جمهورية العراق

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة ديالى - كلية العلوم

تحضير ودراسة بعض الخصائص الفيزيائية

لأغشية $[Sn_{1-x}V_xO_2]$ الرقيقة

ومسحوقه النانوي

رسالة تقدم بها

عدنان علي محمد

بكالوريوس علوم فيزياء ١٩٩٣

إلى

مجلس كلية العلوم – جامعة ديالى

وهي جزء من متطلبات نيل درجة ماجستير علوم في الفيزياء

بأشراف

الاستاذ المساعد الدكتور

زياد طارق خضير

١٤٣٧هـ ٢٠١٥م

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

Preparation and Study of some Physical Properties of [$Sn_{1-x}V_xO_2$] Thin Films and its Nanopowder

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

Adnan Ali Muhammad

(B.Sc. in Physics 1993)

Supervised By

Dr.Ziad Tariq Khodair

Assist. Professor

2015 A.D 1437 A.H

(1-1) المقدمة (Introduction)

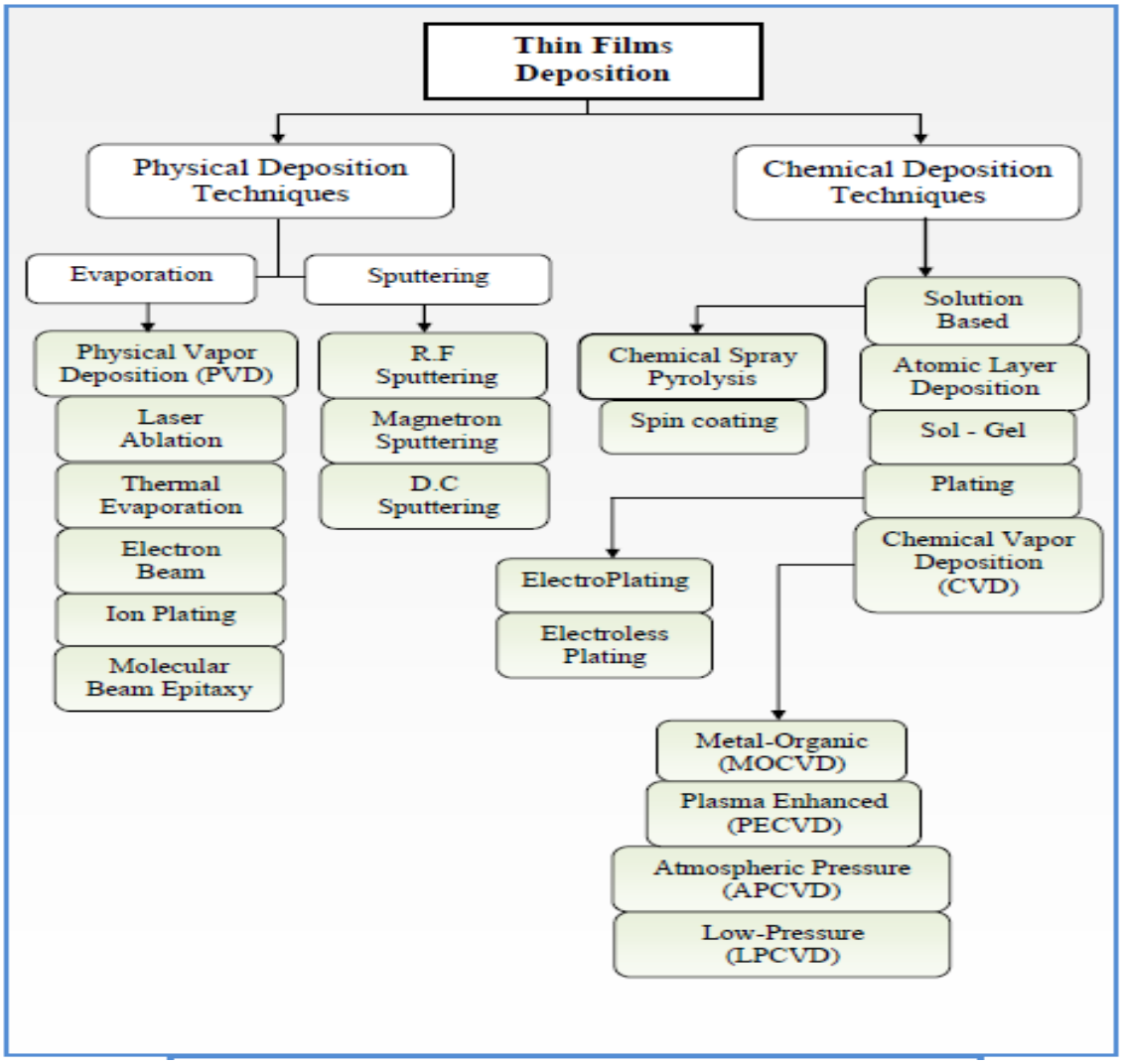
تحظى الاغشية الرقيقة في الوقت الحاضر باهتمام كبير وذلك لما تقدمه من خدمة في مجالات عدة وخاصة في حالتها شبه الموصلة التي اسهمت أسهاماً كبيراً في تطور العلوم،وعلى الرغم من ان عملية تحضير الاغشية الرقيقة تعود الى القرن التاسع عشرالا ان تقنيات تحضيرها تطورت على مر السنين الى ان وصلت على ما هي عليه الان وكل ذلك من اجل الحصول على أغشية ذات مواصفات جيدة من حيث السمك والتجانس والمساحة بحيث تكون ملائمة لاستخدامها في التطبيقات الصناعية [1,2] . وتكمن أهمية هذه المواد في أمكانية تغير بعض خصائصها بسبب تأثرها بالحرارة والضوء والمجال المغناطيسي والكهربائي مما جعل هذه المواد تحتل المرتبة الأولى في الدراسة والتصنيع خصوصاً في التطبيقات أو الأنظمة التي تكون فيها أشباه الموصلات ذات سمك قليل جداً والتي تسمى بالأغشية الرقيقة [2] .

يستعمل مصطلح الغشاء الرقيق (Thin film) لوصف طبقة أو عدة طبقات من ذرات مادة معينة لا يتعدى سمكها مايكرون واحد [3]. ولقلة سمك هذه الاغشية وسهولة تشققها فقد ترسب على مواد اخرى تستخدم كقواعد ترسيب ويعتمد نوع القاعدة على طبيعة الاستخدام والدراسة ، مثل الزجاج والكوارتز والسليكون والألمنيوم [4]. ويعتبر منتصف القرن التاسع عشر الانطلاقة الحقيقة في مجال تحضير الاغشية الرقيقة حيث قام كل من (Bunsen & Grove) عام1852 بتحضير أغشية معدنية رقيقة باستعمال تقنية التفاعل الكيميائي وتقنية الترذيذ بالتفريغ التوهجي وفي عام 1857 تمكن (Faraday) من الحصول على غشاء معدني رقيق بتقنية التبخير الحراري وفي عام 1887 تمكن (Narwoold) من تبخير المعادن بإستعمال تقنية التبخير في الفراغ عن طريق تسخين سلك من البلاتينيوم [1]. وللأغشية الرقيقة اهمية صناعية وتقنية اذ تستعمل في التطبيقات الالكترونية مثل صناعة الترانزستورات (Transistors) والنبائط ذات الطرفين كالمقومات (Rectifiers) والخلايا الكهروضوئية (photoelectric cells) والدوائر المتكاملة (Integrated circuits)، وتستعمل في التطبيقات البصرية (Opticl Applications) كدخولها في مجال الاتصالات البصرية كثنائيات باعثة للضوء (Light Emitting Diodes-LED) أو كواشف (Detectors) أو كمرشحات بصرية (Filters) كما تُستعمل في الخلايا الشمسية (Solar cells) [5].

(1–2) طرائق تحضير الأغشية الرقيقة

(Thin Films Preparation Method)

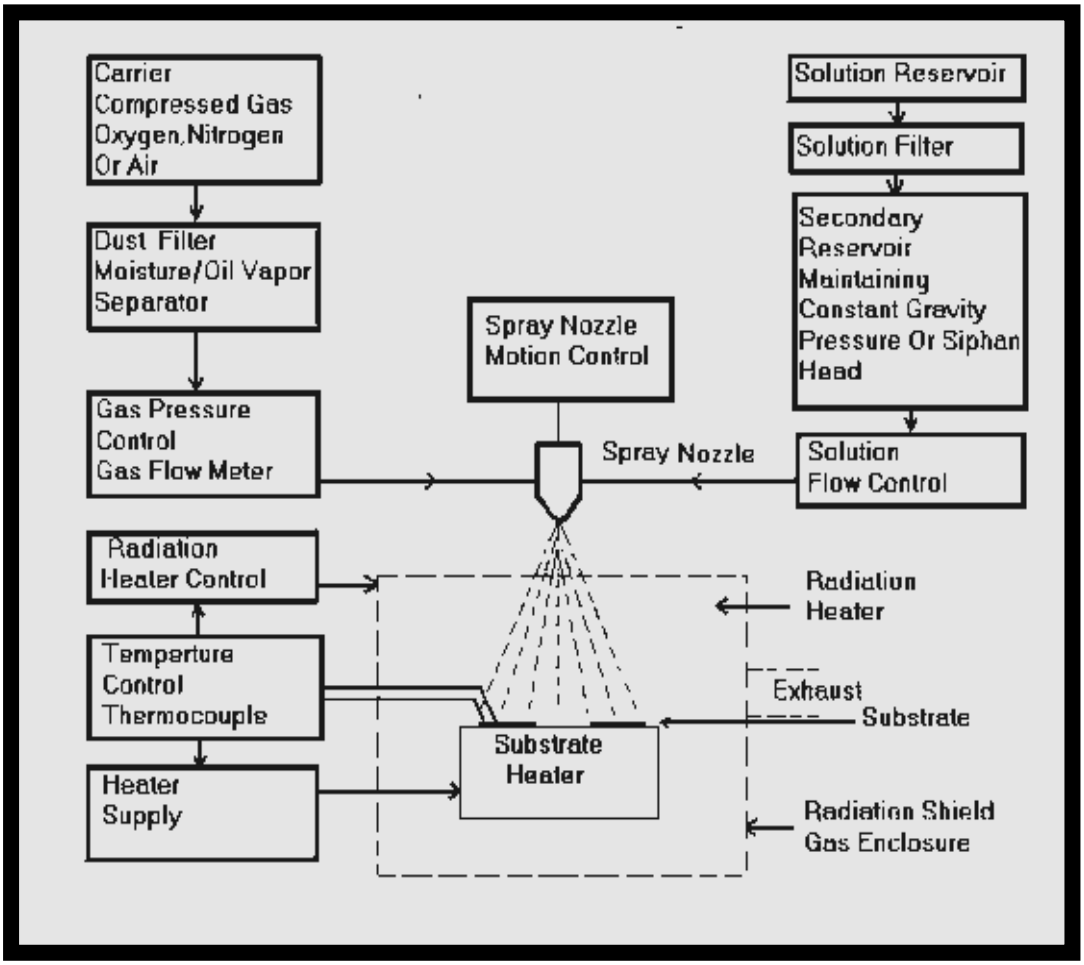
تطورت طرائق تحضير الاغشية الرقيقة نتيجة للتطور العلمي وأصبحت على درجة عالية من الدقة في تحديد سمك الغشاء وتجانسه، وتعددت طرائقها وأصبح لكل طريقة خصوصياتها ومميزاتها لتؤدي الغرض الذي استعملت من اجله، وان اختيار الطريقة المناسبة لتحضير الغشاء يعتمد على عوامل عدة أهمها مجال استعمال الغشاء ونوع المواد المستعملة في التحضير وكلفة التحضير [6]. والشكل (1-1) يوضح مخططا لبعض التقنيـات المستخدمة فـي تحضير الاغشية الرقيقة [7].



الشكل(1-1): مخطط توضيحي لبعض التقنيـات المستخدمة فـي تحضير الاغشية الرقيقة [7].

(1- 3) تقنية التحلل الكيميائي الحراري (Chemical Spray Pyrolysis)

تعتبر طريقة التحلل الكيميائي الحراري من الطرائق المهمة والمعتمدة في تحضير الأغشية الرقيقة وخاصة في التطبيقات الفوتوفولتائية التي تتطلب مساحات واسعة من أغشية المواد الرقيقة وتمتاز هذه الطريقة عن الطرائق الاخرى ببساطة الاجهزة المستخدمة وتكون اقتصادية لقلة ألتكاليف ويمكن تحضير أغشية بمساحات أكبر مما توفره الطرائق الاخرى، وأن الأغشية المحضره لها استقرارية عالية في صفاتها الفيزيائية مع مرور الزمن، وتحضر بهذه الطريقة أغشية رقيقة لمركبات ذات درجات انصهار عالية قد يصعب تحضيرها بالطرائق الأخرى، كما يمكن تحضير أغشية من مزج مادتين أو أكثر لهما درجات انصهار مختلفة [8]. وقد تم استخدام هذه الطريقة في بحثنا هذا لتحضير أغشية (SnO_2) غير المطعمة والمطعمة بالفناديوم (V). والشكل(1-2) يوضح الخطوات العملية لطريقة التحلل الكيميائي الحراري [6].



شكل(1-2) الخطوات العملية لطريقة التحلل الكيميائي الحراري [6].

(1- 4) خصائص مادة الأغشية (Properties of Films Material)

(1- 4–1) الخصائص الكيميائية والفيزيائية لثنائي اوكسيد القصدير(SnO_2).

Chemical and Physical Properties of Tin –Oxide (SnO_2)

تعد مادة ثنائي أوكسيد القصدير SnO_2 من المواد شبه الموصلة التي تنتمي إلى مجموعة الأكاسيد الموصلة الشفافة (Transparent Conducting Oxides (TCO)) التي تمتاز بنفاذية عالية في المنطقة المرئية وامتصاصية في المنطقة فوق البنفسجية وتوصيلية جيدة من النـوع السالب (n –type)، وهي مادة ذات لون أبيض يميل الى الرمادي، وأن التركيب البلوري لثنائي اوكسيد القصدير هو تركيب بلوري رباعي كما في الشكل(1-3)، والجدول (1-1) يوضح بعض الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمادة ثنائي اوكسيد القصدير[9]. وبسبب وجود فراغات الاوكسجين في هذه المادة لذلك تعد من المركبات غير المتكافئة، وصيغة الغشاء الرقيق لهذه المادة يكون (SnO_{2-x})، إذ ان x هو الانحراف في المركب المتكافئ (stoichiometric)[10] . وتُعدّ أكاسيد القصدير أمفوتيرية أي أنها تتفاعل مع الحوامض والقواعد وتكون ملحاً [11]. ويحضر(SnO_2)عادة في المختبر بإذابة القصدير في حامض النتريك وحسب المعادلة التالية[12] :-

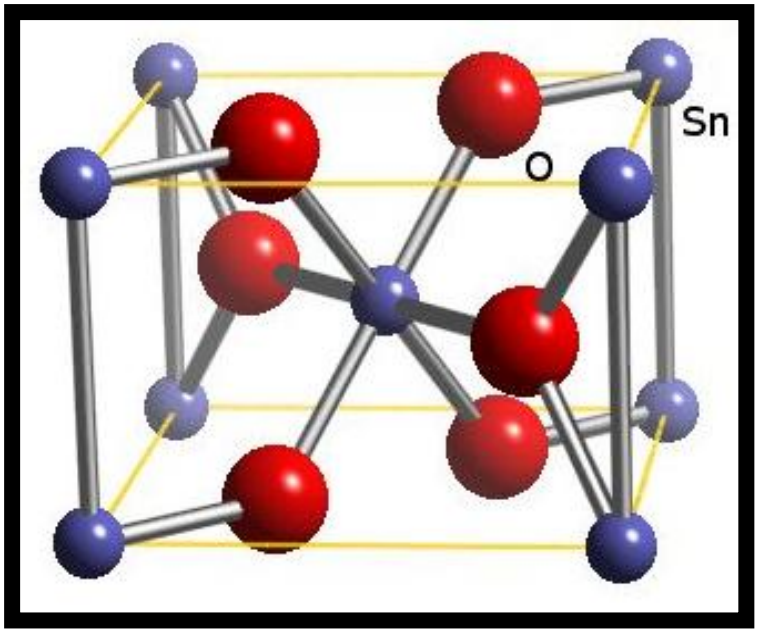
$$Sn + 4HNO_3 \longrightarrow SnO_2 + 4NO_2 + 2H_2O \quad \ldots\ldots (1\text{-}1)$$

وعند تسخين القصدير في الهواء يتكون ثنائي اوكسيد القصدير (SnO_2) وحسب المعادلة التالية[10]:-

$$Sn + O_2 \longrightarrow SnO_2 \quad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots (2\text{-}1)$$

الجدول (1-1): بعض الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمادة ثنائي اوكسيد القصدير[9].

Sym.	Colour	Crystal structure	M.Wight (g/mol)	Density (g/cm^3)	Melting Point (K)	Boiling Point (K)
SnO_2	White	Tetragonal	150.69	6.95	2673	2903



شكل (1-3): التركيب البلوري لـ (SnO_2)[10] .

(1-4-2) تطبيقات ثنائي اوكسيد القصدير.

)(SnO_2) Advantages of Tin(

يستخدم SnO_2 في الخلايا الشمسية والأجهزة الكهروبصرية وفي أجهزة التحسس والكشف عن الغازات، وكذلك تطلى به الادوات الزجاجية ونوافذ السيارات والطائرات لأنه يمتلك استقرارية حرارية عالية، وهو يمتلك صلابة ميكانيكية عالية وأكثر من صلابة الزجاج لذلك يستعمل لزيادة متانة بعض الاواني الزجاجية، وكذلك يمكن ان يستخدم في تصميم الاجهزة الباعثة للضوء فوق البنفسجي (UV) ودايود الليزر، كما يمكن استخدامه كمرشحات في المدى تحت الحمراء وتبقى شفافة في المدى المرئي [13,14].

(1- 4–3) الخصائص الكيميائية والفيزيائية لعنصر الفناديوم

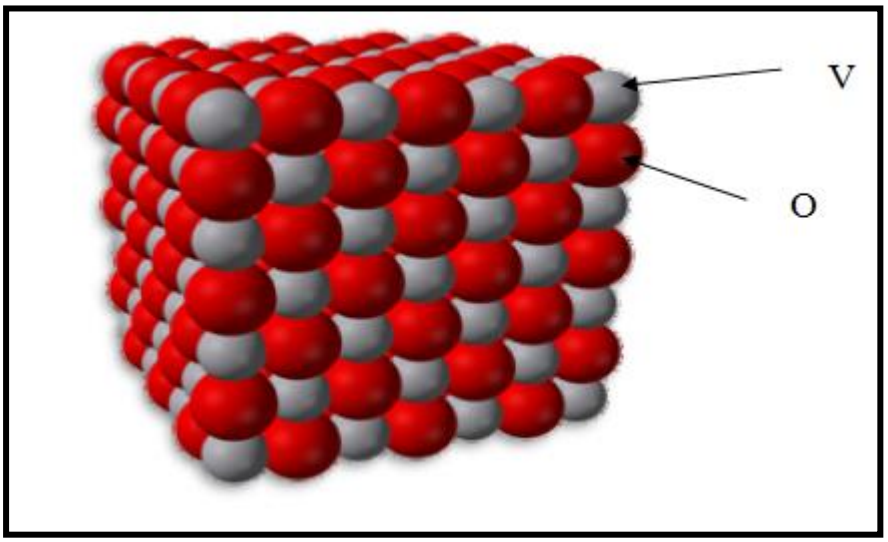
Chemical and Physical of vanadium (V)

الفناديوم (Vanadium) عنصر كيميائي يُصنف كفلز انتقالي، رمزه الكيميائي (V)، عدده الذري (23)، وهو معدن فضي مائل للبياض له العديد من حالات التأكسد ومنها خماسي التكافؤ، يوجد عنصر الفناديوم في الكائنات الحية، ولا يوجد منفرداً في الطبيعة ولكنه يوجد متحداً مع أكثر من ستين معدناً[15]. ويستخدم الفناديوم اليوم بشكل رئيس في صناعة الفولاذ حيث

يخلط بالحديد فيما يعرف بسبيكة حديد الفناديوم وكذلك يقوي الفولاذ ويحسن صلابته عند درجات الحرارة العالية كما يحسِّن مقاومته للصدمات والتآكل، والجدول (1-2) يبين بعض الخصائص الكيميائية والفيزيائية لعنصر الفناديوم، ويمتلك الفناديوم ايضا عدة مركبات مثل خماسي أوكسيد الفناديوم (V_2O_5) وثلاثي كلوريد الفناديوم (VCl_3) ويستخدمان بمثابة محفزين في التفاعلات الكيميائية، ويساعدان في إنتاج المواد الكيميائية الصناعية،كما يستخدم خماسي أوكسيد الفناديوم في مواد الصباغة وصناعة وتلوين الزجاج، والشكـــل (1-4) يبين التركيب البلوري لخماسي اوكسيد الفناديوم (V_2O_5) [16].

الجدول (1-2): بعض الخصائص الكيميائية والفيزيائية لعنصر الفناديوم [16].

Sym	Colour	Crystal structure	M.Wight (g/mol)	Density (g/cm^3)	Melting Point (K)	Boiling Point (K)
V	Silver	BBC	50.94	6	1910	3407



الشكل (1-4): التركيب البلوري لخامس اوكسيد الفناديوم (V_2O_5)[16].

(5-1) الدراسات السابقة (Literature Survey)

- حضر الباحث (E. Elangovan et al.) سنة (2005) أغشية رقيقة من مادة (SnO_2:Sb) باستخدام طريقة التحلل الكيميائي الحراري على قواعد زجاجية وبدرجة (510 ^oC) ، وبنسب تطعيم وزنية بين %(4-0)، تم فحص طوبوغرافية سطوح العينات اولا بواسطة مجهر القوة الذرية (AFM) وتبين انها ذات نعومة عالية، وكذلك بينت الدراسة ومن خلال فحوصات (XRD) تغير الاتجاه السائد مع نسبة التطعيم، فكان الاتجاه السائد بالنسبة للأغشية غير المطعمة هو (1 1 2) اما الاغشية المطعمة بنسب %(1-0.5) فان اتجاهها السائد (1 0 3) اما عند نسب التطعيم الكبيرة فان الاتجاه السائد يتحول باتجاه (0 0 2)، ومن خلال الفحص بواسطة (AFM) تبين ان خشونة السطح لا تتأثر كثيرا بنسبة التطعيم [17].

- قام الباحث (M.R. Nejad et al.) سنة (2005) بدراسة أغشية (SnO_2) المطعمة بـ (Co) وبطريقة التحلل الكيميائي الحراري وبنسب تطعيم %(25 -0) ورسبت الأغشية على قواعد زجاجية بدرجة (480 ^oC) أظهرت نتائج (XRD) ان أغشية (SnO_2:Co) متعددة التبلور ومعدل الحجم الحبيبي لها حوالي nm(30) [18].

- استطاعت الباحثة (آمال) سنة (2006) تحضير أغشية (SnO_2) غير المطعمة والمطعمة بـ (AgO_2) وبنسب تطعيم وزنية %(3,5) بطريقة التحلل الكيميائي الحراري على قواعد زجاجية بدرجة حرارة ترسيب (500 ^oC). اظهرت نتائج (XRD) ان جميع الأغشية ذات تركيب متعدد التبلور وكذلك بينت الدراسة ان فجوة الطاقة الممنوعة للانتقالات الالكترونية المباشرة تقل مع زيادة درجة حرارة التلدين على هذه الأغشية [19].

- درس الباحث (M.JayalakshmI et al.) سنة (2007) دقائق (V_2O_5) ومزيج (SnO_2 –V_2O_5) المحضرة بطريقة (Hydrothermal) وتبين من خلال الفحص بواسطة (XRD) و(TEM) و(SEM) ان دقائق SnO_2 متعددة التبلور وذات تركيب رباعي في المزيج وهي ضمن المدى النانوي، بينما (V_2O_5) هي ذات تركيب عشوائي [20].

- تمكن الباحث (Ouerfelli et al.) سنة (2008) من تحضيراغشية SnO_2 المطعمة بالفلور بطريقة التحلل الكيميائي الحراري، وتبين ان اغشية (SnO_2:F) متبلورة وذات تركيب رباعي والاتجاه السائد للبلورات هو (0 0 2) وتبين من خلال الدراسة امكانية استخدام الغشاء (SnO_2:F) كأنود في نبائط ($OLED_S$) [21].

- درس الباحث (M. Bagheri et al.) سنة (2008) دقائق SnO_2 النانوية المحضرة بطريقة المحلول الغروي (sol-gel)،وتم تلدين الدقائق بدرجات حرارة ºC (300,700). بينت فحوصات (XRD) ان دقائق القصدير ذات تركيب نانوي وان التبلور يزداد بزيادة درجة حرارة التلدين، ومن خلال دراسة صور مجهر القوى الذرية تبين ان معدل حجم الدقائق بين nm(25 – 5) وان التلدين يؤدي الى تجانس توزيع الدقائق الكروية، ووجد ان طاقة الفجوة البصرية بحدود eV (4.11 – 4.05) [22].

- حضّر الباحثان (Roy and Podder) سنة (2009) اغشية (SnO_2) الرقيقة غير المطعمة والمطعمة بالنحاس (Cu) وبنسب التطعيم الحجمية %(8-1) بطريقة التحلل الكيميائي الحراري على قواعد زجاجية بدرجة حرارة (^oC 350)، وأظهر الفحص التركيبي ان الاغشية متعددة التبلور وبالاتجاه السائد (101)، وبلغت فجوة الطاقة للاغشية غير المشوبة (3.75 eV) وعند زيادة التطعيم قلت فجوة الطاقة تدريجيا حتى بلغت (3.5eV) عند نسبة التطعيم(4%) [23] .

- حضّر الباحث (Bahidh) سنة (2009) أغشية (SnO_2) الرقيقة بطريقة التحلل الكيميائي الحراري بدرجة حرارة ترسيب (773 K). ودرس الخواص التركيبية لتلك الاغشية وقد أظهرت النتائج ان اغشية ثنائي أوكسيد القصدير ذات تركيب متعدد التبلور ومن النوع الرباعي مع اتجاة سائد هو الاتجاه (110). وان قيمة فجوة الطاقة البصرية (3.2 eV) [24].

- استطاع الباحثان (S.Gnanam, V.Rajendra) سنة (2010) من تحضير دقائق (SnO_2) نانوية التركيب بطريقة (sol-gel). ومن خلال دراسة حيود الاشـعة السينية (XRD) تبين ان البلورات ذات تركيب رباعي ومعدل الحجم البلوري بحدود (15 nm) [25].

- قام الباحث (Huang et al.) سنة (2010) بتحضير أغشية ثنائي اوكسيد القصدير غير المطعمة والمطعمة بالتنكستن (SnO_2:W) بنسب التطعيم الوزنية (0,2,3%) ، بطريقة ترسيب البلازما النبضي (PPDM) على قواعد من الكوارتز (Quartz). وتم تلدينها عند درجتي حرارة ^oC (500,800) ودراسة خواصها التركيبية والبصرية والكهربائية. وكانت الاغشية الملدنة عند درجة الحرارة (^oC 500) ذات تركيب عشوائي (Amorphous)، أما الاغشية الملدنة عند درجة الحرارة (^oC 800) ذات تركيب متعدد التبلور وبالاتجاه السائد (110) وقد تناقصت شدة المستوي (110) بزيادة نسب التطعيم. اما دراسة الخصائص البصرية فقد بينت ان معدل النفاذية (86%) في المنطقة المرئية و(85%) في المنطقة تحت الحمراء. وقد وجد ان فجوة الطاقة البصرية تتراوح من (4.05eV) الى (4.22eV) بزيادة نسب التشويب [26].

- تمكن الباحث (G.Patill et al.) سنة (2011) من تحضير أغشية ثنائي اوكسيد القصدير المرسبة على قواعد ترسيب من الـ (Alumina) بدرجة حرارة ^oC(350)بطريقة التحلل الكيميائي الحراري وتلدينها عند درجات حرارة ^oC (550,750,950) ولمدة (30 min) ودراسة خواصها التركيبية والبصرية، وتبين عند زيادة درجة حرارة التلدين ان الحجم البلوري يزداد وفجوة الطاقة تقل، وتمتلك الاغشية حساسية عالية لغاز (H_2S) وذلك عند درجة حرارة تلدين (^oC 950) [27].

- حضر الباحثان (M. M. Shukur and F. M. Hasson) سنة (2011) أغشية SnO_2 غير المطعمة والمطعمة بثاني اوكسيد التيتانيوم وبتركيز% (9, 0.9, 0.09)، والمرسبة على قواعد زجـاجية بطـريقة التحلل الكيميائي الحراري وبدرجة حرارة (^oC 450) ، تمت دراسة الخصائص البصرية لهذه الاغشية وتبين ان ومعدل النفاذية لهذه الاغشية تقترب من % 75 للأشعة المرئية، في حين كانت الانعكاسية للأغشية المطعمة بتراكيز %(0.09 , 0.9) (% 76) و (% 80) على التوالي وعند الطول الموجي nm (2700) [28].

- استطاعت الباحثة (R. O. Mahdi) سنة (2012) من تحضير اغشية SnO_2 بطريقة التبخير الحراري اذ اظهرت دراسة الخصائص البصرية ان للأغشية نفاذية عالية في المنطقة المرئية وتحت الحمراء القريبة. وتم حساب فجوة الطاقة فكانت (3.82 eV)، اما نتائج (AFM) فبينت ان الحجم الحبيبي يتراوح بين nm (140- 15) [29].

- قام الباحث (Alaa) سنة (2013) بدراسة بعض الخواص لغشاء SnO_2 الرقيق الذي تم تحضيره بطريقة التحلل الكيميائي الحراري على قواعد من الزجاج والسليكون النقي وبدرجات حرارة (300,400,500)ºC. اظهرت نتائج (XRD) والتصوير المجهري فضلا عن الحساسية لغاز اوكسيد النتروز (NO_2) ان التبلور يزداد مع زيادة درجة حرارة القاعدة وزيادة الكشفية مع زيادة تركيز الغاز ودرجة الحرارة [30].

- حضر الباحث (A. N. Naje et al.) سنة 2013 أغشية SnO_2 بطريقة التحلل الكيميائي الحراري وبدرجة حرارة (550 ^oC). بينت نتائج (XRD) ان بلورات SnO_2 ذات تركيب رباعي وان معدل الحجم البلوري يتراوح بين nm(10-8). وان فجوة الطاقة البصرية كانت قيمتها eV (4.3) [31].

- حضر الباحث (Popa et al.) سنة (2014) دقائق ($Sn_{0.99}\ V_{0.01}O_2$) ولدنت النماذج بدرجات حرارة ºC (450,600,800,1000)، اثبتت فحوصات (XRD) ان اغشية SnO_2 هي ذات تركيب رباعي، وان حجم وحدة الخلية يقل عند التطعيم مقارنة مع العينات غير المطعمة [32].

- درس الباحث (Popa et al.) سنة (2014) الخواص الضيائية لدقائق ($Sn_{1-x}\ V_xO_2$) نانوية التركيب حيث كانت نسبة التطعيم % (x=0.01,0.05) ولدنت النماذج بدرجات حرارة (600,800)ºC أثبتت دراسة (XRD) ان SnO_2 هو ذو تركيب رباعي لجميع البلورات النانوية المطعمة وبينت الدراسة أن الضيائية ترتبط بالمواقع الشاغرة للأوكسجين والعيوب الهيكلية وجميع هذه تتاثر بدرجة التطعيم وحرارة التلدين [33].

- حضر الباحث (C. Feng et al.) سنة (2014) الياف SnO_2 غير المطعمة والمطعمة بخامس أوكسيد الفناديوم (V_2O_5) والمحضرة بطريقة (Electrospinning) بينت النتائج ان نسبة التطعيم تزيد حساسية هذه الالياف لغاز البانزين وأثبتت الدراسة ان هذه الالياف النانوية ستكون المتحسسات الواعدة لغاز البنزين [34].

- حضر الباحث (Karthik et al.) عام (2015) أغشية (SnO_2) الرقيقة غير المطعمة والمطعمة بالبلاتينوم (Pt) على قواعد زجاجية وبدرجات حرارة ترسيب (300,350,400 ºC) وبزمن ترسيب متغير (1.5,3,7.5 mn) بطريقة التحلل الكيميائي الحراري وبنسب التطعيم الوزنية (% 1,3) وتراوح سمك الاغشية بين (30 – 650 nm)، وقد أظهرت النتائج ان الاغشية ذات تركيب متعدد التبلور ومن النوع الرباعي وتبين ان الاغشية تمتلك حساسية عالية لغاز(CO) عند درجة حرارة (300 ºC) وعند نسبة التطعيم (3%) [35]\

- قام الباحثان (B. O.Uysal, U. O. Akkaya) سنة (2015) بتحضير أغشية ثنائي اوكسيد القصدير النانوية المرسبة على قواعد زجاجية بطريقة الطلاء اللولبي (spin-coating) بينت نتائج حيود الاشعة السينية ان الاغشية المرسبة ذات تركيب رباعي، وتم دراسة طاقة التنشيط فكانت (42.8 KJ/mol) وتبين ان فجوة الطاقة البصرية تتراوح بين eV (3.02-3.35)[36].

(6-1) هدف البحث (Aim of Research)

تهدف الدراسة الحالية إلى:-

1- تحضير أغشية رقيقة من مادة اوكسيد القصدير (SnO_2) غير المطعمة والمطعمة بالفناديوم وبنسب تطعيم حجمية %(x= 0,2,4,6,8) بطريقة التحلل الكيميائي الحراري، ودراسة تأثير نسبة التطعيم علـى الخصائص التركيبية للأغشية المحضرة والتي تشمل حساب المسافة بين المستويات البلورية وثوابت الشبيكة وحجم وحدة الخلية ومعدل الحجم البلوري وعامل التشكيل والمطاوعة المايكروية وكثافـة الإنخلاعات وعدد البـلورات لوحدة المساحة والمساحة السطحية النوعية وخشونة السطوح، وكذلك دراسة تأثير نسبة التطعيم على الخصائص البصرية والتي تشمل النفاذية والامتصاصية ومعامل الامتصاص ومعامل الانكسار ومعامل الخمود وحساب قيم فجوة الطاقة البصرية وطاقة اورباخ للأغشية المحضرة، والاستفادة من الخصائص الجديدة للأغشية في الخلايا الشمسية والكواشف.

2- تحضير حبيبات (SnO_2) النانوية غيرالمطعمة والمطعمة بالفناديوم وبنسب تطعيم حجمية%(x=0,2,4,8) بطريقة المحلول الغروي وباستخدام التجفيف البطيء، ودراسة تأثير نسبة التطعيم على الخصائص التركيبية للحبيبات المحضرة والتي تشمل حساب المسافة بين المستويات البلورية وثوابت الشبيكة وحجم وحدة الخلية ومعدل الحجم البلوري وعامل التشكيل والمساحة السطحية النوعية .