

ЗАТВЕРДЖЕНО
Вченою радою ЗУ
Протокол № „10” від „25” жовтн
2023 р
Ф-КДМ-

Закарпатський угорський інститут ім. Ференца Ракоці II
Кафедра біології та хімії

Реєстраційний № _____

Бакалаврська робота
Одержання та властивості наночастинок кадмій сульфід
ФОРКОШ ВІКТОРІЯ ВІКТОРІВНА

Студентка IV-го курсу
Освітня програма 014 Середня освіта (Хімія)
Ступінь вищої освіти: бакалавр

Тема затверджена на засіданні кафедри
Протокол № 10 від 25 жовтня 2023 р.

Науковий керівник: **Філеп Михайло Йосипович**
к.х.н., ст.досл., доцент

Завідувач кафедрою: **Когут Ержебет Імріївна**
доктор філософії, доцент

Робота захищена на оцінку _____, «__» _____ 2024 року
Протокол № _____ / 2024

Закарпатський угорський інститут ім. Ференца Ракоці II
Кафедра біології та хімії

Бакалаврська робота
Одержання та властивості наночастинок кадмій сульфід
Ступінь вищої освіти: бакалавр

Виконавець: студентка IV-го курсу
Форкош Вікторія Вікторівна
Освітня програма 014 Середня освіта (Хімія)

Науковий керівник: **Філеп М. Й.**
канд. хім. наук, ст.досл.,
доцент

Рецензент: **Сабов М. Ю.**
к.х.н., доцент, доцент

Берегове
2024

II. Rákóczi Ferenc Kárpátaljai Magyar Főiskola
Biológia és Kémia Tanszék

A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és tulajdonságai

Szakdolgozat

Képzési szint: alapképzés

Készítette: Farkas Viktória

IV. évfolyamos hallgató

Képzési program: 014

Középfokú oktatás (Kémia)

Témavezető: Filep Mihály

docens, kutató vezető,

a kémia tudományok kandidátusa

Recenzens: Szabó Marján

docens, docens

a kémiai tudományok kandidátusa

Beregszász, 2024

ЗМІСТ

ВСТУП	8
I. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ	11
1.1. Методи синтезу та дослідження наночастинок	11
1.1.1. Методи одержання наночастинок	14
1.1.2. Методи вирощування наночастинок	15
1.1.3. Області застосування наночастинок	19
1.1.4. Фізичні та хімічні властивості наночастинок	20
1.2. Отримання та властивості наночастинок CdS	20
1.3. Зв'язок квантових точок з фотолюмінесценцією наночастинок CdS	22
II. МАТЕРІАЛ І МЕТОДИКА	25
2.1. Матеріали використані під час дослідження	25
2.2. Спосіб отримання наночастинок CdS	25
2.2.1. Одержання наночастинок CdS з використанням Na ₂ S	26
2.2.2. Отримання наночастинок CdS з використанням тіоацетаміду	26
2.2.3. Отримання наночастинок CdS у присутності полівінілпіролідону	28
2.3. Методи та методики дослідження	29
2.3.1. UV-VIS-NIR спектрофотометрія	29
2.3.2. Спектроскопія дифузного відбиття	29
2.3.3. Рентгенівський дифракційний аналіз	31
III. РЕЗУЛЬТАТИ	32
3.1. Властивості наночастинок CdS одержаних з використанням Na ₂ S	32
3.2. Властивості наночастинок CdS одержаних з використанням тіоацетаміду	38
3.3. Властивості плівок наночастинок CdS та полівінілпіролідону як стабілізатора у виробництві наночастинок CdS	43
IV. ПЕДАГОГІЧНІ МОЖЛИВОСТІ ТА МЕТОДИ ЗАСТОСУВАННЯ ПРЕДМЕТУ « ВИРОБНИЦТВО ТА ВИПРОБУВАННЯ НАНОЧАСТИНОК CdS » У НАВЧАННІ ХІМІЇ	50
4.1. Одержання та дослідження наночастинок CdS: Педагогічно застосовні теми в 7 класі хімії	50
4.2. Одержання та дослідження наночастинок CdS: Педагогічно застосовні теми у 8 класі з хімії	51

4.3. Одержання та дослідження наночастинок CdS:	
Педагогічно застосовні теми в 9 класі хімічної освіти	51
4.4 Одержання та випробування наночастинок CdS:	
Педагогічно застосовні теми в 10 класі хімії	53
4.5 Одержання та дослідження наночастинок CdS:	
Педагогічно застосовні теми в 11 класі хімії	54
ХІД УРОКУ	55
РЕЗЮМЕ	59
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ	60
СПИСОК ТАБЛИЦЬ	63
СПИСОК РИСУНКІВ	64
ДОДАТКИ Type equation here.	65

TARTALOM

BEVEZETÉS	8
I. IRODALMI ÁTTEKINTÉS	11
1.1. A nanorészecskék szintézisének és vizsgálatának módszerei	11
1.1.1. A nanorészecskék előállítási módszerei	14
1.1.2. A nanorészecskék termelési módszerei	15
1.1.3. A nanorészecskék alkalmazási területei	19
1.1.4. A nanorészecskék fizikai és kémiai tulajdonságai	20
1.2. A CdS nanorészecskék előállítása és tulajdonságai	20
1.3. A kvantumpöttyök kapcsolata CdS nanorészecskék fotolumineszcenciájával	22
II. ANYAG ÉS MÓDSZER	25
2.1. A kutatás során felhasznált kísérleti anyagok és eszközök	25
2.2. A CdS nanorészecskék előállításának módszere	25
2.2.1. CdS nanorészecskék előállítása Na ₂ S felhasználásával	26
2.2.2. A CdS nanorészecskék előállítása TAA (tioacetamid) felhasználásával	26
2.2.3. CdS nanorészecskék előállítása polivinil-pirrolidon jelenlétében	28
2.3. Kutatási használt vizsgálati módszerek	29
2.3.1. UV-VIS-NIR spektrofotometria	29
2.3.2. Diffúziós reflexiós spektroszkópia	29
2.3.3. Röntgendiffrakciós elemzés	31
III. EREDMÉNYEK ÉS ÉRTÉKELÉS	32
3.1 CdS nanorészecskék előállítása oldatokból és annak vizsgálata különböző módszerekkel	32
3.2. CdS nanorészecskék előállítása TAA (tioacetamid) felhasználásával	38
3.3. CdS és polivinil-pirrolidon nanorészecskés filmek tulajdonságai	43
IV. PEDAGÓGIAI ALKALMAZÁSI LEHETŐSÉGEK ÉS MÓDSZEREK A „CdS NANORÉSZECSKÉK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS VIZSGÁLATA” TÉMAKÖRÉBEN A KÉMIA OKTATÁSÁBAN	50
4.1. A CdS nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 7. osztály kémia oktatásában	50
4.2. A CdS nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 8. osztály kémia oktatásában	51

4.3. A CdS nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 9.osztály kémia oktatásában	52
4.4.A CdS nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 10. osztály kémia oktatásában	53
4.5.A CdS nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 11. osztály kémia oktatásában	54
ÓRAVÁZLAT	55
ÖSSZEFOGLALÓ	57
IRODALOMJEGYZÉK	60
TÁBLÁZATOK JEGYZÉKE	63
ÁBRÁK JEGYZÉKE	64
MELLÉKLETEK	65

Bevezetés

A nanorészecskék olyan részecskék, amelyek mérete tíz- vagy százszor kisebb, mint az emberi hajszál vastagsága. Mivel ilyen apró méretűek, a nanorészecskék bizonyos tulajdonságai jelentősen eltérhetnek az azonos anyagból készült nagyobb részecskékétől. Ez a jelenség lehetővé teszi számunkra, hogy a nanoméretű anyagokat olyan módon használjuk fel, amelyeket a hagyományos anyagokkal nem lehetne elérni.

A nanorészecskék előállítására számos módon történhet. Az egyik gyakori módszer a top-down megközelítés, amely nagyobb részecskék mechanikai vagy kémiai módszerekkel történő darabolását jelenti kisebb részecskékre. A másik gyakori módszer a bottom-up megközelítés, amely az egyes atomok és molekulák összeszerelését jelenti, hogy létrehozzunk egy nagyobb részecskét.

A nanorészecskék számos területen használhatók, például az elektronikában, az élelmiszeriparban, a gyógyászatban és az energiaszektorban. Az elektronikában a nanorészecskék lehetővé teszik az új típusú számítógépek és készülékek kialakítását. Az élelmiszeriparban a nanorészecskék használhatók az élelmiszer-pakolásban és az élelmiszerkiemelésben. Az orvostudományban egyre nagyobb figyelmet kapnak a nanotechnológiával előállított nanorészecskék, melyek számos területen hasznosak lehetnek a gyógyításban és diagnosztikában. Ezek a rendkívül kicsi részecskék lehetővé teszik a gyógyszerek célzottabb célbajuttatását a szervezetben, csökkentve ezzel a mellékhatások kockázatát. Emellett képesek lehetnek kontrasztanyagként funkcionálni képalkotó eljárásoknál, például MRI vagy CT vizsgálatok során, segítve a pontosabb diagnózis felállítását. A nanorészecskék alkalmazása segítheti a sejtek regenerációját és gyógyulását, például sebfelületek gyógyításában vagy sejtek növekedésének ösztönzésére. Rákkutatás területén is nagy potenciált képviselnek, hiszen segítenek a daganatos sejtek megcélzásában és elpusztításában, illetve azonosításukban, lehetővé téve hatékonyabb és pontosabb kezeléseket. Az energiaszektorban a nanorészecskék használhatók az energiahatékonyabb technológiák fejlesztéséhez.

Bár a nanorészecskék hasznosak lehetnek, fontos megjegyezni, hogy az ilyen anyagok egészségügyi és környezeti hatásait még mindig vizsgálják. A nanorészecskék okozhatnak allergiás reakciókat és légúti problémákat, és a környezetre gyakorolt hatásuk is ismeretlen. Ezért fontos, hogy a nanotechnológiában dolgozók megfelelően kezeljék és vizsgálják az ilyen anyagokat, és biztonsági előírásokat alkalmazzanak

A kadmium-szulfid (CdS) nanorészecskék az egyik leggyakrabban vizsgált nanorészecske típus. A CdS nanorészecskéknek kiemelkedő optikai, elektronikai és fotokatalitikus tulajdonságai vannak. Az optikai tulajdonságokat a nanorészecskék méretének változtatásával lehet finomhangolni, így lehetővé teszik a különböző színű fények kibocsátását. Az elektronikai tulajdonságok lehetővé teszik az áramátvitelt, amely hasznos az elektronikai készülékekben való alkalmazásban. A fotokatalitikus tulajdonságok lehetővé teszik a napenergia hasznosítását.

A CdS nanorészecskék előállítása számos módon történhet, például a hidrotermális módszerrel, a szolvotermális módszerrel, a gázfázisú módszerrel vagy az elektrokémiai módszerrel. A hidrotermális módszer az egyik legelterjedtebb módszer, amely magas hőmérsékleten és nyomáson történő reakcióval hozza létre a nanorészecskéket.

A CdS nanorészecskéket széles körben alkalmazzák az optikai eszközökben, például a napelemekben, a LED-ekben és az optikai szenzorokban. Azonban a CdS nanorészecskék egészségügyi és környezeti hatásait is vizsgálják, mivel a kadmium toxikus anyag. Ezért fontos biztonsági előírásokat alkalmazni a CdS nanorészecskék előállítása és felhasználása során.

A szakdolgozatom **célja** a kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és jellemzése különböző szintézismódszerekkel:

A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása:

- Különböző kémiai szintézismódszerek alkalmazása a CdS nanorészecskék előállítására, beleértve a nátrium-szulfid (Na_2S) és a tioacetamid (TAA) használatát.
- A CdS nanorészecskék előállítása por alakban, valamint kristályos lemezek formájában.
- A CdS nanorészecskék stabilizálása poli(vinil-pirrolidon) (PVP) hozzáadásával.

Nanorészecskék jellemzése:

- A szintetizált CdS nanorészecskék strukturális és optikai tulajdonságainak meghatározása.
- Az alábbi analitikai módszerek alkalmazása a jellemzéshez:
 - UV-VIS Spektrometria: A CdS nanorészecskék optikai abszorpciós tulajdonságainak vizsgálata.
 - Diffúz Reflexiós Spektrometria (DRS): A CdS nanorészecskék fényvisszaverő képességének elemzése.

- Röntgen Diffrakciós (XRD) Analízis: A CdS nanorészecskék kristályszerkezetének meghatározása.

- UV-VIS-NIR Spektrometria: A CdS nanorészecskék abszorpciós tulajdonságainak kiterjesztett hullámhossz-tartományban történő vizsgálata.

Kristálméreték és energiavolt elemzése:

- A Debye-Scherrer módszer alkalmazása a CdS nanorészecskék kristálméretének meghatározására.

- A tiltott sáv szélesség (eV) értékének kiszámítása a Kubelka-Munk elmélet szerint, a DRS adatok felhasználásával.

A kutatásom célja, hogy átfogó képet nyújtsunk a CdS nanorészecskék előállításának és jellemzésének módszereiről, valamint, hogy meghatározzuk ezen nanorészecskék fizikai és kémiai tulajdonságait, hozzájárulva ezzel a nanotechnológiai alkalmazásokhoz szükséges alapvető ismeretek bővítéséhez.

I. IRODALMI ÁTTEKINTÉS

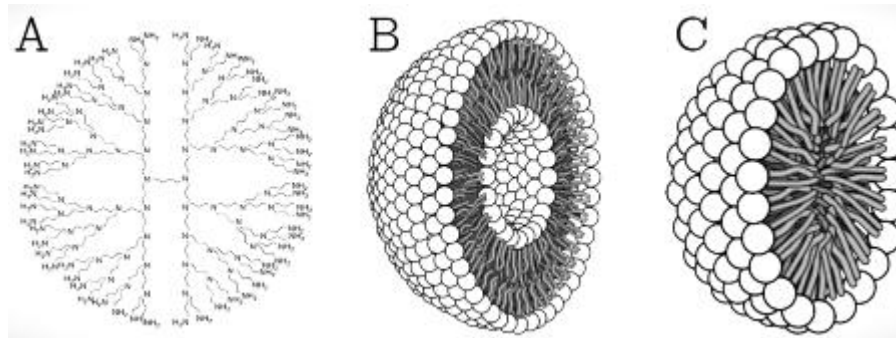
1.1. A nanorészecskék előállításának és vizsgálatának módszerei

A szervesetlen kolloid nanorészecskék nagy felületi energiájuk miatt összetett felületi állapotú szerkezettel rendelkeznek, és a stabilizáló molekulák nem sokban különböznek a szervesetlen magkálától. Ezért a szervesetlen kolloid nanorészecskék szabályozható összeállítása, biológiai hatásai és katalitikus hatékonysága nemcsak a szervesetlen nanorészecskék szerkezetétől vagy kristályformájától függ, hanem általában a stabilizátor konfigurációjától, konformációjától, a stabilizátor koordinációs szerkezetétől, ill. a szervesetlen mag felülete stb., az állapottulajdonságokkal kapcsolatos.

A nanorészecskék 1 és 100 nanométer közötti méretű részecskék, amelyek szénből, fémből, fémoxidokból vagy szerves anyagokból állnak. A nanorészecskék egyedülálló fizikai, kémiai és biológiai tulajdonságokat mutatnak nanoméretben, összehasonlítva a nagyobb léptékű részecskéikkel. Ez a jelenség a térfogathoz viszonyított viszonylag nagyobb felületnek, a kémiai folyamat során megnövekedett reakcióképességnek vagy stabilitásnak, a fokozott mechanikai szilárdságnak stb. A nanorészecskék ezen tulajdonságainak köszönhetően számos alkalmazásra került sor. A nanorészecskék az anyaguktól eltekintve különböző méretűek, különböző formájúak és méretűek. A nanorészecske lehet nulla dimenziós, ahol a hossza, szélessége és magassága egyetlen pontban van rögzítve, például nanopontok, egydimenziós, ahol csak egy paraméterrel rendelkezhet, például grafén, vagy kétdimenziós, ahol van hossza és szélessége, például szén. nanocsövek vagy háromdimenziós, ahol minden paraméterrel rendelkezik, mint például a hosszúság, szélesség és magasság, például arany nanorészecskék. A nanorészecskék különböző alakúak, méretűek és szerkezetűek. Lehet gömb alakú, hengeres, cső alakú, kúpos, üreges mag, spirális, lapos stb. vagy szabálytalan, és mérete 1 nm és 100 nm között lehet. A felület lehet egyenletes vagy szabálytalan, felületi eltérésekkel. Egyes nanorészecskék kristályosak vagy amorfok, egy- vagy többkristályos szilárd anyagokkal laza vagy agglomerálódott. *(Bajpai et al., 2015)*

A nanorészecskéket általában szerves, szervesetlen és szénalapúra osztják.

Szerves nanorészecskék. A dendrimerek, micellák, liposzómák és ferritin stb. általánosan ismert szerves nanorészecskék vagy polimerek.



1. **ábra.** Szerves nanorészecskék osztályozása: **(A)** dentrit; **(B)** liposzóma; **(C)** micella

(I. Khan et al., 2019)

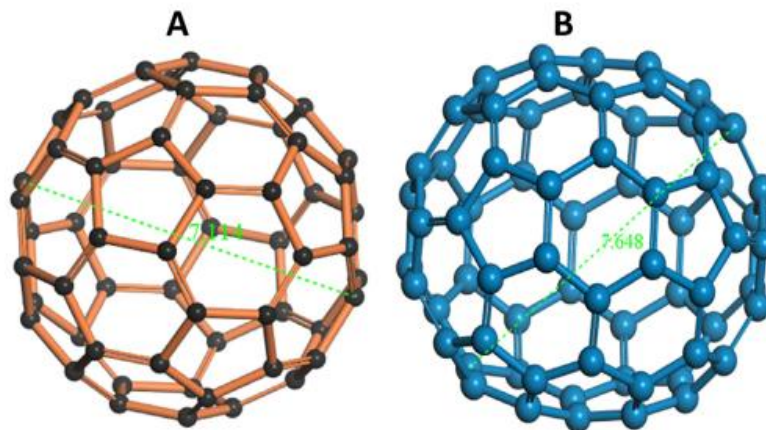
Ezek a nanorészecskék biológiailag lebonthatók, nem mérgezőek, és egyes részecskék, például a micellák és liposzómák üreges maggal rendelkeznek, más néven nanokapszulák, és érzékenyek a termikus és elektromágneses sugárzásra, például hőre és fényre. A szerves nanorészecskéket használják a legszélesebb körben, az orvos biológiai területen például gyógyszeradagoló rendszer, mivel hatékonyak és a test bizonyos részeire is beadhatók, amit célzott gyógyszerbejuttatásnak is neveznek.

Szervetlen nanorészecskék. A szervetlen nanorészecskék olyan részecskék, amelyek nem szénből állnak. A fém- és fém-oxid alapú nanorészecskéket általában szervetlen nanorészecskékként sorolják be. (Ealias & Saravanakumar, 2017a)

Fém alapú. Azok a nanorészecskék, amelyeket fémből nanométeres méretűre szintetizálnak akár roncsoló, akár építő módszerekkel. Szinte az összes fém lehet nanorészecskékké szintetizálódottak. A nanorészecske szintézishez általánosan használt fémek: alumínium (Al), kadmium (Cd), kobalt (Co), réz (Cu), arany (Au), vas (Fe), ólom (Pb), ezüst (Ag) és cink (Zn). A nanorészecskék olyan jellegzetes tulajdonságokkal rendelkeznek, mint például a 10-100 nm-es méretek, a felületi jellemzők, mint például a nagy felület/térfogat arány, pórusméret, felületi töltés és felületi töltéssűrűség, kristályos és amorf struktúrák, gömb- és hengeres formák, valamint szín, reakciókészség és érzékenység olyan környezeti tényezőkre, mint a levegő, nedvesség, hő és napfény stb.

Szén alapú. A teljesen szénből készült nanorészecskéket szénalapúnak nevezik. Nano méretben fullerénekre, grafénre, szén nanocsövekre (CNT), szén nanoszálakra és koromra és néha aktív szénre oszthatók.

Fullerének. A fullerének (C_{60}) egy gömb alakú szénmolekula, amely sp^2 hibridizációval összetartott szénatomokból áll. Körülbelül 28-1500 szénatom alkotja a gömb alakú szerkezetet, amelynek átmérője legfeljebb 8,2 nm egyrétegű, és 4-36 nm többrétegű fullerének esetében (Ijaz et al., 2020). A C_{60} -as fullerén molekula 60 szénatomot tartalmaz, és egy labdához hasonló teljes kör alakú molekula. A C_{70} -es fullerén pedig hasonlóan labdaszerű, de 70 szénatomból áll. Ezek a molekulák nagyon érdekes tulajdonságokkal rendelkeznek, például nagyon erős szilárdsággal és különleges elektromos vezető képességekkel. A nanorészecskék egyik osztályaként a C_{60} és C_{70} -es fullerének nagy potenciállal rendelkeznek a különböző iparágakban, például az elektronikában, az orvostudományban és az anyagtudományban.



2. ábra. Különböző formájú fullerének (A) C_{60} és (B) C_{70}

(Ijaz et al., 2020).

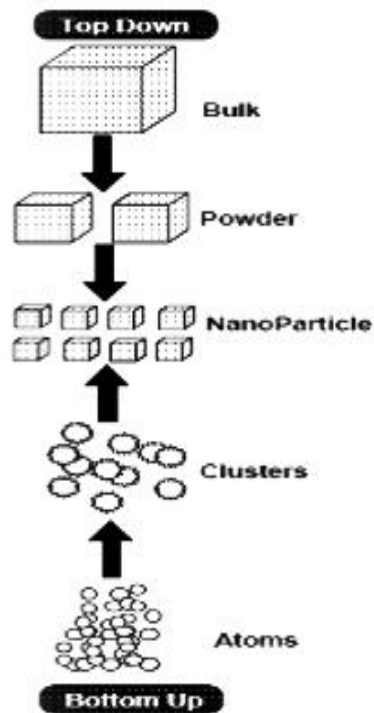
Grafén. A grafén a szén allotróp módosulata. A grafén két dimenziós síkfelületen elhelyezkedő hat szögletes gyűrűből áll, amelyek szénatomokból épülnek fel. Általában a grafénlemez vastagsága 1 nanométer körül van.

Korom. Szénből álló amorf anyag, általában gömb alakú, 20-70 nm átmérőjű. A részecskék közötti kölcsönhatás olyan erős, hogy inú aggregátumokat kötnek meg és 500 nm körüli agglomerátumok keletkeznek.

1.1.1. A nanorészecskék előállítási módszerei

A nanorészecskék összes előállítási módszereit két nagy csoportba osztályozzák: "Top down" ("Felülről-lefelé") és "Bottom-up" (Alulról -felfelé") csoportra. A "Top down"

módszerek - fizikai (mechanikai) módszerek segítségével a nagyobb méretű tömb fázisból nanorészecskék állítanak elő.



3.ábra. Top down ("Felülről-lefelé") és Bottom-up (Alulról -felfelé") megközelítés

(I. Khan et al., 2019)

A "Bottom-up" módszerek vagy konstruktív módszer az anyag felhalmozódása az atomtól a klaszterekig nanorészecskékké. A szol-gél, a fonás, a kémiai gőzleválasztás (CVD), a pirolízis és a bioszintézis a leggyakrabban használt alulról felfelé építkező módszerek a nanorészecskék előállítására. (Z. R. Khan et al., 2011)

Általánosságban elmondható, hogy a kadmium-szulfid nanorészecskéket számos különböző módszerrel állították már elő, beleértve a fizikai gőzleptetést, a kémiai lebontást, az elektrokémiai eljárásokat és a szol-gél módszert. Ezek a módszerek eltérő méretű és alakú nanorészecskéket eredményezhetnek, és az előállított nanorészecskék állapota függ a használt módszertől is.

Általában a kadmium-szulfid nanorészecskéket por állapotban állítják elő, bár az előállítási módszertől függően előfordulhat, hogy oldatban maradnak

A kadmium-szulfid (CdS) előállítására számos módszer létezik, beleértve a kémiai reakciók, a hidrotermális reakciók és a szolvotermális folyamatok alkalmazását. Az alábbiakban bemutatható néhány ezek közül:

1. Kémiai reakciók: A CdS előállítása a kadmium-sók és nátrium-szulfid reakciójából történik. Ebben a módszerben a két oldatot összekeverik és az újonnan kicsapódott CdS-nanorészecskék kiülednek a reakciós oldatban.

2. Hidrotermális reakciók: A hidrotermális reakciók magas hőmérsékleten és magas nyomáson történnek, és lehetővé teszik a nanorészecskék pontos méretének és alakjának szabályozását. Ebben a módszerben a kiindulási anyagokat reakciós tartályban tartják magas hőmérsékleten és nyomáson, amíg a CdS nanorészecskék kicsapódnak.

3. Szolvotermális folyamatok: A szolvotermális folyamatok hőmérsékleti és nyomási változásokat használnak ki a CdS nanorészecskék előállításához. Ebben a módszerben a kiindulási anyagokat oldószerben oldják fel, majd a hőmérsékletet és a nyomást változtatva a nanorészecskék kicsapódnak az oldatból.

Ezeknek a módszereknek mindegyikének előnyei és hátrányai vannak, és a kiválasztott módszer a kívánt méretű és alakú CdS nanorészecskéktől, valamint a gyártási folyamat költségeitől függ.

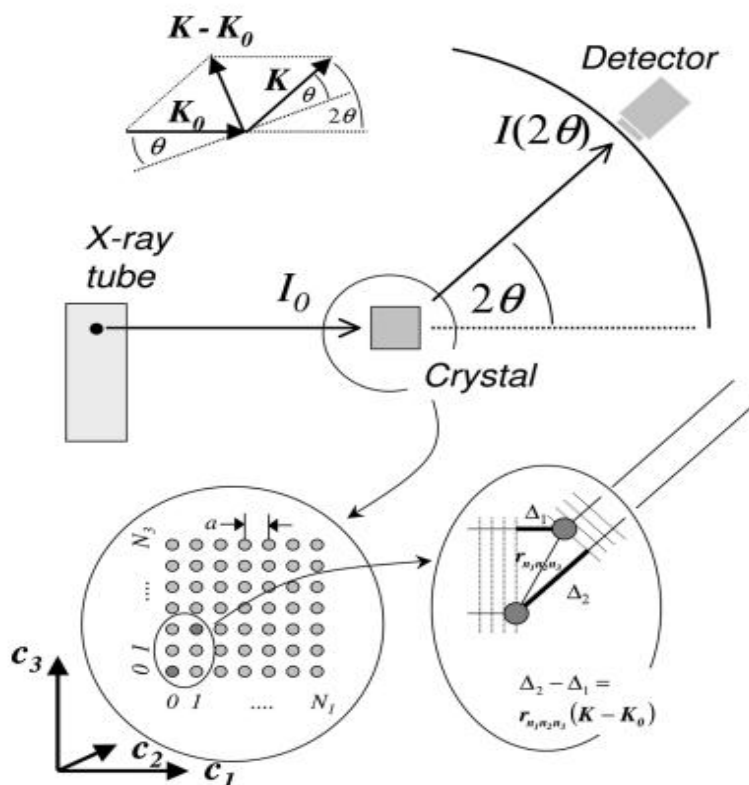
1.1.2. A nanorészecskék termelési módszerei

UV-VIS spektrofotometria. Az UV-Vis spektrofotometria a 190-800 nm hullámhossz-tartományban lévő anyagok abszorbanciájának mérési módszerének azonosításra, szennyeződés-ellenőrzésre, a fény lumineszcencia intenzitásának mérésével, illetve egy adott hullámhossz meghatározásra szolgál egy bizonyos hullámhossz-tartományon belül. Az UV-Vis spektrofotometria technikája lényegében a fény használatán alapul. Az emberek képesek látni a látható fény tartományát, körülbelül 380 nm-től (az lilától) a 780 nm-ig (a vörösig). Az ultraibolya fény hullámhossza rövidebb, mint a látható fény, körülbelül 100 nm. Így a fény a hullámhosszával írható le, amely az UV-Vis spektroszkópiában különböző anyagok azonosítására használható a maximális abszorbanciának megfelelő hullámhosszok meghatározásával. *(Alsaggaf et al., 2020)*

A spektrofotométerben egy abszorbancia-hullámhossz grafikont kapunk, amely az alapállapotból a gerjesztett állapotba való átmeneteket méri. UV-látható abszorpciós spektrum futtatásával megkapható az a hullámhossz, amelyen a molekula a legtöbb energiát

elnyeli és nagymértékben gerjesztődik. Az ezt a görbét használó elemzési módszert spektrofotometriának, más néven abszorpciós spektroszkópiának nevezik. Amikor a fény áthalad egy vizsgálandó anyag oldatán, az anyag általi fényelnyelés mértéke a fény hullámhosszától függően változik. Az abszorpciós spektrumból meghatározható a maximális hullámhossz λ_{\max} és a minimális hullámhossz λ_{\min} . Egy anyag abszorpciós spektruma a szerkezetéhez kapcsolódó jellemzőkkel rendelkezik.

Röntgendiffrakció (XRD). A röntgendiffrakciós technológia lehetővé teszi az anyagok kristályszerkezetének és kristályállapotának meghatározását, beleértve a fém és nemfém anyagokat is. A nemfém anyagok röntgendiffrakciós technikája képes elemezni az anyagok szerkezetét.



4.ábra. A röntgensugarak szóródása egyszerű köbös szerkezetű kristallit által

(Joudeh & Linke, 2022)

A röntgendiffrakció (XRD) az egyetlen olyan laboratóriumi technika, amely feltárja a szerkezeti információkat, például a kémiai összetételt, a kristályszerkezetet, a kristallitméretet, a deformációt, az előnyös orientációt és a rétegvastagságot. Az anyagkutatók ezért az XRD segítségével sokféle anyagot elemeznek, a por

röntgendiffrakciótól (XRPD) a szilárd anyagokig és nanoanyagokig. Elmondható, hogy a röntgendiffrakciós technológia igen széles alkalmazási körrel rendelkezik az anyagelemzés területén, és egyre nagyobb szerepet játszik a szerves anyagok, szerves anyagok, vas- és acélkohászat, valamint nanoanyagok kutatási területein. (Joudeh & Linke, 2022) A műszaki eszközök folyamatos innovációjával és a berendezések folyamatos fejlesztésével, korszerűsítésével a röntgendiffrakciós technológia minden bizonnyal szélesebb körű alkalmazási perspektívát jelent az anyagelemzés területén. A por diffrakció gyakran könnyebb és kényelmesebb, mint az egykristályos diffrakció, mivel nincs szükség egyedi kristályokra. A részecskeméret és a kristallitméret kifejezés egy anyag két különböző tulajdonságára utal. A részecskék több kis kristályból állnak. A kristályméret az anyagok alapvető tulajdonsága. A nanoanyagok tulajdonságai a kristályok méretétől és nem a részecskemérettől függenek. A PXRD kristályok millióit képes mérni, és pontosan meghatározni a nanoanyagok méreteloszlását. Széles körben alkalmazható polimerek és kompozitok természetének vizsgálatára az anyagtudományban. Általában hígított folyadékmintát nem lehet mérni. A CdS-t reprezentatív példának tekinthető, mivel ez egy mindenütt jelenlévő kvantumpontra anyag, amelyet széles körben használnak a nanotudomány és a nanotechnológia számos területén. Nanorészecskékként a sávszélessége, és így a színe, valamint egyéb elektronikus és optikai tulajdonságai a mérettől és alaktól függenek. A CdS legstabilabb kristályszerkezete a wurtzit. (Raja & Barron, n.d.)

A röntgenhullámhossz (λ) egy állandó, amely a használt röntgensugárzás típusától függ. Mindegyik csúcs egymástól függetlenül értékelhető, és konzisztens kristályos doménméretet kell produkálnia mindaddig, amíg a mintát hozzávetőlegesen egységes, gömb alakú részecskékként lehet megközelíteni. A mérettől függő XRD csúcs kiszélesedésének fontos következményei vannak a nanoanyagok jellemzésére. Az XRD-vel végzett fázisazonosítás bizonyos rendszerek, különösen a nanoméretű anyagok esetében különösen nagy kihívást jelenthet a szinte megkülönböztethetetlen diffrakciós minták miatt.

UV-VIS-NIR spektrofotometria . Az UV-VIS-NIR spektrofotométer olyan műszer, amely a látható fényt, az ultraibolya, továbbá a közeli infravörös tartományban található elektromágneses sugárzás mennyiségét, továbbá abszorpciós spektrumát méri. A műszer a minta, ezen kívül egy referenciaminta közti fényelnyelési differencia méri, ezen kívül használható a minták összetételének, továbbá koncentrációjának meghatározására. Az UV tartományban (200-400 nm) a műszer a molekulák elektronikus átmeneteit méri, amíg a VIS

tartományban (400-700 nm) a molekulák színezőanyagai eredményezte átmeneteket méri. A NIR tartományban (700-2500 nm) a komplex vibrációs átmeneteit méri, amik egy szerves molekulában található funkcionálisan visszavezethetők. Az UV-VIS-NIR spektrofotométerek széleskörűen alkalmasak az iparban, az élelmiszeriparban, a környezetvédelemben, továbbá az orvostudományban. *(Bakhshi & Hosseini, 2016)*

1.1.3. A nanorészecskék alkalmazási területei

Kozmetikumok és fényvédők. A hagyományos ultraibolya (UV) fényvédő fényvédő használata során nincs hosszú távú stabilitás. A nanorészecskéket, például titán-dioxidot tartalmazó fényvédő krém számos előnnyel jár. A titán-oxid és cink-oxid nanorészecskék védő tulajdonsága, mivel átlátszóak a látható fény számára, valamint elnyelik és visszaverik az UV-sugarakat, megtalálták az utat egyes fényvédőkhöz. A rúzsok vas-oxid nanorészecskéket használnak pigmentként. *(Anis J et al., 2023; Joudeh & Linke, 2022)*

Elektronika. Az utóbbi napokban a számítógép-monitorokban és a televíziókban használt nagy méretű és nagy fényerejű kijelzők iránti fokozott igény ösztönzi a nanorészecskék használatát a megjelenítési technológiában. A mobiltelefonok és laptopok fejlesztése hatalmas kereslethez vezetett a kompakt, könnyű és nagy kapacitású akkumulátorok iránt. A nanokristályos nikkeltől és fém-hidridekből készült akkumulátorok nagy felületük miatt kevesebb újratöltést igényelnek és tovább tartanak.

Katalízis. A nanorészecskék nagy felülettel rendelkeznek, ami nagyobb katalitikus aktivitást biztosít. Rendkívül nagy felület/térfogat arányuk miatt a nanorészecskék hatékony katalizátorként működnek a vegyszerek előállításában. Az egyik fontos alkalmazási terület a platina nanorészecskék alkalmazása az autóiipari katalizátorokban, mivel a nanorészecskék nagyon nagy felülete miatt csökkentik a szükséges platina mennyiségét, így jelentősen csökkentik a költségeket és javítják a teljesítményt. Egyes kémiai reakciókat, például a nikkelt-oxid redukcióját fémnikkellé (Ni) nanorészecskékkel hajtják végre. *(Blume, 2015)*

Orvostudományban. A nanotechnológia továbbfejlesztette az orvostudományt a nanorészecskék gyógyszerbejuttatásban való felhasználásával. A gyógyszer nanorészecskék segítségével bizonyos sejtekbe juttatható. A teljes gyógyszerfogyasztás és a mellékhatások jelentősen csökkennek, ha a gyógyszert a kívánt területen, a kívánt dózisban helyezik el. A hagyományos kezelések, mint a mesterséges implantátumok és szervátültetések helyettesíthetők szövetsebészettel. Ilyen például a csontok szén nanocső állványzatának növekedése. *(Rubio-Cervilla et al., 2017)*

Élelmiszeriparban. Az élelmiszerek előállításának, feldolgozásának, védelmének és csomagolásának javítása a nanotechnológia beépítésével érhető el. Például egy élelmiszer-csomagolási folyamatban egy nanokompozit bevonat közvetlenül juttathatja be az antimikrobiális anyagokat a bevont film felületére. Az egyik példa a repceolaj-gyártó ipar

nanocseppeket tartalmaz, egy olyan adalékanyagot, amelyet az élelmiszerben lévő vitaminok és ásványi anyagok átvitelére terveztek.

Építkezés. A nanotechnológia javította az építési folyamatokat azáltal, hogy gyorsabbá, olcsóbbá és biztonságosabbá tette azokat. Például amikor a nanoszilícium-dioxidot (SiO_2) a normál betonhoz keverik, a nanorészecskék javíthatják annak mechanikai tulajdonságait, és javíthatják a tartósságot is. A hematit (Fe_2O_3) nanorészecskék hozzáadása növeli a beton szilárdságát. A nanotechnológia alkalmazása jobban blokkolja az ablakokon át behatoló fényt és hőt.

1.1.4. A nanorészecskék fizikai és kémiai tulajdonságai

Fizikai tulajdonságok. A fizikai tulajdonságok közé tartoznak az olyan optikai tulajdonságok, mint a nanorészecskék színe, fényáteresztés, abszorpciós és visszaverési képesség, valamint bevonat vagy bevonat esetén az UV-elnyelési és visszaverődési képesség. Ide tartoznak az olyan mechanikai tulajdonságok is, mint a rugalmasság, hajlékonyság, szakítószilárdság és rugalmasság, amelyek jelentős szerepet játszanak az alkalmazásukban. Más tulajdonságok, mint például a hidrofilitás, a hidrofóbitás, a szuszpenzió, a diffúzió és az ülepedési jellemzők sok modern mindennapi dologban megtalálták az utat. A mágneses és elektromos tulajdonságok, például a vezetőképesség, a félvezető és a fajlagos ellenállás a nanorészecskék használatához vezettek a megújuló energiaforrások modern elektronikus hővezető képességében. (Joudeh & Linke, 2022)

Kémiai tulajdonságok. Az alkalmazást olyan kémiai tulajdonságok határozzák meg, mint a nanorészecskék reaktivitása a céllal, valamint a stabilitás és az olyan tényezőkkel szembeni érzékenység, mint a páratartalom, légkör, hő és fény. A nanorészecskék antibakteriális, gombaellenes, fertőtlenítő és toxicitási tulajdonságai ideálisak orvosi biológiai és környezetvédelmi alkalmazásokhoz. A nanorészecskék korróziós, korróziógátló, oxidációs, redukciós és gyúlékonysági jellemzői meghatározzák felhasználásukat.

1.2. A CdS nanorészecskék előállítása és tulajdonságai

A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és tulajdonságai fontosak lehetnek az elektronikai, optikai és fotovoltikus iparágakban.

A kadmium-szulfid nanorészecskéket általában kémiai módszerekkel állítják elő, amelyek során egy előre meghatározott mennyiségű kadmium és szulfid iont oldatba helyeznek, majd a megfelelő kémiai reakció révén kicsapódás vagy koaguláció útján

alakulnak ki a nanorészecskék. Az előállítás folyamata során fontos szerepet játszik az oldat pH-ja, hőmérséklete és a reaktánsok aránya.

Számos munka folyik a CdS nanorészecskék előállításán, mivel több fajta módszert is alkalmaznak a szintézisére: a gőzfázisú leválasztás (CVD), a szol-gél módszer, vagy esetleg a porlasztás is, illetve a vizes oldatból való leválasztás. Bár az előállításhoz használt oldószerrendszer újszerű és nem toxikus reakcióközeg, jelen munka elsősorban a nanorészecskék felületi lezárásának előnyeire fókuszál. *(Kanude & Jain, n.d., 2017)* A fedetlen nanorészecskékhez képest az olajsavval (OA) végzett felületi lezárással előállított CdS nanorészecskék számos egyedi tulajdonsággal rendelkeznek. Az OA-val borított CdS nanorészecskékben megfigyelt korallszerű felületi morfológiát és élénkzöld fluoreszcenciát máshol nem számoltak be. Erős sugárzáselnyelést figyeltek meg nagy sávrésekkel a látható és ultraibolya tartományban a kupakkal ellátott CdS nanorészecskékben is. Az emissziós kék eltolódás erős csúcsokkal egy másik egyedi jellemző, amelyet a felülettel borított CdS nanorészecskékben jelennek meg. A kadmium-szulfid nanorészecskék fényelnyelő és autofluoreszcens tulajdonságokkal rendelkeznek, és széles körben felhasználható a fotokatalízisben, az optikai alkalmazásokban és a biomedicinában, és a nanoanyag-tudomány határterületét jelentik. Ez a tanulmány javítja a kadmium-szulfid nanorészecskék képződési hatékonyságát, egyszerűsíti az előállítási eljárásokat, új módszert és új biológiai enzimforrásokat biztosít a kadmium-szulfid nanorészecskék bioszintéziséhez, valamint elméleti alapot ad a mélytengeri mikroorganizmusok speciális környezeti alkalmazkodási mechanizmusának magyarázatához. *(Parand & Dizaji, 2014)*

A nanométeres méretű félvezető ultrafinom részecskék, mint például a kadmium-szulfid (CdS) és a kadmium-szelenid (CdSe) körülbelül 2-8 nm átmérőjű finom részecskék, amelyek körülbelül 500-1000 atomból állnak. hogy a kvantum-bezártág effektuson alapuló kvantumméret-effektust tükrözi, és méretfüggő optikai tulajdonságokat (abszorpció / szentjánosbogár) és kémiai, elektromos és mágneses tulajdonságokat mutat. A hagyományos szerves fluoreszkáló festékekhez képest az ultrafinom részecskék által kibocsátott fény erősebb fényerővel és hosszabb élettartammal rendelkezik, valamint kéktől vörösig fluoreszkál a látható fényig a közeli infravörös tartományig. Kijelzőkre, napelemekre, LED-ekre (Light Emitting Diode) stb. is alkalmazzák. Ezenkívül az orvostudományban az antigén-antitest reakcióhoz használt szondát ultrafinom részecskékkel jelölik, amelyek különböző színű fluoreszcenciát bocsátanak ki. *(Ng & Zheng, 2015)*

A többszínű fluoreszcens CdS alkalmazása jelenleg elsősorban a LED-ek és a biológiai képképzés területére összpontosul. A különböző fluoreszcens emissziós CdS-ből többszínű és fehér LED-es eszközöket lehet készíteni, és a hosszú hullámhosszú CdS is potenciálisan alkalmazható a bioképképzés területén.

A CdS széles körben használják az optoelektronikai eszközökben kiváló fotoelektromos konverziós képességük miatt, a többszínű CdS pedig fényporként használható LED-eszközök vagy fénykibocsátó rétegeként QLED-ek gyártásához. Két különböző lumineszcencia-viselkedés. (*Khan et al., 2019*) A CdS fotolumineszcenciája azt jelenti, hogy külső gerjesztő fényforrás sugárzása hatására a CdS fényenergiát abszorbeálva elektronokat és lyukakat generálnak, az elektronok energiát nyernek és átlépnek gerjesztett állapotba, majd a gerjesztett állapotú elektronok sugárzás hatására visszatérnek alapállapotba. átmenet fluoreszcenciát generál; CdS elektrolumineszcenciája azt jelenti, hogy elektromos tér hatására elektronok és lyukak injektálódnak a katódról, illetve az anódról, és a CdS-ban rekombinálódnak excitonokká, végül az exciton sugárzási átmenet fluoreszcenciát hoz létre.

Összességében a kadmium-szulfid nanorészecskéknek számos előnye van. Például a nanorészecskék rendkívüli fotokatalitikus tulajdonságokkal rendelkeznek, ami azt jelenti, hogy képesek elektromos áramot termelni napfény hatására. Ezenkívül a kadmium-szulfid nanorészecskék nagyon kis méretűek, ami lehetővé teszi számukra, hogy bejussanak a sejtekbe, és így számos biológiai alkalmazásra is alkalmasak. Azonban a kadmium-szulfid nanorészecskék előállításának és felhasználásának számos környezeti és egészségügyi kockázata is van. A kadmium mérgező anyag, amely a környezetbe kerülve súlyos egészségügyi problémákat okozhat. A nanorészecskék felhasználása során is fennáll az a veszély, hogy a részecskék belélegezve vagy lenyelve káros hatást gyakorolnak az emberi szervezetre.

1.3. A kvantumpöttyök kapcsolata CdS nanorészecskék fotolumineszcenciájával

A kvantumpontok/kvantumpöttyök olyan nanoméretű szemcsék vagy pontszerű struktúrák, amelyeket általában félvezető anyagokból állítanak elő. A kadmium-szulfid (CdS) félvezető anyagot gyakran használják kvantumpontok előállítására.

A CdS nanorészecskék különösen érdekesek, mert a kvantummechanikai hatások miatt az elektronok és a lyukak egészen kicsi részecskékre korlátozódnak, amelyek

kvantumpontoknak nevezhetők. A CdS kvantumpontok különböző méretűek lehetnek, és ezek a méretek határozzák meg az anyag optikai tulajdonságait. A kisebb kvantumpontok általában nagyobb energiájú fotonokat szívhatnak fel, míg a nagyobb kvantumpontok alacsonyabb energiájú fotonokat szívhatnak fel.

A CdS kvantumpontoknak számos alkalmazási területe van, például a napelemek, az optoelektronikai eszközök és a biológiailag érzékeny anyagok területén.

Amikor UV-fény éri ezeket a félvezető nanorészecskéket, különböző színű fényt bocsáthatnak ki. Ezek a mesterséges félvezető nanorészecskék, amelyeket kompozitokban, napelemekben és fluoreszcens biológiai címkékben találtak alkalmazásra.

A kvantumpontok nagyon-nagyon apró, nanométeres nagyságrendű részecskék. Száz-ezer atomból állnak. Ezek a félvezető anyagok készülhetnek elemből, például szilíciumból vagy germániumból vagy vegyületből, például CdS-ből. Ezek az apró részecskék méretüktől függően eltérő színűek lehetnek. (*Borovaya et al., 2014; Parand & Dizaji, 2014*)

A kvantumpontok fotoaktívak (fotolumineszcencia) és elektroaktívak (elektrolumineszcencia), és egyedi fizikai tulajdonságokkal is rendelkeznek, amelyek a következő generációs kijelzők középpontjába teszik őket. Az organikus fénykibocsátó diódákban (OLED) használt szerves fénykibocsátó anyagokkal összehasonlítva a kvantumpont alapú anyagok tisztább színekkel, hosszabb élettartammal, alacsonyabb gyártási költségekkel és alacsonyabb energiafogyasztással rendelkeznek. További fontos előny, hogy mivel a kvantumpontok szinte bármilyen hordozóra rögzíthetők, így várhatóan nyomtatható és rugalmas, akár göndör, különböző méretű kvantumpont kijelzők lesznek.

A kvantumpontok egyedülálló optoelektronikai tulajdonságaik miatt széleskörű kutatást és figyelmet kaptak a fizika és a kémia területén. A kvantumpontok felületén azonban számos hiba található, ami csökkenti a fluoreszcencia kvantumhatékonyságát. Ezért a kvantumpontok felülete általában funkcionális ligandumok módosításával. (*Zhang & Yang, 2002*)

A II-VI típusú kvantumpontok, mint például a CdS, speciális és kiváló fluoreszcencia emissziós tulajdonságokkal rendelkeznek a látható fény tartományában, erős fluoreszcencia intenzitásúak, lassú fehérítési sebességgel, szűk fluoreszcencia spektrummal, nagy érzékenységgel és gerjesztési spektrummal rendelkeznek, folytonos eloszlású, és a fluoreszcencia spektrum csúcspozíciója áthaladhat a kvantumpontok mérete szabályozható.

A kadmium-szulfid (CdS) egy félvezető anyag, amely fotolumineszcens tulajdonságokkal rendelkezik. Ez azt jelenti, hogy a CdS képes UV vagy látható fény hatására gerjesztődni, majd a gerjesztett állapotból visszaesni az alapállapotba, miközben egy fotolumineszcens jelenséget produkál.

A CdS fotolumineszcenciáját leggyakrabban légköri körülmények között vizsgálják, azaz normál nyomású levegőben. Azonban a CdS fotolumineszcenciája különböző körülmények között is megfigyelhető lehet, például vakuum vagy inert gáz (pl. nitrogén) környezetben.

A CdS fotolumineszcenciájának erőssége és színe számos tényezőtől függ, mint például a CdS kristályszerkezetétől, a gerjesztő fényspektrumtól és intenzitástól, valamint a minta hőmérsékletétől és előkészítési módjától. Az UV fény hatása a CdS világítására tehát az anyag tulajdonságaitól és a gerjesztő fényspektrumtól függ. Általában az UV fény hatására a CdS gerjesztődik és fotolumineszcens jelenséget produkál, ami látható fényként jelenik meg a szabad szemmel. A kadmium-szulfid (CdS) UV fény alatt történő világítását általában nem vegyület vagy anyag, vagy vegyszer hatására értjük, hanem a CdS saját tulajdonságaira vezethető vissza. A CdS fotolumineszcens tulajdonságai lehetővé teszik, hogy UV fény hatására gerjesztődjön, majd a gerjesztett állapotból visszaesve fotolumineszcens jelenséget produkáljon. A fotolumineszcencia spektruma a CdS-nél a gerjesztődő UV fényspektrumtól és a CdS kristályszerkezetétől függ.

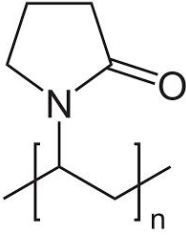
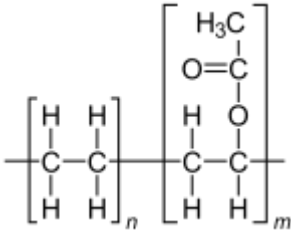
Az UV fény hatása a CdS világítására azonban befolyásolható az anyag előkészítési módjával, a minta tisztaságával és a minta körülményeivel. Például az CdS fotolumineszcenciája erősödhet, ha a mintát nagyon tiszta állapotban készítik el, vagy ha az UV fény intenzitását növelik. Azonban a CdS fotolumineszcenciájának erőssége és spektruma nagyban függ az anyag saját tulajdonságaitól, és nem egy adott vegyület vagy anyag, vagy vegyszer hatása okozza.

II. ANYAG ÉS MÓDSZER

2.1. A kutatás során felhasznált kísérleti anyagok

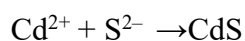
A szintézisek során felhasznált vegyszerek legfontosabb adatait az 1. táblázat foglalja össze.

1. Táblázat. Felhasznált anyagok

Vegyszer	Összegképlet	Molekulatömeg (g/mol)	Tisztasági fok
<i>Kadmium-szulfát-hidrát</i>	$3\text{CdSO}_4 \times 8\text{H}_2\text{O}$	208,47	p. a.
<i>Nátrium-szulfid</i>	$\text{Na}_2\text{S} \times 9\text{H}_2\text{O}$	240,1821	p. a.
<i>Nátrium-hidroxid</i>	NaOH	39,997	p. a.
<i>Polivinil-pirrolidon (PVP)</i>	 $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$	K-60	p. a.
<i>Tioacetamid (TAA)</i>	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$	75,13	p. a.
<i>Etilén-vinil-acetát (EVA)</i>	 $(\text{C}_2\text{H}_4)_n(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2)_m$	–	–
<i>Etil-acetát</i>	$\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$	88	p. a.

2.2. A CdS nanorészecskék előállításának módszere

A nanorészecskék előállítása az ionok közötti kölcsönhatásokon alapul, amelyet az alábbi reakció jellemez:

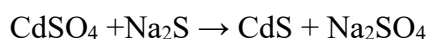


A kadmium-ionok forrása a CdSO_4 volt, míg a szulfid-ionok forrásaként Na_2S és tioacetamid szolgált.

Fontos megjegyezni, hogy a reakció környezetfüggő lehet, és a környezeti feltételek, például a hőmérséklet és a pH is befolyásolhatják a reakció sebességét és irányát

2.2.1. A CdS nanorészecskék előállítása Na₂S felhasználásával

Kiindulási anyagként vettük a 3CdSO₄ × 8H₂O és Na₂S×9H₂O vegyületeket, amiket külön-külön desztillált vízben oldottunk fel. Mindkét só koncentrációja 0,1 M volt. A kadmium-szulfid és a nátrium-szulfid egymással való reakciója a következő módon írható le:



Két oldatsorozatot készítettünk, amelyekben mind az oldatok pH-értéke, mind a komponensek aránya változott. Ebből a célból a pH-t az oldatoknak NaOH (10%) segítségével állítottuk be, ami 5; 7 illetve 9 volt, továbbá a Cd²⁺ : S²⁻ arány az 1:1; 1:5; 1:10. A megfelelő arányban összeöntött CdSO₄ és Na₂S oldatokat a pH beállítással végeztük. Az elkészített oldatokat optikai spektroszkópiás módszerrel értékeltük. Ezek után a keletkezett CdS csapadékokat szűrtük, majd exszikkátorban szárítottuk, az a környezeti hatások minimalizálása érdekében. A létrehozott szilárd por alapú részecskéket röntgendiffrakciós (XRD) és diffúz reflektancia spektroszkópia (DRS) módszerekkel elemeztük. Az előállított CdS nanorészecskék tulajdonságainak elemzése során a laboratóriumban a mintát vákuumszűrő segítségével szűrtük, majd az így kinyert anyagot exszikkátorban szárítottuk, ami egy szilárd, porózus anyagot eredményezett. A további vizsgálatokhoz a szilárd nanorészecskéket dörzsmozsárral finom porrá őröltük. Ez a lépés lehetővé tette a részecskék szerkezetének részletes vizsgálatát és jellemzését, amelyhez XRD és DRS módszereket alkalmaztunk.

2.2.2. A CdS nanorészecskék előállítása tioacetamid (TAA) felhasználásával

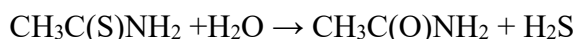
A CdS nanorészecskék előállítása során más módszereket is alkalmaztunk a részecskék tulajdonságainak vizsgálatára. A hagyományos Na₂S helyett tioacetamidot alkalmaztunk.

A kadmium-szulfid (CdS) nanorészecskék oldásban maradása, vagyis az, hogy a nanorészecskék ne aggregálódjanak és ne csapódjanak ki a reakció során, fontos szempont a nanorészecskék előállítása során. Általánosságban elmondható, hogy a CdS nanorészecskék akkor maradnak oldatban, ha a diszperziós közeg és a nanorészecskék közötti vonzóerők

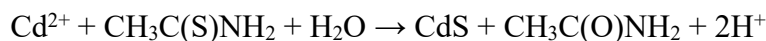
meghaladják az agglomerációhoz szükséges erősítést. Az agglomeráció során a nanorészecskék összecsapódnak, ami növeli a részecskeméretet és csökkenti a felület/volumen arányt, amelyek hatására a nanorészecskék tulajdonságai jelentősen megváltozhatnak. Az agglomeráció elkerülése érdekében gyakran használnak felületaktív anyagokat vagy egyéb diszpergálókat, amelyek segítenek stabilizálni a nanorészecskék diszperzióját. A stabilizátorok ebben a folyamatban kulcsfontosságú szerepet játszanak. A stabilizátorok olyan anyagok, amelyek felületi védelmet biztosítanak a nanorészecskéknek, és megakadályozzák azok összetapadását. A stabilizátorok hatása a CdS nanorészecskék oldásban maradására függ a stabilizátor típusától, a stabilizátor koncentrációjától és a reakció körülményeitől.

A tioacetamid organikus vegyület, amely képes kén atomot szállítani, ezzel segítve a CdS nanorészecskék kialakítását. Emellett stabilizátorként is funkcionálhat, amennyiben adszorbeálódik a nanorészecskék felületén.

Ebben a szintézisfolyamatban az első lépés a acetaminophen hidrolízise, ami során szulfid-ionok képződnek:



A folyamat második lépésében a kialakuló H_2S közvetlenül reagál a kadmium-ionokkal, CdS-ot képezve:



Az optimalizált CdS nanorészecskék kialakulása céljából acetaminophen hidrolízisének felgyorsítása érdekében NaOH-t adtunk hozzá.

A NaOH-t általában a pH szabályozására és a reakciókatalizátorként használják a szintézis során. A megfelelő pH-szint fontos lehet a kívánt termék kialakításához és a reakció hatékonyságához.

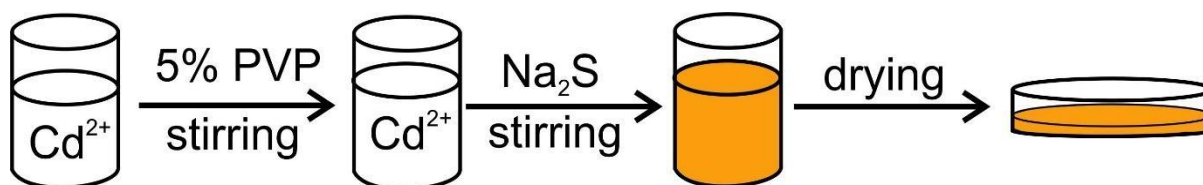
Különböző kiinduló anyag Cd^{2+} : TAA : NaOH arányokban 1:1:0,1; 1:1:0,5; 1:1:1 kevertük össze a CdSO_4 , tioacetamid és NaOH oldatokat különféle oldatsorozatok kialakítása érdekében, figyelve az esetleges változásokra. Kiterjedt kísérletek során a kevert oldatsorozatot rezsón melegítettük 3-5 percig, mely során azt vizsgáltuk, hogy bekövetkezik-e pH változás. Bár a pH érték változatlan maradt, azonban az oldatban lévő részecskék könnyen aggregálódtak a hő hatására. A további vizsgálatokat arra irányítottuk, hogy megértsük a melegített és melegítetlen oldatsorozatok közötti különbségeket. Az eljárás során először neon citromsárga és narancssárga oldatokat hoztunk létre, amelyekből később

csapadékok ülepedtek ki. A CdS nanorészecskék tulajdonságainak elemzése során a minta szűrése vákuum alatt történt laboratóriumi körülmények között, majd az így nyert anyagot exszikkátorban szárítottuk, amelynek eredményeként szilárd, por állagú anyag keletkezett. Ezt követően a szilárd nanorészecskéket finoman őröltük dörzsmozsár segítségével. Ez a lépés lehetővé tette a nanorészecskék szerkezetének részletes vizsgálatát és jellemzését, amelyhez XRD és DRS eljárásokat alkalmaztunk.

2.2.3. A CdS nanorészecskék előállítása polivinil-pirolidon jelenlétében

Gyakran polimereket mint a polivinil-pirolidon (PVP) és a polietilén-glikol (PEG) használt stabilizátorok a nanorészecskék előállításában. Ezek a polimerek felületi védelmet biztosítanak a nanorészecskéknek, és megakadályozzák azok aggregálódását. A stabilizátor koncentrációja azonban fontos tényező, mivel túl alacsony koncentráció esetén a nanorészecskék nem lesznek megfelelően stabilizáltak, míg túl magas koncentráció esetén a stabilizátor molekulák túl sűrűn helyezkednek el a nanorészecskék felületén, és csökkenthetik a nanorészecskék reakcióképességét.

A CdS nanorészecskék stabilitásának javítása érdekében polivinil-pirolidon (PVP) jelenlétében állítottuk elő azokat. A PVP-ből 5%-os oldatot készítettünk először. Az előállítási folyamat során az 50-50 ml térfogatú 0,1 M CdSO₄ és Na₂S oldatokhoz különböző mennyiségű (10, 25, 50 és 100 ml) 5%-os PVP oldatot adagoltunk hozzá. A kísérlet során a PVP oldatot hozzáadtuk a CdSO₄ oldathoz, majd ebbe kevertük a Na₂S oldatát. Ennek eredményeképpen sárga oldat keletkezett. Az 10, 25 és 50 cm³ PVP-et tartalmazó oldatokban a csapadékképződés azonnal megkezdődött. Csak a 100 cm³ PVP-et tartalmazó oldatban maradtak stabil CdS nanorészecskék. Az oldatokat szobahőmérsékleten hagytuk állni annak érdekében, hogy teljesen eltávolítsuk belőlük a vizet. 5. (Ábra).



5.ábra. A CdS/PVP film előállítási folyamatának ábrája.

A PVP hozzáadásával sikerült vékony filmet kialakítanunk, melyben a CdS nanorészecskéket rögzítettük (CdS/PVP formájában).

2.3. A kutatásnál használt vizsgálati módszerek

2.3.1 UV-VIS-NIR spektrofotometria

Az UV-VIS-NIR spektroszkópia hasznos analitikai eszköz a nanorészecskék vizsgálatára, mivel lehetővé teszi a nanorészecskék méretének, alakjának, szerkezetének és optikai tulajdonságainak meghatározását. Az UV-Vis-NIR spektroszkópia segítségével lehetőség van a CdS nanorészecskék abszorpciós spektrumának meghatározására, amely az anyag optikai tulajdonságaira vonatkozó információkat tartalmazza. A CdS nanorészecskék esetében az abszorpciós spektrumuk jellemzően a 300-700 nm-es tartományban található, amely a nanorészecskék méretétől függően eltolódhat a kék, zöld vagy sárga tartományba.

Az oldatok spektrofotometriás vizsgálata a Libra S21 UV-VIS spektrofotométer segítségével történt a 325 – 900 nm tartományban. A szilárd filmek UV-VIS spektroszkópiai analízise az InSpect UV-1700 spektrofotométerrel történt 190 és 1100 nm közötti tartományban. A szilárd mintákat külön csiszolással és polírozással (gyémánt pasztával) készítettük elő az UV-VIS-NIR spektroszkópiai vizsgálathoz.

A mért spektrumok adatait a Tauc-módszer alkalmazásával értékeltük, mivel az anyagok tiltott sávjának (E_g) meghatározására szolgál, amely fontos az anyag fényabszorpciós tulajdonságainak tanulmányozásában. A módszer lényege, hogy az abszorpció spektrumot (A) a fotonenergia négyzetével ($h\nu^2$) ábrázoljuk az abszorpciós spektrum (A) függvényében. Ahol az abszorpció függvény egyenesen áthalad a fotonenergia négyzetével kapcsolatos tengelyen, ott az E_g a görbék metszéspontjának energiaértéke lesz. A Tauc-módszerrel meghatározott E_g értéke segítségével az anyagban található tiltott sáv energiáját lehet becsülni, ami fontos információt nyújt az anyag fényelnyelési és elektronikus tulajdonságairól.

2.3.2. Diffúz reflektancia spektroszkópia (DRS)

A diffúz reflektációs spektrum (DRS) egy olyan folyamat, amely során egy anyag diffúzan veri vissza a ráeső elektromágneses hullámokat. Ez a jelenség az anyagok felületi tulajdonságai, mint például a textúra, a rétegek vastagsága vagy az összetétel alapján változik. elsősorban a diffúz reflexiós spektroszkópiában használják porózus anyagok, például pigmentek, festékek és egyéb szilárd anyagok optikai tulajdonságainak elemzésére. A DRS

vizsgálat módszere során a mintát egy tartomány spektruma vetül a minta felületére normálisan beeső rádiációval. Ezután a szóródott fényt méri a felületről egy detektor, és az adatokat elemzik a spektrális információk kinyerése érdekében. A DRS segítségével információkat lehet nyerni az anyag összetételéről, struktúrájáról és optikai tulajdonságairól.

A diffúz reflektancia spektrumok méréséhez a 2 mg CdS-alapú porokat etil-acetátban lévő etil-vinil-acetát polimeroldattal kevertük össze. A keveréket egyenletesen terítettük el a hordozóra (szűrőpapírra), hogy biztosítsuk a homogén eloszlást és megbízható mérési eredményeket. Az oldatok UV-VIS spektrofotometriai vizsgálatát a Libra S21 spektrofotométerrel végeztük 325 – 900 nm tartományban, míg a szilárd filmek vizsgálatát az InSpect UV-1700 spektrofotométerrel 190 és 1100 nm közötti tartományban hajtottuk végre.

A mért DR spektrumok a Kubelka-Munk elméletet segítségével voltak kiértékelve. A Kubelka-Munk elmélet lehetővé teszi a reflektancia spektrumok kvantitatív elemzését, és segít meghatározni az optikai abszorpciós jellemzőket. Először elő kell készíteni a homogén port vagy porózus réteget a vizsgálandó anyagból. Fontos, hogy a minta vastagsága megfelelő legyen a diffúz reflexió méréséhez, de ne legyen túl vastag, hogy elkerüljük a túlzott abszorpciót. Ez a spektrum az R_∞ jelet adja, amely a minta által visszavert fény mennyiségét jelenti.

A Kubelka-Munk funkciót ($K - M$) következőképpen definiáljuk:

$$F(R_\infty) = \frac{(1 - R_\infty)^n}{2R_\infty}$$

ahol R_∞ a minta végtelen vastagságú diffúz reflexiója.

Az $F(R_\infty)$ értékeket kiszámolva használhatjuk az anyag optikai tulajdonságainak, például az elnyelési spektrumok, az optikai sáv szélességek és az anyag szerkezetének vizsgálatára. Az adatok alapján következtethetünk az anyag elnyelési és szórási viselkedésére, valamint azok változásaira a különböző hullámhosszokon.

Az optikai tiltott sáv (E_g) meghatározásához az elnyelési spektrumot kell elemezni. Az elnyelési koefficiens (K) és az energia ($h\nu$) közötti kapcsolatot így ábrázoljuk:

$$(F(R_\infty)h\nu)^n = A(h\nu - E_g)$$

ahol a $h\nu$ foton energiája, A egy konstans az átmenet típusától függ ($n = 1/2$ közvetlen sáv, $n = 2$ közvetett sáv).

Meghatározhatjuk az (E_g) értékét. Az $(F(R_\infty)hv)^n$ és hv közötti függvény lineáris részének extrapolációja a hv tengely metszéspontjában adja meg az optikai tiltott sáv szélességet.

2.3.3 Röntgendiffrakció (XRD)

Az anyagok atomi szerkezetét XRD segítségével határozható meg. Minőségi és kvantitatív elemzésre egyaránt használható. A kristályszerkezet meghatározására, a kristályos nanorészecskék méretének kiszámítására és a nanorészecskék elemzésére használják.

A minták XRD elemzését egy az AXRD Benchtop pordiffraktométeren (Proto Manufacturing Limited) végeztük el. A kísérleti pordiffraktogramot Bragg-Brentano geometriában $\theta / 2\theta$ módban, Ni-szűrt $\text{CuK}\alpha$ sugárzással gyűjtöttük. A minták vizsgálata a $10\text{-}60^\circ$ 2θ szögtartományban történt, 0,5 másodperc lépésenkénti számlálási idővel, és az adatgyűjtést dinamikus ROI alkalmazásával végeztük. A fázis analízist a PDAnalysis (Proto Manufacturing) programok segítségével végeztük.

A krisztalitek méretét a CdS mintákban a Scherrer módszerrel határoztuk meg. A diffrakciós csúcsok szélességéből (FWHM, teljes szélesség félértéken) a krisztalit tályméret kiszámítható:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

ahol: D - a kristálméret,

K - a Scherrer-állandó (általában 0,9),

λ - a röntgensugár hullámhossza,

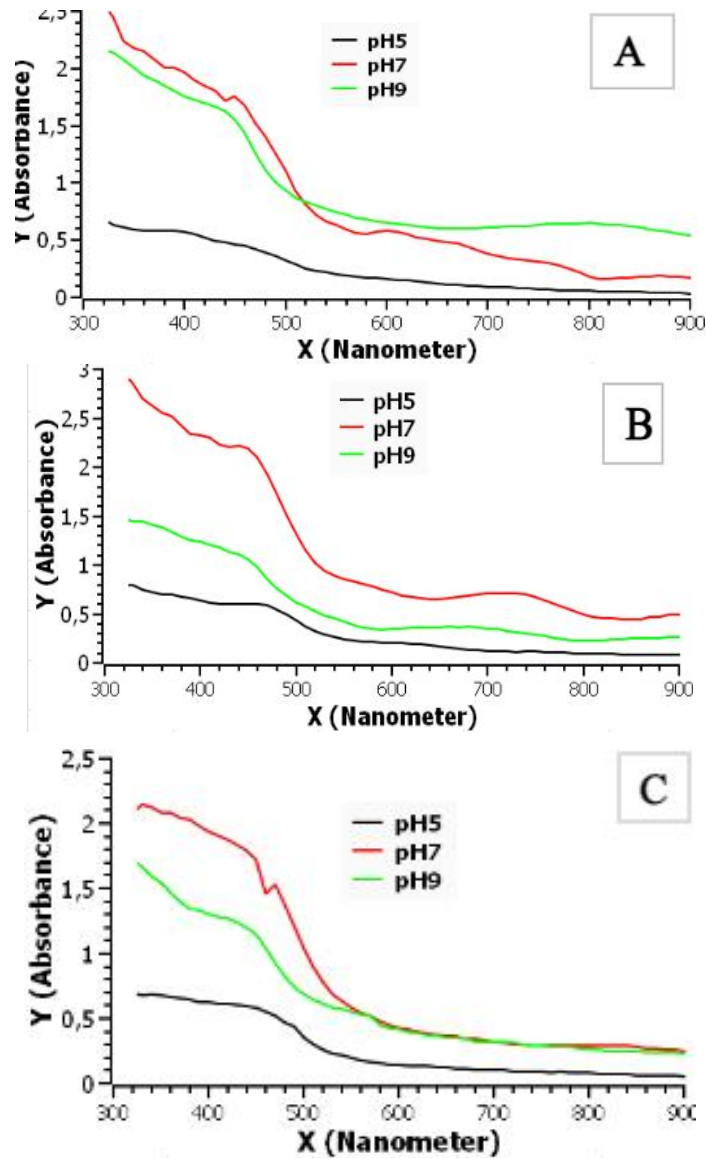
β - a diffrakciós csúcs teljes szélessége félértéken (FWHM) radiánokban,

θ - a Bragg-szög

III. EREDMÉNYEK ÉS ÉRTÉKELÉS

3.1. CdS nanorészecskék szintézise nátrium-szulfid alkalmazásával.

Az összeöntést követően a sárga színű oldatokat UV-VIS-NIR spektrofotometriás módszerrel vizsgáltuk.(6.ábra). A CdS nanorészecskék oldataiban a spektrum csúcsai a minta tiltót sávja és optikai tulajdonságaival kapcsolatosak, és lehetővé teszik az anyag optikai tulajdonságainak megértését.



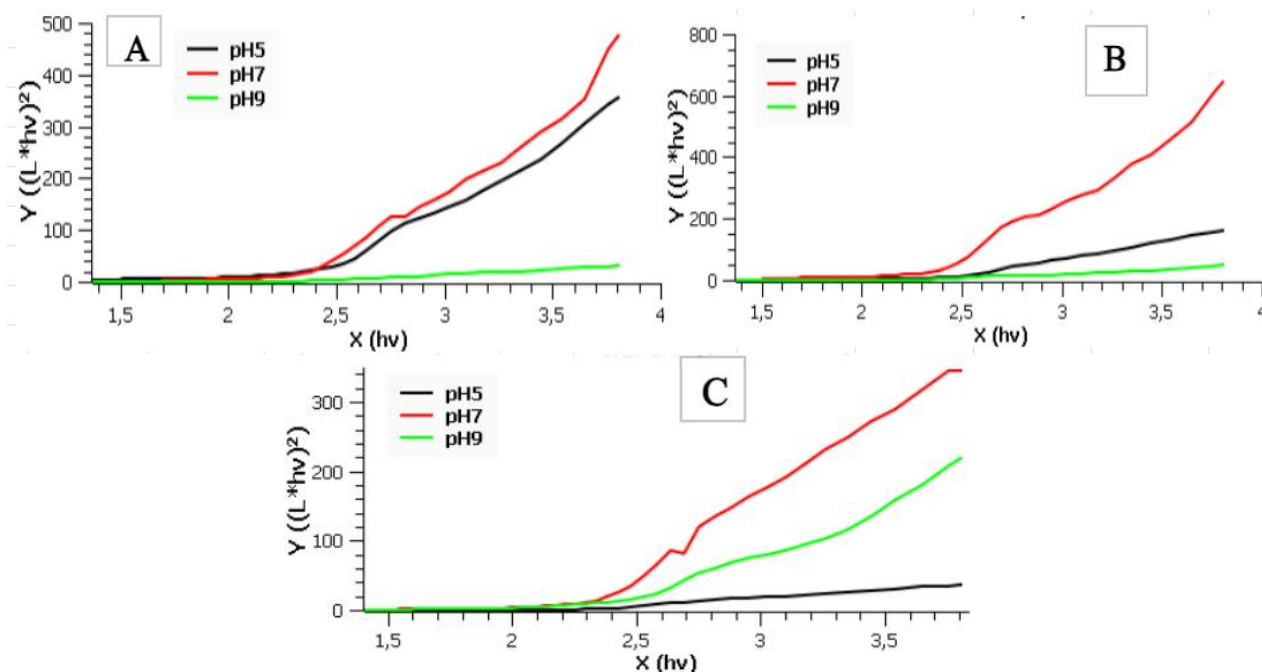
6.ábra. CdS optikai abszorpciós spektruma pH változásra:
(A) 1:1 arányhoz, (B) 1:5 arányhoz, (C) 1:10 arányhoz

Minden esetben erőteljes abszorpciót figyelhettünk meg a 325-500 nm-es hullámhossztartományban, amely a CdS nanorészecskékre jellemző. Az előállított CdS nanorészecskék különböző tulajdonságainak becsléséhez a tiltott sáv energiáját (E_g) a Tauc-módszer alkalmazásával számítottuk ki (lásd 7. ábra). A CdS nanorészecskék tiltott sáv (E_g) való meghatározása az optikai spektrumból megbecsülhető Tauc-módszer szerint: $\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^{1/2}$, ahol:

α - abszorpciós együttható,

$h\nu$ - foton energia

A - (állandó)-



7.ábra.Tauc-görbe a CdS nanorészecskékre vonatkozóan

(A) 1:1 arányhoz, (B) 1:5 arányhoz, (C) 1:10 arányhoz

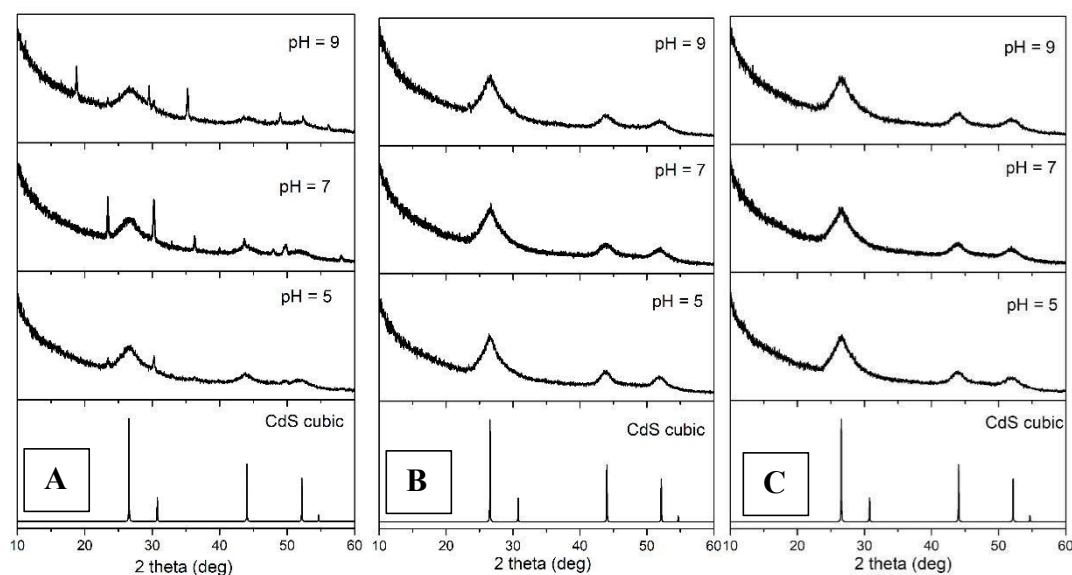
A tiltott sáv (E_g) meghatározott értékeit a 2. táblázat foglalja össze. Az adatok alapján elemeztük, hogyan befolyásolja a pH és az anyagok arányának változása az E_g értékeit. Emellett megvizsgáltuk, hogy az E_g értékei milyen mértékben térnek el lúgos, semleges és savas közegben. Az eredmények arra utalnak, hogy a részecskeméret jelentős hatással van az E_g értékeinek változására különböző kémiai környezetekben, ami összefügg a nanorészecskék méretének és a kémiai környezet közötti kölcsönhatásokkal.

2. Táblázat. A CdS nanorészecskék tiltott zónájának (E_g) kiértékelése

A Cd ²⁺ : S ²⁻ ionok aránya					
1:1		1:5		1:10	
pH	E_g , eV	pH	E_g , eV	pH	E_g , eV
5	2,65	5	3,11	5	2,40
7	3,10	7	3,07	7	3,25
9	2,76	9	2,60	9	2,84

A szilárd CdS mintákat további részletes vizsgálatoknak vetettük alá XRD és DRS technikák alkalmazásával. Az XRD mérések eredményei a kristályszerkezetre vonatkozó információkkal együtt a 8. ábrán található. Az XRD röntgendiffrakciós diffraktogramokon megjelenő csúcsok segítségével azonosítani tudjuk a komponensek jelenlétét az anyagban. A röntgendiffrakciós diffraktogramok mindegyikén megfigyelhető a kubikus struktúrájú CdS jelenléte, ami azt mutatja, hogy sikerült tiszta CdS nanorészecskéket előállítani. Kivétel a 1:1 aránynál, ahol a pH = 5 és 7-nél még található CdCO₃ és pH = 9 még CdSO₄×H₂O is.

A röntgenspektroszkópia alapján nyert információk alapján további részletes vizsgálatokat végezhetünk a nanorészecskék szerkezetének és tulajdonságainak megértése érdekében.



8.ábra. Különböző pH-jú oldatból előállított CdS szilárd részecskék röntgendiffraktogramja: **(A)** 1:1 arányhoz, **(B)** 1:5 arányhoz, **(C)** 1:10 arányhoz.

A CdS (kadmium-szulfid) nanorészecskék vizsgálata során kiemelten fontos a kristályitok méretek meghatározása. A CdS nanorészecskék különböző méretűek lehetnek, és ezek a méretek jelentősen befolyásolhatják a nanorészecskék fizikai és kémiai tulajdonságait. Az elemzés során az előállított CdS nanorészecskék különböző pH értékeknek a nanorészecskék kristályitok méretére gyakorolt hatását vizsgáltuk X-ray Diffraction (XRD) módszerrel, és amint láthatjuk, hogy a becsült kristályitok méretek nanométerben 3-tól 4-ig terjed, ahogyan azt a 3. táblázat is szemlélteti.

3. Táblázat. CdS nanorészecskék méretei kristályos formában

S	Arányok	pH	Kristály méret (D)	FWHM, °
1.	1:1	5	3±1 nm	2,9653
2.	1:1	7	4 nm	2,4142
3.	1:1	9	3 nm	2,9683
4.	1:5	5	4±1 nm	2,518
5.	1:5	7	4±1 nm	2,808
6.	1:5	9	4±1 nm	2,7889
7.	1:10	5	4±1 nm	2,808
8.	1:10	7	4±1 nm	2,8689
9.	1:10	9	4±1 nm	2,7379

Általános megfigyelések:

Arányok és pH értékek:

- Három különböző arányt vizsgáltunk: 1:1, 1:5 és 1:10 három különböző pH értéken: 5, 7 és 9.

Kristályméret (D):

- Az 1:1 arány esetében a kristályméret 3 és 4 nm között változik.
- Az 1:5 arány esetében a kristályméret 4±1 nm.
- Az 1:10 arány esetében a kristályméret szintén 4±1 nm.

Teljes szélesség fél maximumnál (FWHM):

- Az FWHM értékei 2,4142° és 2,9683° között mozognak.

□ **1:1 arány:**

A kristalit méret nem mutat jelentős változást a pH növekedésével, azonban a pH 7-nél a FWHM a legkisebb, ami élesebb csúcsokat jelez az XRD-ben.

▫ **1:5 arány:**

Ebben az arányban a kristálméret állandó (4 ± 1 nm), függetlenül a pH értékétől. Az FWHM értékek kis mértékben változnak.

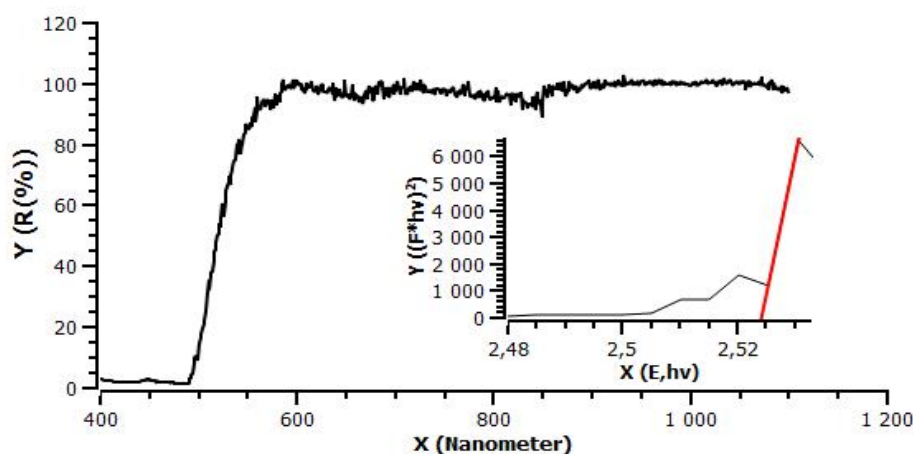
▫ **1:10 arány:**

Itt is a kristálméret konstans (4 ± 1 nm), míg az FWHM értékek kis mértékben ingadoznak.

Az 1:1 arány esetében a pH 7 tűnik a legkedvezőbbnek, mivel ekkor az FWHM a legkisebb, jelezve a legjobb kristályszerkezetet.

A jellemzést további részletek megismerése érdekében DR spektrofotometriás módszerrel is elvégeztük. A DRS lehetővé teszi az anyagok optikai tulajdonságainak vizsgálatát anélkül, hogy roncsolná a mintát, ami különösen fontos a nanorészecskék esetében. A DRS módszer széles hullámhossz-tartományban képes adatokat gyűjteni, beleértve az UV, látható és közeli infravörös (NIR) tartományokat is. Ez lehetővé teszi a nanorészecskék különböző optikai tulajdonságainak vizsgálatát.

Az előzőleg megszerzett spektrum adatait Kubelka-Munk elmélet alapján kiértékeltek, majd azokat abszorpciós spektrummá átalakítottuk. A 8. ábra a 400 és 1200 nm közötti tartományban ábrázolja a CdS nanorészecskék DR spektrumát (további ábrák megtalálhatóak az 1. mellékletben). Az elkészített CdS nanorészecskék tiltott sáv energiáját az említett spektrumok részletes elemzésével határoztuk meg.



9. ábra. A CdS transzformált Kubelka–Munk (DR spektrumokból) függvény

Szemléltetve: 1:10 arányhoz, pH7-es példája

4. Táblázat. A CdS nanorészecskék tiltott energiasáv értékei

	Arányok	pH	E _g ,eV
1.	1:1	5	2,57
2.	1:1	7	2,71
3.	1:1	9	2,56
4.	1:5	5	2,53
5.	1:5	7	2,45
6.	1:5	9	2,44
7.	1:10	5	2,47
8.	1:10	7	2,52
9.	1:10	9	2,51

Az 4. táblázat alapján kiértékelve látható az energia változás (E_g) különböző pH értékek és arányok esetén, valamint a tiltott zóna.

1:1 arány :

Az E_g értékek között kismértékű változás figyelhető meg. A pH 7 esetében a legmagasabb az E_g, míg pH 9 esetén a legalacsonyabb.

1:5 arány:

Az E_g értékek csökkenést mutatnak a pH emelkedésével. A legmagasabb érték pH 5 esetén, a legalacsonyabb pedig pH 9 esetén figyelhető meg.

1:10 arány:

A pH 7 esetében a legmagasabb az E_g, míg pH 5 esetén a legalacsonyabb.

● **Általános megfigyelések:**

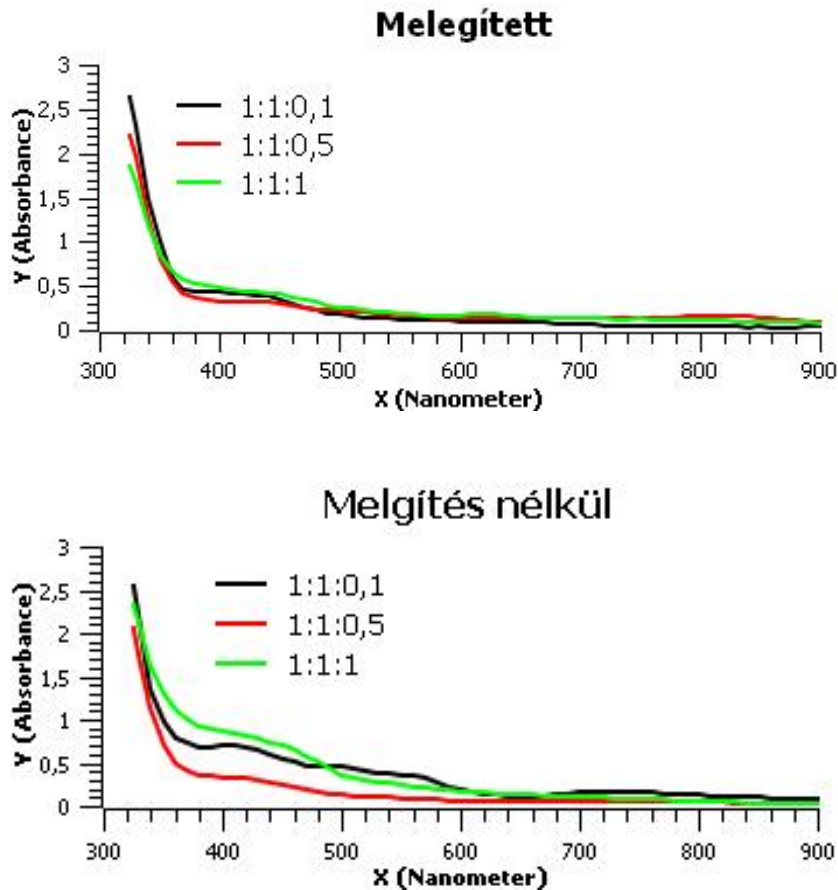
- Az E_g értékek különböző arányok és pH értékek esetén 2,44 eV és 2,71 eV között változnak.
- A legmagasabb E_g értéket az 1:1 arányú, pH 7 mintánál figyelhetjük meg (2,71 eV).
- Az 1:5 arányú minták mutatják a legalacsonyabb E_g értékeket, különösen magas pH értékek esetén (pH 7 és 9).
- Az 1:10 arányú minták E_g értékei viszonylag közel állnak egymáshoz, és nincs jelentős változás a pH változásával.

● **Tiltott sáv**

- A tiltott sáv mérete minden esetben 2,44 eV és 2,71 eV között van.
- Az anyag elektronikus tulajdonságait nagyban befolyásolja a pH és az arányok változása, amit az E_g változásai tükröznek.

3.2. CdS nanorészecskék szintézise tioacetamid felhasználásával

Oldatsorozatot készítve azonos arányban alkalmaztuk a melegített és a nem melegített oldatokra. A 9. ábrán látható, hogy az UV-VIS spektrofotométerrel végzett elemzés során megfigyelhető különbségek mutatják, hogy a hőmérséklet hatással van a CdS nanorészecskék fényabszorbanciájára is.

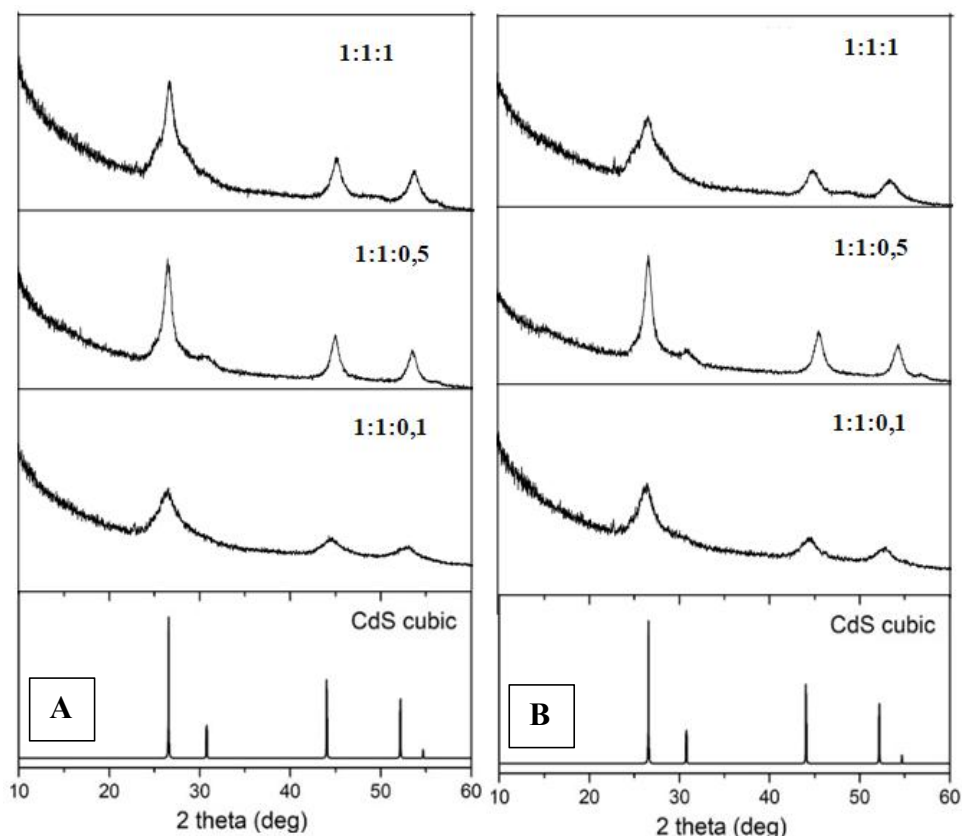


10.ábra. CdS nanorészecskék oldatának UV-VIS spektrális elemzése

A 10. ábrán megfigyelhető az, hogy hogyan változik az abszorbancia a hullámhossz függvényében a különböző arányok és a melegítés hatására. A melegített minták esetében az abszorbancia értékek magasabbak, különösen a rövidebb hullámhossz tartományban (300-400 nanométer között), mint a melegítés nélküli minták esetében. Látható, hogy minél rövidebb a hullámhossz, annál nagyobb az abszorbancia érték mind a melegített, mind a melegítés nélküli minták esetében. A legnagyobb abszorbancia értékek az 1:1:0,1 aránynál

vannak, míg a legalacsonyabb értékek az 1:1:1 aránynál figyelhetők meg. Ezen kívül, a melegített minták általában magasabb abszorbancia értékeket mutatnak, mint a melegítés nélküli minták, ami arra utalhat, hogy a melegítés növeli az abszorbancia értékeket.

A szilárd CdS minták részletes vizsgálatát XRD és DRS módszerekkel folytattuk. A különböző arányokban tartalmazott tioacetamidot, valamint a melegített oldat befolyásolhatja az anyagok kristályszerkezetét és az eredményeket az XRD diffraktogramját (10.ábra).



11.ábra. CdS nanorészecskék röntgendiffrakciós spektruma tioacetamid felhasználásával: **(A)** Hővel kezelt oldatból készült por alapú minták XRD spektruma; **(B)** Hőkezelés nélküli oldatból készült por alapú minták XRD spektruma

A 11.ábrán látható XRD spektrumok a különböző arányú oldatokból készült pormintákból származnak. Az (A) ábrán. három spektrum a melegített oldatokból készült pormintákat mutatja 1:1:0,1; 1:1:0,5 és 1:1:1 arányba, míg a (B) spektrum a melegítés nélküli oldatból készült pormintát mutatja, ami szintén 1:1:0,1; 1:1:0,5 és 1:1:1 arányba. A spektrumokban látható, hogy a melegített oldatokból készült pormintákban több kristályos fázis van jelen, mint a melegítés nélküli oldatból készült pormintában. Ez azt jelzi, hogy a

melegítés során a pormintákban kristályosodás történt. Mindkét oldatok sorozatában köbös szerkezetű CdS van jelen.

Továbbá megvizsgáltuk XRD módszer segítségével a minták krisztalit méretét. A CdS nanorészecskék por mintáinak krisztalit mérete 4 ± 1 és 9 ± 1 nm között mozog. A kapott adatok összefoglalása a 5. táblázatban található, amely bemutatja az arányok változását és annak hatását a kristályméretekre.

5 .Táblázat. A CdS nanorészecskék méreteinek változása a NaOH koncentráció és a hőmérséklet hatására

	Cd²⁺: TAA : NaOH arányok	Kristályméret (D)	FWHM, °
Melegített	1:1:0,1	4±1 nm	2,2769
	1:1:0,5	9±0 nm	0,9579
	1:1:1	5±1 nm	2,5009
Melegítés nélkül	1:1:0,1	5±0 nm	1,8226
	1:1:0,5	9±1 nm	0,887
	1:1:1	7±1 nm	1,4575

Melegített minták adatainak elemzése:

1:1:0,1 arány: A kristályméret kicsi (4 ± 1 nm), és a FWHM érték viszonylag magas (2,2769). Ez azt sugallja, hogy a kristályok kicsik és kevésbé rendezettek.

1:1:0,5 arány: A kristályméret jelentősen megnő (9 ± 0 nm), és a FWHM érték csökken (0,9579). Ez azt jelenti, hogy a kristályok nagyobbak és rendezettebbek.

1:1:1 arány: A kristályméret közepes (5 ± 1 nm), és a FWHM érték ismét magasabb (2,5009). Ez arra utal, hogy a kristályok kisebbek és kevésbé rendezettek.

Melegítés nélküli minták adatainak elemzése:

- 1:1:0,1 arány: A kristályméret közepes (5 ± 0 nm), és a FWHM érték viszonylag magas (1,8226). Ez azt sugallja, hogy a kristályok mérete közepes és kevésbé rendezettek.

- 1:1:0,5 arány: A kristályméret nagy (9 ± 1 nm), és a FWHM érték alacsony (0,887). Ez azt jelenti, hogy a kristályok nagyobbak és rendezettebbek.

- 1:1:1 arány: A kristályméret szintén nagyobb (7 ± 1 nm), de a FWHM érték valamivel magasabb (1,4575). Ez arra utal, hogy a kristályok nagyok, de kevésbé rendezettek a 1:1:0,5 arányú minta kristályaihoz képest.

Összehasonlítás melegített és melegítés nélküli minták között:

- **Kristálméret:**

- Általában a melegített minták kristálmérete kisebb, kivéve a 1:1:0,5 arányú mintát, ahol mindkét esetben ugyanakkora.

- A melegítés nélküli minták esetében a kristálméret nagyobb a 1:1:1 arányú mintánál.

- **FWHM:**

- A melegített minták esetében a FWHM értékek magasabbak, ami arra utal, hogy a kristályok kevésbé rendezettek, kivéve a 1:1:0,5 arányú mintát, ahol a melegített minta FWHM értéke alacsonyabb.

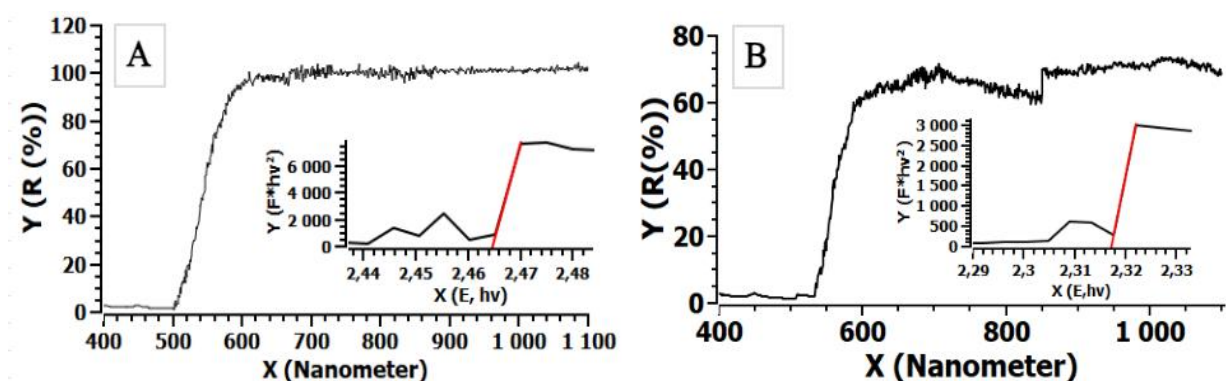
- A melegítés nélküli minták esetében a FWHM értékek alacsonyabbak, ami jobb kristályszerkezetet jelez.

Következtetés:

Az optimális NaOH arány a kristálméret és rendezett szerkezet szempontjából a 1:1:0,5, mind melegített, mind melegítés nélküli minták esetében.

A melegítés hatása a kristálméretre és rendezett szerkezetre változó, de általában a melegítés csökkenti a kristálméretet és növeli a FWHM értéket, kivéve néhány esetet.

Továbbiakban a DR spektroszkópiát alkalmaztuk. Az összegyűjtött spektrális adatokat azután részletesen elemeztük a Kubelka-Munk elmélet szerint, és abszorpciós spektrummá alakítottuk át, így lehetőséget teremtve a nanorészecskék optikai viselkedésének mélyebb megértésére.



12.ábra. Transzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvény
Szemléltetve: Összehasonlítva az (A) 1:1:0,5 arányhoz, melegítés nélküli, (2,467 eV)
(B) 1:1:0,5 arányhoz, melegítés példáján (2,317 eV)

A Kubelka-Munk spektroszkópiai elmélet alkalmazásával és Tauc-grafikon által végzett számítások alapján értékeltük ki a minták tiltott sáv értékeit, miszerint 2,56 eV, 2,50 eV, 2,31 eV, 2,46 eV és 2,44 eV. A 6. táblázat összegzi az eredményeket, és bemutatja, hogyan változik az E_g az arányok és a hőmérséklet hatására (a további eredmények a 2. számú mellékletben találhatóak). A 8. táblázat a különböző NaOH arányokkal készült minták tiltott sáv értékeit (E_g) mutatja mind melegített, mind melegítés nélküli állapotban.

6. Táblázat. Az CdS nanorészecskék E_g értékei

	Cd²⁺: TAA : NaOH arányok	E_g, eV
Melegített	1:1:0,1	2,56
	1:1:0,5	2,31
	1:1:1	2,46
Melegítés nélkül	1:1:0,1	2,50
	1:1:0,5	2,46
	1:1:1	2,44

A melegített minták adatainak elemzése:

- 1:1:0,1 arány: $E_g = 2,56$ eV. Ez a legmagasabb érték a melegített minták között.
- 1:1:0,5 arány: $E_g = 2,31$ eV. Ez a legalacsonyabb érték a melegített minták között,

A melegítés nélküli minták adatainak elemzése:

- 1:1:0,1 arány: $E_g = 2,50$ eV. Ez a legmagasabb érték a melegítés nélküli minták között.
- 1:1:0,5 arány: $E_g = 2,46$ eV. Ez közepes érték a melegítés nélküli minták között.

Összehasonlítás melegített és melegítés nélküli minták között:

- 1:1:0,1 arány:

Melegítve: 2,56 eV, emellett melegítés nélkül: 2,50 eV, amiből láthatjuk, hogy a melegítés növelte az E_g értéket, de jelentős változás nincs.

- 1:1:0,5 arány:

Melegítve: 2,31 eV, míg melegítés nélkül: 2,46 eV, ami azt jelenti, hogy a melegítés csökkentette a E_g értékét.

- 1:1:1 arány:

Melegítve: 2,46 eV, melegítés nélkül: 2,44 eV, ami azt mutatja, hogy a melegítés kissé növeli az E_g értékét, de nem okozott jelentős változást.

Következtetés:

NaOH arány hatása: Az E_g mind a melegített, mind a melegítés nélküli minták esetében a NaOH arányától függ. A legnagyobb változást a 1:1:0,5 arányú minták mutatják, ahol a melegítés jelentősen csökkenti a tiltott sáv értékét.

Melegítés hatása: Általában a melegítés hatása változó, attól függően, hogy milyen arányú NaOH oldatot használnak. Néhány esetben növeli a E_g értékét (pl. 1:1:0,1 arány), míg más esetekben csökkenti azt (pl. 1:1:0,5 arány).

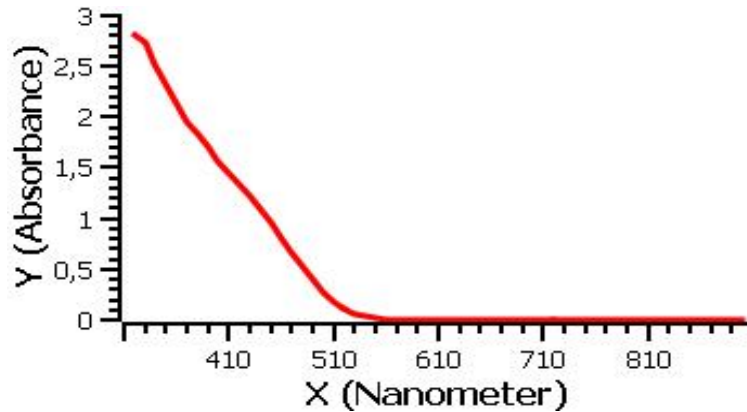
3.3. CdS és polivinil-pirrolidon nanorészecskés filmek tulajdonságai

A PVP egy olyan polimer, amelynek hidrofil és hidrofób egységei vannak, és széles körben használják a nanorészecskék szintézisében és stabilizálásában. Oldatsorozatot készítve meghatározásra került az, hogy milyen mennyiségbe szükséges hozzáadni a PVP-t a már előkészített $CdSO_4$ oldathoz. Az optimális stabilizátor koncentráció meghatározása számos tényezőtől függ, például a reakció körülményeitől, a stabilizátor típusától és a nanorészecskék méretétől, ezért ehhez egy 5%-os PVP oldatot készítettünk, mivel a megfelelő stabilizátor kiválasztása és a stabilizátor koncentrációjának optimalizálása segíthet a CdS nanorészecskék hatékonyabb stabilizálásában és oldásban maradásában, amit a 7. táblázat foglal össze, hogy milyen eredmények születtek.

7.Táblázat. PVP felhasználása, mint stabilizátor a CdS nanorészecskék előállításánál

	PVP, V(ml)	Megfigyelés
1.	0	narancssárga színű csapadék
2.	10	narancssárga színű csapadék
3.	25	narancssárga színű csapadék
4.	50	narancssárga színű csapadék
5.	100	narancssárga-vöröses színű oldat

A CdS nanorészecskék és a PVP közötti reakció során a PVP hidrofób egységei a nanorészecskék felületén adszorbeálódnak, és stabilizálják a nanorészecskéket. A PVP hidrofil egységei pedig a vízben oldhatóak, így lehetővé teszik a nanorészecskék diszpergálását vízben vagy más polaritást mutató oldószerben.

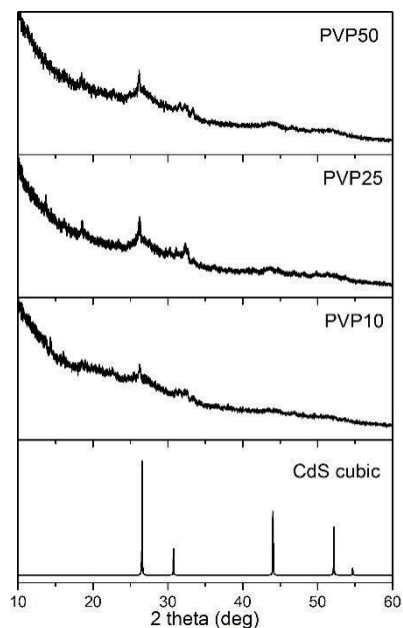


13.ábra. PVP stabilizátor jelenlétében (100 ml PVP) készült oldat CdS abszorpciós spektruma

Az oldatban maradt PVP elegyet optikai abszorpciós spektrumon megvizsgálva azt lehet mondani, hogy a PVP anyagok esetében az abszorpciós spektrumok jellemzői különbözőek lehetnek, mivel az abszorpciós spektrum a minta molekuláris szerkezetére és az anyagban található funkcionális csoportokra utalhat.

A 13.ábra grafikonján látható, hogy az abszorbancia értéke a hullámhossz növekedésével csökken. Kezdetben, 2,81-as abszorbanciával indul 325 nanométernél, majd fokozatosan csökken, és 560 nm körül már közel nulla. Ez a jelenség a CdS nanorészecskék optikai tulajdonságaira utal, amelyek a PVP stabilizátor jelenlétében oldatban maradnak. Az abszorbancia csökkenése a hullámhossz növekedésével tipikus viselkedés a nanorészecskék esetében, és az anyag optikai sávszélességére utalhat.

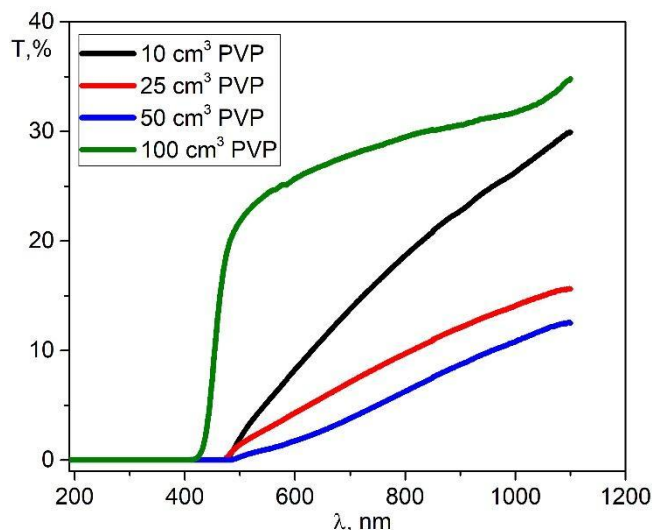
Ha viszont az előállítási módszer és a körülmények megfelelőek, akkor a CdS nanorészecskék kristályos formában is kialakulhatnak. A csapadékot eredményező elegyet felhasználva hagytuk, hogy magától párologjon le a csapadékról a rajta lévő oldat, aminek eredményeképp lemezek keletkezett és ezt röntgendiffrakciós mérések alá vetettük. Az XRD spektrum segítségével meghatározhatjuk a CdS/PVP film fázis összetételét. A PVP anyag jól definiált kristályszerkezettel rendelkezik, amelyet össze lehet hasonlítani a minta spektrumával, hogy azonosítsuk az anyagot.



14.ábra. A CdS/PVP filmek röntgendiffrakciós spektrumai

Megfigyelhető, hogy a kialakult CdS/PVP filmek két fázisúak és mind CdS, mind PVP reflexiókat tartalmaznak.

A transzmissziós spektrumokat korábban előkészített mintákon mértük. A 14. ábrán egy UV-VIS-NIR spektrometriás mérés eredménye látható, amely négy különböző mintát mutat be: PVP 10, PVP 25, PVP 50 és PVP 100. A spektrumok hasonló mintázatot mutatnak, de a transzmittancia értékek változnak a PVP koncentrációjának függvényében. Minden minta esetében a transzmittancia értékek magasak a 400-1100 nm hullámhossz tartományban. A PVP 100 minta transzmittancia értékei a teljes spektrumon a legmagasabbak, míg a PVP 50 mintáé a legalacsonyabbak. A PVP koncentrációjának növekedésével általában csökken a transzmittancia értékek, kivéve a PVP 100 mintát, ahol ez a trend nem figyelhető meg.

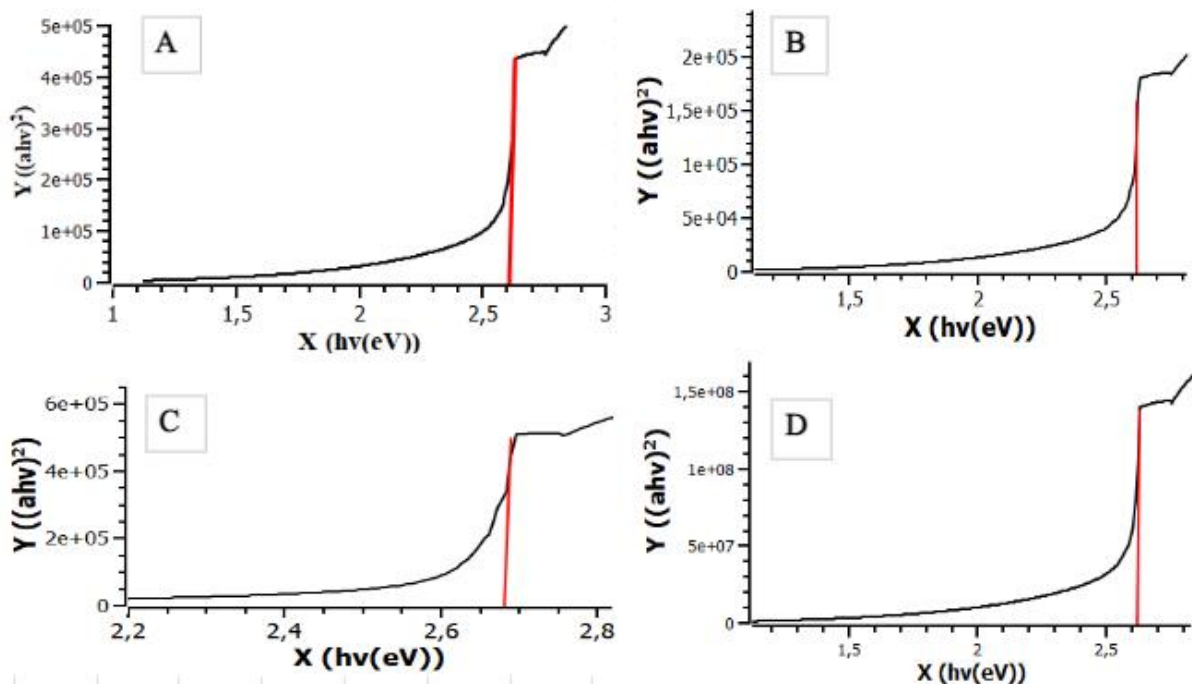


15.ábra. A CdS/PVP filmek transzmittanciája

A minták összehasonlítása során a következő megfigyelések készültek:

- PVP 10 esetén az abszorbanca értékek a legalacsonyabbak a három minta közül, különösen a 400 nm feletti tartományban.
- PVP 25 esetén az abszorbanca értékek közepesek, elhelyezkedése a PVP 10 és PVP 50 között található.
- PVP 50 esetén az abszorbanca értékek a legmagasabbak, különösen a 400 nm feletti tartományban.

Felhasználva a Tauc-grafikonokat az előkészített CdS/ PVP lemezek E_g értékeit határoztuk meg. Az $(\alpha h\nu)$ diagramja az energia ($h\nu$) függvényében a 16. ábrán látható, és a görbét a lineáris része alapján extrapoláljuk a $h\nu$ tengelyre az E_g érték meghatározásához.



16.ábra. A CdS nanorészecskék optikai abszorpciós spektrumából származó becült sávzélesség változó PVP koncentrációk mellett:

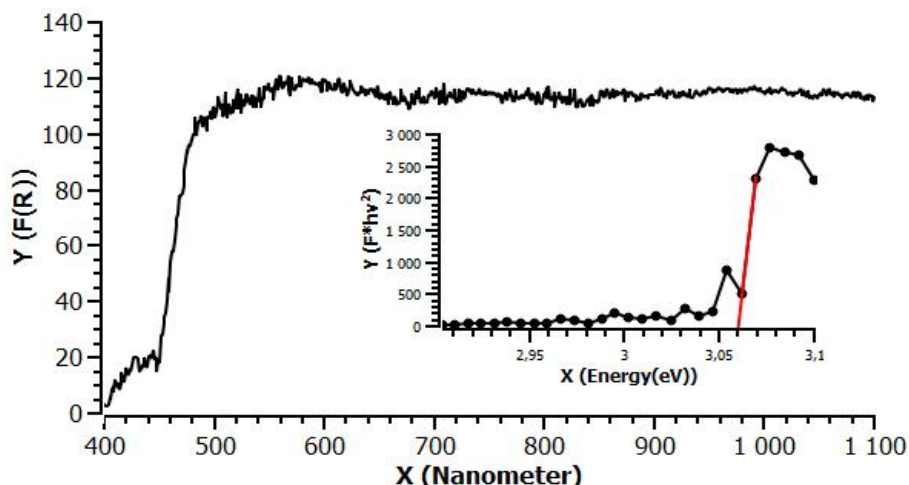
(A) 1:1:0,2 arányhoz; (B) 1:1:0,5 arányhoz; (C) 1:1:1 arányhoz; (D) 1:1:2 arányhoz

8. Táblázat. Lemezvastagság által meghatározott eV értékek

	PVP, V(ml)	Arány	Lemez vastagsága, cm	E_g , eV
1.	10	1:1:0,2	0,038	2,61
2.	25	1:1:0,5	0,059	2,60
3.	50	1:1:1	0,032	2,66
4.	100	1:1:2	0,041	2,52

- A legmagasabb E_g értéket az 1:1:1 arányú, 0,032 cm vastagságú minta mutatja (2,66 eV).
- A legalacsonyabb E_g értéket az 1:1:2 arányú, 0,041 cm vastagságú minta mutatja (2,52 eV).
- Az E_g értékek különböző arányok és vastagságok esetén kisebb eltéréseket mutatnak, de nincs jelentős változás.
- Az E_g értékeinek változása alapján látható, hogy az arány és a vastagság befolyásolja az anyag energiasávját, de a változások viszonylag kicsik

A PVP-stabilizált CdS nanorészecskék diffúz reflexiós spektrumát rögzítettük, majd a reflexiós adatokat Kubelka-Munk függvény segítségével abszorpciós spektrummá alakítottuk, amit a 15. ábra is szemléltet (a többi ábra megtekinthető a 3.számú mellékletben). A nanorészecskék E_g értékét a DR spektrumban lévő abszorpciós él alapján becsültük meg.



17.ábra. A CdS / PVP transzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvénye. **Szemléltetve:** 1:1:0,5 arány példáján

A PVP-stabilizált CdS nanorészecskék esetében a sáv szélesség 3,12 eV, 3,05 eV, 3,06 eV és 3,07 eV volt, ami az abszorpciós élnek felel meg. A PVP jelenléte befolyásolja a CdS nanorészecskék méretét és stabilitását, ezáltal kisebb részecskék nagyobb sávközi energiával rendelkeznek.

	PVP, V(ml)	Cd ²⁺ : S ²⁻ : PVP arány	E_g , eV
1.	10	1:1:0,2	3,12
2.	25	1:1:0,5	3,05
3.	50	1:1:1	3,06
4.	100	1:1:2	3,07

9. Táblázat. Az eV (bandgap) értékei a CdS és PVP optikai reflexiós spektrumában.

1:1:0,2 arány: Ez az arány biztosítja a legmagasabb E_g értéket a vizsgált arányok közül.

1:1:0,5 arány: Az E_g értéke csökken az arány növekedésével.

1:1:1 arány: Az E_g értéke kissé növekszik az 1:1:0,5 arányhoz képest, de még mindig alacsonyabb, mint az 1:1:0,2 arányé.

1:1:2 arány: Az E_g értéke tovább növekszik az 1:1:1 arányhoz képest.

- **Tiltott sáv energiája**

- A tiltott sáv értéke mérete minden esetben 3,05 eV és 3,12 eV között van.

- **Általános megfigyelések**

- A legmagasabb E_g értéket az 1:1:0,2 arányú minta mutatja (3,12 eV).

- A legalacsonyabb E_g értéket az 1:1:0,5 arányú minta mutatja (3,05 eV).

- Az E_g értékek között nincs jelentős változás, de egyértelmű tendencia figyelhető meg, hogy a legmagasabb és legalacsonyabb értékek között csupán 0,07 eV különbség van.

- Az E_g értékei viszonylag stabilak, ami arra utal, hogy az arányok változtatása nem eredményez drasztikus változást az energiasávok szélességében.

IV. PEDAGÓGIAI ALKALMAZÁSI LEHETŐSÉGEK ÉS MÓDSZEREK „A KADMIUM-SZULFID NANORÉSZECSKÉK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS VIZSGÁLATA” TÉMAKÖRÉBEN A KÉMIA OKTATÁSÁBAN

4.1. A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 7. osztály kémia oktatásában

7. osztályban a kémia órákon először a **keverékeket** tanulják a diákok, ami kapcsolódik a szakdolgozatom témájához, hiszen mi is homogén keverék eredményeképpen sikerült CdS nanorészecskéket előállítani. A 7. osztályban a keverékek készítése után a diákok tanulnak a **keverékek szétválasztásáról** is. Ebben a kontextusban megismerkedtek a szűréssel, ami szintén folyamatban a kémiai gyakorlatban. A szűrés segítségével az anyagokat szét lehet választani egy keverékből, például szilárd részecskéket lehet kiválasztani folyadékból. Ez a folyamat alapvető fontosságú volt a CdS nanorészecskék előállítása során, mert a szűrés segítségével tudtam kinyerni a CdS nanorészecskéket az oldatból, és száraz por alapján dolgozni a szakdolgozatom során.

Összetett anyagok. A középiskolai tanulmányok során a diákok részletesen megismerkednek az *“Összetett anyagokkal”*, melyek jelentős szerepet játszanak az anyagtudomány és a nanotechnológia területén. A CdS nanorészecskék előállítása gyakorlatilag egy összetett kémiai folyamat, amely során két különálló vegyület reakciója révén egy új, összetett anyag jön létre. A CdS nanorészecskék szintén összetett anyagoknak tekinthetők, mivel ezek a nanométeres méretű részecskék különböző elemi összetételből és szerkezetből állnak. A CdS (kadmium-szulfid) anyag egyfajta szulfid, amelynek kristályszerkezete és tulajdonságai nagyban változhatnak attól függően, hogy miként van elrendezve az anyag részecskéi. A CdS nanorészecskék előállítása és tulajdonságainak szabályozása összetett anyagok kialakítását foglalja magában. A CdS nanorészecskék előállításához és használatához szükség van a megfelelő kémiai reakciókra, amelyek során a kezdeti kiindulási anyagok és az adalékanyagok kombinációjából keletkeznek. Ezek a kémiai reakciók és folyamatok befolyásolják a nanorészecskék méretét, alakját, szerkezetét és felületi tulajdonságait. Ezen túlmenően, az összetett anyagok kémiai és fizikai tulajdonságait befolyásolhatja a nanorészecskék környezete is, például az oldószer típusa vagy a pH-szint.

Anyagok és kémiai reakciók vizsgálata. Kémiaórákon a diákok mélyebb tudásra tesznek szert az "Anyagok és kémiai reakciók vizsgálata" témakörében, melyet részletesen tárgyalnak és megértésükre építik. Anyagok és kémiai reakciók vizsgálata és a CdS

nanorészecskék előállítása közötti közös pont az, hogy mindkét esetben fontos a kémiai folyamatok és reakciók megértése és irányítása az anyagok tulajdonságainak és szerkezetének befolyásolása érdekében. Az anyagok és kémiai reakciók vizsgálata során a diákok megismerik az anyagok kémiai jellemzőit és viselkedését különböző körülmények között, valamint tanulmányozzák az anyagok közötti kémiai reakciókat. Ez magában foglalhatja az anyagok változását, azoknak az egyéb anyagokkal való kölcsönhatását, valamint a kémiai reakciók során bekövetkező átalakulásokat és új anyagok képződését. A CdS nanorészecskék előállítása során szintén fontos a kémiai folyamatok és reakciók megértése. A nanorészecskék előállítása kémiai módszerek alkalmazását igényli, amelyek során a kiindulási anyagokat (pl. kadmium- és kénvegyületeket) különböző reakciók útján alakítják át nanométeres méretű részecskékké. Ezeknek a reakcióknak és folyamatoknak a megértése alapvető fontosságú az előállított nanorészecskék mérete, alakja, szerkezete és tulajdonságai szempontjából.

4.2. A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 8. osztály kémia oktatásában

Bázisok. Az általános oktatási program részeként már az 8. osztályban a diákoknak lehetőségük van megismerkedni a bázisok jelentőségével, tulajdonságaival és kémiai szerepével, melyek kiemelten fontosak a kémia különböző területein. Ezen alapelvek mentén a tananyag részeként bemutatásra kerül az egyik alapvető bázis, a nátrium-hidroxid (NaOH), amely rendkívül fontos szerepet tölt be a különféle kémiai folyamatokban.

A nanokémiában a bázisoknak kiemelkedő jelentősége van a nanorészecskék előállítása során, mivel ezek nélkülözhetetlenek a kívánt nanorészecskék szintéziséhez. A nanotechnológia területén az alkalmazott bázisok fontos szerepet játszanak a kémiai reakciók sebességének növelésében és a részecskék növekedésének irányításában.

Ebben a vonatkozásban különös figyelmet érdemel a nátrium-hidroxid (NaOH), amely egyike az alapvető alkotóelemeknek a CdS nanorészecskék előállítása során. A CdS nanorészecskék szintézisében a bázisokat általában a reakciókatalizálásban, a reakciók sebességének növelésében és a részecskék növekedésének irányításában alkalmazzák. A nátrium-hidroxid képes hatékonyan befolyásolni a reakciók pH-ját és a kiindulási anyagok oldását, ami elengedhetetlen a nanorészecskék képződéséhez és optimális tulajdonságainak eléréséhez.

4.3. A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 9. osztály kémia oktatásában

Oldatok készítése. Az oldatok készítése egy fontos folyamat, mely során egy vagy több anyagot (általában szilárd anyagokat vagy gázokat) oldószerben oldunk fel. Az oldatok készítésének számos módszere létezik, beleértve az elegyítést, hőmérséklet-szabályozást, ultrahangos kezelést és más technikákat. Fontos szempontok közé tartozik az oldószer kiválasztása, az oldódandó anyag mennyisége és az oldat stabil. A CdS nanorészecskék előállításához gyakran használnak oldatokat. Például, ha CdS nanorészecskéket szeretnénk előállítani, sokszor az oldatok készítésével indulunk. Egy gyakori módszer, hogy először egy Na_2S oldatot és egy CdS oldatot készítünk, majd ezeket összekeverjük. Amikor a Na_2S oldatot és a CdS oldatot összeöntjük, reakció következtében CdS nanorészecskék keletkeznek az oldatban. Ez azért működik, mert a Na_2S oldatban a Na^+ és S^{2-} ionok találhatóak, míg a CdS oldatban a Cd^{2+} és S^{2-} ionok vannak jelen. Amikor az oldatokat összekeverjük, a Cd^{2+} ionok és a S^{2-} ionok reakcióba lépnek, és kicsapódnak CdS formájában. Ez az eljárás lehetővé teszi a CdS nanorészecskék kialakítását stabil oldatokban, ami számos alkalmazási területen hasznos lehet, például fénykatalízisben vagy fotovoltaiikus eszközökben.

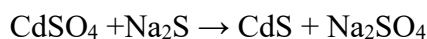
A víz, mint elektrolit. Hidrogénion-kitevő (pH). A víz, mint elektrolit. Hidrogénion-kitevő (pH) témakör kapcsán részletes ismereteket szereznek a diákok a pH-skáláról és annak jelentőségéről. Az általam végzett szakdolgozat során a CdS nanorészecskék előállítása közben a pH-szint különösen fontos és alapvető szerepet töltött be. Az elektrolitok olyan anyagok, melyek vízben vagy más oldószerekben ionokra disszociálódnak. A víz maga is elektrolit, hiszen hidrogénionokra (H^+) és hidroxidionokra (OH^-) disszociálódik. Az elektrolitok oldatok elektromos vezetőképességét az ionok mozgása biztosítja. Az oldatok pH-értéke az oldat hidrogénion-koncentrációját jelzi, és kulcsfontosságú a kémiai és biológiai folyamatok szempontjából. A pH változása jelentős hatással van a nanorészecskék tulajdonságaira és stabilitására. A nanorészecskék felülete különösen érzékeny a kémhatásra, vagyis a pH-ra. A megfelelő pH-jellemzők befolyásolják az anyag felületi tulajdonságait, beleértve a diszperziós stabilitást és a felszívódó molekulák kötődését. A pH-változások hatással vannak a nanorészecskék kémiai reakcióira is, ami befolyásolhatja a felületükkel való kölcsönhatásokat. Az optimális pH beállítása kritikus az adott nanorészecskék előállítása vagy alkalmazása során. A pH-változások befolyásolják a

nukleációs és növekedési folyamatokat, amelyek hatással vannak a nanorészecskék méretére és alakjára. Az optimális pH-környezet elősegítheti a kívánt méretű és alakú nanorészecskék előállítását, és hozzájárulhat a stabilizációjukhoz a folyamat során. Egy adott pH-tartományban lehetőség van az egyenletes méretű vagy különböző alakú nanorészecskék előállítására.

Kémiai reakciók csoportosítása. Cserebomlási reakciók. A 9. osztály kémiaóráján a diákok az egyik leglényegesebb és alapvetőbb témával, a "Kémiai reakciók csoportosításával" foglalkoznak, mely fontos módszer a kémia tudományában, amely segíti a reakciók mélyebb megértését és rendszerezését. Az egyik ilyen csoportosítás a cserebomlási reakciók kategóriája, amelyekben az egyik elem vagy csoport helyét egy másik elem vagy csoport veszi át a reakció során.

A cserebomlási reakciókban az egyik leggyakrabban használt példa a CdS (kadmium-szulfid) és a Na₂S (nátrium-szulfid) reakciója. Ebben a reakcióban a kadmium-szulfid és a nátrium-szulfid cserélődik egymással, és új vegyületek képződnek.

A reakcióegyenlet a következő:



Ebben a reakcióban a kadmium-szulfid (CdS) és a nátrium-szulfid (Na₂S) reagálnak, és kadmium-diszulfidot (CdS₂) és nátrium-szulfidot (Na₂S) eredményeznek. Ezek a reakciók sokféle kémiai folyamatban előfordulhatnak, és fontosak az anyagok átalakításában és az új vegyületek előállításában.

4.4. A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 10. osztály kémia oktatásában

Az általános oktatási program részeként már a 10. osztályban a diákok megismerkednek a polimerek tulajdonságaival és alkalmazásaival, amelyek az anyagtudomány és a kémia fontos területei közé tartoznak. E tudás alapján választottam a szakdolgozatom témáját, mivel felismertem, hogy a CdS nanorészecskék stabilizálására és oldatban tartására polimer vegyületek, például a polivinil-pirolidon (PVP) kiválóan alkalmazhatók. Az ilyen típusú polimerek, köztük a PVP, hatékonyan képesek vékony polimer héjat létrehozni a nanorészecskék körül az oldatban, ami megakadályozza azok agglomerációját és ülepedését. Ezen túlmenően, a polimerek felületi tulajdonságai lehetővé

teszik a nanorészecskék felületi töltésének szabályozását, ezáltal tovább javítva azok diszperzióját és stabilitását az oldatban.

4.5. A kadmium-szulfid nanorészecskék előállítása és vizsgálata: Pedagógiai szempontból alkalmazható témák a 11. osztály kémia oktatásában

Kristályos és amorf anyagok. A 11. osztályban a diákok megismerkednek a "Kristályos és amorf anyagok" jelenségével, ami szorosan kapcsolódik a szakdolgozat témájához, azaz a CdS nanorészecskékhez. A CdS nanorészecskék kristályos szerkezetben rendelkeznek atomokkal vagy molekulákkal, amelyek szabályos kristályrácsban vannak elrendezve. Ez a kristályos szerkezet meghatározza a CdS nanorészecskék kristályos fázisát és tulajdonságait, például a vezetőképességet és az optikai tulajdonságokat. Az anyagok kristályos szerkezetének megváltoztatása vagy az amorf állapot kialakítása fontos lehet a CdS nanorészecskék tulajdonságainak módosításában és azok alkalmazási területeinek kibővítésében. Például, az amorf CdS nanorészecskék más fizikai és optikai tulajdonságokkal rendelkezhetnek, mint a kristályos fázisúak, ami új lehetőségeket kínálhat például fénykatalitikus vagy fotovoltikus alkalmazásokban. Ezenkívül az amorf anyagok alkalmazása a CdS nanorészecskék diszpergálásában is releváns lehet, mivel az amorf anyagok általában hajlamosabbak a jó diszperzióra és stabilitásra az oldatokban, ami fontos a nanorészecskék hatékony felhasználásához például kolloid rendszerekben vagy nanokompozitokban. Ezért a kristályos és amorf anyagok témája segíthet a CdS nanorészecskék előállításában és alkalmazásában való mélyebb megértésben és optimalizálásban.

Óravázlat

Tantárgy: Kémia

Osztály: 7. osztály

Téma: Keverékek. Keverékek szétválasztása

Óra típusa: gyakorlati munka

Óra célja: A keverékek típusainak megismerése. A keverékek elkészítésének és szétválasztásának alapelvei.

Szükséges Eszközök: kémcsövek, keverőpálcák, mérőedények, védőszemüveg, kesztyűk, kadmium-szulfát ($3\text{CdSO}_4 \times 8\text{H}_2\text{O}$), nátrium-szulfid ($\text{Na}_2\text{S} \times 9\text{H}_2\text{O}$), desztillált víz.

Óra menete

1. Bevezetés

- Üdvözlés és az óra témájának bemutatása.
- Rövid beszélgetés a diákokkal a keverékekről (Mi a keverék? Milyen típusai vannak?).

2. Új anyag átadása

- Mi a keverék?

A keverék két vagy több anyag fizikai kombinációja, ahol az összetevők megőrzik saját kémiai tulajdonságaikat. Keverékek lehetnek homogének vagy heterogének:

Homogén keverék: Az összetevők egyenletesen eloszlanak, és nem lehet őket külön látni, pl. sóoldat vízben.

Heterogén keverék: Az összetevők különálló részeként vannak jelen, pl. homok és víz keveréke

- Keverékek szétválasztása

- Különböző módszerek ismertetése, pl. szűrés, desztilláció, üleptetés.
- Egyszerű kísérletek bemutatása: homok szűrése vízből, só kinyerése sóoldatból párologtatással.

Elméleti háttér:

A kadmium-szulfid (CdS) a reakció során szilárd csapadékként keletkezik, mivel az oldatban való oldhatósága nagyon alacsony. A keletkező CdS csapadék sárga színű. A keletkező CdS csapadék szűréssel elválasztható az oldat többi részétől. A szűrés során a szilárd CdS részecskék a szűrőn maradnak, míg a többi oldat áthalad rajta.

3. Kísérlet bemutatása

Mintaanyagok: kadmium-szulfát ($3\text{CdSO}_4 \times 8\text{H}_2\text{O}$) és nátrium-szulfid ($\text{Na}_2\text{S} \times 9\text{H}_2\text{O}$). Védőfelszerelések bemutatása és használata (védőszemüveg, kesztyű). Ismertetni a diákokkal a balesetvédelmi szabályokat és betartásukat.

Lépésről lépésre bemutatni a keverési folyamatot:

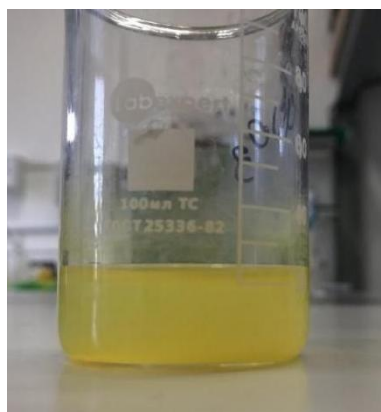
Mérjük ki a megfelelő mennyiségeket: A kadmium-szulfát és nátrium-szulfid pontos kimérése után először egy koncentrált oldatot készítünk.

Megfigyelések a reakció során: A két anyagot vízben oldjuk, majd alaposan összekeverjük. Figyeljük meg, hogyan változik az oldatok színe, amikor különböző koncentrációjú oldatokat keverünk össze.

Reakció lefolyása: A keverés során sárga CdS csapadék keletkezik. Vizsgáljuk meg, hogy az oldatok koncentrációjának változása hogyan befolyásolja a színintenzitást és a csapadék képződését.

Szétválasztási technikák bemutatása: A kísérlet végén mutassuk be a keverékek szétválasztásának egyik módszerét, a szűrést. Szűrjük le a keletkezett csapadékot, és vizsgáljuk meg az így nyert szilárd anyagot.

Ezekkel a lépésekkel a diákok nemcsak a keverékek készítésének és szétválasztásának alapjait ismerik meg, hanem gyakorlati tapasztalatokat is szereznek a kémiai reakciók megfigyelésében és értelmezésében.



18. ábra. CdS nanorészecskék oldatainak színváltozása koncentráció hatására

4. Összefoglalás

- Ismételjük át a tanultakat.
- Kérdések megválaszolása.

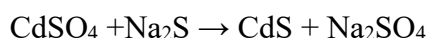
5. Házi feladat

Keressenek példákat otthon található homogén és heterogén keverékekre.

ÖSSZEFOGLALÓ

A szakdolgozati munka során törekedtünk a CdS kadmium-szulfid nanorészecskéket előállítani több módszerrel, beleértve a nátrium-szulfid (Na₂S), a tioacetamid (TAA) és a polivinil-pirrolidon (PVP) alkalmazását. Ezeket különböző vizsgálati technikákkal elemeztük, mint például az UV-VIS-NIR spektrofotometria, amelynek segítségével a nanorészecskék fényelnyelési tulajdonságait mértük, ami lehetővé tette a részecskék sávközi energiájának és méretének meghatározását. Ezen túlmenően diffúziós reflexiós spektroszkópiával is vizsgáltuk a CdS nanorészecskék optikai tulajdonságait szilárd állapotban, különböző pH-értékek és koncentrációk mellett. Továbbá, röntgendiffrakciós (XRD) analízist is alkalmaztunk, amellyel a nanorészecskék kristályszerkezetét és méretét tanulmányoztuk. Az eredmények alapján megállapítottuk, hogy a PVP jelenléte jelentős hatással van a CdS nanorészecskék méretére és stabilitására.

A Na₂S felhasználásával előállított CdS nanorészecskék szintézise a következő reakcióval írható le:



Az így kapott CdS nanorészecskék UV-VIS spektrofotometriai mérései alapján a részecskék mérete és sávközi energiája (E_g) meghatározásra került, és az eredmények szerint a részecskék mérete 3-5 nm között volt.

A TAA felhasználásával végzett szintézis során a tioacetamid hidrolízise és az ezt követő H₂S képződés után a kadmium-ionokkal való reakció eredményeként CdS képződött. Az így előállított nanorészecskék UV-VIS és röntgendiffrakciós spektruma alapján meghatároztuk a részecskék méretét és kristályszerkezetét, és az eredmények azt mutatták, hogy ezek a nanorészecskék kisebbek voltak, mint a Na₂S módszerrel előállítottak.

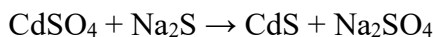
A polivinil-pirrolidon (PVP) stabilizátor jelenlétében végzett szintézis során megfigyeltük, hogy a stabilizátor hatékonyan megakadályozza a részecskék aggregációját és diszperzióját. Az így kapott nanorészecskék filmrétegeként is vizsgálhatók voltak optikai és röntgendiffrakciós elemzésekkel. A PVP-stabilizált CdS nanorészecskék optikai tulajdonságait UV-VIS és diffúziós reflexiós spektroszkópiával vizsgáltuk. Az eltérő PVP

koncentrációk hatására a nanorészecskék mérete és sávközi energiája (E_g) változott, ami a stabilizátor hatékonyságát igazolta.

РЕЗЮМЕ

Під час дипломної роботи ми спробували отримати наночастинки сульфїду кадмію CdS декількома методами, включаючи використання сульфїду натрію (Na₂S), тїоацетамїду (ТАА) і полївінілпіролідону (PVP). Цї наночастинки були проаналїзовані за допомогою рїзних методів, таких як УФ-вїдвїд-NIR спектروفотометрія, яка дозволила вимїряти поглинання свїтла наночастинками, що забезпечило визначення ширини енергетичної зони та розмїру частинок. Крім того, оптичні властивостї наночастинок CdS у твердому стані були досліджені за допомогою дифузїйної рефлексїйної спектроскопії при рїзних рН та концентраціях. Крім того, ми також застосували рентгенодифракційний (XRD) аналіз для вивчення кристалїчної структури та розмїру наночастинок. На основі отриманих результатів було встановлено, що присутність PVP суттєво впливає на розмїр та стабїльнїсть наночастинок CdS.

Синтез наночастинок CdS за допомогою Na₂S може бути описаний такою реакцією:



Наночастинки CdS, отримані таким чином, були характеризовані за допомогою УФ-вїдвїд спектروفотометрії, що дозволило визначити їх розмїр та ширину енергетичної зони (E_g), за результатами яких розмїр частинок склав 3-5 нм.

Під час синтезу з використанням ТАА після гїдролїзу тїоацетамїду та утворення H₂S кадмієві іони реагують з H₂S, утворюючи CdS. Наночастинки, отримані таким чином, були характеризовані за допомогою УФ-вїдвїд та рентгенодифракційної спектроскопії, за результатами яких визначено їх розмїр та кристалїчну структуру, показавши, що цї наночастинки були меншими, нїж отримані за допомогою методу Na₂S.

Під час синтезу в присутності стабїлізатора PVP спостерїгалося ефективне уникнення агрегації та дисперсії наночастинок. Отримані таким чином наночастинки були також досліджені як плївковї шари за допомогою оптичних та рентгенодифракційних аналізів. Оптичні властивостї наночастинок CdS, стабїлізованих PVP, були досліджені за допомогою УФ-вїдвїд та дифузїйної рефлексїйної спектроскопії. Змїна концентрації PVP призводила до змїни розмїру та ширини енергетичної зони наночастинок, що пїдтверджувало ефективнїсть стабїлізатора.

IRODALOMJEGYZÉK

1. P.K. Bajpai S. Yadav, A. Tiwari and H.S. Virk Department of Pure & Applied Physics, Guru Ghasidas Vishwavidyalaya, Bilaspur, India Department of Chemistry, Disha Institute of Management and Technology, Raipur, India Visiting Professor, SGGS World University, Fatehgarh Sahib-140 426, India
2. Anu Mary Ealias and Saravanakumar M P School of Civil and Chemical Engineering, VIT University, Vellore, Tamil Nadu 632014, India
3. Irfan Ijaz, Ezaz Gilani, Ammara Nazir & Aysha Bukhari (2020) Detail review on chemical, physical and green synthesis, classification, characterizations and applications of nanoparticles, Green Chemistry Letters and Reviews, 13:3, 223-245
4. Ibrahim Khan ,Khalid Saeed , Idrees Khan . Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. Arabian Journal of Chemistry (2019) 12, 908-931
5. Anticancer and antibacterial activity of cadmium sulfide nanoparticles by aspergillus niger Alsaggaf M, Elbaz A, [...] Moussa S Advances in Polymer Technology (2020) 2020 1-13 Insert citation
6. Nadeem Joudeh and Dirk Linke. Nanoparticle classification, physicochemical properties, characterization, and applications: a comprehensive review for biologists. Joudeh and Linke Journal of Nanobiotechnology (2022) 20:262.
7. Jilian N. Freitas,ab Agnaldo S. Gonçalvesb and Ana F. Nogueira. A comprehensive review of the application of chalcogenide nanoparticles in polymer solar cells. Nanoscale, 2014, 6, 6371
8. S.O.Oluwafemi ,N.RevapasraduA.J.Ramirez.A novel one-pot route for the synthesis of water-soluble cadmium selenide nanoparticles. Journal of Crystal Growth(2008) 310, 3230-3234 .
9. A Comprehensive Review on Nanoparticle Classification and Synthesis Methods Anis J K, Shafi D, [...] Imran S Asian Journal of Pharmaceutical Research and Development (2023) 11(6) 36-43
10. Jon Rubio-Cervilla ,Eduardo González and José A. Pomposo. Advances in Single-Chain Nanoparticles for Catalysis Applications. 21 October 2017,20

11. N, Linke D. *Journal of Nanoparticle Classification, Physicochemical Properties, Characterization, and Applications: A Comprehensive Review for Biologists*. *Journal of Nanobiotechnology*
12. KR Kanude and Preeti Jain. *CdS Nanoparticles: Green Synthesis Method and Capping Agent's Effect on Its Crystallite Size*. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 2017, 9(6):86-89
13. JIN Bao and ZHAI Tianyou. *2D Cadmium Chalcogenides for Optoelectronics*. *Chem. Res. Chinese Universities*, 2020, 36(4), 493—503
14. Susha Naranthatta Prajit Janardhanan Rajendra Pilankatta and Swapna S Nair. *Green Synthesis of Engineered CdS Nanoparticles with Reduced Cytotoxicity for Enhanced Bioimaging Application* 2021, 6, 12, 8646-8655
15. Jincheng Xiong , Huixia Zhang , Linqian Qin , Shuai Zhang , Jiyue Cao and Haiyang Jiang. *Magnetic Fluorescent Quantum Dots Nanocomposites in Food Contaminants Analysis: Current Challenges and Opportunities*. *Int. J. Mol. Sci.* 2022, 23, 4088.
16. *Molecular Interactions in Organic Nanoparticles for Phototheranostic Applications* Ng K, Zheng G. *Chemical Reviews*
17. Ibrahim Khan, Khalid Saeed , Idrees Khan, *Nanoparticles: Properties, applications and toxicities*. Received 18 March 2017; accepted 10 May 2017; Available online 18 May 2017;
18. Kathy C. Nguyen, Peter Rippstein , Azam F. Tayabali, and William G. Willmore. *Mitochondrial Toxicity of Cadmium Telluride Quantum Dot Nanoparticles in Mammalian Hepatocytes*. *TOXICOLOGICAL SCIENCES*, 146(1), 2015, 31–42.
19. Yu Xuejiao, LIU Jianjun, YU Yingchun, ZUO Shengli, *Application of Fluorescent Quantum Dots Synthesized via Chemical Routes in Fingerprints Development*, Faculty of Sciences, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China. 2019,(8)
20. Joep van den Broeke, Günter Langergraber and Andreas Weingartner. *Online and in-situ UV/vis spectroscopy for multi-parameter measurements: a brief review*. 2006, 1-4
21. «Green» Synthesis of Noble Metal Nanoparticles and CdS Semiconductor Nanocrystals Using Biological Material Blume Y. *Nauka ta innovacii* (2015) 11(1) 59-71
22. John T. Thornton Veeco Instruments Inc. Chadds Ford. PA, Phil Russell, Dale Batchelor College of Engineering North Carolina State University, 2004, 1-12
23. *PHYSICAL METHODS IN CHEMISTRY AND NANO SCIENCE* Raja P, Barron A

24. Marjorie J. Vold. Differential Thermal Analysis. University of Southern California, Los Angeles, California, 1949, 21, 6, 683–688
25. S A Vanalakar, M G Gang, P S Patil, J Y Kim, J H Kim. Polyvinylpyrrolidone assisted wet chemical route to synthesize nanostructured cadmium sulfide thin film. Indian Journal of Engineering & Materials Sciences Vol. 23, April&June, pp. 139-144
26. Yashfeen Khan, Anees Ahmad, Nafees Ahmad, Faraz Rasheed Mirb and Gerhard Schories. Biogenic synthesis of a green tea stabilized PPy/ SWCNT/CdS nanocomposite and its substantial applications, photocatalytic degradation and rheological behavior. Department of Chemistry, Faculty of Sciences. DOI: 10.1039/d0na00029a rsc.li/nanoscale-advances 1634 | Nanoscale Adv., 2020, 2, 1634–1645 This journal is © The Royal Society of Chemistry 2020 Nanoscale Advances PAPER Open Access Article. Published on 27 February 2020.

TÁBLÁZATOK JEGYZÉKE

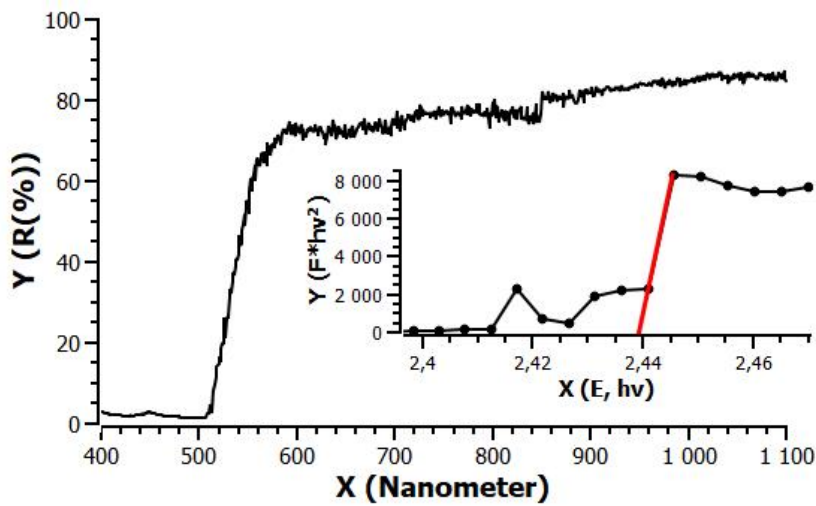
1. Táblázat. Felhasznált anyagok	25
2. Táblázat. A CdS nanorészecskék tiltott zónájának (E_g) kiértékelése	34
3. Táblázat. CdS nanorészecskék méretei kristályos formában	35
4. Táblázat. A CdS nanorészecskék tiltott energiasáv értékei	37
5. Táblázat. A CdS nanorészecskék méreteinek változása a NaOH koncentráció és a hőmérséklet hatására	40
6. Táblázat. A CdS nanorészecskék E_g értékei	42
7. Táblázat. PVP felhasználása, mint stabilizátor a CdS nanorészecskék előállításánál...	43
8. Táblázat. Lemezvastagság által meghatározott eV értékek	47
9. Táblázat. Az eV (bandgap) értékei a CdS és PVP optikai reflexiós spektrumában ...	48

ÁBRÁK JEGYZÉKE

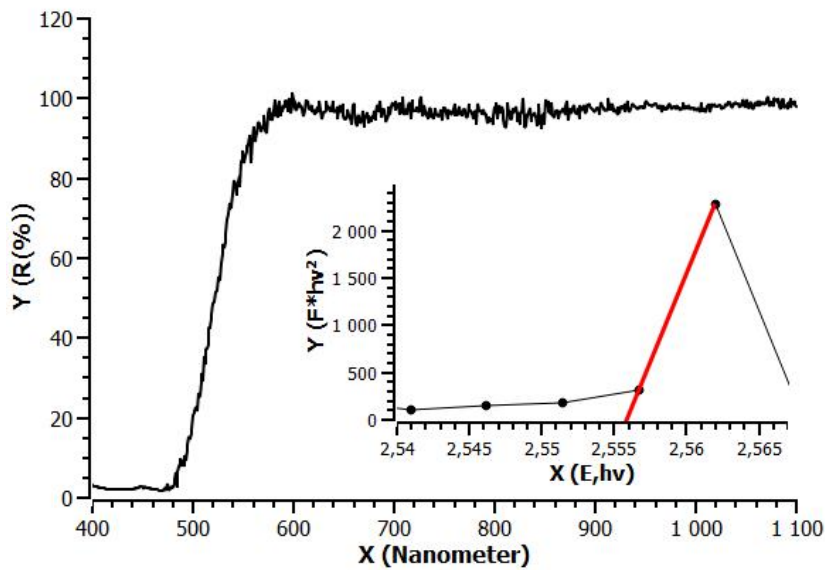
1. ábra. Szerves nanorészecskék osztályozása: (A) dentrit; (B) liposzóma; (C) micella	12
2. ábra. Különböző formájú fullerének (A) C ₆₀ és (B) C ₇₀	13
3. ábra. Top down ("Felülről-lefelé") és Bottom-up (Alulról -felfelé") megközelítés	14
4. ábra. A röntgensugarak szóródása egyszerű köbös szerkezetű kristallit által	16
5. ábra. A CdS/PVP film előállítási folyamatának ábrája.	28
6. ábra. CdS optikai abszorpciós spektruma pH változásra:	32
7. ábra. Tauc-görbe a CdS nanorészecskékre vonatkozóan	33
8. ábra. Különböző pH-jú oldatból előállított CdS szilárd részecskék röntgendiffraktogrammja...	35
9. ábra. A CdS transzformált Kubelka–Munk (DR spektrumokból) függvény	36
10. ábra. CdS nanorészecskék oldatának UV-VIS spektrális elemzése	38
11. ábra. CdS nanorészecskék röntgendiffrakciós spektruma tioacetamid felhasználásával...	39
12. ábra. Transzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvény...	41
13. ábra. PVP stabilizátor jelenlétében (100 ml PVP) készült oldat CdS abszorpciós spektruma	44
14. ábra. A CdS/PVP filmek röntgendiffrakciós spektrumai	45
15. ábra. A CdS/PVP filmek transzmittanciája	46
16. ábra. A CdS nanorészecskék optikai abszorpciós spektrumából származó becsült sávszélesség változó PVP koncentrációk mellett...	47
17. ábra. A CdS / PVP transzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvénye...	48
18. ábra. CdS nanorészecskék oldatainak színváltozása koncentráció hatására	56

MELLÉKLETEK

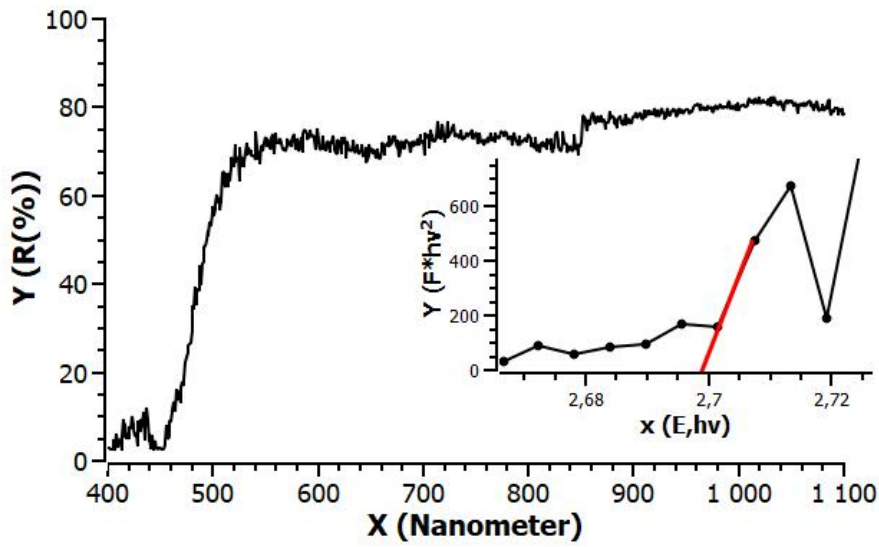
1.Számú melléklet. A CdS transzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvény



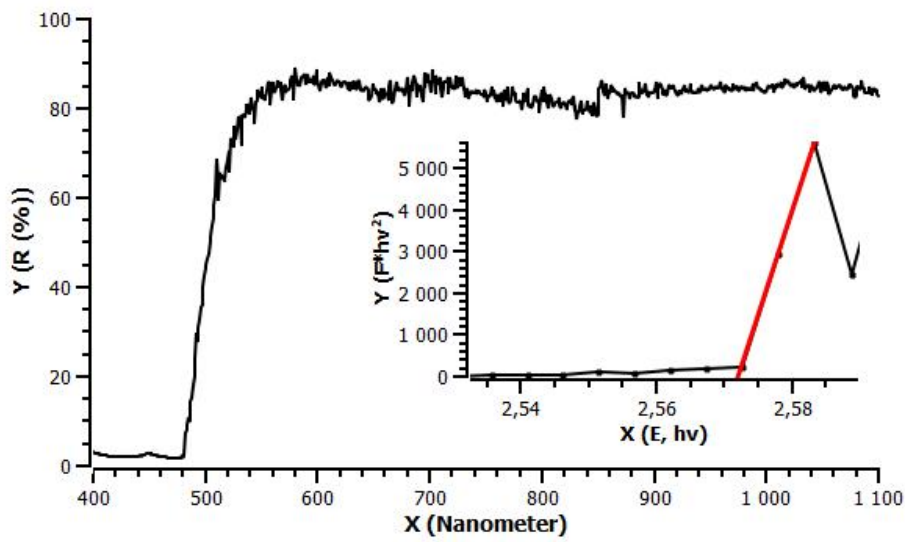
1:5 arányhoz - pH7



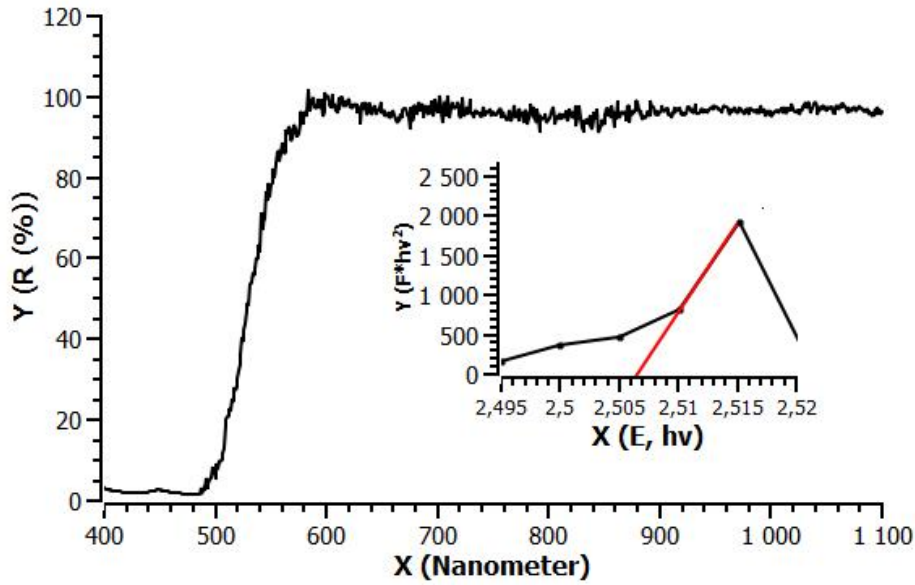
1:1 arányhoz - pH9



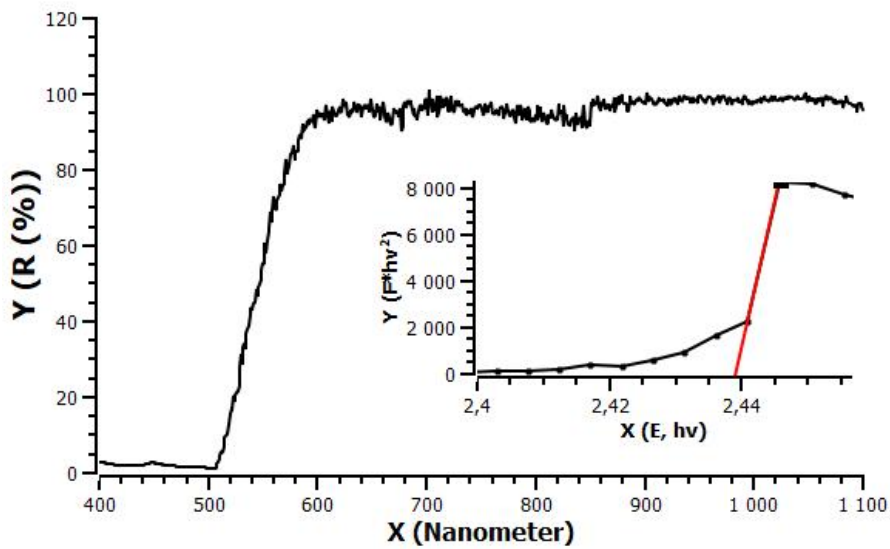
1:1 arányhoz- pH9



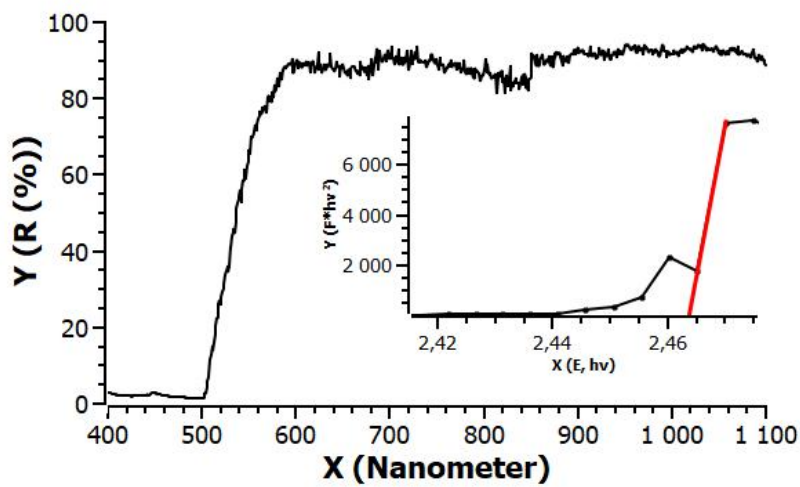
1:1 arányhoz- pH5



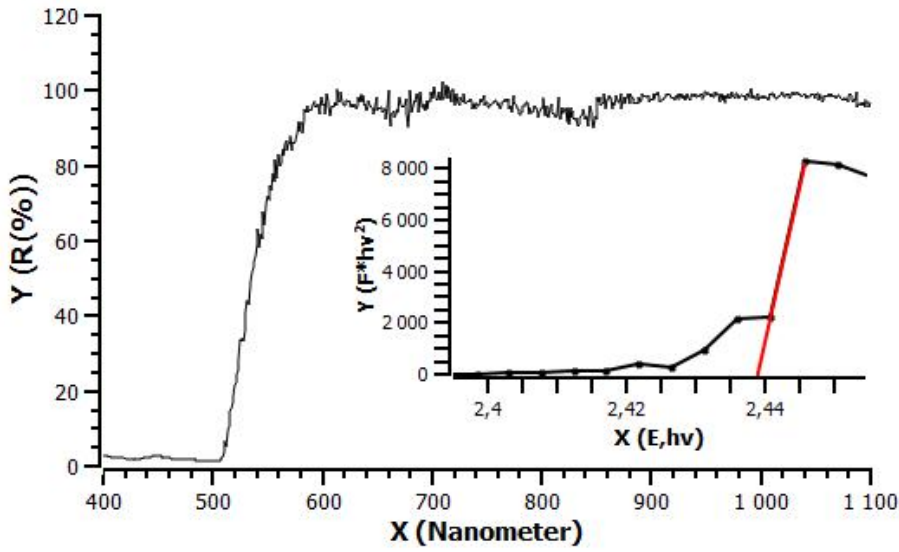
1:5 arányhoz-pH5



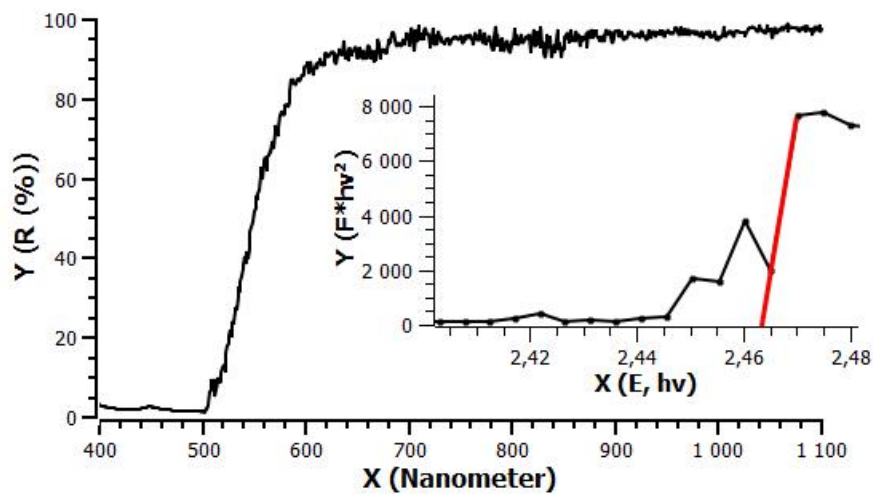
1:5 arányhoz- pH9

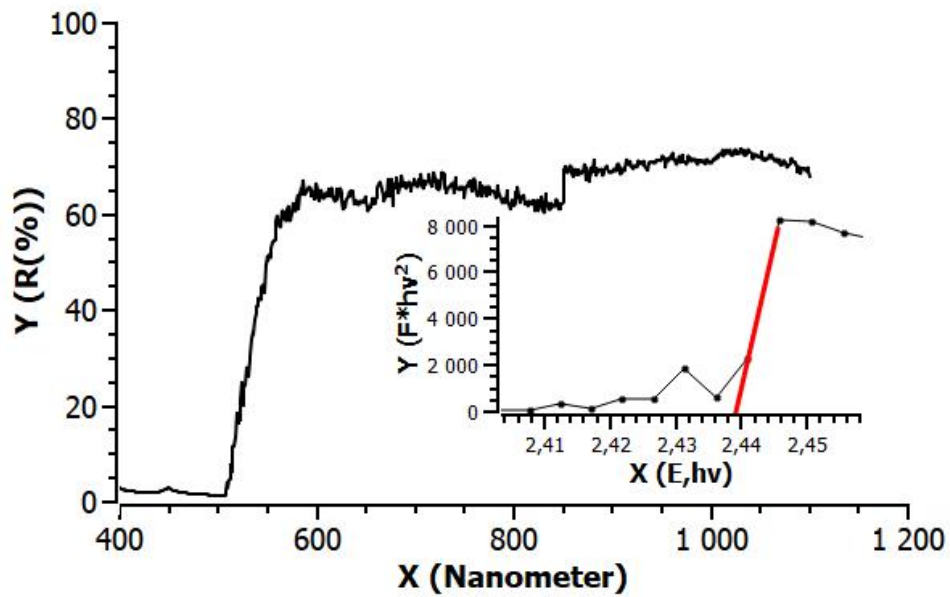


1:10 arányhoz-pH9



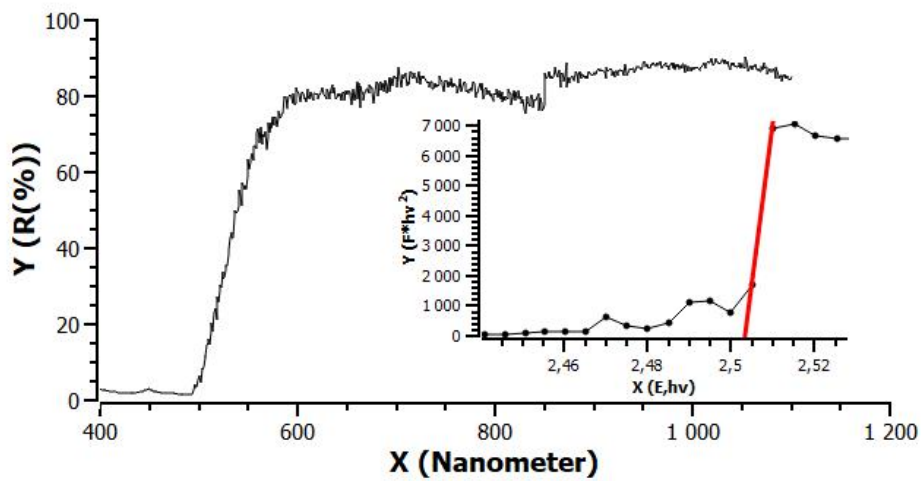
2.Számú melléklet. Transzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvény





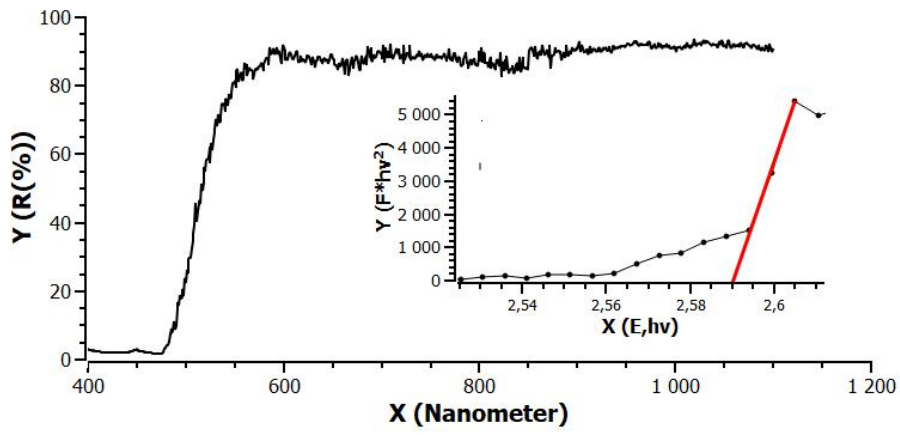
1:1:1 arányhoz,

nem melegített



1:1:0,1 arányhoz,

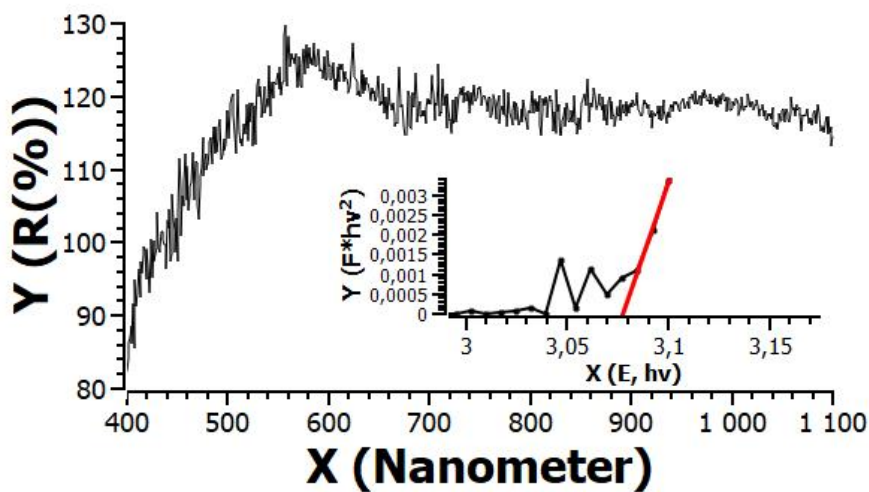
nem melegített



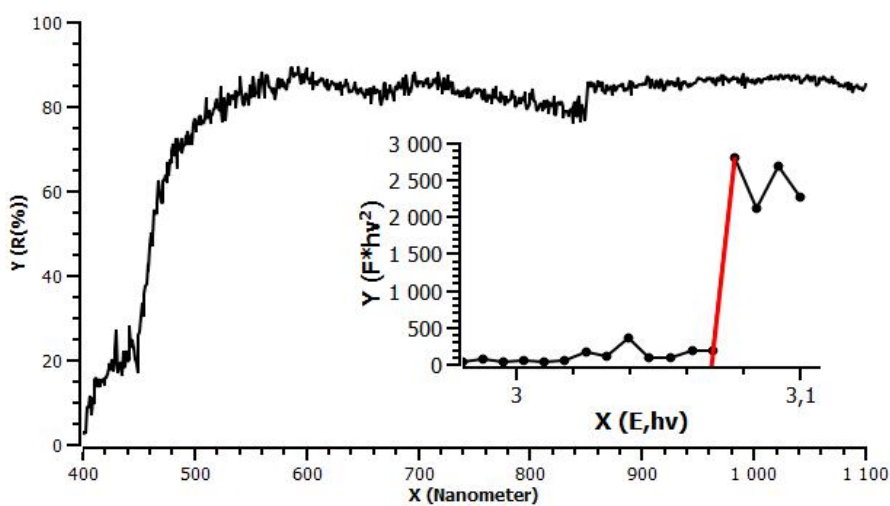
1:1:0,1 arányhoz,

melegített

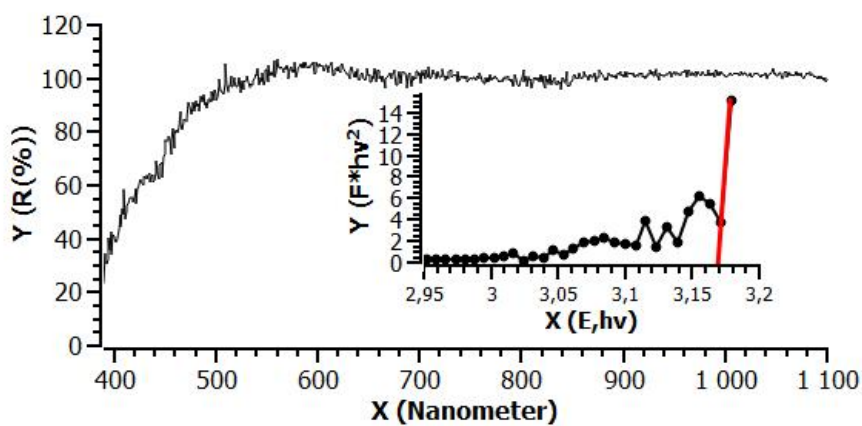
3.Számú melléklet. A CdS és a PVP tranzformált Kubelka–Munk (diffúz reflexiós spektrumokból) függvénye



1:1:2 arányhoz



1:1:1 arányhoz



1:1:0,2 arányhoz

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Szeretném kifejezni legmélyebb hálámat és köszönetemet témavezetőmnek, Filep Mihálynak. Az ő szakértelme, támogatása és iránymutatása nélkülözhetetlen volt mind a szakirodalom feldolgozása, mind a gyakorlati rész kivitelezése során. Köszönöm a hasznos tanácsokat és ötleteket, amelyekkel gazdagította munkámat és segített abban, hogy magas színvonalon valósíthassam meg kutatásomat.

Hálával tartozom továbbá a tanszék minden munkatársának, akik értékes tanácsaikkal és támogatásukkal hozzájárultak szakdolgozatom elkészítéséhez. Külön köszönöm a segítségüket, útmutatásaikat és biztatásukat, amelyek nagymértékben hozzájárultak ahhoz, hogy a munkám sikeres legyen.

Звіт про перевірку схожості тексту Oxsico

Назва документа:

Farkas V 2024.pdf

Ким подано:

Михайло Філеп

Дата перевірки:

2024-06-07 10:31:16

Дата звіту:

2024-06-07 10:47:15

Ким перевірено:

I + U + DB + P + DOI

Кількість сторінок:

51

Кількість слів:

11308

Схожість 0%	Збіг: 10 джерела	Вилучено: 0 джерела
Інтернет: 10 джерела	DOI: 0 джерела	База даних: 0 джерела
Перефразовування 0%	Кількість: 0 джерела	Перефразовано: 0 слова
Цитування 6%	Цитування: 34	Всього використано слів:
Включення 0%	Кількість: 0 включення	1020 Всього використано слів: 0
Питання 0%	Замінені символи: 0	Інший сценарій: 2 слова