



بررسی اثر pH و زمان چرخش بر خواص ریزساختاری و مورفولوژی نانوذرات TiO₂

سید حمید کازرونی زاده^۱، صاحبعلی منافی^{*}،^۱ و فاطمه میرجلیلی^۲

۱- گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد شاهرود، شاهرود، ایران

۲- گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد میبد، میبد، ایران

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۹۶/۰۱/۲۷، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۹۶/۰۴/۱۴، تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۹۶/۰۶/۱۲

چکیده

در این تحقیق نانوذرات دی اکسید تیتانیم با استفاده از روش سل-ژل تهیه گردید و اثر pHهای مختلف و زمانهای چرخش مختلف بر نوع فازها و توزیع اندازه ذرات مورد پژوهش قرار گرفت. در نهایت پس از سنتز نمونه‌ها، روی آنها تست‌های XRD و FTIR انجام گرفت. نتایج نشان داد که در pH=۳/۵ و زمان چرخش ۳۶ h کوچکترین اندازه ذرات را با اندازه تقریباً ۲۵ nm بدست می‌آید. بررسی‌های فازی نشان داد که در این شرایط نانوذرات TiO₂ مخلوطی از فازهای آاناتاز و روتایل هستند. نتایج حاصل از FTIR برای همه نمونه‌های سنتز شده، ارتعاشات باندهای مولکول‌های TiO₂ را نشان دادند.

واژه‌های کلیدی: نانوذرات، دی اکسید تیتانیم، آاناتاز، روتایل.

۱- مقدمه

نانوذرات دی اکسید تیتانیم، دو ویژگی بسیار خاص و جالب دارند که این امر، کاربردهای ویژه‌ای به این ماده داده‌اند. این دو خاصیت عبارتند از: خاصیت فوتوکاتالیستی و خاصیت آبدوستی که این خواص موجب شده است نانوذرات دی اکسید تیتانیم در سطوح خود تمیزشونده، سطوح ضد میکروب، تصفیه آب و هوا و نیمه‌رساناها کاربرد داشته باشند [۲،۳]. تاکنون روش‌های متعددی برای سنتز نانوذرات دی اکسید تیتانیم مورد استفاده قرار گرفته است. مهمترین این روش‌ها شامل هیدروترمال [۴،۵]، مکانوشیمیایی [۶]، روش

دی اکسید تیتانیم یک ماده معدنی و اکسید فلزی، متشکل از عناصر تیتانیم و اکسیژن با فرمول شیمیایی TiO₂ است. دی اکسید تیتانیم دارای سه شکل بلوری شامل آاناتاز، روتایل و بروکیت می‌باشد. معمولاً در دماهای پایین دی اکسید تیتانیم به شکل فاز آاناتاز متبلور می‌شود. با بالا رفتن دما، فاز نیمه پایدار آاناتاز در یک استحاله به فاز پایدار روتایل تغییر حالت می‌دهد [۱].

* عهده‌دار مکاتبات: صاحبعلی منافی

نشانی: شاهرود، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شاهرود، گروه مهندسی مواد

تلفن: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، دورنگار: ۰۲۳-۳۲۳۹۴۲۸۳، پست الکترونیکی: a_manafi@iau-shahrood.ac.ir

افزایش آب اولیه موجب ایجاد پودرها با تبلور بیشتر و راحت تر بدون ته نشینی می شود [۱۹]. همچنین مطالعاتی روی سنتز دما پایین و مشخصات فاز آاناتاز نانوپودر TiO_2 تولیدی به روش سل-ژل با اسید استیک صورت گرفت. نتایج نشان دادند که با روش خاص انجام شده در این تحقیقات علیرغم دمای پایین سنتز، نانوپودر TiO_2 با فاز آاناتاز تشکیل شده‌اند. همچنین با افزایش اسید استیک فاز آاناتاز سریع تر تشکیل شده و انرژی تشکیل کاهش می یابد [۲۰-۲۲].

با توجه به موارد فوق بدست آوردن نانوذرات TiO_2 که حاوی دو فاز آاناتاز و روتایل باشد و همچنین ذرات فاقد آگلومراسیون و دارای پراکندگی مناسب باشند مشکل می باشد. لذا هدف از انجام این پژوهش سنتز نانوذرات دی اکسید تیتانیم به روش سل-ژل است و از آنجائیکه نانوذرات بدلیل اندازه ذرات بسیار ریز و نسبت سطح به حجم زیاد، تمایل به آگلومره شدن و واکنش پذیری زیادی دارند لذا سعی بر این است تا با بررسی اثرات pH و زمان های چرخش گوناگون بتوان نانوذراتی با نوع فازهای پراکندگی مناسب و با دانه بندی ریز بدست آورد.

۲- فعالیت های تجربی

در این پژوهش برای تهیه نانوذرات تیتانیم، مواد تیتانیم ایزوپروپوکساید (۹۸٪، مرک آلمان)، اتانول (۹۹/۵٪، مرک آلمان)، آب مقطر، هیدروکلریدریک اسید (۳۷٪، مرک آلمان) و آمونیاک دارای خلوص بالا ۹۷٪ از شرکت مرک آلمان مورد استفاده قرار گرفتند.

در مرحله اول برای سنتز نانوذرات از روش سل-ژل ابتدا مقدار ۲/۵ میلی لیتر تیتانیم ایزوپروپوکساید در ۱۲/۵ میلی لیتر اتانول توسط همزن مغناطیسی حل گردید. سپس قطره قطره به محلول ۲ میلی لیتر آب مقطر اضافه و در نهایت برای تنظیم $pH=1/8$ قطره قطره هیدروکلریدریک اسید به محلول اضافه گردید. نمونه به مدت ۲۴ h همزده شده و سپس دما را آرام آرام بالا برده تا رطوبت محلول (سل) گرفته و به ژل تبدیل

پلاسمای حرارتی با فرکانس رادیویی [۷]، روش چگالش از بخار شیمیایی [۸] و سل-ژل [۹] می باشند. از میان روش های نام برده روش سل-ژل دارای مزیت های توزیع اندازه ذرات ریز، کنترل ترکیب شیمیایی و ایجاد لایه نازک روی سطوح می باشد [۱۰].

در سال ۲۰۰۷ Venkatachalam و همکاران نانوذرات TiO_2 را به روش سل-ژل تولید کردند. در این کار از مواد تیتانیم ایزوپروپوکساید، اسید استیک و آب با نسبت مولی مشخص استفاده شد. نتایج نشان داد که این روش برای تولید این پودر معیوب است و علت آن گرایش به آگلومره شدن سریع در برابر کریستاله شدن است. البته مشخص شد که دمای کلسینه بالا موجب ایجاد اندکی ذرات کریستالی TiO_2 شده است [۱۱]. همچنین محققان بر تغییرات ریزساختاری TiO_2 با استفاده از امواج فراصوتی روی تکنیک سل-ژل پرداختند. نتایج نشان داد که پودر کریستالی در این فرآیند به طور کامل تشکیل شده است و امواج فراصوت با سل موجب تسریع فرآیند تبلور می شود. این کار موجب صرفه جویی در زمان و انرژی می شود [۱۲-۱۴].

فلاح و همکاران در سال ۲۰۱۴ به مطالعه تاثیر دمای پخت بر خواص الکتریکی و نوری نانوذرات TiO_2 در حضور نیویم به روش سل-ژل پرداختند. نتایج نشان داد که پخت دو مرحله ای در اتمسفر خلا موجب افزایش قابل ملاحظه رسانایی فیلم می شود. همچنین در این حالت مقاومت الکتریکی نیز به صورت محسوسی کاهش می یابد [۱۵].

همچنین بررسی هایی روی خواص ریزساختاری TiO_2 بدست آمده به روش سل-ژل در حضور یون جیوه و تاثیر دمای پخت صورت گرفت. حضور یون های جیوه موجب ایجاد بهتر نانوساختار و رشد آن می گردد. علاوه بر این در حضور یون های جیوه قدرت بازتابندگی فیلم ایجاد شده به شدت افزایش می یابد [۱۶-۱۸].

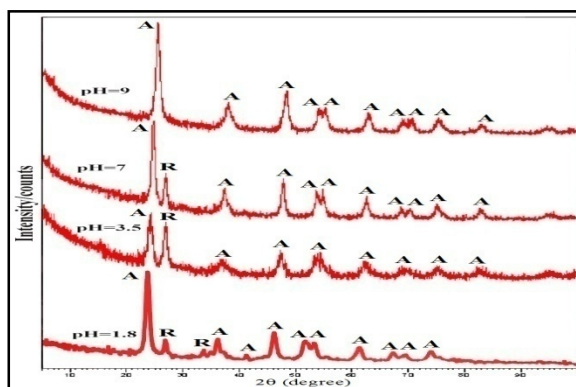
در سال ۲۰۱۵ Agartan و همکاران به مطالعه مقدار آب اولیه و دمای تکلیس بر خواص فتوکاتالیستی نانو پودر TiO_2 تولیدی به روش سل-ژل پرداختند. مشاهده گردید که

ریزساختار توسط میکروسکوپ الکترونی عبوری (فیلیپس-Zeiss-آلمان) مورد بررسی قرار گرفت.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی های آنالیز فازی

نتایج حاصل از آنالیز XRD نمونه های سنتز شده در pH های ۱/۸، ۳/۵، ۷ و ۹ در شکل ۱ نشان داده شده اند. الگوی پراش اشعه ایکس برای سه نمونه سنتز شده در pH های ۱/۸، ۳/۵ و ۷ تقریباً یکسان بوده و نانوذرات TiO_2 سنتز شده مخلوطی از دو فاز آاناتاز و روتایل است. الگوی پراش نمونه سنتز شده در pH=۹ متفاوت از سایر نمونه ها بوده و در آن فقط پیک های مربوط به فاز آاناتاز مشاهده شده و فاز روتایل مشاهده نمی شود. همانطور که مشاهده می شود با افزایش pH، از میزان فاز روتایل کاسته شده و به میزان فاز آاناتاز افزایش می یابد، تا جایی که در pH=۹، نانوذرات TiO_2 سنتز شده فقط حاوی فاز آاناتاز است. این بدین علت می باشد که در pH پایین تر چون اکسیژن گیری به خوبی انجام نمی شود و عمل اکسیداسیون در بین لایه های خطی صورت می گیرد باعث رشد خطی در امتداد صفحه کاتیون ها می شود در نتیجه هر دو فاز روتایل و آاناتاز مشاهده می شود. اما در pH بالاتر ۹ چون عمل اکسیژن گیری بخوبی صورت می گیرد دنس شدن ماده به صورت زاویه دار صورت می گیرد و باعث چیده شده زاویه دار و تشکیل فقط فاز آاناتاز می گردد [۲۵].



شکل ۱: XRD نانوذرات TiO_2 سنتز شده در pH های مختلف.

شود. ژل آماده شده درون خشک کن با دمای $100^\circ C$ به مدت ۸ h قرار گرفت و در نهایت در دمای $450^\circ C$ به مدت ۲ h سینتر گردید.

در مرحله دوم اثر بررسی pH های مختلف (۱/۸، ۳/۵، ۷ و ۹) بر نانوذرات TiO_2 مورد بررسی قرار گرفت. در این مرحله نیز محلول های فوق را تهیه نموده و در نهایت در pH=۴ مختلف با اضافه کردن هیدروکلریدریک اسید برای pH های ۱/۸ و ۳/۵ و افزودن آمونیاک برای pH های ۷ و ۹ محلول ها تهیه گردیده و بعد از چرخش زمان ۲۴ h نمونه به ژل تبدیل شده و بعد از خشک کردن در دمای $450^\circ C$ به مدت ۲ h پخت می گردند.

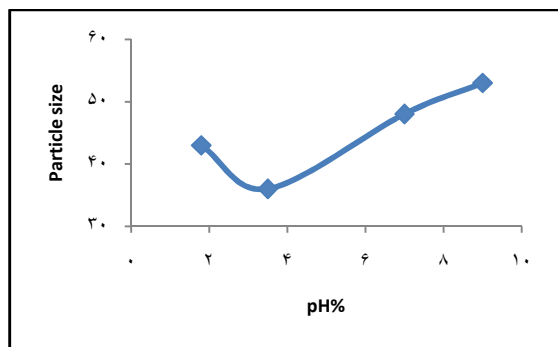
در مرحله نهایی با انتخاب pH=۳/۵ محلول تیتانیم ایزوپروپوکساید را تهیه نموده و در زمان های چرخش ۱۲، ۳۶ و ۴۸ h عمل چرخش صورت می گیرد. همانطور که ذکر شد بعد از تبدیل سل آن را به ژل تبدیل نموده و در دمای $100^\circ C$ خشک و در نهایت در دمای $450^\circ C$ به مدت ۲ h کلسینه می گردد.

بررسی های فازی و ریزساختاری با استفاده از دستگاه XRD مدل PW1800 با تابش موج $CuK\alpha$ در محدوده $2\theta=10-60^\circ$ تبدیل فوریه طیف سنج مادون قرمز (FTIR) توسط اسپکتروم Perkin Elmer با استفاده از روش UATR مورد استفاده قرار گرفت.

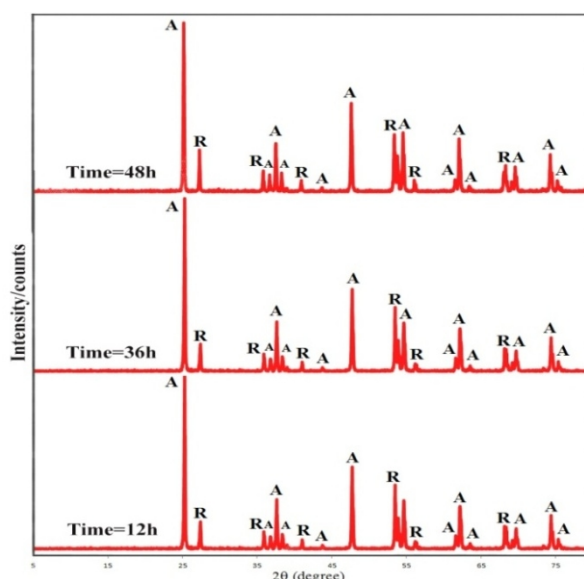
برای مقایسه اندازه ذرات از رابطه شرر استفاده شد. رابطه شرر به صورت زیر:

$$\tau = K\lambda / \beta \cos \theta \quad (1)$$

در این رابطه K ضریب شکل بلور بوده و به طور متوسط ۰/۹ در نظر گرفته می شود. λ طول موج اشعه ایکس بر حسب نانومتر، β پهنای پیک در نصف ارتفاع ماکسیمم بر حسب رادیان، θ زاویه پراش بر حسب درجه و τ اندازه متوسط ذرات بر حسب نانومتر است [۲۳، ۲۴].



شکل ۲: نمودار اندازه ذرات سنتز شده در pHهای مختلف.



شکل ۳: آنالیز اشعه ایکس نمونه‌های TiO₂ سنتز شده در pH=۳/۵ و زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶، و ۴۸ h.

جدول ۲: میانگین اندازه ذرات سنتز شده در pH=۳/۵ و زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶، و ۴۸ h طبق رابطه شر.

| τ | θ | β | ساعت |
|----|--------|--------|------|
| ۴۹ | ۲۵/۳۹۴ | ۰/۰۰۲۹ | ۱۲ |
| ۲۲ | ۲۵/۳۷۹ | ۰/۰۰۲۱ | ۳۶ |
| ۳۸ | ۲۵/۳۵۵ | ۰/۰۰۳۷ | ۴۸ |

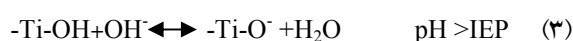
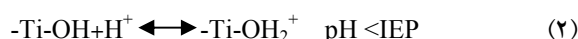
بنابراین در pH=۳/۵ بهترین پراکندگی مشاهده می‌شود. چون با بالا رفتن pH مقدار پتانسیل زتا کاهش می‌یابد که خود باعث کاهش اختلاف پتانسیل بین فاز پخش شده و محیط اطراف آن که عامل اصلی دافعه بین ذرات است می‌شود. در چنین شرایطی نیروی واندروالس قدرت عمل پیدا کرده و

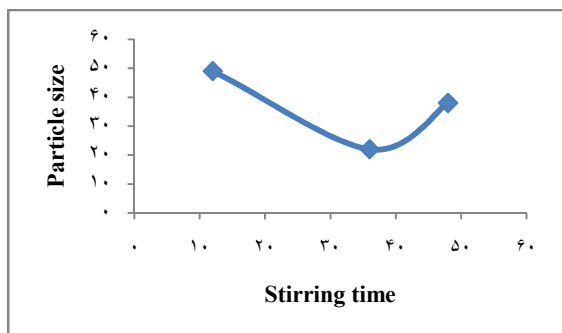
جدول ۱: میانگین اندازه ذرات سنتز شده در pHهای مختلف طبق رابطه شر.

| τ | θ | β | pH |
|----|-------|--------|-----|
| ۴۳ | ۲۵/۳۹ | ۰/۰۰۳۲ | ۱/۸ |
| ۳۶ | ۲۵/۳۳ | ۰/۰۰۳۹ | ۳/۵ |
| ۴۸ | ۲۵/۳۸ | ۰/۰۰۲۹ | ۷ |
| ۵۳ | ۲۵/۴۱ | ۰/۰۰۲۶ | ۹ |

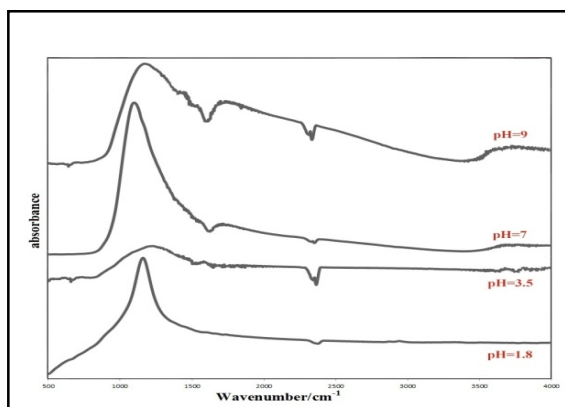
جدول ۱ میانگین اندازه ذرات سنتز شده در pHهای مختلف طبق رابطه شر را نشان می‌دهد. مشاهده گردید نمونه سنتز شده در pH=۳/۵ با اندازه متوسط ۳۶ nm، کوچکترین اندازه را در بین نمونه‌های سنتز شده دارد و بزرگترین اندازه با مقدار ۵۳ nm متعلق به نمونه سنتز شده در pH=۹ است. این نتایج در شکل ۲ نیز آورده شده است.

پژوهشگران به این نتیجه رسیدند که بعد از پخش شدن ذرات در حلال نانوذرات تمایل به آگلومره شدن دارند و پتانسیل الکتریکی بوسیله یک لایه دوگانه الکتریکی به نام لایه زتا که شامل لایه‌های داخلی و خارجی است توسعه داده می‌شود. وقتی که تمام ذرات معلق شده دارای بار مشابه باشند، تمایل به جدا کردن و آگلومره نشدن دارند و درجه دافعه ذرات رسوب کرده با پتانسیل زتا رابطه مستقیم دارد. زمانی که پتانسیل زتای محلول بالای ۳۰ eV یا پایین ۳۰ eV قرار دارد، پایدار است. با افزایش pH پتانسیل زتا کاهش می‌یابد تا به نقطه‌ای می‌رسد که پتانسیل زتا برابر صفر می‌شود که به آن نقطه ایزوالکتریک (IEP) می‌گویند [۱۱، ۲۶، ۲۷]. به علت محیط مرطوب سطح نانوذرات دی اکسید تیتانیم با گروه‌های هیدروکسیل پوشانده شده و سطوح گروه‌های تیتانول (Ti-OH) آمورف هستند که معادله یونیزه شدن آنها به صورت زیر می‌باشد:

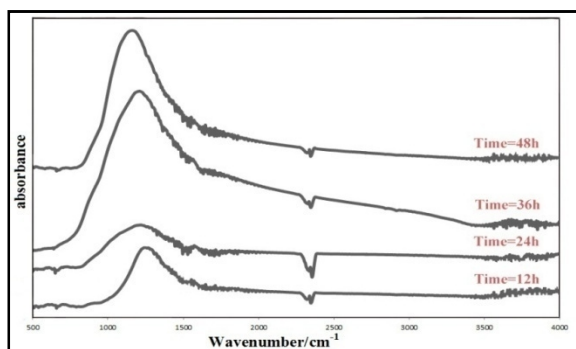




شکل ۴: میانگین اندازه ذرات سنتز شده در زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶ و ۴۸ h.



شکل ۵: طیف FTIR نمونه‌های سنتز شده در pHهای مختلف.



شکل ۶: طیف FTIR نمونه‌های سنتز شده در pH=3/5 و زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶ و ۴۸ h.

محدوده $2400-2300 \text{ cm}^{-1}$ نیز باندها مربوط به ارتعاش باند C-O ناشی از مولکول‌های CO_2 موجود در هواست [۲۸، ۲۴، ۱۳] که این نتایج با نتایج XRD هماهنگی دارد و وجود فازهای حاوی TiO_2 را تایید می‌کند.

نتایج حاصل از FTIR نیز برای نمونه‌های سنتز شده در pH=3/5 و زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶ و ۴۸ h در شکل ۶

موجب چسبیدن ذرات بهم شده و آگلومره شدن افزایش می‌یابد [۲۸].

شکل ۳ نتایج XRD روی نمونه‌های TiO_2 سنتز شده در pH=3/5 و زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶ و ۴۸ h را نشان می‌دهد.

نتایج نشان می‌دهد الگوی پراش اشعه ایکس برای ذرات سنتز شده در هر سه زمان چرخش، تقریباً یکسان بوده و فقط ارتفاع پیک‌ها کمی متغیر است. در هر سه زمان چرخش ذرات ترکیبی از فازهای روتایل و آناتاز هستند و زمان چرخش اثری روی تغییرات فازی نداشته است.

جدول ۲ و شکل ۴ میانگین اندازه ذرات سنتز شده در pH=3/5 و زمان‌های چرخش ۱۲، ۳۶ و ۴۸ h طبق رابطه شرر را نشان می‌دهد. طبق رابطه شرر، کوچکترین ذرات سنتز شده متعلق به زمان چرخش ۳۶ h با 22 nm و بزرگترین اندازه متعلق به زمان چرخش ۱۲h ساعت با 49 nm است. همانطور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان چرخش تا ۳۶ ساعت اندازه ذرات کوچکتر می‌شود و در زمان ۳۶ h به مقدار مینیمم رسیده ولی با افزایش زمان چرخش تا ۴۸ h اندازه ذرات به علت بهم چسبیدن و آگلومره شدن آنها بزرگتر می‌شود.

این اثر احتمالاً بعلاوه نیروهای براونی می‌باشد که منجر به تجمع ذرات می‌گردد. علاوه بر این حرارت ایجاد شده در زمان چرخش طولانی‌تر ممکن است عاملی برای افزایش جنبش ذرات و تجمع ذرات پخش شده باشد. همچنین افزایش دما باعث افزایش فشار جاب‌ها می‌گردد و ترکیدن آنها را مشکل می‌کند [۲۹].

نتایج حاصل از FTIR نیز برای نمونه‌های سنتز شده در pHهای مختلف در شکل ۵ آورده شده‌اند. باندها در محدوده $400-800 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاش باندهای Ti-O-Ti و باند Ti-O-O است و پیک در 1700 cm^{-1} مربوط به ارتعاش هیدروکسیل O-H، ناشی از جذب سطحی مولکول‌های آب است. در محدوده $3500-3900 \text{ cm}^{-1}$ باندها مربوط به ارتعاش باند هیدروکسیل O-H مولکول‌های آب می‌باشد و در

- [۳] عباس حاجی پور، "مروری بر سنتز نوع سل-ژل نانو TiO_2 کاربردهای آن"، مجله نساجی امروز، شماره ۱۴۴، مهر ۱۳۹۳، ۷۴-۷۸.
- [۴] محسن بهپور و هاجر خلیلیان، "مروری بر کاربردهای ویژه نانوذرات دی اکسید تیتانیم"، ماهنامه فناوری نانو، شماره ۱۱، بهمن ۱۳۹۲، ۵-۱.
- [۵] مریم سالاری و همکاران، "روش های سنتز نانوذرات دی اکسید تیتانیم"، فصلنامه سرامیک ایران، شماره ۱۰، تابستان ۱۳۸۶، ۴۴-۳۶.
- [6] J. Yang, S. Mei, J. Ferreira, *Materials Science and Engineering: C*, **15**, 2001, 183.
- [7] P. Billik, G. Plesch, *Scripta Materials*, **56**, 2007, 979.
- [8] J.G. Li, H. Kamiyama, X.H. Wang, Y. Moriyoshi, T. Ishigaki, *Journal of the European Ceramic Society*, **26**, 2006, 423.
- [9] J. Yu, S. Kim, J. Lee, K. Ahn, *Nanostructured Materials*, **12**, 1999, 199.
- [10] S.I. Seok, J.H. Kim, *Materials chemistry and physics*, **86**, 2009, 176.
- [11] N. Venkatachalam, M. Palanichamy, V. Murugesan, *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, **273**, 2007, 177.
- [12] F. Abbas, R. Bensaha, and H. Tarore, *Comptes Rendus Chimie*, **17**, 2014, 1176.
- [13] T. Lopez, R. Gomez, E. Sanchez, F. Tzompantzi, L. Vera, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **22**, 2001, 99.
- [14] C. Leyva-Porras, A. Toxqui-Teran, O. Vega-Becerra, M. Miki-Yoshida, M. Rojas-Villalobos, M. Garcia-Guaderrama, J. Aguilar-Martinez, *Journal of Alloys and Compounds*, **647**, 2015, 627.
- [15] M. Fallah, M.R. Zamani-Meymian, R. Rahimi, M. Rabbani, *Applied Surface Science*, **316**, 2014, 456.
- [16] A. Yousefi, A. Allahverdi, P. Hejazi, *Construction and building materials*, **41**, 2013, 224.
- [17] K. Prasad, D. Pinjari, A. Pandit, S. Mhaske, *Ultrasonics Sonochemistry*, **17**, 2010, 409.
- [18] M.M. Karkare, *International Nano Letters*, **4**, 2014, 1.
- [19] L. Agartan, D. Kapusuz, J. Park, A. Ozturk, *Ceramics International*, **41**, 2015, 12788.
- [20] H. Milani, Moghaddam, S. Nasirian, *Iranian Journal of Physics Research*, **11**, 2012, 411.
- [21] R. Antoine, M. Dalod, L. Henriksen, T. Grande, M. Einarsrud, *J. Nanotechnol.*, **8**, 2017, 304.
- [22] C. Divyal, B. Janarthanan, S. Premkumar, J. Chandrasekaran, *Journal of Advanced Physical Sciences*, **1**, 2017, 4.
- [23] S. Piskin, S.Kasab, M. Yilmaz, *International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering*, **10**, 2016, 116.
- [24] A. Poursani, A. Nilchi, A. Hassani, S. Shariat, J. Nouri, *Journal of Water Resource and Protection*, **8**, 2016, 438.
- [25] F. Kamill, K. Hubiter, T. Abed, A. Amiery, *Journal of Nanoscience and Technology*, **2**, 2016, 37.
- [26] T. Phonkhokonga, T. Thongtem, S. Thongtem, A. Phuruangra, W. Promnopa, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, **11**, 2016, 81.
- [27] S. Saja, A. Taweel, R. Haider, *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, **8**, 2016, 620.
- [28] A. Rostami, Gharakhlou M. Nasiri-Sarvi, *Materials Research Express*, **4**, 2017, 22.
- [29] V. Vetrivel, K. Rajendran, V. Kalaiselvi, *International Journal of Chem. Tech. Research*, **7**, 2015, 1990.
- [30] Y. Tao, Z. Han, Z. Cheng, Q. Liu, F. Wei, K. Ting, X. Jiang, *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*, **3**, 2015, 29.

آورده شده‌اند. همانطور که مشاهده می‌گردد منحنی‌های FTIR در این مرحله نیز مشابه FTIR حالت قبلی هستند. در اینجا نیز باندها در محدوده $400-800 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاش باند Ti-O-Ti و باند Ti-O-O است. پیک 1700 cm^{-1} مربوط به ارتعاش باند هیدروکسیل O-H، ناشی از جذب سطحی مولکول‌های آب است. محدوده $3500-3900 \text{ cm}^{-1}$ نیز مربوط به ارتعاش باند هیدروکسیل O-H است. پیک‌های محدوده $2300-2400 \text{ cm}^{-1}$ نیز مربوط به ارتعاش باند C-O ناشی از مولکول‌های CO_2 موجود در هواست. اما با افزایش زمان چرخش تا ۴۸ ساعت از شدت باندهای هیدروکسیل O-H کاسته می‌شود که بعلت تبخیر آب و کاهش آن می‌باشد [۲۹، ۳۰].

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش نانوذرات TiO_2 به روش سل-ژل سنتز شد و اثرات pHهای مختلف و زمان‌های چرخش مختلف مورد بررسی قرار گرفت. مشاهده گردید که با افزایش pH محلول، از میزان فاز روتایل کاسته شده و بر میزان فاز آاناتاز افزوده می‌شود. نتایج نشان داد که با افزایش زمان چرخش تا ۳۶ h ذرات دارای توزیع مناسب‌تر و بدون آگلومره شدن می‌باشند. کوچکترین اندازه ذرات در $\text{pH}=3/5$ و زمان چرخش ۳۶ h در محدوده ۲۵ تا ۳۰ nm بدست آمده است.

مراجع

- [۱] علیرضا محجوب و همکاران، "سنتز TiO_2 نانو حفره به روش سل-ژل با استفاده از قالب کوپلیمر یونی بررسی خواص ساختاری، نوری و فوتوکاتالیستی"، یازدهمین کنگره سالانه انجمن مهندسی متالورژی ایران، ۱۳۸۶.
- [۲] سامره عزیزی و همکاران، "سنتز نانوذرات دی اکسید تیتانیم با استفاده از روش سل-ژل"، اولین کنفرانس ملی علوم و فناوری نانو، ۱۳۸۹.