell hematite (α -Fe₂O₃) nanoplates: Quantitative analysis of the particle structure and shape, high coercivity and low cytotoxicity, Applied Surface Science 403 (2017) **628-634**.
- [4] A. Rufus, N. Sreeju, V. Vilas, D. Philip, Biosynthesis of hematite (α -Fe₂O₃) nanostructures: Size effects on applications in thermal conductivity, catalysis, and antibacterial activity, Journal of Molecular Liquids 242 (2017) **537-549**.
- [5] H. Hao, D. Sun, Y. Xu, P. Liu, G. Zhang, Y. Sun, D. Gao, Hematite nanoplates: controllable synthesis, gas sensing, photocatalytic and magnetic properties, Journal of colloid and interface science 462 (2016) **315-324**.
- [6] A. Lassoued, B. Dkhil, A. Gadri, S. Ammar, Control of the shape and size of iron oxide (α -Fe₂O₃) nanoparticles synthesized through the chemical precipitation method, Results in physics 7 (2017) **3007-3015**.
- [7] S. Bagheri, K. Chandrappa, S.B.A. Hamid, Generation of hematite nanoparticles via sol-gel method, Research Journal of Chemical Sciences ISSN 2231 (2013) **606X**.
- [8] A.F. de Faria, D.S.T. Martinez, S.M.M. Meira, A.C.M. de Moraes, A. Brandelli, A.G. Souza Filho, O.L. Alves, Anti-adhesion and antibacterial activity of silver nanoparticles supported on graphene oxide sheets, Colloids and Surfaces B: Biointerfaces 113 (2014) **115-124**.

- [9] D.A. Dikin, S. Stankovich, E.J. Zimney, R.D. Piner, G.H. Dommett, G. Evmenenko, S.T. Nguyen, R.S. Ruoff, Preparation and characterization of graphene oxide paper, *Nature* 448(7152) (2007) **457**.
- [10] S. Tkachev, E.Y. Buslaeva, A. Naumkin, S. Kotova, I. Laure, S. Gubin, Reduced graphene oxide, *Inorganic Materials* 48(8) (2012) **796-802**.
- [11] M.-Y. Wang, T. Shen, M. Wang, D.-E. Zhang, Z.-w. Tong, J. Chen, One-pot synthesis of α -Fe₂O₃ nanoparticles-decorated reduced graphene oxide for efficient nonenzymatic H₂O₂ biosensor, *Sensors and Actuators B: Chemical* 190 (2014) **645-650**.
- [12] B. Zhang, J. Liu, X. Cui, Y. Wang, Y. Gao, P. Sun, F. Liu, K. Shimanoe, N. Yamazoe, G. Lu, Enhanced gas sensing properties to acetone vapor achieved by α -Fe₂O₃ particles ameliorated with reduced graphene oxide sheets, *Sensors and Actuators B: Chemical* 241 (2017) **904-914**.
- [13] H. Zhang, L. Yu, Q. Li, Y. Du, S. Ruan, Reduced graphene oxide/ α -Fe₂O₃ hybrid nanocomposites for room temperature NO₂ sensing, *Sensors and Actuators B: Chemical* 241 (2017) **109-115**.
- [14] X. Zhu, Y. Zhu, S. Murali, M.D. Stoller, R.S. Ruoff, Nanostructured reduced graphene oxide/Fe₂O₃ composite as a high-performance anode material for lithium ion batteries, *ACS nano* 5(4) (2011) **3333-3338**.
- [15] G.K. Pradhan, D.K. Padhi, K. Parida, Fabrication of α -Fe₂O₃ nanorod/RGO composite: a novel hybrid photocatalyst for phenol degradation, *ACS applied materials & interfaces* 5(18) (2013) **9101-9110**.
- [16] S. Liu, T.H. Zeng, M. Hofmann, E. Burcombe, J. Wei, R. Jiang, J. Kong, Y. Chen, Antibacterial activity of graphite, graphite oxide, graphene oxide, and reduced graphene oxide: membrane and oxidative stress, *ACS nano* 5(9) (2011) **6971-6980**.
- [17] J. Borchertding, J. Baltrusaitis, H. Chen, L. Stebounova, C.-M. Wu, G. Rubasinghege, I.A. Mudunkotuwa, J.C. Caraballo, J. Zabner, V.H. Grassian, Iron oxide nanoparticles induce *Pseudomonas aeruginosa* growth, induce biofilm formation, and inhibit antimicrobial peptide function, *Environmental Science: Nano* 1(2) (2014) **123-132**.

- [18] S.M. Dizaj, F. Lotfipour, M. Barzegar-Jalali, M.H. Zarrintan, K. Adibkia, Antimicrobial activity of the metals and metal oxide nanoparticles, *Materials Science and Engineering: C* 44 (2014) **278-284**.
- [19] M. Bhushan, S. Muthukamalam, S. Sudharani, A.K. Viswanath, Synthesis of α -Fe_{2-x}Ag_xO₃ nanocrystals and study of their optical, magnetic and antibacterial properties, *RSC Advances* 5(40) (2015) **32006-32014**.
- [20] Z.D. Blount, The natural history of model organisms: The unexhausted potential of *E. coli*, *Elife* 4 (2015) **e05826**.
- [21] S.Y. Tong, J.S. Davis, E. Eichenberger, T.L. Holland, V.G. Fowler, *Staphylococcus aureus* infections: epidemiology, pathophysiology, clinical manifestations, and management, *Clinical microbiology reviews* 28(3) (2015) **603-661**.
- [22] A. Ubale, M. Belkhedkar, Size Dependent Physical Properties of Nanostructured α -Fe₂O₃ Thin Films Grown by Successive Ionic Layer Adsorption and Reaction Method for Antibacterial Application, *Journal of Materials Science & Technology* 31(1) (2015) **1-9**.
- [23] A.A. Yadav, T. Deshmukh, R. Deshmukh, D. Patil, U. Chavan, Electrochemical supercapacitive performance of Hematite α -Fe₂O₃ thin films prepared by spray pyrolysis from non-aqueous medium, *Thin Solid Films* 616 (2016) **351-358**.
- [24] N. Zhang, J. Zheng, Synthesis of Ag-Fe₂O₃-RGO nanocomposites for the electrocatalytic reduction of H₂O₂, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 28(15) (2017) **11209-11216**.
- [25] X. Jia, D. Lian, B. Shi, R. Dai, C. Li, X. Wu, Facile synthesis of α -Fe₂O₃@graphene oxide nanocomposites for enhanced gas-sensing performance to ethanol, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 28(16) (2017) **12070-12079**.
- [26] P. More, P. Jadhav, A. Ghanwat, I. Dhole, Y. Navale, V. Patil, Spray synthesized hydrophobic α -Fe₂O₃ thin film electrodes for supercapacitor application, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 28(23) (2017) **17839-17848**.
- [27] P.S. Patil, Versatility of chemical spray pyrolysis technique, *Materials Chemistry and physics* 59(3) (1999) **185-198**.

- [28] M. Shandilya, R. Rai, J. Singh, hydrothermal technology for smart materials, *Advances in Applied Ceramics* 115(6) (2016) **354-376**.
- [29] N.W. Ashcroft, N.D. Mermin, *Solid state physics* (holt, rinehart and winston, new york, 1976), Google Scholar **403** (2005).
- [30] A.K. Zak, W.A. Majid, M.E. Abrishami, R. Yousefi, X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson–Hall and size–strain plot methods, *Solid State Sciences* 13(1) (2011) **251-256**.
- [31] G. Gilliland, Photoluminescence spectroscopy of crystalline semiconductors, *Materials Science and Engineering: R: Reports* 18(3-6) (1997) **99-399**.
- [32] A.A. Akl, Optical properties of crystalline and non-crystalline iron oxide thin films deposited by spray pyrolysis, *Applied Surface Science* 233(1) (2004) **307-319**.
- [33] P.P. Kalantri, R.R. Somani, D.T. Makhija, Raman spectroscopy: a potential technique in analysis of pharmaceuticals, *Der Chemica Sinica* 1(1) (2010) **1-12**.
- [34] S.R. Morrison, Semiconductor gas sensors, *Sensors and Actuators* 2 (1981) **329-341**.
- [35] A. Mirzaei, K. Janghorban, B. Hashemi, M. Bonyani, S. Leonardi, G. Neri, Highly stable and selective ethanol sensor based on α -Fe₂O₃ nanoparticles prepared by Pechini sol–gel method, *Ceramics International* 42(5) (2016) **6136-6144**.
- [36] A. Dey, Semiconductor metal oxide gas sensors: A review, *Materials Science and Engineering: B* 229 (2018) **206-217**.
- [37] A.K. Ramasami, T. Ravishankar, K. Sureshkumar, M. Reddy, B. Chowdari, T. Ramakrishnappa, G.R. Balakrishna, Synthesis, exploration of energy storage and electrochemical sensing properties of hematite nanoparticles, *Journal of Alloys and Compounds* 671 (2016) **552-559**.
- [38] B. Sun, J. Horvat, H.S. Kim, W.-S. Kim, J. Ahn, G. Wang, Synthesis of mesoporous α -Fe₂O₃ nanostructures for highly sensitive gas sensors and high capacity anode materials in lithium ion batteries, *The Journal of Physical Chemistry C* 114(44) (2010) **18753-18761**.
- [39] H. Kamal, E. Elmaghraby, S. Ali, K. Abdel-Hady, Characterization of nickel oxide films deposited at different substrate temperatures using spray pyrolysis, *Journal of crystal growth* 262(1-4) (2004) **424-434**.

- [40] W. Steckelmacher, *The Materials Science of Thin Films: Milton Ohring Academic Press Inc.* 1992. 704 pp. Price@ \$48.00, *Vacuum* 1(46) (1995) **85**.
- [41] A. Chen, L. Xu, X. Zhang, Z. Yang, S. Yang, Improving Surface Adsorption via Shape Control of Hematite α -Fe₂O₃ Nanoparticles for Sensitive Dopamine Sensors, *ACS applied materials & interfaces* 8(49) (2016) **33765-33774**.
- [42] M. Khalil, J. Yu, N. Liu, R.L. Lee, Hydrothermal synthesis, characterization, and growth mechanism of hematite nanoparticles, *Journal of Nanoparticle Research* 16(4) (2014) **2362**.
- [43] A. Mane, A. Moholkar, Effect of film thickness on NO₂ gas sensing properties of sprayed orthorhombic nanocrystalline V₂O₅ thin films, *Applied Surface Science* 416 (2017) **511-520**.
- [44] A. Mane, M. Suryawanshi, J. Kim, A. Moholkar, Fast response of sprayed vanadium pentoxide (V₂O₅) nanorods towards nitrogen dioxide (NO₂) gas detection, *Applied Surface Science* 403 (2017) **540-550**.
- [45] S. Shinde, R. Bansode, C. Bhosale, K. Rajpure, Physical properties of hematite α -Fe₂O₃ thin films: application to photoelectrochemical solar cells, *Journal of Semiconductors* 32(1) (2011) **013001**.
- [46] M.M. Ba-Abbad, M.S. Takriff, A. Benamor, A.W. Mohammad, Size and shape controlled of α -Fe₂O₃ nanoparticles prepared via sol-gel technique and their photocatalytic activity, *Journal of Sol-Gel Science and Technology* 81(3) (2017) **880-893**.
- [47] B. Saravanakumar, B.J. Rani, G. Ravi, A. Sakunthala, R. Yuvakkumar, Influence of reducing agent concentration on the structure, morphology and ferromagnetic properties of hematite (α -Fe₂O₃) nanoparticles, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* 28(11) (2017) **8093-8100**.
- [48] A. Liu, W. Zhou, K. Shen, J. Liu, X. Zhang, One-pot hydrothermal synthesis of hematite-reduced graphene oxide composites for efficient removal of malachite green from aqueous solution, *Rsc Advances* 5(22) (2015) **17336-17342**.
- [49] F.T. Johra, J.-W. Lee, W.-G. Jung, Facile and safe graphene preparation on solution based platform, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 20(5) (2014) **2883-2887**.

- [50] P. Liu, D. Wu, Y. Gao, T. Wang, Y. Tan, D. Jia, Reduced graphene oxide-coated mulberry-shaped α -Fe₂O₃ nanoparticles composite as high performance electrode material for supercapacitors, *Journal of Alloys and Compounds* (2017).
- [51] M. Ohring, *Materials science of thin films*, Elsevier 2001.
- [52] D. Wei, J. Liang, Y. Zhu, J. Zhang, X. Li, K. Zhang, Z. Yuan, Y. Qian, Facile formation of graphene-encapsulated α -Fe₂O₃ nanorice as enhanced anode materials for lithium storage, *Electrochimica Acta* 114 (2013) **779-784**.
- [53] K. Sa, P.C. Mahakul, B. Subramanyam, J. Raiguru, S. Das, I. Alam, P. Mahanandia, Effect of reduced graphene oxide-carbon nanotubes hybrid nanofillers in mechanical properties of polymer nanocomposites, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, IOP Publishing, 2018, p. **012055**.
- [54] S.P. Lonkar, J.-M. Raquez, P. Dubois, One-pot microwave-assisted synthesis of graphene/layered double hydroxide (LDH) nanohybrids, *Nano-Micro Letters* 7(4) (2015) **332-340**.
- [55] T. Wang, Y. Li, L. Wang, C. Liu, S. Geng, X. Jia, F. Yang, L. Zhang, L. Liu, B. You, Synthesis of graphene/ α -Fe₂O₃ composites with excellent electromagnetic wave absorption properties, *RSC Advances* 5(74) (2015) **60114-60120**.
- [56] K.V. Manukyan, Y.-S. Chen, S. Rouvimov, P. Li, X. Li, S. Dong, X. Liu, J.K. Furdyna, A. Orlov, G.H. Bernstein, Ultrasmall α -Fe₂O₃ superparamagnetic nanoparticles with high magnetization prepared by template-assisted combustion process, *The Journal of Physical Chemistry C* 118(29) (2014) **16264-16271**.
- [57] H.-J. Song, X.-H. Jia, N. Li, X.-F. Yang, H. Tang, Synthesis of α -Fe₂O₃ nanorod/graphene oxide composites and their tribological properties, *Journal of Materials Chemistry* 22(3) (2012) **895-902**.
- [58] Y.-l. Dong, X.-f. Zhang, X.-l. Cheng, Y.-m. Xu, S. Gao, H. Zhao, L.-h. Huo, Highly selective NO₂ sensor at room temperature based on nanocomposites of hierarchical nanosphere-like α -Fe₂O₃ and reduced graphene oxide, *RSC Advances* 4(101) (2014) **57493-57500**.
- [59] J.S. Justus, S.D.D. Roy, A.M.E. Raj, Synthesis and characterization of hematite nanopowders, *Materials Research Express* 3(10) (2016) **105037**.

[60] L. Zhang, Z. Bao, X. Yu, P. Dai, J. Zhu, M. Wu, G. Li, X. Liu, Z. Sun, C. Chen, Rational design of α -Fe₂O₃/reduced graphene oxide composites: rapid detection and effective removal of organic pollutants, ACS applied materials & interfaces 8(10) (2016) **6431-6438**.

Abstract

Hematite (α -Fe₂O₃) is the most stable phase of iron oxide and it has been employed in gass sensors, catalytic and antibacterial agents. In the first part of the thesis, thin films of hematite were synthesized on top of glass substrates by spray pyrolysis at temperatures 350, 400, 450 and 500 °C. Then the sensing performance of the films was investigated toward different concentration of ethanol vapor. The XRD patterns analysis of the synthesized films indicate crystallinity of the samples prepared at substrate temperatures of 400 and 450 °C. FESEM image of thin films exhibited that with increasing the substrate temperature to 400 and 450 °C the surface of the samples got more porous, but it got more uniform and consisting of nanosized grains for sample prepared at 500 °C. Gas sensing measurements toward 200ppm ethanol vapor showed the response values of 45, 46, 30 and 20% for samples prepared at the substrate temperatures of 350, 400, 450 and 500 °C. In the second part of this thesis, grapheme oxide nanoparticles were synthesized using conventional modified Hamers method. Also, α -Fe₂O₃/GO nanocomposite at different weight ratios were synthesized by hydrothermal technique. The XRD patterns analysis showed the highest crystallite size and the lowest strain for the composite prepared with 0.072 gr GO in α -Fe₂O₃, estimated using the Williamson-Hall method. FESEM image showed a decrease in the mean diameter of nanocomposites grains with increasing the α -Fe₂O₃/GO weight ratio. Also, according to UV-Vis analysis an increasing the GO weight ratio in α -Fe₂O₃/GO nanocomposites. Antibacterial effects of all nanocomposites were measured toward both gram positive (S.aureus) and gram negative (E.coli) bacteria and reported in this thesis.

Keyword: hematite, spray pyrolysis, composite of iron oxide and reduced grapheme oxide, antibacterial, gass sensing



Faculty of Physics and Nuclear Engineering

MSc Thesis in Nano Physics

**Synthesis and characterization of undoped and doped Fe_2O_3 for
antibacterial applications**

By

Seyyede Parisa Abedi

Supervisor

Dr. Mohammad Bagher Rahmani

Advisor

Dr. Farkhondeh Rezaii

Januray2019