

سنتز و مطالعه‌ی ریخت‌شناسی ترکیبات سولفات - اکسید سرب

PbSO₄.nPbO) و بررسی تجزیه گرمایی ترکیب

سید علی اکبر سجادی (استادیار)

سید جمال الدین هاشمیان (دانشیار)

مرکز تحقیقات آب و ارزی، دانشگاه صنعتی شریف

در این نوشتار روش‌های کاربردی برای تهیه ترکیبات (PbSO₄.PbO) و PbSO₄.nPbO و PbSO₄.nPbO;PbSO₄.nPbO از طریق روش گرمایی معرفی شده است. همچنین از کلیه ترکیبات بالا نمودار XRD در تمام روش‌ها از این ترکیبات تصاویر میکروسکوپ الکترونی با بزرگنمایی ۴۵۰۰-۲۰۰۰ برابر تهیه شد. در قسمت دوم این نوشتار به مطالعه‌ی تجزیه گرمایی ترکیب PbSO₄ در مجاورت هوا و در محدوده دماهی ۱۰۰۰-۲۵۰°C پرداخته شده است و نشان داده شد که این ترکیب در ۹۵°C به PbO تبدیل می‌شود. این نتایج توسط نمودارهای XRD تأیید شد.

دست یافته و لازم نیست که ابتدا سرب خالص تهیه شود و سپس اقدام به اکسید کردن آن و استفاده از اکسید آن شود. همین مطلب می‌تواند دلیل بر اقصادی بودن این روش باشد.^[۱] در این طرح انجام چند آزمایش به منظور تأیید مطالعات فوق، و دستیابی به بهترین شرایط لازم برای انجام این آزمایشات، و نیز ارائه‌ی یک راهکار اقتصادی برای یافتن این فلز مهم هدف اساسی است.

مقدمه
سبب یکی از فلزات مهم و پرمصرف در صنعت است، که به صورت خالص یا در ترکیب مورد استفاده قرار می‌گیرد. از جمله‌ی مهم‌ترین صنایع وابسته به فلز سرب می‌توان به صنایع باتری‌سازی، رنگ‌سازی و آلیاژ‌سازی اشاره کرد. در هر یک از این صنایع عمدتاً از سرب خالص یا اکسیدهای سرب (α -PbO, β -PbO) استفاده می‌شود.^[۲] همان‌طور که می‌دانیم، سرب استفاده شده در صنعت ممکن است در طی واکنش‌هایی به نمک‌های سرب تبدیل شود، که این نمک‌ها دیگر کاربرد سرب خالص را ندارند و نمی‌توانند به صورت مزبور در صنعت مورد استفاده قرار گیرند.^[۳] از جمله این نمک‌ها می‌توان به سولفات سرب، هیدروکسید سرب، کربنات سرب و نیترات سرب اشاره کرد.^[۴] لذا بازیافت صحیح سرب تبدیل شده به این نمک‌ها به منظور استفاده مجدد در صنعت ضروری است طبق تحقیق به عمل آمده در کشور ما، بازیافت سرب از طریق احیای آن با واکنش‌گرهای شیمیایی صورت می‌گیرد. در این مورد می‌توان به احیای سرب از سولفات سرب در صنعت باتری‌سازی اشاره کرد.^[۵] براساس مطالعات کتابخانه‌ی انجام شده، یکی دیگر از راه‌های بازیافت سرب از ترکیبات آن، حرارت دادن سرب در دماهی Diffraktometer D5000, SIMENS, Kristallflex (زمین‌شناسی) Thermal Sciences, Division, PL-STA (مشخصات دستگاه XRD: متعلق به سازمان REM-JEOL (GSM-۸۴۰) (مشخصات دستگاه TG: متعلق به دستگاه TG-۳ مشخصات دستگاه TG: متعلق به دستگاه دستگاه میکروسکوپ الکترونی (SEM) (مشخصات دستگاه SEM: متعلق به دانشگاه برن - سوئیس - دانشکده شیمی) و

گاز ورودی: N₂ یا هوا و درصد گاز ورودی: ۵-۵۰ در دقیقه (مشخصات دستگاه XRD: متعلق به سازمان D5000, SIMENS, Kristallflex (زمین‌شناسی) Thermal Sciences, Division, PL-STA (مشخصات دستگاه TG: متعلق به دستگاه TG-۳ مشخصات دستگاه TG: متعلق به دستگاه دستگاه میکروسکوپ الکترونی (SEM) (مشخصات دستگاه SEM: متعلق به دانشگاه برن - سوئیس - دانشکده شیمی) و REM-JEOL (GSM-۸۴۰))

۱. تهیه نمونه سولفات اکسید سرب: (PbSO₄.PbO)

الف) تهیه PbSO₄.PbO به روش شیمی‌تر مقدار ۲۸۴/۰ گرم ترکیب استات سرب (II) قلیایی

بلکه به صورت اکسید سرب به دست می‌آید؛ و از آنجا که اکسید سرب در بعضی صنایع مانند باتری‌سازی و رنگ‌سازی اهمیت به سزاگی دارد، می‌توان از این روش بازیافت در صنایع مزبور استفاده کرد. بدین ترتیب می‌توان از نمک‌های سرب مستقیماً به اکسید سرب

۰۰۵ مولار سولفات سدیم Na_2SO_4 همراه با ۱/۵ گرم قرص سود NaOH به میزان ۵۰ میلی‌متر، این دو بورت به نحوی تنظیم شدنده که محلول‌ها با سرعت یکسان از آنها خارج شوند و درون یک بشر ریخته شوند. مخلوط محلول‌ها با یک همزمان مغناطیسی خوب هم‌زده شدن. بالا‌فصله رسوب سفید رنگی که تشکیل می‌شود، مرتبأً بعد از مدت زمان مشخص جداسازی و فیلتر شد. pH محلول همیشه خشی بوده است. رسوب محصول به دست آمده با آب و الکل و در آخر با استون شستشو داده شد. محصول به دست آمده به منظور خشک شدن بالا‌فصله در دسیکاتور قرار داده شد (راندمان ۹۸٪). با توجه به اینکه تهیه به روش گرمایی منجر به محصول با خلوص بالا نشد، شرح این روش آورده نشده است.

(p.a Merck) $\text{H}_2\text{NSO}_4\text{H}$ (Art. ۱۵۳۱۷, Fluka) ۰/۲۲۲۶ گرم در یک آمپول کوارتز با ۱۰ میلی‌لیتر آب ریخته شد. محلول شفاف و بی‌رنگ ایجاد شده با استفاده از شعله دهانه آمپول دوخته شد. این آمپول درون یک کوره‌ی مدور به مدت ۲ ساعت در دمای ۱۳°C و سپس به مدت ۴ ساعت در دمای ۱۴°C حرارت داده شد. سپس آمپول در دمای اتاق سرد شد و مشاهده شد که بلورهای سوزنی شکل به بلندی حدوداً ۵ میلی‌متر تشکیل شده است. بلورهای حاصل پس از فیلتر شدن، و چند بار با آب مقطر (دوبار تقطیر شده) و الکل شستشو داده شدن و بالا‌فصله در دسیکاتور تحت خلاء خشک شدن. محصول از بلورهای سوزنی سفید رنگ تشکیل شده است که بررسی‌های وزن‌سنجه^۱ و اشعه‌ایکس بر روی آن حاکی از خلوص بسیار بالای آن (۹۹٪) بود.

۱) تهیه ترکیب $\text{PbSO}_4\cdot\text{PbO}$ به روش گرمایی

میزان ۱۰ گرم اکسید سرب (p.a.Merck) $\alpha\text{-PbO}$ و ۳/۲۹۶۸ گرم سولفات سرب (p.a.Merck) در یک بوته‌ی پلاتینی قرار داده شد و برای مدت ۱/۵ ساعت در دمای ۹۲°C گداخته شد و محلول مذاب بالا‌فصله در دمای اتاق خنک شد (دما توسط یک ترمومتر دیجیتال دقیق اندازه‌گیری شد). ماده‌ی سخت به دست آمده به رنگ فلزی و برآق بوده و انجام بررسی‌های وزن‌سنجه و اشعه ایکس بر روی آن مؤید خلوص بالای آن (۹۰٪) بودند.

۲. مطالعات اشعه‌ایکس

کلیدی مطالعات اشعه‌ایکس که از نوع XRD بوده‌اند، بر روی نمونه‌های پودری (جامد) و به‌وسیله‌ی دستگاه Nonius MARK IV انجام شده است. اشعه استفاده شده از نوع Guinier - De Wolff - Cukla α ، و مدت پرتو افکنی نمونه ۲ ساعت بوده است. نمونه‌ها آماده شدن (مشکل از خرد کردن و آسیا کردن نمونه‌ها) و برروی صفحه نمونه قرار شده و سپس با محلول Bedacryl (پوشاننده شد و پس از محکم کردن نمونه به‌وسیله‌ی نوار چسب، برای عکس برداری درون دستگاه قرار داده شد.

۳. مطالعات میکروسکوپ الکترونی

کلیدی بررسی‌ها و مطالعات ریخت‌شناسی ترکیبات سولفات - اکسید سرب مورد بحث در این نوشتار توسط یک دستگاه میکروسکوپ الکترونی (JSM-۸۴۰) REM-JEOL انجام شدند. آماده‌سازی نمونه‌ها با پوشاندن سطح نمونه با پخار طلا به مدت ۲-۴ دقیقه صورت گرفته است. بزرگ‌نمایی انجام شده بر روی نمونه‌ها ۲۰۰-۴۵۰ برابر بوده است.

(b) تهیه نمونه سولفات - اکسید سرب $\text{PbSO}_4\cdot\text{PbO}$ به روش گرمایی مقدار ۵ گرم از ترکیب $\alpha\text{-PbO}$ (p.a. Merck) PbSO_4 در یک بوته‌ی پلاتینی ریخته و درون کوره‌ی الکتریکی قرار داده شد و تا دمای ۱۰۰°C طی مدت زمان ۱/۵ ساعت گداخته شد (دما توسط یک دما‌سنج دیجیتال دقیق اندازه‌گیری شد). ماده ذوب شده در دمای اتاق خنک شد. ماده‌ی سخت حاصل به رنگ زرد مایل به سبز بوده و مشکل از ذرات درشت و برآق بود که انجام بررسی‌های وزن‌سنجه و اشعه ایکس بر روی آن مؤید خلوص بالای (۹۸٪) محصول بود.

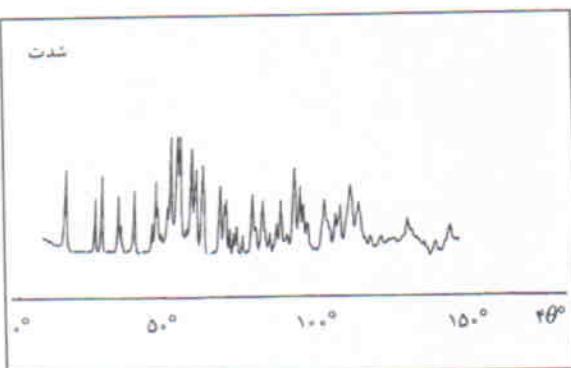
(c) تهیه نمونه $\text{PbSO}_4\cdot\text{PbO}$ به روش گرمایی مقدار ۷ گرم اکسید سرب (Merck) $\alpha\text{-PbO}$ و ۴/۷۵۵۵ گرم سولفات سرب PbSO_4 (p.a.Merck) در یک بوته‌ی پلاتینی ریخته و درون کوره‌ی الکتریکی قرار داده و تا دمای ۹۸°C طی مدت زمان ۱/۵ ساعت گداخته شد. ماده ذوب شده بالا‌فصله در دمای اتاق خنک شد. ماده‌ی سخت حاصل به رنگ زیتونی بود. که انجام بررسی‌های وزن‌سنجه و اشعه‌ایکس بر روی آن مؤید خلوص بالای (۹۶٪) این محصول بود.

۴) تهیه ترکیب $\text{PbSO}_4\cdot\text{PbO}$ به روش شیمی‌تر

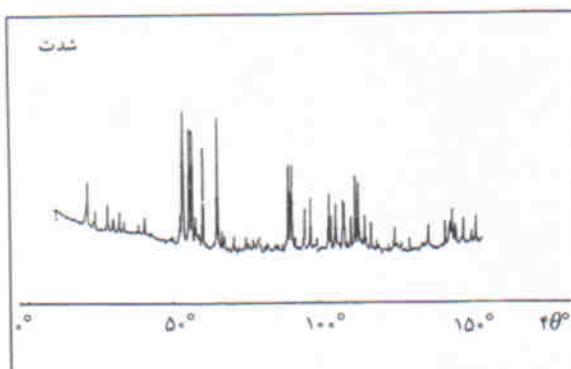
برای تهیه ترکیب بالا که در مراجع به صورت $\text{PbSO}_4\cdot\text{PbO}\cdot\text{H}_2\text{O}$ (همراه با یک آب) نمایش داده می‌شود، دو بورت به صورت همزمان کنار هم آماده گردید که با دو محلول پر شدنده: ۱. محلول ۵ مولار استات سرب $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ به میزان ۵ میلی‌متر؛ ۲. محلول

نتایج

نمونه‌های تهیه شده ناشی از مطالعات اشعه ایکس از ترکیبات مختلف سولفات - اکسید سرب، که تمامی آنها به صورت جامد و پودری اند، آماده و از آنها طیف XRD تهیه شد. بررسی‌ها نشان می‌دهند که کلیه ترکیبات به صورت خالص بوده و طیف XRD آنها با طیف استاندارد مطابقت کامل دارد. نتیجه‌ی این مطالعات در شکل‌های ۱ تا ۵ آورده شده است.



شکل ۴. نمودار پرتوایکس XRD ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot 2\text{PbO} \cdot \text{H}_2\text{O}$ تهیه شده به روش گرمایی.

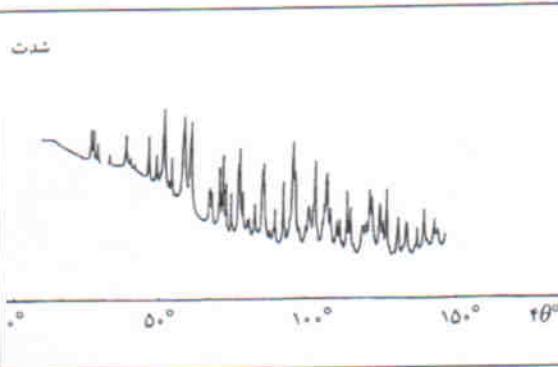


شکل ۵. نمودار پرتوایکس XRD ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش گرمایی.

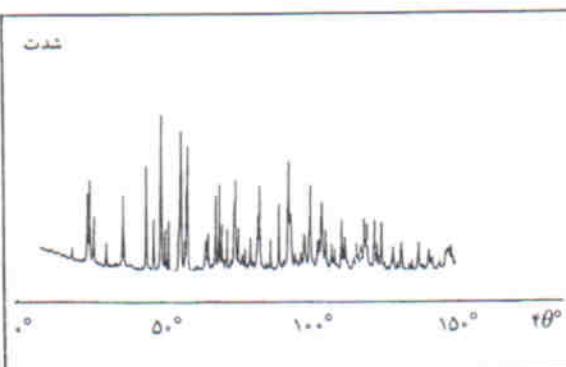
همچنین کلیدی ترکیبات سولفات - اکسید سرب که به ترتیب دارای استوکیومتری زیر هستند و روش‌های تهیه آنها در بخش ۲ آمده است مورد مطالعه و بررسی توسط میکروسکوپ الکترونی با بزرگ‌نمایی‌های $4500\times$ - $2000\times$ برابر صورت گرفته است این ترکیبات عبارت‌اند از $\text{PbSO}_4 \cdot 2\text{PbO}$, $\text{PbSO}_4 \cdot 2\text{PbO} \cdot \text{PbSO}_4$, $\text{PbSO}_4 \cdot 2\text{PbO} \cdot \text{H}_2\text{O}$, $\text{PbSO}_4 \cdot 4\text{PbO}$, $(\text{PbSO}_4 \cdot 2\text{PbO}) \cdot \text{PbO}$. در شکل‌های ۶ تا ۱۰ این ترکیبات را مشاهده می‌کنیم.

آزمایش‌های مربوط به تجزیه گرمایی ترکیب سولفات سرب (PbSO_4)

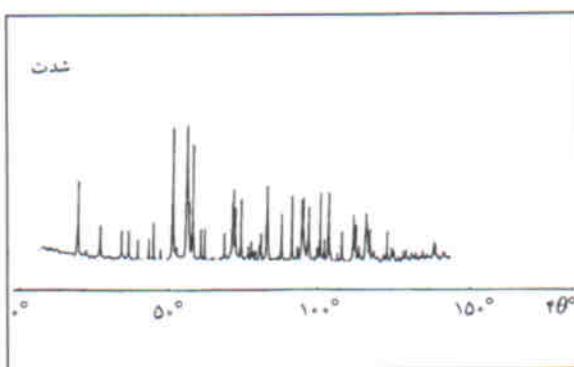
برای انجام آزمایش‌های مربوط به PbSO_4 از سولفات سرب Merck استفاده شد. ابتدا برای یافتن رفتار گرمایی این ترکیب، نمودار تجزیه‌ی گرمایی آن تهیه شد. همان‌طور که در شکل ۱۱ مشخص است، سولفات سرب ماده‌ی بسیار پایدار است و تا دمای 882°C (نقطه ۲) تقریباً بدون تغییر وزن باقی مانده است. ولی از دمای 882°C (نقطه ۲) تا دمای 1200°C (نقطه ۳)، افت وزنی بسیار زیادی دارد. نمودار تجزیه‌ی گرمایی این سولفات‌ها یک بار نیز با گاز ورودی هوا



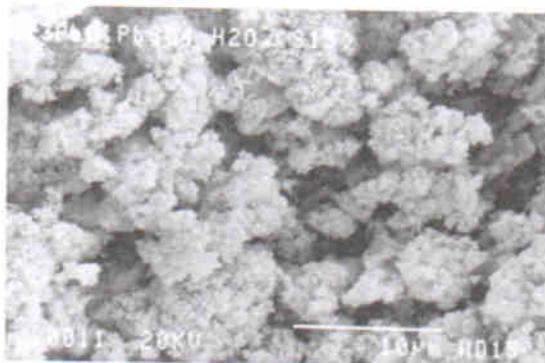
شکل ۱. نمودار پرتوایکس XRD ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش شیمی‌تر.



شکل ۲. نمودار پرتوایکس XRD ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش گرمایی.



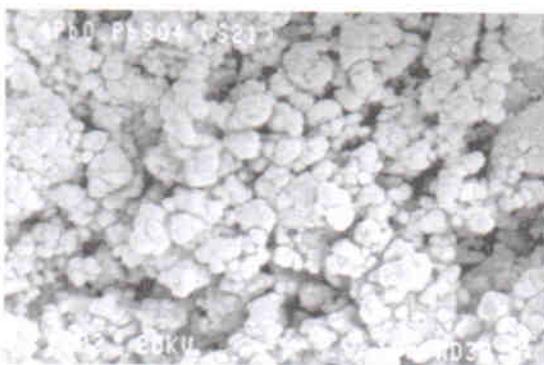
شکل ۳. نمودار پرتوایکس XRD ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot 2\text{PbO}$ تهیه شده به روش گرمایی.



شکل ۹. تصویر میکروسکوب الکترونی ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO} \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot \text{Si}$ تهیه شده به روش گرمایی با بزرگ‌نمایی ۳۰۰ برابر.



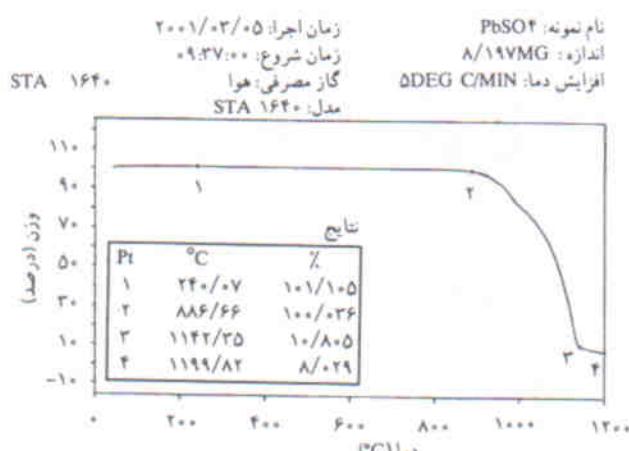
شکل ۶. تصویر میکروسکوب الکترونی ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش شیمیی تراپا بزرگ‌نمایی ۲۰۰ برابر.



شکل ۱۰. تصویر میکروسکوب الکترونی ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش گرمایی با بزرگ‌نمایی ۴۵۰ برابر.



شکل ۷. تصویر میکروسکوب الکترونی ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش گرمایی با بزرگ‌نمایی ۴۰۰ برابر.



شکل ۱۱. نمودار تجزیه‌ی گرمایی ترکیب PbSO_4 در جو هوا، در محدوده دمایی ۲۵-۱۰۰۰°C.



شکل ۸. تصویر میکروسکوب الکترونی ترکیب $\text{PbSO}_4 \cdot \text{PbO}$ تهیه شده به روش گرمایی با بزرگ‌نمایی ۳۰۰ برابر.

است. باز دیگر مقداری سولفات سرب را به وسیله‌ی کوره الکتریکی تا دمای 95°C و به مدت ۳ ساعت حرارت دادیم و ماده به دست آمده را به منظور شناسایی به وسیله‌ی جذب اتنی مواد تشکیل دهنده به سازمان زمین‌شناسی ارسال داشتیم. نتایج حاصل نشان دادند که محصول بدست آمده از ترکیب PbO تشکیل شده است.

صورت گرفت که نتایج مشابهی به دست آمد (شکل ۱۱). برای شناسایی ماده‌ی حاصل از حرارت دادن سولفات سرب، مقداری از ماده مزبور را در کوره الکتریکی تا دمای 95°C (گرمایی که در آن افت وزنی زیاد می‌یابد) و به مدت ۹ دقیقه حرارت دادیم. محصول ماده‌ی زرد رنگ بود. پس از تهیه نمودار XRD این ماده مشخص شد که ماده حاصل دارای درصد بسیار زیادی سولفات سرب

($PbSO_4 \cdot 4PbO$) را نمایش می‌دهد که از بلورهای کروی یک دست با قطر تقریبی $5-1\mu m$ تشکیل شده‌اند. مهم این که این بلورها به نحوی مرتب کنار هم چسبیده شده‌اند که سطح فعال با سطح تماس بزرگی را برای این ترکیب ایجاد می‌کنند.

حفره‌های مرتب و یکنواخت درون بلورها که باعث عبور ذرات ریز یا حلال می‌شود به تماس یکنواخت و سه‌بعدی ذرات بلور کمک می‌کنند و فعالیت نمونه را لاحاظ الکتروشیمیائی افزایش می‌دهد.

مطالعات تجزیه گرمایی ترکیب سولفات سرب ($PbSO_4$) با توجه به نمودار تجزیه گرمایی ($PbSO_4$) (شکل ۱۱) و نتایج آزمایش جذب اتمی سازمان زمین‌شناسی از نمونه سولفات سرب حرارت داده شده، می‌توان اثبات کرد که سولفات سرب نیز بر اثر حرارت به اکسید سرب تبدیل می‌شود. بنابراین با حرارت دادن سولفات سرب می‌توان به PbO دست یافته ولی باید سولفات سرب را به مدت طولانی در دماهای بالا حرارت داد. پس می‌توان نتیجه گرفت که افت وزنی مشهود در نمودار تجزیه گرمایی (شکل ۱۱) نیز به علت انجام فرایند است. که با تبدیل $PbSO_4$ به PbO و SO_3 همراه است و با خروج گاز SO_3 از محیط افت وزنی حاصل می‌شود.



نکته‌ی قابل توجه در این مبحث این است که با دقت بیشتر به نمودار تجزیه گرمایی (شکل ۱۱) می‌توان مشاهده کرد که شب منعیین نقاط ۲ و ۲ در نقطه‌ی پی که با علامت * مشخص شده است، یعنی در محدوده‌ی دمایی $1142^\circ C - 886^\circ C$ تغییر کرده است. ضمناً تغییر جرمی که در نقطه‌ی ۲ حاصل شده است (۱۳٪ ماده یاقی مانده) طبق محاسبات نمی‌تواند ناشی از از دست رفتن SO_3 باشد. یعنی اگر همه‌ی $PbSO_4$ به PbO و SO_3 تبدیل شود، باید ۷۳٪ ماده اولیه یاقی بماند. پس یاقی ماندن فقط ۱۳٪ از ماده اولیه نمی‌تواند به علت انجام واکنش فوق باشد.

با توجه به نقطه‌ی تبخیر PbO (در حدود $880^\circ C$) می‌توان گفت که تغییر شب نمودار تجزیه گرمایی به علت تبخیر PbO است که تهیه‌ی PbO به این روش را در شرایط ویژه‌ی قرار می‌دهد. به همین علت برای تهیه PbO به این روش، احتیاج به بررسی راهکارهای مختلف داریم که در نوشتارهای بعدی این راهکارها را به خواهد شد. بر اساس آنچه گذشت، می‌توان نتیجه گرفت که روش حرارتی برای تهیه‌ی اکسیدهای سرب $\alpha-PbO, \beta-PbO$ از سولفات سرب، بدراحتی قابل انجام است. در مورد تهیه‌ی PbO - $PbO_{0.5}$ از سولفات سرب با توجه به هم‌پوشانی تبدیل سولفات سرب به اکسید سرب و تبخیر اکسید سرب شرایط ویژه‌ی لازم است.

بحث و نتیجه گیری

از مقایسه‌ی شکل‌های ۱ و ۲ مشخص می‌شود که هر دو روش شیمی‌تر و گرمایی به محصولات یکسان ختم می‌شوند. بدطوری که نمودارهای XRD هر دو نمونه با طیف استاندارد ترکیب $PbSO_4 \cdot PbO$ مطابقت کامل دارند و در هر دو نمونه هیچ‌گونه ناخالصی مشاهده نمی‌شود. اما از مقایسه شکل‌های ۶ و ۷ در می‌باییم که با اعمال روش شیمی‌تر بلورهای سوزنی شکل با اندازه‌های بسیار بزرگ ایجاد می‌شوند، بدطوری که طول این بلورها بین $30-50\mu m$ است. البته در کنار این بلورهای درشت بلورهای کوچکی با اندازه‌ی تقریبی $2\mu m$ و بدشکل مکعبی دیده می‌شوند. بلورهای درشت سوزنی مانند الیاف و به صورت شبکه‌ی در هم تبیده و باقیه شده‌اند. این نکته که این گونه بلورها با بزرگ بودن سطح همراه‌اند مهم می‌نماید. زیرا بلورها دارای حفره‌های فراوان و سطح تماس بزرگ ترند و می‌توانند واکنش‌های الکتروشیمیایی را به میزان بیشتری انجام دهند. در حالی که در تصویر ۷ بلورهای این نمونه کوچک ترند، بدطوری که قطر ذرات آنها $1/\mu m$ است و عمدتاً مکعبی یا چندحجمی نامنظم‌اند.

شکل ۲ نیز طیف اشعه ایکس ترکیب $PbSO_4 \cdot 2PbO$ را نشان می‌دهد. این نمودار با طیف استاندارد مطابقت کامل دارد، و مطلب مهم دیگر اینکه خلوص بالای این نمونه کاملاً مشهود است شکل ۸ نیز تصویر میکروسکوب الکترونی این ترکیب را نشان می‌دهد. بلورهای به دست آمده توسط این روش (و نیز به روش گرمایی) از اندازه‌های مختلف تشکیل شده‌اند. دسته‌ی اول بلورهای درشت میله‌ی شکل به طول تقریبی $3-2\mu m$ ، و دسته‌ی دوم بلورهای مکعبی نامنظم‌اند که اندازه‌ی تقریبی آنها $1-2\mu m$ است.

شکل ۴ تصویر اشعه ایکس ترکیب $PbSO_4 \cdot 3PbO \cdot H_2O$ را نشان می‌دهد که به روش گرمایی به دست آمده است. بررسی‌ها نشان می‌دهد که این طیف خلوص بالای محصول را تأیید کرده و با طیف استاندارد مطابقت کامل دارد. شکل ۸ نیز تصویر میکروسکوب الکترونی این ترکیب را به نمایش می‌گذارد. چنان که مشاهده می‌شود این بلورها از توده‌های بلوری کروی شکل تشکیل شده‌اند که بلورچه‌های کوچک به نوبه‌ی خود بسیار کوچک و کروی‌اند. اندازه تقریبی بلورچه‌های کوچک $5\mu m / 2-8\mu m$ ، و اندازه تقریبی کولونی این توده‌های بلوری $2-8\mu m$ است. شکل ۵ نمودار اشعه ایکس ترکیب $PbSO_4 \cdot 4PbO$ را نشان می‌دهد که این ترکیب نیز با استفاده از روش گرمایی تهیه شده است. در این مورد نیز خلوص بالای محصول تأیید و مطابقت کامل با طیف استاندارد مربوط مشهود است.

شکل ۱۰ تصویر میکروسکوب الکترونی ترکیب بالا

پانوشت

1. gravimetry

منابع

۱. سجادی، سیدعلی‌اکبر، «مطالعه نمک‌های سرب موردنیاز صنعت»، مجموعه مقالات پژوهشی دانشگاه صنعتی طریف (۱۳۷۹).
۲. سجادی، سیدعلی‌اکبر، هاشمیان، سید جمال‌الدین، «ستز اکسیدهای سرب و بررسی عملکرد گرمایی آنها»، مجله علوم پایه دانشگاه الزهرا، (۱۴/۲/۱۴) (۱۳۸۰).
۳. سجادی، سیدعلی‌اکبر، «بررسی تجزیه گرمایی $PbCO_3$ و مشتقات آن و کاربرد آن در صنعت»، مجله علوم پایه دانشگاه تهران، شماره ۲ (۱۳۸۰).

۴. سجادی، سیدعلی‌اکبر، «فلزات منگنز و سرب در صنعت باتری‌سازی»، نشریه سیز دانشگاه علم و صنعت (۱۳۸۰).

۵. سجادی، سیدعلی‌اکبر، «مطالعه ترمومگروینتری ترکیبات هیدروکسید سرب و کربنات قلایابی سرب»، نشریه شیمی؛ شماره ۲ (۱۳۸۲).

6. a) S.A.A. Sajadi/Liz-Arbeit (1992) / b) J. Cloutier; *Annales der Chemie*, 19, (5) (1933).

7. G. Steiger; *Liz-Arbeit* (1958).

8. J.J. Lander; *J.EI. Chm. SOC.* (95) pp.174 (1949).

9. H.H. Ikelllog, S.K. Basu *Trans. AIME* 218, 70/81, 71 (1960).

10. H.Bode, E. Voss; *Elekrochim. Acta* 25, (1) pp.318-319 (1959).