فصلنامهی علمی علم و مهمتر می سرامیک دورهی ۱۲، شمارهی ۲، تابستان ۱۴۰۲

اثر حلال اتكتيك عميق بر سنتز نانوذرات اكسيد نيكل

نوع مقاله: علمي پژوهشي

اطهر نجفی، مسیح دربندی*

دانشگاه تبریز

* Masih.darbandi@tabrizu.ac.ir

چکیدہ:	اطلاعات مقاله:
در این مقاله برای اولین بار نانوذرات اکسید نیکل در حضور و عدم حضور حلال اتکتیک عمیق با استفاده از	دریافت: ۱۴ آبان ۱۴۰۲
روش ساده و مقرون به صرفه سولوترمال سنتز و مورد مطالعه قرار گرفته است. هدف از این پژوهش بررسی	پذیرش: ۲۳ دی ۱۴۰۲
اثر حلال اتکتیک عمیق بر ساختار، مورفولوژی و همچنین فعالیت فوتوکاتالیستی نانوذرات سنتز شده میباشد.	صفحه ۵۳ تا صفحه ۶۴
جهت ارزیابی و مطالعه ساختاری نمونهها از تکنیک طیفسنجی پراش پرتو ایکس (XRD)، جهت اندازه گیری	در دسترس در نشانی:
تخلخل و مساحت سطح از تکنیک تخلخل سنجی جذب– واجذب نیتروژن (BET) و جهت بررسی مورفولوژی،	www.ijcse.ir
ترکیب و ساختار سطح از تکنیک میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) استفاده شده است.	زبان نشریه: فارسی
نتایج به دست آمده از آنالیزها نشان میدهد که نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده در حضور حلال اتکتیک عمیق	شاپا چاپی: ۲۳۵۲–۲۳۲۲
از تخلخل و مساحت سطح ویژه بالاتری نسبت به نانوذرات اکسید نیکل بدون اتکتیک برخوردارند که این	شايا الكترونيكي:
ویژگی باعث بهبود عملکرد فوتوکاتالیستی این نانوذرات جهت تخریب آلایندههای آلی میشود. در کار حاضر	پ ۲۷۸۳–۳۰۰۳
علاوه بر مقایسهی روش سنتز، به مقایسه فعالیت سونوفوتوکاتالیستی نانوذرات جهت تخریب آلاینده آلی متیلن	
بلو پرداخته شده است. فعالیت سونوفوتوکاتالیستی با استفاده از تابش نور فرابنفش، امواج فراصوت و نانوذرات	
اکسید نیکل مورد بررسی قرار گرفته است. طبق آزمایشات صورت گرفته، نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده در	كليدواژه:
حضور حلال اتکتیک عمیق، رنگدانه متیلن بلو را در مدت زمان ۶۰ دقیقه تحت تابش نور فرابنفش و امواج	سولوترمال، نانوذرات اکسید
فراصوت به میزان ۹۴٪ با ثابت سرعت ۱/۲۰۶ (min ⁻¹) تخریب کردند و نانوذرات اکسید نیکل بدون حلال	نیکل، حلال اتکتیک عمیق،
اتکتیک عمیق، رنگدانه متیلن بلو را در همان شرایط به میزان ۸۵٪ با ثابت سرعت ۱/۴۷۵ (min ⁻¹)، تخریب	سونوفوتو كاتاليست.

کد DOR کد 20.1001.1.23222352.1402.0.0.4.5

كردند.

1- مقدمه

نانوفناوری، زمینه تحقیقاتی نوظهوری است که شامل روشهای مختلف مهندسی مواد در محدوده ۱ تا ۱۰۰ نانومتر میباشد. تغییر رفتار و خواص مواد در ابعاد نانو که به دلیل اثرات کوانتومی و افزایش نسبت سطح به حجم میباشد، ویژگی منحصر به فرد و جذابی است که آنها را قابل استفاده

در انواع تحقیقات کرده است [۱، ۲]. در سالهای اخیر نانوساختارهای اکسیدهای فلزی به ویژه اکسید فلزات واسطه به دلیل خواص فیزیکی و شیمیایی منحصر به فردشان، فعالیت فوتوکاتالیستی خوبی جهت تخریب آلایندههای آلی از خود نشان میدهند [۳، ۴]. اکسید نیکل یکی از اکسیدهای فلزات واسطه مهم با گاف انرژی ۳/۶ تا ۴ الکترونولت، نیمه



رسانا از نوع p و دارای بلورینگی مکعبی میباشد که خواص قابل توجهي مانند پايداري الكتروشيميايي، زيستسازگاري و واکنش پذیری بالا دارد [۵، ۶]. نانوذرات اکسید نیکل کاربردهای بسیاری در زمینههای رنگهای رسانا، حسگرهای گازی، اپتوالکترونیک، سلولهای سوختی، الكترودهاى اصلاح شده، سيالات فرومغناطيسي و كاتاليزور دارند [۴]. روشهای مختلفی برای سنتز نانوذرات اکسید نیکل گزارش شده است؛ از جمله این روشها میتوان به سل-ژل [۷، ۸]، رسوب همگن شیمیایی [۹]، تجزیه حرارتی [۱۰]، رسوب الکتروشیمیایی [۱۱] و روش هیدروترمال/سولوترمال [۱۲، ۱۳] اشاره کرد. از میان روشهای فوق، فرآیند هیدروترمال/سولوترمال به دلیل توانایی کنترل بر روی ساختار و مورفولوژی نانوذرات سنتز شده، روشی با مزایای خاص محسوب می گردد که می تواند خواص فیزیکی و شیمیایی را بهبود بخشد [۴]. در این مقاله برای سنتز نانوذرات اکسید نیکل از حلال اتکتیک عمیق استفاده شده است. حلالهای اتکتیک عمیق علی رغم تاریخچهی کوتاه، به طور گسترده در جدیدترین فنّاوریها و فرأيندها مورد استفاده قرار گرفته اند [۱۴]. اين نوع از حلالها از نمکهای زیست تخریب پذیر تشکیل شدهاند که جزو حلالهای سبز محسوب می شوند و آن ها را به جایگزینی مناسب برای حلالها و مایعات یونی^۲ تبدیل کرده است. این حلالها خواص فيزيكي مشابه و خواص شيميايي متفاوتي نسبت به مایعات یونی دارند. به طور معمول یکی از اجزای تشکیلدهندهی حلالهای اتکتیک عمیق، دهنده پیوند

¹ Deep Eutectic Solvents (DES)

² Ionic Liquids (ILs)

۵۴ دورهی ۱۲ شمارهی ۲ تابستان ۱۴۰۲

هیدروژنی و دیگری پذیرنده پیوند هیدروژنی میباشد که میان آنها پیوند هیدروژنی مستحکمی تشکیل میشود [۱۵، ۱۶]. حلالهای اتکتیک عمیق به دلیل ویژگیهای سودمندی که دارند نسبت به حلالهای معمولی ترجیح داده میشوند؛ فرّار نبودن، مقرون به صرفه بودن، سمیت کمتری داشتن، بالا بودن پایداری حرارتی، زیست تخریب پذیر بودن، ساده و آسان بودن روش سنتز و غیرقابل اشتعال بودن که مزیتی در روند جابه جایی و ذخیره سازی آنها محسوب میشود، از جمله جابه جایی و ذخیره سازی آنها محسوب میشود، از جمله ویژگیهای منحصر به فرد حلالهای اتکتیک عمیق، پایین بودن دمای ذوب آنها نسبت به هر یک از اجزای تشکیل دهنده شان میباشد، زیرا هنگامی که دو ماده با هم مخلوط میشوند، نقطهی ذوب آنها به شدت کاهش مییابد [۲۰].

امروزه به دلیل افزایش جمعیت و به دنبال آن، گسترش روز افزون کارخانهها و صنایع، مقدار قابل توجهی آلاینده وارد آبها میشود. با توجه به اثرات مخرب و زیانبار آلایندهها بر سلامت انسان و محیطزیست و ورود آنها به چرخهی آب، فرآیند تصفیه این آبها اقدامی ضروری محسوب می گردد [۲۱]. از این رو به کارگیری انواع روشهای تصفیه از جمله روشهای فیزیکی، زیستی و شیمیایی مورد توجه محققان قرار گرفته است [۲۲–۲۵]. از جمله روشهای فیزیکی میتوان به تهنشینی، فیلتراسیون، هوادهی، غربالگری، از جمله روشهای زیستی میتوان به تصفیهی هوازی و بی هوازی و از جمله روشهای شیمیایی



می توان به فر آیندهای اکسایش پیشرفته'، انعقاد-لختهسازی، ازنزنی، ترسیب شیمیایی، انعقاد الکتریکی و تبادل یونی اشاره کرد [۲۶-۲۹].

یکی از روشهای بسیار پرکاربرد جهت تصفیه آب، فرآیندهای اکسایش پیشرفته می باشد که با تولید رادیکال های آزاد هيدروكسيل به كمك ازن، هيدروژن پراكسيد، تابش نور فرابنفش و غیره شرایط را برای خنثی سازی آلایندههای آلی فراهم میکند. فرآیندهای اکسایش پیشرفته قدرت اکسیدکنندگی بالایی دارند که موجب کارآمدی بیشتر مي شوند. چند نمونه از اين روش ها عبارتند از: اكسايش با ازن، اکسایش با نور فرابنفش و هیدروژن پراکسید، اکسایش به روش فنتون، فوتوفنتون و الكتروفنتون، اكسایش به روش کاتالیستی، فوتوکاتالیستی و سونوکاتالیستی [۳۰–۳۵]. در این پژوهش به مطالعه روش سونوفوتوکاتالیستی برای حذف آلاینده ی آلی رنگی متیلن بلو پرداخته شده است. از دلایل برتری روش سونوفوتوکاتالیستی نسبت به سایر روشهای ذکر شده به مقرون به صرفه بودن، پیچیده نبودن، حذف غیرانتخابی آلایندههای آلی و همچنین زیستسازگاری آنها مي توان اشاره كرد [۳۶]. فوتوكاتاليستها معمولا از اکسیدهای فلزی، سولفیدهای فلزی، اکسی سولفیدها، اکسی نیتریدها و کامپوزیتهای آنها ساخته میشوند که نانو ساختارهای مبتنی بر اکسیدهای فلزات واسطه جهت استفاده به عنوان فوتوكاتاليست مورد توجه محققان واقع شده است [۳۷]. نانو مواد به دلیل اندازهی کوچک، نسبت سطح به حجم بالا و اثرات کوانتومی، ویژگیهای منحصر به فردی از خود نشان میدهند [۳۸] که این امر تأثیرگذاری بیشتر

¹ Advanced Oxidation Processes (AOPs)

نانوفوتوكاتالیستها را نسبت به فوتوكاتالیستها بیان میكند [۳۹]. در این مقاله با استفاده از نانوذرات نیكل اكسید به عنوان فوتوكاتالیست به حذف آلاینده آلی پرداخته شده است.

۲- فعالیتهای تجربی ۲-1- مواد و تجهیزات

کولین کلراید و اتیان گلیکول به نسبت ۱:۲ جهت سنتز حلال اتکتیک عمیق، نیکل استات چهارآبه و اولئیک اسید جهت سنتز نانوذرات نیکل اکسید، هیدروژن پراکسید و آب مقطر موادی هستند که در جدول ۱ اطلاعات کاملتر مواد مصرفی آورده شده است. برای سنتز از یک اتوکلاو از جنس فولاد زنگ نزن با آستر تفلونی (با قابلیت تحمل حرارتی تا ۲۵۰ درجه سانتی گراد) استفاده شد. برای بررسی و مشخصهیابی صفحات کریستالی از طریق XRD از دستگاه 1730 VPH با طول موج ۱۸۵۴ آنگستروم و زوایای براگ بین ۱۰ تا ۸۰ درجه استفاده گردید. از این آنالیز برای بررسی و ارزیابی فازهای نانوذرات سنتز شده، خلوص و همچنین محاسبهی اندازهی بلور ذرات استفاده شده است. برای محاسبهی اندازه بلوری ذرات از معادلهی دبای–شرر [۴۰] که به صورت معادله ۱ میباشد استفاده شده است.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta\cos\theta} \tag{1}$$

در این معادله D متوسط اندازه ذرات با واحد نانومتر است. طول موج Kα مس (آند تولیدکننده پرتو ایکس) که مربوط به دستگاه XRD میباشد و برحسب نانومتر در فرمول گزارش میشود. X فاکتور شکل بلور که معمولا عددی نزدیک به ۹/۹ است، میباشد و واحد ندارد، β پهنای پیک در نیمه ی ارتفاع



پیک^۱ است که باید برحسب رادیان در فرمول جایگذاری شود و θ اندازه زاویه ی پراش به دست آمده از مقادیر ۲۵ منطبق با پیک بیشینه در الگوی XRD میباشد. برای بررسی تخلخل نانوذرات به روش جذب و واجذب نیتروژن از تکنیک BET نانوذرات به روش جذب و واجذب نیتروژن از تکنیک TESCAN سطح از تکنیک FESEM توسط دستگاه TESCAN استفاده شده است.

۲-۲- روش آزمایش

۲-۲-1 تهیهی نانوذرات مزومتخلخل نیکل اکسید

برای سنتز نانوذرات مزومتخلخل اکسید نیکل در حضور حلال اتکتیک عمیق، کولین کلراید و اتیلن گلیکول به نسبت ۱:۲ حل شده و به ۳۵ میلیلیتر حلال اولئیک اسید اضافه گردید، سپس ۲/۵ گرم پیش ماده نیکل استات چهارآبه اضافه شده و به مدت ۳۰ دقیقه روی همزن مغناطیسی همزده شد. پس از تیمساعت ۵ میلیلیتر آب مقطر به صورت قطرهقطره اضافه گردید و مجدداً به مدت ۳۰ دقیقه روی همزن همزده شد. سپس به درون اتوکلاو منتقل شده و به مدت ۱۰ ساعت در دمای ۲۵۰ درجه سانتی گراد و فشار بالا قرار گرفت. سنتز نانوذرات بدون اتکتیک نیز به همین صورت انجام گرفت؛ با این تفاوت که مواد کولین کلراید و اتیلن گلیکول که پیش مادههای حلال اتکتیک عمیق هستند، اضافه نشدند.

۲-۲-۲- فعالیت سونوفوتوکاتالیستی

مقدار ۲۵ میلی گرم از نانوذرات اکسید نیکل سنتزشده در حضور حلال اتکتیک عمیق به ۱۵۰ سیسی محلول آبی متیلن بلو با غلظت ۲۰ ppm اضافه و برای بهتر پخش شدن

⁴ Full Width at Half Maximum (FWHM)

مارهی ۲ شماره ۲ تابستان ۱۴۰۲ 🖇

نانوذرات درون آب، از حمام اولتراسونیک به مدت ۵ الی ۱۰ دقیقه استفاده گردید. محلول جهت حصول جذب و واجذب سطحی به مدت ۳۰ دقیقه در محیط تاریک، روی همزن قرار گرفت و سپس با افزودن هیدروژن پراکسید ۳۰٪ به عنوان اکسنده و اعمال همزمان نور فرابنفش و امواج فراصوت، تخریب سونوفوتوکاتالیستی متیلن بلو آغاز گردید. در طی فرآیند تخریب به فاصلهی زمانی هر ۱۰ دقیقه به مدت نهایی فرآیند تخریب به فاصلهی زمانی هر ۱۰ دقیقه به مدت نهایی جذب نمونه توسط دستگاه اسپکتروفوتومتر Shimadzu در طول موج ۳n ۶۶۳ اندازه گیری انجام گرفت. همین روند برای نانوذرات اکسید نیکل بدون اتکتیک نیز انجام شده و نتایج هر دو آزمایش مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفته است.

3- نتایج و بحث

نتایج آنالیز XRD نانوذرات مزومتخلخل اکسید نیکل سنتز شده در حضور و عدم حضور حلال اتکتیک عمیق در شکل ۱ نشان داده شده است. این الگو در محدوده ی ۱۰ الی ۸۰ درجه ثبت شده است. پیکهای مشاهده شده در ۲۵های درجه ثبت شده است. پیکهای مشاهده شده در ۲۵های ۲۰/۴۰ (۲۲۲، ۲۰/۴۸، ۷۵/۷۷ و ۹۹/۹۲ به ترتیب مربوط به صفحات کریستالی (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱) و (۲۲۲) میباشد و با الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات نیکل اکسید میباشد و با الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات نیکل اکسید میباشد و با الگوی پراش پرتو ایکس نانوذرات نیکل اکسید اندازه کوچک نانوذرات اکسید نیکل و پهنای آنها نشان از اندازه کوچک نانوذرات دارد. پیکهای واقع در ۲۵های ۴۴/۹۳ و ۸۵/۲۸ در نمونه ی سنتز شده در حضور حلال اتکتیک



خلوص وزنى	محل تأمين كننده	فرمول شيميايي	مواد مصرفی در این کار پژوهشی
٩٩%.	Merck	[(CH ₃) ₃ NCH ₂ CH ₂ OH] ⁺ Cl ⁻	كولين كلرايد
٩٩%.	Merck	$C_2H_6O_2$	اتيلن گليكول
٩٩٪.	Merck	C ₄ H ₁₄ NiO ₈	نیکل استات چهار آبه
٩٩٪.	Merck	$C_{18}H_{34}O_2$	اولئيک اسيد
٣٠٪	Merck	H_2O_2	ھيدروژن پراکسيد

جدول ۱ – اطلاعات مواد به کار رفته در پژوهش

به علاوه با افزایش زمان حرارتدهی در دمای یکسان –۴۰۰ درجه سانتی گراد– تغییر فاز صورت گرفته و پیکهای مربوط به Ni₂O3 حذف می گردد [۴۱]. با استفاده از معادلهی دبای– شرر و با استناد بر تصاویر به دست آمده از آنالیز میکروسکوپی الکترونی روبشی که کروی بودن نانوذرات را تأیید میکند، میانگین اندازهی بلورک آنها در حضور و عدم حضور حلال اتکتیک عمیق به ترتیب ۸/۴۳ و ۲/۰۶ نانومتر می باشد.



در شکل ۲ نتایج آزمون BET نانوذرات نشان داده شده است که مشاهده می گردد ایزوترم جذب و واجذب نیتروژن برای هر دو نمونهی سنتز شده از نوع ایزوترم ۱۷ می باشد. نتایج آزمون نشان می دهد سنتز در حلال اتکتیک عمیق،

حجم تخلخل و در نتيجه مساحت سطح فعال نانوذرات را

افزایش میدهد، به طوری که مساحت سطح فعال نانوذرات سنتز شده در حلال اتکتیک عمیق (۳/۵۳) ۵۶/۲۲۴ و مساحت سطح فعال نانوذرات سنتز شده بدون حلال اتکتیک عمیق (۳/۵۳) ۱۲/۰۷۱ است. ایجاد تخلخل بیشتر و افزایش مساحت سطح فعال نانوذرات در حضور حلال اتکتیک عمیق را میتوان به وجود یون هیدرونیوم نسبت داد [۲۴]. در جدول ۲ مساحت سطح فعال و حجم تخلخل دو فوتوکاتالیست سنتز شده مقایسه گردیده است.



شکل ۲– ایزوترم جذب و واجذب نیتروژن نانوذرات الف) سنتز شده بدون حضور DES ب) سنتز شده در حضور DES

شکل ۳ تصاویر FESEM دو نمونه سنتز شده را نشان میدهد. طبق این تصاویر نانوذرات سنتز شده در حضور و عدم حضور حلال اتکتیک عمیق ساختار کریستالی و پراکندگی یکنواختی





کوچکتر و کم ضررتر تبدیل کنند [۴۴، ۴۵]. برای این کار مقدار ۲۵ میلی گرم از فوتوکالیست با ۲۰ رنگدانه آلی متیلن بلو و هیدروژن پراکسید تحت تابش نور فرابنفش و امواج فراصوت قرار گرفت. نمودارهای تخریب سونوفوتوکاتالیستی رنگدانه آلی متیلن بلو توسط نانوذرات سنتز شده در حضور و عدم حضور حلال اتکتیک عمیق در مدت زمان ۶۰ دقیقه در شکل ۴ نشان داده شده است. جذب مشخصه متیلن بلو در شکل ۴ نشان داده شده است. جذب مشخصه متیلن بلو در معرض فعالیت سونوفوتوکاتالیستی به سرعت کاهش مییابد و پس از ۶۰ دقیقه، میزان ۹۴٪ از آلاینده رنگی متیلن بلو توسط فوتوکاتالیست سنتز شده در حلال اتکتیک عمیق و ۸۵٪ از این آلاینده توسط فوتوکاتالیست سنتز شده بدون حلال اتکتیک دارند. با توجه به تصاویر، کلوخهای شدن برخی نانوذرات را میتوان به دلیل ابعاد بسیار کوچک و انرژی سطحی بالای آنها دانست. در این مقاله با توجه به افزایش تخلخل و در نتیجه افزایش مساحت سطح فعال نانوذرات سنتز شده در حلال اتکتیک عمیق، فعالیت سونوفوتوکاتالیستی این نانوذرات نیز مورد بررسی و مقایسه قرار گرفت. سونوفوتوکاتالیز روشی کارآمد جهت تجزیهی آلایندههای آلی و تصفیه آبها و فاضلابها به شمار میآید که ترکیبی از روشهای سونولیز و فوتوکاتالیز میباشد. در فرآیند تخریب سونوفوتوکاتالیز، امواج فراصوت و تابش نور به طور همزمان به یک سیستم حاوی فوتوکاتالیست اعمال میشود [۳۳]. در این روش در مدت زمان کوتاه، مقدار قابل توجهی رادیکالهای آزاد تولید میشوند که میتوانند به

جدول ۲– مقایسه نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده در حضور و عدم حضور DES با استفاده از نتایج به دست آمده از آزمون

نمونه	$({ m m}^2{ m g}^{ ext{-1}})$ مساحت سطح فعال	حجم تخلخل [cm³(STP) g⁻¹] حجم تخلخل
نانوذرات اكسيد نيكل با DES	56/224	١٢/٩١٨
نانوذرات اكسيد نيكل بدون DES	17/•71	۲/۷۷۳۳



شكل ۳- تصوير FESEM از نانوذرات اكسيد نيكل سنتز شده در الف) بدون حضور حلال DES ب) درحضور حلال DES

🗚 دورهی ۱۲ شمارهی ۲ تابستان ۱۴۰۲





حلال DES ب) در حضور حلال DES – شرایط تست: متیلن بلو (۲۰ ppm)، هیدروژن پراکسید (۵ mM)، کاتالیست (۲۵ mg)

درصد تخریب با استفاده از معادله ی زیر محاسبه شده است. (۲) $(200)^{-2} = \frac{C_0 - C_1}{C_0} = 100$ (۲) (۲) (۲) $(100)^{-2} = 100$ (۲) در این معادله Co و Co به ترتیب غلظت متیلن بلو در لحظه ی صفر (نمونه برداری پیش از آغاز فرآیند سونوفوتو کاتالیستی) و غلظت متیلن بلو در لحظه ی t برحسب میلی گرم بر لیتر می باشد. برای به دست آوردن غلظتها از قانون بیر لیتر می باشد. برای به دست آوردن غلظتها از قانون بیر رابطه ی خطی بسیار خوب بین تغییرات (Color) و زمان فرآیند سونوفوتو کاتالیستی و زمان لیتر می باشد. ۲۹ (Color) و زمان فرآیند سونوفوتو کاتالیستی می باشد. ۲۹ (Color) و زمان ماربطه ی خطی بسیار خوب بین تغییرات (Color) و زمان فرآیند سونوفوتو کاتالیستی می باشد. ۲۹ (Color) و زمان که می توان نتیجه گرفت سینتیک تخریب متیلن بلو شبه مرتبه اول را می بوان از طریق معادله زیر محاسبه کرد.

$$\ln\left(\frac{c}{c_0}\right) = -kt \tag{(7)}$$

در این معادله k ثابت سرعت با واحد ⁻ min و Co و C و C به ترتیب غلظت متیلن بلو در لحظههای صفر و t میباشد. شیب خط مستقیم که همان ثابت سرعت واکنش است، برای

نانوذرات سنتز شده در عدم حضور و حضور حلال اتکتیک



حل ۵- مودار تعریب سوتوقوتو کانیستی میین بنو توسط نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده در الف) بدون حضور حلال DES ب) درحضور حلال DES – شرایط تست: متیلن بلو (۲۰ ppm)، هیدروژن پراکسید (۵ mM)، کاتالیست بلو (۲۵ mg)– خطچینها نشاندهنده رگراسیون خطی بین نقاط به دست آمده در آزمایش میباشد.

۴- نتیجهگیری

در این مقاله با استفاده از روش ساده و مقرون به صرفه سولوترمال نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده و برای ارزیابی و مطالعه ساختاری، اندازه گیری تخلخل و بررسی مورفولوژی به ترتیب از تکنیکهای BET ،XRD و FESEM استفاده شده است. در فرآیند سنتز نانوذرات اکسید نیکل از حلال اتکتیک عمیق استفاده شده و اثر این نوع حلالها بر روی ساختار، مورفولوژی، تخلخل و فعالیت سونوفوتوکاتالیستی مورد بررسی و مطالعه قرار گرفته است. با توجه به نتایج به دست آمده از آنالیزها مشاهده گردید مساحت سطح فعال نانوذرات سنتز شده در حضور حلال اتکتیک عمیق نسبت به نانوذرات





- [6]. Du, W., et al., One-pot solvothermal synthesis of hierarchical Co-doped NiO microspheres with enhanced hydrogen sulfide sensing performances. ChemPhysMater, 2023.
- [7]. Teoh, L.G. and K.-D. Li, Synthesis and characterization of NiO nanoparticles by sol-gel method. Materials transactions, 2012. **53**(12): p. 2135-2140.
- [8]. Zorkipli, N.N.M., N.H.M. Kaus, and A.A. Mohamad, Synthesis of NiO nanoparticles through sol-gel method. Procedia chemistry, 2016. 19: p. 626-631.
- [9]. Gnanasekaran, L., et al., Synthesis and characterization of metal oxides (CeO₂, CuO, NiO, Mn₃O₄, SnO₂ and ZnO) nanoparticles as photo catalysts for degradation of textile dyes. Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology, 2017. **173**: p. 43-49.
- [10]. Khan, A., et al., Effect of Bi contents on key physical properties of NiO NPs synthesized by flash combustion process and their cytotoxicity studies for biomedical applications. Ceramics International, 2020. 46(12): p. 19691-19700.
- [11]. Tonelli, D., E. Scavetta, and I. Gualandi, Electrochemical deposition of nanomaterials for electrochemical sensing. Sensors, 2019. **19**(5): p. 1186.
- [12]. Nakhjiri, M.Z., et al., Exploring the interaction of synthesized nickel oxide nanoparticles through hydrothermal method with hemoglobin and lymphocytes: Bio-thermodynamic and cellular studies. Journal of Molecular Liquids, 2020. **317**: p. 113893.
- [13]. Zhao, B., et al., Investigation on the electromagnetic wave absorption properties of Ni chains synthesized by a facile solvothermal method. Applied surface science, 2014. **307**: p. 293-300.
- [14]. Abbott, A.P., et al., Preparation of novel, moisture-stable, Lewis-acidic ionic liquids containing quaternary

و به دلیل افزایش تخلخل، عملکرد سونوفوتوکاتالیستی بهتری از خود نشان دادهاند به طوری که این نانوذرات، آلاینده آلی متیلن بلو را در مدت زمان ۶۰ دقیقه به میزان ۹۴٪ و نانوذرات اکسید نیکل سنتز شده در عدم حضور حلال اتکتیک عمیق، همین آلاینده را در مدت زمان ۶۰ دقیقه به میزان ۸۵٪ تخریب کردهاند.

مراجع

- Barzinjy, A.A., et al., Green and ecofriendly synthesis of Nickel oxide nanoparticles and its photocatalytic activity for methyl orange degradation. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2020. **31**: p. 11303-11316.
- [2]. Chowdhury, M.A.S., M.M. Islam, F. Ahmed, and M. Jamal, Green Synthesis and Antibacterial Activity Investigation of Nickel Oxide Nanoparticles Fabricated Using Allium Cepa Stalks Extract. Available at SSRN 4528621.
- [3]. Davison, N., et al., Facile mechanochemical reduction and lithium-ion doping of transition-metal oxides. European Journal of Inorganic Chemistry: p. e202300344.
- Al-Zaqri, N., et al., Green synthesis of [4]. nickel oxide nanoparticles and its degradation photocatalytic and antibacterial activity. Journal of Science: Materials Materials in Electronics, 2022. 33(15): p. 11864-11880.
- [5]. Prabhu, S., T.D. Thangadurai, P.V. Bharathy, and P. Kalugasalam, Synthesis and characterization of nickel oxide nanoparticles using Clitoria ternatea flower extract: Photocatalytic dye degradation under sunlight and antibacterial activity applications. Results in Chemistry, 2022. 4: p. 100285.

۱۴۰۲ دورهی ۱۲ شمارهی ۲ تابستان ۱۴۰۲

-

Abduljalil, Synthesis, structural and optical characteristics of PEO/NiO/In₂O₃ hybrid nanomaterials for photodegradation of pollutants from wastewater. Optical and Quantum Electronics, 2023. 55(6): p. 556.

- [22]. Wang, W., B. Lv, and F. Tao, NiO/ g-C₃N₄ composite for enhanced photocatalytic properties in the wastewater treatment. Environmental Science and Pollution Research, 2023. **30**(10): p. 25620-25634.
- [23]. Joulaee, S., et al., Efficient Removal of Anionic and Cationic Dyes from Waste Water Using Green ZnO/NiO/Graphene Quantum Dots Nano Photocatalyst. Optik, 2023: p. 171324.
- [24]. Hajalifard, Z., et al., The efficacious of AOP-based processes in concert with electrocoagulation in abatement of CECs from water/wastewater. npj Clean Water, 2023. 6(1): p. 30.
- [25]. Babuponnusami, A., et al., Advanced oxidation process (AOP) combined biological process for wastewater treatment: A review on advancements, feasibility and practicability of combined techniques. Environmental Research, 2023: p. 116944.
- [26]. Saleh, I.A., N. Zouari, and M.A. Al-Ghouti, Removal of pesticides from water and wastewater: Chemical, physical and biological treatment approaches. Environmental Technology & Innovation, 2020. **19**: p. 101026.
- [27]. Ahmad, I., et al., Treatment Methods for Lead Removal from Wastewater, in Lead Toxicity: Challenges and Solution. 2023, Springer. p. 197-226.
- [28]. Musa, M. and S. Idrus, Physical and biological treatment technologies of slaughterhouse wastewater: a review. Sustainability 13: 4656. 2021.
- [29]. Radojević, I.D., V.D. Jakovljević, and A.M. Ostojić, A mini-review on indigenous microbial biofilm from various wastewater for heavy-metal removal-new trends. World Journal of

with ammonium salts functional side chainsElectronic supplementary information (ESI) available: plot conductivity VS. temperature of for the ionic liquid formed from zinc chloride and choline chloride http://www.rsc. (2: 1). See org/suppdata/cc/b1/b106357j. Chemical communications, 2001(19): p. 2010-2011.

- [15]. Baby, J.N., B. Sriram, S.-F. Wang, and M. George, Effect of various deep eutectic solvents on the sustainable synthesis of MgFe₂O₄ nanoparticles for simultaneous electrochemical determination of nitrofurantoin and 4-nitrophenol. ACS Sustainable Chemistry & Engineering, 2020. 8(3): p. 1479-1486.
- [16]. Dhugosz, O., Natural Deep Eutectic Solvents in the Synthesis of Inorganic Nanoparticles. Materials, 2023. 16(2): p. 627.
- [17]. Kityk, A., V. Pavlik, and M. Hnatko, Exploring deep eutectic solvents for the electrochemical and chemical synthesis of photo-and electrocatalysts for hydrogen evolution. International Journal of Hydrogen Energy, 2023.
- [18]. Zhu, Y., et al., A green and novel natural deep eutectic solvent (NADES) extraction enhances chlorogenic acid, stability, antimicrobial and antioxidant activities of Eucommia leaves. New Journal of Chemistry, 2023.
- [19]. Winiarski, J., et al., Ni/cerium molybdenum oxide hydrate microflakes composite coatings electrodeposited from choline chloride: ethylene glycol deep eutectic solvent. Materials, 2020. 13(4): p. 924.
- [20]. Miao, J., et al., Fabrication of natural deep eutectic solvent based water-in-oil high internal phase emulsion: Improving loading capacity and stability of curcumin. Journal of Food Engineering, 2023: p. 111862.
- [21]. Hassan, H.B., A. Hashim, and H.M.

دورهی ۱۲ شمارهی ۲ تابستان ۱۴۰۲ 🖌



Nanoparticles by Green as well as Chemical Routes and Comparisons their Properties. Iraqi Journal of Natural Sciences and Nanotechnology, 2023. 4: p. 54-63.

- [39]. El-Kemary, M., N. Nagy, and I. El-Mehasseb, Nickel oxide nanoparticles: Synthesis and spectral studies of interactions with glucose. Materials Science in Semiconductor Processing, 2013. 16(6): p. 1747-1752.
- [40]. Varghese, T. and K. Balakrishna, Nanotechnology: An introduction to synthesis, properties and applications of nanomaterials. 2012: Atlantic Publishers & Distributors. ويزيدي، مسيح وع اللهي، سنتز و شناسايي نانو

ذرات بر پایه نیکل(Ni(OH)₂, NiO, Ni) نشریه علم و مهندسی سرامیک_ر (۲۰۲۱. p: ۸۱-۹٤,۲(۱۰

- [42]. Cheatham, R.W. and M.T. Reza, Deep eutectic solvent pretreatment alters surface morphology and functionality of activated hydrochar resulting in enhanced carbon dioxide capture. Journal of CO₂ Utilization, 2023. **68**: p. 102350.
- [43]. Mosleh, S., M. Rahimi, M. Ghaedi, and K. Dashtian, Sonophotocatalytic degradation of trypan blue and vesuvine dyes in the presence of blue light active photocatalyst of Ag₃PO₄/Bi₂S₃-HKUST-1-MOF: central composite optimization and synergistic effect study. Ultrasonics sonochemistry, 2016. **32**: p. 387-397.
- [44]. Theerthagiri, J., et al., Application of advanced materials in sonophotocatalytic processes for the remediation of environmental pollutants. Journal of Hazardous Materials, 2021. **412**: p. 125245.
- [45]. Habibi, M.H. and F. Fakhri, Hydrothermal synthesis of nickel iron oxide nano-composite and application as magnetically separable photocatalyst for degradation of Solar Blue G dye. Journal of Materials Science: Materials

Microbiology and Biotechnology, 2023. **39**(11): p. 309.

- [30]. Bhargava, N., N. Bahadur, and A. Kansal, Techno-economic assessment of integrated photochemical AOPs for sustainable treatment of textile and dyeing wastewater. Journal of Water Process Engineering, 2023. 56: p. 104302.
- [31]. Ashtaputrey, S.D. and P.S. Agrawal, Fenton and photo-assisted advanced oxidative degradation of ionic liquids: a review. Environmental Science and Pollution Research, 2023: p. 1-26.
- [32]. Ajayaghosh, A.K., S. Farissi, M. Muthuchamy, and A. Muthukumar, Oxidation of polystyrene nanoparticles using ozonation under catalytic and non-catalytic conditions. 2023.
- [33]. Yang, L., F. Xue, and D. He, Removal of six pesticide residues from vegetables by the coupled ultrasonic-ozonation process. Food Control, 2023: p. 110109.
- [34]. Audino, F., et al., Pharmaceuticals Removal by Ozone and Electro-Oxidation in Combination with Biological Treatment. Water, 2023. **15**(18): p. 3180.
- [35]. Crini, G. and E. Lichtfouse, Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment. Environmental Chemistry Letters, 2019.
 17: p. 145-155.
- [36]. Mohammadi, A., M. Haghighi, and M. Shabani, Degradation Evolution of Tetracycline-HCl/Fluoroquinolones and CO₂ Reduction over Novel Z-Scheme NCQDs-Black NiO/Bi₇O₉I₃ Mesopores Nanosheet Heterojunction. Process Safety and Environmental Protection, 2023.
- [37]. Gobinath, E., et al., Synthesis and characterization of NiO nanoparticles using Sesbania grandiflora flower to evaluate cytotoxicity. Results in Chemistry, 2023. **6**: p. 101043.
- [38]. Mohammed, M., Synthesis and Characterization of Nickel Oxide

۴ دورهی ۱۲ شمارهی ۲ تابستان ۱۴۰۲



in Electronics, 2017. **28**: p. 14091-14096.

Effect of Deep Eutectic Solvent on the Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticles

A. Najafi, M. Darbandi*

Nanomaterials research lab, Faculty of Chemistry, University of Tabriz, Tabriz, Iran

* Masih.darbandi@tabrizu.ac.ir

Abstract: In this paper, nickel oxide nanoparticles were synthesized and studied for the first time in the presence and absence of Deep Eutectic Solvents (DES) using a simple and economical solvothermal method. The purpose of this study is to investigate the effect of DES on the structure, morphology and sonophotocatalytic activity of synthesized nanoparticles. The synthesized nanostructures were characterized by XRD, BET and SEM to evaluate their crystallinity, morphology, size and composition. The results show that the nickel oxide nanoparticles synthesized with DES have higher porosity and specific surface area than nickel oxide nanoparticles synthesized without DES. This caused better sonophotocatalytic performance for the degradation of organic pollutant. A comparison of the sonophotocatalytic activity of nanoparticles for the degradation of the organic pollutant methylene blue was studied to compare the effect of DES. The sonophotocatalyst is stimulated by ultraviolet light and ultrasonic radiation to form more active radicals during the sonophotocatalytic performance. According to the data from the sonophotocatalytic degradation study, the removal efficiency of the nickel oxide nanoparticles synthesized with DES was 94% at a constant rate of $1.706 \text{ (min^{-1})}$, while the removal efficiency of the nickel oxide nanoparticles synthesized without DES was 85% at a constant rate of 1.475 (min⁻¹). Keywords: Solvothermal, Nickel oxide nanoparticles, Deep eutectic Solvents, Sonophotocatalyst.