











المراجع  
References  
المراجع  
References

ملخص الرسالة

باللغة الإنجليزية

Summary



المستخلص

Abstract







السيرة الذاتية  
للباحث

قائمة  
الرموز  
والمصطلحات

صور من الأبحاث المنشورة  
والتي تحت النشر  
لبعض العملي في الرسالة

## References:

1. Iqbal M.J. *and* Farooq S. (2007), J. Mater. Sci. Eng., 136, 12, (140-147).
2. Gritsyna V. T., Bobkov V. V., Gokov S. P., Gritsyna V. V. *and* Shevchenko D. I. (2008), J. Vacuum, 82, 9, (888-894).
3. Kubota M. *and* Cizek P. (2008), J. Alloys and Comp., 457, 1-2, (209-215).
4. Satyanarayana L., Reddy K.M. *and* Manorama S.V. (2003), Sens. Actuators B, 89, 1-2, (62-67).
5. Anantharaman M. R., Jagatheesan S., Malini K. A., Sindhu S., Narayanaswamy A., Chinnasamy C. N., Jacobs J. P., Reijne S., Seshan K., Smits R. H. H. *and* Brangersma H. H. (1998), J. Magn. Magn. Mater., 189, 1, (83-88).
6. Ahmed M. A., Alonso A., Cilleruelo C., Abanades J.C. *and* Palacios J. M. (2000), J. Solid State Ionics, 138, 1-2, (51-62).
7. Gabal M.A., El-Bellihi A. A., *and* El Bahanassawy H.H. (2003), J. Mater. Chem. Phys., 81, 1, (174-182).
8. Anantharaman M. R., Sindhu S., Jagadeesan S., Malini K. A. *and* Kurian P. (1999), J. Phys. D, 32, 15, 1801.
9. Pandit A.A., More S.S., Dorik R.G., *and* Jadhav K.M. (2003), J. Bull. Mater. Sci, 26, 5, (517-521).
10. Sepelak V., Wide L., Steinike U. *and* Becker K.D. (2004), J. Mater. Sci. Eng., 375-377, (865-868).
11. Deb P., Basumallick A. *and* Das S. (2007), J. Solid State Comm., 142, 12, (702-705).

12. Kumar A.M., Varma M. C., Dube C.L., Rao K.H. *and* Kashyap S.C. (2008), J. Magn. Mater., 320, 14, (1995-2000).
13. Yuping W., Feng X., Liangchao L., Hui L., Haizhen Q. *and* Jing J. (2008) , J. Mater. Chem. Phys., 112, 3, (769-773).
14. Gunjekar J.L., More A.M., Shinde V.R. *and* Lokhande C.D. (2008), J. Alloys Comp., 465, 1-2, (468-473).
15. Batoo K. M., Kumar S., Lee C. G. *and* Alimuddin (2008), J. Current Appl. Phys., 9, 5, (1072-1078).
16. Gunjekar J. L., More A. M., Gurav K. V. *and* Lokhande C. D. (2008), J. Appl. Surf. Sci., 254, 18, (5844-5848).
17. Iqbal M. J. *and* Siddiquah M. R. (2008), J. Alloys Comp., 320, 6, (845-850).
18. Manjurul M. H., Huq M. *and* Hakim M. A. (2008), J. Mater. Chem. Phys., 112, 2, (580-586).
19. Nalbandian L., Delimitis A., Zaspalis V. T., Deliyanni E. A., Bakoyannakis D. N. *and* Peleka E. N. (2008), J. Microp. Mesop. Mater., 114, 1-3, (465-473).
20. Liu Y. *and* He S. (2008), J. Magn. Mater., 320, 23, (3318-3322).
21. Melagiriappa E., Jayanna H. S. *and* Chougule B. K. (2008), J. Mater. Chem. Phys., 112, 1, (68-73).
22. Gul I. H. *and* Maqsood A. (2008), J. Alloys Comp., 465, 1-2, (227-231).
23. Farea A. M. M., Kumar S., Batoo K. M., Yousef A., Lee C. G. *and* Alimuddin (2008), J. Alloys Comp., 464, 1-2, 22.
24. Kaiser M. (2009), J. Alloys Comp., 468, 1-2, (15-21).
25. Kapse V. D., Ghosh S. A., Raghuwanshi F. C., Kapse S. D. *and* Khandekar U. S. (2009), Talanta, 78, 1, (19-25).

26. Rafferty A., Gun'ko Y. *and* Raghavendra R. (2009), J. Mater. Res. Bull., 44, 4, (747-752).
27. Sun K., Lan Z., Yu Z., Li L., Ji H. *and* Xu Z. (2009), J. Mater. Chem. Phys., 113, 2-3, (797-802).
28. Bammannavar B. K., Naik L.R., Pujar R. B. *and* Chougule B. K. (2009) , J. Alloys Comp., 477, 1-2, (L4-L7).
29. Veena G. E., Al-Omari I. A., Malini K. A., Joy P. A., Kumar D. S., Yoshida Y. *and* Anantharaman M. R. (2009), J. Magn. Magn. Mater., 321, 8, (1092-1099).
30. Deganello F., Marci G. *and* Deganello G. (2009), J. Euro. Ceram. Soc., 29, 3, (439-450).
31. Roy P. K. *and* Bera J. (2009), J. Magn. Magn. Mater., 321, 4, (247-251).
32. Yua R., Li Z., Wang D., Lai X., Xing C., Yang M. *and* Xing X. (2010), J. Scripta Mater., 63, 2, (155-158).
33. Ahmed M. A., EL-Sayed M. M. *and* EL-Desoky M. M. (2010), J. Physica B: Cond. Matt., 405, 2, (727-731).
34. Feng M., Yang A., Zuo X., Vittoria C., Harris V. G. (2010), J. Appl. Phys., 107, 9, (09A521 - 09A521-3).
35. Patange S. M., Shirsath S. E., Jadhav S. S., Lohar K. S., Mane D. R. *and* Jadhav K. M. (2010), J. Mater. Lett., 64, 6, (722-724).
36. Hasmonay E., Depeyrot J., Sousa M. H., Tourinho F. A., Bacri J. C. *and* Perzynski R. (1999), J. Magn. Magn. Mater., 201, 1-3, (195-199).
37. Verma A., Goel T. C. *and* Mendiratta R. G. (2000), J. Magn. Magn. Mater., 208, 1-2, (13-19).
38. Chae K. P., Kim W. K., Lee S. H. *and* Lee Y. B. (2001), J. Magn. Magn. Mater., 232, 3, (133-138).

39. UL-Islam M. (2001), Bahauddin Zakariya University, Multan, Mater. Sci., p. 79.
40. Rana S., Gallo A., Srivastava R. S. and Misra R. D. K. (2007), J. Acta Biomater., 3, 2, (233-242).
41. Giria J., Pradhan P., Somani V., Chelawat H., Chhatre S., Banerjee R. and Bahadur D. (2008), J. Magn. Magn. Mater., 320, 5, (724-730).
42. Tahar L. B., Artus M., A. S., Smiri L. S., Herbst F., Vaulay M. J., Richard V., Grenèche J. M., Villain F. and Fiévet F. (2008), J. Magn. Magn. Mater., 320, 23, (3242-3250).
43. Wang Q., Yang X., Li S., Chen Y., Zhang H., Yang H. (2008), J. Magn. Magn. Mater., 320, 23, (3297-3302).
44. Wang Y., Li L., Jiang J., Liu H., Qiu H. and Xu . (2008), J. React. Func. Polym., 68, 11, (1587-1593).
45. Park S. I., Kim J. H., Kim C. G. and Kim C. O. (2008), J. Current Appl. Phys., 8, 6, (784-786).
46. Kumar S., Farea A. M. M., Batoor K. M., Lee C. G., Koo B. H., Yousef A. and Alimuddin (2008), J. Physica B: Cond. Matt., 403, 19-20, (3604-3607).
47. Teja A. S. and Koh P. Y. (2009), J. Prog. Cryst. Growth Charact. Mater., 55, 1-2, (22-45).
48. Sertkol M., Köseoğlu Y., Baykal A., Kavas H. and Başaran A. C. (2009), J. Magn. Magn. Mater., 321, 3, (157-162).
49. Ahmed Y. M. Z., Hessien M. M., Rashad M. M. and Ibrahim I. A. (2009), J. Euro. Ceram. Soc., 29, 3, (439-450).
50. Vidal A. C., Lavela P. and Tirado J. L. (2010), J. Solid State Ionics, 181, 13-14, (616-622).
51. Zang Y., Lin J. and Wen D. (2010), J. Mater. Sci. Technol., 26, 8, (687-692).

52. Deraz N. M. (2010), J. Alloys Comp., 501, 2, (317-325).
53. Park J. H., Jeong Y. K., Ryu S., Son J. Y., and Jang H. M. (2010), J. Appl. Phys. Lett., 96, 19, (192504-192504-3).
54. Hoque S. M., Choudhury M. A. and Islam M. F. (2002), J. Magn. Magn. Mater., 251, 3, (292-303).
55. Tawfik A. and Hemeda O. M. (2002), J. Mater. Lett., 56, 5, (665-670).
56. Hemeda O. M. (2002), J. Magn. Magn. Mater., 251, 1, (50-60).
57. Shitre A. R., Kawade V. B., Bichile G. K. and Jadhav K. M. (2002), J. Mater. Lett., 56, 3, (188-193).
58. Singh R. N., Singh N. K. and Singh J. P. (2002), J. Electrochimica Acta, 47, 24, (3873-3879).
59. Tawfik A., Hamada I. M. and Hemeda O. M. (2002), J. Magn. Magn. Mater., 250, (77-82).
60. Valenzuela O. A., Aquino J. M., Galindo R. B., Cerda L. A. G., Fernández O. R., Fannin P. C. and Giannitsis A. T. (2005), J. Magn. Magn. Mater., 294, 2, (e37-e41).
61. Wang H. B., Liu J. H., Li W. F., Wang J. B., Wang L., Song L. J., Yuan S. J. and Li F. S. (2008), J. Alloys Comp., 461, 1-2, (373-377).
62. Mathe V. L. and Kamble R. B. (2008), J. Mater. Res. Bull., 43, 8-9, (2160-2165).
63. Deraz N. M. (2008), J. Analytical Appl. Pyrolysis, 82, 2, (212-222).
64. Xiong C. S., Wei F. F., Xiong Y. H., Li L. J., Ren Z. M., Bao X. C., Zeng Y., Pi Y. B., Zhou Y. P., Wu X. and Zheng C. F. (2009), J. Alloys Comp., 474, 1-2, (316-320).
65. Shobana M. K., Sankar S. and Rajendran V. (2009), J. Alloys Comp., 472, 1-2, (421-424).



66. Ahmed M.A., Garcia E., Alonso L. *and* Palacios J.M (2000), J. Appl. Surf. Sci., 156, 1-4, (115-124)..
67. Williamson G. K., Smallman R. E. (1956), J. Philos. Magaz., 1, 1, (34 – 46).
68. Cullity B. D. (1978), (Elements of X-ray Diffraction; Addison-Wesley: Reading), MA.
69. Sharma S. *and* Sharma N. D. (2006), J. Pure Appl. Phys., 44, 3, (220-226).
70. Sattar A. A , El-sayed H. M. *and* Agami W. R. (2006), J. Mater. Eng. Perf., 16, 5, (573-577).
71. Da Costa G. M. (1995-1996), Mössbauer Spectroscopy and X-ray Diffraction Studies of Maghemite ( $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) and Aluminum-Substituted Maghemites [ $\gamma\text{-(Fe}_{1-y}\text{Al}_y)_2\text{O}_3$ ] with  $0.0 \leq y \leq 0.66$ , Ch. 2, (21-32).
72. De G. E., Vandenberghe R. E. *and* Dauwe C. (2005), ILEEMS: Methodology and Applications to Iron Oxides. Hyperfine Interactions, 161 , 1-4, (147-160).
73. Dyar M. D., Agresti M. D., D. G., Schaefer M., Grant C. A., *and* Sklute E. C. (2006), Mössbauer Spectroscopy of Earth and Planetary Materials., Annual Reviews of Earth and Planetary Science, 34, (83-125).
74. May L. (1971), An Introduction to Mössbauer Spectroscopy, New York, Plenum, pp 203.
75. Bancroft G.M. (1973), Mössbauer Spectroscopy, An Introduction for Inorganic Chemists and Geochemists, Mc Graw Hill, pp. 251.
76. Gonser U. (1975), From a Strange Effect to Mössbauer Spectroscopy, In: Mössbauer Spectroscopy, (ed U. Gonser) Ch.1, pp. (1-48), Springer- Verlag.

77. Hawthorne F. C. (1988), J. Mössbauer Spectroscopy, Reviews in Mineralogy, 18, (255-340).
78. Debye, Peter (1913), Ann. d. Phys, 348, 1, (49–92).
79. Waller, Ivar (1923, Zeitschrift für Physik A Hadrons and Nuclei, 17, (398–408)..
80. De G. E. , and Van A. A. , (1991) , Evaluation of ferrous and ferric Mössbauer fractions Phys. Chem. Minerals., 18, (337-342).
81. Vandenberghe R. E. , and De G. E. (1989), Mössbauer Studies of Oxidic Spinel, In Mössbauer Spectroscopy Applied to Inorganic Chemistry (eds. G. J. Long, and F. Grandjean), 3, 3, (59-182), Plenum Press.
82. Armstrong J. R., Morrish A. H., and Sawatzky G. A. (1966) Mössbauer Study of Ferric Ions in the Tetrahedral and Octahedral Sites of a Spinel , phys. Lett., 23, (414-416).
83. Gurewitz E. and Atzmony U. (1982), Phys. Rev. B11, (6093-6098).
84. Shirane G., Cox D. E. and Ruby S. L. (1962), Phys. Rev., 125, (1158-1165).
85. Cruz J. M. R., Morais P. C. and Neto K. S. (1986), Phys Lett. A, 116, 45.
86. Guo W. Q., Malus S., Ryan D. H. and Altounian Z. (1999), J. Phys.: Condens. Matt., 11, 33, (6337-6346).
87. Hamdeh H. H., Ho J. C., Oliver S. A., Willey R. J., Oliveri G. and Busca G. (1997), J. Appl. Phys., 81, (1851-1857).
88. Hussian M. M. (2008), J. Magn. Magn. Mater., 320, 21, 2800.
89. Swartzendruber L.J., Bennett L.H. and Watson R.E. (1976), J. Phys. F: Mater. Phys., 6, 12, 331 .
90. Caër G. L. and Dubois J. M. (1979), J. Phys. , 12, 1087.
91. Satyanarayana L., Reddy K. M. and Manorama S. V. (2003), Sens. Actuators B, 89, 62.

92. Liu X., Wang J., Gan L. M., Ng S. C. *and* Ding J. (1998), J. Magn. Magn. Mater, 184, p. 344.
93. Mostafa N. Y. (2005), J. Mater. Chem. Phys., 94, 2-3, (333-341).
94. Cote L. J., Teja A. S., Wilkinson A. P. *and* Zhang Z. J. (2003), Fluid Phase Equilibria 210, 2, (307-317).
95. Zhong W., Ding W., Zhang N., Hong J., Yan Q. *and* Du Y. (1997), J. Magn. Magn. Mater, 168, p. 196.
96. Rezlescu L., Rezlescu E., Popar P. D. *and* Rezlescu N. (1993), J. Magn. Magn. Mater, 193, p. 288.
97. Ataie A., Manesh S. H. *and* Kazempour H. J. (2002), J. Mater. Sci., 37, p. 2125.
98. Chen Q. *and* Zhang Z.J. (1998) , J. Appl. Phys. Lett., 73, 3156.
99. El-Shobaky G. A., Turkey A. M., Mostafa N. Y. *and* Mohamed S. K. (2010), J. Alloys Comp., 493, 415.
100. Dixit M. *and* Vishnu K. P. (1995), J. Power Sources, 56, 4, (97-100).
101. Smit J., Wign H. P. J., Ferrites-Physical Properties of Ferrimagnetic Oxides in Relation to Their Technical Applications N.V. Phitip's Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Holland, 1959.
102. Kamiyama T., Haneta K., Sato T., Ikeda S. *and* Asano H. (1992), J. Solid State Commun., 81, 563.
103. Hamdeh H. H., Ho J. C., Oliver S. A., Willey R. J., Olivery G. *and* Busca G. (1997), J. Appli. Phys., 81, 1851.
104. Upadhyay C., Verma H.C., Sathe V. *and* Pinpale A.V., J. Magn. Magn. Mater., 312, 2007, (271-279).
105. Saeed Kamali-M, Ericsson Tore *and* Wappling Roger (2006), Thin Solid Films, 515,721.
106. Neel B. L. (1949), J. Am. Geoph., 5, 99.

107. Mulla I.S., Natarajan N., Gaikwad A.B., Samuel V., Guptha U.N. and Ravi V. (2007), J. Mater. Lett., 61, 11-12, (2127-2129).
108. Joseph M. D. Sebastaian, Ruderaswamy B., M.C. , Radhok R. and Ramami (2003), Bull. Mater. Sci., Indian Academy of Sciences. 26, 5, (509-515).
109. Kamali-M S., Ericsson T. and Wappling R. (2006), J. Thin Solid Films, 515, (721-723).
110. Sebastaian M. D., Ruderaswamy B., Rishna M. C. Radhok and Ramami (2003), J. Bull. Mater. Sci., 26, 5, (509-515).
111. Smit J. and Wign H. P. J. (1959), N. V. Phitip's Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, Holland.
112. Upadhyay C., Verma H. C., Sathe V. and Pinpale A. V. (2007), J. Magn. Magn. Mater., 312, (271-279).
113. Ahmed M.A., Garcia E., Alonso L. and Palacios J.M., (1999), J. Appl. Surf. Sci., 156, 115.
114. Jain V. K., Gupta C. L. and Jain F. (1978), J. Pure Appl. Phys., 16, 25.
115. Aggour Y. A., Aziz M. S., Youssif M. I. (2000), Poly Testing, 19, 919.
116. Ahmed M.A., Okasha N. and Gabal M.A. (2006), Mater. Chem. Phys., 99, 197.
117. Loss R. D. (2003), J. Pure Appl. Chem., 75,8, (1107-1122).

١١٨. محمد أمين سليمان، أحمد فؤاد باشا و شريف أحمد خيرى ، (١٤٢٠هـ - ٢٠٠٠م) ، فيزياء الجوامد ، (مصر: دار الفكر العربي ، الطبعة الأولى) ، الفصل الثاني عشر ، ص. (٤٢٨ - ٤٣٠).

١١٩. نبيل عيسى و هناء سلام ، (١٩٩٥م) ، أساسيات وتطبيقات ظاهرة الرنين النووي (ظاهرة موسباور) ، جمهورية مصر العربية ، جامعة الأزهر ، كلية العلوم للبنين .

120. Pooja (2007), [Http://nanospinel.blogspot.com/10/composition-and-structure-of-ferrites.html](http://nanospinel.blogspot.com/10/composition-and-structure-of-ferrites.html) - .
121. Dyar M. Darby (2008), **Mössbauer Spectroscopy**,  
[http://serc.carleton.edu/research\\_education/geochemsheets/techniques/mossbauer.html](http://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/techniques/mossbauer.html).
122. <http://www.hazemsakeek.com/QandA/x-ray/x-ray.htm>
123. <http://www.hazemsakeek.com/QandA/EMR/X-rays.ht>
124. <http://www.hazemsakeek.com/vb/showthread.php?t=15142>
125. <http://faculty.ksu.edu.sa/zamil/Documents/Forms/AllItems.aspx>

ملحق (١): بعض الخصائص الكيميائية للعناصر الانتقالية التي تم اختيارها للتخصير لتكوين مركب فرايت أو مركب يحتوي على حديد .

العنصر	العدد الذري	الكتلة الذرية النسبية	نصف القطر الذري / <i>pm</i>	الترتيب أو (الصورة) الإلكترونية	عدد الأكسدة الشكلي	التركيب الإلكتروني
<b>Fe (Iron)</b>	26	55.845 ± 0.002	124.1	[Ar] 3d <sup>6</sup> 4s <sup>2</sup>	+2 +3	BCC a = 286.645 S G: Im3m
<b>Zn (Zinc)</b>	30	65.409 ± 0.004	133.5	[Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>2</sup>	+2	<i>hexagonal</i> a=266.47, c=494.69 P6 <sub>3</sub> /mmc
<b>Co (Cobalt)</b>	27	58.933195 ± 0.000005	125.3	[Ar] 3d <sup>7</sup> 4s <sup>2</sup>	+2 +3	FCC a=354.41 S G: Fm3m
<b>Ti (Titanium)</b>	22	47.867	140	[Ar] 3d <sup>2</sup> 4s <sup>2</sup>	+2 +3 +4	<i>hexagonal</i>
<b>Cu (Copper)</b>	29	63.546 ± 0.003	127.8	[Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>1</sup>	+1 +2	FCC a=361.47 S G: Fm3m
<b>Ni (Nickel)</b>	28	58.6934 ± 0.0002	124.6	[Ar] 3d <sup>8</sup> 4s <sup>2</sup>	+2 +3	FCC a=354.41 S G: Fm3m



## ملاحق الصور

ملحق (٢): المكبس الهيدروليكي لكبس مسحوق العينات ثم دهانها بدهان الفضة لإجراء القياسات الكهربائية





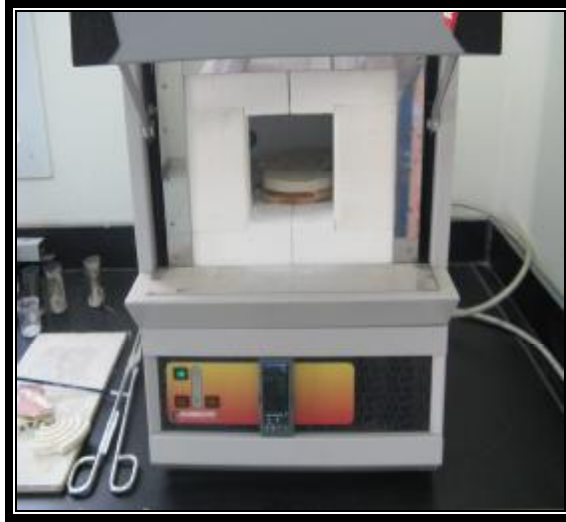
ملحق (٣): جهاز خلط المواد الكيميائية لتحضير العينات



ملحق (٤): فرن تجفيف مساحيق العينات بعد تحضيرها



ملحق (٥): فرن تكليس العينات بعد تحضيرها وتجفيفها  
و يكلس العينات حتى درجة حرارة (1600°C)



ملحق (٦): سخان مزوّد بمحرك مغناطيسي لتحضير العينات



## **Mössbauer Effect Study of some Nano metric Samples Containing Iron.**

**Najlaa Ibrahim Ahmed AlJuraid**

### **SAMMARY**

This manuscript, submitted for obtaining the degree of PhD in Physics, reports the results of a fundamental research with respect to superparamagnetism behavior in psuedobrookite,  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  and a series of materials with the spinel structure,  $\text{MeFe}_2\text{O}_4$  (Me=Zn, Co, Cu, Ni, ZnCo).

The thesis starts with an introduction describing briefly the situation of the subject in the current research (concentrate on last ten years) on the microstructure of the magnetic spinel compounds possessing competing anti-ferromagnetic interactions. Such materials have been reported to behave as super paramagnetic clusters on one hand and as magnetic on the other. The aim of the present work is to study some particular spinel systems with the aid of Mössbauer spectroscopy and also to get an insight in the current controversial ideas concerning the magnetic behavior in such materials.

Chapter1 describes in the first part the structural and the magnetic properties of the spinel compounds. Apart from the crystallographic structure other typical features such as site preference of the cations of the transition elements and the resulting cation distribution among tetrahedral and octahedral sites are explained. The extensive possibilities of the magnetic structures in spinel compounds are also outlined in this chapter. Some attention has also been paid to the concept of the superparamagnetism because magnetic cluster formation can occur which shows features comparable to super paramagnetic small particles (nanometric size).

Chapter 2 treats the theoretical background of Mössbauer spectroscopy. The various hyperfine interactions are explained and specials emphasis has been put on the physical interpretation of the Mössbauer parameters, isomer shift, quadrupole splitting and magnetic hyperfine field. Particular attention has been paid to the description of the recoil free events that leads to get a Mössbauer spectrum and the preparation methods (Oxalate and co-precipitation) of the presently

investigated materials is described and the experimental DC electrical conductivity measurements are given.

Chapter 3 as the most important chapter of this work, contains the results concerning the microstructure analysis of series of pseudobrookite (6 samples) and of series of spinel ferrites  $MFe_2O_4$ ,  $M=Zn,Co,Cu$  and  $Ni$ ). Particular attention has been paid to explain the superparamagnetic behavior found on pseudobrookite and two series of ferrites  $zn$  and  $co$ . Neel's formula has been discussed in terms of the volume of grains obtained and at which temperature of the Mössbauer spectrum is recorded.

Chapter 4 The main conclusions of this work are briefly summarized at this chapter.

## السيرة الذاتية للباحثة

نجلاء بنت إبراهيم بن أحمد الجريد  
المملكة العربية السعودية - جدة  
ماجستير فيزياء تجريبية (جوامد)  
التقدير: ممتاز

### (١) المؤهلات العلمية

تاريخ المؤهل	المؤهل	تقدير المؤهل	الجهة والمؤسسة	التخصص العام	التخصص الدقيق	عنوان الرسالة
١٩٩٦م	بكالوريوس في العلوم والتربية،	٨٤،١٧ % جيد جداً مع مرتبة الشرف بمعدل (٤،٢١)	كلية التربية الأقسام العلمية - جامعة الملك عبد العزيز بجدة	فيزياء	فيزياء	-----
١٩٩٩م	تمهيدي ماجستير	٩٣ % ممتاز بمعدل (٤،٦٥)	كلية التربية الأقسام العلمية - جامعة الملك عبد العزيز بجدة	فيزياء	فيزياء تجريبية - جوامد	-----
٢٠٠٢م	ماجستير	٩٥ % ممتاز بمعدل (٤،٧٥)	كلية التربية الأقسام العلمية - جامعة الملك عبد العزيز بجدة	فيزياء	فيزياء تجريبية - جوامد	الزحف التيارات والإستقطابية المستحثة حرارياً داخل هجين المطاط المحمل بالكربون الأسود من النوع GPF
٢٠٠٧م	تمهيدي دكتوراه	ممتاز ٩٤ %	كلية التربية الأقسام العلمية - جامعة الملك عبد العزيز بجدة	فيزياء	فيزياء تجريبية - جوامد	-----

## ٢) الخبرات و المناصب الإدارية أو العلمية

م	المنصب الإداري أو العلمي	المؤسسة والجامعة	من	إلى
١	معيدة في الكلية المتوسطة بالعلا	الكلية المتوسطة بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٦م	١٩٩٧م
٢	ناتبة الرئيسة العامة للامتحانات	الكلية المتوسطة بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٦م	١٩٩٧م
٣	رئيسة لجنة المصلى	الكلية المتوسطة بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٦م	١٩٩٨م
٤	معيدة مفرغة لدراسة الماجستير في قسم الفيزياء ومشاركة في التجارب المعملية بالقسم	كلية التربية للأقسام العلمية بجدة - جامعة الملك عبد العزیز	١٩٩٩م	٢٠٠١م
٥	محاضر في قسم العلوم والرياضيات بالكلية	كلية إعداد المعلمات للبنات بالعلا - جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٦	رئيسة لجنة التأديب	كلية إعداد المعلمات للبنات بالعلا - جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٧	رئيسة كمنترول في نتائج امتحانات الاقتصاد المنزلي + كمنترول المحمول وذوات الأعدار للاقتصاد المنزلي + كمنترول لغة عربية	كلية إعداد المعلمات للبنات بالعلا - جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٨	رئيسة لجنة معامل الفيزياء	كلية إعداد المعلمات للبنات بالعلا - جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٩	رئيسة محاسبة ومدققة عن العمليات الحسابية والشرائية الخاصة بكفتيريا الكلية	كلية إعداد المعلمات للبنات بالعلا - جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
١٠	محاضر في قسم الفيزياء بالكلية	كلية التربية بتربة للبنات - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٥م
١١	رئيسة لجنة المصلى (قسم الكتاب والسنة)	كلية التربية بتربة للبنات - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٤م
١٢	رئيسة لجنة التأديب	كلية التربية بتربة للبنات - جامعة الطائف	٢٠٠٤م	٢٠٠٥م
١٣	رئيسة قسم الفيزياء	كلية التربية بتربة للبنات - جامعة الطائف	٢٠٠٤م	٢٠٠٥م
١٤	عميدة كلية التربية للبنات بتربة	كلية التربية بتربة للبنات - جامعة الطائف	٢٠٠٥م	٢٠٠٦م*
١٥	رئيسة لجنة القياس والتقويم بتربة	كلية العلوم الطبية التطبيقية بتربة - جامعة الطائف	٢٠١٠م	حالياً

\* قدمت اعتذاراً رسمياً عن العمادة بعد أن تم تحديد تعييني كعميدة لأجل تفرغي لإكمال دراسة الدكتوراه  
وبداية برنامج دراسة تمهيدي الدكتوراه في الفصل الدراسي الثاني من العام ٢٠٠٦م/٢٠٠٧م



**٣) العضوات المهنية والعلمية**

م	العضوات المهنية والعلمية	الجهة والجامعة	من	إلى
١	عضوه في لجان كنترول الامتحانات	الكلية المتوسطة للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٦م	١٩٩٨م
٢	عضوه في لجان كنترول الامتحانات	كلية التربية للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٣	عضوه في لجان كنترول الامتحانات	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٦م
٤	متعاونة مع فرع هيئة الإغاثة الإسلامية وكفالة اليتيم باسم الكلية	فرع هيئة الإغاثة الإسلامية - محافظة العلا	١٩٩٨م	١٩٩٩م
٥	عضوه في الاجتماع الرسمي مع سمو وكالة الكليات الأميرة الجوهرة بنت فهد آل سعود مع عميدات المنطقة الغربية	وكالة كليات البنات - الرياض	٢٠٠٦م	

**٤) شهادات التقدير ودورات تدريبية ودروع تقديرية فخرية**

م	الشهادة	مصدرها	التاريخ
١	دورة إنجليزي المستوى الأول	المعهد العالمي - جدة	١٩٩٩م/٢٠٠٠م
٢	دورة كومبيوتر (إكسل، آكسس، وورد، بوربوينت)	المعهد العالمي - جدة	١٩٩٩م/٢٠٠٠م
٣	شهادة تقدير لأنشطة مصلى كلية العلا	كلية التربية للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٨م/١٩٩٩م
٤	شهادة تقدير للإنجازات الإدارية بعد تولي عمادة كلية تربة	إدارة كليات البنات - جامعة الطائف	٢٠٠٥م/٢٠٠٦م
٥	درع من منسوبات كلية التربية بترية بعد اعتذاري عن العمادة لأجل تفرغي لإكمال دراسة الدكتوراه	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٦م/٢٠٠٧م
٦	درع من الجمعية الخيرية لتحفيظ القرآن الكريم بمحافظة تربة لتعاوني مع الجمعية باسم الكلية	الجمعية الخيرية لتحفيظ القرآن الكريم - محافظة تربة	٢٠٠٥م/٢٠٠٦م

**٥) الزيارات العلمية**

م	الزيارة العلمية	السبب	التاريخ
١	كلية العلوم للبنين بجامعة الأزهر الشريف بالقاهرة بجمهورية مصر العربية	لإجراء القياسات العملية للموسباور الخاص بدراسة الدكتوراه	٢٠٠٩م

## ٦) الخبرات التدريسية

م	المنهج	المستوى	الجهة	من	إلى
١	خواص المادة والحرارة والصوت (نظري+عملي)	أولى - الفصل الثاني	الكلية المتوسطة للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٦م	١٩٩٨م
٢	الكهرباء و المغناطيسية والضوء (نظري+عملي)	أولى - الفصل الأول	الكلية المتوسطة للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م
٣	الفيزياء الحديثة (نظري)	ثانية - الفصل الأول	الكلية المتوسطة للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م
٤	الفيزياء النووية (نظري)	ثانية - الفصل الثاني	الكلية المتوسطة للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م
٥	إعطاء دورة تجويد بكلية العلامات للتعليم العام	المستوى الأول والثاني	الكلية المتوسطة للبنات بالاعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م
٦	بعض التجارب المعملية	أولى+ثانية+ ثالثة+رابعة	كلية التربية الأقسام العلمية بجدة - جامعة الملك عبد العزيز	١٩٩٩م	٢٠٠٢م
٧	الفيزياء العامة (نظري+عملي)	أولى (فيزياء، كيمياء)	كلية التربية للبنات بالاعلا-جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٨	الكهرباء و المغناطيسية (نظري + عملي)	ثانية- علوم ورياضيات	كلية التربية للبنات بالاعلا-جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
٩	إشراف دراسي على التربية العملية	رابعة- علوم ورياضيات	كلية التربية للبنات بالاعلا-جامعة طيبة	٢٠٠٢م	٢٠٠٣م
١٠	مبادئ الفيزياء (نظري + عملي)	أولى (فيزياء، رياضيات، كيمياء)	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٥م
١١	الكهرباء و المغناطيسية (عملي)	ثانية- فيزياء	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٥م
١٢	الفيزياء الحديثة (عملي)	ثالثة - فيزياء	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٥م
١٣	فيزياء الجوامد (نظري+عملي)	رابعة - فيزياء	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٥م
١٤	إشراف دراسي على التربية العملية	رابعة- فيزياء	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٣م	٢٠٠٥م
١٥	إشراف بحث تخرج	رابعة - فيزياء	كلية التربية للبنات بترية - جامعة الطائف	٢٠٠٤م	٢٠٠٥م

## (٦) المؤتمرات والندوات التي تم المشاركة بها

م	المؤتمر	الجهة والدولة	الفترة
١	المشاركة في مقالة علمية في مؤتمر تقنية النانو والمواد المتجددة ICNAM	كلية العلوم - جامعة البحرين	من ٥ إلى ٧ / مايو / ٢٠٠٩م
٢	المشاركة بمقالة علمية في المؤتمر الدولي للمواد فائقة التوصيل والمغناطيسية ICSM 20/10	جامعة أنقرة - تركيا	٢٥ / إبريل / ٢٠١٠م

## (٧) المذكرات المنهجية التدريسية التي تم إعدادها وكتابتها

م	المنهج	المستوى	الجهة	من	إلى
١	خواص المادة والحرارة والصوت (نظري+عملي)	أولى - الفصل الثاني	الكلية المتوسطة للبنات بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٦م	١٩٩٨م
٢	الكهرباء والمغناطيسية والضوء (نظري+عملي)	أولى - الفصل الأول	الكلية المتوسطة للبنات بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م
٣	الفيزياء الحديثة (نظري)	ثانية - الفصل الأول	الكلية المتوسطة للبنات بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م
٤	الفيزياء النووية (نظري)	ثانية - الفصل الثاني	الكلية المتوسطة للبنات بالعلا - جامعة طيبة	١٩٩٧م	١٩٩٨م

## (٨) مقالات ومجلات تم الاشتراك بها

م	المقالات والمجلات	الجريدة	الصفحة	من	إلى
١	المشاركة بعدة مقالات تربوية وإسلامية	جريدة الجزيرة للصحافة والنشر	صفحة آفاق إسلامية + عزيزتي الجزيرة	٢٠٠٥م	حالياً
٢	المشاركة بعدة مقالات تربوية وإسلامية	مجلة الجزيرة	صفحات مختلفة	٢٠٠٥م	حالياً

---

## Structural properties of ferric pseudobrookite $\text{Fe}_2\text{Ti}_1\text{O}_5$ powder prepared by a new method

---

N.I. Aljuraide, M.A.A. Mousa, M. Hessien,  
Mohsen Qhatani and Ameen Ashour

Materials Science Lab,  
Faculty of Science,  
Taif University,  
Al-Haweiah, P.O. Box 888, 21974 Taif, Saudi Arabia  
E-mail: n.aljuraied@gmail.com  
E-mail: Moussa1864@yahoo.co.uk  
E-mail: hessienmahmoud@yahoo.com  
E-mail: mohsen@tu.edu.sa  
E-mail: Ameen.Ashour@tu.edu.sa

H.L. Wamocha and H.H. Hamdeh

Mossbauer Lab, Department of Physics,  
Wichita State University,  
Kansas, USA  
E-mail: hlsenaka@yahoo.com  
E-mail: Hussein.hamdeh@wichita.edu

M.A. Ahmed\*

Materials Science Lab,  
Department of Physics, Faculty of Science,  
Taif University,  
Al-Haweiah, P.O. Box 888, 21974 Taif, Saudi Arabia  
Fax: 096627274462  
E-mail: mamdouh\_2000\_2000@yahoo.com  
\*Corresponding author

**Abstract:** Ferric pseudobrookite  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  was successfully synthesised by the oxalate precursor method and subsequent calcination at temperatures ranging from 900°C to 1,300°C. The materials were characterised by scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), and  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer spectroscopy (MS). Powders calcined at all temperatures comprised of  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ ,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$  phases. Upon calcination at the elevated temperatures the powders underwent significant changes in grain size, the  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  phase increased to dominance, and  $\text{Fe}^{3+}$  and  $\text{Ti}^{4+}$  randomly occupied the two metal sites available in the  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  structure. However,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  particulates were isolated inside hardened  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  grains. As a result, total solid state reaction was constrained and synthesis of pure  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  was incomplete.

**Keywords:** oxalate precursor; Mössbauer; pseudobrookite; X-ray diffraction; XRD.

**Reference** to this paper should be made as follows: Aljuraide, N.I., Mousa, M.A.A., Hessien, M., Qhatani, M., Ashour, A., Wamocha, H.L., Hamdeh, H.H. and Ahmed, M.A. (2011) 'Structural properties of ferric pseudobrookite  $Fe_2Ti_1O_5$  powder prepared by a new method', *Int. J. Nanoparticles*, Vol. 4, No. 1, pp.2–9.

**Biographical notes:** N.I. Aljuraide is a PhD student working on magnetic ferrites and its catalytic effects.

M.A.A. Mousa is interested in the magnetism of super conducting materials.

M. Hessien is an Associate Professor in Physical Chemistry. He is interested on the synthesis of ferrites nano particles and high temperature chemical reactions.

Mohsen Qhatani holds a Doctorate in Electrochemistry. He interested on studying corrosion of metals and alloys. He is acting as the Head of Chemistry Department in Taif University, Faculty of Science.

Ameen Ashour is a Professor of Molecular Biology. He is acting as the Director of the Scan Electron Microscope Unit on Taif University.

H.L. Wamocha is a PhD student working on material science under the supervision of Prof H.H. Hamdeh, Wichita State University, Mossbauer Lab. Faculty of Science.

H.H. Hamdeh is a Prof of Magnetism at the Physics Department, Faculty of Science, Wichita State University. He is acting as the Director of the Mossbauer Lab in WSU.

M.A. Ahmed is a Professor of Experimental Solid State in Faculty of Science, Physics Department, Taif University. He is the Supervisor of N.I. Aljuriede. He is interested on the application of Mossbauer spectroscopy in material science especially fuel materials.

This paper is a revised and expanded version of a paper entitled 'SEM/EDX, XRD and Mössbauer characterisation of titanium ferrite precursors' presented at the International Conference on Nanotechnology and Advanced Materials, University of Bahrain, Bahrain, 4–7 May 2009.

---

## 1 Introduction

Ferric pseudobrookite  $Fe_2TiO_5$  is shown to exhibit an interesting anisotropic-uniaxial-spin-glass state at low temperature (Gurewitz and Atzmony, 1982) and like other Fe-Ti-oxides has potential use in microelectronics, gas sensing, non-linear optics and magnetic applications. The crystalline structure of  $Fe_2TiO_5$  is orthorhombic with the Cubic Cm ( $D2h^{17}$ ) space group. In this structure, the metal ions occupy two distinct octahedrons of oxygen; one is distorted, 8f sites, and the other is symmetric, 4c sites. However, it seems to be difficult to synthesise this material free of minor impurity phases (Shirane et al., 1962; Cruz et al., 1986). In addition, it is still controversial whether  $Fe^{3+}$  and  $Ti^{4+}$  are distributed randomly or preferentially on the above metal sites (Gurewitz and Atzmony, 1982; Guo et al., 1999). Taking advantage of nanotechnology ability to alter

structures down to the atomic level and to change physical properties from those of bulk (Hamdeh et al., 1997) this work is initiated to evaluate  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  produced by the oxalate precursor method.

The oxalate precursor technique is capable of producing homogeneous nanosize materials at low-processing temperature and at relatively low cost (Hessien, 2008). Previously reported data on Fe-Ti, presented the following results:

- 1 the limits of the austenite field and the austenite+ ferrite field are placed at 0.69 and 1.24 wt.% Ti, respectively
- 2 the solubility of titanium in ferrite (alpha iron) reaches its maximum at 8.4 wt.% Ti at the eutectic temperature of 1,289°C, but decreases significantly at lower temperatures (e.g., 0.53 wt.% Ti at 600°C and 0.15 wt.% Ti at 400°C).

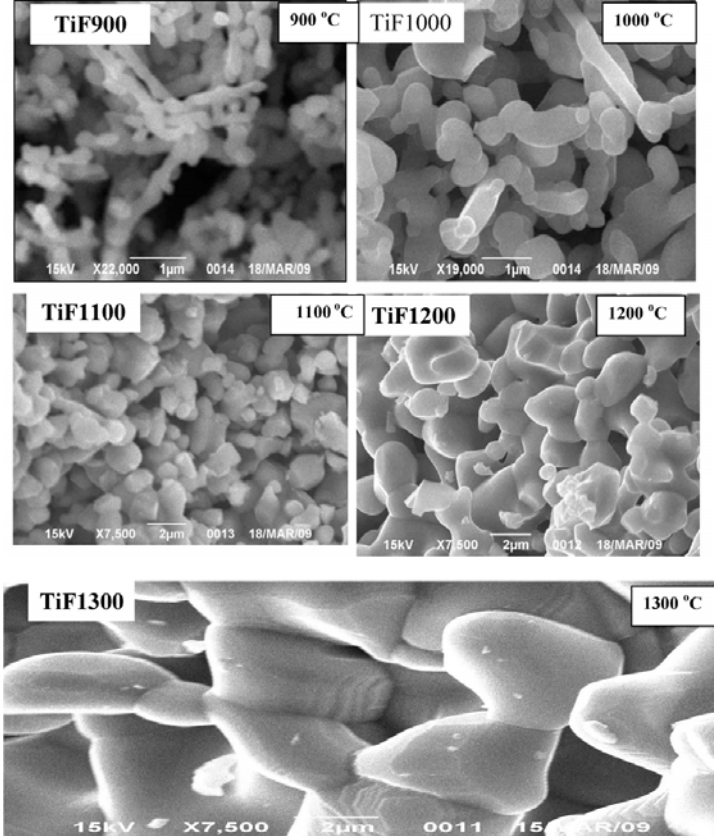
This difference in the solubility of titanium enables the precipitation hardening of Fe-Ti alloys (Swartzendruber et al., 1976). It is evident that temperature plays a critical role in the formation of iron titanium alloys. The present study is expected to examine these parameters affecting the synthesis of  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ .

## 2 Experiment

The oxalate technique is employed to prepare solid solution precursor in nanosize form in order to produce the iron-titanium pseudobrookite  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ . Measured ferric chloride ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) and anhydrous titanium dioxide ( $\text{TiO}_2$ ) to a ratio of Fe:Ti equals 2:1 are mixed in oxalic acid as source of organic acid. The mixing took place on a hot-plate magnetic stirrer for 15 minutes during which the aqueous solution of organic acid was gradually added to the mixture. The solution was then evaporated at 80°C with continuous stirring until solution is completely dry. Afterward, the produced powder was dried overnight in a dryer at 100°C. Portions of this powder were calcined in air at different temperatures ranging from 900°C to 1,300°C for 4 h soak period. Samples calcined at 900°C, 1,000°C, 1,100°C, 1,200°C and 1,300°C are labelled as TiF900, TiF1000, TiF1100, TiF1200 and TiF1300, respectively. The structural measurements on calcined samples included SEM (JEOL JSM-6390LA, EM unit, Taif University), XRD obtained by Bruker axis D8 diffractometer (Cu-K $\alpha$  radiation), and MS (30 mCi  $^{57}\text{Co}$  radiation). Mössbauer spectra were collected in the transmission mode by a standard constant acceleration spectrometer.

## 3 Results and discussion

Images of the fine particles were obtained by scanning electron micrographs. Figure 1 shows the micrographs of all calcined powders. The powder sample TiF900 has the remarkable morphology of thin strings of joined particles. These particles are nearly spherical and their average size is on the order of 100 s of nanometers. The observed string outline is possibly inherited from the needle-shaped rutile  $\text{TiO}_2$  mineral. Micrograph of powder sample TiF1000 appears to be largely similar to that of TiF900 but strings are shorter and thicker due to fusion of particles at the higher temperature.

**Figure 1** SEM Micrographs of powders calcined at the indicated temperatures**Table 1** Mössbauer isomer shift relative to pure Fe ( $IS_{Fe}$ ), quadrupole splitting (QS), hyperfine magnetic field (HMF), and ratio of  $Fe^{3+}$  in  $Fe_2TiO_5$  to  $Fe^{3+}$  in  $\alpha-Fe_2O_3$  (area ratio)

Sample	Phase	$IS_{Fe}$ mm/s	QS mm/s	HMF kG	Area ratio $Fe_2TiO_5$ : $\alpha-Fe_2O_3$	
					MS	XRD
TiF900	$\alpha-Fe_2O_3$	0.36	-0.23	514	0.39	0.31
	$Fe_2TiO_5$	0.40	0.69	-		
TiF1000	$\alpha-Fe_2O_3$	0.36	-0.23	514	0.96	0.68
	$Fe_2TiO_5$	0.40	0.68	-		
TiF1100	$\alpha-Fe_2O_3$	0.36	-0.23	514	1.22	1.16
	$Fe_2TiO_5$	0.40	0.69	-		
TiF1200	$\alpha-Fe_2O_3$	0.36	-0.22	514	1.86	2.27
	$Fe_2TiO_5$	0.40	0.68	-		
TiF1300	$\alpha-Fe_2O_3$	0.36	-0.21	514	2.13	3.52
	$Fe_2TiO_5$	0.40	0.67	-		

Note: XRD intensity ratio of  $Fe_2TiO_5$  pattern to that of  $\alpha-Fe_2O_3$  (area ratio).

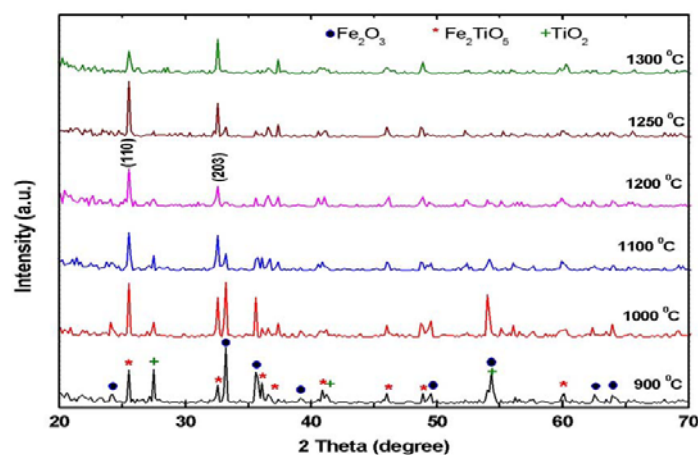
The string feature vanishes in the TiF1100 micrograph and a very large increase in the grain size is seen in the micrographs of TiF1200 and TiF1300. Here, the average grain size is on the order of micrometers. The XRD patterns for all samples display the fundamental peaks of the orthorhombic  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ , the hexagonal  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and the rutile  $\text{TiO}_2$ , essentially matching Franklinitite JCDPS numbers, 024134, 330664 and 085492 for the three structures, respectively. Lattice parameters,  $a = 9.71$ ,  $b = 3.73$  and  $c = 9.94$ , for the orthorhombic  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  phase were calculated from the position of its principle peaks. The results are in good agreement with the JCPDS table values of  $a = 9.7$ ,  $b = 3.72$ ,  $c = 9.93$ .

Figure 2 presents patterns for all the calcined samples. Moving upwards from TiF900 to TiF1300, there is a distinct increase (decrease) in the intensity of the diffraction pattern of  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$ ). The calculated relative intensities from the areas under the major peaks in each diffraction pattern are shown in Figure 3. These values may represent a good estimate of the relative fraction of each phase in calcined powders, considering that grains of each phase are physically separate. Intensity of XRD signal is high from surface layers and grows weaker from deep layers. Therefore, relative intensities may greatly underestimate a phase fraction when the phase is encapsulated inside another. On the other hand, absorption Mössbauer spectra collected in the transmission mode provide accurate evaluation of fractions of Fe-based phases regardless of physical conditions. Mössbauer signal comes from all Fe atoms in the absorber-sample. Typical Mössbauer spectra exhibit two (doublet) or six (sextet) resonance lines for paramagnetic or magnetically ordered Fe atoms, respectively. Three basic hyperfine parameters are usually obtained from each spectrum. The isomer shift (IS) and the quadrupole splitting (QS), which are sensitive to the electronic valence state. Also QS depends on the symmetry of the Fe site. The third is the hyperfine magnetic field (HMF) at the Fe nucleus which provides information on the magnetic state. Mössbauer spectra in Figure 4 show that all calcined sample display a paramagnetic doublet and a magnetic sextet. Calculated hyperfine parameters listed in Table 1 are identical for all samples. From these parameters, the doublet is easily identified as arising from  $\text{Fe}^{3+}$  in  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  and the sextet is arising from weakly ferromagnetic  $\text{Fe}^{3+}$  in  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , in partial agreement with XRD results. The fraction of  $\text{Fe}^{3+}$  in each phase is determined from the corresponding area fraction of the doublet and the sextet. Neglecting any differences in the recoil free fraction, these values reflect the accurate fractions of  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  and  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  phases in the powder samples. Since Mössbauer measurements detect Fe-based phases, it is only meaningful to compare phase ratio  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ :  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  to those obtained by XRD. These ratios are listed in Table 1. Results from both measurements show the same trend of phase evolution with temperature, but ratios differ significantly for the TiF1300 sample. Based on the aforementioned characteristics of both measuring techniques,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  particulates appear to be embedded inside  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  grains of TiF1300 sample. Consequently, this hinders further substitution of Ti into the encapsulated  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and restricts the synthesis of pure phase  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ . Visible changes to the  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  doublet of TiF1200 started at  $-203^\circ\text{C}$  (70 K) due to the onset of magnetic order as shown in Figure 5. At  $-253^\circ\text{C}$  (20 K) and  $-233^\circ\text{C}$  (40 K), the doublet evolved into a broad-lines sextet characteristics of magnetically ordered  $\text{Fe}^{3+}$  on a time scale comparable or longer than the measuring time  $10^{-9}$  s of MS. To obtain the HMF distribution, the two spectra were fitted using the method of Le Caër and Dubois (1979). Further knowledge from previous work that  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  and antiferromagnetic  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  have similar IS and QS (Gurewitz and Atzmony, 1982) the spectra were fitted to one HMF

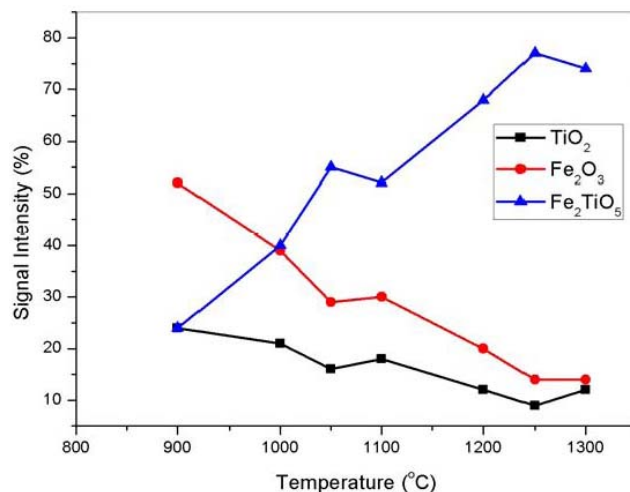


distribution. An IS = 0.40 mm/s and QS = 0.29 mm/s were found for all fits. Calculated distributions presented in Figure 5 feature two major peaks which are assigned to  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  and antiferromagnetic  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . It is worth mentioning here that  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  undergoes Morrin transition from weakly ferromagnetic to antiferromagnetic state below  $-8^\circ\text{C}$  (265 K). The profile of the  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  HMF distribution at both temperatures reveals a random distribution of  $\text{Fe}^{3+}$  and  $\text{Ti}^{4+}$  on both 8f and 4c metal sites. And the peculiar thermal excitations at  $-233^\circ\text{C}$  are due to superparamagnetic relaxations of diverse magnetic-domains. Clustering of magnetic-domains usually precedes the spin-glass state in a chemically disordered system such as the case in present  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ .

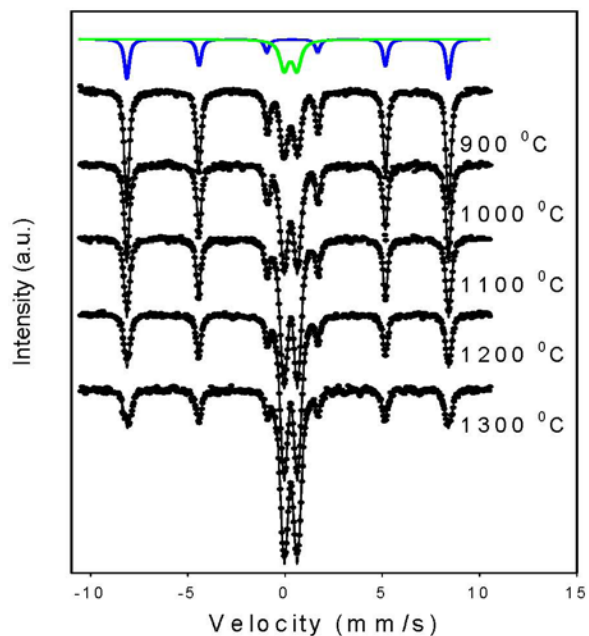
**Figure 2** XRD patterns obtained from powders calcined at the indicated temperatures (see online version for colours)



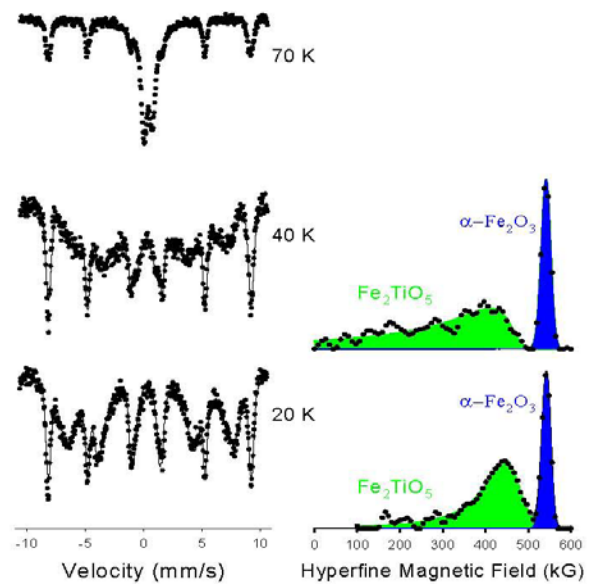
**Figure 3** Intensity of XRD signals from the three designated phases as a function of calcined temperature (see online version for colours)



**Figure 4**  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer spectra at room temperature resolved into  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  doublet and  $\alpha\text{Fe}_2\text{O}_3$  sextet spectra were collected from powder calcined at the indicated temperatures (see online version for colours)



**Figure 5**  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer spectra collected from TiF1200 at the indicated temperatures with their HMF distributions as obtained from the method of Le Caër and Dubois (see online version for colours)



#### 4 Conclusions

Ferric pseudobrookite  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  powders were produced by the oxalate precursor route and calcination for 4 h at temperatures from 900°C up to 1,300°C. The procedure also produced  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$  phases. From this study, it becomes evident that calcination for 4 h at the low end temperatures is not long enough to produce  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  powders free of impurity phases. At the high end temperatures,  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  is quick to harden around  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  and  $\text{TiO}_2$  and inhibits full solid state reaction. Based on combined MS and XRD results, the optimum calcination temperature lies between 1,000°C and 1,100°C. Analysis of low temperature Mössbauer spectra indicates that  $\text{Fe}^{3+}$  and  $\text{Ti}^{4+}$  are randomly distributed on 8f and 4c metal sites.

#### References

- Cruz, J.M.R., Morais, P.C., and Neto, K.S. (1986) 'On the spin-glass transition in pseudobrookite', *Phys Lett. A.*, Vol. 116, p.45.
- Guo, W.Q., Malus, S., Ryan, D.H. and Altounian, Z. (1999) 'Crystal structure and cation distributions in the  $\text{FeTi}_2\text{O}_5\text{-Fe}_2\text{TiO}_5$ ', *J. Phys.: Condens. Matter*, Vol. 11, p.6337.
- Gurewitz, E. and Atzmony, U. (1982) 'Mössbauer effect study of  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$ , anisotropic uniaxial spin-glass', *Phys. Rev. B.*, Vol. 26, p.6093.
- Hamdeh, H.H., Ho, J.C., Oliver, S.A., Willey, R.J., Oliveri, G. and Busca, G. (1997) 'Magnetic Properties of partially inverted ferrite aerogel powders', *J. Appl. Phys.*, Vol. 81, p.1851.
- Hessien, M.M. (2008) 'Synthesis and characterization of Lithium ferrite by oxalate precursor route', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 320, No. 21, p.2800.
- Le Caër, G. and Dubios, J.M. (1979) 'Evaluation of hyperfine parameter distributions from overlapped Mössbauer spectra of amorphous alloys', *J. Phys. E*, Vol. 12, p.1087.
- Shirane, G., Cox, D.E. and Ruby, S.L. (1962) 'Mössbauer effect of isomer shift, quadrupole Interaction and Hyperfine field in several oxides containing  $\text{Fe}^{57}$ ', *Phys. Rev.*, Vol. 125, p.1158.
- Swartzendruber, L.J., Bennett, L.H. and Watson, R.E. (1976) 'Mössbauer studies of hydride  $\text{TiFe}$ ', *J. Phys. F: Material Phys.*, Vol. 6. No. 12, p.L331.

---

## Microstructure analysis of zinc ferrite nanoparticles by means of x-ray powder diffraction and Mössbauer spectroscopy

---

N.I. Aljuraide, M.A.A. Mousa and N.Y. Mostafa

Faculty of Science,  
Materials Science Lab.,  
Taif University,  
P.O. Box 888, 21974 Taif, Al-Haweiah, Saudi Arabia  
E-mail: n.aljuraied@gmail.com  
E-mail: moussa1864@yahoo.com.co.uk  
E-mail: nmost69@yahoo.com

G.A. El-Shobaky

Physical Chemistry Department,  
National Research Centre,  
Dokki, Cairo, Egypt

E-mail: elshobaky@yahoo.com

Comment [t1]: Author please provide full mailing address.

H.H. Hamdeh

Department of Physics,  
Mössbauer Lab.,  
Wichita State University,  
Kansas, USA

E-mail: Hussein.hamdeh@wichita.edu

Comment [t2]: Author: Please provide full mailing address.

M.A. Ahmed\*

Faculty of Science,  
Materials Science Lab.,  
Taif University,  
P.O. Box 888, 21974 Taif, Al-Haweiah, Saudi Arabia  
Fax: 096627274462  
E-mail: mamdouh\_2000\_2000@yahoo.com  
\*Corresponding author

**Abstract:** Zinc ferrite nanoparticles were prepared via thermal treatment of their mixed hydroxides at 400°C–600°C. The mixed hydroxides were co-precipitated from their nitrates solutions using NaOH as precipitating agent. The effects of pH and calcination temperature on the microstructure of the prepared system were studied using x-ray powder diffraction and Mössbauer

spectroscopy. The crystallite sizes of the synthetic ferrite ranges between 12–48 nm respectively. The crystallite size of each sample was found to be strongly dependent on the calcination temperature and pH. Moreover, the Mössbauer profile of Zinc ferrite phase is discussed in terms of the particle size and the measuring Mössbauer temperature.

**Keywords:** spinel; co-precipitation; nanosize; x-ray diffraction; XRD; Mössbauer; superparamagnetism; SPM.

**Reference** to this paper should be made as follows: Aljuraide, N.I., Mousa, M.A.A., Mostafa, N.Y., El-Shobaky, G.A., Hamdeh, H.H. and Ahmed, M.A. (xxxx) 'Microstructure analysis of zinc ferrite nanoparticles by means of x-ray powder diffraction and Mössbauer spectroscopy', *Int. J. Nanoparticles*, Vol. X, No. Y, pp.000–000.

**Biographical notes:** N.I. Aljuraide is a PhD student working on the magnetic ferrites (cubic) and its catalytic effects.

M.A.A. Mousa is an Assistant Professor at the Physics Department, Faculty of Science, Taif University, Saudi Arabia. He is interested in the magnetism of super conducting materials, synthesis and applications.

N.Y. Mostafa is an Associate Professor of Physical Chemistry at the Chemistry Department, Faculty of Science, Taif University, Saudi Arabia. He is interested in nanomaterials synthesis.

G.A. El-Shobaky is a Professor of Physical Chemistry. He is interested in nanomaterials synthesis and its catalytic properties

H.H. Hamdeh is a Professor of Magnetism at the Physics Department, Faculty of Science, Wichita State University. He is the Director of the Mössbauer Lab. in WSU.

M.A. Ahmed is a Professor of Experimental Solid State at the Physics Department, Faculty of Science, Taif University, Saudi Arabia. He is the Supervisor of N.I. Aljuraide. He is interested in the application of Mössbauer spectroscopy in materials science especially fuel materials.

---

## 1 Introduction

Spinel ferrite nanoparticles have been the subject of extensive studies by physicists and chemists alike (Anantharaman et al., 1998). Currently, spinel nanoparticles (nPs) has an increasing interest for many applications. Owing to their microstructure, they exhibit novel properties which differ from those of bulk materials. This difference is attributed to the large amount of atoms located in grain boundaries of the small crystallites, approaching to atomic dimensions (Satyanarayana et al., 2003). A lot of synthetic techniques for preparing nanosize materials have been presented (Ataie et al., 2002; Mostafa, 2005; Aljuraide et al., 2011). Among these techniques, chemical co-precipitation proved to be the most economical one (Chen and Zhang, 1998; El-Shobaky et al., 2010). In this work, zinc ferrite nanoparticles,  $ZnFe_2O_4$  (six samples) were prepared by thermal treatment of their mixed hydroxides at 400°C–600°C.

The mixed hydroxides were prepared by co-precipitation from their nitrates solutions using 4 M NaOH solution.

By making use of x-ray powder diffraction (XRD) patterns, the corresponding crystallite size is calculated and its variation with the calcination temperature is discussed. Mössbauer spectroscopy (MS) was employed as an analytical tool to discern more information on the nature of ordering in the  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  nPs samples.

## 2 Experimental

### 2.1 Materials and characterisation

Zinc ferrites,  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  were prepared using wet chemical co-precipitation route followed by sintering. The synthesis procedure is described in details by El Shobaky et al. (2010) elsewhere. Zinc ferrite samples obtained at pH 8 and 10 and calcined at 400°C, 500°C and 600°C are labelled respectively as Znf400/8, Znf500/8, Znf600/8, Znf400/10, Znf500/10 and Znf600/10. Samples were characterised by room temperature (RT) XRD technique using Bruker D8 advanced target with Cu  $K\alpha$  radiation. The average size of crystallites was calculated by using the full width at half maximum (FWHM) of the (311) diffraction peak from Scherrer's equation, as described by equation (1) (Zhong et al., 1997):

$$D = k\lambda / [\beta_{1/2} \cos \theta] \quad (1)$$

where  $D$  is the average crystallite size, in Å,  $\lambda$  is the wavelength of x-rays equal to 1.5418 Å,  $\beta_{1/2}$  is the FWHM,  $\theta$  is the diffraction angle. The value of  $k$  depends on several factors, including the Miller index of reflection plane and the shape of the crystal, etc. if shape is unknown,  $k$  is often assigned a value of 0.89, so the crystallite size of Zn ferrite could be estimated (Li et al., 2006).

Mössbauer spectra were collected in the transmission mode by a standard constant acceleration spectrometer. A  $^{57}\text{Co}$  single-line source in a rhodium matrix was used at RT. Isomer shifts ( $\delta_{\text{Fe}}$ ) were given to that of  $\alpha$  Fe at RT, and a closed cycle He refrigerator was used to cool the absorber at low temperature (20 K).

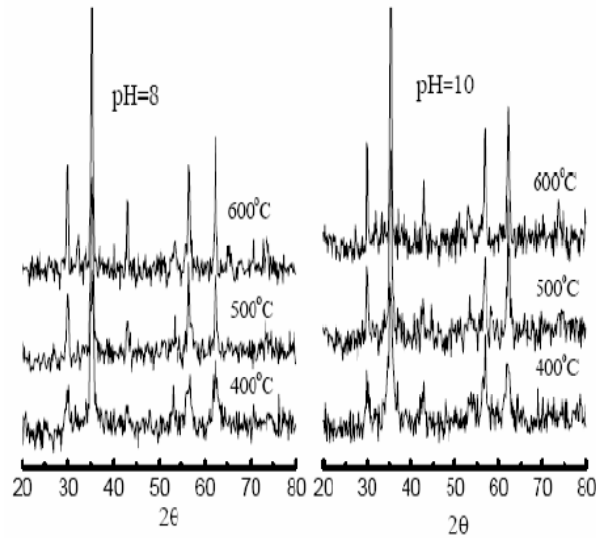
## 3 Results and discussion

### 3.1 X-ray powder diffraction analysis

Figure 1 shows x-ray diffraction patterns for nonosize  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  particles. The x-ray diffraction pattern of the particles was obtained with Cu- $K\alpha$  radiation in the  $20^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$  range. A slow scanning speed of  $0.02^\circ$  advance in  $2\theta$  per min. was used in order to optimise the resolution of the closely spaced reflections. The pattern of each sample consists of fairly broad, but still resolved, peaks. There is no evidence of an extra crystalline or amorphous phase being present. Each peak in the pattern can be indexed on a cubic spinel structure, essentially matching that of  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  (JCPDS No. 22-1012). The Particle sizes of the spinel phase have been estimated from the broadening of the XRD peaks using Scherrer's equation. These values along with those for the lattice constant are listed in Table 1. It is notable that the line broadening gradually decreased with

increasing annealing temperature, which is probably due to the growth of large crystallites at higher temperature. The same result was previously observed by Wang et al. (2004) who were studied the ionic disorder and Yaffet-Kittel angle in nanoparticles of  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  prepared by sol. gel method. They also found that the positions of the reflection peaks samples prepared by the sol-gel method were almost the same as the corresponding peaks for bulk  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  material.

**Figure 1** X-ray diffractograms of zinc-iron mixed hydroxides calcined at different temperatures



**Table 1** Particle size and lattice parameter of  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$

Sample	$D$ (nm)	$a_0$ (Å)*	$T$ (°C)	pH
Znf400/8	17	8.430	400	8
Znf500/8	25	8.432	500	8
Znf600/8	48	8.433	600	8
Znf400/10	12	8.431	400	10
Znf500/10	24	8.433	500	10
Znf600/10	37	8.432	600	10

Note: \*The derived lattice constant values agree well with the value of 8.44 Å estimated from the JCPDS table.

Source: Ahn and Choi (2002)

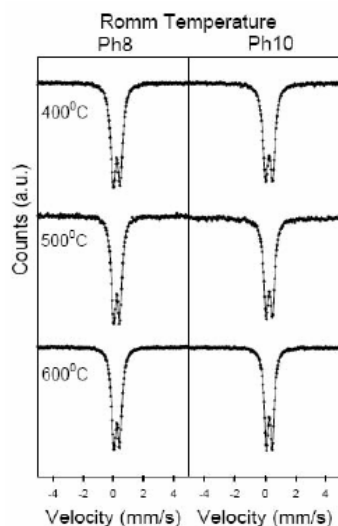
### 3.2 Mössbauer analysis

Figure 2 shows the Mössbauer spectra, measured at RT of zinc ferrite samples at pH= 8 and 10 followed by calcination at 400, 500 and 600°C. One can see that the Mössbauer profiles are the same at both pH values 8 and 10. All samples display a dominant paramagnetic doublet having isomer shift ( $\delta\text{Fe}$ )  $\sim 0.29 \pm 0.02$  mm/s and a quadrupole

splitting ( $\Delta EQ$ )  $\sim 0.39 \pm 0.02$  mm/s. Obviously, this doublet emanates from ferric ions occupying the octahedral or B-sites in the  $ZnFe_2O_4$  system. This result is supporting the microstructure of the bulk zinc ferrite in which  $Zn^{2+}$  ions almost occupied the tetrahedral or A-sites and  $Fe^{3+}$  ions will occupy the octahedral or B-sites, hence the compound can be represented by the formula  $(Zn)[Fe]_2O_4$ , where the round and square brackets represent A- and B-sites, respectively. A previous investigation indicated that bulk samples of  $ZnFe_2O_4$  could be categorised as antiferromagnetic with a Neel temperature of about 9 K due to B-B interactions, and above this temperature, was categorised as paramagnetic (Ahn and Choi, 2002). However, several reports have revealed anomalies in its nature (Hamdeh et al., 1997; Wang et al., 2003; Upadhyay et al., 2007). Furthermore, features like enhanced magnetic susceptibility, hyperfine magnetic field and higher magnetisation have been observed at RT in nanosize  $ZnFe_2O_4$  (Kamiyama et al., 1992). To explain these anomalous properties, it has been showed that in nanosize  $ZnFe_2O_4$ , a fraction of  $Zn^{2+}$  ions prefer to occupy the B-sites, with a simultaneous occupancy of the A-sites by  $Fe^{3+}$  ions making the system partially inverted (Hamdeh et al., 1997). However, the RT Mössbauer spectra of our samples are in fair agreement with this inversion structure reported for nanosize  $ZnFe_2O_4$ . The reason behind this disagreement may be refer to the size of grains obtained in our study (12–48 nm) for  $ZnFe_2O_4$  nPs. Upadhyay et al. (2007) had showed anomalous magnetisation behaviour for the  $ZnFe_2O_4$  sample of average size 4 nm measured with SQUID in the temperature range 5–300 K and no such anomaly is observed with samples of 6 nm particle size made with the same procedure. Moreover, Fe-extended x-ray absorption fine structure (EXAFS) studies showed that there is around 80% inversion in case of zinc ferrite ( $ZnFe_2O_4$ ) with the particle size 4 nm, whereas  $ZnFe_2O_4$  of size 6 nm shows 40% inversion. The sample with an average particle size of 7 nm and more showed negligible inversion, i.e., it exhibits as a normal spinel.

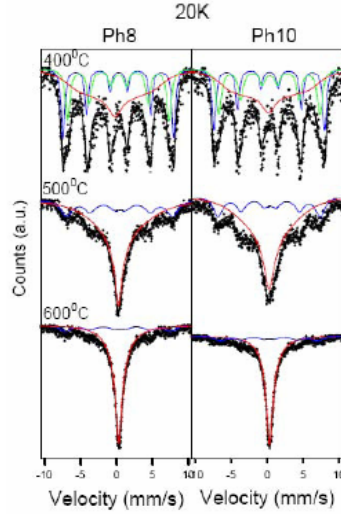
**Comment [t3]:** Author: Please provide full reference or delete from the text if required.

**Figure 2** Room temperature Mössbauer spectra of zinc ferrite nanoparticles, conditions at which sample is prepared are indicated





**Figure 3** Mössbauer spectra, measured at 20 K, of zinc ferrite nanoparticles, conditions at which sample is prepared are indicated (see online version for colours)



In other words, bulk-normal Zn ferrite is antiferromagnetic below 10 K because all magnetic-Fe atoms reside on the B-sites and couple magnetically via the negative-weak B-B exchange interaction. In partially inverse ferrite, magnetic-Fe resides on both A- and B-sites and couple magnetically via the negative- strong A-B coupling. Ferrimagnetic domains (not necessarily grain size) form by these A-B couplings. The size of such ferrimagnetic domain depends on the number of these A-B coupling (i.e., inverse parameter). At RT, our Mössbauer spectra (Figure 2) showed that the size of these domains are small and then arouse superparamagnetism (SPM). To verify the  $\text{Fe}^{3+}$  ions distribution between A and B sites, all samples are conducted to low temperature measurements at 20 K. Figure 3 shows the corresponding Mössbauer spectra of the ferrite phase. It can be seen from the figure that the Mössbauer spectra of both samples Zn<sub>f</sub>400/8 (17 nm) and Zn<sub>f</sub>400/10 (12 nm) show clearly two magnetic sextets corresponding to tetrahedral (A) and octahedral (B) sites in  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  system with  $B_{\text{hf}}$  (A)  $\sim$  479 kG and  $B_{\text{hf}}$  (B)  $\sim$  441 kG respectively in agreement with those reported by Hamdeh et al. (1997). In addition to collapsed spectrum of average relaxation time =  $1.4 \times 10^{-8}$  s. As it could be expected, these results are a good meaning of SPM. Most authors have assumed an exponential temperature dependence of the relaxation time ( $\tau$ ) as originally suggested by Neel-Brown formula concerning the super paramagnetic relaxation time( $\tau$ ) (Neel, 1949):

$$\tau = \tau_0 \exp(KV / kT) \quad (2)$$

Here  $T$  is temperature,  $k$  is the Boltzman constant,  $K$  is the magnetic anisotropy energy constant,  $V$  is the volume of the single domain and  $\tau_0$  is the order of  $10^{-12}$   $10^{-9}$  s. Below the blocking temperature (TB), which is defined as the transition temperature from fast to slow relaxation, the relaxation time is long compared to the nuclear Larmor precession period, 'slow' ( $10^{-8}$  s  $<$   $\omega_L^{-1}$   $<$   $10^{-7}$  s), and in this case, a magnetic split sextet will be

observed. Above TB, the magnetic sextet collapse and completely vanishes because of 'fast' relaxation, therefore, the quadrupole splitting doublet will shows up in the spectrum (Kamali et al., 2006; Dunlap et al., 2004). In comparable to Mössbauer measuring time, the magnetic sextet will suffer to a degree of collapse depending on the average relaxation time. Table 2 lists the average relaxation time calculated using equation (2).

**Table 2** Average relaxation time of zinc ferrite nanoparticles calculated from Neel-Brown formula

Average relaxation time ( $\tau$ )	Sample
$1.4 \times 10^{-9}$	Znf400/8 Znf400/10
$9 \times 10^{-9}$	Znf500/8 Znf500/10
$3 \times 10^{-9}$	Znf600/8 Znf600/10

#### 4 Conclusions

Nanosize  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  particles were synthesised by using a co-precipitation method. Analysis of the XRD patterns showed the samples had a cubic spinel structure with a lattice constant  $a_0 = 8.43 \text{ \AA}$ . The average particles sizes determined from the x-ray diffraction line broadening were increased with increasing the calcinations temperature. The asymmetric sextet and the large line widths of the Mössbauer spectral lines arise from the measured relaxation time on the basis of the magnetic hyperfine fields due to the distribution of the  $\text{Fe}^{3+}$  ions at both the tetrahedral and the octahedral sites. Super paramagnetic behaviour was also confirmed.

#### References

- Ahn, Y. and Choi, E.J. (2002) 'Magnetization and Mössbauer study of Nanosize  $\text{ZnFe}_2\text{O}_4$  particles synthesized by using a microemulsion method', *J. of the Korean Physical Society*, Vol. 41, No. 1, p.123.
- Aljuraide, N.J., Mousa, M.A.A. and Hessien, M. (2011) 'Structure properties of ferric pseudobrookite  $\text{Fe}_2\text{TiO}_5$  powder prepared by a new method', *Int. J. Nanoparticles*, Vol. 4, No. 1.
- Anantharaman, M.R., Jagatheesan, S., Malini, K.A., Sindhu, S., Narayanasamy, A., Chinnasamy, C.N., Jacobs, J.P., Reijne, S., Seshan, K., Smits, R.H.H. and Brangersma, H.H. (1998) 'On the magnetic properties of ultra-fine zinc ferrites', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 189, p.83.
- Ataie, A., Manesh, S.H. and Kazempour, H.J. (2002) 'Synthesis of barium hexaferrite using acetate precursor', *Mater. Sci.*, Vol. 37, p.2125.
- Chen, Q. and Zhang, Z.J. (1998) 'Size-dependent super paramagnetic properties of  $\text{MgFe}_2\text{O}_4$  spinel ferrite nanocrystallites', *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 73, p.3156.
- Dunlap, R.A., Alghamdi, A., Brien, J.W.O. and Penney, S.J. (2004) 'A Mossbauer effect investigation of superparamagnetic behavior in ball milled Mn-Zn ferrites', *Journal of Alloys and Compounds*, Vol.365, p.84.
- El-Shobaky, G.A., Turkey, A.M., Mostafa, N.Y. and Mohamed, S.K. (2010) 'Effect of preparation conditions on physicochemical, surface and catalytic properties of cobalt ferrite prepared by co precipitation', *J. Alloys and Compounds*, Vol. 493, p.415.

Comment [t4]: Author: Please provide page numbers.

Comment [t5]: Author: Please provide issue number.

Comment [t6]: Author: Please provide the page number.

Comment [t7]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t8]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t9]: Author: Please provide issue number.

- Hamdeh, H.H., Ho, J.C., Oliver, S.A., Willey, R.J., Oliver, G. and Busca, G. (1997) 'Magnetic properties of partially inverted zinc ferrite aerogel powder', *J. Appl. Phys.*, Vol. 81, p.1851.
- Kamali, S.M., Ericsson, T. and Wappling, R. (2006) 'Characterization of iron oxide nanoparticles by Mössbauer spectroscopy', *Thin Solid Films*, Vol. 515, p.721.
- Kamiyama, T., Haneda, K., Sato, T., Ikeda, S. and Asano, H. (1992) 'Cation distribution in ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> fine particles studied by neutron powder diffraction', *Solid State Communications*, Vol. 81, p.563.
- Li, G., Yan, S., Zhou, E. and Chen, Y. (2006) 'Preparation of magnetic and conductive NiZn ferrite-polyaniline nanocomposites with core-shell structure', *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, Vol. 276, p.40.
- Mostafa, N.Y. (2005) 'Characterization, thermal stability and sintering of hydroxyapatite powders prepared by different routes', *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 94, Nos. 2–3, p.33.
- Neel, L. (1949) 'Theory of magnetic after effect of ferromagnetic fine grains with application to terrescutes', *Am. Geophysics*, Vol. 5, No. 99, p.136.
- Satyanarayana, L., Reddy, K.M. and Manorama, S.V. (2003) 'Synthesis of nanocrystalline Ni<sub>1-x</sub>Co<sub>x</sub>Mn<sub>x</sub>Fe<sub>2-x</sub>O<sub>4</sub>: a material for liquefied petroleum gas sensing', *Sensors and Actuators B*, Vol. 89, p.62.
- Upadhyay, C., Verma, H.C., Sathe, V. and Pinpale, A.V. (2007) 'Effect of size and synthesis route on the magnetic properties of chemically prepared nanosize ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 312, p.271.
- Wang, L., Zhou, Q. and Li, F. (2004) 'Ionic disorder and Yaffet-Kittle angle in nanoparticles of ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> prepared by Sol-gel method', *Phys. Stat. sol.*, Vol. (b)241, No. 2, p.377.
- Zhong, W., Ding, W., Zhang, N., Hong, J., Yan, Q. and Du, Y. (1997) 'Key step in synthesis of ultra fine BaFe<sub>12</sub>O<sub>19</sub> by Sol-gel technique', *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 168, Nos. 1–2, p.196.

Comment [t10]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t11]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t12]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t13]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t14]: Author: Please provide the issue number.

Comment [t15]: Author: Please provide the issue number.



# الفصل الأول

## First Chapter

المقدمة والمسح المرجعي  
والهدف من البحث

*Introduction, Literature  
Survey and Aim of The  
Present Work*



الفصل الثاني  
Second Chapter

تقنيات البحث

*The Research  
techniques*



## الفصل الثالث

## Third Chapter

### النتائج والمناقشة

### *Experimental Results And Discussions*



الفصل الرابع  
Fourth Chapter

الاستنتاجات والدراسات  
المستقبلية

*Conclusions and  
Futuristic Studies*



الهدف من البحث

*Aim of The  
Present Work*



## قائمة الرموز

<b>A</b>	
$A[B_2]O_4$	صيغة الفيبريتات المكعبة $A[B_2]O_4$ حيث (A) و (B) هي رموز للأيون الموجب المعدني بحيث لا بد من انتماء أحدهم على الأقل إلى مجموعة المعادن الانتقالية
$a = \text{Unit Cell Constant}$	ثابت الشبكة البلورية
$AFM: \text{Atomic Force Microscope}$	مجهر القوى الذرية
<b>D</b>	
$DFG = \text{Digital Function Generator}$	مولد النبضات
<b>E</b>	
$EELS = \text{Electronic Energy Loss Spectroscopy}$	مطياف فقد الطاقة الإلكتروني
$EFG = \text{Electric Field Gradient} = \text{grad } E = \nabla E_Q$	تدرج المجال الكهربائي
<b>F</b>	
$FT-IR = \text{Fourier Transformation-InfraRed}$	مطياف تحويل فوريير للأشعة تحت الحمراء
$f_r$	تردد الرنين
$Fe_2O_3 \text{ or } \alpha-Fe_2O_3 = \text{Hematite}$	الهيماتيت: أكسيد الحديد الأحمر
<b>G</b>	
$g_d = \text{ground level}$	المستوى الأرضي
<b>H</b>	
$h$	ثابت بلانك ويساوي $(6.6262 \times 10^{-34}) \text{ J.s}$
$hrs. = \text{hours}$	ساعات
$HMF = \text{The Hyperfine Magnetic Field (HMF) at the Fe Nucleus}$	المجال المغناطيسي شديد الدقة عند نواة الحديد (Fe)

<b>I</b>	
<i>I.S = Isomerir Shift</i>	تغير الأيزومر (النظير)، والأيزومر هو شبيه متشاكل يشابه آخر في التركيب ويخالفه في الخواص ، وقد تكون "الأيزومر هي الأنوية التي لها نفس العدد الذري ونفس عدد الكتلة ولكن حالات الطاقة لها تختلف
<b>K</b>	
$K^{\circ}$	درجة حرارة كلفن
$k$	ثابت بولتزمان $k= 1.38062 \times 10^{-23}$ ( $J.deg^{-1}$ )
<b>M</b>	
<i>MS = Mössbauer Spectroscopy</i>	مطياف موسباور
<i>M<sub>s</sub> = Saturation Magnetization</i>	مغناطيسية التشبع
<i>MRI = Magnetic Resonance Imaging</i>	تصوير بالرنين المغناطيسي
$m$	وزن النواة الممتصة
<i>MCA=Multi channel Analyzer</i>	وحدة تخزين المعلومات (محل متعدد القنوات)
<i>M<sub>R</sub> = magnetic remanence</i>	المغناطيسية المتبقية (المتخلقة)
<b>N</b>	
<i>N<sub>A</sub> = Net Analytic</i>	التحليل الشبكي
<i>nPs = nano Particles Spinel</i>	جزيئات النانو سبينيل
<b>P</b>	
<i>PLD = Pulsed Lazer Deposition</i>	ترسيب الليزر النابض
<i>P<sub>h</sub> = Hysteresis</i>	فقد التخلفية
<i>P = Porosity</i>	المسامية أو النسبة المئوية للمسامات
<i>PMAA = Polymethyl methacrylate</i>	حمض البولي ميثا أكريليك
$P_e$	فقد التيار الدوامي
$P_{e,exc}$	الفقد الفائض
$P_r$	الفقد المتبقي
<b>Q</b>	
<i>QS = The Quadrupole Splitting</i>	انشقاق رباعي القطب
<b>R</b>	
<i>RT = Room Temperature</i>	درجة حرارة الغرفة
<b>S</b>	
<i>SEM = Scanner Electronic Microscope</i>	المجهر الإلكتروني الماسح

<i>SES = Scanner Electronic Spectroscopy</i>	المطياف الإلكتروني الماسح
<i>SPM = SuperPara Magnetic</i>	البارامغناطيسية الفائقة
<i>SCA = Single Channel Analyzer</i>	محلل أحادي القناة
<b>T</b>	
<i>TEM=Transmission Electro Microscope</i>	المجهر الإلكتروني النافذ
<i>TES=Transmission Electro Spectroscopy</i>	المطياف الإلكتروني النافذ
$\tan \delta/\mu_i$	عامل الفقد النسبي المنخفض
$T$	درجة الحرارة المطلقة
$T_B$	درجة حرارة الإعاقاة أو المنع
<i>TVU=Temperature Variation Unit</i>	أجهزة تغيير درجات الحرارة
<b>V</b>	
<i>VSM=Vibration Samples Magnetometer</i>	مغناطومتر العينات التذبذبي
$V_{cell}$	حجم الخلية
$V$	الحجم الحبيبي أو البلوري
<b>X</b>	
<i>XRD=X-Ray Diffraction</i>	حيود الأشعة السينية
<i>XPS= X-Ray Electro Photographic Spectroscopy</i>	مطياف التصوير الإلكتروني للأشعة السينية
<b>Other</b>	
$\eta = Asymmetry Parameter$	معامل عدم التماثل وهو بارامتر لاتناظري
$I$	جميع إجراءات الهاميلتون في الذرة
$I_O$	مؤثر تفاعلات كولوم الكهربائية بين النواة والإلكترونات (الإزاحة الأيزومرية)
$I_Q$	التفاعلات الكهربائية رباعية القطب (الانفلاق رباعي القطب)
$I_M$	تمثل المزدوج المغناطيسي للتفاعلات فوق الدقيقة (انفلاق زيمان النووي)
$\Gamma$	عرض المستويات المختلفة التي تم قياسها عند سعة المنتصف من أقصى كثافة وُجِدَت وتوصف بالراديان
$\rho$	المقاومة النوعية الكهربائية

$\rho_V$	الكثافة الحجمية (كثافة الجسم في الحالة الحجمية)
$\rho_{x-ray}$	القيمة النظرية لكثافة العينة باستخدام حيود الأشعة السينية
$\mu_i$	النفذية الابتدائية
$\mu_0$	نفذية الفراغ وتساوي $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ (HZ)}$

## قائمة المصطلحات

<b>A</b>	
<i>Anions</i>	الأيونات سالبة
<i>Antiferromagnetic</i>	الفيررومغناطيسية المضادة
<i>Absorption Experiment</i>	تجارب الامتصاص
<i>Absorber</i>	المادة الممتصة
<i>Absorption spectrum</i>	طيف الامتصاص
<i>Angular velocity</i>	السرعة الزاوية
<i>Angular frequency</i>	التردد الزاوي
<i>Absorption line</i>	خط الامتصاص
<i>Atomic term</i>	جزء (ذري) أو "إلكتروني"
<b>B</b>	
<i>Bulk</i>	المادة في الحالة الحجمية أو "البلكية"
<b>C</b>	
<i>Cubic Ferrite</i>	الفرايترات المكعبة $MeFe_2O_4$ (حيث Me أي فلز ثنائي التكافؤ)
<i>Cubic Spinel</i>	بلورة السبينيل المكعبة
<i>Coercivity</i>	المغناطيسية القهرية
<i>Co-firing</i>	الاحتراق المشترك
<i>Cations</i>	أيونات موجبة
<i>Complex Mössbauer Spectrum</i>	طيف موسباور المعقد
<i>Constant Velocity Spectrometer</i>	مطياف السرعة الثابتة
<i>Constant Acceleration Spectrometer</i>	مطياف موسباور ذو العجلة الثابتة
<i>Chemical co precipitation technique</i>	تقنية الترسيب المشترك الكيميائي
<i>Convoluting spectra</i>	الطيف المعقد
<b>D</b>	
<i>Doxorubicin drug</i>	دواء الدوكسوروبيسين وهو دواء مضاد للسرطان
<b>E</b>	
<i>Energy-Dispersive Spectrum</i>	طيف الطاقة التفريقي
<i>Electromagnetic Spectrum</i>	الطيف الكهرومغناطيسي

<i>Emission line</i>	خط الانبعاث
<i>Excitation</i>	طاقة الإثارة
<i>Energy shift</i>	إزاحة الطاقة
<i>Electric Monopole</i>	أحادي القطب الكهربائي
<i>Experimental line width</i>	الإتساع المعلمي لخط الرنين
<b>F</b>	
<i>Ferrite</i>	فرايت
<i>Ferrimagnetic</i>	فيريمغناطيسي
<i>Fine Structure</i>	التركيب الدقيق
<i>First Excited Level</i>	المستوى المثار الأول
<b>G</b>	
<i>Garnet Ferrite</i>	فرايت الجارنيت أو فرايت العقيق
<b>H</b>	
<i>Hexagonal</i>	الفرايت السداسي
<i>Hyperthermia</i>	فوق الحراري
<i>Hyperfine Structure</i>	التركيب فوق الدقيق
<i>Heat energy</i>	طاقة حرارية
<i>Hamiltonian</i>	هاميلتون
<i>Hamilton Operator</i>	مؤثر هاميلتون
<i>Hyperthermia</i>	فوق الحراري
<b>I</b>	
<i>Isotope</i>	نظير
<i>Inverted Spinel</i>	السبينيل المقلوب
<i>Inductively coupled plasma analysis</i>	تحليل البلازما المزوجة بشكل حثي
<i>Impedence spectroscopy</i>	مطياف المعاوقة
<i>Incident rays</i>	الأشعة الساقطة
<i>Impedence spectroscopy</i>	مطياف المعاوقة
<b>M</b>	
<i>Magnetite</i>	الماغنيثيت $Fe(Fe_2O_4)$ وهو "حجر مغناطيسي واسمه العلمي أكسيد الحديد المغناطيسي"
<i>Maghemite</i>	الماغيميت
<i>Mineralogy</i>	علم المعادن
<i>Mono dispersed</i>	أحادية التشتت
<i>Magnetic dipole</i>	المزدوج المغناطيسي
<i>Multiple</i>	سلسلة من الأقطاب المتعددة

<b>N</b>	
<i>Nuclear gamma resonance</i>	الرنين النووي بواسطة (أشعة- $\gamma$ )
<i>Nuclear quadruple moment</i>	العزم النووي الرباعي القطب
<i>Natural line width</i>	الاتساع الطبيعي لخط الرنين
<i>Nuclear Zeeman effect</i>	تأثير زيمان النووي
<i>Nuclear Zeeman Splitting</i>	انفلاق زيمان النووي
<i>Normal Structure</i>	التركيب العادي
<i>Nuclear Zeeman splitting</i>	انفصال مغناطيسي
<i>Non-convoluted components</i>	مكونات الطيف المعقد
<i>Nuclear term</i>	جزء نووي
<b>O</b>	
<i>Overlapping</i>	منطقة تراكب
<i>Oblate</i>	تفلطح بالنواة
<b>P</b>	
<i>Prolate</i>	استطالة بالنواة
<i>Pulse Amplifier</i>	مكبر النبضات
<i>Pervoskite</i>	بيروفسكايت
<i>Pseudo brookite</i>	مركب التيتانيوم الحديدي $Fe TiO_5$
<b>Q</b>	
<i>Quantum numbers</i>	أعداد الكم
<i>Quadrupole splitting</i>	انفلاق رباعي القطب
<i>Quadruple electric</i>	رباعية القطب
<b>R</b>	
<i>Remanence</i>	الدفق المغناطيسي المتخلف
<i>Reflected rays</i>	الأشعة المنعكسة
<i>Radioactive nucleus</i>	نواة مشعة
<i>Represents the fraction of recoil-free events</i>	كسر الأحداث الخالية من الارتداد
<i>Recoil-less emission</i>	إشعاع الارتداد الأقل
<i>Radioactive Source</i>	المصدر المشع
<b>S</b>	
<i>Spinel Mg O AL<sub>2</sub> O<sub>3</sub></i>	معدن السبينيل
<i>Scherrer formula</i>	صيغة شيرر
<i>Sono chemical method</i>	طريقة الكيمياء الصوتية
<i>Standard double sintering ceramic technique</i>	تقنية السيراميك المتصلد

<i>Standard double sintering ceramic technique</i>	تقنية السيراميك المتصلد المضاعف المعياري
<i>Scattering</i>	الاستطارة
<i>Scattering Geometry</i>	نظام الاستطارة
<i>Spectra Complex</i>	الطيف المركب
<i>Spin quantum</i>	رقم كم مغزلي
<i>Spherically symmetric</i>	شكل كروي
<b>T</b>	
<i>The type of coordination polyhedron</i>	النموذج ذو الشكل التنسيقي متعدد السطوح
<i>Targeting delivery</i>	تحرير الاستهداف
<i>Transmission Geometry</i>	نظام النفاذية
<i>Transducer Velocity Sensor</i>	مولد حركة دوبلر ومجس السرعة
<i>The nuclear larmor precession period "slow"</i>	سبق العالم لارمر النووية "البطيء"
<b>U</b>	
<i>Undeformed Octahedral</i>	ثمانية الأوجه المثالي
<b>W</b>	
<i>Weakly amphoteric</i>	أمفوتري ضعيف أي حمضي قلوي أو ذو أيونين "مختلفي الشحنة" ضعيف
<b>Z</b>	
<i>Zeeman sextets</i>	سداسيات زيمان
<b>Other</b>	
<i><math>\gamma</math>-ray</i>	أشعة-جاما
<i><math>\gamma</math>- detector</i>	كاشف أشعة جاما



## قائمة المحتويات

نموذج إجازة الرسالة

الإهداء

د.....	شكر وتقدير.....
و.....	المستخلص العربي.....
ح.....	المستخلص الانجليزي.....
ط.....	قائمة المحتويات.....
م.....	قائمة الأشكال.....
ع.....	قائمة الجداول.....
ف.....	قائمة الرموز والمصطلحات.....

١.....	الفصل الأول: المقدمة والمسح المرجعي والهدف من البحث.....
١.....	(١-١) المقدمة.....
٤.....	(٢-١) أنواع المواد الفرايئية.....
٤.....	(١-٢-١) نوع سبينيل ذو تركيب بلوري مكعبي.....
٤.....	(٢-٢-١) نوع رصاصي مغناطيسي ذو تركيب بلوري سداسي.....
٤.....	(٣-٢-١) نوع عقيق المتصف بالتركيب البلوري المكعبي.....
٥.....	(٣-١) المسح المرجعي.....
٥.....	(١-٣-١) المسح المرجعي للخصائص التركيبية والكهربائية للفرايت.....
	(٢-٣-١) المسح المرجعي لقياسات أطيف الموسباور والخصائص المغناطيسية للفرايت.....
٢٠.....	٢٠.....
٣٠.....	(٤-١) الهدف من البحث.....
٣١.....	(٥-١) منهج البحث وتبويبه.....

٣٢.....	الفصل الثاني: تقنيات البحث.....
٣٢.....	(١-٢) المقدمة.....
٣٣.....	(٢-٢) التوصيف التركيبي للفرايت.....
٣٣.....	(١-٢-٢) خلية وحدة السبينيل "البلورة المكعبة".....
٣٧.....	(٣-٢) عينات البحث.....
٣٨.....	(٤-٢) طريق التحضير الكيميائية المستخدمة للعينات.....
٣٨.....	(١-٤-٢) طريقة تقنية الأوكسالات.....
٣٩.....	(٢-٤-٢) طريقة الترسيب الكيميائي المشترك.....
٤١.....	(٥-٢) تقنيات القياسات المستخدمة.....

- ٤١ (١-٥-٢) تقنية حيود الأشعة السينية.....
- ٤١ (١-١-٥-٢) قانون براغ.....
- ٤٣ (٢-١-٥-٢) حساب قيمة ثابت الشبكة البلورية.....
- ٤٤ (٣-١-٥-٢) حساب الحجم البلوري ( $D_{nm}$ ) أو ( $V$ ).....
- ٤٤ (٤-١-٥-٢) حساب القيمة النظرية لكثافة العينات باستخدام حيود الأشعة السينية ( $r_{x-ray}$ ).....
- ٤٥ (٥-١-٥-٢) حساب النسبة المئوية للمسامات " $P$ " في الفرايت.....
- ٤٥ (٦-١-٥-٢) الجهاز ومبدأ القياس.....
- ٤٦ (٧-١-٥-٢) طبيعة العينات التي تدرس على هذا الجهاز.....
- ٤٧ (٨-١-٥-٢) تحديد البنية البلورية.....
- ٤٧ (٩-١-٥-٢) القياسات الدقيقة لوسائط الشبكة البلورية.....
- ٤٨ (١٠-١-٥-٢) التحليل الطوري لحيود الأشعة السينية.....
- ٥٠ (٦-٢) تقنيات الامتصاص الرنيني لأشعة جاما (طيف الموسباور).....
- ٥٠ (١-٦-٢) مفهوم الرنين النووي.....
- ٥٢ (٢-٦-٢) المبادئ الأساسية لأطياف موسباور.....
- ٥٧ (٣-٦-٢) تاريخ اكتشاف ظاهرة موسباور.....
- ٥٩ (٤-٦-٢) نظرية تأثير موسباور.....
- ٥٩ (١-٤-٦-٢) مقدمة.....
- ٦١ (٢-٤-٦-٢) إزاحة طاقة الارتداد.....
- ٦٥ (٣-٤-٦-٢) اتساع دوبلر.....
- ٧١ (٥-٦-٢) بارامترات موسباور لتفاعلات التركيب فوق الدقيق (بارامترات موسباور).....
- ٧٢ (١-٥-٦-٢) البارامتر الأول: اتساع خط الرنين.....
- ٧٢ (٢-٥-٦-٢) البارامتر الثاني: تفاعل الأيزوميرية الكيميائية أو تفاعل أحادي القطب الكهربائي.....
- ٧٤ (٣-٥-٦-٢) البارامتر الثالث: الانفلاق رباعي القطب الكهربائي.....
- ٧٨ (٤-٥-٦-٢) البارامتر الرابع: الانفلاق المغناطيسي فوق الدقيق أو (انفلاق زيمان النووي).....
- ٨٨ (١-٤-٥-٦-٢) تعريفات مهمة.....
- ٩٣ (ب-٤-٥-٦-٢) انفلاق زيمان.....
- ١٠١ (٧-٢) مطياف موسباور.....
- ١٠١ (١-٧-٢) تعريف مطياف موسباور.....
- ١٠١ (٢-٧-٢) الأنظمة المستخدمة في أجهزة موسباور.....
- ١٠٢ (١-٢-٧-٢) نظام النفاذية.....
- ١٠٢ (٢-٢-٧-٢) نظام الاستطارة.....
- ١٠٢ (٣-٧-٢) أنواع مطياف موسباور.....
- ١٠٢ (١-٣-٧-٢) مطياف موسباور ذو السرعة الثابتة.....
- ١٠٢ (٢-٣-٧-٢) مطياف موسباور ذو العجلة الثابتة.....
- ١٠٥ (٤-٧-٢) مكونات مطياف موسباور ذو العجلة الثابتة.....
- ١١٢ (٨-٢) تقنية قياسات المجهر الإلكتروني الماسح.....
- ١١٢ (١-٨-٢) تعريف جهاز المجهر الإلكتروني الماسح.....
- ١١٥ (٢-٨-٢) كيف يعمل المجهر.....

١١٧..... (٢-٩) بناء دائرة تعمل بالحاسوب لإجراء القياسات الكهربائية.....

١٢٠..... الفصل الثالث: النتائج العملية والمناقشة.....

١٢٠..... (٣-١) دراسة تركيب مسحوق مركب أكسيد التيتانيوم الحديدي النانومتري  $Fe_2TiO_5$ .....

١٢٠..... (٣-١-١) مقدمة.....

(٣-١-٢) نتائج تحليل الأشعة السينية لمركب التيتانيوم الحديدي (البسيدوبروكايت)

١٢٢.....  $Fe_2TiO_5$ .....

(٣-١-٣) نتائج تحليل تقنية الامتصاص الرنيني لأشعة جاما (طيف موسباور)

١٢٥..... لمركب أكسيد التيتانيوم الحديدي.....

١٣١..... (٣-١-٤) دراسة مسح رسوم الإلكترون للبيانات الدقيقة على عينات  $Fe_2TiO_5$ .....

١٣٣..... (٣-٢) دراسة مركب فرايت الخارصين ( $ZnFe_2O_4$ ) ذو الحجم الجزيئي النانومتري.....

١٣٣..... (٣-٢-١) المقدمة.....

١٣٤..... (٣-٢-٢) توصيف مسحوق الباردة.....

(٣-٢-٣) تأثير درجة حرارة التكليل على الحبيبات الجزيئية لفرايت الخارصين

١٣٤..... وعلى تحليل نتائج حيود الأشعة السينية.....

(٣-٢-٤) نتائج تحليل تقنية الامتصاص الرنيني لأشعة جاما (طيف موسباور)

١٣٨..... لمركب ( $ZnFe_2O_4$ ).....

١٤٥..... (٣-٣) دراسة مركب فرايت الكوبالت ( $CoFe_2O_4$ ) ذو الحجم الجزيئي النانومتري.....

١٤٥..... (٣-٣-١) توصيف مسحوق الباردة.....

(٣-٣-٢) دراسة تأثير درجة حرارة الترسيب على الحبيبات الجزيئية لفرايت

١٤٦..... الكوبالت وعلى نتائج تحليل حيود الأشعة السينية.....

(٣-٣-٣) نتائج تحليل تقنية الامتصاص الرنيني لأشعة جاما (طيف موسباور)

١٤٩..... لمركب ( $CoFe_2O_4$ ).....

(٣-٤) دراسة أطيف موسباور لأنظمة فرايت مختلفة ذات حجم جزيئات

١٥٤..... نانومتري ( $MFe_2O_4$ ) حيث ( $M = Zco, Cu, Ni$ ).....

١٥٤..... (٣-٤-١) مقدمة.....

(٣-٤-٢) نتائج تحليل تقنية الامتصاص الرنيني لأشعة جاما (طيف موسباور)

١٥٤..... للعينة ( $ZnCoFe1100$ ).....

١٥٦..... (٣-٤-٣) دراسة طيف موسباور للعينة ( $CuFe_2O_4$ ).....

(٣-٤-٤) نتائج تحليل تقنية الامتصاص الرنيني لأشعة جاما (طيف موسباور)

١٥٨..... للعينة ( $NiFe_2O_4$ ).....

(٣-٥) بعض القياسات الكهربائية لبعض أنظمة الفرايت التي تم أخذها بعد بناء

١٦١..... الدائرة.....

١٦٧..... الفصل الرابع: الاستنتاجات والدراسات المستقبلية.....

(٤-١) دراسة تقنيات مسحوق أكسيد التيتانيوم الحديدي (البسيدوبروكايت)

١٦٧..... ( $Pseudobrookite$ )  $Fe_2TiO_5$  ذات الحجم النانومتري.....

١٦٨..... (٤-٢) دراسة تقنيات المسحوق فرايت الخارصين ذات الحجم النانومتري.....

١٦٩..... (٤-٣) دراسة تركيب المسحوق فرايت الكوبالت ذات الحجم النانومتري.....

- (٤-٤) دراسة أطياف موسباور لبعض أنظمة الفرايت ذات حجم جزيئي النانومتري  
١٧٠.....(Me= Zco, Cu, Ni) حيث (MeFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)  
(١-٤-٤) دراسة طيف موسباور لنظام فرايت كوبالت الخارصين..... ١٧٠  
(٢-٤-٤) دراسة طيف موسباور لنظام فرايت النحاس..... ١٧١  
(٣-٤-٤) دراسة طيف موسباور لنظام فرايت النيكل..... ١٧٢  
(٥-٤) قياس بعض الخصائص الكهربائية لبعض عينات أنظمة الفرايت..... ١٧٢

- ١٧٤.....المراجع  
١٨٤.....الملاحق  
١٩٠.....الملخص باللغة الإنجليزية  
١٩٢.....السيرة الذاتية  
صور من البحث الأول الذي تم نشره والبحث الثاني تحت النشر

## قائمة الأشكال

رقم الشكل	عنوان الشكل	الصفحة
(١-٢)	خلينا وحدة تُمثل الثُمُنين من البلورة المكعبة السبينييل.....	٣٤
(٢-٢)	تركيب الاسبنييل ويتضح فيه التركيب ثماني السطوح ورباعي السطوح.....	٣٦
(٣-٢)	نموذج (XRD) ، حيث تظهر (d) وهي المسافة بين المستويات المتوازية.....	٤٢
(٤-٢)	جهاز X-Ray Diffraction لقياس الحيود على مسحوق العينات.....	٤٩
(٥-٢)	التمثيل التخطيطي لعملية الرنين.....	٥١
(٦-٢)	التمثيل التخطيطي لعملية الرنين النووي بواسطة أشعة جاما.....	٥١
(٧-٢)	الانحلال النووي من $(Fe^{57}) \rightarrow (Co^{57})$ ، وعمليات استطارة خلفية مختلفة لـ $(Fe^{57})$ الذي يمكن أن يلي الامتصاص الذي يحدث الرنين لفوتون جاما الساقط.....	٥٣
(٨-٢)	مستويات الطاقة الاهتزازية داخل المادة.....	٥٥
(٩-٢)	يوضح اتساع خط الرنين عند منتصف القمة (أو الشدة) ، ومبدأ اللايقين	
(١٠-٢)	في مستويات الطاقة داخل النواة.....	٦٠
(١١-٢)	إشعاع (أشعة- $\gamma$ ) بطاقة ( $E_\gamma$ ) من النواة وهي في حالة الإثارة، حيث ( $E_r$ ) هي الطاقة المرتدة.....	٦٢
(١٢-٢)	طاقة توزيع الانبعاث والامتصاص ( $E_0$ ) والطاقة المرتدة ( $E_r$ ) و نلاحظ	
(١٣-٢)	عدم وجود قمة فائقة مركبة من التحليلين ولا يوجد احتمالية لوجود الرنين.....	٦٤
(١٤-٢)	اتساع خط الرنين و زيادة ( $\Delta E$ ) نتيجة ظاهرة دوبلر وتظهر منطقة تراكم	
(١٥-٢)	مشتركة بين الخطين يمكن أن يحدث فيها الرنين.....	٦٧
(١٦-٢)	نقصان ذبذبة الشبيكة البلورية بعد تبريد العينة من درجة حرارة الغرفة	
(١٧-٢)	إلى درجة حرارة سائل النيتروجين.....	٦٩
(١٨-٢)	مستويات الطاقة النووية للمصدر والماص، وتوضح نتائج طيف موسباور	
(١٩-٢)	بأن الإزاحة من نقطة الصفر تعود إلى تغير الأيزومر.....	٧٦
(٢٠-٢)	انفلاق مستويات الطاقة النووية لـ $(Fe^{57})$ نتيجة انفلاق رباعي القطب،	
(٢١-٢)	وتظهر قيم العدد الكمي اللفي النووي المغناطيسي ( $m_L$ ) بعد الانفلاق.....	٨٠
(٢٢-٢)	انقسام طيف الامتصاص الرنيني لأشعة جاما لـ $(Fe^{57})$ في حالة وجود	
(٢٣-٢)	انفلاق رباعي القطب.....	٨٠
(٢٤-٢)	توزيع الشحنة بشكل غير كروي (أو مشوه) في حالة مستويات الطاقة التي	
(٢٥-٢)	لها رقم كم مغزلي ( $I > 1/2$ ).....	٨١
(٢٦-٢)	الشحنات الخارجية الناتجة من الأيونات أو ثنائي القطب في البلورات	
(٢٧-٢)	الأيونية تسبب تدرّج (ميل) مجال كهربائي خارجي.....	٨٦
(٢٨-٢)	يوضح الزاوية ( $\theta$ ) زاوية الترنح لعزم الدوران المداري حول المجال	
(٢٩-٢)	المغناطيسي عندما يؤثر مجال مغناطيسي ( $B$ ) على الذرة.....	٩٢

- (٢٠-٢) النسبة بين العزم المغناطيسي الكلي بوحدات مغنيطون بوهر إلى عزم الدوران الكلي.....٩٤
- (٢١-٢) تكون عدد الانتقالات في نواة الحديد ( $Fe^{57}$ ) هي ستة انتقالات (أربعة  $+3/2$  واثنين  $1/2$ ).....٩٧
- (٢٢-٢) مخطط مستويات الطاقة المغناطيسية المشتركة وتفاعل رباعي القطب في ( $Fe^{57}$ ) ، ونتائج طيف موسباور.....٩٧
- (٢٣-٢) إضافة متجه للمجال المطبق ( $H_{ext}$ ) ، والمجال الداخلي ( $H_{hf}$ ) بزوايا معرفة وهي ( $\alpha$ ) ، ( $\theta$ ) .....١٠٠
- (٢٤-٢) ترتيب الأجهزة في حالة نظام النفاذية لمطياف الموسباور.....١٠٣
- (٢٥-٢) ترتيب الأجهزة في حالة نظام الاستطارة لمطياف الموسباور.....١٠٣
- (٢٦-٢) مطياف موسباور ذو السرعة الثابتة.....١٠٤
- (٢٧-٢) الأجزاء الرئيسية التي يتكون منها مطياف موسباور ذو العجلة الثابتة.....١٠٤
- (٢٨-٢) دراسة مركبات الحديد بفصل نظير ( $Co^{57}$ ) من نواتج انشطار اليورانيوم ( $U^{235}$ ) و يفصل على هيئة سائل كلوريد الكوبالت الذي يتحلل إلى ( $Fe^{57}$ ).....١٠٦
- (٢٩-٢) الأشكال الثلاثية للنبضات الخارجة من الدائرة الالكترونية المكونة مولد الدالة (الموجات) الرقمي.....١٠٩
- (٣٠-٢) صورة توضح الأجزاء المكونة لمطياف الموسباور ذو العجلة الثابتة.....١١٣
- (٣١-٢) صورة توضح مكان انطلاق أشعة جاما من المصدر واستقبالها من العينة.....١١٤
- (٣٢-٢) صورة مكبرة لمكان انطلاق أشعة جاما من المصدر واستقبالها من العينة.....١١٤
- (٣٣-٢) صورة توضح جهاز المجهر الإلكتروني المساح بجامعة الطائف.....١١٦
- (٣٤-٢) الدائرة المعتمدة في القياسات الكهربائية للعينة.....١١٩
- (١-٣) نماذج ( $XRD$ ) التي تم الحصول عليها من مساحيق ست عينات تم تكليلها عند درجات الحرارة المشار إليها في الشكل.....١٢٣
- (٢-٣) إشارات شدة ( $XRD$ ) من ثلاثة أطوار مختارة كدالة في درجات حرارة التكليل.....١٢٤
- (٣-٣) أطياف موسباور ( $Fe^{57}$ ) عند درجات حرارة الغرفة المتحللة إلى خطين ثنائيين ( $Fe_2TiO_5$ ) والسداسي ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) ، وقد جمعت الأطياف من المساحيق المتكلسة عند درجات الحرارة المشار إليها.....١٢٦
- (٤-٣) أطياف موسباور ( $Fe^{57}$ ) التي تم تجميعها من ( $TiF1200$ ) عند درجات الحرارة المشار إليها بتوزيعاتهم لـ ( $HMF$ ) والتي تم الحصول عليها من طريقة (لي كير و دوبيوز).....١٣٠
- (٥-٣) الرسوم البيانية المجهرية (الميكروجرافس) المأخوذة من ( $SEM$ ) لمساحيق أكسيد التيتانيوم الحديدي المتكلسة عند درجات حرارة مشار إليها بالشكل.....١٣٢
- (٦-٣) نماذج ( $XRD$ ) لهيدروكسيدات خليط (حديد-خارصين) عند ( $PH = 8, 10$ ) والمتكلسة عند درجات حرارة مختلفة.....١٣٦
- (٧-٣) أطياف موسباور المقاسة عند درجة حرارة الغرفة للعينات ( $ZnFe_2O_4$ ) المترسبة عند الشروط المشار إليها بالرسم.....١٤٠
- (٨-٣) أطياف موسباور المقاسة عند درجة ( $20^\circ K$ ) لعينات فرايت خارصين، وفق الشروط الموضحة بالرسم.....١٤٣
- (٩-٣) النماذج ( $XRD$ ) لمساحيق ( $CoFe_2O_4$ ) ( $nPs$ ) عند ( $PH = 8, 10$ ) ،

- ١٤٧..... عند درجات حرارة تكليس كما هو موضح في الرسم  
(١٠-٣) أطياف موسباور ( $CoFe_2O_4$ ) ( $nPs$ ) المترسب عند ( $pH = 8$ )، وعند
- ١٥٠..... درجات حرارة تكليس كما هو واضح من الرسم  
(١١-٣) أطياف موسباور لعينات ( $CoFe_2O_4$ ) ( $nPs$ ) المترسبة عند ( $pH = 10$ )
- ١٥١..... عند درجات حرارة تكليس العينة كما هو واضح من الرسم  
(١٢-٣) يوضح طيف الموسباور للعينة فرايت كوبالت الخارصين ( $ZnCoFe1100$ ) والتي تم رصد طيفها في درجة حرارة الغرفة وبعد تكليسها عند درجة حرارة ( $1100^\circ C$ ).....
- ١٥٥..... (١٣-٣) يوضح طيف موسباور الذي تم رصده لفرايت النحاس عند درجات حرارة تكليس ( $400, 1100^\circ C$ ) كما هو موضح بالشكل.....
- ١٥٧..... (١٤-٣) يوضح طيف موسباور الذي تم رصده لفرايت النيكل عند درجات حرارة تكليس كما هو موضح بالشكل.....
- ١٥٩..... (١٥-٣) الدائرة الكهربائية التي تم بناؤها في قياسات الكهربائية.....
- ١٦٣..... (١٦-٣) أجزاء الدائرة الكهربائية التي تم بناؤها في قياسات الكهربائية.....
- ١٦٤..... (١٧-٣) نقصان المقاومة النوعية الكهربائية أسياً مع درجة الحرارة والذي يوضح سلوك أشباه موصلات.....
- ١٦٥..... (١٨-٣) تغير اللوغاريتم للموصلية الكهربائية مع مقلوب درجة الحرارة في مدى درجات الحرارة من ( $300 \sim 500^\circ K$ ).....
- ١٦٦.....

## قائمة الجداول

رقم الجدول	عنوان الجدول	الصفحة
(١-٣)	يوضح قيمة التغير النسبي لأيزومر الموسباور (Fe) النقي ( $IS_{Fe}$ ) ، والانقسام الرباعي ( $QS$ ) و المجال المغناطيسي شديد الدقة ( $HMF$ ) ونسبة ( $Fe^{3+}$ ) داخل ( $Fe_2TiO_5$ ) إلى ( $Fe^{3+}$ ) داخل ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) {المساحة النسبية من قياسات ( $MS$ )} ، و نسبة الشدة ( $XRD$ ) من نماذج ( $Fe_2TiO_5$ ) إلى الأخرى ( $\alpha-Fe_2O_3$ ) {المساحة النسبية من قياسات ( $XRD$ )}	١٢٧
(٢-٣)	حساب الحجم البلوري والمساحة السطحية لمساحيق ( $ZnFe_2O_4$ ) ( $nPs$ ) وذلك عند ( $PH = 8, 10$ ) و الذي تم الحصول عليه من ( $XRD$ ) عند درجة حرارة ترسيب ( $70^\circ C$ )	١٣٧
(٣-٣)	متوسط زمن الاسترخاء لفرائيت الخارصين ذو الجزيئات النانومترية المحسوبة قيمتها بالثانية من صيغة نييل براون ( $Neel- Brown formula$ )	١٤٤
(٤-٣)	حساب الحجم البلوري والمساحة السطحية لفرائيت كوبات مختلف ( $nPs$ ) والذي تم الحصول عليه من ( $XRD$ ) وذلك عند درجة حرارة ترسيب ( $70^\circ C$ )	١٤٨
(٥-٣)	تحليل موسباور عند ( $RT$ ) لعينات ( $nPs$ ) من ( $CoFe_2O_4$ )	١٥٢
(٦-٣)	بارامترات موسباور ، المواقع المميزة والمساحة النسبية للعينات المدروسة	١٦٠
(٧-٣)	بعض الخصائص الكيميائية للعناصر الانتقالية التي تم اختيارها للتحضير لتكوين مركب فرائيت أو مركب يحتوي على حديد	١٨٤