



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



## دراسة الخصائص التركيبية والكهربائية لبعض المركبات السيراميكية المحضرة بالترسيب الكيميائي

رسالة مقدمة إلى  
مجلس كلية العلوم – جامعة ديالى، وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير  
في علوم الفيزياء

من قبل

**لقاء حامد مجيد**

بكالوريوس علوم فيزياء 2007 م

بإشراف

**أ.م. مهدي حاتم ديوان**

2019 م

١٤٤١ هـ



*Republic of Iraq  
Ministry of Higher Education  
and Scientific Research  
University of Diyala  
College of Science  
Department of Physics*



***Study of the structural and  
electrical properties of the some ceramic  
compounds prepared by chemical precipitation***

A Thesis

Submitted to the Council of the College of Science-University of  
Diyala in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree of  
Master of Science in Physics.

*by*

**Leqa'a Hamid Majid**

B. Sc. in Physics (2007)

*Supervised by*

***Asst. Prof. Mehdi Hatem Dewan***

**2019 A.D.**

**1441 A.H.**

(1-1) المقدمة

Introduction

القرن العشرين شهد تطوراً واسعاً وازدهاراً كبيراً في المفاهيم الفيزيائية والطبيعة ومفاهيم الإشعاع وعلم المواد وغيرها ولتطور هذا العلم قُسم الى قسمين هما (الفيزياء الكلاسيكية والفيزياء المعاصرة)، ولعلم المواد أهمية عظيمة في تطور الصناعات لما تتميز به تلك المواد من خصائص فيزيائية وميكانيكية وكهربائية وعزلية وحرارية [1].

نتيجة للتطور الصناعي الذي تشهده شتى المجالات يسعى العالم الى خلق بدائل للمواد ولاسيما تلك المواد التي تدخل في الصناعات المتعددة الاستخدام . ان هذه البدائل تكون ذات مواصفات هندسية عالية الجودة ولا يمكن وجودها في أي مادة طبيعية أخرى. ومن خلال دراسة المواد الهندسية (معادن – سيراميك – بوليمرات) لاحظ الباحثين في علم المواد وجود تباين في خواص تلك المواد من حيث ( المقاومة ، المتانة ، الصلادة ، اللدونة ، تحمل القوى الخارجية ، درجات الحرارة ) كل هذه المواصفات قد تكون ملائمة في مجال معين وغير ملائمة في مجال اخر [2].

ان المواد السيراميكية والتي تشمل مواد متعددة لا يمكن حصرها في تعريف معين ، وأهم ما يميزها عن المواد الأخرى هو انها مواد غير عضوية، ومن خواصها تحملها لدرجات حرارية عالية ( كالأكاسيد والنتريدات والكاربيدات ) واملاح المعادن بصورة عامة وغيرها من المواد ولديها ايضاً استقراره في نظامها البلوري .

ان اهم ما يميز المواد العازلة عن المواد الموصلة والشبه موصلة هو امتلاك المواد العازلة مقاومة كهربائية نوعية عالية تصل الى (  $10^5 - 10^{18} \Omega\text{-cm}$  ) عند درجة حرارة الغرفة، ويعود السبب في ذلك الى فجوة الطاقة الكبيرة التي تفصل حزمة التوصيل عن حزمة التكافؤ، كما معروف ان حزمة التوصيل في العوازل تبقى فارغة تقريباً من الالكترونات الحرة، وقد تحتوي ايضاً تلك المواد العازلة على الالكترونات الطليقة بسبب وجود الشوائب فيها. ان الالكترونات الطليقة هذه يكون موقعها ضمن مستويات تمتاز بتوصيليتها ولكن تكون منفصلة الواحدة عن الأخرى بعوازل تكاد تخلوا من الالكترونات. عند ذلك سيسري تيار كهربائي قليل جداً في المادة عند تسليط مجال كهربائي يعود سبب ذلك الى حركة هذه الالكترونات التي لا يمكنها ان تتجاوز هذه المستويات، وما يميز هذه المستويات بأن حجمها صغير جداً لا يتعدى بضع جزيئات من المادة، ونلاحظ ان لحركة الالكترونات وقلة سريران التيار أهمية كبيرة في تحديد خواص العزل الكهربائي في المادة [3].

اهم ما يميز المواد السيراميكية ايضاً بأنها مواد عازلة بسبب مقاومتها الكهربائية النوعية العالية ويعود ذلك الى قوة الترابط بين ذرات هذه المواد لأنها لا تحتوي شحنات طليقة حيث تكون ذات مقاومة عالية جداً لمرور التيار الكهربائي ويعزى ذلك لسبب امتلاء مدارات ذراتها الخارجية بشكل تام، ومن هذا فإنها لا تميل لاكتساب او فقدان الالكترونات وتكون مستقرة كيميائياً، فضلاً عن انها رديئة التوصيل الكهربائي ، فسميت بذلك بالعوازل (Dielectrics) [4] .

ومما تجدر الإشارة اليه أن اهم ما يميز المواد السيراميكية من حيث استخداماتها الواسعة ويجعلها تدخل في كثير من التطبيقات هو تحملها لدرجات الحرارة العالية اكثر من باقي المواد والمعادن مما جعل لها تطبيق واسع في تصنيع المحركات والآلات القطع والأجهزة الكيميائية وايضاً يمكن ان تستخدم كدعامات مغناطيسية ومقاومات ومكثفات وغيرها من الاستخدامات والتطبيقات والمواد السيراميكية تكون على أنواع منها (الاوksيدية وغير الاوكسيدية) .

ان للمواد السيراميكية الاوكسيدية هي مواد متبلورة مع نسبة تكاد تكون قليلة من الطور الزجاجي ويمكن للمواد السيراميكية ان تحتوي على اكثر من أوكسيد والذي يمكن ان يكون مزيجاً من اكاسيد عدة ولمواد مختلفة مثال على ذلك :-

MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Spinal
3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .2SiO <sub>2</sub>	Mullets
Aluminum Titanate	Al <sub>2</sub> TiO <sub>5</sub> (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .TiO <sub>2</sub> )

حيث تدخل هذه المواد في تطبيقات عدة لتحملها الدرجات الحرارية العالية ولاستقرارها الكيميائي العالي [5] .

من التطبيقات الأخرى للمواد العازلة السيراميكية هو استعمالها في الدوائر الالكترونية وفي تصنيع المتسعات بالإضافة الى استخدامها كعازل كهربائي، ولأهمية هذه التطبيقات هناك عدة عوامل تؤخذ بنظر الاعتبار لتحديد منانة العازل وهي مدى قدرته على تحمل الجهد الكهربائي بشرط عدم انهياره .

ويمكن تعريف انهيار العازل على انه :-

( تجريد العازل من صفته العزلية ، أي بمعنى ان المجال الكهربائي قد تجاوز قيمته الحرجة ) ويطلق على العازل عند تسليط اقصى مجال كهربائي عليه من دون ان ينهار (بمتانة العزل الكهربائي) (Dielectric Strength) [6] .

وتصنف المواد السيراميكية أيضاً الى مواد متراكبة التي سنتطرق اليها في الجانب النظري لاكتسابها اهتماماً كبيراً في الآونة الأخيرة واستعمالاتها المتعددة في مجال صناعات الفضاء والسيارات والزوارق وايضاً في الاستعمالات البحرية والطبية وغيرها لما تتمتع به هذه المواد من خصائص ميكانيكية وكهربائية وعزلية بالإضافة الى خفة وزنها ومقاومتها للظروف البيئية الأخرى وقد أصبحت تستخدم في مجال التصاميم الهندسية باختلاف أنواعها [7] .

ان المواد السيراميكية التي يكون أساسها أكسيد الألمنيوم (الألومينا) تعتبر من المواد الاوكسيدية الأكثر استخداماً في الصناعة وغالباً ما يتم استخدام مركبات الالومينا ( $Al_2O_3$ ) في تطوير المتراكبات السيراميكية ، والسيراميك الذي أساسه الألومينا له خصائص مشتركة استثنائية منها مقاومته للتآكل والاكسدة وكذلك الاستقرار الكيميائي العالي. ان لبعض المتراكبات خواص وصفات تجعلها اكثر صلابة ومقاومة للصدمة الحرارية بالإضافة الى الخواص الميكانيكية الأخرى لذلك أستخدمت في كثير من التطبيقات. لذا تم تحضير المتراكب السيراميكي النانوي ( $CaAl_{12}O_{19}$ ) لدراسة وتحسين من تلك الخواص. اذ ان لتحضير مثل هكذا متراكب تأثيراً كبيراً على الخواص الميكانيكية النهائية للمتراكبات مقارنة بالسيراميك النقي ( $Al_2O_3$ )، اذ تزداد مقاومتها لدرجات الحرارة العالية إضافة الى زيادة صلابتها فضلاً عن دراسة تصاميم المواد السيراميكية وخواصها المجهرية بعد عملية التليد دوراً كبيراً في الكشف عن الخواص الفيزيائية النهائية لها. وقد كشفت العديد من الدراسات ان المتراكب ( $CaAl_{12}O_{19}$ ) عند اضافته الى الألومينا يكون له دوراً أساسياً في التحسين من خواص المتراكب، اذ يعمل على سد الشقوق والمسامات ولهذه الصفة فائدة في زيادة كفاءة قيم الصلابة لمتراكبات الألومينا. وقد يتشكل المتراكب ( $CaAl_{12}O_{19}$ ) بعملية التليد بأشكال متعددة منها على شكل صفائح (plats) او ما يسمى بالصفائح الدموية او على شكل شعيرات (whiskers) او يتشكل بهيئة صفائح إبرية (Acicular)، او ينمو المتراكب ( $CaAl_{12}O_{19}$ ) على شكل صفائح او بلورات صغيرة داخل شبيكة الألومينا، وينتج عن هذا التشكل متراكباً ألومينياً سيراميكياً ذا خواص فيزيائية عالية. في الدراسة الحالية تم تحضير متراكبات نانوية وفقاً لأوزان

ونسب وزنية بالاعتماد على طريقة الكسور المولية وباستخدام طريقة الترسيب الكيميائي المشترك ، وسناتي فيما بعد لبيان خواص المتراكبات التي تم تحضيرها بعد التعرف على الأنظمة البلورية وماهيتها [8] .

### Crystal System

### (2-1) الأنظمة البلورية

تقسم الأنظمة البلورية الى ثلاثة اقسام :-

#### Single Crystalline Materials

#### (1-2-1) المواد أحادية التبلور

هي المواد التي تتميز بترتيب ذراتها وفق نظام ذو نمط هندسي دوري ويستمر هذا النظام في الفراغ على امتداد البلورة فتسمى المادة حينئذ بأحادية التبلور، وتكون هذه المواد طبقاً لنظام ترتيب المدى البعيد (Long – rang order)(LRO) كما في الشكل (1-1 a) اذ ان ميزة هذا النظام هو ان لديه طاقة داخلية حرة قليلة لجميع أجزاء البلورة. وان الذرات في هذا النظام تكون مرتبة بشكل منظم يدعى بالشبيكة (Lattice) وتتكرر وحداتها على طول امتداد البلورة حيث ان كل وحدة منها تسمى بوحدة الخلية (unit cell) ، ولهذا النوع من المواد البلورية استعمالات عدة في مجال الالكترونيات ومنها الخلايا الالكترونية التي تدخل في صناعة الحواسيب الذكية وغيرها [9] .

#### Polycrystalline Materials

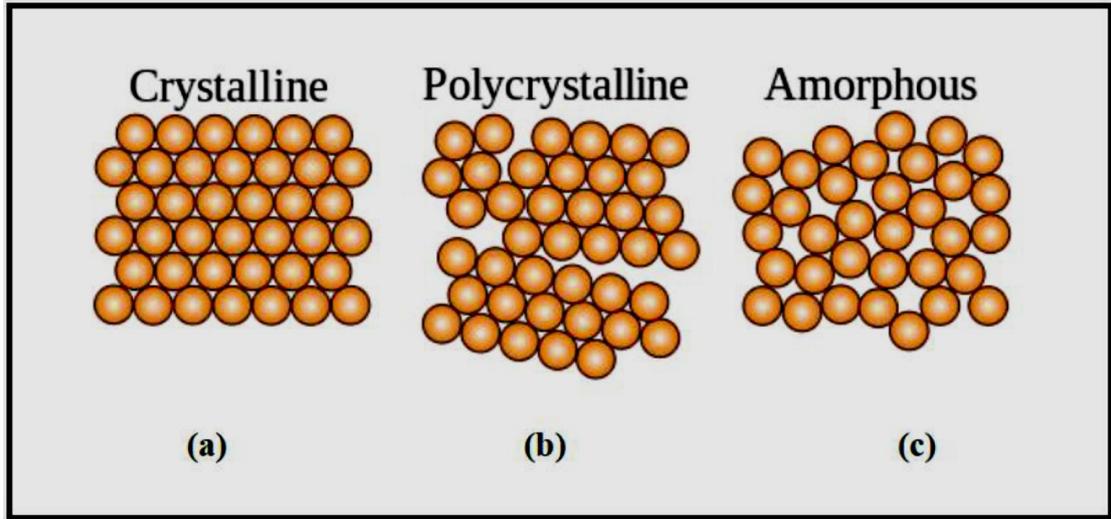
#### (2-2-1) المواد متعددة التبلور

هي مجموعة من البلورات متجمعة تحتوي على أعداد كبيرة من الذرات تسمى الحبيبات (Grains) اذ تمتلك كل حبيبة منها ترتيب المدى البعيد من وحدات الخلايا في حين ان البلورة المتكونة من مجموعة حبيبات تمتلك ترتيب المدى القصير (Short – rang order)(SRO) كما موضح في الشكل (1-1 b)، ويعود ذلك لسبب اتجاه الحبيبات بشكل عشوائي وينتج عن ذلك اشباه الموصلات ذات خواص متعددة التبلور باتجاهات متماثلة (Isotropic) بينما المواد أحادية التبلور أحياناً تكون خواصها ذات اتجاهات غير متباينة (Anisotropic). تلتقي اسطح الحبيبات البلورية فيما بينها بحدود تسمى بحدود الحبيبات (Grains Boundaries). وتتصف هذه المواد باستقراره ثرموديناميكية قليلة مقارنة بالمواد الأحادية التبلور بسبب طاقتها الداخلية الواطئة التي تتحدد على شكل طاقة حدود الحبيبات [10] .

Amorphous Materials (3-2-1) المواد غير البلورية (العشوائية)

هي تلك المواد التي تتصف ذراتها بالتجمع العشوائي (Randomly) وبسبب عشوائيتها فإنها تفقد إنتظامها وترتيب المدى الطويل لتركيبها، وهي من المواد التي تنعدم فيها الاستقرارية الترموديناميكية فتكون مواد متبلورة حالما تزول حالتها العشوائية ، وتكون أيضاً مواد ذات اتجاهات متماثلة (Isotropic)، حيث لا يكون لاتجاهها تأثيراً على خواصها ، شكل (c 1-1) يوضح ذلك .

ويعود سبب وجود مثل هكذا مواد صلبة (متبلورة وغير متبلورة ) إلى طريقة التحضير لتلك المواد فعندما تُحضّر المواد بطاقة قليلة ولا تستطيع ترتيب ذراتها فتتكون بذلك مواداً متبلورة ولكن حينما تتجمع عشوائياً بدون ترتيب لذراتها عندها تكون طاقتها اكبر في حالة تجمع ذراتها بانتظام فينتج عندئذ مواد صلبة غير متبلورة عشوائية [11] .



شكل (1-1) ترتيب الذرات في المواد البلورية [11] .

(a) أحادية التبلور (b) متعددة التبلور (c) غير المتبلورة (العشوائية)

**Ceramic Oxide composites (3-1) المترابكات السيراميكية الاوكسيدية**

**Calcium Alumina Composite (1-3-1) مترابك كالسيوم الومينا (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>)**

إنَّ من أهم ما يميز المترابكات السيراميكية ومنها مترابك كالسيوم ألومينا (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) هو مقاومته العالية ودرجة انصهاره، فهو من اهم المترابكات لما له من إمكانيات واسعة في التطبيقات الصناعية التي تتطلب درجات حرارة عالية. ويبلغ معامل التمدد الحراري لها (8x10<sup>-6</sup> °C<sup>-1</sup>) ويعدُّ بدوره قريباً جداً من معامل التمدد الحراري للألومينا والبالغ (8.6x10<sup>-6</sup> °C<sup>-1</sup>) ، ومن الخواص الأخرى له امتلاكه خاصية ميكانيكية عالية ويعتبر ذا خسائر عزلية قليلة ومقاوم للتآكل، وبسبب تحمله لدرجات الحرارة العالية لذا يستخدم في مختلف المجالات الصناعية مثل تصنيع المركبات الفضائية وهياكل الطائرات وفي صنع أجزاء المحركات، وإن مترابك كالسيوم ألومينا مركب سيراميكي يتم تصنيعه من تفاعلات الحالة الصلبة من خلال عملية خلط ( نترات الكالسيوم ونترات الالمنيوم).

إنَّ النسب الوزنية للمترابك ودرجة حرارة التليد والوقت كان لهم التأثير المباشر على الاطوار التي ظهرت والخصائص المجهرية للمترابك كالسيوم ألومينا [12] .

لألومينات الكالسيوم ذات التركيب البلوري السداسي صفات ومميزات أهمها :-

- 1- الاستقرار الحراري .
- 2- مقاومة عالية للرطوبة .
- 3- تحمل درجات حرارية عالية إذ تبلغ درجة انصهارها (1875°C) .
- 4- ذات مقاومة كبيرة للتآكل .

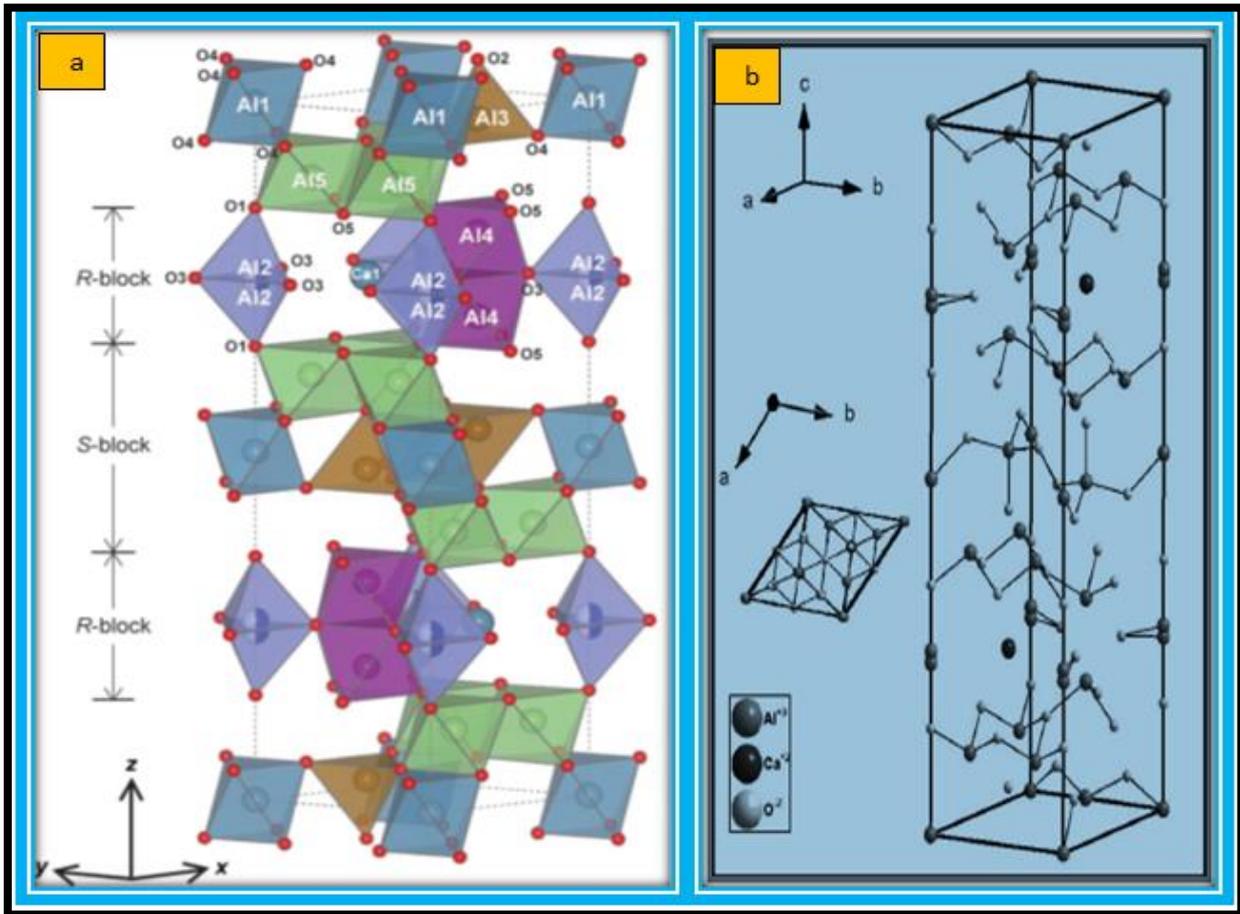
ومن حيث تطبيقات مترابك ألومينات الكالسيوم (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) إنه يدخل في صناعة الإسمنت بأنواعه المتعددة ونظراً للتوسع الحاصل في نمو السكان وبسبب التغيرات التي طرأت على أساليب البناء في البلدان النامية فكان هناك تزايد في طلب الاسمنت واصبح ذا إستهلاكية عالية، لذلك دخلت ألومينات الكالسيوم لتحسين الخواص الفيزيائية والكيميائية وتحسين الهياكل الأساسية له، فأصبح اسمنت الكالسيوم الومينا من افضل أنواع الاسمنت مقارنة بالإسمنت البورتلاندي العادي وذلك

لتصلبه السريع ومقاومته العالية لدرجات الحرارة ومقاومته للتغيرات الحرارية ومن صفاته أيضاً انه من مضادات التفاعلات الكيميائية وكذلك مقاوماً للتآكل ولكن يستخدم هذا النوع فقط في التطبيقات الخاصة بسبب ارتفاع سعره وهذا يعتبر سلبية للمنتوج ، إضافة لذلك عند تصنيع سمنت ألومينات الكالسيوم فان هناك نوعين أولها الاسمنت العادي ذو اللون الرمادي الغامق او الأسود حيث يستخدم في نطاق واسع من درجات الحرارة ، اما النوع الأخر فيتميز بلونه الأبيض ويكون ذا محتوى ألوميني عالي (عالي الألومينا) ويستخدم في التطبيقات المقاومة للحرارة ايضاً [12,13] .

يعتبر مترابك ألومينات الكالسيوم السداسي ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) من المواد المترابكة ذات الكفاءة العالية كونها تتميز بالموصلية الحرارية المنخفضة ، وسرعة تلييد مناسبة اثناء التحضير إضافة الى امتلاكه مقاوميه عالية للحرارة وصلابة ممتازة لذلك اختيرت كأفضل مادة عزل حراري للمواد التي تبلغ درجة حرارتها اكثر من ( $1300^\circ\text{C}$ )، اذ يمكن الحصول على المترابك من خلال التفاعل بين الاكاسيد اللاعضوية ( $\text{Al}_2\text{O}_3, \text{CaO}$ ) ومن خلال هذا التفاعل يمكن استنتاج ان المترابك ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) نتج من خلال انتشار ايونات ( $\text{Ca}^{+2}$ ) بسرعة اكبر في شبكية الألومينا من ايون ( $\text{Al}^{+3}$ ) في داخل ( $\text{CaO}$ ) ، حيث يعتمد تشكيل المترابك ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) على سرعة انتشار الايونات داخل الشبيكة البلورية. يتم الحصول على المترابك السداسي باستقرار نظامه التركيبي الحراري العالي عند حرارة التلييد البالغة ( $1300^\circ\text{C}$ ) فضلاً عن تركيب سطحه البلوري الشبيه بالصفائح السداسية الإبرية [14] .

في العقدين الماضيين اصبحت ألومينات الكالسيوم السداسية ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) واحدة من اهم المواد الخام المهمة التي تدخل في الحرارية ، وبسبب البنية المجهرية للسيراميكيات الخزفية التي انتجت من خلال تشكيل ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) التي اشتملت على حبيبات متوازية (حبيبات متساوية المحاور) جعلتها تحمل ميزة تكنولوجية فريدة لمقاومة التآكل، ولتشكيل مثل هذه المترابكات يتطلب توفر ضغط ودرجات حرارة تلييد عاليين لكي تدخل في مجال السيراميكيات الحرارية الميكانيكية. ركزت اعداد كبيرة من الدراسات على تكوين المترابك ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) بوصفه مترابكاً داعماً ومحفزاً لمركبات الألومينا باعتبارها آلية من اليات تغيير او زيادة خواص الألومينا وتركيبها البلوري في جميع المواد الحرارية التي تدخل الألومينا في تركيبها.

وقد اعتمدت هذه الآلية على عاملين أولهما هو تشكيل المترابك فمن خلال تشكيل المترابك ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) لوحظ حدوث حركة للجسيمات داخل الشبكة البلورية نتجت من خلال الضغط المسلط على حدود الشبكة البلورية للألومينا، ومن هذا الجهد المسلط نحصل على آلية لسد المسامات والفراغات الحاصلة في الشبكة البلورية التي تعود الى قوى الشد والانحناء داخل الشبكة. اما العامل الثاني فيعود لحبيبات ( $\text{CaAl}_2\text{O}_9$ ) الممتدة داخل الشبكة البلورية لمعالجات الكسر والانحرافات الحاصلة في الشبكة اذ تقوم بعملية التجسير (الروابط) وعند ذلك تزداد صلابة المترابك ومقاومته للصدمات الحرارية والشكل (2-1 a,b) يوضح التركيب السداسي للكالسيوم ألومينا [15].

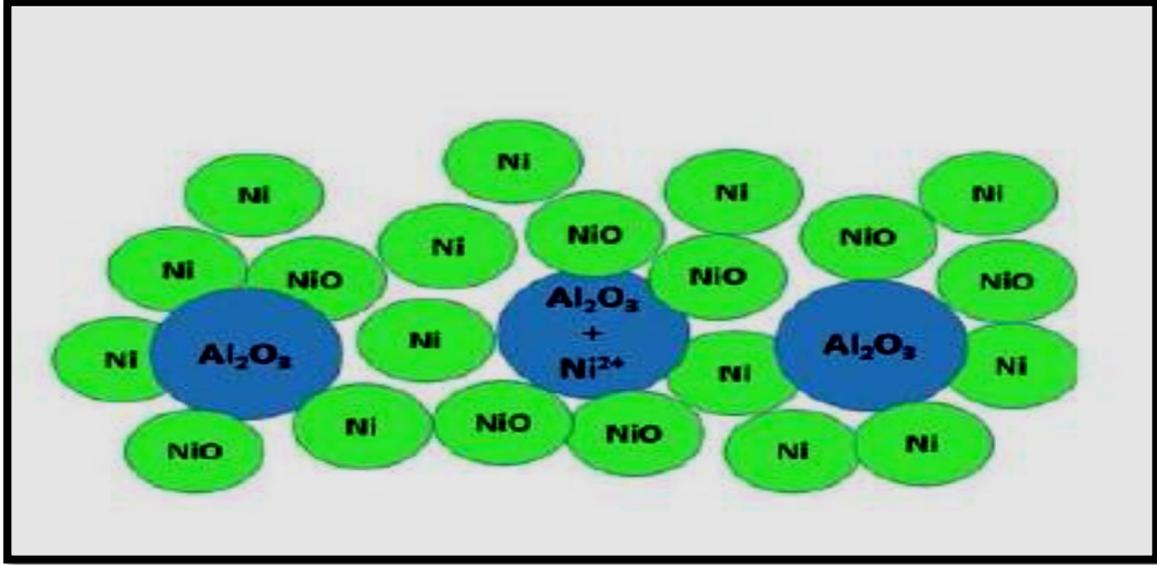


شكل (2-1) التركيب السداسي لكالسيوم ألومينا [16].

### (2-3-1) متراكب نيكل ألومينا ( $NiAl_2O_4$ ) Nickel Alumina Composite

تعتبر ألومينات النيكل من المتراكبات المتقدمة الجديدة والمفيدة في مختلف التطبيقات لما تمتلكه من خصائص مهمة تلعب دوراً مهماً في العلم والتكنولوجيا ، ومن خلال تحضير هذه الألومينات اتضح انها ذات قياسات نانوية فعلية. وقد جذبت الاكاسيد المغزلية النانوية اهتماماً في السنوات الأخيرة بسبب ما تمتلكه هذه المتراكبات من خصائص كهربائية وبصرية وذات خصائص مغناطيسية أيضاً وتعتبر مواد داعمة تحفيزية وتدخل في تحضير الصبغات والمحفزات والمواد المغناطيسية. ولتعزيز الخصائص الفيزيائية الضعيفة تدعم الألومينا بالنيكل لتكوين متراكب ( $NiAl_2O_4$ ) وإنتاج متراكبات ذات عوامل نشطة ، وبخلوها من الكربون قد يحقق ذلك استقراراً عالياً للمتراكب ؛ لأن وجود الكربون يعيق من تشكيل النظام البلوري. وتمتلك البنية النانوية في الطور المغزلي مزيجاً من خصائص مثيرة للاهتمام كنقطة انصهار عالية وايضاً قوة ميكانيكية ومقاومة كهربائية عاليتين وذو استقرار حراري كبير .

يمكن تحضير متراكب نيكل ألومينا بطرائق متعددة منها طريقة المحلول سول - جل (Sol-gel) والترسيب الكيميائي المشترك وطريقة التليد التفاعلي وطريقة الـ (solvo) الحرارية ، وهناك طرق كثيرة للتحضير. إذ تُحضّر المواد النانوية المغزلية بالطحن الميكانيكي للمواد البلورية، فهذه الطريقة من اكثر الطرق فعالية وأكثرها سهولة وذات تكلفة قليلة [17] . وقد تم تكوين طبقات تحوي طورياً بلورياً مغزلياً لهذا المتراكب لذلك تم تدعيم الألومينا بالنيكل لتكوين متراكب ( $NiAl_2O_4$ ) لزيادة فعالية الخواص الفيزيائية وتنشيط فعالية المتراكب، حيث تقوم طبقات نيكل ألومينا لمنع التكلسات والتكتلات داخل جسيمات النيكل وهذا يحقق استقراراً عالياً في الشبكة البلورية ويعتبر النيكل في وقتنا الحالي بديلاً أساسياً للألومينا التقليدية لما يمتلكه من صفات جعلته يحتل وظائف مناسبة، ويتصف المتراكب بالمرونة والفعالية الجيدة وجهده المنخفض وإمكانية التحكم في استقراره فضلاً عن سلوكه الجيد اثناء التحضير. والشكل (3-1) يوضح تشكيل المتراكب بصيغ تركيبية عدّة , [18] . ( $NiO/Al_2O_3$  ,  $Ni/Al_2O_3$  ,  $Ni/NiAl_2O_4$  ,  $Al_2O_3/NiAl_2O_4$ )

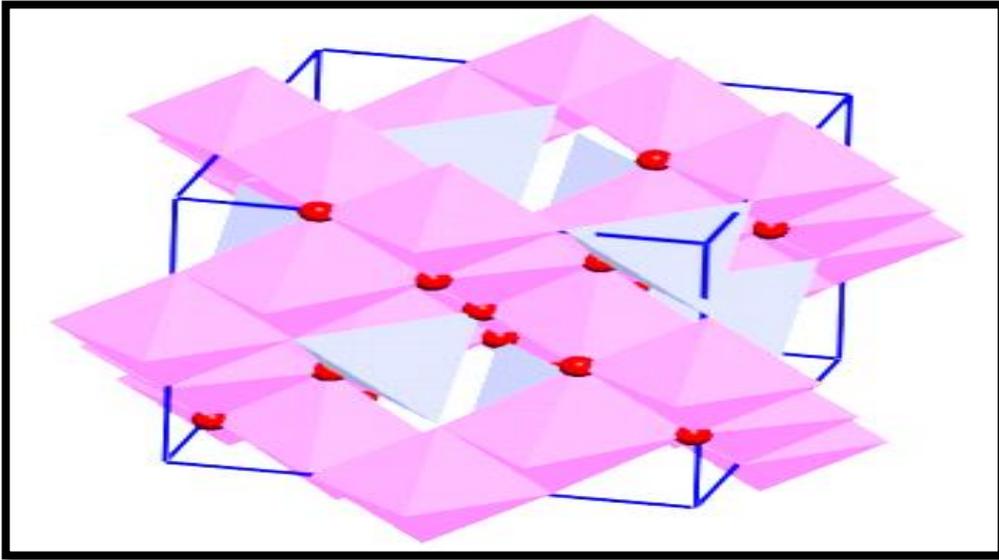


شكل (3-1) صيغ تشكيل متراكب نيكل ألومينا (NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) [18]

### (3-3-1) متراكب زنك ألومينا (ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) Zinc Alumina Composite

في الأونة الأخيرة كان هناك اهتمام متزايد في تحضير أكاسيد المعادن النانوية للبحث عن تحسين أكاسيد محفزة للمترابكات وقد تم التركيز على مترابكات الألومينا ذات التركيب المغزلي، ومن بين هذه المترابكات متراكب زنك ألومينا (ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) ذا الحجم النانوي لما يتمتع به من خصائص استقرارية عالية جعلها ذات أهمية كبيرة في مختلف المجالات من بين الألومينات التقليدية إذ استخدمت كعامل مساعد لتحل محل غاز الميثان. من عيوب هذه المواد المحفزة انها تتصف بمساحتها السطحية المنخفضة إذ تكون ضمن المدى (20-50cm<sup>2</sup>/g) بينما المواد المحفزة التقليدية عبارة عن مواد مسامية ذات مساحة سطحية كبيرة تقع ضمن المدى (100-300cm<sup>2</sup>/g). وتكون الاستقطابية في متراكب زنك ألومينا محددة فقط في مواقع ثمانية السطوح (Octahedral)، وتتصف ألومينات الزنك بأكسدتها الضعيفة مع الحوامض وذات استقراريه حرارية عالية ومن مميزاتا انها تتصف بقوة خواصها الميكانيكية العالية، فهي تتلبد بدرجات حرارية معينة فيكون المتراكب ذا درجة تلبيد واطنة فضلاً عن خاصية العزل الكهربائي وبشكل عام تستخدم ألومينات الزنك في المواد الخزفية العالية الحرارة وفي المستشعرات وفي الالكترونيات والمواد العزلية، إذ يعتبر متراكب زنك ألومينا من أفضل الألومينات المترابكة، ويمكن تصنيعها بالعديد من الطرق المختلفة (Sol-gel) والمعالجة الحرارية والتحلل الحراري.

ومن اكثر الطرق تميزاً هي طريقة الترسيب الكيميائي المشترك لما فيها من مزايا كالتجانس العالي والمساحة السطحية العالية والنقاوة واستعمال درجات حرارة منخفضة [20,19] . والشكل (4-1) يوضح التركيب المغزلي للمترابك ( $ZnAl_2O_4$ ) اذ تمثل الكرات الحمراء ذرات الاوكسجين حيث تحتل المواقع ثمانية السطوح (Octahedral) بينما تحتل (Zn , Al) المواقع رباعية وثمانية السطوح .



شكل (4-1) التركيب المغزلي للمترابك ( $ZnAl_2O_4$ ) [21] .

## Literature Review

## (4-1) الدراسات السابقة :

في هذا البند تم ايجاز للدراسات والبحوث التي تم نشرها من الباحثين فقد اختصت بدراسة الخواص التركيبية والكهربائية والعزلية للمترابكات المحضرة بالإضافة الى تأثير التشويب (التدعيم والتحفيز) على تلك المترابكات من خلال الفحوصات المختبرية المختلفة وفي ما يأتي عرض لتلك الدراسات :

استطاع الباحث (W.J.Wei) ومجموعته البحثية في سنة (2005) من تحضير ثلاثة مساحيق نانوية من ألومينات الكالسيوم تمثلت بتحضير مترابك كالسيوم ألومينا مستعملاً مسحوق من (CaO) واطافتها الى الألومينا ( $Al_2O_3$ )، الغاية منها تحضير مترابكات سيراميكية وفق طرائق تحضير مختلفة هي طريقة (Dry-Pressing) يرمز لها بالرمز (D)، وطريقة (colloidal dispersion/filtration).

اذ يرمز لها بالرمز (SH) ، اضافة الى طريقة (hydration-gelation) التي يرمز لها بالرمز (H) تم التحقق من الحرارة لتكوين محلول وما يرتبط به من عمليات ترطيب للألومينات، إضافة لذلك تم دراسة ظروف الكلسنة للمسحوق (CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) عند درجة حرارة (750°C)، تم تلييد المسحوق المحضر بدرجة حرارة (1300°C) لمدة (4h) ودراسة التغيرات الحاصلة في العينة اذ تم تشكيل الطور (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) وقد أثر ذلك بشكل كبير على معدل المسامية النهائية. من خلال هذه الدراسة يتضح ان العينات المحضرة بطريقة (SH , D) كانت افضل مقارنةً بالعينات التي حضرت بطريقة (H)، وكذلك ان لتوزيع عنصر (CA) في العينة الملبدة قد أثر بشكل مباشر على عملية تلييد الخليط ويعزى سبب ذلك الى نمو طور (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) عند الدرجة الحرارية (1300°C)، ويعود سبب تأخر تكوين الطور (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) الى امتلاك العينة نسبة (5%) من المسامية ؛ فهي نسبة قليلة في حصول التجانس السريع خلال عملية التحضير باستخدام كل من اكاسيد (CaO)، (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) [22] .

درس الباحث (N.Sahli) ومجموعته البحثية في سنة (2006) تحضير متراكب (NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) وفق نسب وزنية مختلفة من (Ni , Al) بطريقة (Sol-Gel) ، اذ تم دراسة الخصائص التركيبية من خلال (SEM ، TEM ، XRD) ومن نتائج فحوصات العينات للمترابكات تبين ان الطور الناتج للمترابك هو طوراً مغزلياً ، حيث تمكن الباحث الحصول على هذا الطور عند درجة حرارة (750°C) او اعلى منها بقليل اما بالنسبة لدرجة تبلور المسحوق فان الزيادة في التبلور تعتمد على نسبة أكسيد النيكل (NiO). وبيّن أيضاً انه كلما زادت نسبة النيكل أدى ذلك الى كبر جسيمات (NiO) في شبكة الطور المغزلي [23] .

تمكن الباحث (L.Gama) ومجموعته البحثية في سنة (2009) من تحضير ثلاث مترابكات ( ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ، NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and CoAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ) وفق طريقة (Pechini) ولما تمتلكه هذه المواد من تراكيب مغزلية تعتبر مجموعة مهمة للمترابكات المستخدمة في التكنولوجيا اذ امكن ذلك الاستفادة منها في تطبيقات عدة منها المحفزات ومواد مقاومة للحرارة العالية وفي المواد السيراميكية الالكترونية وكذلك يمكن استخدامها كصبغات. اذ استطاع الباحث التعرف على خواص المسحوق المتكون من خلال اجراء الفحوصات (XRD and SEM).

ان نمط حيود الاشعة السينية بيّن ان طريقة التحضير المستخدمة كانت فعالة في تحضير المتراكبات (  $ZnAl_2O_4$  ،  $NiAl_2O_4$  and  $CoAl_2O_4$  )، اذ تمتلك حجوماً بلورية ( 34 nm، 20، 12) على التوالي، كما بيّنت تقنية المساح الالكتروني ان الجسيمات قد تشكلت بتكتلات ناعمة مع وجود حيود لجسيمات دقيقة جداً اتخذت شكلاً غير نظامياً في الشبكة بسبب عدم انتظام الجسيمات النانوية وتطابقها الواحدة فوق الأخرى [24].

قام الباحث (J.Chandradass) ومجموعته البحثية في سنة (2009) بتحضير مسحوق متراكب ( $CaAl_{12}O_{19}$ ) بطريقة الترسيب الكيميائي المشترك وتمت عملية التحضير عند درجة حرارة تلييد ( $1200^{\circ}C$ ) في زمن (2h) وذلك من خلال إذابة كل من نترات الالمنيوم [ $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ] ونترات الكالسيوم [ $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ ] في الماء المقطر واستعمال الأمونيا المخففة ( $NH_4OH$ ) كعامل مرسب للمحلول. تم تشخيص المسحوق الناتج من خلال تقنيات ( XRD، FTIR and SEM )، إذ اشارت نتائج حيود الاشعة السينية (XRD) عند درجة حرارة ( $1200^{\circ}C$ ) ان المتراكب المتكون ( $CaAl_{12}O_{19}$ ) سداسي التركيب (Hexagonal) ووضحت ايضاً حصول انتقالات في اطوار الألومينا عند التحول إلى درجة حرارة التلييد ( $1400^{\circ}C$ ) حيث تحول الطور ( $\gamma-Al_2O_3$ ) الى الطور ( $\alpha-Al_2O_3$ ) وظهور قمم حادة تعود للمتراكب السداسي. أما فحص مورفولوجية السطوح (SEM) فقد بيّنت ان سطح المتراكب يأخذ شكلاً يشبه الصفائح الدموية (plate)، كما وبيّن الفحص انه يأخذ اشكالا سداسية وأوضحت نتائج فحص مطياف الاشعة تحت الحمراء ان حزمتي الامتصاص للمتراكب ضمن المديات ( $200-700cm^{-1}$ ) تعود لأثر اهتزازات الأواصر ( $AlO_4$ ،  $AlO_6$ ) عند المواقع الرباعية والثمانية السطوح (Octahedral , Tetrahedral) على التوالي [25].

استطاع الباحث (D.X.Yang) ومجموعته البحثية عام (2012) دراسة خواص متراكب ( $CaAl_{12}O_{19}/Al_2O_3$ ) الذي تم تحضيره بطريقة تفاعلات الحالة الصلبة من خلال استخدام اوكسيدات كل من ( $CaO$  ,  $Al_2O_3$ ) الصناعية كمواد خام وبدرجات حرارية مختلفة وقد بلغت درجة حرارة التلييد ( $1650^{\circ}C$ ) وعلى شكل مراحل وبفترة زمنية مقدارها (4h). تمت دراسة الخواص التركيبية والميكانيكية والمجهرية للمتراكب المحضر من خلال فحوصات (XRD and SEM). عند درجة حرارة التلييد العالية تبين ان المتراكب ذو طور بلوري سداسي (Hexagonal)، وبيّنت الدراسة ايضاً ان افضل قوة انحناء قد بلغت ( $176.34Mpa$ ) ، وضح

فحص مورفولوجية السطح للمترابك ان حبيبات الكالسيوم قد انتشرت بالتجانس خلال شبكة  $(Al_2O_3)$  بأشكال مختلفة على شكل صفائح متداخلة فيما بينها. ومن خلال الدراسة اتضح ان للزمن المستخدم للتلييد والبالغ (4h) الأثر الكبير في تحضير مترابك خالٍ من الشوائب فضلاً عن عدم ظهور أي طور ثانوي ووضح الباحث من خلال دراسته ان المترابك يمتلك اعلى كثافة مقابل ادنى مسامية عند درجة حرارة التلييد ( $1650^{\circ}C$ ) وبثبوت الزمن [12].

تمكن الباحث (Pan.Xu) ومجموعته البحثية في سنة (2014) من تحضير مترابك  $(Ni/CaAl_2O_4)$  النانوي من محفزات بنسب وزنية مختلفة من  $(CaO, Ni)$  على وفق طريقة (Sol-gel)، وأشار الباحث إلى ان عنصر  $(Ni)$  لديه اصغر حجم بلوري نانوي في الشبكة البلورية وحصول توافق بين المادة الأساس  $(CaO)$  ومادة التدعيم  $(Ni)$  من حيث التدعيم عند درجة حرارة التلييد ( $1400^{\circ}C$ ) وقد تم تشخيص المترابك من خلال نتائج الفحوصات التركيبية  $(XRD, EDX \text{ and } SEM)$  وبيان الخصائص التركيبية والفيزيائية، وبيّنت فحوصات حيود الاشعة السينية  $(XRD)$  ظهور طورين هما  $(CaAl_2O_4 \text{ and } NiCaAl_2O_3)$ ، اما من خلال تقنية فحص  $(FE-SEM)$  فقد بيّنت ان سطح العينة ذات جسيمات خشنة الملمس وتمتلك مسامية مترابطة. وبالحجم الحبيبي النانوي الصغير والتوزيع المتكافئ لعنصر  $(Ni)$  الذي اشرنا اليه انفاً ونسبة  $(CaO - Al_2O_3)$  كل هذه الخصائص تجمعت للحصول على مترابك ذي استقرارية عالية وذوي مجال واسع في التطبيقات الحرارية العالية [26].

درس الباحث (Hui Li) ومجموعته البحثية في سنة (2016) تحضير مترابك نانوي  $(Mg_{1-x}Zn_xAl_2O_4)$  وبالنسب الوزنية  $(X=0, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20)$  ذو التركيب البلوري المغزلي وذلك من خلال طريقة الترسيب الكيميائي المشترك. تم تشخيص العينات من خلال فحوصات  $(XRD, FTIR, EDX \text{ and } SEM)$  بالحصول على مساحيق ذات تركيب بلوري مغزلي ذي متوسط حجم حبيبي يتراوح من (11-14nm)، عند استخدام ايون  $(Zn^{+2})$  كمادة استبدالية في المترابك وبنفس درجة حرارة التلييد قد أدى ذلك الى وصول المترابك لأعلى مستوى من التبلور [27].

استطاع الباحث (L. A. Selyunina) ومجموعته البحثية في سنة (2016) من تحضير مساحيق ألومينات الكالسيوم  $(CaAl_2O_4)$  وذلك من خلال اذابة نترات كل من الكالسيوم ونترات الالمنيوم المائية  $[Ca(NO_3)_2-Al(NO_3)_3]$  على التوالي، فقد تم التحضير باستخدام

طريقة (Sol-gel) التكنولوجية عند درجة حرارة (1000°C) بفترة زمنية (3h). اذ تميزت العينة من خلال اجراء الفحوصات (XRD, XRF and SEM) ، تم الكشف من خلال طيف (XRD) ان الطور الأساسي للمترابك هو احادي ألومينات الكالسيوم ( $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ ) (Rhombic calcium aluminate). وبُيّن فحص المجهر الماسح الالكتروني (SEM) ان جسيمات المسحوق اخذت شكلاً شبه كروي بحجم حبيبي يتراوح (280-320 nm) [28] .

تمكن الباحث (P.Patil) ومجموعته البحثية في سنة (2016) من تحضير مترابك ( $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ) بطريقة الحالة الصلبة التي لها الدور الكبير في تكوين الطور البلوري المغزلي ذي الحجم الحبيبي النانوي؛ ومن خلال فحص أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) تم التعرف عن شكل المترابك النانوي الكروي البلوري التركيب وكذلك تمكن الباحث من التعرف عن ماهية سطح العينة وتبين انها ذات مسامات بينية ، وايضاً قام بحساب التغيرات الفيزيائية والكيميائية للتحلل الحراري عن طريق تقنية (TGA) للمترابك المغزلي ( $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ) [29].

درس الباحث (D.Madej) ومجموعته البحثية في سنة (2016) تحضير مواداً سيراميكية تمثلت بالمترابكات ( $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{CaAl}_{12}\text{O}_{19} - \text{ZrO}_2$ )، تم التعرف على اطوار المساحيق المتكونة من خلال فحوصات (XRD , FTIR , EGA , TG and DTA) بعد تلييد العينات عند درجة حرارة (1500°C) لمدة (10h) عندها تشكلت العينات بأطوار مختلفة، اذ تحول المترابك الى ( $\text{CA}_6$ ) نتيجة حرارة التلييد العالية وكذلك تم الحصول على كمية كبيرة من الألومينا ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) اثناء التلييد ، ومن خلال تقنيات الفحص بينت نتائج (SEM) ان البنية المجهرية للعينة الملبدة ذات شكل متجانس التوزيع مع اثبات تشكّل الطور البلوري السداسي (Hexagonal) لألومينات الكالسيوم ، كما واوضحت تقنية (XRD and FTIR) عن وجود الأطوار ( $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ ) و ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) فعلياً في المسحوق الملبد وكشفت دراسة (SEM) ان المترابك ذو تركيب بلوري سداسي وكانت جسيمات الألومينا صغيرة مبعثرة ذات شكل غير منتظم . وقد أشار الباحث من خلال دراسته إلى ان هذا التحضير أدى الى انتقال بالأطوار اثناء عملية التلييد باعتباره مادة سيراميكية مترابطة مع المادة الأساس (الألومينا) [30] .

استطاع الباحث (A.R. Keshavar) ومجموعته البحثية في سنة (2017) من تحضير مترابك كالسيوم ألومينا ( $12\text{CaO}-7\text{Al}_2\text{O}_3$ ) وفق طرق تحضير (Co-precipitation ، Pechini) عند درجة حرارة ( $1000^\circ\text{C}$ ) وقد تم استخدام نسبة وزنية من النيكل (Ni) واستخدامها مادة مدعمة للمترابك عند استخدام طريقة الترسيب الكيميائي. الفحوصات (XRD and SEM) التي استخدمها الباحث بيّنت الخصائص التركيبية والمورفولوجية للمترابك، وأظهرت النتائج ان المساحة السطحية بطريقة (Co-precipitation) كانت ( $3.76 \text{ cm}^2\text{g}^{-1}$ )، وان النسبة الوزنية للنيكل المضافة قد اثرت بشكل كبير على الخصائص التركيبية للمترابك المحضر. وبيّنت فحوصات (XRD) ان التركيب البلوري للعينة يبدو مختلفاً بطريقة الترسيب الكيميائي عن الطرق الأخرى ويعزى ذلك الى الترطيب الحاصل اثناء التحضير، كما وأشار من خلال نتائج (SEM) ان العينة مكونة من هيكل مسامي وقد تختلف هذه المسامات باختلاف العينات المحضرة و باختلاف النسب المستخدمة [31].

تمكن الباحث (N.Zhou) ومجموعته البحثية في سنة (2017) من تحضير مترابك ( $\text{Co}_{1-x}.\text{Ca}_x\text{Al}_2\text{O}_4$ ) ذو التركيب الحبيبي النانوي وبأستخدام طريقة الهلام متعددة التبلور (polyacrylamide gel method) عند درجة حرارة تلييد ( $1000^\circ\text{C}$ )، وقد تم تشخيص المسحوق بتقنيات عدة منها (XRD, SEM and UV-VIS)، ان تقنية حيود الاشعة السينية (XRD) بيّنت تكوّن طورين بلورين ( $\text{CoAl}_2\text{O}_4$  and  $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ ) في المسحوق والذي أوضح فيه نقصان الحجم البلوري مع زيادة محتوى الكالسيوم بثبوت نسبة الالمنيوم، بينما فحص (UV-VIS) اشار الباحث الى ان طيف الامتصاص يقع ضمن المدى (430-670nm) وحزمة امتصاصه تناقصت بزيادة محتوى الكالسيوم، اما من خلال تقنية (SEM) فبيّنت نتائج الدراسة ان جسيمات المترابك المحضر هي ذات شكل شبه كروي وبمعدل حجم حبيبي (45nm) وهناك جسيمات أخرى في العينة قد اخذت اشكالاً غير منتظمة وبزيادة محتوى الكالسيوم فان الشكل المتكون يتغير نحو الشكل الكروي وأشار الباحث الى أن ذلك يعود لأيونات الكالسيوم ( $\text{Ca}^{+2}$ ) في الشبكة. وفي هذه الدراسة تم تصنيع ألومينات غير عضوية ذات حجوم نانوية [32].

قام الباحث (A.C.Grigorie) ومجموعته البحثية في سنة (2017) بتحضير مترابك نانوي مغزلي ( $\text{ZnAl}_2\text{O}_4$ ) ومن خلال التحلل الحراري تم ملاحظة التفسخ الذي يحدث لمجموعة الكربوكسيلات الثنائية والثلاثية وكذلك تم التعرف على التفسخ من خلال تقنية الاشعة تحت

الحمراء (FTIR)، اما بالنسبة لأكاسيد المعادن والخاصة بأوكسيد الزنك والتي تكونت من مسحوق الكربوكسيلاط في الشبيكة البلورية فكانت جيدة عند حرارة (400°C)، اما اكاسيد المعادن للألومينا فكانت ضعيفة عند حرارة (800°C). عند درجة حرارة الكلسنة البدائية (400°C) كان الخليط والمحضر بكميات من (ZnO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) متجانساً، ولكن سرعان ما يبدأ المترابك بالتشكل العكسي عند (600°C) ليكوّن المترابك (ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) اذ يكون بمعدل حجم حبيبي نانوي (14.2nm). وأشار الباحث الى إن عملية تفسخ الكربوكسيلاط وتحللها طريقة فعالة في الحصول على مترابك (ZnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) المغزلي عند درجات حرارة الكلسنة [33].

استطاع الباحث (Ligia.M.M) ومجموعته البحثية في سنة (2018) من دراسة وتحضير مترابك كالسيوم ألومينا (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) ذو التركيب البلوري السداسي على وفق طريقة الكسر المولي (Molar Fraction) وباستخدام طريقة الترسيب الكيميائي المشترك وبحرارة كلسنة أولية (750°C). وأوضح الباحث تكوّن المترابك (CA6) عند درجة حرارة (1300°C). تهدف الدراسة الى التغيير الحاصل بحجم الجسيمات وتحولها من الحجم المايكروي الى النانوي ، اذ تم في بداية التحضير استخدام احجام مايكروية وبفعل التدرج الحراري اثناء التحضير مما أدى زيادة التوتر السطحي للجسيمات وتحولها الى احجام نانوية ويعود ذلك ايضاً الى التصادم الحاصل بين الايونات وانوية التبلور فأصبحت بذلك الجسيمات النانوية اقل تنظيماً في الشبيكة فضلاً عن الاحجام النانوية المسؤولة عن المستوى المسامي الأعلى للعيينة كما بيّنها الباحث، واطهرت النتائج ان سطح العينة يشبه صفائح غير متماثلة عند حرارة التليد (1300°C). ومن خلال الدراسة لوحظ ايضاً ان جزيئات (CaCO<sub>3</sub>) وبفعل المعالجة الحرارية قد تحولت الى (CaO) وذلك من خلال إزالة عنصر الكربون اثناء التحضير ليتم التفاعل مع أوكسيد الالمنيوم (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)، الذي أدى بدوره الى تكون المترابك (CaAl<sub>12</sub>O<sub>19</sub>) عن درجة الحرارة (1300°C) [14].

درس الباحث (عمر حسين) سنة (2018) تحضير الألومينا النقية (α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) مع مترابكات (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) and (NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) وبنسب وزنية مختلفة تمثلت بالصيغة [(Ni<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>1-x</sub>)] و [(Mg<sub>x</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>1-x</sub>)] إذ إنّ (X=0,0.125,0.25,0.375,0.50) وتمت التجربة بطريقة الترسيب الكيميائي المشترك عند حرارة كلسنة (700°C) ثم تبعها عملية تليد نهائي عند (1300°C)، وتمت دراسة الخواص العزلية والتركيبية للعينات على وفق تقنيات

(XRD and FTIR) وكذلك فحوصات (LCR-meter) للتيار المتناوب من خلال ذلك تم استخراج ثوابت العزل وقيم التوصيلية المتناوبة. تم تشخيص الاطوار المتكونة من خلال انماط فحوصات (XRD) منها نقية مثل ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) ذات الحجم البلوري (33nm) ومنها متراكبات ثنائية كطور ( $\text{NiAl}_2\text{O}_4$ ) وطور ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) حيث كانت الاطوار بحجم نانوي ضمن المدى (35-50nm) إذ تزداد بزيادة نسبة النيكل، وفيما يخص نتائج فحص طيف الأشعة تحت الحمراء، وقد أشار الباحث تكوّن الطور المغزلي للعينة عند درجة حرارة الكلسنة ( $500^\circ\text{C}$ ) وكانت غير نقية. ولكن عند التليد النهائي ( $1300^\circ\text{C}$ ) كانت العينة نقية وذات طور مغزلي، وظهرت النتائج ان كل من المتراكبات المتكونة تشكلا من مجموعتين عند اهتزاز الأواصر في مواقع ( $\text{AlO}_4$ )، ( $\text{AlO}_6$ ) الرباعية السطوح والثمانية السطوح، وفيما يخص فحوصات ثابت العزل الكهربائي، فقد بينت النتائج ان اعلى قيمة لثابت العزل كانت عند اوطأ قيمة للتردد إذ يتناسب معه عكسياً بسبب ظاهرة الاستقطاب والناجمة من الاستقطاب الايوني الشحنة الفراغية ووجد ان زيادة قيمة التردد تؤدي الى زيادة قيم التوصيلية الكهربائية المتناوبة، إذ إن العلاقة طردية في ما بينهما [34].

## Aim Of Study

## (5-1) الهدف من الدراسة

- 1- تحضير متراكب ( $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ ) مدعم بأوكسيد النيكل (NiO) وفق نسب وزنية بالاعتماد على طريقة الكسور المولية وفق الصيغة  $[(\text{NiO})_x(\text{CaO})_{0.3-x}(\text{Al}_2\text{O}_3)_{0.7}]$  إذ ان قيمة (X) تساوي (0, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20, 0.25, 0.30) باستخدام طريقة الترسيب الكيميائي المشترك عند درجة حرارة تليد ( $1300^\circ\text{C}$ ) لمدة (4h). وكذلك تحضير متراكب ( $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ ) مدعم بأوكسيد الزنك (ZnO) وفق نسب وزنية بالاعتماد على طريقة الكسور المولية ايضاً وفق الصيغة  $[(\text{ZnO})_x(\text{CaO})_{0.3-x}(\text{Al}_2\text{O}_3)_{0.7}]$  باستخدام طريقة الترسيب الكيميائي المشترك عند درجة حرارة تليد ( $1300^\circ\text{C}$ ) لمدة (4h).
- 2- دراسة الاطوار المتكونة من خلال فحص أنماط حيود الأشعة السينية وطيف فورير للأشعة تحت الحمراء (XRD and FTIR).
- 3- دراسة تأثير إضافة النسب الوزنية المختلفة على الخصائص التركيبية والكهربائية للمتراكبات كالسيوم ألومينا ( $\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ ) والمدعمة بأكاسيد كل من (NiO and ZnO) وعند النسب الوزنية المختلفة.