

# اثر تغییرات توان تراگذار فراآوایی و زمان تابش امواج فراآوا بر ضخامت نانوپوسته‌های دو-بعدی دی‌سولفیدمولیبدن ساخته‌شده به روش آوافیزیک

نجمه السادات تقوی، رضا افضل‌زاده\*

دانشکده فیزیک، دانشگاه صنعتی خواجه‌نصیرالدین طوسی

## چکیده

در این پژوهش، نانو پوسته‌های دو-بعدی دی‌سولفیدمولیبدن به روش پوسته‌سازی در فاز مایع با استفاده از تراگذار فراآوایی تولید شدند. توان پروب و زمان تابش تغییر داده شد تا آثار این تغییرات بر ضخامت پوسته‌های حاصل مطالعه گردید. نتایج حاصل از طیف‌سنجی فرابنفش-مرئی و میکروسکوپ الکترونی (اس‌ای‌ام) نشان می‌دهد که ضخامت کمینه برای نمونه‌ها در توان ۶۵ وات حاصل می‌شود و مناسب‌ترین مدت زمان تابش یک ساعت است.

**کلیدواژه‌ها:** نانوپوسته‌های دی‌سولفیدمولیبدن، توان تراگذار فراآوایی، زمان تابش، گاف انرژی، ضخامت لایه‌ها.

## ۱. مقدمه

هنگامی که مواد تحت تابش فراآوا قرار می‌گیرند، انتشار این امواج، منجر به ایجاد نواحی متناوب تراکم (پرفشار) و انبساط (کم‌فشار) در ماده می‌شود. این پدیده که کاواک‌زایی صوتی<sup>۱</sup> نامیده می‌شود، به‌طور خلاصه، تشکیل، رشد تدریجی، نوسان و فروریزش حباب‌ها در یک مایع است. در اثر این پدیده، فشرده‌سازی گاز و فروریزش حباب به‌طور مؤثری موجب تمرکز انرژی فراآوایی می‌شود و گرما و فشار موضعی زیادی (حدود ۵۰۰۰ کلوین و ۱۰۰۰ اتمسفر) با نرخ بسیار بالای گرم و سرد شدن (بیش از  $10^{10}$  کلوین بر ثانیه) ایجاد می‌شود که امکان منحصربه‌فردی برای برهم‌کنش ماده و انرژی فراهم می‌کند. فرآیند کاواک‌زایی علاوه بر ایجاد فشار و دمای موضعی بالا، موجب تولید موج ضربه‌ای<sup>۲</sup> نیز می‌شود. از انرژی این موج برای شکستن پیوندهای کووالانسی، انجام برخی واکنش‌های شیمیایی، همگن‌سازی و سنتز نانو ذرات استفاده می‌شود [۱-۲].

از جمله نانو موادی که اخیراً بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند، نانو ساختارهای دو-بعدی هستند. مبحث مواد

دو-بعدی با کشف گرافن در سال ۲۰۰۴ میلادی گشوده شد و اکنون با گسترش خانواده مواد دو-بعدی از جمله دی‌کالکوژنایدیهای فلزات واسطه (تی‌ام‌دی‌سی)<sup>۳</sup>، هر روز اخبار جدیدی از اکتشافات، نوآوری‌ها و کاربردهای گوناگون این مواد در حوزه‌های مختلف از جمله الکترونیک، اپتوالکترونیک و مکانیک به گوش می‌رسد [۳-۴].

دی‌سولفیدمولیبدن ( $MoS_2$ ) یکی از شناخته‌شده‌ترین اعضای خانواده دی‌کالکوژنایدیهای فلزات واسطه (تی‌ام‌دی‌سی) با فرمول شیمیایی عمومی  $MX_2$  است که  $M$  و  $X$  به ترتیب یک فلز واسطه و یک کالکوژن هستند. در هر ورقه از این مواد، اتم‌ها پیوندهای نسبتاً قوی کووالانسی دارند، درحالی‌که نیروی بین صفحه‌های مجاور از نوع برهم‌کنش‌های ضعیف واندروالس است. این ویژگی مهم به این مواد قابلیت ورقه‌ورقه شدن و ایجاد پوسته‌های دو-بعدی را می‌دهد [۴-۹]. برخلاف گرافن، تک‌لایه دی‌سولفیدمولیبدن یک نیم‌رساناست که گاف انرژی آن از یک گاف غیرمستقیم در حدود ۱٫۲ الکترون‌ولت برای توده، به گاف مستقیم در حدود ۱٫۸ الکترون‌ولت برای تک‌لایه گذار می‌کند. به‌عبارت‌دیگر، گاف انرژی این ماده به ضخامت یا تعداد لایه‌های آن بستگی دارد [۸-۱۰].

\* نویسنده پاسخگو: afzalzadeh@email.kntu.ac.ir

<sup>1</sup> Acoustic cavitation

<sup>2</sup> Shock wave

<sup>3</sup> TMDC; Transition Metal DiChalcogenides

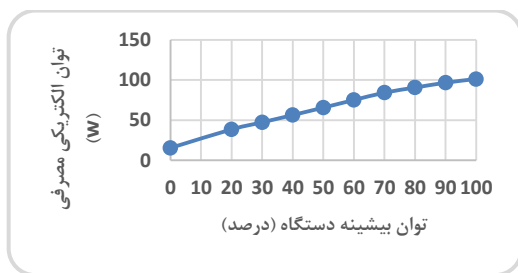
محلولی شامل آب و اتانول تهیه شدند. اثر تغییرات توان تراگذار فراآوایی و مدت زمان تابش فراآوا بر ضخامت لایه‌ها به کمک طیف‌سنجی پراش پرتو ایکس (ایکس‌آردی)<sup>۵</sup>، طیف‌سنجی فرابنفش-مرئی<sup>۶</sup> و میکروسکوپ الکترونی (اس‌ای‌ام)<sup>۷</sup> مورد مطالعه قرار گرفت.

## ۲. مواد و روش‌ها

امواج فراآوا به کمک یک تراگذار تیتانیومی به قطر ۱۴ میلی‌متر (اف‌ای‌بی‌ای‌ان ۴۰۰ آر، ۲۳ کیلوهرتز، ۴۰۰ وات)<sup>۸</sup> بر نمونه‌ها تابانده شدند. برای تهیه هر نمونه، ۰/۱ گرم پودر دی‌سولفیدمولیبدن به ۶۰ سی‌سی محلول شامل آب و اتانول اضافه شد. برای جلوگیری از گرم‌شدن و تبخیر محلول، بشر مورد استفاده در حمام آب-یخ قرار داده شد؛ همچنین به منظور پیشگیری از آسیب‌های احتمالی وارد بر تراگذار فراآوایی در تابش‌های طولانی مدت، به جای حالت پیوسته از حالت تپی دستگاه استفاده گردید.

پس از پایان زمان تابش، نمونه‌ها در دو مرحله، بار اول با سرعت ۳۰۰۰ دوربردقیقه در مدت ۴۵ دقیقه و بار دوم با سرعت ۳۶۰۰ دوربردقیقه در مدت ۳۰ دقیقه سانتریفیوژ شدند.

برای تعیین توان مصرفی و نیز توان بهینه دستگاه‌های فراآوایی رهیافت‌های فیزیکی و شیمیایی متعددی وجود دارد. به این منظور، ابتدا نمودار توان برقی مصرفی تراگذار بر حسب درصد توان بیشینه به دست آمد (شکل ۱) و سپس با روش دوزیمتری به وسیله یدید پتاسیم، توان بهینه تراگذار تخمین زده شد.



شکل ۱ توان برقی مصرفی دستگاه بر حسب درصد توان بیشینه.

برای تهیه مواد دو-بعدی روش‌های گوناگونی آزموده و به‌سازی شده‌اند. امروزه بسیاری از پژوهشگران حوزه‌های فیزیک، شیمی و نانو فناوری از انواع مولدهای فراآوایی برای آغاز و پیشرفت بهینه آزمایش‌های خود بهره می‌گیرند. استفاده از تراگذار فراآوایی در محیط مایع برای تولید صفحات دو-بعدی از مواد لایه‌ای را اصطلاحاً پوسته‌سازی در فاز مایع (ال‌پی‌ای) می‌نامند. در صورتی که چیدمان آزمایش، طراحی ابزار و انتخاب مواد و شرایط آزمایش به درستی صورت گیرد، این روش می‌تواند فرایندی نسبتاً ساده، سریع و با هزینه و آلاینده‌های اندک باشد [۱۱-۱۹]. شبه‌سنج‌های تراگذار فراآوایی در ضخامت ورقه‌های به دست آمده نقش دارند [۱۱]. گروه‌های پژوهشی متعددی درباره تولید نانوپوسته از مواد لایه‌ای مختلف به روش ال‌پی‌ای و عوامل تأثیرگذار بر این فرایند و نیز شبه‌سنج‌های مؤثر بر فرایند کاواک‌زایی تحقیق کرده‌اند. از جمله کلمن و همکارانش که مقالات متعددی درباره تهیه و مشخصه‌یابی نانو ورق‌های دو-بعدی از تی‌ام‌دی‌سی‌ها ارائه کرده‌اند [۷، ۱۲] و همچنین مقالاتی که اثر بسامد و توان فراآوا بر فرایند کاواک‌زایی [۲۰-۲۱]، اثر شدت کاواک‌زایی بر تولید دی‌سولفیدمولیبدن به وسیله تراگذاری با توان اسمی ۹۰۰ وات در محلول ان-متیل-۲-پیرولیدون (ان‌ام‌پی)<sup>۲</sup> [۲۲]، اثر فاصله تراگذار فراآوایی از کف ظرف [۲۳]، اثر کشش سطحی محلول دو جزئی در فرایند ال‌پی‌ای [۲۴]، اثر پی‌اچ<sup>۳</sup> محلول بر تولید هیبرید دی‌سولفیدمولیبدن/اکسید گرافن<sup>۴</sup> [۲۵] و اثر سانتریفیوژ بر توزیع اندازه پوسته‌های دی‌سولفیدمولیبدن [۲۶-۲۷] و غیره را بررسی کرده‌اند.

با استفاده از رهیافت‌های گوناگونی می‌توان ضخامت یا تعداد لایه‌های مواد دو-بعدی را تعیین کرد. از جمله این روش‌های مشخصه‌یابی، طیف‌سنجی فرابنفش-مرئی و تصویربرداری به کمک انواع میکروسکوپ‌ها است [۲۸-۳۰].

در این تحقیق، پوسته‌های دو-بعدی دی‌سولفیدمولیبدن از طریق تاباندن امواج فراآوا بر پودر دی‌سولفیدمولیبدن در

<sup>5</sup> XRD; X-Ray Diffraction

<sup>6</sup> UV-Visible

<sup>7</sup> SEM; Scanning Electron Microscopy

<sup>8</sup> FAPAN400R, 23kHz, 400W

<sup>1</sup> LPE; Liquid Phase Exfoliation

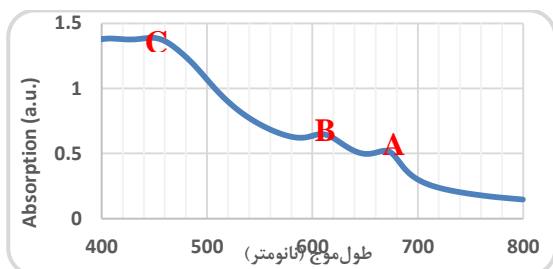
<sup>2</sup> NMP; N-Methyl-2-Pyrrolidone

<sup>3</sup> PH

<sup>4</sup> MoS<sub>2</sub>/Graphene oxide

### ۳. نتایج

طیف جذب مشخصه حاصل از طیف‌سنجی فرابنفش- مرئی در بازه طول‌موجی ۴۰۰-۸۰۰ نانومتر برای دی‌سولفیدمولیبدن در شکل ۳ نشان داده شده است.

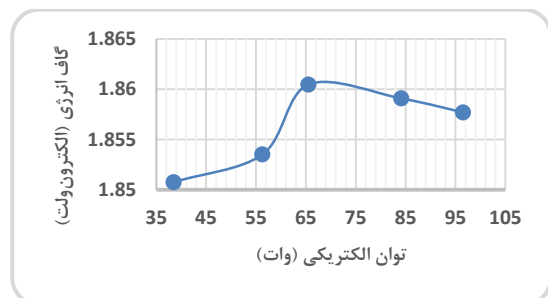


شکل ۳ طیف جذب مشخصه دی‌سولفیدمولیبدن حاصل از طیف‌سنجی فرابنفش- مرئی.

قله اول این نمودار که با A مشخص شده است، مربوط به گذار اکسایتونی از لبه بالاترین تراز شکافته‌شده نوار ظرفیت به پائین‌ترین بخش نوار رسانش در نقطه K در منطقه بریلوئن دی‌سولفیدمولیبدن دو- بعدی است. با استفاده از قله A و جای‌گذاری مقدار طول‌موج مربوط به آن در رابطه پلانک برای انرژی، مقدار گاف انرژی هر نمونه به‌دست آمد.

#### ۳-۱. تغییر توان تابش

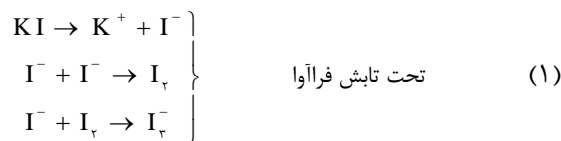
با تغییر توان دستگاه، در تپ و زمان تابش یکسان، طول موج جذب برای هر نمونه به‌دست آمد و مقدار گاف انرژی برای هر نمونه محاسبه شد.



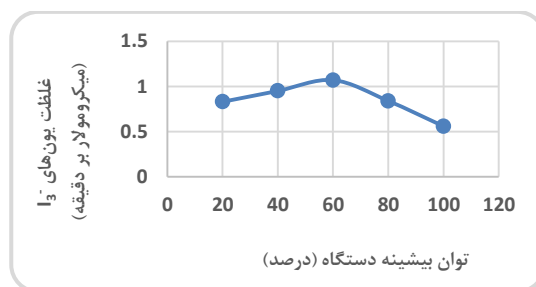
شکل ۴ نمودار تغییرات گاف انرژی برحسب توان برقی تراگذار.

به‌ترتیبی که در شکل ۴ مشاهده می‌شود، مقدار گاف انرژی نمونه‌ها ابتدا افزایش و سپس با شیب کم‌تری کاهش می‌یابند. تصاویر تهیه‌شده با استفاده از اِس‌اِس‌اِم

برای ارزیابی بازده فرآیند کاواک‌زایی از طریق دوزیمتری به‌وسیله یدید پتاسیم، محلول یدید پتاسیم در معرض تابش امواج فراآوا قرار داده می‌شود (روابط ۱). در نتیجه:



با اندازه‌گیری میزان جذب یون‌های  $I_3^-$  از طریق طیف‌سنجی فرابنفش- مرئی در طول‌موج ۳۵۰ نانومتر، می‌توان غلظت یون‌های  $I_3^-$  آزادشده پس از زمان کافی تابش امواج فراآوا را تخمین زد [۳۱-۳۳]. نمودار نرخ افزایش غلظت یون‌های  $I_3^-$  در درصدهای توان بیشینه (۲۰، ۴۰، ۶۰، ۸۰ و ۱۰۰ درصد) نشان می‌دهد که بیش‌ترین بازده فرآیند کاواک‌زایی در حوالی ۶۰ درصد توان بیشینه تراگذار اتفاق افتاده است (شکل ۲).



شکل ۲ نرخ افزایش غلظت یون‌های  $I_3^-$  در هر درصد توان.

برای مطالعه اثر توان تراگذار فراآوایی در ساخت نمونه‌ها از توان‌های ۳۸/۵، ۵۶/۳۲، ۶۵/۵۶، ۸۴/۱۵ و ۹۶/۵۸ وات استفاده شد و برای بررسی اثر مدت زمان تابش فراآوا، در توان ثابت ۶۵ وات، مدت زمان تابش امواج فراآوا ۳۰، ۶۰، ۱۲۰ و ۱۸۰ دقیقه در نظر گرفته شد.

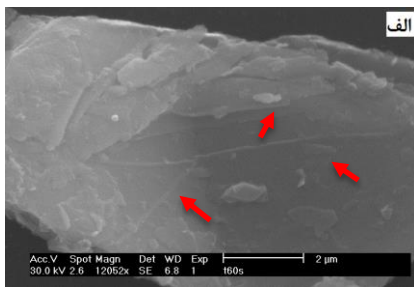
برای هر نمونه، طیف جذب تابش با (پرکین- ال‌میر لامبدا ۲۵) به‌دست آمد و پس از لایه‌نشانی به روش دراپ کوتینگ<sup>۲</sup> روی لام، از نمونه‌ها به کمک میکروسکوپ الکترونی (فیلیپز ایکس‌ال ۳۰)<sup>۳</sup> تصویربرداری شد. طرح پراش پرتو ایکس از نمونه بهینه (با توان و زمان بهینه) با (یکس‌پرت پی‌آر‌اِم‌پی‌دی پی‌اِن‌الیتیکال)<sup>۴</sup> تهیه شد.

<sup>۱</sup> Perkin-Elmer Lambda 25

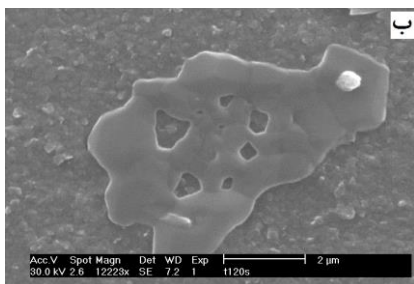
<sup>۲</sup> Drop coating

<sup>۳</sup> Philips XL30

<sup>۴</sup> X'Pert PRO MPD PANalytical



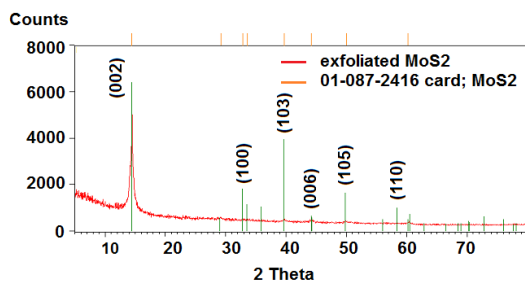
(الف)



(ب)

شکل ۷ تصاویر به‌دست‌آمده به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (اس‌ای‌ام) از نمونه‌های ساخته‌شده، به ترتیب با زمان‌های (الف) ۶۰ دقیقه و (ب) ۱۲۰ دقیقه.

آزمایش پراش پرتو ایکس و طیف ایکس‌آردی به‌دست آمده از نمونه بهینه (ساخته‌شده با توان و زمان بهینه که در بخش‌های پیشین مشخص شدند)، نشان داد که نمونه‌ها ساختار بلوری هگزاگونال (H) با گروه فضایی  $P6_3/mmc$  و گروه نقطه‌ای  $D_{6h}$  دارند و دو مولکول دی‌سولفیدمولیبدن در هر یاخته واحد وجود دارد. همانطور که در شکل ۸ قابل مشاهده است، مقایسه با کارت استاندارد ۰۱-۰۸۷-۲۴۱۶ تأیید می‌کند که در این الگو تمام قله‌های استاندارد دی‌سولفیدمولیبدن حضور دارند.

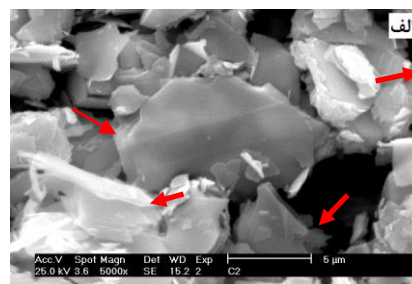


شکل ۸ طرح الگوی ایکس‌آردی از پوسته‌های دی‌سولفیدمولیبدن.

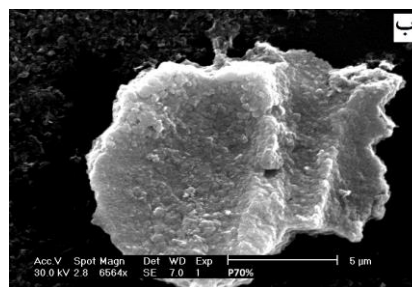
#### ۴. بحث

با توجه به نتیجه بررسی اثر توان اعمال‌شده می‌توان گفت

که در شکل ۵ مشاهده می‌شود نیز این ویژگی‌ها را تأیید می‌کنند.



(الف)

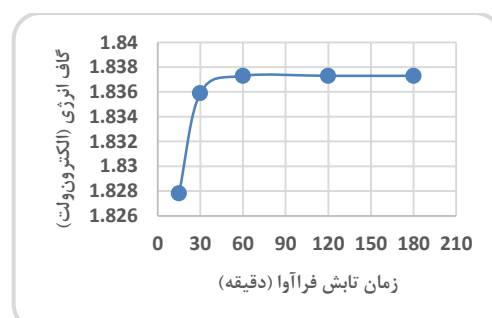


(ب)

شکل ۵ تصاویر اس‌ای‌ام به‌دست‌آمده از نمونه‌های ساخته‌شده به ترتیب با توان‌های (الف) ۶۵،۵۶ و (ب) ۸۴،۱۵ وات.

#### ۳-۲. مدت زمان تابش

با افزایش مدت زمان تابش، مقدار محاسبه‌شده برای گاف انرژی نمونه‌ها به‌ترتیبی که در شکل ۶ مشاهده می‌شود، ابتدا افزایش می‌یابد، اما پس از ۶۰ دقیقه، افزایش بیش‌تر زمان، موجب افزایش بیش‌تر گاف انرژی نمی‌شود.



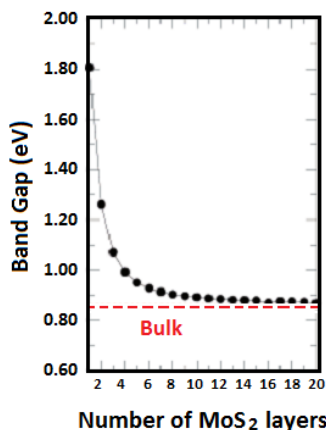
شکل ۶ نمودار تغییرات گاف انرژی برحسب مدت‌زمان تابش فراآوا.

در تصاویر اس‌ای‌ام تهیه‌شده از این نمونه‌ها (شکل ۷) می‌توان مشاهده کرد که زمان‌های طولانی تابش، موجب انباشتگی یا اصطلاحاً آگلومره‌شدن پوسته‌ها شده و در نتیجه مقدار متوسط گاف انرژی پوسته‌ها ثابت می‌ماند.

ناشی از جذب فوتون‌های برخوردکننده در گذارهای اکسایتونی مستقیم در نقطه K منطقه بریلوئن است. قله C مربوط به گذار مستقیم از عمیق‌ترین بخش نوار ظرفیت به نوار رسانش است.

حضور قله‌های A و B در طیف جذب فرابنفش- مرئی نشان می‌دهند که پوسته‌سازی در مایع و تبدیل دی‌سولفیدمولیبدین به نانو ورق‌ها (نانوپوسته‌های کم‌لایه) با موفقیت صورت گرفته است. در واقع، این قله‌ها به منزله اثر انگشت دی‌سولفیدمولیبدین هستند. موقعیت قله A (به‌طور غیرمستقیم)، مقیاسی از ضخامت پوسته‌ها (تعداد لایه‌ها) است [۱۱، ۱۴-۱۹، ۲۵].

در طیف مشخصه نشان داده شده در شکل ۳ که از بهترین نمونه (نمونه با توان بهینه و زمان بهینه) به‌دست آمده است، دو قله اکسایتونی A و B، به ترتیب در ۶۶۹ نانومتر و ۶۰۹ نانومتر مشاهده شده‌اند. پس از محاسبه گاف انرژی برای بهترین نمونه، عدد ۱/۸۵ الکترون‌ولت حاصل می‌شود که با توجه به شکل ۱۰، مربوط به تک‌لایه است.



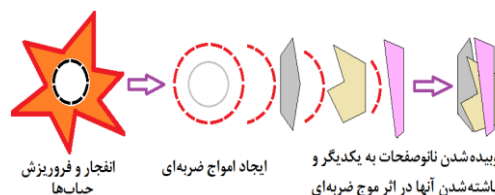
شکل ۱۰ گاف انرژی پوسته‌های دی‌سولفیدمولیبدین برحسب تعداد لایه‌ها [۲۸، ۳۴].

با توجه به طرح الگوی پراش پرتو ایکس که از پوسته‌های دی‌سولفیدمولیبدین حاصل شده و در شکل ۸ نمایش داده شده است، شاخص‌ترین قله این نمودار، یعنی قله مربوط به صفحه بلوری (۰۰۲) در زاویه  $2\theta = 14.436^\circ$ ، نشان‌دهنده وجود ابر شبکه در ساختار بلوری دی‌سولفیدمولیبدین است.

ابتدا با افزایش توان دستگاه، انرژی لازم برای غلبه بر نیروی واندروالس بین لایه‌ها بهتر فراهم می‌شود و تک‌لایه‌های بیش‌تری تولید می‌شوند. اما افزایش توان به بیش از حدود ۶۵ وات، موجب افزایش احتمال انباشتگی پوسته‌ها می‌شود.

هم‌چنین شکل ۵ نشان می‌دهد که مساحت و کیفیت پوسته‌های دو- بعدی در توان حدود ۶۵ وات به مراتب بیش‌تر از توان ۸۴ وات است. در توان ۶۵ وات، پوسته‌ها بزرگ‌تر هستند و تراکم آن‌ها بیش‌تر است. از طرفی، مساحت صفحات بیش‌تر است و به حدود  $8 \times 15$  میکرومترمربع هم می‌رسد. اما در توان ۸۴ وات، مشاهده می‌شود که پوسته‌ها به سبب آگلومره شدن کیفیت خود را از دست داده‌اند.

به نظر می‌رسد رخ‌دادن این پدیده در توان‌های بالا به سبب فروریزش حباب‌ها در پایان هر فرایند کاواک‌زایی است. در اثر فروریزش و انفجار پی‌درپی حباب‌ها که منجر به پدید آمدن امواج ضربه‌ای می‌شود، احتمال و شدت برخورد پوسته‌ها با یکدیگر بیش‌تر می‌شود. در چنین شرایطی، امکان آگلومره شدن لایه‌ها فراهم شده، آن‌ها در اثر انباشته شدن دوباره به یکدیگر می‌چسبند (شکل ۹)؛ لذا امواج ضربه‌ای بازده عمل پوسته‌سازی را به میزان قابل ملاحظه‌ای کاهش می‌دهند.



شکل ۹ طرح‌واره‌ای از تأثیر امواج ضربه‌ای در انباشتگی نانوصفحات دو- بعدی.

بررسی اثر تغییر زمان تابش نیز نشان می‌دهد که با افزایش زمان تابش، امکان ساخته شدن پوسته‌های دو- بعدی کم‌لایه بیش‌تر می‌شود. اما پس از ۶۰ دقیقه، در اثر رقابت بین زمان (عامل افزایش‌دهنده گاف انرژی) و تمایل پوسته‌ها به انباشته شدن (عامل کاهش‌دهنده گاف انرژی) و رسیدن به نوعی موازنه، روند افزایشی متوقف می‌شود. در طیف جذب فرابنفش- مرئی حاصل از پوسته‌های دی‌سولفیدمولیبدین، دو قله کم‌انرژی‌تر، یعنی A و B،

### ۶. فهرست منابع

- [1] N. Pokhrel, P. Kiran Vabbina, N. Pala, "Sonochemistry: Science and engineering," *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 29, pp. 104–128, 2016.
- [2] J.H. Bang, K.S. Suslick, "Applications of ultrasound to the synthesis of nanostructured materials," *Advanced Materials*, vol. 22, no. 10, pp. 1039–1059, 2010.
- [3] K.S. Novoselov, "Graphene: materials in the flatland (Nobel lecture)," *Review of Modern Physics*, vol. 50, no. 31, 2011.
- [4] X. Li, H. Zhu, "Two-dimensional MoS<sub>2</sub>: Properties, preparation, and applications," *Journal of Materiomics*, vol. 1, no. 1, pp. 33-44, 2015.
- [5] S.A. Han, R. Bhatia, S-W. Kim, "Synthesis, properties and potential applications of two-dimensional transition metal dichalcogenides," *Nano Convergence*, vol. 2, no. 17, 2015.
- [6] O.V. Yazyev, A. Kis "MoS<sub>2</sub> and semiconductors in the flatland," *Materials Today*, vol. 18, no. 1, pp. 20-30, 2015.
- [7] J.N. Coleman, M. Lotya, A. O'Neill, S.D. Bergin, P.J. King, U. Khan, K. Young, A. Gaucher, S. De, R.J. Smith, I.V. Shvets, S.K. Arora, G. Stanton, H.Y. Kim, K. Lee, G.T. Kim, G.S. Duesberg, T. Hallam, J.J. Boland, J.J. Wang, J.F. Donegan, J.C. Grunlan, G. Moriarty, A. Shmeliov, R.J. Nicholls, J.M. Perkins, E.M. Grievson, K. Theuwissen, D.W. McComb, P.D. Nellist, V. Nicolosi, "Two-Dimensional Nanosheets Produced by Liquid Exfoliation of Layered Materials," *Science*, vol. 331, pp. 568-571, 2011.
- [8] P. Miro', M. Audiffred, T. Heine, "An atlas of two-dimensional materials," *Chemical Society Reviews*, vol. 43, pp. 6537-6554, 2014.
- [9] K.F. Mak, C. Lee, J. Shan, T.F. Heinz, "Atomically thin MoS<sub>2</sub>: A new direct-gap semiconductor," *Physics Reviews Letter*, vol. 105, no. 13, 2010.
- [10] T.P. Nguyen, W. Sohn, J. Hyeon Oh, H.W. Jang, S.Y. Kim, "Size-dependent properties of two-dimensional MoS<sub>2</sub> and WS<sub>2</sub>," *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 120, pp. 10078–10085, 2016.
- [11] C. Backes, D. Hanlon, B.M. Szydłowska, A. Harvey, R.J. Smith, T.M. Higgins, J.N. Coleman, "Preparation of liquid-exfoliation transition metal dichalcogenide nanosheets with controlled size and thickness: A state of the art protocol," *Journal of Visualized*

فاصله صفحات اتمی نانو ورق‌های دی‌سولفیدمولیبدن با استفاده از رابطه براگ (رابطه ۱) و اطلاعات موجود در الگوی ایکس‌آرادی حاصل از بهترین نمونه (نمونه با توان و زمان بهینه) به دست آمده است:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2)$$

که  $d$  فاصله صفحات اتمی،  $\theta$  زاویه پراکندگی براگ،  $n$  مرتبه پراش و  $\lambda$  طول موج پرتو ایکس مورد استفاده برای تهیه طرح پراش از نمونه است. با استفاده از رابطه ۲ و نتایج ایکس‌آرادی، فاصله بین صفحات اتمی (برای اندیس‌های میلر (۰۰۲)) برای بهترین نمونه، ۶٫۱۴۵ نانگستروم محاسبه شده است که باید از فاصله مشابه برای توده دی‌سولفیدمولیبدن بیش‌تر باشد. محاسبه این فاصله با توجه به نتیجه آزمون ایکس‌آرادی که از پودر دی‌سولفیدمولیبدن پیش از تابش فراآوا تهیه شده، منجر به  $d = 6.134 \text{ \AA}$  شده است و بنابراین موفقیت روند پوسته‌سازی مجدداً تأیید می‌شود [۳۵].

### ۵. نتیجه‌گیری

در این مطالعه، اثر تغییر توان و مدت زمان تابش امواج فراآوایی بر ضخامت پوسته‌های دو-بعدی دی‌سولفیدمولیبدن بررسی شد. نتایج طیف‌سنجی فرابنفش- مرئی نشان می‌دهند که با افزایش توان تا حدود ۶۵ وات، انرژی لازم برای تولید کم‌لایه‌ها بیش‌تر فراهم می‌شود. در نتیجه طول موج جذب نمونه‌ها کاهش و بنابراین گاف انرژی مربوط به آن‌ها افزایش می‌یابد و به گاف انرژی تک‌لایه نزدیک‌تر می‌شود. اما در توان‌های بیش‌تر از ۶۵ وات، از آنجا که احتمال انباشتگی یا آگلومره‌شدن پوسته‌ها زیاد می‌شود، کاهش گاف انرژی مشاهده می‌گردد. تصاویر اس‌ای‌ام نیز کیفیت بهتر پوسته‌ها را در میانه بازه تأیید می‌کند.

هم‌چنین افزایش مدت زمان تابش نیز ابتدا موجب افزایش گاف انرژی می‌شود. اما پس از یک ساعت تابش، افزایش انرژی گاف متوقف می‌شود و افزایش زمان، اثر چندانی بر مقدار آن ندارد. تصاویر اس‌ای‌ام نیز نشان می‌دهند که پس از ۶۰ دقیقه تابش، لایه‌های دی‌سولفیدمولیبدن آگلومره می‌شوند و روند کاهش ضخامت لایه‌ها را با اشکال مواجه می‌سازد.

- no. 3, pp. 815–819, 2013.
- [22] W. Qiao, S. Yan, X. He, X. Song, Z. Li, X. Zhang, W. Zhong, Y. Du, “Effects of ultrasonic cavitation intensity on the efficient liquid-exfoliation of MoS<sub>2</sub> nanosheets,” *RSC Advances*, vol. 4, no. 92, pp. 50981–50987, 2014.
- [23] J.T. Han, J.I. Jang, H. Kim, J.Y. Hwang, H.K. Yoo, J.S. Woo, S. Choi, H.Y. Kim, H. Jeong, S.Y. Jeong, K.J. Baeg, K. Cho, G.W. Lee, “Extremely efficient liquid exfoliation and dispersion of layered materials by unusual acoustic cavitation,” *Scientific Reports* 4, no. 5133, 2014.
- [24] J. Shen, Y. He, J. Wu, C. Gao, K. Keyshar, X. Zhang, Y. Yang, M. Ye, R. Vajtai, J. Lou, P.M. Ajayan, “Liquid phase exfoliation of two-dimensional materials by directly probing and matching surface tension components,” *Nano Letters*, vol. 15, no. 8, pp. 5449–5454, 2015.
- [25] J. Peng, J. Weng, “One-pot solution-phase preparation of a MoS<sub>2</sub>/graphene oxide hybrid,” *Carbon*, vol. 94, pp. 568–576, 2015.
- [26] U. Khan, A. O’Neill, H. Porwal, P. May, K. Nawaz, J.N. Coleman, “Size selection of dispersed, exfoliated graphene flakes by controlled centrifugation,” *Carbon*, vol. 50, no. 2, pp. 470–475, 2012.
- [27] M. Kajbafvala, M. Farbod, “Effective size selection of MoS<sub>2</sub> nanosheets by a novel liquid cascade centrifugation: Influence of the flakes dimensions on electrochemical and photoelectrochemical applications,” *Journal of Colloid and Interface Science* vol. 527, pp. 159–171, 2018.
- [28] Z.M. Wang, “MoS<sub>2</sub>- Materials, Physics, and Devices (Lecture Notes in Nanoscale Science and Technology-Vol. 21),” Springer International Publishing Switzerland, 2014.
- [29] X. Fan, P. Xu, D. Zhou, Y. Sun, Y.C. Li, M.A. Nguyen, M. Terrones, T.E. Mallouk, “Fast and efficient preparation of exfoliated 2h MoS<sub>2</sub> nanosheets by sonication-assisted lithium intercalation and infrared laser-induced 1t to 2h phase reversion,” *Nano Letter*, vol. 15, no. 15, pp. 5956–5960, 2015.
- [30] F. Ghasemi, S. Mohajerzadeh, “A sequential solvent exchange method for controlled exfoliation of MoS<sub>2</sub> suitable for phototransistor fabrication,” *ACS Applied Materials and Interfaces*, vol. 8, no. 45, pp. 31179–31191, 2016.
- [31] R. Tamura, M. Miyata (Editors), “Advances in Organic Crystal Chemistry,” *Comprehensive Reviews*, Springer, pp. 20–21, 2015
- [32] A. Ebrahimi, M. Mokhtari-Dizaji, T. Experiments, vol. 118, 2016.
- [12] C. Backes, T.M. Higgins, A. Kelly, C. Boland, A. Harvey, D. Hanlon, J.N. Coleman, “Guidelines for exfoliation, characterization and processing of layered materials produced by liquid exfoliation,” *Chemistry of Materials*, vol. 29, no. 1, pp. 243–255, 2017.
- [13] F. Bonaccorso, A. Lombardo, T. Hasan, Z. Sun, L. Colombo, A.C. Ferrari, “Production and processing of graphene and 2d crystals,” *Materials Today*, vol. 15, no. 12, pp. 564–589, 2012.
- [14] V. Forsberg, R. Zhang, J. Bäckström, C. Dahlström, B. Andres, M. Norgren, M. Andersson, M. Hummelgård, H. Olin, “Exfoliated MoS<sub>2</sub> in water without additives,” *Plos One*, vol. 11, no. 4, 2016.
- [15] A. Jawaid, D. Nepal, K. Park, M. Jespersen, A. Qualley, P. Mirau, L.F. Drummy, R.A. Vaia, “Mechanism for liquid phase exfoliation of MoS<sub>2</sub>,” *Chemistry of Materials*, vol. 28, no. 1, pp. 337–348, 2016.
- [16] E.D. Grayfer, M.N. Kozlova, V.E. Fedorov, “Colloidal 2D nanosheets of MoS<sub>2</sub> and other transition metal dichalcogenides through liquid-phase exfoliation,” *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 245, pp. 40–61, 2017.
- [17] M. Samadi, N. Sarikhani, M. Zirak, H. Zhang, H-L. Zhang, A.Z. Moshfegh, “Group 6 transition metal dichalcogenide nanomaterials: synthesis, applications and future perspectives,” *Nanoscale Horizons*, vol. 3, pp. 90–204, 2018.
- [18] Y. Hong, X. Liu, L. Ma, P. Gong, Z. Yang, H. Wang, S. Yang, “High efficiency shear exfoliation for producing high-quality, few-layered MoS<sub>2</sub> nanosheets in a green ethanol/water system,” *RSC Advances*, vol. 6, no. 86, pp. 82763–82773, 2016.
- [19] E.P. Nguyen, B.J. Carey, T. Daeneke, J. Zhen Ou, K. Ltham, S. Zhuiykov, K. Kalantar Zadeh, “Investigation of two-solvent grinding-assisted liquid phase exfoliation of layered MoS<sub>2</sub>,” *Chemistry of Materials*, vol. 27, no. 1, pp. 53–59, 2015.
- [20] A. Brotchie, F. Grieser, M. Ashokkumar, “Effect of power and frequency on bubble-size distributions in acoustic cavitation,” *Physics Reviews Letter*, vol. 102, no. 8, 2009.
- [21] S. Merouani, O. Hamdaoui, Y. Rezugui, M. Guemini, “Effects of ultrasound frequency and acoustic amplitude on the size of sonochemically active bubbles—theoretical study,” *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 20,

- Toliat, "Correlation between iodide dosimetry and terephthalic acid dosimetry to evaluate the reactive radical production due to the acoustic cavitation activity," *Ultrasonic Sonochemistry*, vol. 20, no. 1, pp. 366-372, 2013.
- [33] A. Hajnorouzi, R. Afzalzadeh, F. Ghanati, "Studies on the regularity of wave intensity in ultrasonic bath and spherical reactor," *Journal of Acoustical Engineering Society of Iran*, vol. 1, no. 2, pp. 32-39, 2014.
- [34] T. Li, G. Galli "Electronic properties of MoS<sub>2</sub> nanoparticles," *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 111, pp. 16192–16196, 2007.
- [35] L. Yang, X. Cui, J. Zhang, K. Wang, M. Shen, S.Zeng, S.A. Dayeh, L. Feng, B. Xiang, "Lattice strain effects on the optical properties of MoS<sub>2</sub> nanosheets," *Scientific Reports*, vol. 4, pp. 1-7, 2014.