



ساخت و مشخصه‌یابی نانوصفحه‌های اکسید سرب به روش سونوشیمی: اثر ماده‌ی فعال‌کننده‌ی سطحی

سپیده یزدانی دارکی | محمد اسلامی کلانتری* | حکیمه زارع*

گروه فیزیک، دانشکده فیزیک، دانشگاه یزد، یزد

چکیده: در این مقاله، نانوصفحه‌های اکسید سرب به روش سونوشیمی در اتمسفر محیط با موفقیت ساخته شد. برای مشخصه‌یابی نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی، پراش پرتو ایکس، طیف‌سنج رامان و طیف‌سنج نوری فرابنفش- مرئی، طیف‌سنج پراش انرژی پرتوی ایکس و تبدیل فوریه مادون قرمز استفاده شد. اثر ماده‌های فعال‌کننده سطحی پلی وینیل پیرولیدون (لیگاند غیر یونی) و ستیل تری متیل آمونیوم برمید (لیگاند کاتیونی) بر روی ساختار و خواص فیزیکی اکسید سرب بررسی شد. طیف‌های تبدیل فوریه مادون قرمز تشکیل اکسید سرب با عامل‌های پوششی پلی وینیل پیرولیدون و ستیل تری متیل آمونیوم برمید را تایید می‌کند. علاوه بر این، طیف‌های پراش پرتو ایکس و رامان تشکیل فازهای α -PbO و β -PbO را نشان می‌دهند. نتایج تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشان می‌دهد استفاده از ماده فعال‌کننده سطحی پلی وینیل پیرولیدون باعث ایجاد نانوصفحه‌های منظم با قطر متوسط $2 \mu\text{m}$ شده است. در صورتی‌که استفاده از ستیل تری متیل آمونیوم برمید به عنوان فعال‌کننده سطحی، باعث تشکیل نانوذرات و میکروذرات می‌شود. نانوصفحه‌های ساخته شده قابلیت کاربرد در ساخت کامپوزیت‌های محافظ سبک در برابر پرتو گاما را دارد.

واژگان کلیدی: نانوصفحه، اکسید سرب، روش سونوشیمی، پلی وینیل پیرولیدون، ستیل تری متیل آمونیوم برمید.

meslami@yazd.ac.ir, hzare@yazd.ac.ir

اکسید سرب به دلیل داشتن نسبت سطح به حجم بالا، دارای خواص منحصر به فرد و قابل توجهی نسبت به مواد توده است. ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی مواد نه تنها به اندازه، بلکه به ساختار بلوری و شکل آن‌ها نیز بستگی دارد. بنابراین کنترل شکل و اندازه‌ی نانوساختارها در طول فرایند ساخت، اهمیت زیادی دارد. تاکنون پژوهش‌های مختلفی برای ساخت نانوساختارهای اکسید سرب انجام شده است [۹-۱۵]. اما گزارش‌های کمی برای ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب وجود دارد. چن و همکارانش ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب در فصل مشترک آب/هوا با هیدرولیز یون‌های سرب و با استفاده از لایه‌های لانگمویر پلی وینیل

۱- مقدمه

اکسید سرب، یکی از مواد نیمه‌هادی مهم در صنعت است که در زمینه‌های مختلف مانند باتری‌ها، حسگرهای گاز، رنگدانه‌ها، فتوکاتالیست‌ها، حفاظ‌سازی پرتوهای یونیزان و صنایع شیشه کاربرد فراوان دارد [۴-۱]. اکسید سرب دارای دو فاز بلوری پایدار α (α -PbO) و β (β -PbO) است که به ترتیب در ساختار بلوری تتراگونال و ارتورومبیک متبلور می‌شوند. α -PbO معمولاً در قطعات فتوولتایی کاربرد دارد در صورتی‌که از β -PbO معمولاً به عنوان اصلاح‌کننده سطوح استفاده می‌شود [۵-۸]. نانوساختارهای

۲- بخش تجربی

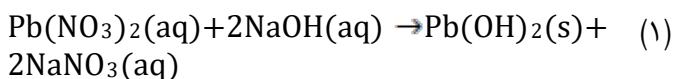
۲-۱- مواد و تجهیزات

در طول فرایند ساخت، از پیش‌ماده‌های نیترات سرب (۹۹/۵ درصد)، پلی وینیل پیرولیدون (۹۹ درصد) و ستیل تری متیل آمونیوم برمید (۹۹ درصد) خریداری شده از شرکت سیگما آلدْرِیچ و سدیم هیدروکسید (۹۹ درصد) خریداری شده از شرکت مرک آلمان بدون هیچ‌گونه خالص‌سازی استفاده شد.

در این مطالعه، جهت شناسایی گروه‌های عاملی از طیف‌سنج تبدیل فوریه مادون قرمز Equinox 55 ساخت کشور آلمان و برای مشاهده‌ی ساختار و بررسی کیفی نمونه‌ها میکروسکوپ الکترونی روبشی Vega3 Tescan ساخت کشور چک به‌کار گرفته شد. مطالعه و تعیین ساختار بلوری نانوساختارها، با استفاده از پراش پرتو ایکس X'PertPro ساخت کشور هلند و میزان خلوص نمونه‌های حاصل، از طیف‌سنج پراش انرژی پرتوی ایکس Tescan-XMU VEGA ساخت کشور چک انجام شد. برای شناسایی ترکیبات و ساختار مواد با استفاده از طیف رامان شرکت تکسان ساخت کشور ایران و برای بررسی خواص نوری نمونه‌ها، از طیف‌سنج نور مرئی-فرابنفش Avante (Avaspec-2048) ساخت کشور هلند استفاده شد.

۲-۲- روش آزمایش

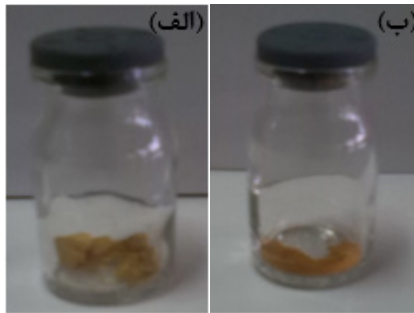
به ۱۰۰ ml آب مقطر ۲۰ g/l ماده‌ی فعال‌کننده‌ی سطحی و ۰/۰۲ mol نیترات سرب اضافه شد. محلول حاصل به مدت ۲۵ دقیقه تحت هم‌زدن قرار گرفت تا محلول شفاف به‌دست آید. سپس محلول تحت امواج فراصوت به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۴۰ °C قرار داده شد. به محلول حاصل، ۱۰۰ ml محلول سدیم هیدروکسید با غلظت ۰/۰۴ M قطره قطره اضافه شد تا محلول شیری رنگی حاصل شود. رسوب به‌دست آمده سرب هیدروکسید می‌باشد که واکنش (واکنش ۱) آن در ذیل آمده است:



کربازول را گزارش دادند [۱۶]. نانوصفحه‌های ساخته شده در این روش، دارای توزیع پهنی از اندازه هستند. لیو و همکارانش، موفق به ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب به روش رسوب‌گذاری الکتروشیمیایی شدند که نانوصفحه‌های ساخته شده، شکل منظمی نداشتند [۵]. در ساختار شکل گرفته علاوه بر نانوصفحه‌ها، نانوذرات نیز وجود داشت. ابوترابی و همکارش ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب با استفاده از پلیمرهای کئوردیناسیون مالئیک اسید در حلال متانول به روش سونوشیمی را گزارش دادند [۱۷]. در این روش، نانوصفحه‌های به هم چسبیده و تشکیل نانوجل داده‌اند.

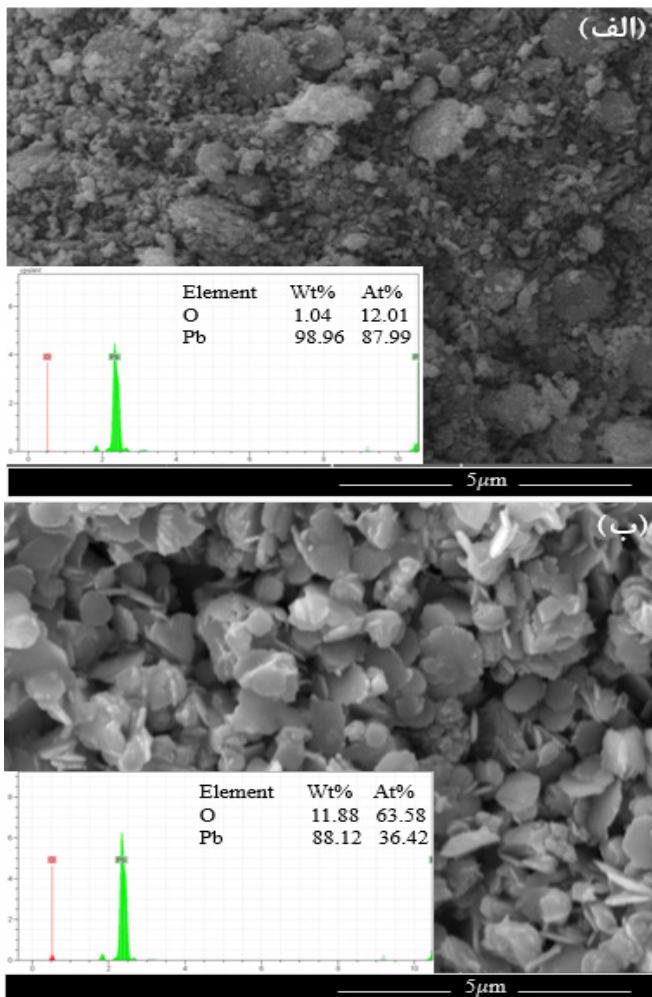
روش سونوشیمی از روش‌های مرسوم برای ساخت نانومواد است. در این روش، رشد نانومواد بر خلاف روش‌هایی مانند هیدروترمال و ریزموج در دمای پایین انجام می‌شود. در روش سونوشیمی، امواج فراصوت نه تنها باعث رشد نانوساختارها می‌شود بلکه از تجمع و کلوخه شدن آن‌ها نیز جلوگیری می‌کند [۱۸]. تاکنون پژوهش‌های مختلفی مبنی بر ساخت نانوساختارهای اکسید سرب به روش سونوشیمیایی گزارش شده است. حیاتی و همکارانش ساخت نانوذرات با استفاده از دو نوع سوپر مولکول سرب به روش سونوشیمی را گزارش دادند [۱۸]. نتایج نشان می‌دهد با تغییر زمان، دما و توان دستگاه فراصوت می‌توان اندازه ذرات را تغییر داد. سلطانیان‌فرد و همکارانش، ابتدا پلیمرهای کئوردیناسیونی سرب به روش سونوشیمی ساختند [۱۹ و ۲۰]. سپس با پخت در دمای ۴۰۰ °C، نانوذرات اکسید سرب کلوخه شده ساخته شد. عزیزیان و همکارش با استفاده از روش حمام فراصوتی و ماده فعال‌کننده‌ی سطحی پلی وینیل الکل، موفق به ساخت نانوذرات اکسید سرب شدند [۲۱]. اندازه و توزیع اندازه‌ی ذرات به غلظت ماده فعال‌کننده‌ی سطحی وابسته است.

در صنعت، ساخت نانومواد با کیفیت مناسب با پیش‌ماده‌های ارزان و حلال‌های زیست‌سازگار اهمیت دارد. در این پژوهش، ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب به روش سونوشیمی با استفاده از حلال‌های زیست‌سازگار (آب و اتانول) و با استفاده از پیش‌ماده‌های ارزان ساخته شد و اثر دو نوع ماده‌ی فعال‌کننده‌ی سطحی (یونی و غیریونی) ستیل تری متیل آمونیوم برمید و پلی وینیل پیرولیدون بر روی ساختار و خواص فیزیکی آن بررسی شد.



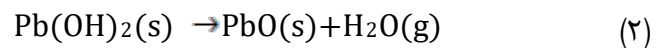
شکل ۱: تصاویر پودرهای نمونه‌های (الف) CA و (ب) PA.

طیف‌های پراش انرژی پرتوی ایکس نمونه‌های CA و PA در ضمیمه‌ی شکل ۲ نشان داده شده است. عناصر مشاهده شده در هر دو نمونه، سرب و اکسیژن هستند که نشان‌دهنده‌ی عدم وجود ناخالصی در نمونه‌ها است.



شکل ۲: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و طیف‌سنج پراش انرژی پرتوی ایکس نانو ساختارهای (الف) CA و (ب) PA.

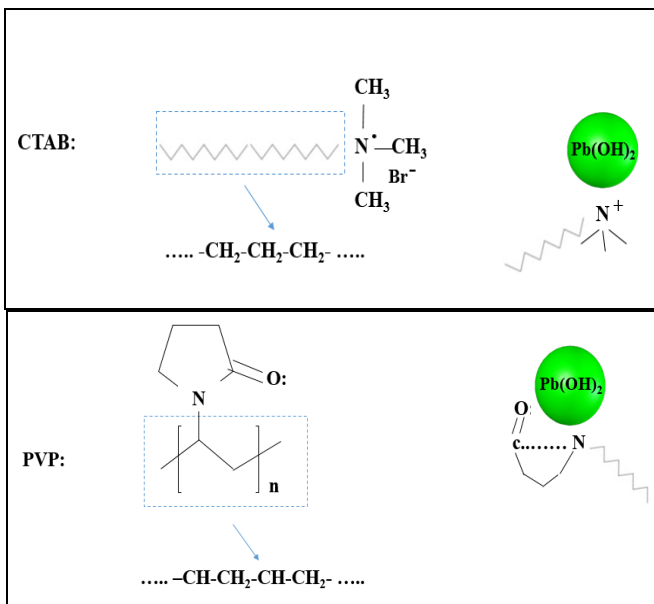
مجدداً محلول به دست آمده به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۴۰ °C در دستگاه حمام فراصوتی قرار گرفت. بعد از این مرحله، به کمک کاغذ صافی ماده حاصل فیلتر شده و رسوب به جا مانده با آب مقطر و اتانول شستشو داده شد. رسوب به دست آمده در ۵۰ ml اتانول حل و به مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۴۰ °C در حمام فراصوت قرار گرفت و در نهایت محلول سانتریفیوژ شد و رسوب حاصل به مدت ۱۰ ساعت در دمای ۵۰ °C در گرمکن خشک شد. به منظور پخت نمونه، ماده در داخل کوره به مدت ۳ ساعت در دمای ۳۲۰ °C حرارت‌دهی شد که پودر اکسید سرب قهوه‌ای مایل به قرمز به دست آمد (واکنش ۲).



در این روش، از پیش‌ماده‌های پلی وینیل پیرولیدون (نمونه PA) و ستیل تری متیل آمونیوم برمید (نمونه CA) به عنوان ماده فعال‌کننده‌ی سطحی استفاده شد.

۳- نتایج و بحث

همان‌طور که از شکل ۱ مشاهده می‌شود، نمونه‌های CA و PA هر دو بعد از مرحله‌ی پخت، دارای رنگ قهوه‌ای مایل به قرمز هستند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌ها در شکل ۲ نشان داده شده است. نمونه‌ی CA (شکل الف)، از نانوذراتی تشکیل شده که نسبتاً کلوخه هستند. متوسط اندازه‌ی نانوذرات در این نمونه ۲۰ nm است. در بین ذرات، ذرات بزرگی با قطر متوسط ۲ μm نیز مشاهده می‌شود. نمونه PA (شکل ب)، از نانوصفحه‌های یک‌دست و نسبتاً یکنواخت با ضخامت متوسط ۱۵ nm تشکیل شده است که اکثر این صفحه‌ها دایره‌ای شکل و کاملاً از هم مجزا هستند. قطر متوسط صفحه‌ها ۲ μm است. به عبارتی، پلی وینیل پیرولیدون به دلیل داشتن وزن مولکولی بالاتر (طول زنجیر بلند) در مقایسه با ستیل تری متیل آمونیوم برمید، باعث ایجاد نانوصفحه‌های منظم اکسید سرب شده است.



شکل ۳: طرح‌واره‌ی ساختارهای مولکولی ستیل تری متیل آمونیوم برمید و پلی‌وینیل پیرولیدون متصل شده به سطح هیدروکسید سرب [۱۴].

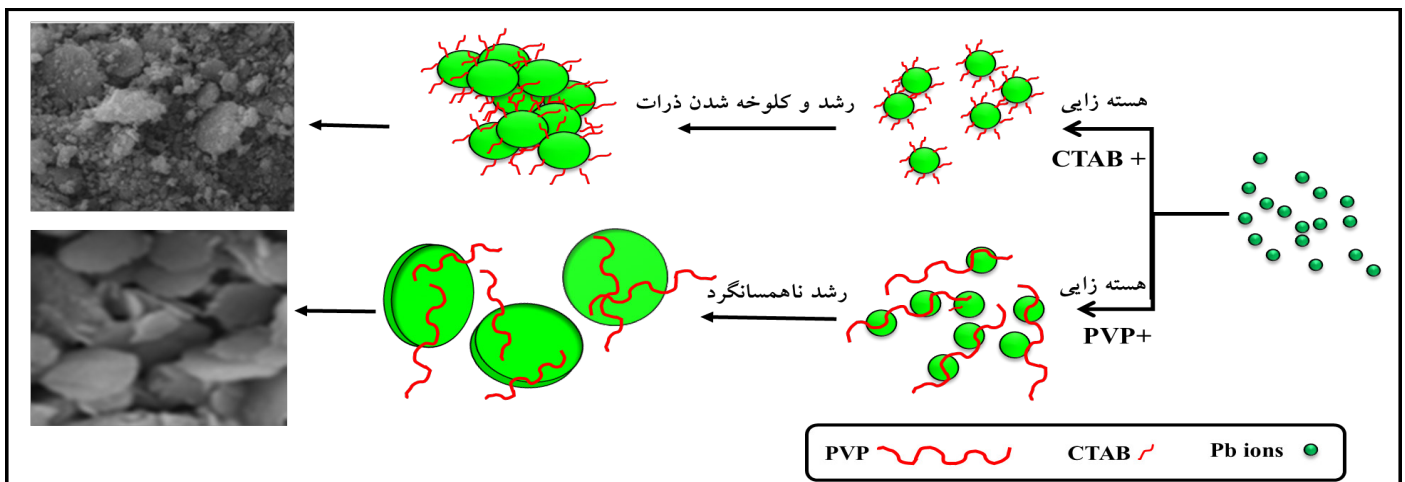
شکل ۵ الگوهای پرآش پرتوی ایکس نانو ساختارهای اکسید سرب را نشان می‌دهد. نمونه‌های CA و PA دارای ساختار ارتورومبیک و تتراگونال متبلور شده هستند. اندازه بلورک نمونه‌ها از رابطه‌ی دبای شرر محاسبه می‌شود [۲۳]:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3)$$

D متوسط اندازه بلورک، λ طول موج پرتوی ایکس CuK α (1.5405 Å)، β پهنا در نیم ارتفاع و θ زاویه‌ی پراکندگی براگ است.

طرح‌واره‌ای از ساختارهای مولکولی پلی وینیل پیرولیدون و ستیل تری متیل آمونیوم برمید که به سطح هیدروکسید سرب ($Pb(OH)_2$) متصل شده‌اند در شکل ۳ نشان داده شده است. مطابق شکل، اتصال پلی وینیل پیرولیدون از طریق هر دو اتم نیتروژن (N) و اکسیژن (O) رخ می‌دهد، ولی استفاده از ستیل تری متیل آمونیوم برمید به عنوان عامل پوششی تنها از طریق اتم نیتروژن به سطح ذرات اتصال دارد. ستیل تری متیل آمونیوم برمید نسبت به پلی وینیل پیرولیدون دارای وزن مولکولی و بار سطحی کمتر است [۱۴]. بنابراین استفاده از ستیل تری متیل آمونیوم برمید باعث کلوخه شدن ذرات و ناهمسان شدن آن‌ها می‌شود ولی ذرات شکل گرفته با استفاده از پلی وینیل پیرولیدون، مجزا و دارای اندازه‌های یکنواخت است. بنابراین نوع ماده فعال‌کننده‌ی سطحی بر روی شکل و اندازه ساختار تأثیر زیادی دارد.

شکل ۴، طرح‌واره‌ای از مراحل هسته‌زایی و رشد نمونه‌ها با وجود فعال‌کننده‌های سطحی ستیل تری متیل آمونیوم برمید و پلی وینیل پیرولیدون را نشان می‌دهد. در نمونه CA، بعد از این که هسته‌های اولیه ایجاد شد به دلیل داشتن انرژی سطحی زیاد هسته‌ها و وزن مولکولی کم ستیل تری متیل آمونیوم برمید، ذرات در طول فرایند رشد، کلوخه می‌شوند و ذرات میکرومتری ایجاد می‌شود. اما در نمونه PA، پلی وینیل پیرولیدون نقش کلیدی برای تشکیل نانوصفحه‌ها دارد. پلی وینیل پیرولیدون ممکن است به عنوان مهار کننده رشد بلور در سیستم عمل کند که باعث شکل‌گیری هسته‌های جهت‌دار می‌شود بنابراین رشد ناهمسانگرد نانوصفحه‌ها را سبب می‌شود [۲۲].



شکل ۴: طرح‌واره‌ای از تأثیر نوع ماده فعال‌کننده سطحی بر روی فرایند رشد نانو ساختار اکسید سرب

چهار جمله اول، مدهای فعال رامن هستند. A_{1g} مد غیرفعال رامن و مدهای دیگر، مدهای فعال مادون قرمز هستند. از این رو β -PbO دارای ۱۲ مد فعال رامن و ۷ مد فعال مادون قرمز است [۲۴-۲۶].

شکل ۶، طیف رامن از نانوساختارهای اکسید سرب نمونه‌های CA و PA را نشان می‌دهد. در طیف رامن نمونه CA (شکل ۶ الف)، قله‌ی 154 cm^{-1} مربوط به مد فعال رامن A_{1g} متعلق به ساختار α -PbO است. علاوه بر این، قله ضعیفی در 286 و 260 cm^{-1} متعلق به ساختار β -PbO، مربوط به مدهای فعال رامن A_g است. در طیف رامن نمونه PA (شکل ۶ ب)، قله‌ی واقع در 141 cm^{-1} مربوط به مد فعال رامن A_{1g} متعلق به ساختار α -PbO است.

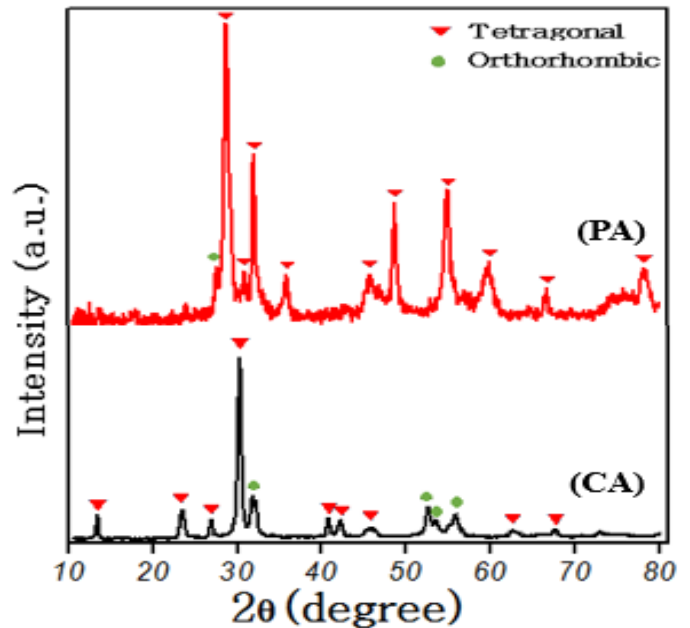
قله 385 cm^{-1} مربوط به مد فعال رامن B_{1g} از ساختار β -PbO است. علاوه بر این، قله ضعیف 280 cm^{-1} متعلق به ساختار β -PbO مربوط به مد فعال رامن A_g است. نتایج حاصل از طیف رامن با نتایج الگوی پراش پرتو ایکس مطابقت دارد.

طیف‌های تبدیل فوریه مادون قرمز از نانوساختارهای اکسید سرب، با استفاده از عامل‌های پوششی ستیل تری متیل آمونیوم برمید (نمونه CA) و پلی وینیل پیرولیدون (نمونه PA) در شکل ۷ نشان داده شده است.

در نمونه CA، قله‌ی 3372 cm^{-1} مربوط به نوار ارتعاشی کششی گروه OH از مولکول آب است که بر روی سطح نانوذرات جذب شده است. قله‌های واقع در 855 ، 922 و 1341 cm^{-1} وجود C-N در نمونه را تأیید می‌کنند. قله در 2927 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات کششی CH_2 از زنجیر آلکیل است. قله‌ی 705 cm^{-1} مربوط به نوار ارتعاشی Pb-O است [۲۷-۲۹].

در نمونه PA، قله‌ی 705 cm^{-1} مربوط به نوار ارتعاشی Pb-O است. قله‌های واقع در 812 و 1030 cm^{-1} به ترتیب مربوط به پیوند C-H از حلقه آروماتیک و C-N می‌باشند. وجود قله جذب بزرگ در 1290 cm^{-1} مربوط به پیوند C-O است. قله‌ی 1402 cm^{-1} ، مربوط به گروه عاملی C-H است که به دلیل حضور پلی وینیل پیرولیدون ظاهر شده است [۲۷-۲۹]. قله‌ی 3336 cm^{-1} نشان‌دهنده‌ی ذرات آب بر روی این نمونه‌ها می‌باشد.

اندازه متوسط بلورک نمونه‌های CA و PA به ترتیب 22 nm و 12 nm است. بر طبق نتایج حاصل از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و الگوهای پراش پرتو ایکس، به دلیل تفاوت در نحوه‌ی پوشش دو لیگاند در مراحل جوانه‌زنی و رشد (شکل‌های ۳ و ۴) و همچنین تفاوت در وزن مولکولی و بار آن‌ها، ساختار و اندازه بلورک‌های متفاوتی ایجاد شده است.



شکل ۵: الگوهای پراش پرتو ایکس نانوساختارهای CA و PA.

طیف‌سنجی رامن روشی مؤثر برای تخمین بلورینگی مواد است. بر طبق نظریه گروه، تک بلور α -PbO به گروه فضایی D_{7h}^{4h} تعلق دارد. مدهای ارتعاشی نوری α -PbO (ساختار بلوری تتراگونال) براساس رابطه‌ی ۴ محاسبه می‌شود [۲۴].

$$\Gamma_{\text{opt}} = A_{1g} + B_{1g} + 2E_g + A_{2u} + E_u \quad (4)$$

A_{1g} ، B_{1g} ، E_g مدهای فعال رامن و A_{2u} ، E_u مدهای فعال مادون قرمز هستند. بنابراین در طیف رامن α -PbO چهار قله ظاهر می‌شود.

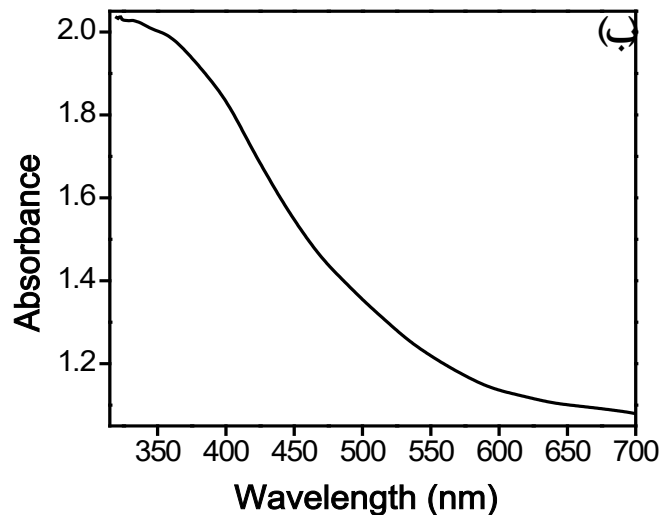
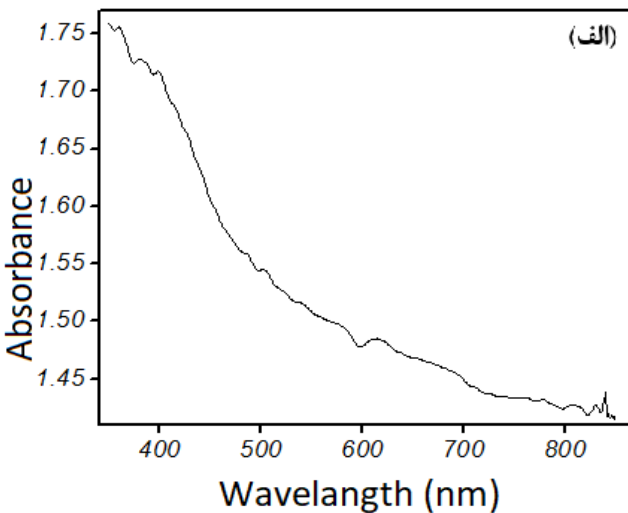
تقارن فاز β -PbO (ساختار بلوری ارتورومبیک) کمتر از α -PbO است و تعداد مدهای فونونی در فاز β -PbO بیشتر است. مدهای ارتعاشی نوری این فاز براساس رابطه‌ی ۵ به دست می‌آید [۲۵].

$$\Gamma_{\text{opt}} = 4A_g + 4B_{1g} + 2B_{2g} + 2B_{3g} + 2A_u + B_{1a} + 3B_{2u} + 3B_3 \quad (5)$$

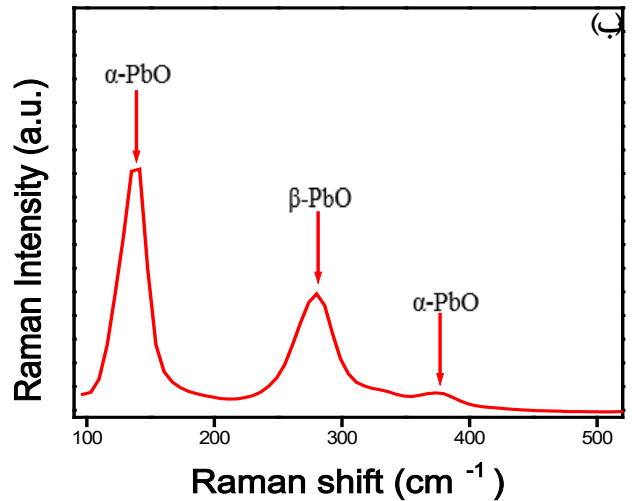
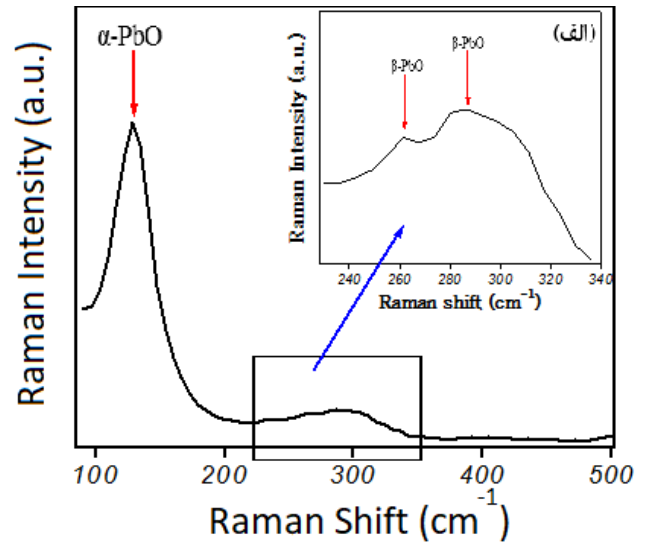
PA به ترتیب در ۳۷۵ و ۳۵۰ نانومتر قرار دارند. شکاف انرژی اکسید سرب را می‌توان براساس مدل کوبلکا مانک محاسبه کرد [۳۰].

$$(\alpha h\nu) = A (h\nu - E_g)^n \quad (۶)$$

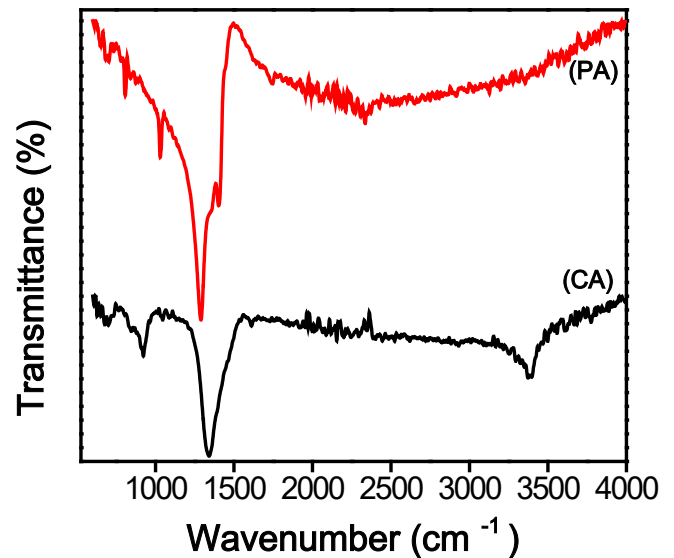
A مقدار ثابت، α ضریب جذب، $h\nu$ انرژی فوتون و E_g شکاف انرژی نمونه است. n مربوط به طبیعت گذار نوری در مواد نیمرسانا است. n می‌تواند مقادیر مختلف ۰٫۵، ۲، ۱٫۵ یا ۳ داشته باشد که به ترتیب نشان‌دهنده گذارهای مجاز مستقیم و غیرمستقیم، ممنوعه مستقیم و غیرمستقیم هستند. همان‌طور که شکل ۸ نشان می‌دهد برای اکسید سرب این مقدار برابر ۰٫۵ است. نمودار $(\alpha h\nu)^2$ برحسب $h\nu$ در شکل ۹ برای هر دو نمونه رسم شده است. شکاف انرژی برای نمونه‌های CA و PA براساس نمودار تاک به ترتیب ۲٫۳۶ eV و ۲٫۳۳ eV می‌باشد.



شکل ۸: طیف‌های جذب نانوساختارهای CA (الف) و PA (ب).



شکل ۶: طیف‌های رامان نانوساختارهای CA (الف) و PA (ب).



شکل ۷: طیف‌های تبدیل فوریه مادون قرمز نانوساختارهای CA و PA.

طیف‌های جذب طیف‌سنج نور مرئی-فرابنفش نمونه‌های CA و PA در شکل ۸ نشان داده شده است. قله جذب نمونه‌های CA و

نمونه‌های CA و PA به ترتیب ۲۲ nm و ۱۲ nm به دست آمد. بنابراین، این روش می‌تواند برای ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب به منظور کاربرد در صنعت و پژوهش‌های بنیادی توسعه یابد.

مراجع

[1] H. Karami, M. A. Karimi, S. Haghdar, A. Sadeghi, R. Mir-Ghasemi, S. Mahdi-Khani, "Synthesis of lead oxide nanoparticles by sonochemical method and its application as cathode and anode of lead-acid batteries," *Materials chemistry and physics*, 125, 337-344, 2008.

[2] H. Karami, M. Ghamooshi-Ramandi, "Synthesis of sub-micro and nanometer sized lead oxide by sol-gel pyrolysis method and its application as cathode and anode of lead-acid batteries," *International journal of electrochemical science*, 8, 7553-7564, 2013.

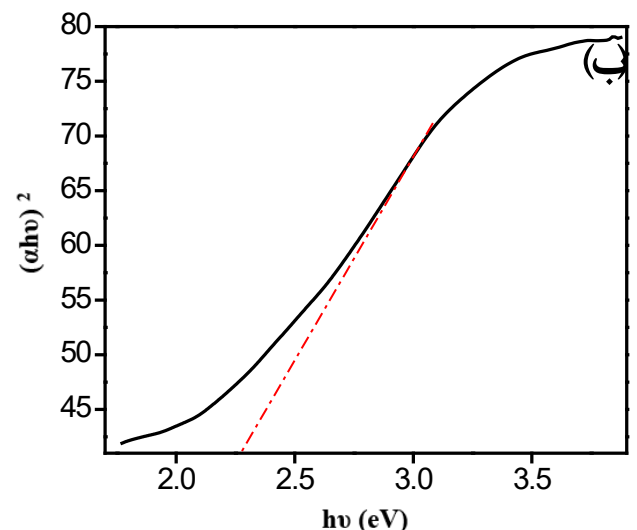
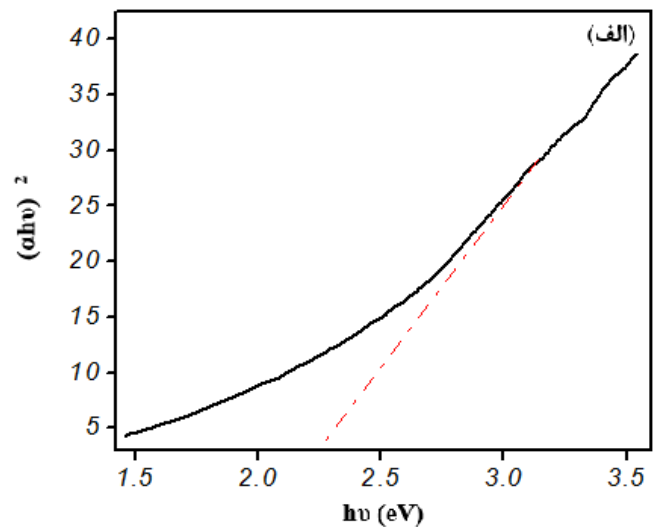
[3] Z. M. Shafka, A. E. Hannora, M. M. Sherif, "Preparation of lead-polymer nano composite for nuclear shielding applications," *International journal for research in applied science & engineering technology*, 3, 1046-1049, 2015.

[4] S. H. Hosseini, S. N. Ezzati, M. Askari, "Synthesis, characterization and X-ray shielding properties of polypyrrole/lead nanocomposites," *Polymers for advanced technologies*, 26, 561-568, 2015.

[5] X. Lu, X. Zou, J. Cheng, P. Ren, X. Meng, G. Yang, C. Wei and Z. Sun, " β -PbO plate films deposited on cathode by electrochemical deposition," *Advanced materials research*, 123, 1279-1282, 2010.

[6] N. Mythili, K. T. Arulmozhi, "Studies on the electrical and dielectric properties of chemically synthesized α -PbO nanoparticles," *Applied physics A*, 118, 261-267, 2015.

[7] M. Suganya, A. R. Balu, K. Usharani, "Role of substrate temperature on the growth mechanism and physical properties of spray deposited lead oxide thin films," *Materials science-poland*, 32, 448-456, 2014.



شکل ۹: نمودار تاک نانوساختارهای (الف) CA و (ب) PA.

۴- نتیجه گیری

ساخت نانوصفحه‌های اکسید سرب با کیفیت و یکنواختی بالا با استفاده از روش سونوشیمی و در دمای محیط ساخته شد. در این پژوهش مشاهده شد نوع ماده فعال‌کننده‌ی سطحی (پلی وینیل پیرولیدون و ستیل تری متیل آمونیوم برمید) تأثیر زیادی بر ساختار اکسید سرب دارد، به طوری که ساختار نهایی به دست آمده از ستیل تری متیل آمونیوم برمید، ذرات میکرومتری و نانومتری کلوخه شده است، ولی استفاده از پلی وینیل پیرولیدون در فرایند واکنش به عنوان فعال‌کننده‌ی سطحی، سبب می‌شود نانوصفحه‌های یکنواخت و مجزا تشکیل شود. هر دو نمونه در ساختار بلوری تتراگونال و ارتورومبیک متبلور شدند. اندازه‌ی متوسط بلورک‌ها با استفاده از الگوی پراش پرتوی ایکس

polymer constructed of maleic acid,” *Inorganica chimica acta*, 363, 2506-2511, 2010.

[18] P. Hayati, A. R. Rezvani, A. Morsali, P. Retailleau, R. Centore, “Survey of temperature, reaction time and ultrasound irradiation power on sonochemical synthesis of two new nanostructured lead (II) coordination supramolecule compounds,” *Ultrasonics sonochemistry*, 35, 81-91, 2017.

[19] M. J. Soltanian Fard, F. Rastaghi, N. Ghanbari, “Sonochemical synthesis of new nano-two-dimensional lead (II) coordination polymer: As precursor for preparation of PbO nano-structure,” *Journal of molecular structure*, 1032, 133-137, 2013.

[20] M. J. Soltanian Fard, N. Ghanbari, F. Rastaghi, “Synthesis of a new nano pyridinedicarboxylic acid lead (II) coordination polymer by sonochemical method: A precursor for preparation of PbO nano-structure,” *Inorganica chimica acta*, 396, 149-153, 2013.

[21] Y. Azizian-Kalandaragh, “Preparation of lead oxide nanostructures in presence of polyvinyl alcohol (PVA) as capping agent and investigation of their structural and optical properties,” *Journal of semiconductor technology and science*, 18, 91-99, 2018.

[22] R. Hao, X. Xio, X. Zuo, J. Nan, W. Zhang, “Efficient adsorption and visible-light photocatalytic degradation of tetracycline hydrochloride using mesoporous BiOI microspheres,” *Journal of hazardous materials*, 209, 137-145, 2012.

[23] S. H. Hosseini, M. Askari, S. N. Ezzati, “X-ray attenuating nanocomposite based on polyaniline using Pb nanoparticles,” *Synthetic metals*, 196, 68-75, 2014.

[24] R. Yousefi, F. J. Sheini, A. Sa, M. Cheraghizade, “Growth and characterization of PbO nanorods grown using facile oxidation of lead sheet,” *Sains malaysia*, 44, 291-294, 2015.

[25] M. Baleva, V. Tuncheva, “Optical characterization of lead monoxide films grown by laser-assisted deposition,” *Journal of solid state chemistry*, 110, 36-42, 1994.

[8] H. Sivaram, D. Selvakumar, A. Alsalmeh, A. Alswieleh, R. Jayavel, “Enhanced performance of PbO nanoparticles and PbO-CdO and PbO-ZnO nanocomposites for supercapacitor application,” *Journal of alloys and compounds*, 731, 55-63, 2018.

[9] K. T. Arulmozhi, N. Mythili, “Studies on the chemical synthesis and characterization of lead oxide nanoparticles with different organic capping agents,” *AIP advances*, 3, 122122-122129, 2013.

[10] M. Salavati-Niasari, F. Mohandes, F. Davar, “Preparation of PbO nanocrystals via decomposition of lead oxalate,” *Polyhedron*, 28, 2263-2267, 2009.

[11] M. A. Shah, “Lead oxide (PbO) nanoparticles prepared by a new technique for biomedical applications,” *International journal of biomedical nanoscience and nanotechnology*, 1, 3-9, 2010.

[12] A. V. Borhade, D. R. Tope, B. K. Uphade, “An efficient photocatalytic degradation of methyl blue dye by using synthesised PbO nanoparticles,” *Journal of chemistry*, 9, 705-715, 2012.

[13] M. Alagar, T. Theivasanthi, A. K. Raja, “Chemical synthesis of nano-sized particles of lead oxide and their characterization studies,” *Journal of Applied Sciences*, 12, 398-401, 2012.

[14] U. K. H. Bangi, W. Han, B. Yoo, H. H. Park, “Effects of successive additions of two capping ligands on the structural properties of PbO nanoparticles,” *Journal of nanoparticle research*, 15, 2070-2077, 2013.

[15] R. Yousefi, A. Khorsand Zak, F. Jamali-Sheini, N. M. Huang, W. J. Basirun, M. Sookhikian, “Synthesis and characterization of single crystal PbO nanoparticles in a gelatin medium,” *Ceramics international*, 40, 11699-11703, 2014.

[16] K. C. Chen, C. W. Wang, Y. I. Lee, H. G. Liu, “Nanoplates and nanostars of β -PbO formed at the air/water interface,” *Colloids and surfaces A: physicochemical and engineering aspects*, 373, 124-129, 2011.

[17] L. Aboutorabi, A. Morsali, “Sonochemical synthesis of a new nano-plate lead (II) coordination

- [26] M. Bouchard, D. C. Smith, "Catalogue of 45 reference raman spectra of minerals concerning research in art history or archaeology, especially on corroded metals and coloured glass," *Spectrochimica acta part A*, 59, 2247-2266, 2003.
- [27] G. Murugadoss, R. Jayavel, R. Thangamuthu, M. R. Kumar, "PbO/CdO/ZnO and PbS/CdS/ZnS nanocomposites: studies on optical, electrochemical and thermal properties," *Journal of luminescence*, 170, 78-89, 2016.
- [28] G. Ghosh, M. K. Naskar, A. Patra, M. Chatterjee, "Synthesis and characterization of PVP-encapsulated ZnS nanoparticles," *Optical materials*, 28, 1047-1053, 2006.
- [29] Z. M. Sui, X. Chen, L. Y. Wang, L. M. Xu, W. C. Zhuang, Y. C. Chai, C. J. Yang, "Capping effect of CTAB on positively charged Ag nanoparticles," *Physica E*, 33, 308-314, 2006.
- [30] N. Mythili, K. T. Arulmozhi, "Characterization studies on the chemically synthesized α and β phase PbO nanoparticles," *International journal of scientific & engineering research*, 5, 412-416, 2014.

Synthesis and Characterization of PbO Nano-Plates by Sonochemical Method: Effect of Surfactants

S. Yazdani Darki, M. Eslami-Kalantari*, H. Zare*

Faculty of Physics, Yazd University, Yazd

Abstract: In this paper, lead oxide (PbO) nanoplates were successfully synthesized by a sonochemical method in an ambient atmosphere. The prepared nanomaterials have been characterized by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), Raman and ultra violet-visible (UV-Vis) spectroscopy, energy-dispersive X-ray analysis (EDX) and fourier transformed infrared spectroscopy (FTIR). We studied the effect of additions of polyvinyl pyrrolidone (PVP) (a non-ionic ligand) and cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) (a cationic ligand) as a surfactant on the structural and physical properties of lead oxide samples. Fourier transformed infrared spectroscopy confirmed the formation of lead oxide along with the presence of polyvinyl pyrrolidone and cetyltrimethyl ammonium bromide covering the particle surface. Furthermore, the X-ray analysis and Raman spectra showed the formation of α -PbO and β -PbO phases. The results of the scanning electron microscopy images demonstrate the use of polyvinyl pyrrolidone surfactant has resulted in regular nanoplates with a mean diameter of 2 μ m. The results also show if we use cetyltrimethyl ammonium bromide as the surfactant in our experiment, it will result in nanoparticles and microparticles. The synthesized nanoplates have the potential to be used in fabrication of lightweight shielding composites against gamma radiation.

Keywords: Nanoplate, PbO, Sonochemical method, Polyvinyl pyrrolidone, Cetyltrimethyl ammonium bromide.