doi.org/10.52866/esj.2020.04.16.05

تحضير ودراسة الخصائص التركيبية للمتراكبات $MgO-ZrO_2-Al_2O_3$ والمحضرة بطريقة الترسيب الكيميائي المشترك

صباح علي خضر 1، تحسين حسين مبارك 2، مهدي حاتم ديوان 3
1،2،3 / جامعة ديالى / قسم العلوم / الفيزياء

الخلاصة

تم تحضير متراكبات مغنسيوم – زركونيا– الالومينا بطريقة الترسيب الكيميائي المشترك بنسب وزنية مختلفة وبطريقة الكسر المولي بحرارة 1300 سيليزية وتم اجراء الاختبارات التالية على المساحيق الناتجة بواسطة الاشعة السينية XRD وتحولات فورير للاشعة تحت الحمراء (FTIR) والمجهر الالكتروني الباعث للمجال (FSEM) وحسب الصيغة التالية:-

((MgOy-ZrO2(x)-AI2O3(1-x+y) في هذه الصيغة (1- x+y=0.7) Mg=y لكل نسبة تشويب للالومينا .حيث ان(X=(0.3,0.25,0.20,0.15,0.10,0.05,0 ، X=ZrO2) و y=(0،0.05,0.10,0.15,0. 20,0.25,0.3) على التوالي تتغير بالتتابع. اثبتت نتائج(XRD) ان الاحجام نانوية تزداد وتقل بسبب زيادة ونقصان النسب الوزنية . واثبتت نتائج (FTIR) ان حزم الامتصاص تعود الى المركبات بسبب ظهور حزم الامتصاص في المنطقة التابعة للمواد الغير عضوية الاقل من (1-1000cm) واثبتت نتائج (FSAM) ان الاحجام البلورية للمتراكبات تكون نانوية لكل العينات والشكل المتكون هو اهداب الشوك موزعة على اسفين الشعيرات الدموية والعينة الاخيرة تكون اهداب الشوك موزعة على حبيبات كروية .

الكلمات المفتاحية : متراكبات، زركونيوم / الالومينا، مطياف IR أطريقة الترسيب الكيميائي

Preparation and Study of the Structural Properties of (MgO-ZrO2-AI2O3) Composite by a CO-Precipitation Method

Sabah Ali Khadr1 , Tahseen Hassen Mubarak2, Mahdi Hatm Diwan3,
1,2,3 /Diyala University / Department of Science / Physics

Abstract

MgO-ZrO2-AI2O3 Composite prepared by a CO-Precipitation method with different weight ratios and in the method of molar fraction with a heat of 1300 C0. The following tests were performed on the powders produced using XRD and, FTIR and FSEM, Where (Mg = y)1- x + y = 0.7 for each smoothing ratio of alumina . X = ZrO2, X = (0.3,0.25,0.20 , 0.15,0.10,0.05,0) wt and y = (0.0,0.05,0. 10,0.15,0.20,0.25,0.3) wt respectively and changed sequentially. The (XRD) results shows that nano scale sizes increase and decrease due to the increase and decrease of weight ratios. The results of(FTIR) showed that the adsorption bands were due to the compounds due to the appearance of the adsorption bands in the area of wish in inorganic materials absorption than (1000cm-1). The results of the(FESAM) showed that the crystalline volumes of the mixtures were nanotubes for all samples. The capillaries of zirconium alumina is distributed on the cilia cores the spherical granules of the alumina.

Key word: Composites, zirconium / alumina, IR-spectroscopy, chemical CO-Precipitation Method

المقدمة

المواد السيراميكية هي مواد غير عضوية تتحمل درجات حرارة عالية، ومن المواد السيراميكية الاكاسيد ،الكاربيدات ،النتريدات وغيرها . الألومينا هي واحدة من أكثر المواد السيراميكية استخداما في الصناعات على نطاق واسع بسبب معامل المرونة العالي ومقاومته للتآكل وتتحمل درجات الحرارة العالية ومن عيوبها الخصائص الميكانيكية الضعيفة، قوة الانحناء ، صلابة الكسر الانحناء وتصل قوة إلى 654 ميكا باسكال وبسبب خواصها الميكانيكية الضعيفة لذلك اضيف اليها مركبات اخرى مثل زركونيوم ،مغنسيوم ،كالسيوم وهي وسيلة واعدة لتصنيع أكاسيد المعادن النانوية وتحسين قدرتها الميكانيكية و الكهربائية وخصائصها الفيزيائية (1) .

الزركونيا (ZrO2) هو احد المواد السيراميكية التي تتميز بالعديد من الخصائص الفريدة مثل القوة الميكانيكية الجيدة و صلابتها العالية والموصليتها الحرارية المنخفضة في درجات حرارة العالية والتي ثبت أنها متفوقة على غيرها من المواد السيراميكية و بناءً على هذه الخصائص هناك العديد من التطبيقات الصناعية كهيئات خزفية. لذلك سوف يتم دراسة المواد السيراميكية المتكونة من ($Al_2O_3\text{-}ZrO_2$) كمخاليط بسبب عدم امتزاجها وذوبان الألومينا في الزركونيا التي تشكل خليط من هذين العنصرين مثال جيد على متراكب ثنائي الطور، والسيراميك الألومينا المشبع بالزركونيا يكون عالياً المتانة واثبتت الدراسات على وجه التحديد خصوصيات آلية توصيل الأوكسجين في الزركونيوم المستقر وتأثيرها على الالومينا ووجدو ان موصلية الزركونيوم تكون قليلة جدا (2).

والمواد السيراميكية عند تطعيمها بمواد اخرى قد احرزت مؤخرا تقدما كبير في تطوير المواد اصناعية الجديدة للتحسين البنيوي والهيكلي لتطبيقات كثيرة منها الطبية و قطع الغيار وأصبحت ذات أهمية متزايدة كمادة هيكلية للغرسات الطبية و تستخدم بجراحة العظام وزراعة الأسنان والأطراف الاصطناعية وأدوات القطع، ويستخدم في مواد صناعية اخرى. أظهرت المركبات فعاليتها في تطبيقات العظام مؤخرا، ويتم تحضير مركبات من خلال خلط المسحوق ويتم تجانسه في المواد النهائية وتلبدها (3).

يمكن الحصول على جسيمات ZrO2 في مصفوفة الألومينا بخليط كيميائي ومعالجة المحلول الهلام في العمل الحالي لتحضير مساحيق زركونيا – الألومينا المركبة وقد تم تطوير تكنولوجيا معالجة المحلول-الهلام لتصنيع متراكبات سيراميكية عالية الجودة. بالنسبة للأكاسيد المركبة فإنها تحقق خلطًا جيدا ومتجانسًا من المكونات المتعددة على مقياس جزيئي، ويقلل درجة حرارة التلبيد وبالتالي الحصول على حبيبات مجهرية نانوية و (تكنولوجيا المعالجة السائلة) تعطي مزايا المرونة في تجانس المحاليل المركبة والحصول على الخصائص المرغوبة (4). ومتراكبات مغنسيوم – زركونيوم – الالومينا هو افضل المواد تبلورا وذات تركيب مغزلي لأنها تمتلك خصائص متعددة ودرجة انصهار عالية ومقاومة ضد التأكل (5). لهذا المتراكب لها استعمالات في صناعة الاجهزة الالكترونية (5). او صناعة المقاومات الكهربائية في الدوائر الالكترونية (7).وتستخدم في صناعة الاسنان (8).

الجانب العملي:-

لتحضير المتراكبات (كالسيوم – زركونيوم – الومينا) نأخذ المواد من اصلها من النترات وتكون المواد الاولية لتحضير المتراكبات ذات نقاوة عالية و الجدول (1) يوضح مواصفات المواد الاولية المستخدمة في التحضير:-

الجدول (١) المواد الاولية المستخدمة لتحضير متراكبات (مغنسيوم – زركونيوم – الالومينا)

Materials	Chemical formula	Molar Mass g/mol	purity	Country product	The Company
Aluminum nitrictic -9-hydro	$Al(NO_3)_3.9H_2O$	375.13	95.0%	German	RIEDEL-DE-HAENA
Zirconium nitrictic-technical	$ZrO(NO_3)_2.H_2O$	231.23	99.9%	England	BDH Brchesh-dary-hoase
Maiunium nitrate-hydral	$Mg(NO_3)_2.6H_2O$	256.41	90.0%	England	BDH Brchesh-dary-hoase
Ammonium hydroxide solution	NH_3 inH_2O	35.04	٩٩%	Sigma Aldrich	Germany

وبطريقة الكسر المولي نختار النسب الوزنية المختلفة للمواد والجدول (2) يبين النسب الوزنية للمواد المتفاعلة والرموز التابعة للعينات.

الجدول(٢) رموز العينات والنسب الوزنية

Code	Sample	النسبة الوزنية MgO(g)	النسبة الوزنية ZrO_2(g)	النسبة الوزنية Al_2O_3(g)
A1	$(ZrO_2)_{0.3}(Al_2O_3)_{0.7}$	0	0.6936	5.2518
A2	$(MgO)_{0.05}$ $ZrO_2)_{0.25}(Al_2O_3)_{0.7}$	0.1282	0.5781	5.2518
A3	$(MgO)_{0.10}$ $ZrO_2)_{0.20}(Al_2O_3)_{0.7}$	0.2564	0.4624	5.2518
A4	$(MgO)_{0.15}$ $ZrO_2)_{0.15}(Al_2O_3)_{0.7}$	0.3896	0.3468	5.2518
A5	$(MgO)_{0.20}$ $ZrO_2)_{0.10}(Al_2O_3)_{0.7}$	0.5128	0.2312	5.2518
A6	$(MgO)_{0.25}$ $ZrO_2)_{0.05}(Al_2O_3)_{0.7}$	0.6410	0.1156	5.2518
A7	$(MgO)_{0.3}(Al_2O_3)_{0.7}$	0.7692	٠	5.2518

وتكون شرط أذابه المواد في 100 مل من الماء المقطر وبعد الاذابة التامة تخلط مع بعض لمدة نصف ساعة ثم تقطر عليها وتخلط بحرارة 60 سيليزية مع تقطير الامونيا وعندما تترسب بالكامل ترشح وتغسل لعدة مرات ثم تجفف لمدة يومين بدرجة حرارة 60 سيليزية ودرجة حرارة الغرفة ثم تحرق بدرجة حرارة 600 سيليزية كحرق اولي لمدة اربع ساعات ثم تطحن بهاون خزفي لتجانسها وتغربل بمنخل حجمه 75 مايكرو متر ثم تلبد بحرارة 1300 سيليزية ولمدة اربع ساعات وبعدها يتم فحصها بالفحوصات المطلوبة.

النتائج والمناقشة:-

1 – نتائج الفحص بتقنية انماط حيود الاشعة السينية:-

اثبتت نتائج الفحص بتقنية انماط حيود الاشعة السينية لعينات (A1, A2, A3, A4, A5 ,A6 ,A7) لمتراكبات (MgO-ZrO2-AI2O3) والمحضرة على شكل مساحيق بدرجة 1300C0 اربعة اطوار وهي:-

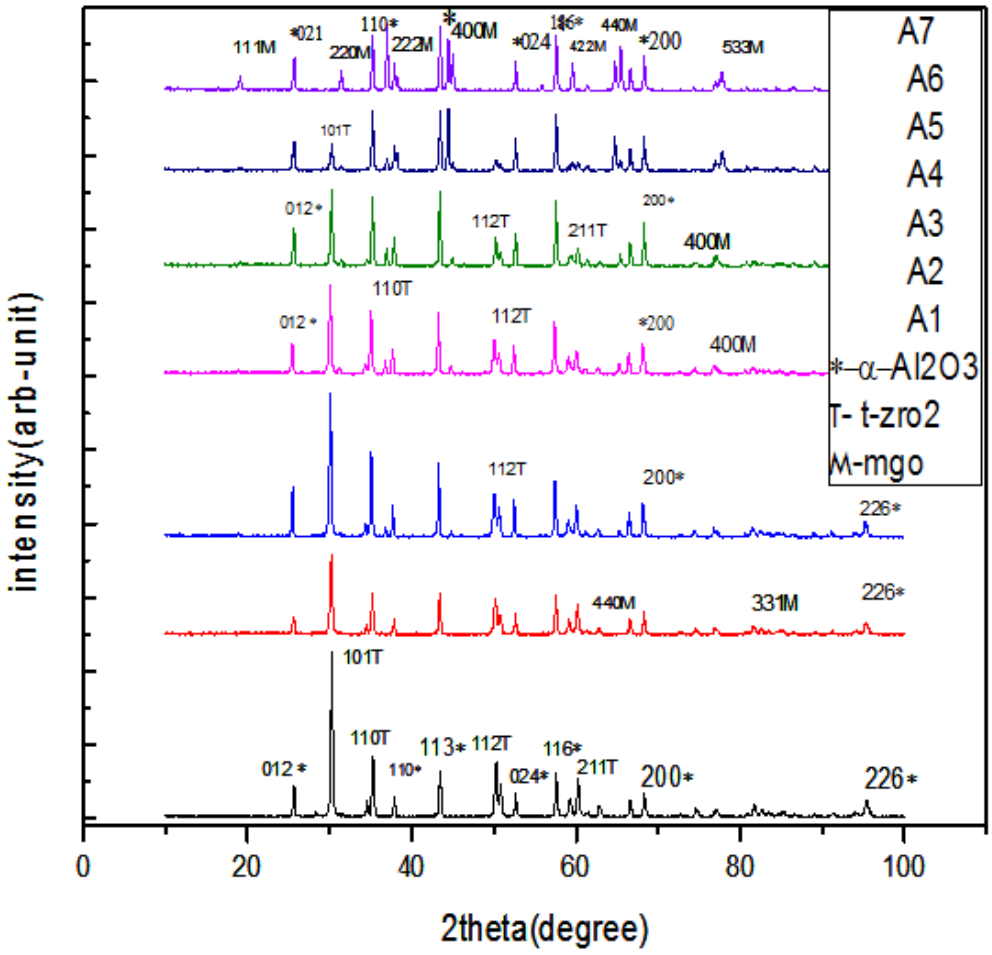
الطور الاول / طور الالومينا النقي (α -AI2O3) لظهور مجموعة من القمم عند الزوايا (25.537.8 , , , 43.4 ,52.6 , 57.6 68.3 , , 76.9 ,(95.3 والمقابلة للمستويات (021 ,110 ,113 , 024 , 116, 214 , 1010 , 226) على التوالي وعند مقارنة مواقع القمم الظاهرة مع البطاقة القياسية (ICDD) لمركب الالومينا والمرقمة (00-010-0173) نجد انها متطابقة الى حد كبير.

والطور الثاني / طور زركونيوم الالومينا (AIO-ZrO) ويرمز له (t-ZrO2) لظهور مجموعة من القمم عند الزوايا (60.2 ,50.2, 30.3,35.3) والمقابلة للمستويات (101,110,112,211) على التوالي وعند مقارنتها مع مواقع القمم الظاهرة مع البطاقة القياسية (ICDD) لمركب ($t\text{-}ZrO_2$) والمرقمة (00-053-0294) تكون متطابقة الى حد كبير، وهذه النتيجة تتطابق مع ما حصل عليه (1) (Raju) . في العينة A2 لا تظهر قمم للمغنسيوم في الفحص الا اذا تم زيادة الشدة الى 110 في جهاز (XRD) لا نه نسبة التشويب المغنسيوم قليلة .

والطور الثالث / طور زركونيوم – المغنسيوم لظهور مجموعة من القمم عند الزوايا (30.20, 35.27, 60.20, 74.73, 82.79) والمقابلة للمستويات (,440,331422220,220,) على التوالي وعند مقارنتها مع مواقع القمم الظاهرة مع البطاقة القياسية (ICDD) لمركب زركونيوم – المغنسيوم والمرقمة (00-054-1266) تكون متطابقة الى حد كبير ، ونلاحظ ان قمم (t-ZrO2) تقل شدتها وتظهر بعض القمم الاخرى لمتراكب زركونيوم – المغنسيوم عندما نزيد من نسبة المغنسيوم في التشويب بسبب ارتباط الذرات او تبادل المواقع ونلاحظ زحف المغنسيوم الى الزركونيوم بسبب التشويب العالي للزركونيوم ويحدث في العينات A2,A3,A4 وهذا يتفق مع النتائج التي حصل عليها (9) (Quénard) .

والطور الرابع/ طور مغنسيوم – الالومينا لظهور مجموعة من القمم عند الزوايا (65.24 ,74.13, 82.64 19.02 36.85 , 44.83,) والمقابلة للمستويات (111,222, 400,440 ,400, 533) على التوالي وعند مقارنتها مع مواقع القمم الظاهرة مع البطاقة القياسية (ICDD) لمركب مغنسيوم – الومينا والمرقمة (00-021-1152) نجد انها متطابقة الى حد كبير، وبسبب نقصان الزركونيوم في التشويب تقل القمم الظاهرة وتزداد شدة المغنسيوم بزيادة التشويب نلاحظ ترابطه مع الالومينا علما ان الالومينا نسبتها ثابتة في التشويب ونلاحظ ظهور القمم التي تخص المغنسيوم وهذا يدل على زيادة التبلور ونقصان العيوب البلورية وتعود ايضا الى زيادة نسبة التشويب للمغنسيوم الداخل في المتراكب وان زيادة القمم تعود الى التبادل الحاصل بين ايونات الزركونيوم والمغنسيوم ونلاحظ زحف المغنسيوم الى الالومينا وتحدث في العينات A5,A6,A7 وهذا يتفق مع النتائج التي حصل عليها (19)(Harloff). وان

طور الالومينا يبقى ثابت بسبب ثبات نسبة تشويبه لكل العينات الموجودة بالنسبة للقمم والمستويات وهذا ينطبق مع النتيجة التي حصل عليها 10) ((Sahina). اما في العينة A7 وهو التشويب الاخير للمغنسيوم حيث يكون فقط مغنسيوم – الالومينا ويكون الطور المغزلي النقي والتي تكون مقاربه للنتائج التي حصل عليها (11) (Iqbal) ، كما في الشكل(1).



الشكل (1) يوضح طيف انماط حيود الاشعة السينية ومعاملات ميلر لمتراكبات (مغنسيوم – زركونيوم– الالومينا).

وقد تم حساب المعلومات التركيبية (Structural parameters) الاتية :-

1 - المسافة البينية بين المستويات البلورية (d_{hkl})

باستخدام قانون براك للحيود وفق العلاقة:- $n\lambda = 2d_{hk\ell}\sin\theta_B$ تم حساب المسافات البينية بين المستويات البلورية لجميع العينات (A7, A6, A5, A4, A3, A2 , A1) عند الاتجاهين (012) و (110) نلاحظ ذلك في الجدول(3) ادناه . وان المسافة بين المستويات البلورية تتفق مع مثيلاتها في البطاقات القياسية والمرقمة (00-010-0173) و(00-053-0294) و (00-054-1266) و (00-021-1152) الى حد

كبير وبنقصان قليل مع زيادة نسبة المغنسيوم ونقصان نسبة الزركونيوم وبتفاوت نسب التشويب وهذا يؤدي بدوره الى عيوب في الشبكة البلورية وبسبب التبادل الموقعي في اعادة ترتيب الشبكة البلورية لتكوين المتراكبات وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي حصل عليها (11) (lqbal).

2 - ثابت الشبكة (a):

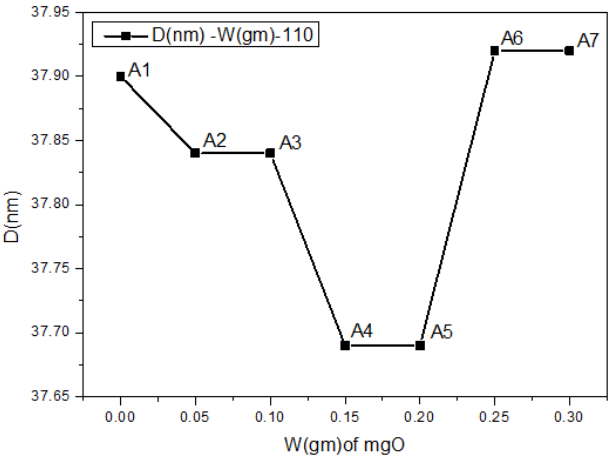
لحساب ثوابت الشبكة للعينات المحضرة استخدمت العلاقة:- $1/d^2=h^2+k^2+l^2/a^2_0$ الخاصة بحساب قيم ثابت الشبكة للتركيب السداسي للمتراكبات .ومن الجدول (3) نلاحظ ان قيم ثوابت الشبكة للمتراكبات (مغنسيوم -زركونيوم- الالومينا) والمحضرة بنسب وزنية مختلفة تتفق مع القيم الموجودة في البطاقات القياسية، نلاحظ تغير بسيط في قيمة ثابت الشبكة و يعود هذا التغير الى العملية الاستبدالية في مواقع الايونات وكذلك الاختلاف في القطر الايوني عند الاتجاهين (110) و (012). وهذه النتائج تتفق التي حصل عليها ((lqbal 11)).

الجدول (3) قيم المعلومات التركيبة عند الاتجاه (110) والاتجاه (012) للمتراكبات (مغنسيوم - زركونيوم- الالومينا).

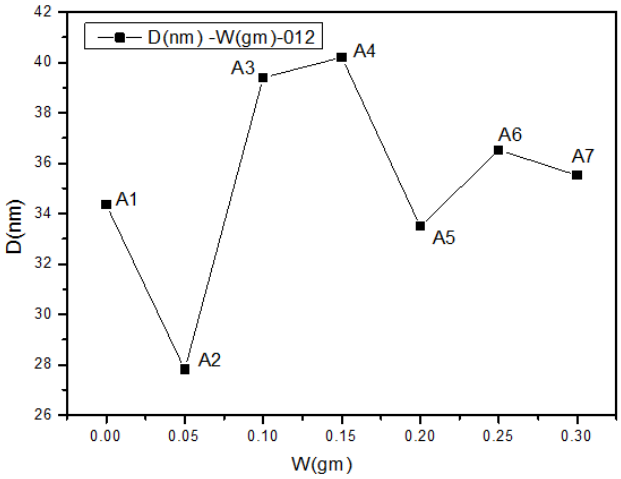
sample	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
Hkl	110	110	110	110	110	110	110
2θ(deg)	37.90	37.84	37.84	37.69	37.69	37.92	37.92
$d_{hkl}(A^0)$	2.37	2.37	2.38	2.38	2.37	2.37	2.37
FWHM(deg)	0.216	0.257	0.193	0.237	0.22	0.19	0.18
Lattice constant(a) a=dx√h2+√k2+√l2	3.35	3.35	3.36	3.36	3.35	3.35	3.35
D(nm)	37.90	37.84	37.84	37.69	37.69	37.92	37.92
Cell volume $V_{cell}(A^3)$ $v_{cell}=a^3$	37.65	37.65	38.13	38.13	37.65	37.65	37.65
sample	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7
Hkl	٠١٢	٠١٢	٠١٢	012	٠١٢	012	012
2θ(deg)	25.70	25.64	25.64	25.50	25.67	25.55	25.51
$d_{hkl}(A0)$	3.46	3.47	3.48	3.49	3.46	3.48	3.46
FWHM(deg)	0.234	0.289	0.204	0.200	0.24	0.22	0.22
Lattice constant(a) a=dx√h2+√k2+√l2	7.73	7.75	7.78	7.80	7.73	0.204	7.73
D(nm)	34.35	27.81	39.40	40.20	33.49	36.52	35.52
Cell volume $V_{cell}(A3)$ vcell=a3	463.10	467.13	471.18	475.26	463.10	471.18	463.10

٣ - الحجم البلوري (D):

من خلال معادلة شرر تم حساب الحجم البلوري للعينات المحضرة وللمستويين (110) و(012) وفق العلاقة $D=K\lambda/\beta \cos\theta$ وقد اظهرت النتائج بان الحجم البلوري للمتراكبات (مغنسيوم –زركونيوم– الالومينا) يزداد وينقص كما في الجدول (3) ، وكلما زادت نسبة المغنسيوم وقلت نسبة الزركونيوم يزداد ويقل الحجم ويعود السبب الى اختلاف القطر الايوني ، وهذه الزيادة الحاصلة تؤدي الى خلق عيب بلوري داخل الشبكة البلورية والعيب يكون تكراريا ليكون شبكة لطور اخر كما في دراستنا الحالية في البحث ، والتي ادت الى تكوين متراكبات (مغنسيوم –زركونيوم– الالومينا) وقد يكون عيب اتلافي وغير جيد من ناحية التشكيل البلوري اذا كانت النسب كبيرة وهذه النتائج تكون مقاربة للنتائج التي حصل عليها ((lqbal)11).كما في الشكلين (2) و(3).



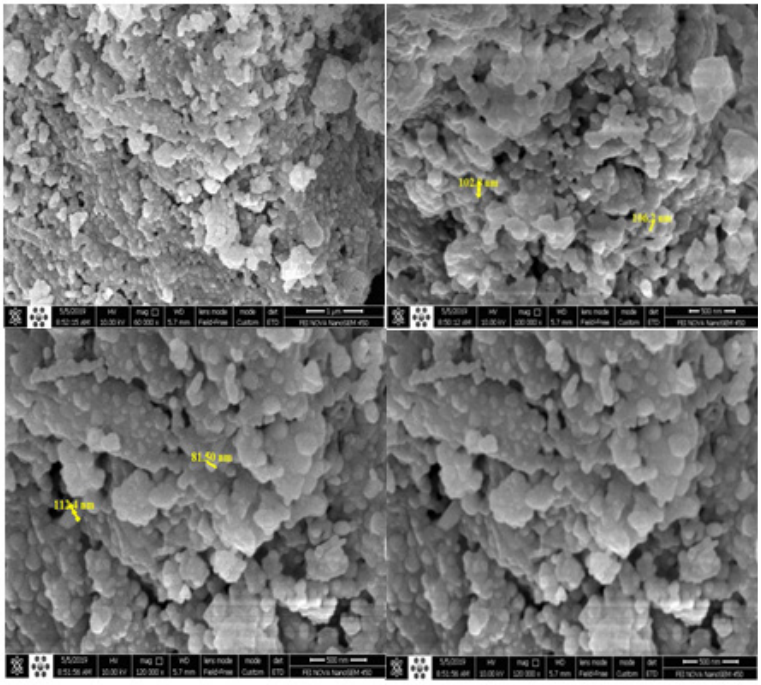
الشكل (2) يوضح التغير في الحجم البلوري مع تغير النسب الوزنية للمتراكبات (مغنسيوم – زركونيوم– الالومينا) عند المستوي (110) .



الشكل (3) يوضح التغير في الحجم البلوري مع تغير النسب الوزنية للمتراكبات (مغنسيوم – زركونيوم– الالومينا) عند المستوي(012).

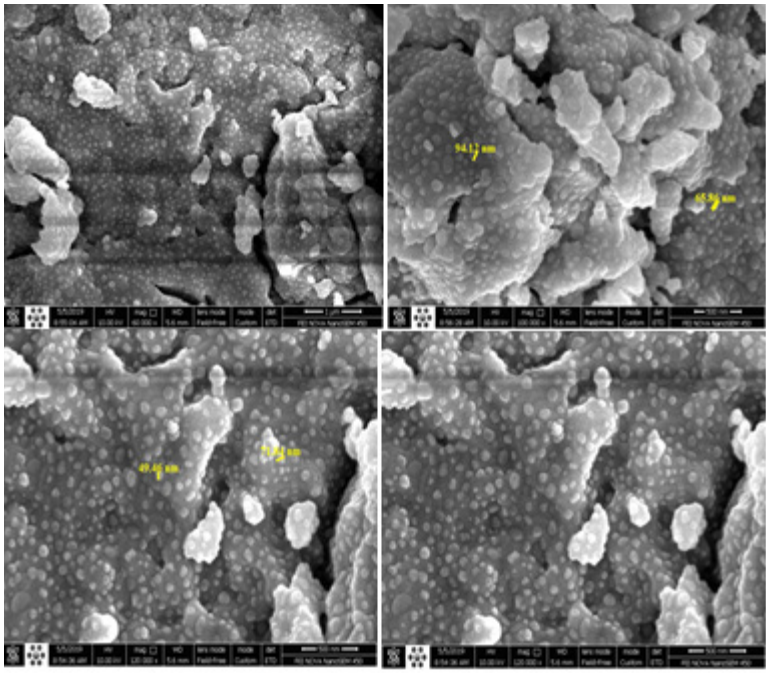
2–نتائج الفحص المجهر الالكتروني الماسح الباعث للمجال (FE-SEM) و (EDX) –:

اظهرت نتائج فحص (FESEM) للعينة الاولى A1 والتي نسب التشويب بالزركونيوم 0.3 والالومينا 0.7 وان شكلها المتكون هو اسفين الشعيرات الدموية ويكون حجمها محصورة بين (75nm-120nm) وهذا يتفق مع ما حصل عليه (10) (Rajum). وهذا الحجم اكبر من الحجم الذي حصلنا عليها من فحص (XRD)) القيمة الناتجة منه قيمة نظرية ، لا نه الحجم الناتج من فحص (FESEM) يأخذ بنظر الاعتبار الاجهادات والعيوب البلورية وهي قيمة عملية او حقيقة ، وان شكلها حبيبات متداخلة مع بعضها البعض و هذا النتائج تتفق مع ما حصل عليه (Hos-sen) (12) ، كما في الشكل (4) .



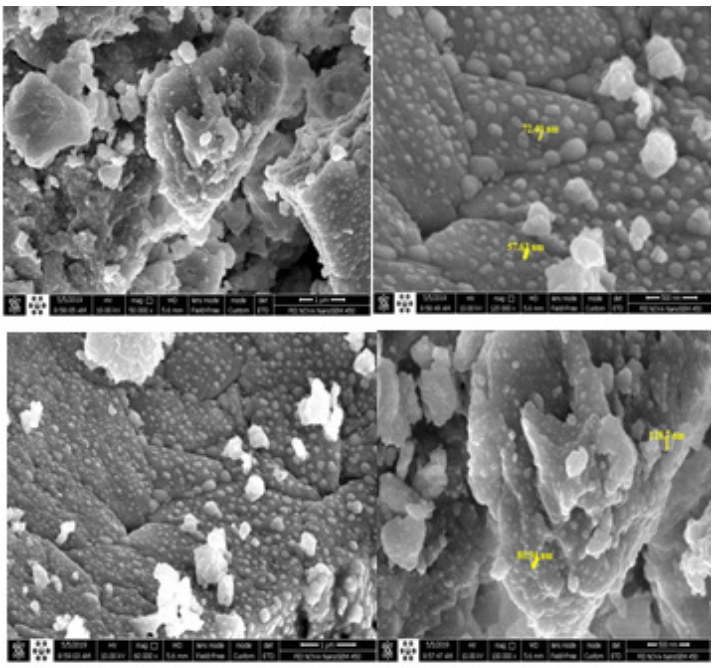
الشكل (4) صورة (FSEM) للعينة A1.

واظهرت نتائج فحص (FESEM) للعينة الثانية A2 والتي تكون نسب التشويب بزركونيوم 0.25 و المغنسيوم 0.05 والتي نسبة تشويب المغنسيوم قليلة جدا وان الالومينا تشويبها ثابت لكل العينات وهو 0.7 والشكل الناتج هو أهداب الشوك تتوزع على اسفين الشعيرات الدموية . وجحمها بين (15nm-95nm) واثبتت النتائج MgO شكلها هو أهداب الشوك وان الالومينا شكلها هي اسفين الشعيرات الدموية، وهذه تتفق مع النتائج التي حصل عليها (13) (Muhammad and Anita) . كما في الشكل(5).



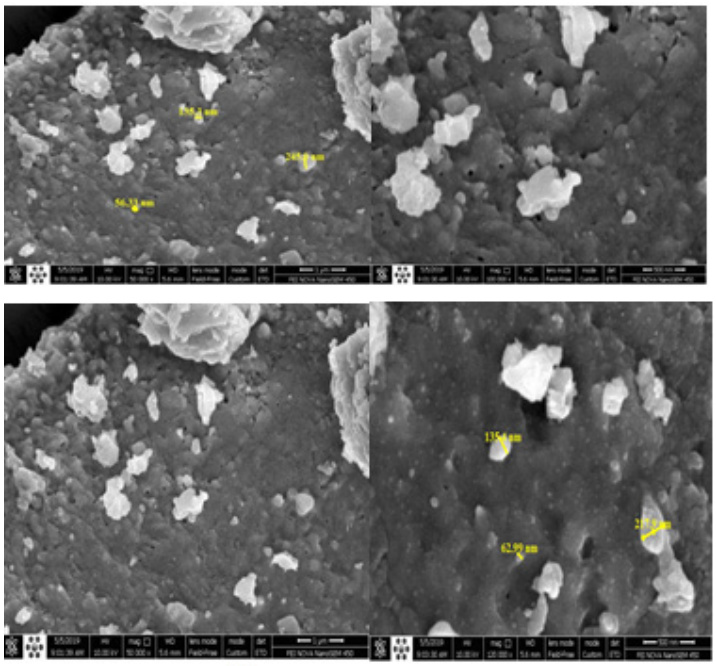
الشكل (٥) صورة (FSEM) للعينة A2.

واظهرت نتائج (FESEM) للعينة الثالثة A4 والتي تكون نسب التشويب بزركونيوم 0.15 المغنسيوم 0.15 و الالومينا تشويبها 0.7 والشكل المتكون اهداب الشوك موزعة على اسفين الشعيرات الدموية واحجامها نانوية محصورة بين (nm49- nm118) ، كما في الشكل (6).



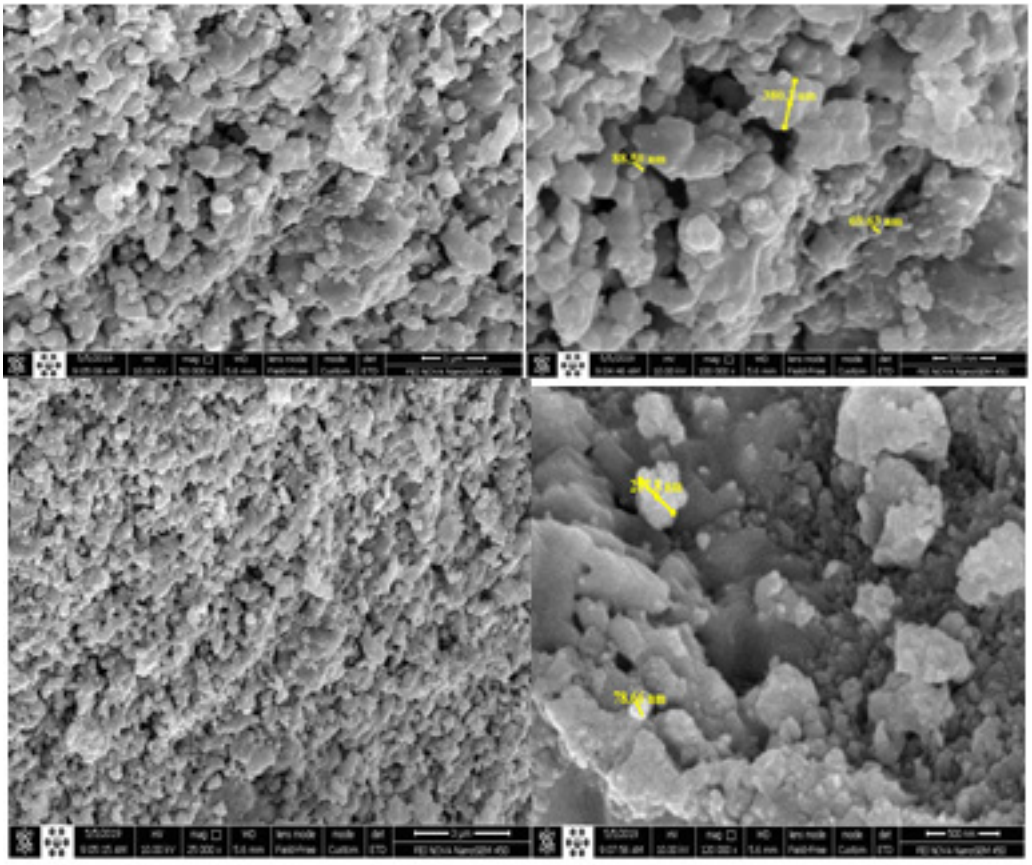
الشكل (٦) صورة (FSEM) للعينة A4.

واظهرت نتائج (FESEM) للعينة الرابعة A6 التي تكون نسب التشويب بزركونيوم 0.05 والمغنسيوم 0.25 و و الالومينا نسبة تشويبها 0.7 ان الشكل المتكون اهداب الشوك موزعة على اسفين الشعيرات الدموية وان احجامها نانوية محصورة بين (52nm-245nm) .كما في الشكل (7).



الشكل (٧) صورة(FSEM) للعينة A6.

واظهرت نتائج (FESEM) للعينة الخامسة A7التي تكون نسب التشويب بزركونيوم 0 المغنسيوم 0.3 والالومينا تشويبها 0.7 والشكل المتكون هو اهداب الشوك موزعة على حبيبات كروية بالأحجام مختلفة أنها ذات احجام نانوية محصور بين (nm69- nm 380) أتعود اهداب الشوك الى المغنسيوم وتتوزع على الحبيبات الكروية التي تعود الى الالومينا ، وهذه النتائج تتفق مع (14) (Hongjun).كما في الشكل (8).



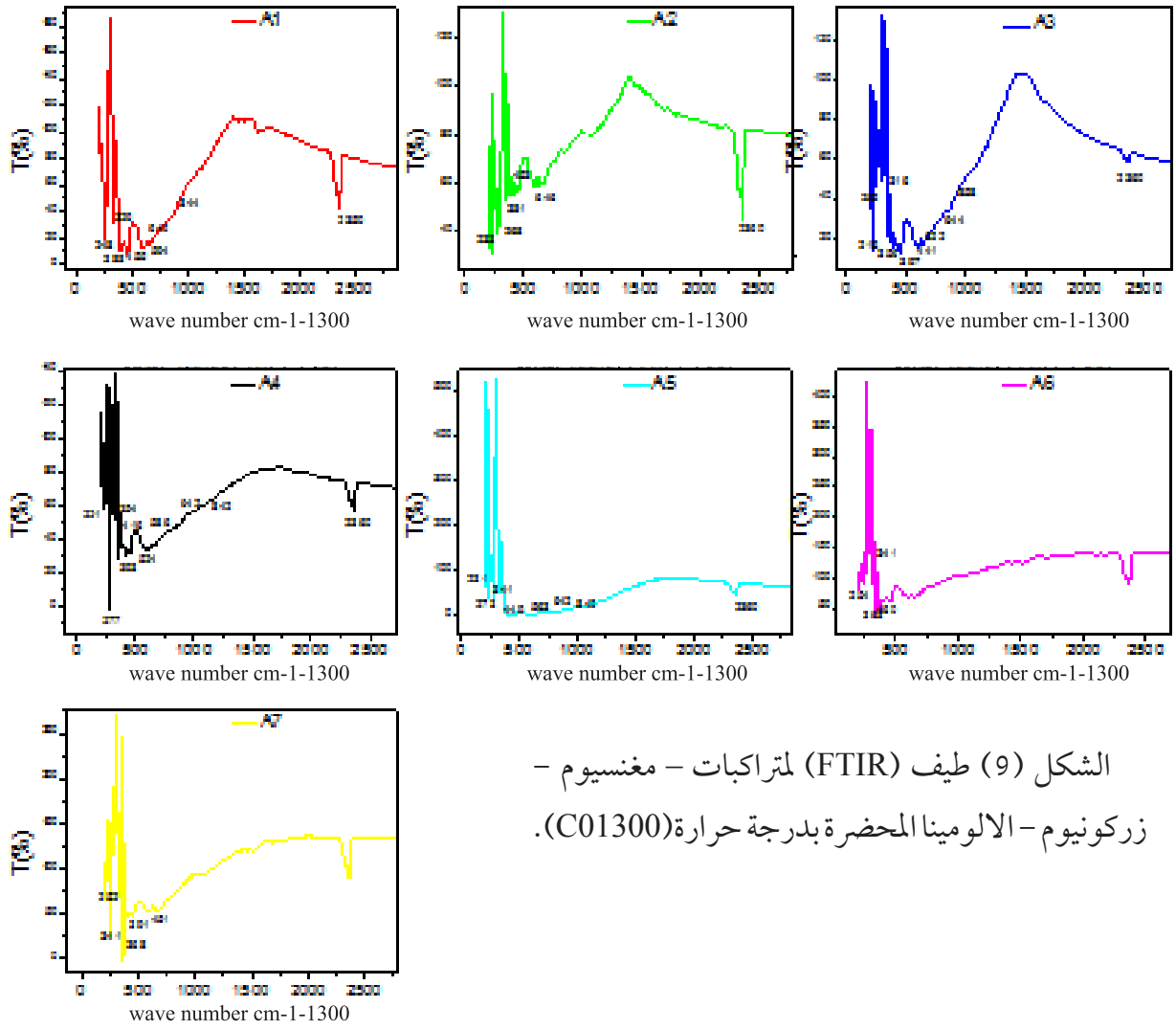
الشكل (٨) صورة(FSEM) للعينة A7.

3 – تناتج فحوصات تحولات فورير للاشعة تحت الحمراء (FTIR) :-

تم اجراء قياسات (FTIR) لمساحيق المتراكبات المحضرة بطريقة الترسيب الكيميائي المشترك والملبدة في درجة حرارة C01300 وضمن مدى الاعداد الموجية المقاسة من (cm-1200) الى (cm-14000) ، ومن خلال اجراء قياس طيف النفاذية الذي يوصف بانه دالة للعدد الموجي للمتراكبات مغنسيوم زركونيوم الالومينا.

واظهرت نتائج القياس ان عدد من حزم الامتصاص تحت مدى العدد الموجي (1000cm-1) انها مواد غير عضوية وهي تدل على اكاسيد المعادن ،وان عدم وجود أي حزمة امتصاص لمجموعة الكاربوكسيل (C-O) في درجة حرارة C01300ولجميع العينات هذا يدل على عدم وجود اية اواصر غير اوكسيد المعادن والسبب في ذلك يعود الى درجة الحرارة العالية للتلبيد. اما بالنسبة للحزم الضعيفة الظاهرة ضمن العدد الوجي(2354cm-1) الى مدى (2365cm-1)

تعود الحزم ال(IR) التي تكون متولدة خلال المسافة بين المصدر والهدف وهذه نتيجة تتفق مع ما حصل عليه (15) (Tripathy) وايضا تتفق مع ما حصل عليه (16) (Nassar). ان الحزم الامتصاص الظاهرة تحت مدى العدد الموجي (1000cm-1) ، والحزم الظاهرة ضمن مدى اقل من (530cm-1) تعود الى (Al-O) . اما حزم الامتصاص ضمن مدى الترددات (676cm-1) الى (724cm-1) تعود الى (AlO4) وذو تركيب رباعي السطوح فضلا عن ذلك انها تتشكل مع المغنسيوم وتحقق حزم تشكيل الاواصر للمتراكب (Al–O–Mg) وتعود ايضا الى زيادة نسبة تركيز مركب الموجود وان المتراكب هو تركيب مكعب مغزلي ومن هذه النتائج يبين لنا بان المتراكب الناتج هو متراكب بلوري مغزلي يحتوي على نوعين من الشبائك الفرعية الثانوية اي ان يمتلك التركيب البلوري رباعي عند حزم الاعداد الموجية للترددات الواطئة أ ومواقع التركيب البلوري ثماني السطوح عند حزم الاعداد الموجية للترددات العالية و هذه النتيجة تتفق مع ما حصل عليه (17) (Dash). وان الاعداد الموجية ضمن مدى (529cm-1) يعود الى (ZrO_2) وهو يتفق مع النتائج التي حصل عليها (18) (Muhammad). كما الشكل (9).



الشكل (9) طيف (FTIR) لمتراكبات – مغنسيوم – زركونيوم – الالومينا المحضرة بدرجة حرارة(C01300).

الاستنتاجات:-

نستنتج من تحضير المتراكبات مغنسيوم – زركونيوم – الالومينا المحضرة بدرجة حرارة(C01300) ما يلي:-

1 – اثبتت نتائج الاشعة السينية وجود اربع اطوار في المتراكبات والحجم البلوري يكون نانوي ومتغير يزداد ويقل وحسب النسب الوزنية والحجم الناتج يكون اصغر من حجم البلوري الناتج من فحص FSEM)).

2 – اثبتت نتائج الفحص (FESAM) ان الشكل المتكون هو اهداب الشوك التابعة للمغنسيوم موزعة على اسفين الشعيرات الدموية التابعة زركونيوم –الالومينا اما في العينة الاخيرة تكون فقط اهداب الشوك موزعة على حبيبات كروية والاحجام الناتجة تكون نانوية ولكنها كبيرة والسبب يعود الى الاجهادات والعيوب البلورية.

3 – اثبتت نتائج (FTIR) تواجد المركبات في المنطقة الاقل من (1000cm-1) وانها مواد غير عضوية. وان المركبات الناتجة تكون نقية بسبب حرارة التلبيد العالية.

المصادر

1-Rajum. Belekar, p.s.sawadh & R. K. mahdulesysynthis and structural properties of Al2O3-ZrO2" nano composite" Research in Engineering & Technology ISSN(E): 2321-8843; ISSN(P): 2347-4599 Vol. 2, Issue 3, Mar, 145-152(2014).

2-Jean-Claude M'Peko, Deusdedit L. Spavieri Jr, Charles L. da Silva, Carlos A. Fortulan, Dulcina P.F. de Souza, Milton F. de Souza "Electrical properties of zirconia–alumina composites Solid State Ionics" 156 - 59–69(2003).

3-Valentina Naglieri 1, Paola Palmero 1, Laura Montanaro," Elaboration of Alumina-Zirconia Composites- Role of the Zirconia Content on the Microstructure and Mechanical Properties Materials" 2090-2102. (2013).

4-D. Sarkar a , S. Adak a, N.K. Mitra b" Preparation and characterization of an Al2O3–ZrO2 nanocomposite, Part I: Powder synthesis and trans form ation behavior during fracture"(2006).

5- T. Kameda, A .Kodama and T. Yoshioka, "Simultaneous removal of SO2 and NO2 using a Mg–Al oxide slurry treatment", Chemosphere, Vol. 93, PP. (2889-2893) (2013).

6-M. Akter, M. J. Abden, M. K. Newaz and M. M. Haque "Microstructures and Mechanical Properties of Al2O3-30wt%ZrO2 Doped with MgO and TiO2" Vol. 24. No. 1&2(2015).

7-D.Zhang, B .Li, Y.Hu, J. Li, and Y. Guo, "synthesis and characterization of (MgAl2O4) micro- rods by a molten salt method", ceramics international, Vol.41, PP(5881-5887) (2015) .

8.Dr.. Ashhab Zidan and Istisr Khudair, Journal of Engineering and Technology, Vol 27, No. 14 in(2009).

9-O .Quénard , Ch. Laurent, A. Peigney and A. Rousset, Mater. Res. Bull., 35, 1979–87 (2000).

A novel synthetic route for magnesium aluminate (MgAl2O4) nanoparticles using sol–gel auto combustion method and their photo catalytic properties, Spector chime", Acta, Vol. 131, PP. (329–334) (2014) .

17- Harshit Agarwal, T.P. Yadav, O.N. Srivastava, and M.A. Shaz, "Dielectric response and alternating current conductivity in (Co, Ni) Al2O4 Nano-spinel", Ceramics International, Vol. 43, PP. (16986-16992) (2017).

18-Ramzan Muhammad, Bimlesh Kumar, Atul Chaskar" Synthesis, Characterization and Mechanical Properties of Alumina-Zirconia Nano composite Particles" PP 40-46 May – June(2017).

19- Jan Harloff "In-situ quantitative measurement of electric fields in zinc oxide thin films using electrostatic force microscopy" ,A Master theses of Science , University of Pennsylvania , PP. (14-18) (1995)

10-O. Sahina ,A. Hasdea , H. Göcmezb, M. Tuncerb, H. Ali Cetinkaraa, H. Salih Güdera E. Sahina and A. Rza Tuncdemirc "Hardness Behavior of Alumina Zirconia Nano composites Synthesized by Gel Process "Vol. 123 (2013).

11-M. J. Iqbal and B .Ismail, "Correlation between structural and electrical properties of Mg1-2xNixZnxAl2O4 (x= 0.0, 0.5) ceramic Nano materials synthesized by a urea assisted microwave combustion method", Journal of alloys and compounds, Vol.504, PP(440-445)) 2010(.

12-M . M .Hussein, I .A. Disher, and S .J .I dress, "Synthesis of Stoichiometric phase pure NiAl2O4 using Molten Salt Method", International Journal of Applied Engineering Research, Vol. 12, No. 24, pp. (14818-14827) (2017).

13-Muhammad Farooq and Anita Ramli ” The Determination of Point Zero Charge (PZC) of Al O -MgO Mixed Oxides” 978-1-4577-1884-7/11/$26.00 © IEEE(2011).

14- Hongjun Feng, Huiming Jia , Xiaolei Li, Jian Wang and Dahao Wang” Effect of Al2O3 and MgO Additives on Dielectric Properties of-BaZrxTi1-xO3-Based Ceramics” ISSN: 1662-9795, Vols. 602-603, pp 714-718 (2014).

15-S. Tripathy, D.S. Saini, and D. Bhattacharya, "Synthesis and fabrication of MgAl2O4 ceramic foam via a simple, low-cost and eco-friendly method", J. Asian Ceram. Vol. 4, PP. (149-154) (2017) .

16-M.Y. Nassar, I.S. Ahmed, and I. Samir,"