جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة ديالى – كلية العلوم – قسم الفيزياء

دراسة بعض الخصائص الفيزيائية لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي المطعم بأيوني السيريوم والحديد المحضر كيميائياً

رسالة مقدمة

إلى

مجلس كلية العلوم - جامعة ديالى

وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء

تقدم بها

احمد حامد عبد حبيب

(بكالوريوس علوم فيزياء 2010)

بإشراف

أ.م.د زياد طارق خضير **أ.م.د تغريد مسلم مريوش**

١٤٣٨ هجرية ٢٠١٦ ميلادية

بسم الله الرحمن الرحيم
يرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ ءامَنُوا مِنكُمْ وَالَّذِينَ
أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ
خَبِيرٌ
سورة المجادلة
الآية(١١)

إقرار المشرف

نقر بأن اعداد رسالة الماجستير الموسومة للطالب (**احمد حامد عبد حبيب**) قد جرى تحت اشرافنا في قسم الفيزياء كلية العلوم – جامعة ديالى لنيل درجة ماجستير علوم في الفيزياء.

المشرف

التوقيع

الاسم: **د. زياد طارق خضير**

المرتبة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة ديالى / كلية العلوم / قسم الفيزياء

التاريخ: ١٨/٩/٢٠١٦ م

المشرف

التوقيع

الاسم: **د. تغريد مسلم مريوش**

المرتبة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد / كلية التربية للعلوم الصرفة– ابن الهيثم / قسم الفيزياء

التاريخ: ١٨/ ٩/٢٠١٦ م

توصية رئيس القسم

بناء على التوصيات المتوافرة، أرشح هذه الرسالة للمناقشة

التوقيع

الاسم: د. زياد طارق خضير

المرتبة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: / جامعة ديالى/ كلية العلوم

التاريخ: ١٨/٩/ ٢٠١٦ م

اقرار المقوم العلمي

أقر بتقويم رسالة الماجستير المعنونة ((**دراسة بعض الخصائص الفيزيائية لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي المطعم بأيوني السيريوم والحديد المحضر كيميائياً**)) للطالب (**احمد حامد عبد حبيب**) علميا من قبلي وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير علوم في الفيزياء .

التوقيع

الاسم: **د.عبد الحميد رحيم مهدي الصراف**

المرتبة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد / كلية التربية للعلوم الصرفة– ابن الهيثم / قسم الفيزياء

التاريخ: ٢٢/١٢/ ٢٠١٦ م

اقرارالمقوم اللغوي

أقر بتقويم رسالة الماجستير المعنونة ((**دراسة بعض الخصائص الفيزيائية لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي المطعم بأيوني السيريوم والحديد المحضر كيميائياً**)) للطالب (**احمد حامد عبد حبيب**) لغويا من قبلي وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير علوم في الفيزياء .

التوقيع :

الاسم : **د.هناء كاظم حسين**

المرتبة العلمية : مدرس

العنوان: جامعة ديالى / كلية التربية الاساسية / قسم اللغة العربية

التاريخ: ٢٠١٦/٨/٢١ م

اقرار لجنة المناقشة

نحن أعضاء لجنة المناقشة الموقعين أدناه نشهد أننا قد اطلعنا على رسالة الماجستير الموسومة **"دراسة بعض الخصائص الفيزيائية لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي المطعم بأيوني السيريوم والحديد المحضر كيميائياً "** المقدمة من قبل الطالب (**احمد حامد عبد حبيب**) وقد ناقشنا الطالب في محتوياتها وكل ما له علاقة بها فوجدناها جديرة بالقبول لنيل درجة الماجستير علوم في الفيزياء بتقدير (**امتياز**) ولاجله وقعنا.

رئيس اللجنة

التوقيع:

الاسم: **د.كاظم جواد كاظم**

الدرجة العلمية: استاذ

العنوان: الجامعة المستنصرية / كلية العلوم / قسم الفيزياء

التاريخ: ١٨/ ١٢/ ٢٠١٦ م

عضو اللجنة

التوقيع:

الاسم: **: د.تحسين حسين مبارك**

الدرجة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة ديالى/عميد كلية العلوم

التاريخ: ١٩/ ١٢/ ٢٠١٦ م

عضو اللجنة

التوقيع:

الاسم: **د.ايسر جمعة ابراهيم**

الدرجة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد/ كلية التربية للعلوم الصرفة- ابن الهيثم / قسم الفيزياء

التاريخ: ١٨/ ١٢/ ٢٠١٦ م

عضو اللجنة (المشرف)

التوقيع:

الاسم:**د. زياد طَارق خضير**

الدرجة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة ديالى / كلية العلوم

التاريخ: ٢٠/ ١٢/ ٢٠١٦ م

عضو اللجنة (المشرف)

التوقيع:

الاسم:**د. تغريد مسلم مريوش**

الدرجة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد/ كلية التربية للعلوم الصرفة-ابن الهيثم / قسم الفيزياء

التاريخ: ١٨/ ١٢/ ٢٠١٦ م

مصادقة عمادة كلية العلوم

التوقيع:

الاسم : **د.تحسين حسين مبارك**

الدرجة العلمية: استاذ مساعد

العنوان: جامعة ديالى /عميد كلية العلوم

التاريخ: ١٩/ ١٢/ ٢٠١٦ م

الاهداء

بعد حمدي وشكري لربي وخالقي اهدي ثمرة جهدي الى ..... الله سبحانه وتعالى نور السموات والارض

إلى مصدر قوتي وسعادتي..... والدي العزيز

إلى نبع المحبة والحنان..... والدتي العزيزة

إلى من هم سندي..... اخواني واخواتي الاعزاء

إلى رفيقة دربي لها كل الوفاء والمحبة... زوجتي الغالية

إلى من هم بسمتي ..... أولادي الاحباء

إلى من علمني..... اساتذتي الافاضل الاكارم

إلى ابن اختي الشهيد السعيد (حسين عدي رشيد) الذي طالته يد الارهاب فودعنا إلى جوار ربه شهيداً صائماً ... وفاءاً الى روحه الطيبة

إلى كل من أراد لي الخير وكل من يفرحه نجاحي وامدني بالعون والمساعدة

إلى كل الذين زاروا حياتي ليتركوا بصمة حب ونبضة قلب اهدي ثمرة جهدي

المتواضع

احمد

شكر وعرفان

بسم الله الرحمن الرحيم

الحمد لله ربي العالمين والصلاة والسلام على أشرف الخلق أجمعين أبي القاسم محمد صلى الله عليه وعلى آله الطاهرين وسلم إلى يوم الدين .

وأنا أطوي الصفحات الأخيرة من رسالتي يسعدني ويشرفني أن أقدم جزيل شكري وامتناني إلى الأستاذين الفاضلين المشرفين الدكتورة تغريد مسلم مريوش والدكتور زياد طارق خضير لاقتراحهما موضوع البحث، فضلاً عن التوجيهات السديدة ،والاقتراحات القيمة ، والمساعدات الجليلة التي أبدوها لي طيلة مدة إجراء الدراسة .

وأود أن أعبر عن امتناني وشكري إلى عمادة كلية العلوم المتمثلة بالدكتور تحسين حسين مبارك لاتاحتها الفرصة لاكمال دراستي، كما يسرني ويشرفني أن أعبر عن امتناني وشكري الى أساتذة قسم الفيزياء وأخص منهم بالذكر الدكتور نبيل علي بكر والدكتور صباح أنور سلمان والدكتورة بثينة عبد المنعم ابراهيم ، و الأستاذ يعقوب محمد جواد ، لرعايتهم ودعمهم المستمر لي في سبيل إنجاز هذه الرسالة، ولا يفوتني إلا أن أعبر عن مدى عرفاني بالجميل إلى الدكتور طارق عبد الرضا الظاهر لما أبداه من عون لي متمنيا له دوام الموفقية .

ويسعدني أن أتقدم بخالص شكري وتقديري إلى السيد سامر غانم مجيد في مختبر الخدمي / كلية التربية للعلوم الصرفة لإبدائه لي المساعدة والعون .

وأتقدم أيضاً بالشكر إلى جميع واخص منهم طلبة الدراسات العليا في قسم الفيزياء لمساعدتهم وتشجيعهم لي طيلة مدة الدراسة،

وأخيراً أود أن أشكر عائلتي وأهلي جميعاً لمساعدتهم ومساندتهم الكبيرة التي تفضلوا بها علي ، وإلى كل من خصني بالدعاء ، سائلاً العلي القدير أن يوفقهم لما فيه خير الدنيا والآخرة .

احمد

البحوث المنشورة

Effect of Fuel on the Structural and Optical Properties of MgO Nanoparticles Prepared by Auto–Combustion of Sol-Gel Method

تـــم فـــي هـــذا البحـــث تحضـــير اوكســـيد المغنيســـيوم MgO النـــانوي باستعمال $Mg(NO_3)_2.9H_2O$ كمادة اساس وحامض الستريك ($C_6H_8O_7$ H_2O) كوقود باستعمال طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي .

ولدراسة تأثير نسبة الوقود (حامض الستريك) على الخصائص التركيبة والمورفولوجية لاوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO فقد حضرت خمس عينات هي (P_1,P_2,P_3,P_4,P_5) مع تغيير نسبة الوقود من (2 , 1.75 , 1 , 0.6 , 0.5) بينما ثبتت نسبة نترات المغنيسيوم عند M(1) لجميع العينات وتم فحص المساحيق المحضرة باستخدام حيود الاشعة السينية (XRD) والمجهر الماسح الالكتروني (SEM) و(EDX) وقد اظهرت النتائج ان اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي المحضرانه يمتلك تركيبا بلوريا مكعبا متمركز الاوجه (fcc) لجميع العينات وان ثابت الشبيكة (a) يتراوح بين (4.2213Å - 4.2133Å) وان الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديباي- شرريتراوح بين nm(8.94-13.55) اما من خلال تحليل (SEM) فإن الحجم الحبيبي يتراوح بين nm(15.59-18.37) . وقد اظهرت فحوصات (EDX) وجود عنصري Mg و O بصورة اساسية وقد كانت العينة P_1 كأفضل نسبة مولارية (وقود : املاح) هي M (1:0.5) لكونها خالية من الشوائب وتمتلك نقاوة عالية . وقد اختيرت لتحضير العينات المشوبة .

وقد تمت دراسة تأثير ايوني الحديد (Fe^{+2}) والسيريوم (Ce^{+4}) معاً على الخواص التركيبية والمورفولوجية والكهربائية والمغناطيسية للمركب النانوي($Ce_xFe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) غير المحضرسابقاً لقيم ($0.025\leq X\leq 0.1$) ، اذ تم تحضير اربع عينات تم ترميزها (C_1 ,C_2 , C_3 , C_4) واجريت عليها عدة فحوصات منها (XRD) و (SEM) و(EDX) وفحص بالمجهر الضوئي وقد اظهرت النتائج ان المركب النانوي ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) يمتلك تركيبا (fcc) كذلك، وان معدل الحجم الحبيبي والكثافة النظرية والمسامية يزداد بزيادة تركيز ايونات السيريوم (Ce^{+4}).

اجريت عملية القولبة للمساحيق المحضرة وتم تقسيم كل مسحوق الى مجموعتين:

المجموعة الاولى : تم كبسها بشكل اقراص وهي خاصة بالقياسات الكهربائية وقد تم طلاء وجهي كل قرص بمادة معجون الفضة (Silver paste) للحصول على متسعة كهربائية سيراميكية، وقد اجريت عليها بعض الفحوصات الكهربائية مثل ثابت العزل (ε_r') و معامل الفقدان العزلي (ε_r'') و التوصيلية المتناوبة ($\sigma_{a.c}$) ، واظهرت النتائج ان ثابت العزل يقل بزيادة التردد للمجال الكهربائي المسلط وانه عند زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) فإن ثابت العزل يزداد ، كذلك

اظهر معامل الفقدان العزلي سلوكية مماثلة لثابت العزل أي يقل بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط ، ومن قياس التوصيلية المتناوبة اتضح زيادتها بزيادة التردد.

المجموعة الثانية : تم كبسها بشكل حلقات وهي خاصة بالقياسات المغناطيسية وقد تمت دراسة الخواص المغناطيسية لعينات المجموعة هذه التي تضمنت معامل الحث الذاتي (L) والنفاذية الاولية (μ_i) ومعامل الخسارة النسبي (RLF) وشكل حلقة الهسترة المغناطيسية ، واظهرت النتائج ان الحث الذاتي يقل بزيادة التردد للمجال المسلط ، اما النفاذية الاولية فتقل بزيادة تردد المجال المسلط ، واتضح ان عامل الخسارة النسبي يقل بزيادة تردد المجال المسلط. اما مايخص نتائج فحص حلقة الهسترة فقد اظهرت ان النسبة ($x= 0.05$) تمتاز بامتلاكها افضل خواص مغناطيسية مقارنةً بغيرها من العينات، اذ تمتلك نفاذية ابتدائية عالية مع اقل عامل خسارة نسبي واقل مساحة للحلقة هسترة المغناطيسية ، وبذلك تحقق شروط استعمالها كقلوب للمحولات والمحركات الكهربائية، وكما اظهرت حلقة الهسترة للعينات (P_1,F,C_1,C_3,C_4) واسعة اي تمتلك خسارة مغناطيسية كبيرة وبذلك تحقق شروط استعمالها في صناعة ملفات الحث واجهزة الهاتف ذات التردد المنخفض وكذلك اجهزة شبكة الهواتف متعددة القنوات.

التسلسل	الموضوع	الصفحة
	الفصل الاول **المقدمة والدراسات السابقة**	
1-1	مقدمة	1
2-1	اوكسيد المغنيسيوم MgO	2
3-1	ثنائي أوكسيد السيريوم CeO_2	3
4-1	اوكسيد الحديد FeO	3
5-1	الدراسات السابقة	4
6-1	الهدف من البحث	11
	الفصل الثاني **الجزء النظري**	
1-2	المقدمة	12
2-2	البنية البلورية للمواد	12
3-2	تصنيف المواد	13
1-3-2	المواد الموصلة	13
2-3-2	أشباه الموصلات	13
3-3-2	المواد العوازل	14
4-2	الاستقطاب الكهربائي	15
5-2	انواع الاستقطاب	16
1-5-2	الاستقطاب الالكتروني	16
2-5-2	الاستقطاب ألايوني	16
3-5-2	الاستقطاب الاتجاهي	17
4-5-2	الاستقطاب البيني	17
6-2	انواع المواد المغناطيسية	18
1-6-2	المواد الدايا مغناطيسية	18
2-6-2	المواد البارا مغناطيسية	19
3-6-2	المواد الفيرومغناطيسية	20
4-6-2	المواد ضديد الفيرومغناطيسية	21
5-6-2	المواد الفيريمغناطيسية	21
7-2	مناطق النفاذية المغناطيسية	22

8-2	حلقة الهسترة	23
9-2	النفاذية الابتدائية	25
10-2	علم النانو	25
11-2	اشكال المواد النانوية	26
12-2	تقنيات تحضير المواد النانوية	27
1-12-2	تقنية المحلول الغروي	28
2-12-2	تقنية المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي	30
13-2	تقنيات القياس المستعملة لدراسة الخصائص التركيبية	32
1-13-2	تقنية حيود الاشعة السينية	32
2-13-2	فهرسة طيف حيود الاشعة السينية بالطريقة الرياضية	33
3-13-2	المعلومات التي يمكن الحصول عليها باستخدام تقنية (XRD)	33
1-3-13-2	معدل الحجم الحبيبي	33
2-3-13-2	ثابت الشبيكة	35
4-13-2	الكثافة النظرية	35
6-13-2	المساحة السطحية النوعية للجسيمات النانوية	36
7-13-2	عامل التشكيل	37
14-2	الخواص العزلية الكهربائية	37
1-14-2	ثابت العزل	37
2-14-2	فقدان العزل	38
15-2	التمثيل الكهربائي لمتسعة مملوءة بمادة عازلة	41
16-2	العوامل المؤثرة على ثابت العزل الكهربائي والفقدان العزلي	45
	الفصل الثالث **الجزء العملي**	
1-3	المقدمة	46
2-3	المواد الاولية	46
3-3	الاجهزة المستعملة	47
4-3	تحضير اوكسيد المغنيسيوم النانويMgO	49
5-3	دراسة تأثير نسبة الوقود (حامض الستريك) على اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO المحضر بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي	53
6-3	تحضير المركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي قيمة x تساوي(0.05)	53

7-3	تحضير المركب ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي لقيم x تساوي($0.025 \leq x \leq 0.1$)	56
3-8	تحضير عينات الفحص	57
9-3	عملية التلبيد	58
10-3	الفحوصات التركيبية	59
1-10-3	قياسات حيود الاشعة السينية	59
2-10-3	قياسات المجهر الالكتروني الماسح	60
3-10-3	طيف الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX)	61
11-3	قياس الخصائص الكهربائية	62
12-3	قياس الخصائص المغناطيسية	63
13-3	تعيين الدائرة التخلفية باستعمال مرسمة التذبذبات	63
14-3	قياس الكثافة والمسامية للعينات	65
الفصل الرابع النتائج والمناقشة والاستنتاج		
1-4	المقدمة	66
2-4	دراسة تأثير اضافة حامض الستريك كوقود في تحضير اوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي على الخصائص التركيبية	66
1-2-4	فحص حيود الاشعة السينية لعينات مجموعة(P)	66
2-2-4	فهرسة حيود الاشعة السينية للمجموعة (P)	68
3-2-4	حساب الحجم الحبيبي للعينات مجموعة (P)	69
1-3-2-4	حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة ديباي – شيرر	69
2-3-2-4	حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة وليامسون – هول (W-H)	69
4-2-4	حساب الكثافة النظرية والمساحة السطحية (S.A) للجسيمات النانوية	72
5-2-4	حساب عامل التشكيل للعينات مجموعة(P)	73
6-2-4	فحوصات المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه للعينات(P_1 ,P_3 ,P_4)	74
3-4	دراسة الخواص التركيبية والمورفولوجية للمركب النانوي ($Fe_{0.05}$ $Mg_{0.95}$ O) (X =0.05)المحضر بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي.	78
1-3-4	فحص حيود الاشعة السينية للعينة (F)	79
2-3-4	فحوصات المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه للعينة (F)	80
4-4	دراسة الخواص التركيبية للمركب النانوي ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) ($0.025 \leq x \leq 0.1$) المحضر بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي	81
1-4-4	فحص حيود الاشعة السينية للعينات مجموعة (C)	81

2-4-4	فهرسة حيود الاشعة السينية	84
3-4-4	حساب الحجم الحبيبي	85
1-3-4-4	حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة ديباي – شيرر	85
2-3-4-4	حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة وليامسون – هول(W-H)	85
4-4-4	حساب الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية	87
5-4-4	حساب المساحة السطحية (S.A) للجسيمات النانوية	89
6-4-4	حساب عامل التشكيل للعينات مجموعة C	89
7-4-4	فحص المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه للعينتين (C_1 , C_4)	90
6-4	القياسات الكهربائية	94
1-6-4	قياس ثابت العزل ε_r'	94
2-6-4	قياس معامل الفقدان العزلي ε_r''	95
3-6-4	قياس التوصيلية المتناوبة $\sigma_{a.c}$	97
7-4	القياسات المغناطيسية	99
1-7-4	قياسات حلقة الهسترة	99
2-7-4	قياس معامل الحث الذاتي (L)	102
3-7-4	قياس النفاذية الابتدائية(μ_i)	103
4-7-4	قياس عامل الخسارة النسبي (RLF)	104
8-4	الاستنتاجات	107
9-4	التوصيات والاعمال المستقبلية	108

الرمز	اسم المصطلح
λ	الطول الموجي للأشعة السينية(Å)
θ	زاوية سقوط الاشعة السينية (degree)
d_{hkl}	المسافة البينية للمستويات (hkl) (Å)
a	ثابت الشبيكة (Å)
(hkl)	معاملات ميلر (Å)
ρ	الكثافة (g/cm^3)
V	حجم خلية الوحدة ($Å^3$)
ε	الانفعال (Strain)
β	اقصى عرض عند منتصف الشدة(degree) (rad)
K	ثابت مقداره يتراوح بين (0.9-0.94)
D	حجم الجسيمات $(nm)^3$
T_C	عامل التشكيل
$I_{(hkl)}$	الشدة المقاسة عملياً
$I_{0(hkl)}$	الشدة القياسية الموجودة في بطاقة (JCPDS)
S.A	المساحة السطحية (m^2/g)
μ_o	النفاذية المغناطيسية في الفراغ $(4\pi \times 10^{-7}$ H/m)
μ	النفاذية المغناطيسية للمادة
μ_i	النفاذية المغناطيسية الابتدائية
μ_r	النفاذية المغناطيسية النسبية
H	شدة المجال المغناطيسي $(A \cdot m^{-1})$
H_{max}	اعظم شدة للمجال المغناطيسي
Hc	الحفاظية المغناطيسية
B	كثافة الفيض المغناطيسي (T)
RFL	عامل الخسارة النسبي
B_r	المغناطيسية المتبقية
L	معامل الحث الذاتي (Henry)
N	عدد اللفات (turens)
pH	دالة الحامض
$\rho_{x\text{-}ray}$	الكثافة المحسوبة من طيف حيود الاشعة السينية(g/cm^3)
M	المولارية (mole)

M_{wt}	الوزن الجزيئي g/mole
P	الاستقطاب الكهربائي
C_o	سعة المتسعة في الفراغ (Farad)
C	سعة المتسعة بوجود العازل
ε_o	السماحية الفراغ $(8.85 \times 10^{-12}$ F/m)
ε_r	السماحية النسبية
$\varepsilon_r{}'$	ثابت العزل
$\varepsilon_r{}''$	عامل الفقد في العازل
$tan\,\delta$	ظل زاوية الفقد
C_p	المتسعة مربوطة على التوازي بالدائرة
C_s	المتسعة مربوطة على التوالي بالدائرة
R_p	المقاومة مربوطة على التوازي بالدائرة
R_s	المقاومة مربوطة على التوالي بالدائرة
ω	التردد الزاوي (rad)
f	التردد (Hz)
ρ_e	المقاومية الكهربائية $(\Omega \cdot m)$
$\sigma_{a.c}$	التوصيلية المتناوبة $(1/\Omega)$
Z	الممانعة (Ω)

الوصف	المصطلح
Vibrating Sample Magnetometer	VSM
X-ray Absorption Near edge Structure	XANES
Transmission Electron Microscope	TEM
Energy Dispersive X-Ray Detection	EDX
Scanning Electron Microscope	SEM
Transmission Electron Microscope	TEM
Field Emission scanning Electron Microscope	FESEM
Fourier Transform Infrared	FTIR
Density functional Theory	DFT
Full Width at Half Maximum	FWHM
The Relative Loss Factor	RLF
Chemical Vapor Deposition	CVD

الشكل	العنوان	رقم الصفحة
1-1	التركيب الشبيكي لأوكسيد المغنيسيومMgO	2
2-1	التركيب الشبيكي لأوكسيد السيريوم CeO_2	3
3-1	التركيب الشبيكي لأوكسيد الحديد FeO	4
1-2	البنية البلورية	12
2-2	حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل في المواد الموصلة	13
3-2	حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل في المواد شبه الموصلات	14
4-2	حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل في المواد العازلة	14
5-2	انواع الاستقطاب الكهربائي	18
6-2	تأثر المادة الدايا مغناطيسية بالمجال المغناطيسي	19
7-2	تأثر المادة البارا مغناطيسية بالمجال المغناطيسي	19
8-2	المادة الفيرومغناطيسية	20
9-2	المادة ضديد الفيرومغناطيسية	21
10-2	المادة الفيريمغناطيسية	22
11-2	الملف الحلقي المستعمل لقياس العلاقة بين كثافة الفيض المغناطيسي والمجال المغناطيسي المسلط	23
12-2	حلقة الهسترة الكاملة	24
13 -2	صورة (SEM) للجسيمات النانوية MgO	26
14 -2	صورة (SEM) للبلورات النانوية MgO	27
15-2	الرسم التخطيطي لمختلف الخطوات المتبعة في عملية الصول- جل	30
16-2	حيود الاشعة السينية	32
17-2	رسم تخطيطي لكيفية حساب الحجم الحبيبي بطريقة (W-H)	35
18-2	زاوية فرق الطور بين والتيار السعوي وتيار المقاومة في المواد العازلة	40
19-2	التمثيل الكهربائي لمادة عازلة موضوعة تحت تأثير مجال كهربائي مربوطة على التوازي	42
1-3	الميزان الكهربائي الحساس	47
2-3	الخلاط المغناطيسي	48
3-3	الفرن الكهربائي	48
4-3	مقياس الأس الهيدروجيني	49
5-3	سير التفاعل لتحضير عينات المجموعة P	51
6-3	هيأة مسحوق اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي المحضر	51
7-3	هيأة المسحوق للمركب($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$)	55
8-3	سير التفاعل لتحضير عينات المجموعة C	57

9-3	هيأة المسحوق النانوي لمركب ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$)	57
10-3	A و B القوالب التي صممت و صنعت في السوق المحلي واستخدمت لتشكيل العينات	58
11-3	جهاز XRD	59
12-3	المجهر الالكتروني الماسح (SEM)	60
13-3	الانتقالات الالكترونية	61
14-3	جهاز (LCR meter)	62
15-3	العينات الخاصة بالقياسات الكهربائية (EM)	62
16-3	العينات الخاصة بالقياسات المغناطيسية (MM)	63
17-3	مخطط دائرة حلقة الهسترة	64
18-3	الدائرة الكهربائية الخاصة بفحص حلقة الهسترة	64
19-3	الملفات الخاصة بفحوصات حلقة الهسترة	64
1-4	انماط حيود الأشعة السينية للمجموعة (P)	67
2-4	ملف (JCPDS) لأوكسيد المغنيسيوم ذي الرقم (45-0946)	67
3-4	حساب الحجم الحبيبي والانفعال المجهري من ومعادلة (وليامسون – هول) لعينات المجموعة (P)	70
4-4	الفرق بين الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة (ديباي–شيرر) ومعادلة (وليامسون – هول)	71
5-4	نمط الحيود لعينات مجموعة (P) للقمة الاعلى شدة (200)	72
6-4	التوزيع الحبيبي للعينات المفحوصة وتحليل الصور ببرنامج (Image-J)	75
7-4	توزيع الحجم الحبيبي للعينات P_4, P_3,P_1 المأخوذة من تحليل الصور ببرنامج (Image-J)	76
8-4	فحص (EDX) مع النسب الوزنية والذرية للعينات P_4, P_3,P_1	78
9-4	انماط الحيود الأشعة السينية للعينات (P_1,F)	79
10-4	ملف (JCPDS)لأوكسيد الحديد ذي الرقم (46-1312)	79
11-4	التوزيع الحبيبي للعينة Fالمفحوصة وتحليل الصورة ببرنامج (Image-J)	80
12-4	توزيع الحجم الحبيبي للعينة F المأخوذة من تحليل الصورة ببرنامج (Image-J)	81
13-4	فحص (EDX) للعينة F	81
14-4	انماط حيود الأشعة السينية لمجموعة (C)	83
15-4	ملف (JCPDS)لأوكسيد السيريوم ذي الرقم (43-1002)	83
16-4	حساب الحجم الحبيبي والانفعال المجهري من ومعادلة (وليامسون- هول) لعينات المجموعة (C)	86
17-4	الفرق بين الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة (ديباي–شيرر) ومعادلة (وليامسون – هول)	87
18-4	علاقة الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية مع تركيز ايون (Ce^{+4})	88

19-4	صور المجهر الالكتروني الماسح(SEM) وصور تحليل ببرنامج (Image-J)	91
20-4	توزيع الحجم الحبيبي للعينتين C_4,C_1	92
21-4	فحص (EDX) مع النسب الوزنية والذرية للعينتين C_4,C_1	93
22-4	تغير ثابت العزل ε_r' مع التردد عند درجة حرارة الغرفة ضمن المدى الترددات (50Hz-1MHz)	94
23-4	تغير ثابت العزل ε_r' مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند المدى الترددات(50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)	95
24-4	تغير معامل فقدان العزلي $\boldsymbol{\varepsilon_r''}$ مع التردد عند درجة حرارة الغرفة ضمن المدى الترددي (50Hz-1MHz)	96
25-4	تغير معامل فقدان العزلي ε_r'' مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)	97
26-4	تغير التوصيلية المتناوبة $\sigma_{a.c}$ مع التردد عند درجة الحرارة الغرفة ضمن المدى التردد (50Hz-1MHz)	98
27-4	تغير التوصيلية المتناوبة $\sigma_{a.c}$ مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz, 1MHz)	98
28-4	حلقة الهسترة للعينات (P_1,F,C_1,C_2,C_3,C_4)	101
29-4	تغير معامل الحث الذاتي (L) مع التردد عند درجة حرارة الغرفة ضمن المدى التردد (50Hz – 1MHz)	102
30-4	تغير معامل الحث الذاتي (L) مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4})عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz, 1MHz)	102
31-4	تغير النفاذية الابتدائية (μ_i) مع التردد ضمن المدى التردد (50Hz – 1MHz)	103
32-4	تغير النفاذية الابتدائية (μ_i) مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz, 1MHz)	104
33-4	تغير عامل الخسارة النسبي (RLF) مع التردد ضمن المدى الترددات (50Hz - 1MHz)	105
34-4	تغير عامل الخسارة النسبي (RLF) مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)	106

الجدول	العنوان	رقم الصفحة
1-3	المواد المستعملة لتحضير عينات البحث ونقاوتها ومنشأها	46
2-3	كمية المواد المستعملة لتحضير عينات المجموعة (P)	53
3-3	كمية المواد المستعملة لتحضير المركب($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$)	55
4-3	كمية المواد المستعملة لتحضير عينات المجموعة (C)	56
1-4	فهرسة حيود الاشعة السينية للعينة (P_1) بالطريقة الرياضية يدوياً	68
2-4	قيم معدل ثابت الشبيكة للمجموعة (P)	69
3-4	الحجوم الحبيبية حسب معادلتي (ديباي – شيرر) و (وليامسون – هول) والانفعال المجهري للمجموعة (P)	71
4-4	قيم المساحة السطحية والكثافة النظرية	73
5-4	قيم عامل التشكيل لعينات المجموعة (P)	73
6-4	فهرسة حيود الاشعة السينية للعينة (C_1) بالطريقة الرياضية	84
7-4	قيم معدل ثابت الشبيكة للمجموعة (C)	85
8-4	الحجوم الحبيبية حسب معادلة (ديباي - شيرر) ومعادلة (وليامسون - هول) والانفعال المجهري للمجموعة (C)	86
9-4	قياسات الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية لعينات مجموعة (C)	88
10-4	قيمة الكثافة النظرية والمساحة السطحية	89
11-4	قيم عامل التشكيل لمستويات البلورة ذات الشدة العالية لعينات المجموعة C	90

الفصل الاول

المقدمة

والدراسات السابقة

(1-1)المقدمة Introduction

اصبحت تقنية النانو(Nanotechnology) في طليعة المجالات الأكثر أهمية وأثارة في مجال علوم الفيزياء والعلوم الاخرى، فقد أعطت أملا كبيرا لثورات علمية في المستقبل القريب ستغير وجهة التقنية في العديد من التطبيقات. ويمكن ارجاع تقنية النانو الى عملية التحكم والتلاعب بالمادة على مستوى الابعاد الذرية وعملية التحكم هذه مماثلة للهندسة في مستوى النانو، وان عملية التصنيع النانوي (Nanofabrication) ترتبط بشكل تام بهذه الهندسة. فالمواد في الحيز النانوي تعطي صفات وخواص فيزيائية وكيميائية فريدة . ولذلك استغلت هذه الظاهرة في انتاج مواد ، أجهزة وأنظمة فريدة في خواصها ، بواسطة التحكم بالشكل والحجم في الحيز النانوي[1,2].

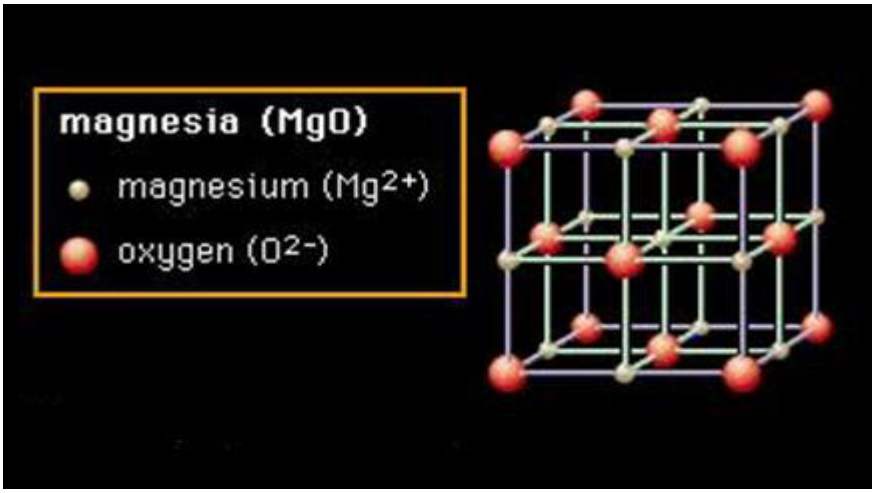
اهمية تقنية النانو تأتي من قدرتها على العمل في هذه المستويات الصغيرة فانتاجها من مواد واجهزة تعتير من أصغر واكفإ الاشياء التي صنعها الانسان منذ الخليقة . ان تقنية النانو تدخل تحديداً في العلوم والهندسة مثل المواد النانوية الفعالة ، الانظمة النانوية ، الانظمة النانوية البيولوجية ، والطب البيولوجي النانوي وهي واعدة بكثير من التطبيقات والاستخدام التي ستغير كثيراً من المفاهيم .

ان اختيار طرائق التحضير أمر أساس لتحسين الخصائص النهائية للجسيمات النانوية المصممة لتطبيق معين، وهذا الاختيار يجب أن تسترشد سلسلة من العوامل مثل المعلمات الفيزيائية والكيميائية للمركب، القطر النانوي والهيكل المورفولوجيا، أو الاعتبارات البيئية التي تشكل بالتأكيد معيارا لا يقبل الجدل على نحو متزايد. ونتيجة لذلك، فهي تمثل طريقة إعداد مناسبة لا يمكن فصلها عن حل الوسط الحقيقي المختار من القيود المختلفة التي يجب التغلب عليها لتصميم المواد النانوية والسيطرة عليها بشكل جيد[3]. ومن طرائق تحضير مواد النانوية هي طريقة المحلول – الهلام او المحلول الغروي (sol- gel) ذات الاحتراق التلقائي (auto – Combustion) التي تعد من الطرائق المميزة ، وذلك بسبب سهولة التحضير ، وقصر الوقت ، وعدم احتياجها الى درجات حرارة عالية [3,4] .

(2-1) اوكسيد المغنيسيوم MgO Magnesium Oxide

اوكسيد المغنيسيوم هو معدن مؤكسد متعدد الاستعمالات بسبب خواصه الكيميائية والفيزيائية الفريدة ، فضلاً عن أنه يمتلك درجة انصهار عالية (2852˚C) لذلك يكون مقاوماً لدرجات الحرارة العالية (Refractory)، وانه يمكن الحصول على اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO بعدة طرائق منها : طريقة المحلول الغروي (Sol – Gel)، ورذاذ الانحلال الحراري(CSP) وترسيب الابخرة الكيميائية (CVD) وغيرها وتعد طريقة المحلول الغروي من الطرائق الاكثر جودة للحصول على اوكسيد المغنيسيوم (MgO)، لكونها سهلة الاستعمال واقل تكلفة ويمكن ان تعطي مختلف الاحجام والاشكال لاكثر الاكاسيد، وان حجم الجسيمات النانوية لأوكسيد المغنيسيوم له تأثير ايجابي على الخواص الفيزيائية والكيميائية ، ومنها الخواص التركيبية البصرية والمغناطيسية والكهربائية وغيرها، وهناك عوامل تُحسن معظم هذه الخواص مثل درجة حرارة الكلسنة والتركيز والحامض المستعمل كوقود [5,6] .

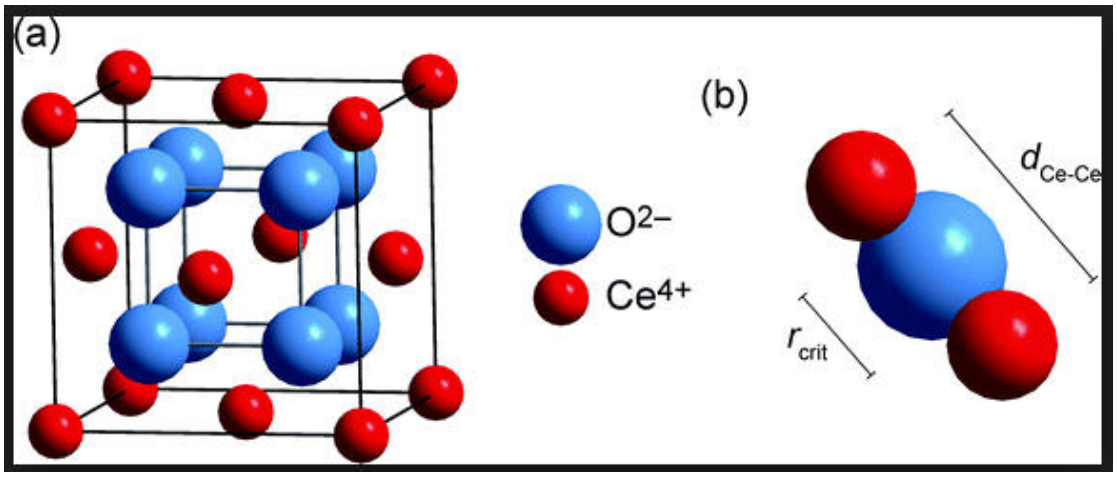
وقد اهتم الكثير من الباحثين بتحضير اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي نظرا لخصائصه الفريدة والجديدة وتطبيقاته الواسعة ، حيث يستعمل كمحفز في العديد من التفاعلات الكيميائية وكذلك تستعمل بعملية طلاء المعادن لمنع الصدأ وفي مجال الطب و تصنيع الدوائر الالكترونية واجهزة الاستشعار والهندسة الالكترونية والكيميائية والميكانيكية، وكذلك فإن له فعالية عالية ضد البكتيريا والفيروسات والجراثيم وذلك لامتلاكه مساحة سطحية كبيرة كما ان أوكسيد المغنيسيوم يمتلك تركيباً مكعبا متمركز الاوجه (fcc) كما في الشكل (1-1) وثابت شبيكة (a=4.212 nm) [5,6, 7] .



الشكل (1-1) يبين التركيب الشبيكي لأوكسيد المغنيسيومMgO [8]

(3-1) ثنائي أوكسيد السيريوم CeO_2 Cerium Dioxide

يعد ثنائي أوكسيد السيريوم أحد أكاسيد المعادن الانتقالية حيث يستعمل كعامل مساعد بشكل واسع نظرا لخواصه الفيزيائية المميزة وله القدرة على تخزين الاوكسجين في الشبيكة وتحويله الى طاقة كما أنه يمكنه امتصاص الاشعة فوق البنفسجية القريبة من الضوء المرئي وأنه يمتلك اعداد تأكسد مختلفة Ce^{+4},Ce^{+3} , Ce^{+2} وله فجوة طاقة واسعة لذلك يستخدم بشكل واسع في صناعة الزجاج و الخلايا الشمسية، وأنه يمكن تحضير ثنائي اوكسيد السيريوم CeO_2 بعدة تقنيات منها تقنية التحلل الحراري و المحلول الغروي (sol-gel) وتقنية الترسيب وتقنية الطحن والاحتراق التلقائي وغيرها ، وأنه في جميع هذه التقنيات يمكن التحكم باحجام واشكال وتضاريس سطح جسيماته النانوية او المايكروية وذلك من خلال درجة حرارة الكلسنة والضغط ودرجة الحموضة والتي بدورها تغير الخواص الفيزيائية والكيميائية [9,10,11] ونتيجة لهذه الصفات المميزه وتوفرها تم اختيار هذه المادة في دراستنا الحالية.

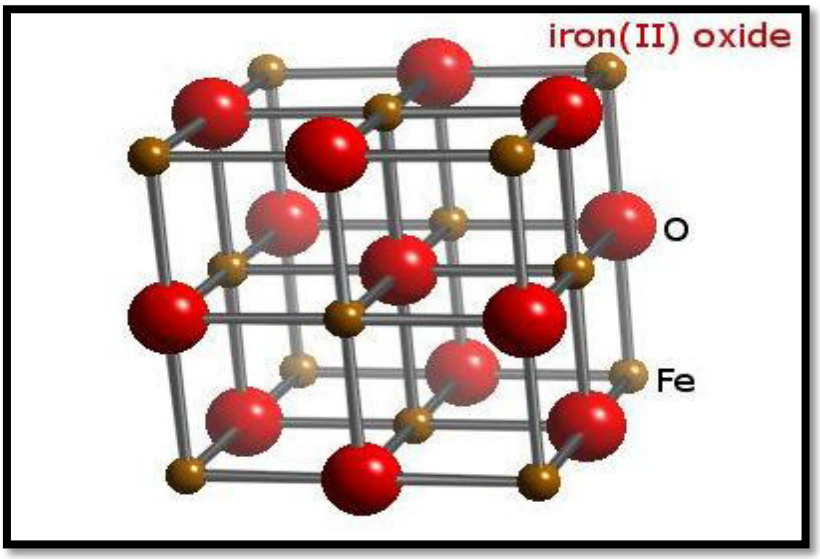


الشكل (1-2) يبين التركيب الشبيكي لأوكسيد السيريوم CeO [12]

(4-1) اوكسيد الحديد FeO Iron Oxide

يعد اوكسيد الحديد أحد أكاسيد المعادن الانتقالية ويلعب دورا مهما في تطور تكنلوجيا المواد ، وانه يمكن تحضير اكاسيد الحديد بإحجام واشكال مختلفة بتقنيات كيميائية وفيزيائية عديدة ، وذات تطبيقات مهمة حيث يستخدم كمحفز في التفاعلات الكيميائية عدة وكذلك في عملية الطلاء وأجهزة الاستشعار للغاز كما أنه يمتلك

تطبيقات واسعة في مجالات عدة مثل التسجيل المغناطيسي وأجهزة تخزين البيانات المغناطيسية والتصوير بالرنين المغناطيسي وكذلك في المجال الطبي غيرذلك [13] ونتيجة لهذه الصفات المميزه وتوفرها تم اختيار هذه المادة في دراستنا الحالية .



الشكل (1-3) يبين التركيب الشبيكي لأوكسيد الحديد FeO [14]

(5-1) الدراسات السابقة Literature Revie

حظى أوكسيد المغنيسيوم باهتمام كبير من قبل الباحثين وقد تناولوه بدراسات كثيرة وذلك لما له من دور مهم في كثير من التطبيقات الصناعية والطبية. وقد تضمنت تلك الدراسات خصائصه المختلفة التركيبية والكهربائية والمغناطيسية والبصرية وغيرها ونورد فيما يلي بعض هذه الدراسات .

- حضر الباحث (V S. tengl) وجماعته عام (2003)اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي من ميثوكسيد المغنيسيوم $Mg(OCH_3)_2$ و ايثوكسيد المغنيسيوم $Mg(OC_2H_5)$ و التولوين $C_6H_5CH_3$ كمذيب وقد تم فحص خواص العينات باستعمال تقنية (XRD) واستنتجوا انه عند استخدام الزيلين ($C_6H_4C_2H_6$) او البنزين (C_6H_6) او الميثانول (CH_3OH) كمذيب فان حجم الحبيبات النانوية يزداد ويحصل تكتل وتقل المساحة السطحية النوعية التي كانت بحدود ($1236\ m^2/g$) [15] .

- حضر الباحث (Jo-Yong Park) وجماعته عام (2006) اوكسيد المغنيسيوم النانوي من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2$ كمادة اساس وهيدروكسيد الصوديوم NaOH كمرسب باستعمال طريقة الترسيب السريع ، واجريت الكلسنة بدرجة حرارة 500 °C لمدة 4h اولاً ، ومن ثم تمت دراسة الخواص التركيبية باستعمال تقنية (XRD) ، وقد اظهرت الدراسه ان MgO ذي تركيب بلوري ومن نوع (fcc) وان المساحة السطحية النوعية لجسيماته بحدود (91.4 m^2 /g) ، وقد اظهرت صورة (SEM) حجم الحبيبات النانوية والتي كانت تتراوح بين nm (50 - 20) وانها ذات شكل كروي وقليلة التكتل ، ودرست ايضاً الخواص البصرية باستعمال (IR spectra) ولوحظ وجود هيدروكسيد الصوديوم على سطح الحبيبات النانوية [16] .

- حضرالباحثان (Zhen-Xing Tang and Lu-E Shi) عام (2008) اوكسيد المغنيسيوم النانوي من خلات المغنيسيوم $Mg (CH_3COO)_2.2H_2O$ كمادة اساس وهيدروكسيد الصوديوم NaOH كمرسب تركيزه (0.48 mol /L) وذلك بطريقة الموجات فوق الصوتية (ultrasonic)، وتمت الكلسنة بدرجة حرارة 410 ^oC لمدة 90 min وبمعدل تزايد (5 ^oC/min)، وقد درس الباحثان العوامل المؤثرة على حجم الحبيبات النانوية، باستعمال تقنية (TEM) و(XRD) فحصلا على حجم حبيبات نانوي بحدود (4nm) وذلك عند العمل بالموجات فوق الصوتية (20min) وبقدرة (250 W) ومعدل معايرة هيدروكسيد الصوديوم (0.25 ml/min) [17] .

- حضر الباحث (G. DERCZ) وجماعته عام (2009) اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي من ميثوكسيد المغنيسيوم $Mg(OCH_3)_2$ والميثانول والتلوين وبطريقة (sol-gel) وتم فحص العينات بتقنية (XRD) وقد لاحظوا اتساعاً في منحني القمم وذلك بسبب حجم الحبيبات النانوية، كما لاحظوا من خلال الفحص (TEM) ، (SEM) لاحظوا وجود تكتل في المسحوق وان المساحة السطحية النوعية تساوي 138 m^2 /g [6] .

- اما الباحث (M. A. Shah) فقد حضر أوكسيد المغنيسيوم النانوي في عام (2010) باستخدام تقنية درجة الحرارة المنخفضة 90 ^oC تقريباً وباستخدام الماء المقطر كمذيب ، وتم فحص الخواص التركيبية باستعمال(FESEM) و (XRD) وتبيّن ان مدى حجم الحبيبات كان يتراوح بين nm(20-40) وقد اشار الى امكانية تحضير أوكسيد المغنيسيوم

النانوي بطرائق عديد وهذا ساعد كثيراً في توسيع و تعديل التقنيات الحالية لتحضير اوكسيد المغنيسيوم كثيراً [18] .

- حضر الباحث (Jiahai Ba) وجماعته عام (2011) اوكسيد المغنيسيوم النانوي من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2$ كمادة اساسية والنشا (Starch) كعامل مساعد وذلك بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وباستعمال جهاز المايكروويف ، وقد درسوا تأثير الوقود (Starch) على معدل حجم الجسيمات النانوية كما وتم فحص خواص العينات باستعمال تقنية (XRD) وقد وجد الباحث ان زيادة نسبة النشا تسبب زيادة في حجم الحبيبات النانوية وتكوين تكتلات، وكما اظهرت صورة (TEM) وجود مسامية [19] .

- حضر الباحثان (S. Suresh and D.arivuoli) عام (2011) اوكسيد المغنيسيوم النانوي المشوب بالرصاص Pb^{+} من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ ونترات الرصاص $Pb(NO_3)_2$ بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي ، وتمت دراسة الخواص التركيبية باستعمال (XRD)، وقد حصلوا على حبيبات نانوية ذات حجم يتراوح بين (50-70) nm، وانهم درسوا هيكلية البلورية وطبيعة سطح العينة من خلال تقنية (SEM) و (EDX) وقد تم التأكد من وجود الرصاص في اوكسيد المغنيسيوم MgO، وكما درسا ايضاً الخواص البصرية باستعمال (UV-VIS spectroscopy) واستنتجا أن النفاذية تزداد بزيادة فجوة الطاقة و يعتمد كل من ثابت العزل الكهربائي و فقدان العزل الكهربائي على التردد وهذا مما يؤكد استقطابية المادة [20] .

- حضر الباحث (Mohd Sufri Mastuli) وجماعته عام (2012) اوكسيد المغنيسيوم النانوي من خلات المغنيسيوم $Mg(CH_3COO)_2.4H_2O$ كمادة اساس و حامض الستريك $C_4H_6O_6$ وكحول الايثانول C_2H_5OH بطريقة المحلول الغروي وتمت الكلسنة بدرجة حرارة ($600\ ^oC$) لمدة (6h) ، وقد درست الخواص التركيبية بتقنية (FESEM) و (XRD) فتبيّن ان حجم الحبيبات النانوية اصغر من 100nm وانها مختلفة في السطوح، وذات شكل كروي تكتل قليل [21].

- قام الباحث (M.SUNDRARAJAN) وجماعته عام (2012) بتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2 .6H_2O$ وهيدروكسيد الصوديوم NaOH والنشا (Starch) بالطريقة الكيميائية ودرسوا تأثير درجة حرارة الكلسنة على الحجم الحبيبات النانوية و المسامية وتم فحص الخواص التركيبية من خلال تقنية حيود الاشعة السينية (XRD) وتقنية المجهر الماسح الكتروني (SEM)، وقد توصلوا إلى أن زيادة درجة الحرارة (300˚C, 500˚C 700˚C) فأنها تؤدي الى زيادة حجم الحبيبات النانوية (4.6nm , 8.5nm 13.3nm) [22].

- حضر (Sandeep Nagar) وجماعته عام (2012) اوكسيد المغنيسيوم النانوي المشوب بالفناديوم من خلات المغنيسيوم $Mg (CH_3COO)_2.2H_2O$ وايثانول امين C_2H_7NO وميثوكسي ايثانول $C_4H_{10}O_2$ وبتركيز % (1.5 , 1.1 , 1 , 0.9 , 0.7 , 0.5) وقد درسوا تأثير الفناديوم على الخواص المغناطيسية (حلقة الهسترة المغناطيسية وممغنطة التشبع) والخواص التركيبية باستعمال تقنيات (XRD) و (EDX)، وقد وجدوا انه عند زيادة تركيز الفناديوم بدرجات حرارة عالية أن جميع الجسيمات النانوية ستكون فيرو مغناطيسية وبقطر حوالي(39nm) وان مغناطيسية الاشباع ستظهر عند التركيز 1% ، وانها قد أظهرت من خلال تقنية القياس (TEM) أنه عند تشويب اوكسيد المغنيسيوم بالفناديوم بتركيز(1%) فإن المسافة بين المستويات الذرية (d_{111}) ستزداد من 2.42Å الى 2.47 Å [23] .

- قام الباحث (Nageswararao Budiredla) وجماعته عام (2012) بتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي المشوب بالنيكل ($Mg_{1-x}Ni_xO$) من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2\cdot6H_2O$ ونترات النيكل $Ni(NO_3)_2\cdot6H_2O$ وحامض اوكزاليك $C_2H_2O_4\cdot2H_2O$ وكحول الايثانول كمذيب وبطريقة المحلول الغروي، وتمت الكلسنة بدرجة حرارة (600 ^oC) لمدة (2h) ، وقد درسوا الخواص التركيبية باستعمال (XRD) ، وعند التركيز X=0.01 حصلوا على مركب ($Mg_{1-x}Ni_xO$) ذو تركيب fcc وان ثابت الشبيكة (4.228 Å) والمساحة السطحية النوعية تتراوح بين ($123 – 135.5m^2/g$)، وانهم ولاحظوا تكوين تكتلات، وكما انهم درسوا الخواص البصرية ايضاً باستعمال (UV-Vis) وقد لاحظوا الامتصاصية العالية للأشعة تحت الحمراء من قبل الماء وان قمم الامتصاص تتراوح بين nm (379 , 296 , 202) وهذا مرتبط بعيب مركز ذرة الاوكسجين

والانتقالات الكترونية ، وانه عند نقصان الكثافة F_2 $^{+2}$ وزيادة تركيز النيكل Ni فإنه ستظهر اعلى قمم انبعاث في 440 nm و اقل قمم انبعاث تتراوح في 400 nm [24] .

- درس (Ponnaiah Tamilselvi) وجماعته عام (2013) الخواص التركيبية والبصرية لأوكسيد المغنيسيوم النانوي المحضر من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ كمادة اساس وهيدروكسيد الصوديوم NaOH كمرسب ومحلول الامونيا NH_3 لتعديل الدالة الحامضية وبطريقة المحلول الغروي وقد تمت دراسة الخواص التركيبية والبصرية باستعمال تقنيات (XRD) و(FESEM) و (EDX) وتوصلوا الى ان حجم الحبيبات النانوية يتراوح بين 30nm الى عدة مايكرومترات وانها ذات شكل كروي منتظم عالي النقاوة [25] .

- حضر الباحث (S. Azzaza) وجماعته عام (2013) اوكسيد المغنيسيوم النانوي والمشوب بالمنغنيز ($Mn_xMg_{1-x}O$) من نترات المغنيسيوم ونترات المنغنيز المائي ونترات الحديد وكبريتات المنغنيز المائية ، واستعملوا طريقة الترسيب السريع ، ودرسوا تأثير نسب تركيز المنغنيز (% 50 – 5) على الخواص التركيبية والبصرية وحلقة الهسترة المغناطيسية باستعمال تقنية (Photoluminescence PL) و(XRD)، وقد حصلوا على جسيمات نانوية بحجم 15 nm لأوكسيد المغنيسيوم MgO النقي ، واستنتجوا انه عند زيادة تركيز المنغنيز Mn من 10% الى 20% الخواص المغناطيسية للمركب ($Mn_xMg_{1-x}O$) تتحول من دايا مغناطيسية الى فيرو مغناطيسية وانه بزيادة تركيز المنغنيز من 20% الى 50% تتحول الى بارا مغناطيسية، اما تقنية (DFT) فقد اظهرت وجود شوائب في اوكسيد المغنيسيوم [26] .

- حضر الباحث (Mohd Sufri Mastuli) وجماعته عام (2014) اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي المشوب بالليثيوم Li من خلات المغنيسيوم $Mg(CH_3COO)_2.4H_2O$ و حامض اوكزاليك $C_2H_2O_4.2H_2O$ وخلات الليثيوم $LiCH_3COO.2H_2O$ وكحول الايثانول C_2H_5OH وبطريقة المحلول الغروي ، حيث تمت الكلسنة بدرجة حرارة (950 $^{\circ}C$) لمدة (36h)، وقد دُرست الخواص التركيبية والبصرية لخصائص الحبيبات النانوية المحضرة باستعمال تقنيات(UV-VIS) و (FESEM) و (XRD) وكما درسوا تأثير ايون الليثيوم على فجوة الطاقة وحجم الحبيبات النانوية واستنتجوا ان ايون الليثيوم

يحسن من الخواص البصرية لأوكسيد المغنيسيوم وانه ذو فائدة في بعض التطبيقات الصناعية ، لذا يوجد اختلاف قليل في فجوة الطاقة بين اوكسيد المغنيسيوم النانوي النقي والمشوب بأيون الليثيوم ($Li_{0.2}Mg_{0.9}O$) [27] .

- قام (Agrawal R.M) وجماعته عام (2015) بتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي من نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2 .6H_2O$ كمادة اساس وهيدروكسيد الصوديوم NaOH كمرسب بطريقة المحلول الغروي ، وقد درسوا الخواص التركيبية باستعمال تقنية حيود الاشعة السينية (XRD) وبالنسبة المولارية 1:1 ، وحصلوا على حبيبات نانوية ذات حجم يساوي تقريبا 25.91nm، واستنتجوا ان مقاومة الحبيبات النانوية تقل اسيا ($10^{7}\Omega$ - $10^{11}\Omega$) عندما تقل درجة الحرارة وان طاقة التنشيط E_a تساوي 0.49 eV او 48.196 KJ/mol [28] .

- حضر الباحث (Sumalin Phokha) وجماعته عام (2015) اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO المشوب بالحديد($Mg_{1-x}Fe_xO$) لقيم X تساوي (X=0 , 0.05 , 0.07) من نترات المغنيسيوم ونترات الحديد$Fe(NO_3)_3.9H_2O$ كمواد اساسية وحامض أكريليك $C_3H_4O_2$ كعامل مساعد وبطريقة التحول الحراري ، وتمت دراسة الخواص التركيبية والبصرية والهسترة المغناطيسية لخواص الحبيبات النانوية المحضرة باستعمال تقنيات (XANES)و(TEM) (VSM) و(XRD) وقد استنتجوا ان العينات تمتلك اطواراً طبيعية ذات تركيب (fcc) وبحجم جسيمات نانوية يتراوح بين nm (25 – 2)، بينما اظهرت صورة (TEM) وجود اطياف لأيون الحديد Fe^{3+} وان حجم الحبيبات النانوية وكانت تتراوح بين nm (25 – 1) وكذلك وجود تكتلات، كما استنتجوا انه بتركيز X= 0.07 وبدرجة حرارة منخفضة فإن ايون الحديد يمتلك آعلى مغناطيسية 1.60 emu/g [29] .

- حضر الباحثان (Prateek Kumar Gour1 and Sanchita Dass Roy) عام (2015) اوكسيد المغنيسيوم النانوي المشوب بالكادميوم Cd-MgO من نترات المغنيسيوم نترات الكادميوم $Cd(NO_3)_2$ وهيدروكسيد الصوديوم(NaOH) و(Player vs Player PVP) واستعملوا طريقة الترسيب السريع ، وقد تمت دراسة الخواص البصرية لخواص الجسيمات

النانوية المحضرة باستعمال (UV-Spectroscopy) ، وقد استنتجوا ان فجوة الطاقة تزداد وتقل التوصيلية عند تشويب أوكسيد المغنيسيوم بالكادميوم CdMgO [30].

- حضر الباحثان (Urvashi Sharma and P. Jeevanandam) في عام (2015) اوكسيد المغنيسيوم النانوي المشوب بالخارصين ($Zn_XMg_{1-X}O$) من معدن المغنيسيوم وخلات الخارصين $Zn(CH_3COO)_2$ والايثانول C_2H_6O و التلوين وبطريقة المحلول الغروي ، ودرسا تأثير تركيز الخارصين Zn^{2+} ودرجة حرارة على الخواص التركيبية والبصرية باستعمال تقنيات (XRD) , (SEM) , (PL) , (TEM) ، وقد استنتجا انه زيادة تركيز الخارصين Zn^{2+} من 0.5 mmol الى 3.5 mmol وزيادة درجة حرارة الكلسنة من 500 ^oC الى 1000 ^oC فإن حجم الحبيبات النانوية يزداد من 25nm الى 50nm وان انبعاث الحزمة الضوئية سوف يقل. [31] .

- حضر الباحث (V. Sirota) وجماعته عام (2016) اوكسيد المغنيسيوم النانوي من نترات المغنيسيوم بواسطة البلازما الحرارية وتمت دراسة الخواص التركيبية باستعمال تقنية (XRD)وقد حصلوا على حبيبات نانوية ذات حجم يتراوح بين nm (100-150) وانها كانت غير منتظمة الاشكال وذات نقاوة عالية ، وكما اظهرت صورة (TEM) وجود تكتل[32].

- حضر الباحث (Kadari Ahmed) وجماعته في عام (2016) اوكسيد المغنيسيوم النانوي المشوب بالمنغنيز (Mn^{+2}) وبطريقة المحلول الغروي ، ودرسوا تأثير نسب تركيز المنغنيز (0 – 50%) على الخواص التركيبية والبصرية باستعمال تقنية (XRD) و (FTIR) وانه من خلال أنماط حيود الأشعة السينية وجدوا ان مسحوق أوكسيد المغنيسيوم متعدد التبلور، وان حجم الحبيبات النانوية يساوي 337.9 Å . واستنتجوا ايضا انه عند زيادة تركيز المنغنيز فإن النفاذية تنخفض من 98% الى 65% ، وان فجوة الطاقة تقل الى 3.92 eV عندما يكون تركيز المنغنيز 50 % [33].

(6-1) الهدف من البحث (Aim of Research)

1 . تحضّير اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي (Auto–Combustion) .

2 . دراسة تأثير نسبة الوقود (حامض الستريك) على الخواص التركيبية والمورفولوجية (Morphology) لأوكسيد المغنيسيومMgO النانوي واختيار افضل عينة لإكمال دراسة الخواص .

3 . دراسة تأثير التطعيم بأيونات الحديد Fe^{+2} والسيريوم Ce^{+4} على بعض الخواص التركيبية والكهربائية والمغناطيسية على اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي، وذلك بعد تشكيله على شكل اقراص وحلقات تتلائم مع الفحوصات المطلوبة.

الفصل الثاني

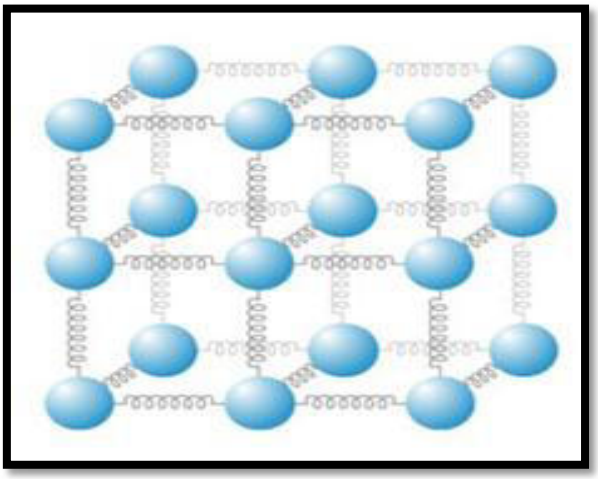
الجانب النظري

(1-2) المقدمة Introduction

يتضمن هذا الفصل توضيحاً لبعض المفاهيم الأساسية ذات الصلة بموضوع البحث ، اذ يبدأ بإعطاء فكرة عن أنواع المواد الصلبة من حيث خواصها المغناطيسية والكهربائية وتوضيح العلاقات الرياضية التي اعتمدت بالجانب العملي لنتائج البحث.

(2-2) البنية البلورية للمواد Crystalline Structure of the Material

تتكون البنية البلورية من مجموعة من الذرات مرتبة بطريقة معينة في الشبيكة البلورية ويمكن تخيل وحدات البنية البلورية على أنها مجموعات من الذرات على شكل صناديق صغيرة تدعى الخلايا (خلية الوحدة)، وبتكرار هذه الخلايا في الفضاء الثلاثي الأبعاد تتشكل البلورة العينية ومن أهم خصائص خلية الوحدة هو طول أضلاعها c، b، a وان الزوايا بين أضلاع الخلية تسمى γ ، β ، α وتسمى هذه الاحداثيات بمعلمات الشبيكة البلورية. وتلعب البنية البلورية دوراً مهماً في تحديد خصائص البلورة مثل قابليتها على الانشقاق (الانفلاق البلوري) و التوصيل الكهربائي ونطاق الطاقة والخصائص المغناطيسية والبصرية وغيرها وان الشكل (1-2) يوضح البنية البلورية [34] .



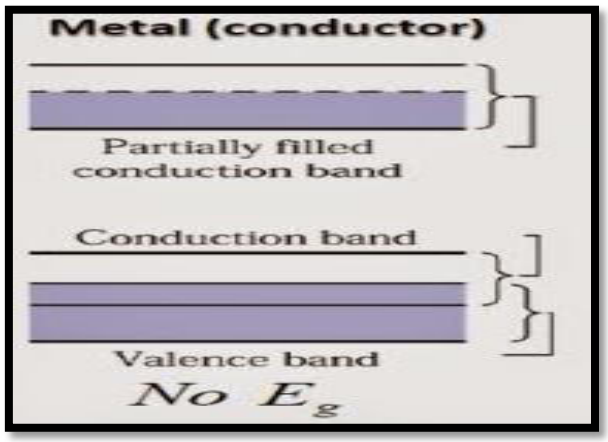
الشكل (1-2) يوضح البنية البلورية [34]

(3-2) تصنيف المواد Classification of Material

تصنف المواد الصلبة نسبة للتوصيلية الكهربائية إلى :

(1-3-2) المواد الموصلة Conductor Material

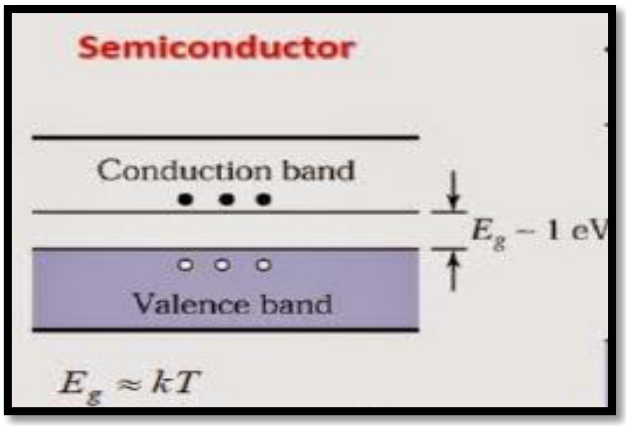
هي المواد التي تكون الكتروناتها في الاغلفة الخارجة ضعيفة الارتباط بالنواة لذلك تكون لها قابلية عالية على توصيل التيار الكهربائي في درجة حرارة القريبة من الصفر المطلق ($0^{\circ}K$) ويكون توصيليتها الكهربائية بحدود (10^{3} - 10^{8} ohm^{-1} cm^{-1}) ومن امثلتها النحاس والفضة والألمنيوم والذهب وان المقاومية النوعية للموصل الجيد لدرجات الحرارة الاعتيادية تصل حوالي (10^{-8} – 10^{-5} Ω. m) [35] وان الشكل (2-2) يوضح فجوة الطاقة المحظورة بين حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل للمواد الموصلة.



الشكل (2-2) يبين حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل في المواد الموصلة [36]

(2-3-2) أشباه الموصلات Semiconductors

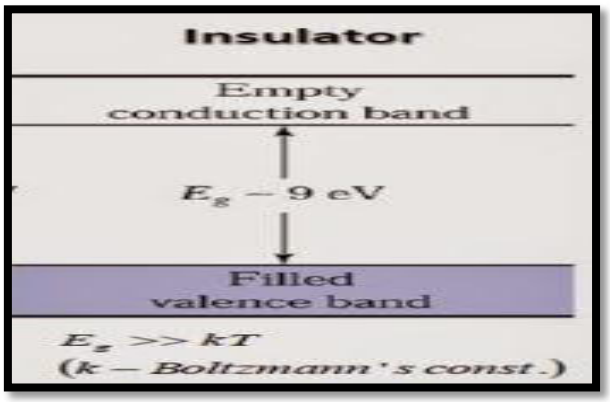
وهي تلك المواد التي تتحرك الشحنات الكهربائية فيها بحرية أقل مما في المادة الموصلة ، وانه عند رفع درجة الحرارة تتحفز الكتروناتها حرارياً لعبور فجوة الطاقة المحظورة ، بينما تصبح عازلة عند اقتراب درجة الحرارة من الصفر المطلق اذ يتعذرحيئذ تحفيز الكتروناتها حرارياً ،وتمتاز اشباه الموصلات بمقاومة ذات معامل حراري سالب (Negative Thermal Coefficient) وان المقاومية النوعية تكون ما بين المواد العازلة والمواد الموصلة بحدود (10^{-5}-10^{8} Ω. m) ويظهر شبه الموصل ذو النقاوة العالية جدا توصيلية ذاتية ويكون فيها مستوى فيرمي في منتصف فجوة الطاقة [35] والشكل (2-3) يبين فجوة الطاقة المحظورة بين حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل للمواد شبه موصلة.



الشكل (2-3) يبين حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل في المواد شبه الموصلات [36]

(2-3-3) المواد العازلة Insulator substances

هي المواد التي تكون الكتروناتها في الاغلفة الخارجة قوية الارتباط بالنواة و فجوة الطاقــة المحظورة تكون واسعة نسبياً لذلك تكون قابليتها ضعيفة لتوصيل التيار الكهربائي وتتراوح توصيليــتها الكهربائية بحدود (10^{-18}-10^{-8} $ohm^{-1}cm^{-1}$) ويمتلك العازل الجيد مقاومة نوعية بحدود (10^{10}- 10^{16} ohm . m) مثل الزجاج والكوارتز والمطاط [35] وان الشكل (2-4) يوضح فجوة الطاقة المحظورة بين حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل للمواد العازلة.



الشكل (2-4) يبين حزمة التكافؤ وحزمة التوصيل في المواد العازلة[36]

(4-2) الاستقطاب الكهربائي Electrical Polarization

يعرف الاستقطاب الكهربائي للمواد العازلة بانه محصلة عزوم الثنائيات القطبية لوحدة الحجم من المادة وهو أحد المظاهر المهمة، وان حدوث الاستقطاب الكهربائي يقترن بوجود ذرات او جزيئات او ايونات مختلفة الشحنات ، وانه عند غياب المجال الكهربائي تكون مراكزها منطبقة بعضها ببعض وعندما تكون المادة العازلة واقعة تحت تأثير المجال الكهربائي الخارجي فإن الشحنات الموجبة ستنزاح باتجاه المجال الكهربائي المسلط اما الشحنات السالبة فإنها ستنزاح بالاتجاه المعاكس للمجال الكهربائي المسلط ، وتتكون مسافة بين الشحنات (d) مما يتسبب في نشوء عزم ثنائي الأقطاب (m) بين الشحنات الكهربائية (q) وإن هذه الشحنات لا تستطيع الحركة داخل المادة العازلة بصورة مطلقة بل إن حركتها تكون مقيدة ويقال عن العازل انه مستقطب ويمكن التعبير عن ثنائي القطب الكهربائي بالمعادلة الاتية :

$$P = m\,I \qquad \ldots\ldots(1\text{-}2)$$

حيث ان :

P : الاستقطابية (الدايبول) .

I : عدد ثنائيات القطب لوحدة الحجم .

m : عزم ثنائي القطب الذي يعبر عنه بالمعادلة الاتية :

$$m = q\,d \qquad \ldots\ldots(2\text{-}2)$$

حيث ان: d : البعد بين الشحنتين ويقاس بوحدات المتر (m)

q: الشحنة الكهربائية ويقاس بوحدات الكولوم (C)

عند تسليط مجال كهربائي متناوب على المادة العازلة سوف تتوجه ثنائيات الاقطاب مع المجال الكهربائي المتناوب لذا ينعكس الاستقطاب مع انعكاس المجال الكهربائي المسلط في الترددات اقل من 10^6 Hz وان الاستقطاب يتغير مع تغير المجال الكهربائي المسلط ، وعند زيادة التردد اكبر من 10^6 Hz فان ثنائيات الاقطاب تكون دائمية ولن تدور باتجاه المجال الكهربائي المسلط مما يؤدي الى تخلف ثنائيات الاقطاب تاركة ذلك المجال. اي ان المادة لا تظهر سلوك الاستقطابية و تكون غير قادرة على متابعة التغيرات في المجال الكهربائي

الخارجي وهذا يحدث في مدى ترددات Hz ($10^{11} - 10^{6}$) وانه عند استمرار زيادة الترددات Hz ($10^{14} - 10^{11}$) فان استقطاب الايونات والذرات سيتوقف ويبقى استقطاب الالكترونات فقط [37,38].

(5-2) انواع الاستقطاب Types of Polarization

يمكن تقسيم الاستقطاب الى عدة انواع هي:

(1-5-2) الاستقطاب الالكتروني Electronic Polarization

ينشأ هذا الاستقطاب نتيجة الفصل بين مركز الشحنات في النواة ومركز الشحنات السالبة للالكترونات عند تسليط مجال كهربائي خارجي ، ويتناسب الاستقطابية الالكترونية (m_e) المتولد طردياً مع شدة المجال الكهربائي المسلط (E)، ويمكن تمثيل ذلك بالمعادلة الآتية:

$$m_e=\alpha_e E \qquad \ldots\ldots(3\text{-}2)$$

إذ إن α_e يمثل ثابت الاستقطابية الالكترونية .

هذا النوع من الاستقطاب يحدث خلال مدة زمنية وجيزة تقدر ب 10^{-15} s، ويسمى أيضا بالاستقطاب البصري (Optical Polarization)[37,38] .

(2-5-2) الاستقطاب الأيوني Ionic Polarization

عندما تخضع بعض المركبات الكيميائية التي تمتلك الصفة الأيونية مثل كلوريد الصوديوم لتأثير مجال كهربائي فإنها تعاني استقطاباً أيونيا وانه عند تجمع الذرات لتكوين الجزيئة فإن توزيع الالكترونات حول نواة كل ذرة سيتغير عما كان عليه في الذرة المنفردة. وإن الفصل الذي يحدث بين مركز الشحنة السالبة ومركز الشحنة الموجبة بتأثير المجال الكهربائي يؤدي إلى ابتعاد الشحنة السالبة عن الموجبة مسبباً بذلك زيادة في طول الآصرة، وبذلك يزداد الاستقطابية الايونية (m_i) وكما في المعادلة الآتية:

$$m_i=\alpha_i E \qquad \ldots\ldots(4\text{-}2)$$

إذ إن α_i يمثل ثابت الاستقطابية الأيونية.

ان الزمن المستغرق لتكوين ثنائيات الأقطاب هو بحدود(10^{-13}-10^{-12} s)[37,38] .

(3-5-2) الاستقطاب الاتجاهي Orientational Polarization

يحدث هذا الاستقطاب في المواد التي تمتلك عزوم ثنائيات قطبية دائمية وتكون هذه العزوم موزعة بصورة عشوائية إذ ان محصلة العزوم لوحدة الحجوم إي الاستقطاب يساوي صفراً في حالة غياب المجال الكهربائي ، أما في حالة تسليط المجال فان هذه الجزيئات تميل للدوران وذلك استجابة للمجال، وإن استجابة الجزيئات للدوران يعتمد على نوع المادة ودرجة الحرارة وشدة المجال المسلط [39].

وتكون حركة الثنائيات القطبية حركة دائمية نتيجة للطاقة التي تمتلكها بسبب درجة حرارة المادة وتتذبذب بين موقعين أو أكثر من المواقع التي يمكن ان تستقر بها وان التذبذب يزداد مع زيادة درجة الحرارة وينخفض بانخفاضها إذ تفقد المادة قدرتها على الاستقطاب الاتجاهي أو الدوراني m_d . ويمكن التعبير عن ذلك بالمعادلة الآتية [39]:

$$m_d = \sqrt{3\alpha_d k_B T} \qquad \text{.....(5-2)}$$

إذ إن α_d : يمثل ثابت الاستقطابية الاتجاهية.

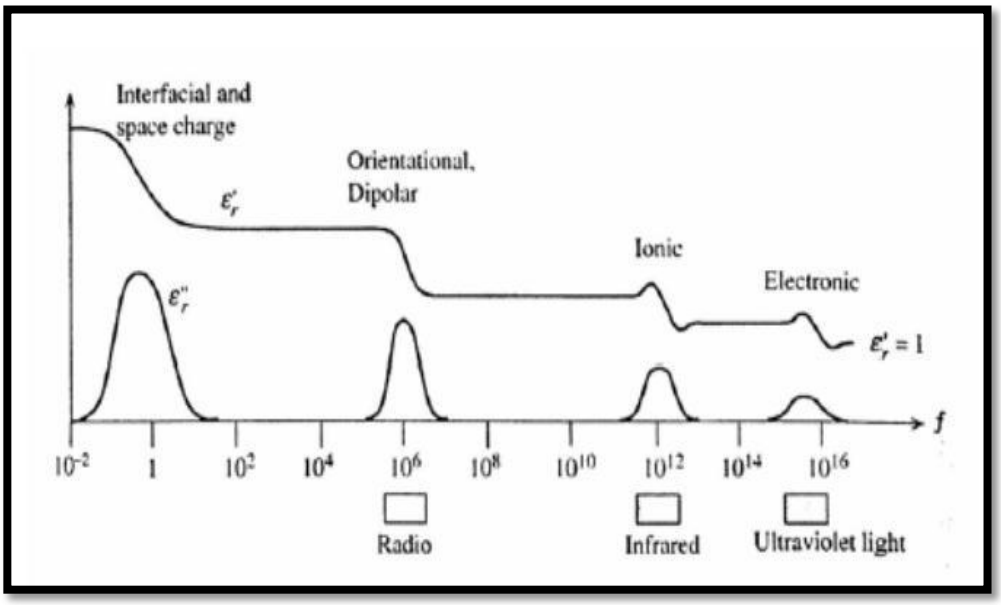
k_B : ثابت بولتزمان. T : درجة الحرارة المطلقة.

و إن زمن الاسترخاء (Relaxation Time) المرتبط بهذا النوع من الاستقطاب طويل نسبياً، اعتماداً على شدة المجال الكهربائي ونوع المادة[41] .

(4-5-2) استقطاب الشحنة الفراغية Space charge Polarization

يحدث استقطاب الشحنة الفراغية في المواد التي تمتلك فقاعات هوائية (Air Bubble)، وشوائب معدنية (Metallic Impurities)، وقطرات ماء (Droplets of Water)، أو مناطق غير متجانسة (Heterogeneous) ؛ لذا تنجم حواجز عن هذه العيوب، وان هذه الحواجز ستكون سبباً لوقف سير الشحنات الطليقة في المادة، وبذلك ستتجمع وتتراكم هذه الشحنات عند الحواجز، ويصاحب هذا التجمع ظهور شحنات معاكسة عند الطرف الآخر مؤدية بذلك إلى نشوء ثنائيات قطبية في المادة. وإن هذه الثنائيات لا تقتصر على ذرة واحدة أو جزيئه بل تمتد إلى مناطق كبيرة في المادة، فهي تعتمد على تجانس المادة ومدى خلوها من هذه العيوب أو الشوائب. وإن الزمن الذي يستغرق لحدوث ظاهرة استقطاب الشحنة

الفراغية يصل الى عدة ثوان أو دقائق [39] وان الشكل(2-5) يمثل انواع الاستقطاب الكهربائي.



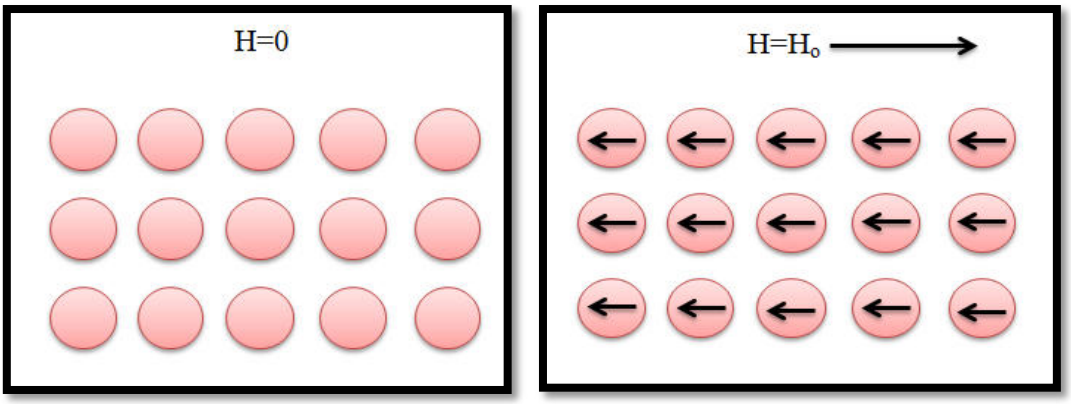
الشكل (2-5) يوضح انواع الاستقطاب الكهربائي[40]

(6-2) انواع المواد المغناطيسية Types of magnetic substances

تقسم المواد بشكل عام وفقا لخواصها المغناطيسية الى :

(1-6-2) المواد الدايامغناطيسية Diamagnetism

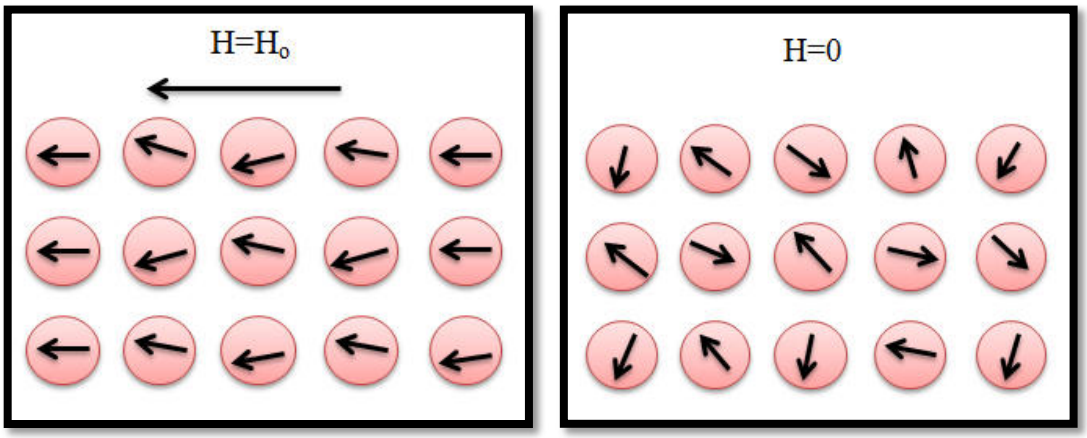
هي المواد التي تكون إلكتروناتها المدارية قليلة الاتزان وان محصلة العزوم المغناطيسية لجميع الكتروناتها في كل ذرة تساوي صفراً . وان عند وضع هذه المواد في مجال مغناطيسي يتولد مجال مغناطيسي داخل الذرات معاكس لاتجاه المجال المغناطيسي الخارجي ومن ثم فأن مثل هذه المواد سوف تنتج متأثرية مغناطيسية سالبة قيمتها قليلة جدا بحدود (10^{-5}) اذ تصبح صافي كثافة الفيض المغناطيسي في المادة اقل مما في حالة الفضاء الحر ($\mu_{\circ} H$) للمجال نفسه وانه سوف يزول هذا الاضطراب بزوال المجال المغناطيسي المسلط وان هذه المواد سوف تكون ضعيفة النفاذية المغناطيسية وضعيفة التأثر بدرجة الحرارة ومن أهم العناصر التي توصف على أنها دايا مغناطيسية النحاس والزنك والفضة [35] والشكل (2-6) يوضح كيفية تأثير المادة الدايامغناطيسية بالمجال المغناطيسي.



الشكل (2-6) تأثر المادة الدايا مغناطيسية بالمجال المغناطيسي[37]

(2-6-2) المواد البارامغناطيسية Paramagnetism

هي مواد تظهر قليلا من المتأثرية المغناطيسية الموجبة في حال وجود مجال مغناطيسي مؤثر خارجي وان المتأثرية المغناطيسية ستختفي عند إزالة المجال المغناطيسي المؤثر ، وتتولد هذه الظاهرة نتيجة تراصف العزوم المفردة للذرات أو الجزيئات او الايونات باتجاه المجال المغناطيسي المؤثروكما يوضحه في الشكل (2-7)، وان في حالة غياب المجال المغناطيسي سوف تكون هذه العزوم باتجاهات عشوائية وبمحصلة تساوي صفرا ، وقد وجد ان المتأثرية المغناطيسية تقل عند زيادة درجة الحرارة في مثل هذه المواد وذلك لأن الطاقة الحرارية تشتت اتجاهات المجال المغناطيسي ، وان قيمة النفاذية المغناطيسية لهذه المواد اكبر من واحد ($\mu>1$)، وان المتأثرية المغناطيسية تتراوح بين (10^{-3} إلى 10^{-5}) ومن أمثلة هذه المواد المنغنيز والكلوريد والكبريتات [35].

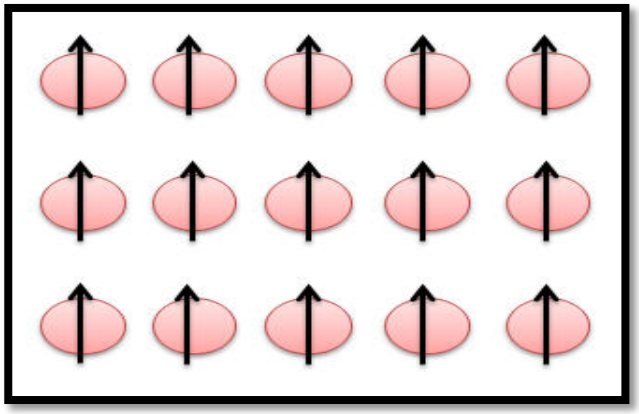


الشكل (2-7) تأثر المادة البارا مغناطيسية بالمجال المغناطيسي[37]

(2-6-3) المواد الفيرومغناطيسية Ferromagnetism

تعرف هذه المواد بالمواد ذات النفاذية المغناطيسية العالية وتحتفظ هذه المواد بمغناطيسيتها حتى بعد إزالة المجال المغناطيسي الخارجي المؤثر وهذه المواد تدخل في كثير من التطبيقات الهندسية ، وان سبب مغناطيسيتها العالية يعود الى العزوم المغناطيسية لهذه المواد والتي تصطف باتجاه المجال المغناطيسي المسلط عليها وكما هو موضح في الشكل (2-8) ، وانها لا تتغير بشكل مفاجئ بين منطقة واخرى وانما تدور تدريجيا إلى الاتجاه المعاكس في منطقة الدوران الواقعة بين منطقة النفوذ التي تسمى بجدار الحقل كما ان المواد الفيرومغناطيسية تحتوي على مناطق صغيره جداً تصل ابعادها الى (10^{-5} cm) تدعى الحقول المغناطيسية [35].

تتحول المواد الفيرومغناطيسية الى مواد بارامغناطيسية عند زيادة درجة الحرارة عن حد معين يسمى بدرجة حرارة كوري (Tc) (Curie Temperature) ، وان سبب ذلك يعود الى تغييرفي ترتيب العزوم المغناطيسية عند زيادة درجة الحرارة فزيادة درجة حرارة هذه المواد جعلتها تكتسب طاقة حرارية أدت إلى نقصان مغناطيسية المواد، وان من أبرز العناصر التي تتصف بهذا النوع :الحديد والكوبلت والنيكل [35].

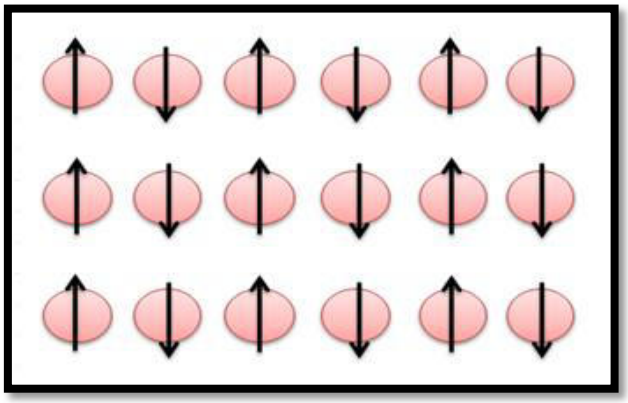


الشكل (2-8) المادة الفيرومغناطيسية[37]

ويمكن القول بان المواد الفيرومغناطيسية يمكنها الاحتفاظ بالمغناطيسية بعد ازالة المجال المغناطيسي عنها ويعود سبب ذلك الى اهتزاز الثنائيات الممغنطة . والمواد الفيرومغناطيسية غير ممغنطة يكون شدة المجال المغناطيسيH=0 عندما تكون M=0 ، وان عند زيادة المجال المغناطيسي الخارجي تصطف الثنائيات باتجاه المجال الخارجي مما يؤدي الى زيادة الممغنطة الرئيسية ، وعندما تصطف جميع ثنائيات القطب باتجاه المجال المغناطيسي المسلط في هذا الحالة نحصل على حالة الاشباع [35].

(4-6-2) المواد ضديد الفيرومغناطيسية Anti-Ferromagnetism

هي المواد التي تكون فيها العزوم البرمية متوازية و متعاكسة بين الذرات المتجاورة في الشبيكة الأساسية وكما في الشكل (2-9) وعند تسليط مجال مغناطيسي خارجي مؤثر على هذه المواد فإن الذرات ثنائية القطب فيها تصطف وتوحد اتجاهها في الاتجاه المضاد للمغناطيسية فتلغي المغناطيسية الناتجة عن المجال المغناطيسي الخارجي المؤثر، وهذا ما يجعل محصلة العزوم المغناطيسية للشبيكة الثانوية الواحدة متوازية الاتجاه ومعاكسة لاتجاه العزوم المغناطيسية للشبيكة الثانوية المتجاورة ليصبح محصلة العزوم للشبيكة الاساسية مساوية للصفر.كما ان هذا المواد تزداد مغناطيسيتها بزيادة درجة الحرارة إلى حد معين، ويعرف بدرجة حرارة نيل (T_n) بعد درجة حرارة نيل تتحول المادة عند استمرار زيادة درجة الحرارة الى بارامغناطيسية، ومن ابرز هذه العناصر المضادة للفيرومغناطيسية أوكسيد النيكل واوكاسيد المنغنيز الكروم [35].



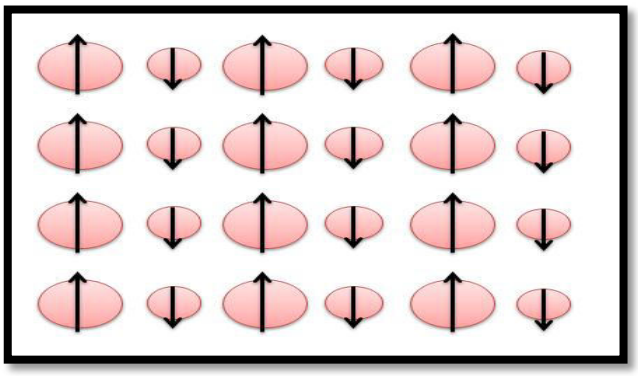
الشكل (2-9) المادة ضديد الفيرومغناطيسية[37]

(5-6-2) المواد الفيريمغناطيسية Ferrimagnetism

هي خاصية تتميز بها بعض المواد السيراميكية وتكون عزوم ثنائي القطب فيها مصطفة بصورة مختلفة اذ تمتلك عزما مغناطيسيا تلقائيا (spontaneous magnetic moment) ، و اصطفاف العزوم المغناطيسية بصورة متعاكسة في الاتجاه ولكنها غير متساوية في المقدار وكما في الشكل (2-10)، هذا يوضح امتلاك هذه المواد مغناطيسية ذاتية حتى في غياب المجال المغناطيسي الخارجي المؤثر ، لذا تعد هذه المواد حالة خاصة من المواد ضديد الفيرومغناطيسية .[35]

وتظهر مواد هذا النوع تأثيرية مغناطيسية (χ) ونفاذية مغناطيسية نسبية (μ_r) عاليتين، لكنها اقل من المواد الفيرومغناطيسية التي تتجه جميع عزومها البرمية في منطقه النفوذ باتجاه

واحد ، كما ان المقاومة النوعية للمواد الفيريمغناطيسية عالية جدا قياساً بالمواد الفيرومغناطيسية والتي تعد من المواد جيدة التوصيل الكهربائي والحراري [35] .



الشكل (2-10) المادة الفيريمغناطيسية[37]

(2-7) مناطق النفاذية المغناطيسية Magnetic Permeability

تعبرمناطق النفاذية المغناطيسية عن مدى إمكانية تدفق خطوط المجال المغناطيسي في المادة، وتزداد سهولة تدفق خطوط المجال المغناطيسي بازدياد نفاذيته والعكس صحيح وهذا يعتمد على ثنائيات القطب والمجال المغناطيسي المسلط وفضلاً عن ذلك فإن ثنائيات القطب لمادة ما تتأثر بقوة تجاذب وتنافر فيما بينها داخليا، و تكتسب قوة عشوائية من محيطها الخارجي بشكل طاقة حرارية ، واذا لم تتأثر الثنائيات بالمجال المغناطيسي الخارجي فأنها ستصطف بشكل عشوائي ويكون مجمل الاثر الخارجي لهذه الثنائيات صفراً اما اذ تأثرت الثنائيات بالمجال المغناطيسي الخارجي فأن هذا المجال يحاول تنظيم اصطفاف هذهِ الثنائيات باتجاهه، واذا ما نجح فانه ينتج عنه مجال مغناطيسي داخلي اضافةً للمجال الخارجي ، اذ ان هنالك مواداً تكون فيها هذهِ القوى الداخلية والعشوائية الخارجية اكبر بكثير من المجالات المغناطيسية الخارجية، لذا فان مجمل المجالات المغناطيسية الداخلية والكلية الناتجة من هذهِ الثنائيات تبقى مساوية للصفر وتدعى هذهِ المواد بانها مواد غير مغناطيسية اما اذا اصطفت هذهِ الثنائيات نتيجة تأثرها بمجال مغناطيسي خارجي وتسمى هذهِ المواد بانها مواد مغناطيسية ،ويمكن التعبير عن كثافة الفيض المغناطيسي B وشدة المجال المغناطيسي H ، بالمعادلة الاتية [41] .

$$B=\mu H \qquad \ldots\ldots(6\text{-}2)$$

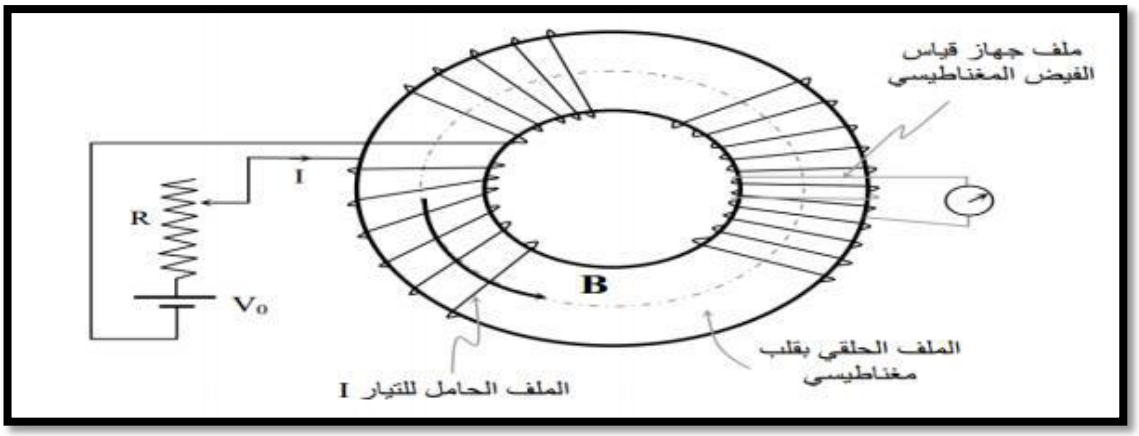
μ : نفاذية الوسط وتعطى بالمعادلة الآتية :

$\mu = \mu_r \mu_o$ .....(7-2)

μr : النفاذية النسبية للمواد

$\mu_o = 4\pi \times 10^{-7}$ H/m μ_o : هي نفاذية الفراغ

في المواد غير المغناطيسية تكون $\mu = \mu_o$ لذا تكون العلاقة خطية بين B و H اما في المواد المغناطيسية فان العلاقة ليست خطية بين B و H، ويمكن قياس هذهِ العلاقة من خلال استعمال ملف حلقي قلبه مكون من مادة مغناطيسية، وعند مرور تيار في الملف الاخر يتولد مجال مغناطيسي داخل قلب الملف ومن خلال هذا المجال يمكن قياس الفيض المغناطيسي، كما موضح بالشكل (2-11) والذي يبين التفاصيل المستعملة لقياس العلاقة بين B وH[41] .

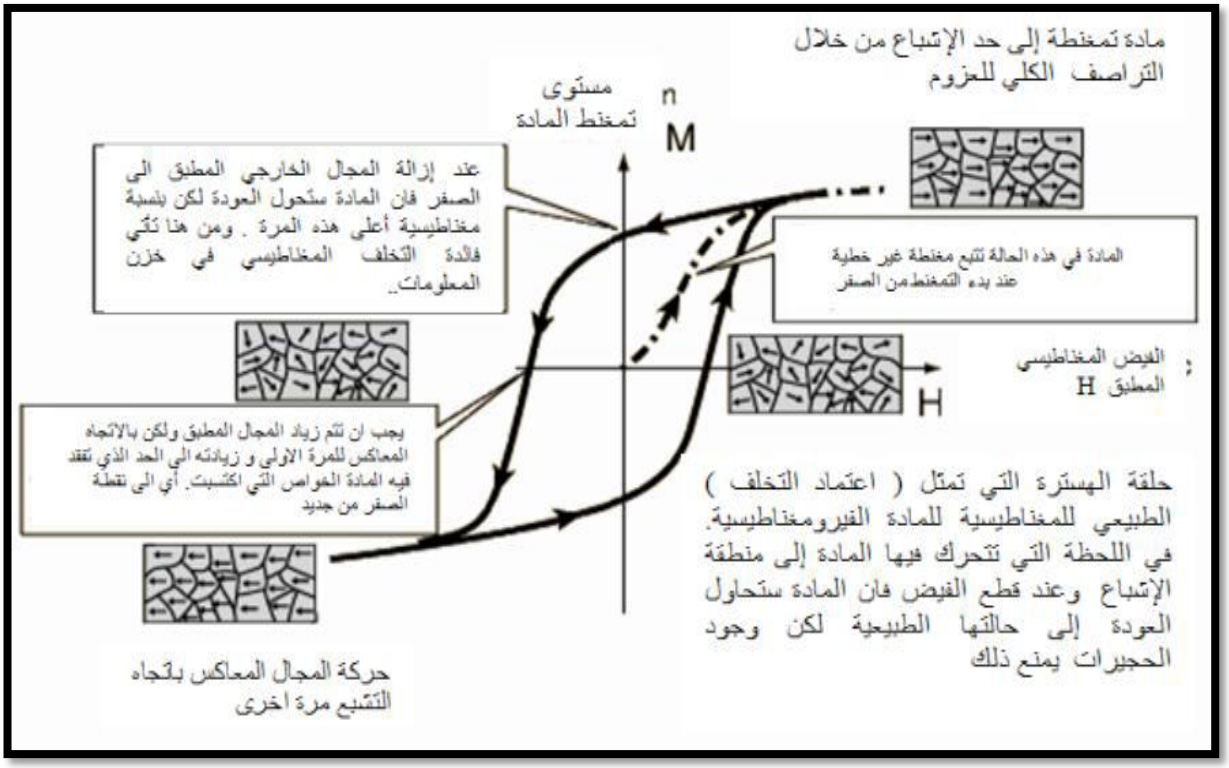


الشكل (2-11) الملف الحلقي المستعمل لقياس العلاقة بين كثافة الفيض المغناطيسي والمجال المغناطيسي المسلط[41]

(8-2) حلقة الهسترة Hysteresis loop

عند وضع المادة الفيرومغناطيسية في مجال مغناطيسي فأن الحقول المغناطيسية (ثنائيات القطب) تحاول التراصف باتجاه المجال المغناطيسي المسلط ، لذا فإنه سيزداد تمغنط المادة الفيرومغناطيسية لان مجالاتها المغناطيسية ستضاف للمجال الخارجي منتجة مجالاً كلياً أقوى ، أي تصل المادة إلى حالة الإشباع، وعند ازالة المجال المغناطيسي الخارجي H ، يلاحظ ان كثافة الفيض المغناطيسي لا تساوي صفراً وإنما تأخذ قيمة يطلق عليها اسم كثافة الفيض المغناطيسي المتخلفة او المتبقية (residual flux density) وهي التي تجعل المادة تمتلك صفة المغناطيسية الدائمية، وللتخلص من ثنائيات القطب المغناطيسية المتبقية فانه لا بد من

تخفيض قيمة المجال المغناطيسي H في الاتجاه المعاكس حتى تصل الى قيمة سالبة يطلق عليها اسم المجال المغناطيسي القهري (coercive) وفي هذه الحالة فان كثافة الفيض المغناطيسي B تساوي صفرا وثنائيات القطب قد تخلفت كليا في المادة وفقدت خواصها المغناطيسية المكتسبة ، وعند استمرار عملية تخفيض المجال المغناطيسي H باتجاه السالب حتى وصول اعظم المجال المغناطيسي H_{max} فان ثنائيات القطب ستصطف كلها بالاتجاه المعاكس للمجال المغناطيسي الخارجي H، وعند زيادة المجال المغناطيسي من القيمة السالبة الى الصفر نحصل على منحني مغلق يسمى حلقة الهسترة المغناطيسية او منحني التخلف المغناطيسي كما في الشكل (2-12) ويمثل العلاقة بين شدة المجال المغناطيسي H وكثافة الفيض المغناطيسي B، انه على الرغم من إن هذه الظاهرة تعتبر سلبية عند تصميم المحولات إلا إنها مفيدة جداً في مجال إخفاء و توهين موجه [42] .



الشكل (2-12) يمثل حلقة الهسترة الكاملة [43]

(9-2)النفاذية الابتدائية Initial Permeability(μ_i)

تتأثر المادة الصلبة بزيادة المجال المغناطيسي المسلط عليها H من خلال حركة حدود منطقة النفوذ المغناطيسية بعملية معكوسة، وبزوال المجال المغناطيسي المسلط تعود هذهِ الحدود الى موقعها الاصلي ، وعند الترددات الواطئة فإن الجزء الابتدائي من منحني الهسترة يتكون نتيجة الازاحة المعكوسة (reversible displacement) ويسمى ميل المنحني لهذا الجزء بالنفاذية الأبتدائية (μ_i)، وتعتمد بشكل كبير على عملية التحضير والتركيب الكيميائي للمادة و عملية التلبيد. ويمكن حساب النفاذية الاولية للحلقة باستعمال المعادلة الآتية: [44]

$$\mu_i = \frac{L}{2\times10^{-7}\times N^2\times h\times \ln[D_{out}/D_{in}]} \quad \dots\dots(8-2)[37]$$

حيث ان : L: معامل الحث الذاتي (H) . D_{out} : القطر الخارجي للحلقة (cm).

N : عدد لفات الملف (turens) . D_{in} : القطر الداخلي للحلقة ويقاس بوحدات (cm).

h : سمك الحلقة ويقاس بوحدات (cm).

(10-2) علم النانو Nano Science

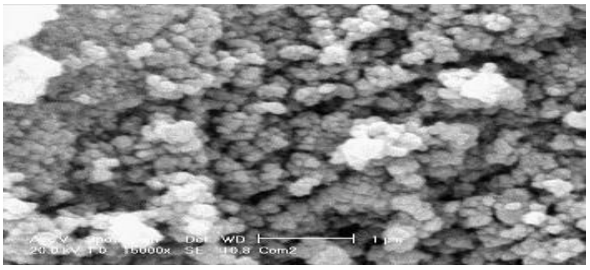
هو العلم الذي يهتم بدراسة معالجة المادة على المقياس الذري والجزيئي و ابتكار تقنيات ووسائل معينة، والنانو جزءاً من مليار (جزء من ألف مليون) ويعتبر كوحدة لقياس طول الاشياء الصغيرة جداً اي الأشياء التي لا ترى إلا تحت المجهر الالكتروني مثل البكتيريا والخلية الحية. وهذا العلم لا يختص بعلم معين بل يهتم بخواص علوم المواد ايضاً وربط هذه العلوم مع الفيزياء كالهندسة الحيوية والهندسة الكيميائية والهندسة الميكانيكية وان هذه العلوم تشكل تفرعات واختصاصات فرعية متعددة جميعها يتعلق ببحث خواص المادة على هذا المستوى النانوي، الذي يتعامل بالأساس مع التوليف والتوصيف والاستكشاف والاستغلال للمواد ذات البنية النانو مترية ، وللمقارنة فإن المتر الواحد من النانو يعادل قياس طول صف مكون من (13) ذرة من ذرات غاز الهيدروجين وذلك اذا تخيلنا انها وضعت متراصة بعضها بجانب البعض [45,46] .

(11-2) اشكال المواد النانوية Shapes of nanomaterials

هي تلك المواد التي لها مكونات تركيبية، على الاقل أحد أبعادها في حيز النانوي وخواص هذه المواد تحدد بتركيبها في الحيز النانوي ، ونتيجة للتحسن الذي طرأ على إمكانية التحكم في تركيبها سيكون هناك إمكانية لتكوين مجموعة من المواد بمميزات ووظائف واستخدمات جيده ، وفيما يلي نورد بعض منها[47,48] :

i. الجسيمات النانوية Nano Particles

تعرف بجسيمات قطرها في حيز النانو، وتعرض خواص جديدة ومحسنة تعتمد على حجمها بالمقارنة بالجسيمات الأكبر من نفس المادة. الجسيمات النانوية مهمة بخواصها الفريدة مثل التفاعلات الكيميائية (Chemical reactivity) والسلوك الضوئي الذي تتمتع به، ولها تطبيقات كثيرة في المدى القصير مثل كعوامل محفزة (Catalysts) والطلاء وغيرها.



الشكل (2- 13) صورة (SEM) للجسيمات النانوية MgO [22] .

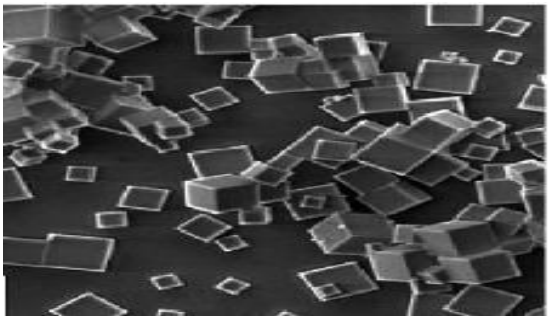
ii. المتراكبات النانوية Nanocomposite

هي عبارة عن مواد يضاف اليها جسيمات نانوية خلال تصنيعها ، ونتيجة لذلك فان المواد النانوية تبدي تحسناً كبيرا في خصائصها فمثلا وجد انه باضافة أنابيب الكاربون النانوية تتغير خصائص التوصيلية الكهربائية والحرارية للمادة وقد يؤدي إضافة انواع من الحبيبات (NPs) الى تحسين الخصائص الضوئية وخصائص العزل الكهربائي وكذلك الخصائص المكانيكية .

iii. البلورات النانوية Nanocrystals

هي بلورات عناصر ومركبات ضمن مقياس النانو، والتي تكون فيها المسافة متساوية بين كل ذرة وأخرى او جزئ وآخر، وتظهر سمات تختلف عما يقابلها من مواد بحجوم كبيرة(بلورات) ويمكن أن تكون البنية البلورية لها مختلفة او متماثلة عما يكافئها في الحجوم الكبيرة ، إن

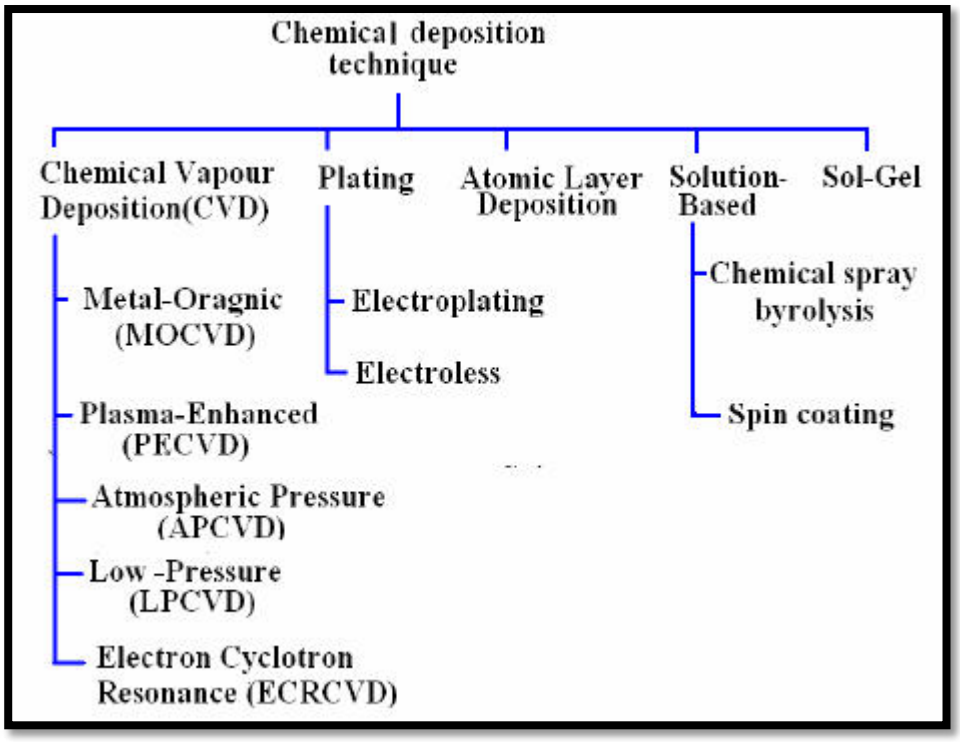
للبلورات النانوية المصنعة من المعادن اواشباه الموصلات تطبيقات كثيرة ومهمة منها الالكترونيات البصرية حيث لها القدرة على تغيير الطول الموجي للضوء ولها تطبيقات أخرى في الخلايا الشمسية ودايودات انبعاث الضوء وكذلك في تصنيع المتحسسات.



الشكل (2- 14) صورة (SEM) للبلورات النانوية MgO [28] .

(12-2) تقنيات تحضير المواد النانوية Techniques preparation of nanomaterials

إن عملية الحصول على أي نوع من التراكيب النانوية المعروفة تمر في بادئ الأمر بعمليات تحضير مختلفة اعتمادا على الشكل النهائي المطلوب، فخلافاً لما يحدث عند تحضير المواد المايكروية العيانية، فإن الخواص الفيزيائية والكيميائية للمادة الخام المستعملة في تحضير المواد النانوية تؤدي دورًا مهماً للغاية، لذلك فأن بعض المركبات عندما تُصنع بأحجام نانوية فإنها تكتسب خواص فريدة لا تتوافر لها عندما تكون في الحجم المايكروية فعلى الرغم من تطابق التكوين الكيميائي في الحالتين إلا أن المادة النانوية المتناهية في الصغر تكتسب خواص كهربائية وضوئية ومغناطيسية استثنائية نتيجة للترتيب الجديد الذي تأخذه الذرات، وبناء على هذا المفهوم يمكن تصنيع مواد نادرة من مواد أخرى ، وان ما يتم بناؤه من أجسام ذات أحجام بمستوى نانو واحد الى عدة مئات من النانو سوف تكتسب خصائص جديدة وأكثر من ذلك، ويصبح بالامكان تصنيع أجهزة اصغر وأسرع واقل كلفة واحتياجا للطاقة من أي شئ آخر حولنا الآن وغيرها من التطبيقات التي تعد بمثابة انقلاب جذري في العلاقة بين الصناعة والمواد الأولية بل مع مجمل نظام التبادل الاقتصادي العالمي[49,50].



مخطط رقم (2 -1) يوضح تقنيات الكيميائية لتحضير المواد النانوية [51]

(2-12-1) تقنية المحلول الغروي Sol-Gel Technology

هي أسلوب كيميائي رطب والتي تعرف أيضاً بأنها عملية ترسيب المحلول الكيميائي ، وتكون مترابطة على عدة مراحل كالتحليل (التميؤ) (Hydrolysis) والتثخين (الدبق) (Gelation) والبلمرة (Polymerizing) والتكثيف (Condensation) والتجفيف (Drying) حيث استخدمت طريقة المحلول الغروي (sol-gel) حديثاً في عدة مجالات كهندسة السيراميك و الخزف وغيرها ، وتعد طريقة المحلول الغروي إحدى الطرائق المهمة لتصنيع المواد النانوية حيث ينطوي عملها على الانتقال من نظام محلول كيميائي من (sol) السائل الى المرحلة الصلبة (gel) وان الاستفادة منها تكمن في تحضير المواد المتقدمة وبأشكال مختلفة مثل مساحيق ذات الجسيمات المتناهية الصغر او مواد مسامية يسهل اختراقها تسمى ايرو- جل (Aero-Gel) ، وهنالك عدة عوامل يجب مراعاتها عند العمل بهذه بطريقة مثل التحكم بدرجة الحموضة (pH) التي تعد عاملاً مهماً لتجنب الترسيب، وكذلك لتشكيل هلام متجانس يمكن تحقيقه من خلال إضافة قاعدة أو حامض للمحلول. ويمكن التمييز بين عمليتين مختلفتين لتفاعل (sol -gel) وذلك بالاعتماد على استخدام محلول أو مادة غروانية ، في حال استخدام (sol) وهي عملية تفرق الجزيئات الصلبة في سائل يؤدي الى تعلق الجزيئات ويمكن القول بانه عبارة عن محلول

غرواني (Colloidal) تصنع منه جزيئات صلبة تكون اقطارها عدة مئات من النانومتر، اما مادة الجل الناتجة فأنها تتألف من جزيئات غروانية يمكن تحديدها والتي تم ربطها ببعضها البعض عبر القوى السطحية لتشكل فيما بينها شبكة، وفي حال استخدام محلول عادي ، يعتبر المحلول الناتج مركبات معدنية عضوية (gel) وهي مادة صلبة جيلاتينية تتراوح خصائصها من الطراوة والضعف الى القساوة والمتانة وهي الحالة التي يكون فيها كل من السائل والصلب متفرقاً في بعضه ببعض، ويمكن القول بانها ذات الشبكة الصلبة و المستمرة ثلاثية الابعاد ، أي بمعنى اخر عبارة عن مركب هلامي [52,53, 54] .

- **مزايا تقنية المحلول الغروي (Advantages of Sol – Gel Process)**

من اهم مزايا هذه الطريقة :[55,56,57]

1 - يمكن انتاج مواد مختلفة عالية النقاء.

2 - عملية التلدين لا تحتاج الى درجات حرارة عالية وتكون ما بين (200-600)°C .

3 - يمكن تشكيل المواد وبسهولة الى اشكال هندسية معقدة في حالة هلام .

4 - يمكن تحضير جسيمات نانوية والسيطرة على تشكيل المسحوق .

5 - يمكن ان توفر طريقة سهلة واقتصادية وفعالة لإنتاج طلاء ربط رقيق لتوفير التصاق ممتاز بين الركيزة المعدنية والطبقة العليا.

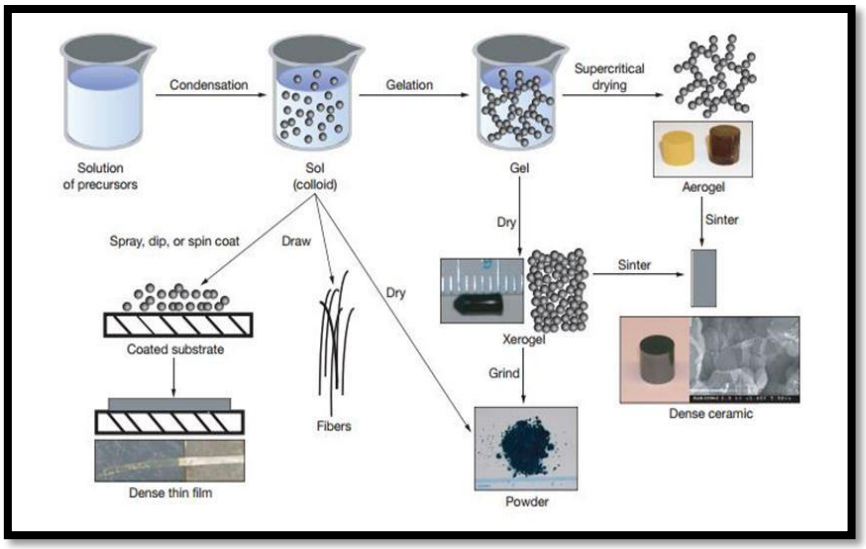
- **مساوئ تقنية المحلول الغروي**

Dis advantages of sol – gel process

يمكن ادراج اهم مساوئ هذه الطريقة بالتالي **:** [58]

1 - تكون تكتلات تؤدي الى بعض الصعوبات في العمل.

2 – ان المنتجات قد تحتوي على نسبة من الكاربون وذلك عندما تستعمل المواد الكيميائية العضوية في الخطوات التحضيرية وهذا من شأنه ان يمنع التكثيف عند التلبيد.



الشكل (2-15) يمثل الرسم التخطيطي لمختلف الخطوات المتبعة في عملية المحلول الغروي[51]

(2-12-2) تقنية المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي

Sol – Gel Auto Combustion Technology

تتصف هذه الطريقة بالاستدامة الذاتية الحرارية وبالأسلوب الطارد للحرارة (exothermic) الناتجة من تفاعل الاكسدة الايونية في الهلام (gel) ويمكن الحصول عليها من املاح معدنية مذابة في محلول مائي (مؤكسد) والاحماض العضوية (اختزال)،والتي تمثل التفاعلات الكيميائية حسب فقدان الاوكسجين واكتسابه ، والانتقالات الالكترونية التي تمثل تفاعلات التأكسد (Oxidation) وهي التي يحصل فيها فقدان في الالكترونات من الذرة او من عدة ذرات وتؤدي الى زيادة التأكسد اما الاختزال (Reduction) فانه يحدث فيه تغيير كيميائي ويصاحبه اكتساب الالكترونات لذرة او عدة ذرات والتي تؤدي الى نقصان في عدد التأكسد ، وان هاتين العمليتين مكملتان احدهما للأخرى اي ان عملية التأكسد لا تحصل دون ان ترافقها عملية اختزال اي ان المادة التي تتأكسد ترافقها مادة تختزل، ويكون العدد الكلي للإلكترونات المكتسبة في عملية الاختزال مساويا للعدد الكلي للإلكترونات المفقودة نتيجة التأكسد، وإن مصدر اكسدة التحضير هو ذوبان املاح النترات في الماء (NO_3) اما مصدر الاختزال فهو الاحماض العضوية ، وان التفاعل بين مكونات الاكاسيد لا يحتاج الى طاقة من مصدر خارجي لان توفير الطاقة اللازمة للتفاعل يكون من خلال الاحتراق التلقائي، عند الاحتراق تتطاير كميات كبيرة من الغازات نحو الاعلى وهذا ما يمنع تكتل الجسيمات النانوية ويؤدي الى تشكيل المسحوق، ويجب اختيار النوعية الجيدة للوقود المستخدم بعملية الاحتراق لان الوقود له تأثيرات على ايونات المعادن من حيث اختلافها في الاحجام الايونية التي تساعد في الحفاظ على تجانس التركيب

وتشكيل الطور وعدم ترسيب المكونات واختزال ذرات الاوكسجين من ايونات النترات، كما ان جميع المركبات العضوية تختلف في نوع الغاز المتحرر اثناء عملية الاحتراق وكذلك مقدار الطاقة المتحررة، وان احد انواع المركبات العضوية (الوقود) المستعمل في تحضير المواد السيراميكية و بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي هو حامض الستريك وذلك بسب رخص ثمنه، وكذلك لكونه اكثر فعالية في انتاج المواد السيراميكية ذات الحجم الحبيبي الصغير، وانه غالباً ما يرافق استخدام حامض الستريك محلول الامونيا (NH_4OH) (المركبات القاعدية) وذلك لغرض تعديل الدالة الحامضية الى ما يقارب (pH = 7) بواسطة مقياس الاس الهيدروجيني (pH meter) وذلك بإضافة محلول الامونيا بشكل قطرات، من اجل السيطرة على عملية التجفيف (Drying) [59] .

- **فوائد تقنية المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي .**

Advantages of Sol – Gel Auto Combustion Technology

إن لطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي فوائد كثيرة أهمها ما يلي: [60,61,62,63]

1 – عدم احتياج هذهِ الطريقة الى درجات حرارية عالية مقارنة بالطرائق الاخرى

2- تعد من الطرائق الرخيصة الثمن.

3– يمكن فيها السيطرة على العناصر المتفاعلة.

4 - المسحوق الناتج من هذهِ الطريقة ذو حجم حبيبي نانوي و آحادي الطور.

5 - يمكن الحصول على المنتج بشكل فوري تقريبا وذلك لأنه تفاعل طارد للحرارة.

- **مساوئ تقنية المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي**

Disadvantages Of Sol – Gel Auto Combustion Technology

يمكن ادراج اهم المساوئ كما يلي : [60,61,62,63]

1 - وجود شوائب نتيجة عملية الاحتراق (التلدين) كبقايا كربونية .

2 - يجب معرفة سلوك التفاعل مسبقاً للحصول على المنتج ذو الخصائص المطلوبة.

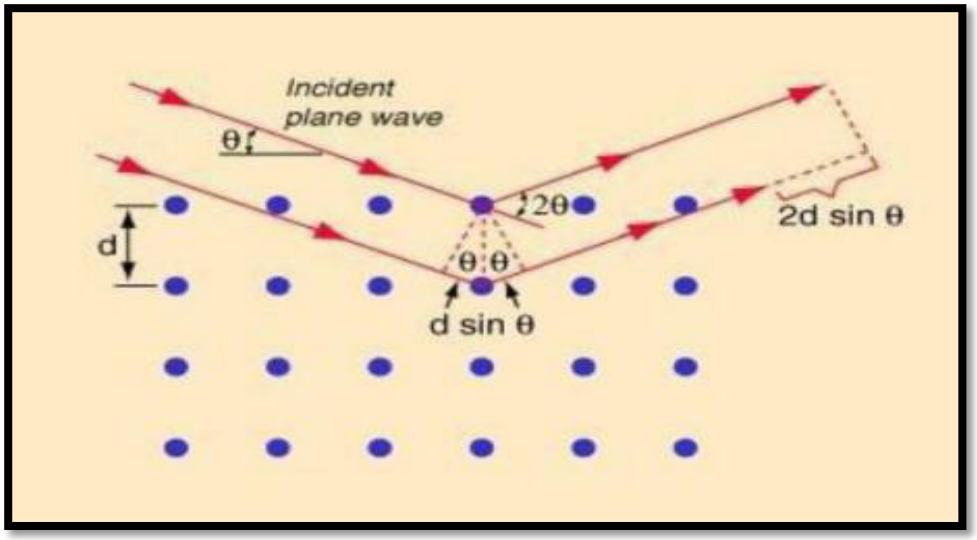
3 - اتخاذ الحذر عند عملية التحضير لاحتمال حدوث تفاعل عنيف مصحوباً بلهب قوي.

(13-2) تقنيات القياس المستعملة لدراسة الخصائص التركيبية

Measurement techniques used to study the structural characteristic

(1-13-2) تقنية حيود الاشعة السينية X-ray Diffraction Techniques

هي من التقنيات التحليلية غير الاتلافية (Non- distructive) التي تعطي معلومات حول البنية البلورية لتركيب المواد. فعند سقوط الاشعة على سلسلة من الذرات والتي تكون متباعدة بمسافات منتظمة في الغالب فان فوتونات هذه الاشعة ستعاني انحرافاً عن اتجاهها الاصلي وكما في الشكل(2-16) ، فاذا فقدت فوتونات الاشعة السينية جزءاً من طاقتها الحركية فإنها سوف تتشتت تشتتاً غير مرن ، اما عند انعدام حدوث تغير في طاقتها الحركية فأنها سوف تتشتت تشتتاً مرناً، وقد تمكن العالم براك من استنتاج قانونه الذي يعتمد على فرق مسار الاشعة الساقطة والمنعكسة والذي يكون مساوياً للطول الموجي او مضاعفات صحيحة للطول الموجي (nλ) [64].



الشكل (2-16) حيود الاشعة السينية[64]

ان فرق المسار بين حزم الاشعة المنعكسة من السطح الاعلى والسطح المجاور هو (2d sinθ) اذا كانت المسافة بين المستويات المتوازية (d) ، وانه عندما يكون فرق المسار البصري هو اعداد صحيحة من الطول الموجي فانه سوف يحدث تداخل بناء للحزمة المنعكسة وبذلك يتحقق شرط الحيود ويوصف قانون براك بالعلاقة الاتية : [64,65]

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \qquad \dots\dots(9-2)$$

n : رتبة الحيود (n= 1,2,3……)

كلما زادت رتبة الحيود قلت الشدة ولذلك فإن قيمة رتبة الحيود دائما تؤخذ (n=1) .

d_{hkl} : المسافة البينية العمودية بين مستويين متتالين .

θ : زاوية السقوط او زاوية براك (تساوي نصف زاوية الحيود).

λ : طول موجة الاشعة السينية الساقطة (nm).

و لكي يتحقق انعكاس براك لابد من تحقيق الشرط التالي والمسمى بشرط براك :

$$\lambda \leq 2\, d_{hkl} \qquad \ldots\ldots (10-2)$$

(2-13-2) فهرسة طيف حيود الاشعة السينية بالطريقة الرياضية

Indexing (XRD) of Mathematical Method

الفهرسة هي من الطرائق التي يمكن بواسطتها معرفة معلمات خلية الوحدة من مواقع القمم (2θ)، وبذلك تساعد هذهِ الطريقة على ايجاد معاملات ميلر لجميع الانعكاسات من انعكاسات براك وتشمل هذهِ الطريقة عدة عمليات رياضية اسهلها للنظام المكعب وتتم بأخذ قيمة (2θ) الخاصة بالقمة وقسمتها على (2) لإيجاد (θ) وبعد ذلك يحسب ($\sin^2\theta$) لإيجاد النسبة بين ($\sin^2\theta/\sin^2_{min}\theta$) ومن ثم ضرب ناتج القسمة في (2) ثم بعد ذلك في (3) وهكذا الى ان يتم الحصول على اعداد صحيحة لناتج القسمة وبعد الحصول على اعداد صحيحة فان العدد الصحيح يمثل مجموع مربعات معاملات ميلر ($h^2 + k^2 + l^2$) [66] .

(3-13-2) المعلومات التي يمكن الحصول عليها باستخدام تقنية (XRD)

(1-3-13-2) معدل الحجم الحبيبي (D) Average Grain Size

يمكن حساب معدل الحجم الحبيبي بطريقتين :

اولاً- باستعمال معادلة (ديباي- شرر) Debey- Scherer's Crystallite Size Formula

يمكن حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديباي - شرر كما يأتي [67] .

$$D = K\lambda / \beta \cos\theta \qquad \ldots\ldots (11-2)$$

حيث ان :

D : معدل حجم الحبيبات (nm) .

λ: الطول الموجي للاشعة السينية (1.5406Å) لهدف النحاس .

β_{hkl}: اقصى عرض عند منتصف الشدة (Full Width at Half Maximum) (FWHM) (Rad) .

K : عامل الهيئة او الشكل (Shape Factor) وقيمته حوالي (0.94 – 0.9) .

θ : تمثل زاوية سقوط الاشعة السينية .

ثانياً-استعمال معادلة وليامسون – هول (D_{W-H}) Williamson – Hall

تأخذ هذه المعادلة بنظر الاعتبار كل من الحجم الحبيبي و الانفعال الداخلي (Strain) وتكتب بشكل مختصر (W - H) وكما هي موضحة بالمعادلة الآتية[67] :

$$\beta_{hkl}\cos\theta = \frac{K\lambda}{D} + [4\varepsilon \sin\theta] \qquad \ldots\ldots (12-2)$$

θ : زاوية سقوط الاشعة السينية (deg) .

β_{hkl} : اقصى عرض عند منتصف الشدة (rad) .

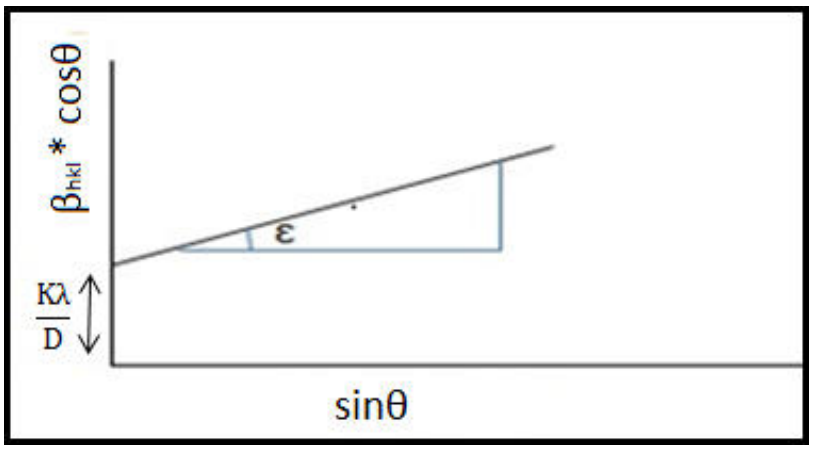
λ : طول موجة الاشعة السينية (nm) .

ε : تمثل الانفعال الداخلي (Strain) .

D : تمثل الحجم الحبيبي (nm) .

K : عامل الهيئة او الشكل (Shape Factor) وقيمته حوالي (0.94 – 0.9) .

يمكن رسم مخطط بياني بين ($\beta_{hkl}\cos\theta$) على محور الصادات و ($\sin\theta$) على محور السينات لحساب حجم الحبيبات ومن ثم ملاحظة قيمة القطع الذي يساوي ($k\lambda/D$) ومنه يتم حساب معدل الحجم الحبيبي، اما الانفعال المجهري فيمكن حسابه من الميل وكما هو موضح في الشكل (2-17).



الشكل (2-17) رسم تخطيطي لكيفية حساب الحجم الحبيبي بطريقة (W-H) [68]

(2-3-13-2) ثابت الشبيكة (a) Lattice Constant

يمكن حساب ثابت الشبيكة للتركيب المكعب بموجب العلاقة التالية : [69]

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \ldots\ldots (13-2)$$

حيث ان: (hkl) معاملات ميلر

ومن معادلة (2-9) نحصل على

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \quad \ldots\ldots (14-2)$$

وبتعويض معادلة (2-14) بالمعادلة (2-13) نحصل على:

$$a = \left(\frac{n\lambda}{2 \sin \theta}\right)\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \ldots\ldots (15-2)$$

وبالحصول على معاملات ميلر (hkl) من عملية الفهرسة يمكن حساب (a) بسهولة.

(2-3-13-4) الكثافة النظرية

تعد الكثافة من اهم خواص المواد السيراميكية فهي تدخل في تحديد الخصائص الكيميائية والميكانيكية وخواص العزل الكهربائي في المواد ، وباستعمال حيود الاشعة السينية (XRD) يمكن حساب القيمة النظرية لكثافة العينات وذلك من خلال المعادلة الآتية : [70]

$$\rho_{x-ray} = \frac{ZM_{wt}}{N_a V} \quad \ldots\ldots (16-2)$$

حيث ان :

$\rho_{x\text{-}ray}$: الكثافة المحسوبة من $X-ray$ (g/cm^3) .

Z : عدد الذرات لوحدة الخلية .

M_{wt} : الوزن الجزيئي للمركب (g) .

V: حجم خلية الوحدة (cm^3) . N_A : عدد افكادرو ($6.022*10^{23}\ mol^{-1}$).

(5-13-2) المساحة السطحية النوعية للجسيمات النانوية

المساحة السطحية النوعية هي مساحة وحدة الكتلة، وتقاس بوحدات (m^2/g) ومن خلالها يمكن معرفة نوع المادة وخصائصها وكذلك معرفة التفاعلات على السطح مثل تجانس السطح والامتزاز، لذا فإن بعض المركبات عندما تُصنع بأحجام نانوية فإنها تكتسب خواص فريدة لا تتوافر لها عندما تكون في الحجم العياني وانه على الرغم من تطابق التكوين الكيميائي في الحالتين إلا ان المادة النانوية المتناهية في الصغر تكتسب خواص تركيبية وكهربائية وبصرية ومغناطيسية استثنائية نتيجة للترتيب الجديد الذي تأخذه الذرات وكذلك ايضاً زيادة المساحة السطحية للجسيمات النانوية، اي ان المساحة السطحية تتناسب تناسباً عكسياً مع حجم الحبيبات ، و يمكن حساب المساحة السطحية النوعية للجسيمات النانوية من خلال المعادلة التالية : [71,72].

$$S.A = \frac{6}{D\ \rho_{X-ray}} \quad \ldots\ldots (17-2)$$

$S.A$: المساحة السطحية (m^2/g) .

D: حجم الحبيبة (nm) .

$\rho_{X\text{-}ray}$: الكثافة النظرية (g/cm^3).

(6-13-2) عامل التشكيل Texture Coefficient (Tc_{hkl})

يستخدم عامل التشكيل لوصف الاتجاه السائد لنمو السطح بين مستويات البلورة، فاذا كان ($Tc_{hkl} > 1$) فإن يدل على اتجاهات النمو للمستويات المفضلة في البلورة ، وعندما تكون قيمة ($Tc_{hkl}=1$) فإن هذا يشير الى الحالة المثالية لنمو السطوح ، اما اذا كان ($0 < Tc_{hkl} < 1$) فهذا يشير الى تعدد التبلور باتجاهات غيرموحدة ويمكن حسابه بوساطة طريقة هاريس (Harris method) [73] .

$$Tc_{hkl} = \frac{I_{hkl}/I_{\circ hkl}}{\frac{1}{N}\sum_N I_{hkl}/I_{\circ hkl}} \quad \ldots\ldots (18-2)$$

N : عدد القمم الظاهرة في طيف حيود الاشعة السينية .

I_{hkl} : الشدة النسبية المقاسة للمستوى (hkl).

$I_{\circ hkl}$: الشدة المقاسة للمستوي (hkl) المأخوذة من بطاقة (JCPDS) .

(14-2) الخواص العزلية الكهربائية Dielectric Properties

المواد السيراميكية هي مواد عازلة يعتمد فيها ثابت العزل على شدة المجال الكهربائي المسلط. فعندما توضع مادة عازلة في مجال كهربائي ذي تردد واطأ فإن الثنائيات القطبية الكهربائية تستطيع مواكبة التغيرات في المجال الكهربائي المسلط دون ان تتخلفه ، وفي هذه الحالة يكون العازل مثالياً ويعمل العزل على تخزين الطاقة نتيجة استقطاب العازل الكهربائي على الرغم من عدم مرور تيار كهربائي في العازل، وهكذا فان العازل يخزن الطاقة بالرغم من وجود تسريب للتيار وهذا يحدث في العوازل كلها بل افضلها[74 ,75, 76] .

(1-14-2) ثابت العزل Dielectric Constant

هو النسبة بين سعة المتسعة التي تحتوي على عازل بين لوحيها الموصلين الى سعة المتسعة نفسها والتي يكون بين لوحيها هواء او فراغ وتعرف ايضا ε_r السماحية النسبية (Relative Permittivity) وتعطى بالمعادلة الاتية :[74 ,75, 76]

$$\frac{C}{C_O} = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_\circ} = \varepsilon_r \quad \ldots\ldots (19-2)$$

حيث ان :

ε_0 : تمثل سماحية الفراغ وهي كمية ثابتة مقدارها (8.85×10^{-12} F/m) .

C_o: سعة المتسعة التي يفصل الهواء بين صفحتيها (F)

C : سعة المتسعة بوجود العازل بين صفحتيها(F)

ε : تمثل سماحية العازل.

لو اخذنا صفيحتين معدنيتين وكانت المساحة السطحية لكل منهما A والبعد بينهما d والهواء فاصل بينهما ويمكن تمثيل هاتين الصفيحتين بمتسعة سعتها (C_o) وعند ربطها بالدائرة الكهربائية يمكن ان تعطى سعة المتسعة بالمعادلة الآتية :

$$C_O = \frac{\varepsilon_0 A}{d} \qquad \ldots..(20-2)$$

لو وضعنا مادة عازلة بين صفيحتي المتسعة فان سعة الخزن للمتسعة تزداد وتعطى بالمعادلة الاتية :

$$C = \frac{\varepsilon A}{d} \qquad \ldots..(21-2)$$

وبتعويض المعادلة (2-19) بالمعادلة رقم (2-21) نحصل على المعادلة الآتية :

$$C = \frac{\varepsilon_r \varepsilon_o A}{d} \qquad \ldots..(22-2)$$

$$C = \varepsilon_r C_O \qquad \ldots..(23-2)$$

(2-14-2) فقدان العزل Dielectric Loss

عند تسليط مجال كهربائي على اي مادة فأن هذه المادة تبدد كمية من الطاقة الكهربائية لتتحول الى طاقة حرارية وهذا ما يعرف بفقدان العزل (Dielectric Loss) والفقدان العزلي لمادة تكمن اهميته في تحديد التطبيقات الكهربائية، وانه عند الترددات العالية يؤدي فقدان العزل الى تسخين العازل الكهربائي مما يؤدي الى حدوث فشل ميكانيكي وكهربائي وان معدل تبدد

الطاقة الكهربائية في المادة خلال مدة زمنية على وفق قانون جول (Joul Low) يعطى بالعلاقة التالية : [74 ,75, 76]

$$P_w = \frac{V^2}{R} \qquad \ldots..(24-2)$$

حيث ان :

P_w : القدرة الكهربائية (W).

V : فرق الجهد فولط (V) .

R : مقاومة الموصل (Ω).

وعند تسليط جهد متناوب على متسعة ذات الصفيحتين المتوازيتين عندما يكون الهواء عازلاً بين صفيحتيها فان التيار المتناوب المار في المتسعة يحسب تبعا لقانون اوم (Ohm Law) حسب المعادلة :

$$I = \frac{V}{X_C} \qquad \ldots..(25-2)$$

حيث تمثل Xc : الرادة السعوية وتقاس بوحدات الاوم(Ω) وتعطي بالعلاقة الاتية :

$$X_C = \frac{1}{\omega J\, C} \qquad \ldots..(26-2)$$

حيث ان :

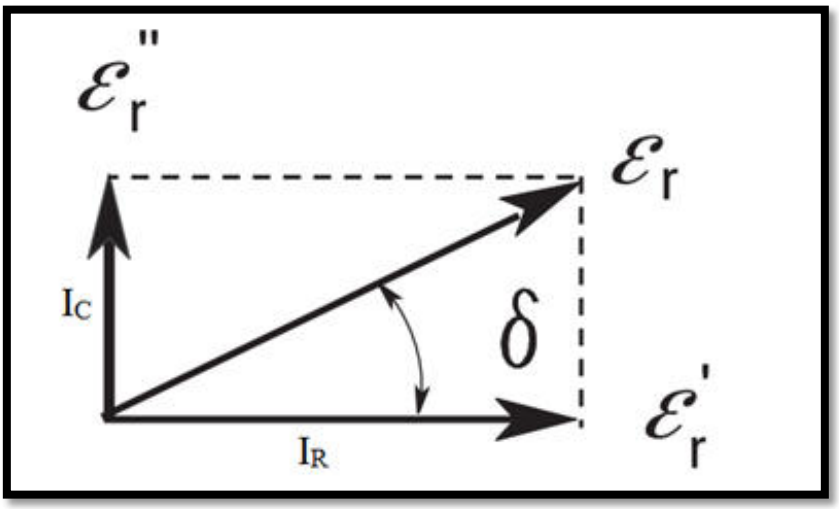
$\sqrt{-1} = J$ $2\pi f = \omega$ وهو التردد الزاوي (rad) .

C : سعة المتسعة تقاس (F) f : التردد (Hz)

وعند تعويض المعادلة (2-23) في المعادلة (2-26) وتعويض الاخيرة في المعادلة (2-22) نحصل على المعادلة الآتية :

$$I = J\omega\varepsilon_r C_O V \qquad \ldots..(27-2)$$

يوجد فرق في الطور بين الفولتية المسلطة على المتسعة والتيار المار فيها بزاوية مقدارها ($90°$) اما في حال احتواء المتسعة على عازل فان فرق الطور بين التيار المار بالمتسعة وفرق الجهد المسلط عليها اقل من ($90°$) بقليل وتدعى بزاوية فرق الطور (δ) كما هي موضحة بالشكل (2-18) .



الشكل (2-18) يبين زاوية فرق الطور بين والتيار السعوي وتيار المقاومة في المواد العازلة [76]

وهذا يعني وجود تيارين الاول هو التيار السعوي (I_C) والثاني تيار المقاومة (I_R) ويمتلك الطور نفسه مع الفولطية المسلطة، الذي يكون فرق طور مقداره δ عن التيار،وعند ربط دائرة كهربائية مكافئة تحتوي على مقاومة ومتسعة الذي يمكن تمثيلها بالمادة العازلة، ويمكن التعبير عن هذا التمثيل من خلال القيمة المعقدة وثابت العزل النسبي كما هو موضح في المعادلة الآتية :

$$\varepsilon_r = \varepsilon_r' - J\varepsilon_r'' \qquad \ldots..(28-2)$$

ε_r' : مركبة ثابت العزل الحقيقي بالمتسعة.

ε_r'' : ثابت العزل الخيالي الذي يعبر عن مقدار الفقدان في التيار.

وبما ان المتسعة تبدد قدرة مقدارها (VI_R) وان القدرة المتبددة تقل كلما اقتربت المتسعة من الحالة المثالية اذ تقترب ε_r'' من الصفر، وكذلك الزاوية δ وبالتعويض عن ε_r في المعادلة (2-27) نحصل على :

$$I = J\omega(\varepsilon_r' - J\varepsilon_r'')C_O V \quad \ldots..(29-2)$$

$$I = \omega C_O V\varepsilon_r'' + J\omega C_O V\,\varepsilon_r' \quad \ldots...(30-2)$$

وعند كتابة التيار الكلي بدلالة مركبتيه

$$I = I_R + I_C \quad \ldots..(31-2)$$

وبمقارنة معادلة (2-28) ومع معادلة (2-30) نحصل على المعادلة الآتية :

$$I_R = \omega C_O V\varepsilon_r'' \quad \ldots...(32-2)$$

$$I_C = \omega C_O V\,\varepsilon_r' \quad \ldots...(33-2)$$

ومن خلال الشكل (2-20) فان ظل زاوية الفقد δ يمكن كتابته :

$$\tan\delta = \frac{I_R}{I_C} \quad \ldots...(34-2)$$

وبتعويض المعادلة (2-32) و(2-33) في المعادلة (2-34) نحصل على المعادلة الآتية :

$$\tan\delta = \frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'} \quad \ldots...(35-2)$$

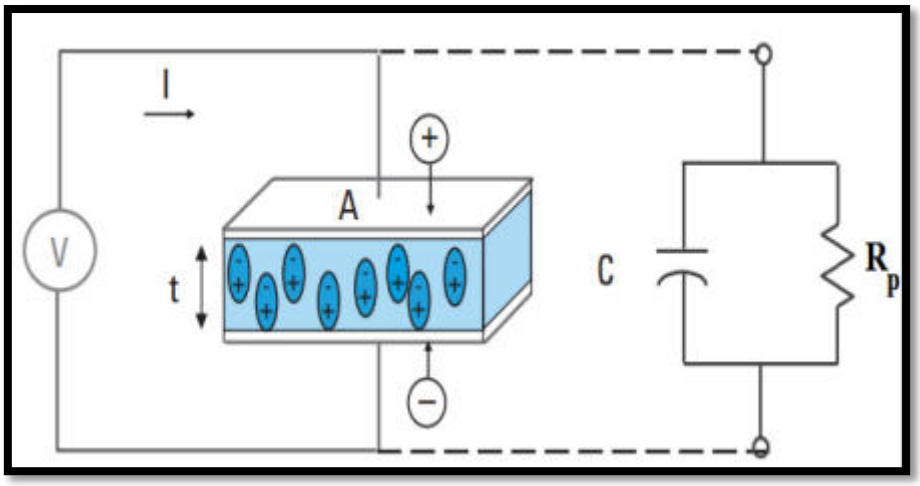
ومن ذلك يتضح ان ε_r هي عقدية (complex) وليست حقيقية و تمتلك جزئين

1 - الجزء الحقيقي يمثل ε_r' وهو مقياس السعة والاستقطاب .

2 - الجزء الخيالي يمثل ε_r'' وهو مقياس الفقد في العازل .

(2-15) التمثيل الكهربائي لمتسعة مملوءة بمادة عازلة .

عند دراسة سلوك العازل تحت جهد متناوب ،فانه يمكن تمثيل هذه الدائرة بعنصرين مقاومة ومتسعة (R, C) مربوطتين على التوازي او التوالي كما هو موضح الشكل (2-19) . [77].



الشكل(2-19) يوضح التمثيل الكهربائي لمادة عازلة موضوعة تحت تأثير مجال كهربائي ومربوطة على التوازي[77].

اولا : الربط على التوازي

عند ربط المقاومة و المتسعة على التوازي فان الممانعة الكلية Z (Impedance) تعطى على وفق العلاقة الآتية :

$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{R_P} + j\omega C_P \qquad \ldots\ldots (36-2)$$

وفق قانون اوم فان التيار يعطى وفق العلاقة الآتية :

$$\frac{V}{Z} = \frac{V}{R_P} + j\omega C_P V \qquad \ldots\ldots (37-2)$$

C_P : متسعة التوازي

R_P : مقاومة التوازي

الجزء الحقيقي للتيار عبر المقاومة يأخذ الشكل الآتي :

$$I_R = \frac{V}{R_P} \qquad \ldots\ldots (38-2)$$

الجزء الخيالي للتيار عبر المتسعة يأخذ الشكل الآتي :

$$I_C = \omega C_P V \qquad \ldots\ldots (39-2)$$

وبمقارنة المعادلة (2-39) و(2-38) مع المعادلة (2-33) و(2-32) نحصل على المعادلة الآتية:

$$I_R = \frac{V}{R} = \omega \varepsilon_r'' C_0 V \qquad \ldots\ldots (40-2)$$

$$\varepsilon_r'' = \frac{1}{\omega C_0 R_P} = \frac{d}{\omega \varepsilon_0 A R_P} \qquad \ldots\ldots (41-2)$$

ومن ثم ايجاد عامل الفقد بالطريقة نفسها

$$\varepsilon_r' = \frac{C_P}{C_0} = \frac{C_P d}{\varepsilon_o A} \qquad \ldots\ldots (42-2)$$

وبالتعويض عن ε_r' وε_r'' من المعادلتين(2-42) و (2-41) في المعادلة (2-35) نحصل على المعادلة الآتية :

$$\tan\delta = \frac{1}{R_P C_P \omega} \qquad \ldots\ldots (43-2)$$

ومن معادلة المقاومية الكهربائية الآتية :

$$\rho_e = \frac{RA}{d} \qquad \ldots\ldots (44-2)$$

وعند تعويض معادلة(2-44) بالمعادلة(2-43) والمعادلة (2-42)نحصل على المعادلة الآتية :

$$\rho_e = \frac{1}{\omega \varepsilon_o \varepsilon_r'' \tan\delta} \qquad \ldots\ldots (45-2)$$

وبما ان التوصيلية هي مقلوب المقاومية فإننا حصل على :

$$\sigma = \frac{1}{\rho_e} \qquad \ldots\ldots (46-2)$$

وبتعويض المعادلة(2-46) والمعادلة (2-45) بالمعادلة (2-41) نحصل على المعادلة الآتية :

$$\sigma_{A.C} = \omega \varepsilon_O \varepsilon_r'' \qquad \ldots\ldots (47-2)$$

وان هذه المعادلة تربط بين التردد الزاوي ω والتوصيلية المتناوبة وفقدان العازل

ثانيا : في حالة الربط على التوالي

عند ربط مقاومة ومتسعة (R,C)على التوالي فان الممانعة الكلية تعطى على وفق العلاقة الآتية :

$$Z = R_S + \frac{1}{j\omega C_S} \qquad \ldots\ldots (48-2)$$

C_S : متسعة التوالي .

R_S : مقاومة التوالي .

وبالطريقة نفسها نحصل على المعادلة الآتية :

$$\varepsilon_r^{'} = \frac{C_S}{C_O(1+\tan^2\delta)} \qquad \ldots\ldots (49-2)$$

$$\varepsilon_r^{''} = \frac{R_S\omega}{C_O(1+\tan^2\delta)} \qquad \ldots\ldots (50-2)$$

$$\tan\delta = R_S C_S \omega \qquad \ldots\ldots (51-2)$$

ومن خلال المعادلة (2-41) نحصل على المعادلة الآتية :

$$R_P = \frac{d}{\omega\varepsilon_O\varepsilon_r^{''}A} \qquad \ldots\ldots (52-2)$$

وبمقارنة المعادلة (2-52) مع المعادلة (2-44) و (2-46) نحصل على معادلة التوصيلية المتناوبة بالمعادلة الآتية :

$$\sigma_{A.c} = \omega\varepsilon_O\varepsilon_r^{''} \qquad \ldots\ldots (53-2)$$

(16-2) العوامل المؤثرة على ثابت العزل الكهربائي والفقدان العزلي : [75]

1 - التردد : زيادة تردد المجال الكهربائي يؤدي الى نقص في قيمة ثابت العزل حيث ان زيادة التردد يؤدي الى نقص في مساهمة الاستقطاب وذلك بسبب عدم قدرة الثنائيات القطبية الكهربائية المحتثة او الدائمية على مواكبة تغير المجال الكهربائي المسلط ، وقد وجد بعض الباحثين انه عندما ينقص التردد فيكون دون 20000 Hz فإنه يؤدي الى زيادة ثابت العزل وذلك بسبب زيادة استقطاب الشحنة الفراغية او الاستقطابية البينية والذي يؤدي الى زيادة فقدان العزلي.

2 - درجة الحرارة : ان زيادة درجة الحرارة يؤدي الى زيادة حركة الايونات (Ionic mobility) وحركة الشوائب البلورية وذلك عندما تكون بلورية التركيب (Crystal imperfection mobility) مما يتسبب بزيادة قيمة ثابت العزل الكهربائي أي ان المقاومية الكهربائية للعازل تقل عند زيادة درجة الحرارة ومن ثم يزداد الفقدان العزلي (ε_r'' ،$\tan\delta$) .

3 - الرطوبة (Humidity) :ان تأثير الرطوبة يعتمد بشكل رئيسي على خواص سطح العازل الكهربائي فضلاً عن عوامل خارجية أخرى تؤثر ايضاً على قوة العزل منها شكل وحجم الأقطاب المستعملة في تطبيق المجال الكهربائي .

الفصل الثالث

الجانب العملي

(1-3) المقدمة introduction

يتضمن هذا الفصل استعراضاً للمواد المستعملة والأجهزة المستخدمة في تشكيل العينات المحضرة ،وشرحا لمراحل تحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO ، وكذلك دراسة تأثير نسبة الوقود (حامض الستريك) عليه، وتطعيم اوكسيد المغنيسيوم النانوي بأوكسيد الحديد FeO وثنائي أوكسيد السيريوم CeO_2 باعتماد طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي ثم تهيئة العينات لعملية الكلسنة والكبس ، وفحص تركيبها بواسطة جهاز حيود الاشعة السينية وكيفية اجراء القياسات الكهربائية و المغناطيسية وحساب الكثافة الظاهرية والمسامية وغيرها .

(2-3) المواد الاولية Raw Materials

بناء على ما تطلبه مشروع البحث ، فقد تم اختيار المواد الأولية المستعملة في تحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO والمركبات ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) و ($Ce_x\ Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$)، وقد تم ادراجها في الجدول (3-1).

الجدول (3-1) المواد المستعملة لتحضير عينات البحث ونقاوتها ومنشأها .

Materials	Chemical Formula	Molar mass g/mol	Purity	Country product	The Company
Magnesium Nitrate	$Mg(NO_3)_2 .6(H_2O)$	256.426	99 %	Germany	Riedel
Citric Acid	$C_6H_8O_7.H_2O$	210.14	99 %	Switzerland	Fluka
Ammonia	NH_3	17	99 %	India	Loba Chemie
Ferric Nitrate	$Fe(NO_3)_3. 9(H_2O)$	403.845	99 %	Germany	Merck
Cerium Nitrate	$Ce(NO_3)_3 . 6H2O$	434	99 %	England	Merck

(3-3) الاجهزة المستعملة Instruments

استخدمت بعض الاجهزة في عملية تحضير اوكسيد المغنيسيوم وهي على النحو التالي :

1 . ميزان الكتروني Sensitive electronic balance

وهو من الأجهزة الضرورية المستخدمة في المختبر لقياس كتل المواد الأولية المستعملة في عملية التحضير، وله عداد رقمي يعطي نتيجة الوزن بشكل مباشر وله قدرة عالية على تحديد الكتل بدقة ذات الاربع مراتب وقد استخدام نفس الميزان لتقليل اخطاء القياس . كما في الشكل (3-1).

الشكل (3-1) الميزان الكهربائي

2 . الخلاط المغناطيسي Magnetic Stirrer

وهو عبارة عن جهاز يقوم بخلط المحاليل الكيميائية، ويتكون من محرك كهربائي مثبت به مغناطيس دائمي واطباق حرارية او وسيلة اخرى لتسخين السائل، اذ يغمر قضيب مغناطيسي (Magnetic bar) في السائل فعند حركة المغناطيس في الاسفل والمتصل في المحرك الكهربائي يؤدي مجاله المغناطيسي الى تدوير القضيب المغناطيسي حول نفسه في السائل من دون اي اتصال ميكانيكي بينهما وهذا يساعد على خلط السائل . كما في الشكل (3-2).

الشكل (3 - 2) المحرك المغناطيسي

3 . فرن مختبري Laboratory Oven

وهو عبارة عن جهاز كهربائي ذي عازل حراري تتم السيطرة على درجة حرارته بواسطة منظم حراري ، ويستخدم لعملية التجفيف والتسخين والتلبيد والكلسنة، الجهاز المستخدم كوري الصنع شركة (LabTech) . كما في الشكل (3-3).

الشكل (3-3) الفرن الكهربائي

4 . مقياس الأس الهيدروجيني pH Meter

هو عبارة عن جهاز يستخدم لقياس درجة الحامضية او القاعدية لسائل معين ، وعادة ما يتكون من قطب زجاجي متصل بمقياس الكتروني يقيس ويعرض النتيجة بشكل رقمي . كما في الشكل (3-4).

الشكل (3-4) مقياس الأس الهيدروجيني

(3-4) تحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO :

هنالك العديد من الطرائق لتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO وذلك تبعا للمواد الكيميائية الداخلة في التفاعل، وقد استعملت طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي ويمكن توضيح الاجراءات والخطوات للحصول على MgO وكما يلي :

اولا:- حساب الكتل : Mass Calculation

تم حساب الكتل من خلال الصيغة الجزيئية للعناصر المكونة للمركب، والتي تحسب بالطريقة الآتية :

1. نترات المغنيسيوم المائية $Mg(NO_3)_2.6(H_2O)$

$$24.31 + 2(14.01 + 16*3)+ 6 (1.008*2 + 16)= 256.426\ g$$

2. حامض الستريك $C_6H_8O_7\ H_2O$

$$(12.01 * 6) + (1.008 * 8) + (16 * 7) + (1.008 * 2) + (16 * 1) = 210.14\ g$$

ثانيا :- حساب المولارية : Molar Calculation

المولارية هي عدد من المولات المذابة في لتر من المحلول وتقاس بوحدات mol/Litter . وفق العلاقة الاتية :

$$M=\frac{n}{V} \quad \ldots.(1 - 3)$$

حيث ان :

v : الحجم ويقاس بوحدات litter .

n : عدد المولات هي النسبة بين كتلة المذاب الى الوزن الجزئي للمذيب، وتقاس بوحدات mol .

$$n=\frac{m}{M_{wt}} \quad .... (2 - 3)$$

بالتعويض معادلة رقم (3 – 1) في معادلة رقم (3 – 2) نحصل على .

$$M=\frac{m}{M_{wt}*V} \quad .... (3 - 3)$$

ثالثا:- طريقة التحضير :

لتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي اتبعت الخطوات الآتية :

1 . اذابة (10 g) من نترات المغنيسيوم$Mg(NO_3)_2. 6(H_2O)$ في (15 mL) من الماء المقطر ، وبتركيز مولاري (2.6 M) محسوبة من المعادلة (3-3) .

2 . اذابة (4.1 g) من حامض الستريك $C_6H_8O_7 . H_2O$ في (15 mL) من الماء المقطر ، بتركيز مولاري (1.3 M) محسوبة من المعادلة (3-3)، وهنا لابد من الاشارة الى انه لأول مرة يتم استعمال حامض الستريك كوقود لعملية الاحتراق التلقائي عند تحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي.

3 . خلط المحلولين في دورق مقاوم للحرارة بواسطة المحرك المغناطيسي لمدة (40 min) بدرجة حرارة الغرفة لضمان تجانس المحلولين بالكامل .

4 . تعديل الدالة الحامضية بواسطة مقياس الاس الهيدروجيني لحين الوصول الى ما يقارب (7) وذلك بإضافة محلول الامونيا بشكل قطرات.

5 . وضع المحلول الناتج على المحرك المغناطيسي ورفع درجة الحرارة وتثبيتها عند (90 ^{o}C) وبعد مدة زمنية تبدأ الغازات بالتصاعد ويترك التفاعل لمدة مع استمرار تحريك المحلول حتى يتكون الشكل الهلامي (gel).

6 . بعد حوالي (50 min) بدأ الهلام بالاشتعال لتتكون هلامة جافة (xerogel) بعد ذلك اطفأ عنصر الحرارة وتركت المادة لتبرد ثم جمعت كما هو مبين في الشكل (3-5) ومن ثم طحنت بهاون سيراميكي طحناً جيدا كي يتجانس المسحوق ويتخلص من التكتلات التي حدثت أثناء عملية التلدين .

7 . وضع المسحوق الناتج في وعاء من البورسلين المقاوم للحرارة العالية ، ثم ادخل الى الفرن لغرض الكلسنة (Calcination) بدرجة حرارة (600 ^{o}C) لمدة ساعتين وبذلك تنتهي عملية تحضير مسحوق اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO الذي يكون بشكل مسحوق ابيض اللون وكما هو مبين في الشكل (3-6).

1- الخلط 2- الهلام 3- الاحتراق 4- هلام جاف

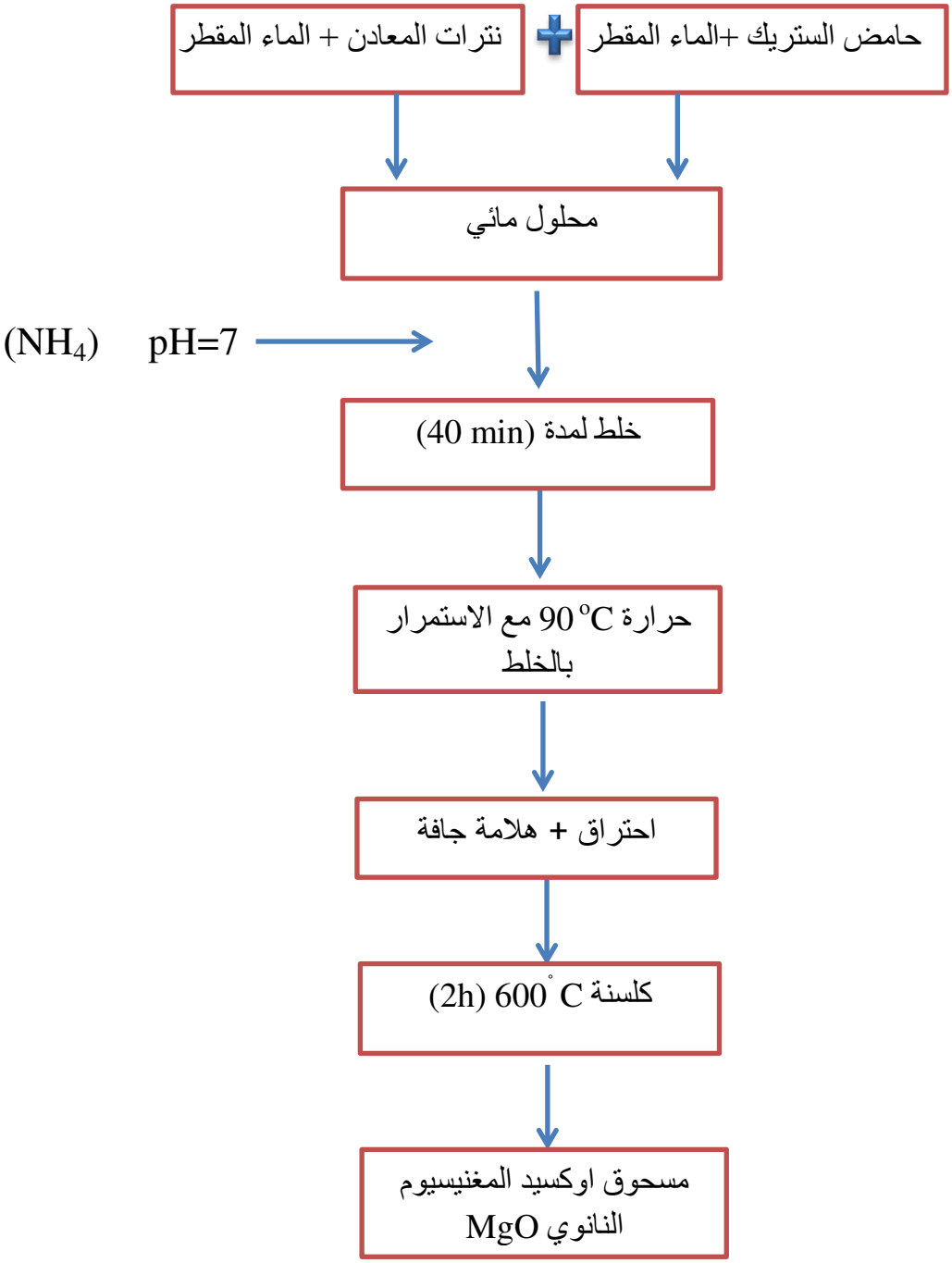
الشكل (3-5) يوضح سير التفاعل لتحضير عينات المجموعة P

الشكل (3-6) يمثل هيأة مسحوق اوكسيد المغنيسيوم MgO النانوي المحضر

ويمكن كتابة معادلة التفاعل للعينة P_3 بالشكل الاتي :

$$Mg(NO_3)_2\,6(H_2O) + C_6H_8O_7\,H_2O + NH_3 \rightarrow MgO + 5.5\,H_2 + 6\,CO_2 + 1.5\,N_2$$

كما يمكن تلخيص طريقة العمل بالمخطط التالي :



مخطط رقم (3-1) يوضح طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي

(5-3) دراسة تأثير نسبة الوقود (حامض الستريك) على اوكسيد المغنيسيوم النانوي MgO المحضر بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي .

حضرت خمس عينات (P_1,P_2,P_3,P_4,P_5) من اوكسيد المغنيسيوم النانوي بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وقد تم تغيير كمية الوقود (حامض الستريك) في كل عينة بثبوت كمية نترات المغنيسيوم وباتباع طريقة التحضير السابقة .

الجدول (3-2) يبين كمية المواد المستعملة لتحضير عينات المجموعة (P)

Samples	Mass of nitrate (g)	Volume of distilled water (mL)	Molar nitrate (M)	Mass of Citric Acid (g)	Volume of distilled water (mL)	Molar Citric Acid (M)
P_1	40	30	1	16.4	30	0.5
P_2	40	30	1	21.8	30	0.6
P_3	40	30	1	32.8	30	1
P_4	40	30	1	57.4	30	1.7
P_5	40	30	1	65.6	30	2

(6-3) تحضير المركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي قيمة x تساوي(0.05)

حضر هذا المركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) لدراسة تأثير ايون الحديد Fe^{+2} على اوكسيد المغنيسيوم MgO وقد اتبعت الخطوات الاتية :

اولا:- حساب الكتل : Mass Calculation

تم حساب الوزن الجزيئي للمواد الداخلة في التفاعل كما في السابق وبالإضافة الى نترات الحديد.

نترات الحديد المائية $Fe(NO_3)_3.\ 9(H_2O)$

$$55.845 + 3\ (\ 14 + 3^*\ 16\ ) + 9\ (\ 2\ *\ 1 + 16\ ) = 403.845\ g$$

ثانياً :- حساب نسب المركبات المتفاعلة

يمكن حساب كمية المواد الداخلة في التفاعل من خلال معرفة الصيغة التركيبية والوزن الجزيئي للعناصر المكونة للمركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) وقد استعملت طريقة النسب المولية المعتمدة على الكتلة الكلية ومجموع الاوزان للأملاح الداخلة في التفاعل وقيمة (x) وفق المعادلة الاتية .

$$xFe(NO_3)_3 \cdot 9(H_2O) + (1\text{-}x)Mg(NO_2)_2\ 6(H2O) + C_6H_8O_7H_2O + NH_3 \longrightarrow Mg_{1-x}\ Fe_x\ O + 1.525N_2 + 3CO_2 + 5.5\ H_2$$

لتحضير (40 g) من المركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) عندما تكون قيمة (x = 0.05) على وفق العلاقات الآتية :

$$\text{الكمية المراد تحضيرها} = \left[\frac{\text{الوزن الجزيئي } Mg(NO_3)_2\ 6H2O\ * \text{ الكتلة الكلية} * (1-x)}{\text{مجموع الاوزان الجزيئي لجميع املاح المركب}}\right]$$

وزن الجزيئي لنترات الحديد * x = 0.05 * 403.845 =20.19225 g

وزن الجزيئي لنترات المغنيسيوم *(1- x) = (1 – 0.05) * 256.426 = 243.6047 g

---

مجموع الاوزان الجزيئية = 263.79695 g

1. كمية نترات المغنيسيوم $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H2O$

$$\frac{(1-0.05) * 40 * (256.426) *}{263.79695} = 36.9382\ \ g$$

2. كمية نترات الحديد $Fe(NO_3)_3 \cdot 9(H_2O)$

$$\frac{(0.05) * 40 * (403.845) *}{263.79695} = 3.0617\ \ g$$

ثالثاً . طريقة التحضير

باتباع طريقة التحضير السابقة وبإضافة نترات الحديد $Fe(NO_3)_3\,9(H_2O)$ تم الحصول على المركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) ويبين الجدول (3-3) كميات المواد المستعملة .

الجدول (3-3) يبين كمية المواد المستعملة لتحضير المركب($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$).

Samples	X	Mass of Mg nitrate (g)	Mass of Fe nitrate (g)	Total mass nitrate (g)	Volume of distilled water mL	Mass of Citric Acid (g)	Volume of distilled water mL
F	0.05	36.9382	3.0617	40	30	16.4	30

وفي نهاية خطوات التحضير تم الحصول على المسحوق النانوي للمركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) كما موضح بالشكل (3-7).

الشكل (3-7) يمثل هيأة المسحوق للمركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$)

(7-3) تحضير المركب ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي لقيم x تساوي ($0.025 \leq x \leq 0.1$)

تم تحضير اربع عينات للمركب ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وبقيم مختلفة (X=0.025 , 0.05 , 0.075 , 0.1) وباستعمال المعادلة الخاصة لحساب التركيز المولاري في البند (3-4) ثانيا ،وقد اتبعت الخطوات الاتية :

اولا:- حساب الكتل : Mass Calculation

1 . نترات السيريوم $Ce(NO_3)_3.6H_2O$

$$140 + 3(14 + 3*16) + 6(2*1 + 16) = 434\ g$$

ولتحضير (40g) من المركب($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) باستعمال المعادلة الخاصة لحساب الكتل من البند(3-6) ثانيا ، اما نسبة حامض الستريك فهي ثابتة في كل تفاعل وفق المعادلة الاتية محسوبة للعينة C_1:

$$(0.95-x)\,Mg(NO_3)_2 6H_2O + 0.05Fe(NO_3)_3 . 9H_2O + C_6H_8O_7H_2O + NH_3 +$$

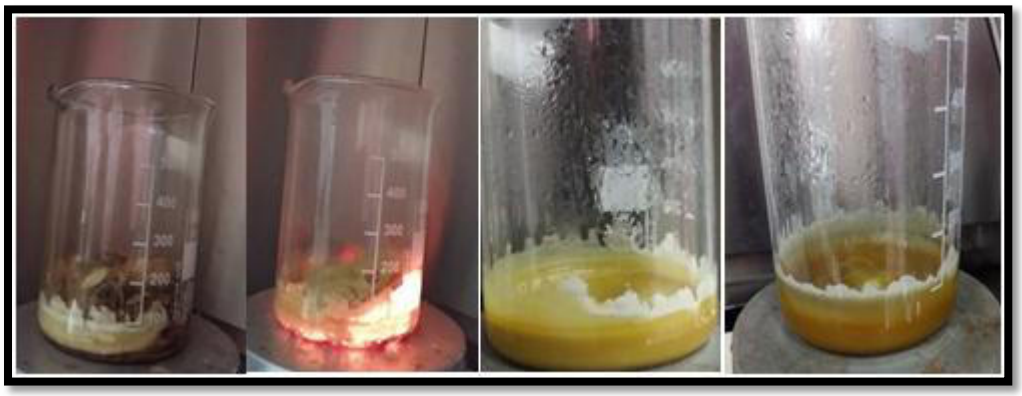
$$xCe(NO_3)\,6H_2O \longrightarrow Fe_{0.05}\ Ce_x\ Mg_{0.95-x}\ O + 1.5375\ N_2 + 3CO_2 + 3.5H_2 + 4.72H_2O$$

ويبين الجدول (3-4) كمية المواد المستعملة لتحضير المركب.

الجدول (3-4) يبين كمية المواد المستعملة لتحضير عينات المجموعة (C) .

Samples	X (M)	Mass of Mg nitrate (g)	Mass of Fe nitrate (g)	Mass of Ce nitrate (g)	Total mass nitrate (g)	Volume of distilled water (mL)	Mass of Citric Acid (g)	Volume of distilled water (mL)
C_1	0.025	35.368	3.012	1.617	40	30	16.4	30
C_2	0.05	33.853	2.963	3.183	40	30	16.4	30
C_3	0.075	32.385	2.915	4.698	40	30	16.4	30
C_4	0.1	30.964	2.869	6.165	40	30	16.4	30

وباتباع طريقة التحضير السابقة للعينات الاربعة (C_1 , C_2 , C_3 , C_4) وبإضافة نترات السيريوم $Ce(NO_3)_3.6H_2O$ ونترات الحديد $Fe(NO_3)_3 . 9(H_2O)$ والشكل (3-8) يمثل خطوات التحضير للمركب.



1- الخلط 2- الهلام 3- الاحتراق 4- الهلام الجاف

الشكل (3-8) يوضح سير التفاعل لتحضير عينات المجموعة C

وبعد اجراء عملية الكلسنة في الفرن لدرجة 600 °C ولمدة ساعتين تم الحصول على المركب ($Ce_x\ Fe_{0.05}Mg_{0.95\ -x}O$) المبين في الشكل (3-9) .

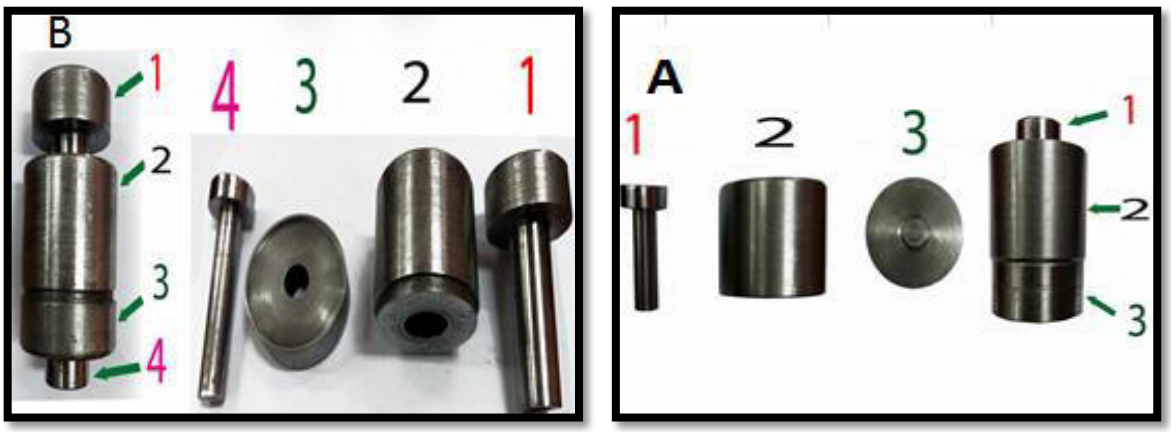
الشكل (3-9) يمثل هيأة المسحوق النانوي لمركب ($Ce_x\ Fe_{0.05}Mg_{0.95\ -x}O$)

(3 -8) تحضير عينات الفحص Preparation of Examination Samples

هيأت في هذه المرحلة مجموعة من العينات بشكل مساحيق هي (P_1 ,F, C_1 , C_2 , C_3, C_4) ثم بدأت عملية القولبة بواسطة مكبس هيدروليكي تصل قوة كبسه الى (15 ton) وبطريقة الكبس الجاف (Dry pressing) وقد قسمت العينات الى مجموعتين :

المجموعة الاولى : الخاصة بالقياسات الكهربائية، حيث جهزت لكل عينة كمية بمقدار (2.5g) وقد تم كبسها بمكبس هيدروليكي بشكل قرص قطره (1.5 cm) وسلط على القالب ضغط مقداره (4 ton) مع بقاءه تحت الضغط لمدة(2 min) وذلك باستخدام قوالب محلية الصنع من مادة الفولاذ المقاوم للصدأ (stainless steel) .وان الشكل (3-10) A يوضح مكونات القالب المستخدم لتشكيل العينات الخاصة بالقياسات الكهربائية .

المجموعة الثانية : الخاصة بالقياسات المغناطيسية ، حيث جهزت لكل عينة كمية بمقدار (2.5 g) تم كبسها بمكبس هيدروليكي بشكل حلقة قطرها الداخلي (1.5 cm) والقطر الخارجي (2.5cm) وسلط على القالب ضغط مقداره (4 ton) مع بقاءه تحت الضغط لمدة (2 min) وذلك باستخدام قوالب محلية الصنع من مادة الفولاذ المقاوم للصدأ وان الشكل (3-10) B يوضح مكونات القالب المستخدم لتشكيل العينات الخاصة بالقياسات المغناطيسية.



A - قالب العينة بشكل قرص **B- قالب العينة بشكل حلقة**

الشكلA و B (3-10) يوضح القوالب التي صممتها و صنعتها في السوق المحلي واستخدمت لتشكيل العينات

(3-9) عملية التلبيد Sintering Process

توصف على انها المعاملة الحرارية التي تجرى بعد انتهاء عملية الكبس ، بوضع العينات في الفرن الكهربائي بدرجة حرارة 1150 ˚C ولمدة (3 h) وبعد الانتهاء تركت العينات لتبرد تدريجيا الى درجة حرارة الغرفة ، والغرض من عملية التلبيد تحويل النموذج من الهش الى نموذج متماسك قوي، وقد تم اختيار هذه الدرجة لأنها تعد الدرجة المناسبة لكي يكون اوكسيد الحديد FeO كطوررابط (binder phase) لبقية المواد كونه يمتلك درجة انصهار اوطأ من اوكسيد السيريوم CeO_2 واوكسيد المغنيسيوم MgO اللذان يعدان من المواد ذات درجات الانصهار العالية .

(10-3) الفحوصات التركيبية Structural Tests

(1-10-3) قياسات حيود الاشعة السينية X-ray Diffraction Measurement

تم استخدام جهاز حيود الأشعة السينية نوع (Shimadzu XRD - 6000) الموجود في المختبر الخدمي في كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم) ذو المواصفات الآتية :

الطول الموجي	0.15405 nm لهدف النحاس $Cu - K_{\alpha 1}$
خطوة المسح	5^{O} / min
التيار	30 mA
فرق الجهد	40 kV

فقد شخص الجهاز نمط حيود الاشعة السينية ضمن المدى الزاوي (100˚- 20˚ = 2θ) وذلك لبيان طبيعة التراكيب البلورية للمساحيق المحضرة ، وبيان المسافة بين المستويات البلورية، واقصى عرض لمنتصف القمة (FWHM) مع بيان الشدات النسبية لكل ذروة .ومن خلال هذه المعلومات المهمة أمكن إجراء الكثير من الحسابات التركيبية في دراستنا الحالية، وبالمقارنة مع بطاقات (JCPDS) امكن التأكد من دقة النتائج.

الشكل (3-11) جهاز XRD

(2-10-3) قياسات المجهر الالكتروني الماسح

Scanning Electron Microscope (SEM) Measurements

المجهر الالكتروني الماسح هو تقنية تزودنا بصور مجسمة ثلاثية الابعاد لسطح العينة ويصل تكبير المجهر الالكتروني الى 100000 مرة لذا يمكن مشاهدة العالم غير المرئي ولاسيما التركيب، وعند تسخين فتيل المجهر تنبعث الالكترونات ذات الطاقة العالية باتجاه بقعة صغيرة لسطح العينة، وذلك من خلال تفاعل الالكترونات مع الذرات، اذ تمتص الذرات هذه الطاقة وتبعث اشعة سينية لها خصائص مختلفة لكل ذرة ويمكن ان تعطي معلومات كاملة عن سطح العينة وبشكل صورة باللونين الاسود والابيض لأنها لا تعتمد على الموجات الضوئية[78] .

وقد تم استعمال المجهر ذي النوع (Inspect S 50) الموجود في مختبرات جامعة النهرين قسم الفيزياء، وتم اخذ صور للعينات (P_1 , P_3 ,P_4, , F , C_1 , C_4) وتم تحليل الصورة الناتجة بوساطة برنامج (Image – J)، وهو من البرامج التي تستعمل لتحليل الصور (Image analysis) ثنائية وثلاثية الابعاد، كما أنه يزودنا بملخص يتضمن معدل المساحة المحسوبة (F) (رقم الاصدار 1.49b تاريخ الاصدار 2014/9/5)، والذي بواسطته يمكن حساب معدل الحجم الحبيبي (D) للعينات من خلال المعادلة الاتية : [79]

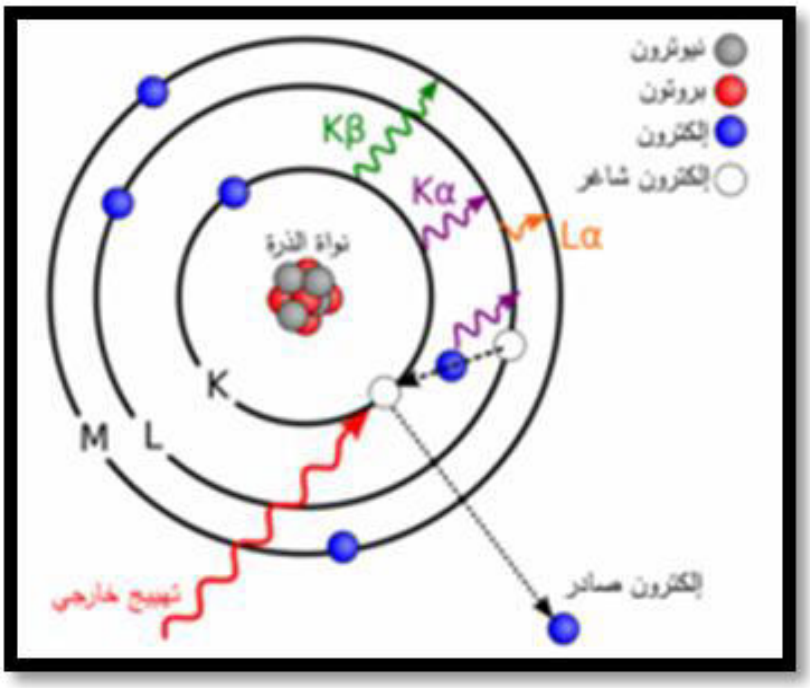
$$D = 2\sqrt{F/\pi} \qquad \ldots\ldots (4-3)$$

الشكل (3-12) المجهر الالكتروني الماسح (SEM)

(3-10-3) طيف الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX)

(Energy – Dispersive X- ray Spectroscopy)

هي تقنية تحليلية تستعمل من اجل معرفة نوع العناصر الكيميائية الموجودة في العينة ، ويعتمد مبدأ عمل هذه التقنية على التأثير المتبادل بين حزمة الالكترونات المنبعثة من فتيل الجهاز وبين مادة العينة ، وبما ان لكل مادة تركيبا ذرياً مميزاً لها فانها كذلك لها مجموعة قمم مميزة في طيف الاشعة السينية ، وللحصول على الاشعة السينية،عندما تسقط الكترونات معجلة على ذرات مادة الهدف فان هذه الالكترونات تنتزع أحد الكترونات الذرة من المدارات الداخلية للهدف فتحصل حالة تأين ، او قد يرتفع الكترون الى مدار اعلى طاقة فتحصل حالة تهيج في كلا الحالتين وتحاول الذرة الوصول الى حالة الاستقرار، وعندما ينتقل الكترون من مدار طاقة اعلى الى مدار طاقة اوطأ يبعث الالكترون المنتقل فوتون طاقته مساوية لفرق الطاقة بين المدارات الذرية، وان فرق الطاقة هو مميز لكل عنصر كيميائي ويوجد عدد من الانتقالات المسموحة بين المدارات الذرية يرمز لها (K_α ، K_β ،L_α)[80] .



الشكل (3-13) الانتقالات الالكترونية [80]

(11-3) قياس الخصائص الكهربائية The Electrical Properties Measurement

تم إجراء عملية تحضير العينات الخاصة بالقياسات الكهربائية، وذلك بطلاء السطحين المتقابلين بمادة معجون الفضة (Silver paste) كما هو موضح في الشكل (3-15) من اجل وصلها بأقطاب الجهاز (LCR Meter) وهو من نوع Gwinstek,LRC-8105G(20 Hz-5 MHz) (GPIB,RS-232, Taiwan) كما يوضح بالشكل (3-14) ، ويكون الجهاز متصل بشاشة الكترونية للحاسوب ، وذلك لإظهار النتائج بصورة مباشرة على الشاشة وبوساطة هذا الجهاز امكن قياس السعة C_p ، وظل زاوية الفقد (tan δ) كدالة للتردد ضمن مدى (50 Hz-1MHz) .

الشكل (3-14) جهاز (LCR meter)

الشكل (3-15) العينات الخاصة بالقياسات الكهربائية

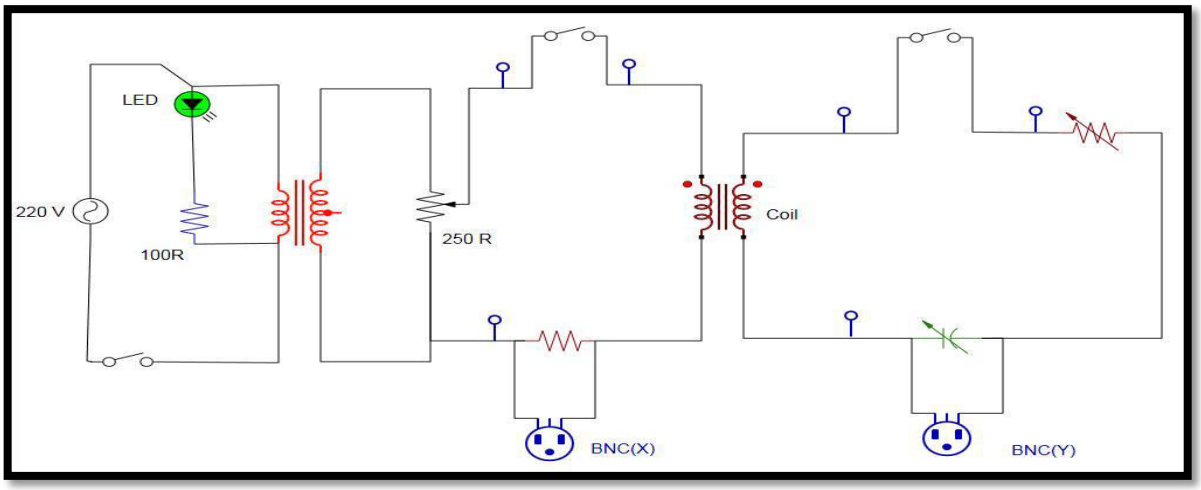
(12-3) قياس الخصائص المغناطيسية Magnetic Properties Measurement

حضرت عينات المجموعة الثانية الخاصة بالقياسات المغناطيسية وذلك بلف ملف نحاسي معزول عدد لفاته (50) لفة كما موضح في الشكل (3-16) ، وبعد ذلك توصل اقطاب الملف الى جهاز (LCR Meter) ضمن مدى ترددات (50 Hz - 1 MHz) والمربوط مع جهاز حاسوب متصل بشاشة الكترونية، تظهر قيم معامل الحث الذاتي (L) وظل زاوية الفقد المغناطيسي ($\tan\delta$) مباشرة على الشاشة ، ومن خلالها يمكن حساب النفاذية الابتدائية (μ_i) وعامل الخسارة النسبي RLF .

الشكل (3-16) العينات الخاصة بالقياسات المغناطيسية

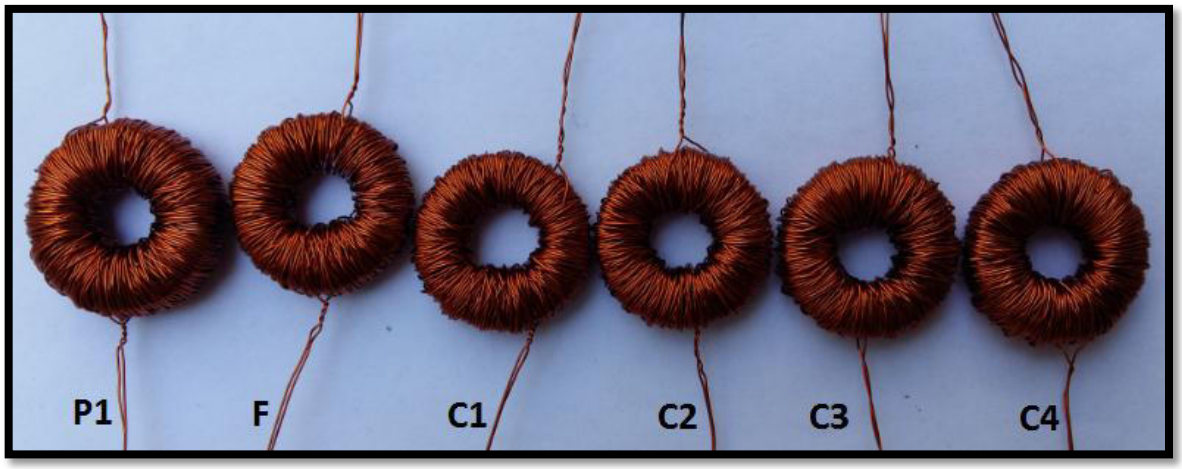
(13-3) تعيين الدائرة التخلفية باستعمال مرسمة التذبذبات

يعد هذا الفحص من أهم الفحوصات المغناطيسية التي تثبت إمكانية استخدام المواد السيراميكية في تطبيق معين اعتماداً على مساحة الحلقة، كما إن تلك الحلقة تساعد على إيجاد العديد من المعاملات المغناطيسية الضرورية ، وبواسطة الدائرة الكهربائية كما مبينة في الشكل (3-18) يمكن رسم حلقة الهسترة لكل نموذج من خلال تسليط فولتيتان على الاقطاب الراسية والافقية لمرسمة التذبذبات : أحداهما : تتناسب مع شدة المجال المغناطيسي H، وثانيهما : تتناسب مع كثافة الفيض المغناطيسي B ويكون النموذج على شكل حلقة يلف عليها ملفان N_1 عدد لفاته (250) لفة و N_2 عدد لفاتة (100) لفه باستعمال اسلاك نحاسية معزولة والشكل رقم (3-19) يوضح النماذج التي تم اعدادها لهذا الغرض ، بينما يوضح الشكل (3-17) مخطط الدائرة حلقة الهسترة.



الشكل (3-17) مخطط دائرة حلقة الهسترة

الشكل (3-18) الدائرة الكهربائية الخاصة بفحص حلقة الهسترة



الشكل (3-19) يوضح الملفات الخاصة بفحوصات حلقة الهسترة

(14-3) قياس الكثافة والمسامية للعينات

Measuring of density and porosity of samples

قيست كثافة العينات للمجموعة (EM) بموجب قاعدة ارخميدس وذلك بقياس وزن العينات وهي جافة (D) ، ثم وضعها في الماء لمدة (24 h) وبعد اخراجها من الماء يتم وزنها وهي رطبة (W) ثم وزنها وهي مغموره في الماء(S) وذلك باستعمال ميزان رقمي ، وبعد ان تم تدرج هذه القيم في جداول تم تطبق العلاقات الآتية لايجاد الكثافة الحقيقية لهذ العينات، وهذه الطريقة هي الطريقة القياسية (C20 – 83) والمعتمدة من قبل (ASTM). [81]

$$V = \frac{(W-S)}{\rho'} \qquad \dots\dots\dots (4-3)$$

S : كتلة العينة في الماء (g) .

V : يمثل الحجم وهو حجم الماء المزاح (cm^3).

W : كتلة العينة وهي رطبة (g) .

ρ' : كثافة الماء المقطر و هي (1 g/cm^3) .

ولحساب الكثافة الحقيقة طبقت العلاقة الآتية :

$$\rho = \frac{m}{V} \qquad \dots\dots\dots (5-3)$$

m : كتلة العينة الجافة (g/cm^3) .

ρ : الكثافة الظاهرية .

وأما حساب المسامية (Porosity) فقد استعملت العلاقة الآتية :

$$P = 1 - \frac{\rho}{\rho_{X-ray}} \times 100\% \qquad \dots\dots\dots (6-3)$$

$\rho_{X\text{-}ray}$: الكثافة النظرية .

P : المسامية .

الفصل الرابع

النتائج والمناقشة

والاستنتاجات

(1-4) المقدمة Introduction

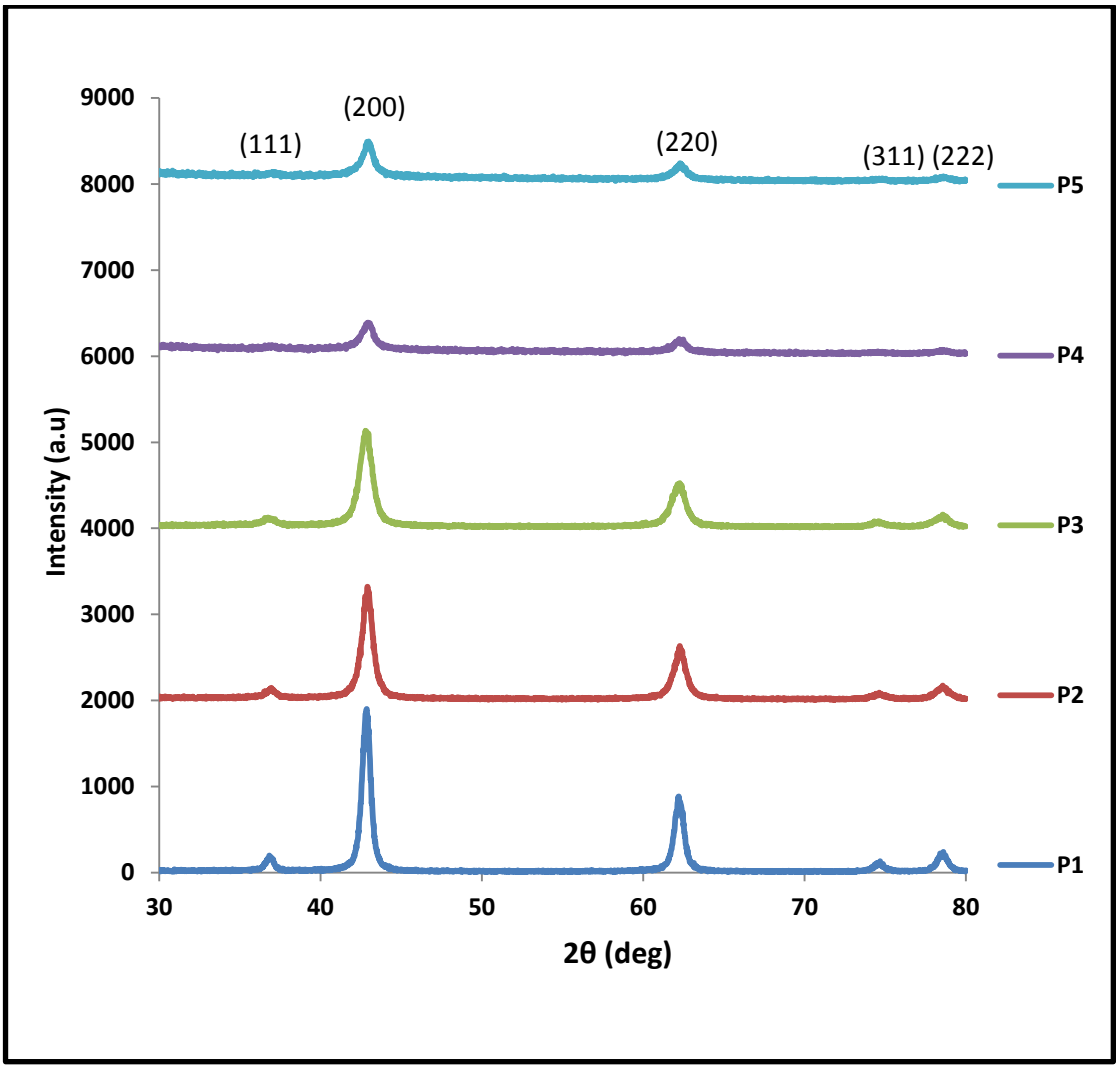
يستعرض هذا الفصل نتائج الفحوصات التركيبية والكهربائية والمغناطيسية ومناقشتها لجميع العينات المحضرة لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النقي والمشوب بأيون الحديد(Fe^{+2}) وايون السيريوم (Ce^{+4}) ولجميع التراكيز المولية، وكذلك دراسة تأثير التشويب على الخواص التركيبية والمغناطيسية والكهربائية ومناقشة النتائج .

(2-4) دراسة تأثير اضافة حامض الستريك كوقود في تحضير اوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي على الخصائص التركيبية

تمت دراسة الخواص التركيبية للمساحيق المحضرة بواسطة تقنية حيود الأشعة السينية والمجهر الالكتروني الماسح (SEM) لغرض تشخيص تركيبها البلوري ومعرفة مدى تأثير نسبة حامض الستريك كوقود على الخصائص التركيبية ومناقشة النتائج .

(1-2-4) فحص حيود الاشعة السينية لعينات مجموعة (P)

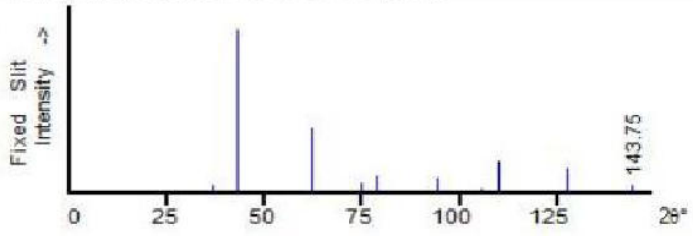
تم تحضير خمس عينات المتمثلة بالمجموعة (P) من اوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي باستعمال تراكيز مختلفة من حامض الستريك المستخدم كوقود باستخدام طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وكما تمت الاشارة سابقاً لم يسبق استعمال حامض الستريك كوقود لطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي عند تحضير MgO النانوي وتمت الكلسنة بدرجة حرارة 600 C° لمدة 2h ، ولتحديد افضل نسبة مولارية للوقود المستعمل (حامض الستريك) اجري فحص للعينات المحضرة من خلال حيود الأشعة السينية (XRD) وان الشكل(4-1) يوضح انماط حيود الأشعة السينية للمجموعة (P) التي ترمز لعينات MgO النقي وبتراكيز مختلفة من حامض الستريك .



الشكل (4-1) يوضح انماط حيود الأشعة السينية للمجموعة (P)

45-0946 Quality: *
CAS Number:
Molecular Weight: 40.30
Volume[CD]: 74.68
Dx: 3.585 Dm: 3.560
S.G.: Fm3m (225)
Cell Parameters:
a 4.211 b c
α β γ
SS/FOM: F10=101(.0099, 10)
I/Icor: 1.0
Rad: CuKa1
Lambda: 1.5405981
Filter: Ge
d-sp: diffractometer
Mineral Name:
Periclase, syn

Mg O
Magnesium Oxide
Ref: Kern, A., Doetzer, R., Eysel, W., Mineralogisch-Petrographisches Inst., Univ. Heidelberg, Germany, ICDD Grant-in-Aid, (1993)



2θ	int-f	h	k	l	2θ	int-f	h	k	l	2θ	int-f	h	k	l
36.936	4	1	1	1	78.628	10	2	2	2	127.27	14	4	2	2
42.916	100	2	0	0	94.048	8	4	0	0	143.74	4	5	1	1
62.302	39	2	2	0	105.73	2	3	3	1					
74.689	5	3	1	1	109.76	19	4	2	0					

الشكل (4-2) يوضح ملف (JCPDS) لأوكسيد المغنيسيوم ذي الرقم (45-0946)

يلاحظ من انماط حيود الاشعة السينية (XRD) لعينات المجموعة (P) ان الذروات الثلاث الاعلى شدة لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) واضحة ضمن المدى الزاوي (30° -80°) تعود للسطوح البلورية (200) (220) (222) على التوالي، وهذه القمم تشيرالى طبيعة التركيب البلوري متعدد التبلور (Polycrystalline) وذي تركيب مكعب متمركز الاوجه (fcc) ووجد مطابقاً لبطاقة (JCPDS Card No : 45-0946) كما موضحة في الشكل (4-2) وقد تبين ان زيادة نسبة الوقود (حامض الستريك) تؤدي الى تقليل شدة القمم في نمط حيود الاشعة السينية ويعزى ذلك الى زيادة نسبة الوقود التي تؤدي الى زيادة الشوائب المتكونة من عملية الاحتراق التلقائي، ولوحظ ايضاً ان اكبر عرض كان عند منتصف شدة الذروة (FWHM) للعينة (P_3) وهذا يدل على انها تمتلك اصغر حجم حبيبي، اذ يزداد عرض منتصف الشدة (FWHM) بنقصان الحجم الحبيبي وهذا يتفق مع ما توصل اليه العديد من الباحثين مثل [21].

(4-2-2) فهرسة حيود الاشعة السينية للمجموعة (P)

تمت فهرسة اطياف حيود الاشعة السينية السابقة الذكر للقمم ذات الشدة العالية المبينة في الشكل (4-1) وذلك للحصول على معاملات ميلر وثابت الشبيكة للعينات وبالطريقة الرياضية للفهرسة ، ويبين الجدول (4-1) كيفية اجراء عملية الفهرسة لطيف حيود الاشعة السينية، حيث تشير θ_{min} الى اصغر زاوية بطيف الحيود .

جدول (4-1) فهرسة حيود الاشعة السينية للعينة (P_1) بالطريقة الرياضية يدوياً.

No	2θ	$Sin^2\theta$	1× ($Sin^2\theta/Sin^2\theta_{min}$)	2× ($Sin^2\theta/Sin^2\theta_{min}$)	3× ($Sin^2\theta/Sin^2\theta_{min}$)	$h^2+k^2+l^2$	hkl	a(Å)	d(Å)
1	42.8309	0.1333	1.3343	2.6686	4.0029	4	(200)	4.219	2.109
2	62.1902	0.2666	2.6696	5.3393	8.0088	8	(220)	4.218	1.491
3	78.4922	0.4002	4.01	8.02	12.03	12	(222)	4.217	1.217

ومنه يمكن الحصول على ثابت الشبيكة (a) وذلك بأنه يؤخذ معدل لقيم (a) التي تم الحصول عليها وبالطريقة نفسها تتم فهرسة جميع العينات المحضرة ، ومن خلال معادلة (2-15) والتي تعود للنظام المكعب، وان الجدول (4- 2) يوضح قيم معدل ثابت الشبيكة للمجموعة (P).

الجدول (4-2) يوضح قيم معدل ثابت الشبيكة للمجموعة (P)

Samples	Molar ratio of Citric Acid (M)	a_{ave} (Å)
P_1	0.5	4.2185
P_2	0.6	4.2157
P_3	1	4.2213
P_4	1.75	4.2151
P_5	2	4.2133

يلاحظ من خلال الجدول (4-2) ان معدل ثابت الشبيكة للعينة (P_5) هي افضل قيمة عند مقارنتها مع بطاقات (JCPDS Card) القياسية ، ولوحظ ايضا ان معدل ثابت الشبيكة يقل عند زيادة تركيز حامض الستريك ويعزى ذلك الى الاجهاد المتولد الذي يؤدي الى انضغاط الشبيكة.

(4-2-3) حساب الحجم الحبيبي للعينات مجموعة (P)

تم حساب الحجم الحبيبي بطريقتين :

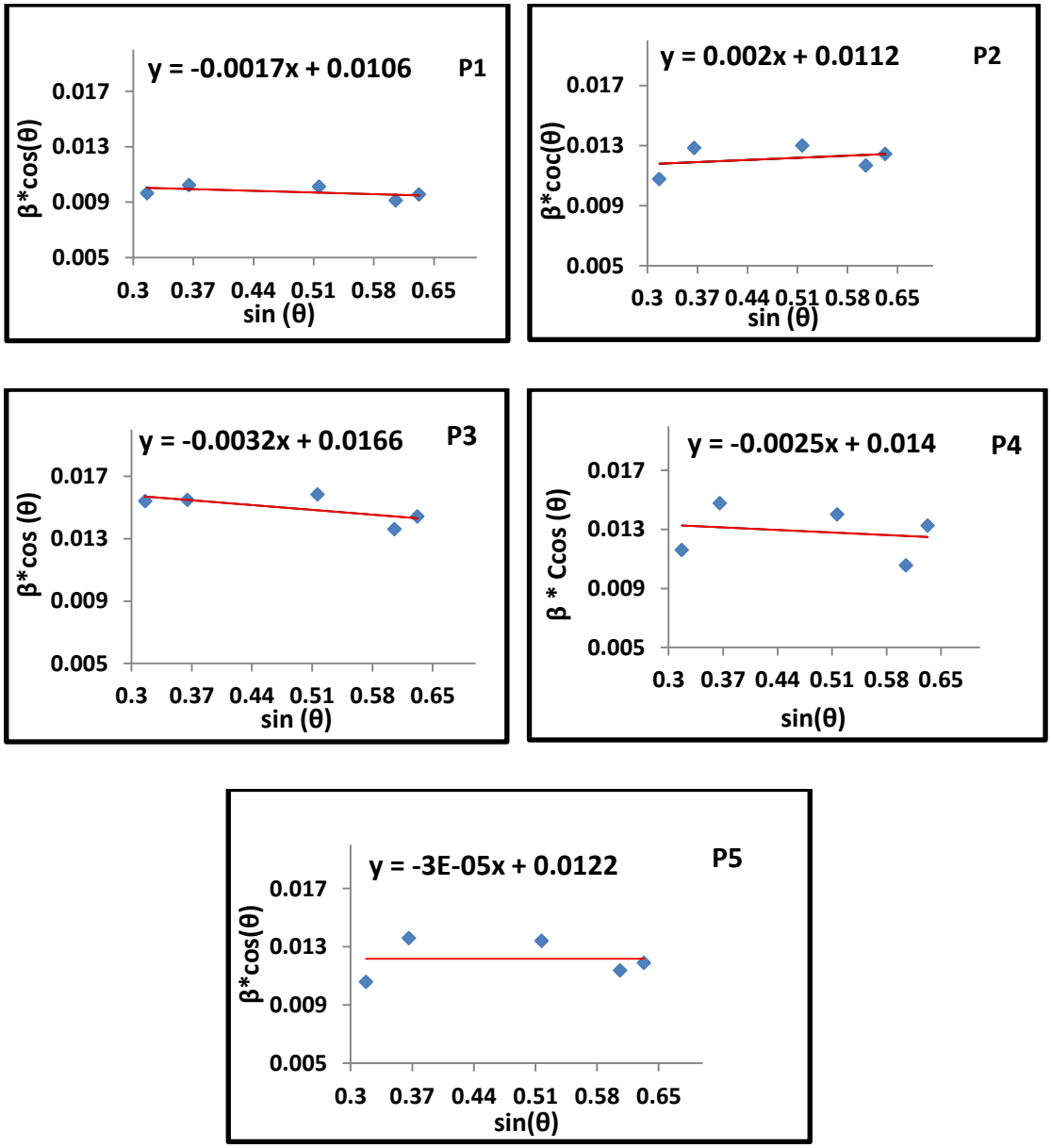
(4-2-3-1) حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة ديباي – شيرر

تمَ حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة ديباي شرر رقم (2-11) لعينات المجموعة (P) المحضرة، من خلال عرض منتصف شدة الذروة (FWHM) للقمم التي تمتلك اعلى شدة (200) و(220) و (222) ، وقد وجد ان المسحوق الناتج يمتلك حجم حبيبي بالمدى النانوي ، وقد ادرجت النتائج في الجدول رقم (4-3).

(4-2-3-2) حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة وليامسون – هول (W-H)

تم حساب معدل الحجم الحبيبي باستعمال معادلة وليامسون – هول (Williamson-Hall) (W-H) لعينات مجموعة (P) المحضرة وفق المعادلة (2-12)، التي تأخذ بنظر الاعتبار الاجهاد الداخلي الذي يعد كمقياس لتشوه التركيب البلوري نتيجة الاجهاد الناشئ في البلورة مما يتسبب في تشوه الشبيكة، ويمكن تحليل عرض القمة من خلال تأثير الاجهادات الداخلية للشبيكة، فالقيمة السالبة للانفعال الداخلي تدل على انضغاط الشبيكة الذي يؤدي الى تقليل

المسافة بين مستويات السطوح (d) اي انكماش الشبيكة، اما القيمة الموجبة فأنها تدل على اتساع الشبيكة اي وجود تباعد بين مستويات السطوح (d).ومن خلال رسم مخطط بياني بين (β cosθ) على محور الصادات و(sinθ) على محور السينات كما هو موضح في الشكل (4-3) ، ومن خلال القطع الذي يساوي (kλ/D) يمكن حساب معدل الحجم الحبيبي وان الجدول رقم (4-3) يوضح النتائج المحسوبة لقيمة الانفعال المجهري (ε) والحجم الحبيبي.

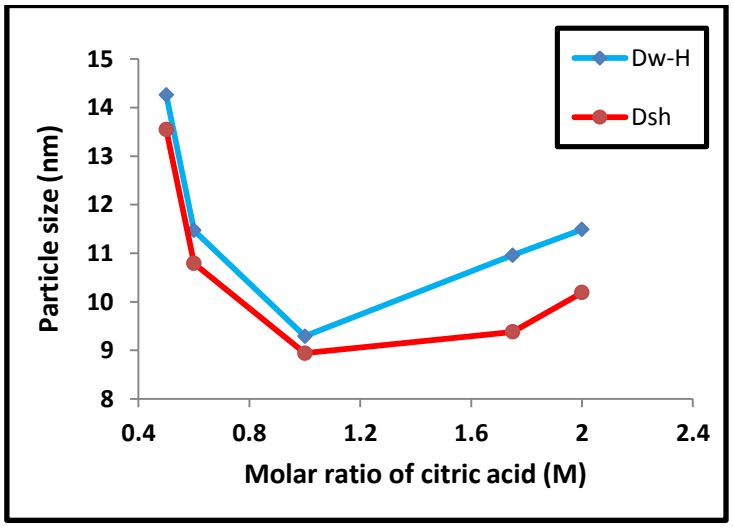


الشكل (4-3) حساب الحجم الحبيبي والانفعال المجهري من ومعادلة (وليامسون – هول) لعينات المجموعة (P)

الجدول (4-3) يوضح الحجوم الحبيبية حسب معادلتي (ديباي – شيرر) و (وليامسون – هول) والانفعال المجهري للمجموعة (P)

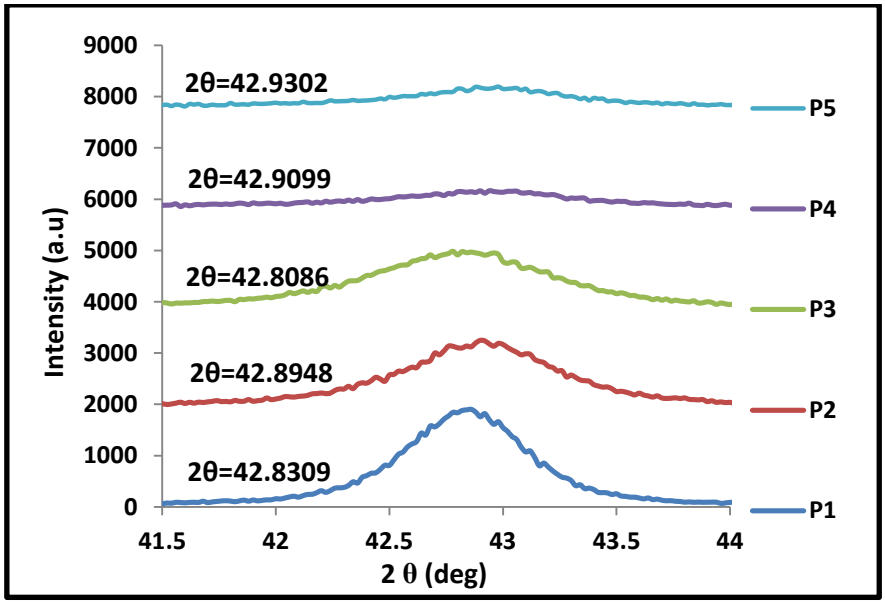
Samples	Molar ratio (Nitrate: Citric Acid) M	D_{Sh} (nm)	D_{W-H} (nm)	Micro Strain(ε) $*10^{-3}$
P_1	1:0.5	13.55	14.26	-0. 425
P_2	1:0.6	10.79	11.47	0. 5
P_3	1:1	8.94	9.29	-0. 8
P_4	1:1.75	9.38	10.96	-0. 625
P_5	1:2	10.19	11.49	-0.0075

نلاحظ من خلال الجدول (4-3) ان افضل نسبة هي M (1:1) (وقود: املاح) لانها اعطت اصغر حجم حبيبي، كما يلاحظ تناقص وتزايد حجم الحبيبات النانوية عند زيادة تركيز حامض الستريك (كوقود) على الرغم ان جميع العينات مكلسنة بدرجة حرارة 600 ^{o}C لمدة ساعتين ويمكن أن يعزى ذلك الى عدة عوامل منها درجة حرارة اللهب اي ان كمية الوقود غيرمناسبة لعملية الاحتراق التلقائي او ان كمية الامونيا المضافة لتعديل الدالة الحامضية غيرمناسبة وان هذين العاملين يؤثران بشكل كبيرعلى حجم الحبيبات النانوية وهيكلية البلورة ومورفولوجية المسحوق الناتج [82] .



الشكل(4-4) الفرق بين الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة (ديباي–شيرر) ومعادلة (وليامسون – هول)

من الشكل (4-3) يتبين ان الحجوم الحبيبية المحسوبة باستعمال معادلة وليامسون- هول (Williamson-Hall) اكبر من الحجوم الحبيبية المحسوبة باستعمال معادلة ديباي شرر (Debye-Scherer) وذلك لان وليامسون- هول (Williamson-Hall) اخذ بنظر الاعتبار الانفعال الداخلي للشبيكة ومن خلال الجدول (4-3) لوحظ ان الانفعال الداخلي المحسوب لجميع العينات يكون بالقيمة السالبة ما عدا عينة (P_2) الانفعال الداخلي تكون بالقيمة الموجبة[82] .



الشكل (4-5) نمط الحيود لعينات مجموعة (P) للقمة الاعلى شدة (200)

من خلال الشكل (4-5) الذي يمثل طيف حيود الاشعة السينية للقمة الاعلى شدة (200) لجميع عينات المجموعة (P) ، يلاحظ اتساع القمة للعينتين (P_3,P_4 ,P_5) ويعزى ذلك الى صغر حجم الحبيبات النانوية.

(4-2-4) حساب الكثافة النظرية والمساحة السطحية (S.A) للجسيمات النانوية

تم حساب المساحة السطحية لعينات المجموعة (P) من قيمة حجم الحبيبي المحسوبة بطريقة (Scherrer) وطريقة (Williamson-Hall) وباستخدام المعادلة (2-17) ولوحظ ان المساحة السطحية (S.A) للجسيمات النانوية تقل بزيادة الحجم الحبيبي، وكذلك تم حساب الكثافة النظرية وباستخدام معادلة (2-16) ومن خلال النتائج التي تم الحصول عليها وجد بان زيادة تركيز الحامض يؤدي الى تزايد وتناقص في قيمة الكثافة النظرية ويرجع ذلك الى زيادة وتناقص في الحجم الحبيبي، وقد ادرجت النتائج في الجدول رقم (4- 4).

الجدول (4- 4) يوضح قيم المساحة السطحية والكثافة النظرية .

Samples	$(S.A)_{SH}$ (m^2/g)	$(S.A)_{W-H}$ (m^2/g)	ρ_{x-ray} (g/cm^3)
P_1	123.619	117.464	3.582
P_2	155.718	146.486	3.571
P_3	187.889	180.81	3.572
P_4	179.729	153.819	3.559
P_5	165.072	146.395	3.567

(5-2-4) حساب عامل التشكيل للعينات مجموعةP Texture Coefficient

تم حساب عامل التشكيل (Tc) باستعمال معادلة (2-18) لثلاثة سطوح بلورية (hkl) ولجميع عينات المجموعة (P) ، وقد ادرجت النتائج التي تم الحصول عليها في الجدول (4-5) .

الجدول (4-5) قيم عامل التشكيل لعينات المجموعة (P)

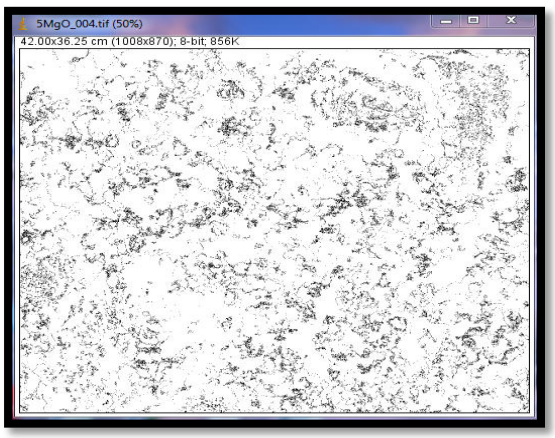
Samples	$Tc_{(200)}$	$Tc_{(220)}$	$Tc_{(222)}$
P_1	0.91477	1.07896	1.00625
P_2	0.91477	1.07896	1.00625
P_3	0.92930	1.04845	1.02223
P_4	0.92930	1.04845	1.02223
P_5	0.90838	1.00155	1.09006

وقد يتبين من خلال النتائج ان تركيز حامض الستريك المستعمل كوقود للاحتراق له دور في تغيير عامل التشكيل ، كما لوحظ وجود توجيه تفضيلي طفيف لنمو البلورة عند المستويات (222)، (220) ، وقلة طفيفة على طول المستويات الاخره (200) ، ويعزى سبب ذلك الى

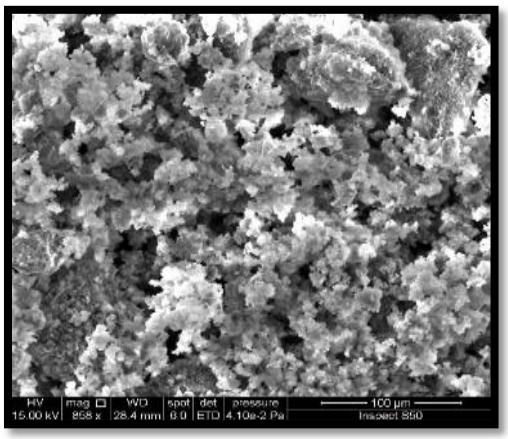
اختلاف التركيز المولاري للحامض المستعمل ، وكما يلاحظ ان جميع العينات تمتلك تقريبا عامل تشكيل مثالي ، حيث يقترب عامل التشكيل فيها من (1) للسطحين (220) و(222) اما السطح (200) فيعاني من قلة نمو ويعود سبب ذلك الى الطاقة العالية التي يتطلبها نمو هذا السطح[73].

(6-2-4) فحوصات المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه للعينات(P_1 ,P_3 ,P_4)

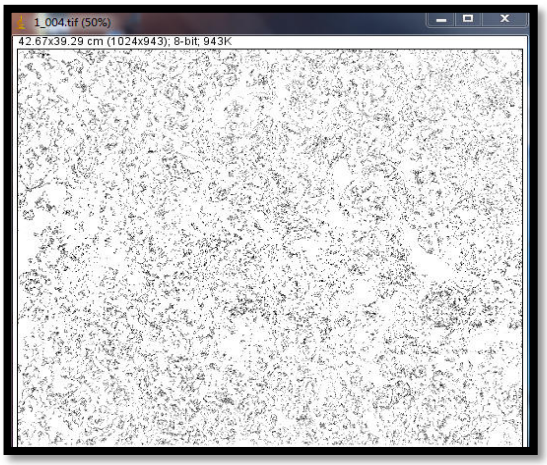
تم فحص الحبيبات لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النانوي للعينات (P_4, P_3,P_1) ذات التركيز المولاري (حامض – املاح) بنسبة M (1:0.5) و M (1:1) و M (1:1.75) على التوالي ، بواسطة المجهر الالكتروني الماسح (SEM) بالمقياس المايكروي نظرا لمحدودية قدرة الجهاز التحليلية، وان الشكل (6-4) (A,B,C) يوضح صور(SEM) وكذلك تحليل الصوربرنامج (Image-J).



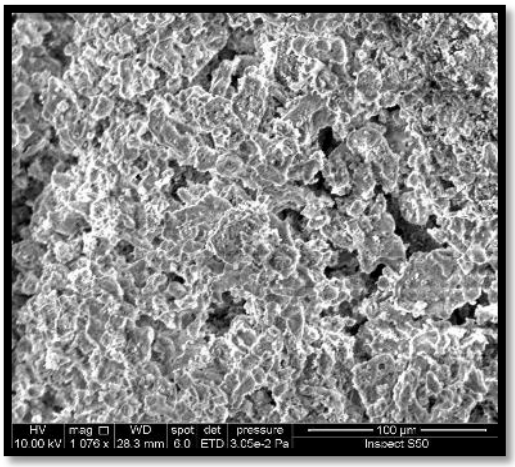
a. صورة العينة P_1 بعد التحليل ببرنامج (Image-J)



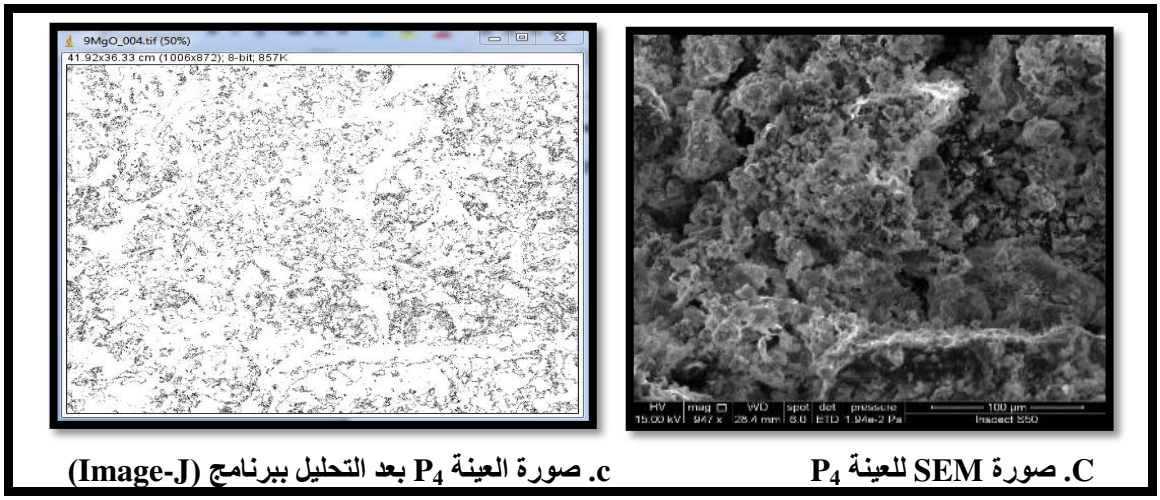
A. صورة SEM للعينة P_1



b. صورة العينة P_3 بعد التحليل ببرنامج (Image-J)



B. صورة SEM للعينة P_3



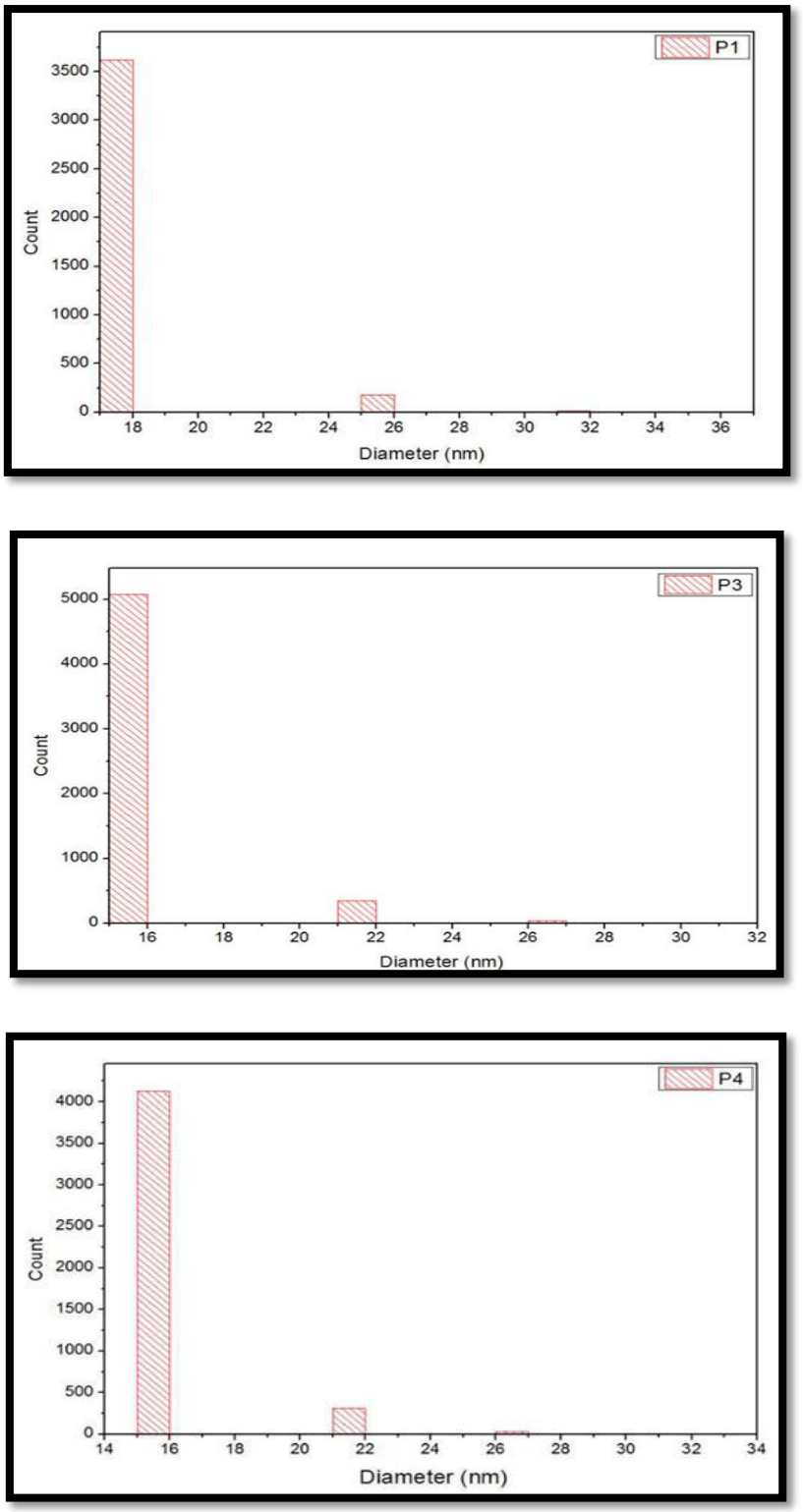
C. صورة SEM للعينة P_4 c. صورة العينة P_4 بعد التحليل ببرنامج (Image-J)

الشكل (4-6) صور المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وصور تحليل ببرنامج (Image-J)

الشكل (4-6) (A,B,C) يبين صورة (SEM) للعينات (P_1,P_3,P_4) اذ تظهر وجود كتل متجمعة (تكتل قوي) (Strong Aggregation) للحبيبات ويعزى التكتل الحاصل لعدة اسباب :

- ظروف عملية التحضير (سرعة الخلط).
- محدودية قدرة التكبير لجهاز (SEM) المستخدم ، فان رؤية شكل الجسيمات النانوية لبعض العينات بشكل واضح يتطلب قوة تكبير عالية وهذا غيرمتوفر حالياً [83].

تم تحليل الصور المأخوذة من جهاز(SEM) بواسطة البرنامج (Image-J) (رقم الاصدار 1.49b تاريخ الاصدار 2014/9/5) الذي يعمل على توضيح انتشار الحبيبات النانوية وتحديد حجومها كما هو موضح في الشكل (4-6) (a,b,c)، ومن خلال تحليل الصورتم تحديد الحجوم الحبيبية وباستعمال معادلة (4-3) اجري حساب معدل الحجم الحبيبي.

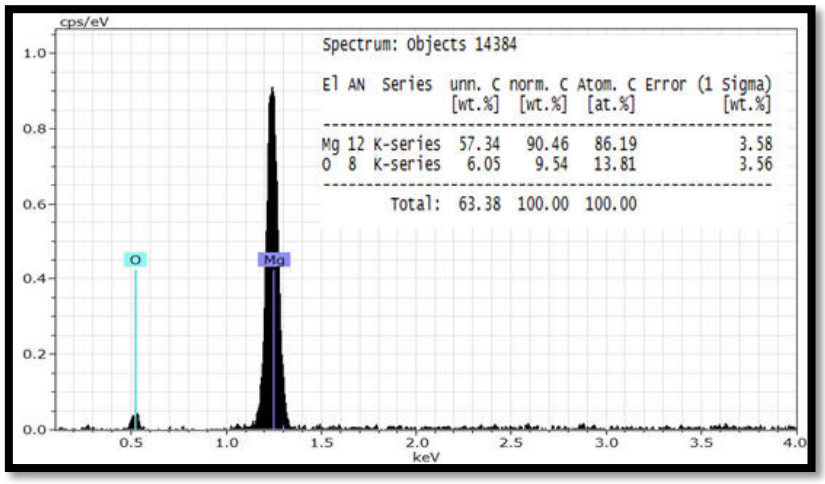


الشكل (4-7) يوضح توزيع الحجم الحبيبي للعينات P_4, P_3, P_1 المأخوذة من تحليل الصور ببرنامج (Image-J)

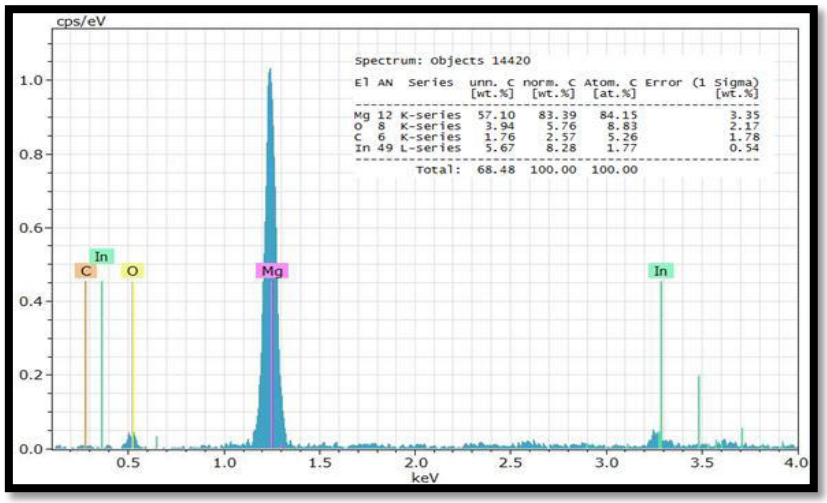
بعد رسم النتائج التي حصلت عليها من البرنامج (Image-J) واخذ المعدل لجميع حجوم الحبيبات وجدت ان معدل الحجم الحبيبي للعينة P_1 هو (18.37nm) وللعينة P_3

هو (15.96nm) وللعينة P_4 هو (15.59 nm)، وان الشكل (4-7) يوضح اقطار الحبيبات النانوية للعينات (P_4, P_3,P_1) المأخوذة من تحليل الصور ببرنامج (Image-J) .

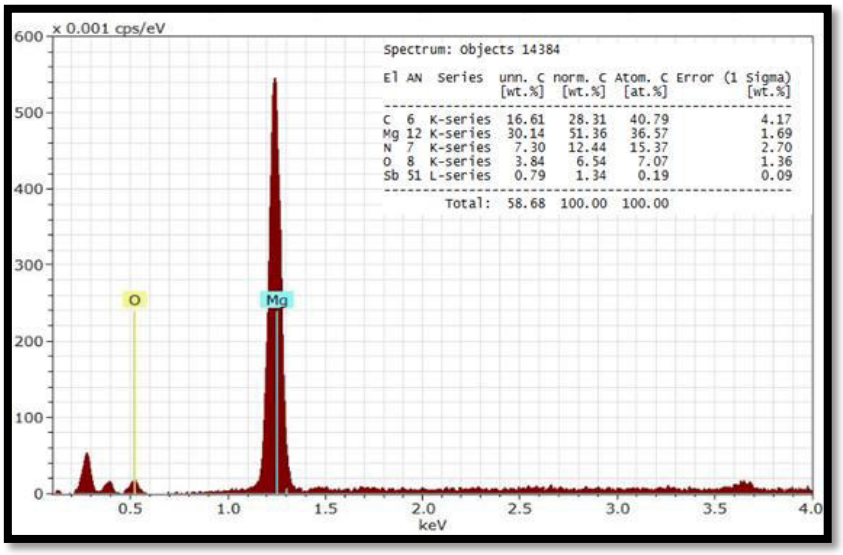
وللتأكد من العناصر المكونة للعينات المحضرة فقد تم الفحص بجهاز (EDX) الملحق بجهاز (SEM) الذي يظهر وجود عناصر المركب حسب نسبها الوزنية والذرية، وكما هو موضح بالشكل (4-8) .



a. صورة (EDX) للعينة P_1



b. صورة (EDX) للعينة P_3



c. صورة (EDX) للعينة P_4

الشكل (4-8) يوضح فحص (EDX) مع النسب الوزنية والذرية للعينات P_4, P_3, P_1

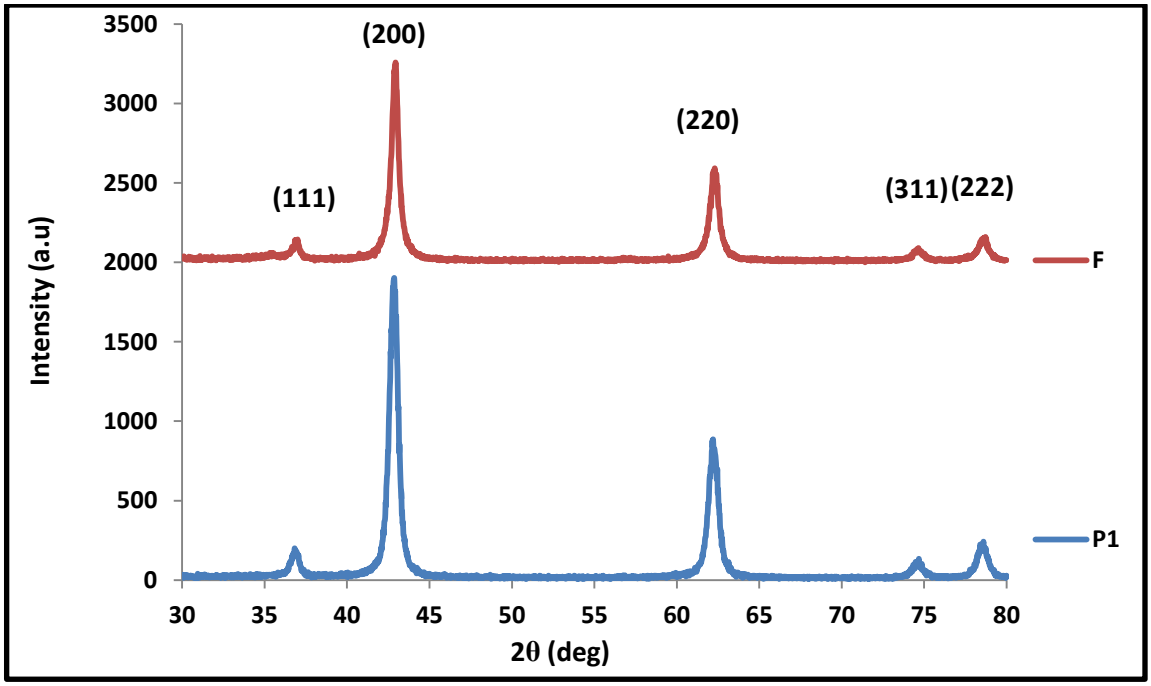
حددت نقاوة العينات المحضرة بواسطة مطياف (EDX) حيث يكشف الشكل (4-8) للعينات (P_1, P_3, P_4) عن ظهور قمة عالية لعنصر المغنيسيوم عند الطاقة (1.25 KeV) وظهور قمة صغيرة لعنصر الاوكسجين عند الطاقة (0.525 KeV) ، كما يلاحظ وجود بعض الشوائب في العينتين P_3 و P_4، مثل الكاربون وقد يرجع سبب ذلك الى كونه من مخلفات الاحتراق اي ان كمية الوقود غير مناسبة لعملية الاحتراق التلقائي او لعدم نقاوة المواد المستخدمة في التحضير، اما العينة P_1 فتعد افضل عينة لانها ذات نقاوة عالية ولا تحتوي على شوائب لذا تم اختيارها من حيث نسبة تركيز الوقود لتحضير العينات المطعمة .

(3-4) دراسة الخواص التركيبية والمورفولوجية للمركب النانوي ($Mg_{0.95}$ O $Fe_{0.05}$) (X =0.05) المحضر بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي.

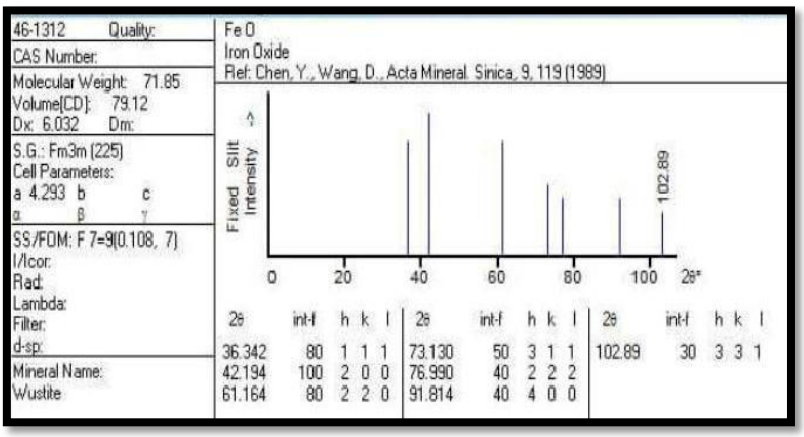
تم تحضير عينة واحدة (F) للمركب النانوي ($Fe_{0.05}$ $Mg_{0.95}$ O) باستعمال طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وتمت الكلسنة بدرجة الحرارة (600 ^{o}C) لمدة (2h)، وبعدها اجريت عدة فحوصات منها التركيبية بتقنية حيود الاشعة السينية (XRD) وفحص المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وفحص المجهر الضوئي وذلك لمعرفة تأثير ايون الحديد على الخواص التركيبية لأوكسيد المغنيسيوم (MgO) ومن ثم مناقشة النتائج .

(1-3-4) فحص حيود الاشعة السينية للعينة (F)

اظهرت نتائج فحص حيود الاشعة السينية (XRD) لأوكسيد المغنيسيوم المشوب بأيون الحديد ($Mg_{0.95}OFe_{0.05}$) على انه متعدد التبلور (Polycrystalline) وذو تركيب مكعب متمركز الأوجه (fcc) وان الشكل (4-9) يوضح ظهور قمم جديدة تعود لأوكسيد الحديد (FeO) لكنها ملتصقة تقريباً مع MgO بسبب تقارب مواقعها ومطابقتها للملف (JCPDS Card No: 46-1312) كما موضح في الشكل (4-10)، وقد تبين ان التشويب بأيون الحديد يؤدي الى تغير في شدة القمم لانماط حيود الاشعة السينية بعد مقارنتها بأوكسيد المغنيسيوم (MgO) النقي .



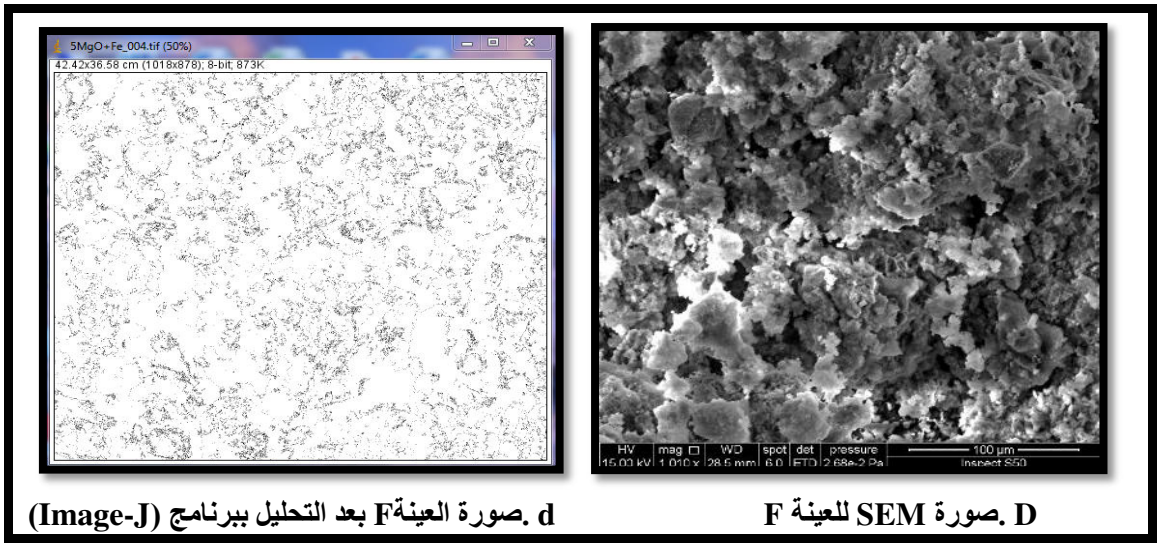
الشكل (4-9) يوضح انماط الحيود الأشعة السينية للعينات (P_1,F)



الشكل (4-10) يوضح ملف (JCPDS)لأوكسيد الحديد ذي الرقم (46-1312)

(2-3-4) فحوصات المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه للعينة (F)

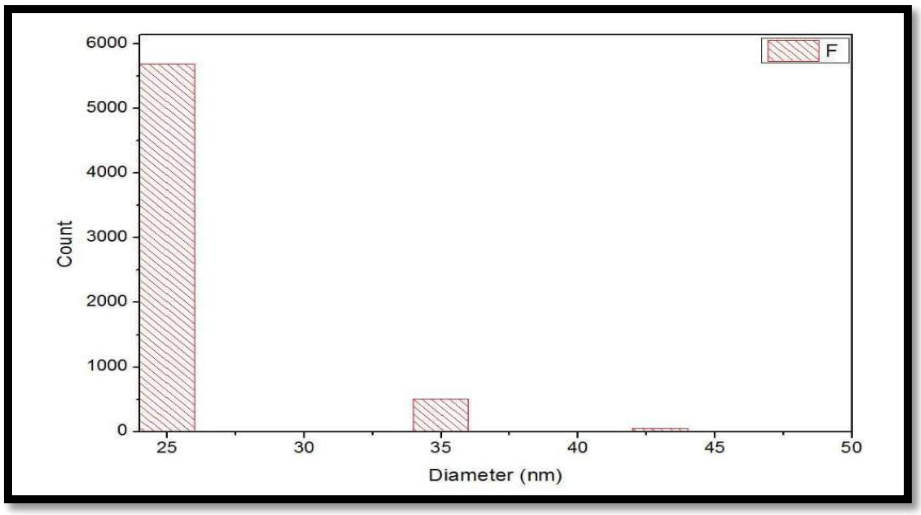
تم فحص اوكسيد المغنيسيوم المشوب بأيونات الحديد ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) باستعمال تقنية المجهر الالكتروني الماسح وقد اخذت الصورة بالمقاييس المايكروية وذلك نظرا لمحدودية قدرة التحليل للجهاز المستعمل، وان الشكل رقم (4-11) يمثل التوزيع الحبيبي للعينة المفحوصة وتحليل الصور ببرنامج (Image-J).



D .صورة SEM للعينة F d .صورة العينةF بعد التحليل ببرنامج (Image-J)

الشكل (4-11) صورة المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وصورة تحليل ببرنامج (Image-J)

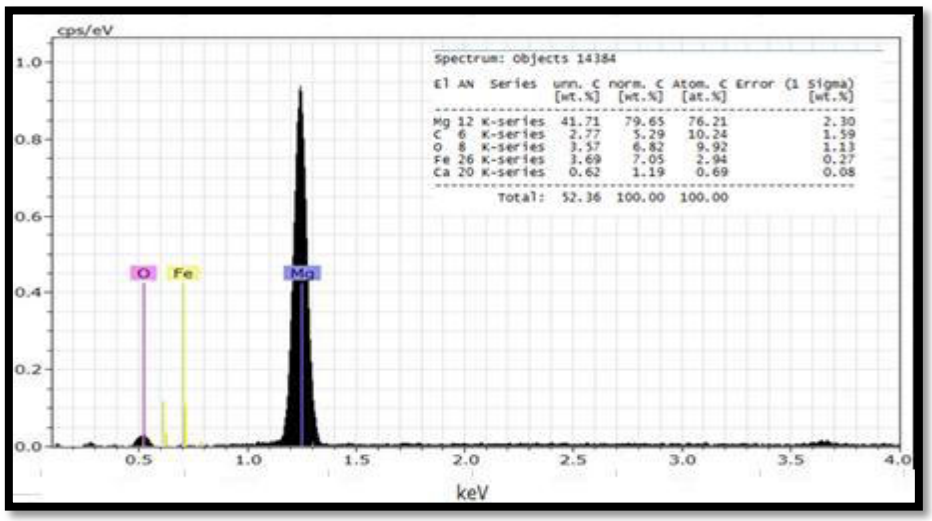
الشكل (4-11) D يظهر صورة (SEM) للعينة المحضرة اذ تظهر وجود تكتل سببه كما قد ذكر آنفا . وقد تم تحليل الصورالمأخوذة في جهاز (SEM) بواسطة البرنامج (Image-J) الذي يعمل على توضيح انتشار الحبيبات النانوية وتحديد حجومها كما هو موضح في الشكل (4-11) (d)، ومن خلال تحليل الصورتم تحديد الحجوم الحبيبية ،وباستعمال معادلة (4-3) تم حساب معدل الحجم الحبيبي.



الشكل (4-12) يوضح توزيع الحجم الحبيبي للعينة F المأخوذة من تحليل الصورة ببرنامج (Image-J) .

بعد رسم النتائج التي حصلت عليها من البرنامج (Image-J) واخذ المعدل لجميع الحجوم الحبيبات وجدت ان معدل الحجم الحبيبي للعينة F هو (17.116nm)، وان الشكل (4-12) يوضح اقطار الحبيبات النانوية للعينة F المأخوذة من تحليل الصورة ببرنامج (Image-J) .

وللتعرف على العناصر المكونة للمركب ($Fe_{0.05}Mg_{0.95}O$) فقد تم فحص (EDX) الملحق بجهاز (SEM) الموضح بالشكل (4-13) اذ يظهر عناصر المركب حسب نسبها الوزنية والذرية .



الشكل (4-13) يوضح فحص (EDX) للعينة F

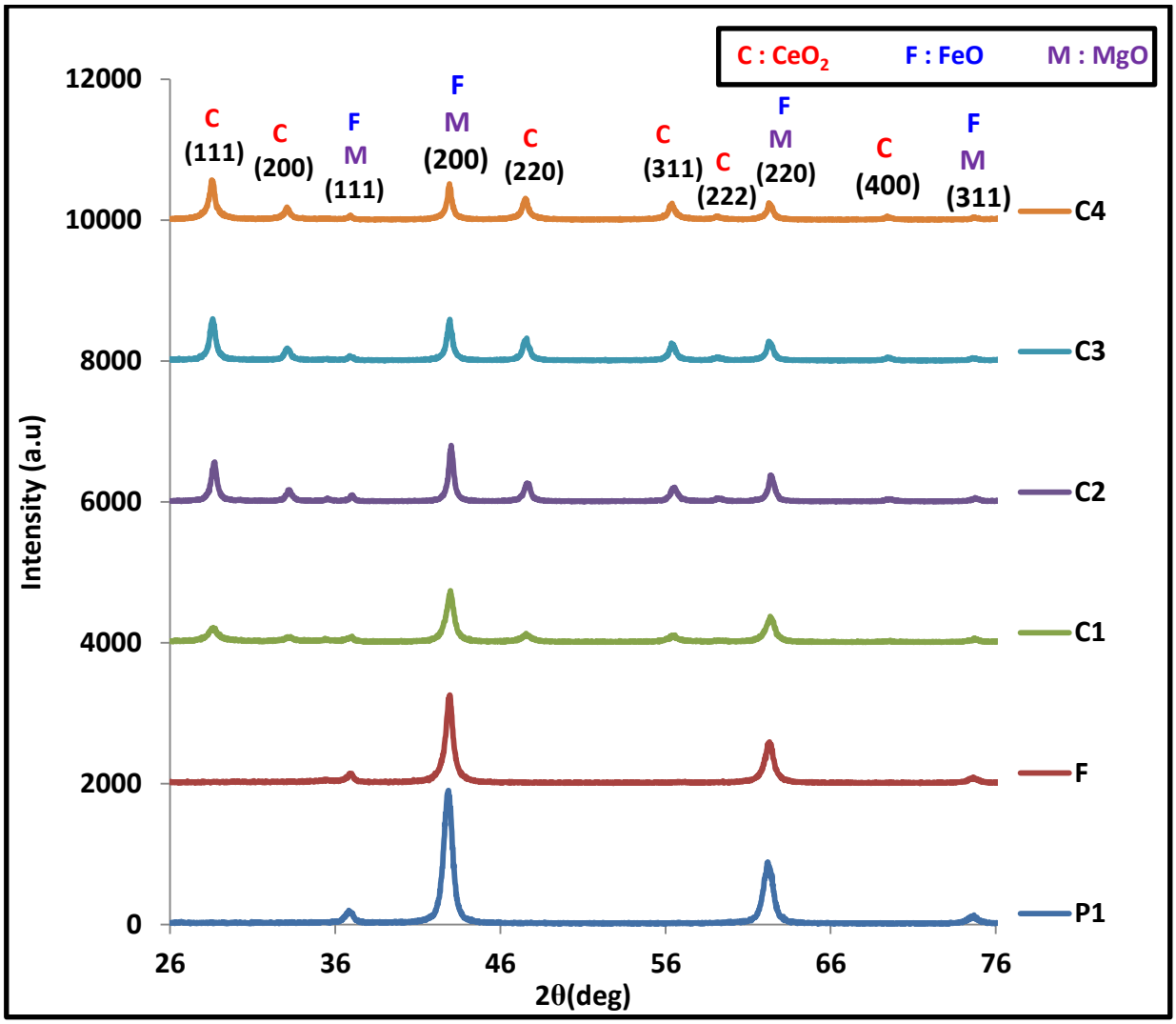
حددت نقاوة العينات المحضرة بواسطة مطياف (EDX) حيث يظهر الشكل (4-21) للعينة (F) ظهور قمة عالية لعنصر المغنيسيوم عند الطاقة (1.25 KeV) وقمم صغيرة تعود الى عنصر الاوكسجين عند الطاقة (0.525 KeV) وعنصر الحديد عند الطاقة (0.705 KeV) ، كما هو موضح في الشكل (4-31) .

(4-4) دراسة الخواص التركيبية للمركب النانوي ($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) ($0.025 \leq x \leq 0.1$)المحضر بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي

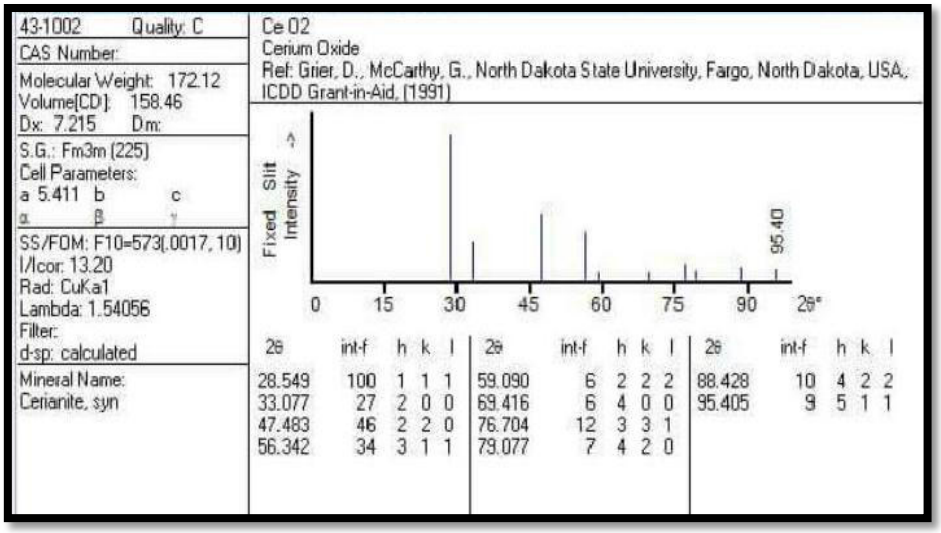
تم تحضير اربع عينات متمثلة في المجموعة (C) للمركب النانوي($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) غير المحضر سابقاً وباستعمال طريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وبنسب مولية، (X= 0.025, 0.05, 0.075, 0.1) ، وتمت الكلسنة بدرجة الحرارة 600 C° لمدة 2h ، حيث تم دراسة الخواص التركيبية باستعمال تقنية حيود الاشعة السينية (XRD) وفحص المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وقياس الكثافة الظاهرية والمسامية وذلك لغرض معرفة تأثير ايوني السيريوم والحديد على الخواص التركيبية ، ومن ثم نوقشت النتائج التي تم الحصول عليها.

(4-4-1) فحص حيود الاشعة السينية للعينات مجموعة (C)

بينت نتائج فحوصات حيود الأشعة السينية (XRD) أن المساحيق التي تم الحصول عليها ذات تركيب متعدد التبلور(Polycrystalline) وشكل مكعب متمركز الأوجه(fcc) حيث يلاحظ من خلال الشكل (4-14) لانماط حيود الاشعة السينية لعينات المجموعة (C) وجود قمم جديدة تعود لأوكسيد الحديد (FeO) واوكسيد السيريوم (CeO_2) بعد مقارنتها مع بطاقات بيانات (JCPDS) الموضحة في الملحق وجدنا تطابقاً للملف (JCPDS Card No: 45-0946) الخاصة بأوكسيد المغنيسيوم (MgO)، وانها بينت بعض الأنماط عند مقارنتها مع الملف (JCPDS Card No: 46-1312) التابع لأوكسيد الحديد(FeO)، اما بالنسبة لأوكسيد السيريوم (CeO_2) فقد وجد تطابقاً للملف (JCPDS Card No: 43-1002) المعروض في الشكل (4-15).



الشكل (4-14) يوضح انماط حيود الأشعة السينية لمجموعة (C)



الشكل (4-15) يوضح ملف(JCPDS)لأوكسيد السيريوم ذي الرقم (43-1002)

يلاحظ من خلال الشكل (4-15) تغير في شدة القمم وخصوصا القمة (200) وبروز ذروات بشدات أعلى تعود لاوكسيد السيريوم وخاصة عند (111) ويلاحظ ايضا ان شدة القمم الجديدة تزداد بينما وتقل شدة قمم اوكسيد المغنيسيوم بزيادة نسبة التشويب وهذا مما يؤكد على دخول ذرات المادة المشوبة للتركيب البلوري ولم يحدث تغيير في الطورلأوكسيد المغنيسيوم، كما ان عرض القمة (FWHM) تقل بزيادة التشويب وذلك بسبب اختلاف الحجم الايوني او نصف القطر الايوني، لأيوني (Mg^{+2})،(Ce^{+4})، اي ان نصف قطر ايون السيريوم اكبر من نصف قطر ايون المغنيسيوم مما يسبب زيادة بالحجم الحبيبات [27].

(4-4-2) فهرسة حيود الاشعة السينية

تمت فهرسة اطياف حيود الاشعة السينية باستعمال الطريقة الرياضية للفهرسة، وذلك للحصول على معاملات ميلر وثابت الشبيكة للقمم الظاهرة في طيف حيود الاشعة السينية ويبين الجدول (4-6) كيفية اجراء عملية الفهرسة لطيف حيود الاشعة السينية لعينات المجموعة (C).

الجدول (4-6) فهرسة حيود الاشعة السينية للعينة (C_1) بالطريقة الرياضية

No	2θ	$Sin^2\theta$	1× ($Sin^2\theta/Sin^2\theta_{min}$)	2× ($Sin^2\theta/Sin^2\theta_{min}$)	3× ($Sin^2\theta/Sin^2\theta_{min}$)	$h^2+k^2+l^2$	hkl	d(Å)	a(Å)
1	42.970	0.134	1.338	2.676	4.014	4	(200)	2.103	4.206
2	62.336	0.267	2.673	5.346	8.019	8	(220)	1.488	4.208
3	78.723	0.402	4.0142	8.028	12.042	12	(222)	1.214	4.205

بالطريقة نفسها تم فهرسة جميع العينات المحضرة، ومن خلال معادلة (2-12) العائدة للنظام المكعب يمكن من خلالها حساب قيمة ثابت الشبيكة (a) ، والجدول (4-7) يوضح قيم معدل ثابت الشبيكة للمجموعة(C).

الجدول (4-7) يوضح قيم معدل ثابت الشبيكة للمجموعة(C)

Samples	Ce Concentration	$a_{ave.}$ (Å)
C_1	0.025	4.2077
C_2	0.05	4.2055
C_3	0.075	4.2036
C_4	0.1	4.1999

يلاحظ من الجدول (4-7) ان ثابت الشبيكة (a) يقل مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) وذلك بسبب انضغاط الشبيكة الذي يؤدي الى تقليل المسافة بين مستويات السطوح (d) مما يؤدي الى انكماش الشبيكة .

(4-4-3) حساب الحجم الحبيبي

يمكن حساب الحجم الحبيبي للعينات بطريقتين :

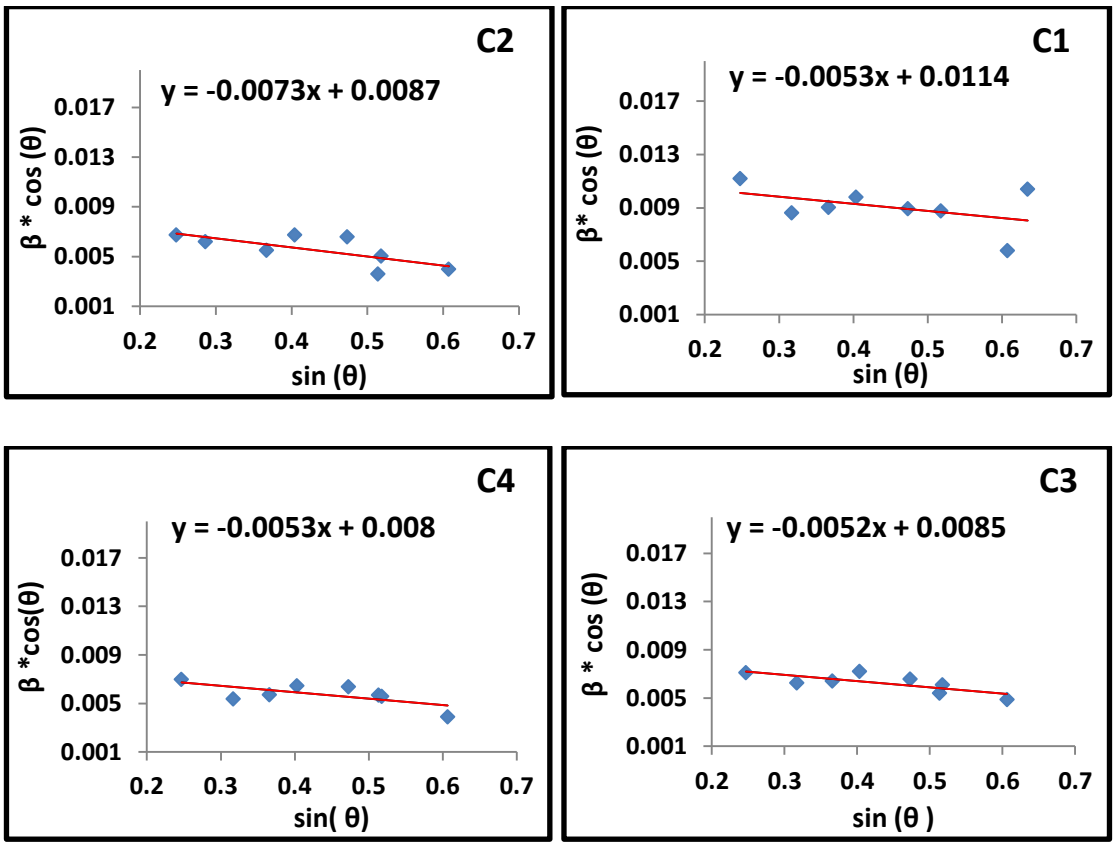
(4-4-3-1) حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة ديباي – شيرر

تم حساب حجم الجسيمات للعينات المحضرة على وفق معادلة ديباي – شيرر (2-12) المعتمدة على عرض منتصف شدة الذروة (FWHM) للقمم التي تمتلك اعلى شدة (111) و(200) و(220) والتي تم الحصول عليها من نتائج حيود الاشعة السينية، ويشير الجدول رقم (4-8) الى نتائج حسابات الحجم الحبيبي لعينات المجموعة (C) .

(4-4-3-2) حساب الحجم الحبيبي حسب معادلة وليامسون – هول(W-H)

تم حساب معدل الحجم الحبيبي باستعمال معادلة وليامسون–هول (W-H) لجميع العينات مجموعة (C) وفق المعادلة (2-11) وذلك رسم مخطط بين ($\sin\theta$) على محور السينات و($\beta * \cos\theta$) على محور الصادات كما موضح بالشكل (4-16) وم خلال القطع الذي

يساوي (Kλ/D) حسب معدل الحجم الحبيبي والانفعال المجهري للشبيكة (ε) وادرجت النتائج في الجدول (4-8) .

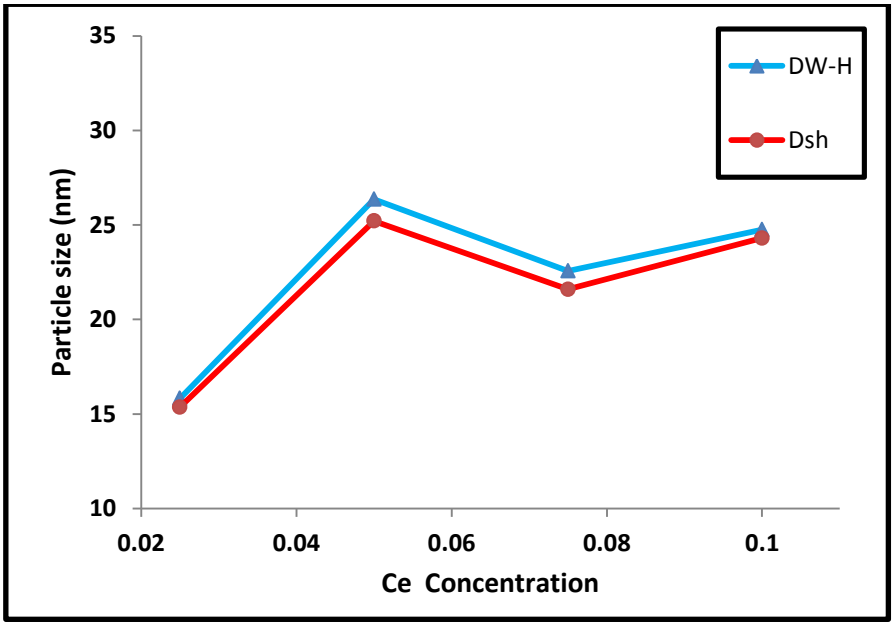


الشكل (4-16) حساب الحجم الحبيبي والانفعال المجهري من ومعادلة (ولیامسون – هول) لعينات المجموعة (C)

الجدول (4-8) يوضح الحجوم الحبيبية حسب معادلة (ديباي – شيرر) ومعادلة (ولیامسون – هول) والانفعال المجهري للمجموعة (C)

Samples	Ce Concentration	D_{Sh} (nm)	D_{W-H} (nm)	Micro Strain (ε) $*10^{-2}$
C_1	0.025	15.36	15.83	-0.132
C_2	0.05	25.21	26.36	-0.182
C_3	0.075	21.59	22.57	-0. 13
C_4	0.1	24.30	24.75	- 0.132

من النتائج المعروضة يتبين ان الحجم الحبيبي المحسوب بدلالة معادلة ولیامسون-هول (Williamson-Hall) اكبر من الحجم الحبيبي المحسوب بدلالة معادلة ديباي شرر-Debye) Scherer) وذلك لان ولیامسون-هول قد اخذ بنظر الاعتبار الانفعال الداخلي للشبيكة، وانه من خلال الجدول (4-8) يلاحظ ان الانفعال الداخلي المحسوب لجميع عينات المجموعة (C) تكون بالقيمة السالبة وهذا مما يدل على انضغاط الشبيكة البلورية وانه يتوافق مع نتائج حساب ثابت الشبيكة.



الشكل(4-17) الفرق بين الحجم الحبيبي المحسوب من معادلة (ديباي–شيرر) ومعادلة (ولیامسون – هول)

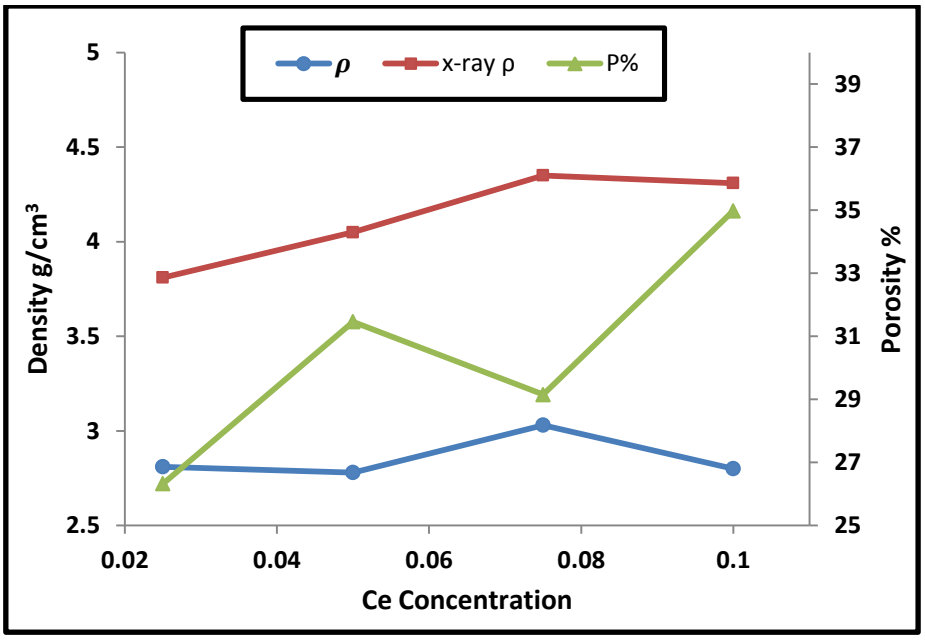
يلاحظ من الشكل (4-17) ان معدل الحجم الحبيبي بكلتا الطريقتين يزداد عند زيادة تركيز ايونات السيريوم (Ce^{+4}) وهذه التغير في الحجم الحبيبي سببه نصف القطرالايوني لذرات المطعمة ، حيث ان نصف قطر ايونات السيريوم (Ce^{+4} = 0.101nm) بينما نصف قطرايونات المغنيسيوم (Mg^{+2} = 0.86 nm) مما يؤدي الى زيادة بحجم الحبيبات [27].

(4-4-4) حساب الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية

تم حساب الكثافة النظرية ($\rho_{x\text{-}ray}$) باستعمال معادلة رقم (2-16) وحساب الكثافة الظاهرية (ρ) باستعمال قاعدة ارخميدس حسب المعادلة (3-5) ومن خلال المعادلة (3-6) يمكن حساب المسامية لعينات المجموعة (EM) الخاصة بالقياسات الكهربائية ويبين الجدول (4- 9) نتائج حسابات الكثافة النظرية والكثافة الظاهرية والمسامية.

الجدول (4-9) يبين قياسات الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية لعينات مجموعة (C)

Samples	Ce Concentration	$\rho_{x\text{-}ray}$ (g/cm^3)	ρ (g/cm^3)	Porosity %
C_1	0.025	3.81	2.81	26.32%
C_2	0.05	4.05	2.78	31.46%
C_3	0.075	4.35	3.03	29.15%
C_4	0.1	4.31	2.80	34.98%



الشكل (4-18) علاقة الكثافة النظرية والظاهرية والمسامية مع تركيز ايون (Ce^{+4})

يلاحظ من النتائج المعروضة ان كثافة النظرية ($\rho_{x\text{-}ray}$) تزداد مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) وذلك لانها تعتمد على الوزن الجزيئي للمركب وعند زيادة تركيز ايونات السيريوم (Ce^{+4}) يزداد الوزن الجزيئي للمركب .

(5-4-4) حساب المساحة السطحية (S.A) للجسيمات النانوية

تم حساب المساحة السطحية من خلال المعادلة (2-17) بالاعتماد على قيمة الحجم الحبيبي والمحسوبة بطريقتي (Scherrer) و (Williamson-Hall) لجميع عينات المجموعة (C)،وقد تم ادراج نتائج قياسات المساحة السطحية (S.A) في الجدول (4-10).

الجدول (4-10) قيمة الكثافة النظرية والمساحة السطحية

Samples	$(S.A)_{SH}$ (m^2/g)	$(S.A)_{W-H}$ (m^2/g)	ρ_{x-ray} (g/cm^3)
C_1	102.52	99.48	3.816
C_2	58.67	56.07	4.059
C_3	63.78	61.11	4.357
C_4	57.28	56.24	4.31

وكما يلاحظ ايضا نقصان في مقدار المساحة السطحية مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) ، ويعزى ذلك الى زيادة الحجم الحبيبي والذي ذكرت اسبابه انفا.

(6-4-4) حساب عامل التشكيل للعينات مجموعة C Texture coefficient

تم حساب عامل التشكيل (Tc) للدقائق المحضرة باستعمال معادلة (2-18) لثلاث مستويات (hkl) من مستويات البلورة ولجميع عينات المجموعة (C) ، وادرجت النتائج التي تم الحصول عليها في الجدول (4-11) .

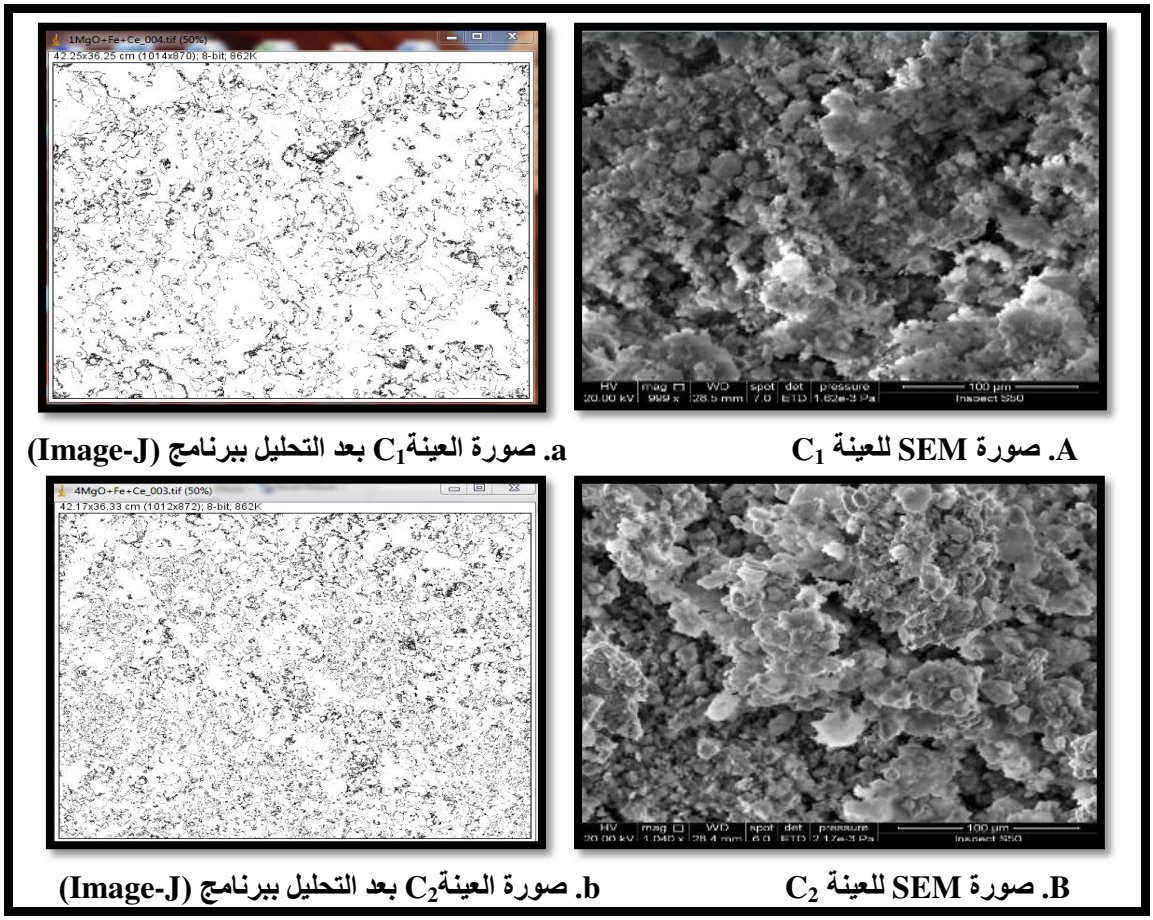
الجدول (4-11) يوضح قيم عامل التشكيل لمستويات البلورة ذات الشدة العالية لعينات المجموعة C

Samples	$Tc_{(111)}$	$Tc_{(200)}$	$Tc_{(220)}$
C_1	0.80375	1.16836	1.52786
C_2	0.67699	0.99557	1.32743
C_3	0.93271	0.89540	1.17187
C_4	0.99396	0.88463	1.12140

من خلال النتائج يتبين ان زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) له دور كبير في تغيير عامل التشكيل ، ولوحظ وجود توجيه تفضيلي لنمو البلورة عند المستوى (220) وقلته على طول المستويات الاخرى (111)، (200) ، كما يلاحظ ان العينة (C_4) ذات قيمة (x=0.1) تمتلك افضل عامل تشكيل من بقية العينات ، حيث يقترب عامل التشكيل فيها من (1) باستثناء السطح (200) الذي يعاني من قلة نمو وذلك بسبب الطاقة العالية التي يتطلبها نمو هذا السطح [73].

(4-4-7) فحص المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه للعينتين (C_1 , C_4)

تم فحص عينتين من المجموعة C هما (C_1 ,C_2) بتقنية المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وجهاز (EDX) الملحق معه وان الشكل (4-19) (A,B) يوضح صور(SEM) ويوضح (a,b) التحليل الصوري لها ببرنامج (Image-J).

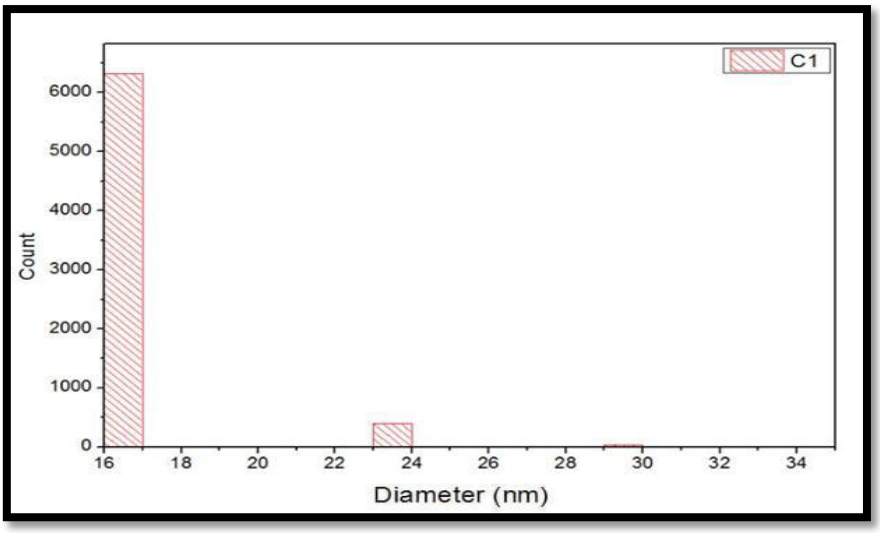


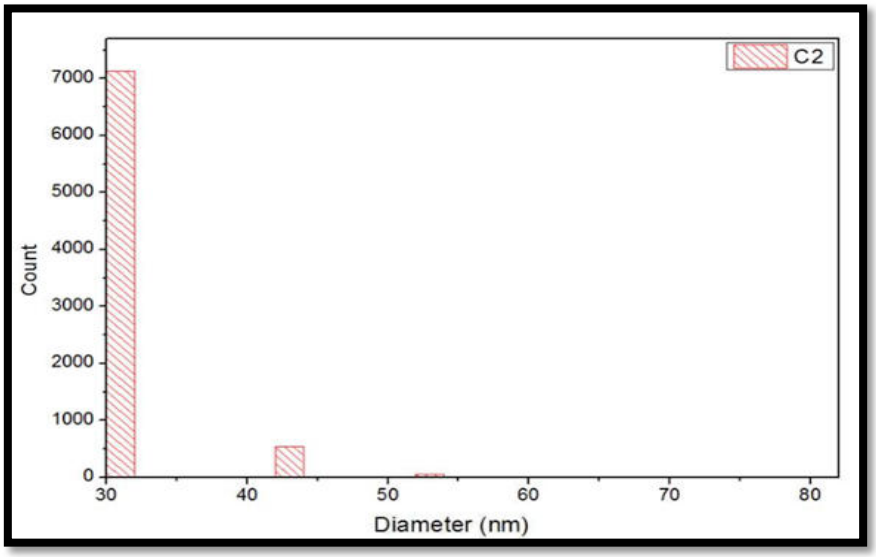
A. صورة SEM للعينة C_1 a. صورة العينة C_1 بعد التحليل ببرنامج (Image-J)

B. صورة SEM للعينة C_2 b. صورة العينة C_2 بعد التحليل ببرنامج (Image-J)

الشكل (4-19) صور المجهر الالكتروني الماسح(SEM) وصور تحليل ببرنامج (Image-J)

يظهر الشكل (4-19) (A,B) صورة (SEM) للعينتين (C_1,C_2) والتي أخذت بالمقياس المايكروي وجود تكتل سببه قد ذكر انفا ،وقد تم تحليل الصورالمأخوذة في جهاز (SEM) بواسطة البرنامج (Image-J) الذي يعمل على توضيح انتشار الحبيبات النانوية وتحديد حجومها كما موضح في الشكل (4-19) (a,b)، ومن خلال تحليل الصورتم تحديد الحجوم الحبيبية وباستعمال معادلة (4-3) اجري حساب معدل الحجم الحبيبي.

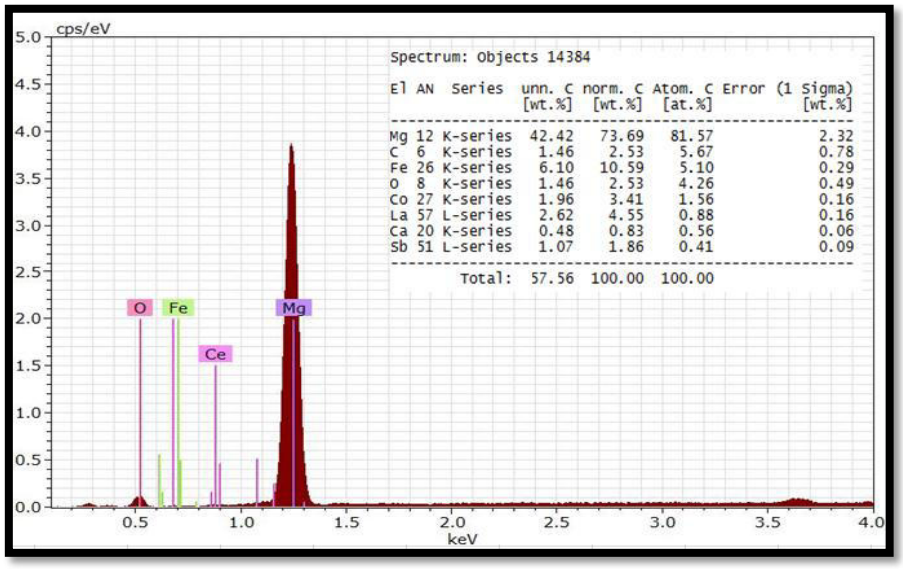




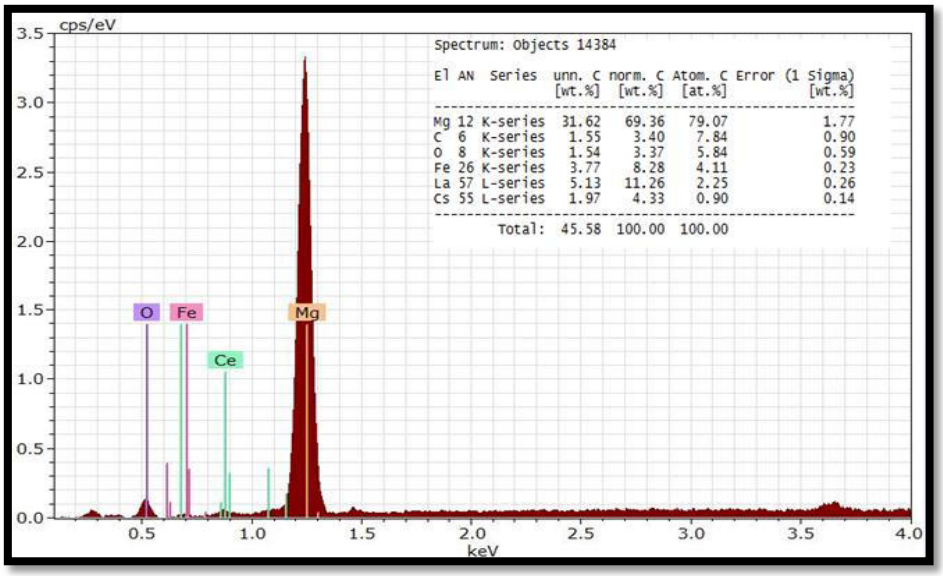
الشكل (4-20) يوضح توزيع الحجم الحبيبي للعينتين C_4,C_1

بعد رسم النتائج التي حصلت عليها من البرنامج (Image-J) واخذ المعدل لجميع حجوم الحبيبات وجدت ان معدل الحجم الحبيبي للعينة C_1 هو (17.43nm) وللعينة C_4 هو (31.38nm)، وان الشكل (4-7) يوضح اقطار الحبيبات النانوية للعينات (C_1,C_2) المأخوذة من تحليل الصور ببرنامج (Image-J) وهذا مما يوافق النتائج السابقة التي تم الحصول عليها عند حساب الحجم الحبيبي من خلال فحص (XRD) .

ومن اجل تحديد نقاوة العينات المحضرة اجري فحص (EDX) للعينتين (C_4,C_1) الذي يظهر عناصر المركب ونسبها الوزنية والذرية ، وكما هو موضح في الشكل (4-21).



a. صورة (EDX) للعينة C_1



b. صورة (EDX) للعينة C_4

الشكل (4-21) يوضح فحص (EDX) مع النسب الوزنية والذرية للعينتين C_4,C_1

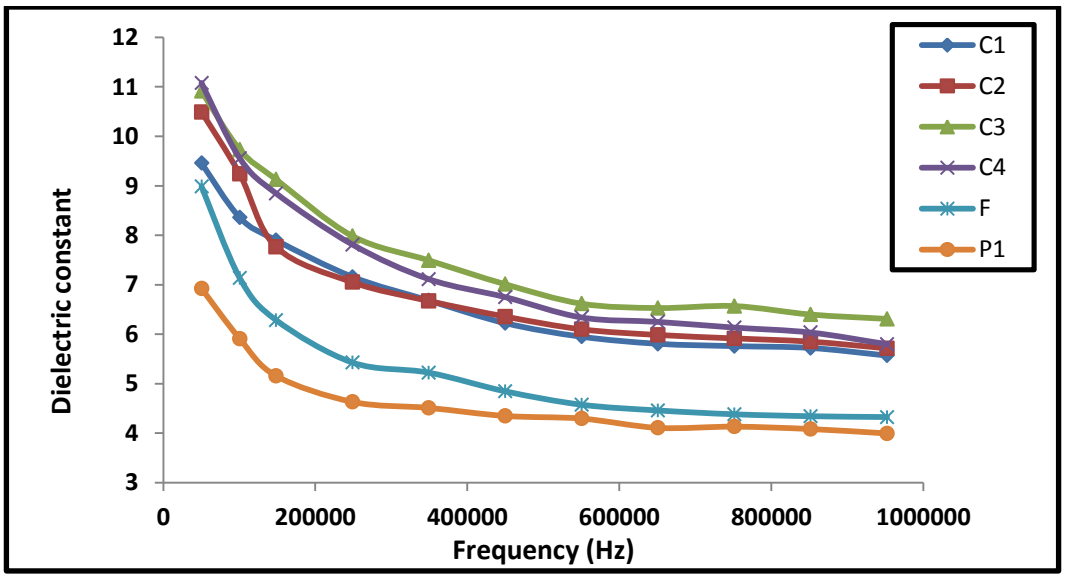
حددت نقاوة العينات المحضرة بواسطة مطياف (EDX) حيث يظهر الشكل (4-21) للعينتين (C_1,C_2) ظهور قمة عالية لعنصر المغنيسيوم عند الطاقة (1.25 KeV) وظهور قمم صغيرة لمجموعة من العناصر ضمت الاوكسجين عند الطاقة (0.525 KeV) ، الحديد عند الطاقة (0.705 KeV) ، السيريوم عند الطاقة (0.884KeV) ، وكما في الشكل (4-21) ، كما يلحظ وجود قمم صغيرة تمثل بعض الشوائب التي تكون قد دخلت الى المركب اثناء عملية التحضير، او قد تكون موجودة في المواد الكيميائية التي تم استعمالها ، وكما نلاحظ ايضا ظهور عنصر الكاربون في كلتا العينتين ، وقد يكون ظهوره بسبب كونه من مخلفات الاحتراق التلقائي.

(5-4) القياسات الكهربائية

تضمنت قياسات الخصائص الكهربائية ثابت العزل الكهربائي وفقدان العزل والتوصيلية المتناوبة كدالة للتردد(50Hz – 1M Hz) باستعمال جهاز LCR (meter) وتم اجراء جميع هذه الحسابات لعينات الخاصة بالقياسات الكهربائية ومناقشة وتحليل النتائج.

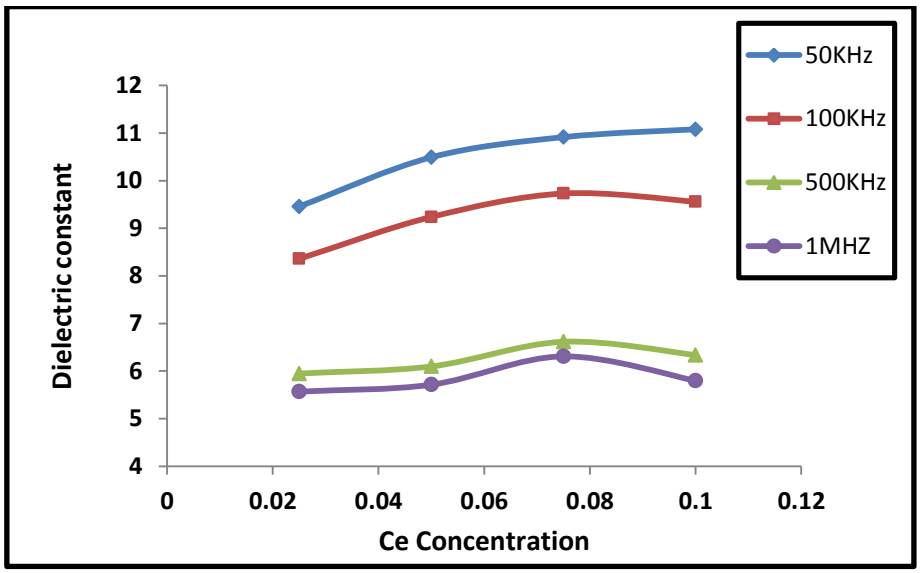
(1-5-4) قياس ثابت العزل ε_r'

تم حساب ثابت العزل الكهربائي ضمن الترددات (50Hz - 1MHz) باستعمال معادلة (42-2) للعينات الخاصة بالقياسات الكهربائية، وقد لوحظ من خلال الشكل (22-4) سلوكية متماثلة لجميع النماذج حيث لوحظ انه عند زيادة مقدار التردد للمجال الكهربائي المسلط فان ثابت العزل الكهربائي يقل في كل نسبة وبشكل واضح اذ تسبب زيادة التردد للمجال الكهربائي المسلط تناقصا في مساهمة استقطاب الشحنة الفراغية وهذه ظاهرة شائعة في معظم العوازل كما لوحظ بقاء قيم ثابت العزل الكهربائي (ε_r')، عند الترددات العالية ثابتة تقريبا، وذلك لأن ثابت العزل الكهربائي (ε_r')، يعتمد على قيمة الاستقطاب الكهربائي وحركة ثنائيات القطب الكهربائية بداخله [20]، او يعزى ذلك إلى إن زيادة تردد المجال الكهربائي المسلط يسبب تناقصا في مساهمة استقطاب الشحنة الفراغية مع باقي آليات الاستقطاب الآخرى مما يؤدي الى تناقص قيم ثابت العزل الكهربائي ولقد لوحظ هذا السلوك من قبل عدد من الباحثين [85].



الشكل (22-4) يوضح تغير ثابت العزل ε_r' مع التردد ضمن المدى الترددي (50Hz-1MHz)

كما قيس ثابت العزل الكهربائي مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz , 1MHz) كما هو موضح في الشكل (4-23) .



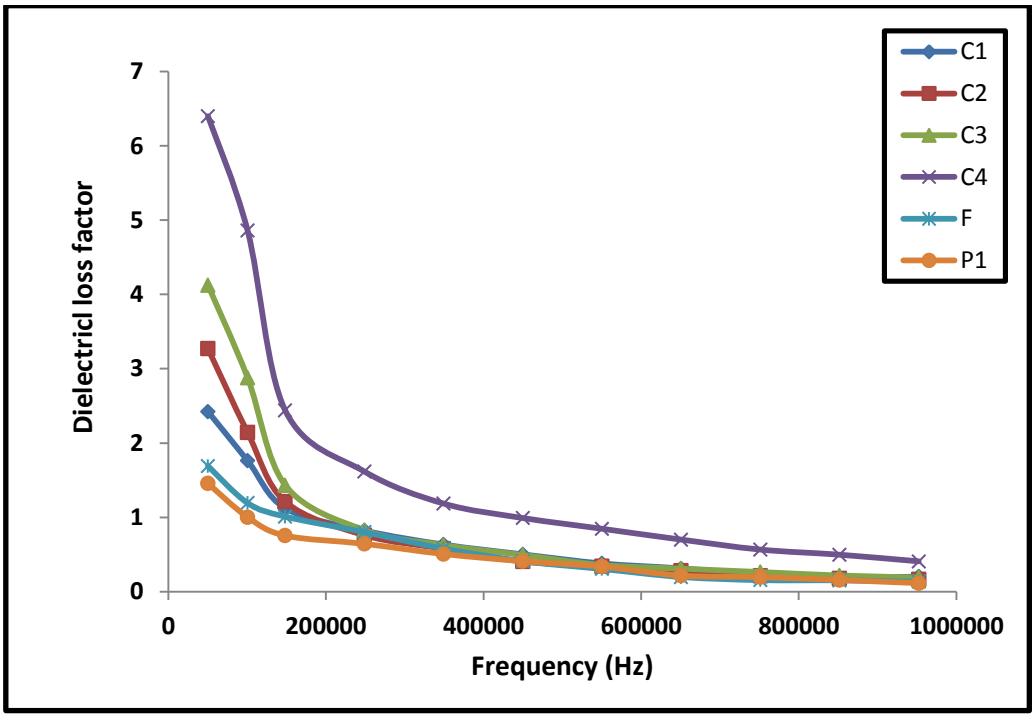
الشكل (4-23) يوضح تغير ثابت العزل ε_r' مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند المدى الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)

يلحظ من خلال الشكل (4-23) ان اقل قيمة لثابت العزل الكهربائي عند النسبة (x=0.025) بالتردد (1MHz) ، وذلك لأن قيم ثابت العزل الكهربائي عند الترددات العالية لا تعتمد على التردد لان حركة ثنائيات الاقطاب الكهربائية المحتثة تتخلف عن مواكبة او اللحاق بتغيراو تناوب المجال الكهربائي الخارجي[20]، وان اعلى قيمة لثابت العزل الكهربائي عند النسبة (x=0.1) وعند التردد 50KHz و يعزى ذلك السلوك الى انخفاض القوة الكهربائية الرابطة التي تنشأ بسبب استقطاب الشحنة الفراغية القريبة من حدود السطح الحبيبي وقد لوحظ هذا السلوك من قبل عدد من الباحثين [85].

(4-5-2) قياس معامل الفقدان العزلي ε_r''

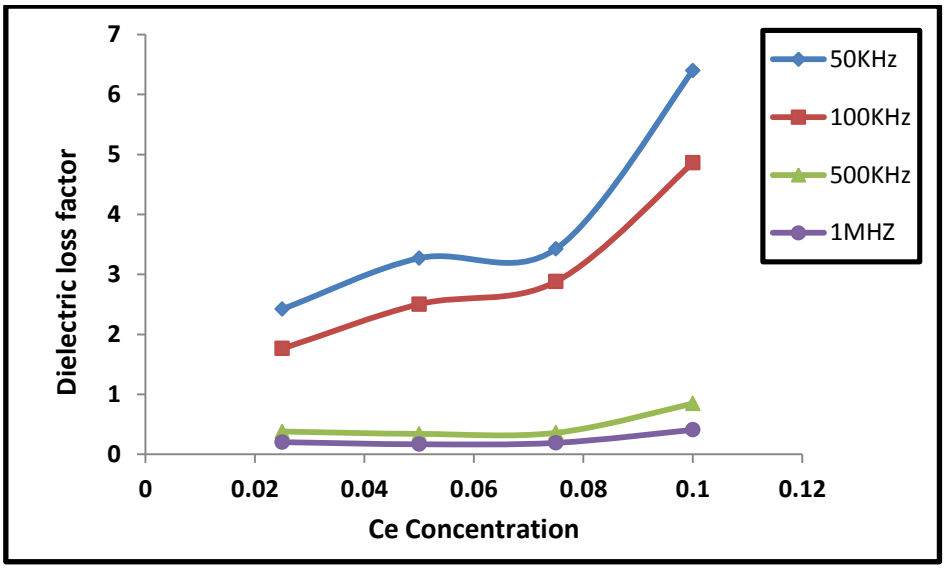
تم حساب معامل الفقدان العزلي الكهربائي ضمن الترددات (50Hz - 1MHz) الذي يتناسب طردياً مع تبدد الطاقة في المواد السيراميكية باستعمال معادلة (2-41)، ومن خلال الشكل (4-24) لوحظ ظهورسلوكية متماثلة لجميع النماذج حيث ان اعلى معامل فقدان العزل عند الترددات الواطئه ويقل بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط وذلك لأن الطاقة الممتصة من قبل ثنائيات الاقطاب الكهربائية من المجال الكهربائي المسلط تكون كبيرة مما تزيد من احتمالية حدوث تصادمات بين ثنائيات الاقطاب الكهربائي اثناء دورانها عند الترددات الواطئه وينتج عن

ذلك احتمالية اضعاف خاصية العزل الكهربائي للعينات وانه عند زيادة تردد المجال الكهربائي المسلط تقل قابلية ثنائيات الاقطاب الكهربائية على مواكبة تغير المجال الكهربائي المسلط مما يقلل من الطاقة التي تمتصها من المجال الكهربائي فيؤدي ذلك الى تناقص فقدان العزل مع زيادة تردد المجال الكهربائي [35]، وبحسب المعادلة (2-47) فأن معامل فقد العزل الكهربائي (ε_r'')، يتناسب طرديا مع التوصيلية الكهربائية المتناوبة وعكسيا مع التردد (frequency)، لذلك يقل معامل فقدان العزل الكهربائي بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط ولقد لوحظ هذا السلوك من قبل عدد من الباحثين[85].



الشكل (4-24) يوضح تغير معامل فقدان العزلي ε_r'' مع التردد ضمن المدى الترددات (50Hz-1MHz)

كما قيس فقدان العزل الكهربائي مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz, 1MHz) كما موضح في الشكل (4-25) .



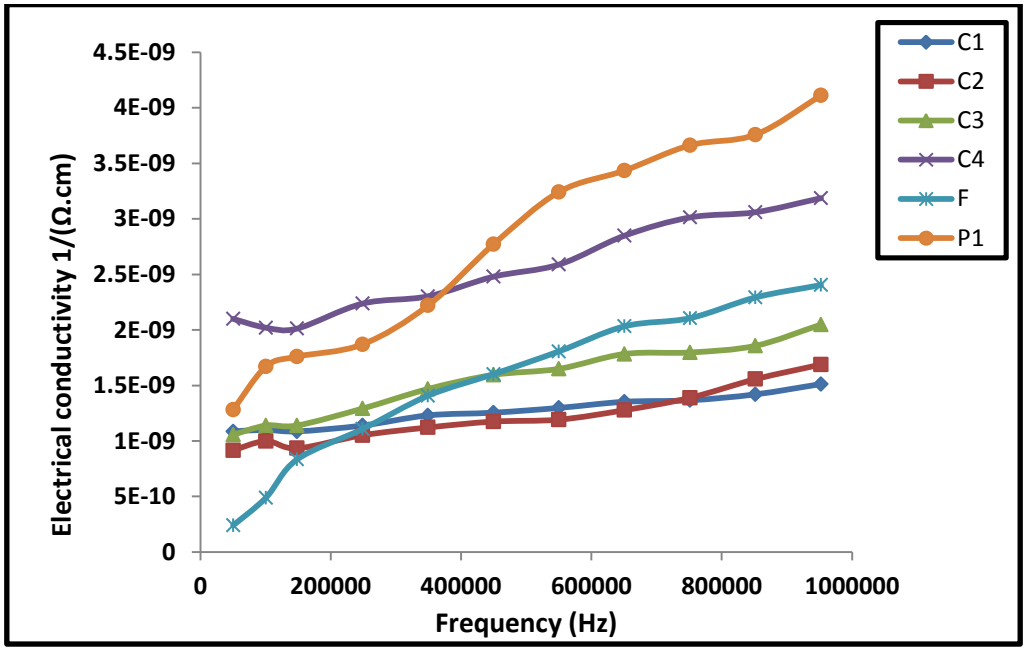
الشكل (25-4) يوضح تغير معامل فقدان العزلي ε_r'' مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)

يلاحظ من خلال الشكل (25-4) ان اعلى قيمة لمعامل فقدان العزل الكهربائي كانت عند النسبة (x=0.1) ولجميع الترددات والسبب في هذا السلوك قد يعود الى التأثير المشترك لكل من التردد وزيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) (تأثير الاستبدال) وكذلك بسبب اختلاف الحجم الايوني او نصف القطر الايوني، لأيوني (Mg^{+2})،(Ce^{+4})، اي ان هناك فرق بالاستقطابية الذرية بين الايونين(Mg^{+2})،(Ce^{+4})، فنصف قطر ايون السيريوم اكبر من نصف قطر ايون المغنيسيوم لذلك فان ثنائيات الاقطاب الكهربائية تحتاج الى طاقة اكبر لكي تصطف باتجاة المجال الكهربائي المسلط مما يزيد من مقدار الطاقة المتبددة في العازل ، وهذا ما توصلت ابحاث عدة مثل[86].

(3-5-4) قياس التوصيلية المتناوبة $\sigma_{a.c}$

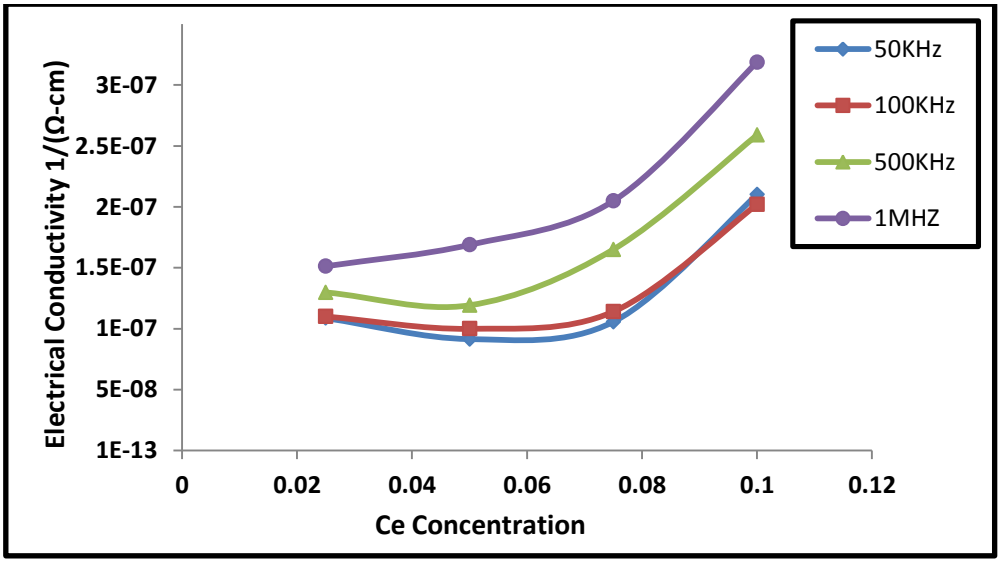
تم قياس التوصيلية المتناوبة ($\sigma_{a.c}$) للمجموعة (EM) المحضرة ضمن مدى ترددات (50 Hz - 1MHz) في درجة حرارة الغرفة، ويمثل الشكل (26-4) تغير التوصيلية كدالة لتردد المجال الكهربائي المسلط للنماذج المحضرة قبل وبعد التشويب حيث أظهرت النتائج بأن التوصيلية المتناوبة تزداد مع زيادة تردد المجال الكهربائي المسلط ولجميع تراكيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) ويعزى سبب اختلاف قيمة التوصيلية يعود الى توزيع الايونات داخل الشبيكة البلورية او ربما يعزى الى استقطاب ثنائيات الاقطاب، وبمعنى اخر ان دوران ثنائيات الاقطاب يكون بين موقعين متساوين ومتزنين اي ان اصطفاف ثنائيات القطب تلقائيا في مواقع الاتزان [37] وهذا

ما تحقق نظريا في المعادلة (2-47) اذ تزداد التوصيلية المتناوبة بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط.



الشكل (4-26) يوضح تغير التوصيلية المتناوبة $\sigma_{a.c}$ مع التردد عند درجة الحرارة الغرفة ضمن المدى الترددات (50Hz-1MHz)

كما انه قد قيست التوصيلية المتناوبة مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz , 1MHz) وكما هو موضح في الشكل (4-27) .



الشكل (4-27) تغير التوصيلية المتناوبة $\sigma_{a.c}$ مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4})عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)

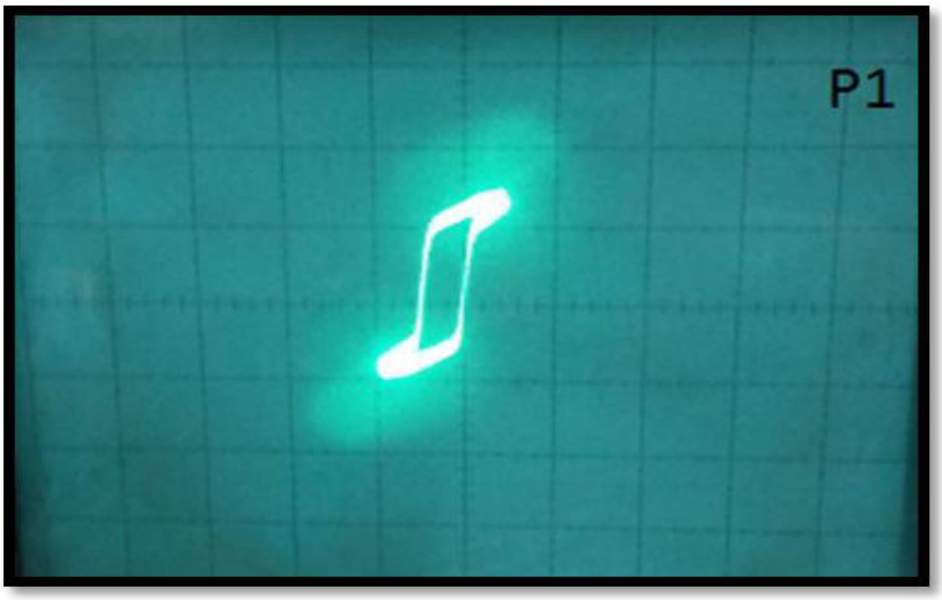
يلاحظ من خلال الشكل (4-27) ان اعلى قيمة للتوصيلية عند التركيز (x=0.1) في جميع الترددات لانه التوصيلية المتناوبة في العازل تمثل مقياس للحرارة المفقودة التي قد تتولد نتيجة دوران الدايبولات في مواضعها اوهتزاز الشحنات بتغير اتجاه المجال المتناوب ولهذا نجد ان التوصيلية تعتمد على التردد اي تزداد بزيادة تردد المجال الكهربائي المسلط، وقد لوحظ هذا السلوك على نطاق واسع لكثير من المواد ومنها المواد الصلبة المشوبة ويعتقد ان هذا السلوك يعود الى آلية نقل حاملات الشحنة داخل الشبيكة البلورية [37] .

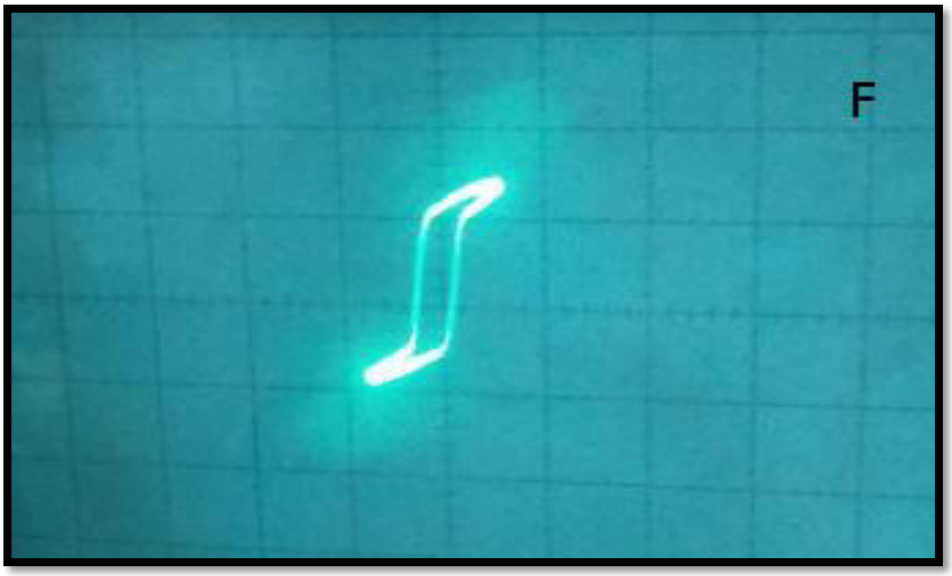
(6-4) القياسات المغناطيسية

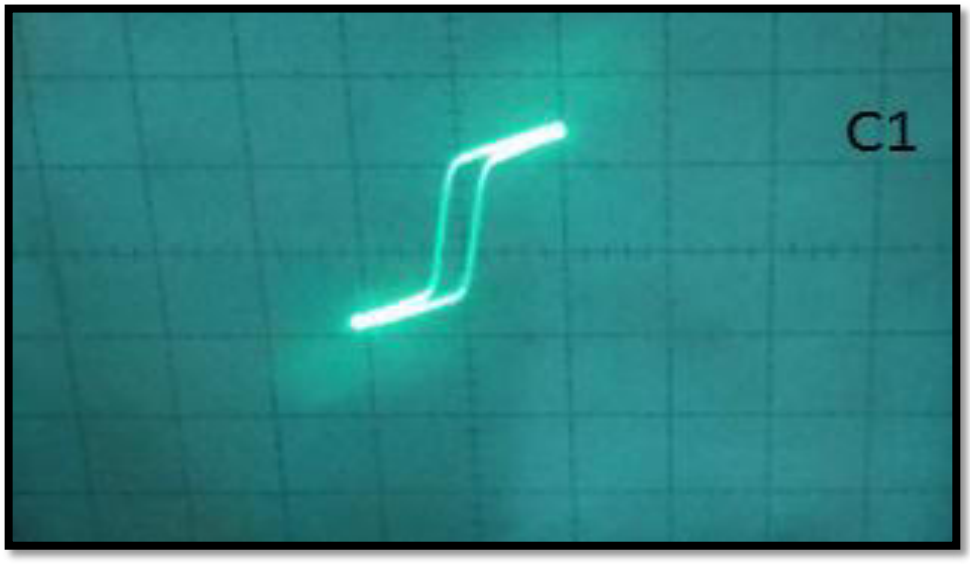
تشمل القياسات المغناطيسية معامل الحث الذاتي (L) و النفاذية الابتدائية (μi) وعامل الخسارة النسبية (RLF) كدالة للترددات (50Hz – 1MHz) باستعمال جهاز (LCR meter) وقد تم اجراء جميع هذه الحسابات للنماذج المحضرة قبل وبعد التشويب ومن ثم مناقشة وتحليل النتائج.

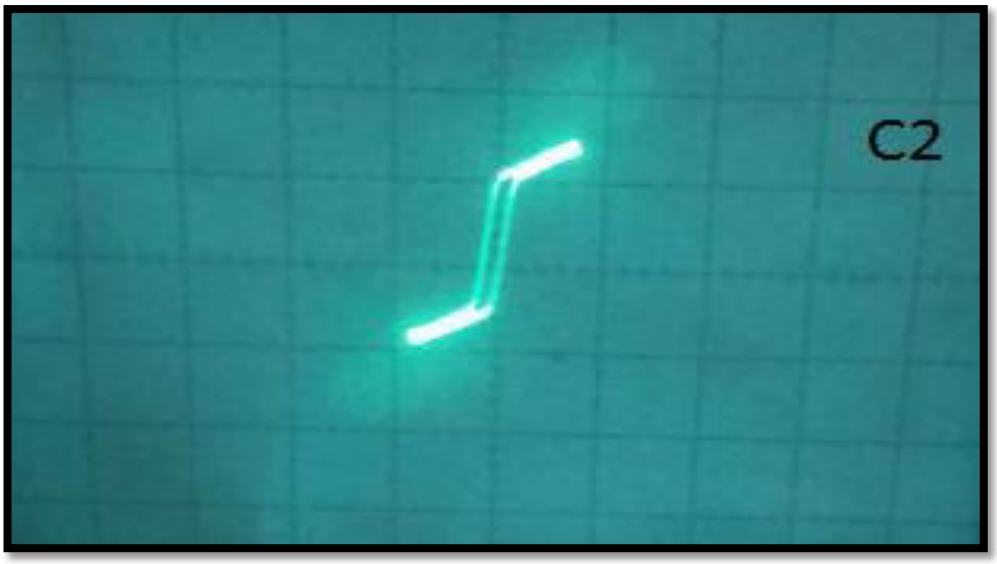
(1-6-4) قياسات حلقة الهسترة

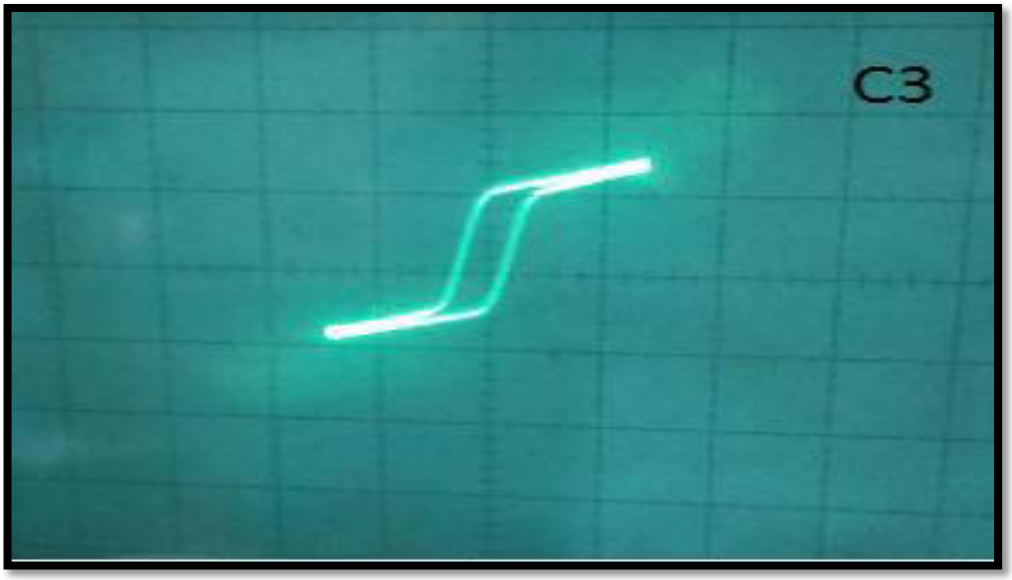
ان احدى اهم الخصائص المهمة لأية مادة مغناطيسية هي العلاقة بين الفيض المغناطيسي (B) وشدة المجال المغناطيسي المسلط (H) المتمثلة بحلقة الهسترة (B-H Loop) التي تعد مقياس للطاقة المفقودة لوحدة الحجم خلال دورة تمغنط واحدة. اذ يتبين ان شكل وعرض حلقات الهسترة يعتمد على عوامل منها التركيب الكيميائي للمادة والمسامية والتركيب البلوري[37] ، لذلك تمت دراسة تأثير اضافة ايون السيريوم (Ce^{+4}) وايون الحديد (Fe^{+2}) على شكل حلقة الهسترة للعينات (P_1,F,C_1.C_2,C_3,C_4) من خلال استعمال مرسمة التذبذبات الموضحة بالشكل (3-18). وانه من خلال الصور التي تم الحصول عليها والموضحة بالشكل (4-28) ، يتضح بأن العينة C_2 تمتلك اقل مساحة لحلقة الهسترة المغناطيسية ، وبذلك تحقق شروط استعمالها كقلوب للمحولات والمحركات الكهربائية لكونها تمتلك اقل خسارة مغناطيسية ، كما يلاحظ أن حلقة الهسترة للعينات (P_1,F,C_1,C_3,C_4) واسعة اي انها تمتلك خسارة مغناطيسية كبيرة وبذلك تحقق شروط استعمالها في صناعة ملفات الحث واجهزة الهاتف ذات التردد المنخفض وكذلك اجهزة شبكة الهواتف متعددة القنوات[87,88] .

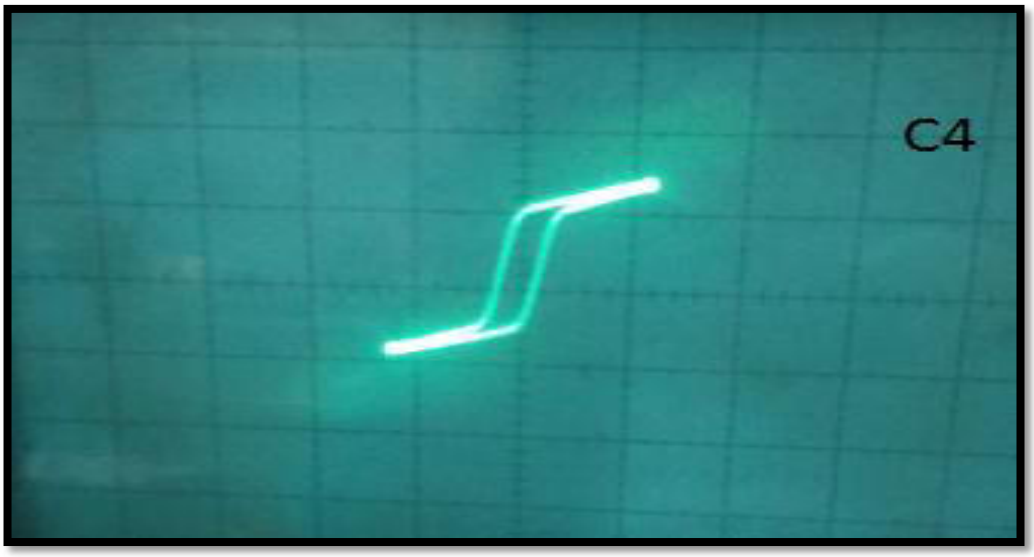

P1


F


C1



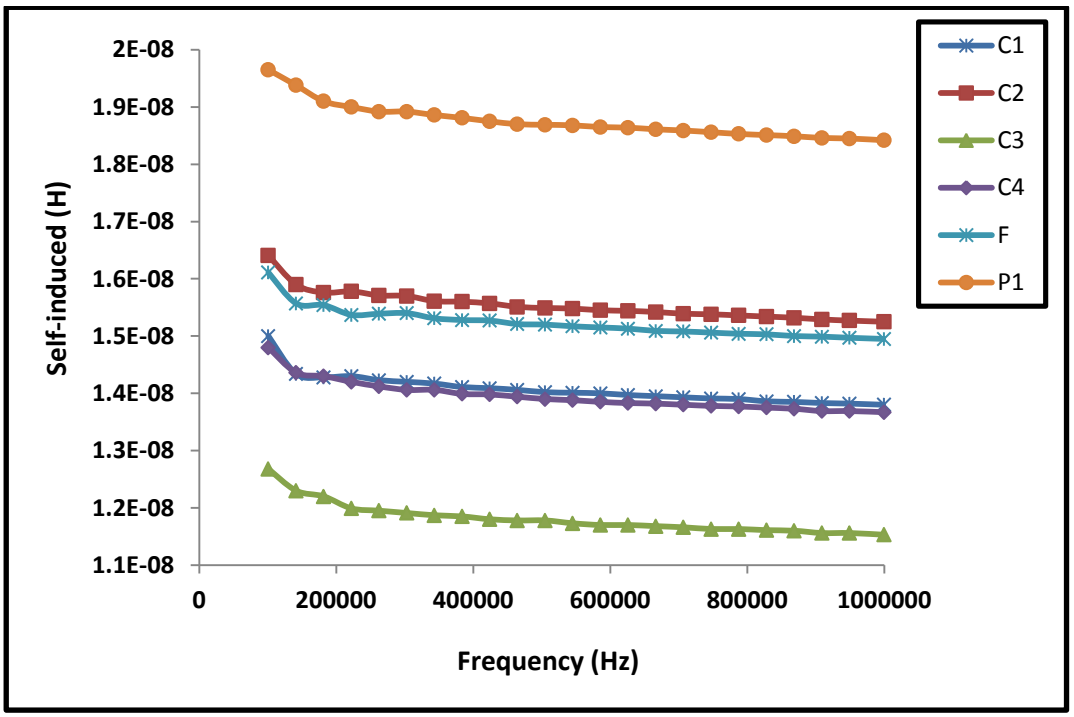




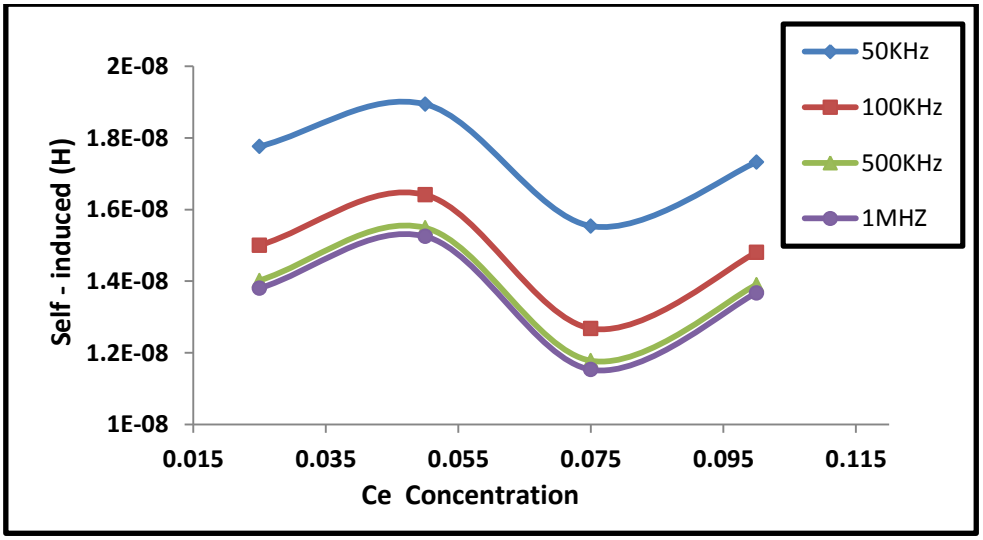
الشكل(4-28) يوضح حلقة الهسترة للعينات (P_1,F,C_1,C_2,C_3,C_4)

(2-6-4) قياس معامل الحث الذاتي (L)

تم قياس معامل الحث الذاتي (L) ضمن الترددات(50Hz -1MHz) للعينات الخاصة بالقياسات المغناطيسية و يتضح من الشكل (4-29) انه كلما زاد مقدار تردد المجال المسلط قل الحث الذاتي وبشكل ملحوظ لكل نسبة والسببُ في ذلك يعود الى اصطفاف الحقول المغناطيسية.



الشكل (4-29) يوضح تغير معامل الحث الذاتي (L) مع التردد ضمن المدى الترددات (50Hz – 1MHz)

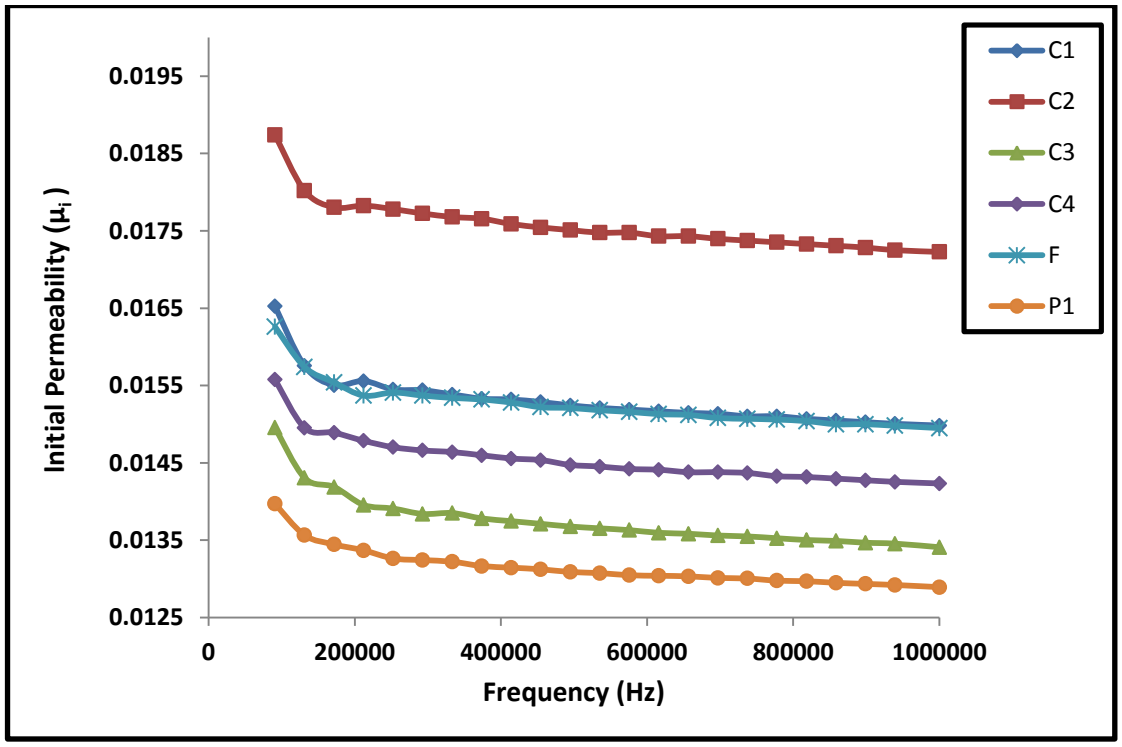


الشكل (4-30) يوضح تغير معامل الحث الذاتي (L) مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)

تم قياس معامل الحث الذاتي (L) مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz, 100KHz, 500KHz , 1MHz) وكما يوضحه في الشكل (4-30) اذ يلحظ ان اعلى قيم لمعامل الحث الذاتي كانت عند تركيز (x=0.05) ولجميع الترددات والذي يسبب زيادة النفاذية الموضحة لاحقاً .

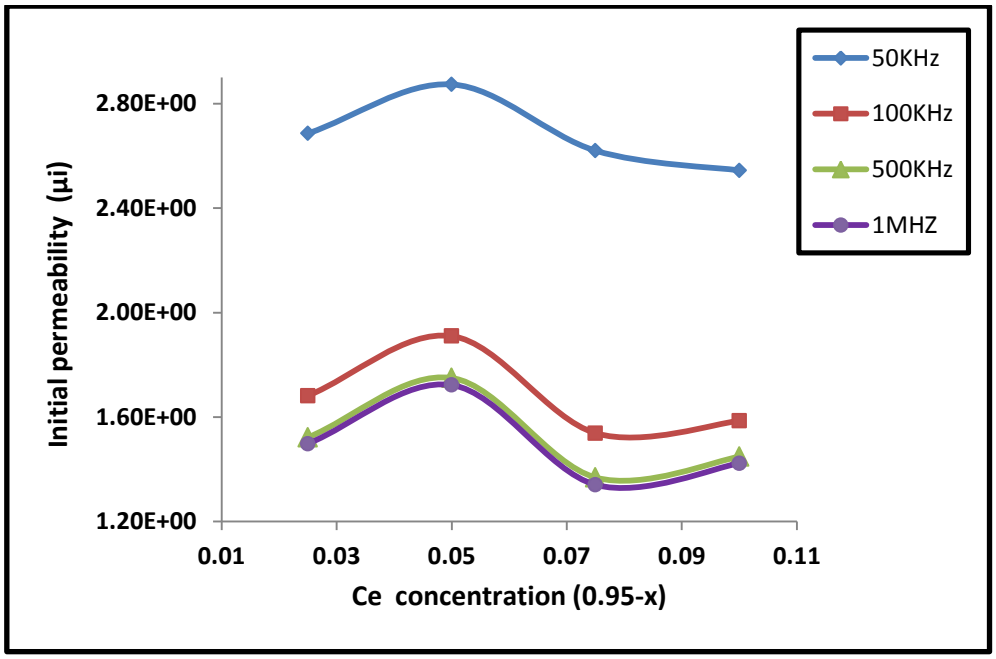
(3-6-4) قياس النفاذية الابتدائية(μ_i)

تم حساب النفاذية الابتدائية (μ_i) ضمن الترددات (50Hz - 1MHz) وباستعمال معادلة (2-8) ويلاحظ من الشكل (4-31) سلوكية النفاذية الابتدائية مع تردد المجال المسلط حيث يتضح انه كلما زاد مقدار تردد المجال المسلط قلت النفاذية الابتدائية (μ_i) لكل العينات و يعزى سبب ذلك إلى إن الحقول المغناطيسية لا تستطيع مواكبة التغيرات الحاصلة في المجال المغناطيسي المسلط.



الشكل (4-31) يوضح تغير النفاذية الابتدائية (μ_i) مع التردد ضمن المدى الترددات (50Hz – 1MHz)

كما قيست النفاذية الابتدائية (μ_i) مع زيادة تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4})عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz) كما موضح في الشكل (4-32) .

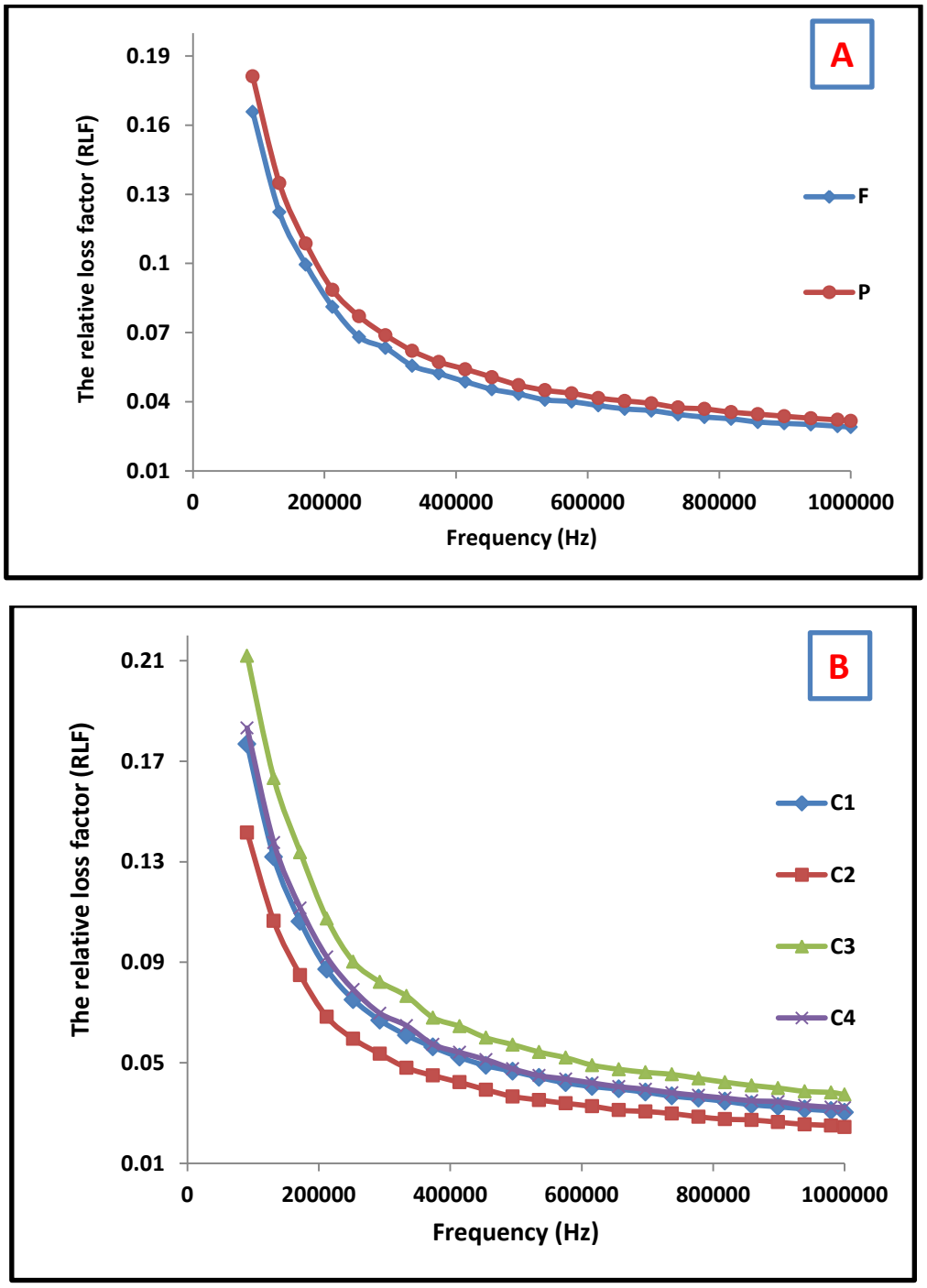


الشكل (4-32) يوضح تغير النفاذية الابتدائية(μ_i) مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)

يلاحظ من خلال الشكل (4-32) ان اعلى نفاذية مغناطيسية عند النسبة (x=0.05) لجميع الترددات ويعزى سبب ذلك إلى أن النفاذية الابتدائية تزداد مع زيادة الحجم الحبيبي[26]، حيث ان الحبيبات الصغيرة ستسيطر عليها عمليات دوران الحقل المغناطيسي ، بينما تسيطر حركة جدار الحقل المغناطيسي عند الحبيبات الكبيرة [90].

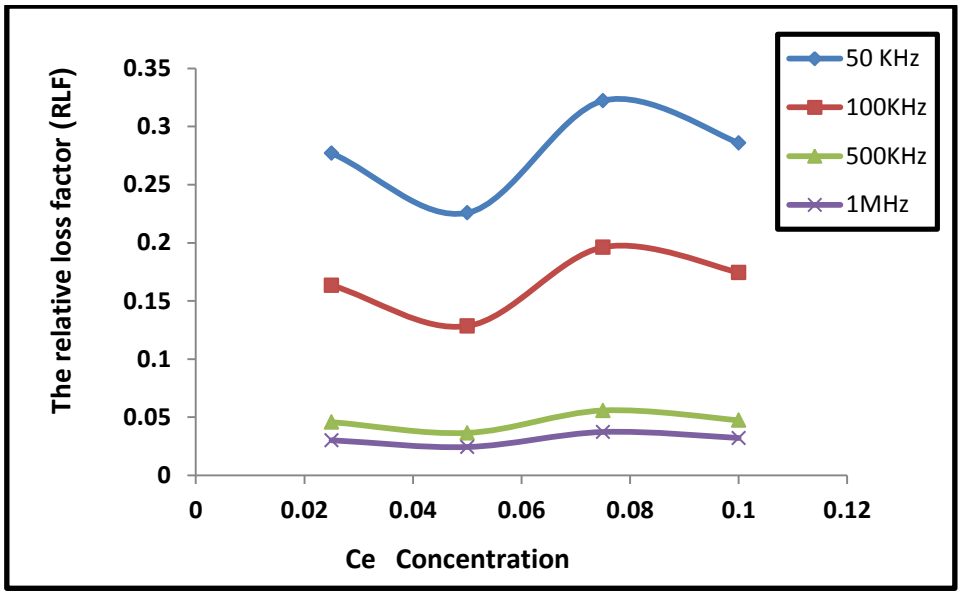
(4-6-4) قياس عامل الخسارة النسبي (RLF) (The Relative Loss Factor)

تم حساب عامل الخسارة النسبي (RLF) ضمن الترددات (50Hz - 1MHz) عند درجة حرارة الغرفة من خلال ظل زاوية الفقد المغناطيسي ($\tan\delta_m$) والنفاذية الابتدائية (μ_i) للمجموعة (MM) المحضرة، ومن ملاحظة الشكل (4-33) يتضح سلوكية متماثلة لجميع النماذج حيث نلاحظ انه بزيادة مقدار التردد المجال المسلط يقل عامل الخسارة النسبي (RLF) وبشكل ملحوظ لكل العينات ، ويلاحظ آيضا ان اقل خسارة نسبية كانت للعينة C_2 وذلك لامتلاكها اكبر حجم حبيبي و نفاذية مغناطيسية ابتدائية μ_i عالية و ظل زاوية فقد ($\tan\delta_m$) صغيره، وهذا يتفق مع نتائج حلقة الهسترة.



الاشكال (4-33) توضح تغير عامل الخسارة النسبي (RLF) مع التردد ضمن المدى الترددات (50Hz – 1MHz)

كما قيس عامل الخسارة النسبي (RLF) مع تغير تركيز أيون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (1MHz , 500KHz , 100KHz , 50KHz) كما موضح في الشكل (4-34).



الشكل (4-34) يوضح تغير عامل الخسارة النسبي (RLF) مع تركيز ايون السيريوم (Ce^{+4}) عند الترددات (50KHz , 100KHz , 500KHz , 1MHz)

يلاحظ من الشكل (4-34) اقل خسارة كانت عند النسبة (x=0. 05) وبجميع الترددات وذلك لامتلاكها اعلى نفاذية واعلى حثية.

(7-4) الاستنتاجات Conclusion

- تم تحضير أوكسيد المغنيسيوم النانوي بطريقة المحلول الغروي ذات الاحتراق التلقائي وبنسب مختلفة من حامض الستريك كوقود ، وتم الحصول على مسحوق أوكسيد المغنيسيوم بحجم يتراوح بين nm (13.55-8.94) عند استعمال نسب مختلفة من الوقود .
- تم اختيار النسبة المولارية (وقود : املاح)M (1:0.5) كأفضل نسبة اضافه وقود للتفاعل وذلك لانها ذات نقاوة عالية ولا تحتوي على شوائب وبذلك يمكن توظيف هذا الطريقة لتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي بصورة تجارياً .
- يتأثر كل من حجم الحبيبات النانوية وهيكلية البلورة ومورفولوجية مسحوق اوكسيد المغنيسيوم النانوي الناتج تبعا لكمية الوقود المستعملة في عملية الاحتراق التلقائي وكذلك كمية الامونيا المضافة لتعديل الدالة الحامضية.

- ان زيادة تركيز أيون السيريوم عند تحضير المركب النانوي($Ce_x Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) لقيم x ($0.025 \leq x \leq 0.1$) يؤدي الى زيادة حجم الحبيبات النانوية ، وذلك بسب زيادة قوة التماسك والترابط بين حدود الحبيبات لأيون السيريوم (Ce^{+4}) وايون المغنيسيوم (Mg^{+2})وايون الحديد(Fe^{+2}) وهذا يزيد من حركتها مسببا زيادة بحجم الحبيبات.

- تعد العينة المشوبة بايون الحديد وايون السيريوم (C_2) ذات نسبة التشويب x= 0.05 افضل نسبة في القياسات المغناطيسية لانها اعطت اكبر نفاذية ابتدائية (μ_i) واقل عامل خسارة نسبي (RLF) ومساحة للحلقة الهسترة المغناطيسية لامتلاكها اكبر حجم حبيبي لذا ستسيطر حركة جدار الحقل المغناطيسي على عمليات دوران الحقل المغناطيسي وبذلك تحقق شروط استعمالها كقلوب للمحولات والمحركات الكهربائية لكونها تمتلك اقل خسارة مغناطيسية .

- تعد العينة المشوبة بايون الحديد وايون السيريوم (C_1) ذات نسبة التشويب x=0.025 افضل نسبة في القياسات الكهربائية لانها اعطت اقل قيمة لمعامل الفقدان العزلي (ε''_r) وثابت العزل (ε'_r) وبذلك تحقق شروط استعمالها كمتسعة سيراميكية .

(8-5) التوصيات والاعمال المستقبلية Recommendation and future work

استكمالاً لأعمال البحث الحالي يمكن إدراج بعض المقترحات في ادناه .

1 - إجراء دراسة تأثير حجوم الحبيبات المستخدمة في الخليط على الخصائص الكهربائية والمغناطيسية.

2 - تغير درجة حرارة التلبيد او الكلسنة لدراسة مدى تأثير ذلك على الخصائص التركيبية والمغناطيسية الكهربائية وعند ترددات اعلى من 1MHz.

3 - تحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي بأكثر من طريقة، ودراسة تأثير ذلك على الخصائص التركيبية والكهربائية والمغناطيسية التي يمكن من خلالها تحديد افضل طريقة لتحضير اوكسيد المغنيسيوم النانوي.

4 - تغيير نوع الوقود المستخدم لدراسة مدى تأثيره على الخصائص التركيبية والمغناطيسية الكهربائية.

المصادر

[1]. Thomas Ihn "Semiconductors Nanostructures" Oxford University Press,New York,(2010).

[2]. T. Pradeep “Nano The Essentials, Understanding Nanoscience and Nanotechnology” Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited New Delhi, (2007).

[3]. J. Allouche "Synthesis of Organic and Bioorganic Nanoparticles", Springer-Verlag London, PP.27-74, (2013).

[4]. P.K. Roy," Enhancement of the magnetic properties of Ni–Cu–Zn ferrites with the substitution of a small fraction of lanthanum for iron", National Institute of Technology Journal, 42(1), 77-83,(2006).

[5]. Q. Zhu, A. R. Oganov and A.O. Lyakhov "Novel stable compounds in the Mg–O system under high pressure" Phys. Chem. Chem. Phys, Vol.15, No.20, PP.7696-7700, (2013).

[6]. G. Dercz, K. Prusik, L. Pajaki , R. Pielaszek , J. J. Malinowski , W. Pudlo ,"Structure studies on Nanocrystalline Powder of MgO Xerogel Prepared by the Sol-Gel method ", Journal of Materials Science-Poland, Vol. 27, No.1, pp.202-207, (2009).

[7]. Hakimeh Mirzaei, Abolghasem Davoodnia ,"Microwave Assisted Sol-Gel Synthesis of MgO Nanoparticles and Their Catalytic Activity in the Synthesis of Hantzsch 1,4-Dihydropyridines", Chinese Journal of Catalysis , Vol. 33 ,pp. 1502–1507 ,(2012).

[8]. https://www.britannica.com/science/magnesium-oxide

[9]. Neil Jamieson Lawrence ,"Synthesis and Catalytic Activity of Nanostructured Cerium Oxide", B.SC , University of Nebraska , (2010).

[10]. Vassiliki I. Markoulaki, Ioannis T. Papadas, Ioannis Kornarakis and Gerasimos S. Armatas ,"Synthesis of Ordered Mesoporous CuO/CeO_2 Composite Frameworks as Anode Catalysts for Water Oxidation ", Journal of nanomaterials , Vol.5 , pp. 1971-1984 ,(2015).

[11]. Ilgaz I. Soykal , Hyuntae Sohn , Burcu Bayram , Preshit Gawade , Michael P. Snyder , Stephen E. Levine , Hayrani Oz and Umit S. Ozkan, "Effect of Microgravity on Synthesis of Nano Ceria", Journal of catalysts, Vol.5,pp. 1306-1320, (2015) .

[12]. https://www.google.iq/searchq structure of CeO_2

[13]. M. Mohapatra , S. Anand ,"Synthesis and Applications of Nano-Structured Iron Oxides/hydroxides – a review ", Journal of Engineering Science and Technology , Vol. 2, No. 8, pp. 127-146, (2010).

[14]. https://www.google.iq/searchq structure of FeO

[15]. V. S tengl , S. Bakardjieva, M. Mar ıkova , P. Bezdic ka, J. S ubrt "Magnesium Oxide Nanoparticles Prepared by Ultrasound Enhanced Hydrolysis of Mg-alkoxides", Journal of Materials Letters, Vol. 57, pp. 3998 – 4003,(2003).

[16]. Jo-Yong Park, Yun-Jo Lee , Ki-Won Jun , Jin-Ook Baeg, and Dae Jae Yim,"Chemical Synthesis and Characterization of Highly Oil Dispersed MgO Nanoparticles", Journal of J. Ind. Eng. Chem., Vol. 12, No. 6,pp. 882-887,(2006).

[17]. Zhen-Xing Tang , Lu-E Shi , "Preparation of Nano-MgO using Ultrasonic Method and its Characteristics", Journal of Ecletica Quimica, Vol.33, No.1, pp.15 - 20, (2008).

[18]. M. A. Shah ,"Preparation of MgO Nanoparticles With Water", African Physical Review ,Vol.4,No.4 ,pp.21-23,(2010).

[19]. Jiahai Bai, Fantao Meng, Chuncheng Wei, Yunxia Zhao, Huihui Tan, Juncheng Liu, "Solution Combustion Synthesis and Characteristics of Nanoscale MgO Powders", Journal of Ceramics – Silikáty, Vol. 55, No.1, pp.20-25, (2011).

[20]. S. Suresh, D.arivuoli, "Synthesis and Characterization of Pb+ Doped MgO Nanocrystalline Particles", Journal of Nanomaterials and Biostructures, Vol.6, No.4, pp. 1597-1603, (2011).

[21]. Mohd Sufri Mastulia, Noor Sabrina Ansaria , Mohd Azizi Nawawia , Annie Maria Mahata , "Effects of Cationic Surfactant in Sol-Gel Synthesis of Nano Sized Magnesium Oxide ", Journal of APCBEE Procedia,Vol.3, pp. 93 - 98,(2012).

[22]. M.sundrarajan , J.suresh, R.rajiv gandhi, "A Comparative Study on Antibacterial Properties of MgO Nanoparticles Prepared Under Different Calcination Temperature ", Journal of Nanomaterials and Biostructures,Vol.7, No.3,pp. 983 - 989,(2012).

[23]. Sandeep Nagar, O.D. Jayakumar, Lyubov Belova , and K.V Rao," Room Temperature Ferromagnetic V-Doped MgO Nanoparticles", Journal of Materials Express, Vol.2, No.3, pp. 233-237, (2012).

[24]. Nageswararao Budiredla, Ashok Kumar, Subhash Thota, and Jitendra Kumar," Synthesis and Optical Characterization of Mg1−xNixO Nanostructures", Journal of ISRN Nanomaterials, Vol.2012, pp.1-8, (2012).

[25]. Ponnaiah Tamilselvi , Arunagiri Yelilarasi , Muthusamy Hema , Ramasamy Anbarasan ," Synthesis of Hierarchical Structured MgO

by Sol-Gel method ", Journal of Nano Bulletin, Vol.2, No.1, pp.1-5, (2013).

[26]. S. Azzaza, M. El-Hilo , S. Narayanan , J. Judith Vijaya , N. Mamouni , A. Benyoussef , A. El Kenz , M. Bououdina ," Structural, Optical and Magnetic Characterizations of Mn-doped MgO Nanoparticles", Journal of Materials Chemistry a, Vol.143, pp. 1500 - 1507, (2014).

[27]. Mohd Sufri Mastuli1, Siti Nur Hazlinda Hasbu , Noraziahwati Ibrahim , Mohd Azizi Nawawi , " Effects of Lithium Dopant on Size and Morphology of Magnesium Oxide Nanopowders",Journal of Analytical Sciences, Vol. 18 ,No. 1,pp. 15 - 20, (2014).

[28]. Agrawal R.M., Charpe S.D., Raghuwanshi F.C. and Lamdhade G.T. ,"Synthesis and Characterization of Magnesium Oxide Nanoparticles with 1:1 molar ratio via Liquid-Phase Method ", Journal of Application or Innovation in Engineering & Management (IJAIEM),Vol.4 , pp. 141 - 145,(2015).

[29]. Sumalin Phokha, Jutharatana Klinkaewnarong, Sitchai Hunpratub, Kornkanok Boonserm, Ekaphan Swatsitang, Santi Maensiri ," Ferromagnetism in Fe-doped MgO Nanoparticles", Journal of Materials Science ,Vol 27,pp. 33-39,(2015).

[30]. Prateek Kumar Gour , Sanchita Dass Roy , " Synthesis and Study of Magnesium Oxide and Cadmium Doped Magnesium Oxide Nanoparticles", Journal of Technology Innovations and Research (IJTIR), Vol 16, pp. 1- 6, (2015).

[31]. Urvashi Sharma P. Jeevanandam," Synthesis of Zn^{+2}-doped MgO Nanoparticles Using Substituted Brucite precursors and studies on

their optical properties", Journal of Sol-Gel Science and Technology , Vol. 75 , pp. 635-648, (2015).

[32]. V. Sirota, V. Selemenev, M. Kovaleva, I. Pavlenko, K. Mamunin, V. Dokalov, and M. Prozorova ,"Synthesis of Magnesium Oxide Nanopowder by Thermal Plasma Using Magnesium Nitrate Hexahydrate", Journal of Physics Research International,Vol. 2016 , pp. 1- 4,(2016).

[33]. Kadari Ahmed, Mostefa Rabahb, Mahi Khaledc, Badaoui Mohamedc, Mebarek Mokhta,"Optical and Structural Properties of Mn doped MgO Powders Synthesized by Sol-Gel Process", Journal of Lihgt and Electron Optics, Vol.27, pp. 8253–8258, (2016).

[34] .محمد امين سلمان ،احمد فؤاد، شرف خيري " فيزياء الجوامد" مطبعة الفكر العربي . (2000)

[35].كاظم احمد محمد ،" الحرارة وخواص المادة "، جامعة الموصل ،(1999).

[36]. B.G.Streeman," Solid State Electronic Devices, 4th Edition Prentice-Hall", Inc, New Delhi, (1997).

[37]. وكاع فرحان الجبوري ، فهر غالب حياتي " الخواص الكهربائية والمغناطيسية للمواد "،جامعة الموصل، (1985).

[38]. Callister W , " Material science & Engineering , an Introduction " , 3rd Ed , John wiley andSons Inc, (1994).

[39]. Solymer L, Walsh D, "Lectures on the Electrical Properties of Materials" , 2nd Ed , Oxford University Press, Oxford, (1979).

[40]. Wei Gao , Nigel M. Sammes,"An lntroduction to Electronic and Ionic Materials",scienctific publishing co.pte.ltd,(2000).

[41].محمد كامل عبد العزيز ، "الكهرومغناطيسية الهندسية "،مركز البحوث كلية الهندسة جامعة الملك اسعود،(2005).

[42]. Ferroxcube ," Soft Ferrites and Accessories", Printed in Taiwan, (2013).

[43]. نزهت عزيز عبود ،صباح جميل مزهر، زياد نبيل،" دراسة تركيب الحجيرات المغناطيسية وعلاقتها بمنحني الهسترة المغناطيسية"، مجلة كلية التربية الاساسية، الاصدار 64، الصفحات 607-614،(2010).

[44]. P.K. Roy," Influence of Substitutions and Sintering Aids on Structural and Electromagnetic Properties of NiCuZn Ferrites", Ph.D., National Institute of Technology , (2009).

[45]. M. A. Aegerter, and M. Mennig, "Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users", Springer Science and Business Media, LLC, (2004).

[46]. C. A. Milea C. Bogatu and A. Duta, "The Influence of Parameters in Silica Sol – Gel Process", Series I: Engineering Sciences, Vol.4, No.53, pp.59-66, (2011).

[47]. T. Pradeep “Nano The Essentials, Understanding Nanoscience and Nanotechnology” Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited New Delhi, (2007).

[48]. A. Dwayyan and M. Alsalhi “Introduction to Nanotechnology” King Saud University Press, 1st edition, (2007).

[49]. Zhiyong Fan, Daniel J. Ruebusch, Asghar A. Rathore, Rehan Kapadia, Onur Ergen “Challenges and Prospects of Nanopillar-Based Solar Cells” J. Nano Res 2: 829- 843, (2009).

[50]. Carl C. Koch, I Lya, A. Ovid, Sudipta, Seal and Stan Veperk "Structural Nanocrystalline Materials, Fundamentals and Applications" Cambrdge University Press. CB2 8RU, UK, (2007).

[51]. C. Jeffey Brinker, George W.Scherer, " Sol-Gel Science", New York, (1990).

[52]. Gommes, C.J., Roberts A, "Structure Development of Resorcinol-Formaldehyde Gels: microphase Separation or Colloid Aggregation. Physical Review", (2008).

[53]. Hench, L.L.; J.K. West, "The Sol-Gel Process", Chemical Reviews , (1990).

[54]. N. Rosa-Fox, M. Pinero , L. Esquivias , "Organic-Inorganic Hybrid Materials from Sonogels", (2002).

[55]. J. D. Wright, and N.A.J.M. Sommerdijk, , "Sol-Gel Materials: Chemistry and Applications", (2000).

[56]. M.A. Aegerter, and M. Mennig , "Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users", (2004).

[57]. C.J.Brinker , "Fundamentals of Sol-Gel dip Coating", Journal Thin solid films, Vol.201,pp. 97-108, (1991) .

[58]. C. A. Milea C. Bogatu A. Duta ,"The Influence of Parameters in Silica Sol – Gel Process", Bulletin of the Transilvania University of Brasov , Vol.4,No. 53,pp.60-66, (2011)

[59]. A. Sutka ,"Sol–gel Auto-Combustion Synthesis of Spinel-Type Ferrite Nanomaterials", Journal Front. Mater. Sci, Vol,6, No. 2 ,pp. 128–141, (2012).

[60]. E. Sentürk, " RC Circuit and Conductivity Properties of $Mn_{0.6}Co_{0.4}Fe_2O_4$ Nanocomposite Synthesized by Hydrothermal Method", Journal of Alloys and Compounds,Vol. 578 ,pp.90-95, (2013) .

[61]. R. Sridhar, "Synthesis and Characterization of Copper Substituted Nickel Nano-Ferrites by Citrate-Gel Technique", Journal Advances in Materials Physics and Chemistry,Vol. 2, pp.192-199 , (2012).

[62]. A. Sutka ,"Sol–Gel Auto-Combustion Synthesis of Spinel-Type Ferrite Nanomaterials", Journal Front. Mater. Sci, Vol.6,No. 2, pp.128–141, (2012).

[63]. S.A. Khorrami," The Effect of Molar Ratio on Structural and Magnetic Properties of $BaFe_{12}$ O_{19} Nanoparticles Prepared by Sol-Gel Auto-Combustion Method", Journal of Nano Dimension, Vol.3,No. 3, pp.191-197, (2013) .

[64]. S. O. Kasap, "principles of electronic materials and devices", 2nd edition Mc Graw- Hill، Higher Education,(2002).

[65]. K. Alexander,"X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorph- ous material",John and Sons, (1974).

[66]. Dr.Falak Sher ,"Crystal Structure Determination Using Powder XRD", (2007).

[67]. B.D. Cullity, S.R. Stock, “Elements of X-Ray Diffraction” 3nd ed., Prentice Hall, New York,(2001).

[68]. Y.T. Prabhu, " X-Ray Analysis by Williamson-Hall and Size-Strain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation" ,Journal of Nano Science and Engineering, Vol.4,pp. 21-28, (2014).

[69]. F. Sher," Crystal Structure Determination I", Pakistan Institute of Engineering and Applied Sciences , (2010) .

[70].متى ناصر مقادسي " علم المواد "، جامعة بغداد ، (1990).

[71]. M. E. Nielsen and M. R. Fisk," Specific Surface Area and Physical Properties of Subsurface Basalt Samples", from the east flank of Juan

de Fuca Ridge, Proceedings of the Integrated Ocean Drilling Program, Vol.301,pp1-8, (2008).

[72]. Pabst & Gregorova, "Characterization of particles and particle systems", ICT Prague, (2007).

[73]. C. Barret and B.T.Massalki,"Structure of Metals"Book,Oxford Pergamon, (1980).

[74]. فارس محمد علي الجعفري،" تحضير عازل حراري سيراميكي من مخلفات محطات توليد الطاقة الكهربائية ودراسة بعض خصائصه الفيزياوية والكيمياوية"، رسالة ماجستير ، جامعة بابل ، كلية العلوم ،قسم علوم الفيزياء،(2005).

[75]. K.C. Kao," Dielectric Phenomena in Solid", Elsevier Academic press ,(2004).

[76]. A. Technologies," Basics of Measuring the Dielectric Properties of Materials", Printed in USA , (2006).

[77]. Al-Obaidi. Inaam Mohammed," Preparation and Investigation of Conductivity and Dielectric Behavior of Some Ferri-Ferro Composites" , Ph.D, University of Technology, The Applied Sciences Department ,(2005).

[78]. D.S.Su , "Scan Electron Microscopy (SEM)",Max. planck. cesellschaft ,(2010) .

[79]. T. Ferreira , "Image J user Guide" , (2012) .

[80]. M. Santiago , "Introduction to x-ray Diffraction meter", University of Puerto Rico,(2006) .

[81].جنان ستار خشان ،"استخدام النظام السيراميكي Al_2O_3-MgO-PSZ في تصنيع القطع" ، مجلة الهندسة والتكنلوجيا، 27(7) ،257-250 ،(2007)

[82]. G. Mahmoudzadeh, S. A. Khorrami, S. S. Madani and M. Frounchi ," The Influence of Different Fuel Additives at Different Molar Ratios on the Crystallite Phase Formation Process, Structural Characteristics and Morphology of Dispersed Zinc Ferrite Powders by Sol-Gel Auto

Combustion", Journal of Ceramic Processing Research, Vol. 13, No. 4, pp. 368-372 (2012).

[83]. B. Vis Wanathan, "Physical and Chemical Methods for Synthesis of Nanomaterials ", (2007).

[84]. M. Caglar,Y. Caglar, S. Ilican ,"The determination of the Thickness and Optical Constants of the ZnO Crystalline thin Film by Using Envelope Method", Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 8, No. 4, pp1410-1413, (2006).

[85]. K. Kaviyarasu and Prem Anand Devarajan,"Synthesis and Characterization Studies of Cadmium Doped MgO Nanocrystals for Optoelectronics Application", Journal of Advances in Applied Science Research,Vol.2,No.6,pp.131-138, (2011) .

[86]. I. K. Batttisha," Structural, Magnetic and Dielectric Properties of Fe-CoCo-Doped Ba0.9Sr0.1TiO3 Prepared by Sol-Gel Technique", New Journal of Glass and Ceramics, Vol. 4,pp.19-28,(2014).

[87] .امين دواي ثامر، عباس خماس حسين،"دراسة الخصائص المغناطيسيية لمكبوسات ($Fe_{1-x}Co_x$)"،مجلة الهندسة والتكنولوجيا، 1(26)، (2008).

[88] . تحسين حسين مبارك،" تحضير مادة قلب المحولة الكهربائية ودراسة خصائصها التركيبية والفيزيائية "، اطروحة دكتوراه ، جامعة التكنلوجيا ، قسم العلوم التطبيقية ،(2003) .

[89]. P.K. Roy, Bibhuti B. Nayak, J. Bera,"Study on Electro-Magnetic Properties of La Substituted Ni-Cu-Zn Ferrite Synthesized by Auto-Combustion Method", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Vol.320, pp. 1128-1132,(2008).

grain size and porosity for all samples, increases as the percentage of (Ce^{+4}) ions increases as conducting by XRD.SEM and EDX.

The prepared Nano powders were subjected to molding process into two groups, each of them is suitable for certain study:

First group :It has been compressed into disc to be suitable for electrical measurements .Each disc was coated from both sides with silver paste in order to get an electrical ceramic capacitors. Then, it has been subjected to some electrical tests at room temperature such as, dielectric constant, dielectric loss and conductivity ($\sigma_{a.c}$). Their results showed a lower in both dielectric constant and its loss as the frequency increases and its increases as the (Ce^{+4}) ion concentration increases. While it ($\sigma_{a.c}$) increases with the increasing of the frequency.

Second group; The samples were compressed into the rings shape, which is used for magnetic measurements (MM),likes self-induction (L), initial permeability (μ_i) ,the relative loss factor(RLF) and hysteresis loop. Their results showed the lowering in self-induction, the initial permeability and the relative loss factor as the frequency increase at room temperature. The results of the hysteresis loop for the ratio (X = 0.05) showed the best magnetic properties as compared with other samples results which is due to its high initial permeability with the lowest relative loss, and small area, so that its suitable as cores in transducers or electrical motors .It also noticed that the hysteresis loop for the samples (P1, F, C1, C3, C4) were wide, which possess a large magnetic loss and thus attains the terms of their use in the manufacture of induction telephone sets of low frequency files in multi-channel mobile network devices .

Abstract

This work has performed to prepare ($Ce_xFe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) powders by two stages, the first stage was the preparation of MgO with different fuel –salt ratio ,then selected the sample of the best ratio. The second stage was to prepare the doped samples of ($Ce_xFe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$) and to study the effect of (Fe^{+2}) and (Ce^{+4}) ions together on the structural , electrical and magnetic properties of Nano powders in the ($0.025 \leq x \leq 0.1$)

In the first stage, Magnesium oxide of nanoscale powders has prepared by $Mg(NO_3)_2.9H_2O$ as the basis, and citric acid ($C_6H_8O_7\ H_2O$) as fuel by spontaneous combustion . To study the effect of fuel ratio (citric acid) on structural and morphological of the prepared nanoscale oxide, five samples were considered (P_1, P_2, P_3, P_4, P_5)with molarity(0.5 , 0.6 , 1 , 1.75 , 2M)respectively, while magnesium nitrate ratio was kept at 1M .The prepared powders were examined by scanning electron microscope (SEM) , X-ray diffraction (XRD) and (EDX). The XRD results showed MgO nanoscale crystalline into face centered cubic (fcc) for all specimens with the lattice constant (a) in the range of (4.2213 - 4.2133Å). Their calculated grain sizes were in the range of (13.55-8.94) nm by using Debye - Scherer equation and their ranges (15.59-18.37) nm from (SEM).The tests of EDX, showed the present of Mg and O in the sample and the best ratio for the sample was (1: 0.5) M (fuel : salts) due to its high purity and free of impurities .So it was selected for the dopant samples in next stage.

In the second stage, four samples symbolized (C_1 ,C_2 , C_3 and C_4) of Nano powders from($Ce_x\ Fe_{0.05}Mg_{0.95-x}O$)with ($0.025 \leq X \leq 0.1$) were prepared in order to study the effect of (Fe^{+2}) and (Ce^{+4}) ions together on the structural , electrical and magnetic properties of Nano powder. Its structural result revealed fcc crystal structure and its calculated density,

Republic of Iraq
Ministry of Higher Education &
Scientific Research
University of Diyala - College of Science
Department of Physics

Study of Some Physical Properties of Chemically Prepared Nano Magnesium Oxide (MgO) Doped With Iron and Cerium Ions

A Thesis

Submitted to the Council of College of Science

University of Diyala in Partial Fulfillment

of the Degree of M.Sc. in Physics

By

Ahmed Hamed Abed

(B.Sc. in Physics 2010)

Supervised By

Assist. Professor Dr.Ziad Tariq Khodair

Assist. Professor Dr. Tagreed Muslim

1438 A.H 2016 A.D