

Study of structural properties and photocatalytic activity of molybdenum disulfide nanostructure

Emad-eldin Mahmoudinia¹, Parvaneh Iranmanesh^{1,*}, Samira Saeednia², Ali Rahmati¹

¹Department of Physics, Faculty of Science, Vali-e-Asr University of Rafsanjan, Rafsanjan, Iran

¹Department of chemistry, Faculty of Science, Vali-e-Asr University of Rafsanjan, Rafsanjan, Iran

Received: 30.10.2019 Final revised: 04.11.2020 Accepted: 19.01.2021

DOI: [10.22055/JRMBS.2021.16593](https://doi.org/10.22055/JRMBS.2021.16593)

Abstract

In this research, a hydrothermal method has been employed for synthesis of nanostructured MoS₂ particles via the synthesis of MoO₃. The structure of MoS₂ samples was investigated by using a different precursors, such as DisodiumThiourea and Thioacetamide. Several investigation tools including FTIR, XRD, SEM, TEM, Raman and UV-Vis specterosecopy were used in order to characterize MoS₂ nanostructures. XRD studies confirmed the hexagonal crystalline structure of samples. The FTIR spectra indicated the well-bonded MoS₂ nanostructures. The size and the nearly uniform distribution of particles was detected by SEM and TEM. Photocatalytic activity of the MoS₂ particles was checked by degradation of Metylen Blue. Results showed the enhanced photocatalytic activity for the synthesized MoS₂ with the molar ratio of 1:3 under UV irradiation.

Keywords: Nanostructure, Molybdenum Disulfide, Hydrothermal, Photocatalytic activity

*Corresponding Author: p.iranmanesh@vru.ac.ir



This work is licensed under a [Creative Commons Attribution 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)

مطالعه ویژگی‌های ساختاری و فعالیت فوتوکاتالیستی نانو ساختار

دی سولفید مولیبدن

عمادالدین محمودی نیا¹، پروانه ایرانمنش^{1*}، سمیرا سعیدنیا²، علی رحمتی¹

¹گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه ولی عصر (عج)، رفسنجان، ایران

²گروه شیمی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه ولی عصر (عج)، رفسنجان، ایران

دریافت: 1398/08/08 ویرایش نهائی: 1399/08/14 پذیرش: 1399/10/30

DOI: [10.22055/JRMBS.2021.16593](https://doi.org/10.22055/JRMBS.2021.16593)

چکیده

در این پژوهش، با روش شیمیایی ساده هیدروترمال نانو ساختار دی سولفید مولیبدن سنتز شد. با کاربرد پیش ماده‌های متفاوت تیوره و تیواستامید، ساختار بلوری نمونه‌ها بررسی شد. از آنالیزهای طیف‌سنج پراش پرتو X، طیف‌سنج تبدیل فوریه فروسرخ، طیف‌سنج رامان، میکروسکوپ‌های الکترونی تراگسیلی و روبشی و طیف‌سنج جذبی مرئی-فرا بنفش به منظور مشخصه‌یابی نانو ساختار بهره برده شد. بررسی‌های طرح پراش پرتو X تشکیل ساختار بلوری شش‌گوشی نمونه‌ها را تأیید کرد. طیف تبدیل فوریه فروسرخ به خوبی تشکیل پیوندهای MoS₂ را در نانوذرات نشان می‌دهد. اندازه ذرات و توزیع تقریباً یکنواخت و مورفولوژی آن با میکروسکوپ‌های الکترونی تراگسیلی و روبشی نشان داده شد. فعالیت فوتوکاتالیستی ذرات در تخریب رنگ متیلن بلو بررسی شد. نتایج بهبود فعالیت فوتوکاتالیستی نمونه سنتز شده با نسبت مولی 3:1 تحت نور UV تا 90٪ نشان داد.

کلیدواژه‌گان: نانو ساختار، دی سولفید مولیبدن، هیدروترمال، فعالیت فوتوکاتالیستی

مقدمه

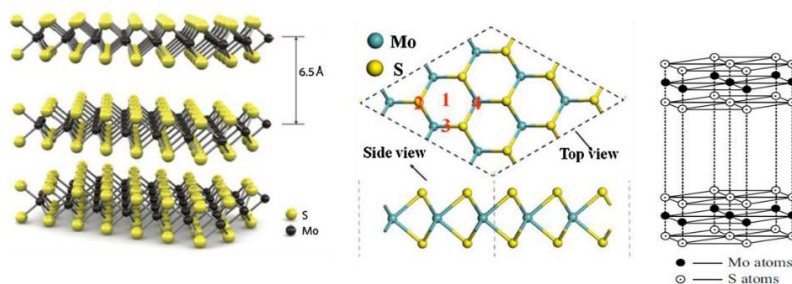
و مواد میزبان بین لایه‌ای، کاربرد و طرفداران زیادی دارد [1-8]. طی سال‌های اخیر دی سولفید مولیبدن با اندازه‌های نانومتری برای سازه‌های مهندسی و ساخت و سازه‌های نانومقیاس با روش‌های متفاوتی طراحی شده‌اند. به علت ویژگی‌های مربوط به اصطکاک و استحکام آن، به عنوان یک روان کننده جامد به طور گسترده استفاده می‌شود. علاوه بر این می‌تواند جایگزین خوبی برای سیلیکون در ترانزیستورها و رقیب سرسختی برای گرافن باشد. از آنجایی که مواد دیکالکوزن ویژگی ابررسانایی دارند، MoS₂ نیز تا حدودی دارای این ویژگی است [7].

فازهای اصلی دی سولفید مولیبدن به صورت 2H-MoS₂ و 3R-MoS₂ است که H و R به تقارن

امروزه نانومواد دوبعدی به علت ویژگی و کاربردهای بالقوه توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند. یکی از این نانومواد، دی سولفید مولیبدن با ساختار لایه‌ای شبه گرافیت، متشکل از لایه‌های S-Mo-S شامل یک صفحه اتمی Mo (مولیبدن) ساندویچ شده بین دو صفحه اتمی (S) گوگرد (شکل 1)، است. MoS₂ دارای ویژگی‌های فیزیکی، اپتیکی و الکتریکی منحصر به فرد، از جمله ویژگی نورتایی و فوتوکاتالیستی است و در فوتوترانزیستورها نیز کاربرد دارد. دی سولفید مولیبدن با ساختار لایه‌ای از خانواده دیکالکوزن‌های فلزهای واسط در زمینه فوتوکاتالیستی، الکتروشیمیایی

فلزی است و 1H-MoS_2 با تقارن منشور مثلثی است [7].

بلوری شش‌گوشی و لوزی رخ اشاره دارد. علاوه بر اینها شامل دو فاز 1T-MoS_2 که از برهم‌کنش فاز 2H-MoS_2 با فلزات قلیایی با تقارن چهارگوشی و



شکل 1. ساختار دی‌سولفید مولیبدن [7].

مرحله اول: سنتز نانوذرات تری‌اکسید مولیبدن

برای تهیه نانوساختار دی‌سولفید مولیبدن، ابتدا تری‌اکسید مولیبدن (MoO_3) که با MO نام‌گذاری شده به روش هیدروترمال سنتز شد.

به این ترتیب که مقدار 0/6 گرم از هپتا مولیبدات آمونیوم در 40 میلی‌لیتر آب مقطر به وسیله همزن مغناطیسی همگن و حل گردید و به منظور تنظیم $\text{pH}=1$ محلول از اسیدنیتریک استفاده شد. سپس محلول درون اتوکلا به مدت زمان 24 ساعت با دمای 180 درجه سانتی‌گراد درون آون حرارت‌دهی شد.

رسوب سفیدرنگ، پس از سانتریفیوژ با سرعت 2500 دور بر دقیقه به مدت 30 دقیقه و شست و شو با آب مقطر در معرض هوای اتاق خشک شده و محصول حاصل توسط طیف‌سنج تبدیل فوریه فروسرخ و پراش پرتو X مورد تأیید قرار گرفت.

مرحله دوم: سنتز نانوذرات دی‌سولفید مولیبدن

نمونه دی‌سولفید مولیبدن (MoS_2) نیز به روش هیدروترمال پس از موازنه عنصری، مقدار مناسب از وزن مواد اولیه با توجه به نسبت مولی 1 به 2 پیش ماده

روش‌های متفاوتی برای ساخت این ترکیب در ابعاد نانو و با ریخت‌های گوناگون ارائه شده است که برخی از آنها عبارتند از: تجزیه گرمایی آمونیوم تترامولیدات، واکنش استوکیومتری مخلوط پودرهای مولیبدن و گوگرد در خلاء و دمای بالا، واکنش در فاز گازی اکسیدهای مولیبدن با H_2S در محیط احیاکننده، روش‌های شیمیایی مانند روش هیدروترمال [5-9].

روش‌های تجربی

در این پژوهش به منظور سنتز نمونه دی‌سولفید مولیبدن نیاز به پیش‌ماده گوگرد و مولیبدن است. به همین منظور ابتدا تری‌اکسید مولیبدن سنتز شد تا به عنوان پیش‌ماده مولیبدن استفاده شود و از تیوره به عنوان پیش‌ماده گوگرد استفاده شد. در ادامه به روش‌های سنتز تری‌اکسید مولیبدن و دی‌سولفید مولیبدن پرداخته می‌شود.

رنگ (رنگ‌ها به‌عنوان آلاینده‌های آلی آروماتیکی توانایی جذب نور خصوصاً در ناحیه فرابنفش را دارند در نتیجه فرایند همگن سازی در تاریکی انجام شد) به‌وسیله همزن مغناطیسی همگن گردید.

پس از طی شدن این زمان محلول تحت تابش لامپ فرابنفش (توان 460 وات و ولتاژ 230 ولت) و بر روی همزن قرار داده و هر 15 دقیقه 4 میلی‌لیتر از محلول برداشته شد. این فرآیند تا زمان 90 دقیقه ادامه یافت. در نهایت نمونه‌ها با سرعت 2500 دور بر دقیقه به‌مدت 1 دقیقه سانتریفیوژ شدند تا تمامی نانوبلورها (فوتوکاتالیزور) از رنگ جدا شده و محلول باقی‌مانده رنگ برای طیف‌سنجی جذب و بررسی درصد تخریب آماده شود. به‌منظور محاسبه درصد تخریب از رابطه 1 استفاده گردید [9-11]:

$$R = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100 \quad 1$$

در این روابط R درصد تخریب (بازده جذب) نانوذرات، C_0 غلظت اولیه محلول رنگ، C غلظت نهایی محلول رنگ می‌باشد.

نتایج و بحث

تحلیل نتایج الگوی پراش پرتو ایکس

جهت بررسی ساختار بلوری، تخمین اندازه ذرات و ویژگی‌های میکروساختاری نمونه‌ها، الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه‌ها تهیه شد. شکل 2 الگوهای پراش پرتو X تری‌اکسیدمولیبدن و دی‌سولفید مولیبدن را نشان می‌دهد.

آنالیز طرح پراش پرتو X نمونه تری‌اکسیدمولیبدن نشان داد که در تطابق با کارت استاندارد 0569-21 است [12]. نمونه تک فاز و خالص با قله‌های مهم در صفحه‌های (334)، (060)، (210) و (100) است.

آنالیز طرح پراش پرتو X نمونه دی‌سولفید مولیبدن با چهار صفحه (002)، (100)، (103) و (110) به‌ترتیب در زوایای 14/38، 32/68، 37/54، 58/33 منطبق بر

مولیبدن و گوگرد تهیه شد. مقدار 0/2 گرم پیش‌ماده مولیبدن (MoO_3) و مقدار وزنی 0/2114 و 0/2087 گرم به‌ترتیب از پیش‌ماده تیوره و تیواستامید در 60 میلی‌لیتر آب حل شد، سپس محلول به ظرف تفلون و اتوکلاو منتقل شد و به‌مدت زمان 20 ساعت در اتوکلاو تحت دمای 180 درجه سانتی‌گراد قرار گرفت. پس از زمان لازم محصول حاصل که رسوبی سیاه‌رنگ است، توسط دستگاه سانتریفیوژ با سرعت 2500 دور بر دقیقه به‌مدت 30 دقیقه، جمع‌آوری و چندین مرحله با آب مقطر شست و شو داده و رسوب به‌طور طبیعی در دمای اتاق خشک شد. علاوه بر نمونه اصلی با نسبت مولی 1 به 2، نمونه دیگری با نسبت مولی 1 به 3 پیش‌ماده تری‌اکسیدمولیبدن و تیوره یا تیواستامید (بررسی تأثیر میزان نقایص بلوری از جمله تهی‌جای مولیبدن و گوگرد) سنتز شد به‌ترتیب MS1، MS2، MS3 و MS4 نام‌گذاری شدند.

روش‌های مشخصه‌یابی

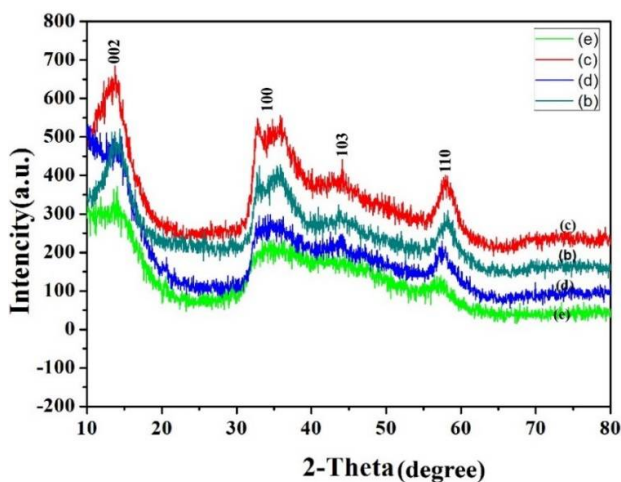
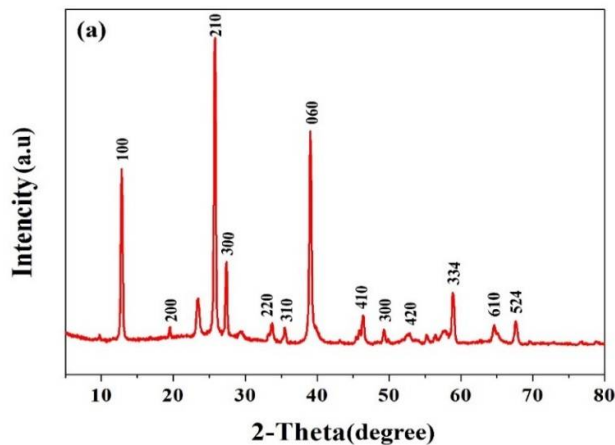
به منظور شناسایی ساختاری، مورفولوژی، اپتیکی و مغناطیسی نانوساختارهای سنتز شده، پراش‌سنج پرتو X، طیف‌سنج تبدیل فوریه فرسرخ، طیف‌سنج رامان، میکروسکوپ الکترونی روبشی، میکروسکوپ الکترونی تراگسیلی، طیف‌سنج جذبی مرئی-فرابنفش و طیف‌سنج فوتولومینسانس استفاده قرار گرفت. در نهایت ویژگی فوتوکاتالیستی تمامی نمونه‌ها نیز بررسی شد.

روش تهیه محلول فوتوکاتالیستی

برای تهیه محلول‌های رنگ، ابتدا مقدار 20 میلی‌گرم بر لیتر از رنگ متیلن بلو در آب مقطر حل و سپس مقدار 10 میلی‌گرم از نمونه MoS_2 (فوتوکاتالیزور) به‌طور جداگانه به محلول‌های رنگ اضافه شده و محلول نهایی به‌مدت یک ساعت تحت تاریکی به‌منظور تعادل میان جذب و واجذب سطحی فوتوکاتالیزور و

شش گوشه است و پهن‌شدگی قله‌ها در توافق خوبی با ساختار لایه‌ای دی‌سولفید مولیبدن است [7,13-15] که در ادامه با تصاویر TEM تأیید می‌شود.

ساختار شش گوشه با گروه فضایی $P63/mmc$ MoS_2 است. که نتایج مطابق با شماره کارت استاندارد 0566-05 است. قله 100 تأییدی بر ساختار



شکل 2. طرح پراش پرتو ایکس نمونه‌های (a) MO، (b) MS 1، (c) MS 2، (d) MS 3، و (e) MS 4.

در این رابطه D اندازه متوسط بلورک‌ها، β نیم پهنای پرشدت‌ترین قله، λ طول موج پرتوی ایکس (A) $(1/54056)$ ، K فاکتور شکل (تقریباً برابر 0.9) و θ زاویه پراکندگی از صفحات براگ است. چگالی دررفتگی‌ها (δ) ناشی از نقایص بلوری، با توجه به اندازه بلورک‌ها (D) در نمونه‌ها و میانگین میکروتنش (ϵ) به ترتیب از دو فرمول 3 و 4 تخمین زده شد [16].

$$\delta = \frac{1}{D^2}$$

3

ساختار نمونه‌ها و پارامترهای شبکه با استفاده از صفحات بلوری قله‌های پراش (hkl) تعیین می‌شود. با استفاده از رابطه $\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+2hk+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$ پارامترهای شبکه و همچنین از پرشدت‌ترین قله (002) و رابطه دبای-شرر [15 و 16] اندازه ریزبلورک‌ها تخمین زده شد که در جدول 1 گردآوری شده‌اند.

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

2

4 $\varepsilon = \frac{\beta}{4 \cos(\theta)}$ افزایش و از طرفی به دلیل افزایش مرزدهانه‌های (بلورک‌ها)، میکروتنش‌ها و نقایص بلوری نیز افزایش می‌یابد. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش اندازه بلورک‌ها، میکروتنش‌ها کاهش یافته است. در واقع با کوچکتر شدن اندازه بلورک، نسبت سطح به حجم

جدول 1. پارامتر شبکه، اندازه بلورک‌ها، میکروتنش و چگالی درفتگی‌ها نمونه‌های دی‌سولفید مولیبدن.

نمونه‌های سنتز شده	پارامتر شبکه (a) (Å)	پارامتر شبکه (c) (Å)	D (nm)	(ε) (10 ⁻³)	(δ) (nm ⁻²)
MS1	3,68(4)	7,07(5)	32	0,0108	0,0103
MS2	3,60(8)	6,91(8)	31	0,0111	0/0098
MS3	3,66(8)	7,05(6)	32	0,0109	0,0099
MS4	3,67(6)	7,07(2)	32	0,0108	0,0098

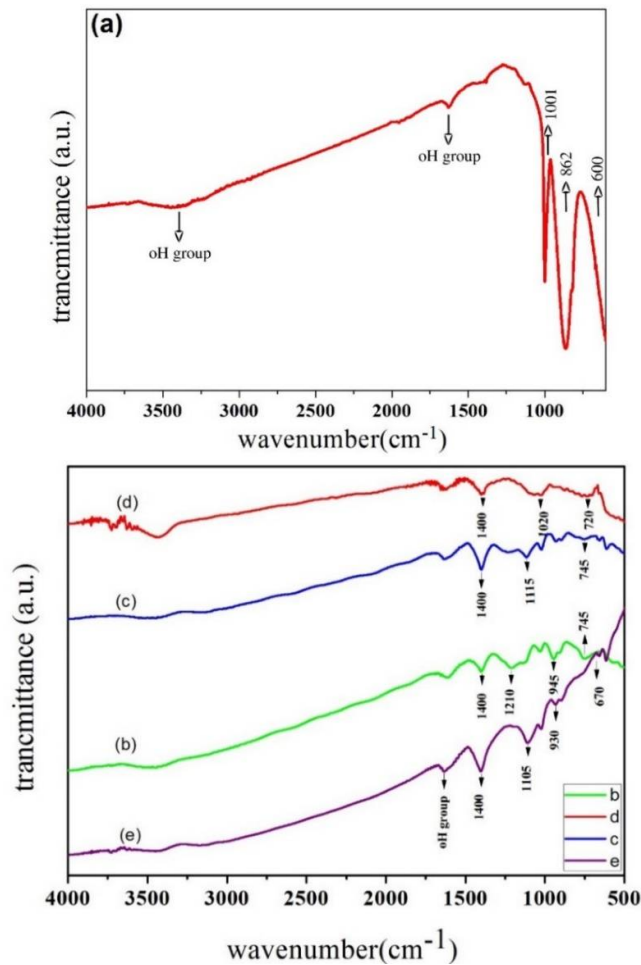
مرتبط با جذب سطحی آب توسط سطوح نانو ساختاری با نسبت سطح به حجم و جذب سطحی بالا است [18]. شکل‌های 3b تا e طیف تبدیل فوریه فروسرخ نمونه‌های دی‌سولفید مولیبدن است. چهار قله ارتعاشی مشخصه دی‌سولفید مولیبدن در چهار ناحیه $1600-1700\text{cm}^{-1}$ ، $1000-1200\text{cm}^{-1}$ و $600-1000\text{cm}^{-1}$ در تطابق با گزارشات قبلی است [19 و 20].

همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود با تغییر نسبت مولی پیش‌ماده‌های گوگرد و مولیبدن در فرآیند سنتز و تهیه نمونه‌های دی‌سولفید مولیبدن، مکان قله‌های ارتعاشی اصلی جابه‌جا شده است. در واقع با تغییر شرایط سنتز و پارامترهای شبکه (جدول 1 مشاهده شود) طول پیوند و در نتیجه فرکانس‌های ارتعاشی تا حدودی نیز تغییر خواهد کرد.

تحلیل طیف تبدیل فوریه فروسرخ

طیف تبدیل فوریه فروسرخ نمونه‌های MoO_3 و MoS_2 در شکل 3 آورده شده است. شکل 3a طیف FTIR ترکیب تری‌اکسیدمولیبدن است که قله جذبی مشاهده شده در ناحیه پایین‌تر از 1000cm^{-1} حاکی از تشکیل ساختار تری‌اکسیدمولیبدن می‌باشد. طیف FTIR ترکیب تری‌اکسیدمولیبدن دارای دو ناحیه ارتعاشی $600-1000\text{cm}^{-1}$ و $400-600\text{cm}^{-1}$ می‌باشد. قله جذبی مشاهده شده در فرکانس $550-600\text{cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاش Mo_2O_2 و قله در ناحیه 860cm^{-1} و 955cm^{-1} به ترتیب مربوط به ارتعاش کششی $\text{Mo}=\text{O}$ و $\text{Mo}-\text{O}-\text{Mo}$ می‌باشد [17].

قله جذبی پهن در گستره $3000-3600\text{cm}^{-1}$ و حدود 1600cm^{-1} مطابق با گروه‌های عاملی OH که اساساً



شکل 3. طیف تبدیل فوریه فروسرخ نمونه‌های (a) MO، (b) MS1، (c) MS2، (d) MS3 و (e) MS4.

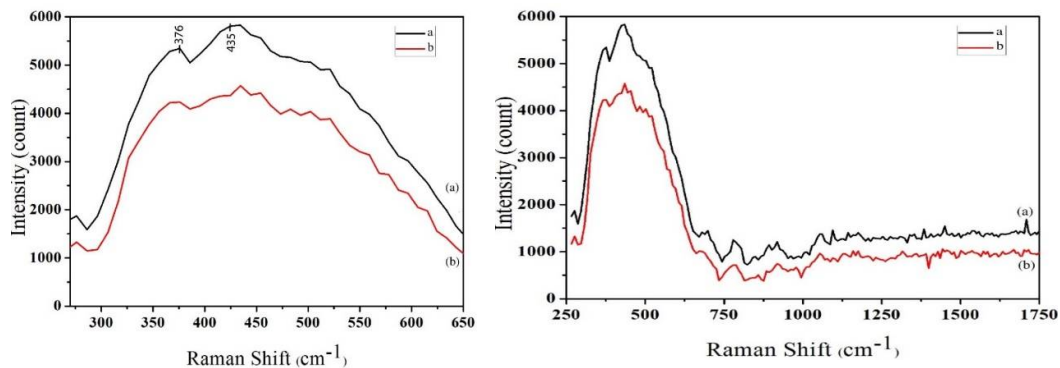
کووالانسی و بیرون از صفحه A_{1g}^2 که مربوط به پیوند واندروالسی می‌باشد. طیف رامان دی‌سولفید مولیبدن در توافق خوبی با نتایج گزارش شده برای این ترکیب می‌باشد [18-21].

تحلیل نتایج طیف رامان

طیف رامان نانوذرات MoS_2 در شکل‌های 4 نشان داده شده است. قله‌های مشخصه طیف رامان دی‌سولفید مولیبدن را می‌توان در حدود 376cm^{-1} و 435cm^{-1} مشاهده کرد که مربوط به حالت‌های ارتعاشی درون صفحه E_{2g}^1 که مربوط به پیوند

² Out-plane

¹ In-plane

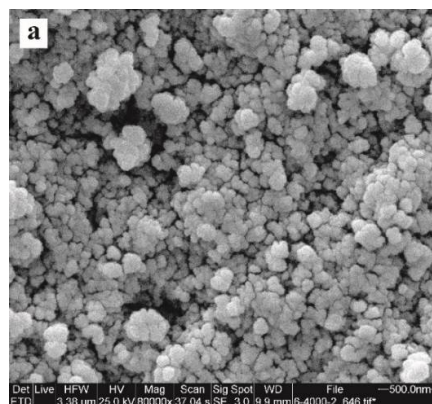
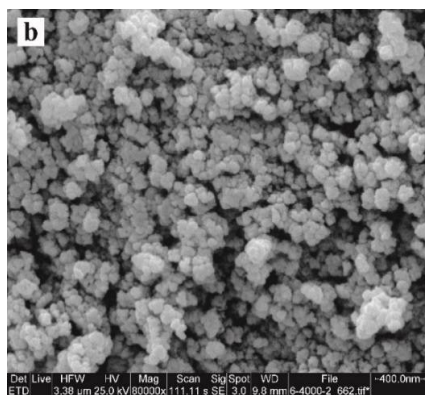


شکل 4. طیف رامان در ناحیه 250 تا 1750cm^{-1} (شکل راست) و بزرگ شده ناحیه 250 تا 650cm^{-1} (شکل چپ) نمونه‌های (a) MS1، (b) MS2.

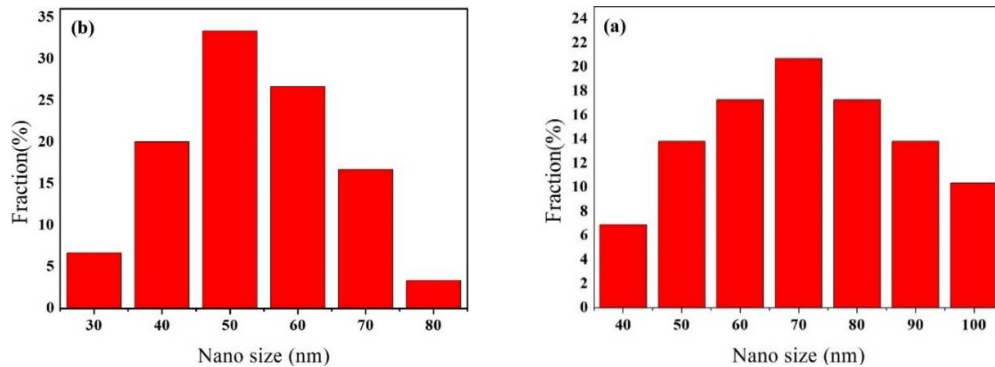
و b به ترتیب تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوذرات دی‌سولفید مولیبدن با نسبت مولی 1 به 2 و 1 به 3 پیش ماده تری اکسید مولیبدن و تیوره است.

تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی و نتایج تحلیل طیف EDAX

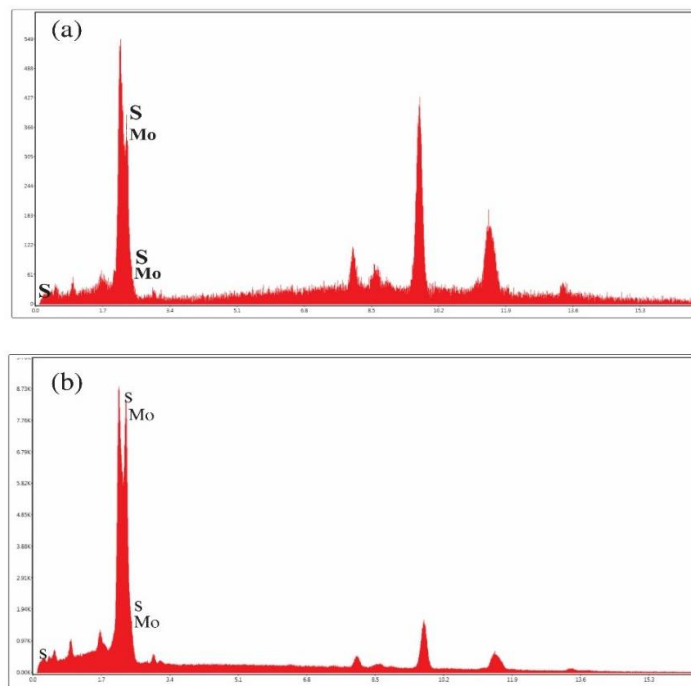
نانوساختارهای سنتز شده دی‌سولفید مولیبدن توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شدند. شکل 5a



شکل 5. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نانوذرات دی‌سولفید مولیبدن (a) MS1 و (b) MS2.



شکل 6. منحنی توزیع اندازه دانه نانوذرات (با دقت 1nm) دی سولفید مولیبدن (a) MS₁ و (b) MS₂.



شکل 7. طیف EDAX نانوذرات دی سولفید مولیبدن (a) MS₁ و (b) MS₂.

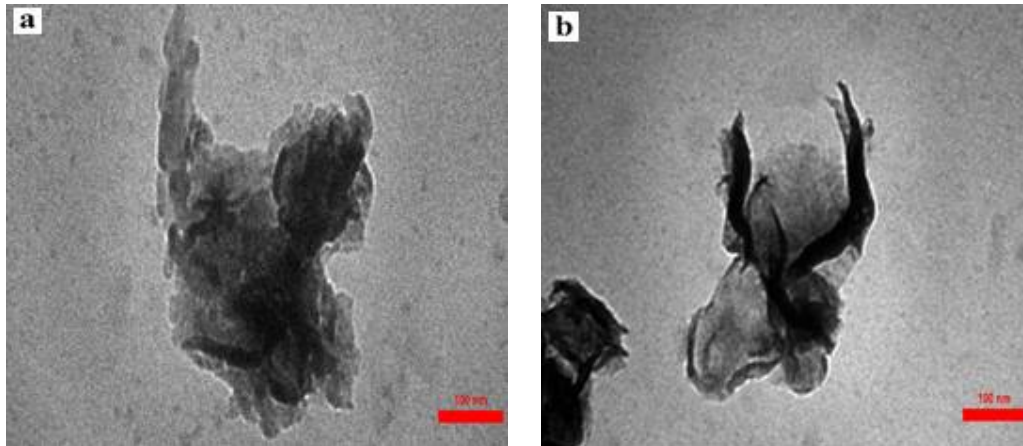
گرفت که نمونه MS₂ دارای اندازه دانه کوچکتری است و در نتیجه اثرات تحدید کوانتومی می‌تواند در این نمونه غالب باشد. از طرفی اندازه دانه حاصل از تصاویر SEM بزرگتر از XRD است که می‌تواند ناشی از این باشد که هر دانه متشکل از چندین بلورک است و آنچه که از نتایج XRD حاصل می‌شود، میانگین اندازه بلورک‌هاست.

شکل 6a و b به ترتیب منحنی توزیع نانوذرات با اندازه میانگین 70 و 50 نانومتر را برای نانوذرات دی سولفید با نسبت مولی 1 به 2 و 1 به 3 پیش ماده تری اکسید مولیبدن و تیوره را نشان می‌دهد. شکل 7 طیف EDAX نمونه‌های دی سولفید مولیبدن شامل دو عنصر S و Mo می‌باشد که به صورت کیفی تا حدود زیادی تأییدی بر تشکیل فاز است. از مقایسه اندازه دانه به دست آمده از نتایج XRD می‌توان نتیجه

تصاویر میکروسکوپ الکترونی تراگسیلی

تصاویر میکروسکوپ الکترونی تراگسیلی نانوذرات دی‌سولفید مولیبدن در شکل 8 آورده شده است. ساختار شبه‌لایه‌ای لایه‌های S-Mo-S به هم

چسبیده و چروکیده در تصاویر قابل تشخیص است. از شکل مشخص است که لایه‌های دی‌سولفید مولیبدن (نوارهای سیاه رنگ) درون هم واقع‌اند. ضخامت دی-سولفید مولیبدن چندین ده لایه گزارش شده است [5 و 7].



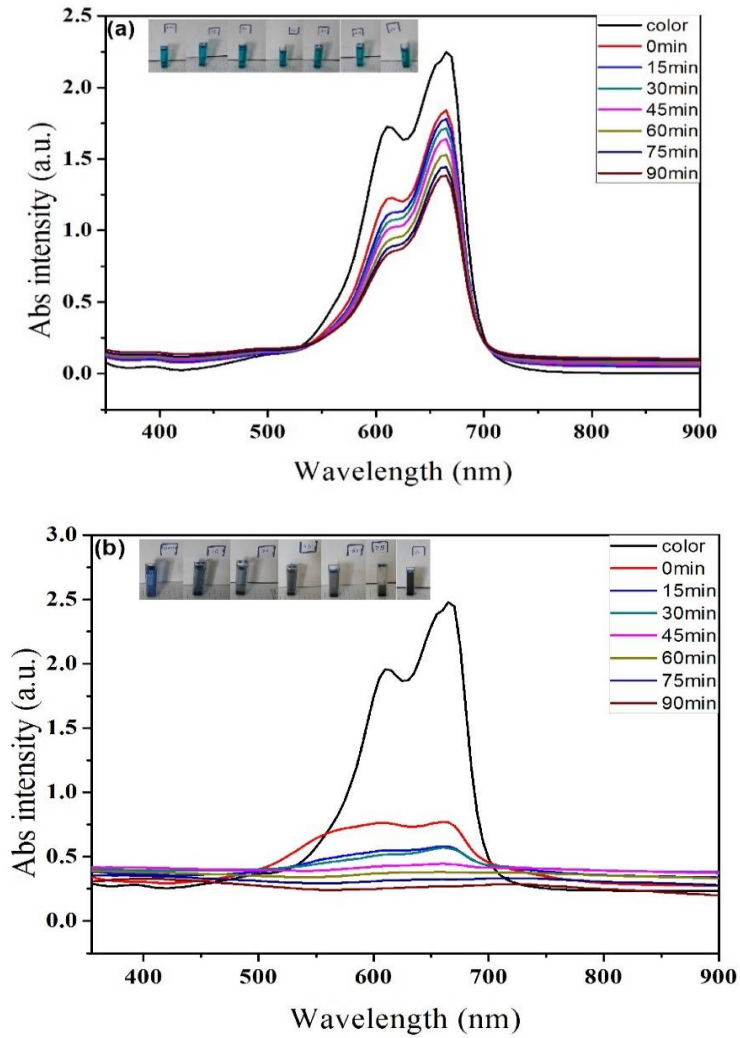
شکل 8. تصاویر میکروسکوپ الکترونی تراگسیلی با مقیاس 100 nm نانوذرات (a) MS₁ و (b) MS₂.

مخرب‌های رنگ‌های صنعتی را ایفا می‌کنند [9-11] و [22-24].

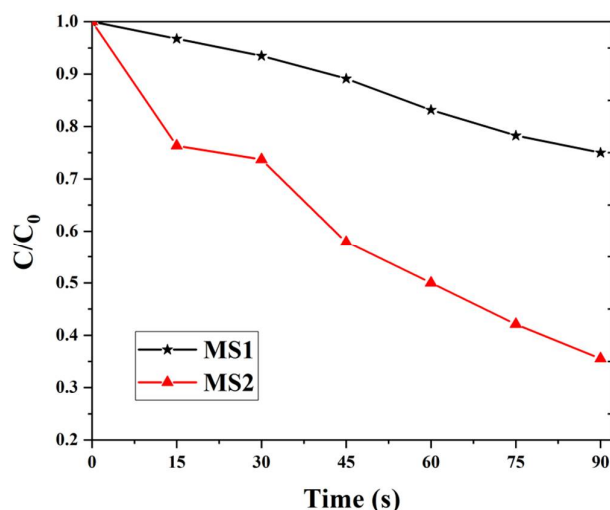
مشاهده می‌شود که تخریب رنگ توسط نمونه MS₂ که دارای اندازه دانه کوچکتری است به مراتب بهتر از نمونه MS₁ است. از آنجا که تمام پارامترهای مؤثر در فرایند فوتوکاتالیستی رنگ MB از جمله pH (خستگی) و مقدار وزنی کاتالیست ثابت در نظر گرفته شده است، هر چه اندازه دانه‌ها کوچک‌تر یا به عبارتی سطح مقطع مؤثر ذرات و به دنبال آن امکان تولید حامل‌های آزاد افزایش یابد، تخریب رنگ توسط آنها بهتر و سریع‌تر انجام می‌شود. با استفاده از طیف جذب رنگ، مقدار C/C₀ برای تمام زمان‌ها محاسبه شده که در شکل 10 مشاهده می‌شود.

بررسی نتایج فوتوکاتالیستی نانو ساختارهای مولیبدن سولفید

شکل 9 طیف جذب تخریب رنگ متیلن‌بلو توسط نانو ساختارهای MoS₂ را نشان می‌دهد. همان‌طور که در شکل واضح است کاهش شدت قله مشخصه جذب 650 نانومتر متیلن‌بلو توسط نانوذرات اتفاق افتاده است، به عبارت دیگر درصد تخریب نهایی پس از 90 دقیقه توسط نمونه MS₁ و MS₂ به ترتیب 37% و 89% است که با استفاده از رابطه 1 به دست آمده است. نیم‌رساناها در حضور تابش نور با تولید حفره‌هایی و واکنش این حفره‌ها با آب رادیکال OH[•] آزاد می‌کند و پتانسیل آنقدر است که مولکول‌های اکسیژن به صورت O₂⁻ احیا شود. حضور رادیکال‌های OH⁻ و O₂⁻ نقش



شکل 9. طیف جذب تخریب متیلن‌بلو توسط MS₁(a) و MS₂(b).



شکل 10. منحنی تخریب رنگ متیلن‌بلو توسط MS₁ و MS₂.

از طرفی نتایج فوتوکاتالیستی، تخریب رنگ متیلن بلو را با نمونه دی سولفید مولیبدن با نسبت مولی بیشتر تیوره به تری اکسیدمولیبدن تا حدود 90% انجام شد.

مرجع‌ها

- [1] Sh. Wang, Ch. An, J. Yuan, Synthesis Fabrication of Nanoscale MoS₂-Based Transition Metal Sulfides, *Materials* 3 1 (2010) 401-433.
<https://doi.org/10.3390/ma3010401>
- [2] S. Shinoya, W.M. Yen, *Phosphor Handbook*, CRC Press, New York, (1999) 190
- [3] W. Zhang, P. Zhang, Z. Su, G. Wei, Synthesis and sensor applications of MoS₂-based nanocomposites, *Nanoscale* 7 44 (2015) 18364-18378.
<https://doi.org/10.1039/C5NR06121K>
- [4] N. Pidgeon, J. Porritt, J. Ryan, A. Seaton, S. Tendler, M. Welland, R. Whatmore, Nanoscience and nanotechnologies: opportunities and uncertainties, *The Royal Academy of Engineering*, (2004).
- [5] B. Pourabbas, B. Jamshidi, Preparation of MoS₂ nanoparticles by a modified hydrothermal method and the photo-catalytic activity of MoS₂/TiO₂

نتیجه‌گیری

در این پژوهش از روش هیدروترمال برای سنتز نانو ساختارهای بلوری دی سولفید مولیبدن استفاده شد و برای شناسایی ساختارهای تهیه شده از پراش سنج پرتو ایکس، طیف سنج تبدیل فوریه فرسرخ، طیف سنج رامان و میکروسکوپ‌های الکترونی استفاده شد. کلیه مراحل تهیه در دمای محیط و بدون استفاده از جو بی‌اثر و در شرایط استاندارد آزمایشگاهی انجام شد. نتایج طرح‌های پراش پرتو ایکس نشان داد که ساختارهای تک‌فاز تری اکسیدمولیبدن و دی سولفید مولیبدن دارای ساختار بلوری و بدون ناخالصی‌اند و اندازه نانوبلورک‌ها با استفاده از طرح پراش پرتو ایکس و رابطه دبی-شرر محاسبه شد. طیف تبدیل فوریه فرسرخ به خوبی تشکیل پیوندهای شیمیایی تری اکسیدمولیبدن و دی سولفید مولیبدن را نشان داد که دارای دو ناحیه ارتعاشی مهم است. ساختار لایه‌ای بودن ترکیب دی سولفید مولیبدن با نتایج تصاویر میکروسکوپ الکترونی تراگسیلی تأیید شد.

- MoO₃ microstructures controllable, *Journal of Experimental Nanoscience* **10** 17 (2015) 1336-1346. <https://doi.org/10.1080/17458080.2015.1012654>
- [13] B. Schönfeld, J.J. Huang, S.C. Moss, Anisotropic mean-square displacements (MSD) in single crystals of 2H-MoS₂ and 3R-MoS₂, *Acta Crystallogr. B* **39** 4 (1983) 404-407. <https://doi.org/10.1107/S0108768183002645>
- [14] P.K. Panigrahi, A. Pathak, Aqueous medium synthesis route for randomly stacked molybdenum disulfide, *Journal of Nanoparticle Research* **8** (2013) 671214-671224. <https://doi.org/10.1155/2013/671214>
- [15] Y. Peng, Zh. Meng, Ch. Zhong, J.Lu, W. Yu, Zh. Yang, Y. Qi, Hydrothermal Synthesis of MoS₂ and Its Pressure-Related Crystallization, *Journal of Solid State Chemistry* **159** (2001) 170-173. <https://doi.org/10.1006/jssc.2001.9146>
- [16] P. Iranmanesh, S. Saeednia, N. Khorasanipoor, Tunable properties of cadmium substituted ZnS nanocrystals. *Materials Science in Semiconductor Processing* **68** (2017) 193-198. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2017.06.029>
- [17] N. Ebadinejad, S. Saeednia, M. Hatefi Ardakani, Synthesis and characterization of nano-size molybdenum complexes and their utilizing for preparation of molybdenum oxid nano particles and investigation of their catalytic property in oxidation of alcohol, *Vali-e-Asr university of rafsanjan* (1394).
- [18] G. Socrates, *Infrared and Raman characteristic group frequencies: tables and charts*, John Wiley & Sons Ltd, New Jersey (2004) 95-97. <https://doi.org/10.1007/s00396-004-1164-6>
- hybrids in photo-oxidation of phenol, *Journal of Chemical & Engineering* **138** (2008) 55-62. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2007.05.028>
- [6] A. Splendiani, L. Sun, Y. Zhang, T. Li, J. Kim, Ch. Chim, G. Galli, F. Wang, Emerging Photoluminescence in Monolayer MoS₂, *Nano Letters* **10** (2010) 1271-1275. <https://doi.org/10.1021/nl903868w>
- [7] Z. He, W. Que, Molybdenum disulfide nanomaterials: structures, properties, synthesis and recent progress on hydrogen evolution reaction, *Appl. Mater. Today* **3** (2016) 23-56. <https://doi.org/10.1016/j.apmt.2016.02.001>
- [8] X. Zeng, W. Qin, Synthesis of MoS₂ Nanoparticles Using MoO₃ Nanobelts as Precursor via a PVP-Assisted Hydrothermal Method, *Materials Letters* **182** (2016) 347-350. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.07.026>
- [9] T.K. Tseng, Y.S. Lin, Y.J. Chen, H. Chu, A Review of Photocatalysts Prepared by Sol-Gel Method for VOCs Removal, *International Journal of Molecular Sciences* **11** 6 (2010) 2336-2361. <https://doi.org/10.3390/ijms11062336>
- [10] J. Gamage, Z. Zhang, Applications of Photocatalytic Disinfection, *International Journal of Photoenergy* **1** (2010) 764870-76488. <https://doi.org/10.1155/2010/764870>
- [11] L. MeiYing, LI. XiaoQian, XU. ZhiLing, LI. BoNa, C. LinLin, SH. NanNan, Synthesis of chain-like MoS₂ nanoparticles in W/O reverse microemulsion and application in photocatalysis, *Science Bulletin* **57** 30 (2012) 3862-3866. <https://doi.org/10.1007/s11434-012-5339-0>
- [12] H. Hu, C. Deng, J. Xu, K. Zhang, M. Sun, Metastable h-MoO₃ and stable α

- irradiation, *Composites Part B* **175** (2019) 107080-107094. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107080>
- [23] B. Moradi, G. Nabiyouni, D. Ghanbari, Rapid photo-degradation of toxic dye pollutants: green synthesis of mono-disperse $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-CeO}_2$ nanocomposites in the presence of lemon extract, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **29** (2018) 11065–11080. <https://doi.org/10.1007/s10854-018-9189-7>
- [24] M. Etminan, G. Nabiyouni, D. Ghanbari, Preparation of tin ferrite–tin oxide by hydrothermal, precipitation and auto-combustion: photo-catalyst and magnetic nanocomposites for degradation of toxic azo-dyes, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics* **29** (2018) 1766–1776. <https://doi.org/10.1007/s10854-017-8085-x>
- [19] X. Li, H. Zhu, Two-dimensional MoS_2 : Properties, preparation, and applications, *Journal of Materiomics* **1** (2015) 33-44. <https://doi.org/10.1016/j.jmat.2015.03.003>
- [20] k. kalantar-zadeh, j. zhen ou, Biosensors Based on Two-Dimensional MoS_2 , *Acs Sensors* **1** (2015) 5–16. <https://doi.org/10.1021/acssensors.5b00142>
- [21] X. Zhang, P. Ding, Y. Sun, Y. Wang, Y. Wu, J. Guo, Shell-core MoS_2 nanosheets @ Fe_3O_4 sphere heterostructure with exposed active edges for efficient electrocatalytic hydrogen production, *Journal of Alloys and Compounds* **715** (2017) 53-59. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.04.315>
- [22] A .Kiani, G. Nabiyouni, S. Masoumi, D. Ghanbari, A novel magnetic $\text{MgFe}_2\text{O}_4\text{-MgTiO}_3$ perovskite nanocomposite: Rapid photo-degradation of toxic dyes under visible