

سنتز نانو ذرات آلومینا به روش هم رسوبی و بررسی اثر دما بر روی فازها و سطح

ویژه آلومینای سنتز شده

امین عبادی^{۱*}، مجید مظفری^۲

^۱ گروه شیمی، واحد کازرون، دانشگاه آزاد اسلامی، کازرون، ایران

^۲ گروه شیمی، واحد شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی، شاهرود، ایران

تاریخ دریافت: ۹۸/۰۳/۰۳ تاریخ تصحیح: ۹۸/۰۷/۲۲ تاریخ پذیرش: ۹۸/۰۷/۲۳

چکیده

در این تحقیق جهت تهیهی نانو ذرات آلومینا، از روش هم رسوبی استفاده شده است، بدین صورت که ابتدا، تاثیر نمک آلومینیوم و عامل رسوب دهنده بر سطح ویژه آلومیناهای حاصل، بررسی گردید. سپس در شرایط بهینه، تاثیر دمای واکنش بر تغییرات فازی و سطح ویژه آن مورد مطالعه قرار گرفت. به منظور تهیهی فازهای مختلف نانو ذرات آلومینا، ابتدا بوهمیت بلورین بوسیلهی حرارت دادن رسوب ژلاتینی سفید رنگی که، با افزایش عامل رسوب دهنده به محلول اسیدی نمک آلومینیوم تشکیل شده، تهیه گردید و سپس با آبدایی از این بوهمیت بلورین، نانو ذرات آلومینا با فازهای مختلف حاصل شد. آزمایش‌های فیزیکی و شیمیایی مختلفی از قبیل: پراش اشعه ایکس (XRD)، فلورسانس اشعه ایکس (XRF)، اندازه گیری مساحت سطح ویژه (BET)، عکسبرداری بوسیلهی میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)، عکسبرداری بوسیلهی میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) و آنالیز وزن سنجی حرارتی (TGA)، بر روی نانو ذرات آلومینای تهیه شده انجام گرفت. نتایج نشان داد که، آلومینای تولید شده با استفاده از نمک اسیدی آلومینیوم نیترات و رسوب دهنده قلبایی آمونیاک دارای مساحت سطح ویژه $211 \text{ m}^2/\text{g}$ است که بالاترین مساحت سطح ویژه را دارد. همچنین آلومینای تولیدی از رسوب دهنده آمونیاک و نمک آلومینیوم کلرید دارای سطح ویژه $58 \text{ m}^2/\text{g}$ است که پایین ترین سطح ویژه را داراست. علاوه بر این مشخص شد که پس از تکلیس در دمای 550°C ، نوارهای مشخصه فاز گاما آلومینا ظاهر می‌شوند، درحالیکه با ادامه تکلیس تا دمای 1400°C فاز آلفا آلومینا ایجاد می‌شوند.

کلمات کلیدی: نانو ذرات آلومینا، دما، تغییرات فازی، سطح ویژه.

۱- مقدمه

در مقیاس نانو، ساختار الکترونی کاتالیست اصلاح و موادی با خواص ضعیف کاتالیستی در حالت توده‌ای، به مواد فعال تبدیل می‌شوند. این امر، روش‌های جدیدی را در انجام واکنش بوجود می‌آورد. در این مقیاس کنترل میزان فعالیت، قابلیت انتخاب و عمر کاتالیست‌ها امکان پذیر است [۱]. به ندرت مشاهده می‌گردد که یک کاتالیست تجارتي دارای ترکیب شیمیایی ساده و یا یک عنصر تنها باشد و در اکثر مواقع فازهای فعال بر روی یک پایه سوار می‌شوند که این پایه ممکن است از نظر کاتالیزوری فعال یا غیرفعال باشد.

از آنجائیکه انجام یک عمل کاتالیستی ناهمگن بر حسب فعالیت، گزینش پذیری و طول عمر آن ارزیابی می‌گردد [۲] لذا نه تنها انتخاب موادی که دارای خواص کاتالیزوری مطلوب باشند حائز اهمیت است، بلکه ساخت کاتالیست با ساختار و پایداری مناسب نیز از اهمیت خاصی برخوردار است. یکی از ابزارهای مهم در کنترل ساختار و مقاومت یک کاتالیست، انتخاب یک پایه مناسب می‌باشد [۳]. پایه بر اساس میزان مساحت سطح و دارا بودن خلل و فرج زیاد، بر روی فعالیت و گزینش پذیری کاتالیست تهیه شده، مؤثر می‌باشد. پایه نسبت به فلزات فعال کاتالیستی ارزاتر بوده و اغلب دارای مساحت سطح زیاد است، بنابراین با توزیع فلزات در سطح آن، با افزایش مساحت سطح فعال، فعالیت کاتالیست افزایش می‌یابد. فعالیت کاتالیست، به تعداد مراکز فعال و نیز توزیع این مراکز بستگی دارد، که پایه می‌تواند به ایجاد مناسب این مراکز فعال کمک کند [۴]. پایه‌ها از کلوخه شدن کاتالیست جلوگیری کرده، پایداری و در نتیجه عمر کاتالیست را افزایش می‌دهند. انواع مختلف پایه‌هایی که معمولاً جهت تهیه کاتالیست مورد استفاده قرار می‌گیرند عبارتند از: سیلیکا، آلومینا، سیلیکا-آلومینا، زئولیتها، منیزیم اکسید و غیره [۷-۵]. با توجه به ارزان بودن و پایداری مناسب و موجود بودن مواد اولیه برای تهیه، پایه آلومینا بطور گسترده‌ای مورد استفاده قرار گرفته است. همچنین با توجه به فازهای مختلفی که دارد، گستره وسیعی از مساحت سطح و خواص دیگری را که در اختیار می‌گذارد، برای بسیاری از کاربردها مناسب می‌باشد [۸]. پایه‌های آلومینا دارای مساحت سطح نسبتاً بالا ($600-1000 \text{ m}^2/\text{g}$) و اندازه منافذ مناسب هستند. البته پایه‌های آلومینا از نوع آلفا که دارای مساحت سطح بسیار پایین هستند، نیز وجود دارند. این پایه‌ها معمولاً بوسیله‌ی تجزیه حرارتی هیدروکسیدهای کریستالی شده یا از طریق رسوبگیری ژلهای کلوئیدی تهیه می‌شوند. با استفاده از این فرایندها می‌توان، آلومیناهای با مساحت سطح و منافذ کنترل شده بدست آورد. بسته به شرایط آبیگری از رسوب و نیز استفاده از هیدروکسیدهای مناسب، فازهای مختلف پایه آلومینا را می‌توان تهیه کرد [۹].

یکی از خصوصیات برجسته آلومینا، فازهای انتقالی آن می‌باشد که به ازای دماهای مختلف پدیدار می‌شوند و با توجه به وجود نقصهایی در شبکه کریستالی آنها، قابل تشخیص می‌باشند. دارمرال و همکارانش پیشنهاد کرده‌اند که کریستال‌های گیبسیت بعد از تبدیل کامل به آلفا آلومینا بیشتر خصوصیات اولیه خود را حفظ می‌کنند. مطالعات سینتیکی نشان داده است که تبدیل بوهمیت بلوری به ترتیب به گاما، دلتا و تتا آلومینا از نظر سینتیکی مساعد می‌باشد زیرا این سه فرم تشابهات ساختاری، با یکدیگر دارند. انرژی فعال‌سازی برای تبدیل بوهمیت به گاما آلومینا در حدود ۴۹-۴۴ کیلو کالری بر مول می‌باشد که بستگی به دمای تهیه بوهمیت و فشار بخار آب در حین هیدروکسیل‌زدایی دارد [۱۰ و ۱۱].

در بیشتر موارد در ساخت کاتالیست‌ها از فاز گاما آلومینا به عنوان پایه استفاده می‌شود. گاما آلومینا به سادگی آب را جذب می‌کند و در اسید حل می‌شود. گاما آلومینا با حذف آب جذب شده به صورت فیزیکی و سپس هیدروکسیل‌زدایی از بوهمیت در ساختار اسپینل دارای نقص بلوری، بلور می‌شود و دارای اتم‌های Al شش و چهار کئوردینه می‌باشد. آلفا آلومینا فرم پایداری

از آلومینای بی‌آب است، که با آهن اکسید و سیلیکا آلوده شده است و تحت عنوان کوراندوم معدنی معرفی می‌شود که دارای کاربردهای زیادی در صنعت می‌باشد. آلفا آلومینا دارای مساحت سطح بسیار پایینی است و از آن به عنوان پایه در ساخت کاتالیست‌ها، استفاده می‌شود. این نوع آلومینا بعلت دارا بودن پایداری و مقاومت مکانیکی بالا، به عنوان سنگ سنباده (سایاها) استفاده می‌شود و نیز در صنایع سرامیک و کوره‌های نسوز کاربرد دارد. همچنین به عنوان عایق‌های الکتریکی موارد استفاده فراوانی دارد [۱۴-۱۲]. روش‌های سنتز متنوعی برای تهیه نانو ذرات آلومینا، از جمله روش سل ژل وجود دارد که در آن از پیش ماده آلکوکسید آلومینیوم استفاده می‌شود. به هر حال روش سل ژل دارای معایبی از جمله قیمت زیاد مواد اولیه، زمان طولانی مراحل انجام کار و احتمال باقی ماندن آب یا مواد آلی می‌باشد [۱۵ و ۱۶]. در این کار از روش هم رسوبی جهت تهیه نانو ذرات آلومینا استفاده شده است. هم رسوبی فرآیندی است که در آن ماده‌ای محلول به ساختاری نامحلول تبدیل می‌شود. مزیت اصلی روش هم رسوبی، سنتز آسان، قیمت پایین پیش ماده‌های مورد استفاده و کیفیت بسیار بالای نانو مواد تولید شده است اگر چه تولید نانو مواد با اندازه‌ی مورد نظر در این روش، می‌تواند مشکل باشد اما می‌توان از فاکتورهای موجود برای کنترل رشد ذرات استفاده کرد. در این تحقیق ابتدا با استفاده از روش هم رسوبی و به کار بردن نمک‌های مختلف آلومینیوم و عوامل رسوب دهنده متنوع، نانو ذرات آلومینا تهیه خواهد شد و تاثیر نوع روش، نمک و عامل رسوب دهنده بر سطح ویژه آن مورد بررسی قرار خواهد گرفت. علاوه بر این، در ادامه اثر پارامتر دما بر روی فازها و سطح ویژه آلومینای تهیه شده، بررسی خواهد گردید.

۲- بخش تجربی

۲-۱- مواد و روش تحقیق

به منظور تشخیص فازهای مختلف نانو ذرات آلومینا، از آنالیز تفرق اشعه ایکس و دستگاه XRD، Siemens آلمان مدل D 5000 استفاده شد. جهت آنالیز کمی و کیفی نمونه‌های نانو ذرات آلومینا در غلظت ppm، از طیف فلورسانس اشعه ایکس و دستگاه Siemens SRS 3000 XRF آلمان استفاده گردید که این دستگاه توانایی آنالیز عنصری کلیه نمونه‌های معدنی در محدوده عناصر Na ۱۱ تا U ۹۲ را با حدود دقت ppm داراست. آنالیز حرارتی تا درجه حرارت ۹۰۰ درجه سانتی گراد و با استفاده از دستگاه TGA مدل PERKIN-ELEMER انجام شد. برای بررسی اندازه ذرات آلومینا، از میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM مدل Jeol-JSM-5610LV و نیز از میکروسکوپ الکترونی عبوری TEM مدل Jeol 400 EX and 2000 FX استفاده شد. منحنی‌های جذب-واجذب نیتروژن با استفاده از دستگاه BET، Strohlien آلمان به دست آمد. برای این منظور نمونه‌ها در ۳۵۰ درجه سانتی گراد و در فشار ۵mm Hg-۱۰ گاز زدایی شد و سپس با استفاده از گاز نیتروژن، ایزوترم‌های جذب-واجذب رسم شد. سطح ویژه نمونه‌ها با استفاده از منحنی‌های جذب-واجذب و با روش BET تعیین شد.

تولید نانو ذرات آلومینا به روش هم رسوبی با هدف بررسی اثر نوع نمک آلومینیوم دار، عامل رسوب دهنده قلیایی و دما بر سطح ویژه آلومینای تولیدی انجام گرفت. در این روش از نمک های آلومینیوم دار اسیدی و عوامل رسوب دهنده های قلیایی متفاوت استفاده شده است (جدول ۱).

جدول ۱. رسوب دهنده ها و نمک های مورد استفاده در روش هم رسوبی

شماره آزمایش	رسوب دهنده قلیایی	نمک اسیدی آلومینیوم دار
۱	آمونیاک	
۲	سدیم کربنات	آلومینیوم نیترات
۳	سدیم هیدروکسید	
۴	آمونیاک	
۵	سدیم کربنات	آلومینیوم سولفات
۶	سدیم هیدروکسید	
۷	آمونیاک	
۸	سدیم کربنات	آلومینیوم کلرید
۹	سدیم هیدروکسید	

۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر در یک بالون ته گرد ۲ لیتری ریخته شد و با استیرر مگنت بخوبی بهم زده شد. سپس، محلول نمک اسیدی آلومینیوم دار ۱/۵ مولار و محلول آبی رسوب دهنده قلیایی ۱۲ مولار به آب مقطر حاوی بالون، بصورت قطره قطره اضافه شد تا تمامی کاتیون های Al در فرم هیدروکسید، رسوب داده شود. در طول آزمایش رسوبدهی و هضم، دما در حدود ۵۰ درجه سانتی گراد، قرار داده شد. همچنین pH رسوب زله ای سفید رنگ حاصل در محدوده ۶/۵-۶ بود. رسوب ها در دمای ۵۰ درجه سانتی گراد برای مدت زمان ۱ ساعت تحت عملیات هضم قرار گرفتند. سپس ژل آلومینای حاصل صاف شد و به وسیله آب مقطر شسته شد. ژل حاصل پس از مخلوط شدن، در آن تحت دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۲۴ ساعت قرار داده شد تا بوهمیت بلورین ایجاد گردد. در نهایت مخلوط بدست آمده در دماهای مختلف و با سرعت گرمادهی ۲ درجه سانتی گراد بر دقیقه، به مدت ۴ ساعت کلسینه شدند.

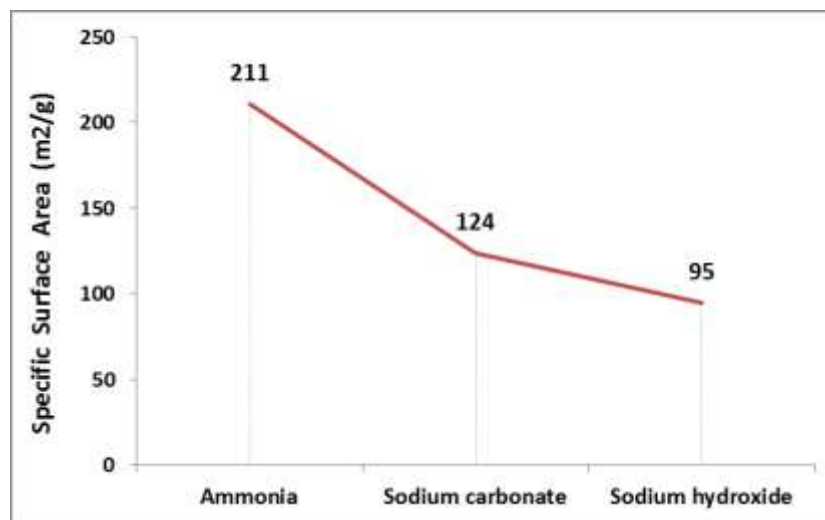
۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی تاثیر عوامل مختلف بر سطح ویژه نانو ذرات آلومینای تولیدی

این بررسی با استفاده از نمک های اسیدی آلومینیوم و رسوب دهنده های قلیایی در دمای ۵۵۰°C برای مدت زمان ۴ ساعت انجام گرفت. نتایج مساحت سطح ویژه نمونه آلومیناهای تولیدی در جدول ۲ لیست شده است. نتایج نشان می دهد که آلومینای تولیدی با استفاده از رسوب دهنده آمونیاک و نمک آلومینیوم نیترات، دارای بیشترین مساحت سطح ویژه است ($211 \text{ m}^2/\text{g}$). این نتایج همچنین مشخص می کند که استفاده از رسوب دهنده های محلول سدیم کربنات و سدیم هیدروکسید در این شرایط به ترتیب تولید آلومینایی با مساحت سطح ویژه ۱۲۴ و $95 \text{ m}^2/\text{g}$ می کند (شکل ۱).

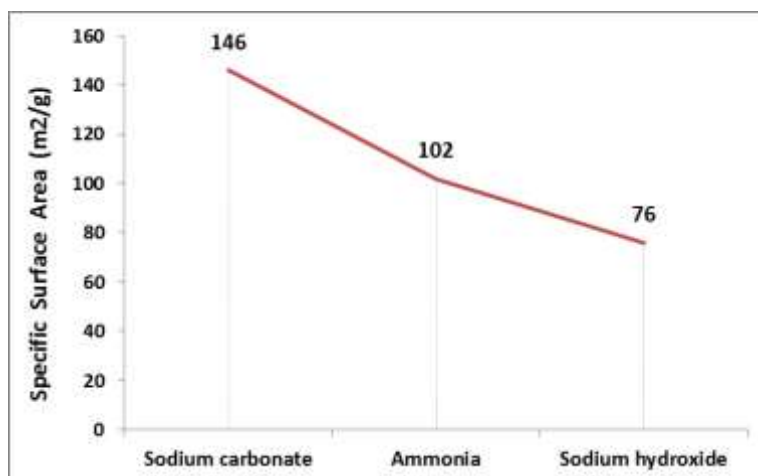
جدول ۲. مساحت سطح ویژه نمونه آلومیناهای تولیدی

شماره آزمایش	مساحت سطح ویژه (m ² /g)
۱	۲۱۱
۲	۱۲۴
۳	۹۵
۴	۱۰۲
۵	۱۴۶
۶	۷۶
۷	۵۸
۸	۸۱
۹	۹۸

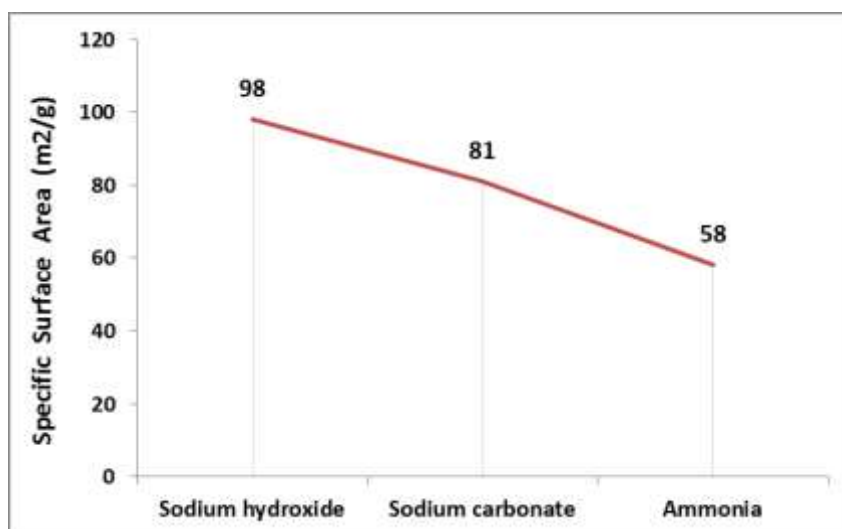


شکل ۱- نمودار تاثیر نوع رسوب دهنده قلیایی بر مساحت سطح ویژه آلومینای تولیدی از آلومینیوم نترات

شکل ۲، تغییرات مساحت سطح ویژه آلومینای تولیدی را با استفاده از نمک آلومینیوم سولفات و رسوب دهنده‌های قلیایی متفاوت، نشان می‌دهد. در این شرایط، آلومینای ایجاد شده با استفاده از سدیم کربنات، دارای بیشترین مقدار مساحت سطح ویژه است (۱۴۶ m²/g) و آلومیناهای بدست آمده از آمونیاک و سدیم هیدروکسید دارای مساحت سطح ویژه کمتری هستند (به ترتیب ۱۰۲ و ۷۶ m²/g). آلومینای تولید شده از نمک اسیدی آلومینیوم کلرید و رسوب دهنده سدیم هیدروکسید با مساحت سطح ویژه ۹۸ m²/g بیشترین مساحت سطح ویژه را در مقایسه با دیگر رسوب دهنده‌ها دارد. این نتایج همچنین مشخص می‌کند که آلومینای تولیدی با استفاده از آمونیاک با مساحت سطح ویژه ۵۸ m²/g، دارای کمترین مقدار سطح ویژه است (شکل ۳).



شکل ۲- نمودار تاثیر نوع رسوب دهنده قلیایی بر مساحت سطح ویژه آلومینای تولیدی از آلومینیوم سولفات

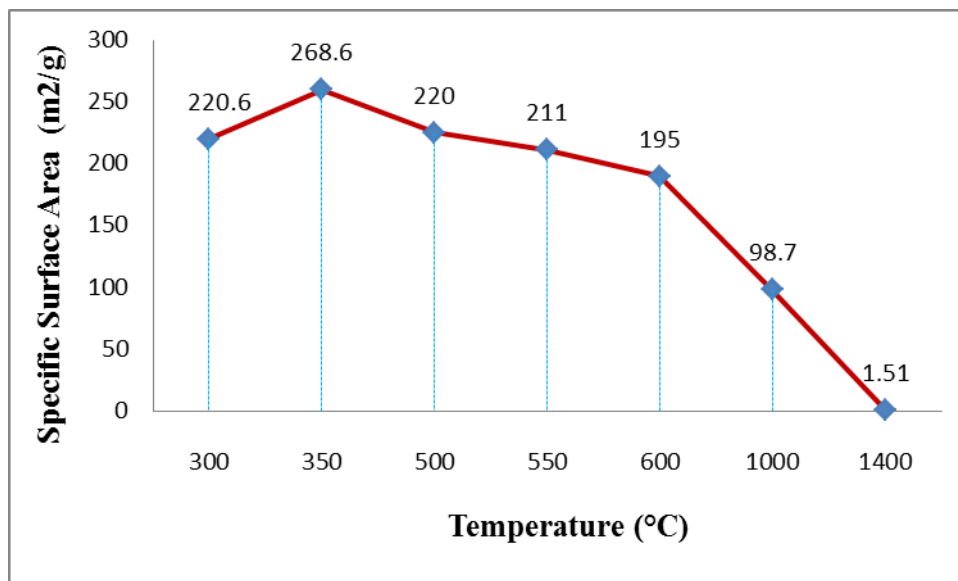


شکل ۳- نمودار تاثیر نوع رسوب دهنده قلیایی بر مساحت سطح ویژه آلومینای تولیدی از آلومینیوم کلرید

مقایسه تاثیر نمک‌های اسیدی آلومینیوم و رسوب دهنده‌های قلیایی متفاوت بر مساحت سطح ویژه آلومینای تولیدی نشان داد که در دمای 550°C بالاترین سطح ویژه آلومینا، زمانی بدست می‌آید که از نمک آلومینیوم نیترات و رسوب دهنده قلیایی آمونیاک استفاده شود. لذا ما در ادامه این تحقیق، از نمک آلومینیوم نیترات و رسوب دهنده آمونیاک جهت بررسی اثر دما بر روی فازها و مساحت سطح ویژه آلومیناهای تهیه شده، استفاده نمودیم. نتایج مساحت سطح ویژه آلومیناهای تولیدی با استفاده از نمک اسیدی آلومینیوم نیترات و رسوب دهنده قلیایی آمونیاک، در دماهای متفاوت در جدول ۳ گزارش شده است. در شکل ۴ نیز منحنی تغییرات مساحت سطح ویژه آلومینای تهیه شده با افزایش دما را نشان می‌دهد.

جدول ۳. اثر دما بر روی میزان تغییرات مساحت سطح ویژه نمونه آلومیناهای حاصل

دما (°C)	مساحت سطح ویژه (m ² /g)
۳۰۰	۲۲۰/۶
۳۵۰	۲۶۸/۶
۵۰۰	۲۲۰
۵۵۰	۲۱۱
۶۰۰	۱۹۵
۱۰۰۰	۹۸/۷
۱۴۰۰	۱/۵۱



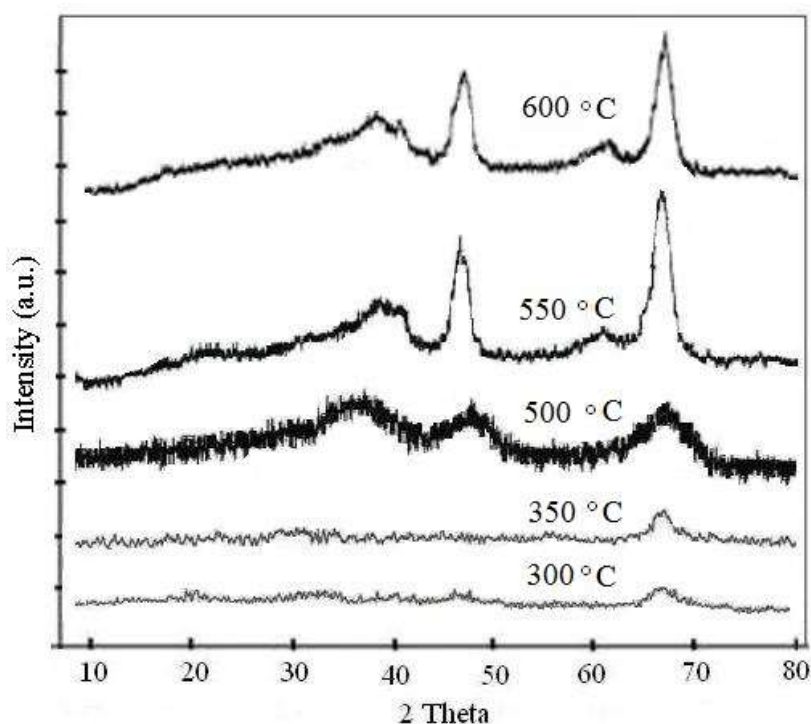
شکل ۴- منحنی تغییرات مساحت سطح آلومیناهای تولیدی با افزایش دما

همانطور که از منحنی تغییرات مساحت سطح آلومیناها با افزایش دما انتظار می‌رود، مساحت سطح آلومیناهای بدست آمده در این تحقیق، با افزایش دما شروع به بالا رفتن می‌کند تا اینکه در محدوده دمایی ۳۵۰-۴۵۰°C به ماکزیمم مقدار خود خواهد رسید و پس از این دمای ماکزیمم، دوباره سطح ویژه شروع به کاهش می‌کند تا اینکه در محدوده دمایی ۱۴۰۰°C، به پایین‌ترین میزان خود خواهد رسید.

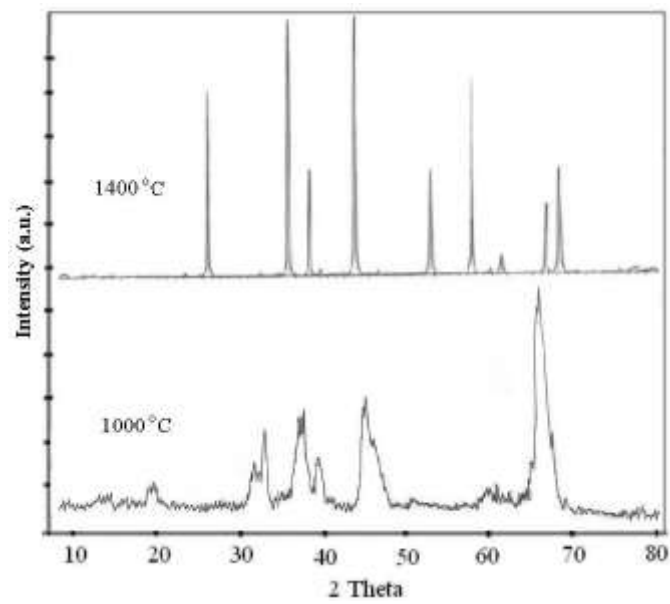
جهت تعیین فاز نمونه‌های آلومینای کلسینه شده، از این نمونه‌ها پراش XRD گرفته شد. در شکل ۵ الگوی پراش XRD نمونه‌های آلومینای تولیدی پس از تکلیس در دماهای ۳۰۰، ۳۵۰، ۵۰۰، ۵۵۰ و ۶۰۰°C ارائه شده است. وجود پیک انعکاسی در زاویه $2\theta = 67^\circ$ در دمای تکلیس ۳۰۰°C، بیانگر شروع تشکیل فاز گاما آلومینا است. با افزایش دما به ۳۵۰°C، پیک انعکاسی مورد نظر برجسته‌تر شده که نشان دهنده افزایش میزان کریستالیزاسیون است. پدیدار شدن هر سه پیک انعکاسی اصلی فاز گاما آلومینا در دمای ۵۰۰°C را می‌توان نتیجه تشکیل فاز گاما آلومینا دانست. وجود پیک‌های انعکاسی تیز فاز گاما آلومینا در دمای ۵۵۰°C و عدم وجود پیک‌های اضافی، حضور فاز بلوری خالص گاما آلومینا را تایید می‌کند. واضح است که پس از تکلیس

در دمای 550°C ، نوارهای مشخصه فاز گاما آلومینا ظاهر می‌شوند که در این نمونه، تنها فاز گاما آلومینا قابل تشخیص است [(JCPDS No. 10-0425)۱۷]. با افزایش دما به 600°C پهنای پیک اصلی کمی کاهش یافته که این امر افزایش اندازه ذرات نانو را نشان می‌دهد.

در شکل ۶، الگوی پراش XRD نمونه‌های دلتا (δ) و آلفا (α) آلومینای تولیدی پس از تکلیس در دماهای بترتیب 1000°C و 1400°C ارائه شده است. با افزایش دما به 1000°C پیک‌های انعکاسی با شدت بیشتر، که با پیک‌های الگوی مرجع با JCPDS No. 46-1131 مربوط به فاز دلتا (δ) آلومینا، تطابق مناسبی دارد، مشاهده می‌شود [۱۸]. همچنین مشخص است که با ادامه تکلیس تا دمای 1400°C ، نوارهای مشخصه فاز آلفا آلومینا ظاهر می‌شوند که در این نمونه، تنها فاز بسیار پایدار آلفا آلومینا قابل تشخیص است (JCPDS No. 10-0173) [۱۹].

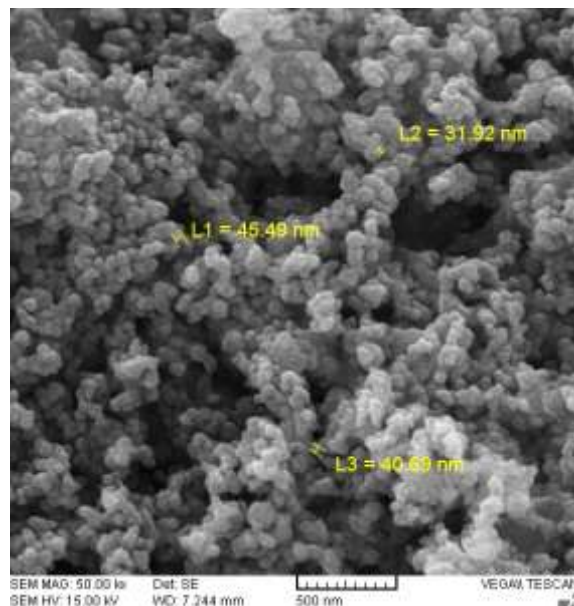


شکل ۵- الگوی پراش XRD نمونه‌های آلومینای تولیدی پس از تکلیس در دماهای 300°C ، 350°C ، 500°C ، 550°C و 600°C



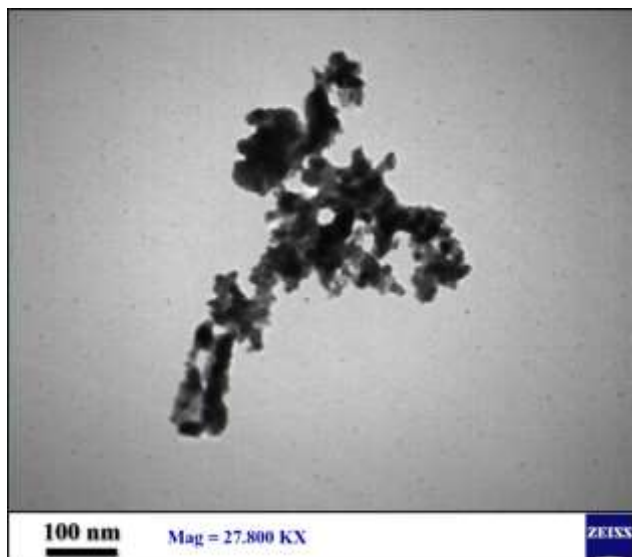
شکل ۶- الگوی پراش XRD نمونه‌های دلتا و آلفا آلومینای تولیدی پس از تکلیس در دماهای ۱۰۰۰ و ۱۴۰۰°C

شکل ۷ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نانو ذرات گاما آلومینا را پس از تکلیس در ۵۵۰°C، نشان می‌دهد. این شکل مشخص می‌کند که اندازه ذرات گاما آلومینای تولیدی در محدوده بین ۳۵-۵۰ nm است. شکل تقریباً کروی نانو ذرات گاما آلومینا نیز از این شکل، آشکار می‌شود.



شکل ۷- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه نانو ذرات گاما آلومینا بعد از تکلیس در ۵۵۰°C

شکل ۸ تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نانو ذرات گاما آلومینای تهیه شده را نشان می‌دهد. این شکل بار دیگر مشخص می‌کند که اندازه ذرات گاما آلومینای تهیه شده در محدوده بین ۳۰-۵۰ nm است. این نتیجه با اندازه ذرات بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی منطبق است.



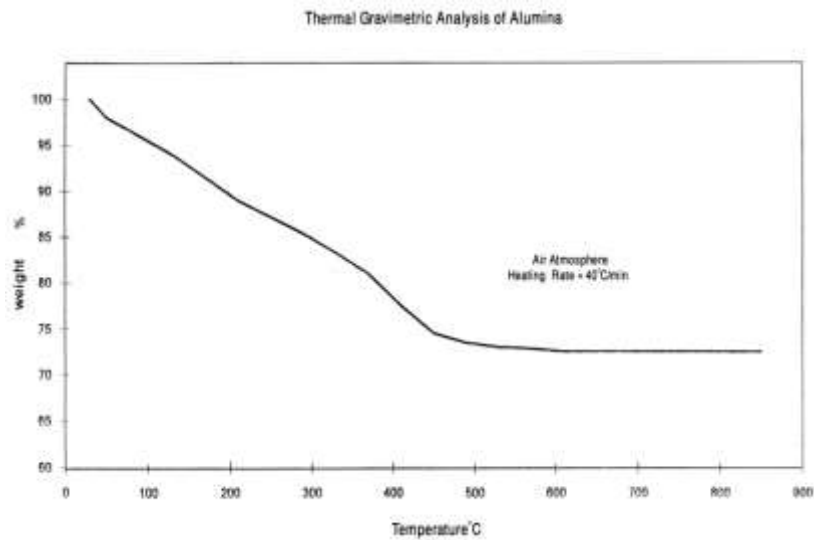
شکل ۸- تصویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) نمونه نانو ذرات گاما آلومینا بعد از تکلیس در 550°C

مشخصات فیزیکی و شیمیایی نانو ذرات گاما و ذرات آلفا آلومینایی که با XRF آنالیز شده‌اند در جدول ۴ گزارش شده است.

جدول ۴. مشخصات فیزیکی و شیمیایی نانو ذرات گاما و ذرات آلفا آلومینای آنالیز شده با XRF

نمونه	درصد آلومینا	سطح ویژه m^2/g	درصد SiO_2	درصد Fe_2O_3	درصد Na_2O
نانو گاما آلومینا	۹۸/۵	۲۱۱	۰/۰۵۰۰	۰/۰۲۳۰	۰/۰۳۱
آلفا آلومینا	۹۹/۲	۱/۵۱	۰/۰۲۲۰	۰/۰۱۱	۰/۰۴۲

جهت تعیین ساختمان و میزان آب نمونه‌ها، آنالیز وزن سنجی حرارتی (TGA) برای یکی از نمونه‌های کلسینه نشده در شکل ۹ نشان داده شده است. کاهش وزن برای دماهای بالاتر از 100°C برای بوهمیت، ۱۵٪ گزارش شده است. در دمای حدود 500°C - 200°C ، هیدروکسید، تحت عمل دهیدروکسیلاسیون قرار می‌گیرد، یعنی تغییر فاز از بوهمیت به گاما آلومینا در حدود دمای 500°C رخ می‌دهد. از طرفی مشخص شده است که کاهش وزن تا دمای 150°C ، مربوط به حذف آب می‌باشد.



شکل ۹- آنالیز وزن سنجی حرارتی (TGA) نمونه آلومینای کلسینه نشده

۴- نتیجه گیری

از میان مواد استفاده شده در این تحقیق، استفاده از نمک آلومینیوم نیترات و عامل رسوب دهنده آمونیاک، تولید آلومینا با بیشترین مساحت سطح ویژه ($211 \text{ m}^2/\text{g}$) را کرده است. با نمک آلومینیوم نیترات، استفاده از عامل رسوب دهنده آمونیاک و سدیم هیدروکسید به ترتیب منجر به تولید آلومینا با بالاترین و پایین‌ترین مساحت سطح ویژه شد. در مورد نمک آلومینیوم سولفات، نتایج نشان داد که استفاده از سدیم کربنات منجر به تولید آلومینا با سطح ویژه بالاتری نسبت به سایر عوامل رسوب دهنده می‌شود. استفاده از سدیم هیدروکسید نیز در این حالت پایین‌ترین سطح ویژه را ایجاد خواهد نمود. در حضور نمک آلومینیوم کلرید، استفاده از عوامل رسوب دهنده سدیم هیدروکسید و آمونیاک به ترتیب باعث تولید آلومینا با بالاترین و کمترین مساحت سطح ویژه می‌شود. از نتایج حاصل از این تحقیق، همچنین می‌توان نتیجه گرفت که بهترین روش برای تولید نانو ذرات گاما آلومینا، تهیه بوهمیت بلورین و سپس آزدایی از بوهمیت حاصل در دمای 550°C از طریق جانشینی فازها می‌باشد. بوهمیت بلورین را می‌توان بوسیله حرارت دادن رسوب ژلاتینی سفید رنگی که، با افزایش محلول آمونیاک به محلول اسیدی آلومینیوم نیترات تشکیل شده، تهیه کرد. همچنین برای تولید ذرات آلفا آلومینا، بایستی گاما آلومینای تهیه شده را تا محدوده دمایی 1400°C تکلیس نمود. مطلوب‌ترین مساحت سطح ویژه‌ای که برای نانو ذرات گاما آلومینا و ذرات آلفا آلومینا در این تحقیق بدست آمده، بترتیب ۲۱۱ و $1/51 \text{ m}^2/\text{g}$ بود.

۵- تشکر و قدردانی

مولفان از معاونت محترم پژوهشی دانشگاه آزاد اسلامی واحد کازرون و شاهرود، برای حمایت مالی از این پژوهش، کمال تشکر و قدردانی می‌نمایند.

۶- مراجع

- [1] A. T. Niloofar, Sh. Mahdi, R. Hoorieh, *J. Of Applied Chemistry*, **43** (1396) 213.
- [2] F. Monireh, D. Pirouz, T. Kambiz, *J. Of Applied Chemistry*, **45** (1396) 31.
- [3] R. Nader, *J. Of Applied Chemistry*, **22** (1391) 57.
- [4] K. Hassan, N. Mohammad, *J. Of Applied Chemistry*, **37** (1394) 31.
- [5] T. Seyedeh Somayeh, A. Alireza, T. Ahmad, *J. Of Applied Chemistry*, **41** (1395) 129.
- [6] J. Liu, S. Zou, J. Wu, H. Kobayashi, H. Zhao and J. Fan, *Chin. J. Catal.* **39** (2018) 1081.
- [7] M. Mozaffari and A. Ebadi, *Inorg. Nano-Metal. Chem.* **47** (2017) 1643.
- [8] M. S. Sadjadi, A. Ebadi and K. Zare, *React. Kinet. Mech. Catal.* **99** (2010) 119.
- [9] N. N. Greenwood and A. Earnshaw, *Chemistry of the elements*, First Edition, (1984) pp. 56.
- [10] K. Wefers, *Oxides and hydroxides of aluminum*, (1987) pp. 40.
- [11] S. Da-Ros, E. Barbosa-Coutinho, M. Schwaab, V. Calsavara and N. R. C. Fernandes-Machado, *Mater. Charact.* **80** (2013) 50.
- [12] S. J. Yun and Y. Seo, *J. Aerosol Sci.* **58** (2013) 33.
- [13] J. C. Ganley, K. L. Riechmann, E. G. Seebauer and R. I. Masel, *J. Catal.* **227** (2004) 26.
- [14] Z. Rui, C. Chen, Y. Lu and H. Ji, *Chin. J. Chem. Eng.* **22** (2014) 882.
- [15] F. Mehzad, N. Azita, N. Ahmad, *J. Of Applied Chemistry*, **42** (1396) 23.
- [16] T. Yan, X. Guo, X. Zhang, Z. Wang and J. Shi, *Mater. Res. Bull.* **73** (2016) 21.
- [17] A. S. Jbara, Z. Othaman, A. A. Ati and M. A. Saeed, *Mater. Chem. Phys.* **188** (2017) 24.
- [18] A. Bazyari, Y. Mortazavi, A. A. Khodadadi, L. T. Thompson, R. Tafreshi, A. Zaker and O. T. Ajenifujah, *Appl. Catal. B: Environ.* **180** (2016) 312.
- [19] R. Shi, Y. Shang, Y. Zhang, P. Wang, A. Zhang and P. Yang, *Ceram. Int.* **44** (2018) 3741.