



Republic of Iraq  
Ministry of Higher  
Education and Scientific  
Research  
University of Diyala  
College of Sciences



# Synthesis and Characterization of NiO- MoO<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites and Studying Their Electrical and Magnetic Properties

A Thesis

Submitted to the Council of College of Science  
University of Diyala in Partial Fulfillment  
of the Degree of M.Sc. in Physics

By

*Shaima Ibrahim Adel Kader*

(B.Sc. in Physics 2016)

Supervised By

Prof. Dr.

*Tahseen H.Mubarak, Ph.D.*

Prof. Dr

*Kareem Heneckich Hassan*

2019 A. D

1440 A. H



جمهورية العراق  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة ديالى - كلية العلوم  
قسم الفيزياء



## تحضير وتشخيص متراكبات $NiO-MoO_3-Al_2O_3$ النانوية و دراسة خصائصها الكهربائية والمغناطيسية

رسالة مقدمة

إلى

مجلس كلية العلوم - جامعة ديالى

وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء

من قبل

**شيماء ابراهيم عادل قادر**

(بكالوريوس علوم فيزياء 2016)

بإشراف

أ. د. تحسين حسين مبارك      أ. د. كريم هنيكش حسن

## (1-1) المقدمة

## Introduction

المواد السيراميكية مواد متعددة يصعب حصرها في تعريف محدد ولكن هي مواد غير عضوية وتتحمل درجات حرارة عالية مثل الاكاسيد، النتريدات، الكاربيدات وغيرها من المواد وللمواد السيراميكية نظام تركيب مستقر وبصورة عامة يمكن تصنيف المواد السيراميكية الى مواد سيراميك تقليدي التي تحتوي على المواد الطينية اي المواد ذات الاساس الطيني، والصنف الاخر هو السيراميك المتقدم الذي يتكون من مواد الخام بتركيب معين وبخصائص وظيفية معينة. ان العامل الرئيس في تركيب المواد السيراميكية الذي يجعل منها مواد تدخل في تطبيقات واسعة هو قدرتها على تحمل التأثيرات الخارجية مثل الحرارة وغيرها اكثر مما هو عليه في المعادن. ومن التطبيقات الاخرى للمواد السيراميكية هي دخولها في تصنيع المحركات، آلات القطع واجهزة العمليات الكيميائية وغيرها، فضلاً عن انها تدخل في التطبيقات الالكترونية فهي تستخدم كعوازل للجهد الكهربائي العالي وكذلك تستخدم كركائز مغناطيسية ومكثفات ومقاومات وغيرها. أيضاً يمكن تصنيف المواد السيراميكية الى مواد سيراميكية أوكسيدية ومواد سيراميكية غير أوكسيدية. في النوع الأول يكون الطور السائد فيه هو الطور البلوري مع نسبة قليلة من الطور الزجاجي ويمكن ان يحتوي على اكثر من أوكسيد اي اكاسيد لمواد مختلفة مكونة بذلك مزيج من اكاسيد المواد ومن الامثلة على ذلك :

**Spinel** $MgO.Al_2O_3$ **Mullite** $3Al_2O_3.2SiO_2$ **Aluminium Titanate** $Al_2TiO_5(Al_2O_3.TiO_2)$ 

ولهذا فان المواد السيراميكية تكون عالية الاستقرار والتحمل أي إنها صلبة وذات درجة انصهار عالية ومقاومة عالية للمواد الكيميائية [8,7]. من خصائص المواد السيراميكية انها ذات توصيليه كهربائية واطئة حتى في درجات الحرارة العالية لذلك تستعمل عوازل كهربائية . وهذا يجعلها ذات اهمية كبيرة في كثير من الصناعات والتطبيقات.

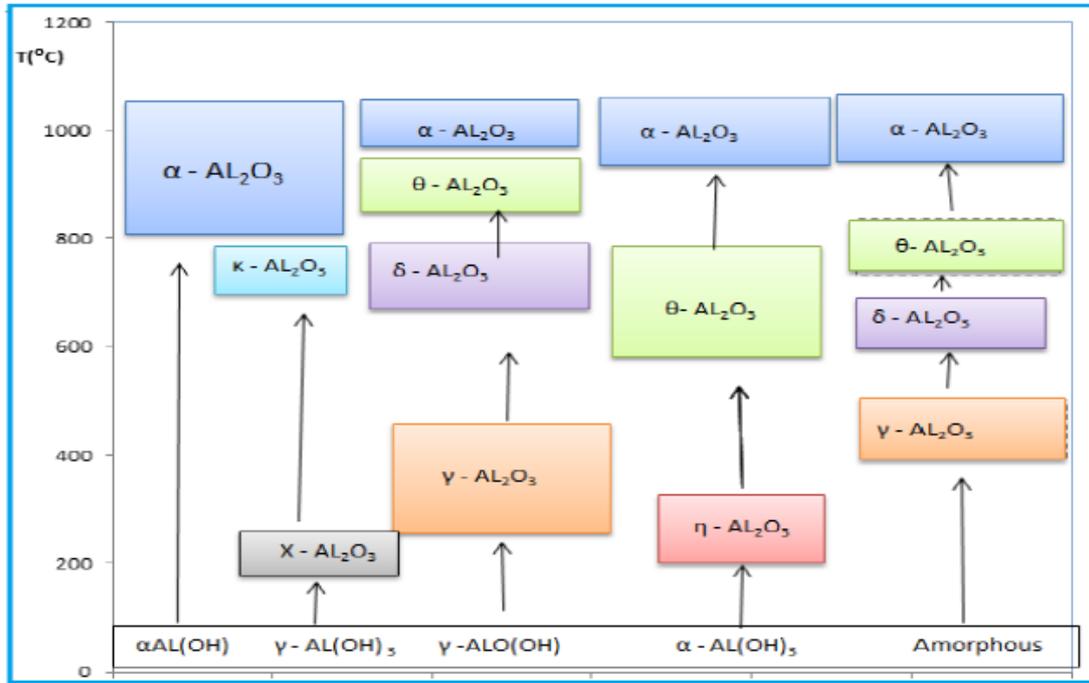
## Alumina ( $Al_2O_3$ )

## (2-1) الألومينا ( $Al_2O_3$ )

ان اوكسيد الالمنيوم اهم المواد السيراميكية الذي له أشكال مختلفة بسبب امتلاكه خصائص مختلفة كالشفافية البصرية اي انها مادة ثابتة كيميائيا فضلا عن العازلية الحرارية والكهربائية العاليتين. فان له العديد من التطبيقات كالنقل (السيارات والطائرات والشاحنات وغيرها)، والتعبئة والتغليف (علب، فويل، الخ) في مواد البناء (النوافذ والأبواب وغيرها) وتستخدم مسحوق الألومنيوم في الطلاء، وفي الألعاب النارية مثل وقود الصواريخ الصلبة، ويستخدم في مجال الالكترونيات و الأقراص المدمجة وكذلك في خطوط توزيع الطاقة الكهربائية. يوجد اوكسيد الالمنيوم بأشكال متعددة وهي ( $K, \eta, \gamma, \theta$ ) من حيث الاستقرار الترموديناميكي فالأكثر استقرارا هو الطور ( $\alpha-Al_2O_3$ ) والذي له صلادة عالية اما الاقل استقرارا فتقسم حسب التركيب فمنها ذات تركيب بلوري مكعب متمركز الاوجه (FCC) أو ذات تركيب بلوري سداسي (hcp) متبعا بذلك ترتيب الاوكسجين ضمن التركيب البلوري. اذ ان الاشكال المتعددة للألومينا ناتجة من توزيع الايون الموجب ضمن المجاميع الفرعية. جميع اطوار اوكسيد الالمنيوم تنتقل بالاستمرار خلال المعاملة الحرارية، وان عملية انتاج الالومينا بالمعاملة الحرارية في ( $500\text{ }^\circ\text{C}$ ) تؤدي الى تكون الطور ( $\gamma-Al_2O_3$ ) هي اقل استقرارا وعند ( $1000\text{ }^\circ\text{C}$ ) يتكون الطور ( $\alpha-Al_2O_3$ ) هو الاكثر استقرارا. يوضح الجدول (1-1) خواص الألومينا، ويبين الشكل (1-1) عملية تكون اطوار الالومينا خلال المعاملة الحرارية [10,9].

### الجدول (1-1) خواص الألومينا [10].

Chemical formula	$Al_2O_3$
Molar mass	101.96 g/mol
Density	$4.05\text{ g/cm}^3$
Melting point	$2054\text{ }^\circ\text{C}$



الشكل (1-1) تغير اطوار الألومينا مع درجة الحرارة [9]

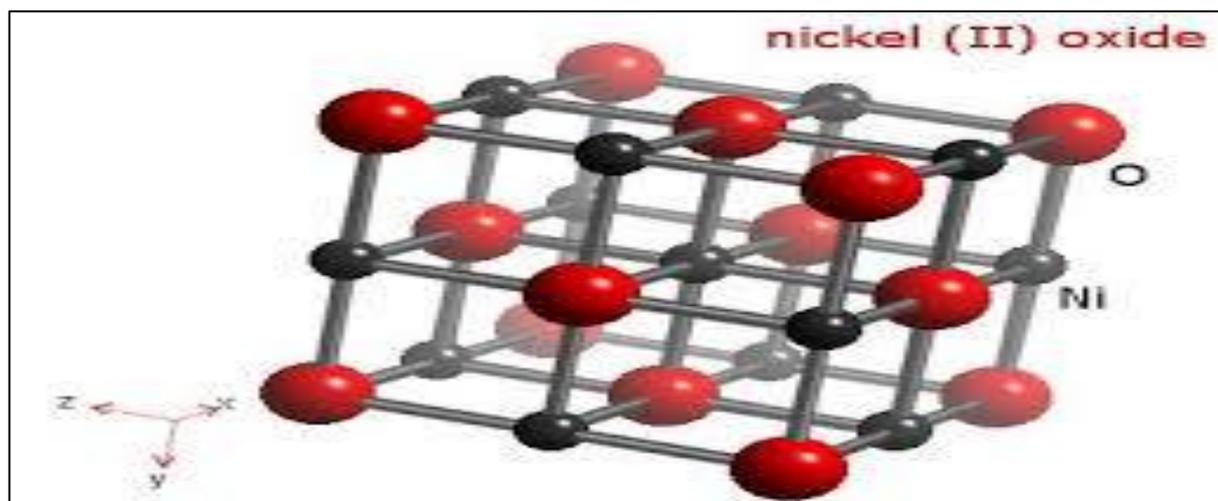
### Nickel Oxide (NiO)

### (3-1) اوكسيد النيكل NiO

يعتبر اوكسيد النيكل احد اهم أكاسيد الفلزات الانتقالية، ان اوكسيد النيكل النقي يتحمل درجات حرارة عالية وعليه فان له العديد من التطبيقات كالمحفزات و الافلام الكهربائية واقطاب خلايا الوقود واجهزة استشعار الغازات فضلاً عن الاجهزة الضوئية والمكثفات الفائقة الكهروكيميائية، ان معظم هذه التطبيقات تتطلب جزيئات صغيرة وتوزيع ذو حجم حبيبي صغير ومن المتوقع ان لها العديد من الخصائص البصرية والكيميائية والكهربائية والمغناطيسية وجعلت تطبيقاتها أكثر جاذبية من تطبيقات NiO ذات الحجم الكبير، تم استخدام عدة طرق تحضير اوكسيد النيكل النانوية NiO مثل عملية ترسيب الابخرة الكيميائية (CVD) وعملية المحلول الغروي (Sol - Gel) وغيرها [11]. يوضح الجدول (2-1) الخواص لأوكسيد النيكل، والشكل (2-1) يبين التركيب البلوري لأوكسيد النيكل .

## الجدول (2-1) خواص اوكسيد النيكل [11].

Chemical formula	NiO
Molar mass	74.6928 g/mol
Density	6.67 g/cm <sup>3</sup>
Melting point	1.955°C (3.551 °F; 2.228 K)



الشكل (2-1) التركيب البلوري لأوكسيد النيكل [11].

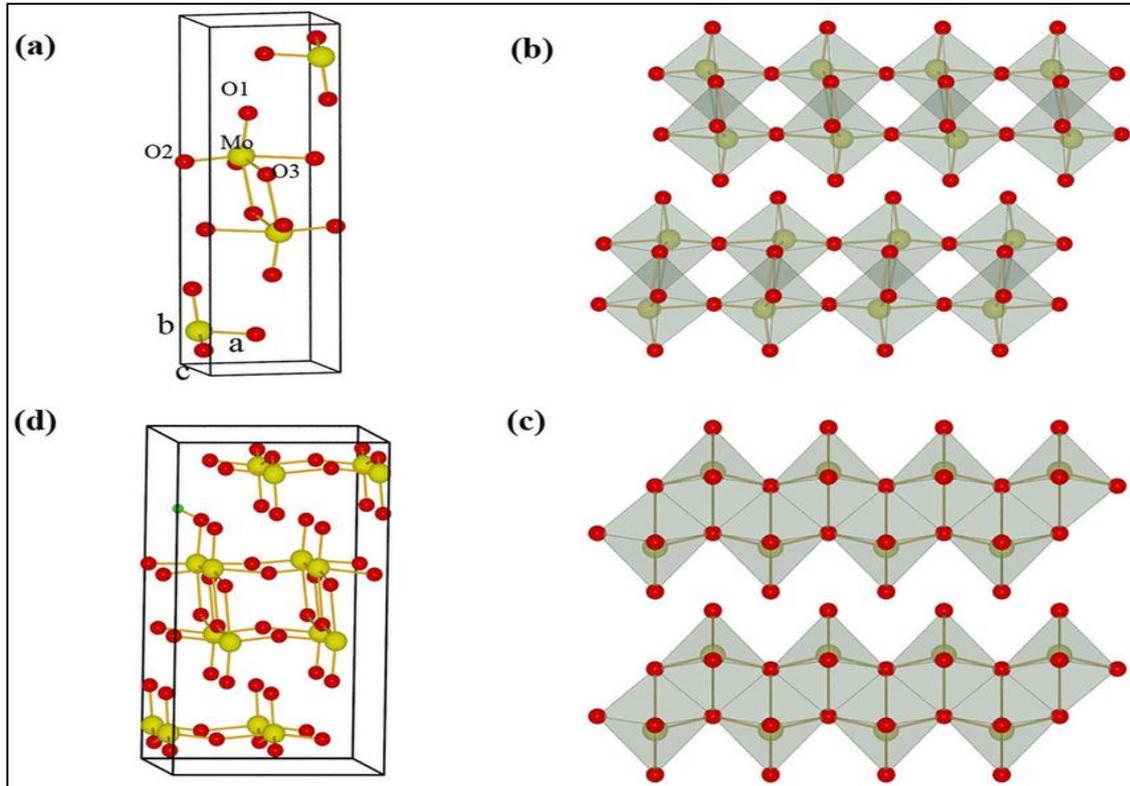
Molybdenum Oxide (MoO<sub>3</sub>)(4-1) اوكسيد المولبيدينيوم (MoO<sub>3</sub>)

يعد اوكسيد المولبيدينيوم احد اهم أكاسيد الفلزات الانتقالية ويلعب دوراً مهماً في تطوير تكنولوجيا المواد حيث يمكن تحضير اوكسيد المولبيدينيوم بأحجام وأشكال حبيبية مختلفة وبطرق فيزيائية وكيميائية عديدة. يستخدم الاوكسيد في المكثفات الكهروكيميائية وفي الطلاء والأسلاك النانوية والألياف النانوية و البلاستيكية والمنسوجات في التطبيقات محددة من السباتك و المحفزات لها العديد من عوامل التحفيز وهي محفزات الأكسدة ومحفزات تكسير ومحفزات هدرجة وأصباغ في إنتاج السيراميك والزجاج وكمواد خام في إنتاج الفلزات المولبيدينيوم وكذلك في أجهزة استشعار الغازات إذ إن لها اهمية كبيرة في دراسة المخاطر الصحية المتعلقة بالغازات السامة والتي يستخدم كذلك في بطارية الليثيوم الخلايا الشمسية العضوية ويحضر اوكسيد المولبيدينيوم بواسطة العديد من التقنيات منها تقنية ترسيب الأبخرة

الكيميائية و التحليل الحراري والمحلل الغروي (Sol-Gel) وتقنية الطحن والاحتراق التلقائي وغيرها. بين هذه التقنيات يحضر اوكسيد الموليبدنيوم بطريقة المحلول الغروي لأنه طريقة بسيطة و واطئة الكلفة وهذا يجعل عملية التحفيز منخفضة التكلفة ومناسبة [12]. يوضح الجدول (3-1) الخواص اوكسيد الموليبدنيوم ، يبين الشكل (3-1) التركيب البلوري لأوكسيد الموليبدنيوم .

الجدول (3-1) خواص اوكسيد الموليبدنيوم [12].

Chemical formula	MoO <sub>3</sub>
Molar mass	143.95 g/mol
Density	4.70 g/cm <sup>3</sup>
Melting point	804 °C(1.476 °F;1.075 K)



الشكل (3-1) يبين التركيب البلوري لأوكسيد الموليبدنيوم [12].

## (5-1) الدراسات السابقة

## Literature Surve

ان العديد من البحوث العلمية لهذه المركبات قد درست خصائصها التركيبية والكهربائية والمغناطيسية وتأثير النسب لمكوناتها ودرجة الحرارة المختلفة على هذه المتراكبات ودراسة خصائصها ، وفيما يلي بعض الدراسات والبحوث في هذا المجال.

درس الباحث (Han) وآخرون في عام (2004) انه عندما يتم تحضير النيكل ألومينا المغزلي بواسطة تفاعل الحالة الصلبة يلاحظ وجود زيادة من (NiO) في المنتج و الذي تم تفسيره نتيجة ذوبان  $Al_2O_3$  في NiO المغزلي عند درجة الحرارة العالية لحد ما وكذلك هناك تحسين في تشكيل ( $NiAl_2O_4$ )، تم دراسة تأثير اربعة عوامل و قد اظهرت النتائج ان وقت الطحن والمواد الاولية كان له تأثير مهم على زيادة (NiO) وكذلك لوقت التليد تأثير كبير أثناء وضع العينة في الفرن [13] .

درس الباحث (Ribeiro) وآخرون في عام (2005) الطرق التقليدية للحصول على مساحيق خزفية كافية للعديد من التطبيقات التكنولوجية لأن هذه المساحيق تتفاعل لكن قليلاً ما تتداخل. دعم التجانس والتحكم الدقيق في العناصر المتكافئة للكاثيون . يمكن الحصول على نتائج أفضل عن طريق التحضير الكيميائي لان المسحوق يحتفظ بتجانسه على المقياس الذري وقد تمت الكلسنه في درجات حرارة منخفضة، مما ينتج عنه أكاسيد ذات جسيمات دقيقة. أظهرت النتائج أن كلا الطريقتين طريقة تفاعل الاحتراق وطريقة Pechini تسفر عن تكون مسحوق ( $NiAl_2O_4$ ) النانومتر والبلوري ذو الأحجام والاشكال المتجانسة للجسيمات. أظهر المسحوق الذي تم الحصول عليه من خلال طريقة (Pechini) ان أحجام تكتل المسحوق المتكون أصغر بنسبة 60% من تلك التي تم الحصول عليها عن طريق تفاعل الاحتراق [14].

درس الباحث (Iwamoto) وآخرون في عام (2005) اضافة (PEG) البولي اثيلين كمركب عضوي قابل للذوبان في الماء الى محلول التشريب اثناء تحضير محفزات [ NiO- و  $NiO-MoO_3/Al_2O_3$  ] لتحسين محفزات ازالة كبريتيد الهيدروجين. بين قياس XPS أن اضافة PEG تزيد من تشتت النيكل والموليبيديوم على سطح الألومينا مع تحسين ازالة ديبينزوئثيوفين وكبريت الهيدروكسيد المتبقي، وكان تأثير (PEG) مهماً للعوامل المحفزة المحضرة من الألومينا ذات مساحة سطحية محددة اقل ، ومحتوى فسفوري أعلى [15].

درس الباحث (Maia) وآخرون في عام (2006) الحصول على الجسيمات النانوية لأوكسيد النيكل ذو تركيب بلوري مكعب متمركز الاوجه (FCC) بطريقة المحلول الغروي عند خلط ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) في المحلول المائي، تم حساب معدل حجم الجسيمات و microstrain من توسيع خط قمم حيود مسحوق الاشعة السينية، وكانت هذه القيم بين (15 nm و 78 nm ، و 0.056 % و 0.172 %) على التوالي . تم تطبيق الطريقة (Rietveld) صقل على جميع أنماط الحيود، يتغير حجم الجسيمات، التي تم الحصول عليها من الاجراء، كدالة درجة الحرارة وزمن التسخين والانخفاض الملحوظ بسبب إضافة هيدروكسيد الصوديوم الى المحلول المائي، والذي يمكن ان يعزى الى وجود بلورات كلوريد الصوديوم والجسيمات النانوية المغلفة بالكربون خلال التسخين. أظهر تحليل الجاذبية الحرارية أن غالبية الجزء العضوية يبدأ في الاختفاء بعد  $300^\circ\text{C}$  كانت درجة الحرارة التسخين يتراوح بين ( $350^\circ\text{C}$ ,  $700^\circ\text{C}$ ) [16].

درس الباحث (Kassem) في عام (2006) تحولات الطور الناجم عن خلط كميات ثابتة من  $\text{MoO}_3$  ومختلفة من  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (2,3,4,5,10,20,40,50%) تم تحديد حالات صلابة مختلفة بواسطة حيود الاشعة السينية، (FTIR، DTA). في تركيز ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) من مدى (2-20%)، تكون الحالة الوحيدة الموجودة الى جانب  $\text{MoO}_3$  هي  $\text{Al}_2(\text{MoO}_4)_3$  ويزداد تركيز هذه الحالة بزيادة تركيز  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ، بينما ينخفض تركيز  $\text{MoO}_3$  في نفس الوقت . اما بالنسبة للتركيز العالي من  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (اكثر من 20%)، يختفي طور ( $\text{MoO}_3$ ) بشكل كامل ، ويصبح  $\text{Al}_2(\text{MoO}_4)_3$  هو الطور السائد . وعندما يتم خلط  $\text{MoO}_3$  بتراكيز مختلفة من مسحوق الألمنيوم ، تم الحصول على ثلاثة أنواع من الاطوار . لتركيز الألومنيوم أقل من (4%) ، ولا توجد اطوار اخرى غير  $\text{MoO}_3$  . لتركيز الألومنيوم في المدى من (4 - 20 % )، لوحظ طور جديد من  $\text{Al}_2(\text{MoO}_4)_3$  . يقل هذه الطور بينما تقل  $\text{MoO}_3$  مع زيادة الألومنيوم . بتراكيز عالية من الألومنيوم (اكثر من 20%) ، يختفي  $\text{MoO}_3$  تماماً وتوجد  $\text{Mo}_{0.975}\text{Al}_{0.025}\text{O}_2$  الى جانب  $\text{Al}_2(\text{MoO}_4)_3$  المتكون بالفعل [17] .

درس الباحث (Sahli) وآخرون في عام (2006) تحضير المترابك  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  بطريقة المحلول الغروي ، تم دراسة خصائصه التركيبية بواسطة XRD و SEM و TEM ونسب مختلفة من المواد المتفاعلة Ni و Al ووجد ان ظهور الطور المغزلي عند درجة الحرارة  $725^\circ\text{C}$  او اكثر . وكذلك وجد ان التبلور يزداد بزيادة NiO . الا ان وجوده في الطور بصورة مستقلة يؤدي الى تقليل نسبة التبلور ، وان الزيادة في التبلور تظهر جسيمات كبيرة من NiO في الطور المغزلي [18].

الباحث (Ganguly) وآخرون في عام (2007) قاموا بتحضير الجسيمات النانوية لأوكسيد الموليبدنيوم باستخدام طريقة المحلول الغروي (Sol-Gel) تم فحص المادة بواسطة المجهر الالكتروني الماسح وتقنيات حيود لأشعة السينية. تم تحليل حساسية المواد بوجود غازات مختلفة وأظهرت ان حساسية الجزيئات كانت لغاز  $NO_2$  [19].

درس الباحثين (Kaluza and Zdrzil) في عام (2007) تحضير المحفزات  $CoO-/ Y-Al_2O_3$   $MoO_3$  و  $NiO-MoO_3/ Y-Al_2O_3$  بواسطة التفاعل  $\alpha$ -boehmite ( $\alpha-AlOOH$ ) مع  $MoO_3$  في عجينة مائية يليه تفاعل محفز  $MoO_3/\alpha-AlOOH$  مع  $CoCO_3$  او  $Co(OH)_2$  او  $4H_2O$  في عجينة سائلة. وبعدها عملية التجفيف و ثم الكلسنة . ان وظيفة  $MoO_3$  تعمل كمثبت حراري يمنع تثبيط  $Al_2O_3$  اثناء الكلسنة [20] .

درس الباحث (Wang) وآخرون في عام (2008) تأثير نسبة التحميل والنسبة المولية على تركيب المحفز  $NiO-MoO_3 /Y-Al_2O_3$ . لقد تم تحضير المحفزات بواسطة طريقة التثريب وتم تشخيصها بواسطة طيف رامان وطيف الالكترونات الضوئية للأشعة السينية (XPS) وانماط الحيود الاشعة السينية (XRD) وتقنيات ( Temperature Programmed Reduction (TPR) ) إذ اظهرت نتائج XPS و XRD ان المواد المحضرة المختلفة يمكن تشكيلها اعتماداً على النسبة المولية في التحميل المنخفض. ان التركيب المغزلي يكون في  $NiAl_2O_4$  والمشتت يكون في  $MoO_3$  [21] .

درس الباحثين (Roy and Gour) في عام (2008) بدراسة اعادة التدوير الكيميائي مع الاغناء المتأصل لـ  $CO_2$  المتعد على الطاقة العالية لحاملات الاوكسجين بمحتوى،  $NiO(NO_3)_2$  و  $Al(OC_3H_7)_3$  تم اختيارها كموا د خام للمعادن وتحضير المتراكب  $NiO/NiAl_2O_4$  المحضر بطريقة (Sol-Gel) بموائمة المتغيرات التجريبية المناسبة، مع حاملات الاوكسجين بمحتوى كتلي بنسبة 60% من  $NiO$ ، وكلسنه حرارية عند  $1300^\circ C$  ويزمن ستة ساعات، إذ انتج خصائص فيزيوكيميائية جيدة. تم التحقق من فعالية تخفيض الاكسدة عن طريق فحص (BET)، (SEM)، (XRD)، (TGA) المستخدمة في تشخيص الخصائص الفيزوكيميائية الحديثة والتي تستخدم حاملات الاوكسجين. وقد اوضحت نتائج التجربة ان  $NiO/NiAl_2O_4$  المحضر بطريقة (Sol-Gel) وحاملات الاوكسجين الظاهرة هي جيدة جدا ولها القدرة على اعادة التدوير من فعالية تخفيض الاكسدة. التخفيض يحدث بوجود الميثان، والمنخفض  $Ni$  يتأكسد الى  $NiO$  في الهواء بالتوزيع المستمر، درجة التخفيض تكثف تدريجيا ودرجة الاكسدة تسكن تدريجيا. نسب خفض التكتيف وتسكين الاكسدة تنقص تدريجيا، ولذلك فعالية تخفيض الاكسدة من

حاملات الاوكسجين تزداد بالتدرج. سلوك التكلس بين مختلف الجسيمات فعالية غير ملاحظة، وتركيب الثقوب الشبيكة للجسيم تبقى متعددة بعد فعالية تخفيض الاكسدة. ومن الحسابات الأخرى للنتائج وجد ان معدل الحجم الحبيبي لهذه المادة المحضرة هو 30nm [22].

درس الباحث (Gama) وآخرون في عام (2009) الطور المغزلي كمجموعة مهمة للمواد ذات اهمية تكنولوجية كبيرة، إذ يمكن تطبيقها كصبغات، مقاومات، محفزات وسيراميك الالكتروني. تم تحضير مجموعة من المتراكبات ( $\text{CoAl}_2\text{O}_3$  و  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  و  $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$ ) ذات الطور المغزلي بطريقة التأكسد. إذ تستخدم هذه الطريقة التحلل لمسحوق الايونات الموجبة مائيا مع محلول حامض الستريك إذ يحقق تجانس كيميائي عالي، تفريق الايون الموجب اثناء التحلل الحراري هو اقل ما يمكن. تم اختبار المسحوق الناتج بواسطة XRD و SEM ، انماط حيود الاشعة السينية بينت تكون  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  و  $\text{CoAl}_2\text{O}_3$  و  $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$  وان الحجم البلوري الناتج كان (12,34,20) nm وعلى التوالي [23].

قام الباحث (Hosseini) وآخرون في عام (2011) بتحضير الالومينا من الكاولين عن طريقة تحويل الكاولين الى متيا- كاولين (meta-Kaolin) بالكلسنة بدرجة حرارة ( $800^\circ\text{C}$ ) لمدة ساعتين. تم تحضير مسحوق الالومينا من خلال استخراج الالومينا من المتيا- الكاولين (meta-Kaolin) وبواسطة حامض الكبريتيك واذابتها في الايثانول مما ادى الى تكون كبريتات الالومنيوم. تم تجفيف كبريتات الالومنيوم المترسبة و تمت الكلسنة عند ( $900^\circ\text{C}$ ) لمدة ساعتين للحصول على طور  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ، المسحوق الناتج قد شخص بواسطة XRD-FTIR وتم تحديد معدل الحجم الحبيبي للطور  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  بواسطة SEM ليكون من (0.5 - 0.9)  $\mu\text{m}$  [24].

درس الباحث (Nazemi) وآخرون في عام (2012) المسحوق ذو التركيب النانوي المغزلي لنيكل الومينا المحضر بخطوة واحدة من المحفز المستهلك  $\text{NiO}/\text{Al}_2\text{O}_3$  ودرست العينات من حيث التكوين ، التشكيل ، التركيب ، حجم الجسيمات ومساحة السطح باستخدام التقنيات مثل حيود الأشعة السينية (XRD) ، المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، المجهر الإلكتروني النافذ (TEM) ، التحليل الحراري التفاضلي (DTA) ، والامتصاص الحجمي للنيتروجين. وقد وجد أن التركيب المغزلي كان ممكناً بعد (1 ساعة) من الطحن بدون معالجة حرارية. بالإضافة الى ذلك ، تمت مناقشة تأثير التنشيط الميكانيكي على درجة حرارة المعالجة الحرارية . وقد لوحظ أن المعالجة الحرارية لعينة مطحونة لمدة 1 ساعة عند  $1100^\circ\text{C}$  كافية لإنتاج نيكل الومينا مغزلي و أظهر المنتج من الطحن الميكانيكي المباشر قيمة أعلى

للمساحة السطحية ( $42.3 \text{ m}^2/\text{g}$ ) او اكثر و حجم البلوري أصغر ( $12 \text{ nm}$ ) مقارنة بالنموذج المعالجة حرارياً [25].

درس الباحث (Rahdar) وآخرون في عام (2015) أن اوكسيد النيكل ذو تركيب النانوي تم تحضيره من كلوريد النيكل ( $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) كمواد الأولية وهيدروكسيد الصوديوم ( $\text{NaOH}$ ) بطريقة الترسيب الكيميائي. تم الفحص وتشخيص بواسطة تقنيات متعددة للمادة المحضرة : XRD, SEM, AFM, FTIR, VSM بينت نتائج فحص XRD وانماط الحيود إن الطور ( $\text{NiO}$ ) ذو تركيب بلوري مكعب متمركز الوجة (FCC) وان الحجم الحبيبي يساوي ( $26 \text{ nm}$ ). معدل الحجم الحبيبي النانوي لوحظ من فحوصات المجهر الالكتروني الماسح SEM و ذو ابعاد حوالي  $24 \text{ nm}$  اكد الفحص المغناطيسي ان تركيب اوكسيد النيكل النانوي تسلك سلوك الفائق المغناطيسي في درجة حرارة الغرفة بعد الكلسنه [26].

درس الباحث (Zygmuntowicz) وآخرون في عام (2015) تحضير وتشخيص نيكل الالومينا المغزلي ( $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ) المحضر من خليط متوازن بين  $\text{NiO}$  و  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . تم التحضير عن طريق تفاعل الحالة الصلبة إذ استخدمت المساحيق  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  و كان متوسط حجم الجسيمات  $133 \text{ nm}$  وكثافة  $3.96 \text{ g/cm}^3$  و مسحوق  $\text{NiO}$  وكان متوسط الحجم للجسيمات  $200 \text{ nm}$  والكثافة  $6.67 \text{ g/cm}^3$ ، تم اجراء التليد الاولي عند درجتي حرارة  $1000^\circ\text{C}$  و  $1200^\circ\text{C}$ . و اجراء التليد النهائي للعينات في  $1600^\circ\text{C}$ . تم اجراء تشخيص المسحوق بعد التليد والعينات الملبدة باستخدام الاشعة السينية (XRD)، ومطياف تشتت الطاقة (EDS) و المجهر الالكتروني الماسح (SEM). وأكدت الدراسة المواد وجود نيكل الالومينا ( $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ) في التركيب البلوري للمادة [27].

درس الباحثين (Alborzi and Khademolhoseini) في عام (2016) تحضير متراكب موليبيدات النيكل النقي بنجاح بواسطة طريقة الالكتروسونك بوجود نترات النيكل (II) سداسية ماء التبلور و نترات الامونيوم رباعية الماء التبلور دون إضافة عامل شد سطحي او عامل شد ام قالب. تم تحليل الجسيمات النانوية الموليبيدية المستخرجة من النيكل بواسطة التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية UV، الفحص المجهرية الالكتروني الممسوح، التحليل الطيفي للأشعة السينية المشتتة، وحيود الأشعة السينية. أشارت العينات الى وجود سلوك المغناطيسي لها، كما يتضح من خلال استخدام مقياس مغناطيسي عن طريق المغنطة للنماذج المتذبذبة (VSM) في درجة الحرارة الغرفة [28].

درس الباحث (patil) وآخرون في عام (2016) متراكب المحلول الغروي المحضر من الحالة الصلبة للحصول على الحجم النانوي للطور البلوري المغزلي للمترابك ( $NiAl_2O_4$ ). إذ تم بطريقة الخلط الكيميائي لنترات النيكل و نترات الالمنيوم مع إضافة الكلايسين عند تكوين محلول الغروي. بعدها وضع المحلول الغروي للمترابك على صفيحة ساخنة في مكان خاص إذ يسخن في الفرن بدرجة حرارة  $^{\circ}C$  900 لمدة ساعتين. الخصائص التركيبية والمورفولوجية تم التحقق منها باستخدام (XRD) و (SEM) إذ اوضحت تكون التشكيل البلوري الكروي النانوي للمترابك  $NiAl_2O_4$ . التغيرات الكيميائية والفيزيائية تم قياسها كدالة لزيادة درجة الحرارة بفحص (TGA) وكذلك تم فحص السطح باستخدام (SEM) و أوضح ظهور مسامات نانوية للطور المغزلي للمترابك  $NiAl_2O_4$  [29].

قام الباحث (Pukird) وآخرون في عام (2016) بتحضير  $MoO_3$  النانوي بواسطة ترسيب الابخرة الكيميائية و يتم دراسة منتجات النمو بواسطة انبعاث المجال المجهر الالكتروني الماسح (FESEM) والاشعة السينية (XRD)، وقد اظهرت نتائج صور SEM تراكيب نانوية مثل الأشطرة وظهور نتائج XRD، فقد اشارت لانماط نظام معيني متعامد المحاور للطور  $MoO_3$  وتركيب المستويات (010,060,021,040,110,020) [30].

درس الباحثين (Mohamed and Atta) في عام (2016) تحضير مركب  $Y-Al_2O_3$  النانوية بطريقة الترسيب الكيميائي وكذلك درس بتأثير درجة حرارة الكلسنة المختلفة ( $750,600,550^{\circ}C$ ) بعد ذلك تم تحضير المحفز النانوي  $Ni Mo/Y-Al_2O_3$  بطريقة التثريب باستخدام كربونات النيكل مصدر لـ Ni و مولبيدات الامونيوم مصدر لـ Mo على طور  $Y-Al_2O_3$  النانوية عند درجة الحرارة الكلسنة  $550^{\circ}C$  تم تشخيص الطور  $Y-Al_2O_3$  وتم تشخيص المحفزات  $Ni Mo/Y-Al_2O_3$  بواسطة حيود الاشعة السينية (XRD) و فلورة الاشعة السينية (XRF) و AFT و SEM والمساحة السطحية BET. كانت النسب المئوية Ni و Mo في التركيب النانوي  $Ni Mo/ Y-Al_2O_3$  الذي تم تحديده بواسطة فلورة الأشعة السينية 2.924% و 12.9% على التوالي. اجريت فحوصات SEM الطور  $Y-Al_2O_3$  عند درجة حرارة الكلسنة  $550^{\circ}C$  اجري فحص AFM لحساب معدل قطر الجسيمات للطور  $Y-Al_2O_3$  في درجات حرارة الكلسنة ( $750,600,550^{\circ}C$ ) وللمترابك النانوي  $Ni Mo/Y-Al_2O_3$  المحضر عند درجة الحرارة الكلسنة  $550^{\circ}C$  [31].

قام الباحث (Hussein) وآخرون في عام (2017) بدراسة المترابك  $NiAl_2O_4$  ذو التركيب الصلب المحضرة عند درجة الحرارة معتدلة بطريقة الملح المذاب ،عوامل التجربة تضمنت درجة حرارة التفاعل ،نوع الملح ،والنسبة الوزنية لمسحوق الملح ، استخدم الملح  $NaCl-LiCl$  كوسيط تفاعل ونسب متوازنة من نترات النيكل المائية  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  و  $\alpha/\gamma-Al_2O_3$  والتي استخدمت كمسحوق. حسابات ريتفلد استخدمت لحساب النسب المئوية لكل الطور في انتاج المسحوق .نتائج هذه الحسابات اتبعت لاختيار نظام الملح المطلوب ولاختيار درجة الحرارة المناسبة لإنتاج اعلى نسبة مئوية للنيكل الوميئا . تم تشخيص النواتج بتقنيات متعددة للمادة المترابكة المحضرة مثل  $XRD, FESEM, EDX, FTIR$ ، بينت هذه النتائج بان التفاعل يخضع لآلية الترسيب بالإذابة وظهر الطور نيكل الوميئا النقي. وكذلك يمكن تحضيرها عند درجة الحرارة ( $1400^\circ C$ ) مع توزيع واسع للجسيمات من (200 nm) الى (700 nm) بدون اي شوائب واضحة [32].

درس الباحث (Vitorino) وآخرون في عام (2017) المترابك  $NiAl_2O_4$  وجعل مركز اهتمامه دراسة الثقوب المتكونة في تصميم المادة خلال عالق مستحلب للتكلسات النشطة واكثر المسامات السطحية المتكونة بواسطة جسيمات Ni النانوية لأجل امكانية في العوامل المساعدة المتباينة .الحق بذلك الحركة المقيدة والتركيب المعين المثقب، كذلك تخفيض الثقوب المحدثة بدون التأثير على وضوح الاعمدة الخلوية. تم فحص المادة بواسطة ( $XRD$  و  $TEM$  و  $EDS$ )، تضمن الاثنان التحليل الجزئي والمخفض، النتيجة كانت اعلى في الاستقرار من الطور الغني بالألمنيوم، بصورة رئيسة كان هناك طورين  $NiAl_{32}O_{49}$  و  $Ni$  المعدني، على التوالي. النتيجة تبين بأن هيكلية التضخيم الخلوي ممكن ان توضح بمساعدة (Ni) في طريقة السيطرة، بواسطة الاختبار الصحيح من الايون الموجب الابتدائي بحساب المواد المتفاعلة من ( $NiAl_2O_4$ ) المغزلي وشروط التفاعل المناسبة. باختيار الشروط المناسبة ونتيجة التخفيض في جسيمات (Ni) النانوية وبأوزان مختلفة تم تشتيت المسامات السطحية والحصول على حجم حُببي مناسب اقل من (50 nm) [33].

درس الباحث (Yi) وآخرون في عام (2017) تم استخدام طريقة الحالة الصلبة البسيطة الخالية من المذيبات لتحضير المترابك  $NiMo-Al_2O_3$  باستخدام  $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ،  $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  و  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  كمواول اولية والبولي اثيلين كلايكول (PEG) كمادة مضافة. تم دراسة تأثير اضافة PEG على التحليل الحراري، تمت دراستها بواسطة الامتزاز النيتروجيني ، حيود الاشعة السينية ( $XRD$ )، التحليل الحراري وقياس الحرارة بالمسح التفاضلي ( $TGA/DSC$ )، التحليل الطيفي الكهروضوئي

بالأشعة السينية (XPS) ، المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) والمجهر الإلكتروني الناقل (TEM) أظهرت النتائج ان الزيادة في اضافة PEG تزيد بشكل كبير من المساحة السطحية وحجم المسامات للمحفز [34].

درس الباحث (Agarwal) وآخرون في عام (2017) سلوك وميكانيكية الخواص العزلية وآلية التوصيل في التيار المتناوب للمادة السيراميكية  $(Co, Ni)Al_2O_4$  النانوية ذات الطور المغزلي وتم التحقق من ذلك ضمن مدى الترددات (1KHz -1KHz) ولدرجات حرارة مختلفة. تم فحص وتشخيص النتائج بتقنيات متعددة للمادة المحضرة : (SEM , TEM , XRD) واوضحت نتائج الفحص ان المادة المتكونة هي مادة متجانسة ذات طور احادي وبمعدل حجم حبيبي نانوي من المادة  $(Co, Ni)Al_2O_4$ ، ان الحجم الحبيبي المحسوب يساوي (15 nm) لهذه المادة. سلوك المادة في الخواص العزلية وآلية التوصيل في التيار المتناوب تم ملاحظتها من خلال الحث الكهربائي، السعة والمقاومة والتي أكدت السلوك العزلي للمادة  $(Co, Ni)Al_2O_4$  ميكانيكية التوصيل للتيار المتناوب كانت بالتنتط [35].

درس الباحث (Widiyadi) وآخرون في عام (2018) طريقة التكسير بالهيدروجين وهو عملية كيميائية تستخدم في مصافي البترول لتحويل الهيدروكربونات عالية الغليان في الزيوت الخام البترولية الى منتجات غليان اقل قيمة مثل البنزين و الكيروسين وزيت الديزل التي تعمل في درجات حرارة وضغط عالٍ. تم استخدام المحفز في التكسير بالهيدروجين لتقليل درجة الحرارة والضغط. والذي يستخدم الألومينا على نطاق الواسع في عملية صناعة المواد من  $NiMo/Al_2O_3$  إذ تم تصنيع المتراكب بواسطة طريقة التشريب المبلل وطريقة التشريب البسيطة مع انواع مختلفة من  $Al_2O_3$  . تم فحص الخواص الفيزيائية والكيميائية للمتراكب بواسطة حيود الاشعة السينية (XRD) لتحديد نوع البلورة و بالمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) لتحديد مورفولوجيا سطح المتراكب. ومن الواضح أن بلورات  $NiO$  و  $MoO_3$  منتشرة بشكل كبير على سطح  $NiMo/Al_2O_3$  [36].

## Aim of study

## (4-1) الهدف من الدراسة

الهدف من الدراسة الحالية هو:

- 1- تحضير ودراسة الخواص التركيبية للأكاسيد النقية لبعض العناصر (الالمنيوم، النيكل، الموليبيديوم).
- 2- تحضير متراكبات من الاكاسيد المحضرة بطرق مختلفة ودراسة خواصها التركيبية.
- 3- دراسة تأثير درجة الحرارة على الخواص الكهربائية والمغناطيسية للمتراكبات المحضرة.
- 4- تحديد أفضل نسب خلط في تحضير المتراكبات من خلال نتائج فحصها.
- 5- دراسة تأثير الاطوار الثانوية الناشئة على المتراكبات المحضرة.