

STUDY AND BUILD SYNTHESIS PROCEDURE OF LiAlO_2 MATERIAL

Nguyen Thi Thu Ha*, Trinh Van Giap, Vu Hoai

Institute for Nuclear Science and Technology, Vietnam Atomic Energy Institute

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 27/9/2022	In this paper, LiAlO_2 synthesized by three different methods was investigated. Firstly, LiAlO_2 was synthesized by sol-gel method with starting precursors including LiNO_3 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ and $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$. Secondly, LiAlO_2 was prepared by reaction solid state method including the starting materials are Li_2CO_3 and $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Thirdly, LiAlO_2 was prepared by sol-gel method combined with EDTA starting materials including LiNO_3 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ and $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ (EDTA). LiAlO_2 after being synthesized by three different methods was studied for structure and morphology by X-ray diffraction and Scanning Electron Microscopy techniques. The results indicate that gamma monophasic LiAlO_2 material was obtained when sintering at a temperature greater than 900°C . The structure and morphology of LiAlO_2 materials depend on calcination temperature and synthesis method.
Revised: 31/10/2022	
Published: 01/11/2022	
KEYWORDS	
LiAlO_2	
Sol-gel	
Solid state	
SEM	
XRD	

NGHIÊN CỨU VÀ XÂY DỰNG QUY TRÌNH TỔNG HỢP VẬT LIỆU LiAlO_2

Nguyễn Thị Thu Hà*, Trịnh Văn Giáp, Vũ Hoài

Viện Khoa học Kỹ thuật hạt nhân, Viện Năng lượng nguyên tử Việt Nam

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
Ngày nhận bài: 27/9/2022	Trong bài báo này, vật liệu LiAlO_2 được tổng hợp bằng ba phương pháp khác nhau đã được nghiên cứu. Thứ nhất, LiAlO_2 được tổng hợp bằng phương pháp sol-gel với các tiền chất ban đầu gồm LiNO_3 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ và $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$. Thứ hai, LiAlO_2 được tổng hợp bằng phương pháp phản ứng pha rắn với chất ban đầu gồm Li_2CO_3 và $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Thứ ba, LiAlO_2 được chuẩn bị bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA với các chất ban đầu gồm LiNO_3 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ và $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ (EDTA). LiAlO_2 sau khi được tổng hợp bằng ba phương pháp khác nhau được đánh giá cấu trúc và hình thái học bằng hai kỹ thuật điển hình là kỹ thuật nhiễu xạ tia X (XRD) và kính hiển vi điện tử quét (SEM). Kết quả là vật liệu LiAlO_2 đơn pha gamma thu được khi được thiêu kết ở nhiệt độ lớn hơn 900°C . Cấu trúc và hình thái học của vật liệu LiAlO_2 phụ thuộc vào nhiệt độ thiêu kết và phương pháp chế tạo.
Ngày hoàn thiện: 31/10/2022	
Ngày đăng: 01/11/2022	
TỪ KHÓA	
LiAlO_2	
Sol-gel	
Pha rắn	
SEM	
XRD	

DOI: <https://doi.org/10.34238/tnu-jst.6569>* Corresponding author. Email: thuhaus@gmail.com

1. Mở đầu

LiAlO_2 là một vật liệu tiềm năng có khả năng ứng dụng trong đo liều bức xạ. Việc nghiên cứu xây dựng quy trình chế tạo vật liệu LiAlO_2 đơn pha gamma là rất cần thiết. LiAlO_2 là một chất điện môi, cấu trúc tinh thể của lithium aluminate có thể được tìm thấy trong các pha alpha (α - LiAlO_2), pha beta (β - LiAlO_2), và pha gamma (γ - LiAlO_2) [1]. α - LiAlO_2 có cấu trúc lục giác (hexagonal) trong đó các cation có sự bố trí bát diện. Trong cấu trúc này mỗi ion liti và nhôm được bao quanh bởi sáu ion oxy. α - LiAlO_2 cũng có khối lượng riêng cao nhất $3,401\text{g cm}^{-3}$ so với pha gamma và pha beta nên nó là pha bền nhất ở áp suất cao [2]. β - LiAlO_2 có cấu trúc tinh thể trực thoi (orthorhombic) và các ion nhôm có cả vị trí tứ diện và bát diện kết hợp với các ion oxy. Sự bố trí tứ diện có một ion lithium và một ion nhôm được bao xung quanh bởi bốn ion oxy. β - LiAlO_2 có khối lượng riêng là $2,61\text{g cm}^{-3}$ và có thể bị chuyển thành pha gamma ở nhiệt độ nung 900°C [3], [4]. γ - LiAlO_2 là pha được xuất hiện phổ biến nhất và được dùng trong nhiều ứng dụng khác nhau. Pha gamma có cấu trúc tứ diện, có khối lượng riêng là $2,615\text{g cm}^{-3}$ [5]. γ - LiAlO_2 có nhiệt độ nóng chảy cao nhất ở $1700 \pm 20^\circ\text{C}$ [6], mặc dù lithium bắt đầu bay hơi ở nhiệt độ 900°C [7].

Phương pháp tổng hợp vật liệu lithium aluminate bằng phản ứng pha rắn đã được báo cáo bởi nhiều nhóm tác giả [8] – [12]. Trong đó muối lithium với alumina được trộn và thiêu kết ở nhiệt độ cao trong môi trường không khí, quá trình phản ứng tạo ra hợp chất lithium aluminate pha gamma (γ - LiAlO_2). Tác giả Kinoshita và cộng sự đã tổng hợp γ - LiAlO_2 bằng phản ứng giữa alumina với alkali carbonate hoặc với alkali hydroxide [10]. Tác giả Becerril và cộng sự thu được γ - LiAlO_2 bao gồm một lượng nhỏ của LiAl_5O_8 từ phản ứng giữa Li_2CO_3 và bột Al_2O_3 ở nhiệt độ 1000°C [12]. Các nghiên cứu trên đều đưa ra nhận định chung là để thu được vật liệu γ - LiAlO_2 từ phản ứng pha rắn thì cần thiêu kết ở nhiệt độ cao. Gần đây, γ - LiAlO_2 được tổng hợp bằng các phương pháp nung chảy và sol-gel [13], và nó chỉ ra rằng cấu trúc, hình thái học và các tính chất nhiệt của lithium aluminate phụ thuộc mạnh vào phương pháp tổng hợp. Ảnh hưởng của nhiệt độ thiêu kết đến cấu trúc tinh thể của lithium aluminate được nghiên cứu bởi tác giả R. A. Riberio và cộng sự [14]. Tác giả Jiu Lin và cộng sự đã nghiên cứu vật liệu γ - LiAlO_2 với các kích thước hạt khác nhau bằng cách thay đổi nhiệt độ thiêu kết [15].

Trong bài báo này vật liệu LiAlO_2 đơn pha gamma được chế tạo bằng ba phương pháp khác nhau đã được nghiên cứu và báo cáo. Cấu trúc và hình thái học của vật liệu LiAlO_2 sau khi được tổng hợp được đánh giá bằng kỹ thuật nhiễu xạ tia X (XRD) và kính hiển vi điện tử quét (SEM).

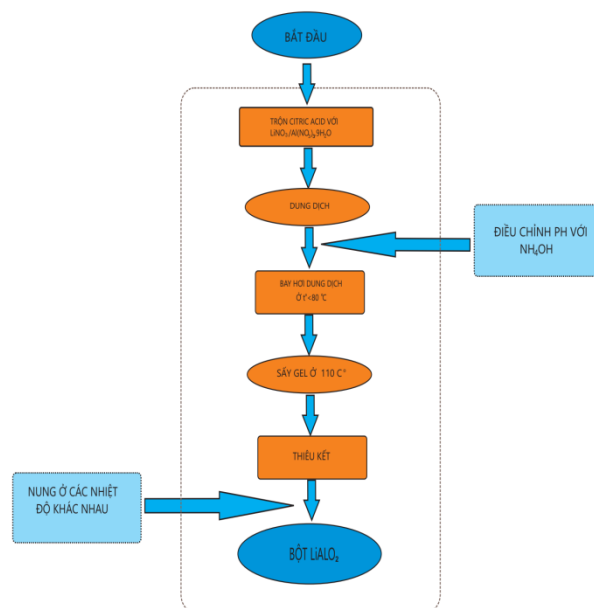
2. Thực nghiệm và phương pháp nghiên cứu

2.1. Hóa chất

Vật liệu LiAlO_2 được tổng hợp bằng phương pháp sol-gel từ các tiền chất ban đầu gồm LiNO_3 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ và $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$; phương pháp pha rắn từ các tiền chất gồm Li_2CO_3 và γ - Al_2O_3 ; phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA từ các tiền chất là LiNO_3 , $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$ và $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$.

2.2. LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp sol-gel

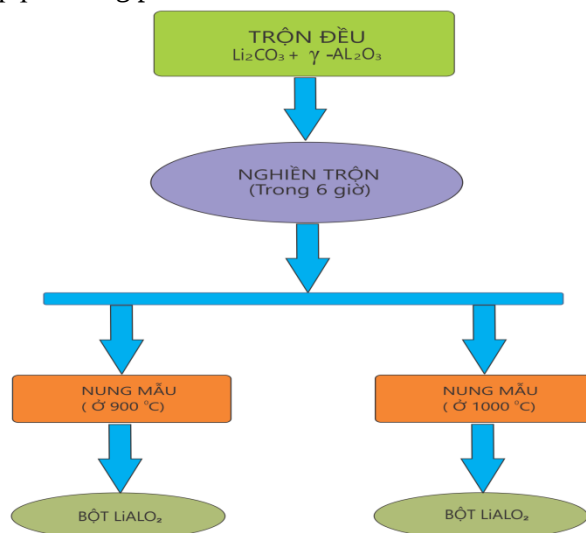
Trước tiên, lấy 1 mol LiNO_3 và 1 mol $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ hòa tan trong 200 ml nước khử ion và khuấy tan trên máy khuấy từ gia nhiệt. Sau đó cho từ từ vào 2 mol axit citric và tiếp tục khuấy. Đến khi thu được dung dịch trong suốt thì đó là dung dịch sol đã được tạo thành. Dung dịch sol được điều chỉnh giá trị pH (pH=1, 3, 5, 6, 7 và 8), và điều chỉnh nhiệt độ 80°C trên máy gia nhiệt (có thể kiểm tra nhiệt độ bằng nhiệt kế). Quan sát sự bay hơi của dung dịch, dừng lại khi thấy dung dịch ở dạng gel có màu vàng nhạt. Gel thu được được chuyển sang bát sứ và chuyển vào tủ sấy để tiến hành làm già gel. Thời gian làm già gel là 24 giờ trong tủ sấy ở 110°C . Mẫu sau khi sấy được thiêu kết trong cốc nung ở các nhiệt độ nung khác nhau (600°C , 800°C và 900°C) trong khoảng thời gian 4 giờ và để nguội trong lò nung. Bột thành phẩm được trộn đều và nghiền mịn bằng cối và chày sứ. Hình 1 mô tả sơ đồ chế tạo LiAlO_2 bằng phương pháp sol-gel.



Hình 1. Sơ đồ chế tạo vật liệu LiAlO_2 bằng phương pháp sol-gel

2.3. LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp phản ứng pha rắn

Để tiến hành chế tạo vật liệu LiAlO_2 bằng phương pháp phản ứng pha rắn, Li_2CO_3 và $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ được sấy khô đến trọng lượng không đổi. Lấy 1 mol Li_2CO_3 và 1 mol $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ trộn đều và nghiền mịn trong máy nghiền trộn 2 bi với khoảng thời gian nghiền trộn là 6 giờ. Thu được bột đồng đều màu trắng. Bột sau khi được trộn đều thì chia bột làm hai phần và nung bột ở nhiệt độ 900°C và 1000°C trong thời gian 2 giờ và để nguội tự nhiên trong lò nung. Hình 2 mô tả sơ đồ chế tạo LiAlO_2 bằng phương pháp phản ứng pha rắn.

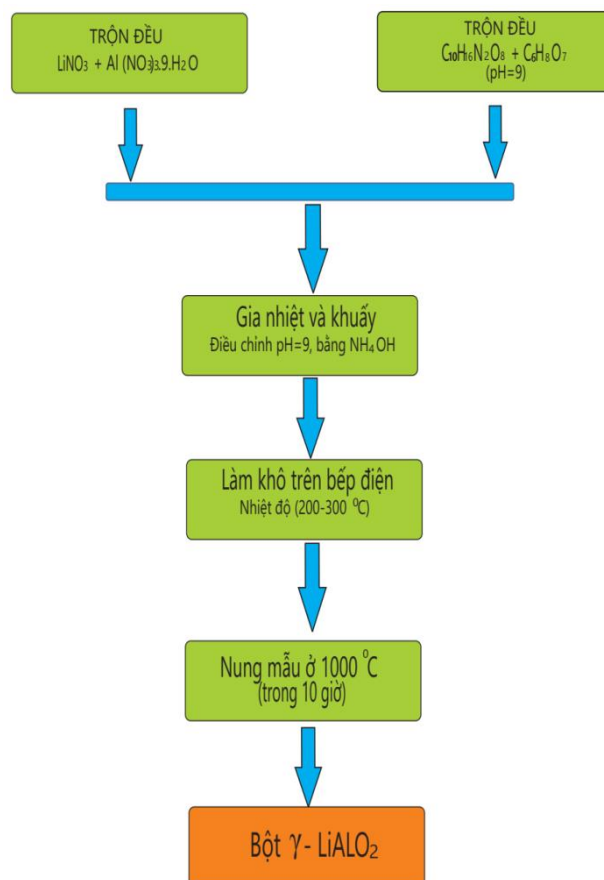


Hình 2. Sơ đồ chế tạo LiAlO_2 bằng phương pháp pha rắn

2.4. LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA

Trước tiên, lấy 1 mol LiNO_3 và 1 mol $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ hòa tan trong nước khử ion và khuấy tan trên máy khuấy từ gia nhiệt, được dung dịch 1. Lấy 1 mol axit citric và 1,5 mol EDTA hòa

trong 100 ml NH_4OH , được dung dịch thứ 2. Sau đó cho từ từ dung dịch 2 vào dung dịch 1 và tiếp tục khuấy. Điều chỉnh pH bằng NH_4OH ở xung quanh giá trị $\text{pH}=9$. Đến khi thu được dung dịch trong suốt thì đó là dung dịch sol đã được tạo thành. Dung dịch sol được điều chỉnh giá trị $\text{pH}=9$, điều chỉnh nhiệt độ 90°C trên máy gia nhiệt để bay hơi dung dịch. Quan sát sự bay hơi của dung dịch, dừng lại khi thấy dung dịch ở dạng gel có màu vàng nhạt. Gel thu được chuyển sang bát sứ được gia nhiệt tiếp ở nhiệt độ 300°C để loại bỏ các thành phần hữu cơ. Thời gian này cần theo dõi sát sao vì mẫu có dạng sánh sệt và chuyển màu đậm dần đến một thời điểm tới hạn thì xuất hiện một tiếng nổ, khi đó toàn bộ mẫu có dạng bột tơi xốp và có màu xám đen. Sau đó được nung trong cốc nung ở các nhiệt độ nung khác nhau 600°C , 800°C , 900°C trong khoảng thời gian 4 giờ và nung ở nhiệt độ 1000°C trong 10 giờ và để nguội tự nhiên trong lò nung. Bột thành phẩm có dạng màu trắng được trộn đều và nghiền mịn bằng cối và chày sứ. Hình 3 mô tả sơ đồ chế tạo LiAlO_2 bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA.



Hình 3. Sơ đồ chế tạo LiAlO_2 bằng phương pháp sol-gel với EDTA

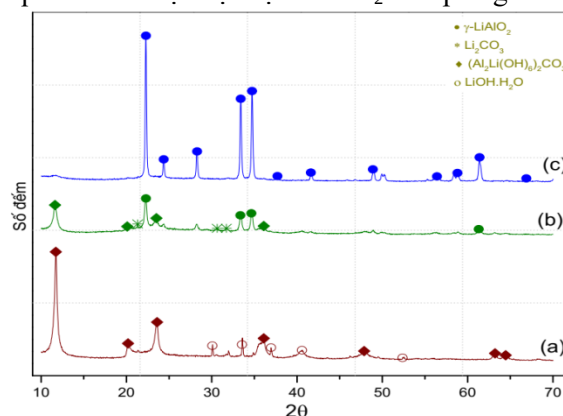
Vật liệu LiAlO_2 sau khi được chế tạo được phân tích cấu trúc và hình thái học bằng kỹ thuật nhiễu xạ tia X (XRD- D8 Advanced-Bruker) và kính hiển vi điện tử quét (SEM- S-4800 của hãng Hitachi).

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Cấu trúc của LiAlO_2 được tổng hợp bằng phương pháp sol-gel

Vật liệu sau bước tổng hợp làm già gel trong tủ sấy, được thiêu kết trong lò nung ở các nhiệt độ khác nhau: 600°C , 800°C và 900°C trong thời gian 4 giờ. Kết quả thu được là: bột sau khi nung ở nhiệt độ 600°C (hình 4a) thì cấu trúc tinh thể thu được khi đo bằng nhiễu xạ tia X bao

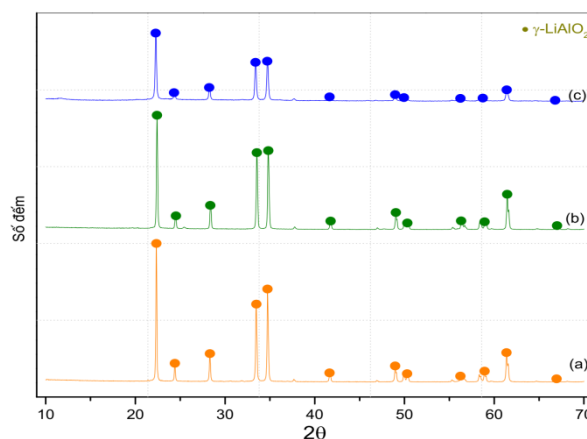
gồm 21,7% $(\text{Al}_2\text{Li}(\text{OH})_6)_2\text{CO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ và 78,3% $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$, chưa thấy xuất hiện cấu trúc LiAlO_2 . Khi tăng nhiệt độ nung lên 800°C (hình 4b), khi đó thành phần $(\text{Al}_2\text{Li}(\text{OH})_6)_2\text{CO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ tăng lên 48,8%, trong khi thành phần $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ không xuất hiện mà xuất hiện Li_2CO_3 với tỷ lệ 15%, đặc biệt ở nhiệt độ nung này đã xuất hiện 36,2% thành phần $\gamma\text{-LiAlO}_2$. Tiếp tục tăng nhiệt độ nung lên 900°C (hình 4c), kết quả là thu được vật liệu LiAlO_2 đơn pha gamma tinh khiết 100%.



Hình 4. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu được chế tạo bằng phương pháp sol-gel nung ở nhiệt độ: (a) 600°C ; (b) 800°C and (c) 900°C

3.2. Cấu trúc của LiAlO_2 được tổng hợp bằng phương pháp phản ứng pha rắn

Mẫu được chế tạo bằng phương pháp phản ứng pha rắn sau khi nghiền trộn đều với tổng thời gian 6 giờ. Mẫu được chia làm hai phần và nung ở nhiệt độ 900°C và 1000°C trong thời gian 2 giờ và để nguội tự nhiên trong lò. Sau đó, mẫu được tiến hành đo nhiễu xạ tia -X. Kết quả thu được là vật liệu LiAlO_2 đơn pha gamma. Điều này chứng tỏ chế tạo mẫu LiAlO_2 bằng phương pháp phản ứng pha rắn cũng thu được cấu trúc đơn pha gamma khi nhiệt độ nung đạt 900°C giống như chế tạo bằng phương pháp sol-gel. Kết quả cấu trúc của vật liệu LiAlO_2 sau khi chế tạo được nung ở nhiệt độ 900°C và 1000°C được chỉ trong hình 5a và hình 5b. Hình 5c là kết quả của vật liệu LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp sol-gel sau khi được thiêu kết ở nhiệt độ 900°C .

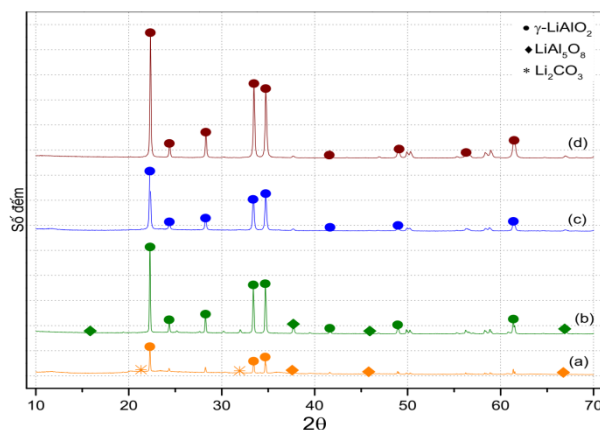
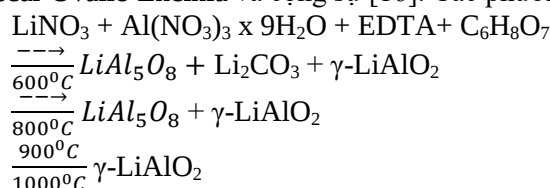


Hình 5. Giản đồ nhiễu xạ tia X của LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp pha rắn ở nhiệt độ nung (a) 900°C , (b) 1000°C được so sánh với (c) kết quả chế tạo bằng phương pháp sol-gel được nung ở 900°C

3.3. Cấu trúc của LiAlO_2 được tổng hợp bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA

Mẫu sau khi được nung ở các nhiệt độ khác nhau: 600°C , 800°C , 900°C và 1000°C , được tiến hành đo nhiễu xạ tia X. Kết quả cho thấy vật liệu LiAlO_2 được nung ở nhiệt độ lớn hơn 900°C

^0C có cấu trúc đơn pha gamma (hình 6c). Kết quả này khá phù hợp với kết quả nghiên cứu của Oscar Ovalle-Encinia và cộng sự [16]. Các phương trình tổng hợp có thể tóm tắt như sau:



Hình 6. Giản đồ nhiễu xạ tia X của vật liệu được chế tạo bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA được nung ở nhiệt độ khác nhau: (a) 600°C , (b) 800°C , (c) 900°C và (d) 1000°C

Kết quả nhiễu xạ tia X của vật liệu LiAlO_2 được chế tạo bằng ba phương pháp khác nhau đều thu được cấu trúc đơn pha gamma ở nhiệt độ thiêu kết lớn hơn 900°C . Hằng số mạng và tỷ trọng đã được xác định là: $a = 5,16870 \text{ \AA}$, $c = 6,26790 \text{ \AA}$, và $\delta = 2,615 \text{ g/cm}^3$.

3.4. Hình thái học của LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp sol-gel

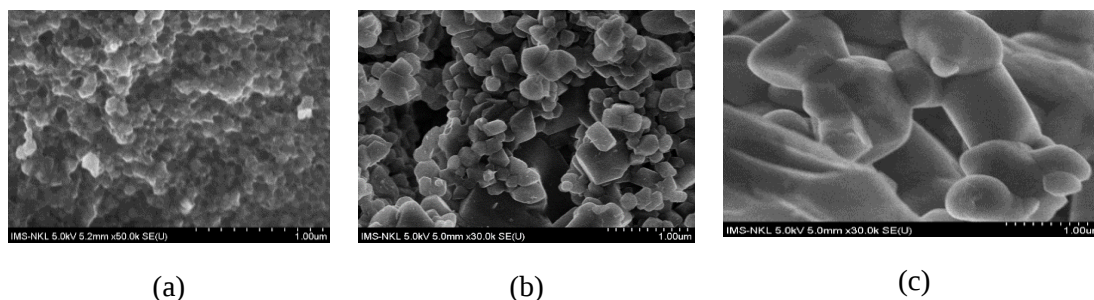
Hình thái học của vật liệu LiAlO_2 sau khi được chế tạo bằng phương pháp sol-gel và được thiêu kết ở các nhiệt độ nung khác nhau 600°C ; 800°C and 900°C được trình bày trong hình 7. Kết quả cho thấy hình thái học thu được phụ thuộc vào nhiệt độ thiêu kết.



Hình 7. Hình ảnh SEM của vật liệu LiAlO_2 chế tạo bằng phương pháp sol-gel nung ở các nhiệt độ khác nhau: 600°C ; 800°C and 900°C

3.5. Hình thái học của LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp phản ứng pha rắn

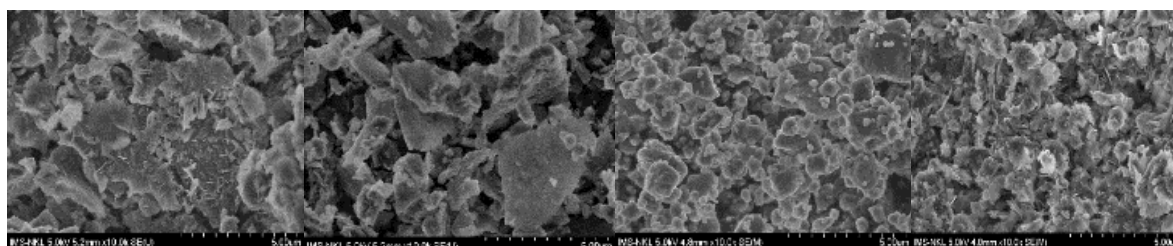
Vật liệu LiAlO_2 sau khi được chế tạo bằng phương pháp phản ứng pha rắn và được thiêu kết ở các nhiệt độ nung khác nhau 900°C và 1000°C được đo hình thái học bằng kỹ thuật kính hiển vi điện tử quét và kết quả được trình bày trong hình 8b và hình 8c. Hình 8a là hình ảnh SEM của LiAlO_2 được chế tạo bằng phương pháp sol-gel sau khi được thiêu kết ở nhiệt độ 900°C . Kết quả cho thấy hình thái học thu được phụ thuộc vào nhiệt độ thiêu kết.



Hình 8. (a) Hình ảnh SEM của γ -LiAlO₂ được chế tạo bằng phương pháp sol-gel được nung ở 900 °C, (b) và (c) hình ảnh của γ -LiAlO₂ được chế tạo bằng phương pháp pha rắn được nung ở 900 °C và 1000 °C

3.6. Hình thái học của LiAlO₂ được chế tạo bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA

Hình thái học của vật liệu LiAlO₂ sau khi được chế tạo bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA được thiêu kết ở các nhiệt độ nung khác nhau 600 °C; 800 °C, 900 °C và 1000 °C được trình bày trong hình 9. Kết quả cho thấy hình thái học thu được phụ thuộc vào nhiệt độ thiêu kết.



Hình 9. Hình ảnh SEM của vật liệu được chế tạo bằng phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA được nung ở nhiệt độ khác nhau: 600 °C, 800 °C, 900 °C và 1000 °C

Từ kết quả ảnh SEM của vật liệu LiAlO₂ được chế tạo bằng ba phương pháp khác nhau cho thấy hình thái học của vật liệu LiAlO₂ phụ thuộc vào nhiệt độ thiêu kết và phương pháp chế tạo.

4. Kết luận

Vật liệu LiAlO₂ được tổng hợp thành công bằng ba phương pháp: (1) phương pháp sol-gel; (2) phương pháp phản ứng pha rắn; và (3) phương pháp sol-gel kết hợp với EDTA. Vật liệu LiAlO₂ đơn pha gamma thu được khi được thiêu kết ở nhiệt độ lớn hơn 900 °C trong thời gian 4 giờ. Kết quả cho thấy hình thái học và cấu trúc vật liệu LiAlO₂ phụ thuộc mạnh vào nhiệt độ thiêu kết và phương pháp chế tạo.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này được thực hiện thông qua đề tài cấp nhà nước mã số: KC.05.04/16-20. Nhóm tác giả xin chân thành cảm ơn.

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] M. M. Chou, H. C. Huang, D.-S. Gan, and C. W. Hsu, "Defect characterizations of γ -LiAlO₂ single crystals," *Journal of Crystal Growth*, vol. 291, no. 2, pp. 485–490, June 2006.
- [2] M. Marezio and J. P. Remeika, "High-Pressure Synthesis and Crystal Structure of α -LiAlO₂," *The Journal of Chemical Physics*, vol. 44, no. 8, pp. 3143–3144, April 1966.
- [3] C. H. Chang and J. L. Margrave, "High-Pressure-High-Temperature Syntheses. III. Direct Syntheses of New High-Pressure Forms of LiAlO₂ and LiGaO₂ and Polymorphism in LiMO₂ Compounds (M=B, Al, Ga)," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 90, no. 8, pp. 2020–2022, April 1968.

-
- [4] A. K. Fischer, "Atmospheric Pressure Synthesis for β -LiAlO₂," *Inorganic Chemistry*, vol. 16, no. 4, pp. 974–974, April 1977.
- [5] M. Marezio, "The Crystal Structure and Anomalous Dispersion of γ -LiAlO₂," *Acta Crystallographica*, vol. 19, no. 3, pp. 396–400, September 1965.
- [6] B. Cockayne and B. Lent, "The Czochralski Growth of Single Crystal Lithium Aluminate, LiAlO₂," *Journal of Crystal Growth*, vol. 54, no. 3, pp. 546–550, September 1981.
- [7] B. Velickov, A. Mogilatenko, R. Bertram, D. Klimm, R. Uecker, W. Neumann, and R. Fornari, "Effects of the Li-evaporation on the Czochralski growth of γ -LiAlO₂," *Journal of Crystal Growth*, vol. 310, no. 1, pp. 214–220, January 2008.
- [8] K. Kinoshita, J. W. Sim, and J. P. Ackerman, "Preparation and characterization of lithium aluminate," *Mater. Res. Bull.*, vol. 13, pp. 445–455, 1978.
- [9] J. P. Kopasz, C. A. Seils, and C. E. Johnson, "Tritium release from lithium aluminate: can it be improved," *J. Nucl. Mater.*, vol. 191, pp. 231–235, 1992.
- [10] K. Kinoshita, J. W. Sim, and G. H. Kucera, "Synthesis of fine particle size lithium aluminate for application in molten carbonate fuel cells," *Mater. Res. Bull.*, vol. 14, pp. 1357–1368, 1979.
- [11] B. Schulz and H. Wedemeyer, "Theoretical study of the electronic, thermodynamic, and thermo-conductive properties of γ -LiAlO₂ with 6Li isotope substitutions for tritium production," *J. Nucl. Mater.*, vol. 139, pp. 35–41, 1986.
- [12] J. Becerril, P. Bosch, and S. Bulbulian, "Synthesis and characterization of γ -LiAlO₂," *J. Nucl. Mater.*, vol. 185, pp. 304–307, 1991.
- [13] M. A. Valenzuela, L. Tellez, P. Bosch, and H. Balmori, "Solvent effect on the sol-gel synthesis of lithium aluminate," *Mater. Lett.*, vol. 47, pp. 252–257, 2001.
- [14] R. A. Riberio, G. G. Silva, and N. D. S. Mohallem, "The influences of heat treatment on the structural properties of lithium aluminates," *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 62, pp. 857–864, 2001.
- [15] J. Lin, Z. Wen, X. Xu, and Z. Gu, "Processing and microstructure of γ -LiAlO₂ ceramics," *Ceramics International*, vol. 36, pp. 2221–2225, 2010.
- [16] O. Ovalle-Encinia, H. Pfeiffer, J. A. Fabián-Anguiano, and J. Ortiz-Landeros, "Nanosized Lithium Aluminate (γ -LiAlO₂) Synthesized by EDTA-citrate Complexing Method, Using Different Thermal Conditions," *J. Mex. Chem. Soc.*, vol. 63, no. 4, pp. 229–245, 2019.