

## The Influence of Alumina Ratio on the Properties of the Al-MCM-41 Mesoporous Structure

Dr. Ibrahem Raheb\*  
Dr. Hussam Alrakad\*\*  
Ayham Ghandour\*\*\*

(Received 2 / 10 / 2023. Accepted 18 / 12 /2023)

### □ ABSTRACT □

Three samples of the mesoporous structure Al-MCM-41 were prepared by hydrothermal treatment using sodium silicate and aluminate as a source of silica and aluminum and the structure-directing agent cetyl tri methyl ammonium bromide (CTAB) at a fixed molar ratio of Silica:CTAB of 0.5:1, with a change in the aluminum ratio to study its effect on the properties of the prepared structure. The prepared mesoporous structure was characterized using X-ray diffraction (XRD) and infrared spectroscopy (FTIR) and the adsorption of nitrogen gas was studied using a volumetric adsorption device. The results showed in the XRD diffraction, and infrared spectra (FT-IR) with a slight difference as the shift of the peak or disappearance of the other with the increase in the molar ratio of aluminum.. Whereas, the specific surface area was decreased from 874.0 to 329.7 and 88.9 m<sup>2</sup>/g, and the total pore volume decreased from 0.63 to 0.35 ,and 0.24 ml/g according to the alumina ratio 0,10,and 20% respectively. The pore radius increased from 14.4 to 21.5 and 53.7 °A for alumina ratios 0,10,and 20% while. The pore volume distribution was decreased from 28 for alumina ratio 0% to ~12% for both alumina ratio 10 and 20%.

**Keywords:** Al-MCM-41, Mesoporous, hydrothermal treatment, tissue structure, XRD diffraction, infrared spectra (FT-IR) .

Copyright



:Tishreen University journal-Syria, The authors retain the copyright under a CC BY-NC-SA 04

\* Professor, Department of Chemistry , Faculty of Science, Tishreen University, Latakia , Syria.

\*\*Assistant Professor, Department of Chemistry, Faculty of Science, Tishreen University, Latakia, Syria.

\*\*\*PHD Student , Department of Chemistry, Faculty of Science , Tishreen University , Latakia , Syria.  
ayhamghandour@gmail.com

## تأثير نسبة الألومينا على خواص البنية الميزو مسامية AI-MCM-41

د. ابراهيم راهب\*

د. حسام الركاد\*\*

أيهم غندور\*\*\*

(تاريخ الإيداع 2 / 10 / 2023. قَبْلَ للنشر في 18 / 12 / 2023)

### □ ملخص □

حُضرت ثلاث عينات من البنية الميزو مسامية AI-MCM-41 بطريقة المعالجة الهيدروحرارية باستخدام سيليكات والومينات الصوديوم كمصدر للسيلكا والألمنيوم وعامل موجه للبنية سيتيل ثلاثي ميثيل أمونيوم بروميد (CTAB) بنسبة مولية ثابتة Silica:CTAB هي 1:0.5 مع تغيير في نسبة الألمنيوم لدراسة تأثيرها على خواص البنية المحضرة. تم توصيف البنية الميزو مسامية المحضرة باستخدام جهاز انعراج الأشعة السينية (XRD) وجهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء تحويل فورييه (FTIR) ودراسة امتزاز غاز الآزوت بواسطة جهاز امتزاز حجمي مبرمج. أظهرت النتائج تقارب في طيوف انعراج الأشعة السينية XRD، وطيوف الأشعة تحت الحمراء FT-IR للبنية الثلاثة المحضرة مع اختلاف يظهر بانزياح لقمة أو اختفاء لأخرى بازدياد النسبة المئوية للألمنيوم. كما لوحظ تناقص المساحة السطحية النوعية من القيمة  $874.0 \text{ m}^2/\text{g}$  إلى القيمة  $329.7$  و  $88.9$ ، و تناقص قيم حجم المسام الكلي (من القيمة  $0.63 \text{ ml/g}$  إلى  $0.35$  و  $0.24$  عند زيادة نسبة الألمنيوم من الصفر إلى  $10$  و  $20\%$  على الترتيب، بينما ازداد نصف قطر المسام الوسطي من القيمة  $14.4 \text{ \AA}$  إلى  $21.5$  و  $53.7$  مع ازدياد نسبة الألمنيوم من الصفر إلى  $10$  و  $20\%$  على الترتيب، كما لوحظ تناقصاً في توزع حجم المسام من القيمة  $28$  للعينة بدون ألمنيوم إلى القيمة ( $\sim 12$ ) لكل من العينتين عند نسبة الألمنيوم  $10$  و  $20\%$ .

**الكلمات المفتاحية:** AI-MCM-41، الميزو مسامية، المعالجة الهيدروحرارية، البنية النسيجية، انعراج الأشعة السينية، الأشعة تحت الحمراء;

حقوق النشر : مجلة جامعة تشرين - سورية، يحتفظ المؤلفون بحقوق النشر بموجب الترخيص



CC BY-NC-SA 04

\*أستاذ - قسم الكيمياء\_كلية العلوم\_جامعة تشرين\_اللاذقية\_ سورية.

\*\*مدرس - قسم الكيمياء\_كلية العلوم\_جامعة تشرين\_اللاذقية\_ سورية.

\*\*\*طالب دراسات عليا (دكتوراه) - قسم الكيمياء\_كلية العلوم\_جامعة تشرين\_اللاذقية\_ سورية. [ayhamghandour@gmail.com](mailto:ayhamghandour@gmail.com)

**مقدمة:**

تعرف المواد المسامية بأنها المواد التي تحوي على فراغات (مسامات) لها أبعاد مختلفة ضمن بنيتها الصلبة، وتقسّم إلى ثلاثة أصناف: لمسام الدقيقة أو الميكرو، المسام الانتقالية أو الميزو، المسام الكبيرة أو الماكرو [1]. إن اصطناع المركبات الميزومسامية فتح أفقاً جديداً لاستخدامها في مجالات الامتزاز والحفز وتكنولوجيا النانو نتيجة لتمتعها بخواص مميزة إذ تصل قيمة السطح النوعي لها إلى أكثر من 1000 m<sup>2</sup>/g، ومسامات ذات أقطار متغيرة  $100-150 \text{ \AA}$  وهذا ما يؤهلها للاستخدام في مجالات الحفز الكيميائي بطريقة مثلى إذ يمكن للجسيمات المتفاعلة أن تدخل إلى مساماتها الداخلية بينما لا تستطيع ذلك في المركبات الميكروسامية مثل الزيوليتات . تستخدم هذه المركبات أيضاً في عمليات الفصل والامتزاز وكمضيف لاستقبال الجسيمات الكوانتية وفي مجالات تكنولوجيا النانو [2] ، حيث أن السيلكا النقية ذات المسام المتوسطة المحضرة بدون عامل موجه تتمتع بفعالية وقدرة تبادل أيوني وحموضة سطح منخفضة مقارنةً مع السيلكا ذات البنية الميزو مسامية بسبب عدم كفاءة المواقع النشطة في بنيتها، حيث أن التركيز العالي لمجموعات السيلانول على جدران مسام السيلكا الميزو تزيد من المواقع النشطة، وتعتبر هذه السيلكا الميزو مسامية مثالية لإدخال المواقع النشطة على سطحها وذلك يعود لمساميتها ذات الترتيب المنتظم بأنصاف أقطار تتراوح بين 10-2 نانومتر بالإضافة لمساحة سطحها النوعية الكبيرة جداً [3].

نظراً لأهمية هذه المواد تم إنتاجها لاحقاً في مخابر شركة EXXON MOBILE الأمريكية، وسميت بـ MCM (Mobile Compositions Materials)، هذه المركبات عبارة عن مواد سيلكاتية ذات بنية ميزو مسامية تمتلك ترتيب منتظم للمسامات، ومساحة سطح نوعية كبيرة [4,5]، ولكنها تتمتع بحموضة سطحية ضعيفة مما يحد من تطبيقاتها التجارية المحتملة بشكل رئيسي كمحفز في صناعة البتروكيماويات وكذلك في عملية الامتزاز الانتقائي، يمكن من خلال دمج بعض الكاتيونات المختلفة مثل الألمنيوم أن تؤدي إلى تحسين خصائص هذه البنية بسبب طبيعة المواقع الحمضية ولاسيما مواقع برونشيد التي تنتج عن دمج الألمنيوم الذي يكون بشكل رباعيات الوجوه في بنية MCM-41 والذي سيحسن من الحموضة السطحية للبنية المحضرة [34].

يعتمد مبدأ الاصطناع الهيدروحراري على مزج محاليل مائية لكل من ألومينات وسيليكات العناصر القلوية في محلول مائي ويضاف إلى المزيج العامل الموجه ثم يحرك مع تعديل pH المحلول حتى تشكل الهلام، ويسخن الهلام المتشكل إلى درجة حرارة معينة بعد وضعه في مفاعل خاص (أوتوكلاف)، وبعد زمن معين يتم تبلور الطور الصلب وينفصل هذا الطور الذي يتم ترشيحه ثم غسله و تجفيفه . على الرغم من هذا المبدأ البسيط نظرياً لكن الواقع يبين أن هناك شروطاً لا حصر لها تؤثر على الناتج النهائي لهذه العملية . تبدأ هذه الشروط بمجال درجات الحرارة يتراوح بين (300-25) خلال المعالجة [7]. يأتي بعدها محتوى كل من الألومينات والسيليكات وكذلك فائض كل من الماء والأيونات القلوية التي بموجبها يتحدد مجال pH المحلول [8]. كذلك فإن زمن المعالجة على درجة عالية من الأهمية فضلاً عن زمن التحريك وتأثير الشوائب وغيرها [9] .

تم إنجاز هذا البحث في مخبر كيمياء السطوح والحفز للدراسات العليا كلية العلوم جامعة تشرين خلال العام (2022).

تم إجراء التحاليل لعينات هذا البحث في مخابر جامعة تشرين و مخابر الجامعة الايرانية خلال العام (2022).

## أهمية البحث وأهدافه:

تمتلك البنية الميزو مسامية ومنها AI-MCM-41 أهمية كبيرة في العديد من المجالات ولها تطبيقات كثيرة مثل الحفز، الامتزاز، عمليات الفصل والإزالة، وفي الصناعات الدوائية، وأهمية تطبيقية كأصناف نواقل والأغشية نصف النفوذة وغيرها...

بالإضافة إلى البحث في إمكانية تحضير هذه المركبات محلياً والاستعاضة عن المواد المستوردة وما لذلك من أهمية اقتصادية بالغة .

يهدف البحث إلى تحضير البنية الميزو مسامية AI-MCM-41 بالطريقة الهيدروحرارية (بوجود عامل موجه للبنية)، وتوصيفها.

## طرائق البحث ومواده:

### -تحضير البنية الميزو مسامية:

تم تحضير محلول مشبع من سيلكات الصوديوم ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) ثم أضيف لهذا المحلول محلول مشبع من ألومينات الصوديوم ( $\text{NaAlO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) بالتدرج ثم أضيف محلول مشبع من العامل الموجه للبنية سيتيل ثلاثي ميثيل أمونيوم بروميد (CTAB) بالتدرج مع التحريك المستمر بحيث تكون النسبة المولية Silica:CTAB هي 1:0.5 ثابتة والنسبة المولية Alumina:Silica متغيرة Al(10,20)/Si، ومن ثم تعديل pH الوسط بإضافة حمض الكبريت المركز حتى تشكل الهلام، ثم تحريك الهلام حتى التجانس، يوضع الناتج في الأوتوكلاف ( المفاعل المصنوع من الكروم المبطن بالتيفلون) ويعالج حرارياً عند الدرجة  $100^\circ\text{C}$  ولمدة 5 أيام.

ويعد انتهاء التفاعل يبرد المفاعل بشكل مفاجئ تحت تيار من الماء، ومن ثم يفصل الراسب الناتج بالترشيح ويغسل لمرات عدة بالماء المقطر ثم بالايثانول، ويجفف عند الدرجة  $100^\circ\text{C}$  لمدة 24 ساعة ثم يكلس عند الدرجة  $550^\circ\text{C}$  لمدة 6 ساعات. بعدها تمت مقارنة العينات المحضرة بعينة MCM-41 المحضرة سابقاً [10].

تمت تسمية العينات وفق التالي (x)-AI-MCM-41 حيث:

x تشير إلى النسبة المئوية للألومينا.

### توصيف البنية الميزو مسامية:

1\_ دُرست خواص البنية النسيجية (المساحة السطحية النوعية ( $S_{\text{BET}}$ )، حجم المسام الكلي ( $V_p$ )، نصف قطر المسام المتوسط ( $r_p$ )، حجم المسام الدقيق ( $V_0$ ) ) للعينات المحضرة من خلال معالجة بيانات الامتزاز التي تم الحصول عليها عن طريق دراسة امتزاز غاز الآزوت عند الدرجة 77K باستخدام جهاز امتزاز حجمي آلي مبرمج من نوع Surface Gemini Micromeritics III 2375 area analyzer, USA والموجود في جامعة تشرين، تتم عملية تفريغ العينات بأخذ وزنة مناسبة بحدود (0.15-0.3 g) في أنبوب العينة في محطة التفريغ المرفقة مع الجهاز، وهي من نوع Gemini vrep 0.61 عند الضغط المخفف  $10^{-4}$  torr و درجة الحرارة  $200^\circ\text{C}$  لمدة لا تقل عن 6 ساعات. بعد الانتهاء من التفريغ يمرر غاز النتروجين على العينة بعد تبريدها ببطء ثم توزن بدقة 0.1mg لإدخال وزنها إلى الجهاز ويوضع أنبوب العينة في مكانة في الجهاز.

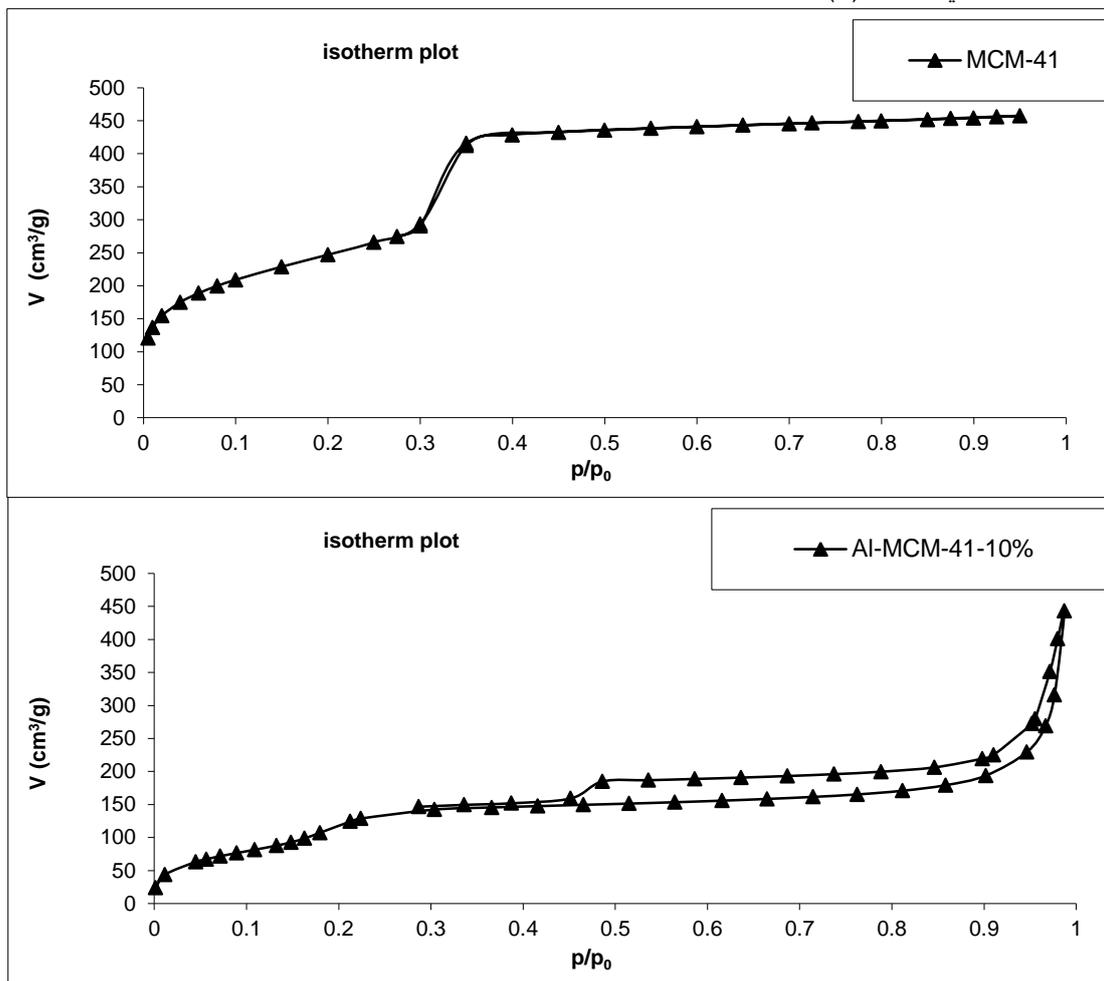
2\_ في البداية للتأكد من البنيات المحضرة دُرست العينات باستخدام جهاز قياس انعراج الأشعة السينية (XRD) ATOE Powder Diffraction System بطريقة المسحوق والموجود في الجامعة الايرانية، تم توليد

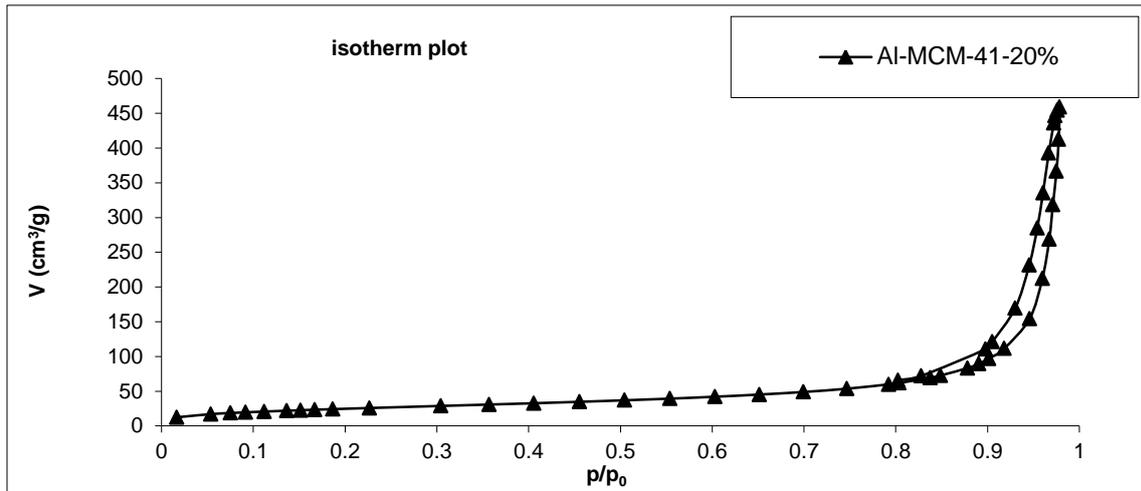
الأشعة باستخدام مصعد نحاس بطول موجة  $1.54\text{\AA}$ . ضمن مجال لزاوية انعكاس بين ( 0-10 ). كما دُرست العينات باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء- تحويل فورييه (FT-IR) Jasco FT-IR-400 Plus للتعرف أكثر على البنية المحضرة وتحديد الزمر الوظيفية المختلفة.

## النتائج والمناقشة:

### 1- البنية النسيجية:

من المهم جداً دراسة البنية النسيجية للعينات ودراسة تأثير نسبة الألومينا في عوامل البنية النسيجية تظهر منحنيات الامتزاز المتساوي الدرجة للعينات المحضرة وجود البنية المسامية لهذه العينات واختلافها من عينة لأخرى كما يظهر في الشكل (1).





الشكل (1): منحنيات امتزاز غاز الأزوت عند الدرجة 77K

تظهر منحنيات الامتزاز لجميع العينات أنها من النوع IV حسب تصنيف سينغ وزملاءه [11]، تتميز هذه المنحنيات بثلاث مراحل حيث تتم المرحلة الأولى عند الضغوط النسبية المنخفضة  $p/p_0 < 0.25$  والتي تخضع لنظرية ملء المسام الدقيق وفق نظرية دوبينين. تحدث المرحلة الثانية عند الضغوط النسبية  $0.25 < p/p_0 < 0.4$  والتي تتميز بزيادة حادة في امتزاز الأزوت وهذا يدل على تشكل الطبقة الأحادية على جدران المسام وبدء حدوث التكاثر الشعري داخل المسام. تبدأ المرحلة الثالثة عند الضغوط النسبية المرتفعة  $p/p_0 > 0.4$  حيث نلاحظ زيادة طفيفة في حجم غاز الأزوت الممتز وهذا يدل على حدوث امتزاز متعدد الطبقات داخل المسام ونهاية التكاثر الشعري [11,12]. يكون ذلك واضحاً في العينة MCM-41 بينما يحدث اختلاف عند العينات التي تحتوي على الألومينا فنلاحظ أن العينتين Al-MCM-41-(10%) و Al-MCM-41-(20%) انزياح للضغط للمرحلة الثانية لتصبح عند ضغط نسبي 0.85 وكذلك للمرحلة الثالثة عند الضغوط النسبية المرتفعة حيث تصبح  $p/p_0 > 0.9$  وهذا يشير إلى تغير في البنية المسامية لـ Al-MCM-41 مقارنة بـ MCM-41 [13].

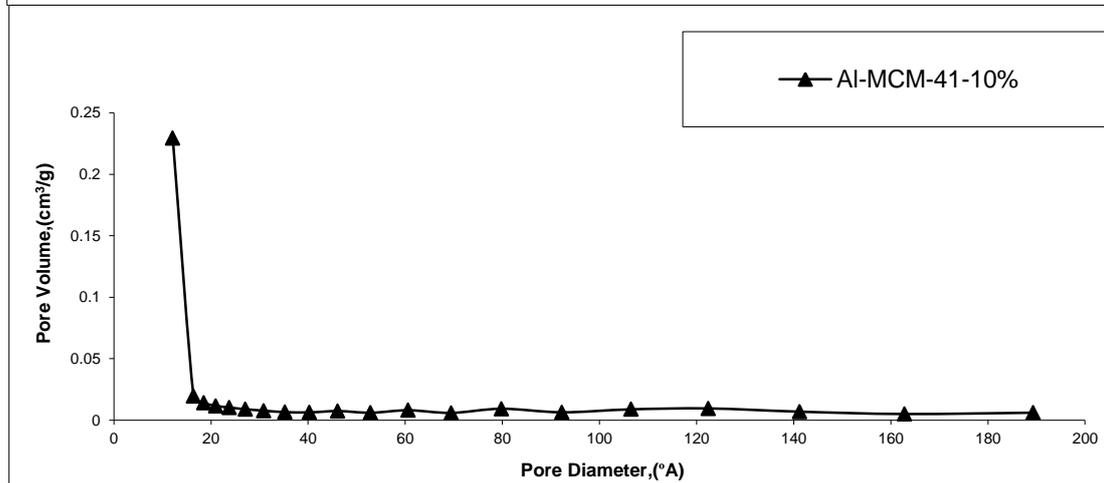
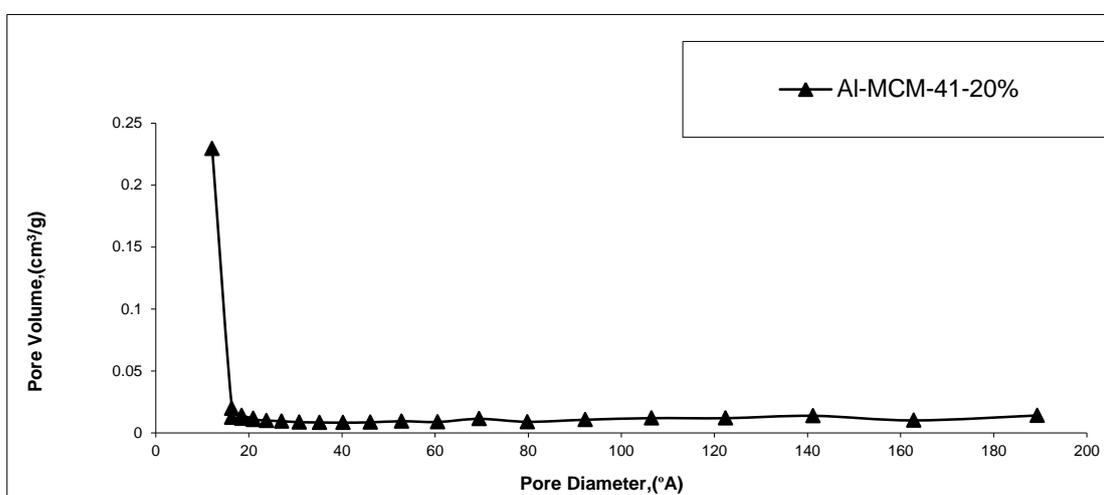
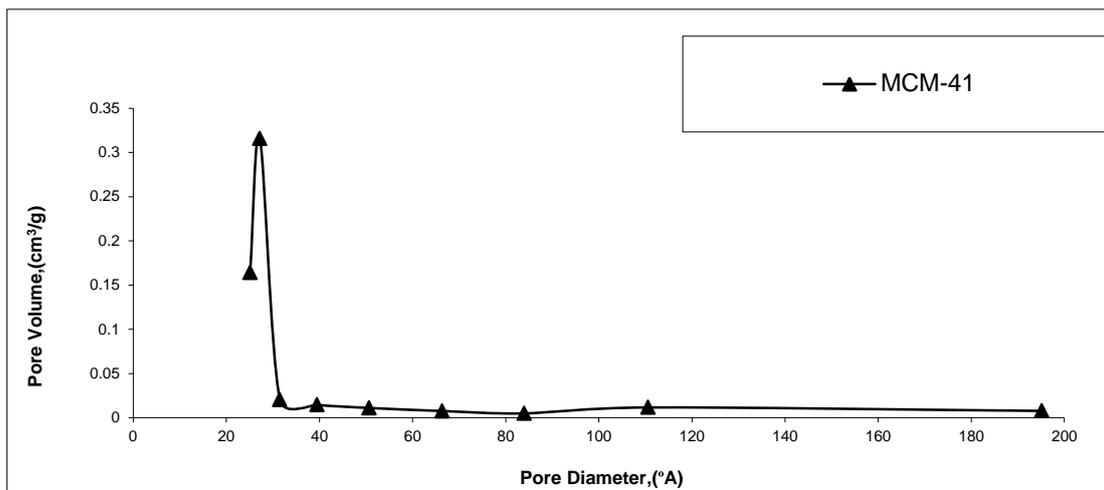
نلاحظ عدم ظهور الأنشطة التخلفية في العينة MCM-41 وهذا يعني أن شرط التبخر يساوي شرط التكاثر وبالتالي المسامات المتشكلة لها شكل أسطواني مغلق من أحد الطرفين بينما في العينتين Al-MCM-41-(10%) و Al-MCM-41-(20%) ظهور الأنشطة التخلفية وهي من النمط (A) وفق تصنيف سينغ وزملاءه أي أن المسامات ذات شكل أسطواني ومقطع ثابت، ويعزى ظهور الأنشطة التخلفية إلى التغير في بنية المسام ونلاحظ أن بازدياد نسبة الألمنيوم تصبح العينة أقل انتظاماً وحدث تشوه في المسام [14].

#### توزيع حجم المسام :

تتلخص الطريقة التي أوجدها فوستر عام (1938) برسم منحنى الامتزاز ثم نحسب قيمة  $r$ ، من علاقة كلفن

$$r = (2V_M \sigma) / RT \ln(p_0/p)$$

والموافقة لنقطة ما من المنحنى أي عند  $p_1/p_0$ ، وهكذا يرسم المنحنى  $V_r$  بدلالة  $r$ . يمثل توزيع حجم المسام بالمنحنى  $dV_r/dr$  بدلالة  $r$ ، وتحسب  $dV_r/dr$  من مماس المنحنى  $V_r$  بدلالة  $r$  عند مسافات صغيرة من  $r$  [14].



الشكل (2): منحنيات توزيع حجوم المسام للبنيات الثلاث المحضرة

يظهر الشكل (2) توزيعاً منتظماً لحجم المسام حيث يكون نصف القطر الغالب للمسام حوالي  $28 \text{ \AA}$  للعينة MCM-41 بينما يكون حوالي  $12 \text{ \AA}$  لكل من العينتين Al-MCM-41-(10%) و Al-MCM-41-(20%) ويمكن تفسير تناقص قطر المسام إلى أنه بازدياد نسبة الألمنيوم تؤدي إلى زيادة سماكة جدران المسام [15].

الجدول (1): عوامل البنية النسيجية للعينات المحضرة:

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Sample	$V_m$ ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	$S_{\text{BET}}$ ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	$V_p$ ( $\text{ml}/\text{g}$ )	$r_p$ ( $^\circ\text{A}$ )	$V_0$ ( $\text{ml}/\text{g}$ )	$C_{\text{BET}}$	D	$E_0$ kJ/mol	$(V_0/V_p)$ %
MCM-41	200.0	874.0	0.63	14.4	0.188	50	0.048	13.11	29.9
Al-MCM-41- (10%)	75.8	329.7	0.35	21.5	0.117	97	0.138	7.70	33.4
Al-MCM-41- (20%)	20.2	88.9	0.24	53.7	0.026	97	0.119	8.30	10.8

يظهر الجدول (1) عوامل البنية النسيجية حيث:

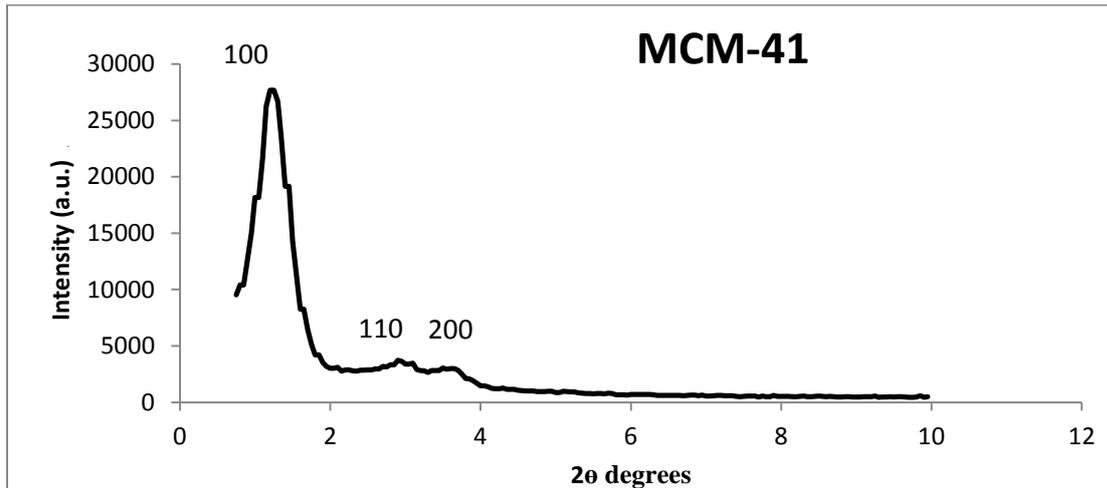
يظهر العمود الثالث والرابع والسادس انخفاض قيمة كل من المساحة السطحية النوعية ( $S_{\text{BET}}$ ) وحجم المسام الكلي ( $V_p$ ) وحجم المسام الدقيق ( $V_0$ ) على الترتيب بازدياد نسبة الألمنيوم ، بينما نلاحظ ازدياد نصف قطر المسام بازدياد نسبة الألمنيوم كما يظهر ذلك واضحاً في العمود الخامس، كما نلاحظ من العمود السابع قيمة منخفضة لثابت BET وهذا يشير إلى أن التأثير المتبادل ضعيف بين الماز والمتمز، و يظهر في العمود التاسع قيمة منخفضة للطاقة وهذا يشير إلى أن الامتزاز فيزيائي، نلاحظ أن نسبة المسامية الدقيقة في العينات تكون متغيرة في

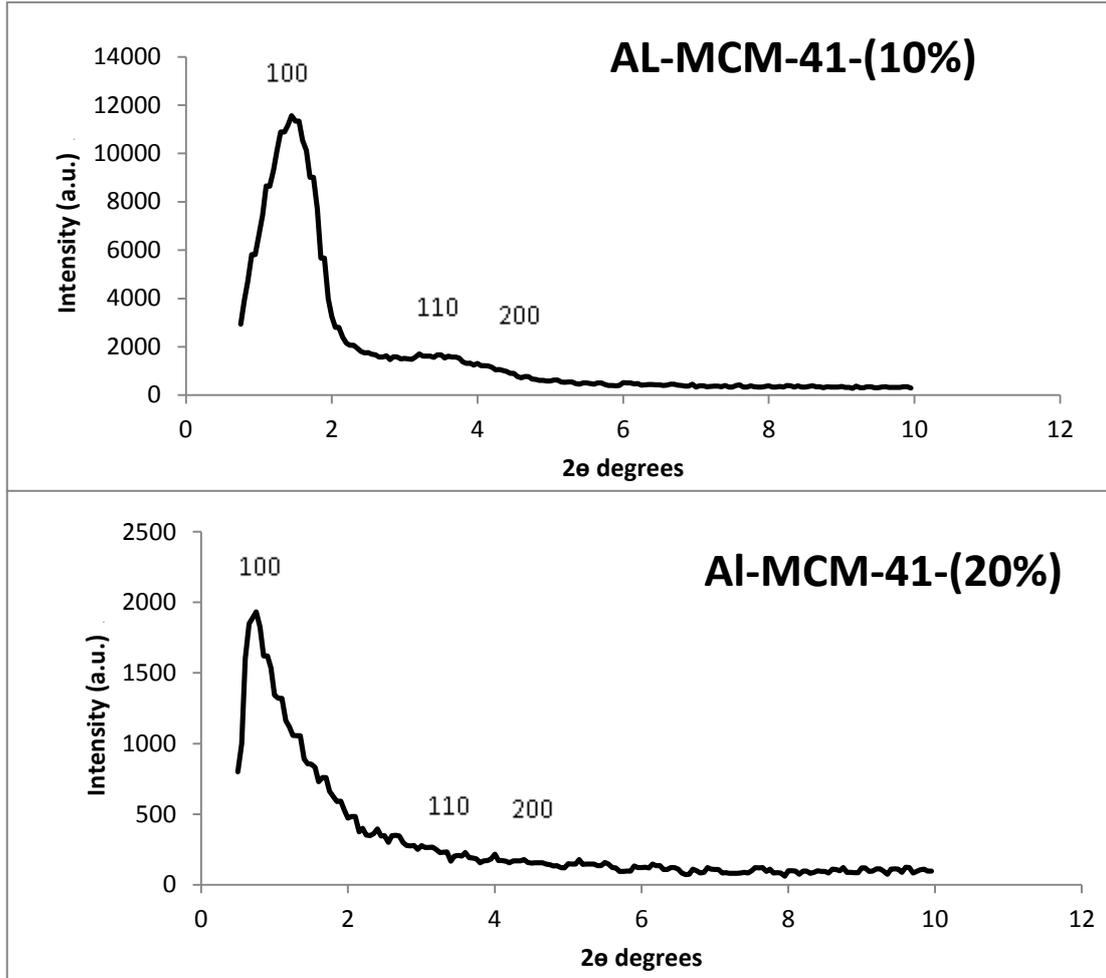
العينات كما يظهر لدينا في العمود العاشر من الجدول (1).

## 2- نتائج قياسات انعراج الأشعة السينية XRD:

تستخدم طيوف انعراج الأشعة السينية لتحديد البنية الناتجة، وتعد من أهم الطرائق التي تستخدم لتحديد البنية ونقاوة الطور والبنية البلورية.

يظهر الشكل (3) طيوف XRD للعينات المحضرة





الشكل (3): طيوف انعراج الأشعة السينية XRD

حيث نلاحظ في طيف حيود العينة MCM-41 ظهور ثلاث قمم رئيسية والتي تعبر عن المستويات البلورية 100-200-110 عند قيم زوايا انعكاس  $2\theta = (1.5-2.5-3.9)$  على الترتيب، وتكون القمة الأولى أعظمية وأكبر بكثير من القمم الأخرى، وتعزى هذه القمم إلى الترتيب المنتظم للبنية السداسية، وتشكل مسامات منتظمة [16]. بينما نلاحظ في طيف حيود العينتين Al-MCM-41-(10)% و Al-MCM-41-(20)% أن القمة عند المستوي 100 أصبحت أوسع وأقل كثافة، كما يلاحظ انزياح في موقع القمة الأولى بشكل واضح عند العينة 20%، وعند المستويين 110 و 200 منخفضة جداً حتى تكاد تختفي بازدياد نسبة الألمنيوم. ويشير هذا الاختلاف إلى أن الألمنيوم قد تم دمج في بنية MCM-41 ويمكن أن يعزى الاختلاف أيضاً إلى الفرق بين حجم الأيونات  $Si^{4+}$  و  $Al^{3+}$  وبالعموم يمكن القول أن دمج  $Al^{3+}$  في بنية MCM-41 ينتج عنه توسعاً في الشبكة البلورية مما يتسبب في تضيق حجم المسام وانخفاض درجة تبلور المواد المسامية [15].

### 3- نتائج قياسات الأشعة تحت الحمراء FT-IR:

تستخدم طيوف الأشعة تحت الحمراء FT-IR في السنوات الأخيرة على نطاق واسع لدراسة الخواص السطحية للحفازات الصلبة وخاصة البنى الميزو مسامية المؤلفة من الألومينوسيليكات الفراغية.

يظهر الشكل (4) طيوف FT-IR للعينات المحضرة



حيث توجد لدينا قمة أولى في المجال  $785-800\text{ cm}^{-1}$  وتعزى لوجود الاهتزازات التناظرية (Si-O-Si) و (Si-O-Al) والقمة الثانية تظهر بشكل قمة عريضة في المجال  $1070-1095\text{ cm}^{-1}$  بالإضافة للقمة التي تظهر بشكل كتف في المجال  $1225-1235\text{ cm}^{-1}$  فتعبران عن الاهتزازات اللا تناظرية للارتباطات (Si-O-Si) و (Si-O-Al)، والقمتان اللتان تظهران عند  $1630\text{ cm}^{-1}$  و  $3438\text{ cm}^{-1}$  فتعبران عن مجموعات  $\text{OH}^-$  التي قد تكون مصدرها امتزاز جزيئات الماء، ويمكن أن يكون مصدرها مجموعات السيلانول [15,16,18].

نلاحظ من طيف عينة MCM-41 وجود قمة في المجال  $455-470\text{ cm}^{-1}$  والتي تعبر عن اهتزازات رباعيات الوجوه  $\text{SiO}_4$  كما يظهر بها قمة في المجال  $965-985\text{ cm}^{-1}$  والتي تعبر عن اهتزاز مجموعات السيلانول الامتطاطية، حيث يدل وجود هذه القمم على مساهمة الزوايا المتشكلة بين الحلقات ووجود الجسور الأوكسجينية التي تربط Si وهذا ما يميز البنية المسامية المنتظمة، بينما نلاحظ عدم ظهور هذه القمم في العينتين الحاويتين على الألمنيوم، وانزياح للقمة المعبرة عن وجود البنية الميزو مسامية السداسية في المجال  $785-800\text{ cm}^{-1}$  بازدياد نسبة الألمنيوم، ويعزى ذلك لدور الرابطة M-O حيث  $\text{Si}^{4+}$  ذات نصف قطر  $0.26\text{ \AA}$  تُستبدل بـ  $\text{Al}^{3+}$  ذات نصف قطر  $0.39\text{ \AA}$  [18].

### الاستنتاجات والتوصيات:

#### الاستنتاجات:

- \_تتخفص قيمة المساحة السطحية النوعية من القيمة  $874.0\text{ m}^2/\text{g}$  إلى القيمة  $329.4\text{ m}^2/\text{g}$  عند النسبة 10% من الألومينا، وإلى القيمة  $88.9\text{ m}^2/\text{g}$  عند زيادة نسبة الألومينا إلى 20%.
- \_تتخفص قيمة حجم المسام الكلي من القيمة  $0.628\text{ ml/g}$  إلى القيمة  $0.35\text{ ml/g}$  عند النسبة 10% من الألومينا، وإلى القيمة  $0.24\text{ ml/g}$  عند زيادة نسبة الألومينا إلى 20%.
- \_تتخفص قيمة حجم المسام الدقيق من القيمة  $0.188\text{ ml/g}$  إلى القيمة  $0.117\text{ ml/g}$  عند النسبة 10% من الألومينا، وإلى القيمة  $0.026\text{ ml/g}$  عند زيادة نسبة الألومينا إلى 20%.
- \_أظهرت عينة MCM-41 القمم الرئيسية في طيف XRD الدالة على تشكل البنية الميزو مسامية.
- \_تتخفص كثافة القمم في طيف XRD للعينات حتى تكاد أن تختفي بازدياد نسبة الألمنيوم من 10% إلى 20%.
- \_أظهرت عينة MCM-41 القمم الرئيسية المميزة للبنية الميزو مسامية في طيف FT-IR.
- \_انزياح للقمة المعبرة عن وجود البنية الميزو مسامية السداسية في المجال  $785-800\text{ cm}^{-1}$  بازدياد نسبة الألمنيوم من 10% إلى 20%.

#### التوصيات:

- \_نوصي بدراسة تأثير عوامل أخرى (درجة حرارة المعالجة، درجة حرارة التكليل،...) على خواص العينات المحضرة.
- \_نوصي بدراسة الفعالية الحفزية للعينات المحضرة.

## REFERENCES:

- [1]. sing,k.s.w., everett,d.h.; haul,r.a.w., moscouu,l., pierotti,r.a., Rouguero,J., Sieminiewska,T. " Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity ", Pure Appl. Chem., 57 . 559 – 603. 1985,
- [2]. Shi F ,; Zhang Q . 2005, Chem. . Eur , J , 11, 5279 .
- [3]. Zhao . x . s ; Fabing su ; Qingfeng yan.; " Templating method for preparation of porous structures " , J . OF material chemistry, 2006, 16 , 637 , 648.
- [4]. Nevin.k.m.; Muge.s.y.; " Synthesis Of Functionalized MCM-41 Mesoporous Silica " , CBU International Conference On Innovations In Science And Education. 2017, 22-24
- [5]. Jia.y.l.; Lock.h.n.; Farouq.t.; " Template Recycling and Reuse in Mobil Crystalline Material 41 (MCM-41) Synthesis: Statistical Study " , Journal of Applied Science & Process Engineering. 2018,Vol. 5, 213-226 .
- [6]. Nathália La-Salviaa.; Juan José Lovón-Quintanaa.; and etc.; " Influence of Aluminum Addition in the Framework of MCM-41 Mesoporous Molecular Sieve Synthesized by Non-Hydrothermal Method in an Alkali-Free System " , Journal of Materials Research. 2017; Vol.20(6): 1461-1469.
- [7]. Barrer r .m . 1948, J . Chem . Soc, 127.
- [8]. Barrer r .m ., Hindsl ., White e .a ., 1953J – Chem . Soc.,1466 .
- [9]. Flanigen e .m .; Patton r .l .; Wilson s. Stud . J.surfscicatal , 1988, 37 , 31 .
- [10]. Ayham ghandour, Ibrahim raheb, and Hussam alarakad., " Preparation of the mesoporous structure of MCM-41 and the effect of some factors on the properties of the tissue structure " . Syria .Tishreen University Journal., 2022 , 2(44) , 2663\_4252.
- [11]. Jong rack sohn and Dong gun lee. " Characterization of zirconium sulfate supported on TiO<sub>2</sub> and activity for acid catalysis " . Korean .J .Chem .Eng , 2003 , 20(6) , 1030\_1036.
- [12]. hachemaoui. m; Molina. C ; Belver. C ; and etc.; " Metal-Loaded Mesoporous MCM-41 for the Catalytic Wet " , Catalysts 2021, 11, 219. Peroxide Oxidation (CWPO) of Acetaminophen
- [13]. guang yang, Yanxi deng, Hao ding, and etc., " A facile approach to synthesize MCM-41 mesoporous materials from iron ore tailing: Influence of the synthesis conditions on the structural properties " , 2015, China. 100083.
- [14]. Raheb, i.; Rumie, a.; Soleman, s. " Surface chemistry and catalysis " . directorate of university books and publications, Syria, 2005-2006.
- [15]. Nathalia la-Salviaa, Juan José lovón-Quintana, and etc., " Influence of Aluminum Addition in the Framework of MCM-41 Mesoporous Molecular Sieve Synthesized by Non-Hydrothermal Method in an Alkali-Free System " , 2017, Brasil, 20(6): 1461-1469.
- [16]. Beck j.s.,Vartuli J.c., Roth w.j.,Leonowcy m-e.,Kresge c.t., Schmitt k.d., Chu c.t.w., olsan d-h.,Sheppard e-w.,Mc cullen s.b.,Higgins j-b- and Schlenker j.l.1992,J.Am.Chem.soc.,114,10834.
- [17]. Karge,h.g., " Characterization by IR spectroscopy. In Robson verified synthesis of zeolitic materials " , 2001,New York , Jhon wiley and sons Inc, 69- 71.
- [18]. Gunda , k; Kenichi , k ; Yoshihiro, s., " Tongs to phosphoric acid supported on MCM -41 Mesoporous silicate " , 2006. Appl . Catal . A:Genrtal, 310 , 155 – 163 .