روش‌های سنتز نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم

مریم سالاری، مسیح رضائی، سید محمد موسوی خویی، پیروز مرعشی، زهرا مصحفی

دانشکده‌ی مهندسی معدن، متالورژی و نفت، دانشگاه صنعتی امیرکبیر
rezaee.masih@gmail.com

چکیده: *امروزه، نانوذرات به دلیل خواص ویژه و همچنین کاربردهای تکنولوژیکی فراوانی که دارند، توجه بسیاری از پژوهشگران را به خود جلب کرده‌اند. در این میان، نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم به دلیل خواص نوری، الکتریکی و کاتالیستی بسیار عالی، دارای کاربردهای بسیار مهمی در صنایع مختلف می‌باشند. از جمله‌ی این کاربردها می‌توان به استفاده در رنگدانه‌های صنعتی، به عنوان فوتوکاتالیست در پاکسازی محیط زیست، در کرم‌های ضد آفتاب برای محافظت از پوست، در کاربردهای فوتوولتاییک برای سلول‌های خورشیدی، در اجزای دستگاه‌های الکترونیکی و بسیاری موارد دیگر اشاره نمود. خواص نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم وابستگی شدیدی به اندازه‌ی ذرات، عناصر یا ترکیبات دوپ شده و اصلاحات سطحی TiO_2 انجام شده بر روی آن‌ها دارد که به نوبه‌ی خود تحت تاثیر روش سنتز نانوذرات می‌باشند. به همین دلیل امروزه روش‌های سنتز نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند. در این مقاله مروری بر روش‌های مختلف سنتز نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم انجام گرفته است.*

لغات کلیدی: *دی‌اکسیدتیتانیوم، نانوذرات، سنتز، استحاله‌ی آناتاز به روتایل.*

۱- مقدمه

در سال‌های اخیر، سنتز نانوذرات سرامیکی به علت خواص نوری، الکترونیکی و قابلیت چگالش[1] بهتر، بسیار مورد توجه قرار گرفته است. در این میان نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم () خواص الکتریکی، نوری و فوتوکاتالیستی خوبی از خود نشان داده‌اند [۱]. کاربرد و کارآیی TiO_2 به شدت تحت تاثیر ساختار بلوری، شکل و اندازه‌ی ذرات آن است [۲]. بنابراین تلاش‌های بسیار زیادی برای تولید نانوذرات TiO_2 با اندازه، شکل و تخلخل کنترل شده جهت استفاده در لایه‌های نازک، سرامیک‌ها، کامپوزیت‌ها و کاتالیست‌ها صورت گرفته است [۱]. TiO_2 ماده‌ای است که در زمینه‌های گوناگونی چون رنگ‌ها، پلاستیک‌ها، مواد آرایشی، جوهرها، کاغذها و سنسورها کاربرد دارد [۳،۴]. افزایش کاربرد نانوذرات TiO_2 در زمینه‌های کاتالیستی، فوتوکاتالیستی و سنسورها، نیاز به استفاده از تجهیزات دقیق برای سنتز آن‌ها را تشدید نموده است [۳]. در بسیاری موارد، TiO_2 با استفاده از فرآیند سولفاتی و یا کلریدی تولید می‌شود، ولی ذرات تولید شده نسبتاً درشت بوده (در محدوده‌ی میکرونی) و از درجه‌ی خلوص پایینی برخوردار هستند. با افزایش نیاز به استفاده از نانوذرات TiO_2، تحقیقات زیادی در این زمینه انجام شده است. البته گران بودن نانوذرات TiO_2 که ناشی از فرآیندهای پیچیده‌ی سنتز آن‌ها است، تا حدی کاربرد این مواد را محدود کرده است. برای رفع این مشکل، باید فرآیندهای ساده‌ای توسعه یابد که با افزایش بازدهی تولید، قیمت نانوذرات را کاهش دهند [۴].

تاکنون روش‌های متعددی برای سنتز نانوذرات TiO_2 مورد استفاده قرار گرفته است که از آن جمله می‌توان به موارد زیر اشاره نمود: Li و همکارانش [۵] Zhang و همکارانش [۶] از روش هیدرولیز، Pavasupree و همکارانش [۷] از روش سل‌ـژل در حضور یک ماده‌ی فعال کننده‌ی سطحی، Colón و همکارانش [۸] از روش سل‌ـژل بر روی یک بستر از جنس کربن فعال شده)، Yang و همکارانش [۳] از روش هیدروترمال تحت حرارت و فشار، Murugan و همکارانش [۹] از روش مایکروویوهیدروترمال، Aymonier و همکارانش [۱۰] از روش هیدروترمال به کمک امواج فراصوتی، Billik و همکارش [۱۱] از روش مکانوشیمیایی،

[1] densification

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

Liqiang و همکارانش [۱۲] و Lin و همکارانش [۱۳] به ترتیب از دو روش سل–ژل و روش رسوب‌گذاری همگن در دماهای پایین و به دنبال آن آسیاب مکانیکی، Wang و همکارانش [۱۴] از روش مکانیکی، Li و همکارانش [۱۵] از روش پلاسمای حرارتی با فرکانس رادیویی. همچنین Oh [۱۶] از روش اکسیداسیون در هوا، Yu و همکارانش [۱۷] از چگالش شیمیایی از فاز بخار (CVC)[۲]، Shandan [۱۸] از پیرولیز در محیطی با فشار پایین، Sankapal و همکارانش [۱۹] از رسوب‌دهی شیمیایی و الکتروشیمیایی، Gao و همکارانش [۲] از آنیل کردن یک پیش‌ماده‌ی آمورف برای سنتز نانوذرات TiO_2 استفاده نموده‌اند. Yang و همکارانش [۲۰] از یک روش شامل خنثی‌سازی رسوبات به وجود آمده از واکنش $Ti(SO_4)$ با آمونیاک استفاده نمودند. Zhou و همکارانش [۲۱] نیز نانوذرات TiO_2 را از تیتانیوم اسفنجی سنتز کردند. Tingjie و همکارانش [۲۲] نانوپودرهای TiO_2 را به وسیله‌ی تابش مایکروویو به سل کلوئیدی[۳] هیدرات‌دی‌اکسیدتیتانیوم سنتز نمودند.

در این مقاله مروری بر روش‌های سنتز نانوذرات TiO_2 و مقایسه‌ی نتایج به دست آمده از این روش‌ها انجام گرفته است.

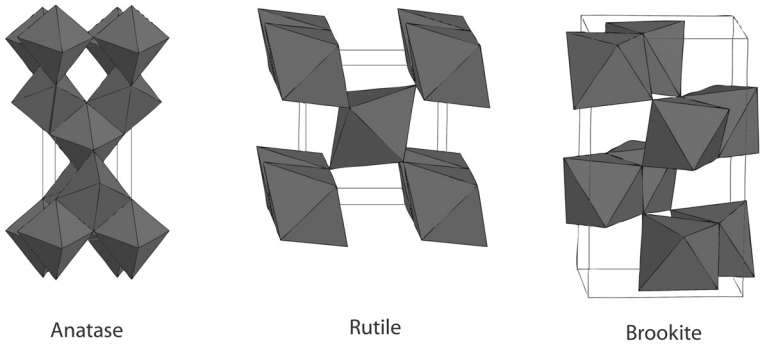
۲- دی‌اکسیدتیتانیوم

۲-۱-ساختار بلوری

دی‌اکسید تیتانیوم (TiO_2) دارای سه شکل بلوری شامل آناتاز، روتایل و بروکیت می‌باشد. به لحاظ ترمودینامیکی روتایل پایدارترین فاز TiO_2 در فشار معمولی بوده و دو فاز دیگر، فازهای نیمه‌پایدار این سیستم به شمار می‌روند [۹،۲۰،۲۶-۲۳]. واحدهای پایه‌ی بلوری در هر سه فاز، هشت‌وجهی‌های TiO_6 می‌باشند. تفاوت این سه فاز در نحوه‌ی آرایش این هشت‌وجهی‌ها است (شکل۱). این ساختارها مربوط به TiO_2 توده‌ای[۴] می‌باشد. به دلیل نسبت سطح به حجم بسیار بالای نانوذرات TiO_2، ممکن است نحوه‌ی آرایش سطح، کاملاً با توده تفاوت داشته باشد [۲۵].

۲-۲-استحاله‌ی فازی آناتاز به روتایل

معمولاً در دماهای پایین، TiO_2 به شکل فاز آناتاز متبلور می‌شود. با بالا رفتن دما، فاز نیمه‌پایدار آناتاز در یک استحاله به فاز پایدار روتایل تغییر حالت می‌دهد [۱۲،۱۷،۲۳،۲۴،۲۷]. برای TiO_2 توده‌ای، این استحاله معمولاً در دمای بالاتر از ۸۰۰°C رخ می‌دهد. وقتی اندازه‌ی ذرات تا محدوده‌ی نانومتری کاهش می‌یابد، دمای شروع استحاله نسبت به حالت توده‌ای کاهش و محدوده‌ی دمایی انجام استحاله گسترش می‌یابد [۲۴].



شکل ۱- نحوه‌ی آرایش هشت‌وجهی‌های TiO_6 در سه فاز روتایل، آناتاز و بروکیت [۲۶]

[2] chemical vapor condensation
[3] collosol
[4] bulk

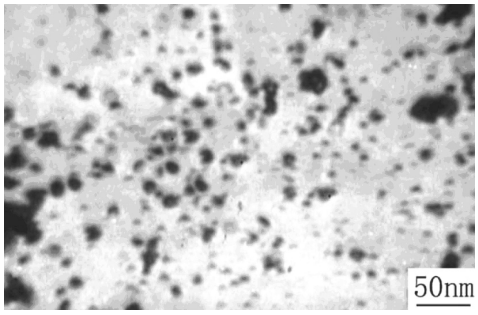
[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

۳- روش‌های سنتز نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم

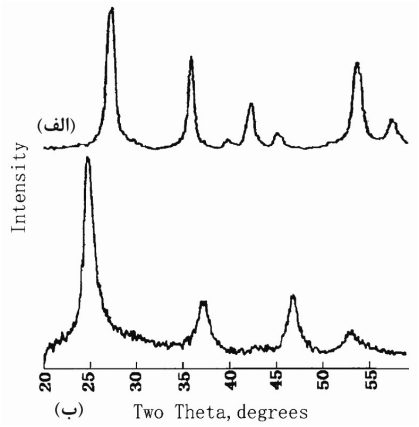
تاکنون روش‌های متعددی برای سنتز نانوذرات TiO_2 مورد استفاده قرار گرفته است. مشاهده شده است که روش‌های مختلف، نتایج متفاوتی در پی دارند و حتی در یک روش خاص، استفاده از مقادیر متفاوت مواد اولیه منجر به تولید ذرات با اندازه‌های متفاوت می‌گردد. به علت کثرت روش‌های سنتز و پارامترهای دخیل در آن‌ها، تقسیم‌بندی آن‌ها به گروه‌هایی مشخص، مشکل است. در این مقاله سعی شده تا روش‌های مختلف سنتز نانوذرات TiO_2 که توسط محققان مورد استفاده قرار گرفته است، به گروه‌های مشخصی تقسیم‌بندی شوند.

۳-۱-روش سل ـ ژل

روش سل‌ـژل که شامل واکنش‌های هیدرولیز و تراکم پیش‌ماده‌های آلکوکسیدی است، روشی مطمئن برای سنتز اکسیدهای فلزی بسیار ریز می‌باشد [۲۳]. محققان مختلف روش سل‌ـژل را به صورت‌های مختلفی مورد استفاده قرار داده‌اند. Li و همکارانش [۵]، تترا‌n–بوتیل‌تیتانات را به آب دی‌یونیزه افزوده و با افزودن اسید هیدروکلریک یا آمونیاک، ژلی تهیه کردند که پس از خشک کردن، آسیاب کردن و تکلیس در دماهای مختلف، نانوپودر TiO_2 حاصل شد. مشاهده شد که استحاله‌ی آناتاز به روتایل، در دمای ۶۰۰°C شروع و در دمای حدود ۸۰۰°C کامل شده و با افزایش دمای تکلیس از ۳۵۰°C به ۶۰۰°C، اندازه‌ی ذرات از ۶nm به ۳۶nm افزایش یافته است. Zhang و همکارانش [۶] از روش میکروامولوسیون سل‌ـژل استفاده نمودند. آن‌ها با هیدرولیز تترااِیزوپروپاکسیدتیتانیوم در میکروامولوسیون حاوی Span-Tween 80، نانوذرات TiO_2 را سنتز و سپس آن‌ها را در دماهای مختلف تکلیس نمودند. با توجه به تصویر TEM (شکل۲)، مشاهده شد که ذرات به شکل کروی بوده و دارای توزیع اندازه‌ی ذره‌ی نسبتاً مناسبی هستند. همچنین پیک‌های XRD (شکل۳) نشان دادند که استحاله‌ی فازی آناتاز به روتایل در دمای ۲۰۰°C شروع و در دمای ۳۵۰°C تکمیل می‌شود. اندازه‌ی متوسط ذرات در دمای بالای ۳۰۰°C کمتر از ۳۰nm محاسبه شده است.



شکل ۲- تصویر TEM نانوذرات TiO_2 آناتاز تکلیس شده در دمای ۲۰۰°C [۶]

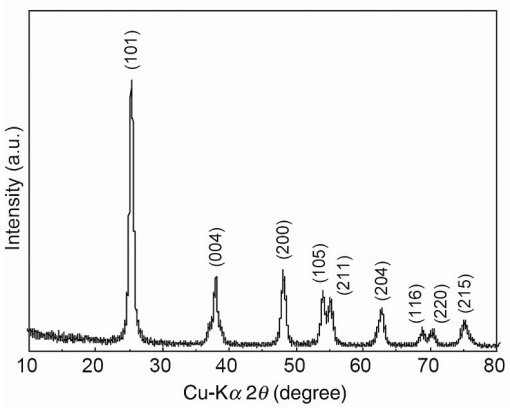


شکل ۳- الگوی XRD نانوذرات TiO_2 الف) آناتاز و ب) روتایل [۶]

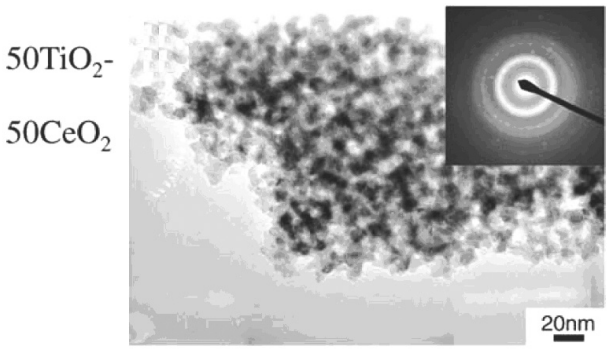
[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

در برخی موارد از یک فعال کننده‌ی سطحی در فرآیند سل-ژل استفاده می‌شود. Pavasupree و همکارانش [۷]، با افزودن هیدروکلریدلاوریل‌آمین (LAHC) به عنوان ماده‌ی فعال کننده‌ی سطحی به محلول پیش‌ماده و هم زدن و خشک کردن محلول، نانوذرات نیمه‌متخلخل TiO_2 را سنتز نمودند. پودرهای حاصله به مدت ۴ ساعت در دمای ۴۰۰°C تکلیس شدند. پیک‌های XRD (شکل۴)، صرفاً حضور فاز آناتاز را نشان دادند. اندازه‌ی ذرات با توجه به تصویر TEM (شکل۵) در محدوده‌ی ۱۵nm-۷ به دست آمده است. Colón و همکارانش [۸] در روشی مشابه، با افزودن کربن فعال شده به محلول، سطح ویژه ذرات را از $13 m^2/g$ به $110 m^2/g$ افزایش دادند. نتایج XRD فقط حضور فاز آناتاز را در پودرها نشان دادند.

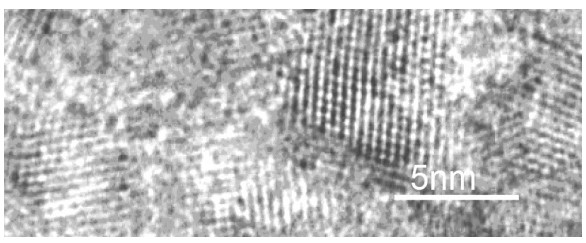


شکل ۴- الگوی XRD نمونه‌ی TiO2 که به مدت ۴ ساعت شده در دمای ۴۰۰°C تکلیس شده است [۷]



شکل ۵- تصویر TEM نمونه‌ی TiO2 که به مدت ۴ ساعت شده در دمای ۴۰۰°C تکلیس شده است [۷]

از آن جایی که تولید ترکیبات کاتالیستی، الکترودها و دیگر تجهیزات از جنس TiO_2، بر روی بسترهای پلیمری و برخی فلزات خاص، در دماهای بالا امکان‌پذیر نمی‌باشد، سنتز نانوذرات TiO_2 در دماهای پایین از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. Li و همکارانش [۲۳] پس از تهیه‌ی ژل خشک، آن را به مدت ۱۲ ساعت در ۱۰۰°C در محیط هوا پیر کردند. مشاهده شده است که نه تنها پیرسازی به حذف ترکیبات آلی کمک می‌کند، بلکه باعث نفوذ اتمی و تبلور آناتاز می‌شود. تصویر HRTEM (شکل۶) تهیه شده از پودرهای پیر شده، نشان داد که اندازه‌ی ذرات در محدوده‌ی ۱۰nm-۶ می‌باشد. مشاهده شد که پودرهای پیر شده کاملاً به صورت فاز آناتاز بوده و با افزایش دمای تکلیس تا ۵۰۰°C، استحاله‌ی آناتاز به روتایل شروع می‌شود.



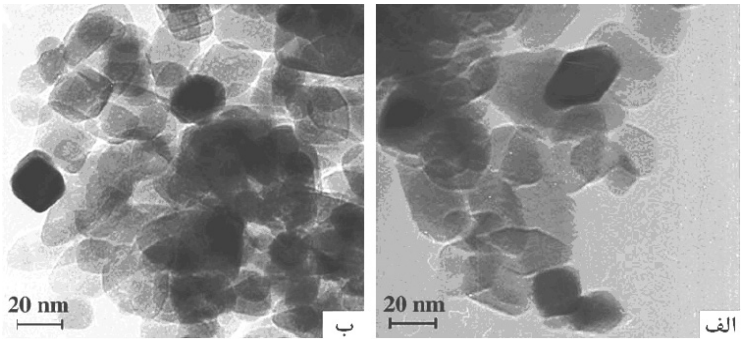
شکل ۶- تصویر HRTEM نانوپودر TiO_2 که به مدت ۱۲ ساعت در ۱۰۰°C پیر شده است [۲۳]

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

۳-۲-روش هیدروترمال

روش هیدروترمال فقط برای سنتز پودرهای اکسیدی ساده و مخلوط با مورفولوژی کنترل شده، در دمای نسبتاً پایین (۱۰۰-۳۵۰°C) به کار می‌رود [۲۷]. عموماً در فرآیندهای هیدروترمال، پس از تهیه‌ی سل از یک محلول، با حرارت دادن آن در اتوکلاو، نانوذرات اکسیدی سنتز می‌شوند. با توجه به این که پارامترهای زیادی در فرآیند هیدروترمال دخیل می‌باشند (دما، فشار، غلظت واکنش دهنده و pH محلول [۲۷]) و همچنین این فرآیند شامل یک مرحله حرارت‌دهی است، از این رو پژوهشگران از مدل‌های ترکیبی مختلفی از این پارامترها، در روش‌های مختلف هیدروترمال برای سنتز نانوذرات TiO_2 استفاده کرده‌اند. Yang و همکارانش [۳]، حین مرحله‌ی حرارت‌دهی، از اعمال فشار استفاده کرده و دمای کاری را کاهش دادند. در این روش رسوبات TiO_2 با افزودن قطره‌ای ۰/۵M محلول ایزوپروپانول‌بوتوکسیدتیتانیوم[5] به داخل آب دی‌یونیزه ($[H_2O]/[Ti]$=۱۵۰) تهیه شد. رسوبات سفید رنگ با آب دی‌یونیزه و با کمک نیروی گریز از مرکز شسته شده و پس از خنثی‌سازی توسط HNO_3، به مدت ۱ ساعت در دمای ۷۰°C خشک گردیدند. مشاهده شد که بسته به مقادیر مختلف ماده‌ی خنثی کننده، نانوذرات تهیه شده دارای اشکال مختلف و اندازه‌ی متوسط بین ۱۵-۵۰nm بوده و کاملاً به صورت فاز آناتاز یا روتایل می‌باشند. Murugan و همکارانش [۹]، از روش مایکروویو هیدروترمال، برای سنتز نانوذرات TiO_2 استفاده کردند. در این روش $TiCL_4$ توسط آب یخ مقطر رقیق گردید تا محلول $TiCL_2$ (۰/۲M) تشکیل شود. در محلول به دست آمده، مقدار مشخصی اوره (نسبت Ti به اوره ۱:۵ می‌باشد) حل شده و مخلوط حاصله درون ظروف شفاف قرار گرفتند تا امکان تابش مایکروویو فراهم گردد. بعد از تابش مایکروویو، محصول جامد فیلتر شده و دو مرتبه با آب مقطر شسته شد. سپس پودر بلوری رسوب داده شده، فیلتر شده و در خشک‌کن خشک گردید. سرعت تولید بسیار زیاد و حرارت‌دهی بسیار سریع تا دمای عملیات، از مزایای این روش می‌باشند. الگوهای XRD نشان دادند که بیشتر نانوذرات تولید شده به این روش از نوع فاز آناتاز هستند. همچنین مقدار اندازه‌ی متوسط ذرات با توجه به نتایج XRD و تصاویر TEM، به ترتیب برابر ۲۰nm و ۱۰nm محاسبه شد. Aymonier و همکارانش [۱۰]، از فرآیند هیدروترمال با امواج فراصوتی برای سنتز نانوذرات TiO_2 استفاده نمودند. ژل‌های آمورف $TiO_2.nH_2O$، با مخلوط کردن محلول $TiCl_4$ در اسید هیدروکلریک غلیظ (نسبت مولی ۱:۲) با محلول آبکی آمونیاک (۵M)، تحت هم زدن پیوسته تهیه گردید. رسوبات به دست آمده با استفاده از قیفی مجهز به صافی، از مایع جدا شده و کاملاً با آب مقطر شستشو داده شدند. واکنش صوتی محلول‌های هیدروترمال، منجر به افزایش قابل ملاحظه‌ی سرعت تجزیه‌ی مواد آلی زاید گردید. در این روش نانوذرات کلوخه شده در اثر امواج صوتی می‌شکنند. بر طبق تصاویر TEM (شکل۷)، هر دو پودر به دست آمده به روش هیدروترمال معمولی و روش هیدروترمال با امواج فراصوتی، دارای اندازه‌ی متوسط بین ۳۰-۲۵nm و تقریباً بی‌شکل هستند. واکنش صوتی سبب افزایش شدید سرعت تبلور شده و به این ترتیب منجر به کاهش دما و زمان سنتز گردیده است.



شکل ۷- تصاویر TEM پودرهای TiO_2 تهیه شده به روش هیدروترمال الف)به کمک امواج فراصوتی و ب)معمولی [۱۰]

[5] titianium butoxide isopropanol

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

۳-۳-روش مکانوشیمیایی

در این روش، انرژی مکانیکی سبب فعال شدن واکنش شیمیایی می‌شود. این واکنش شامل احیای شیمیایی ترکیبات فلزی توسط یک احیا کننده در حین آسیاب است [۱۱].

Billik و Plesch [۱۱] از روش مکانوشیمیایی برای سنتز نانوذرات TiO_2 از $TiCl_4$ مایع و پودر $(NH_4)_2CO_3$ استفاده کردند. آن‌ها از محفظه و گلوله‌هایی از جنس آلومینا برای آسیاب استفاده نمودند. مشاهده گرددید که واکنش بین $TiCl_4$ و $(NH_4)_2CO_3$ پس از ۵ دقیقه آسیاب کردن کامل شده و فقط پیک‌های مربوط به محصول جانبی واکنش (NH_4Cl) ظاهر شده است. پس از آنیل کردن این ذرات در دماهای مختلف (۲۳۰-۷۵۰ °C)، ذرات نانوبلوری تقریباً کروی شکل با میانگین اندازه‌ی ۵۰-۱۰nm حاصل شد. محصول جانبی واکنش (NH_4Cl) با شسته شدن پودر حذف گردید. البته با آنیل کردن در دماهای بالاتر از ۲۵۰°C این فاز تبخیر شده و از محصول خارج شد و دیگر نیازی به شستشوی پودرها وجود نداشت.

۳-٤-روش پلاسمای حرارتی با فرکانس رادیویی

در این روش پیش‌ماده‌ی مورد استفاده، به وسیله‌ی پلاسمای حرارتی با فرکانس رادیویی، تبخیر شده و با انجام یک واکنش شیمیایی، نانوذرات از فاز بخار تهیه می‌شوند. این نوع پلاسما، برای سنتز نانوذرات از بسیاری از مواد معدنی (مثل نیتریدتیتانیوم) و آلی (مثل بوتوکسیدتیتانیوم[۶]) قابل استفاده است. سرعت بسیار بالای سرد کردن و غلظت بالای رادیکال‌های واکنش دهنده در محیط پلاسما، این روش را به فرآیندی منحصربفرد برای سنتز نانوذرات تبدیل نموده است. Li و همکارانش [۱۵] از این روش برای سنتز نانوذرات TiO_2 از یک پیش‌ماده‌ی آلی استفاده نمودند. نتایج XRD نشان داد که نانوذرات بین ۷۱-۷۸wt% از فاز آناتاز تشکیل شده‌اند و اندازه‌ی متوسط آن‌ها در حدود ۵۰nm می‌باشد. Oh و همکارانش [۱۶] نیز از این روش برای سنتز نانوذرات TiO_2 از یک پیش‌ماده‌ی معدنی استفاده کردند. الگوهای XRD نشان داد که نانوذرات شامل هر دو فاز آناتاز (به مقدار بیشتر) و روتایل (به مقدار کمتر) با اندازه‌ی متوسط ۵۰nm می‌باشند.

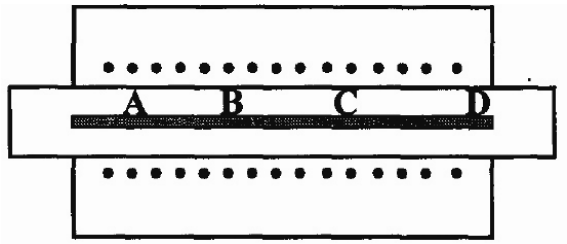
۳-۵-روش چگالش از بخار شیمیایی (cvc)

در این روش، نانوذرات با رسوب‌دهی شیمیایی از فاز بخار، در فشار پایین یا فشار اتمسفری سنتز می‌شوند. این روش برای سنتز نانوذرات بسیار ریز اگلومره نشده با خلوص بالا و خواص کاربردی عالی، بسیار مناسب است. همچنین این فرآیند پتانسیل لازم برای صنعتی شدن در مقایسه با دیگر روش‌های سنتز بخاری را دارد [۱۷]. Yu و همکارانش [۱۷]، با استفاده از فرآیند CVC، تترااِیزوپروپاکسیدتیتانیوم (TTIP)[۷] را با سرعت به داخل لوله‌ی راکتوری با دیواره‌ی داغ تغذیه کردند. طی واکنش، ذرات TiO_2 از فاز گازی روی سطح میله‌ی کوارتزی که به طور افقی در مرکز لوله‌ی راکتور قرار گرفته است، رسوب می‌کنند. ذرات تولید شده از ۴ منطقه‌ی مختلف روی میله جمع‌آوری شدند (شکل۸). با توجه به الگوهای XRD، مشخص گردید که پودرهای موقعیت‌های A، B و C شامل فاز روتایل بوده و پودرهای موقعیت D، بیشتر از فاز آناتاز تشکیل شده‌اند. محاسبات نشان دادند که اندازه‌ی متوسط ذرات در منطقه‌ی A-C بالای ۴۰nm و در منطقه‌ی D کمتر از ۲۰nm می‌باشد. Skandan و همکارانش [۱۸] از روش CVC با شعله‌ی احتراقی (CF-CVC)[۸]، برای سنتز نانوذرات TiO_2 از اتوکسیدتیتانیوم ($Ti(OC_2H_5)$)[۹] در دمای پایین استفاده نمودند. به این ترتیب محدوده‌ی دمای تجزیه‌ی پیش‌ماده کمتر شد. با توجه به تصویر TEM (شکل۹) اندازه‌ی متوسط ذرات

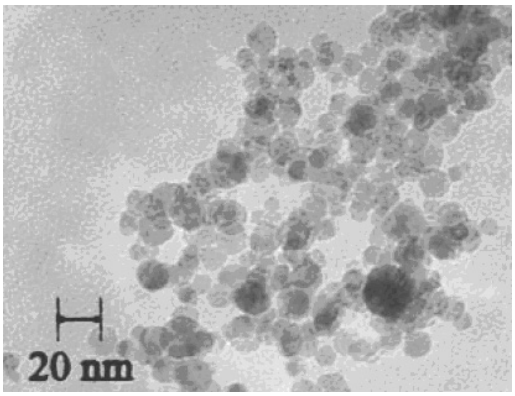
[6] butoxide titanium
[7] titanium-tetra-isopropoxide
[8] combustion flame CVC
[9] titanium ethoxide

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]
[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

تقریباً کروی، ۱۵nm به دست آمد. همچنین طرح‌های XRD نشان داد کـه پودرهـا شـامل حـدود ۳۰٪ فـاز روتایل و ۷۰٪ فاز آناتاز می‌باشند.



شکل ۸- شماتیکی از محل‌های جمع‌آوری ذرات داخل راکتور CVC [۱۷]

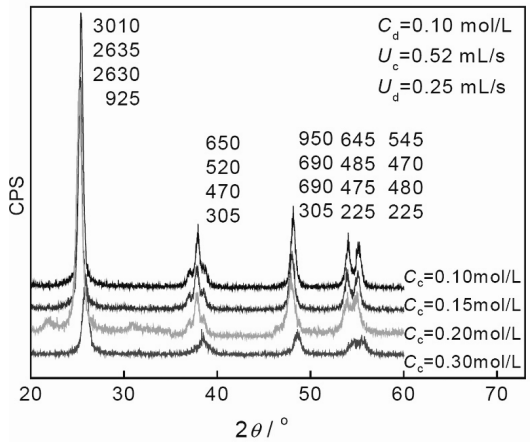


شکل ۹- میکروگراف TEM نانوپودر TiO_2 سنتز شده به روش CF-CVC [۱۸]

۳-۶-روش میکرواختلاط

در این روش یک فاز در مقیاس میکرونی، داخل فاز دیگری پخش شده و مقـدار مخلـوط شـدن، بـا سـرعت جریان، اندازه‌ی سوراخ‌های غشای فعال کننده‌ی سطحی و ویـسکوزیته قابـل کنتـرل مـی‌باشـد. ایـن روش میکرواختلاط نامیده شده و پتانسیل کنترل اندازه‌ی دانه با کنترل مقدار مخلوط شدن را دارا می‌باشد [۲۸].

Chen و همکـارانش [۲۸]، دو محلـول سـولفات تیتـانیوم ($Ti(SO_4)_2$) و محلـول بـی‌کربنـات‌آمونیـوم (NH_4HCO_3) با غلظت‌های متفاوت را توسط دو پمپ به داخل دستگاه تزریق کردند. پس از نفـوذ میکرونـی یکی از محلول‌ها از درون میکروغشا به داخل محلول دیگر، یک ژل سنتز شـد کـه توسـط دسـتگاه گریـز از مرکز جدا شده و پس از چندین مرتبه شستشو، خشک شد. سپس در یک فِر آنیل شده و نـانوذرات TiO_2 بـه دست آمدند. الگوهای XRD (شکل۱۰) نشان دادند که نانوذرات حاصله به صورت کامل از فاز آناتـاز تـشکیل شده‌اند و اندازه‌ی متوسط ذرات در محدوده‌ی ۲۵nm-۸ محاسبه شد.



شکل ۱۰- الگوی XRD نانوذرات TiO_2 در غلظت‌های مختلف مواد واکنش دهنده [۲۸]

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

٤- خلاصه

۱. نانوذرات دی‌اکسیدتیتانیوم در مقایسه با مواد معمولی، ویژگی‌های شیمیایی، نوری و الکتریکی خاصی دارند. روش‌های مختلف سنتز این ذرات، نوع فاز، اندازه و مقدار بلوری شدن آن‌ها را تعیین می‌کند.

۲. روش سل-ژل توانایی تولید نانوذرات TiO_2 کروی با حداقل اندازه‌ی ذرات در حدود ۶-۵ نانومتر دارد.

۳. روش هیدروترمال امکان تولید نانوذرات TiO_2 با حداقل اندازه‌ی ذرات حدود ۸nm و با اشکال مختلف را فراهم می‌آورد.

۴. در روش مکانوشیمیایی، به دلیل استفاده از آسیاب‌های پرانرژی، نانوذرات کروی TiO_2 با اندازه‌ی ذرات کمتر از ۱۰nm قابل تولید می‌باشند. همچنین از این روش می‌توان برای تولید نانوذرات TiO_2 دوپ شده با عناصر متفاوت استفاده نمود.

۵. روش پلاسمای حرارتی برای سنتز نانوذرات TiO_2 از پیش‌ماده‌های معدنی و آلی قابل استفاده است. در این روش نانوذرات کروی با اندازه‌ی کمتر از ۵۰nm قابل تولید است.

۶. در روش چگالش شیمیایی از فاز بخار، نانوذرات TiO_2 کروی، اگلومره نشده، با خلوص بالا و با اندازه‌ی ذرات متوسط حداقل ۲۰nm قابل تولید هستند.

۷. در روش میکرواختلاط، بسته به مقدار نفوذ میکرونی از میکروغشا، اندازه‌ی نانوذرات TiO_2 قابل کنترل است. در این روش، نانوذراتی با حداقل اندازه‌ی متوسط ۸nm قابل تولید می‌باشد.

٥- مراجع

1- K. D. Kim, T. J. Lee, H. T. Kim,"Optimal Conditions for Synthesis of TiO_2 Nanoparticles in Semibatch Reactor", Colloid. Sur. Eng. Aspects, vol. 224, p.p.1-9, 2003.
2- Y. Gao et al., "TiO_2 Nanoparticles Prepared Using an Aqueous Peroxotitanate Solution" Ceram. Inter. vol. 30, p.p. 1365–1368, 2004.
3- J. Yang, S. Mei, J.M.F. Ferreira, "Hydrothermal Synthesis of TiO_2 Nanopowders from Tetraalkylammonium Hydroxide Peptized Sols", Mater. Sci. Eng., vol.15, p.p. 183–185, 2001.
4- K. Insoo et al., "Method for Synthesizing Nano-Sized Titanium Dioxide Particles", J. Etro. Sci. Eng., 2006.
5- Baorang Li, X. Wang, M. Yan and L. Li, "Preparation and Characterization of Nano-TiO_2 Powder", Mater. Chem. Phys., vol.78, p.p.184–188, 2002.
6- R. Zhang, L. Gao, "Preparation of Nanosized Titania by Hydrolysis of Alkoxide Titanium in Micelles", Mater. Res. Bull., Vol.37, p.p.1659-1666, 2002.
7- S. Pavasupree, Y. Suzuki, S.P. Art, S. Yoshikawa, "Synthesis and Characterization of Nanoporous, Nanorods, Nanowires Metal Oxides", Sci. Tech. Adv. Mater., vol.6, p.p.224–229, 2005.
8- G. Colón, M.C. Hidalgo, J.A. Nav´ıo, "A Novel Preparation of High Surface Area TiO_2 Nanoparticles from Alkoxide Precursor and Using Active Carbon as Additive", Cata. Today, vol.76, p.p.91–101, 2002.
9- A. V. Murugan, V. Samuel, V. Ravi, "Synthesis of Nanocrystalline Anatase TiO_2 by Microwave Hydrothermal Method", Mater. Letters, vol.60, p.p.479–480, 2006.
10- P.E. Meskin V.K. Ivanov, A.E. Barantchikov, B.R. Churagulov and Y.D. Tretyakov, "Ultrasonically Assisted Hydrothermal Synthesis of Nanocrystalline ZrO_2-TiO_2-$NiFe_2O_4$ and $NiO.5ZnO.5Fe_2O_4$ Powders", Ultrason. Sonochem., vol.13, p.p.47–53, 2006.
11- P. Billik and G. Plesch, "Mechanochemical synthesis of nanocrystalline TiO2 from liquid TiCl4", Scrip. Mater. 56(2007), PP 979-982.
12- J. Liqiang et al."The Preparation and Characterization of La Doped TiO_2 Nanoparticles and their Photocatalytic Activity", J. Solid State Chem., vol.177, p.p.3375–3382, 2004.
13- D. H. Kim, H.S. Park, K.S. Lee, "Synthesis of Novel TiO_2 by Mechanical Alloying and Heat Treatment-Derived Nanocomposite of TiO_2 and $NiTiO_3$", Catalysis Letters, vol.106, p.p.29-33, 2006.
14- Y. M. Wang, S. W. Liu, M. K. Lü, S. F. Wang, F. Gu, X. Z. Gai, X. P. Cui, J. Pan, "Preparation and Photocatalytic Properties of Zr^{4+}-Doped TiO_2 Nanocrystals", J. Molec. Cata. A: Chemical, vol.215, p.p.137–142, 2004.

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]

15- J. G. Li, H. Kamiyama, X. H. Wang, T. Ishigaki, "TiO_2 Nanopowders via Radio-Frequency Thermal Plasma Oxidation of Organic Liquid Precursors: Synthesis and characterization", J. Euro. Ceram. Soc., vol.26, p.p.423–428, 2006.
16- S.M. Oh, T. Ishigaki "Preparation of Pure Rutile and Anatase TiO_2 Nanopowders Using RF Thermal Plasma", Thin Solid Films, vol.457, p.p.186–191, 2004.
17- J.H. Yu, S.Y. Kim, J.S. Lee, K.H. Ahn, "In-Situ Observation of Formation of Nanosized TiO_2 Powder in Chemical Vapor Condensation", NanoStmc. Mater., vol.12, p.p.199-202, 1999.
18- G. Skandan, N. Glumac, B. H. Kear, "Synthesis of Oxide Nanoparticles in Low Pressure Flames", NanoStruc. Mater., vol.11, p.p.149–158, 1999.
19- B. R. Sankapal, S. Sartale, A. Ennaoui, "Chemical and Electrochemical Synthesis of Nanosized TiO_2 Anatase for Large-Area Photon Conversion", C. R. Chimie, vol.9, p.p.702–707, 2006.
20- S.Yang, Y. Liu, Y. Guo, H. Xu, Z. Wang, "Preparation of Rutile Titania Nanocrystals by Liquid Method at Room Temperature", Mater. Chem. Phys., vol. 77, p.p.501–506, 2002.
21- X. F. Zhou, D.B. Chu, C. J. Lin, "Anodic Dissolution of Spongy Titanium in Ethanol Solution for Preparation of Nano-Sized TiO_2 Powder", Electrochim. Acta, vol.47, p.p.2769-2773, 2002.
22- Y. Shenghong, Z. Xiaoming, Z. Tingjie, W. Keguang, Z. Yubin, "TiO_2 Nano-Powders Prepared by means of Microwave Radiation", Rare Metal Mater. Eng., vol.29, p.p.354-356, 2000.
23- Y. Li, T.J. White, S.H. Lim, "Low Temperature Synthesis and Microstructural Control of Titania Nano-Particles", J. Solid State Chem., vol.177, p.p.1372-1381, 2004.
24- Z. Yuan, L. Zhang, "Influence of $ZnO+Fe_2O_3$ Additives on the Anatase-to-Rutile Transformation of Nanometer TiO_2 Powders", NanoStruc. Mater., vol. 10, p.p.1127-l 133, 1998.
25- W. Li, "Metalorganic Chemical Vapor Deposition and Characterization of TiO_2 Nanoparticles", PhD Thesis, Faculty of the University of Delaware, winter 2004.
26- J. McCormick, "Chemistry of TiO_2 Nanoparticles", PhD Thesis, Faculty of the University of Delaware, Summer 2006.
27- S. R. Dhage, V. Samuel, V. Ravi, "Synthesis of Nanocrystalline TiO_2 at 100ºC", Mater. Letters, vol.58, p.p.2310-2313, 2004.
28- G.Chen, G. Luo, X. Yang, Y. Sun, J. Wang, "Anatase-TiO2 Nano-Particle Preparation with a Micro-Mixing Technique and its Photocatalytic Performance", Mater. Sci. Eng A, vol.380, p.p.320–325, 2004.

[Downloaded from jicers.ir on 2026-11-06]

[DOR: 20.1001.1.17353351.1386.3.2.2.7]