

تأثیر شرایط سنتز بر خصوصیات نانوذرات AIOOH

ناهید حق نظری^۱، مظفر عبدالهی فر^۲، روناک مرادی^۲^۱ گروه شیمی، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد سنندج،^۲ گروه مهندسی شیمی، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد کرمانشاه

abdollahifar@gmail.com

چکیده: AIOOH (بوهمیت) در صنایع سرامیک بعنوان تقویت کننده و ماده چسباننده (binder) و همچنین در صنایعی همچون نفت و پتروشیمی بعنوان کاتالیست، پایه کاتالیست و جاذب رطوبت کاربرد وسیعی دارد. در این تحقیق، روش ساده‌ی آب گرمایی که بر پایه‌ی محلول آبی است، جهت تولید نانو ذرات بوهمیت به کار برده شد. از نیترات آلومینیوم و هیدروکسید سدیم به عنوان مواد آغازگر با روش آب گرمایی در دماهای مختلف (۲۰۰ °C، ۱۷۵، ۱۵۰) و زمان‌های متفاوت (۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت) در pH ثابت برابر ۱۰ برای سنتز این ماده استفاده شد. تأثیر دما و زمان سنتز به عنوان پارامترهای موثر بر خصوصیات بوهمیت توسط آنالیزهای XRD، FTIR، SEM، TEM و جذب و دفع نیتروژن ارزیابی شدند. الگوهای XRD نشان دادند که نمونه‌های سنتز شده، فاز بوهمیت خالص می‌باشند و هیچ پیکی که نشان از ناخالصی باشد، مشاهده نشد. افزایش دما و زمان سنتز، باعث بالا رفتن بلورینگی و کاهش سطح ویژه بوهمیت‌های سنتز شده می‌شوند. تصاویر TEM آشکار ساختند که ساختارهای تشکیل شده بوهمیت با اندازه متوسط ذرات حدود ۴۰ nm می‌باشند. همچنین آنالیز جذب و دفع نیتروژن نشان داد که بوهمیت‌های حاصل مزوپروس هستند.

کلید واژه: AIOOH، آب گرمایی، دما، زمان، نانوذرات، مزوپروس.

۱- مقدمه

مواد با ساختار نانو به دلیل محدوده‌ی ذره‌ای کوچکشان دارای خواص شیمیایی و فیزیکی منحصر بفردی هستند. در سال‌های اخیر علاقه زیادی به ساخت مواد معدنی در ابعاد نانو با مورفولوژی‌های خاص در حوزه‌های مختلف علوم مواد مخصوصاً مواد با شکل‌های مختلف مثل نانو فیبرها، نانو سیم‌ها، نانو لوله‌ها، نانومیلها و غیره به وجود آمده است [۱].

بوهمیت یا AIOOH یکی از مواد معدنی است که دارای کاربردهای زیادی در حوزه‌های سرامیک، نفت، پتروشیمی و پزشکی می‌باشد که مثلاً بعنوان کاتالیست و پایه کاتالیست، غشاها، نسوزها، ساینده‌ها، جاذب‌ها، به عنوان مکمل واکسن از آن استفاده شده است [۲ و ۳]. یکی از مهمترین کاربردهای بوهمیت بعنوان پیش ماده در سنتز آلومینا می‌باشد که به خاطر داشتن خواص ویژه‌ای مثل مدول الاستیسیته بالا، پایداری گرمایی و شیمیایی و خواص نوری مناسب، مورد توجه محققین قرار گرفته است [۴ و ۵]. آلومینا و مواد بر پایه آلومینا با توجه به خصوصیات ذکر شده دارای کاربردهای زیادی در سرامیک‌های پیشرفته هستند [۶-۸]. به طور کلی Al_2O_3 با روش آب زدایی از بوهمیت یا AIOOH در رنج دمایی $450-750^\circ\text{C}$ تهیه می‌گردد. بنابراین AIOOH یک نقش اساسی در تولید گاما آلومینا ایفا می‌کند [۹]. امروزه روش‌های بسیاری به عنوان مثال روش

الکتروشیمیایی [۱۰]، روش آب گرمایی (هیدروترمال) [۱۱]، روش سل-ژل [۱۲] و روش تجزیه حرارتی [۱۳] برای تهیه AIOOH در ابعاد نانو وجود دارد. روش آب گرمایی، چون هم کنترل پذیر است و هم قابلیت بلورین شدن بالایی برای مواد دارد برای تولید AIOOH بیشتر استفاده شده است و برای اولین بار بوگوش از روش آب گرمایی برای ساخت AIOOH فیبری شکل استفاده نمود [۱۴]. در فرایند سنتز این مواد، از سورفکتانت برای متراکم کردن ذرات و تشکیل ساختار توخالی بوهمیت استفاده می شود. اما استفاده از آن باعث جذب روی سطح و دشواری کاربردی نمونه به دلیل ناخالصی های موجود می شود. مناسب ترین استراتژی های سنتز بوهمیت، روش های بر پایه بخار مانند روش آب گرمایی و بدون استفاده از سورفکتانت می باشد. بوهمیت توسط شرایط مختلف و مواد اولیه مختلفی توسط روش آب گرمایی سنتز شده است [۱۷-۱۵]، نوع رسوب دهنده، pH محلول، دما و زمان سنتز بر روی شکل و ساختار بوهمیت سنتز شده در این فرایند نقش اساسی را دارند. تاکنون استفاده از رسوب ساز NaOH با نیترات آلومینیوم در pH بازی و تاثیر دماها و زمان های مختلف سنتز در روش آب گرمایی بر خصوصیات بوهمیت سنتزی در هیچ تحقیقی گزارش نشده است که هدف اصلی مقاله حاضر می باشد. برای توصیف خصوصیات بوهمیت بدست آمده بصورت جامع، از آنالیزهای XRD و FTIR به ترتیب برای شناسایی فاز تشکیل شده و گروه های عاملی، و مورفولوژی و تشخیص اندازه ذرات با استفاده از آنالیزهای TEM و FESEM انجام گرفت و در نهایت سطح ویژه، حجم حفرات^۱ و قطر حفرات^۲ با استفاده از آنالیز جذب و دفع نیتروژن مورد بررسی قرار گرفت.

۲- آزمایشات

۲-۱- مواد اولیه و مراحل سنتز نمونه ها

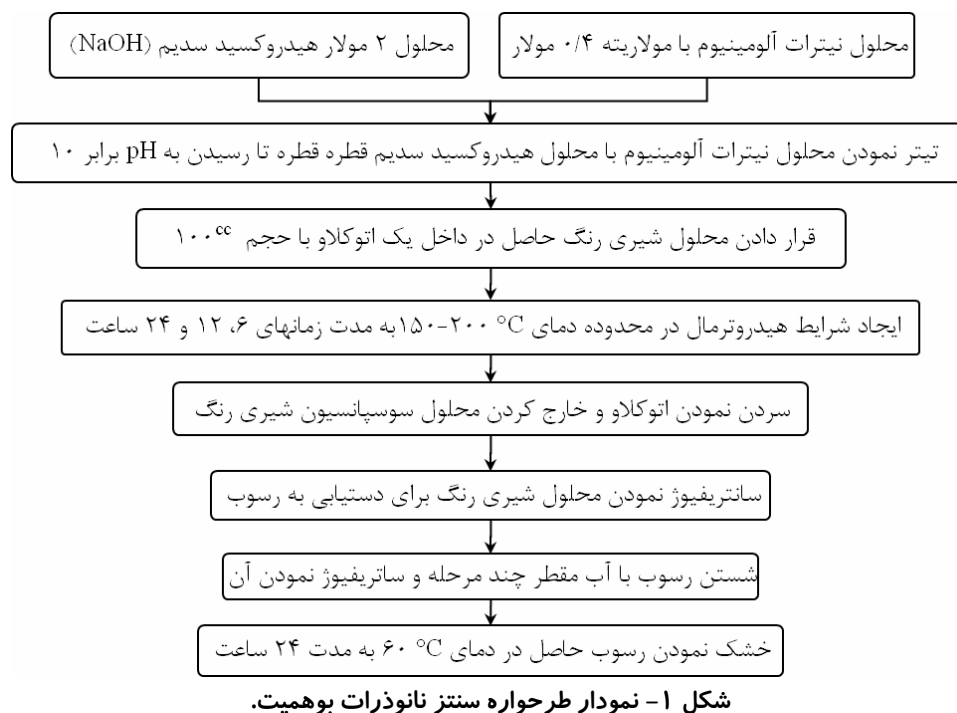
مواد اولیه مورد استفاده در سنتز نانوذرات بوهمیت با استفاده از روش آب گرمایی، شامل هیدرواکسید سدیم بعنوان عامل رسوب زا و نیترات آلومینیوم بعنوان پیش ماده (هر دو ماده استفاده شده برای کارهای آنالیز بوده و از شرکت اسپانیایی Scharlau خریداری شده است) و همچنین آب مقطر (دوبار تقطیر) برای شستشو و تهیه محلول ها استفاده شده است. مراحل کار سنتز بوهمیت از مواد اولیه ذکر شده با استفاده از روش آب گرمایی در تحقیق حاضر شامل مراحل زیر می باشد که در شکل ۱ نیز نشان داده شده است.

جهت سنتز نمونه های بوهمیت در ابتدا، محلول های نیترات آلومینیوم ۰/۴ مولار و هیدرواکسید پتاسیم ۲ مولار تهیه شد. برای این کار ۶ گرم نیترات آلومینیوم در ۴۰ سی سی آب مقطر برای دستیابی به محلول نیترات آلومینیوم ۰/۴ مولار، حل شد، سپس محلول ۲ مولار هیدروکسید سدیم به مقدار مورد نیاز تهیه گردید. در ادامه محلول ۲ مولار هیدروکسید سدیم به محلول نیترات آلومینیوم، قطره قطره اضافه شد تا pH محلول به مقدار ۱۰ رسید، در این حالت محلول شیری رنگی بدست می آید. محلول شیری رنگ حاصل به اتوکلاو منتقل و به مدت زمان های ۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت و همچنین در دماهای ۱۵۰، ۱۷۵ و ۲۰۰ درجه سانتیگراد حرارت داده شد. بعد از پایان واکنش، اتوکلاو تا دمای اتاق سرد گردید. محلول شیری رنگ، سانتریفیوژ و رسوبات

¹ Pore volume

² Pore diameter

سفید (بوهمیت) در دو مرحله با آب مقطر شستشو داده شد و خشک کردن آن تحت دمای ۶۰ درجه سانتیگراد و به مدت ۲۴ ساعت انجام پذیرفت. نمونه‌ها بعد از خشک شدن، تحت آنالیزهای مختلف قرار گرفتند.



۲-۲- روش‌های آنالیز نمونه‌ها

برای شناسایی فازها و تعیین مشخصات کریستالوگرافی نمونه‌های بوهمیت سنتز شده، آنالیز XRD انجام گرفته است. برای این آنالیز از یک دستگاه پراش سنج BRUKER, B8 ADVANCE (ساخت آلمان) با مولد آند دوار و آشکار ساز تکفام با استفاده از اشعه $\text{CuK}\alpha$ و طول موج $1/54$ آنگستروم استفاده شده است. با استفاده از نتایج آنالیز پراش XRD و استفاده از رابطه‌ی شرر^۱ اندازه تقریبی ابعاد بلورها در نمونه‌های سنتز شده به دست آمده است.

$$D = 0.9\lambda / B \cos\theta \quad (1)$$

که در رابطه فوق D متوسط اندازه ذرات، B نصف ضخامت در بیشترین ارتفاع برای صفحات بلوری (FWHM) نمونه‌های بوهمیت، θ زاویه اشعه و λ طول موج می‌باشد. برای آنالیز FTIR از یک دستگاه طیف سنج مدل RAYLEIGH- WQF-510 با ۱۰ بار اسکن برای آنالیز هر یک از نمونه‌ها و در محدوده طول موج $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ مورد استفاده قرار گرفته است. که این آنالیز برای شناسایی و اندازه‌گیری گروه‌های عاملی موجود در ساختار نمونه‌های سنتز شده می‌باشد. و برای مشاهده‌ی مورفولوژی نمونه‌ها و اندازه‌ی ذرات، از آشکار سازی دینامیک پراکندگی نور با استفاده از FESEM (میکروسکوپ الکترونی) مدل HITACHI S-4160 ($V_{acc}=25\text{kv}$) بهره گرفته شده است و برای مشاهده‌ی اندازه ذرات بوهمیت از دستگاه

¹ Scherrer equation

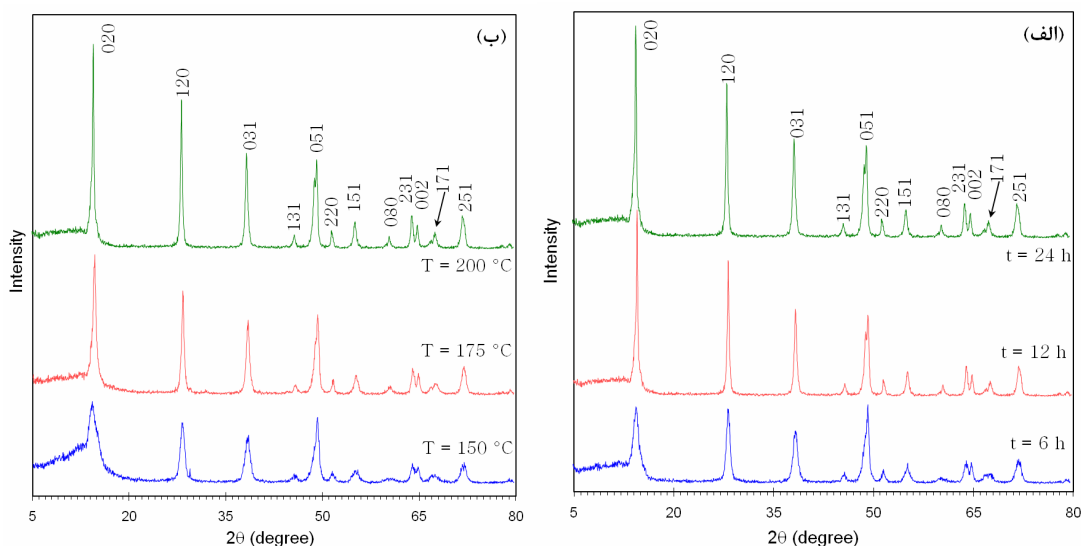
² Full Width at Half Maximum

TEM مدل PHILIPS CM30 استفاده شد. آنالیز جذب و دفع نیترژن برای بدست آوردن منحنی‌های جذب و دفع، سطح ویژه، حجم حفرات و قطر حفرات نمونه‌های سنتزی استفاده گردید. برای این کار از دستگاه BEL SORP مدل ۳۱۰-MINI II از شرکت BEL ژاپن استفاده گردید.

۳- بحث و نتایج

۳-۱- آنالیز XRD

شکل ۲ (الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز در دمای ثابت 200°C بر الگوهای XRD نمونه‌های بوهمیت را نشان می‌دهد. این شکل افزایش مدت زمان سنتز را برای بوهمیت در زمان‌های ۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت را نشان می‌دهد که با افزایش زمان سنتز از ۶ به ۲۴ ساعت شدت پیک‌ها افزایش، بلندتر و تیزتر می‌شوند که نشان می‌دهد افزایش زمان سنتز باعث تولید نمونه‌های با تبلور بالا می‌شود. شکل ۲ (ب) تاثیر دماهای مختلف سنتز (۱۵۰، ۱۷۵ و 200°C درجه سانتی‌گراد) در زمان ثابت ۲۴ ساعت واکنش را بر الگوهای XRD نمونه‌های سنتز شده نشان می‌دهد. باتوجه به شکل ۲ (ب) افزایش دمای واکنش نیز تقریباً همان نقش افزایش زمان واکنش را بر الگوهای XRD نشان می‌دهد و تمامی پیک‌های پراش نمونه‌های سنتز شده در زمان‌ها و دماهای مختلف به شکل اورتورومبیک^۱ می‌باشند و با نمونه استاندارد (JCPDS PDF No. ۰۰-۰۱۷-۰۹۴۰) کاملاً مطابقت دارند و هیچ پیکی که نشان از ناخالصی باشد در این الگوها مشاهده نمی‌گردد. بطور کلی با توجه به نتایج بدست آمده، با افزایش زمان و دمای واکنش، شدت پیک‌ها افزایش یافته و دلیل این امر بلورینگی بیشتر آنها در اثر زمان و دمای بیشتر واکنش بر می‌گردد که نتایج تصاویر FESEM به وضوح گویای این امر می‌باشد.

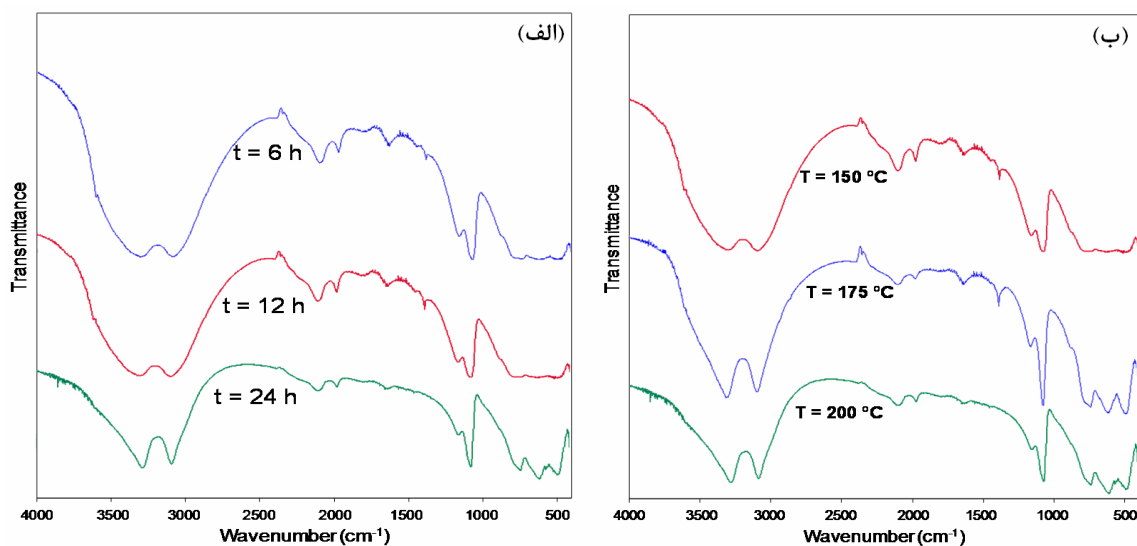


شکل ۲- (الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز در دمای ثابت 200°C و (ب) تاثیر دماهای مختلف سنتز در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر الگوهای XRD نمونه‌های بوهمیت.

¹ Orthorhombic

۲-۳- آنالیز FTIR

جهت تعیین ساختار نمونه‌های سنتز شده، از آنالیز FTIR کمک گرفته شد، شکل ۳ (الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز در دمای ثابت 200°C بر الگوهای FTIR نمونه‌های بوهمیت را در محدوده طول موج‌های $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$ نشان می‌دهد. در هر سه نمونه سنتز شده در طول موج‌های 1400 ، 1650 ، 1825 ، 1975 و 2100 cm^{-1} پیک‌هایی ظاهر می‌شوند و مربوط به ارتعاشات کششی و خمشی مختلف Al-OH در شبکه‌ی آلومینیوم اکسید- هیدروکسید یا بوهمیت می‌باشند [۱۸]. برای هر سه نمونه، پیک 1650 cm^{-1} مربوط به آب جذب شده بر سطح ساختار نمونه‌ها می‌باشد. برای حالتی که زمان سنتز ۲۴ ساعت است شدت پیک‌های قبل از 1500 cm^{-1} بیشتر از نمونه سنتز شده در زمان‌های کمتر می‌باشد و پیک 1400 cm^{-1} نشان می‌دهد یون‌های OH ارتعاشات کششی بیشتری در این مورد دارند. پیک‌های 3100 و 3285 cm^{-1} مربوط به ترکیبی از ارتعاشات کششی $\nu_{\text{as}}(\text{Al})\text{O-H}$ و $\nu_{\text{s}}(\text{Al})\text{O-H}$ و پیک 1160 cm^{-1} حالت‌های $\delta_{\text{s}}\text{Al-O-H}$ و $\delta_{\text{as}}\text{Al-O-H}$ بوهمیت را نشان می‌دهد [۱۸]. پیک 1650 cm^{-1} نشان دهنده آب جذب شده می‌باشد. تمام این نتایج آشکار می‌سازند که محصول به دست آمده در هر سه زمان سنتز فاز بوهمیت است و در مدت زمان سنتز بیشتر، شدت پیک‌های قبل از 1500 cm^{-1} بیشتر و پیک‌های 3100 و 3285 cm^{-1} نیز تیز تر می‌شوند که نشان از کریستالیت‌ها بالای نمونه سنتز شده در ۲۴ ساعت می‌باشد. تاثیر دماهای مختلف سنتز در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر الگوهای FT-IR نمونه‌های بوهمیت سنتز شده در شکل ۳ (ب) نشان داده شده است. با توجه به این نمودار در دماهای بالاتر سنتز (175 و 200 درجه سانتی گراد) شدت پیک‌های محدوده $500 - 700\text{ cm}^{-1}$ که مربوط به باندهای Al-O-Al می‌باشند [۱۶] بیشتر نمایان شده و پیک‌های 3100 و 3285 cm^{-1} نیز تیز تر شده‌اند که نشان از بلورینگی بالای نمونه‌های سنتز شده در دماهای بالا می‌باشد که با نتایج بدست آمده از آنالیز XRD مطابقت بالایی دارند. سایر پیک‌های بدست آمده در دماهای مختلف تغییر زیادی نداشته است و نشان از تشکیل فاز بوهمیت می‌باشند. لازم بذکر است که پیک 1400 cm^{-1} نشان دهنده یون‌های ارتعاشات کششی OH می‌باشد که در دماها و زمان‌های کمتر نمایان شده است.

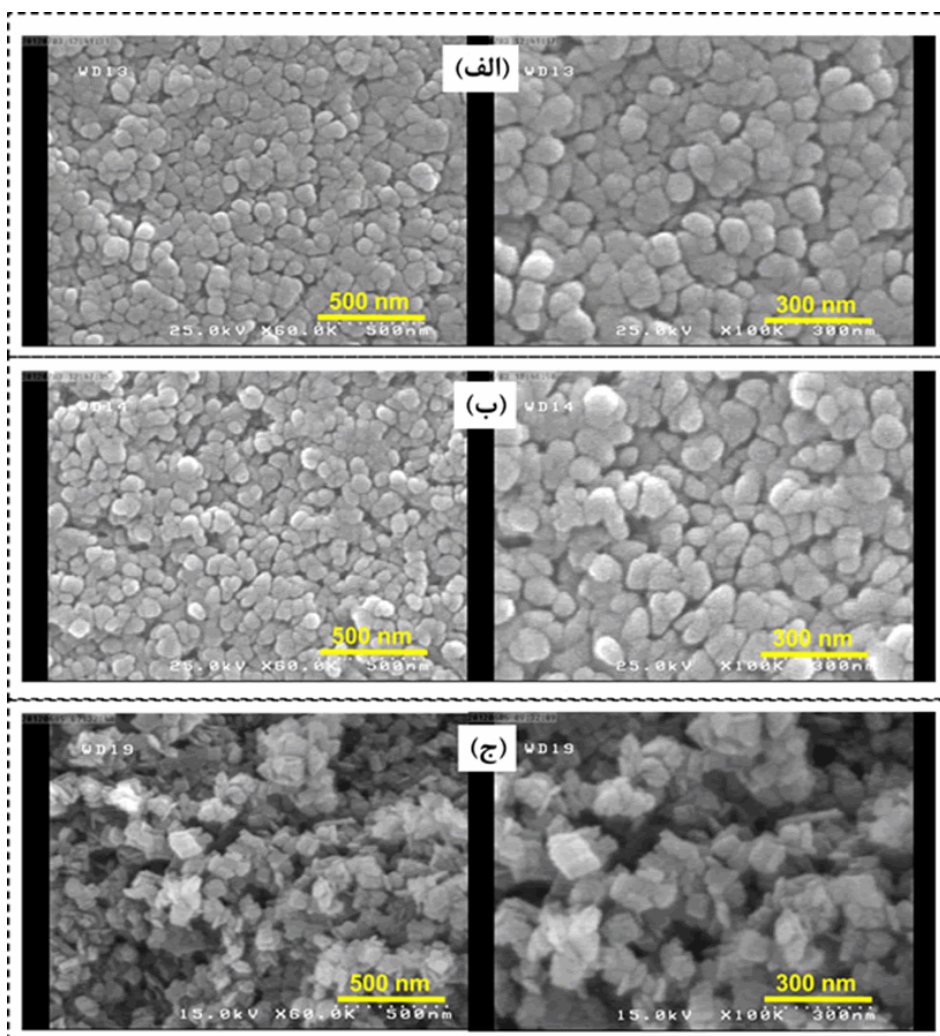


شکل ۳- (الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز در دمای ثابت 200°C و (ب) تاثیر دماهای مختلف سنتز در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر الگوهای FTIR نمونه‌های بوهمیت.

۳-۳- بررسی‌های زیرساختاری

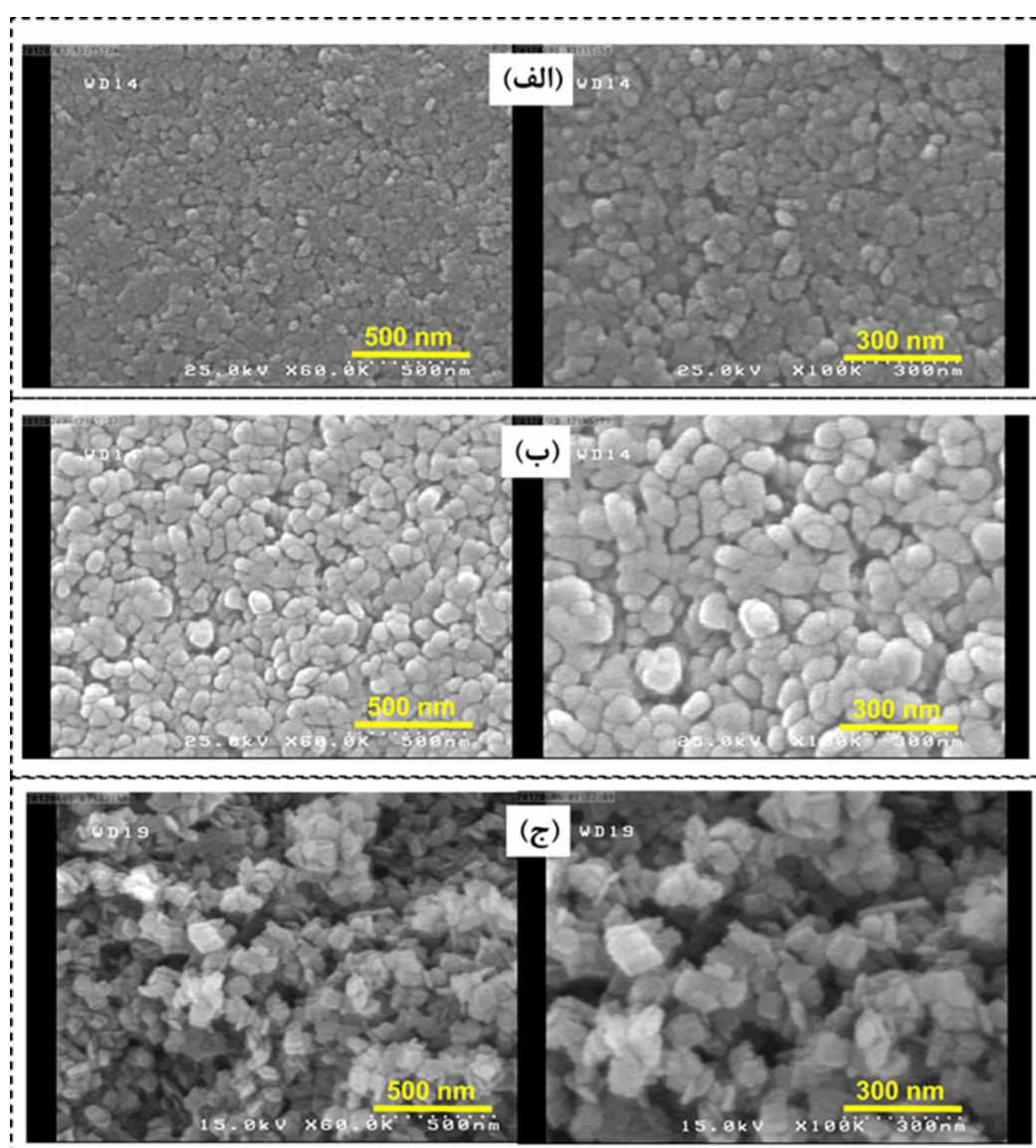
۳-۳-۱- آنالیز FESEM

شکل ۴ تاثیر زمان‌های مختلف سنتز (الف) ۶ ساعت (ب) ۱۲ ساعت (ج) ۲۴ ساعت در دمای ثابت 200°C بر ساختارهای بدست آمده بوهمیت با استفاده از تصاویر FESEM را نشان می‌دهند. تصاویر FESEM نمونه‌های سنتز شده در دو مقیاس ۵۰۰ و ۳۰۰ نانومتر از چپ به راست برای بدست آوردن ساختار و مورفولوژی بزرگنمایی شده است. تصاویر سری (الف) و (ب) که مربوط به نانوذرات بوهمیت سنتز شده به ترتیب در ۶ و ۱۲ ساعت می‌باشند دارای مورفولوژی و ساختاری تقریباً کروی می‌باشند که با افزایش زمان سنتز، نانوذرات حاصل بیشتر از هم جدا شده‌اند. با توجه به این شکل افزایش زمان سنتز به ۲۴ ساعت باعث تشکیل نانوذرات بلوری تقریباً مکعبی شکل بوهمیت می‌شود که در تصاویر سری (ج) نشان داده شده است. بنابراین نتایج بدست آمده از تصاویر FESEM با نتایج بدست آمده از آنالیزهای XRD و FTIR از لحاظ تشکیل بلورینگی بیشتر تقریباً همخوانی مناسبی دارند.



شکل ۴- تاثیر زمان‌های مختلف سنتز (الف) ۶ ساعت (ب) ۱۲ ساعت (ج) ۲۴ ساعت در دمای ثابت 200°C بر ساختارهای بدست آمده نمونه‌های بوهمیت با استفاده از تصاویر FESEM.

شکل ۵ تاثیر دماهای مختلف سنتز (الف) 150°C (ب) 175°C (ج) 200°C در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر ساختارهای بدست آمده بوهمیت با استفاده از تصاویر FESEM را نشان می‌دهد. با توجه به این تصاویر افزایش دمای واکنش نیز مانند افزایش زمان اقامت در اتوکلاو، باعث بلورینگی بیشتر در ذرات می‌گردد. نمونه‌های تشکیل شده در دمای 150°C بصورت ذرات کروی و در مقیاس نانو هستند اما این ذرات تقریباً به شکل توده‌ای می‌باشند، که افزایش دمای واکنش به 175°C باعث رشد ذرات می‌شود در این حالت اندازه متوسط این ذرات حدود ۵۰ نانومتر می‌باشد. در نهایت دمای 200°C باعث تبدیل ذرات کروی به کریستال‌های تقریباً مکعبی شکل می‌شود که متوسط این بلورها نیز حدود ۵۰ نانومتر می‌باشد. بنابراین نتیجه‌ای که از این قسمت بدست می‌آید این است که افزایش دمای واکنش در اتوکلاو (تا 200°C) باعث بالارفتن بلورینگی بوهمیت سنتز شده و تشکیل نانومکعب‌ها می‌شود. نتایج بدست آمده در این قسمت نیز با آنالیزهای XRD توافق خوبی دارند.

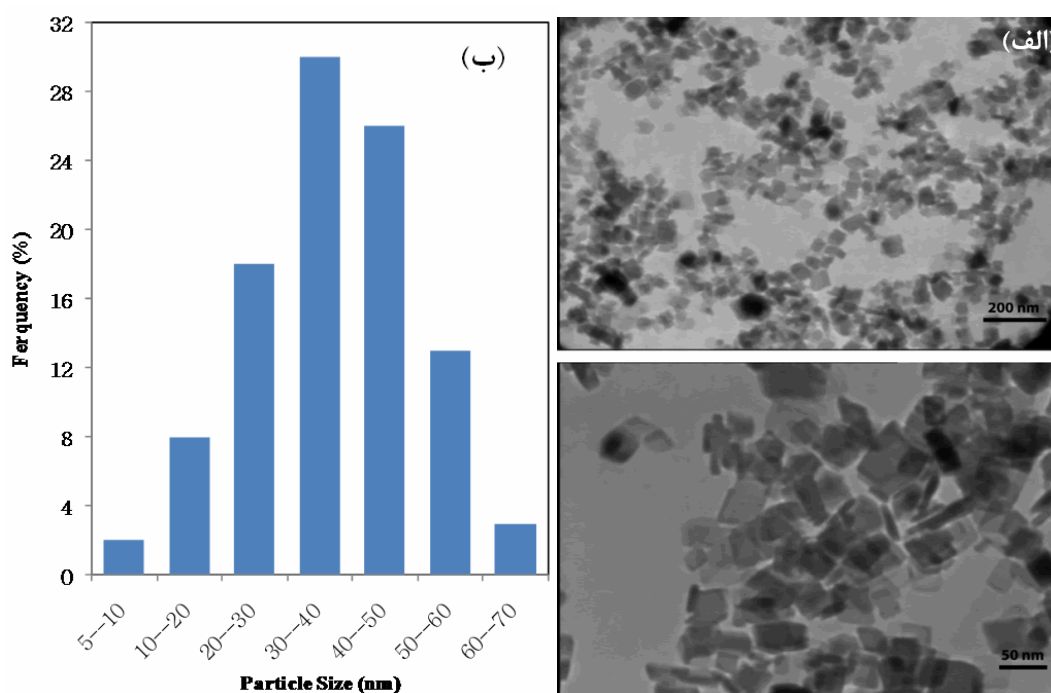


شکل ۵- تاثیر دماهای مختلف سنتز (الف) 150°C (ب) 175°C (ج) 200°C

در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر ساختارهای بدست آمده نمونه‌های بوهمیت با استفاده از تصاویر FESEM.

۳-۲-۳- آنالیز TEM

تصاویر TEM نانومکعب‌های بوهمیت سنتز شده با استفاده از روش آب گرمایی در دمای 200°C به مدت ۲۴ ساعت در شکل ۶ (الف) نشان داده شده است. تصاویر TEM در این شکل به خوبی نانو مکعب‌ها را نشان می‌دهند. اندازه متوسط مکعب‌ها بوهمیت در این تصاویر حدود ۴۵ نانومتر می‌باشد. که با نتایج بدست آمده از تصاویر FESEM و اندازه بلورهای تخمین زده شده با معادله شرر از آنالیز XRD همخوانی کامل را دارد. لازم بذکر است اندازه بلورهای بدست آمده از آنالیز XRD حدود ۴۳ نانومتر می‌باشد. توزیع اندازه مکعب‌های بوهمیت سنتز شده در دمای 200°C به مدت ۲۴ ساعت (با استفاده از آنالیز TEM شکل ۶(الف)) در شکل ۶ (ب) نشان داده شده است. این نمودار نشان می‌دهد که نانومکعب‌های بوهمیت در محدوده ۵-۷۰ nm می‌باشند که متوسط اندازه ذرات حدود ۴۰ نانومتر بدست آمده است.



شکل ۶- (الف) آنالیز TEM و (ب) توزیع اندازه نانوذرات بوهمیت سنتز شده در دمای 200°C و زمان سنتز ۲۴ ساعت.

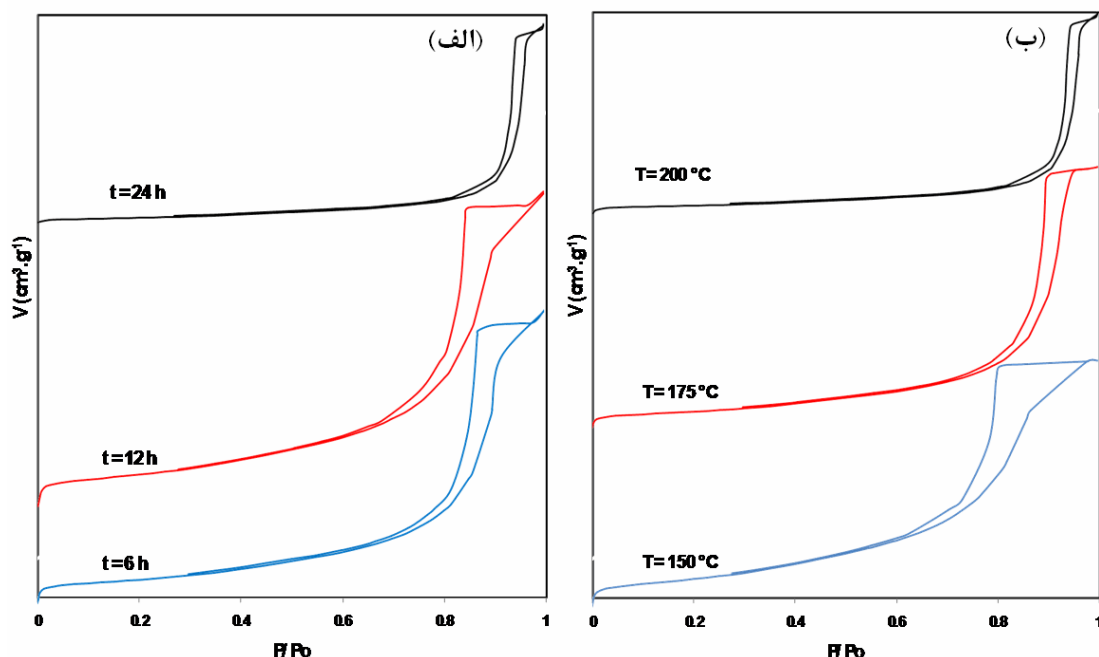
۳-۴- آنالیز جذب و واجذب نیتروژن

در این آنالیز برای عملیات جذب و دفع از نیتروژن بخاطر اینکه براحتی به سطح جامد جذب می‌شود استفاده گردید. شکل ۷ (الف) ایزوترم‌های جذب و دفع نیتروژن را برای نمونه‌های بوهمیت سنتز شده در زمان‌های ۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت را نشان می‌دهد. هر سه نمونه سنتز شده دارای منحنی‌های نوع IV با حلقه‌های پسماند^۱ می‌باشند. ایزوترم‌های نوع IV مشخص می‌نمایند که نمونه سنتز شده بصورت مزوپروس^۲ می‌باشند. لازم بذکر است که مواد مزوپروس به موادی اطلاق می‌گردد که محدوده اندازه حفرات تشکیل دهنده آنها بین ۲ تا ۵۰ نانومتر باشند. شکل ۷ (ب) ایزوترم‌های جذب و دفع نیتروژن را برای نمونه‌های سنتز شده در

¹ Hysteresis loop

² Mesoporous

دماهای ۱۵۰، ۱۷۵ و ۲۰۰°C را نشان می‌دهد. در این حالت نیز نمونه‌های سنتز شده دارای منحنی‌های نوع IV می‌باشند که نشان از مزوپروس بودن نمونه‌های سنتز شده می‌باشد. لازم بذکر است برای حالتی که نمونه بوهمیت به صورت نانومکعب می‌باشد حجم داخل حلقه‌های پسماند کمتر از حالتی است که نمونه‌ها بصورت ذرات تقریباً کروی می‌باشند. برای تأیید مزوپروس بودن نمونه‌های سنتز شده توزیع قطر حفرات در شکل ۸ برای نمونه‌های سنتز شده توسط روش BJH نشان داده شده است. در این نمودارها بخوبی مزوپروس بودن ذرات نشان داده شده است.

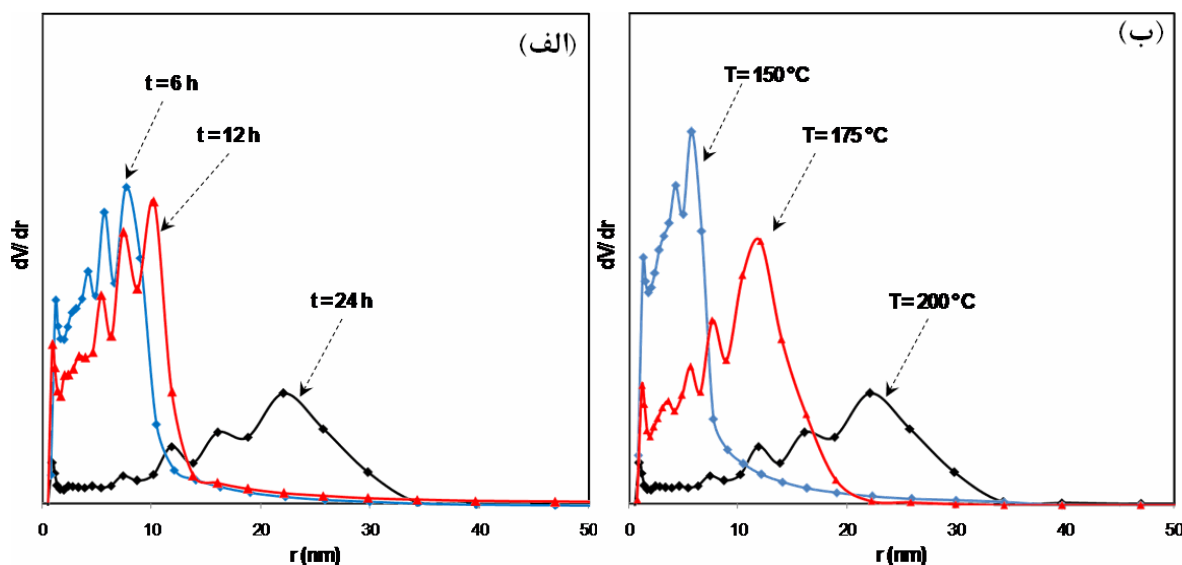


شکل ۷- الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز در دمای ثابت ۲۰۰°C و

ب) تاثیر دماهای مختلف سنتز در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر نمودارهای جذب و دفع نیتروژن نمونه‌های بوهمیت

شکل ۸ الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز ۶، ۱۲ و ۲۴ ساعت در دمای ثابت ۲۰۰°C بر اندازه حفرات نمونه‌های سنتز شده را نشان می‌دهد. با توجه به این شکل متوسط قطر حفرات بدست آمده برای نمونه‌های سنتز شده در زمان‌های ۶ و ۱۲ ساعت حدود ۱۰ نانومتر و برای نانومکعب‌های سنتز شده در زمان ۲۴ ساعت حدود ۲۵ نانومتر می‌باشند. بطور مشابه در شکل ۸ ب) تاثیر دماهای مختلف سنتز ۱۵۰°C، ۱۷۵°C و ۲۰۰°C در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر اندازه حفرات نمونه‌ها را نشان می‌دهد که در دمای سنتز ۱۵۰°C اندازه متوسط قطر حفرات حدود ۶ نانومتر و در دمای ۱۷۵°C حدود ۱۰ نانومتر و در نهایت برای دمای سنتز ۲۰۰°C حدود ۲۵ نانومتر می‌باشد.

جدول ۱ نتایج سطح ویژه، حجم حفرات و قطر متوسط حفرات نمونه‌های بوهمیت در شرایط مختلف سنتز را نشان می‌دهد. با توجه به این جدول نانوذرات بوهمیت سنتز شده در دمای ۲۰۰°C و زمان ۱۲ ساعت دارای بیشترین سطح ویژه (۱۳۷ m²/g) و حجم حفرات (۰/۴۸۵۳ cm³/g) می‌باشند.



شکل ۸- الف) تاثیر زمان‌های مختلف سنتز در دمای ثابت ۲۰۰°C

و ب) تاثیر دماهای مختلف سنتز در زمان ثابت ۲۴ ساعت بر اندازه حفرات نمونه‌های بوهمیت.

جدول ۱- سطح ویژه، حجم حفرات و قطر متوسط حفرات نمونه‌های بوهمیت سنتز شده در شرایط مختلف.

شماره	بوهمیت	سطح ویژه (m ² /g)	حجم حفرات (cm ³ /g)	متوسط قطر ذرات (nm)
۱	سنتز شده در دمای ۱۵۰°C در زمان ۲۴ ساعت	۱۳۶	۰/۳۹۷۱	۱۱
۲	سنتز شده در دمای ۱۷۵°C در زمان ۲۴ ساعت	۷۸	۰/۴۱۱۰	۲۱
۳	سنتز شده در دمای ۲۰۰°C در زمان ۲۴ ساعت	۳۵	۰/۳۰۹۴	۳۶
۴	سنتز شده در دمای ۲۰۰°C در زمان ۱۲ ساعت	۱۳۷	۰/۴۸۵۳	۱۴
۵	سنتز شده در دمای ۲۰۰°C در زمان ۶ ساعت	۱۰۴	۰/۴۵۱۷	۱۸

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق، تاثیر دما و زمان سنتز بر خصوصیات نانوذرات بوهمیت سنتز شده با استفاده از روش آب گرمایی و استفاده از عامل رسوب ساز هیدروکسید سدیم و پیش ماده نیترات آلومینیوم در pH بازی ۱۰ بررسی گردید. برای تعیین خصوصیات نمونه‌های بوهمیت سنتزی از آنالیزهای XRD، FT-IR، FESEM، TEM و جذب و دفع نیتروژن استفاده شد تا خواصی از جمله اندازه ذرات، مورفولوژی و سطح ویژه آنها بررسی شود. نتایج آنالیزهای XRD و FT-IR نشان دادند که فاز بوهمیت خالص تشکیل شده است و بدون هیچ ناخالصی می‌باشد که با الگوهای استاندارد نیز توافق دارد و نتایج تصاویر TEM و FESEM نشان دادند که بوهمیت حاصل در مقیاس نانومتری تهیه شده‌اند. نتایج آنالیز جذب و دفع نیتروژن نشان دادند که نمونه‌های سنتز شده بصورت مزوپروس (یعنی اندازه حجم حفرات در محدوده ۲ تا ۵۰ نانومتر) می‌باشند. بطور کلی افزایش دما و زمان سنتز باعث تشکیل بوهمیت با بلورینگی بیشتر می‌گردد. سطح ویژه، حجم حفرات و متوسط اندازه ذرات بدست آمده برای

نمونه سنتز شده در دمای 200°C و زمان ۱۲ ساعت به ترتیب حدود $137\text{ m}^2/\text{g}$ ، $0.4853\text{ cm}^3/\text{g}$ و ۱۴ نانومتر می‌باشد بنابراین چنین بوهمیتی بدلیل ابعاد نانومتری و سطح ویژه بالا می‌تواند در صنایع مختلف بعنوان جاذب، پایه کاتالیست، تقویت کننده در سرامیک‌ها و بعنوان پیش ماده در سنتز نانوذرات گاما-آلومینا بکار رود.

مراجع

- [1] Liu Y., Li X., Xu Z., Hu Z., "Preparation of flower-like and rod-like boehmite via a hydrothermal route in a buffer solution", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol.71, pp. 206–209, 2010.
- [2] Yun Y., Lee J.H., Choi J., Cheon J., Symmetry-controlled colloidal nanocrystals: Nonhydrolytic chemical synthesis and shape determining parameters *J. Physical Chemistry B*, Vol.109 ,pp. 14795-14806, 2005.
- [3] Mishra D., Anand S., Panda R. K., Das R.P., "Effect of anions during hydrothermal preparation of boehmites", *Materials Letters*, Vol. 53, pp. 133-137, 2002.
- [4] Reches M., Gazit E., "Casting Metal Nanowires within discrete self-assembled peptide nanotubes", *Science*, Vol. 300, pp. 625-627, 2003.
- [5] Fang X. S., Ye C. H., Zhang L. D., Xie T., "Twinning mediated growth of Al_2O_3 nanobelts and their enhanced dielectric responses", *Advanced Material*, Vol. 17, pp. 1661-1665, 2005.
- [6] Yoldas B. E., "Alumina Gels that Form Porous Transparent Al_2O_3 ", *Journal Material Science*, Vol. 10[11], pp. 1856–1860, 1975.
- [7] Yoldas B. E., "Hydrolysis of Aluminium Alkoxides and Bayerite Conversion," *Journal Applied Chemistry and Biotechnology*, Vol. 23, pp. 803–809, 1973.
- [8] Music S., Dragevic D., Popovic S., "Hydrothermal Crystallization of Boehmite Sol from Freshly Prepared Aluminium Hydroxide," *Material Letters*, Vol. 40[6], pp. 269–274, 1999.
- [9] Zhang M., Zhang R., Xi G.C., Liu Y., Qian Y. T., "From Sheets to Fibers: A Novel Approach to AlOOH and Al_2O_3 1D Nanostructures", *Journal Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 6, pp. 1437-1440, 2006.
- [10] Zhang L., Cheng B., Shi W. S., Samulski E. T., "In-situ electrochemical synthesis of 1-dimensional alumina nanostructures", *Journal Material Chemistry*, Vol. 15, pp. 4889-4893, 2005.

- [11] Qu L. H., He C. Q., Yang Y., He Y. L., Liu Z. M., "Hydrothermal synthesis of alumina nanotubes templated by anionic surfactant", *Materials Letters*, Vol. 59, pp. 4034-4037, 2005.
- [12] Yu Z. Q., Wang C. X., Gu X. T., Li C., "Photoluminescent properties of boehmite whisker prepared by sol-gel process", *Journal of Luminescence*, Vol. 106, pp. 153-157, 2004.
- [13] Liu S., Wehmschulte R. J., Burba C. M., "Synthesis of novel nanostructured γ -Al₂O₃ by pyrolysis of aluminiumoxyhydride-HAlO", *Journal Material Chemistry*, Vol. 13, pp. 3107-3111, 2003.
- [14] Bugosh J., "Colloidal Alumina—The Chemistry and Morphology of Colloidal Boehmite", *Journal Physics and Chemistry*, Vol. 65, pp. 1789-1793, 1961.
- [15] He T. B., Xiang L., Zhu W. C., Zhu S. L., "H₂SO₄-assisted hydrothermal preparation of γ -AlOOH nanorods", *Materials Letters*, Vol. 62, pp. 2939-2942, 2008.
- [16] Mathieu Y., Lebeau B., Valtchev V., "Control of the morphology and particle size of boehmite nanoparticules synthesized under hydrothermal conditions", *Langmuir*, Vol. 23, pp. 9435-9442, 2007.
- [17] Li Y. Y., Liu J. P., Jia Z., "Fabrication of boehmite AlOOH nanofibers by a simple hydrothermal process", *Materials Letters*, Vol. 60, pp. 3586-3590, 2006.
- [18] Zhang L., Lu W., Cui R., Shen Sh., "One-pot template-free synthesis of mesoporous boehmite core-shell and hollow spheres by a simple solvothermal route", *Materials Research Bulletin*, Vol. 45, pp. 429-436, 2010.