

## یادداشت پژوهشی

## تأثیر دمای سنتز بر مورفولوژی و اندازه ذرات نانوکامپوزیت‌های SnO/ZnO سنتز شده به روش رسوب از حمام شیمیایی

محمد رضا واعظی<sup>۱\*</sup>، نادعلی عارفیان<sup>۱</sup>، احمد اسماعیل زاده کندجانی<sup>۱</sup> و علی شکوه فر<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup>پژوهشگاه مواد و انرژی

<sup>۲</sup>دانشگاه خواجه نصیرالدین طوسی، دانشکده مهندسی مواد

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۷/۷/۲۰، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۸/۲/۲۷، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۸/۳/۵

**چکیده** در این مقاله، نانوکامپوزیت‌های SnO/ZnO به روش رسوب از حمام شیمیایی (CBD) سنتز شده و تأثیر دمای سنتز بر روی اندازه ذرات و مورفولوژی نانوکامپوزیت‌ها بررسی شده است. نتایج نشان می‌دهند که با افزایش دمای سنتز، اندازه نانوذرات کامپوزیتی SnO/ZnO کاهش، و مورفولوژی تغییر می‌یابد؛ به طوری که با افزایش دما، مورفولوژی از حالت صفحه‌ای با مدیان عرض ۵۸ نانومتر و مدیان طول ۲۶۰ نانومتر برای نمونه‌های سنتز شده در دمای ۲۵°C به حالت کروی با مدیان قطر ۵۸ و ۵۰ نانومتر به ترتیب برای نمونه‌های سنتز شده در دمای ۵۰ و ۷۵°C تغییر می‌کند. همچنین در دماهای پایین، درصد نانوذرات اکسید قلع ایجاد شده بسیار کمتر از اکسید روی است. در این مقاله، از آنالیزهای پراش اشعه ایکس (XRD)، فلورسانس اشعه ایکس (XRF)، میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)، میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و BET به ترتیب برای بررسی نوع فازهای به دست آمده، درصد فازها، تعیین اندازه ذرات، مورفولوژی و تعیین مساحت ویژه سطحی استفاده شده است.

**کلمات کلیدی** نانوکامپوزیت، رسوب شیمیایی، شیمی نرم، SnO/ZnO.

### RESEARCH NOTE

## Effect of Synthesis Temperature on the Morphology and Particles Size of SnO/ZnO Nanocomposites Synthesized Via Chemical Bath Deposition, CBD

M.R. Vaezi<sup>1\*</sup>, N.A. Arefian<sup>1</sup>, A. Esmaealzadeh kandejani<sup>1</sup> and A. Shokouhfar<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Materials and Energy Research Center

<sup>2</sup>Group of Materials, Department of Mechanical Engineering, Khaje Nasir Toosi University of Technology

**Abstract** In this paper, SNO/ZNO nano-composites have been synthesized via chemical bath deposition, CBD and the effect of synthesise temperature on the particles size and their morphology has been studied. The obtained results show that with increasing the synthesise temperature, the particles size of nano-composite decreases and their morphology changes from plate with width and length median of 58 to 260nm for samples synthesized at 25°C to sphere with doiameter median of 58 and 50nm for samples synthesized at 50 and 75°C, respectively. Also, at low temperature the content of SNO nano-particles is lower than that of ZNO. In this research, the type of obtained phases, phase's percent, particles size, morphology and specific surface area were determined by XRD, XRF, Tem, SEM and BET, respectively.

**Keywords** Nano-Compposite, Chemical Deposition, Soft Chemistry, SNO/ZNO.

\*عهده دار مکاتبات

نشانی: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی.

تلفن: ۰۲۶۱-۶۲۰۱۸۸۶، ۰۲۶۱-۶۲۰۱۸۸۸، پیم‌نگار: vaezi9016@yahoo.com

## ۱- مقدمه

امروزه به نانوذرات اکسید فلزی به دلیل خواص ویژه و کاربردی شان بسیار توجه می شود و تحقیقات بسیاری در زمینه تولید و بررسی خواص آنها انجام گرفته است. برای مثال، نانو اکسید روی با توجه به باند ممنوعه بالا و نیمه هادی بودن آن به منزله حسگر گازی، کاتالیزور، وریستور و پیزوالکتریک کاربرد وسیعی دارد [۲،۱].

به طور مشابه دی اکسید قلع نیز به منزله حسگر گازی، کاتالیست و نیز صفحات نیمه هادی و شفاف به کار می رود. در این میان، SnO به دلیل پایداری ترمودینامیکی پایین آن کمتر مورد توجه گرفته است [۳]. از روش های متداول برای تولید این نانو مواد می توان به آلیاژ سازی مکانیکی<sup>۱</sup> [۵،۴]، سل ژل<sup>۲</sup> [۷،۶]، رسوب از حمام شیمیایی<sup>۳</sup> [۹،۸] و هیدروترمال<sup>۴</sup> [۱۱،۱۰] اشاره کرد. روش رسوب از حمام شیمیایی به دلیل سادگی، هزینه نسبتاً پایین و سرعت بالای تولید یکی از اصلی ترین روش های تولید نانو مواد در مقیاس بالاست.

تحقیقات نشان داده است که به کار بردن این گونه اکسیدها در کنار هم به صورت نانو کامپوزیت یا به همراه دوپنت باعث بهبود خواص و نیز افزایش کارایی این اکسیدها می شود [۱۳،۱۲].

در زمینه سنتز و بررسی خواص نانو کامپوزیت های SnO<sub>2</sub>/ZnO تحقیقات نشان می دهند زمانی که این اکسیدها در کنار هم به صورت نانو کامپوزیت قرار می گیرند خواص آنها بهبود می یابد. در زمینه سنتز و بررسی خواص نانو کامپوزیت SnO/ZnO کار زیادی انجام نشده است [۱۶-۱۴].

در این مقاله، سنتز نانو کامپوزیت های SnO/ZnO به روش رسوب از حمام شیمیایی انجام شده و تأثیر دمای سنتز بر روی اندازه و مورفولوژی ذرات به دست آمده بررسی شده است. برای این کار از آنالیز فلورسانس اشعه ایکس (XRF)

برای تعیین نوع و درصد فازهای اکسیدی به دست آمده، از پراش اشعه ایکس (XRD) برای تعیین فازها و نیز از تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) برای بررسی مورفولوژی و اندازه ذرات استفاده شده است.

## ۲- نحوه انجام آزمایش

## ۱-۲- مواد اولیه

در این مقاله، از ZnCl<sub>2</sub>، SnCl<sub>2</sub> و NaOH به عنوان مواد اولیه استفاده شد که همگی از Merck تهیه شدند و بدون خالص سازی بیشتر مورد استفاده قرار گرفتند.

## ۲-۲- روش آزمایش

ابتدا محلول های ۱ مولار SnCl<sub>2</sub> و ZnCl<sub>2</sub> و ۴ مولار NaOH به صورت جداگانه تهیه شد. سپس محلول های SnCl<sub>2</sub> و ZnCl<sub>2</sub> جداگانه و همزمان به صورت قطره ای به محلول NaOH که در یک بشر به شدت در حال هم خوردن بود اضافه شد. این فرآیند برای ۳ محلول در دماهای ۲۵ (نمونه I)، ۵۰ (نمونه II) و ۷۵°C (نمونه III) انجام شد. سپس محلول ها به مدت ۲ ساعت در حال هم خوردن نگه داشته شدند تا واکنش ها در آنها به تعادل برسند. در ادامه رسوب های حاصل فیلتر شدند و چندین بار با آب مقطر و متانول خالص شستشو شدند. در نهایت رسوب ها به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۵۰°C خشک شدند.

## ۳-۲- دستگاه های مورد استفاده

در این مقاله، از تکنیک های میکروسکوپ الکترونی

1. Mechanical Alloying.
2. Sol Gel.
3. Chemical Bath Deposition (CBD).
4. Hydrothermal.

شکل ۱ نتایج آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD) پودرهای سنتز شده در سه دمای ۲۵، ۵۰ و ۷۵°C را نشان می‌دهد. نتایج بیانگر وجود SnO و ZnO در نمونه‌های سنتز شده در دماهای ۵۰ و ۷۵°C است؛ در حالی که در نمودار پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در دمای ۲۵°C، تنها پیک‌های مربوط به ZnO مشاهده می‌شود.

نتایج آنالیز فلورسانس اشعه ایکس (XRF) نمونه I (جدول ۲) حضور حدود ۸۱/۳ درصد اکسید روی و ۷/۸ درصد SnO را در نمونه نشان می‌دهد. این موضوع احتمالاً به دلیل کامل نشدن واکنش تولید SnO است. وقتی دو محلول اولیه شامل روی و قلع با یکدیگر مخلوط می‌شوند، اتم‌های قلع می‌توانند در ساختار اکسید روی دوپ شوند. براساس نتایج شکل ۱، به سبب نبودن پیک‌های SnO در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه I، قلع باید به صورت SnO آمورف یا دوپ شده در اکسید روی درحین فرآیند سنتز تشکیل شود. درحقیقت، این مقدار قلع دوپ شده درمقایسه با مقدار قلع نمونه I مقدار کمی است که می‌توان گفت بیشتر اتم‌های قلع، فاز آمورف جداگانه‌ای تشکیل داده‌اند. Chouvin و همکارانش [۱۷]، سنتز نانوذرات SnO را با روش CBD بررسی کرده‌اند. آنها از محلول‌های آبی SnCl<sub>2</sub> و NaOH برای مواد اولیه استفاده کردند و گزارش کردند که با افزایش دما تا حد نقطه جوش، رنگ مخلوط‌ها از سفید به سیاه تغییر می‌یابد و کریستال‌های SnO درحین جوانه زنی و رشد فاز آمورف قبلی تشکیل می‌شوند. این حقیقت در این سنتز نیز مشاهده شد و تغییر نسبت فازهای به دست آمده با افزایش دمای سنتز می‌تواند با این پدیده منطبق باشد.

به طور کلی واکنش‌های احتمالی که درحین سنتز انجام می‌شوند، در ۳ مرحله است:  
مرحله اول مربوط به واکنش بین نمک‌های ترکیبات فلزی و NaOH است:

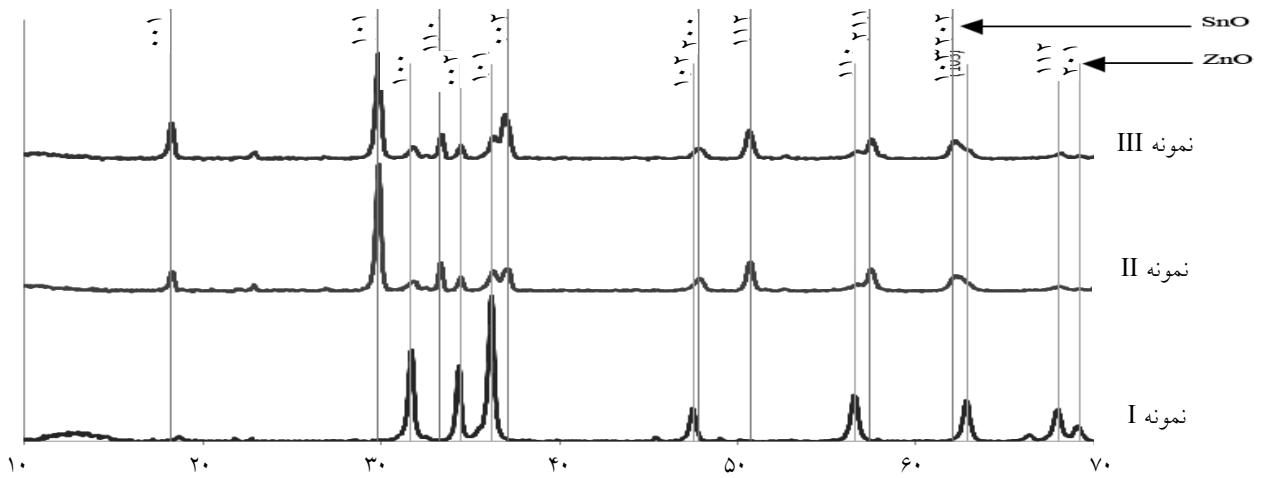
روبشی (SEM) مدل Philips XL30 برای بررسی مورفولوژی، میکروسکوپ الکترونی عبوری و Able Image Analyzer V3.6 برای تعیین اندازه ذرات و پراش اشعه ایکس (XRD) با پراش سنج Philips (pw310) با منبع تابش Cuk $\alpha$  با طول موج  $\lambda=0.154178$  برای تعیین نوع فازها استفاده شده است. همچنین مساحت ویژه سطحی نمونه‌ها نیز با تکنیک BET تعیین شد.

### ۳- نتایج و بحث

رنگ و نوع فازها در نمونه‌های سنتز شده در دماهای مختلف در جدول ۱ لیست شده‌اند. رنگ نهایی نمونه سنتز شده در دمای اتاق (نمونه I) زرد کم‌رنگ و رنگ بقیه نمونه‌ها سبز تیره است که با افزایش دما پررنگ‌تر می‌شوند. درحین سنتز نمونه I، رنگ محلول همواره زرد کم‌رنگ است؛ ولی برای محلول‌های دیگر پس از افزودن مقدار مشخصی محلول کلریدی که باعث کاهش pH می‌شود، رنگ نمونه‌ها ناگهان به سبز تیره تغییر می‌یابد. مشاهده شد که در نمونه III، این تغییر رنگ زودتر از نمونه II اتفاق می‌افتد.

جدول ۱. دمای سنتز، رنگ و نوع فازهای به دست آمده در این مقاله.

نمونه	دمای سنتز (درجه سانتی‌گراد)	رنگ نمونه	نوع فازها
I	۲۵	زرد کم رنگ	ZnO
II	۵۰	سبز تیره	SnO و ZnO
III	۷۵	سبز تیره	SnO و ZnO

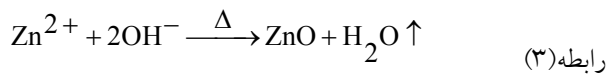


شکل ۱. نتایج آنالیز پراش اشعه ایکس (XRD) پودرهای سنتز شده در سه دمای سنتز (I) ۲۵، (II) ۵۰ و (III) ۷۵°C.

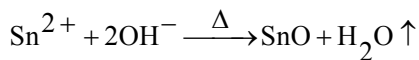
جدول ۲. نتایج آنالیز XRF نمونه‌های سنتز شده.

نمونه	ZnO (درصد)	SnO (درصد)	محصولات دیگر (خصوصاً NaCl)
I	۸۱/۳	۷/۸	۷/۹
II	۴۸/۲	۴۸/۶	۳/۲
III	۵۱/۷	۴۵/۶	۲/۷

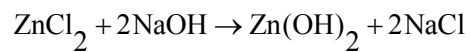
در مرحله سوم، اکسید فلزات درحین خشک شدن تشکیل می‌شوند:



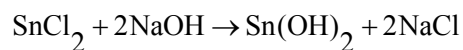
رابطه (۳)



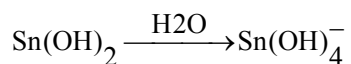
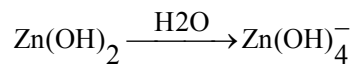
باتوجه به مطالب فوق می‌توان پیش‌بینی کرد که درصد کم SnO به دست آمده به دلیل پایین بودن انرژی لازم برای تولید Sn(OH)<sub>2</sub> در دمای پایین است. این موضوع باعث عدم مشاهده



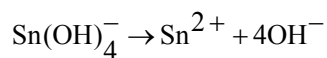
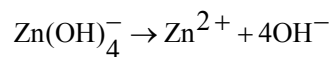
رابطه (۱)



در مرحله دوم یون‌های Zn<sup>2+</sup> و Sn<sup>2+</sup> تشکیل می‌شوند:



رابطه (۲)



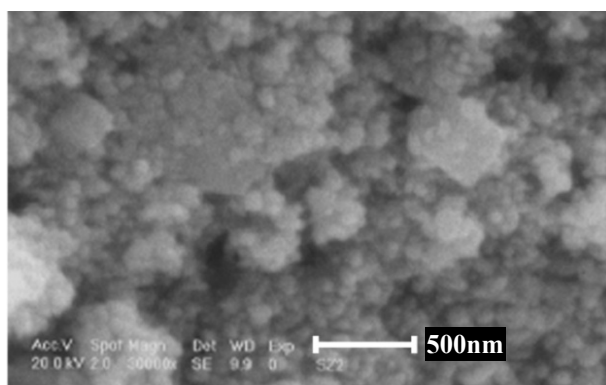
مورفولوژی نانوذرات ZnO پرداخته‌اند. آنها مشاهده کردند که با افزایش دمای سنتز، شدت پیک‌های پراش اشعه ایکس (XRD) افزایش، و اندازه ذرات ZnO کاهش می‌یابد. نتایج آنها با نتایج این پژوهش مطابقت دارد [۱۸]. همچنین تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) آنها نشان داد که نانوآکسید روی سنتز شده در دمای محیط صفحه‌ای است و با افزایش دمای سنتز به صورت دانه‌های کروی درمی‌آیند.

شکل ۲ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مربوط به پودرهای سنتز شده در سه دمای ۲۵، ۵۰ و ۷۵°C

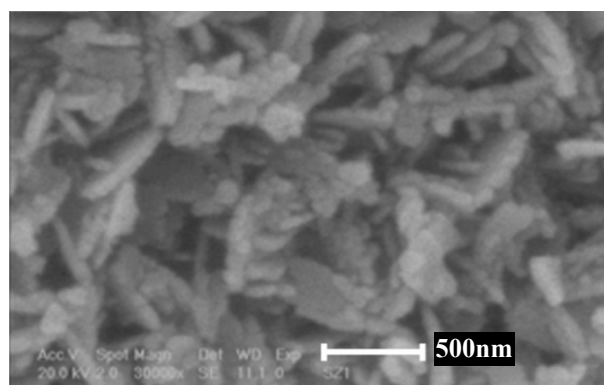
پیک‌های SnO در نمودار پراش اشعه ایکس (XRD) می‌شود [۱۴،۱۱].

با افزایش دما مشاهده می‌شود که شدت پیک‌های SnO و ZnO افزایش می‌یابد؛ اما این افزایش برای SnO بسیار شدیدتر است به طوری که شدت پیک مربوط به صفحه ۰۰۲ در نمونه سنتز شده در دمای ۷۵°C تقریباً ۲ برابر شدت نمونه سنتز شده در ۵۰°C است.

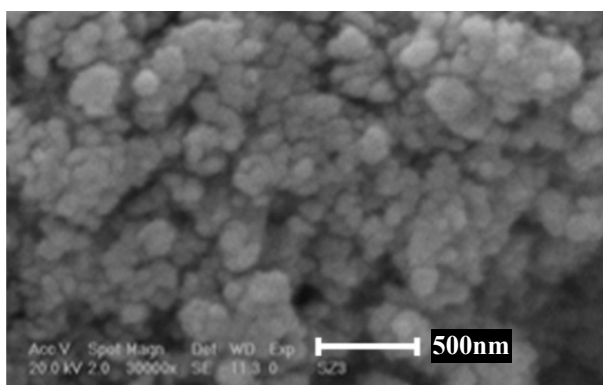
اسماعیل زاده و همکارانش در مقاله‌ای درباره سنتز نانوآکسید روی، به بررسی تأثیر دمای سنتز بر اندازه و



(ب)



(ف)



(ج)

شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مربوط به پودرهای سنتز شده در سه دمای الف. ۲۵ ب. ۵۰ و ج. ۷۵°C.

این هیستوگرام که از آنالیز تصاویر میکروسکوپ الکترونی رویشی به دست آمده اند، کاهش اندازه دانه های حاصل از افزایش دمای سنتز آشکارا دیده می شود.

تصویر TEM نمونه II همراه با منحنی توزیع اندازه در شکل ۴ آمده است. از این تصویر می توان دریافت که کلوخه ها از نانوذرات انفرادی تشکیل شده اند. اندازه میان نانوذرات شکل ۴ و همچنین اندازه میان کلوخه ها در جدول ۳ آمده است. همان گونه که ملاحظه می شود، با تغییر دما، اندازه پودرهای به دست آمده از نمونه II به نمونه III با شدت زیادی تغییر نمی کند.

مساحت ویژه سطحی نمونه ها نیز در جدول ۳ آمده است. مساحت ویژه سطحی کمتر نمونه I به آگلومراسیون شدید ذرات صفحه ای شکل نسبت داده می شود. مساحت ویژه سطحی بالای نمونه II به دلیل آگلومراسیون کمتر آن و همچنین اندازه ذرات کوچک تر است.

#### ۴- نتیجه گیری

در این مقاله، نانوکامپوزیت های SnO/ZnO در سه دمای مختلف به روش رسوب از حمام شیمیایی (CBD) سنتز شدند. نتایج بیانگر تغییر مورفولوژی و کاهش اندازه ذرات با افزایش دماست؛ به طوری که با افزایش دما مورفولوژی از حالت صفحه ای با میان عرض ۵۸ نانومتر و میان طول ۲۶۰ نانومتر برای نمونه های سنتز شده در دمای ۲۵°C به حالت کروی با میان قطر ۵۸ و ۵۰ نانومتر به ترتیب برای نمونه های سنتز شده در دمای ۵۰ و ۷۵°C تغییر یافت.

همچنین نتایج آنالیزها بیانگر کاهش میزان رسوب دهی Sn(OH)<sub>2</sub> با کاهش دما و در نتیجه کاهش درصد اکسید قلع به دست آمده در دمای پایین است.

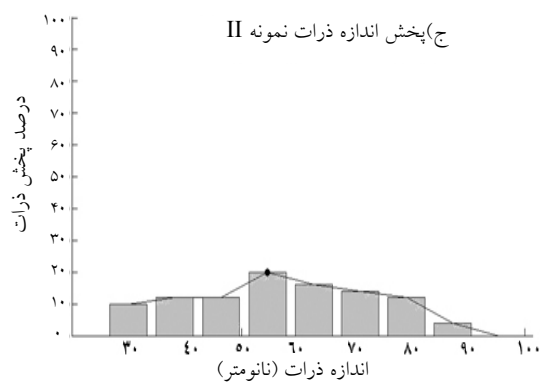
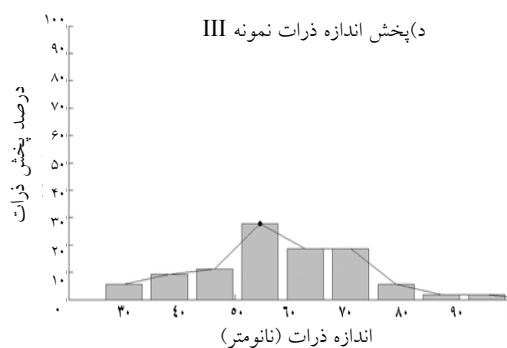
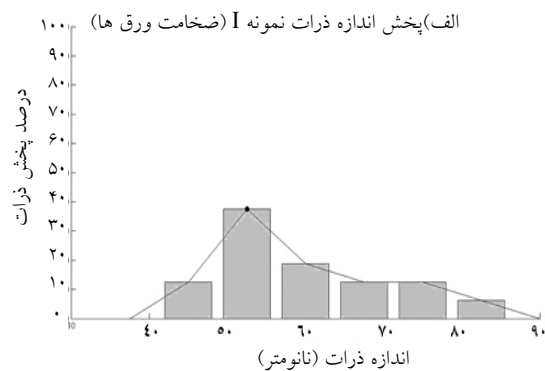
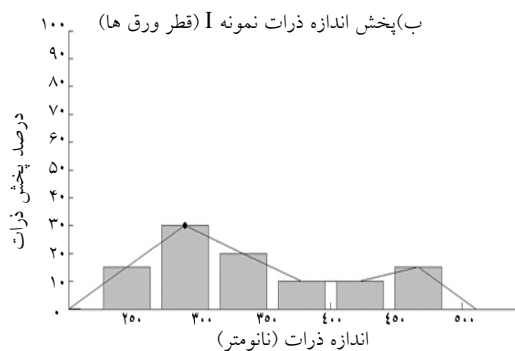
است. مشاهده می شود که مورفولوژی غالب در نمونه سنتز شده در دمای ۲۵°C صفحه ای است. با توجه به نتایج آنالیزهای پراش اشعه ایکس (XRD) و فلورسانس اشعه ایکس (XRF) و تحقیقات دیگر [۱۹] انتظار می رود این صفحات همان صفحات ZnO و ذرات کروی کمی که در بین آنها قرار دارند ذرات SnO باشند. اندازه متوسط ذرات این تصاویر در جدول ۳ آمده است.

مطابق شکل ۲a، ذرات اکسید روی به صورت کلوخه های ورقه ای شکل (شامل ذرات کوچک) با میان عرض حدود ۵۸ نانومتر و میان طول حدود ۲۶۰ نانومتر ایجاد شده اند. در دماهای ۵۰ و ۷۵°C، اندازه میان (Median Size) کلوخه های نیمه کروی به دست آمده ZnO/SnO به ترتیب برابر ۵۸/۴ و ۵۲/۴ نانومتر است. همچنین تصاویر مربوط به پودرهای سنتز شده در دماهای ۵۰ و ۷۵°C بیانگر تشکیل نانوذرات SnO و ZnO در کنار هم و به صورت کامپوزیت است.

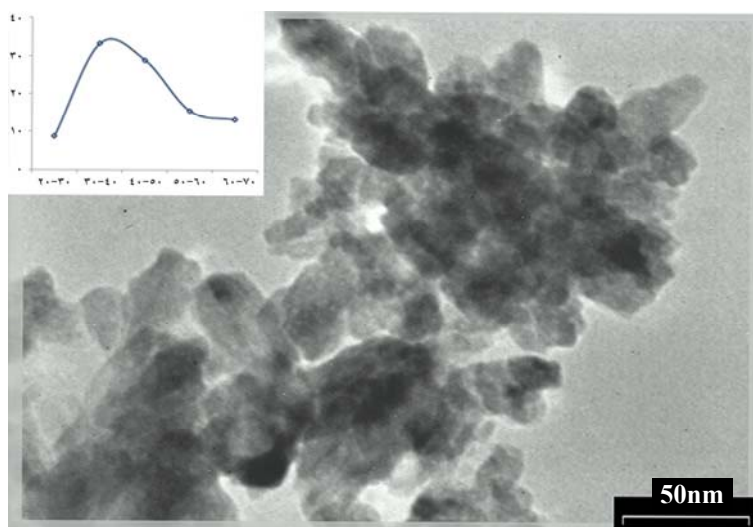
شکل ۳، هیستوگرام پخش اندازه ذرات را نشان می دهد که تأثیر دمای سنتز بر اندازه ذرات به خوبی آشکار است. در

جدول ۳. مساحت ویژه سطحی، اندازه متوسط کلوخه ها (در تصاویر SEM) و اندازه متوسط ذرات (در تصاویر TEM).

نمونه	مساحت ویژه سطحی (m <sup>2</sup> /gr)	اندازه متوسط کلوخه ها (nm)	اندازه متوسط ذرات (nm)
I	۱۶/۲۸	عرض ۵۸ و طول ۲۶۰	۴۵/۲
II	۲۲/۸۸	۵۸/۴	۳۴/۴
III	۱۹/۸۴	۵۲/۴	۳۶/۵



شکل ۳. هیستوگرام پخش اندازه ذرات در دماهای الف. ۲۵°C ضخامت، ب. ۲۵°C قطر، ج. ۵۰°C و د. ۷۵°C.



شکل ۴. تصویر TEM نمونه II همراه با منحنی توزیع اندازه.

## مراجع

10. Wei, H., Wu, Y., Lun, N. and Hu, C.H., "Hydrothermal Synthesis and Characterization of ZnO Nanorods", *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 393 Issues 1-2 (2005) 80-82.
11. He, Y., Li, Y., Yu, J. and Qian, Y., "Chemical Control Synthesis of Nanocrystalline SnO<sub>2</sub> by Hydrothermal Reaction", *Materials Letters*, Vol. 40 Issue 1 (1999) 23-26.
12. Zakrzewska, K., "Mixed Oxides as Gas Sensors", *Thin Solid Films*, Vol. 391 Issue 2 (2001) 229-238.
13. Miki-Yoshida, M., Collins-Martínez, V., Amézaga-Madrid, P. and Aguilar-Elguézabal, A., "Thin Films of Photocatalytic TiO<sub>2</sub> and ZnO Deposited Inside a Tubing by Spray Pyrolysis", *Thin Solid Films*, Vol. 419 Issues 1-2 (2002) 60-64.
14. Zhang, M., An, T., Hu, X., Wang, C., Sheng, G. and Fu, J., "Preparation and Photocatalytic Properties of a Nanometer ZnO-SnO<sub>2</sub> Coupled Oxide", *Applied Catalysis A: General*, Vol. 260 Issue 2 (2004) 215-222.
15. Wang, C., Zhao, J., Wang, X., Bixian, M., Guoying, S.H., Ping'an, P. and Jiamo, Fu., "Preparation, Characterization and Photocatalytic Activity of Nano-Sized ZnO/SnO<sub>2</sub> Coupled Photocatalysts", *Applied Catalysis B: Environmental*, Vol. 39 Issue 3 (2002) 269-279.
16. Wang, C., Wang, X., Xu, B.O., Zhao, J., Mai, B., Peng, P., Sheng, G. and Fu, J., "Enhanced Photocatalytic Performance of Nanosized Coupled ZnO/SnO<sub>2</sub> Photocatalysts for Methyl Orange Degradation", *J. of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, Vol. 168 Issues 1-2 (2004) 47-52.
17. Chouvin, J., Branci, C., Sarradin, J. and Fourcade, J.O., Jumas, J.C., Simon, B. and Biensan, P.H., "Lithium Intercalation In Tin Oxide", *J. Power Sources*, Vol. 81-82 (1999) 277.
18. Esmailzadeh Kandjani, M., Farzalipour Tabriz, M. and Pourabbas, B., "Sonochemical Synthesis of ZnO Nanoparticles: the Effect of Temperature and Sonication Power", *Materials Research Bulletin*, Vol. 43 Issue 3 (2007) 645-654.
19. Wu, C.H., Qiao, X., Chen, J., Wang, H., Tan, F. and Li, S.H., "A Novel Chemical Route to Prepare ZnO Nanoparticles", *Materials Letters*, Vol. 60 Issue 15 (2006) 1828-1832.
1. Pearton, S.J., Norton, D.P., Ip, K., Heo, Y.W. and Steiner, T., "Recent Progress in Processing and Properties of ZnO", *Superlattices and Microstructures*, Vol. 34 Issue 1 (2005) 3-32.
2. Özgür, Ü., Alivov, Y.I., Liu, C., Teke, A., Reshchikov, M.A., Doğan, S., Avrutin, V., Cho, S.J. and Morkoç, H., "A Comprehensive Review Of ZnO Materials And Devices", *J. of Applied Physics*, Vol. 98 (2005) 041301.
3. Peltzer, E.L., Svane, A., Christensen, N.E., Rodriguez, C.O., Cappannini, O.M. and Moreno, M.S., "Calculated Static and Dynamic Properties of β-Sn and Sn-O Compounds", *Phys. Rev. B.*, Vol. 48 Issue 21 (1993) 15712.
4. Kersen, Ü. and Holappa, L., "H<sub>2</sub>S-Sensing Properties of SnO<sub>2</sub> Produced by Ball Milling and Different Chemical Reactions", *Analytica Chimica Acta*, Vol. 562 Issue 19 (2006) 110-114.
5. Yang, H., Hu, Y., Tang, A., Jin, S.H. and Qiu, G., "Synthesis of Tin Oxide Nanoparticles by Mechanochemical Reaction", *J. of Alloys and Compounds*, Vol. 363 Issue 2 (2004) 276-279.
6. Ardizzone, S., Cappelletti, G., Ionita, M., Minguzzi, A., Rondinini, S. and Vertova, A., "Low-Temperature Sol-Gel Nanocrystalline Tin Oxide: Integrated Characterization of Electrodes and Particles Obtained by a Common Path", *Electrochimica Acta*, Vol. 50 Issue 22 (2005) 4419-4425.
7. Shoyama, M. and Hashimoto, N., "Effect of Poly Ethylene Glycol Addition on the Microstructure and Sensor Characteristics of SnO<sub>2</sub> Thin Films Prepared by Sol-Gel Method", *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol. 93 Issues 1-3 (2003) 585-589.
8. Ararat Ibarquen, C., Mosquera, A., Parra, R., Castro, M.S. and Rodríguez-Páez, J.E., "Synthesis of SnO<sub>2</sub> Nanoparticles through the Controlled Precipitation Route", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 101 Issues 2-3 (2007) 433-440.
9. Wu, CH., Qiao, X., Chen, J., Wang, H., Tan, F. and Li, S.H., "Novel Chemical Route to Prepare ZnO Nanoparticles", *Materials Letters*, Vol. 60 Issue. 15 (2006) 1828-1832.