

## رشد و شناسایی یک نانو پودر اکسید مضاعف اسپینل و بررسی حذف فسفات از محلول‌های

## آبی

لاله امید<sup>۱</sup>، هامان توکلی<sup>\*۱</sup>، آرزو قائمی<sup>۱</sup><sup>۱</sup> گروه شیمی، واحد اهواز، دانشگاه آزاد اسلامی، اهواز، ایران**Synthesis and characterization of a spinel doubleoxide nanopowder and phosphate removal study from aqueous media**Laleh Omid<sup>1</sup>, Haman Tavakkoli<sup>\*1</sup>, Arezoo Ghaemi<sup>1</sup><sup>1</sup> Department of Chemistry, Ahvaz Branch, Islamic Azad University, Ahvaz, Iran**Abstract**

In this research a spinel type double oxide nanopowder  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  was prepared by sol-gel method and its structure was identified using X-ray diffraction, thermal analysis, scanning electron microscopy and infrared spectroscopy methods. The X-ray diffraction pattern (XRD) showed that after the calcination, only the pericardial phase with spinel structure was formed. After identification and characterization of synthesized spinel, phosphate removal process was investigated. In this process, various parameters such as time, adsorption concentration, dye concentration and pH were studied.

**Keywords:** Spinel, Sol-gel, Nanopowder, Double oxide, Removal

Received: 14/07/2022

Accepted: 20/08/2022

**چکیده**

در این تحقیق یک نانو پودر اکسید مضاعف از نوع اسپینل با فرمول  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  به روش سل-ژل تهیه گردید. برای مشخصه یابی بلوری، ریختی، سطح ویژه و اندازه دانه ای نانوذرات از یک سری آنالیزهای تجزیه ای مانند  $FT-IR$ ,  $SEM$ ,  $XRD$ ,  $TGA$  استفاده گردید. الگو پراش اشعه ایکس نشان داد که بعد از عملیات تکلیس، تنها فاز اسپینل با ساختار مورد نظر تشکیل شده است. پس از شناسایی و مشخصه یابی اسپینل رشد داده شده به بررسی حذف فسفات از محلول آبی پرداخته شد. برای حذف آلاینده پارامترهای مختلفی از جمله: زمان، غلظت جاذب، غلظت رنگ و pH مورد مطالعه قرار گرفتند.

**واژه‌های کلیدی:** اسپینل، سل-ژل، نانو پودر، اکسید مضاعف، فرآیند حذف

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۴/۲۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۰۵/۲۹

<sup>\*</sup> نویسنده مسئول: هامان توکلی

نشانی: اهواز، بزرگراه گلستان، فلکه فرهنگ شهر، دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهواز، گروه شیمی

پست الکترونیکی: htavakkoli59@gmail.com

## ۱. مقدمه

مختلف) و یا لایه های نازک، تقسیم بندی نمود. آنها دسته مهمی از مواد را تشکیل می دهند که گستره کاملی از فلزات تا مواد عایق را در بر می گیرد. خواص مغناطیسی اکسیدهای فلزی شامل رفتار فرو، فری و آنتی فرو مغناطیس است. از خواص مهم اکسیدهای فلزی می توان رفتارهای مغناطیسی، الکتریکی، دی الکتریکی، نوری، اسید-باز لوئیس، اکسایش و کاهش را نام برد [۱۰]. این دانش کاربردهای زیادی در بخش های مختلف از جمله پزشکی، داروسازی، صنایع مختلف تولیدی، کشاورزی، تأسیسات ساختمانی، زیستی و ... دارد. از جمله کاربردهای مهم فناوری نانو، کاهش حذف آلاینده های زیست محیطی است که در این مقاله به کاربرد این مواد نانو ساختار در فناوری حذف آلاینده های فسفاتی از منابع آبی پرداخته می شود. فسفات یکی از عمده ترین آلاینده های غیر آلی می باشد که در فاضلاب های شهری و با مقادیر متفاوتی در فاضلاب های صنعتی یافت می شود و غلظت آن در دریاچه ها و دریاها به دلیل استفاده از شوینده های آلی به سرعت در حال افزایش می باشد. بنابراین خروج فسفات از فاضلاب خیلی مهم است. فسفات یکی از عوامل مهم در زندگی امروزی به شمار می رود چرا که یکی از نیازهای عمده رشد و توسعه محصولات کشاورزی را کودهای فسفاته تشکیل می دهد. از طرفی به دلیل افزایش جمعیت، همواره جهان نیازمند مواد غذایی بیشتری خواهد بود و تامین این مواد ارتباط مستقیم با مصرف کودهای مختلف از جمله کودهای فسفاته دارد. فسفات ترکیبی غیر آلی و نمک اسید فسفریک است. در طبیعت هرگز فسفر به شکل خالص دیده نشده است. و تنها به شکل فسفات دیده شده که شامل اتم فسفر که با چهار اتم اکسیژن تشکیل پیوند داده می باشد. وجود مقدار بالایی یون فسفات در آب های طبیعی می تواند اثر مخربی روی اکولوژی آبی داشته باشد. با توجه به مطالعات انجام شده، فسفات به روش های گوناگونی از محلول های آبی و پساب های خارج گردیده است. از جمله این روش ها می توان به ته نشینی شیمیایی، روش های جداسازی غشایی (اسمز- معکوس)، تبادل یون، روش های الکتروشیمیایی،

تعریف هایی که از فناوری نانو در سال های اخیر ارائه شده، به اندازه کاربردهای فناوری نانو فراوان است. با این حال به نظر می رسد تعریفی که توسط مؤسسه ملی پیشگامی فناوری نانو آمریکا ارائه شده، یکی از بهترین تعریف ها باشد. نانو تکنولوژی شامل توسعه تحقیقات و فناوری در سطوح اتمی، مولکولی و ماکرومولکولی با طول تقریبی از ۱ تا ۱۰۰ nm، به منظور فراهم آوردن شناخت اصولی از پدیده ها و مواد نانو با هدف ایجاد و استفاده از ساختارها، قطعات و سیستم هایی که به خاطر اندازه کوچک و یا متوسط خود دارای خواص و عملکرد های جدیدی هستند، می باشد. با کاهش ابعاد نانو به مقیاس نانومتری، پدیده های جدید ظهور می کنند که متفاوت از پدیده های شناخته شده فیزیک کلاسیک است [۱،۲]. زمانی که اندازه ذرات یک ماده وارد محدوده نانو می شود، فیزیک و شیمی جدیدی بر رفتار آن ها حاکم می شود که در آن علاوه بر ترکیب و ساختار آن ماده، شکل، اندازه و شرایط محیطی نیز به عنوان پارامترهای اساسی در تعیین خصوصیات آن ماده وارد می شوند [۳،۴]. رایج ترین مواد در فناوری نانو، نانوذرات هستند و از این رو می توان گفت که اهمیت بسیار بالایی در فناوری نانو دارند. در نانوذرات، نسبت سطح به حجم بسیار زیاد بوده و به همین دلیل وقتی به عنوان کاتالیزور مورد استفاده قرار می گیرند با توجه به افزایش سطح برخورد، موثرتر می باشند [۵،۷]. در میان تمام مواد اصلی که در مقیاس نانو رشد داده می شوند، اکسیدهای فلزی که در گروه مواد نانو بر پایه فلزی قرار گرفته از اهمیت بیشتری برخوردارند. اکسیدهای فلزات واسطه به دلیل خواص منحصر به فردشان جایگاه ویژه ای در علم مواد دارند [۸،۹]. به دلیل اهمیت زیاد این مواد در سالیان اخیر تحقیقات زیادی بر روی رشد، شناسایی و بررسی برخی از خواص اکسیدهای فلزی مختلط انجام شده است. اکسیدهای فلزی را می توان به شکل های متفاوت از جمله، بلورهای منفرد (خالص و یا دارای نقص)، پودر (با تعداد زیادی از بلورها)، نمونه های بس بلور (بلورها با جهت گیری های

مواد شیمیایی استفاده شده در این تحقیق در جدول ۱ آورده شده است.

برای بررسی طیف مادون قرمز مواد از دستگاه طیف سنج مادون قرمز تبدیل فوریه FT-IR مدل PerkinElmer BX II، برای تعیین غلظت فسفات باقیمانده از دستگاه UV-Vis مدل Lambda 35 perkinElmer، برای بررسی ساختار و تشکیل فاز نانو پودر رشد داده شده از دستگاه آنالیز پراش پرتو ایکس<sup>۱</sup> مدل Siefert ID3003، و برای بررسی ریختن سطح از میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۲</sup> مدل KYKY\_EM3200، استفاده شد

انعقاد و لخته سازی و جذب سطحی اشاره کرد [۱۱،۱۳]. در این پژوهش، تحقیقات در دو بخش انجام می گردد که بخش اول شامل رشد نانو پودر ذرات اکسید اسپینل به روش سل ژل و سپس شناسایی ترکیبات با استفاده از پراش اشعه ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی و همچنین بررسی آن با استفاده از آنالیز TGA می باشد. در بخش دوم توانایی نانو پودر  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$  برای حذف فسفات به دلیل داشتن سطح ویژه مناسب بررسی گردید.

## ۲. بخش تجربی

### ۲.۱. مواد و ابزارها

جدول ۱- مواد مورد استفاده

اسیدسیتریک	اسیدنیتریک	اسید کلریدریک	اسید سولفوریک	نیکل نیترات ۶ آبه
مس نیترات ۳ آبه	روی نیترات ۶ آبه	میزیم نیترات ۴ آبه	آب دیونیزه	آمونیم هپتا مولیبدات تترا هیدرات
سدیم هیدروکسید	دی اتلین تری آمین	گلیسرین	کلرید قلع (II)	پتاسیم دی هیدروژن فسفات

### ۲.۳. روش کار

ترکیبات نیکل نیترات ۶ آبه و کبالت نیترات ۶ آبه را در بشر ریخته و با آب دیونیزه حل می کنیم. سپس روی همزن مغناطیسی گذاشته تا خوب حل شود. در مرحله بعدی مقداری اسید سیتریک کم کم به محلول فلزات اضافه گردید. وقتی اسیدسیتریک به آرامی و کم کم به محلول اضافه می شود به ترکیب فرصت داده می شود تا کمپلکس تشکیل شود. محلول در بالن ته گرد ریخته شد و در سیستم رفلاکس قرار داده شد. محتویات درون بالن (سل) دوباره در بشر ریخته شد و روی هیتر حرارت گرفت تا حلال شروع به تبخیر کند. در پایان این مرحله ژل ۳ به دست می آید. ژل به دست آمده درون آن گذاشته شد. ترکیب مانند کیک پف می کند. ترکیب به دست آمده درون هاون ساییده شد و پودر حاصل درون کوزه ی چینی ریخته و در کوره الکترونیکی در دمای  $700^\circ\text{C}$  قرار گرفت تا فرایند تکلیس بطور کامل انجام گردد.

برای ساخت محلول مادر با غلظت  $50\text{ mg/lit}$ ، مقدار

$0.219\text{g}$  از پتاسیم دی هیدروژن فسفات برداشته و به وسیله آب مقطر در یک بالن  $100\text{ mlit}$  به حجم رسانده شد. تمامی محلول های دارای غلظت پایین تر، با رقیق سازی در بالن ژوژه های مورد نظر از این محلول مادر تهیه گردید. برای ساخت محلول آمونیوم مولیبدات  $0.25\text{g}$  از جامد آمونیوم مولیبدات به  $1.75\text{ mlit}$  آب مقطر اضافه شد و نیز  $2/8\text{ mlit}$  سولفوریک اسید به  $4\text{ mlit}$  آب مقطر اضافه شد و پس از سرد شدن محلول مولیبداتی که قبلاً ساخته شد به آن اضافه گردید و در بالن ژوژه  $10\text{ mlit}$  به حجم رسانده شد. برای ساخت کلرید استانوز  $0.05\text{g}$   $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  تازه را در  $2\text{ mlit}$  گلیسرین حل کرده ظرفش در حمام آب گرم قرار گرفت و با استفاده از همزن شیشه ای محلول هم زده شد و محلول درون قطره چکان ریخته شد.

## ۳. نتایج و بحث

### ۳.۱. روش های شناسایی و آنالیز

#### ۳.۱.۱. آنالیز حرارتی TGA

<sup>3</sup> Gel

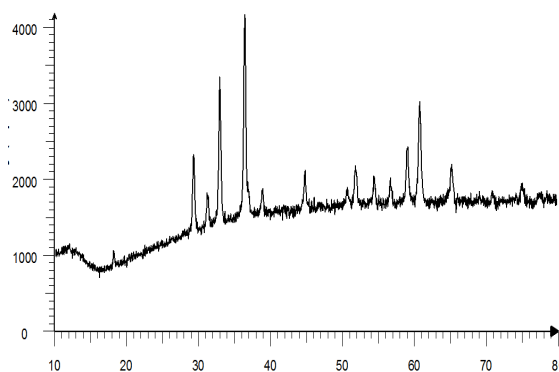
<sup>1</sup> X-ray diffraction (XRD)

<sup>2</sup> Scanning electron microscopy (SEM)

در نیمه ارتفاع محاسبه گردید:

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta_{hkl} \cos \theta_{hkl}} \quad (1)$$

در معادله ی مذکور زاویه براگ ( $\theta_{hkl}$ )، مربوط به بلندترین پیک که در  $37/1390$  ثبت شده و  $\lambda$  طول موج تابشی  $CuK\alpha$  ( $1/05418 \text{ \AA}$ ) می باشد. مقدار  $\beta_{hkl}$  که همان FWHM است از پهنای بلندترین پیک در نیمه ارتفاع آن بدست آمده است که باید به رادیان تبدیل شود. با قرار دادن محاسبات انجام شده جدول ۲ در معادله ی شرر اندازه نانو ذرات ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  برابر  $16/21 \text{ nm}$  به دست آمد که با توجه به کوچک بودن آن، جاذب مناسبی برای حذف آلاینده محسوب می شود.



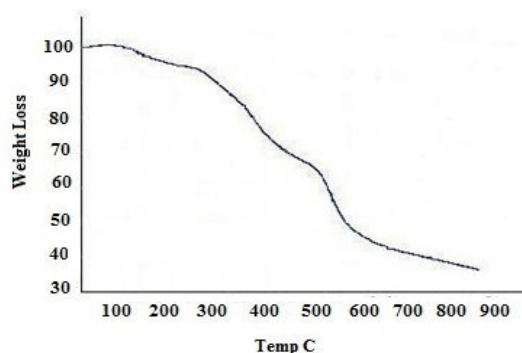
شکل ۲- آنالیز XRD ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$

جدول ۲- محاسبات معادله ی شرر

K	$\lambda$	$\beta_{hkl}$	$\cos \theta_{hkl}$	D
۰/۹	$1/05418 \text{ \AA}$	۰/۰۰۹	۰/۹۵	$16/21 \text{ nm}$

۳.۱.۳. بررسی تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تصاویر نشان داده شده در شکل ۳ مربوط به  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  می باشد. بر اساس این عکس ها تخلخل در سطوح آشکار است و اندازه ذره ها در محدوده  $42 \text{ nm}$  - محاسبه شده است. همچنین این تصاویر نشان می دهند که بعد از تکلیس، ریخت پودر به صورت کروی شکل و با صفحاتی با حفرهای نسبتاً بزرگ در می آید. ایجاد حفرها، ناشی از آزاد شدن مقادیر زیاد گاز در طی فرایند تکلیس می باشد.

شکل ۱ آنالیز حرارتی TGA مربوط به نمونه  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  می باشد. داده های حاصل از آنالیز مورد نظر در گستره ی دمایی  $20-1000^\circ\text{C}$  و با شیب حرارتی  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ، انجام شده و ثبت گردیده اند. منحنی TGA در ۳ مرحله رخ داده است. همانطور که در شکل ۱ مشاهده می شود اولین روند کاهش وزن مربوط به حذف آب، در محدوده زیر  $200^\circ\text{C}$  رخ داده است و همچنین پیک در محدوده  $200-400^\circ\text{C}$  مربوط به حذف نیترات می باشد. سومین مرحله کاهش وزن، در ناحیه  $400-600^\circ\text{C}$  مشاهده می شود که مربوط به سوختن سیتریک اسید و تشکیل اکسید فلزی می باشد.



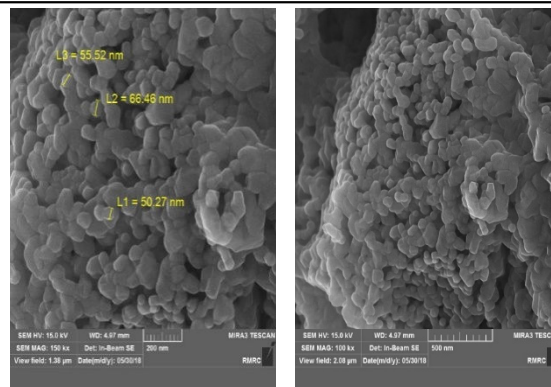
شکل ۱- آنالیز حرارتی TGA ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$

### ۳.۱.۳. بررسی پراش اشعه ی ایکس

شکل ۲ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  را نشان می دهد. همان گونه که مشاهده می شود، نمونه دارای تک فاز اسپینل می باشد. با در نظر گرفتن پیک های دیده شده در این طیف هیچ گونه فاز ناخالصی در ترکیب مورد نظر مشاهده نمی شود. با توجه به اطلاعات حاصل از XRD ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  می توانیم صفحات بلوری  $(020)$ ،  $(200)$ ،  $(220)$ ،  $(202)$ ،  $(321)$ ،  $(400)$  را به فاز اسپینل نسبت دهیم.

گفته شد که بر اساس الگوی XRD حاصل می توان اندازه بلورک نانوذرات مورد نظر را محاسبه کرد. بنابراین با استفاده از پهنای تیز ترین پیک مشاهده شده می توان اندازه ذرات را تعیین کرد. در شکل ۲، تیز ترین پیک مشاهده شده در زاویه ی  $2\theta = 37/1390^\circ$  قرار دارد. پس اندازه متوسط ذرات (D)، با استفاده از معادله شرر و بر اساس پهنای پیک پراش  $(200)$

سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه استفاده شد. برای مقایسه نانوپودرها و رسیدن به اهداف مورد نظر پروژه، این نانوپودرها در دو مرحله توسط طیف مادون قرمز مورد بررسی قرار گرفتند. مرحله اول پودرها به صورت ژل خشک (قبل از مرحله تکلیس) و مرحله دوم پودرهای کلسینه شده بودند. به طور کلی طیف FT-IR این ترکیبات، شبیه به اکثر ترکیبات اسپینل نوع  $AB_2O_4$  است که اغلب دارای ساختار هشت وجهی  $BO_6$  هستند. شکل های ۴ و ۵ نشان دهنده طیف FT-IR نمونه ها قبل از کلسینه شدن (ژل خشک) و بعد از کلسینه شدن است.

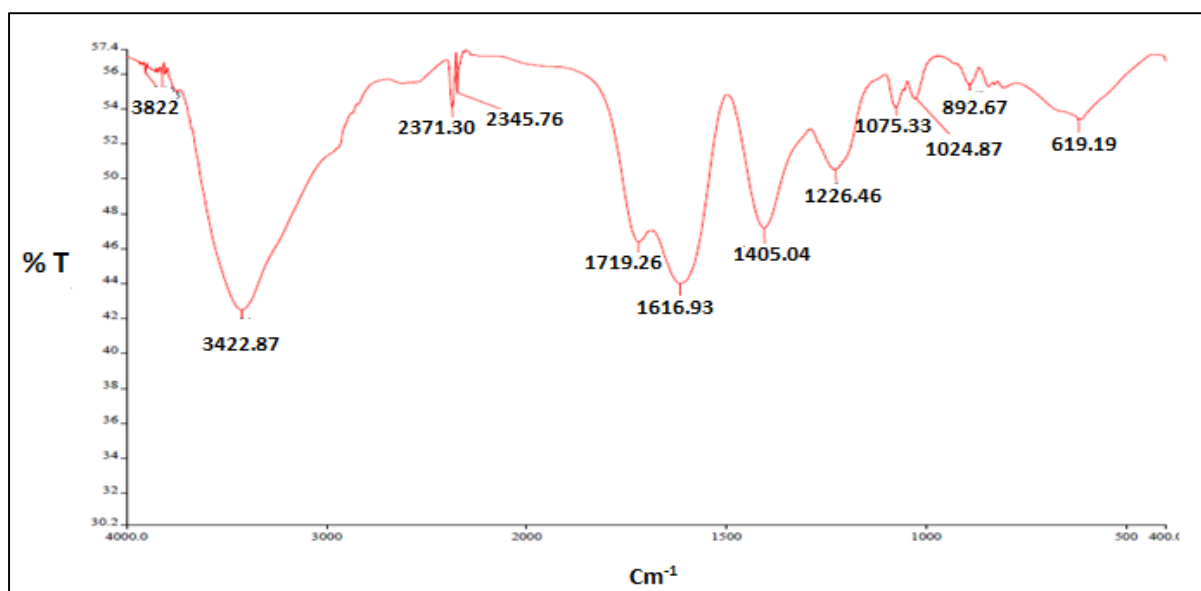


شکل ۳- تصویر SEM ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  با بزرگنمایی ۴۰۰۰۰

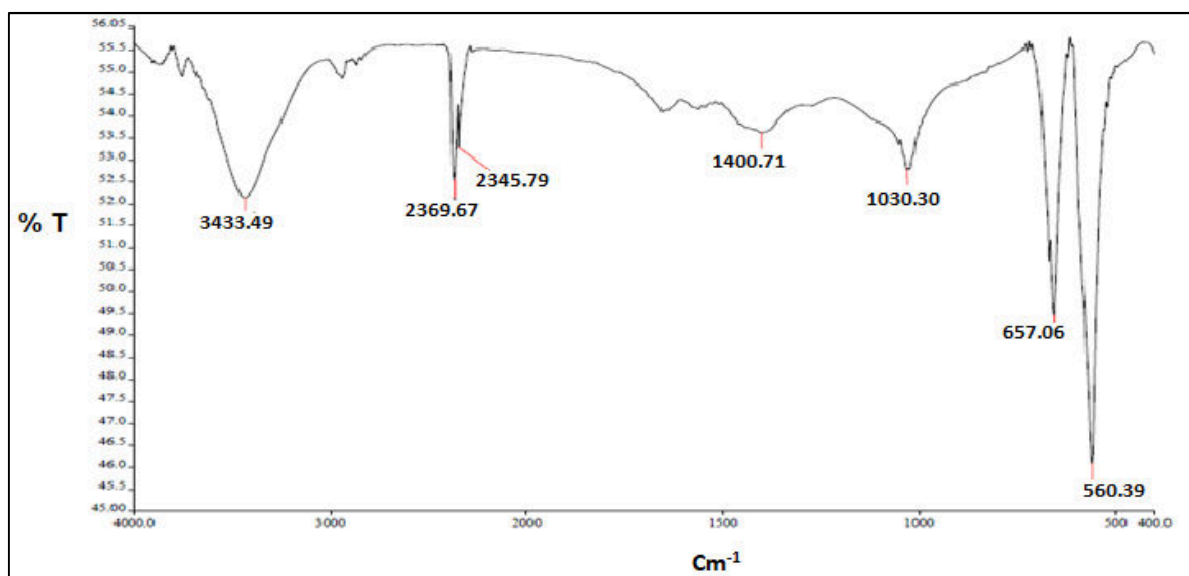
برابر

### ۴.۱.۳. بررسی طیف سنجی مادون قرمز تبدیل فوریه

در این مطالعه برای شناسایی ترکیب رشد داده شده، از طیف

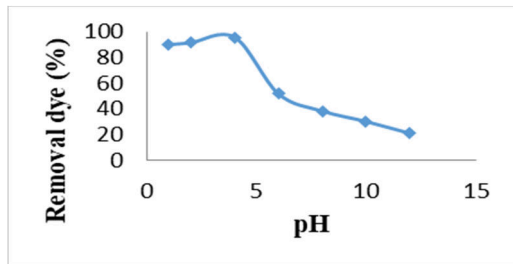


شکل ۴- آنالیز FT-IR ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  قبل از تکلیس



شکل ۵- آنالیز FT-IR ترکیب  $LiMn_{0.5}Co_{1.5}O_4$  بعد از تکلیس در دمای ۷۰۰

فسفات ۵۰ ppm در نظر گرفته شد. پس از پایان آزمایشات مذکور نتایج به صورت شکل (۶) ترسیم شد و با توجه به این نمودار بیشترین درصد حذف فسفات در pH های اسیدی رخ می دهد و با افزایش pH از ۴ به ۱۲، به تدریج درصد حذف فسفات کاهش می یابد. pH بهینه با توجه به نتایج حاصل ۴ می باشد.



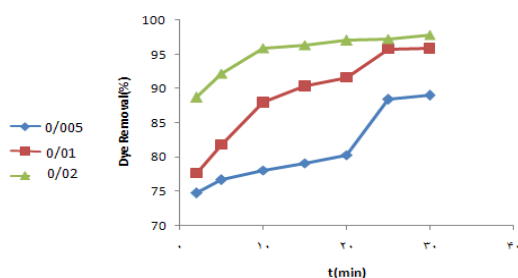
شکل ۶- نمودار نتایج اثر pH محلول فسفات با جاذب

$\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$ ، مقدار جاذب ۰/۰۲ g، زمان تماس ۳۰ min

غلظت ۵۰ ppm

### ۲.۲.۳. اثر زمان تماس و مقدار جاذب

در این مرحله از آزمایش دو پارامتر مهم زمان تماس و مقدار جاذب به طور همزمان با نمونه  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$  مورد بررسی قرار گرفتند. در این دسته از آزمایشات pH بهینه یعنی ۴ و غلظت اولیه فسفات ۵۰ ppm انتخاب شد. پس از پایان مرحله ی مذکور و بررسی ۲ متغیر، نتایج به صورت شکل (۷) ترسیم شد. با تحلیل نتایج، نشان داده شد که بازده حذف فسفات بسیار سریع می باشد و با افزایش زمان تماس بین جاذب و جذب شونده، یک سیر صعودی مشاهده می شود یعنی درصد حذف فسفات افزایش می یابد. بر اساس این نمودار، وقتی که مقدار جاذب ۰/۰۲ g باشد بازده از ۷۷/۶۴٪ در دقیقه دوم به ۹۵/۹۲٪ بعد از ۳۰ دقیقه، افزایش یافته است. با توجه به شکل (۷) زمان بهینه ۳۰ min انتخاب شد.



شکل ۷- نمودار نتایج اثر مقدار جاذب و زمان تماس بر محلول

فسفات با جاذب  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$ ، غلظت ۵۰ ppm، pH=۴

به طور کلی در طیف FT-IR این ترکیبات، ارتعاشات زیر مشاهده می شود: ناحیه  $400 \text{ cm}^{-1}$  تا  $600 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات کششی M-O، می باشد. پیک مشاهده شده در ناحیه حدود  $1100 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به ارتعاشات کششی متقارن پیوند C-O موجود در سیتریک اسید می باشد (شکل ۵). پیک های شاخص در نواحی  $1200 \text{ cm}^{-1}$  و  $1300 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به و کشش های نامتقارن گروه  $\text{NO}_3$  می باشند. پیک موجود در ناحیه  $1700 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به گروه های C=O می باشد (شکل ۵). پیک های مشاهده شده در نواحی  $2343 \text{ cm}^{-1}$  و  $2363 \text{ cm}^{-1}$  مربوط به  $\text{CO}_2$  هوا می باشند. به علاوه پیک های مشاهده شده در ناحیه  $3400 \text{ cm}^{-1}$  تا  $3500 \text{ cm}^{-1}$  در طیف IR نمونه های ژل خشک نیز به ارتعاشات کششی گروه O-H ناشی از حضور آب در ژل اولیه، مربوط می باشند (شکل ۵). در پایان با مقایسه شکل های قبل از تکلیس و بعد از آن، مشخص می شود پیک های مربوط به عامل کمپلکس ساز در طیف های پودر کلسینه شده در دمای  $700^\circ\text{C}$  دیده نمی شوند.

### ۲.۳. مطالعه ی جذب آلاینده فسفات با نانو ذره ی

#### جاذب $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$

با توجه به اهمیت روز افزون حذف آلاینده ها از آب، ما در این بخش به بررسی حذف فسفات به وسیله ی نانوذره ی اسپینل می پردازیم. پس از رشد و شناسایی، نانوذرات  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$  به عنوان جاذب مناسب برای حذف آلاینده فسفات از محلول های آبی انتخاب گردید. بر این اساس در آزمایشات انجام شده اثر شرایط مختلف از قبیل pH محلول، زمان تماس، مقدار جاذب و غلظت اولیه فسفات مورد بررسی قرار گرفت.

### ۳.۲.۱. بررسی جذب فسفات در pH های مختلف و

#### تعیین pH بهینه

برای تعیین چگونگی اثر pH بر حذف آلاینده ی فسفات، آزمایشات دسته ای موردنظر را در pH های ۱، ۲، ۴، ۶، ۸، ۱۰، ۱۲، انجام شد. در این آزمایشات مقدار جاذب  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$  ثابت و برابر ۰/۰۲ g و غلظت اولیه ی

اورتورومبیک و تک فازی بودن بلور اسپینل و از همه مهم تر تأیید کننده ساختار اسپینلی نانو پودر رشد داده شده می باشد. همچنین در این روش آنالیزی پارامترهای شبکه بلوری نیز به دست آمدند. آنالیز حرارتی TGA نیز مورد بررسی قرار گرفت و بررسی مرحله به مرحله نتایج حاصل از آن، تغییرات فاز و تشکیل ساختار اسپینل را نشان داد. از تمام ترکیبات رشد داده شده با آنالیزهای مادون قرمز طیف گرفته شد که نتایج حاصل مؤید ساختار موردنظر می باشند. با بررسی تصاویر حاصل از آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی ریخت سطح و اندازه نانوذرات رشد داده شده مطالعه شد. در این آزمایشات با تغییر پارامترهای مؤثر شرایط گوناگون را بررسی کرده و شرایط بهینه تعیین گردید. نتایج نشان دادند که حذف فسفات در مدت زمان کوتاهی با دوز جاذب  $0.02\text{g}$  با غلظت رنگ اولیه  $50\text{ ppm}$  در  $\text{pH}=4$  رخ می دهد.

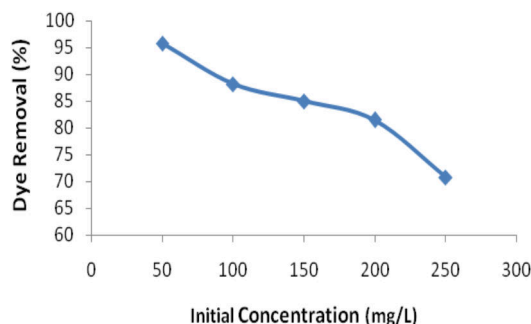
### مرجع ها

- [۱] ع. مرسلی، نانوشیمی سوپرامولکول ها، انتشارات دانشگاه تربیت مدرس، تهران، ۱۳۹۶.
- [۲] م. صلواتی نیاسری، آ. سبحانی، نانورنگدانه ها، انتشارات علم و دانش، تهران، ۱۳۸۸.
- [۳] ع. سیم چی، آشنایی با نانو ذرات، خواص، روش های تولید و کاربرد، انتشارات دانشگاه صنعتی شریف، تهران ۱۳۸۷.
- [4] A. Afkhami, R. Moosavi, Adsorptive removal of Congo red, a carcinogenic textile dye, from aqueous solutions by magnetite nanoparticles, *Journal of Hazardous Materials*, **174** (2010) 398.
- [5] S. Banerjee, VR. Choudhary, A method for increasing the surface area of perovskite-type oxides. *Proc. Indian Acad. Sci.*, **112** (2000), 535.
- [6] L. Bedel, A. Roger, JL. Rehspringer, Y. Zimmermann, A. Kiennemann,  $\text{La}(1-\gamma)\text{Co}_0.4\text{Fe}_0.6\text{O}_3-\delta$  perovskite oxides as catalysts for Fischer-Tropsch synthesis. *Journal of Catalysis*, **235** (2005) 279.
- [7] M. Bhaskar, A. Gnanamani, RJ. Ganjeshjeeven, R. Chandraskar, S. Sadulla, G. Radhakrishnan. analyses of carcinogenic aromatic amines released from harmful azo colorant by streptomyces spss07. *Journal of Chromatograp A*, **1018** (2003) 117.
- [8] C.N.R. Rao, The effects of lanthanide elements on the La/Sr sites, *Annual Review of Physical Chemistry*, **40** (1989) 291.

با تغییر دومین پارامتر یعنی مقدار جاذب، و با توجه به نمودار مربوطه با افزایش مقدار جاذب درصد حذف فسفات نیز افزایش می یابد. این روند افزایشی را می توان به در دسترس بودن تعداد بیشتر مکان های جذبی برای مولکول های فسفات با افزایش مقدار جاذب، نسبت داد. با توجه به شکل (۷) مقدار بهینه جاذب  $0.02\text{g}$  انتخاب شد.

### ۳. ۲. ۳. اثر غلظت آلاینده فسفات

غلظت رنگ محلول یکی دیگر از متغیرهای مهم در فرآیند جذب می باشد. بدین منظور، اثر غلظت اولیه فسفات (در گستره  $50\text{ ppm}$  تا  $300\text{ ppm}$ ) بر روی جذب آن توسط نانوذرات  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$  مورد بررسی قرار گرفت. در این آزمایشات شرایط بهینه شامل  $\text{pH}=4$ ، مقدار جاذب  $0.02\text{g}$  و زمان تماس  $30\text{ min}$  اعمال شد. شکل (۸). نتایج نشان می دهد که با افزایش غلظت محلول فسفات، بازده حذف کاهش می یابد. نتایج این روند بیانگر وابستگی فرآیند جذب به غلظت اولیه فسفات می باشد. با توجه به شکل (۸) مقدار بهینه غلظت  $50\text{ ppm}$  انتخاب شد.



شکل ۸- نمودار نتایج اثر غلظت اولیه محلول فسفات با جاذب  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$ ،  $\text{pH}=4$ ، زمان تماس  $30\text{ min}$

### ۴. نتیجه گیری

در این تحقیق یک نانو پودر اکسید مضاعف از نوع اسپینل با روش سل-ژل تهیه گردید. نانو پودر مذکور با فرمولاسیون  $\text{LiMn}_{0.5}\text{Co}_{1.5}\text{O}_4$  بود که با استفاده از عامل کمپلکس ساز سیتریک اسید برای فرآیند رشد استفاده گردید. پس از تهیه نانو پودر اسپینل موردنظر، با روش های آنالیز تجزیه ای به شناسایی آن پرداخته شد. روش هایی مانند آنالیز پراش اشعه ایکس نشان دهنده ساختار بلوری

- zirconate titanate and zirconia . *Journal of Colloid and Interface Science*, **369** (2012) 184.
- [12] H. Tavakkoli, M.Yazdanbakhsh. Fabrication of two perovskite-type oxide nanoparticles as the new adsorbents in efficient removal of a pesticide from aqueous solutions: Kinetic, thermodynamic, and adsorption studies, *Microporous and Mesoporous Materials*, **176** (2013) 86.
- [13] D. Wanga, SA .Rocks, RA. Doreyc. Electrohydrodynamic atomization deposition of PZT sol-gel slurry and sol infiltration on the films. *Journal of the European Ceramic Society*, **32**(2012) 1651.
- [9] M.Darroudi, M.B.Ahmad, R.Zamiri, A.H.Abdullah, N.A. Lbrahim, K.Shameli, and M.Shahril Husin, Preparation and characterization of gelatin mediated silver nanoparticles by laser ablation, *J. Alloys Compd*, **4** (2011) 1301
- [10] S.Lui, X.Qian, J .Xiao..Synthesis and characterization of  $\text{La}_{0.8}\text{Sr}_{0.2}\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5}\text{O}_{3+\delta}$  nanopowders by microwave assisted sol-gel route. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **44** (2007)187.
- [11] TM. Stawska, RB .linka, SA. Veldhuis, HL. Castricumb, DHA. Blanka, JE. Elshofa. Time- resolved small angle X-ray scattering study of sol-gel precursor solutions of lead