

تعيين الشروط المثلى لتحضير الجملة Al_2O_3/CdO ودراسة خواص البنية النسيجية

الدكتور عقل رومية *

الدكتور حسام الدين قواص **

سلمى القاضي ***

(تاريخ الإيداع 18 / 10 / 2015. قُبِلَ للنشر في 27 / 1 / 2016)

□ ملخص □

تم في هذا العمل تحضير الأكسيد المشترك Al_2O_3/CdO بطريقة الترسيب المشترك، وتأثير الشروط (تركيز المحلول سرعة التكليل ودرجة حرارة التكليل و pH الترسيب) على قيمة المساحة السطحية النوعية للعينات المحضرة. بلغت قيمة المساحة السطحية النوعية $344m^2/g$ عند النسبة المولية $Al_2O_3/CdO=1-0.25$ وذلك عند تحضيرها من محاليل مشبعة لأملاح الكاديوم والألمنيوم باستخدام الأمونيا المركزة كعامل مرسب عند قيمة $pH=8$ وبعد الترسيب والتجفيف تم تكليل العينة عند الدرجة $400^\circ C$ لمدة ساعتين (بالصعق).

درس تأثير نسبة الأكسيدين على عوامل البنية النسيجية وفق الشروط السابقة وذلك عند النسب:

$$Al_2O_3/CdO = 1-0, 1-0.125, 1-0.25, 1-0.5, 1-1, 0-1$$

ومن معالجة بيانات الامتزاز لهذه العينات تم تعيين عوامل البنية النسيجية لها (المساحة السطحية النوعية، نصف قطر المسام المتوسط، حجم المسام الدقيق،... إلخ)، فقد وجد أن العينة $AC_8:1-0.25$ تعطي أفضل قيمة للسطح النوعي وتحتوي على نسبة أعلى من المسامية الدقيقة.

الكلمات المفتاحية: الأكسيد المشترك Al_2O_3-CdO ، امتزاز، BET،

*أستاذ - قسم الكيمياء-كلية العلوم- جامعة تشرين - سورية.

**أستاذ مساعد - قسم الكيمياء-كلية العلوم- جامعة تشرين - سورية.

***طالبة ماجستير-كلية العلوم- جامعة تشرين - سورية

Determination of ideal conditions to preparation of system $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CdO}$ and study the texture properties

Dr. Akel Roumie *
Dr. Husam Al-dien Kawass**
Salma Al-Qadi***

(Received 18 / 10 / 2015. Accepted 27 / 1 / 2016)

□ ABSTRACT □

In this work the mixed oxide $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CdO}$ has been prepared using co-precipitation method. Many conditions (solution concentration, calcination temperature, rat of calcination temperature, and pH value of the precipitation) affected the surface area of the samples. We found that the better value of specific surface area was $344\text{m}^2/\text{g}$ when the ratio of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CdO}=1-0.25$ and the saturated solutions of alumina and cadmium were used. Ammonia concentrated solution was used as precipitation agent at $\text{pH}=8$. The prepared samples were calcinated at 400°C for 2h.

The texture properties of the samples (specific surface area pore radius, micro pore volume...etc.) were determined using adsorption data. It was found that the sample $\text{AC}_8: 1-0.25$ has the higher value of the specific surface area and contains high content of the micro pores.

KEYWORDS: $\text{CdO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ system, BET, Adsorption.

*Professor at chemical department, faculty of science, Tishreen University, Lattakia, Syria

**Professor associate at chemical department, faculty of science, Tishreen University, Lattakia, Syria

*** Postgraduate student at chemical department, faculty of science, Tishreen University, Lattakia, Syria

مقدمة:

تتميز جمل الأكاسيد المشتركة بامتلاكها خواص حمض-أساس وتعتمد هذه الخواص على بنيتها النسيجية ومساميتها وعلى طبيعة السطح الكيميائية، وتنتج الخاصة الحمضية عن إمكانية منح مجموعات OH السطحية للبروتون بالإضافة إلى قدرة الذرات المعدنية الموجودة في البنية الأكسيدية على اكتساب الإلكترونات إلى مداراتها الفارغة بينما تنتج الخواص الأساسية عن وجود الشحنة السالبة للأكسجين بعد منح البروتون بالإضافة إلى وجود OH الأساسية [1].

حضرت في العقود الأخيرة هلامات الألومينا بشكل واسع، لإنتاج أنواع مختلفة من الألومينا الفعالة (Al_2O_3) لاستخدامها كمواد مازة، وفي التطبيقات الكروماتوغرافية [2]، كما تستخدم الألومينا حالياً كحامل للحفازات الأكسيدية، مثل CoO ، Mo_2O_3 ، NiO ... إلخ [3,4] والمعدنية مثل Ni و Pt و Sn و Pd و W ... إلخ [5-8]. تكون بعض الأكاسيد المعدنية فعالة في التفاعلات الحفزية حمض/أساس، مثل Al_2O_3 في تفاعلات نزع الماء من الأغوال والأزمنة والتكسير، ويكون بعضها الآخر فعالاً في التفاعلات الحفزية أكسدة/إرجاع، مثل CdO ، NiO وغيرها [9-14]. تنشأ أثناء حدوث التفاعل الحفزي على سطوح الأكاسيد المعدنية، كما في تفاعلات الهدرجة والأزمنة مركبات مرحلية والتي تكون إما أيونية أو غير أيونية، لا يتطلب تشكل الأنواع الأيونية بنية خاصة للمراكز الفعالة وتعتمد على حمضية وأساسية السطح كما في حالة MgO و CdO والتي تعتبر حفازات نموذجية لتفاعلات هدرجة المركبات غير المشبعة الثنائية، أما التفاعلات التي تتضمن تشكل مركبات مرحلية غير أيونية فتتطلب تركيباً خاصاً للمراكز الفعالة للحفاز مثل Cr_2O_3 ZnO_2 [15].

استخدمت الأكاسيد المعدنية حديثاً في تفاعلات الأكسدة الضوئية لبعض الأيونات فقد وجد أن المحفزات V_2O_5 و ZnO و Al_2O_3 تكون حفازات فعالة عند الأكسدة الضوئية لأيونات I^- في المحاليل المائية للإيتانول، بينما CdO لا يكون كذلك [16]، كما وجد أن Al_2O_3 و CdO تكبح الأكسدة الضوئية لأيونات Fe^{2+} [17]، وحيث أن Al_2O_3 و CdO تكون حفازات فعالة لأكسدة الأنيولين إلى آزو بنزن [18].

تمتلك الأكاسيد المشتركة خواص حفزية أفضل من الخواص الحفزية لكل من الأكسيدين على حدى [19]، ويعزى ذلك إلى المفعول التآزري (التعاوني) يمكن أن ينسب إلى تشكله من ثنائي الوظيفة الحفزية، أو إلى تشكيل مركب نشط جديد ناتج من التفاعل بين الأكسيدين [20]. والأكاسيد المشتركة: هي الجمل المكونة من أكسيدين أو أكثر، والمحملة والمعززة، ومن أكثر هذه الجمل اهتماماً واستخداماً نذكر منها SiO_2-MgO [21]، $NiO-Al_2O_3$ [4]، V_2O_5-MgO و $V_2O_5-Al_2O_3$ [21,22] وغيرها. اهتم الباحثون في العقود الأخيرة كثيراً بتشكيل جمل متعددة المكون مثل الأكاسيد المشتركة والمحملة والمعززة، وذلك لزيادة فعالية وانتقائية الحفاز وثباته الحراري والميكانيكي ومقاومته للتلبد الحراري [19,22].

تحضر الأكاسيد المشتركة بالمزج الميكانيكي لهلامات الهيدروكسيدات أو الترسيب المشترك أو التغطية السطحية أو النقع [1,19,21,23]، ويمكن التحكم بسهولة بالتركيب الكيميائي لهذه الحفازات حيث أن أداء وفعالية الأكاسيد المشتركة كحفازات يعتمد على تركيب الحفاز وعلى بنيته النسيجية ومساميته [24]، وتتأثر خواص البنية النسيجية للأكاسيد المشتركة المساحة السطحية النوعية، المسامية، وتوزع حجم المسام بتركيب الأكسيد المشترك والمعالجة الحرارية التي يخضع لها [25].

أهمية البحث وأهدافه

تتمتع الأكاسيد المعدنية المشتركة بفعالية وانتقائية عاليتين في العديد من التفاعلات الكيميائية الصناعية مثل التكسير والتكرير والهدرجة والأكسدة والبلمرة... إلخ، لذلك انصب الاهتمام في تحضير جمل عدة من الأكاسيد المعدنية المشتركة عند شروط مختلفة ومن ثم دراسة التغيرات الحرارية وفعالية وانتقائية الحفاز وثباته الحراري وقوته الميكانيكية ومقاومته للتآكل الحراري، وكذلك تحديد خواص البنية النسيجية لهذه الأكاسيد وتأثير العوامل المختلفة تمهيداً لتحضير ودراسة الجملة CdO/Al_2O_3 .

يهدف البحث إلى دراسة و تحديد الشروط المثلى من (التركيز - سرعة التخليص - درجة حرارة التخليص زمن التخليص و pH الوسط) لتحضير تراكيب مختلفة من الأكاسيد المشترك Al_2O_3/CdO بطريقة الترسيب المشترك للحصول على أفضل قيم للمساحة السطحية النوعية.

طرائق البحث ومواده

1. تحضير العينات:

أ. تم تحضير جملة الأكاسيد المشترك Al_2O_3/CdO بالترسيب المشترك وذلك بتحضير محلول ممدد من كبريتات الألمنيوم $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ ومحلول كبريتات الكاديوم $3CdSO_4 \cdot 8H_2O$ (BDH) بتركيز قدره $0.125mol/l$ لكل منهما وبعد ترشيح المحلولين تم مزجهما بكميات مناسبة بحيث تكون نسبة الأكسيدين Al_2O_3/CdO 1-0.25 وإضافة العامل المرسب محلول ممدد من NH_4OH بتركيز قدره $2mol/l$ بالتقطيع مع التحريك المستمر باستخدام خلاط ميكانيكي وضبطت قيمة pH الناتج عند $pH=8$ واستمر التحريك لمدة 2h وترك الهلام للترقيد لمدة 48h ومن ثم رشح على قمع بوخزر مع التفريغ وغسل الراسب بكمية مناسبة من الماء المقطر حتى التخلص التام من شوارد SO_4^{2-} ثم جفف الراسب في مجفف كهربائي عند الدرجة $120^\circ C$ حتى ثبات الوزن طحنت العينة وتم حفظها في زجاجة مصنفرة وهي العينة الأولى .

حضرت عينة ثانية باستخدام محاليل مشبعة من كبريتات الألمنيوم وكبريتات الكاديوم واستخدمت الأمونيا المركزة كاشفاً للترسيب و أعيدت الخطوات نفسها في الفقرة السابقة ثم وضعت في زجاجات مصنفرة.

ب. حضرت عينات مختلفة من جملة الأكاسيد المشترك Al_2O_3/CdO بمزج كميات مناسبة من محاليل مشبعة من كبريتات الألمنيوم وكبريتات الكاديوم المحضرة حديثاً بالنسب المولية التالية: Al_2O_3/CdO
=1-0, 1-0.125, 1-0.25, 1-0.5, 1-1, 0-1

2. طرائق الدراسة

تم تعيين البنية النسيجية الأخرى للعينات المحضرة (المساحة السطحية النوعية، نصف قطر المسام المتوسط، حجم المسام الدقيق... إلخ)، وذلك من خلال معالجة بيانات الامتزاز التي تم الحصول عليها بطريقة امتزاز غاز النيتروجين عند الدرجة 77K وذلك باستخدام جهاز آلي مبرمج من نوع Gemini 2375 بعد تفريغ العينات في مفرغة ملحقة بالجهاز عند الضغط المنخفض عند الدرجة $250^\circ C$.

النتائج والمناقشة

أخذت كميتان محددتان من العينة الأولى والثانية للتكليس عند الدرجة 500°C باستخدام بوتقات خزفية في مرمدة من نوع (Carbolite)، وضعت الكميتان في المرمدة عند درجة حرارة الغرفة وتم رفع درجة الحرارة بسرعة تسخين 10°C/min حتى الوصول إلى الدرجة 500°C حيث تركت لمدة نصف ساعة وبعد ذلك تم إطفاء المرمدة وتركت العينات لتبرد ببطء إلى اليوم الثاني ودعيت العينات بـ AC₁: 1-0.25 AC₃: 1-0.25. أخذنا كميتين محددتين من العينة الأولى والثانية للتكليس بالصعق عند الدرجة 500°C وذلك بوضعها في المرمدة بعد الوصول إلى الدرجة 500°C وتركت لمدة نصف ساعة وبعد إطفاء المرمدة تركت العينتان لليوم الثاني ودعيت بـ AC₂: 1-0.25 , AC₄: 1-0.25، وتم الاعتماد على المساحة السطحية النوعية التي حددت بتطبيق علاقة BET الخطية التالية [26]، لتحديد الشروط المثلى.

$$\frac{X}{V(1-X)} = \frac{1}{C.V_m} + \frac{C-1}{C.V_m} X \quad (1)$$

حيث $X = P/P_0$ قيمة الضغط النسبي، V - حجم الغاز الممتز في الشروط النظامية، V_m - سعة الطبقة الأحادية، C_{BET} - ثابت.

الجدول (1) تأثير تركيز الأملاح والعامل المرسب على قيم S_{BET} المعينة من تحليل بيانات امتزاز النتروجين

العينة	pH	حرارة التكليس	سرعة التكليس	زمن التكليس	تركيز الأملاح	تركيز العامل المرسب	S_{BET} m ² /g
AC ₁ : 1-0.25	8	500	10°/min	0.5h	ممدد	ممدد	7
AC ₂ : 1-0.25	8	500	صعق	0.5h	ممدد	ممدد	32
AC ₃ : 1-0.25	8	500	10°/min	0.5h	مشبع	عالي التركيز	168
AC ₄ : 1-0.25	8	500	صعق	0.5h	مشبع	عالي التركيز	201

يبين الجدول (1) أن أفضل قيمة للمساحة السطحية النوعية هي للعينة AC₄ والتي بلغت 201m²/g حيث تركيز الأملاح في الحالة المشبعة وتركيز العامل المرسب NH_4OH العالي التركيز، وأن التكليس السريع (الصعق) أفضل الشروط من تركيز وسرعة تكليس، وتمت دراسة تأثير زمن التكليس على قيمة المساحة السطحية النوعية لهذه العينة مع بقاء العوامل الأخرى في الجدول (1) ثابتة.

الجدول (2) تأثير زمن التكليس على قيم S_{BET} المعينة من تحليل بيانات امتزاز النتروجين

العينة	pH	حرارة التكليس	سرعة التكليس	زمن التكليس	S_{BET}
AC ₄ : 1-0.25	8	500	صعق	0.5h	201m ² /g
AC ₅ : 1-0.25	8	500	صعق	1h	274m ² /g
AC ₆ : 1-0.25	8	500	صعق	2h	278m ² /g
AC ₇ : 1-0.25	8	500	صعق	4h	274m ² /g

نلاحظ من الجدول (2) أن S_{BET} تزداد من القيمة $201m^2/g$ عند زمن التكليل $0.5h$ لتصبح ثابتة تقريباً عند أزمنة تكليل $1, 2, 4$ ساعة، وتم اختيار زمن التكليل $2h$ ، وبعد ذلك درس تأثير درجة حرارة التكليل على قيم المساحة السطحية النوعية والموضحة في الجدول (3).

الجدول (3) تأثير درجة حرارة التكليل على قيم S_{BET} المعينة من تحليل بيانات امتزاز النتروجين

العينة	pH	حرارة التكليل	سرعة التكليل	زمن التكليل	S_{BET}
AC ₈ : 1-0.25	8	400	صعق	2h	344m ² /g
AC ₆ : 1-0.25	8	500	صعق	2h	278m ² /g
AC ₉ : 1-0.25	8	600	صعق	2h	236m ² /g

نلاحظ من الجدول (3) أن أفضل قيمة للمساحة السطحية النوعية هي عند درجة حرارة التكليل $400^{\circ}C$ ومن ثم تمت دراسة تأثير قيمة pH الترسيب لعينات محضرة عند قيم $pH=7,8,9$ والموضحة في الجدول (4).

الجدول (4) تأثير pH الترسيب على قيم S_{BET} المعينة من تحليل بيانات امتزاز النتروجين

العينة	pH	حرارة التكليل	سرعة التكليل	زمن التكليل	S_{BET}
AC ₁₀ : 1-0.25	7	400	صعق	2h	5m ² /g
AC ₈ : 1-0.25	8	400	صعق	2h	344m ² /g
AC ₁₁ : 1-0.25	9	400	صعق	2h	273m ² /g

نلاحظ من الجدول (4) أن أفضل قيمة للمساحة السطحية النوعية هي عند قيمة $pH=8$ ، مما سبق نلاحظ أن الشروط المثلى لتحضير جملة الأكسيد المشترك Al_2O_3/CdO بطريقة الترسيب المشترك بكاشف الترسيب NH_4OH للحصول على أفضل قيمة للسطح النوعي هي يكون تركيز الأملاح في الحالة المشبعة، وتركيز العامل المرسب NH_4OH العالي التركيز، وأن التكليل السريع (الصعق)، وزمن التكليل $2h$ ، و pH نهاية الترسيب $pH=8$ ، ودرجة حرارة التكليل $400^{\circ}C$. أي العينة $AC_8: 1-0.25$.

الجدول (5) الشروط المثلى للحصول على قيمة عالية للمساحة السطحية النوعية للجملة Al_2O_3/CdO

العينة	pH	حرارة التكليل	سرعة التكليل	زمن التكليل	عامل الترسيب	تركيز أملاح العناصر	S_{BET}
AC ₈ : 1-0.25	8	400	صعق	2h	أمونيا مركزة	مشبعة	344m ² /g

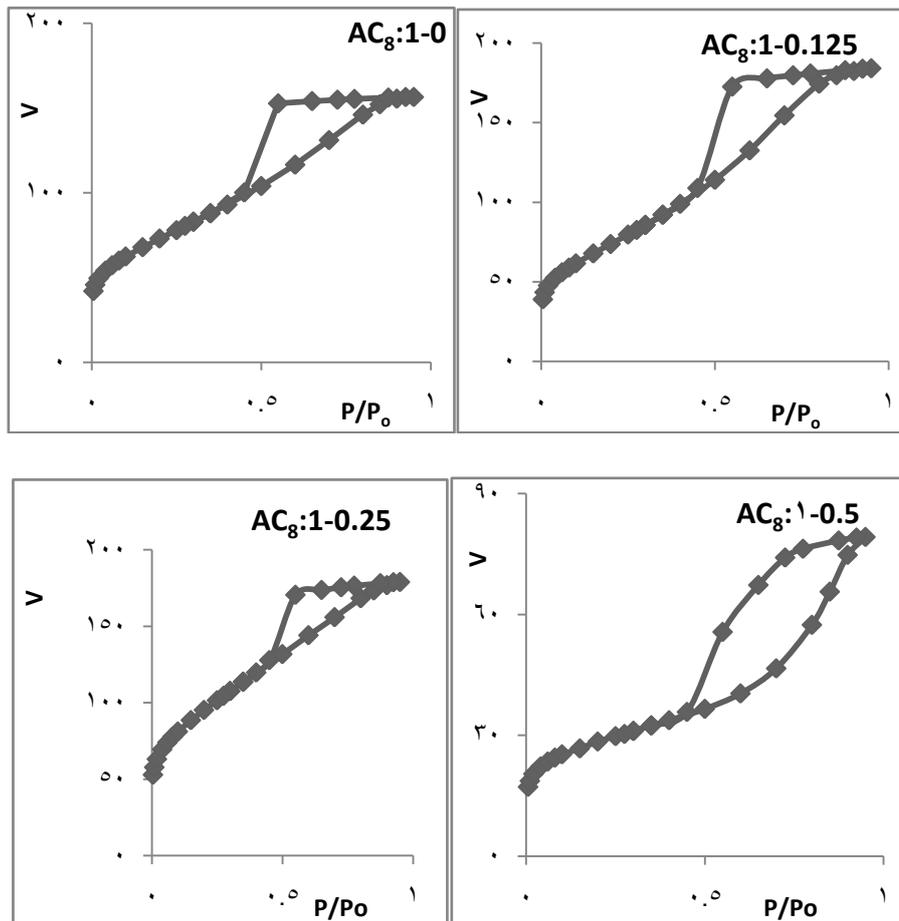
استناداً إلى الشروط المثلى للحصول على قيمة عالية للمساحة السطحية النوعية للجملة Al_2O_3/CdO والمعينة في الجدول (5) حضرت عينات مختلفة من هذه الجملة CdO بمزج كميات مناسبة من محاليل مشبعة من كبريتات الألمنيوم وكبريتات الكاديوم المحضرة حديثاً بالنسب المولية التالية:
 $Al_2O_3/CdO = 1-0, 1-0.125, 1-0.25, 1-0.5, 1-1, 0-1$

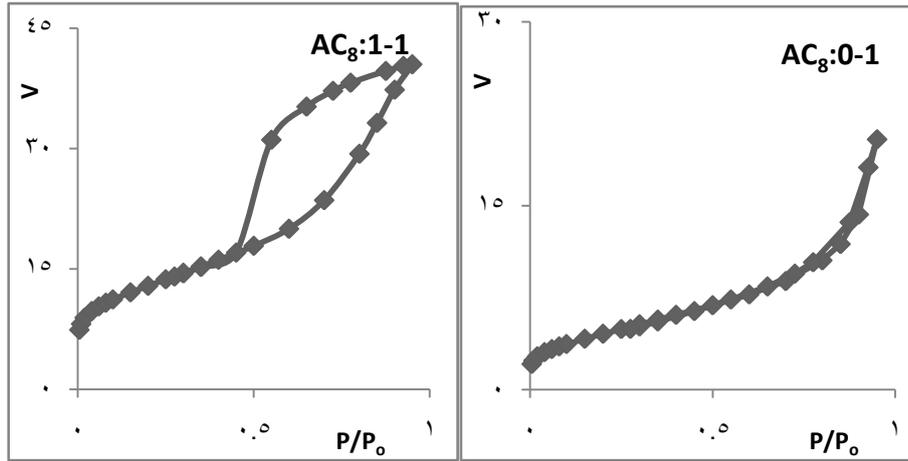
سميت العينات كما هي نسبها المولية، وتمت معالجة العينات كما سبق وأشرنا إلى الشروط المثلى التي توصلنا إليها ومن ثم تمت دراسة البنية النسيجية من تحليل البيانات الامتزازية الناتجة عن امتزاز غاز النتروجين عند الدرجة 77K، باستخدام جهاز Gemini.

يبين الشكل (1) منحنيات الامتزاز للعينات المدروسة ويظهر من الشكل أن جميع المنحنيات تنتمي إلى النوع IV حسب تصنيف سينغ ورفاقه [27]، وتظهر الأنشطة التخلفية على جميع منحنيات الامتزاز التي تتغلق عند قيمة الضغط النسبي ≈ 0.45 مما يدل على حدوث التكاثر الشعري في المسامات الانتقالية، تظهر أيضاً ركبة على منحنيات الامتزاز عند قيم الضغط المنخفض حتى 0.1 مما يدل على احتواء العينات على نسبة من المسامات الدقيقة. حسبنا المساحة السطحية S_{BET} من تحليل معطيات البيانات الامتزازية وفق العلاقة (1).

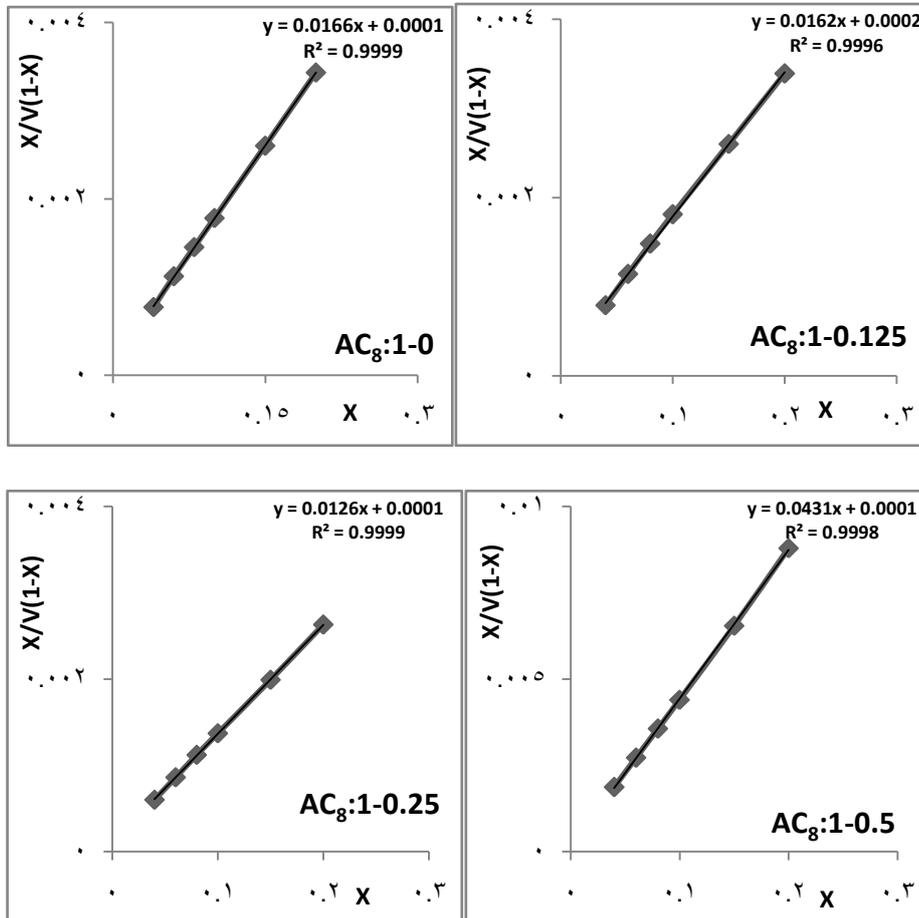
يبين الشكل (2) رسومات BET الخطية، لحساب قيمة الثابت C_{BET} ، وسعة الطبقة الأحادية V_m من قيم الميل والنقاط وفق العلاقة (1)، والتي تستخدم لحساب المساحة السطحية النوعية، وذلك من خلال قيمتي الميل والنقاط من العلاقة:

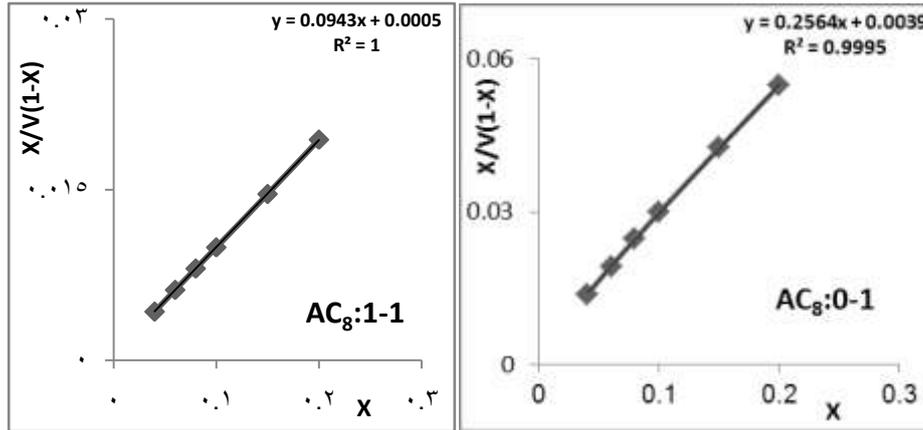
$$S_{BET} = 4.37 \times V_m \quad (2)$$





الشكل (1) يبين منحنيات الامتزاز للعينات المدروسة

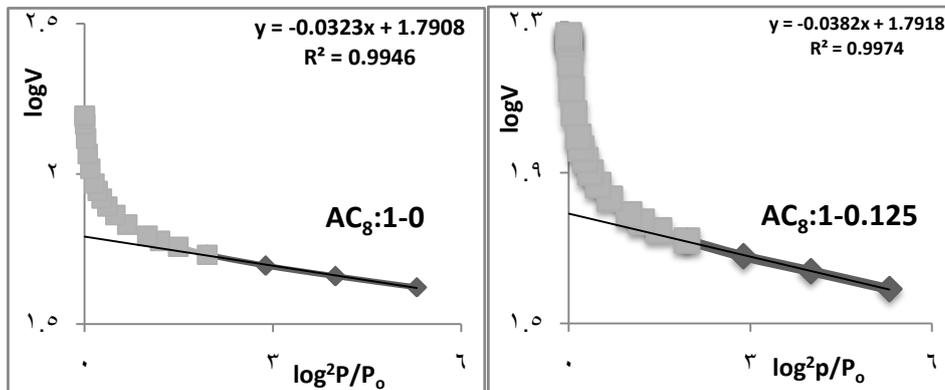


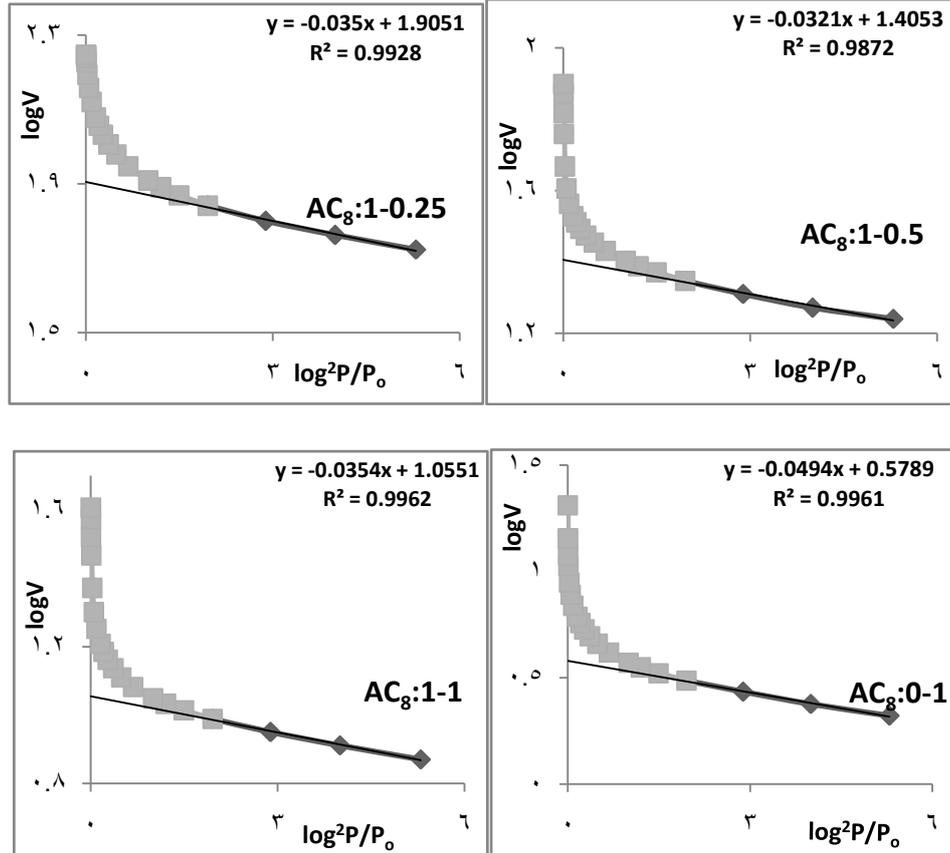


الشكل (2) يبين رسومات BET الخطية

تبين رسومات BET خطية واضحة في مجال الضغط النسبي (0.05-0.2)، وتم حساب قيمة حجم المسام الكلي V_p بوحدة ml/g وذلك عن طريق تحويل الحجم الممتز عند الضغط النسبي $P/P_0=0.95$ إلى الحالة السائلة وعلى اعتبار أن كثافة النتروجين عند الدرجة 77K تساوي 0.808 g/cm^3 وذلك بعد ضربه بالثابت $15.47 \cdot 10^{-4}$ وبعد ذلك حسبنا نصف قطر المسام الوسطي \bar{r} باستخدام العلاقة:

$$\bar{r} = \left(\frac{2V_p}{S_{BET}} \right) \times 10^3 \text{ nm} \quad (3)$$





الشكل (3) يبين علاقة دوبينين رادكوشكيفتش (DR)

حددنا حجم المسام الدقيق باستخدام طريقة دوبينين- رادكوشكيفتش DR [28] ، وذلك بتطبيق العلاقة التالية:

$$\log V = \log V_0 - D \left(\log \frac{P_0}{P} \right)^2 \quad (4)$$

حيث تمثل V_0 - حجم المسام الدقيقة، D - ثابت دوبينين ويلاحظ كما هو واضح في الشكل (3) ، من خلال المنحنيات أن المجال الخطي يقع في مجال الضغوط النسبية المنخفضة حتى 0.04 ثم يبدأ بالانحراف نحو الأعلى ونلاحظ أن المجال الخطي للعينات يتطابق تقريباً مما يدل على تشابه هذه العينات من حيث احتوائها على المسامية الدقيقة.

حسبنا باستخدام العلاقة (4) للجزء الخطي من المنحنيات في الشكل (3) قيمة كل من V_0 ، D وذلك من

التقاطع والميل ثم حسبنا نسبة المسام الدقيقة في جميع العينات وكذلك قيمة الطاقة المميزة للامتزاز E_0 بالعلاقة:

$$E_0 = 2.8574/(D)^{1/2} \quad (5)$$

يبين الجدول (6) عوامل البنية المسامية للعينات المدروسة، و نلاحظ من الجدول (6) تزايد قيمة S_{BET}

بازدياد نسبة Cd في الأكسيد المشترك لتصل إلى قيمة عظمى في العينة $AC_g: 1-0.25$ ومن ثم تتناقص، وذلك لاحتواء هذه العينة على نسبة أكبر من المسامية الدقيقة التي تسهم في ازدياد المساحة السطحية النوعية.

الجدول (6) يبين عوامل البنية المسامية للعينات المدروسة

العينة	V_p ml/g	V_o ml/g	V_m ml/g	V_{meso} ml/g	v_o/v_p x 100	\bar{r} (nm)	E_o kj/mol	D	C_{BET}	S_{BET}
AC ₈ :1-0	0.25	0.0972	59.90	0.149	38.88	1.92	15.90	0.032	167	261
AC ₈ :1-0.125	0.29	0.0975	60.97	0.193	33.60	2.18	14.6	0.038	82	266
AC ₈ :1-0.25	0.282	0.1300	78.74	0.155	46.09	1.64	15.3	0.035	127	344
AC ₈ :1-0.5	0.125	0.0400	23.15	0.085	32.00	2.48	15.9	0.032	432	101
AC ₈ :1-1	0.062	0.0175	10.55	0.026	28.23	2.69	15.2	0.036	190	46.1
AC ₈ :0-1	0.032	0.0060	3.84	0.026	18.75	3.81	12.9	0.049	66.7	16.8

يبين الجدول (6) ازدياداً في حجم المسام الكلي V_p بازدياد نسبة الكاديوم حتى النسبة AC₈:1-0.25 ثم يبدأ تناقص حجم المسام الكلي بازدياد نسبة الكاديوم بعد هذه القيمة، يزداد نصف قطر المسام الوسطي بزيادة نسبة Cd بشكل عام في جميع العينات. وكما هو واضح من الجدول (6) قيم V_o والنسبة المئوية للمسامية الدقيقة في العينات المدروسة تتناقص بشكل مشابه لتغير S_{BET} . كما يبين الجدول (6) أن قيم C_{BET} تدل على الإلفة الضعيفة بين الماز والممتز بينما يظهر من قيم E_o المنخفضة أن الامتزاز من النوع الفيزيائي، ونلاحظ من الجدول (6) أيضاً أن أفضل عينة تم الحصول عليها من حيث المساحة السطحية النوعية هي العينة AC₈:1-0.25.

الاستنتاجات والتوصيات:

- استخدام الأملاح في الحالة المشبعة و العامل المرسب NH₄OH العالي التركيز لتحضير الأكسيد المشترك يؤدي إلى زيادة في قيمة المساحة السطحية النوعية.
- التكليس بالصعق يؤدي إلى زيادة في قيمة المساحة السطحية النوعية.
- درجة حرارة التكليس الأفضل 400°C وزمن التكليس 2h و pH نهاية الترسيب 8.
- يزداد نصف قطر الوسطي للمسام بازدياد نسبة الكاديوم Cd.
- يكون الازدياد للسطح النوعي أعظمي وتكون نسبة المسام الدقيقة أكبر ما يمكن للعينة AC₈:1-0.25.
- متابعة الدراسة لتعيين الخواص حمض - أساس للعينات المحضرة.
- دراسة تأثير الثبات الحراري بطريقة TG-DTA للعينات المحضرة.
- اختبار الفعالية الحفزية لبعض من هذه العينات في تفاعل معين.

المراجع:

- [1]. GATES, B.C. *Catalytic Chemistry*. ed., John Willey & Sons, Inc New York & London, 1992, 458p.
- [2]. LIPPENS, B.C.; STEGGERDA, J.J. *Physical and chemical aspects of adsorbents and catalysts*. Ed., B.G. Linsen, Acad. Press, London and New York, 1970, Ch. 4, 171-211.
- [3]. DDEWAELE, O; FROMENT, G.F. *TAP Study of mechanism and kinetics of the adsorption and composition of methane on Ni/Al₂O₃ and NiO/Al₂O₃*. J, Catalysis Vol. 184, 1999, 499-513.
- [4]. ZHANG, X; LIU, J; JING, Y; XIE, Y. *Support effects on the catalytic behavior of NiO/Al₂O₃ for oxidative dehydrogenation of ethan to ethylene* Appl Catalysis A, 2003, general 240. 143-150.
- [5]. SONG, C.J; KWAK, C; MOON, S.H. *Effect of fluorine addition on the formation of active species and hydro treating activity of NiWS/Al₂O₃ catalysts*. Catalysis Today, 2002, 74, 193-200.
- [6]. SZYJA, B; SZCZYGIEL, J. *Energetically preferred locations of hydrocarbons in the structure of a Pt-Sn/ γ -Al₂O₃ catalysts*. J, Molecular catalysis A, 2004, Chemical, 219. 343-350.
- [7]. YU, H; KENNEDY, E.M; UDDIN, M.Z; DLUGOGORSKI, B.Z. *Catalytic hydrodehalogenation of halon 1211 (CBrClF₂) over γ - alumina – supported Ni, Pd and Pt catalysis*. Catalysis Today, 2004, 88, 183-194.
- [8]. WEST, J; WILLIAMS, B.P; YOUNG, N; RHODES, C; HUTCHINGS, G.J. *Ni- and Zn- promotion of γ -Al₂O₃ for the hydrolysis of COS under mild conditions*, Catalysis Comm., 2001, 2, 135-138.
- [9]. YOUSSEF, A.M.; FAGAL, G.A.; EL-NABARAWY, T.H. *Surface and acidic properties of toward some model reactions*. Affinidad II. 1992, Vol. 440, 247-251.
- [10]. EL-NARABAWY, T.H; ATTIA, A.A; ALAYA, M.N. *Effect of thermal on the structural textural and catalytic properties of the ZnO-Al₂O₃ system*. Material Letters, 1995, 24(5), 319-325.
- [11]. TANABE, K; *Solid solids and bases*. Catalysis Science and Technology, Ed J.R. Anderson and M. Boudart, 2, 1981, Berlin and New York, Ch5, 232-273.
- [12]. TURKY, A.M. *Electrical surface and catalytic properties of NiO as influenced by doping with CuO and Ag₂O*. Appl. Catalysis A. 2003, 247(1), 83-93.
- [13]. FALCOM, H; CABENIO, R.E; FIERRO, J.L. *Correlation of oxidation states in LaFe_xNi_{1-x}O_{3- δ} oxides with catalytic activity for H₂O₂ decomposition*. J, Catalysis, 2001, 203(2), 264-272.
- [14]. SALEM, A.M; MOKHTAR, M; EL-SHOBAKY, G.A. *Electrical properties of pure and Li₂O-doped NiO/MgO system*. Solid State Ionics, 2004, 170(1-2) 33-42.
- [15]. TANAK, K.I; OKUHARA, T. *A general aspect of catalytic hydrogenation and isomerization reactions on oxide catalyst*. J, Catalysis, 1980, 65(1), 1-8.
- [16]. KARUNAKARAN, C; SENTHELVELAN, S; KARUTHAPANDIAN, K. *Photo oxidation of iodine ion on some semiconductor and non-semiconductor surfaces*. Catalysis Com., 2004, 5, 283-290.
- [17]. KARUNAKARAN, C; DLANALEKSHMI, R; KARUTHAPANDIAN, S. *Inhibition of photo oxidation of iron II by some semiconductors*. J, Photochim & photobiology a, 2005, 170, 233-238.

- [18]. KARUNAKARAN,C; SENTHELVELAN,S. *Photo catalysis with ZrO₂ oxidation of aniline*. J, Molecular Catalysis A, 2005, 233, 1-8.
- [19]. GIRGIS,B,S; YOUSSEF,A,M; ALAYA,M,N. *Studies on the mixed oxide catalyst MgO-SiO₂*. Suface Technol.,1980, 9, 271-277.
- [20]. GUERRERO-PEREZ, M, O; JANAS, J; HABER, J; MACHEIT; MATACHOWSKI,L; FIERRO,G,L,G; BANARES,M,A. *Selective destruction of nitrogen-containing organic volatile compounds over Sb-V-O. catalysts*. Appl. Catal. B: Environmental, 2007, 71(1-2), 85-93.
- [21]. ALAYA,M,N; KARMAN,M; SAHEN,H. *Study of some surface and catalytic properties of the mixed oxide Al₂O₃-V₂O₅*. R,J, Aleppo Univ., 2001, 35, 311-324.
- [22]. CORMA,A; LOPEZ NIETO, J, M; PARADES, N. *Preparation of V-MgO catalysts nature of active species precursors*. Appl Catalysis A, 1993, 104(2), 161-174.
- [23]. GHOZZA,A,M; EL-SHOBAKY,H,G. *Effect of Li₂O-doping of CdO/Fe₂O₃ system on the formation of Nano crystalline CdFe₂O₄*. Material Sci Eng B, 2006, 127, 233-238.
- [24]. KIRUMAKKI,S,R; SHPEIZER,B,G; SAGAR,G,V; CHARY,K,V,R; CLEARFIELD,A. *Hydrogenation of naphthalene over NiO/SiO₂-Al₂O₃ catalysts Structure-activity correlation*. J, Catalysis, 2006, 242(2), 319-331.
- [25]. TWHGG,M,V; RICHARDSON,J,T. *Effect of alumina incorporation in coprecipitated NiO/Al₂O₃ catalysts*. Appl. Catalysis A, 2000, 19, 61-72.
- [26]. BRUNAUER, S; EMMET, P, H; and TELLER,E. *Adsorption of gases in multimolecular layers*. J.Am. Chem. Soc, 1938, 60, 309-319.
- [27]. GREGG, S, S, J; SING, K, S, W. *Adsorption, surface area and porosity*, Academic press, London, New York, 1984.15p.
- [28]. Dubinin.M.M; 1975, progress in surface and membrane science, Ed. Cadenhead. D.A, Danielle. J.F and Rosen bur. G.M, Acad. Press, New York, p.1-70.