اصطناع الجملة الثنائية $CdO-Cr_2O_3$ بطريقة الترسيب المشترك ودراسة خصائصها البنيوية

ياره بركات [a] أ.د.ابراهيم اسعد إسماعيل [b]

ملخص البحث:

تم في هذا العمل اصطناع الجملة الثنائية $CdCr_2O_4$ بطريقة الترسيب المشترك وتم تحديد درجة حرارة الاصطناع 800°C وبعد التأكد من تمام الاصطناع بواسطة تقنية انعراج الأشعة السينية. حسبت قرائن ميللر (hkl) للمركب الناتج وتبين أن المركب يتبلور وفق نمط السبانيل ذو البنية البلورية المكعبية وكان ثابت الشبكة البلورية ($a = 8.5747\ A^o$) ويتمتع بمجموعة التناظر الفراغية Fd3m وله عدد الصيغ في الخلية البلورية الواحدة Z=8 . وتؤكد مطيافية تحت الأحمر **FT- IR** الحصول على المركب المطلوب من خلال القمم العائدة لاهتزازات الروابط Cr-O, Cd-O. كما تم دراسة السلوك الحراري للمركب وتبين وجود أربعة قمم حرارية ماصة للحرارة آخرها عند الدرجة 514.3°C التي تدل على بداية تشكل المركب.

كلمات مفتاحية : كروميت الكادميوم ،البنية البلورية، الترسيب المشترك ، الاكاسيد المختلطة.

a : طالبة دكتوراه – قسم الكيمياء – كلية العلوم – جامعة البعث– حمص – سوريا .

b : أستاذ دكتور في قسم الكيمياء – كلية العلوم – جامعة البعث –حمص – سوريا .

Synthesis of system $CdO-Cr_2O_3$ by a co-precipitation method and study its structural characteristics

[a]Yara barakat [b]D.Ibraheem Ismaeel**

Abstract

In this research, the compound ($CdCr_2O_4$) was synthesized by a co-precipitation method. The synthesized samples were characterized using X-ray powder diffraction technology (XRD). The temperature of synthesis was 800℃. Muller indexes (hkl) were calculated for the production, It was found that the compound prepared by the Sol-Gel method crystallizes according to the natural pattern of spinel crystallization, which crystallizes according to the cubic crystal structure and the crystal cell constant (a = 8.5747 A^o)with the space group of symmestry Fd3m, Z=8. The IR spectroscopy encourage our results during the bonding vibrations of Cd-O, Cr-O. The thermal characteristic shows one endothermic effects and exothermic effects. The last one 514.3℃ explain formation of the compound .

Key words: crystal structure, Cadmium Chromite, mixed oxides, co-precipitation method.

a) PHD student: Department of chemistry-Faculty of science-Albaath university-Homs Syria.
b) professor of inorganic chemistry, Department of chemistry-Faculty of science- Al-baath university Homs-Syria.

1- مقدمة:

تعتبر طرائق تأمين امدادات الطاقة النظيفة والموثوق بها من اهم الطرائق التي اهتم بها العلماء والباحثين في القرن 21 وذلك لاهميتها الكبيرة في حياتنا اليومية والبيئية و الاقتصادية وكذلك على صحة الانسان وبالرغم من ان مصادر الطاقة الحالية تلبي احتياجاتنا من الطاقة في المستقبل القريب الا انها تحتاج الى كلفة هائله وتبعث غازات مضرة بالصحة وهي مصادر ناضبة وبالتالي فإن النقص الشديد في مصادر هذه الطاقة دفع العلماء والمهندسين لايجاد تقنيات جديدة تعتمد على الطاقة المستدامة والنظيفة وذات كفاءة عالية .

تعتبر اكاسيد المعادن النقية واكاسيد المعادن المختلطة واحدة من اهم الفئات المستخدمة كمصدر لطاقة البديلة ، ونظرا لأهمية هذه الاكاسيد رأينا ان نهتم في بحثنا هذا بدراسة اصطناع هذه الاكاسيد ودراسة خصائصها البنيوية والتطبيقية ودراسة تأثير درجات الحرارة على عملية الاصطناع. وسنلقي الضوء في هذه الدراسة على الاكاسيد المختلطة من النمط السباينل في التبلور ذات الصيغة (AB_2O_4) والتي لاقت اهتماماً كبيراً في مجال التطبيقات المتنوعة لما لها من خصائص فيزيائية وكيميائية جيدة حيث تتمتع هذه الاكاسيد بثباتها الحراري العالي ومقاومتها للتآكل ونشاطها التحفيزي وخصائصها المغناطيسية المميزه [1,2,3].

على سبيل المثال تستخدم الاكاسيد ($LiO_2–ZnO_2$) كبطاريات قابلة للشحن ويستخدم الاكسيد (SnO_2) في صناعة الخلايا الشمسية [4] وتستخدم الاكاسيد ,$MnCr_2O_4$) $NiCr_2O_4$, $CoCr_2O_4$) كمحفزات للتخلص من ملوثات مياه الصرف الصحي عن طريق تفكك المواد العضوية الموجوده فيها، ويستخدم الاكسيد ($ZnCr_2O_4$) كمحفز لتوليد الديزل الحيوي والتخلص من الميتان في محركات أجهزة الاستشعار، ويستخدم

الاكسيد ($CuCr_2O_4$) كمحفز للاكسدة التامة لاكسيد CO وزيادة معدل احتراق الوقود في الصواريخ الصلبة [5]. اما أكسيد كروميت الكادميوم ذو الصيغة $CdCr_2O_4$ له تطبيقات متعددة مثل اشباه النواقل وأجهزة الاستشعار عن بعد وهناك الكثير من الأبحاث اهتمت بدراسة خصائصه المغناطيسية [6,7,8,9,10].

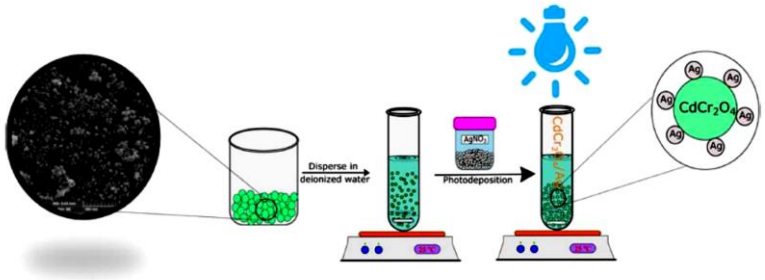
1- دراسة البنية البلورية لاكسيد كروميت الكادميوم :

ان أكسيد كروميت الكادميوم ينتمي الى نمط السباينل في التبلور الذي يتبلور وفق البنية البلورية المكعبة حيث تشغل الايونات Cd^{2+} مواقع رباعي الوجوه وأيونات Cr^{3+} مواقع ثماني الوجوه وقد ذكرت معظم المراجع ان ثابت الشبكة البلورية يقع ضمن المجال (a=8-8.7A°) وله مجموعة تناظر فراغية Fd3m وعدد الصيغ في الخلية البلورية الواحدة Z=8 . [11,12]

2- الدراسة المرجعية :

في احد المقالات المرجعية تم اصطناع الاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$ و $Ag/CdCr_2O_4$ بالطريقة الهيدروحرارية للحصول على بلورات نانوية. بداية تم تحضير $CdCr_2O_4$ وذلك باخذ 2mmol من $Cd(NO_3)_2$ و 2mmol من $CrCl_3$ وتم حلهما في 50ml من الماء المقطر ثم أضيف بالتنقيط عامل الترسيب [$(N(ET)_3$, TETA)] الى المحلول المائي ووضع الخليط بالمجففة لمدة 11 ساعة عند الدرجة 180 ℃ وبعدها تم غسل الراسب وتجفيفة وتكليسة لدرجة 800 ℃ لمدة 3 ساعات.

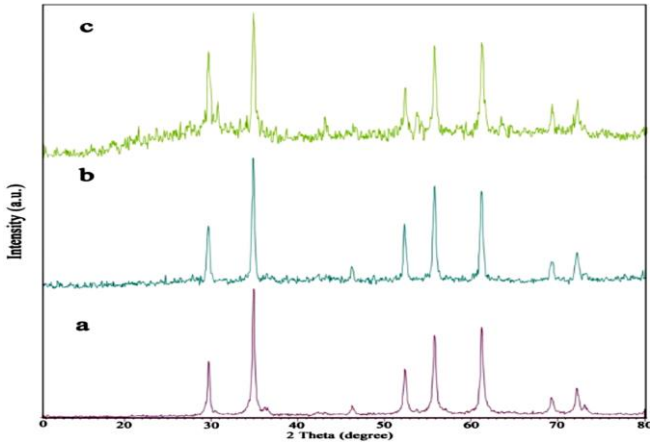
بعد ذلك تم تحضير المركب $Ag/CdCr_2O_4$ باذابة نترات الفضة في 50ml من الماء المقطر لنحصل على محلول تركيزه 0.1mM وأضيف اليه 0.1g من $CdCr_2O_4$ المحضر مسبقا ووضع المزيج في حمام مائي يعمل لمدة 30 دقيقة ومن ثم وضع المزيج في أنبوب من الكوارتز وتعريضه للاشعة فوق البنفسجية لمدة 3 ساعات وبعدها تم ترشيح الراسب وغسله



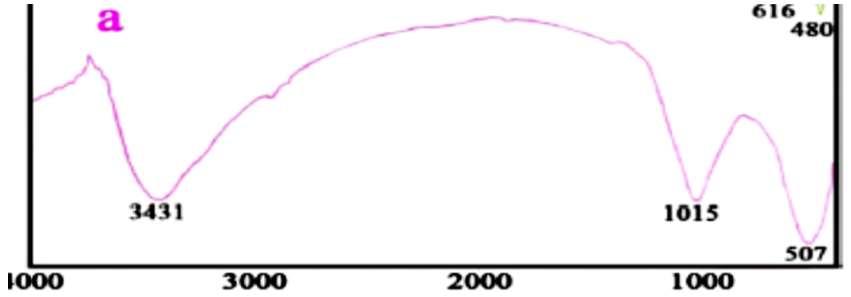
بعد ذلك تم دراسة النشاط التحفيزي للاكسيدين بواسطة مقدرته على تحليل الملوثات التاليه(الرودامين B ، ازرق الميتلين ، الموركسيد) الموجوده بالماء بوجود الاشعة فوق البنفسجية حيث حُضر المحلول الملوث بتركيز 10mg/l واخذ منه 50ml وأضيف ب 0.05g من المحفز حيث تم اجراء الاختبار في أنبوب قطره 6cm مصنوع من زجاج يسمح فقط بمرور ضوء من رتبة 420nm وكان المصباح الضوئي بقوة A400WXe وبعد 10 دقائق تم اخذ 5ml من المعلق وتم قياس الطيف الضوئي للاشعة فوق البنفسجية وتم حساب معدل التحلل من خلال تغير الكثافة

$$\frac{C_0 - c}{C_0}.100$$

تم توصيف المركب الناتج باستخدام تقنية انعراج الأشعة السينية XRD ويبين الشكل التالي النتائج التي تم الحصول عليها[13]:



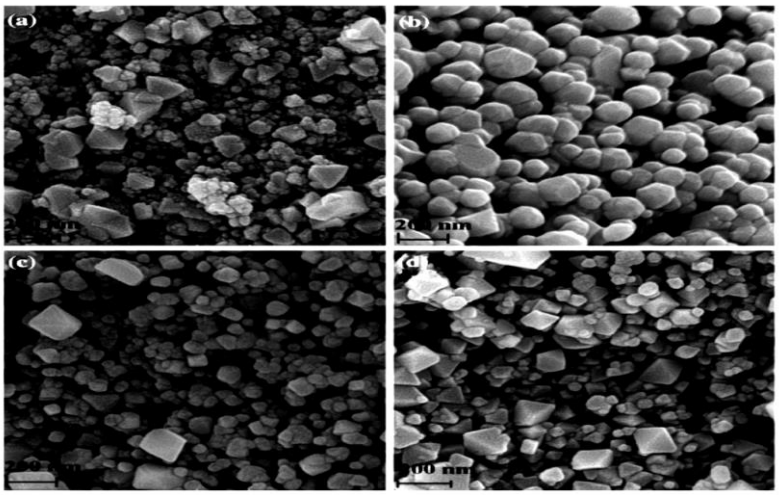
الشكل (1) مخطط انعراج الاشعة السينية للمركب $CdCr_2O_4$ المرمد عند درجات حرارة مختلفة



الشكل (2) مطيافية الأشعة تحت الحمراء للمركب $CdCr_2O_4$ المرمد عند الدرجه 800 °C

وفي عام 2016 تم دراسة تأثير تغير عامل الترسيب وقيمة ال pH ودرجة حرارة التفاعل وعامل التثبيت على اصطناع أكسيد كروميت الكادميوم $CdCr_2O_4$، حيث تم تصنيع هذا الاكسيد بطريقة الترسيب المشترك عن طريق حل 0.005mol من $Cd(NO_3)_2.4H_2O$ و 0.01mol من $CrCl_3.6H_2O$ بـ 25ml من الماء المقطر وبعدها اضيف المحلول الناتج قطره قطره الى 50ml من محلول هيدروكسيد الصوديوم مع التحريك المستمر والتسخين عند الدرجة 60 ℃ بعدها تم غسل الراسب بالايتانول وترميده لدرجة 700 ℃ لمدة 3 ساعات وقد حضرت عدة عينات بنفس الخطوات مع تغير شروط التفاعل وتغير عامل التثبيت.

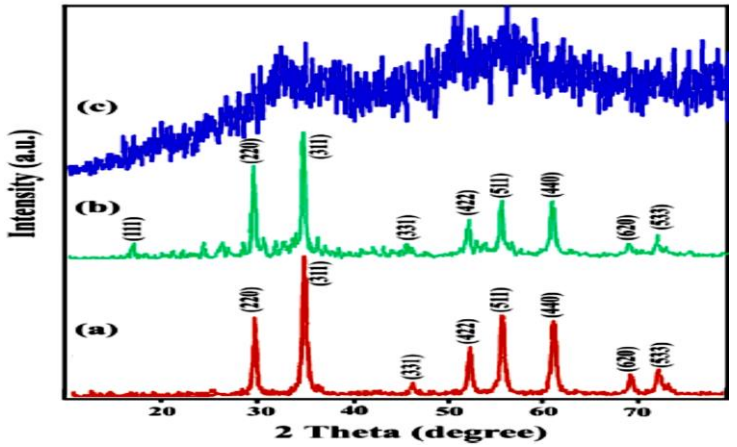
فعند تغير عامل الترسيب ,NH_3,NaOH ، ثنائي امين ايتلين (EDA)، دي امين البروبان (DAP) لوحظ تشكل البلورات بشكل مختلف ويبينها الشكل التالي:



الشكل (3) صور المجهر الماسح الالكتروني للمركب $CdCr_2O_4$ المحضر باستخدام عوامل ترسيب مختلفة (a)NH_3, (b)EDP, (c)DAP (d)NaOH

حيث نلاحظ عند استخدام عوامل ترسيب ثنائية القطب مثل EDA,DAP يمكن أن تحمي نوى البلورات المتشكلة من تكوين تجمعات بلورية متكتلة.

وبعدها تم القيام بدراسة العينات بجهاز انعراج الاشعة السينية XRD [14].



الشكل (4) مخطط انعراج الاشعة السينية للمركب $CdCr_2O_4$

وفي احد المقالات المرجعية تم اصطناع أكسيد كروميت الكادميوم بطريقة الاصطناع الصلب حيث تم طحن كميات متكافئة من الاكسيدين CdO و Cr_2O_3 بوجود كمية من الاسيتون وبعدها رمدت العينة عند الدرجة 1100 □ لمدة ثلاثة أيام [15]

3- أهمية البحث واهدافة :

نظراً للدراسات المرجعية السابقة تم التوصل إلى أن تحضير أكاسيد كروميت الكادميوم يبدي أهمية كبيرة في المجالات التطبيقية مثل الخلايا الشمسية والحفازات الضوئية

ويهدف البحث الى

- تحضير الجملة الثنائية : $CdO-Cr_2O_3$ بطريقة الترسيب المشترك ودراسة تأثير درجة الحرارة على عملية الاصطناع
- دراسة البنية البلورية للمركب الناتج بواسطة جهاز الاشعة السينية.
- تحليل العينات الناتجة بمطيافية FT-IR, DTA .

4- القسم العملي:

4-1- المواد اللازمة لاجراء البحث:

استخدمت مواد عالية النقاوة من :

الجدول (1) بعض الخصائص الفيزيائية للمواد الأولية المستخدمة بالاصطناع

اسم المركب	صيغة المركب	الكتلةالجزئية g/mol	النقاوة %	الكثافة g/cm^3	الشركة
كبريتات الكادميوم المائية	$3CdSO_4.8H_2O$	769.52	98.0%	3.08	Sigma-Aldrich
كلوريد الكروم المائي	$CrCl_3.6H_2O$	266.45	96%	1.760	Sigma-Aldrich
هيدروكسيد الصوديوم	NaOH	40.0	98%	2.13	Sigma-Aldrich

4-2- التجهيزات والمواد الكيميائية المستخدمة:

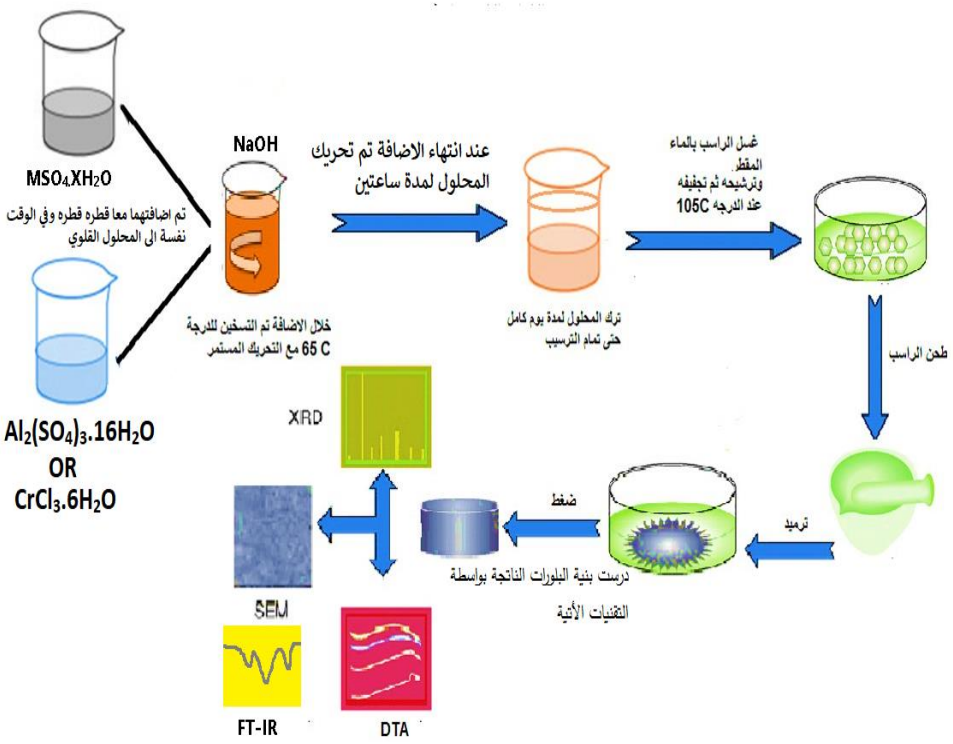
- ميزان تحليلي بدقة تصل إلى (0.0001 gr).
- مرمدة لحرق العينات وهي من نوع (Carbolite) يصل مجالها حتى الدرجة (1100 ^oC).
- مجفف لتجفيف العينات وهو من ماركة (memmert).
- جهاز انعراج الأشعة السينية للمساحيق X-Ray Powder Diffractometer من طراز Philips-PW-1840 والمجهز بعنصر الكوبالت كمصدر للأشعة (CoKα) في جامعة البعث كلية العلوم .
- جهاز التحليل الحراري التفاضلي لدراسة السلوك الحراري للعينات Differential Thermal Analysis (DTA) من نوع Chimadzu في جامعة حلب
- جهاز طيف ما تحت الأحمر IR-Spectrometer من نوع Jasco-FT/IR-4100في جامعة البعث.
- أدوات زجاجية مختلفة.
- هاون عقيق لطحن العينات للحصول على مسحوق ناعم قدر الإمكان.
- بوتقات خزفية تتحمل درجات حرارة عالية حتى (1100 ^oC).

4-3- طريقة العمل

طريقة الترسيب المشترك :

في بحثنا هذا اعتمدنا طريقة الترسيب المشترك بغية الحصول على المركب المطلوب للبحث، كون هذه الطريقة تتميز بإعطائها مزيجا متجانسا وتحتاج لدرجات حرارة منخفضة .

المخطط التالي يلخص خطوات العمل



الشكل (5) مخطط يوضح خطوات اصطناع الجملة الثنائية $CdCr_2O_4$

أولا" : تم حساب النسبة الاستكيومترية للاملاح المستخدمة من المعادله التالية

$$2CrCl_3.6H_2O + 8NaOH + CdSO_4.8H_2O \rightarrow CdCr_2O_4 + 6NaCl + Na_2SO_4 + 24H_2O$$

من المعادلة السابقة نستنتج ان النسبة الاستكيومترية للملحين $CrCl_3.6H_2O$ /$CdSO_4.8H_2O$ هي 2:1 على التتالي

ثانيا : تم حساب أوزان المواد الأولية المستخدمة بالاصطناع وذلك انطلاقا من الأوزان المولية للمواد الأولية مع مراعاة النسبة الاستكيومترية لكل ملح وتحضير محاليلها المائية والجدول التالي يبين أوزان المواد الأولية المستخدمة والمحسوبة بدقة بعد تصحيح النقاوة لكل مركب وفق المعادلات السابقة ويبين أيضاً حجم الماء المقطر المضاف لتحضير المحاليل وفق التراكيز المذكورة.

الجدول (2) أوزان المواد الأولية المستخدمة في الاصطناع

	الأملاح المستخدمة	
	$CrCl_3.6H_2O$	$CdSO_4.8H_2O$
تركيز المحلول الملحي المحضر	0.2M	0.1M
نقاوة المركب المستخدم بالنسبة المئوية	96%	98%
كتلة الملح بعد تصحيح النقاوة (gr)	5.5510	2.6174
حجم الماء المقطر المضاف (ml)	100	100

ثالثا: تم تحضير محلول المادة المرسبه NaOH وذات التركيز 0.8M وذلك عن طريق حل 3.2989g من هيدروكسيد الصوديوم ب 100ml من الماء المقطر .

رابعا: تم تسخين محاليل الاملاح حتى الدرجة 65°C وتم تثبيت هذه الدرجة طوال فترة الاصطناع

خامسا: تم إضافة كل من محلول كلوريد الكروم و محلول كبريتات الكادميوم الثنائي معا قطره قطره وبالوقت نفسه الى محلول هيدروكسيد الصوديوم مع التحريك المستمر والسريع والتسخين لدرجة 65 ℃ . فكان لون الراسب الناتج عند تشكيل الجملة $CdCr_2O_4$ اخضر

خامساً: عند الانتهاء من اضافة كامل المحلولين تم ترك المحلول معرضا للتسخين عند الدرجة 65°C مع التحريك السريع لمدة ساعتين، للحصول على أكبر نسبة من التجانس، و بعدها ترك المزيج ليستقر وإتمام الترسيب لمدة يوم كامل في درجة حرارة الغرفة.

سادساً: تم ترشيح الراسب الناتج ، وغسله عدة مرات بالماء المقطر، وذلك للتخلص من شوارد الكلور والكبريتات الفائضة ، و تجفيفه لمدة ساعتين عند الدرجة 105°C.

سابعاً :بعد التجفيف عملنا على ضغط العينات على شكل أقراص بأبعاد (قطر 5mm وسماكة 2mm) وذلك بواسطة ألة لضغط العينات .

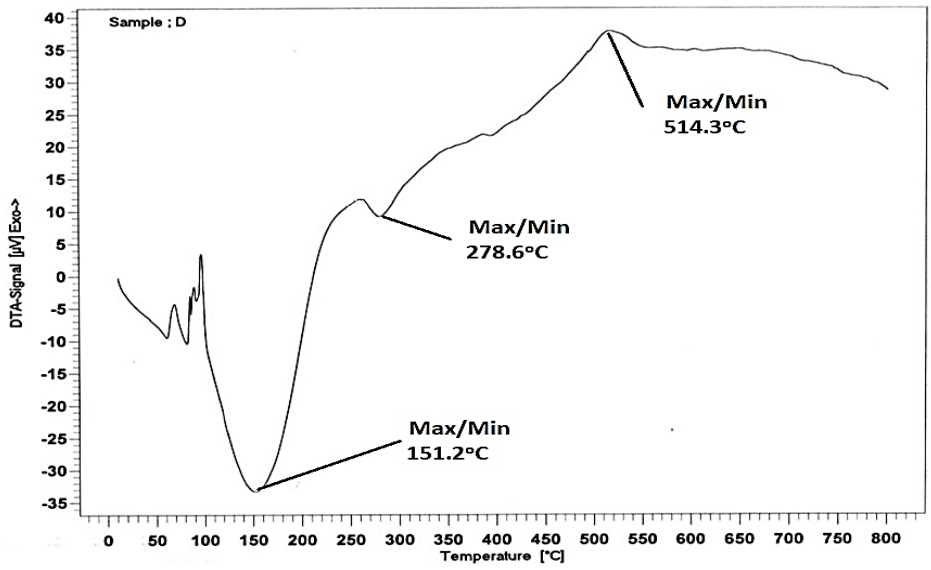
بعد هذه الخطوة تم وضع العينات في بوتقات خزفية تتحمل درجات حراره حوالي 1100°C وذلك بمعدل ثلاث اقراص في كل بوتقة ، وبعدها تم حرق العينات بدرجات حرارة مختلفة ابتداء من الدرجة 200°C حتى الدرجة 1100°C وذلك اعتمادا على المراجع ، لمدة زمنية تتراوح من 6-10 ساعات ، وبعدها تمت معرفة الدرجة الأفضل للاصطناع عن طريق الحصول على مخططات انعراج الأشعة السينية للعينات ومن ثم تم دراسة خصائص المركب الناتج بالطرائق التقنية الأتية IR, DTA, X-Ray .

5- النتائج والمناقشة:

5-1- دراسة السلوك الحراري للعينة $CdO-Cr_2O_3$ المحضره بطريقة الترسيب المشترك باستخدام جهاز التحليل الحراري التفاضلي :

من الضروري جدا قبل البدء بترميد العينة المحضرة القيام بدراسة السلوك الحراري للمركب وذلك بواسطة جهاز التحليل الحراري التفاضلي حيث تعطي دراسة المركب بهذه التقنية فكرة عن السلوك الحراري للمركب من خلال اظهار قمم تبين نوع التغيرات التي تخضع لها هذه المادة حيث تستند هذه التقنية على حقيقة أنه عندما يتم تسخين المركب فانه يخضع لتفاعلات وتغيرات كيميائية وفيزيائية التي تنطوي على تفاعلات ماصه و تفاعلات ناشره الحرارة.

والطيف التالي يوضح السلوك الحراري للعينة قبل ترميدها :



الشكل رقم (6) طيف DTA للعينة $CdO-Cr_2O_3$ المحضرة بطريقة الترسيب المشترك قبل الترميد

والجدول التالي يفسر امتصاصات طيف DTA لعينة من كروميت الكادميوم

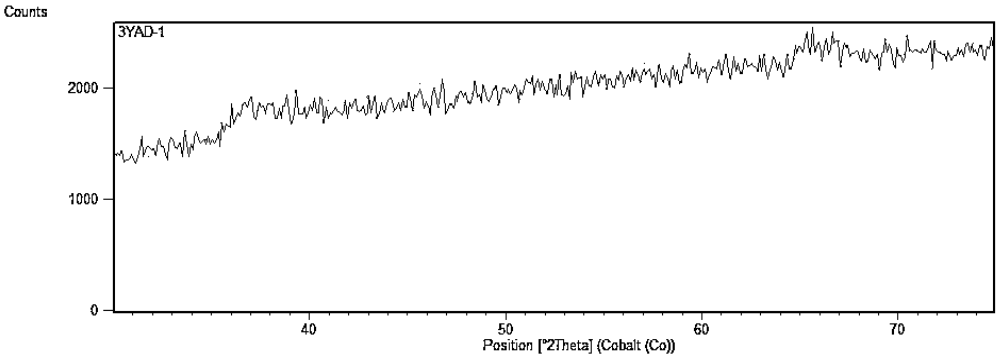
الجدول (3) امتصاصات طيف DTA لعينة من كروميت الكادميوم $CdO-Cr_2O_3$المحضرة بطريقة الترسيب المشترك قبل الترميد

DTA Peak	نوعها	التفسير
151.2□	Endo	نزع جزيئات الماء الفيزيائي
278.6□	Endo	نزع جزيئات الماء الكيميائي
514.3□	EXo	بداية تشكل الاكسيد$CdO-Cr_2O_3$

. وبذلك نتوقع ان المركب بدأ بتشكل عند الدرجة □**514.3** تقريبا و ويبقى ثابت حتى الدرجة □800ولاثبات النتائج ومعرفة معلومات اكثر نقوم بترميد العينة عند درجات الحرارة مختلفة والقيام بالتحليل الطوري للعينات بالأشعة السينية .

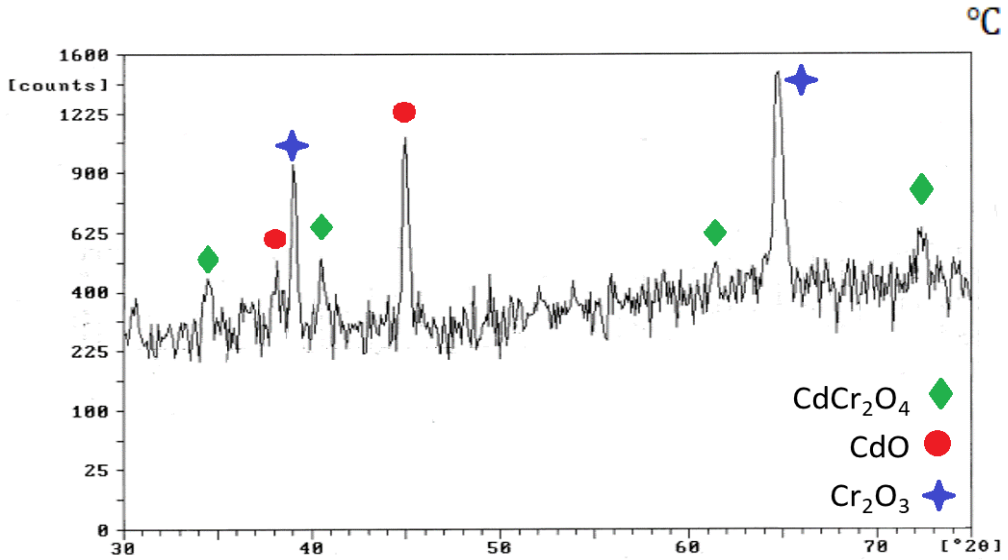
5-2- التحليل الطوري للجملة الثنائية $CdCr_2O_4$ المحضره بطريقة الترسيب المشترك باستخدام جهاز الاشعة السينية :

الشكل (7) يظهر مخطط انعراج الاشعة السينية للاصطناع غير المكتمل في الجملة $CdO-Cr_2O_3$ عند الدرجة 200℃



الشكل (7) مخطط انعراج الاشعة السينية (المسحوب عند طول موجة $CoK\alpha=1.78896A$) للعينة $CdO-Cr_2O_3$ المحضره بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 200 ℃

نلاحظ من المخطط ان جملة لم تتشكل عند هذه الدرجة فتم رفع درجة الحراره للدرجة 600 ℃



الشكل (8) مخطط انعراج الاشعة السينية (المسحوب عند طول موجة $CoK\alpha=1.78896A$°) للعينة $CdO-Cr_2O_3$ المحضره بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 600 ℃

الجدول رقم (4) يوضح نتائج التحليل الطوري بواسطة الأشعة السينية لمخطط رقم (8) حيث تم اعتماد البطاقات المرجعية التالية بتفسير النتائج :

البطاقة رقم PDF#38-1479 عائدة الى الأكسيد Cr_2O_3

البطاقة رقمPDF#05-0640 عائده الى أكسيدCdO

البطاقة رقم PDF#17-0319 عائده الى الاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$

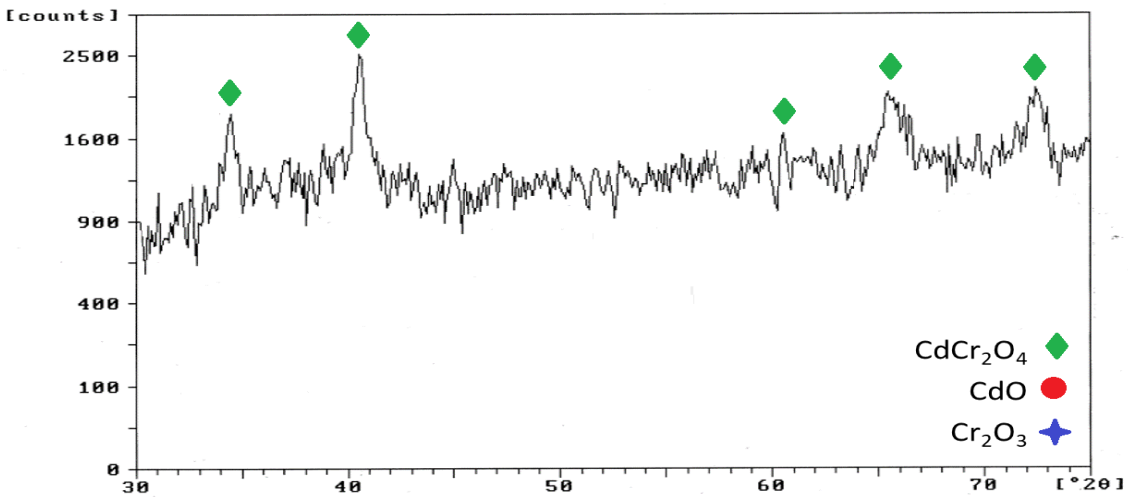
الجدول (4) قيم زوايا الانعراج للقمم الأعلى شدة في مخطط (X-Ray) للعينة $CdO-Cr_2O_3$ المحضره بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 600℃

الرقم	Peak	2θالمرجع	2θالمحضر	الشدة I/I_0
1	$CdCr_2O_4$	34.7830	34.4102	20
2	CdO	38.5160	38.1540	20
3	Cr_2O_3	39.8000	39.0000	90
4	$CdCr_2O_4$	40.4240	40.5140	30
5	CdO	44.7660	44.9000	90
6	$CdCr_2O_4$	61.2850	61.2510	10
7	Cr_2O_3	64.6690	64.7000	100
8	$CdCr_2O_4$	72.4760	72.2140	30

نلاحظ من المخطط السابق ظهور قمم تعود للاكاسيد الأولية الداخلة بتركيب المركب المطلوب

وظهور قمم تعود للمركب المطلوب وبذلك نستنتج ان عند هذه الدرجة يبدأ المركب بالتشكل وكان هذا متوقع وذلك بناء على نتائج التحليل الحراري DTA وبعدها تم رفع درجة الحرارة الى 800℃

والشكل (9) يوضح مخطط انعراج الاشعة السينية للجملة $CdO-Cr_2O_3$ عند الدرجة 800℃



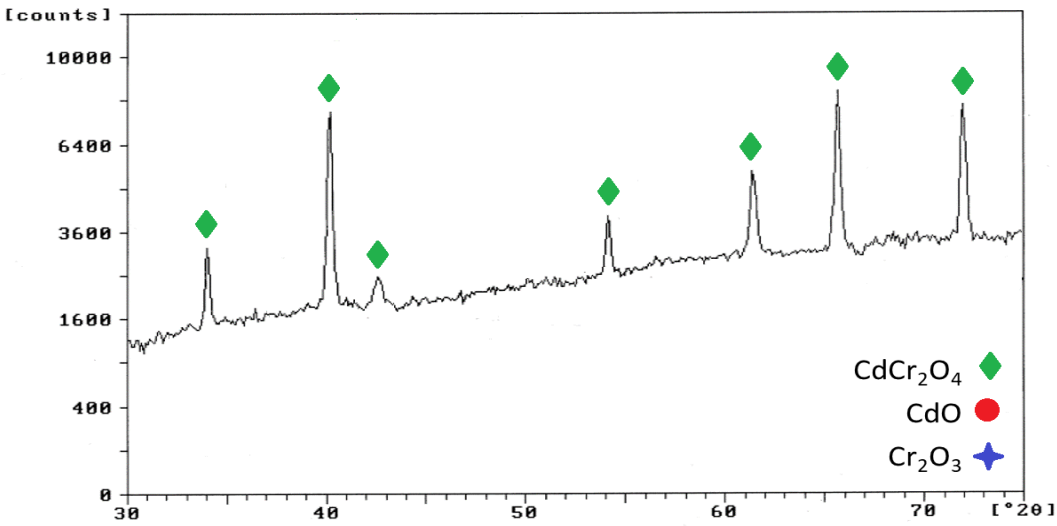
الشكل (9) مخطط انعراج الاشعة السينية (المسحوب عند طول موجة(CoKα=1.78896A°)) للاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$ المحضر بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 800 ℃

والجدول رقم (5) يوضح نتائج التحليل الطوري بواسطة الأشعة السينية لمخطط رقم (9)

الجدول (5) قيم زوايا الانعراج والمسافات بين المستويات البلورية وقرائن ميلر للجمله $CdCr_2O_4$ ذو البنية البلورية المكعبية المحضره بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 800

رقم القمة	Peak	2θالمرجع	2θالمحضر	الشدة I/I_0	d (A°)	$1/d^2$	hkl	a (A°)
1	$CdCr_2O_4$	34.2700	34.41	50	3.0239	0.1093	220	8.5529
2	$CdCr_2O_4$	40.4240	40.51	100	2.5836	0.1498	311	8.5689
3	$CdCr_2O_4$	61.2850	61.314	30	1.7541	0.3249	422	8.5936
4	$CdCr_2O_4$	65.4760	65.5	40	1.6534	0.3657	511	8.5913
5	$CdCr_2O_4$	72.1530	72.4	35	1.5144	0.4359	440	8.5670
a = 8.5747 Ao								
V= 630.4803 A·								

نلاحظ ظهور قمم تعود للمركب المطلوب وتطابق القمم الأعلى شده في المخطط السابق مع القمم الأعلى شدة بالبطاقة المرجعية العائده للجملة $CdCr_2O_4$ وذلك دليل ان المركب عند هذه الدرجة تم اصطناعه بشكل تام ولدراسة مدى ثباتية المركب تم رفع درجة الحرارة الى 1100°C



الشكل (10) مخطط انعراج الاشعة السينية(المسحوب عند طول موجة(CoKα=1.78896A°)
للاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$ المحضر بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 1100℃

نلاحظ من المخطط السابق ان المركب بقي ثابت ولم يتفكك عند هذه الدرجة حيث نلاحظ بقاء ظهور القمم العائدة للمركب المطلوب بشكل واضح وازدياد عدد القمم وشدتها وحدتها مما يدل على تبلور الاكسيد بشكل جيد والجدول التالي يوضح قيم زوايا الانعراج لهذا المخطط وتفسيرها

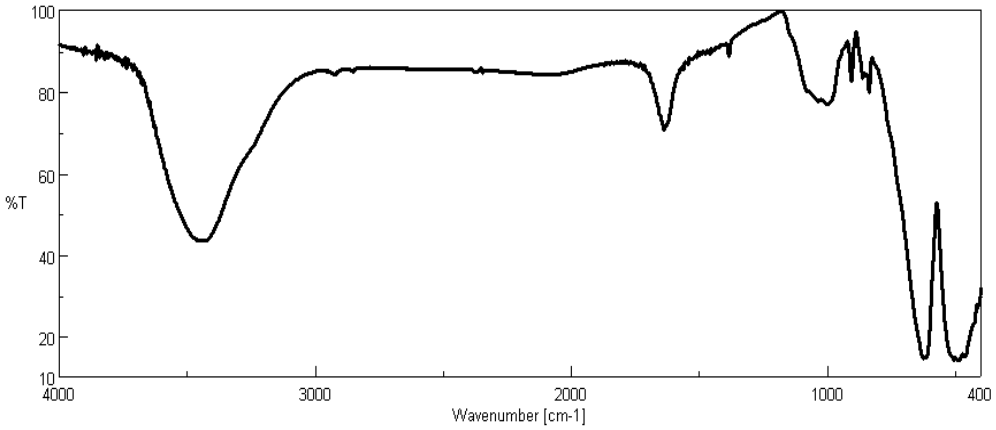
الجدول (6) قيم زوايا الانعراج والمسافات بين المستويات البلورية وقرائن ميلر للجملة
ذو البنية البلورية المكعبية المحضر بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 1100 $CdCr_2O_4$

رقم القمة	Peak	2θالمرجع	2θالمحضر	الشدة I/I_0	d (A°)	$1/d^2$	hkl	a (A°)
1	$CdCr_2O_4$	34.2700	34.01	65	3.0584	0.1069	220	8.6505
2	$CdCr_2O_4$	40.4240	40.01	100	2.6145	0.1462	311	8.6715
3	$CdCr_2O_4$	42.2840	42.5	3.1	2.4678	0.1641	222	8.5489
4	$CdCr_2O_4$	53.9490	54.02	4	1.9695	0.2577	331	8.5849
5	$CdCr_2O_4$	61.2850	61.3	15.2	1.7545	0.3248	422	8.5954
6	$CdCr_2O_4$	65.4760	65.7	28	1.6489	0.3677	511	8.5681
7	$CdCr_2O_4$	34.2700	71.9	21	1.5235	0.4308	440	8.6185
a = 8.6054 A°								
V = 637.2632 A^{o3}								

ومما سبق نستنتج ان المركب بدأ بتشكل عند درجة الحرارة 550°C واصبح طور واحد عند الدرجة 800°C ونستدل على ذلك من تحول اللون من الأخضر المسود الى اللون الأخضر الساطع وبقي ثابت حتى الدرجة 1100°C وذلك يتوافق مع نتائج تحليل ال DTA التي ذكرت سابقا

3-5- دراسة الاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$ المحضر بطريقة الترسيب المشترك باستخدام طيف الأشعة تحت الحمراء:

ان الشكل رقم (11) يظهر طيف الأشعة تحت الحمراء لعينة كروميت الكادميوم التي تم حرقها عند الدرجة 800°C



الشكل (11) طيف الأشعة تحت الحمراء للاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$ المحضر بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 800°C

حيث يظهر الطيف أنه يوجد أربع قيم امتصاص، والجدول التالي يفسر النتائج.

الجدول (7) قيم الامتصاصات البارزه للاكسيد المختلط $CdCr_2O_4$ المحضر بطريقة الترسيب المشترك عند الدرجة 800°C

نمط الاهتزاز	العدد الموجي Cm^{-1}
اهتزاز امتطاط لرابطة O-H	3435.56
اهتزاز الحني لجزيئات الماء ضمن البنية البلورية	1637.27
اهتزاز امتطاط لرابطة Cd-O	836.9-905.4-624.8
اهتزاز امتطاط لرابطة Cr-O	486.8

من خلال القمم العائدة لاهتزازات الروابط Cd–O,Cr–O الموجودة ضمن التنسيق البلوري CdO_4, CrO_4 إنما تؤكد وجود المركب المطلوب وهو $CdCr_2O_4$

6- الخلاصة:

مما سبق يمكن أن نستنتج النتائج التالية:

1) تم اصطناع المركب $CdCr_2O_4$ بطريقة الترسيب المشترك وحددت درجة حرارة الاصطناع عند الدرجة 800 .
2) تم التحكم بطريقة الاصطناع ومعرفة نتيجته باستخدام تقنية انعراج الأشعة السينية.
3) حسبت قرائن ميللر للمركب الناتج وتبين أن المركب يتبلور وفق نمط التبلور المكعبي للخلية الأساسية التي تتمتع بأبعاد ثابت الشبكة البلورية $a = 8.5747\ A^o$ وحجم $V= 630.4803\ (A^0)^3$ و مجموعة تناظر فراغية Fd3m و عدد الصيغ في الخلية البلورية الواحدة Z=8 وحده.
4) مخطط الطيف تحت الأحمر IR يؤكد الحصول على المركب المطلوب .
5) تمت دراسة السلوك الحراري للمركب وتبين وجود ثلاث آثار حرارية .

7- **المراجع** :

1- Gawande MB, Pandey RK, Jayaram RV. **Role of mixed metal oxides in catalysis science—versatile applications in organic synthesis**. Catalysis Science & Technology. 2012;2(6):1113-25.

2- Zakrzewska K. **Mixed oxides as gas sensors**. Thin solid films. 2001 Jul 16;391(2):229-38.

3- Hasin P, Koonsaeng N, Laobuthee A. **Nickel-aluminium complex: a simple and effective precursor for nickel aluminate ($NiAl_2O_4$) spinel**. Maejo International Journal of Science and Technology. 2008 Jan 1;2(1):140-9.

4- Yuan C, Wu HB, Xie Y, Lou XW. **Mixed transition-metal oxides: design, synthesis, and energy-related applications**. Angewandte Chemie International Edition. 2014 Feb 3;53(6):1488-504.

5- DURRANI, Shahid Khan, et al. **Hydrothermal synthesis and characterization of nanosized transition metal chromite spinels**. *Turkish Journal of Chemistry*, 2012, 36.1: 111-120**.**

6- Traversa, Gnappi.G, Montenero.A, Gusmano.G, **Ceramic Thin Films by Sol-Gel Processing as Novel Materials for Integrated Humidity Sensors, Sensors and Actuators** B, Vol. 31, No. 1-2, (1996), pp. 59-70.

7- SAWADA, Y., et al. **High-field optical spectroscopy of the chromium spinel CdCr2O4.** In: Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing, 2014. p. 042028.

8- CHUNG, Jae-Ho, et al. **The Magnetic Phase Transition and Spin Fluctuations in the Geometrically Frustrated**

Antiferromagnetic Spinel CdCr2O4: An Experiment Using the SPINS Triple-Axis Spectrometer. 2007.

9- KOJIMA, E., et al. **Full-magnetization of geometrically frustrated CdCr 2 O 4 determined by Faraday rotation measurements at magnetic fields** up to 140 T. Physical Review B, 2008, 77.21: 212408.

10- MATSUDA, Masaaki. **Magnetic structure of a frustrated antiferromagnetic spinel CdCr2O4 studied by spherical neutron polarimetry**. Physica B: Condensed Matter, 2007, 397.1-2: 7-10.

11- KIM, Jung-Hwa, et al. **Synchrotron x-ray study of lattice vibrations in CdCr2O4.** Journal of the Physical Society of Japan, 2011, 80.7: 073603.

12- BOLANDHEMAT, N.; RAHMANA, M.; SHUAIBUA, A**. Structural, Electronic and Magnetic Properties of Geometrically Frustrated Spinel CdCr2O4** from First-principles Based on Density Functional Theory. J Material Sci Eng, 2016, 5.250: 2169-0022.1000250.

13- ABBASI, Ali, et al. **Normal spinel CdCr2O4 and CdCr2O4/Ag nanocomposite as novel photocatalysts, for degradation of water contaminates**. Separation and Purification Technology, 2018, 195: 37-49.

14- MOUSAVI, Zahra, et al. **Synthesis and characterization of hydrophilic and semiconductor cadmium chromite**

nanostructures. Journal of Electronic Materials, 2016, 45.11: 5739-5745.

15- ARÉVALO-LÓPEZ, Ángel M., et al**. Spinel to CaFe2O4 transformation: Mechanism and properties of β-CdCr2O4**. Inorganic chemistry, 2010, 49.6: 2827-2833.