

تحضير المركب فريت المغنيزيوم ($MgFe_2O_4$) بطريقة Sol-gel

محمود الصالح*، إبراهيم أسعد اسماعيل**،

ملخص البحث

أجريت دراسة تجريبية باستخدام تقنيات (XRD, IR, DTA) من أجل تحضير مركب فريت المغنيزيوم ($MgO-Fe_2O_3$) بطريقة الـ Sol-gel انطلاقاً من أملاح نترات المغنيزيوم المائية ونترات الحديد المائية وذلك بوجود مثبتات مختلفة (حمض الخل، حمض الاسكوريك، البكتين، β -carrageenan) ودرس تأثير كل من العوامل التالية: النسبة المولية، والزمن، ودرجة الحرارة على استقرار الجملة المتشكلة، وبذلك حددت الشروط المثلى لتشكيل الجملة واستقرارها. تفصل بعد ذلك الجملة المتشكلة بالترشيح وتجفف عند الدرجة ($105^\circ C$) ثم ترمد عند درجات حرارة مختلفة تتراوح بين ($500-1000^\circ C$). حلت العينات الناتجة باستخدام تقنية التحليل الحراري التفاضلي (DTA) ومطيافية انعراج الأشعة السينية (XRD) بالإضافة لمطيافية الأشعة تحت الحمراء (FT-IR). بالاعتماد على نتائج التحليل باستخدام التقنيات المذكورة تبين مايلي: يبدأ مركب فريت المغنيزيوم بالتشكل عند درجة حرارة ($621.4^\circ C$) وفق النمط البلوري المكعبي ويتميز المركب بثبات حراري.

كلمات مفتاحية: طريقة Sol-gel، فريت المغنيزيوم، $MgFe_2O_4$ ، أكسيد مختلط.

(* طالب دكتوراه في الكيمياء اللاعضوية - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة البعث - حمص - سوريا.

(** أستاذ الكيمياء اللاعضوية في قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة البعث - حمص - سوريا.

Preparing of magnesium Ferrite $MgFe_2O_4$ by Sol-gel method

Mahmoud Alsaleh*, Ibraheem Asaad Ismaeel**

Abstract

An experimental study was carried out using (XRD, IR, DTA) the mixed oxide $MgFe_2O_4$ was synthesized using Sol-gel method from hydrated magnesium nitrate and hydrated iron nitrate in the presence of different stabilizer (Acetic acid, ascorbic acid, pectin and β -carrageenan).

The stability of the formed compound had been studied extensively by determining the affective conditions (type of stabilizer, molar ratio of stabilizer: mixed oxides, time and temperature) on the preparation process.

The formed compound was separated by filtration, and dried at (105 °C), and incinerated at different temperatures (500-1000 °C).

The obtained samples were analyzed using (DTA), X-ray diffraction (XRD), and (IR). The obtained results shows: The mixed oxide $MgFe_2O_4$ formed at (621.4 °C) by cubic crystal phase, and still thermally stable.

Keywords: Sol-gel method, Magnesium Ferrite, $MgFe_2O_4$, mixed oxide.

*) PHD student, Department of chemistry-Faculty of science-Al-baath university Homs-Syria.

***) professor of inorganic chemistry, Department of chemistry-Faculty of science-Al-baath university Homs-Syria.

1- مقدمة:

تمتلك الأكاسيد المختلطة أهمية كبيرة في مجالات الكيمياء والفيزياء والصناعة. نظراً لتشكل مركب جديد يختلف بخصائصه عن خصائص الأكاسيد الأولية. ومن أشهر هذه الأكاسيد المختلطة وأكثرها تطبيقاً حجر المغناطيس والمعروف بتركيبه العام ذو الصيغة (Fe_3O_4) والذي تبين أنه يتكون من أكسيدي الحديد الثلاثي والثنائي ويكتب وفق الصيغة $(FeO-Fe_2O_3)$ ويسمى هذا المركب فريت الحديد. ومن المعلوم أن المواد المغناطيسية تدخل في صناعة معظم الأجهزة الالكترونية. لذا انصب كثير من الباحثين على دراسة هذا النوع من المركبات محاولين صناعة مغناط قوية ودائمة، فكانت حجر الأساس لدراسة تحضير مركبات فريت المعادن المختلفة.

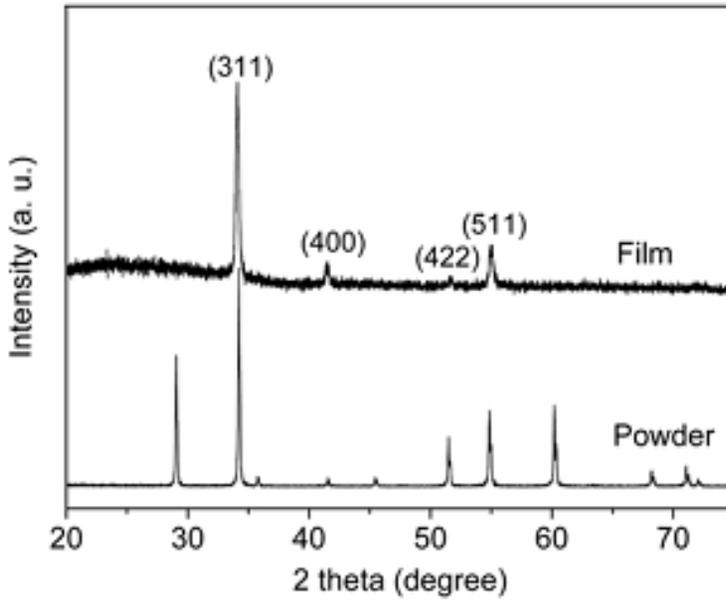
ونظراً للخصائص المغناطيسية التي تبديها هذه المركبات فقد استخدمت بشكل كبير في صناعة أجهزة تخزين البيانات [1,2] وأجهزة التصوير بالرنين المغناطيسي [3]، إضافة لحساسات الحرارة [4] كما تملك هذه المركبات تطبيقات طبية واسعة [5-8].

تتدرج البنية البلورية لمادة فريت المعادن (MFe_2O_4) تحت نمط السباينل ذو الصيغة العامة (AB_2O_4) حيث أن (A,B) أيونات موجبة تحمل الشحنات $(+2, +3)$ مثل حالة فريت المغنيزيوم $(A=Mg^{2+}, B=Fe^{3+})$. ويمكن أن تكون (A,B) أيونات موجبة تحمل الشحنات $(+4, +2)$ مثل مركبات $(TiMg_2O_4)$ حيث $(A=Ti^{4+}, B=Mg^{2+})$ [9].

في السباينل الطبيعي تحتل أيونات (A) مراكز رباعية الوجوه بينما تحتل أيونات (B) مراكز ثمانية الوجوه [10,11].

درس العديد من الباحثين تحضير هذه المادة بطرائق مختلفة وتوصيفها بتقنيات مختلفة تناسب الغاية المحضرة من أجلها.

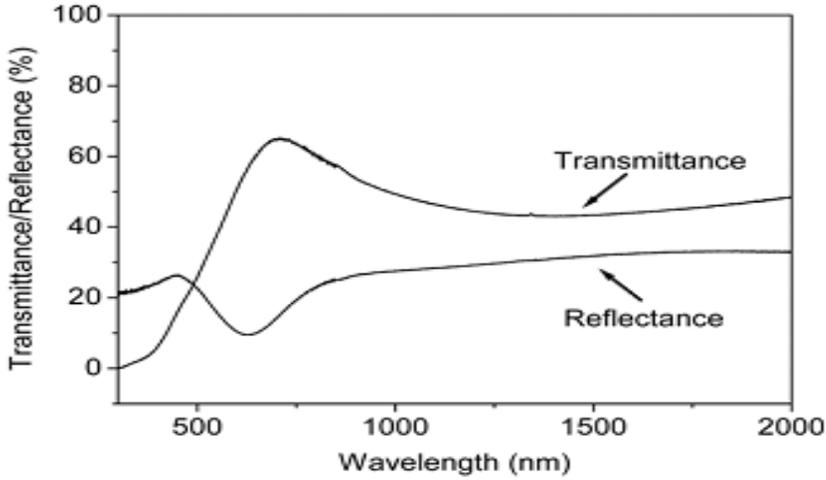
قام الباحث (Miao, 2010) بتحضير فريت الكاديوم ($CdFe_2O_4$) وذلك انطلاقاً من المعادن (الحديد والكاديوم) والتي يتم مفاعلها بحمض كلور الماء حيث تتحل المعادن وتتحول الى كلوريدات منحلة ثم يضاف هيدروكسيد الصوديوم وبالتالي تترسب على شكل هيدروكسيدات حيث ترشح وتغسل وتجفف عند درجة حرارة ($105\text{ }^\circ\text{C}$) لمدة (12 h) ويتم التكليل عند درجة حرارة ($900\text{ }^\circ\text{C}$) لمدة (24 h) ليتم الحصول على راسب بني مسود اللون يتم توصيفه باستخدام (XRD) ويظهر الشكل التالي مخطط الانعراج:



الشكل (1) مخطط (XRD) لفريت الكاديوم المحضر بطريقة الاصطناع الصلب

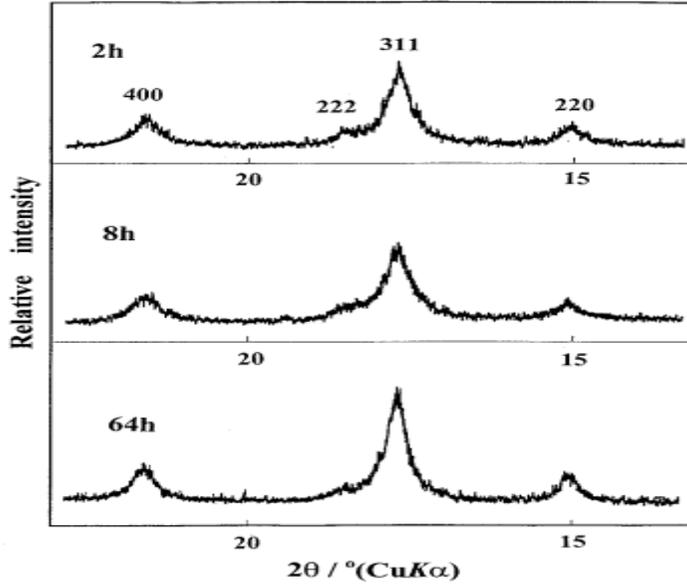
وقام الباحث بتحضير فلم رقيق وقاس امتصاصيته للأشعة الضوئية ويظهر الشكل (2) التالي طيف السبيكتروفوتوميتر للعينة. ويجراء الحسابات الضوئية تبين أن المادة

المحضرة من أنصاف النواقل ويمكن استخدامها في الخلايا الشمسية حيث كان عرض الفجوة الطاقية (1.97 eV) [12].



الشكل (2) طيف امتصاص الأشعة المرئية وفوق البنفسجية من قبل فريت النحاس

وقام الباحث (Goticí, 1998) بتحضير (NiFe_2O_4) بطريقة الترسيب المشترك وذلك بمزج هيدروكسيد النيكل الثنائي مع هيدروكسيد الحديد الثلاثي بنسبة مولية (2:1)، وتمت عملية الترميد عند الدرجة (500°C) حيث يتشكل المركب المطلوب كما أظهرت مخططات (XRD) التي يبينها الشكل التالي [13]:



الشكل (3) مخطط (XRD) لفريت النيكل المحضر بطريقة الترسيب المشترك

2- مشكلة البحث:

تعد مادة فريت المغنيزيوم من المركبات الهامة في الصناعة (وخاصة الصناعات الحديثة)، إلا أنه من الصعب الحصول عليها بصورتها النقية باستخدام الطرائق العادية مثل (الهدوحرارية والاصطناع الصلب) بسبب درجات الحرارة العالية اللازمة للتحضير.

3- أهمية وهدف البحث:

تكمن أهمية البحث في استخدام طريقة الـ Sol-gel في تحضير الجملة المذكورة حيث تعطي مردود عالي وبنية بلورية منتظمة وأكثر تجانساً.

نههدف من هذا البحث الى تحضير مركب فريت المغنيزيوم ودراسة تأثير استقرار الجل المتشكل والعوامل المؤثرة عليه اضافة لدراسة تأثير درجة الحرارة على الجملة أثناء عملية التحضير ودراسة البنية البلورية للمركب الناتج.

4- الجزء العملي:

4-1- التجهيزات والأدوات المستخدمة:

- ميزان تحليلي بدقة تصل إلى 0.0001 gr
- أدوات زجاجية مختلفة.
- بوتقات خزفية تتحمل درجات حرارة عالية.
- مجفف لتجفيف العينات من إنتاج شركة (memmert).
- مرمدة لحرق العينات وهي ومن نوع (Carbolite) يصل مجالها حتى الدرجة 1100°C .
- جهاز انعراج الأشعة السينية للمساحيق X-Ray Powder Diffractometer من طراز Philips-PW-1840.
- هاون خزفي لطحن العينات للحصول على مسحوق ناعم قدر الإمكان.
- نترات الحديد المائية ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) من إنتاج شركة (Riedel deHaen) نقاوة (99%).
- نترات المغنيزيوم المائية ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) من إنتاج شركة (Riedel deHaen) نقاوة (99%).
- هيدروكسيد الأمونيوم (NH_4OH) من إنتاج شركة (Riedel deHaen) نقاوة (25%).
- حمض الخل (CH_3COOH) من إنتاج شركة (BDH) نقاوة (99.5%).
- البكتين من إنتاج شركة (BDH) نقاوة (99.5%).
- حمض الاسكوربيك ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) من إنتاج شركة (ChemLab) نقاوة (99.9%).
- β -carrageenan ($\text{C}_{24}\text{H}_{38}\text{O}_{19}$) من إنتاج شركة (ChemLab) نقاوة (99.5%).

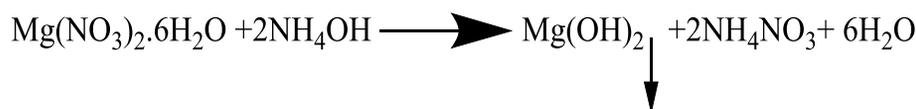
4-2- طريقة العمل:

حضرنا هيدروكسيد الحديد انطلاقاً من ملح نترات الحديد المائية ذات الصيغة (Fe(NO₃)₃·9H₂O)، حيث أخذت كمية قدرها 0.0463 mol (19.08 gr) مع كمية مكافئة من هيدروكسيد الأمونيوم قدرها 0.1388 mol (10.37 mL) وفق المعادلة الكيميائية الستوكيومترية الآتية:



فتشكل راسب بني من هيدروكسيد الحديد الثلاثي قمنا بفصله وبالترشيح وغسله عدة مرات بالماء المقطر.

حضرنا هيدروكسيد المغنيزيوم انطلاقاً من ملح نترات المغنيزيوم المائية حيث أخذت كمية قدرها 0.0249 mol (6.41 gr) مع كمية مكافئة من هيدروكسيد الأمونيوم قدرها 0.0499 mol والتي تعادل (3.73 mL) وفق المعادلة الكيميائية الآتية:



فتشكل راسب أبيض من هيدروكسيد المغنيزيوم تم فصله بالترشيح وغسله بالماء المقطر عدة مرات.

مزجت الهيدروكسيدات المحضرة وفق نسبة مولية 2 مول من هيدروكسيد الحديد و 1 مول هيدروكسيد المغنيزيوم على الترتيب، وهي النسبة الأمثل التي تؤدي لتشكيل فريت المغنيزيوم (MgFe₂O₄) بناءً على المعادلة الكيميائية التالية:



4-2-1. دراسة تأثير نوع المثبت على استقرارية الجملة المحضرة:

من أجل اختيار المثبت الأفضل اللازم لاستقرار الجملة قمنا باستخدام مثبتات مختلفة ومراقبة استقرار كل منها، حضرت (4) سلندرات تحوي هيدروكسيد المغنيزيوم وهيدروكسيد الحديد بنسبة مولية (2:1) المحضرة سابقاً وتم اضافة المثبتات المختلفة لمعرفة المثبت الأفضل. وملاحظة استقرار كل منها. حيث قمنا بتحضير محلول مثبتات مختلفة عن طريق اذابة (0.1 gr) من المثبت في (10 mL) ماء مقطر وأضيف الى الجملة المحضرة. ومراقبة الكمية المستقرة لكل منها خلال ثلاثة أيام. والجدول التالي يبين نوع المثبت المستخدم وحجم استقرار الجملة في كل منها:

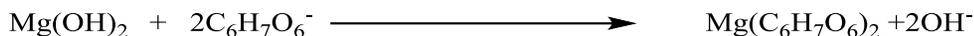
الجدول (1) تأثير نوع المثبت على استقرار الجملة (MgO-Fe₂O₃)

نوع المثبت	حمض الخل	حمض الاسكوريك	البكتين	β-carrageenan
كمية المثبت (mol)	1.66*10 ⁻³	5.66*10 ⁻⁴	5.15*10 ⁻⁴	1.58*10 ⁻⁴
الحجم المستقر (mL)	11/100	0/100	13/100	38/100

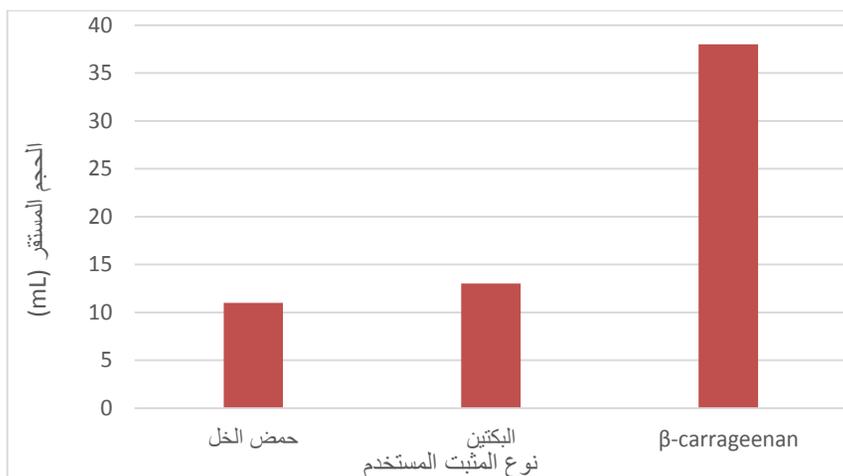
الحجم المستقر هو نسبة حجم الجل المتشكل الى الحجم الكلي للجملة.

لاحظنا من خلال الجدول السابق أن المثبت الأفضل المستخدم لاستقرار وثبات الجملة والذي يعمل على تبعثر جيد وواضح للجسيمات داخل المحلول هو (β-carrageenan) كما لاحظنا أيضاً أن استخدام حمض الاسكوريك كمثبت لم يعط نتيجة وذلك بسبب تفاعله مع الأيونات الموجودة داخل المحلول وتشكل معقدات منحلة وفق المعادلة الكيميائية التالية:

تحضير المركب فريت المغنيزيوم (MgFe₂O₄) بطريقة Sol-gel



ولهذا السبب اخترنا مركب (β -carrageenan) ك مثبت للجملة المدروسة في بحثنا لأنه يحقق أكبر نسبة استقرار وثبات للجملة خلال زمن قدره ثلاثة أيام ويوضح الشكل البياني التالي النتائج التي تم الحصول عليها:



الشكل (4) تأثير نوع المثبت على استقرار الجملة (MgO-Fe₂O₃)

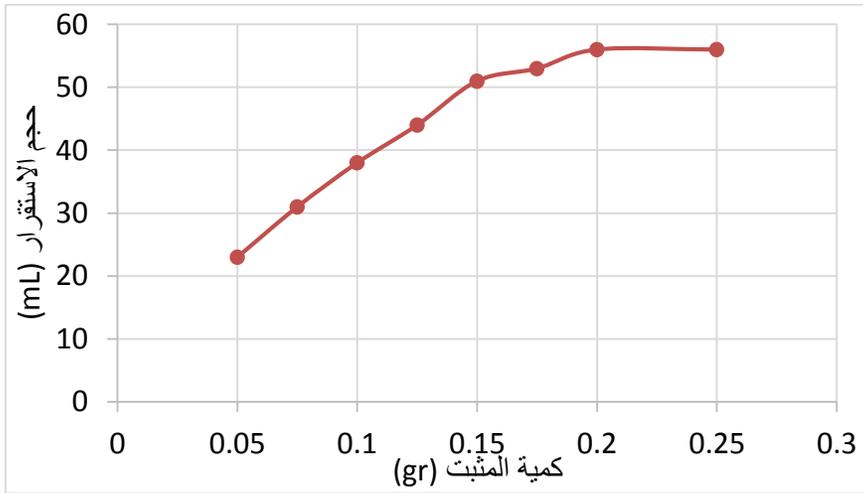
4-2-2. دراسة تأثير كمية المثبت على استقرارية الجملة المحضرة:

حضرنا (8) سلندرات تحوي هيدروكسيد المغنيزيوم وهيدروكسيد الحديد بنسبة مولية (2) مول من هيدروكسيد الحديد، [مول من هيدروكسيد المغنيزيوم) وتم اضافة كميات مختلفة من المثبت لمعرفة النسبة المولية الأنسب بين المثبت والجملة. وتم ملاحظة استقرار كل منها خلال ثلاثة أيام. والنتائج التي تم الحصول عليها مبينة بالجدول الاتي:

الجدول (2) تأثير كمية المثبت على استقرار الجملة (MgO-Fe₂O₃)

الحجم المستقر MgO-Fe ₂ O ₃	النسب المولية		كمية المثبت (mol)	كمية المثبت (gr)
	المركب	المثبت		
23/100	1	0.344*10 ⁻²	7.93*10 ⁻⁵	0.05
31/100	1	0.51*10 ⁻²	1.19*10 ⁻⁴	0.075
38/100	1	0.68*10 ⁻²	1.58*10 ⁻⁴	0.1
44/100	1	0.86*10 ⁻²	1.98*10 ⁻⁴	0.125
51/100	1	1.03*10 ⁻²	2.38*10 ⁻⁴	0.15
53/100	1	1.2*10 ⁻²	2.77*10 ⁻⁴	0.175
56/100	1	1.37*10 ⁻²	3.17*10 ⁻⁴	0.2
56/100	1	1.72*10 ⁻²	3.96*10 ⁻⁴	0.25

استخدمنا معطيات الجدول السابق لرسم المنحى البياني الذي يوضح العلاقة بين كمية المثبت المضافة واستقرار الجملة. كما موضح بالشكل الاتي:



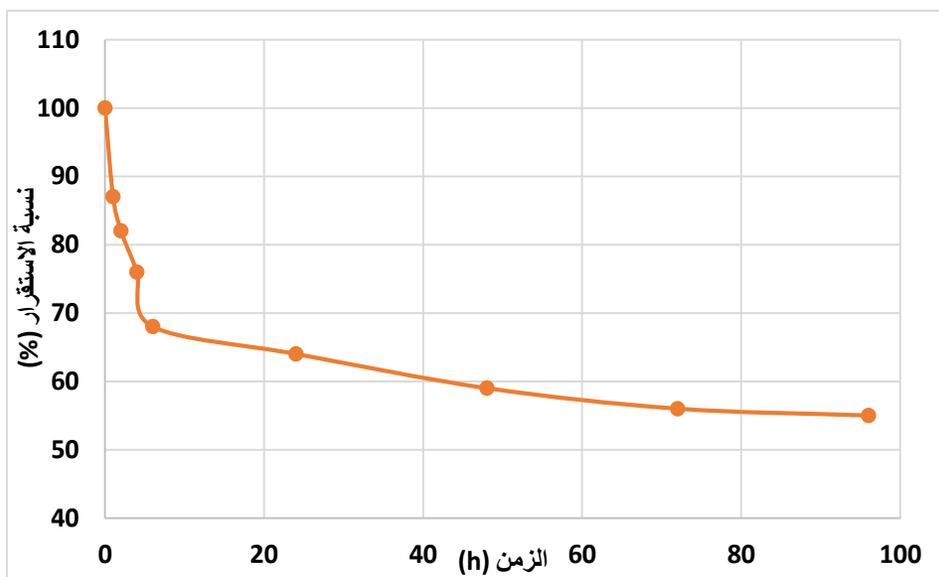
الشكل (5) تأثير كمية المثبت المضافة على استقرار الجملة (MgO-Fe₂O₃)

من المنحى البياني نلاحظ انه بزيادة كمية المثبت تزداد استقرارية المركب. أي هناك تناسب طردي بين استقرارية المركب وكمية المثبت المضافة حتى الوصول لمنطقة

الثبات أي نحصل على حالة توازن بين المثبت والجملة المدروسة. وبذلك تكون النسبة المولية الأفضل للمركب $MgFe_2O_4$ هي (1مول $Mg(OH)_2$ ، 2 مول $Fe(OH)_3$ ، 1.37×10^{-2} مول مثبت)

3-2-4. دراسة تأثير الزمن على استقرارية الجملة المحضرة:

تم تحضير محاليل للمركبات المدروسة بالنسب المولية المثلى المذكورة سابقا وتم مراقبة استقراره المحاليل مع مرور الزمن والشكل (6) يوضح النتائج التي تم الحصول عليها. وفيه نلاحظ انخفاض استقرار الجملة بمرور الزمن حتى نحصل على مرحلة الثبات ويعود سبب انخفاض استقرار الجملة بزيادة الزمن نتيجة تأثير الجاذبية التي تؤدي لانضغاط الجل المتشكل وتجمعه في الأسفل. وبعد (72 h) نلاحظ ثبات حجم الجل وثبات استقرار الجملة.

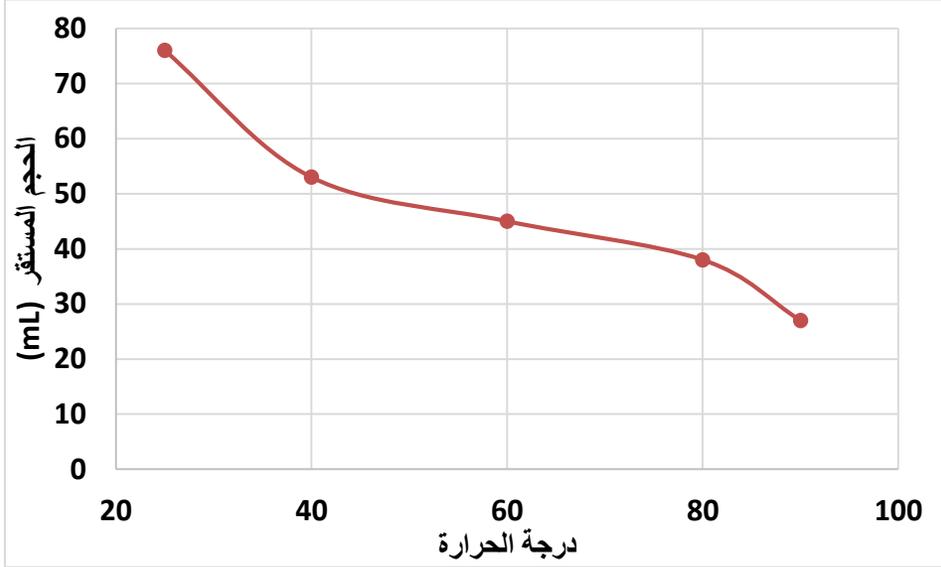


الشكل (6) تأثير الزمن على استقرار الجملة ($MgO-Fe_2O_3$)

4-2-4. دراسة تأثير درجة الحرارة على استقرارية الجلمة المحضرة:

تم تحضير المركب وفق النسب المولية المذكورة سابقا وبنفس الطريقة وتم التحريك حتى التجانس ووضع السيلندر ضمن حمام مائي عند الدرجة (25°C) والتي كانت درجة حرارة المخبر.

أعيدت التجربة عند درجات حرارة مختلفة للحمام المائي، وذلك لبيان تأثير درجة الحرارة على استقرارية المركب حيث يسجل الحجم المستقر عند درجة الحرارة المستخدمة بعد زمن قدره أربع ساعات والشكل (7) يبين النتائج التي تم الحصول عليها. نلاحظ من الخط البياني تناقص شديد في الاستقرارية عند رفع درجة الحرارة من (25°C) حتى (40°C) وتناقص ضعيف عند رفع درجة الحرارة من (40°C) الى (80°C) ثم يعود التناقص الحاد عند درجة حرارة أكبر من (80°C) ويعزى ذلك الى العوامل الفيزيائية المؤثرة على استقرارية المركبات الغروية حيث أنه بارتفاع درجة الحرارة تزداد الحركة الحرارية (البراونية) للجسيمات المستقرة فتزداد نسبة تصادمها مع بعضها فتلتحم وتتكتل مع بعضها ويزداد وزنها وبالتالي تبدأ بالترسب وتفقد المركبات استقراريته، وكلما زادت درجة الحرارة قل استقرار المركب.



الشكل (7) تأثير درجة الحرارة على استقرار الجلمة ($MgO-Fe_2O_3$)

بعد تحديد الشروط المثلى لتحضير واستقرار الجل يتم فصله وتجفيفه عند درجة حرارة ($105\text{ }^\circ\text{C}$) لمدة أربع ساعات ويتم حفظه بعيداً عن الرطوبة. وأخيراً بعد الانتهاء من عملية التجفيف يتم طحنه جيداً ثم ترميد الراسب عند درجات حرارة مختلفة ليتم بعد ذلك دراسة احتمالية تشكل المركب ($MgFe_2O_4$).

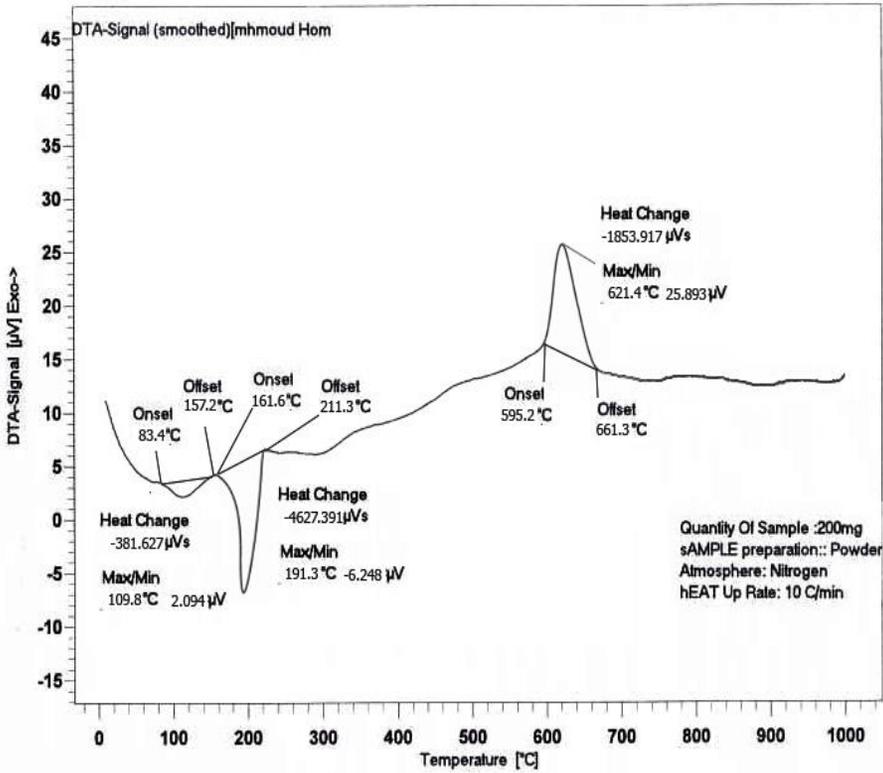
بعد ذلك تم توصيف العينات المحضرة باستخدام تقنيات IR, XRD, DTA.

5- النتائج والمناقشة:

5-1- دراسة منحنى التحليل الحراري التفاضلي DTA:

يبين المنحنى المبين في الشكل (8) السلوك الحراري للمركب حيث تم المسح ضمن مجال لدرجات الحرارة (0-1000 °C).

يظهر على مخطط التحليل الحراري (DTA) للعينة المحضرة تأثيرات ماصة للحرارة وتأثير ناشر للحرارة، فأول تأثير حراري يتم عند درجة الحرارة (109.8 °C) ويشير إلى نزع الماء الفيزيائي من قبل العينات، أما التأثير الثاني فهو ماص للحرارة أيضاً ويشير الى تفكك المثبت المستخدم ويتم عند درجة حرارة (191.3 °C) بينما يكون التأثير الثالث ناشر للحرارة ويتم عند الدرجة (621.4 °C) ويشير إلى بداية تشكل الجلمة.

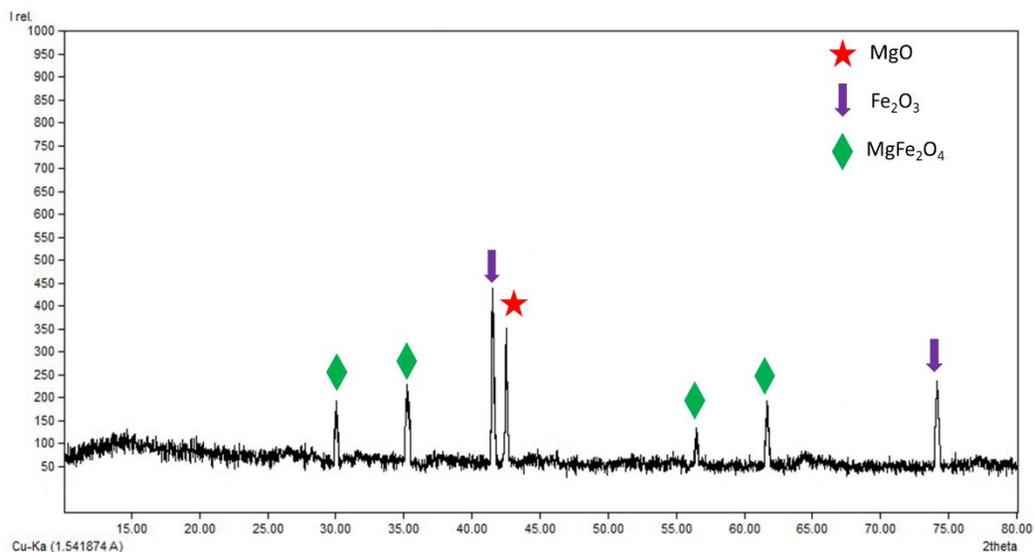


الشكل (8) مخطط التحليل الحراري التفاضلي لمركب فريت المغنيزيوم المحضر بطريقة

Sol-gel

5-2- مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة ($600^\circ C$):

يبين الشكل التالي مخطط انعراج الأشعة السينة للعيينة التي تم حرقها عند درجة حرارة ($600^\circ C$):



الشكل (9) مخطط (XRD) لمركب فريت المغنيزيوم المحضر عند الدرجة ($600^\circ C$)

نلاحظ من الشكل السابق وجود قمم تعود للأكاسيد الأولية اضافة لقمم عائدة للجملة والموافقة للبطاقات المرجعية ذات الأرقام:

($MgFe_2O_4$: 96-101-1242)

(MgO : 96-100-0054)

(Fe_2O_3 : 96-101-1170)

يبين الجدول (3) القمم الظاهرة في المخطط اضافة لشداتها وقرائن ميلر الموافقة لها.

يلاحظ أن القمة الأساس في المخطط تعود لأكسيد الحديد وبالتالي فإن الجملة المحضرة تحوي في معظمها الأكاسيد الأولية مع كمية قليلة من مركب فريت المغنيزيوم.

يلاحظ في الطيف أيضاً وبعد المقارنة مع البطاقات المرجعية وجود قمم مشتركة بين الأكاسيد الأولية ومركب فريت المغنيزيوم فمثلاً القمة ($2\theta = 35.421^\circ$) تتوافق مع القمة

(35.48) العائدة لمركب فريت المغنيزيوم والقمة (35.327) العائدة لأكسيد الحديد، وكذلك القمة ($2\theta=62.505$) تتوافق مع القمة (62.63) العائدة لمركب فريت المغنيزيوم والقمة (62.304) العائدة لأكسيد المغنيزيوم.

الجدول (3) قيم (2 θ , Int, hkl) للقمم الظاهرة في مخطط XRD لمركب فريت المغنيزيوم المرمد عند الدرجة (600 °C)

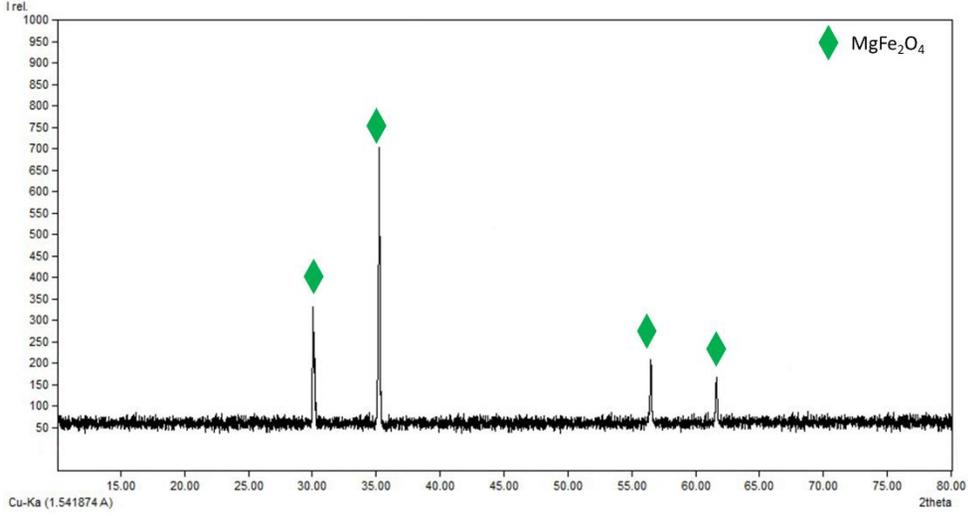
المركب	Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Rel. Int. [%]	hkl
MgFe ₂ O ₄	30.125	42.696	202
MgFe ₂ O ₄	35.421	50.561	311
Fe ₂ O ₃	41.715	100	119
MgO	42.917	78.651	200
MgFe ₂ O ₄	57.032	31.460	511
MgFe ₂ O ₄	62.505	42.696	404
Fe ₂ O ₃	74.783	53.932	208

5-3- مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (700 °C):

قمنا بتسجيل مخطط (XRD) لعينة من مركب فريت المغنيزيوم المرمد عند الدرجة (700 °C) لمدة (4 hr) ويبين الشكل (10) المخطط الناتج.

يلاحظ من المخطط اختفاء كامل القمم العائدة للأكاسيد الأولية وزيادة شدة القمم العائدة لمركب فريت المغنيزيوم، وهذا يدل على أن عملية تشكل المركب قد اكتملت.

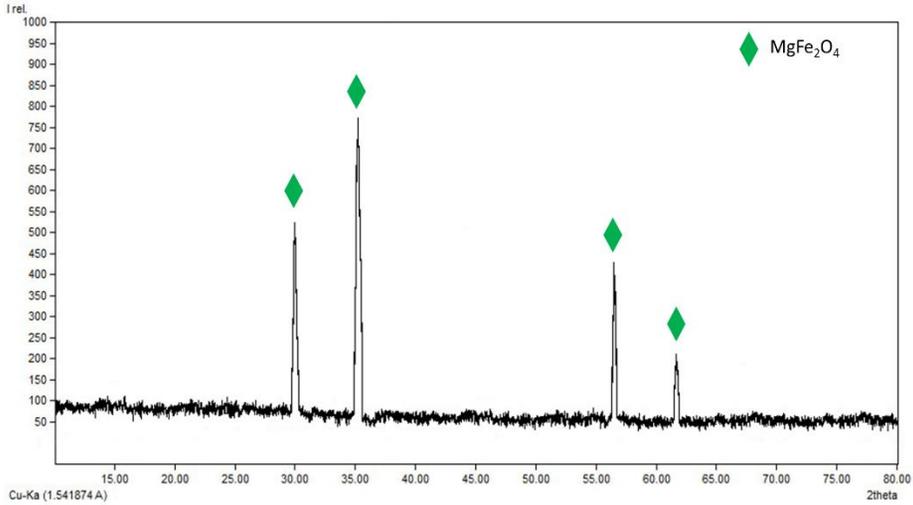
تحضير المركب فريت المغنيزيوم ($MgFe_2O_4$) بطريقة Sol-gel



الشكل (10) مخطط (XRD) لمركب فريت المغنيزيوم المحضر عند الدرجة (700 °C)

5-4 - مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (800 °C):

برفع حرارة ترميد العينات للدرجة (800 °C) يظهر لدينا المخطط التالي:

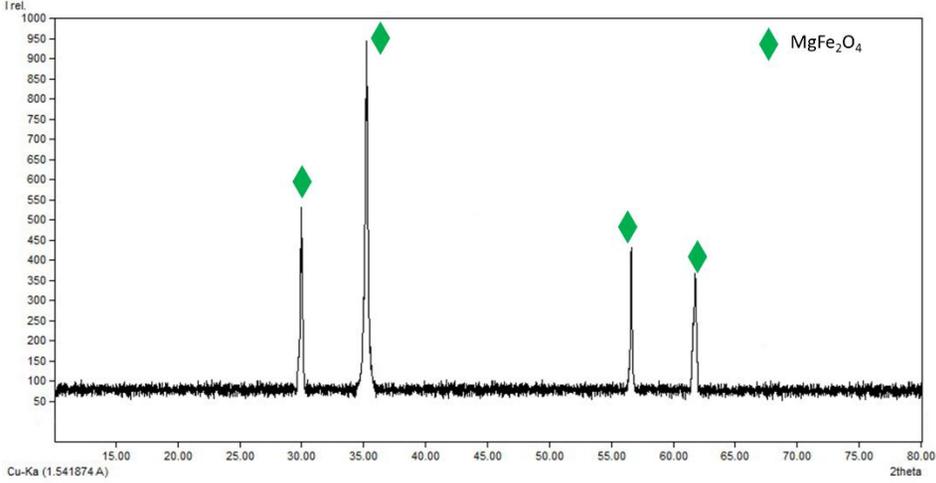


الشكل (11) مخطط (XRD) لمركب فريت المغنيزيوم المحضر عند الدرجة (800 °C)

وفيه نلاحظ أن جميع القمم الظاهرة في المخطط تعود للمركب المطلوب وقد ازدادت شدتها وحدتها مما يدل على تحسن عملية التبلور للمركب.

5-5 - مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (1000 °C):

أما برفع حرارة ترميد العينات للدرجة (1000 °C) بهدف دراسة الثبات الحراري لمركب فريت المغنيزيوم يظهر لدينا المخطط التالي:



الشكل (12) مخطط (XRD) لمركب فريت المغنيزيوم المحضر عند الدرجة (1000 °C)

وفيه نلاحظ ازدياد شدة وحدة القمم العائدة للجملة مع عدم ظهور أي قمم تدل على الأكاسيد الأولية مما يدل على ثبات المركب وعدم حدوث عمليات تفكك. ويبين الجدول التالي قيمة زوايا الانعراج وشدة كل منها:

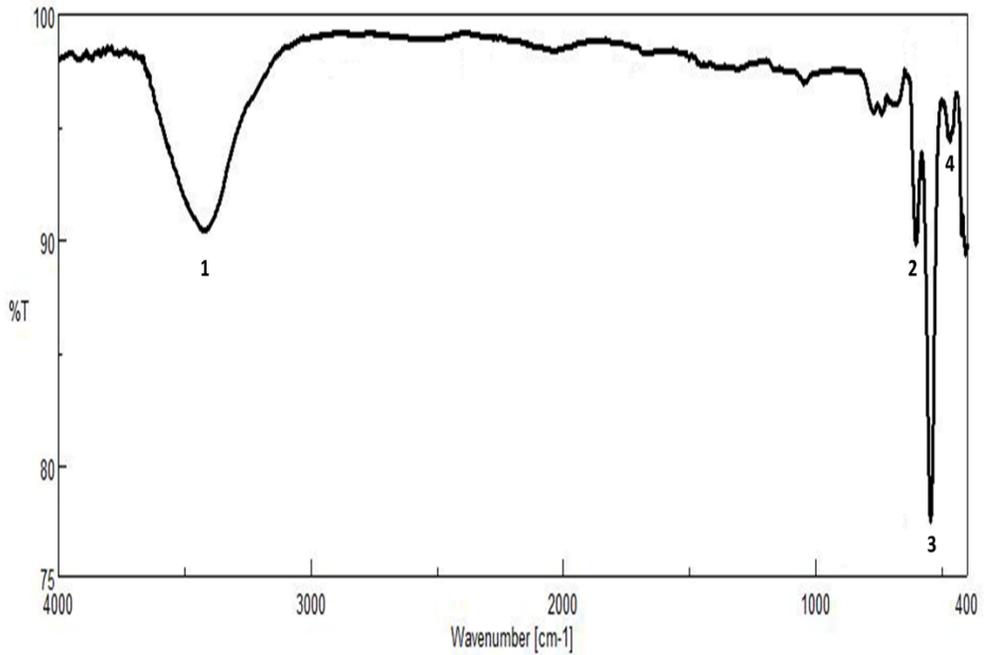
الجدول (4) قيم (2θ, Int, hkl) للقمم الظاهرة في مخطط XRD لمركب فريت المغنيزيوم المرمد عند الدرجة (1000 °C)

المركب	Pos. [°2Th]	Rel. Int. [%]	hkl
MgFe ₂ O ₄	30.124	36.315	202
MgFe ₂ O ₄	35.475	100	311
MgFe ₂ O ₄	57.03	34.625	511
MgFe ₂ O ₄	62.628	45.165	404

نستنتج من مخططات (XRD) أن بداية تشكل المركب كانت عند الدرجة كانت عند الدرجة (600 °C) ويكتمل التشكل عند الدرجة (700 °C) حيث يظهر المركب بصورة نقية. وعند رفع درجة الحرارة الى (1000 °C) يبقى المركب ثابتاً حرارياً وهو ما توافق مع نتائج التحليل الحراري التفاضلي (DTA).

5-6- دراسة مطيافية (IR) لمركب فريت المغنيزيوم:

تم تسجيل طيف (IR) للجلمة المحضرة والمرمدة عند درجة الحرارة (1000 °C) والتي تظهر بشكل نقي وفق مخططات (XRD) ويبين الشكل التالي الطيف الناتج:



الشكل (13) طيف الأشعة تحت الحمراء لمركب فريت المغنيزيوم المتشكل عند الدرجة (1000 °C)

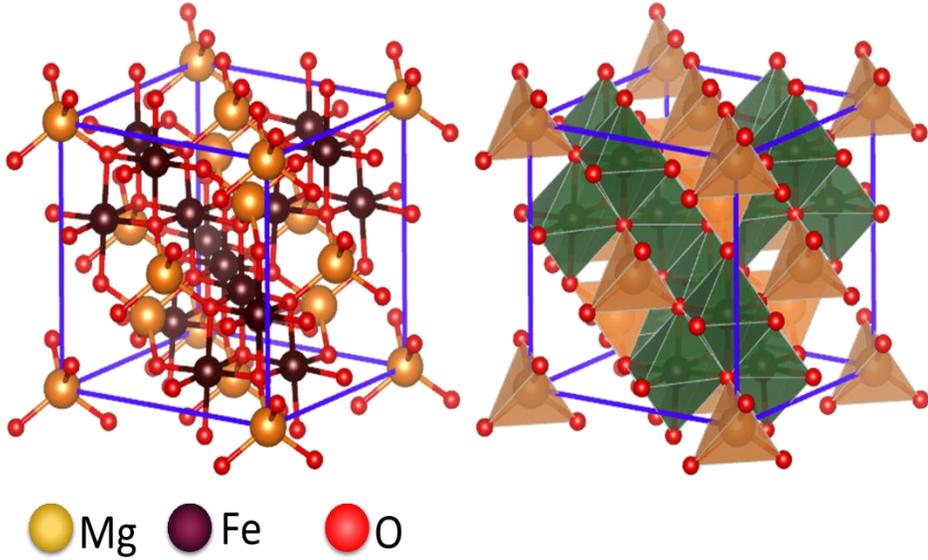
ويبين الجدول التالي عصابات الامتصاص في الطيف والأعداد الموجية الموافقة لكل منها:

الجدول (5) عصابات الامتصاص في طيف (IR) لمركب فريت المغنيزيوم

العدد الموجي cm ⁻¹	نمط الأهتزاز	عصابة الإمتصاص
3423	OH	امتطاط غير متناظر للرابطة
613	Mg-O	امتطاط غير متناظر للرابطة
551	Mg-O-Fe	امتطاط غير متناظر للرابطة
474	Fe-O	امتطاط غير متناظر للرابطة

ويتأكد لنا من عصابة الامتصاص للرابطة (Mg-O-Fe) دخول المغنيزيوم في البنية البلورية للفريت، وهو ما يتطابق مع مخطط (XRD) للعينة المحضرة.

يبين الشكل التالي البنية ثلاثية الأبعاد للخلية الأساسية لمركب فريت المغنيزيوم



الشكل (14) الخلية الأساسية لمركب فريت المغنيزيوم

يلاحظ تموضع ذرات المغنيزيوم داخل الأنماط رباعية الوجوه بينما تتموضع ذرات الحديد داخل الأنماط ثمانية الوجوه

6- الخلاصة والتوصيات:

- 1- تم في هذا البحث تحضير المركب فريت المغنيزيوم بطريقة الـ Sol-gel انطلاقاً من أملاح نترات المغنيزيوم ونترات الحديد.
- 2- تم استقرار الجل المتشكل بوجود عوامل تثبيت مختلفة، كما درس تأثير كل من كمية المثبت، والزمن ودرجة الحرارة على استقرار الجل وحددت الشروط المثلى لذلك.
- 3- درس تأثير درجة حرارة الترميد على السلوك الحراري للمركب المطلوب وحددت درجة بدء التشكل للمركب وثباته الحراري.
- 4- تم إثبات هوية الجملّة بالاعتماد على مخططات XRD للعينات ومقارنتها مع البطاقات المرجعية المذكورة في المراجع المعتمدة، كما أكدت مطيافية (IR) نتائج (XRD).
- 5- نوصي بدراسة تحضير مركبات الفريت للعديد من المعادن نظراً للتطبيقات الهامة لها.

المراجع:

1. Rausch T, Gage E, Dykes J. Heat assisted magnetic recording. Springer Proc Phys. 2015;159(11):200–2.
2. Kryder MH, Gage EC, McDaniel TW, Challener WA, Rottmayer RE, Ganping Ju, et al. Heat Assisted Magnetic Recording. Proc IEEE [Internet]. 2008 Nov;96(11):1810–35. Available from: <http://ieeexplore.ieee.org/document/4694026/>
3. Mitchell DG. MR imaging contrast agents — what’s in a name? J Magn Reson Imaging [Internet]. 1997 Jan;7(1):1–4. Available from: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/jmri.1880070102>
4. Satyanarayana L, Gopal Reddy CV, Manorama SV, Rao VJ. Liquid-petroleum-gas sensor based on a spinel semiconductor, ZnGa₂O₄ IICT Communication No: 3725.1. Sensors Actuators B Chem [Internet]. 1998 Jan;46(1):1–7. Available from: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925400597003134>
5. Hashemi-Moghaddam H, Kazemi-Bagsangani S, Jamili M, Zavareh S. Evaluation of magnetic nanoparticles coated by 5-fluorouracil imprinted polymer for controlled drug delivery in mouse breast cancer model. Int J Pharm. 2016;497:228–238.
6. Dutta S, Parida S, Maiti C, Banerjee R, Mandal M, Dhara D. Polymer grafted magnetic nanoparticles for delivery of anticancer drug at lower pH and elevated temperature. J Colloid Interf Sci. 2016;467:70–80.
7. Ahmed N, Ahmad NM, Fessi H, Elaissari A. In vitro MRI of biodegradable hybrid (iron oxide/polycaprolactone) magnetic nanoparticles prepared via modified double emulsion evaporation mechanism. Colloid Surface. 2015;B 130:264–271.
8. Xie S, Zhang B, Wang L, Wanga J, Li X, Yang G, et al. Superparamagnetic iron oxide nanoparticles coated with

- different polymers and their MRI contrast effects in the mouse brains. *Appl Surf Sci.* 2015;326:32–38.
9. Antao SyM, Hassan Is, Parise J. Cation ordering in magnesioferrite , $MgFe_2O_4$, to 982 °C using in situ synchrotron X-ray powder diffraction. *Am Mineral.* 2005;90:219–28.
 10. Harrison, R.J., Redfern, S.A.T., and O'Neill, H.St.C. (1998) The temperature dependence of cation distribution in synthetic hercynite ($FeAl_2O_4$) from in situ neutron structure refinements. *American Mineralogist*, 83, 1092–1099.
 11. Paladino, A.E. (1960) Phase equilibria in the ferrite region of the system $FeO-MgOFe_2O_3$. *Journal of the American Ceramic Society*, 43, 183–191.
 12. Miao F, Deng Z, Lv X, Gu G, Wan S, Fang X, et al. Fundamental properties of $CdFe_2O_4$ semiconductor thin film. *Solid State Commun [Internet]*. 2010;150(41–42):2036–9. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ssc.2010.08.010>
 13. Gotic M, Czako-Nagy I, Popovic S, Music S. Formation of nanocrystalline $NiFe_2O_4$. *Philos Mag Lett [Internet]*. 1998 Sep;78(3):193–201. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/095008398177931>