



One-Step Hydrothermal Synthesis of a Zinc Sulfide/Graphene Oxide Nanocomposite

Monir Niazi¹, Kasra Behzad^{1*}, Afarin Bahrami², Zahra Khalaj¹, Vahid Kiarostami³

¹Department of Physics, ShQ.C., Islamic Azad University, Shahr-e Qods, Iran

²Department of Physics, Isl.C., Islamic Azad University, Tehran, Iran.

³Department of Chemistry, NT.C., Islamic Azad University, Tehran, Iran

Received: 2026-07-25

Revised: 2026-08-31

Accepted: 2026-09-05

Abstract: In this study, the effect of reaction pH on the formation of zinc sulfide/graphene oxide (ZnS/GO) nanocomposites was investigated using a one-step hydrothermal synthesis method. Zinc acetate and sodium sulfide were employed as precursor materials, while graphene oxide (GO) was used as a substrate for the growth of ZnS nanoparticles. The influence of the reaction pH on the formation and structural characteristics of the resulting material was systematically evaluated. The results demonstrated that the formation of the composite was strongly dependent on the reaction pH. An acidic medium favored the formation of the target material, whereas no distinct formation of the nanocomposite was observed under neutral and alkaline conditions. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the formation of crystalline ZnS through the appearance of its characteristic diffraction peaks. Raman and Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopy confirmed the presence of GO and its oxygen-containing functional groups. In addition, energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) verified the presence of carbon, oxygen, zinc, and sulfur, which was consistent with the successful formation of the prepared composite. These findings indicate that pH is a critical parameter in controlling the formation of the material during the hydrothermal process. The one-step hydrothermal method provides a simple and controllable approach for the preparation of ZnS/GO nanocomposites with potential applications in photocatalytic and environmental remediation processes.

Keywords: Graphene oxide, Zinc sulfide, ZnS/GO nanocomposite, One-step hydrothermal synthesis

Corresponding Author. Email: kasra.behzad@gmail.com

How to Cite This Article:

Behzad K., Niazi M., Bahrami A., Khalaj Z., Kiarostami V. One-Step Hydrothermal Synthesis of a Zinc Sulfide/Graphene Oxide Nanocomposite. Nanomeghyas. 2026;():e741152 (In Persian). doi: 10.22034/ns.2026.2095502.1444



This is an open access article under the CC-BY license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

سنتز تک مرحله ای نانوکامپوزیت فوتوکاتالیستی سولفید روی/گرافن اکساید

منیر نیازی^۱ | کسری بهزاد^{۱*} | آفرین بهرامی^۲ | زهرا خلج^۱ | وحید کیارستمی^۳

^۱گروه فیزیک، واحد شهر قدس، دانشگاه آزاد اسلامی، شهر قدس، ایران
^۲گروه فیزیک، واحد اسلامشهر، دانشگاه آزاد اسلامی، اسلامشهر، ایران
^۳گروه شیمی، واحد تهران شمال، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران

تاریخ دریافت: ۱۴۰۵/۰۵/۰۳ تاریخ بازنگری: ۱۴۰۵/۰۶/۰۹ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۵/۰۶/۱۴

چکیده: در این پژوهش، با توجه به اهمیت توسعه روش‌های ساده و قابل کنترل برای سنتز نانوکامپوزیت‌های مبتنی بر GO/ZnS و نقش شرایط واکنش در تشکیل ساختار مطلوب، اثر pH محیط بر سنتز این نانوکامپوزیت مورد بررسی قرار گرفت. نانوکامپوزیت سولفید روی/گرافن اکساید (GO/ZnS) از طریق یک روش هیدروترمال تک‌مرحله‌ای با استفاده از استات روی و سولفید سدیم به‌عنوان پیش‌ماده‌های سنتز و گرافن اکساید به‌عنوان بستر رشد نانوذرات تهیه شد. به‌منظور تعیین شرایط بهینه سنتز، تأثیر pH محیط واکنش بر تشکیل نانوکامپوزیت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که تشکیل موفق نانوکامپوزیت به pH محیط وابسته است؛ به‌گونه‌ای که محیط اسیدی شرایط مطلوب برای تشکیل ساختار این نانوکامپوزیت را فراهم کرد، در حالی که در محیط‌های خنثی و قلیایی تشکیل نانوکامپوزیت مشاهده نشد. الگوی پراش پرتو ایکس با ظهور پیک‌های شاخص فاز ZnS، تشکیل موفق فاز بلوری سولفید روی را تأیید کرد. همچنین، نتایج طیف‌سنجی رامان و مادون قرمز تبدیل فوری حضور گرافن اکساید و گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار آن را نشان داد. آنالیز طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس نیز حضور عناصر اصلی کربن، اکسیژن، روی و گوگرد را تأیید کرد که بیانگر سنتز موفق نانوکامپوزیت سولفید روی/گرافن اکساید بود. یافته‌های این پژوهش نشان می‌دهد که کنترل pH محیط سنتز نقش کلیدی در تشکیل و توسعه ساختار نانوکامپوزیت سولفید روی/گرافن اکساید ایفا می‌کند و روش هیدروترمال تک‌مرحله‌ای مورد استفاده، به دلیل سادگی و قابلیت کنترل شرایط سنتز، می‌تواند رویکردی مناسب برای تهیه این نانوکامپوزیت و بهره‌گیری از آن در کاربردهای فوتوکاتالیستی و زیست‌محیطی باشد.

واژگان کلیدی: گرافن اکساید، سولفید روی، نانوکامپوزیت سولفید روی/گرافن اکساید، سنتز هیدروترمال

نویسنده مسئول: kasra.behzad@gmail.com

نحوه استناد به این مقاله: بهزاد کسری، نیازی منیر، بهرامی آفرین، خلج زهرا، کیارستمی وحید. سنتز تک مرحله ای نانوکامپوزیت فوتوکاتالیستی سولفید روی/گرافن اکساید. Nanomeghyas. 1405;():e741152. doi: 10.22034/ns.2026.2095502.1444

این مقاله تحت مجوز دسترسی آزاد CC-BY منتشر شده است (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)



۱- مقدمه

آلودگی منابع آب ناشی از ورود پساب‌های صنعتی حاوی ترکیبات آلی و رنگ‌ها به یکی از مهم‌ترین چالش‌های زیست‌محیطی جهان تبدیل شده است [۱]. در سال‌های اخیر، استفاده از نانوکامپوزیت‌های نیمه‌رسانا به عنوان فوتوکاتالیست‌های کارآمد، راهکاری مؤثر برای حذف این آلاینده‌ها ارائه کرده است. در این میان، گرافن، گرافن اکساید^۱ و گرافن اکساید کاهش یافته^۲ به دلیل ویژگی‌های ساختاری و شیمیایی منحصر به فرد، توجه پژوهشگران را برای ساخت نانوکامپوزیت‌های پیشرفته در کاربردهایی نظیر تولید فوتوکاتالیستی انرژی و حذف آلاینده‌ها به خود جلب کرده‌اند [۲، ۳]. گرافن به عنوان یکی از مهم‌ترین مواد دوبعدی بر پایه کربن، دارای خواص مکانیکی، حرارتی، الکتریکی و نوری برجسته‌ای است و به همین دلیل بستر مناسبی برای توزیع یکنواخت و پایدارسازی نانوذرات معدنی محسوب می‌شود. این ویژگی‌ها موجب شده است که گرافن در حوزه‌هایی نظیر نانوالکترونیک، زیست‌حسگرها، ابرخازن‌ها، فوتوکاتالیست‌ها و ترانزیستورها کاربرد گسترده‌ای پیدا کند [۴-۷]. گرافن اکساید یکی از مهم‌ترین مشتقات گرافن است که در اثر اکسایش گرافیت تولید می‌شود و به دلیل وجود گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار نظیر هیدروکسیل، اپوکسی، کربونیل و کربوکسیل، خواص متفاوتی نسبت به گرافن از خود نشان می‌دهد [۸-۱۲]. این ماده از لایه‌برداری گرافیت به دست می‌آید [۹] و به دلیل دارا بودن گروه‌های عاملی فعال، قابلیت پراکندگی مناسب در محیط‌های آبی و ایجاد برهم‌کنش مؤثر با نانوذرات نیمه‌رسانا را دارد. همچنین افزودن مقادیر اندکی از گرافن یا مشتقات آن به فلزات، پلیمرها و سرامیک‌ها موجب بهبود خواص مکانیکی، هدایت الکتریکی و مقاومت حرارتی این مواد می‌شود [۱۰]. از سوی دیگر، گرافن عامل‌دار به‌طور گسترده برای ساخت نانوکامپوزیت‌های

تقویت‌شده مورد استفاده قرار گرفته است [۱۱]. تولید گرافن اکساید معمولاً شامل اکسایش شیمیایی گرافیت، ایجاد گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار و سپس لایه‌برداری صفحات گرافنی به کمک فرآیند فراصوت یا عملیات حرارتی است [۱۲]. وجود این گروه‌های عاملی، علاوه بر افزایش خاصیت آب‌دوستی، امکان اتصال مناسب نانوذرات نیمه‌رسانا به سطح گرافن اکساید را فراهم می‌کند. از این‌رو، گرافن اکساید در کاربردهایی نظیر سلول‌های خورشیدی [۱۳]، سامانه‌های دارورسانی^۳ [۱۴] و فوتوکاتالیست‌ها [۱۵] مورد توجه فراوان قرار گرفته است. نانوذرات نیمه‌رسانا نیز به دلیل ویژگی‌های نوری و الکترونیکی مطلوب، کاربردهای گسترده‌ای در فوتوکاتالیز، فوتوتخریب رنگ‌های آلی، حسگرها و تجهیزات نوری یافته‌اند. تاکنون نانوکامپوزیت‌های متعددی شامل [۱۶] اکسید روی/گرافن اکساید^۴ [۱۷] و اکسید نیکل/گرافن اکساید^۵ با خاصیت ضد میکروبی [۱۸] سنتز و بررسی شده‌اند. در این نانوکامپوزیت‌ها، گرافن اکساید با جلوگیری از تجمع نانوذرات، افزایش سطح ویژه و بهبود انتقال بار، نقش مهمی در افزایش کارایی ایفا می‌کند [۱۹]. در میان نیمه‌رساناهای مورد استفاده در سامانه‌های فوتوکاتالیستی، سولفید روی^۶ به واسطه گاف انرژی مستقیم، ویژگی‌های نوری مطلوب، پایداری شیمیایی بالا و فعالیت الکتروشیمیایی مناسب، به عنوان یکی از نیمه‌رساناهای برجسته برای توسعه و ساخت نانوکامپوزیت‌های فوتوکاتالیستی مورد توجه گسترده قرار گرفته است [۲۰، ۲۱]. تاکنون اشکال مختلفی از سولفید روی شامل نانومیله‌ها، نانوسیم‌ها، نانونوارها، نانوکره‌های توخالی، نانوبلورها و نانولوله‌ها گزارش شده است. با وجود این، توسعه روشی ساده، اقتصادی، سازگار با محیط‌زیست و قابل توسعه برای سنتز نانوکامپوزیت سولفید روی/گرافن اکساید^۷ همچنان یکی از چالش‌های مهم این حوزه به شمار می‌رود [۲۲].

^۴ ZnO/GO

^۵ GO-NiO

^۶ ZnS

^۷ ZnS/GO

^۱ Graphene Oxide/GO

^۲ Reduced Graphene Oxide/rGO

^۳ Drug Delivery

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد اولیه

پودر گرافیت، اسید سولفوریک غلیظ^{۱۴} (۹۸٪)، پراکسید هیدروژن^{۱۵} (۳۵٪) و پرمنگنات پتاسیم^{۱۶} از شرکت مرک^{۱۷} تهیه شدند. همچنین، استات روی دی‌هیدرات^{۱۸} و سولفید سدیم^{۱۹} از شرکت سیگما^{۲۰} خریداری شدند. تمامی مواد شیمیایی از گرید آزمایشگاهی برخوردار بوده و بدون انجام هرگونه خالص‌سازی یا عملیات اضافی، در فرآیند سنتز مورد استفاده قرار گرفتند.

۲-۲- سنتز گرافن اکساید

گرافن اکساید با استفاده از روش اصلاح‌شده هامرز^{۲۱} سنتز شد. بدین منظور، ابتدا ۱ گرم پودر گرافیت به ۲۰ میلی‌لیتر اسید سولفوریک غلیظ افزوده شد. سپس ۳ گرم پرمنگنات پتاسیم آرام آرام و تحت شرایط کنترل‌شده به مخلوط اضافه گردید، به‌گونه‌ای که دمای واکنش کمتر از ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد حفظ شد. در طول فرآیند اکسایش، تغییر تدریجی رنگ محلول نشان‌دهنده پیشرفت واکنش اکسیداسیون گرافیت بود. پس از تکمیل مرحله اکسایش، ۵۰ میلی‌لیتر آب دی‌یونیزه به‌صورت تدریجی و سپس به‌صورت ناگهانی به محلول اضافه شد. در ادامه، ۱۲ میلی‌لیتر محلول پراکسید هیدروژن به‌صورت قطره‌ای به مخلوط افزوده شد تا فرآیند اکسایش تکمیل شود. سپس، به‌منظور جداسازی محصول نهایی از محیط واکنش، فرآیند سانتریفیوژ انجام گرفت تا محصول اصلی از محلول جدا شود. رسوب حاصل پس از جداسازی، در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۴۸ ساعت داخل اُون قرار گرفت تا حلال باقی‌مانده حذف شود. در نهایت، پودر به‌دست‌آمده به‌عنوان گرافن اکساید برای سنتز نانوکامپوزیت مورد استفاده قرار گرفت.

روش‌های متنوعی برای سنتز نانوکامپوزیت‌های مبتنی بر گرافن اکساید گزارش شده است [۶، ۱۳، ۲۳-۲۷]. در این میان، روش هیدروترمال به دلیل سادگی، هزینه پایین، بازده مناسب، کنترل مطلوب بر ساختار محصول و قابلیت تولید در مقیاس بالا، یکی از مؤثرترین روش‌های سنتز محسوب می‌شود [۲۲، ۲۸، ۲۹]. مطالعات مختلف نیز کاربردهای موفق نانوکامپوزیت‌های ZnS/GO را در ساخت الکترودهای ابرخازن [۳۰]، تخریب فوتوکاتالیستی رنگ‌های آلی [۳۱] و پوشش‌های خودتمیزشونده [۳۲] را نشان می‌دهند.

با وجود گزارش‌های متعدد درباره سنتز نانوکامپوزیت‌های ZnS/GO، اغلب مطالعات بر توسعه روش‌های سنتز یا بررسی کاربردهای فوتوکاتالیستی متمرکز بوده‌اند و نقش pH محیط سنتز در تشکیل ساختار نانوکامپوزیت به‌صورت نظام‌مند کمتر بررسی شده است. از این‌رو، در این پژوهش نانوکامپوزیت ZnS/GO به روش هیدروترمال تک‌مرحله‌ای^۸ و درجا^۹ با استفاده از استات روی و سولفید سدیم سنتز شد.

در این پژوهش، یک روش هیدروترمال تک‌مرحله‌ای، ساده، کم‌هزینه و قابل توسعه برای سنتز نانوکامپوزیت ZnS/GO ارائه شد و تأثیر pH محیط سنتز بر تشکیل و ویژگی‌های ساختاری این نانوکامپوزیت به‌صورت نظام‌مند مورد بررسی قرار گرفت. به‌منظور ارزیابی ساختار بلوری، ترکیب شیمیایی و گروه‌های عاملی نمونه‌های سنتزشده، از آنالیزهای پراش اشعه ایکس^{۱۰}، طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس^{۱۱}، طیف سنجی مادون قرمز^{۱۲} و رامان^{۱۳} استفاده شد.

¹⁶ KMnO₄

¹⁷ Merck

¹⁸ Zn(CH₃COO)₂·2H₂O

¹⁹ Na₂S·9H₂O

²⁰ Sigma-Aldrich

²¹ Modified Hummers' method

⁸ One-pot

⁹ In-situ

¹⁰ X-ray Diffraction/XRD

¹¹ EDX

¹² Fourier Transform Infrared Spectrometer/FTIR

¹³ Raman

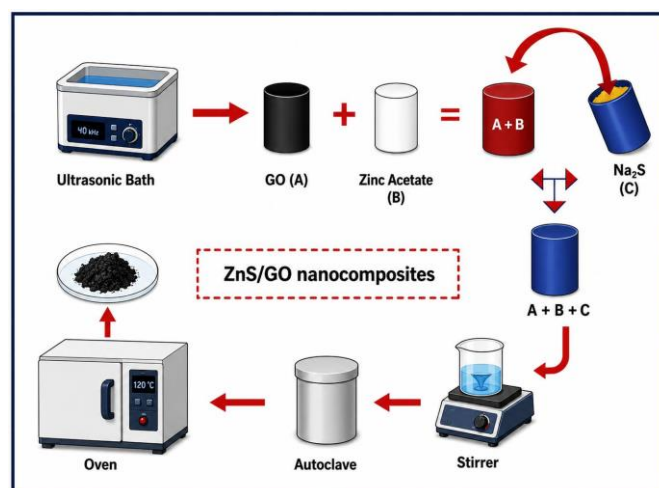
¹⁴ H₂SO₄

¹⁵ H₂O₂

۳-۲- سنتز هیدروترمال تک مرحله ای

نانوکامپوزیت ZnS/GO

در فرآیند سنتز نانوکامپوزیت ZnS/GO تأثیر pH محیط مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از این سنتز نشان داد که شرایط اعمال شده نقش مهمی در فرآیند تشکیل و ویژگی‌های نانوکامپوزیت سنتز شده دارد. نمای شماتیک مراحل سنتز در شکل 1 ارائه شده است.



شکل 1 شماتیک مراحل آماده سازی نانوکامپوزیت

برای تهیه محلول A، مقدار ۰/۱۲ گرم گرافن اکساید خشک سنتز شده در مخلوط آب دی‌یونیزه و اتانول با نسبت حجمی ۱۰:۱ پراکنده شد^{۲۲}. سپس، سوسپانسیون حاصل به مدت ۱۲۰ دقیقه تحت فرآیند آلتراسونیک قرار گرفت، در حالی که دمای محیط کمتر از ۵۰ درجه سانتی‌گراد حفظ شد. به‌طور هم‌زمان، مقدار ۰/۱۰۹ گرم استات روی (۴/۳۹ گرم بر لیتر) در ۲۵ میلی‌لیتر آب دی‌یونیزه حل شد. pH محلول حاصل با افزودن تدریجی اسید سولفوریک غلیظ تا مقدار ۳ تنظیم گردید که در طی این فرآیند تغییر رنگ محلول از کهربایی به حالت دوغابی مشاهده شد (محلول B).

محلول C با حل کردن ۰/۰۰۶ گرم سولفید سدیم (۰/۱۲ گرم بر لیتر) در ۵ میلی‌لیتر آب دی‌یونیزه تهیه شد و به مدت ۳۰ دقیقه روی هم زن مغناطیسی قرار گرفت. سپس محلول‌های A و B در چهار مرحله طی مدت ۲۰ دقیقه، در حالی که روی هم‌زن

مغناطیسی قرار داشتند با یکدیگر مخلوط شدند. پس از مشاهده تشکیل رسوب سفیدرنگ، رسوب حاصل با استون شست‌وشو داده شده و در نهایت خشک گردید.

در ادامه کار، محلول C طی مدت ۲۰ دقیقه به مخلوط نهایی (A+B) اضافه شد. تمامی مراحل اولیه سنتز تحت جریان گاز آرگون به‌منظور ایجاد شرایط بی‌اثر انجام شد. سپس سوسپانسیون کلوئیدی حاصل به مدت ۳۰ دقیقه در حمام آلتراسونیک قرار گرفت. سوسپانسیون نهایی در یک بطری شیشه‌ای ۶۰ میلی‌لیتری در بسته داخل یک اتوکلاو قرار گرفت و فرآیند هیدروترمال در دمای ۱۴۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۸ ساعت انجام گرفت. پس از پایان واکنش، نمونه در دمای اتاق قرار گرفت و به آرامی سرد شد.

در نهایت، نانوکامپوزیت حاصل با استفاده از فیلتراسیون جداسازی شده و چندین مرتبه شست و شو با آب دی‌یونیزه و اتانول در آون با دمای ۶۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲۴ ساعت خشک گردید.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی ساختاری و بهینه‌سازی شرایط سنتز

نانوکامپوزیت ZnS/GO

گرافن اکساید با موفقیت به روش اصلاح‌شده هارمز سنتز شد و تشکیل آن با استفاده از طیف‌سنجی رامان و پراش پرتو ایکس تأیید گردید. پس از اطمینان از سنتز موفق GO، شرایط سنتز نانوکامپوزیت ZnS/GO به‌منظور دستیابی به ساختاری با کیفیت مطلوب مورد بررسی قرار گرفت.

به‌منظور ارزیابی اثر شرایط سنتز، از آنالیز پراش پرتو ایکس برای بررسی تغییرات ساختاری نمونه‌های سنتز شده استفاده شد. نتایج نشان داد که pH محیط واکنش یکی از مهم‌ترین عوامل مؤثر بر فرآیند تشکیل نانوکامپوزیت ZnS/GO است. مطالعات پیشین نیز نشان داده‌اند که تنظیم pH می‌تواند در فرآیند رشد بلورها بر اندازه ذرات، مورفولوژی، میزان بلورینگی و توزیع نانوذرات کنترل داشته باشد و در نهایت موجب بهبود عملکرد نانو مواد شود [۳۳].

بررسی نتایج حاصل از الگوهای XRD نشان داد که تغییر pH تأثیر قابل‌توجهی بر تشکیل فاز و ویژگی‌های بلوری نانوکامپوزیت

می‌تواند برای بررسی ویژگی‌های ساختاری و میزان بی‌نظمی در مواد کربنی آمورف مورد استفاده قرار گیرد [۳۶].

اگرچه شدت پیک D' معمولاً به‌مراتب کمتر از پیک D است، اما در نمونه‌های کربنی با غلظت متوسطی از عیوب ساختاری، این پیک به‌خوبی قابل تشخیص بوده و از پیک G قابل تفکیک است. بررسی جابه‌جایی مکان پیک و پهن‌شدگی پیک G در طیف رامان، اطلاعات ارزشمندی درباره تأثیر عوامل خارجی و تغییرات ساختاری در مواد مبتنی بر گرافن ارائه می‌دهد. این تغییرات بیانگر دگرگونی‌های ساختاری در گرافن اکساید طی فرآیند احیا در دماهای مختلف بازپخت بوده و منجر به تغییر در نوع و غلظت عیوب ساختاری می‌شوند.

علاوه بر این، برای توصیف دقیق‌تر فرآیند پراکندگی فونون، استفاده از مساحت زیر پیک‌های رامان نسبت به توجه صرف بر نسبت شدت پیک‌ها توصیه می‌شود؛ زیرا این پارامتر اطلاعات جامع‌تری از ویژگی‌های ساختاری نمونه ارائه می‌کند. نتایج حاصل از این پژوهش، مطابق با شکل‌های 2a و 2b این رفتار را به‌خوبی تأیید می‌کند.

پیک D به‌عنوان شاخصی از وجود عیوب ساختاری در مواد مبتنی بر گرافن، از جمله نقص‌های شبکه، بی‌نظمی ساختاری، حفره‌ها و میزان اکسایش شناخته می‌شود. در مقابل، پیک G به مد فونونی E_2g مربوط به ارتعاش اتم‌های کربن با هیبریداسیون sp^2 نسبت داده می‌شود، در حالی که پیک $2D$ با نحوه آرایش و ترتیب لایه‌های گرافن و برهم‌کنش میان آن‌ها ارتباط دارد [۱۲، ۳۵].

شکل ۲ طیف رامان نانولایه‌های گرافن اکساید سنتز شده را نشان می‌دهد. در این طیف، باندهای G و D به‌ترتیب در اعداد موج 1608 cm^{-1} و 1356 cm^{-1} مشاهده شدند. بر اساس گزارش‌های موجود، این باندها معمولاً در حدود 1594 cm^{-1} و 1363 cm^{-1} ظاهر می‌شوند و جابه‌جایی مشاهده شده در این پژوهش را می‌توان به کاهش اندازه نواحی sp^2 درون صفحه‌ای در اثر اکسایش گسترده نسبت داد [۳۷-۳۹]. همچنین افزایش نسبت شدت I_D/I_G نشان‌دهنده افزایش میزان نقص‌های ساختاری و

ZnS/GO دارد. در میان شرایط بررسی‌شده، محیط اسیدی مناسب‌ترین شرایط را برای سنتز این نانوکامپوزیت فراهم کرد و نمونه تهیه‌شده در این pH از بلورینگی بهتر و تشکیل فاز مطلوب‌تری نسبت به سایر نمونه‌ها برخوردار بود. این رفتار را می‌توان به کنترل مناسب فرآیند رشد نانوذرات ZnS و همچنین برهم‌کنش مؤثرتر آن‌ها با گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار موجود بر سطح گرافن اکساید نسبت داد. بر این اساس، محیط اسیدی به‌عنوان شرایط بهینه سنتز انتخاب شد و تمامی آزمون‌های تکمیلی بر روی نمونه تهیه‌شده در این شرایط انجام گرفت. تمامی پردازش‌های آماری، ترسیم نمودارها و تحلیل داده‌ها نیز با استفاده از نرم‌افزار OriginPro 8.6 انجام شد.

۲-۳ تحلیل ساختاری و عیوب شبکه نانوکامپوزیت ZnS/GO بر پایه طیف‌سنجی رامان

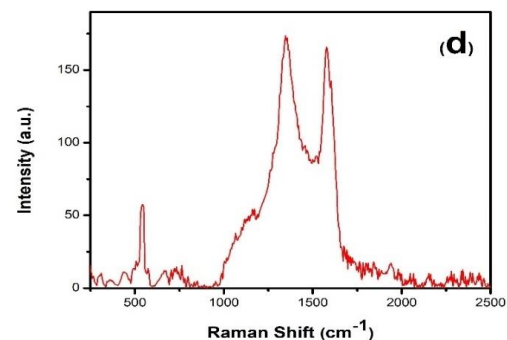
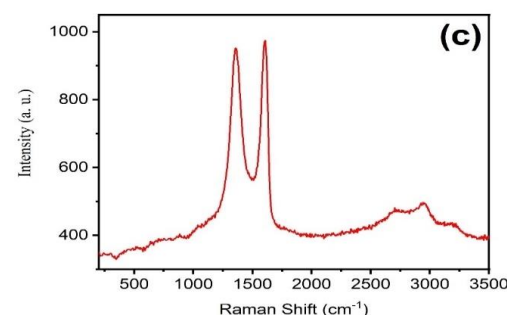
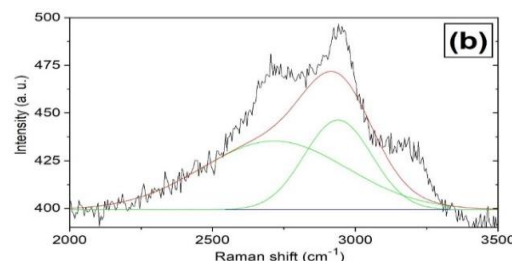
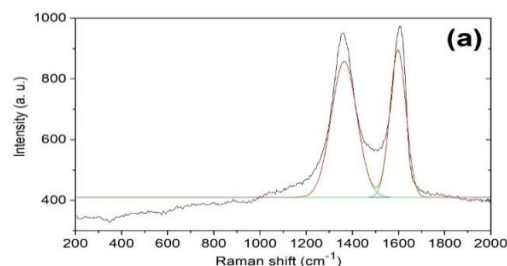
طیف‌سنجی رامان به‌عنوان یک روش استاندارد و غیرمخرب، یکی از مهم‌ترین ابزارها برای بررسی میزان بی‌نظمی و نقص‌های ساختاری در مواد کربنی با ابعاد مختلف، از جمله نانوساختارهای صفر، یک، دو و سه‌بعدی، محسوب می‌شود. این روش همچنین امکان بررسی تغییرات ساختاری ناشی از فرآیندهای اکسایش و کاهش در ساختار گرافن و مشتقات آن را فراهم می‌کند [۳۴، ۳۵]. مطالعات پیشین نشان داده‌اند که طیف رامان کربن آمورف را می‌توان با استفاده از روش‌های غیرخطی تفکیک پیک‌ها^{۲۳} تحلیل کرد. در این روش، ابتدا طیف‌های اندازه‌گیری‌شده با استفاده از روش هموار سازی مبتنی بر کمترین مربعات پردازش شدند و سپس فرآیند تفکیک پیک‌ها انجام شد. طیف رامان کربن آمورف معمولاً از پهنه‌های ارتعاشی گسترده‌ای تشکیل شده است که به دلیل بی‌نظمی ساختاری، تفکیک مستقیم مؤلفه‌های آن دشوار است. بر اساس رویکرد ارائه‌شده توسط Wang و همکاران، می‌توان طیف رامان کربن آمورف را با استفاده از تفکیک^{۲۴} مؤلفه‌های طیفی تحلیل کرد و سهم باندهای مختلف را در طیف کلی مورد بررسی قرار داد. این رویکرد امکان تفسیر دقیق‌تر ویژگی‌های باندهای رامان و ارتباط آن‌ها با ساختار کربنی را فراهم می‌کند. از این منظر، تحلیل شکل، موقعیت و شدت نسبی مؤلفه‌های طیف رامان

²⁴ Deconvolution

²³ Deconvolution

تشکیل موفق گرافن اکساید است که با نتایج مطالعات پیشین همخوانی دارد [۲۷].

علاوه بر این، پیک در محدوده 500 cm^{-1} تا 600 cm^{-1} در شکل 2d مشاهده شد که به ارتعاشات مشخصه پیوندهای Zn-S مربوط بوده و تشکیل فاز سولفید روی را تأیید می‌کند. این نتیجه نیز با گزارش‌های پیشین مطابقت دارد [۴۰].

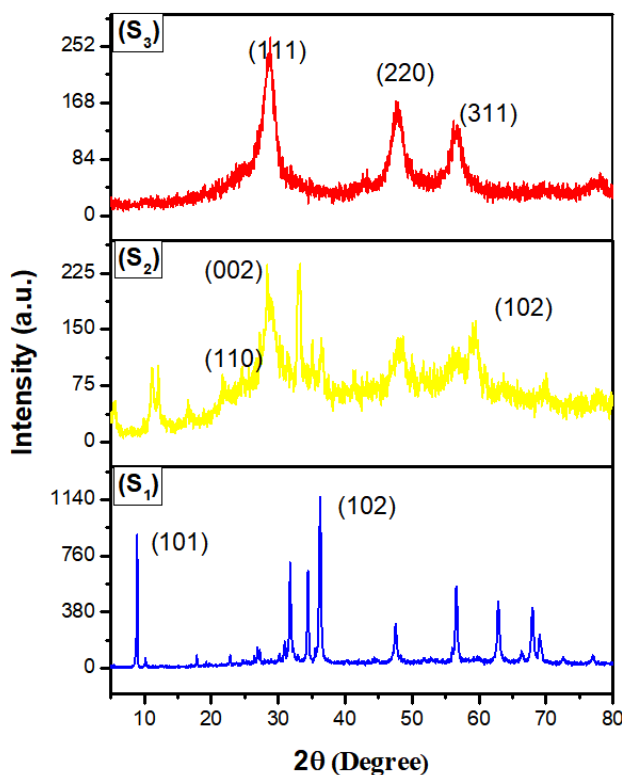


شکل ۲. طیف‌های رامان مرتبه اول و پیک رامان برازش شده برای گرافن اکساید 2a: محدوده $2000\text{--}4500\text{ cm}^{-1}$ ، 2b: محدوده $200\text{--}2000\text{ cm}^{-1}$ ، 2c: گرافن اکساید، 2d: طیف‌های رامان نانوکامپوزیت‌های ZnS/GO

۳-۳ بررسی گروه‌های عاملی FTIR

طیف‌های FTIR مربوط به نمونه گرافن اکساید و نانوکامپوزیت ZnS/GO در شکل ۳ ارائه شده است. بررسی این طیف‌ها وجود گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار در ساختار GO و تغییرات ایجاد شده پس از تشکیل نانوکامپوزیت را نشان می‌دهد. در طیف FTIR نمونه GO، باند جذبی پهن مشاهده شده در محدوده حدود 3400 cm^{-1} به ارتعاش کششی گروه‌های هیدروکسیل ($\text{OH}-$) نسبت داده می‌شود که ناشی از گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار موجود در سطح گرافن اکساید و همچنین مولکول‌های آب جذب شده است. پیک مشاهده شده در 1576 cm^{-1} به ارتعاش کششی پیوند $\text{C}=\text{C}$ در ساختار کربنی با هیبریداسیون sp^2 نسبت داده می‌شود. همچنین، باند جذبی در 1079 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی پیوند $\text{C}-\text{O}$ است. گروه‌های کربونیل ($\text{C}=\text{O}$) نیز معمولاً با ظهور باند جذبی در محدوده $1700\text{--}1730\text{ cm}^{-1}$ در طیف FTIR گرافن اکساید مشخص می‌شوند. پس از تشکیل نانوکامپوزیت ZnS/GO، یک باند جذبی جدید در محدوده 557 cm^{-1} مشاهده شد که به ارتعاش پیوند Zn-S نسبت داده می‌شود. ظهور این باند نشان‌دهنده حضور فاز ZnS در ساختار نانوکامپوزیت است. با این حال، تأیید تشکیل نهایی نانوکامپوزیت ZnS/GO بر اساس مجموعه نتایج حاصل از آزمون‌های مختلف مشخصه‌یابی انجام می‌شود و نتایج FTIR تنها اطلاعات مربوط به گروه‌های عاملی و پیوندهای شیمیایی موجود در ساختار را ارائه می‌دهد.

نتایج به دست آمده با گزارش‌های پیشین همخوانی مناسبی دارد. بر اساس مطالعات منتشر شده، طیف FTIR گرافن اکساید معمولاً دارای باندهای جذبی مشخصه مربوط به گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار است؛ به طوری که پیک مربوط به گروه $\text{C}=\text{O}$ در محدوده $1700\text{--}1730\text{ cm}^{-1}$ ، باند مربوط به پیوند $\text{C}-\text{O}-\text{C}$ در محدوده $1200\text{--}1250\text{ cm}^{-1}$ و باند مربوط به $\text{C}-\text{O}$ در محدوده $1000\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$ گزارش شده است [۴۱]. همچنین، یک باند پهن در محدوده 3450 cm^{-1} تا 3500 cm^{-1} به ارتعاش گروه‌های هیدروکسیل ($\text{OH}-$) و مولکول‌های آب جذب شده روی سطح گرافن اکساید نسبت داده می‌شود [۴۲]. حضور باندهای



شکل ۴: الگوی XRD نانوکامپوزیت‌های ZnS/GO در محیط‌های (S₁): قلیایی، (S₂): خنثی و (S₃): اسیدی

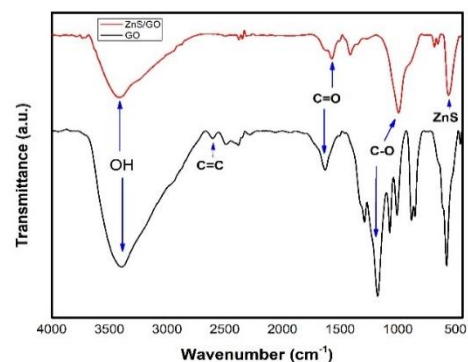
نتایج XRD نشان داد که pH محیط سنتز نقش تعیین‌کننده‌ای در تشکیل فاز نهایی دارد. در شرایط اسیدی (pH=3)، الگوی پراش مربوط به تشکیل موفق نانوکامپوزیت ZnS/GO مشاهده شد، در حالی که نمونه‌های تهیه‌شده در محیط‌های خنثی و قلیایی عمدتاً الگوی مربوط به ZnO/GO را نشان دادند. این نتایج بیانگر آن است که کاهش pH، تشکیل فاز سولفید روی را تسهیل کرده و از تشکیل اکسید روی جلوگیری می‌کند. بر این اساس، pH=3 به‌عنوان شرایط بهینه سنتز انتخاب شد و تمامی بررسی‌های بعدی بر روی نمونه تهیه‌شده در این شرایط انجام گرفت.

در نمونه S₁ که در محیط قلیایی سنتز شد، پیک‌های مشخصه ZnS/GO در الگوی XRD مشاهده نشد. همچنین، در نمونه S₂ که در pH خنثی تهیه شد، شدت پیک‌های مربوط به ZnS بسیار ضعیف بود و تشکیل کامل این فاز تأیید نشد. با این وجود نمونه S₃ که در محیط اسیدی سنتز شد، الگوی پراش مشخص و واضحی از نانوکامپوزیت ZnS/GO را نشان داد که بیانگر تشکیل موفق فاز بلوری ZnS بر روی صفحات گرافن اکساید است. این نتایج به‌خوبی نشان می‌دهد که pH یکی از مهم‌ترین پارامترهای مؤثر

جذبی مربوط به گروه‌های اکسیژن‌دار نظیر OH⁻، C=O و C-O نیز در مطالعات مختلف گزارش شده است [۳۹].

در مجموع، نتایج حاصل از آنالیز FTIR با داده‌های به‌دست‌آمده از طیف‌سنجی رامان تطابق مطلوبی دارد و هر دو روش به‌طور متقابل تشکیل موفق گرافن اکساید و حفظ گروه‌های عاملی اکسیژن‌دار را تأیید می‌کنند. این همخوانی، علاوه بر تأیید کیفیت سنتز، بیانگر دقت روش‌های شناسایی به‌کاررفته و تشکیل موفق نانوکامپوزیت ZnS/GO در این پژوهش است.

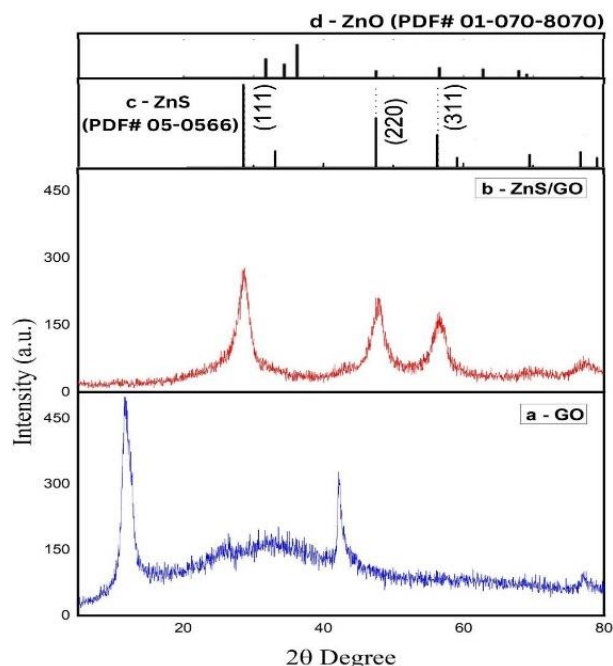
همان‌گونه که در بخش روش تحقیق بیان شد، نانوکامپوزیت‌های ZnS/GO در سه محیط با pH=3 اسیدی، pH=7 خنثی و قلیایی pH=12 سنتز شدند تا تأثیر pH بر تشکیل فاز و ساختار بلوری محصول نهایی مورد بررسی قرار گیرد.



شکل ۳. طیف مادون قرمز GO و نانوکامپوزیت ZnS/GO

۳-۴ بررسی الگوهای پراش پرتو ایکس XRD

شکل ۴ الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های سنتز شده در شرایط مختلف را نشان می‌دهد؛ به‌طوری‌که نمونه‌های S₁، S₂ و S₃ به‌ترتیب مربوط به محیط‌های قلیایی، خنثی و اسیدی هستند.



شکل ۵: الگوی XRD GO (5a) و نانوکامپوزیت ZnS/GO (5b)، پیک‌های ZnO (5c) و پیک‌های ZnS (5d).

مقایسه الگوهای تجربی با کارتهای استاندارد نشان می‌دهد که نمونه سنتز شده در محیط اسیدی با ساختار بلوری ZnS انطباق مطلوبی داشته و تشکیل موفق نانوکامپوزیت ZnS/GO را تأیید می‌کند. مشخصات سه پیک اصلی مربوط به فاز ZnS نیز در جدول ۱ ارائه شده است.

Peak number	2θ	hkl	d (nm)	Rel. intensity (%)
1	28.62	000	0.3116	100
2	47.73	000	0.1904	59.49
3	56.51	000	0.1627	42.42

جدول ۱: الگوهای XRD شاخص گذاری شده نانوکامپوزیت ZnS/GO

۳-۵- بررسی ترکیب عنصری نانوکامپوزیت ZnS/GO با استفاده از آنالیز EDX

به منظور بررسی ترکیب عنصری و تأیید تشکیل نانوکامپوزیت ZnS/GO، آنالیز طیف‌سنجی پراکندگی انرژی پرتو ایکس (EDX) انجام شد. این روش به عنوان یکی از تکنیک‌های دقیق

بر مسیر واکنش، تشکیل فاز و ساختار بلوری نانوکامپوزیت ZnS/GO است.

شکل ۵ الگوهای XRD مربوط به گرافن اکساید خالص و نانوکامپوزیت ZnS/GO را نشان می‌دهد. مطابق شکل 5a، حضور پیک مشخص در حدود $2\theta \approx 10^\circ$ که به صفحه بلوری (001) گرافن اکساید نسبت داده می‌شود، سنتز موفق GO را تأیید می‌کند. همچنین، پیکی با شدت کمتر در حدود $2\theta \approx 42.7^\circ$ مربوط به صفحه (100) مشاهده شد که با نتایج گزارش شده در مطالعات پیشین مطابقت دارد [۴۳-۴۶].

در الگوی XRD نانوکامپوزیت ZnS/GO (شکل 5b)، پیک شاخص گرافن اکساید در حدود 10° درجه به طور محسوسی کاهش یافته یا حذف شده است که این موضوع در مطالعات پیشین نیز گزارش شده و به برهم کنش نانوذرات ZnS با صفحات GO نسبت داده می‌شود [۵]. در مقابل، سه پیک تیز و با شدت بالا در محدوده 2θ تا 60° درجه ظاهر شده‌اند که مشخصه ساختار بلوری ZnS هستند و تشکیل موفق نانوکامپوزیت را تأیید می‌کنند. موقعیت این پیک‌ها با نتایج گزارش شده در منابع پیشین مطابقت دارد [۵، ۳۲، ۴۷].

به منظور مقایسه و تأیید فازهای تشکیل شده، الگوهای پراش استاندارد ZnS (PDF card No. 05-0566) و

ZnO (PDF card No. 01-070-8070) به ترتیب در شکل های 5c و 5d ارائه شده است [۴۸، ۴۹].

در این پژوهش، گرافن اکساید (GO) و نانوکامپوزیت ZnS/GO به ترتیب با استفاده از روش اصلاح شده هامرز و یک روش هیدروترمال ساده و مؤثر سنتز شدند. تأثیر شرایط سنتز بر تشکیل نانوکامپوزیت ZnS/GO به صورت سیستماتیک مورد بررسی قرار گرفت و نتایج نشان داد که ایجاد محیط اسیدی همراه با گاز آرگون (Ar)، مناسب ترین شرایط را برای تشکیل فاز مطلوب ZnS/GO فراهم می کند.

تشکیل موفق گرافن اکساید و ویژگی های ساختاری آن با استفاده از آنالیزهای رامان و FTIR تأیید شد. نتایج این آزمون ها حضور گروه های عاملی اکسیژن دار و تغییرات ساختاری ناشی از فرآیند اکسایش گرافن را نشان دادند. همچنین، نتایج حاصل از آنالیز XRD تشکیل فاز بلوری ZnS و برهم کنش مناسب میان ZnS و ساختار GO را تأیید کرد. علاوه بر این، آنالیز EDX حضور عناصر اصلی تشکیل دهنده شامل کربن (C)، اکسیژن (O)، روی (Zn) و گوگرد (S) را تأیید کرده و ترکیب عنصری مناسب نانوکامپوزیت سنتز شده را نشان داد.

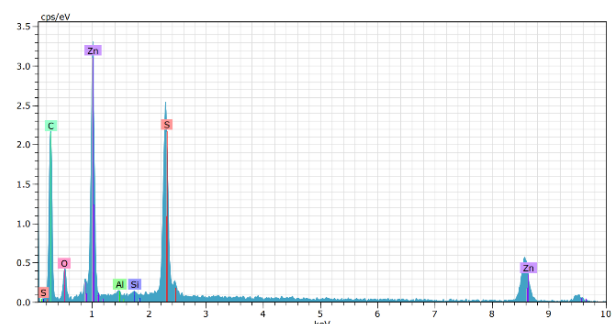
یافته های این پژوهش نشان می دهد که کنترل دقیق شرایط واکنش، به ویژه pH محیط سنتز و شرایط اتمسفری، نقش مهمی در هدایت مسیر تشکیل و دستیابی به نانوکامپوزیت ZnS/GO با ساختار مطلوب دارد. استفاده از یک مسیر سنتز هیدروترمال یک مرحله ای و قابل کنترل، روشی ساده و کارآمد برای تهیه این نانوکامپوزیت ارائه می دهد. این رویکرد می تواند زمینه را برای توسعه مواد پایه ZnS/GO در کاربردهای آینده، به ویژه در حوزه های تصفیه آلاینده های زیست محیطی و سامانه های فوتوکاتالیستی پیشرفته، فراهم سازد.

۵- تشکر و قدردانی

نویسندگان بر خود لازم می دانند از سرکار خانم زهرا جباری و جناب آقای علی عباسیان به پاس همکاری و حمایت ارزشمند ایشان در فراهم کردن امکان استفاده از امکانات و تجهیزات آزمایشگاه نانو و آزمایشگاه تحقیقات پیشرفته دانشگاه آزاد اسلامی، واحد

شناسایی عناصر، بر اساس برهم کنش نمونه با پرتوهای ایکس و اندازه گیری انرژی مشخصه پرتوهای منتشر شده، امکان تعیین عناصر موجود در ساختار مواد را فراهم می کند.

مطابق شکل ۶ نتایج حاصل از آنالیز EDX حضور عناصر اصلی تشکیل دهنده نانوکامپوزیت شامل کربن (C)، اکسیژن (O)، روی (Zn) و گوگرد (S) را به وضوح نشان می دهد. مشاهده عناصر کربن و اکسیژن، وجود ساختار گرافن اکساید را در محصول نهایی تأیید می کند، در حالی که حضور هم زمان عناصر روی و گوگرد، تشکیل فاز سولفید روی را نشان می دهد.



شکل ۶: نمودار EDX از کربن، اکسیژن، روی و گوگرد نانوکامپوزیت

علاوه بر شناسایی عناصر، نتایج کمی حاصل از آنالیز EDX نشان داد که نسبت عناصر روی و گوگرد با نسبت استوکیومتری مورد انتظار برای ZnS مطابقت دارد. این موضوع بیانگر توزیع مناسب عناصر سازنده و تشکیل موفق ساختار ZnS در بستر گرافن اکساید است. همچنین، عدم مشاهده ناخالصی های عنصری قابل توجه در طیف EDX نشان دهنده خلوص مناسب نانوکامپوزیت سنتز شده است.

به طور کلی، نتایج حاصل از EDX شواهد قابل اعتمادی از ترکیب عنصری صحیح و یکپارچگی ساختاری نانوکامپوزیت ZnS/GO ارائه می دهد. علاوه بر این، داده های به دست آمده از EDX در کنار نتایج حاصل از آنالیزهای XRD، Raman و FTIR، تشکیل موفق نانوکامپوزیت ZnS/GO، حضور هم زمان فاز ZnS و ساختار گرافن اکساید، و صحت روش سنتز به کار رفته را تأیید می کنند. این همخوانی میان نتایج آنالیزهای مختلف، قابلیت اطمینان و دقت روش های شناسایی استفاده شده در این پژوهش را نشان می دهد.

۴- نتیجه گیری

Energy, vol. 45, no. 33, pp. 16606-16613, 2020.
<https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.04.158>

- [7] P. Mosayebi, D. Dorrani, A. Sari, and K. Behzad, "Water chemical treatment by photocatalytic activity of reduced graphene oxide-decorated zinc sulfide nanocomposite," *Physica Scripta*, vol. 98, no. 11, p. 115949, 2023. [10.1088/1402-4896/acfea1](https://doi.org/10.1088/1402-4896/acfea1)
- [8] O. Gullu, M. Cankaya, and V. Rajagopal Reddy, "Barrier enhancement of Al/n-InP Schottky diodes by graphene oxide thin layer: O Gullu et al," *Indian Journal of Physics*, vol. 93, no. 4, pp. 467-474, 2019. [10.1007/s12648-018-1311-4](https://doi.org/10.1007/s12648-018-1311-4)
- [9] W. Qian et al., "Solvothelmal-assisted exfoliation process to produce graphene with high yield and high quality," *Nano Research*, vol. 2, no. 9, pp. 706-712, 2009. [10.1007/s12274-009-9074-z](https://doi.org/10.1007/s12274-009-9074-z)
- [10] D. G. Papageorgiou, I. A. Kinloch, and R. J. Young, "Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites," *Progress in materials science*, vol. 90, pp. 75-127, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.07.000>
- [11] M.-W. Lee, T.-Y. Wang, and J.-L. Tsai, "Mechanical properties of nanocomposites with functionalized graphene," *Journal of composite materials*, vol. 50, no. 27, pp. 3779-3789, 2016. <https://doi.org/10.1177/0021998315625788>
- [12] W.-Z. Fang, L. Peng, Y.-J. Liu, F. Wang, Z. Xu, and C. Gao, "A review on graphene oxide two-dimensional macromolecules: from single molecules to macro-assembly," *Chinese Journal of Polymer Science*, vol. 39, no. 3, pp. 267-308, 2021. [10.1007/s10118-021-2515-1](https://doi.org/10.1007/s10118-021-2515-1)
- [13] J. Kusuma, R. G. Balakrishna, S. Patil, M. Jyothi, H. Chandan, and R. Shwetharani, "Exploration of graphene oxide nanoribbons as excellent electron conducting network for third generation solar cells," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 183, pp. 211-219, 2018. [10.1016/j.solmat.2018.01.039](https://doi.org/10.1016/j.solmat.2018.01.039)
- [14] N. Karki et al., "Functionalized graphene oxide as a vehicle for targeted drug delivery and bioimaging applications," *Journal of*

شهرقدس، صمیمانه قدردانی کنند. حمایت‌های ایشان نقش مؤثری در اجرای موفق این پژوهش داشت.

۵-منافع

نویسندگان اعلام می‌دارند که در ارتباط با این پژوهش هیچ‌گونه تعارض منافع وجود ندارد.

۶-مراجع

- [1] M. Farbod and V. Kargar dehbidi, "Investigating the effect of adding Ag nanoparticles on the photocatalytic activity of Fe₂O₃-ZnO nanocomposite," *Nanomeghyas*, vol. 11, no. 3, pp. 90-81, 2024.[In persian]
- [2] G. Mamba et al., "State of the art on the photocatalytic applications of graphene based nanostructures: From elimination of hazardous pollutants to disinfection and fuel generation," *Journal of Environmental Chemical Engineering*, vol. 8, no. 2, p. 103505, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2019.103505>
- [3] J. Kaur, K. Anand, K. Anand, R. Thangaraj, and R. Singh, "Synthesis, characterization and photocatalytic activity of visible-light-driven reduced graphene oxide-CeO₂ nanocomposite," *Indian Journal of Physics*, vol. 90, no. 10, pp. 1183-1194, 2016. <https://doi.org/10.1007/s12648-016-0861-6>
- [4] J. Cao et al., "One-step hydrothermal synthesis of shape-controlled ZnS-graphene oxide nanocomposites," *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, vol. 26, no. 2, pp. 646-650, 2015. <https://doi.org/10.1007/s10854-014-2444-7>
- [5] S. Pan and X. Liu, "ZnS-Graphene nanocomposite: Synthesis, characterization and optical properties," *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 191, pp. 51-56, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2012.02.048>
- [6] L. Tie et al., "In-situ construction of graphene oxide in microsphere ZnS photocatalyst for high-performance photochemical hydrogen generation," *International Journal of Hydrogen*

- morphological, optical, electrical, magnetic and photocatalytic properties," *Physica B: Condensed Matter*, vol. 603, p. 412776, 2021. [10.1016/j.physb.2020.412776](https://doi.org/10.1016/j.physb.2020.412776)
- [22] L. Li *et al.*, "Facile synthesis and characterization of GO/ZnS nanocomposite with highly efficient photocatalytic activity," *Electronic Materials Letters*, vol. 14, no. 6, pp. 739-748, 2018. <https://doi.org/10.1007/s13391-018-0082-6>
- [23] Y. Hai, S. Wang, H. Liu, G. Lv, L. Mei, and L. Liao, "Nanosized Zinc Sulfide/Reduced Graphene Oxide Composite Synthesized from Natural Bulk Sphalerite as Good Performance Anode for Lithium-Ion Batteries: Hai, Wang, Liu, Lv, Mei, and Liao," *Jom*, vol. 72, no. 12, pp. 4505-4513, 2020. <https://doi.org/10.1007/s11837-020-04372-5>
- [24] J. Du, Y. Tian, N. Li, J. Zhang, and W. Zuo, "Enhanced antifouling performance of ZnS/GO/PVDF hybrid membrane by improving hydrophilicity and photocatalysis," *Polymers for Advanced Technologies*, vol. 30, no. 2, pp. 351-359, 2019. <https://doi.org/10.1002/pat.4472>
- [25] Y. Ye, L. Wang, K. Liu, and J. Li, "A label-free and sensitive electrochemiluminescence sensor based on a simple one-step electrodeposition of Go/ZnS modified electrode for trace copper ions detection," *Microchemical Journal*, vol. 155, p. 104749, 2020. [10.1016/j.microc.2020.104749](https://doi.org/10.1016/j.microc.2020.104749)
- [26] T. Mahvelati-Shamsabadi, E. K. Goharshadi, M. Shafaei, and Z. Niazi, "ZnS@ reduced graphene oxide nanocomposite as an effective sunlight driven photocatalyst for degradation of reactive black 5: a mechanistic approach," *Separation and Purification Technology*, vol. 202, pp. 326-334, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2018.04.001>
- [27] K. Behzad, M. Niazi, and A. Bahrami, "Synthesis of ZnO/Graphene Oxide Nanocomposites and its Application in the Photo-removal of Methylene Blue Dye from Aqueous Solution under Ultra Violet Light," *Journal of Nanoanalysis*, vol. 2, no. 2, p. *Materials Chemistry B*, vol. 8, no. 36, pp. 8116-8148, 2020. <https://doi.org/10.1039/d0tb01149e>
- [15] J. L. Lopes, S. Fateixa, A. C. Estrada, J. D. Gouveia, J. R. Gomes, and T. Trindade, "Surface-enhanced Raman scattering due to a synergistic effect on ZnS and graphene oxide," *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 124, no. 23, pp. 12742-12751, 2020. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.0c02135>
- [16] N. Verma, T. S. Chundawat, H. Chandra, and D. Vaya, "An efficient time reductive photocatalytic degradation of carcinogenic dyes by TiO₂-GO nanocomposite," *Materials Research Bulletin*, vol. 158, p. 112043, 2023. [10.1016/j.materresbull.2022.112043](https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2022.112043)
- [17] P. Bharadwaj, G. R. Kiran, and S. G. Acharyya, "Remarkable performance of GO/ZnO nanocomposites under optimized parameters for remediation of Cd (II) from water," *Applied Surface Science*, vol. 626, p. 157238, 2023. [10.1016/j.apsusc.2023.157238](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2023.157238)
- [18] S. Archana *et al.*, "Synthesis of nickel oxide grafted graphene oxide nanocomposites-A systematic research on chemisorption of heavy metal ions and its antibacterial activity," *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, vol. 16, p. 100486, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2021.100486>
- [19] L. Liu *et al.*, "Agglomerated nickel-cobalt layered double hydroxide nanosheets on reduced graphene oxide clusters as efficient asymmetric supercapacitor electrodes," *Journal of Materials Research*, vol. 35, no. 9, pp. 1205-1213, 2020. <https://doi.org/10.1557/jmr.2020.39>
- [20] E. Erçarıkcı, Z. Aksu, E. Topçu, and K. D. Kıranşan, "Zns nanoparticles- decorated composite graphene paper: a novel flexible electrochemical sensor for detection of dopamine," *Electroanalysis*, vol. 34, no. 1, pp. 91-102, 2022. <https://doi.org/10.1002/elan.202100496>
- [21] A. Jrad, M. Naouai, A. Abdallah, S. Ammar, and N. Turki-Kamoun, "Doping ZnS films with cobalt: structural, compositional,

- <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2013.06.006>
- [34] E. Vaghri, Z. Khalaj, and D. Dorranian, "Investigating the effects of different liquid environments on the characteristics of multilayer graphene and graphene oxide nanosheets synthesized by green laser ablation method," *Diamond and Related Materials*, vol. 103, p. 107697, 2020. [10.1016/j.diamond.2020.107697](https://doi.org/10.1016/j.diamond.2020.107697)
- [35] T. Anusuya, D. Pathak, R. Kumar, and V. Kumar, "Deconvolution and quantification of defect types from the first order Raman spectra of graphene oxide derivatives," *FlatChem*, vol. 35, p. 100422, 2022. [10.1016/j.flatc.2022.100422](https://doi.org/10.1016/j.flatc.2022.100422)
- [36] Q. Wang, D. Allred, and L. Knight, "Deconvolution of the Raman spectrum of amorphous carbon," *Journal of Raman Spectroscopy*, vol. 26, no. 12, pp. 1039-1043, 1995. <https://doi.org/10.1002/jrs.1250261204>
- [37] S. Stankovich *et al.*, "Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide," *carbon*, vol. 45, no. 7, pp. 1558-1565, 2007. [10.1016/j.carbon.2007.02.034](https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.02.034)
- [38] M. S. Nejad, N. Seyedi, and H. Sheibani, "Fabrication of functionalized two dimensional graphene oxide and promoted with phosphotungstic acid for reduction of organic dyes in water," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 238, p. 121849, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.121849>
- [39] Y. Ying, L. Sun, Q. Wang, Z. Fan, and X. Peng, "In-plane mesoporous graphene oxide nanosheet assembled membranes for molecular separation," *RSC Advances*, vol. 4, no. 41, pp. 21425-21428, 2014. <https://doi.org/10.1039/c4ra01495b>
- [40] M. Indhumathy and A. Prakasam, "ZnS-reduced graphene oxide nanohybrid materials as photoanodes with improved photovoltaic performance," *Journal of cluster science*, vol. 31, no. 1, pp. 257-264, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10876-019-01643-3>
- [41] K. Krishnamoorthy, R. Mohan, and S.-J. Kim, "Graphene oxide as a photocatalytic 167, 2022. [10.22034/jna.2022.1937149.1269](https://doi.org/10.22034/jna.2022.1937149.1269)
- [28] M. Salavati-Niasari, F. Davar, H. Seyghalkar, E. Esmaeili, and N. Mir, "Novel inorganic precursor in the controlled synthesis of zinc blend ZnS nanoparticles via TGA-assisted hydrothermal method," *CrystEngComm*, vol. 13, no. 8, pp. 2948-2954, 2011. <https://doi.org/10.1039/c0ce00343c>
- [29] M. Salavati-Niasari, F. Davar, and M. Mazaheri, "Synthesis and characterization of ZnS nanoclusters via hydrothermal processing from [bis (salicylidene) zinc (II)]," *Journal of alloys and compounds*, vol. 470, no. 1-2, pp. 502-506, 2009. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.03.048>
- [30] R. Balu, S. Sagadevan, and A. Dakshanamoorthy, "A cost effective, facile hydrothermal approach of zinc sulfide decorated on graphene nanocomposite for supercapacitor applications," *Journal of nanoscience and nanotechnology*, vol. 19, no. 11, pp. 6987-6994, 2019. <https://doi.org/10.1166/jnn.2019.16670>
- [31] L. Kashinath, K. Namratha, and K. Byrappa, "Sol-gel assisted hydrothermal synthesis and characterization of hybrid ZnS-RGO nanocomposite for efficient photodegradation of dyes," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 695, pp. 799-809, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.10.063>
- [32] J. Du, N. Li, Y. Tian, J. Zhang, and W. Zuo, "Preparation of PVDF membrane blended with graphene oxide-zinc sulfide (GO-ZnS) nanocomposite for improving the anti-fouling property," *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 400, p. 112694, 2020. [10.1016/j.jphotochem.2020.112694](https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2020.112694)
- [33] L. M. Devi and D. P. Negi, "Effect of starting pH and stabilizer/metal ion ratio on the photocatalytic activity of ZnS nanoparticles," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 141, no. 2-3, pp. 797-803, 2013.

- 911, 2019.
<https://doi.org/10.3762/bjnano.10.91>
- [46] W. Gul and H. Alrobei, "Effect of graphene oxide nanoparticles on the physical and mechanical properties of medium density fiberboard," *Polymers*, vol. 13, no. 11, p. 1818, 2021.
<https://doi.org/10.3390/polym13111818>
- [47] W. Zhang, J. Fu, Y. Wang, X. Zhang, and J. Li, "Enhanced visible-light photocatalytic activity of ZnS/BiOBr/graphene oxide ternary composite," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 127, pp. 19-27, 2019. [10.1016/j.jpcs.2018.09.014](https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2018.09.014)
- [48] J. Duay, M. Kelly, and T. N. Lambert, "Evaluation of a ceramic separator for use in rechargeable alkaline Zn/MnO₂ batteries," *Journal of Power Sources*, vol. 395, pp. 430-438, 2018.
<https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2018.05.072>
- [49] Z. Wei *et al.*, "Synthesis and luminescent modulation of ZnS crystallite by a hydrothermal method," *ACS omega*, vol. 3, no. 1, pp. 137-143, 2018.
[10.1021/acsomega.7b01574](https://doi.org/10.1021/acsomega.7b01574)
- material," *Applied physics letters*, vol. 98, no. 24, 2011.
<https://doi.org/10.1063/1.3599453>
- [42] P. Kumar, S. Penta, and S. P. Mahapatra, "Dielectric properties of graphene oxide synthesized by modified hummers' method from graphite powder," *Integrated Ferroelectrics*, vol. 202, no. 1, pp. 41-51, 2019.
<https://doi.org/10.1080/10584587.2019.1674822>
- [43] S. Gayathri, P. Jayabal, M. Kottaisamy, and V. Ramakrishnan, "Synthesis of ZnO decorated graphene nanocomposite for enhanced photocatalytic properties," *Journal of Applied Physics*, vol. 115, no. 17, 2014.
<https://doi.org/10.1063/1.4874877>
- [44] V. Mututu, A. Sunitha, R. Thomas, M. Pandey, and B. Manoj, "An investigation on structural, electrical and optical properties of GO/ZnO nanocomposite," *International journal of electrochemical science*, vol. 14, no. 4, pp. 3752-3763, 2019.
<https://doi.org/10.20964/2019.04.49>
- [45] Q. T. Ain, S. H. Haq, A. Alshammari, M. A. Al-Mutlaq, and M. N. Anjum, "The systemic effect of PEG-nGO-induced oxidative stress in vivo in a rodent model," *Beilstein journal of nanotechnology*, vol. 10, no. 1, pp. 901-



One-Step Hydrothermal Synthesis of a Zinc Sulfide/Graphene Oxide Nanocomposite

Monir Niazi¹, Kasra Behzad^{1*}, Afarin Bahrami², Zahra Khalaj¹, Vahid Kiarostami³

¹Department of Physics, ShQ.C., Islamic Azad University, Shahr-e Qods, Iran

²Department of Physics, Isl.C., Islamic Azad University, Tehran, Iran.

³Department of Chemistry, NT.C., Islamic Azad University, Tehran, Iran

Received: 2026-07-25

Revised: 2026-08-31

Accepted: 2026-09-05

Abstract: In this study, the effect of reaction pH on the formation of zinc sulfide/graphene oxide (ZnS/GO) nanocomposites was investigated using a one-step hydrothermal synthesis method. Zinc acetate and sodium sulfide were employed as precursor materials, while graphene oxide (GO) was used as a substrate for the growth of ZnS nanoparticles. The influence of the reaction pH on the formation and structural characteristics of the resulting material was systematically evaluated. The results demonstrated that the formation of the composite was strongly dependent on the reaction pH. An acidic medium favored the formation of the target material, whereas no distinct formation of the nanocomposite was observed under neutral and alkaline conditions. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the formation of crystalline ZnS through the appearance of its characteristic diffraction peaks. Raman and Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopy confirmed the presence of GO and its oxygen-containing functional groups. In addition, energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) verified the presence of carbon, oxygen, zinc, and sulfur, which was consistent with the successful formation of the prepared composite. These findings indicate that pH is a critical parameter in controlling the formation of the material during the hydrothermal process. The one-step hydrothermal method provides a simple and controllable approach for the preparation of ZnS/GO nanocomposites with potential applications in photocatalytic and environmental remediation processes.

Keywords: Graphene oxide, Zinc sulfide, ZnS/GO nanocomposite, One-step hydrothermal synthesis

Corresponding Author. Email: kasra.behzad@gmail.com

How to Cite This Article:

Behzad K., Niazi M., Bahrami A., Khalaj Z., Kiarostami V. One-Step Hydrothermal Synthesis of a Zinc Sulfide/Graphene Oxide Nanocomposite. Nanomeghyas. 2026;():e741152 (In Persian). doi: 10.22034/ns.2026.2095502.1444



This is an open access article under the CC-BY license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).