

# تأثیر عملیات حرارتی و اندازه ذره بر تغییرات فازی نانوذرات دی اکسید تیتانیوم

مهدی شایگانی مدد<sup>۱\*</sup>، بابک ژاله<sup>۲</sup> و غزاله اشرفی<sup>۳</sup>

۱- کارشناس ارشد، گروه فیزیک، دانشگاه بوعلی سینا همدان

۲- استادیار، گروه فیزیک، دانشگاه بوعلی سینا همدان

۳- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران مرکز

\*m.shaygani@basu.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۱۳۸۹/۰۷/۲۸، تاریخ پذیرش: ۱۳۸۹/۰۹/۳۰)

## چکیده

در سال‌های اخیر تحقیقات فراوانی درباره دی اکسید تیتانیوم و خصوصیات آن انجام شده که اکثر آنها به دلیل توانایی این ماده در حذف آلاینده‌ها و استفاده آن در سطوح خود تمیزشونده و مبدل‌های انرژی خورشیدی است. آاناتاز و روتایل دو فاز بلوری اصلی دی اکسید تیتانیوم هستند. ساختار بلوری و خواص فیزیکی نانوذره دی اکسید تیتانیوم تحت عملیات حرارتی تغییر می‌کند. در این پژوهش اثر اندازه ذرات در انتقال فاز از آاناتاز به روتایل تحت عملیات حرارتی بررسی و از دو پودر با میانگین اندازه دانه‌های ۳۰ نانومتر (A) و ۷۰ نانومتر (B) استفاده شده است. پودرها در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت در حضور هوا گرمادهی و به آرامی سرد شدند. مشخصه‌یابی پودرهای حاصل با میکروسکوپ الکترونی عبوری، تکنیک پراش اشعه ایکس و روش بت (BET) انجام شد. تغییر در اندازه و مورفولوژی دانه‌ها با میکروسکوپ الکترونی عبوری مشاهده شد، همچنین اثر اندازه ذرات روی انتقال فاز آاناتاز و روتایل با پراش اشعه ایکس بررسی گردید. انتقال فاز برای پودر A در مقایسه با پودر B در دمای پایین‌تری صورت گرفت که احتمالاً به واسطه تفاوت در ساز و کار رشد دانه‌ها برای پودر A و B است.

## واژه‌های کلیدی:

تغییرات فاز، عملیات حرارتی، نانوذره دی اکسید تیتانیوم، اندازه دانه‌ها.

## ۱- مقدمه

دارای سه فاز بلوری آاناتاز، روتایل و بروکیت است که فاز آاناتاز و روتایل به دلیل خاصیت فوتوکاتالیستی اهمیت بیشتری دارند. شکستن پیوندهای مواد آلی تجزیه‌ناپذیر و در نهایت تجزیه آنها به مواد به مراتب کم‌خطرتر، در اثر تابش نور خورشید و فرابنفش در نیمه‌رساناهایی از جمله اکسیدهای فلزی، عمل فوتوکاتالیستی گفته می‌شود. ساخت وسایل صنعتی تصفیه‌کننده

دی اکسید تیتانیوم یک نیمه رسانا با خواص فوق‌العاده و از جمله پرکاربردترین اکسیدهای فلزی است که در چند دهه اخیر نانوذرات آن بسیار مورد توجه قرار گرفته و در ساخت سلول‌های خورشیدی، حس‌گرها و حذف آلاینده‌ها زیست محیطی کاربردهای صنعتی پیدا کرده است. نانوذرات دی اکسید تیتانیوم

اندازه دانه‌ها با افزایش دما نشان داده شد. همچنین مساحت سطح ویژه نانوذرات در تمامی دماها با استفاده از دستگاه BET اندازه‌گیری و نتایج حاصل با یکدیگر مورد مقایسه قرار گرفت.

## ۲- روش تحقیق

در این پژوهش به منظور مشاهده تغییرات ساختار بلوری نانوذرات دی‌اکسید تیتانیوم در اثر گرمادهی از دو پودر نانو ذره با میانگین اندازه دانه‌های مختلف استفاده شد. پودر نانوذره دی‌اکسید تیتانیوم با میانگین اندازه ذرات ۳۰ نانومتر از شرکت دگوسای آلمان و پودر نانوذره دی‌اکسید تیتانیوم با میانگین اندازه ذرات ۷۰ نانومتر از شرکت نانومواد چین تهیه گردید.

مقدار ۵ میلی‌گرم از هر دو پودر ۳۰ و ۷۰ نانویی، در شرایط یکسان در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد با استفاده از کوره عملیات حرارتی الکتریکی Azar Furnaces F11-1250 ساخت ایران گرمادهی شدند.

تمامی نمونه‌ها از دمای آزمایشگاه در کوره قرار گرفته و تا دمای مورد نظر حرارت داده شدند. آهنگ افزایش دما تا دمای مورد نظر  $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$  بوده و نمونه‌ها به مدت ۱۲۰ دقیقه در آن دما باقی مانده و سپس در زمان نسبتاً طولانی خنک شدند. آهنگ کاهش دما در به وجود آمدن ساختار بلوری یا شبه آمورف تأثیرگذار است. آهنگ کاهش دما برای تمامی نمونه‌های گرمادهی شده از دمای ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  بوده و کلیه مراحل گرمادهی و خنک‌سازی نمونه‌ها در داخل کوره انجام گرفته است.

دستگاه XRD استفاده شده در این پژوهش ساخت شرکت ItalStructure ایتالیا مدل ADP2000 می‌باشد. این دستگاه به یک بلور گرافیت مجهز است. منبع تولید اشعه ایکس  $\text{CuK}\alpha$  و طول موج پرتو ایکس،  $1/5405$  آنگستروم می‌باشد. الگوی پراش نمونه در محدوده  $2\theta$ ، (۵۰-۲۰) با سرعت پیمایش  $(2^{\circ}/\text{min})$  ثبت شده است.

به منظور بررسی مورفولوژی دانه‌ها از میکروسکوپ الکترونی عبوری مدل Philips XL استفاده شد. مساحت سطح ویژه هر

آب‌های آلوده و هوا، از جمله کاربردهای فوتوکاتالیستی نانوذرات دی‌اکسید تیتانیوم می‌باشد. تحقیقات بسیاری نشان داده‌اند که عمل فوتوکاتالیستی در دی‌اکسید تیتانیوم تابعی از فاز بلوری و اندازه دانه‌هاست [۱]. خاصیت فوتوکاتالیستی فاز آاناتاز بسیار بیشتر از فاز روتایل است. پدیده جالب این است که حضور فاز روتایل در مجاورت فاز آاناتاز با نسبت چهار به یک باعث افزایش خاصیت فوتوکاتالیستی می‌شود. به عبارت دیگر ترکیب فاز آاناتاز با فاز روتایل به نسبت چهار به یک دارای خاصیت فوتوکاتالیستی به مراتب بهتری در مقایسه با فاز آاناتاز خالص است [۲]. عمل فوتوکاتالیستی در سطح دانه‌ها اتفاق می‌افتد بنابراین فاز بلوری سطح دانه‌ها از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. یکی از فرآیندهای اثرگذار بر ساختار بلوری و اندازه دانه‌ها در مواد، عملیات حرارتی است. یکی از تکنیک‌های عملیات حرارتی، پخت و گرمادهی مواد در دماهای بالاست. در اثر حرارت دادن، دانه‌های بلوری کوچک به دانه‌های بزرگتر تبدیل شده و امکان جوش خوردن دانه‌ها و دگرگونی ساختار بلوری نیز وجود دارد. آهنگ افزایش و کاهش دما از عوامل مهم و تأثیرگذار بر خصوصیات فیزیکی و شیمیایی مواد حرارت داده شده است. اگر آهنگ کاهش دما به اندازه کافی کوچک باشد زمان کافی برای منظم شدن بلورک‌ها و ایجاد ساختار بلوری برای مواد آتیل شده فراهم می‌شود. در طی مراحل عملیات حرارتی پدیده جالب انتقال فاز آاناتاز به روتایل در نانوذرات دی‌اکسید تیتانیوم روی می‌دهد [۳]. همانطور که قبلاً گفته شد نسبت ترکیب فاز آاناتاز با روتایل در فعالیت‌های فوتوکاتالیستی بسیار مهم است و عملیات حرارتی یکی از عوامل تعیین‌کننده این نسبت است. در این تحقیق دو پودر دی‌اکسید تیتانیوم با اندازه دانه‌های ۳۰ و ۷۰ نانومتر در محدوده دمایی ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد گرمادهی شد و تأثیر اندازه دانه‌ها بر دمای دگرگونی فاز در نانوذرات دی‌اکسید تیتانیوم حرارت داده شده در مقیاس نانومتری بررسی گردید. با استفاده از تکنیک پراش اشعه ایکس ساختار بلوری و نسبت فاز بلوری آاناتاز به روتایل بررسی شد. با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری تغییر

نمونه گرمادهی شده توسط روش BET از ایزوترم جذب نیتروژن در دمای ۷۲ K و با دستگاه CHEMBET-3000 به دست آمده است.

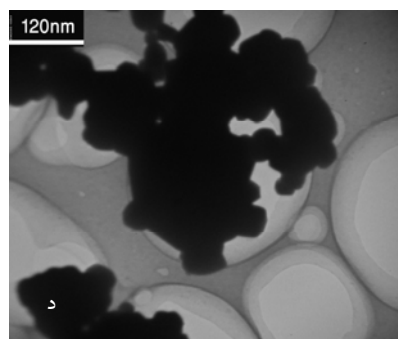
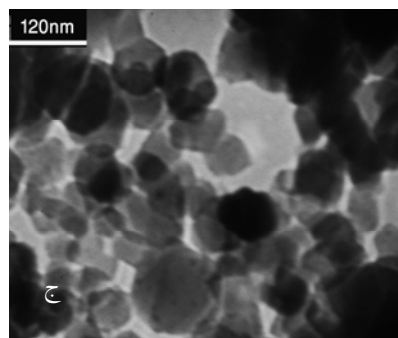
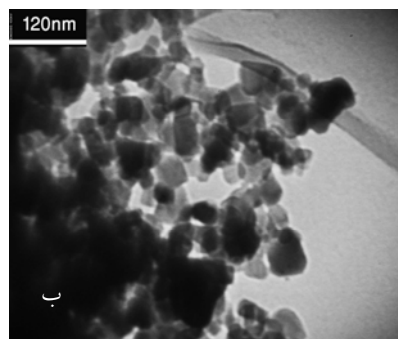
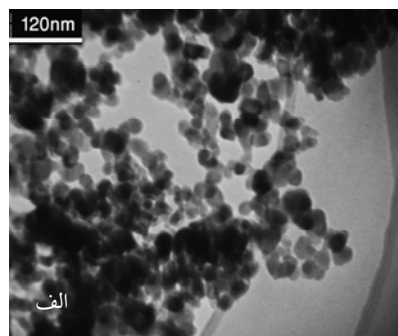
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- ارزیابی ساختاری

تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری برای نمونه ۳۰ نانومتری گرمادهی شده در شکل (۱) نشان داده شده است. همانگونه که از تصاویر مشخص است، نانوذرات در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد بدون اتصال و جوش خوردگی در کنار یکدیگر قرار گرفته‌اند، اما تصاویر نانوذرات در دماهای ۶۰۰ و ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد افزایش اندازه و تجمع ذرات در کنار یکدیگر را نشان می‌دهد. با افزایش دما به ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد اتصال و جوش خوردگی دانه‌ها به یکدیگر نیز مشاهده شد. از مقایسه تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری پودر ۳۰ نانومتری گرمادهی شده در دماهای مختلف مشخص شد که افزایش گرمادهی باعث تجمع نانوذرات در کنار یکدیگر شده و در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل ذوب شدن سطح دانه‌ها، اتصال دانه‌ها به یکدیگر اتفاق می‌افتد.

تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری برای نمونه ۷۰ نانومتری در شکل (۲) نیز نشان‌دهنده افزایش اندازه نانوذرات و تجمع آنها با افزایش دما است.

در شکل (۲-ج) نحوه اتصال و جوش خوردن نانوذرات در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان داده شده است. از مقایسه تصاویر میکروسکوپ الکترونی در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد برای هر دو نمونه مشخص شد که اتصالات و تجمع ذرات در پودر ۳۰ نانومتری بیشتر از پودر ۷۰ نانومتری است. علت این پدیده، ذوب سطحی بهتر ذرات پودر ۳۰ نانومتری نسبت به پودر ۷۰ نانومتری است. این برتری ذوب در سطح ذرات پودر ۳۰ نانومتری از اندازه کوچکتر آنها ناشی می‌شود.



شکل (۱): تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری پودر دی‌اکسید تیتانیوم با اندازه ذرات ۳۰ نانومتر در دماهای: الف) ۴۰۰°C، ب) ۶۰۰°C، ج) ۸۰۰°C و د) ۱۰۰۰°C.

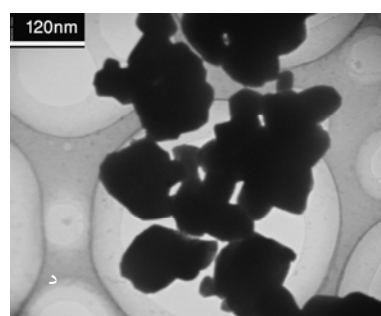
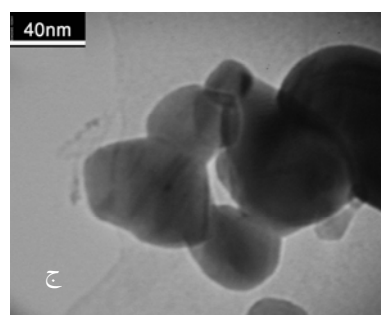
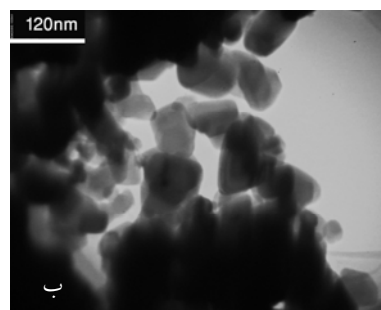
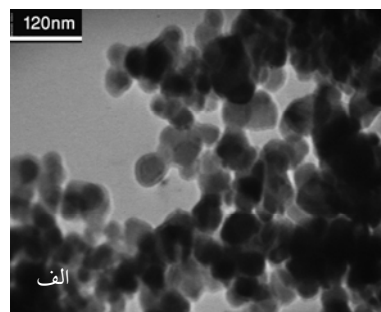
### ۳-۲- بررسی تغییر ساختار بلوری نانوذرات

در آهنگ کاهش دمای یک درجه بر دقیقه، زمان کافی برای به وجود آمدن ساختار بلوری در پودرهای گرمادهی شده فراهم می‌شود، از این رو تمامی نمونه‌های گرمادهی شده ساختار بلوری دارند. این موضوع با استفاده از پراش اشعه ایکس برای نمونه ۳۰ نانومتری در شکل (۳) و برای نمونه ۷۰ نانومتری در شکل (۴) نشان داده شده است. از الگوی پراش اشعه ایکس، انتقال فاز در اثر حرارت دادن برای هر دو ماده ۳۰ و ۷۰ نانومتری مشاهده شد.

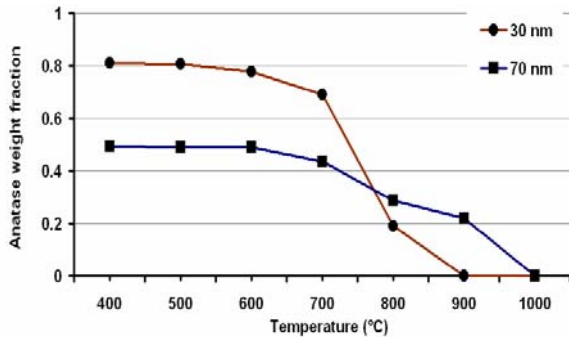
شکل (۳) نشان‌دهنده الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به پودر نانوذره ۳۰ نانومتری است که شروع و پایان انتقال فاز به صورت قابل ملاحظه را از ۷۰۰-۸۰۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. تغییر فاز بلوری با کاهش شدت پیک مشخصه فاز آاناتاز در زاویه ۲۵ درجه آغاز می‌شود همزمان با این کاهش شدت پیک آاناتاز، پیک مشخصه فاز بلوری روتایل در زاویه ۲۷ درجه شروع به رشد کرده و این رشد با افزایش دمای گرمادهی ادامه پیدا می‌کند. همانطور که از الگوی پراش اشعه ایکس پودر ۷۰ نانومتری (شکل ۴) مشخص است، انتقال فاز به صورت جزئی از ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد شروع و در ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد رشد فاز روتایل در حضور فاز آاناتاز ادامه می‌یابد. به طوری که در دمای ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد هنوز مقداری از فاز آاناتاز وجود داشته و پیک مشخصه آن در زاویه ۲۵ درجه مشاهده می‌شود. از مقایسه الگوی پراش دو نمونه مذکور مشخص شد که دگرگونی فاز در پودر ۷۰ نانومتری در مقایسه با پودر ۳۰ نانومتری در دمای بالاتری و با اختلاف دمایی در حدود ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد از پودر ۳۰ نانومتری اتفاق افتاده است.

با استفاده از رابطه‌های (۱) و (۲) می‌توان نسبت آاناتاز و روتایل را در طی مراحل عملیات حرارتی برای پودر دی‌اکسید تیتانیوم به دست آورد [۴ و ۵].

$$Rutile\% = \frac{1}{1 + 0.8\left(\frac{I_A}{I_R}\right)} \times 100 \quad (1)$$



شکل (۲): تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری پودر دی‌اکسید تیتانیوم با اندازه ذرات ۷۰ نانومتر در دماهای: الف) ۴۰۰°C، ب) ۶۰۰°C، ج) ۸۰۰°C و د) ۱۰۰۰°C.



شکل (۵): تغییرات درصد فاز آناتاز با دما در نمونه ۳۰ و ۷۰ نانومتری.

می‌توان تغییرات اندازه میانگین دانه‌ها را در قبل و بعد از حرارت دادن اندازه‌گیری کرد:

$$D = 0.9\lambda / \beta_{hkl} \cos \theta \quad (3)$$

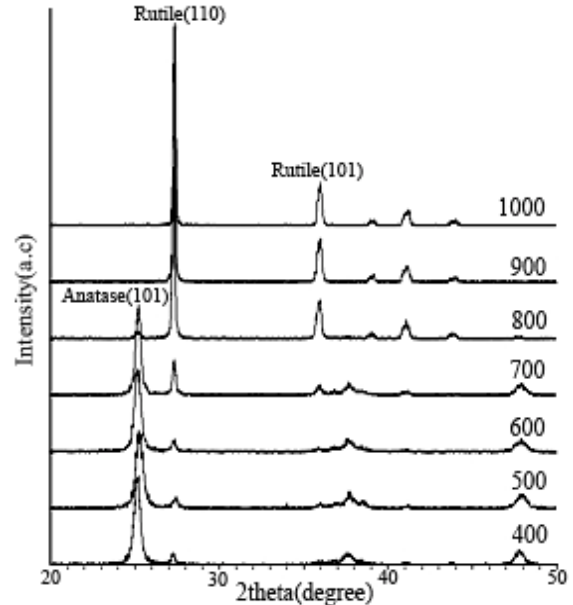
در این رابطه  $D$  اندازه بلورک و  $\theta$  زاویه براگ و  $\beta_{hkl}$  عرض زاویه‌ای کامل در نیمه‌بیشینه پیک ماکزیمم بر حسب رادیان است. این رابطه به رابطه دی-شرر معروف است و از آن برای محاسبه اندازه بلورک‌ها استفاده می‌شود [۶].

با استفاده از رابطه شرر و نتایج حاصل از الگوی پراش اشعه ایکس می‌توان میانگین اندازه دانه‌های فاز آناتاز و فاز روتایل را به طور مجزا در مراحل گرمادهی به دست آورد.

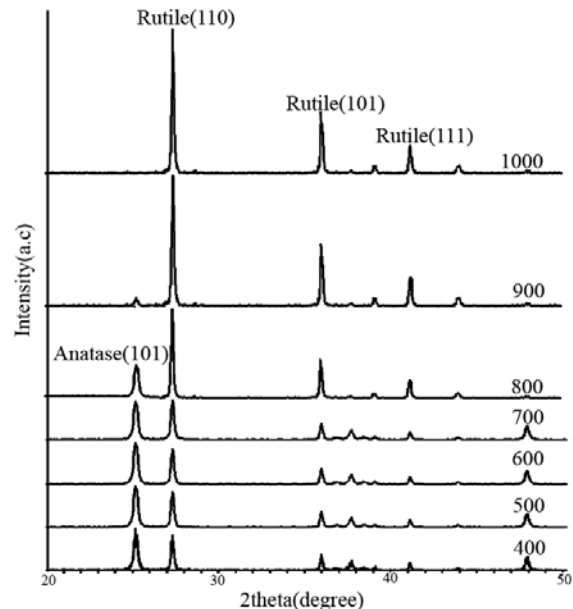
شکل (۵) نحوه کاهش درصد فاز آناتاز با دما برای نمونه ۳۰ و ۷۰ نانومتری را نشان می‌دهد.

یکی از عوامل مهم در انتقال فاز اندازه دانه‌ها است به طوری که برای مواد با دانه‌های بزرگتر انتقال فاز در دماهای بالاتر صورت می‌گیرد به عبارت دیگر، در نانوذرات انتقال فاز در دماهای پایین‌تر نسبت به میکرو ذرات انجام می‌شود [۷].

از مقایسه دو نمودار مشخص شد که دگرگونی فاز در دمای پایین‌تری برای پودر ۳۰ نانومتری در مقایسه با پودر ۷۰ نانومتری اتفاق می‌افتد. دگرگونی فاز از سطح دانه‌ها شروع می‌شود بنابراین در دانه‌های کوچکتر تغییر فاز از آناتاز به روتایل زودتر به مرکز دانه رسیده و از این رو دمای انتقال فاز با افزایش اندازه دانه‌ها نسبت مستقیم دارد.



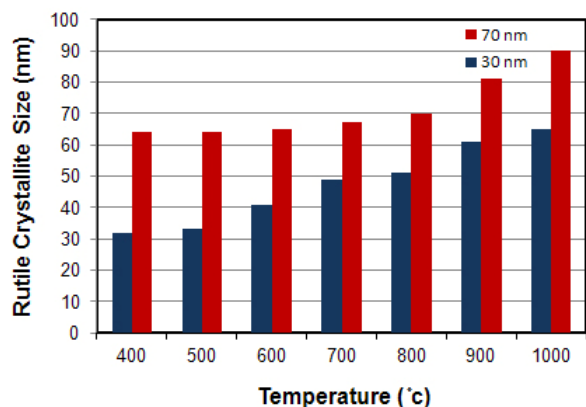
شکل (۳): الگوی پراش اشعه ایکس پودر ۳۰ نانومتری در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰°C.



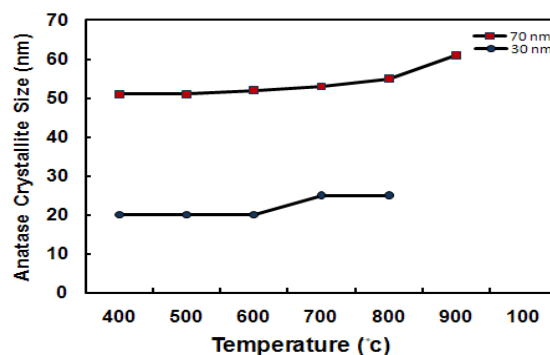
شکل (۴): الگوی پراش اشعه ایکس پودر ۷۰ نانومتری در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰°C.

$$\text{Anatase}\% = (1 + 1.26 \frac{I_R}{I_A})^{-1} \times 100 \quad (2)$$

در این روابط  $I_A$  شدت پیک (۱۰۱) برای آناتاز و  $I_R$  شدت پیک (۱۱۰) برای روتایل است. همچنین با استفاده از رابطه (۳)



شکل (۷): افزایش اندازه دانه‌های روتایل برای پودر ۳۰ و ۷۰ نانومتری در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد.



شکل (۶): تغییرات اندازه دانه‌ها در فاز آاناتاز برای پودر ۳۰ و ۷۰ نانومتری در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد.

### ۳-۳- اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه نانوذرات

به طور کلی بررسی مساحت سطح ویژه در اجسام مختلف این اطلاعات را در اختیار ما قرار می‌دهد که یک ماده جامد چگونه با مواد دیگر واکنش می‌دهد، می‌سوزد و یا حل می‌شود. از تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری مشخص شد که با افزایش دما اندازه دانه‌ها بزرگتر می‌شود. در اثر بزرگ شدن دانه‌ها مساحت سطح ویژه آنها کاهش می‌یابد [۴]. یکی از روش‌های اندازه‌گیری مساحت سطح ویژه استفاده از تکنیک BET است.

همچنین از اندازه دانه‌ها طبق رابطه زیر نیز می‌توان مساحت سطح ویژه برای مواد پودری را به دست آورد:

$$S = 6/pD \quad (4)$$

که در آن  $p$  چگالی بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب و  $D$  اندازه دانه‌ها بر حسب میکرومتر و  $S$  مساحت سطح ویژه بر حسب متر مربع بر گرم ( $m^2/g$ ) است [۱ و ۶]. چگالی برای نانوذره دی‌اکسید تیتانیوم دگوسای آلمان برابر  $4 g/cm^3$  و برای پودر ۷۰ نانومتری  $4/2 g/cm^3$  است. مساحت سطح ویژه از دو روش BET و نتایج الگوی پراش اشعه ایکس در جدول (۱) برای هر دو نمونه ۳۰ و ۷۰ نانومتری گرمادهی شده در محدوده دمایی ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد آورده شده است. برای هر دو نمونه با افزایش اندازه دانه‌ها در اثر افزایش دما، مساحت سطح ویژه کاهش می‌یابد.

شکل (۶) تغییرات اندازه دانه‌های آاناتاز در هر دو نمونه با دما را نشان می‌دهد. بر اساس رابطه شرر و اطلاعات به دست آمده از الگوی پراش اشعه ایکس دانه‌های فاز آاناتاز نیز همانند فاز روتایل با افزایش گرما شروع به بزرگتر شدن می‌کنند اما همزمان با رشد دانه‌ها در فاز آاناتاز دگرگونی ساختار هم اتفاق می‌افتد و در نتیجه آن درصد وزنی دانه‌های آاناتاز با افزایش دما کاهش می‌یابد. در پودر ۳۰ نانومتری با افزایش دما به ۷۰۰ درجه سانتی‌گراد، دانه‌های بزرگتر با حفظ ساختار کریستالی آاناتاز شروع به رشد می‌کنند اما دانه‌های کوچکتر همزمان تغییر فاز هم می‌دهند. با افزایش دما به ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد دانه‌های بزرگتر نیز تغییر فاز می‌دهند به همین دلیل در دمای ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد درصد وزنی نانوذرات فاز آاناتاز به صفر رسیده و دانه آاناتازی وجود ندارند. برای پودر ۷۰ نانومتری نیز وضعیت مشابه است با این تفاوت که در دمای بالاتر از ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد درصد وزنی نانوذرات فاز آاناتاز به صفر می‌رسد و از این جهت دانه‌های آاناتاز در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد حضور ندارند.

شکل (۷) مقایسه‌ای از افزایش اندازه دانه‌های روتایل برای پودر ۳۰ و ۷۰ نانومتری در دماهای ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد است. همانطور که از شکل (۷) مشخص است افزایش دما موجب افزایش اندازه دانه‌ها روتایل در هر دو نمونه شده است اما نرخ رشد دانه‌ها در پودر ۳۰ نانومتری بیشتر از پودر ۷۰ نانومتری است.

جدول (۱): نحوه تغییر مساحت سطح ویژه پودر دی‌اکسید تیتانیوم ۳۰ و ۷۰ نانومتری با گرمادهی در محدوده ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد.

دما	پودر نانوذره با میانگین اندازه ۳۰ نانومتر		پودر نانوذره با میانگین اندازه ۷۰ نانومتر	
	مساحت سطح ویژه از BET	مساحت سطح ویژه از XRD	مساحت سطح ویژه از BET	مساحت سطح ویژه از XRD
۴۰۰	۵۱	۴۷	۲۵	۲۲
۵۰۰	۴۹	۴۵	۲۵	۲۲
۶۰۰	۴۴	۳۷	۲۴	۲۲
۷۰۰	۳۴	۳۱	۲۴	۲۱
۸۰۰	۳۲	۲۹	۲۲	۲۰
۹۰۰	۲۸	۲۵	۱۹	۱۸
۱۰۰۰	۲۵	۲۳	۱۷	۱۶

مهم، نشان‌دهنده مطابقت بین نتایج به دست آمده از الگوی پراش اشعه ایکس و تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری است. همچنین مشاهده شد که با بزرگتر شدن دانه‌ها، مساحت سطح ویژه دانه‌ها در هر دو نمونه کاهش می‌یابد.

#### ۵- مراجع

- [1] T. Docters, J. M. Chovelon and J. M. Herrmann, "Syntheses of TiO<sub>2</sub> Photocatalysts by the Molten Salts Method Application to the Photocatalytic Degradation of Prosulfuron", Applied Catalysis B: Environmenta, Vol. 150, pp. 219-226, 2004.
- [2] N. Bowering, G. S. Walker and P. G. Harrison, "Photocatalytic Decomposition and Reduction Reactions of Nitric Oxide Over Degussa P25", Applied Catalysis B: Environmenta, Vol. 162, pp. 208-216, 2006.
- [3] K. A. Farrell, "Synthesis Effects on Grain Size and Phase Content in the Anatase-Rutile TiO<sub>2</sub> System", M. S. Thesis Faculty of the Worcester Polytechnic Institute, 2001.
- [4] J. Zhang, M. Li, Z. Feng and J. Chen, "UV Raman Spectroscopic Study on TiO<sub>2</sub> Phase Transformation at the Surface and in the Bulk", Phys. Chem. B, Vol. 110, pp. 927-935, 2006.
- [5] X. F. Yu, N. Z. Wu, Y. C. Xie and Y. Q. Tang, "The Monolayer Dispersion of V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> and its Influence on the Anatase-Rutile Transformation", Materials Science Letters, Vol. 20, pp. 319-321, 2001.
- [6] K. Porkodi, S. D. Arokiamary, "Synthesis and Spectroscopic Characterization of Nanostructured Anatase Titania: A photocatalyst", Materials Characterization Vol. 58, pp. 495-503, 2007.
- [7] K. R. Zhu, M. S. Zhang and J. M. Hong, "Size Effect on Phase Transition Sequence of TiO<sub>2</sub> Nanocrystal", Materials Science and Engineering A, Vol. 403, pp. 87-93, 2005.

از آنجا که مساحت سطح ویژه برای نانوذرات فاز روتایل از الگوی پراش اشعه ایکس به دست آمده است و نتایج BET مربوط به هر دو ساختار بلوری آاناتاز و روتایل است، در دماهای ۴۰۰-۸۰۰ درجه سانتی‌گراد اختلاف ناچیزی دیده می‌شود اما برای نمونه‌های پخت شده در دمای ۹۰۰-۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به دلیل اینکه تنها فاز بلوری روتایل در نمونه‌ها باقی مانده است، مطابقت خوبی بین مساحت سطح ویژه به دست آمده از نتایج الگوی پراش اشعه ایکس و تکنیک BET وجود دارد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

تحت عملیات حرارتی در ۴۰۰-۱۰۰۰ درجه‌سانتی‌گراد پدیده جالب دگرگونی و انتقال فاز بلوری از آاناتاز به روتایل در نانوذرات دی‌اکسید تیتانیوم، روی می‌دهد. در این پژوهش مشاهده شد که دمای انتقال فاز در مقیاس نانومتری، رابطه مستقیم با اندازه دانه‌ها دارد. انتقال فاز برای پودر دی‌اکسید تیتانیوم با اندازه دانه‌های ۳۰ نانومتر در دمای ۷۰۰-۸۰۰ درجه سانتی‌گراد و برای پودر مشابه با دانه‌های ۷۰ نانومتر در دمای ۸۰۰-۹۰۰ درجه سانتی‌گراد صورت می‌گیرد. با افزایش دما، اندازه دانه‌ها در هر دو نمونه

بزرگتر می‌شود. میزان رشد، تجمع و اتصال دانه‌ها در نمونه ۳۰ نانومتری در مقایسه با نمونه ۷۰ نانومتری بیشتر است. این نتیجه