

Uticaj procesnih parametara na morfologiju i adsorpcione osobine nanokristalnog bemitita

Zoran Obrenović^{1,2}, Ljubica M. Nikolić³, Radislav Filipović^{1,2}, Marija Milanović³, Ivan Stijepović³

¹Univerzitet u Istočnom Sarajevu, Tehnološki fakultet Zvornik, Republika Srpska, BiH

²Fabrika glinice "Birač" AD Zvornik, Zvornik, Republika Srpska, BiH

³Univerzitet u Novom Sadu, Tehnološki fakultet, Novi Sad, Srbija

Izvod

Dobijanje različitih prelaznih faza Al_2O_3 dobrih adsorpcionih osobina poslednjih decenija privlači veliku pažnju istraživača kako sa aspekta istraživanja tako i sa aspekta primene ovih materijala. Prelazne Al_2O_3 faze predstavljaju metastabilne polimorfne oblike alumine koje nastaju pri dehidraciji aluminijum-hidroksidnih (gibsit i bajerita) ili aluminijum-oksihidroksidnih prahova (bemitita). U ovom radu sintetisan je nanokristalni bemit polazeći od rastvora natrijum-aluminata, dobijenog u Bajerovom postupku. U procesu neutralizacije sumpornom kiselinom, podešavanjem procesnih parametara i dodatkom glukoze, dobijen je nanokristalni bemit, prosečne veličine kristalita ispod 5 nm i specifične površine iznad $360 \text{ m}^2/\text{g}$. Za analizu faznog sastava, strukture i morfologije dobijenih prahova primenjene su sledeće metode: rentgenska difrakcija, XRD, Furije transformisana infracrvena spektroskopija, FT-IR, skenirajuća elektronska mikroskopija, SEM i niskotemperaturna adsorpcija azota. Rezultati su pokazali da je, bez obzira na uslove sinteze, a uz korišćenje glukoze, moguće dobiti nanokristalni bemitni prah, na relativno niskoj temperaturi. Pri tome je pokazano da karakteristike praha (struktura i morfologija) zavise od pH vrednosti polaznog rastvora kao i od vremena trajanja reakcije neutralizacije.

Ključne reči: natrijum-aluminat, nanokristalni bemit, neutralizacija, morfologija čestica, specifična površina, zapremina pora, raspodela pora po veličini.

Dostupno na Internetu sa adrese časopisa: <http://www.ache.org.rs/HI/>

Prelazne Al_2O_3 faze zbog svojih strukturnih karakteristika, a pre svega velike specifične površine, velike ukupne zapremine pora i uniformne raspodele pora, imaju izuzetno velike mogućnosti industrijske primene kao adsorbenti, katalizatori, membrane [1,2]. Polimorfni oblici Al_2O_3 dobijaju se u procesu kalcinacije aluminijum-hidroksidnih (AH) i aluminijum-oksihidroksidnih (AOH) prahova u temperaturnom intervalu od 220 do 1000 °C [2]. Bemit, kao aluminijum-oksihidrat, ima poseban značaj ne samo kao prekursor za dobijanje različitih faza alumine nego i kao materijal koji se koristi za dobijanje membrana, katalizatora, prevlaka, adsorbensa ili biokompatibilnog materijala [3–6].

Uobičajeni postupci za dobijanje bemitita mogu se podeliti u tri grupe: *i*) precipitacija iz rastvora različitih soli aluminijuma, *ii*) hidroliza Al-alkoksida (ili nekih njegovih soli) pri različitim pH vrednostima i *iii*) termička dehidracija gibsitita. Karakteristično za sve ove metode je da se vrlo često koriste skupe i toksične sirovine, različiti aditivi za kontrolu brzina reakcija u tečnoj fazi i čestice bemitita kao centri kristalizacije. Pored toga, pri primeni hidrotermalne metode koriste se povišeni pri-

tisci i visoke temperature i do 200 °C, a sam proces može da traje od nekoliko časova do nekoliko dana [7–10].

Pri sintezi bemitita veoma je važna kontrola procesnih parametara, kao što su pH vrednost, temperatura, pritisak, karakteristike polaznih sirovina, koji određuju morfološke karakteristike bemitita poput stepena kristaličnosti, veličine kristalita, poroznosti, stepena aglomeracije. Poslednjih decenija, koje su obeležene intezivnim istraživanjima u oblasti dobijanja nanokristalnih materijala, velika pažnja je posvećena pronalaganju najpovoljnije metode za dobijanje nanokristalnog bemitita unapred zadatih karakteristika [11]. Strukturne i morfološke karakteristike nanokristalnog bemitita su značajne iz dva razloga. Kao prvo, omogućavaju njegovu mnogo veću primenu, a kao drugo, zbog izomorfne i topotaktičke fazne transformacije bemitita u prelazne faze alumine određuju strukturne karakteristike ovih faza, a time i mogućnosti njihove primene.

Za dobijanje nanokristalnog bemitita u ovom radu odabrana je metoda neutralizacije rastvora natrijum-aluminata sumpornom kiselinom. Rastvor natrijum-aluminata dobijen je u industrijskom Bajerovom procesu. Na taj način je izbegnuto korišćenje skupih i po okolinu štetnih alkoksida aluminijuma, čime se definiše i osnovna prednost predloženog postupka sinteze, a to je korišćenje jeftinih sirovina i sirovina koje su pogodne sa stanovišta ekologije [12]. Pored toga, za kontrolu procesa nukleacije bemitita korišćena je glukoza kao

NAUČNI RAD

UDK 544.23.022.51:66.017/.018:543.42

Hem. Ind. 68 (3) 357–362 (2014)

doi: 10.2298/HEMIND1304040600

Prepiska: M. Milanović, Univerzitet u Novom Sadu, Tehnološki fakultet, 21000 Novi Sad, Srbija.

E-pošta: majam@uns.ac.rs

Rad primljen: 4. april, 2013

Rad prihvaćen: 21. avgust, 2013

netoksičan organski aditiv, pri čemu je ispitivan i njen uticaj na mogućnost dobijanja nanokristalnog bemita na niskoj temperaturi i atmosferskom pritisku. Glukoza, kao organski aditiv ima raznovrsnu ulogu pri sintezi raznih tipova materijala, međutim, podaci o njenoj primeni pri sintezi različitih Al_2O_3 faza prilično su ograničeni [13]. Prema našim saznanjima, glukoza je korišćena za dizajniranje poroznosti kao i za sprečavanje rasta čestica alumine pri hidrotermalnim uslovima, odnosno na visokim temperaturama (170°C) [13,14]. Međutim, u ovom radu glukoza je korišćena na temperaturi od 70°C , što je mnogo niža temperatura od onih koje se primenjuju pri hidrotermalnim uslovima dobijanja bemita i Al_2O_3 faza. Pokazalo se da je primena glukoze, pri uslovima sinteze koji su karakteristični za dobijanje gibsita i bajerita [12], dovela do neočekivanog efekta, odnosno do dobijanja nanokristalnog bemita. Moguće je da se glukoza preko svojih $-\text{OH}$ grupa vezuje za aluminatne oblike koji nastaju u baznim rastvorima, obrazujući time slabe Al-komplekse koji blokiraju aktivne položaje za nukleaciju $\text{Al}(\text{OH})_3$ faza, favorizujući time nukleaciju bemita.

Proces neutralizacije rastvora aluminata sastoji se iz dve faze: prve u kojoj dolazi do neutralizacije slobodnog NaOH i druge u kojoj dolazi do hidrolize natrijum-aluminata pri čemu se izdvajaju čvrste faze AH i AOH. Neutralizacijom razblaženih rastvora natrijum-aluminata ($< 1\text{ M NaOH}$) nastaje prah u kome dominira bajeritna faza [15], dok pri neutralizaciji koncentrovanih rastvora aluminata ($> 2,5\text{ M NaOH}$) nastaju prahovi u kojima domira faza gibsita [16,17]. Neutralizacijom rastvora aluminata srednjih koncentracija ($1,0\text{--}2,5\text{ M NaOH}$) dobija se prah koji predstavlja smešu bajerita i gibsita [18]. Dodatkom glukoze u rastvor aluminata niskih koncentracija u određenom masenom odnosu prema Al^{+3} , dobijen je prah koji je po sastavu nanokristalni bemit [19], prosečne veličine kristalita od 3 do 5 nm. Termičkom obradom ovako dobijenog bemitnog praha mogu se dobiti prahovi prelaznih faza alumine velike specifične površine i velike ukupne zapremine pora, što otvara široke mogućnosti za njihovu dalju primenu.

Cilj ovog rada je bio da se ispita uticaj procesnih parametara, pre svega pH područja neutralizacije rastvora natrijum-aluminata i vremena sinteze na fazni sastav i morfološke karakteristike sintetisanih prahova nanokristalnog bemita.

EKSPERIMENTALNI DEO

Kao polazni materijal za sintezu alumina prahova u ovom radu odabran je industrijski rastvor natrijum-aluminata dobijen Bajerovim procesom. Aluminijum-oksihidroksidni bemitni prahovi (AOH) sintetisani su u procesu neutralizacije rastvora natrijum-aluminata 1 M rastvorom sumporne kiseline, pri čemu je proces neu-

tralizacije trajao 30, odnosno 120 min. Polazna koncentracija rastvora natrijum-aluminata je bila $[\text{NaOH}]$, $0,82\text{ M}$, $[\text{Al}(\text{III})]$, $0,52\text{ M}$. Pre samog procesa sinteze u rastvor je dodata glukoza u određenom masenom odnosu prema Al^{+3} prisutnim u rastvoru aluminata. Nakon dodatka glukoze i postizanja temperature od 70°C u rastvor je ukapavana sumporna kiselina uz intenzivno mešanje u zadatom vremenskom intervalu, pri čemu se pH vrednost rastvora menjala od 12 do 10,8 uz obrazovanje belog taloga. Dobijena čvrsta faza je odvojena iz suspenzije vakuum filtracijom, a preostaloj tečnoj fazi je ponovo dodavan rastvor sumporne kiseline do postizanja pH vrednosti od 9,5, nakon čega je vakuum filtracijom izdvojena čvrsta faza. Na ovaj način su dobijena po dva uzorka sintetisanih prahova u dva područja neutralizacije: pH 12–10,8 i pH 10,8–9,5. Oznake uzoraka i uslovi njihove sinteze dati su u tabeli 1.

Tabela 1. Sintetisani uzorci praha i uslovi njihove sinteze
Table 1. As-synthesized samples and conditions of their preparation

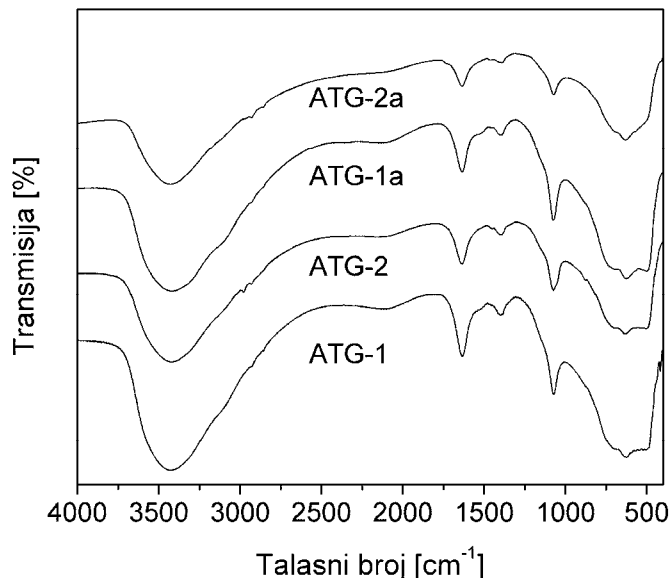
Oznaka uzorka	pH područje sinteze	Vreme sinteze, min
ATG–1	12–10,8	30
ATG–2	10,8–9,5	30
ATG–1a	12–10,8	120
ATG–2a	10,8–9,5	120

Strukturne promene uzoraka nastale tokom sinteze ispitivane su primenom Furije transformisane infracrvene spektroskopije (FT-IR, Nicolet–Nexus 670 FT-IR spektrofotometar) i rentgenske difrakcije (XRD, PANalytical X'Pert PRO instrument). Za XRD ispitivanja korišćeno je $\text{CuK}\alpha$ zračenje talasne dužine od $0,15406\text{ nm}$ sa korakom od $0,03^\circ/\text{s}$. Morfologija prahova je ispitivana primenom skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM, JEOL JSM 6460 LV). Specifična površina uzoraka je određena niskotemperaturnom adsorpcijom azota (Quantachrom Autosorb–3B instrument) i izračunata primenom BET metode.

REZULTATI I DISKUSIJA

FT–IR spektroskopija sintetisanih prahova

FT–IR spektri sintetisanih prahova ATG–1, ATG–2, ATG–1a i ATG–2a prikazani su na slici 1 i pokazuju veoma široku traku na oko 3440 cm^{-1} koja potiče od vibracija valentnih $-\text{OH}$ grupa. Traka koja dominira u ovoj oblasti, superponira se sa svim vibracijama karakterističnim za vibracije strukturne $-\text{OH}$ grupe. Pored ove dominantne trake u FT–IR spektrima uzoraka, izražena je i traka koja potiče od deformacionih vibracija adsorbovane vode, a koja se javlja na oko 1640 cm^{-1} . U spektrima se javljaju i trake na oko: 1380 cm^{-1} koja potiče od vibracija površinskih $-\text{OH}$ grupa, 1070 cm^{-1} koja je posledica deformacionih vibracija $-\text{OH}$ grupe,



Slika 1. FT-IR spektri sintetisanih ATG prahova.

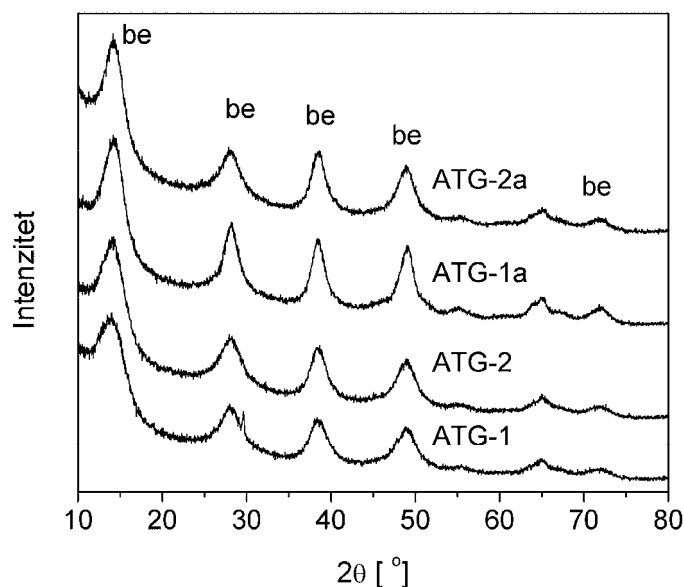
Figure 1. FT-IR Spectra of the as-synthesized ATG powders.

635 cm^{-1} koja potiče od Al–O valentnih vibracija [20–23]. Ove trake su karakteristične za bemit. Izražene trake koje potiču od različitih tipova vibracija –OH i H–O–H veza, ukazuju na dobro razvijenu specifičnu površinu sintetisanih prahova.

Sličnost FT-IR spektara sintetisanih prahova ukazuje na sličnost njihove strukture. Pri tome se može uočiti da je međusobna sličnost više izražena kod prahova koji su dobijeni pri netralizaciji u istom pH području (ATG–1 i ATG–1a u odnosu na prahove ATG–2 i ATG–2a). Pa su tako trake koje potiču od vibracija –OH grupa, izraženije kod uzoraka koji su sintetisani pri višem pH području, uzorci ATG–1 i ATG–1a.

Rentgenska difrakcija sintetisanih prahova

Difraktogrami sintetisanih prahova ATG–1, ATG–2, ATG–1a i ATG–2a pokazuju da su svi prahovi čista bemitna faza (JCPD No. 21–1307), sa prosečnom veličinom kristalita od 3 do 5 nm, slika 2. Ranije je pokazano da dodatak određene količine glukoze u razblažene rastvore aluminata inhibira kristalizaciju bajerita i favorizuje kristalizaciju nanokristalnog bemita [12]. Široki difrakcioni pikovi, kao i širina karakterističnog pika bemita na 2θ oko $14,4^\circ$, koja je znatno iznad $1,5^\circ$ (iznosi oko 3°) ukazuju da je dobijen nanokristalni bemit. Položaj i širina ovog pika, koji odgovara difrakciji



Slika 2. Difraktogrami sintetisanih ATG prahova (be – bemit).

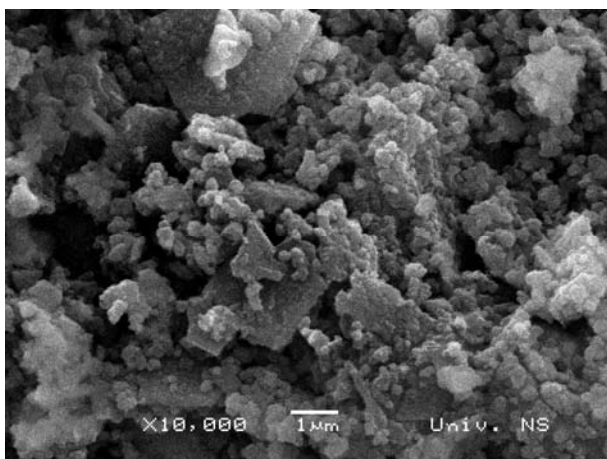
Figure 2. XRD Patterns of the as-synthesized ATG powders (be – boehmite).

na (020) ravni, vrlo je osetljiva na efekat hidratacije, posebno u strukturi nanokristalnog bemita [9]. Odnosno, u zavisnosti od količine –OH grupa u strukturi nanokristalnog bemita dolazi do njegovog pomeranja (zbog toga se ne uzima u obzir pri određivanju parametra rešetke). Položaj ovog pika je povezan sa parametrom rešetke b i veličinom kristalita. Na osnovu difraktograma na slici 2 mogu se uočiti mala pomeranja ovog pika ka većim vrednostima 2θ koja se javljaju sa povećanjem pH vrednosti i sa produžavanjem vremena reakcije, međutim efekat trajanja reakcije neutralizacije je nešto izraženiji (uzorci ATG–1a i ATG–2a). Prema tome, sa smanjenjem pH vrednosti rastvora natrijum-aluminata i produžavanjem vremena neutralizacije dolazi do smanjenja prosečne veličine kristalita, uzorci ATG–1a i ATG–2a, slika 2. Razlike u veličini kristalita su manje izražene kod uzoraka ATG–1 i ATG–2, koji su dobijeni pri različitim pH vrednostima, ali kraćim vremenima

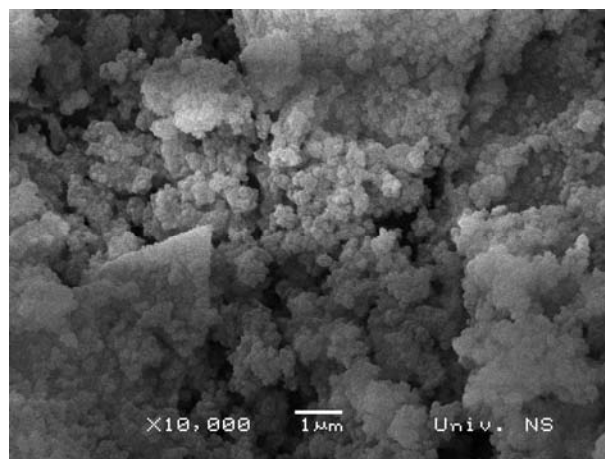
neutralizacije. Najverovatnije, manja količina raspoloživih –OH grupa, pri nižim pH vrednostima sporije ulazi u strukturu bemita, posebno pri kraćim vremenima reakcije neutralizacije. Pored toga, prisustvo –OH grupa stabilizuje strukturu nanokristalnog bemita [9].

SEM analiza sintetisanih prahova

SEM snimci prikazani na slikama 3 i 4 ukazuju na to da se sintetisani prahovi sastoje od finih aglomerisanih nanokristalnih bemitnih čestica. Može se uočiti da stepen aglomeracije kao i veličina aglomerata zavisi od procesnih parametara kao što su pH vrednost rastvora i vreme neutralizacije. Pri tome, vreme sinteze ima veći uticaj na morfologiju sintetisanih prahova od samog pH područja sinteze, s obzirom da se produžavanjem vremena neutralizacije na 120 min, slika 4, postiže homogenija struktura sa sfernim aglomeratima manjih veličina u odnosu na prahove dobijene pri vremenu sinteze od 30 min, slika 3. Prahovi koji su dobijeni pri kraćem



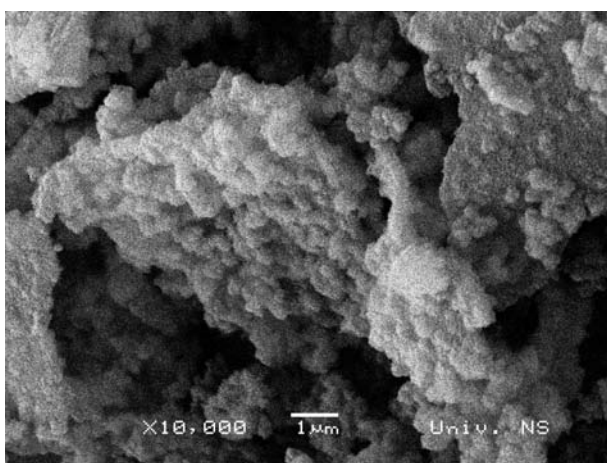
(a)



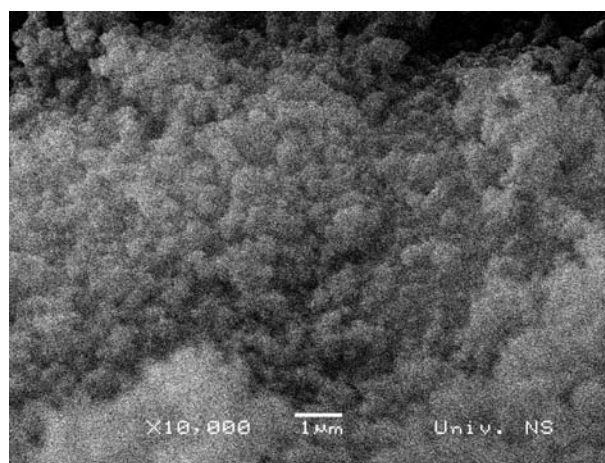
(b)

Slika 3. SEM snimci sintetisanih prahova: a) ATG–1 i b) ATG–2.

Figure 3. SEM Images of the as-synthesized powders: a) ATG–1 and b) ATG–2.



(a)



(b)

Slika 4. SEM snimci sintetisanih prahova: a) ATG–1a i b) ATG–2a.

Figure 4. SEM Images of the as-synthesized powders: a) ATG–1a and b) ATG–2a.

vremenu neutralizacije, ATG–1 i ATG–2, sadrže manje kristalite, koji su skloniji grupisanju i obrazovanju aglomerata različitih oblika i dimenzija, slika 3. Kod prahova sintetisanih pri dužem vremenu reakcije neutralizacije, ATG–1a i ATG–2a, prisutne su sferne čestice uniformnije veličine, slika 4, u odnosu na prahove ATG–1 i ATG–2.

Morfološke karakteristike sintetisanih prahova

Kao potvrda prethodno analiziranih rezultata, u tabeli 2 prikazane su vrednosti BET specifične površine, ukupne zapremine pora i srednjeg prečnika pora sinte-

morfološke karakteristike dobijenog bemitnog praha. Uticaj pH vrednosti polaznog rastvora je izraženiji na strukturne karakteristike dobijenog praha. Nasuprot tome, vreme trajanja reakcije neutralizacije (izraženo preko vremena ukapavanja sumporne kiseline) ima znatno izraženiji efekat na morfološke karakteristike bemita. Pri dužem vremenu reakcije, dolazi do povećanja stepena aglomeracije sintetisanog praha, što rezultuje smanjenjem njegove specifične površine, povećanjem ukupne zapremine pora i smanjenjem srednjeg prečnika pora.

Tabela 2. Specifična površina, ukupna zapremina i srednji prečnik pora sintetisanih prahova
Table 2. BET surface area, pore volume and the average pore diameter of the as-synthesized powders

Oznaka uzorka	Specifična površina, m ² /g	Ukupna zapremina pora, cm ³ /g	Srednji prečnik pora, nm
ATG–1	390,7	0,381	4,52
ATG–2	393,6	0,398	4,64
ATG–1a	303,0	–	–
ATG–2a	361,1	0,402	3,73

tisanih prahova. Vrednosti ukupne zapremine pora kao i srednjeg prečnika pora izračunate su iz BJH desorpcionih krivih. Specifične površine sintetisanih prahova su veoma visoke, čak iznad 390 m²/g za prahove neutralisane pri kraćim vremenima. Na osnovu prikazanih rezultata može se uočiti tendencija smanjenja specifične površine sa produžavanjem vremena neutralizacije. Ovaj efekat je posledica promene morfologije praha koja se ogleda u smanjenju srednjeg prečnika pora, kao i u blagom povećanju ukupne zapremine pora, tabela 2.

Sve ovo je u saglasnosti i sa pokazanim rezultatima SEM analize koji su dati na slikama 3 i 4. Prema tome povećanje vremena sinteze utiče na morfologiju sintetisanih prahova dovodeći do formiranja manjih sferičnih aglomerata, ali utiče i na povećanje ukupne zapremine pora. Treba istaći da je uticaj vremena trajanja reakcije neutralizacije na morfološke karakteristike izraženiji u odnosu na pH područje u kojem se odvija reakcija.

ZAKLJUČAK

Na osnovu prikazanih rezultata može se zaključiti da je dodatak glukoze rezultovao dobijanjem jednofaznog nanokristalnog bemita. Pokazano je da je pri datim uslovima sinteze dobijen nanokristalni bemit velike specifične površine, iznad 360 m²/g, i prosečne veličine kristalita ispod 5 nm. Rezultati su potvrdili da se upotrebom jeftinih i netoksičnih sirovina, kao što su aluminatni rastvor i glukoza mogu kontrolisati fazni sastav i morfologija sintetisanih prahova. Takođe je pokazano da procesni parametri, vreme trajanja reakcije neutralizacije i pH aluminatnog rastvora, utiču na strukturne i

Zahvalnica

Rad je realizovan u okviru Projekta III45021 koji finansira Ministarstvo za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije, kao i u okviru Projekta „Sinteza hibridnih materijala i polimera na osnovu obnovljivih sirovina“ koji finansira Pokrajinski sekretarijat za nauku i tehnološki razvoj, APV, Republika Srbija.

LITERATURA

- [1] J. Čejka, P.J. Kooyman, L. Vesela, J. Rathousky, A. Zukal, High-temperature transformations of organised mesoporous alumina, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **4** (2002) 4823–4829.
- [2] Z. Zhang, T. J. Pinnavaia, Mesostructured forms of the transition phases α - and β -Al₂O₃, *Angew. Chem. Int. Ed.* **47** (2008) 7501–7504.
- [3] D. Mishra, S. Anand, R.K. Panda, R.P. Das, Statistical optimization of conditions for the hydrothermal precipitation of boehmite, *Hydrometallurgy* **58** (2000) 169–174.
- [4] Q. Chen, C. Udonsangpetch, S.C. Shen, Y.C. Liu, Z. Chen, X.T. Zeng, The effect of AlOOH boehmite nanorods on mechanical property of hybrid composite coatings, *Thin Solid Films* **517** (2009) 4871–4874.
- [5] T. Tsukada, H. Segawa, A. Yasumori, K. Okada, Crystallinity of boehmite and its effect on the phase transition temperature of alumina, *J. Mater. Chem.* **9** (1999) 549–553.
- [6] N. Nagai, F. Mizukami, Properties of boehmite and Al₂O₃ thin films prepared from boehmite nanofibres, *J. Mater. Chem.* **21** (2011) 14884–14889.
- [7] X. Bokhimi, J. Sanchez-Valente, F. Pedraza, Crystallization of sol-gel boehmite via hydrothermal annealing, *J. Solid State Chem.* **166** (2002) 182–190.

- [8] X. Bokhimi, J. A. Toledo–Antonio, M. L. Guzman–Castillo, F. Hernandez–Beltran, Relationship between crystallite size and bond lengths in boehmite, *J. Solid State Chem.* **159** (2001) 32–40.
- [9] M. Nguéfacq, A. Florin Popa, S. Rossignol, C. Kappenstein, Preparation of alumina through a sol–gel process. Synthesis, characterization, thermal evolution and model of intermediate boehmite, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **5** (2003) 4279–4289.
- [10] L. Candela, D.D. Perlmutter, Kinetics of boehmite formation by thermal decomposition of gibbsite, *Ind. Eng. Chem. Res.* **31** (1992) 694–700.
- [11] A. Alemi, Z. Hosseinpour, M. Dolatyari, A. Bakhtiari, Boehmite (γ -AlOOH) nanoparticles: Hydrothermal synthesis, characterization, pH–controlled morphologies, optical properties, and DFT calculations, *Phys. Status Solidi, B* **249** (2012) 1264–1270.
- [12] Z. Obrenović, R. Filipović, M. Milanović, I. Stijepović, Lj. M. Nikolić, Dobijanje prelaznih faza aluminijum-oksida polazeći od natrijum-aluminata primenom Bajerovog postupka, *Hem. Ind.* **65** (2011) 271–277.
- [13] M. Kanti Naskar, Soft solution processing for the synthesis of alumina nanoparticles in the presence of glucose, *J. Am. Ceram. Soc.* **93** (2010) 1260–1263.
- [14] B. Xu, T. Xiao, Z. Yan, X. Sun, J. Sloan, S. L. Gonzalez–Cortez, F. Al–Shahrani, M.L.H. Green, Synthesis of mesoporous alumina with highly thermal stability using glucose template in aqueous system, *Microporous Mesoporous Mater.* **91** (2006) 293–295.
- [15] H. Li, J. Addai–Mensah, J.C. Thomas, A.R. Gerson, The crystallization mechanism of Al(OH)₃ from sodium aluminate solutions, *J. Cryst. Growth* **279** (2005) 508–520.
- [16] G. Lefevre, V. Pichot, M. Fedoroff, Controlling particle morphology during growth of bayerite in aliminate solutions, *Chem. Mater.* **15** (2003) 2584–2592.
- [17] H.A. Van Straten, P.L. De Bruyn, Precipitation from supersaturated aluminate solutions. II. Role of temperature, *J. Colloid Interface Sci.* **102** (1984) 260–277.
- [18] G. Lefevre, M. Fedoroff, Synthesis of bayerite (β -Al₂O₃) microrods by neutralization of aluminate ions at constant pH, *Mater. Lett.* **56** (2002) 978–983.
- [19] Z. Obrenović, M. Milanović, R.R. Djenadić, I. Stijepović, K.P. Giannakopoulos, Lj.M. Nikolić, The effect of glucose on the formation of the nanocrystalline transition alumina phases, *Ceram. Inter.* **37** (2011) 3523–3263.
- [20] D.B. Tilley, R.A. Eggleton, The natural occurrence of eta-alumina (η -Al₂O₃) in bauxite, *Clays Clay Miner.* **44** (1996) 658–664.
- [21] R.L. Frost, J.T. Kloprogge, S.C. Russell, J.L. Szetu, Dehydroxylation of aluminum (oxo)hydroxides using infrared emission spectroscopy, Part II: boehmite, *Appl. Spectrosc.* **53** (1999) 423–434.
- [22] H.D. Ruan, R.L. Frost, J.T. Kloprogge, Comparison of Raman spectra in characterizing gibbsite, bayerite, diaspore and boehmite, *J. Raman Spectrosc.* **32** (2001) 745–750.
- [23] J.T. Kloprogge, L.V. Duong, B.J. Wood, R.L. Frost, XPS study of the major minerals in bauxite: Gibbsite, bayerite and (pseudo-)boehmite, *J. Colloid Interface Sci.* **296** (2006) 572–576.

SUMMARY

EFFECT OF PROCESS PARAMETERS ON THE MORPHOLOGY AND ADSORPTION PROPERTIES OF NANOCRYSTALLINE BOEHMITE

Zoran Obrenović^{1,2}, Ljubica M. Nikolić³, Radislav Filipović^{1,2}, Marija M. Milanović³, Ivan Stijepović³

¹University of East Sarajevo, Faculty of Technology Zvornik, Republic of Srpska, BiH

²Factory of Alumina “Birač” AD Zvornik, Zvornik, Republik of Srpska, BiH

³University of Novi Sad, Faculty of Technology, Novi Sad 21000, Serbia

(Scientific paper)

In the last decade, exploration of transition alumina phases with good adsorption properties has attracted a great research interest from both a fundamental and a practical point of view. The transition phases of alumina are metastable polymorphs of aluminum oxide formed through the thermal dehydration of aluminum trihydroxide and aluminum oxyhydroxide. Powder X-ray diffraction (XRD), Fourier-transformed infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscopy (SEM) and low-temperature nitrogen absorption studies were employed to trace the formation of the transition phases of alumina. In this work transition alumina powders were synthesized starting from sodium aluminate solution prepared from Bayer liquor. The neutralization of sodium aluminate solution was performed with the use of sulphuric acid, while glucose was added in the starting solution. In this way, the single phase nanocrystalline boehmite was obtained. As-synthesized boehmite powders have high surface area (above 360 m²/g) and the average crystallite size less than 5 nm. The results showed that the properties of the powders (structure, morphology) are strongly influenced by the initial pH value of sodium aluminate solution, as well as by the duration of neutralization step.

Keywords: Sodium aluminate • Nanocrystalline boehmite • Neutralization • Morphology of particles • Specific surface area • Pore volume • Pore size distribution