



تهیه پودر Li_2TiO_3 به روش سنتز احتراقی برای استفاده به عنوان زایشگر تریتم در رآکتور گداخت

حورا کاس‌پور^۱، احمدرضا عباسیان^{۲*}، مهدی شفیعی آفرانی^۲

۱. پژوهشکده نانو، دانشگاه سیستان و بلوچستان، صندوق پستی: ۹۸۱۵۵-۹۸۷، زاهدان - ایران

۲. گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه سیستان و بلوچستان، صندوق پستی: ۹۸۱۵۵-۹۸۷، زاهدان - ایران

*Email: abbasian@eng.usb.ac.ir

مقاله‌ی پژوهشی

تاریخ دریافت مقاله: ۹۸/۳/۲۶ تاریخ پذیرش مقاله: ۹۸/۷/۶

چکیده

کاربرد Li_2TiO_3 به عنوان زایشگر تریتم در رآکتور گداخت از اهمیت قابل توجهی برخوردار است. هدف از این پژوهش تهیه پودر Li_2TiO_3 از طریق یک روش مقرون به صرفه و کارآمد بود. بدین منظور این ماده از روش جدید احتراقی محلول در حالت انفجاری تهیه شد. در این روش مقدار اسید نیتریک به عنوان اکسنده و نوع سوخت نقش کلیدی دارند. مقدار مصرف اسید نیتریک و اثر سوخت‌های اسید سیتریک، گلايسین و گلوکز مورد بررسی قرار گرفتند. بررسی عامل سوخت نشان داد که استفاده از اسید سیتریک منجر به سنتز Li_2TiO_3 شد. استفاده از گلايسین سبب سنتز این ماده به همراه ناخالصی عمده TiO_2 شد. گلوکز نیز به طور کلی نمی‌تواند منتهی به تهیه Li_2TiO_3 شود. مقدار بهینه اسید نیتریک به ازای هر مول سوخت مصرفی تعیین شد. استفاده کم‌تر از مقدار بهینه منجر به ناقص انجام شدن واکنش احتراق شد. استفاده بیش‌تر از مقدار بهینه نیز سبب به‌جا ماندن ناخالصی LiTiO_2 شد. با استفاده از سوخت اسید سیتریک و استفاده از ۹ لیتر اسید نیتریک به ازای هر مول سوخت، پودر Li_2TiO_3 خالص و تک فاز با موفقیت تهیه شد.

کلیدواژه‌ها: رآکتور گداخت، زایشگر تریتم، سنتز احتراقی محلول، نوع سوخت، Li_2TiO_3

The preparation of Li_2TiO_3 powder via solution combustion synthesis for using in fusion reactor as tritium breeder

H. Kaspoor¹, A.R. Abbasian^{2*}, M. Shafiee Afarani²

1. Department of Nanotechnology, University of Sistan and Baluchestan, P.O. BOX: 98155-987, Zahedan - Iran.

2. Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering, University of Sistan and Baluchestan, P.O. BOX: 98155-987, Zahedan - Iran

Research Article

Received 16.6.2019, Accepted 28.9.2019

Abstract

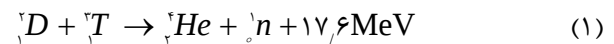
Li_2TiO_3 as a tritium breeder has a significant role in nuclear fusion reactors. The aim of this study was the synthesis of Li_2TiO_3 powder by solution combustion in the explosive mode as an inexpensive and efficient method. Fuel type and nitric acid, as an oxidizer, have vital roles in this method. Hence, the effect of nitric acid content and citric acid, glucose, and glycine fuels were investigated. Results showed that the use of glucose fuel was not appropriate, because the combustion didn't occur, neither the desired phase was not synthesized. Moreover, synthesis in the presence of glycine fuel led to the synthesis of the desired product, however, no pure single-phase product was obtained. Contrary to the two mentioned fuels, citric acid was a suitable fuel for the synthesis of Li_2TiO_3 by solution combustion method, which resulted in a single-phase product. The optimum amount of nitric acid was determined to be 9 liters per mole of fuel. Using more than the optimal amount of nitric acid also resulted in LiTiO_2 impurities being left. While using less than the optimal amount resulted in an incomplete combustion reaction.

Keywords: Fusion reactor, Tritium breeder, Solution combustion synthesis, Fuel type, Li_2TiO_3

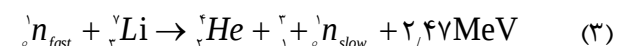


۱. مقدمه

سرامیک متاتیتانات لیتیم (Li_2TiO_3) از جمله مواد پرکاربرد در الکترون باتری‌های لیتیومی است [۱]. همچنین به‌عنوان کاتد سلول‌های سوختی کربنات مذاب به کار می‌رود [۲]. از مهم‌ترین کاربردهای این ماده در صنعت هسته‌ای است. در رآکتورهای گداخت، تولید انرژی از طریق واکنش هم‌جوشی دو ایزوتوپ هیدروژن به نام‌های دوتریم و تریتیم مطابق واکنش (۱) انجام می‌شود. با ترکیب اتم‌های دوتریم و تریتیم، اتم هلیوم و ذره اضافی نوترون تشکیل می‌شود. در این واکنش مقدار زیادی انرژی تولید می‌گردد [۳].



دوتریم معمولاً از آب دریا استخراج می‌شود. تریتیم ماده رادیواکتیوی با واپاشی از نوع بتا و نیمه‌عمر ۱۲ سال است [۳]. تریتیم به‌صورت طبیعی موجود نیست و از طریق برهم‌کنش لیتیم با نوترون از طریق واکنش‌های (۲) و (۳) تأمین می‌شود [۳-۵].



برای تأمین تریتیم انواع مختلف ترکیبات لیتیومی نظیر $\text{Pb-}^{17}\text{Li}$ ، Li_2ZrO_3 ، Li_2TiO_3 ، Li_2SiO_4 و مایع به‌صورت جامد در رآکتور گداخت استفاده می‌شوند [۶]. از بین ترکیبات لیتیومی مختلف، ترکیب Li_2TiO_3 به دلیل پایداری شیمیایی مناسب‌تر در اتمسفر معمولی و قابلیت بهتر آزادسازی تریتیم در دمای پایین و نیز استحکام مکانیکی بالاتر بیش‌تر مورد توجه است [۷].

ترکیبات لیتیومی زایش‌گر تریتیم جامد معمولاً به شکل پبل^۱ ساخته و استفاده می‌شوند. پبل‌ها مواد کروی یا شبه کروی با قطر کوچک (معمولاً کوچک‌تر از یک میلی‌متر) هستند. دلیل انتخاب مواد زایش‌گر به شکل پبل مقاومت بهتر آن‌ها در برابر ترک‌های حرارتی، پر کردن راحت‌تر هندسه پیچیده محفظه رآکتور و مناسب‌تر بودن آن‌ها در انبساط و متورم شدن حجمی هست. روش‌های مختلفی نظیر پاشش مذاب [۸]، اکستروژن-کروی‌سازی-زینترینگ [۹]، سل-ژل

[۱۰]، فرایند زینتر انتخابی^۳ [۱۱] و فرایند تر [۱۲] برای ساخت پبل‌ها تاکنون توسعه یافته است. به‌طور کلی در تمامی روش‌های مذکور مهم‌ترین مرحله برای ساخت پبل‌ها، تهیه پودر مناسب است. اثبات شده با کاهش اندازه دانه در پودرهای تهیه شده ضریب نفوذ تریتیم افزایش یافته در نتیجه زایش تریتیم می‌تواند در دماهای پایین افزایش داشته باشد [۱۳]. از همین‌رو هدف کار حاضر تهیه ترکیب لیتیومی Li_2TiO_3 به‌صورت نانو ساختار است.

تاکنون، روش‌های متعددی برای تهیه پودرهای Li_2TiO_3 نظیر سنتز حالت جامد [۱۴، ۱۵]، آسیاب کاری مکانیکی [۱۶]، سل-ژل [۱، ۱۷، ۱۸]، هیدروترمال [۱۹-۲۲] تبادل آنیونی [۲۳] و سنتز احتراقی محلول [۲۴-۲۶] گزارش شده است. در میان این روش‌ها، سنتز احتراقی محلول به دلیل مزایایی از قبیل سرعت، ارزانی و ساده بودن از برتری مناسبی برخوردار است. جانگ^۴ و همکاران [۲۵] سنتز احتراقی محلول Li_2TiO_3 را با استفاده از مواد اولیه TiCl_4 و LiNO_3 و سوخت گلاسیسین گزارش کردند. لی^۵ و همکاران [۲۶] Li_2TiO_3 را توسط سنتز احتراقی و با استفاده محلول پلیمری پلی‌اتیلن گلیکول به‌عنوان حامل کاتیون‌ها و سوخت تهیه کردند. آن‌ها موفق شدند Li_2TiO_3 تک فاز با اندازه دانه ۷۰ نانومتر سنتز کنند. سینها^۶ و همکاران [۲۷] روش احتراقی مایع جامد را با استفاده از سوخت گلاسیسین برای سنتز Li_2TiO_3 استفاده کردند. ژو^۷ و همکاران [۲۸] یک روش جدید سنتز احتراقی در حالت انفجاری را ارائه دادند. آن‌ها در تولید پودر Li_2TiO_3 تک فاز با اندازه دانه ۳۵ نانومتر که بسیار کوچک‌تر از مقادیر گزارش شده قبلی است، موفق بودند. اساس روش ژو و همکاران [۲۸] بر استفاده از اسید نیتریک غلیظ برای انجام سنتز در حالت انفجاری است. با توجه به موفقیت ژو و همکاران [۲۸] در سنتز پودرهای Li_2TiO_3 با اندازه دانه کوچک‌تر، در کار حاضر روش آن‌ها به‌عنوان روش مناسب انتخاب شد. در روش سنتز احتراقی محلول، ویژگی‌های محصول، به‌شدت به عامل‌های فرایند سنتز بستگی دارد. نوع سوخت و نسبت سوخت به اکسنده از مهم‌ترین این عامل‌ها هستند. ژو و همکاران [۲۸] مقدار بهینه نسبت سوخت به اکسنده را ۰.۷۵ گزارش نمودند. با توجه به این‌که نوع سوخت انتخاب شده نیز از مهم‌ترین عامل‌های تأثیرگذار بر فرایند سنتز

3. Selective Laser Sintering Process

4. Jung

5. Lee

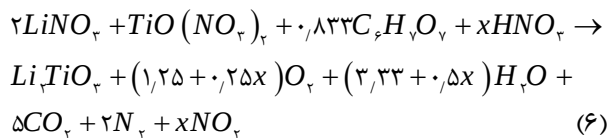
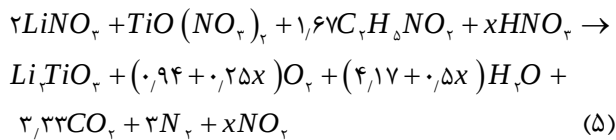
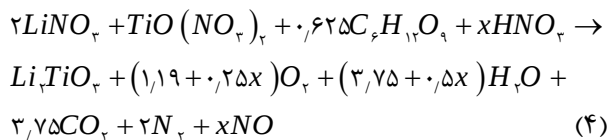
6. Sinha

7. Zhou

1. Pebble

2. Extrusion-Spheronization-Sintering





محلول تهیه شده در دمای ۲۵۰ سلسیوس توسط همزن مغناطیسی، هم زده شد تا تمامی مایع موجود تبخیر و ژل تشکیل شود. سپس ژل توسط دستگاه شوف بالن تا ۴۵۰ سلسیوس حرارت داده شد تا احتراق انجام شود. پس از انجام احتراق پودر حاصل توسط آب مقطر چندین بار شستشو و سپس خشک شد.

به منظور تحلیل ساختاری پودرهای سنتزی، از تکنیک پراش اشعه ایکس (XRD) توسط دستگاه Advance D8 ساخت شرکت بروکر آلمان با استفاده از اشعه Cu K α استفاده شد. فازهای موجود توسط نرم افزار Xpert High score plus شناسایی شد. جهت مشخص کردن اندازه‌ی دانه‌ها از معادله شرر طبق رابطه (۷) استفاده شد.

$$D = 0.9 \lambda / \beta \cos \theta \quad (7)$$

که در آن D اندازه دانه برحسب نانومتر، λ طول موج اشعه ایکس برحسب نانومتر، β پهنای پیک ماکزیمم در نصف ارتفاع برحسب رادیان و θ زاویه‌ی پراش است [۳۰]. برای شناسایی ترکیبات آلی و تعیین نوع گروه عاملی موجود از آنالیز تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR) توسط دستگاه طیف سنج BRUKER مدل Tensor II استفاده شد. ریزساختار پودرهای سنتز شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) ساخت شرکت فن آوری KYKY چین مدل EM3۹۰۰M مشاهده شد. جهت بررسی رفتار گرمایش مواد سنتزی از آنالیز حرارتی همزمان (TG-DTA) توسط دستگاه Bhar-Thermoanalyse مدل STA۵۰۳ ساخت کشور آلمان استفاده شد. سطح ویژه و میانگین اندازه تخلخل‌های پودر به روش BET با استفاده از آنالیز جذب و واجذب گاز نیتروژن در دمای ثابت ۷۷ کلون به صورت ۴۰ نقطه‌ای توسط دستگاه

احتراقی محلول است و ژو و همکاران [۲۸] فقط از اسید سیتریک استفاده نمودند، در تحقیق حاضر علاوه بر اسید سیتریک اثر سوخت گلیسین نیز بررسی می‌شود. همچنین با توجه به ویژگی‌های گزارش شده برای سوخت گلوکز [۲۹]، برای اولین بار از آن برای سنتز Li_2TiO_3 استفاده شد. علاوه بر این‌ها به نظر می‌رسد مقدار اکسند اسید نیتریک بر سنتز Li_2TiO_3 به روش احتراقی محلول در حالت انفجاری اهمیت داشته باشد. لذا به صورت سیستماتیک برای نخستین بار، مقادیر مختلف این اکسند مورد مطالعه قرار می‌گیرد و مقدار بهینه آن تعیین می‌شود. این بررسی توسط محاسبات ترمودینامیکی پشتیبانی می‌شود.

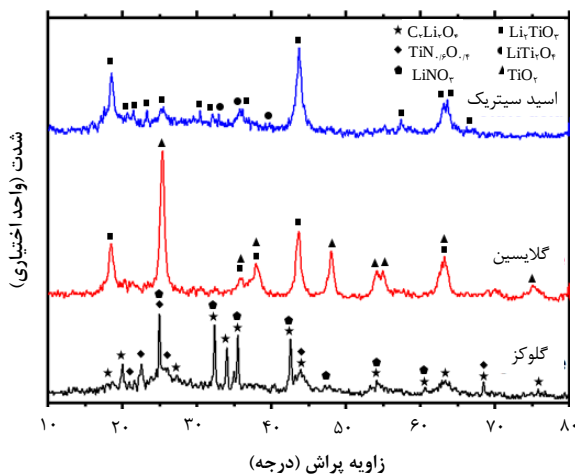
۲. مواد و روش تحقیق

از محلول بوتواکسید تیتانیوم $(Ti(OC_2H_5)_4)$ با کد ۸۲۱۰۸۴ محصول شرکت Merck به عنوان منبع تیتانیوم و همچنین از نیترات لیتیم $(LiNO_3)$ با کد ۲۲۷۹۸۶ محلول شرکت Sigma-Aldrich به عنوان منبع لیتیم استفاده شد. از ترکیب آلی اسید سیتریک بدون آب $(C_6H_8O_7)$ کد ۱۰۰۲۴۱، ترکیب هیدروکربناتی گلوکز $(C_6H_{12}O_6)$ کد ۱۰۸۳۳۷ و نیز از ترکیب نیتروژن دار گلیسین $(C_2H_5NO_2)$ کد ۱۰۴۲۰۱ همگی محصول شرکت Merck به عنوان سه سوخت مجزا استفاده شدند. همچنین از اسید نیتریک ۶۵ درصد محصول شرکت Merck کد ۱۰۰۴۵۶ به عنوان اکسند استفاده شد.

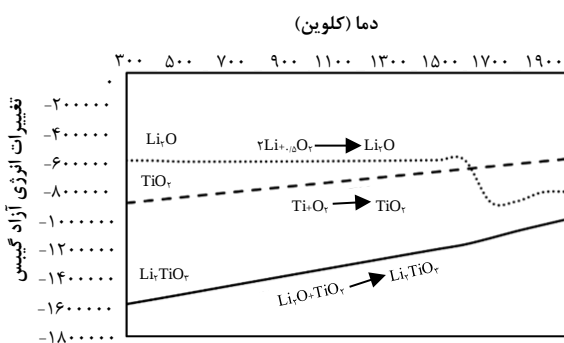
در هر فرایند سنتز، مقدار ۲۰ میلی مول $Ti(OC_2H_5)_4$ به ۷۵ میلی لیتر آب مقطر اضافه شد. سپس رسوب برقی تشکیل شده توسط سانتریفیوژ جدا شده و چندین مرتبه با مقطر شستشو داده شد. ماده حاصل در مقدار معین اسید نیتریک غلیظ (معمولاً ۱۵۰ میلی لیتر) حل شد تا ترکیب $TiO(NO_3)_2$ در اسید نیتریک تشکیل شود. سپس به این محلول مقدار ۴۰ میلی مول $LiNO_3$ و مقدار معین سوخت اضافه شدند. مقدار سوخت بر اساس موازنه واکنش تشکیل Li_2TiO_3 طبق روش شیمی سوخت^۱، بر اساس واکنش‌های (۴) تا (۶) به ترتیب برای سوخت‌های گلوکز، گلیسین و اسید سیتریک محاسبه شد. لازم به ذکر است در تمامی آزمایش‌ها طبق مرجع [۲۸]، نسبت سوخت به مجموع ترکیبات اکسیدی ۰/۷۵ در نظر گرفته شد. مقدار زیادی از اسید نیتریک (HNO_3) قبل از انجام واکنش احتراق، در حین حرارت دهی تبخیر می‌شود. لذا برای مقدار مؤثر HNO_3 که در واکنش به عنوان اکسند شرکت می‌کند، ضریب x در نظر گرفته شد.

1. Propellant Chemistry



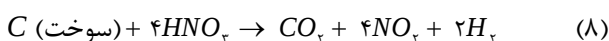


شکل ۱. الگوهای پراش اشعه ایکس پودرهای سنتز شده با سوخت‌های گلوکز، گلايسين و اسيد سیتريک.



شکل ۲. نمودار تغییرات انرژی آزاد گیبس برحسب ژول برای ترکیبات Li_2TiO_3 و TiO_2 . Li_2O طبق اطلاعات ترمودینامیکی مرجع [۳۱].

حین سنتز احتراقی به کمک سوخت گلايسين چند مرتبه ایجاد شعله همراه با بخار خرمایی رنگ مشاهده شد. رنگ محصول پودری نیز سفید بود. مشاهده گاز خرمایی رنگ به علت آزاد شدن گاز NO_2 است. واکنش اسید نیتريک با کربن (واکنش ۸) باعث اکسید شدن با بیشترین عدد اکسایش ممکن می‌شود. به نظر می‌رسد اسید نیتريک با گلايسين به‌خوبی واکنش داده و توانسته است این سوخت را اکسید نماید. با این وجود گرمای ناشی از این واکنش برای تشکیل کامل Li_2TiO_3 کافی نبوده و مقدار زیادی TiO_2 تشکیل شده است. بنابراین گلايسين سوخت مناسبی برای سنتز Li_2TiO_3 تک فاز به روش احتراقی محلول تشخیص داده نشد.



همان‌طور که در الگوی پراش اشعه ایکس پودر سنتز شده با سوخت اسید سیتريک مشاهده می‌شود، فاز اصلی تشکیل شده Li_2TiO_3 با ساختار بلوری مونوکلينیک و منطبق بر کارت

BELSORP-miniII ساخت کشور ژاپن تعیین شد. نمونه قبل از انجام آنالیز در دمای ۱۲۰ سلسیوس به مدت ۲ ساعت به‌منظور حذف بخار آب، دی‌اکسید کربن و یا سایر مولکول‌هایی که ممکن است حجم حفره‌های ماده را اشغال کرده باشند، در خلأ حرارت‌دهی شد.

۳. نتایج و بحث

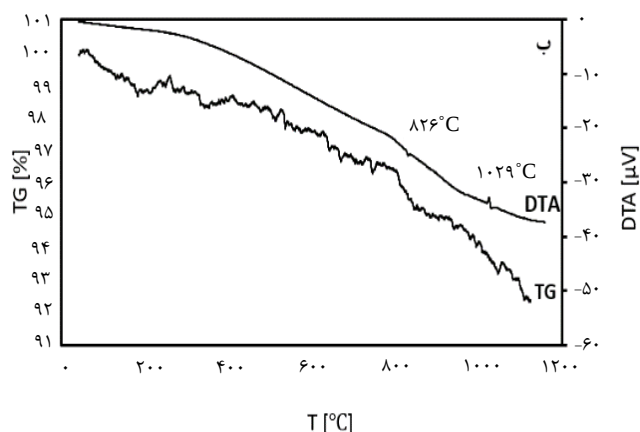
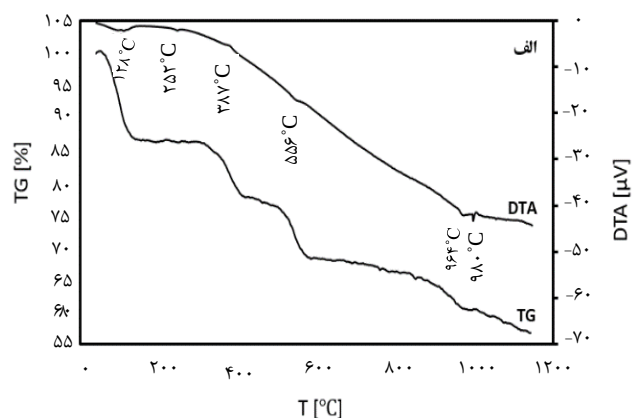
۳.۱ اثر نوع سوخت بر سنتز Li_2TiO_3

الگوهای پراش اشعه ایکس نمونه‌های سنتز شده به روش احتراقی محلول با سوخت‌های گلوکز، گلايسين و اسید سیتريک در شکل ۱ نشان داده شده است. در الگوی پراش اشعه ایکس پودر حاصل از سنتز با سوخت گلوکز، ترکیبات $\text{C}_6\text{Li}_2\text{O}_7$ با ساختار بلوری اورتورومبیک منطبق بر کارت شماره ۰۱-۰۷۴-۱۰۷۴، $\text{TiN}_{0.9}\text{O}_{1.1}$ با ساختار بلوری مکعبی منطبق بر کارت شماره ۰۰-۰۴۹-۱۳۲۵ و LiNO_3 با ساختار بلوری رومبوهدرال منطبق بر کارت شماره ۰۱-۰۸۰-۰۲۰۳ مشاهده می‌شوند. مشاهدات بصری حین انجام واکنش حاکی از عدم روئیت شعله و یا فوران مواد بود و تنها خروج بخار زرد رنگ مشاهده شد. محصول واکنش نیز پودر سفید رنگی بود که ذرات آن شدیداً بهم چسبیده شده و حالت کلوخه‌ای داشتند. بنابراین می‌توان گفت به دلیل احتراق ناقص، فاز مورد نظر Li_2TiO_3 با استفاده از سوخت گلوکز تشکیل نشد. در واقع بخشی از نیترات لیتیم در واکنش شرکت نکرده و در محصول باقی‌مانده و بخشی از آن نیز با کربن ناشی از سوخت واکنش داده است. بنابراین سنتز Li_2TiO_3 به روش احتراقی محلول توسط سوخت گلوکز انجام نمی‌شود و گلوکز سوخت مناسبی نیست.

الگوی پراش اشعه ایکس پودر حاصل از سنتز با سوخت گلايسين نشان می‌دهد نمونه شامل ترکیبات TiO_2 با ساختار بلوری تتراگونال و منطبق بر کارت شماره ۰۱-۰۷۳-۱۷۶۴ و Li_2TiO_3 با ساختار بلوری مونوکلينیک و منطبق بر کارت شماره ۰۰-۰۳۳-۰۸۳۱ است. به نظر می‌رسد حین واکنش‌های احتراق احتمالاً به دلیل کافی نبودن گرمای لازم، بخشی از لیتیم نتوانسته است وارد واکنش تشکیل Li_2TiO_3 شود. بنابراین بخشی از TiO_2 به‌صورت واکنش نکرده باقی‌مانده است. شکل ۲ تغییرات انرژی آزاد گیبس برحسب دما را برای ترکیبات Li_2TiO_3 ، TiO_2 و Li_2O نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در دمای کمتر از حدود ۱۶۰۰ کلوین TiO_2 نسبت به Li_2O از نظر ترمودینامیکی پایدارتر بوده و بنابراین می‌توان انتظار داشت که در صورت عدم تشکیل Li_2TiO_3 شاهد تشکیل TiO_2 باشیم.



۹۶۴ سلسیوس یک پیک گرماگیر وجود دارد. در دمای ۹۸۰ سلسیوس نیز یک پیک گرماگیر مشاهده می‌شود که احتمالاً مربوط به تغییر فاز مونوکلینیک به مکعبی است [۲۲]. منحنی وزن‌سنجی حرارتی (TG) نمونه سنتز شده به کمک سوخت اسید سیتریک در مجموع ۴۰ درصد کاهش وزن را نشان می‌دهد. این افت وزنی زیاد مربوط به حضور مواد آلی (کربن) واکنش نکرده حین احتراق است که با رنگ خاکستری پودر حاصل از سنتز تطابق دارد [۲۳]. در شکل ۳ ب مربوط به سوخت گلاسیسین، یک پیک گرماگیر در دمای ۸۲۶ سلسیوس همراه با حدود ۲ درصد کاهش وزن که می‌تواند مربوط تبخیر ناچیز مواد آلی باقی‌مانده باشد مشاهده می‌شود. یک پیک گرمازا نیز در ۱۰۲۹ سلسیوس مشاهده می‌شود. منحنی وزن‌سنجی حرارتی (TG) برای نمونه سنتز شده با گلاسیسین حدود ۸ درصد کاهش وزن را نشان می‌دهد که در مقایسه با نمونه‌ی سنتز شده با اسید سیتریک کاهش وزن بسیار کم‌تری دارد. رنگ سفید پودر نشان می‌دهد که پودر سنتز شده توسط سوخت گلاسیسین ناخالصی کربن کم‌تری دارد.



شکل ۳. منحنی‌های TG-DTA نمونه‌های سنتز شده با سوخت‌های (الف) اسید سیتریک و (ب) گلاسیسین.

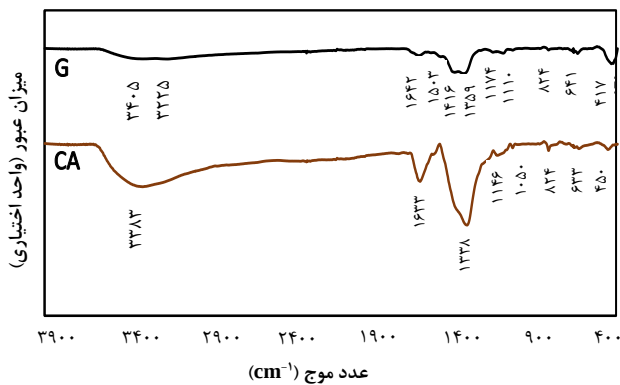
شماره ۰۰۰۳۳-۰۸۳۱-۰۰ است. در کنار فاز اصلی مقدار جزئی LiTi_2O_4 با ساختار اورتورومبیک منطبق بر کارت شماره ۰۰۰۴۹-۱۵۸۳ نیز تشکیل شده است. مشاهدات بصری حین سنتز احتراقی به کمک سوخت اسید سیتریک حاکی از مشاهده شعله و بلافاصله فوران پودر به بیرون از محفظه واکنش بود. رنگ پودر محصول خاکستری بود. رنگ خاکستری تیره محصول را می‌توان به کربن باقی‌مانده نسبت داد. احتمالاً حضور کربن باقی‌مانده هنگام احتراق سبب تغییر حالت اکسیداسیون Ti^{4+} به Ti^{3+} (احیای Li_2TiO_3) شده و در نتیجه تشکیل ناخالصی LiTi_2O_4 می‌شود [۱۸]. به نظر می‌رسد واکنش اسید نیتریک با سوخت اسید سیتریک توانسته است گرمای کافی برای تشکیل Li_2TiO_3 در مقایسه با سوخت‌های گلوکز و گلاسیسین فراهم آورد.

آنتالپی استاندارد تشکیل یک ماده معرف قدرت پیوند (انرژی پیوند) اتم‌های آن ماده است. آنتالپی استاندارد تشکیل سوخت‌های گلوکز، گلاسیسین و اسید سیتریک به ترتیب برابر با ۱۲۷۱/۱، ۵۲۸ و ۱۵۴۳/۸ کیلوژول است. با توجه به ضرایب مولی این سوخت‌ها در واکنش‌های (۴) تا (۶)، آنتالپی استاندارد به ترتیب برابر با ۷۸۸، ۸۸۱ و ۱۲۸۶ کیلوژول به دست می‌آید. همان‌طور که ملاحظه می‌شود بیش‌ترین آنتالپی آزاد شده به ترتیب مربوط به سوخت اسید سیتریک، گلاسیسین و گلوکز است. بنابراین انرژی پیوند در اسید سیتریک نسبت به سایر سوخت‌ها به‌طور قابل‌توجهی بالاتر است. بنابراین با توجه به نقش اسید نیتریک در اکسایش سوخت، اسید سیتریک می‌تواند در واکنش با اسید نیتریک حرارت بیش‌تری آزاد کند. این نتایج نشان می‌دهد که انتخاب سوخت مناسب برای دست‌یابی سیستم به حرارت کافی یک عامل کلیدی است.

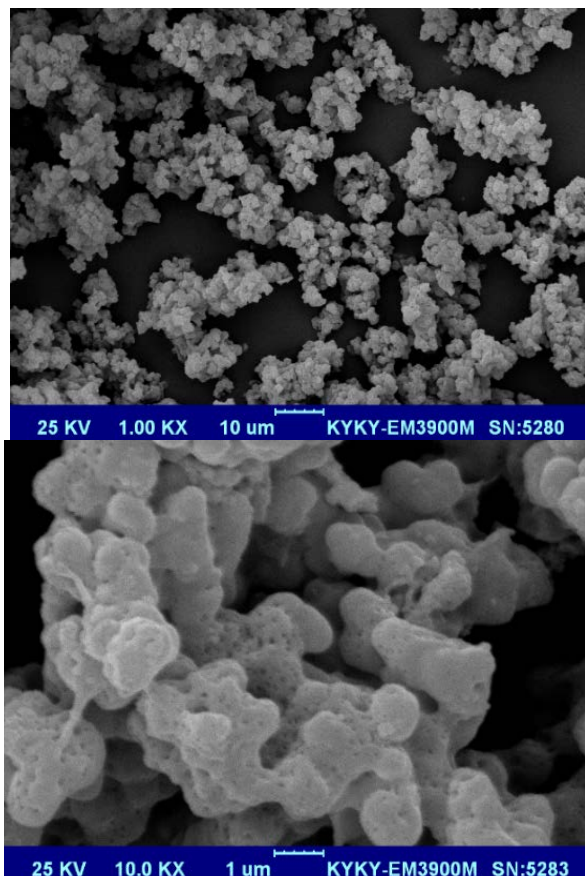
شکل ۳ نمودارهای آنالیز حرارتی هم‌زمان TG-DTA نمونه‌های سنتز شده با سوخت‌های اسید سیتریک و گلاسیسین را به ترتیب نشان می‌دهد. با توجه به این‌که نتایج آزمون پراش اشعه ایکس نشان داد به کمک سوخت گلوکز امکان سنتز Li_2TiO_3 وجود ندارد، لذا بررسی‌های بیش‌تری از جمله مطالعات TG-DTA در مورد سوخت گلوکز انجام نشد. در شکل ۳ الف مربوط به سوخت اسید سیتریک، مشاهده می‌شود در دماهای ۱۲۸ و ۲۵۲ سلسیوس دو پیک گرماگیر وجود دارد. در این ناحیه ۱۲ درصد کاهش وزن مشاهده می‌شود که مربوط به تبخیر آب جذب شده در نمونه است. در دمای ۳۸۷ سلسیوس یک پیک گرمازا همراه با ۶ درصد کاهش وزن مربوط به احتراق سوخت باقی‌مانده و در دمای ۵۵۶ سلسیوس نیز یک پیک گرماگیر همراه با ۶ درصد کاهش وزن، مربوط به سوختن کربن باقی‌مانده حاصل از احتراق مشاهده می‌شود. در دمای



فرایند احتراق است. آگلومره بودن ذرات به گرمای آزاد شده قابل توجه در اثر احتراق و نسبت سطح به حجم زیاد ذرات اولیه و متعاقب آن انرژی سطحی زیادی آن‌ها و تمایل به تشکیل توده نسبت داده می‌شود. گزارش‌های زیادی در رابطه با ریزساختارهای آگلومره متخلخل برای پودرهای سنتز شده توسط فرایند سنتز احتراقی وجود دارد [۴۱، ۴۲].



شکل ۴. طیف‌های تبدیل فوریه مادون قرمز نمونه‌های سنتز شده با سوخت‌های اسید سیتریک (CA) و گلیسین (G).



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودر سنتز شده با سوخت اسید سیتریک در بزرگ‌نمایی‌های مختلف.

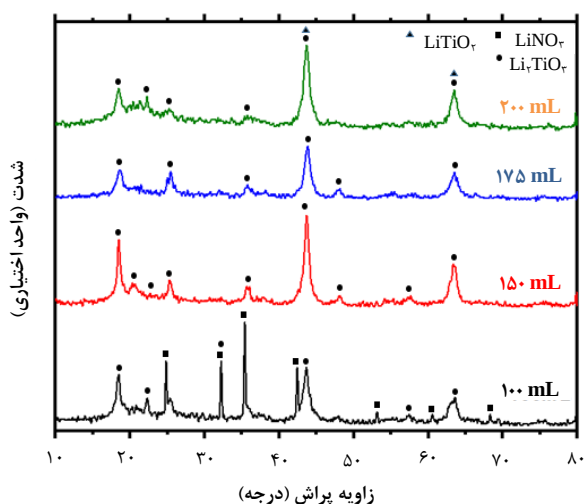
شکل ۴ طیف‌های تبدیل فوریه مادون قرمز نمونه‌های سنتز شده با سوخت‌های اسید سیتریک و گلیسین را مقایسه می‌کند. برای هر دو نمونه پیک‌های مشاهده در نواحی $417-824 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به ارتعاشات کششی Ti-O به دلیل تشکیل Li_2TiO_3 است [۲۸، ۳۴، ۳۵]. در نمونه سنتز شده با اسید سیتریک پیک ناحیه 1050 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی C-Li است [۳۶]. پیک‌های نواحی $1110-1174 \text{ cm}^{-1}$ مربوط به پیوند C-O است [۳۷]. پیک‌های نواحی 1338 cm^{-1} و 1359 cm^{-1} مربوط به ارتعاشات خمشی C-H است [۳۷] که شدت این ارتعاشات در نمونه سنتزی با سوخت گلیسین کاهش یافته است و می‌تواند به دلیل سوختن بیشتر کربن نسبت به نمونه سنتزی با سوخت اسید سیتریک باشد. پیک محدوده 1416 cm^{-1} در نمونه سوخت گلیسین مربوط به پیوندهای N-O بوده و حاصل منابع نیترات باقی‌مانده در محصول است. پیک در محدوده 1503 cm^{-1} در نمونه سوخت گلیسین مربوط به پیوند کششی نامتقارن CO_3^{2-} به دلیل جذب CO_2 از هوا است [۳۸]. پیک نوک‌تیز در محدوده 1633 cm^{-1} و پیک ضعیف در محدوده 1642 cm^{-1} به جذب فیزیکی بخار آب موجود در اتمسفر روی سطح نانوذرات نسبت داده می‌شود [۳۸]. در نمونه با سوخت اسید سیتریک مقدار جذب بخار آب بیشتر بوده است. در نمونه سوخت گلیسین، پیک ضعیف در محدوده 3405 cm^{-1} می‌تواند مربوط به ارتعاشات گروه هیدروکسیل O-H حاصل از آب موجود در ساختار باشد. پیک پهن در محدوده 3383 cm^{-1} و پیک ضعیف در محدوده 3225 cm^{-1} مربوط به ارتعاش کششی C-H است و این ارتعاشات در نمونه سوخت اسید سیتریک بیشتر است [۱۶، ۳۹، ۴۰]. لازم به ذکر است که جابه‌جایی پیک مربوط به پیوند Ti-O از 450 به 417 cm^{-1} ناشی از تشکیل مقدار زیادی TiO_2 در نمونه سنتز شده با سوخت گلیسین است. دلیل این جابه‌جایی را می‌توان به طول پیوند کوتاه‌تر Ti-O در TiO_2 نسبت به طول پیوند Ti-O در ساختار Li_2TiO_3 نسبت داد. جابه‌جایی پیوند Ti-O از 633 به 641 cm^{-1} ناشی از تبدیل بخش کوچکی از Li_2TiO_3 به LiTi_2O_6 است.

شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی SEM پودر سنتز شده با سوخت اسید سیتریک (سوخت بهینه) را در بزرگ‌نمایی‌های مختلف نشان می‌دهد. مورفولوژی پودر سنتز شده به صورت آگلومره‌های متخلخل در محدوده اندازه میکرونی هستند. وجود تخلخل‌های فراوان به دلیل خروج گازها حین

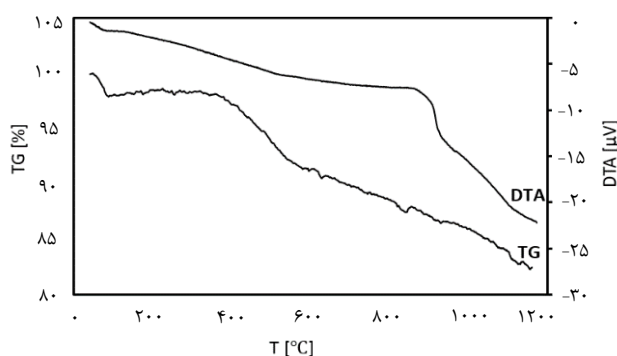


مشاهدات بصری هم نشان رنگ خاکستری پودرها خیلی روشن شد و به سفید نزدیک بود.

شکل ۷ نمودارهای آنالیز حرارتی TG-DTA نمونه سنتز شده با منبع حرارت شوف بال و بشر ۱۰۰۰ میلی‌لیتری را نشان می‌دهد. در محدوده دمایی ۶۰-۱۰۰ سلسیوس، کاهش وزن ۲ درصدی مشاهده می‌شود که می‌تواند مربوط به حذف آب جذب شده در نمونه باشد. در محدوده دمایی ۳۷۵-۵۶۰ سلسیوس حدود ۶ درصد کاهش وزن مشاهده می‌شود که می‌تواند مربوط به تجزیه کمپلکس فلز-سیترات-نیترات باشد [۴۳]. یک پیک پهن گرماگیر در ۹۱۵-۸۵۰ سلسیوس همراه با کاهش وزن جزئی وجود دارد که احتمالاً مربوط به تغییر فاز بلوری نمونه است [۳۲]. برای پودر سنتز شده در بشر ۱۰۰۰ میلی‌لیتر در مجموع ۱۸ درصد کاهش وزن مشاهده شد. در حالی که قبلاً در شکل ۳ ب برای پودر سنتز شده در بشر ۲۵۰ میلی‌لیتر در مجموع ۴۰ درصد کاهش وزن مشاهده شد. بنابراین نتایج آنالیز حرارتی نیز تأیید می‌کند که احتراق بهتر و کاهش ناخالصی کربن، موجب عدم تشکیل LiTi_2O_4 شده است.



شکل ۶. الگوهای پراش اشعه ایکس پودرهای سنتز شده به روش احتراقی محلول با مقادیر مختلف اسید نیتریک از ۱۰۰ تا ۲۰۰ میلی‌لیتر.



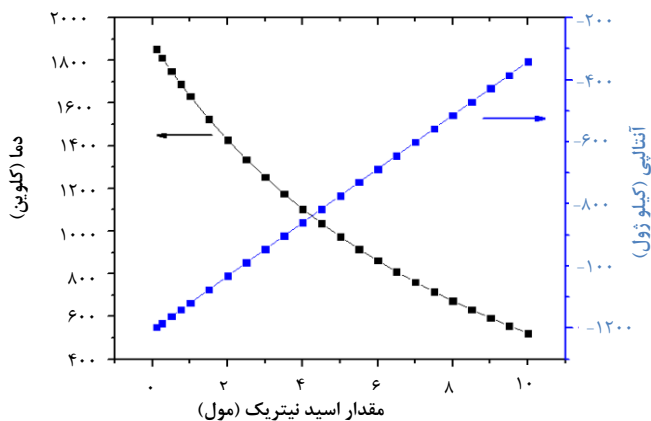
شکل ۷. منحنی‌های TG-DTA نمونه سنتز شده با سوخت اسید سیتریک در بشر ۱۰۰۰ میلی‌لیتری.

۲.۳ بررسی اثر مقدار اکسیدکننده

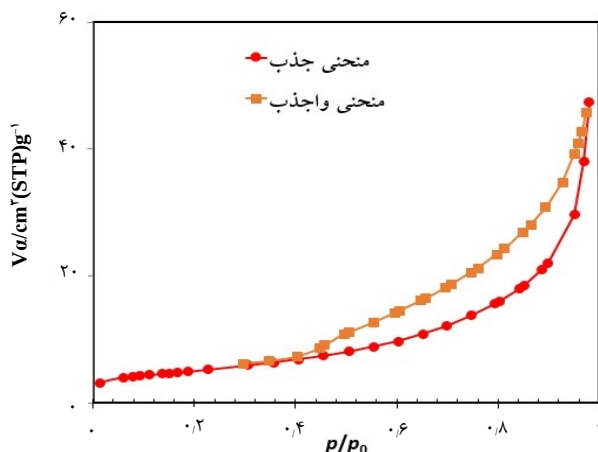
اثر مقدار اسید نیتریک به‌عنوان اکسیدکننده سوخت، از ۱۰۰ تا ۲۰۰ میلی‌لیتر، بر احتراق نمونه‌های سنتز شده با سوخت اسید سیتریک (سوخت بهینه) بررسی شد. لازم به ذکر است آزمایش‌های بررسی اثر مقدار اسید نیتریک، محفظه واکنش یک بشر شیشه‌ای با گنجایش ۱۰۰۰ میلی‌لیتر بود. قبلاً در بررسی اثر سوخت از بشر ۲۵۰ میلی‌لیتری به‌عنوان محفظه واکنش استفاده شد. مشاهدات بصری نشان داد که در صورت استفاده از مقدار کم اسید نیتریک (۱۰۰ میلی‌لیتر)، حالت احتراق به‌صورت ایجاد چند مرتبه شعله همراه بخار زرد رنگ است. در حالی که در مقادیر بیشتر از ۱۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک، حالت احتراق شامل ایجاد شعله قوی همراه با بخار خرمایی رنگ و فوران مواد به بیرون از محفظه واکنش است. شکل ۶ الگوهای پراش اشعه ایکس پودرهای سنتز شده به روش احتراقی محلول با مقادیر مختلف اسید نیتریک را نشان می‌دهد. مشاهده شد که استفاده از مقدار ۱۰۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک موجب برجای ماندن مقدار زیادی فاز LiNO_3 منطبق بر کارت شماره ۰۲۰۳-۰۸۰-۰۱ در محصول شد. این امر نشان می‌دهد که بیش‌تر پیش‌ساز نیترات لیتیم به‌صورت واکنش نکرده در محصول باقی‌مانده است. می‌توان گفت به دلیل کم بودن مقدار اسید نیتریک، مقدار آن برای اکسید کردن سوخت کافی نبوده و در نتیجه واکنش کامل انجام نشده است. لازم به ذکر است رنگ پودر این نمونه نسبت به سایر نمونه‌ها تیره‌تر بود که نشان داد مقدار کربن یا همان سوخت واکنش نکرده بیش‌تر است. استفاده از مقدار ۱۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک موجب تشکیل محصول تک فاز و خالص Li_7TiO_4 منطبق بر کارت شماره ۰۸۳۱-۰۳۳-۰۰ شد. همچنین با استفاده از مقدار ۱۷۵ میلی‌لیتر اسید نیتریک، فاز اصلی تشکیل شد؛ ولی در کنار آن ترکیب LiTiO_2 نیز به وجود آمد. استفاده از مقدار بیش‌تر اسید نیتریک تا ۲۰۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک نیز موجب افزایش شدت پیک‌های مربوط به LiTiO_2 در الگوی پراش اشعه ایکس شد. بنابراین از میان آزمایش‌های انجام شده، مقدار ۱۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک به‌عنوان مقدار بهینه پیشنهاد می‌گردد. این مقدار با گزارش محققین دیگر [۳۴] هماهنگی خوبی دارد. نکته قابل‌توجه عدم وجود پیک‌های مربوط به LiTi_2O_4 در الگوی پراش اشعه ایکس است. دلیل این موضوع احتراق بهتر و در نتیجه سوختن کامل‌تر اسید سیتریک در واکنش احتراق است. با افزایش اندازه ظرف واکنش، مساحت کف ظرف افزایش یافت و برای انجام احتراق، دما بهتر و یکنواخت‌تر انتقال پیدا کرد. در نتیجه احتراق به‌صورت کامل انجام شد و به مقدار زیادی ناخالصی در محصول از بین رفت.



گنجایش ۱۰۰۰ میلی‌لیتر) آنالیز جذب و واجذب گاز نیتروژن انجام شد (شکل ۹). همان‌طور که مشاهده می‌شود منحنی‌های جذب و واجذب برهم منطبق نبوده و یک حلقه هیستریزس تشکیل شده است. تشکیل حلقه هیستریزس نشانگر وجود حفرات نانومتری (مزوپور) در نمونه است [۴۴]. سطح ویژه و متوسط اندازه حفرات به ترتیب $18 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ و 16 nm محاسبه شد. جانگ و همکاران [۱۸] مقادیر در محدوده $10-14 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ، هم‌چنین هونگ^۱ و همکاران [۱۸] مقدار $9.6 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ را برای سطح ویژه پودرهای سنتز شده به روش سنتز احتراقی گزارش کردند. مقدار سطح ویژه پودر سنتز شده در کار حاضر بیش‌تر از مقادیر گزارش شده توسط سایر محققین است.



شکل ۸. دمای آدیباتیک و آنتالپی استاندارد تشکیل واکنش (۳) برحسب مقادیر مختلف اسید نیتریک شرکت‌کننده در واکنش.



شکل ۹. منحنی‌های هم‌دمای جذب و واجذب گاز نیتروژن به دست آمده برای پودر سنتز شده در بشر با گنجایش ۱۰۰۰ میلی‌لیتر توسط سوخت اسید سیتریک با استفاده از ۱۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک.

میانگین اندازه دانه برای پودر حاصل از سنتز با ۱۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک حدود ۲۱ نانومتر، ۱۷۵ میلی‌لیتر حدود ۲۰ نانومتر و ۲۰۰ میلی‌لیتر حدود ۱۷ نانومتر با استفاده از رابطه شرر محاسبه شد. آنتالپی تشکیل واکنش (۶) هم‌چنین دمای آدیباتیک احتراق برحسب مقادیر مختلف اکسند اسید نیتریک شرکت‌کننده در واکنش، محاسبه شد و به‌صورت نموداری در شکل ۸ نشان داده است. برای محاسبات از اطلاعات ترمودینامیکی آورده شده در جدول ۱ استفاده شد. آنتالپی استاندارد واکنش (گرمای تولیدی) از اختلاف مجموع آنتالپی تشکیل محصولات و مواد اولیه در دمای ۲۹۸ کلوین برای واکنش (۳) محاسبه شد. این گرمای تولیدی تحت شرایط فرضی آدیباتیک صرف گرم کردن محصولات تا دمای آدیباتیک طبق رابطه (۹) می‌شود.

$$Q = \int_{T_{298}}^{T_d} \sum n C_p dT \quad (9)$$

در این رابطه Q گرمای تولیدی، T_d دمای آدیباتیک و $\sum n C_p$ مجموع ظرفیت حرارتی محصولات برحسب دما است [۲۸]. از شکل ۸ مشاهده می‌شود که با افزایش مقدار اسید نیتریک، حرارت تولیدی کم‌تر می‌شود. به علت حرارت آزاد شده کم‌تر، دمای آدیباتیک سیستم نیز کاهش می‌یابد. بنابراین می‌توان گفت با افزایش مقدار اسید نیتریک بیش‌تر از مقدار بهینه ۱۵۰ میلی‌لیتر به دلیل حرارت تولیدی کم‌تر امکان انجام کامل واکنش فراهم نشده و Li_2TiO_3 به‌صورت ناخالصی تشکیل شده است. کاهش رشد دانه‌های مشاهده شده نیز به علت کاهش دمای انجام واکنش است. ولی در مقادیر کم استفاده از اسید نیتریک، برخلاف انتظار در رابطه با پیش‌بینی حرارت تولیدی بیش‌تر واکنش تشکیل Li_2TiO_3 انجام نمی‌شود. به‌طور خلاصه در استفاده از مقادیر کم اسید نیتریک به علت کافی نبودن مقدار اکسند، امکان شکستن پیوندهای اتمی اسید سیتریک فراهم نمی‌شود و در نتیجه امکان آزاد شدن حرارت اکسیداسیون سوخت فراهم نشده و واکنش انجام نمی‌شود. ولی در مقادیر بالاتر از مقدار بهینه، دمای واقعی انجام واکنش کاهش یافته و در نتیجه هرچند اندازه دانه‌ها کاهش می‌یابد ولی محصول تک فاز به دست نمی‌آید.

برای انواع کاربردهای Li_2TiO_3 نظیر آن‌چه در مقدمه ذکر شد، سطح ویژه عامل بسیار مهمی است. لذا برای تعیین سطح ویژه پودر سنتز شده در شرایط بهینه (سوخت اسید سیتریک، استفاده از ۱۵۰ میلی‌لیتر اسید نیتریک و سنتز در بشر با

1. Hong



جدول ۱. اطلاعات ترمودینامیکی مورد استفاده برای محاسبات آنتالپی و دمای آدیباتیک [۴۶، ۴۵، ۲۸]

ماده	ΔH (kJ)	C_p (J mol ⁻¹ K ⁻¹)
LiNO ₃ (s)	-۴۸۳٫۱	-
TiO(NO ₃) ₂ (s)	-۹۸۶٫۴	-
C ₆ H ₈ O ₇ (s)	-۱۵۴۳٫۸	-
HNO ₃ (l)	-۱۷۴٫۱	-
Li ₂ TiO ₃ (s)	-۱۶۷۰٫۷	۱۰۹٫۹
O ₂ (g)	.	$30.93 + 8.77 \times 10^{-2} T - 3.99 \times 10^{-6} T^2 + 0.79 \times 10^{-9} T^3$
N ₂ (g)	.	$19.51 + 1.989 \times 10^{-2} T - 8.6 \times 10^{-6} T^2 + 1.37 \times 10^{-9} T^3$
CO ₂ (g)	-۳۹۳٫۵۱	$58.17 + 2.72 \times 10^{-2} T - 0.49 \times 10^{-6} T^2 + 0.4 \times 10^{-9} T^3$
H ₂ O (g)	-۲۴۱٫۸	$30.9 + 6.83 \times 10^{-2} T + 6.79 \times 10^{-6} T^2 - 2.53 \times 10^{-9} T^3$
NO ₂ (g)	۳۳٫۱۸	$56.83 + 0.74 \times 10^{-2} T - 1.44 \times 10^{-6} T^2$

مراجع

1. H. Mao, B. Li, Sol-Gel Synthesis of Porous Li₂TiO₃ for High-Performance Electrochemical Supercapacitors, *Nano*, **13**, 1850027 (2018).
2. R. Pfenninger, et al. Lithium Titanate Anode Thin Films for Li-Ion Solid State Battery Based on Garnets, *Adv. Funct. Mater.* **28**, 1800879 (2018).
3. P. Friedberg, Plasma physics and nuclear fusion energy, translate by R. Amrollahi, M. Habibi, Amirkabir University of Technology, (2018).
4. J.G. van der Laan, J. Reimann, A.V. Fedorov, Ceramic Breeder Materials, Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, Elsevier, (2016).
5. A.R. Abbasian, M.R. Rahimipour, Z. Hamnabard, Activation Energies for Initial and Intermediate Stage Sintering of Li₂TiO₃ Determined by a Two-Stage Master Sintering Curve Approach, in: V. Pshikhopov, D. Foti (Eds.) *Advances in Engineering Mechanics and Materials* Santorini Island, Greece, 291-296 (2014).
6. K. Yamaguchi, et al. Hydrogen Atmosphere Effect on Vaporization of Lithium-Based Oxide Ceramics by Means of High Temperature Mass Spectrometry and Work Function Measurement, *J. Mass Spectrom. Soc. Jpn.*, **47**, 10 (1999).
7. A.R. Abbasian, M.R. Rahimipour, Z. Hamnabard, Initial Sintering Kinetics of Lithium Meta Titanate at Constant Rates of Heating, *Iran. J. Mater. Sci. Eng.* **10**, 44 (2013).
8. Y.W. Zhai, et al., Preparation and Characterization of Lithium Orthosilicate Ceramic Pebbles by Melt Spraying Method, *Key Engineering Materials, Trans. Tech. Publ.*, **967**, 818 (2016).
9. J.D. Lulewicz, N. Roux, Fabrication of Li₂TiO₃ pebbles by the extrusion-spheronisation-sintering process, *J. Nucl. Mater.*, **307** (1), 803 (2002).
10. T. Hoshino, Development of fabrication technologies for advanced tritium breeder pebbles by the sol-gel method, *Fusion Eng. Des.* **88**, 2264 (2013).
11. Q. Zhou, et al. Fabrication of Li₂TiO₃ pebbles by a selective laser sintering process, *Fusion Eng. Des.* **100**, 166 (2015).

۴. نتیجه گیری

خلاصه نتایج پژوهش حاضر به صورت زیر بیان می شود:

۱. پودر Li₂TiO₃ با ساختار بلوری مونوکلینیک به صورت تک فاز با موفقیت تهیه شد.
۲. مقدار اسید نیتریک به عنوان اکسنده یک عامل مهم اثرگذار بر فرایند سنتز احتراقی در حالت انفجاری است که باید بهینه شود. در تحقیق حاضر مقدار بهینه اسید نیتریک ۱۵۰ میلی لیتر به دست آمد. این مقدار معادل ۹ لیتر اسید نیتریک به ازای هر مول سوخت مصرفی و ۷٫۵ لیتر اسید نیتریک به ازای مجموع مول های یون های فلزی است.
۳. در بین سوخت های گلوکز، گلیسین و اسید سیتریک صرفاً اسید سیتریک می تواند سوخت مناسبی برای سنتز احتراقی محلول در حالت انفجاری باشد.

تشکر و قدردانی

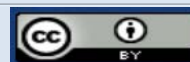
بدین وسیله از حمایت مالی و معنوی دانشگاه سیستان و بلوچستان و هم چنین از خدمات آزمایشگاه جامع تحقیقات معاونت تحقیقات و فن آوری دانشگاه علوم پزشکی مازندران و کارشناس آزمایشگاه سرکار خانم فاطمه قدمی تشکر می شود.



12. K. Tsuchiya, et al. Control of particle size and density of Li_2TiO_3 pebbles fabricated by indirect wet processes, *J. Nucl. Mater.* **345**, 239 (2005).
13. G. Ran, et al. Tritium release behavior of Li_4SiO_4 pebbles with high densities and large grain sizes, *J. Nucl. Mater.* **492**, 189 (2017).
14. B.M. Tripathi, et al., Monoclinic $\beta\text{-Li}_2\text{TiO}_3$ nanocrystalline particles employing novel urea assisted solid state route: Synthesis, characterization and sintering behavior, *J. Nucl. Mater.* **490**, 167 (2017).
15. H. Guo, et al., Low-cost fabrication of Li_2TiO_3 tritium breeding ceramic pebbles via low-temperature solid-state precursor method, *Ceram. Int.* **45** (14), 17114 (2019).
16. I.A. Carbajal-Ramos, et al., Formation of cubic Li_2TiO_3 by mechanical activation and its transformation to monoclinic phase: Stability in helium and hydrogen flows, *Solid State Ionics*, **308**, 46 (2017).
17. X. Wu, et al., Sol-gel synthesis and sintering of nano-size Li_2TiO_3 powder, *Mater. Lett.* **62**, 837 (2008).
18. M. Hong, et al., Synthesis of Li_2TiO_3 by sol-gel combustion method and its gel-casting formation, *J. Nucl. Mater.* **455**, 311 (2014).
19. A.R. Abbasian, M.R. Rahimpour, Z. Hamnabard, Hydrothermal Synthesis of Lithium Meta Titanate Nanocrystallites, *Procedia Mater. Sci.* **11**, 336 (2015).
20. C.-L. Yu, et al., Monoclinic Li_2TiO_3 nano-particles via hydrothermal reaction: Processing and structure, *Ceram. Int.* **40**, 1901 (2014).
21. S. Wang, et al., Hydrothermal synthesis of lithium-enriched [small β]- Li_2TiO_3 with an ion-sieve application: excellent lithium adsorption, *RSC Advances*, **6**, 102608 (2016).
22. Q. Zhou, et al., Preparation of Li_2TiO_3 by hydrothermal synthesis and its structure evolution under high energy Ar^+ irradiation, *J. Eur. Ceram. Soc.* **37**, 4955 (2017).
23. K.-M. Min, Y.-H. Park, S. Cho, Synthesis of Li_2TiO_3 powder with high crystalline structure for tritium breeding material by ion-exchange process, *Fusion Engi. Des.*, **326**, 109-111 (2016).
24. Q. Zhou, et al., Preparation of Li_2TiO_3 ceramic with nano-sized pores by ultrasonic-assisted solution combustion, *J. Eur. Ceram. Soc.* **37**, 3595 (2017).
25. C.H. Jung, et al., Synthesis of Li_2TiO_3 ceramic breeder powders by the combustion process, *J. Nucl. Mater.*, **253**, 203 (1998).
26. S.J. Lee, Characteristics of lithium titanate fabricated by an organic-inorganic solution route, *J. Ceram. Process. Res.* **9**, 64 (2008).
27. A. Sinha, S.R. Nair, P.K. Sinha, Single step synthesis of Li_2TiO_3 powder, *J. Nucl. Mater.* **399**, 162 (2010).
28. Q. Zhou, et al., Effect of fuel-to-oxidizer ratios on combustion mode and microstructure of Li_2TiO_3 nanoscale powders, *J. Eur. Ceram. Soc.* **34**, 801 (2014).
29. Y. Gu, et al. Effect of glucose on the synthesis of iron carbide nanoparticles from combustion synthesis precursors, *J. Am. Ceram. Soc.* **99**, 1443 (2016).
30. S.A. Hosseini, V. Majidi, A.R. Abbasian, Photocatalytic desulfurization of dibenzothiophene by NiCo_2O_4 nanospinel obtained by an oxidative precipitation process modeling and optimization, *J. Sulfur Chem.* **39**, 119 (2018).
31. Fact Web Plus, http://www.crct.polymtl.ca/reactweb_plus.php, (2019).
32. A.R. Abbasian, M.R. Rahimpour, Z. Hamnabard, Phase transformation during sintering of Li_2TiO_3 nanocrystallites synthesised by hydrothermal method, *Micro & Nano Lett. Inst. Eng. and Technol.* **11**(12), 822 (2016).
33. R. Ramaraghavulu, S. Buddhudu, G. Bhaskar Kumar, Analysis of structural and thermal properties of Li_2TiO_3 ceramic powders, *Ceram. Int.* **37**, 1245 (2011).
34. Q. Zhou, et al. Flash synthesis of Li_2TiO_3 powder by microwave-induced solution combustion, *J. Nucl. Mater.*, **455**, 101 (2014).
35. K. Nakamoto, *Infrared and Raman Spectra of Inorganic and Coordination Compounds: Part B: Applications in Coordination, Organometallic, and Bioinorganic Chemistry*, Sixth Edition ed. (John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey, 2009).
36. D.A.H. Hanaor, et al. Solution based synthesis of mixed-phase materials in the $\text{Li}_2\text{TiO}_3\text{-Li}_4\text{SiO}_4$ system, *J. Nucl. Mater.* **456**, 151(2015).
37. A. León, et al. FTIR and Raman characterization of TiO_2 nanoparticles coated with polyethylene glycol as carrier for 2-methoxyestradiol, *Appl. Sci.* **7**, 49 (2017).
38. A. Laumann, et al. Iversen, Metastable formation of low temperature cubic Li_2TiO_3 under hydrothermal conditions—Its stability and structural properties, *Solid State Ionics*, **181**, 1525 (2010).
39. S.A. Hosseini, et al. Adsorptive removal of arsenic from real sample of polluted water using magnetic $\text{GO/ZnFe}_2\text{O}_4$ nanocomposite and ZnFe_2O_4 nanospinel, *Int. J. Environ. Sci. Technol.* (2018).
40. S.A. Hosseini, M. Davodian, A.R. Abbasian, Remediation of phenol and phenolic derivatives by catalytic wet peroxide oxidation over Co-Ni layered double nano hydroxides, *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* **75**, 97 (2017).
41. M. Shahmirzaee, et al., In situ crystallization of $\text{ZnAl}_2\text{O}_4/\text{ZnO}$ nanocomposite on alumina granule for photocatalytic purification of wastewater, *Res. Chem. Intermed.* **43**, 321 (2017).
42. M. Zahiri, M. Shafiee Afarani, A.M. Arabi, Dual functions of thiourea for solution combustion synthesis of ZnO/ZnS composite powders: fuel and sulphur source, *Appl. Phys. A*, **124**, 663 (2018).
43. S. Kumar, S. Ramnathan, N. Krishnamurthy, Thermal decomposition, phase evolution, sintering and characterization of lithium titanate synthesized by sol-gel process, *Process. Appl. Ceram.* **5**, 13 (2011).
44. F. Kaedi, et al., Ethanol electrooxidation on high-performance mesoporous ZnFe_2O_4 -supported palladium nanoparticles, *New J. Chem.* **43**, 3884 (2019).
45. NIST Chemistry WebBook, National Institute of Standards and Technology, <https://webbook.nist.gov/>, (2019).
46. J.A. Dean, *Lange's handbook of chemistry*, New york; London: McGraw-Hill, Inc (2004).

COPYRIGHTS

©2021 The author(s). This is an open access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution (CC BY 4.0), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, as long as the original authors and source are cited. No permission is required from the authors or the publishers.



استناد به این مقاله

حورا کاسپور، احمدرضا عباسیان، مهدی شفیع افارانی (۱۳۹۹)، تهیه پودر Li_2TiO_3 به روش سنتز احتراقی برای استفاده به عنوان زایشگر تریتم در راکتور گداخت، ۹۴، ۱۱-۲۰

DOI: 10.24200/nst.2021.1158

Url: https://jonsat.nstri.ir/article_1158.html