

Б.К. Остафійчук<sup>1,2</sup>, В.В. Мокляк<sup>1</sup>, В.Д. Федорів<sup>2</sup>, А.Б. Груб'як<sup>1</sup>,  
Ю.В. Яворський<sup>3</sup>, С.О. Юрієв<sup>4</sup>

## Низькотемпературні месбауерівські дослідження фазового складу та структурної стійкості нанокompозиту оксид / гідроксиду заліза (III)

<sup>1</sup>Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України, Київ, Україна, [hrubiakOandrii@gmail.com](mailto:hrubiakOandrii@gmail.com)

<sup>2</sup>ДВНЗ "Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника", Івано-Франківськ, Україна, [kmint@pnu.edu.ua](mailto:kmint@pnu.edu.ua)

<sup>3</sup>Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського", Київ, Україна, [yar-yr@ukr.net](mailto:yar-yr@ukr.net)

<sup>4</sup>НУ "Львівська політехніка", Львів, Україна, [s.o.yurjev@gmail.com](mailto:s.o.yurjev@gmail.com)

В роботі представлено результати низькотемпературних месбауерівських досліджень нанокompозиту оксид / гідроксиду заліза (III), отриманого методом співосадження. На основі перехресних X-променевого аналізу та месбауерівської спектроскопії виявлено фазовий склад синтезованого нанодисперсного композиту, який складається із гематиту ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) у слабупорядкованому кристалічному стані (ОКР  $\approx$  10 нм) та лепідокроциту ( $\gamma$ -FeOOH) у рентгенівському аморфному стані (розмір частинок 3 - 4 нм). Питома площа поверхні синтезованого нанокompозиту становить 280 м<sup>2</sup>/г. На основі низькотемпературних месбауерівських досліджень виявлено зміни магнітної мікроструктури нанокompозиту. Зокрема, встановлено, що відносна інтегральна інтенсивність секстету, що відповідає магнітнупорядкованій фазі гематиту, практично не змінюється і становить близько 17 %. При цьому апроксимація магнітнупорядкованої компоненти, починаючи від температури 190 К, відображається двома секстетними лініями, які відрізняються квадрупольним розщепленням ( $Q_s = -0,21$  мм/с і  $Q_s = 0,21$  мм/с). В результаті відпалу синтезованого нанокompозиту при температурі 200 °С зафіксовано незначний перерозподіл ( $\approx$  5 %) вмісту парамагнітних та магнітнупорядкованих компонентів, що свідчить про структурну стійкість наночастинок  $\gamma$ -FeOOH при відпалі. Підвищення температур відпалу до 500°C призводить до прогнозованого перебігу фазового переходу  $\gamma$ -FeOOH  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Представлено механізм росту кристалітів гематиту під час спікання за рахунок фіксації на бічних гранях фази  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> наночастинок фази  $\gamma$ -FeOOH з одночасним перетворенням їх кристалічної структури на структуру фази  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

**Ключові слова:** нанокompозит оксид/гідроксиду заліза (III), месбауерівська спектроскопія, магнітнупорядкована та парамагнітна компоненти, Зеєменівське розщеплення, ефективне магнітне поле.

Подано до редакції 9.04.2021; прийнято до друку 17.05.2021.

### Вступ

Проблема однозначної ідентифікації фазового складу та модифікації кристалічної структури нанорозмірних матеріалів є надзвичайно актуальними в даний час [1, 2]. Особливо це стосується наноструктурованих матеріалів, отриманих

рідкофазними методами «зеленої хімії» [3], для яких характерним є морфологічна різноманітність та висока енергоефективність. Проте суттєвим недоліком використання рідкофазного осаження є залишковий вміст структурно зв'язаних молекул груп H<sub>2</sub>O та OH<sup>-</sup> у синтезованих матеріалах. У більшості випадків вони присутні у структурі наноматеріалів у вигляді відповідних аморфних кристалогідратів та

гідроксидів, які неможливо ідентифікувати методами рентгенівської дифракції [4].

В процесі синтезу нанорозмірних сполук заліза методами хімічного осадження при утворенні гідрогелю заліза випадає осад, що складається з аморфних агрегатів розміром близько 100 нм. Вони утворені з некристалізованих так званих "первинних частинок" з розмірами 3 - 4 нм. Як встановлено авторами [5-7], зміна ключових параметрів синтезу в достатньо широких межах –  $pH$  реакційного середовища від 4 до 14, температура розчинів від 20°C до 100°C, концентрація розчинів від 0,5 М до 6М – практично не впливає на розмір «первинних часток». При цьому питання щодо фазового складу «первинних часток» залишається відкритим. Існує цілий ряд робіт, включаючи [5-7], в яких склад такого свіжоприготовленого осаду вважають відповідним до  $Fe(OH)_3$ . Однак, форма  $Fe(OH)_3$  є нестійкою внаслідок практично рівності нулю теплоти її утворення із  $Fe_2O_3$  і  $H_2O$ . Тому більшість авторів розглядають гелі гідрооксиду заліза як сполуку змінного складу  $xFe_2O_3 \cdot nH_2O$ . Загалом, свіжоприготовлений осад гідрогелю заліза є трьохмірним просторовим полімером. Таким чином, «первинні частки» якраз і являють собою ядра міцел утвореного колоїду. Полімерна структура ядер міцел є нестійкою, оскільки вона формується в момент сильного перенасичення розчину при осадженні, і тому буде поступово розпадатися після утворення. При старінні в маточному розчині відбувається деполімеризація з наступним перетворенням у центри кристалізації вторинних кристалів, які в залежності від умов є фазами гематиту чи гетиту.

В даній роботі здійснено низькотемпературні месбауерівські дослідження фазового складу та структурної стійкості нанорозмірних композитних систем оксид/гідроксидів заліза (III), отриманих згідно методу хімічного осадження, запропонованого в [7]. Синтез матеріалів передбачав кристалізацію "первинних частинок" поза маточним розчином та збереження їх початкового розміру порядку декількох нанометрів.

## I. Матеріали та методи їх дослідження

Методику, запроповану у роботі [7], було використано для синтезу зразка. Осад гідрогелю заліза отримували шляхом одночасного впливання однонормальних розчинів  $FeCl_3$  та  $NaOH$  у дистильовану воду із заданим значенням  $pH = 7$ , яке підтримувалось сталим впродовж процесу синтезу. Осадження проводили протягом 0,5 год при 20 °C. Промивання при  $pH$  осадів до появи перших ознак пептизації методом декантації. Дегідратацію осаду проводили на повітрі протягом 4 год при температурі 110 °C.

Дифрактограми отримували за допомогою DRON-3.0 (випромінювання  $Cu K\alpha$ , схема Бреґга-Брентано та  $Ni K\beta$ -фільтр). Для вивчення кристалічної та магнітної мікроструктури був використаний метод

низькотемпературної (88 - 290 K) месбауерівської спектроскопії:

пристрій MS-1104Em, режим постійного прискорення, ізотоп  $Co^{57}$  у матриці хрому, що служить джерелом  $\gamma$ -квантів, ширина лінії металевого  $\alpha$ -Fe дорівнює 0,21 мм/с, а калібрування ізомерних зсувів щодо  $\alpha$ -Fe. Морфологію зразків вивчали за допомогою просвічувальної електронної мікроскопії (ТЕМ) використовуючи мікроскоп 100 кВ JEOL JEM-100CX II. Тепловий аналіз проводили за допомогою Юпітера STA 499 F3 в атмосфері аргону в діапазоні температур 25 - 1000°C і швидкості нагрівання 5°C/хв. Площу поверхні зразків вимірювали методом Брунауер-Еммет-Теллера (ВЕТ), використовуючи пристрій Quantachrome Autosorb (Nova 2200e) з азотом як адсорбатом. Ізотерми адсорбції вимірювали при 77 К.

## II. Результати

На рис. 1 представлено результати X-променевого структурнофазового аналізу. Отримана дифрактограма для синтезованого матеріалу свідчить про його рентгеноаморфний стан. Фіксуються лише незначні сліди основних найбільш інтенсивних рефлексів (104) та (110) слабокристалізованої фази гематиту. Розмір частинок цієї рентгенокристалічної складової матеріалу, згідно побудови Вільямсона-Хола, становить близько 10 нм. Власне ці наночастинки і формують магнітовпорядковану складову на месбауерівському спектрі, відносивміст якої становить  $\approx 17\%$  (рис. 2). Характеристичні параметри земанівського сектету  $H_{eff} = 513$  кЕ,  $I_S = 0,37$  мм/с та  $Q_S = -0,22$  мм/с однозначно підтверджують їх приналежність фазі гематиту. На спектрі присутня також високоінтенсивна парамагнітна компонента, вміст якої становить  $\approx 83\%$ .

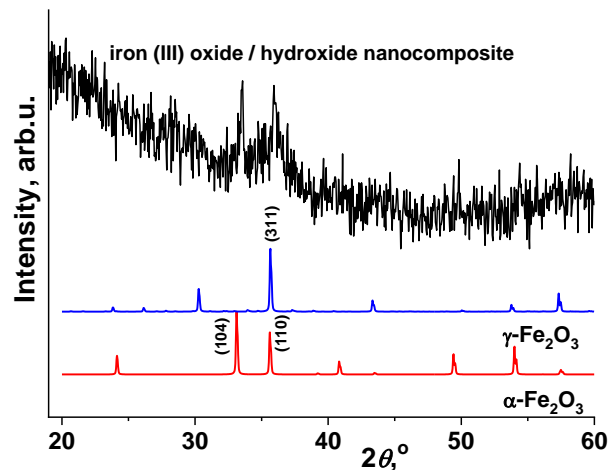


Рис. 1. Дифрактограма синтезованого нанокompозиту оксид/гідроксид заліза (III) та модельні ґратки кристалічної структури маґеміту (JCPDS Card No. 39-1346) і гематиту (JCPDS Card No. 33-0664).

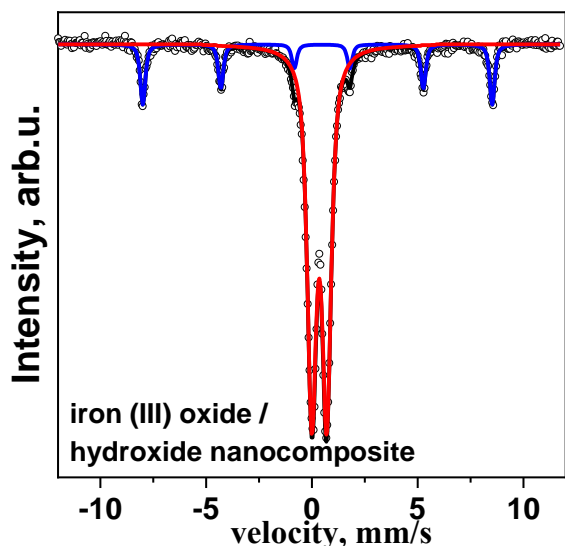


Рис. 2. Месбауерівський спектр синтезованого нанокompозиту оксид/гідроксид заліза (III) та компоненти його апроксимації, отримані за допомогою програмного забезпечення Univem MS 7.01.

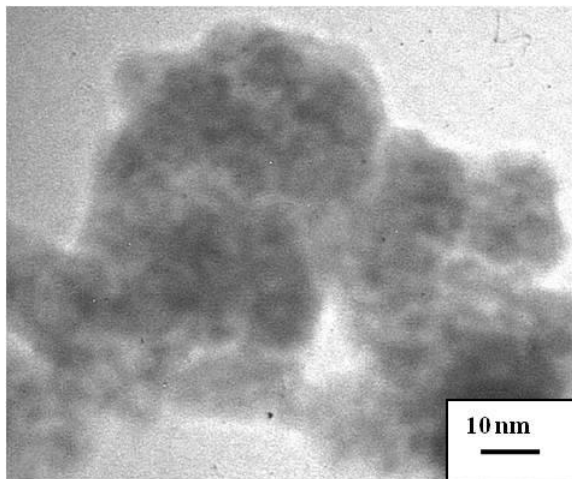


Рис. 3. TEM зображення синтезованого нанокompозиту оксид/гідроксид заліза (III).

На високу ступінь дисперсності отриманої системи вказує також виміряне за допомогою методу ізотермічної адсорбції азоту значення питомої площі поверхні матеріалу, яке становить  $S_{\text{пит}} = 280 \text{ м}^2/\text{г}$ . Також це підтверджується отриманим TEM зображенням зразка (рис. 3), згідно якого середній розмір утворених домінуючих частинок становить близько 3 - 4 нм.

Для уточнення фазового складу матеріалу було проведено термогравіметричні дослідження отриманого матеріалу (рис. 4). Встановлено, що в діапазоні температур від кімнатної до  $360^\circ\text{C}$  зразок втрачає близько 15 % своєї маси, причому інтенсивність втрати маси є максимальною в діапазоні від  $20^\circ\text{C}$  до  $200^\circ\text{C}$ . Цьому процесу відповідає зафіксований ендопік в околі температури  $150^\circ\text{C}$ . Таким чином, високоімовірним є, що парамагнітна складова формується резонансними ядрами  $\text{Fe}^{57}$ , які входять до складу однієї із модифікацій фази  $\text{FeOOH}$ .

Розраховані втрати маси цієї фази при дегідратації з утворенням гематиту становлять близько 10 %, а при утворенні сполуки  $\text{FeO}$  – 19 %.

Для підтвердження факту формування фази  $\text{FeOOH}$  та встановлення її модифікації застосовано низькотемпературні МС дослідження синтезованого зразка (рис. 5).

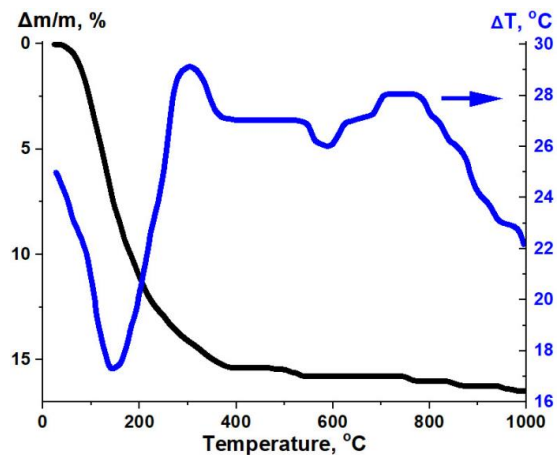


Рис. 4. Криві термогравіметричного аналізу для синтезованого нанокompозиту оксид/гідроксид заліза (III).

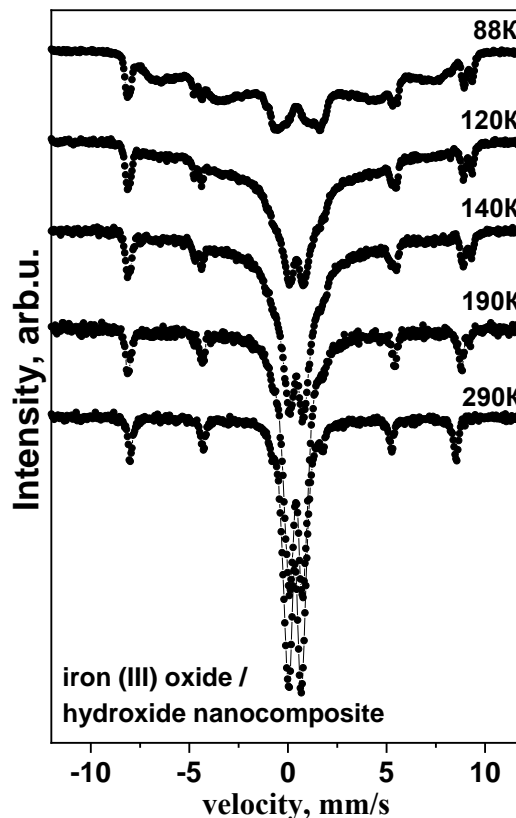


Рис. 5. Месбауерівські спектри низькотемпературних зйомок синтезованого зразка.

Встановлено, що при всіх застосованих температурах кризіюмок в діапазоні від кімнатної до температури рідкого азоту відносна інтегральна інтенсивність земагнітського секстетету, який відповідає магнітвпорядкованій фазі гематиту із частинками розміром 10 нм, залишається практично

незмінною і становить близько 17 % (рис. 6). При цьому, починаючи із температури 190 К спостерігається тенденція до розділення цієї складової на два секстети, що відрізняються значеннями квадрупольного розщеплення відповідно  $Q_S = -0,21$  мм/с та  $Q_S = +0,21$  мм/с. При застосуванні температур зйомок 120 К та 88 К їх вклад стає практично співмірним. Зафіксований результат слугує ще одним незаперечним доказом відповідності цих компонентів фази гематиту.

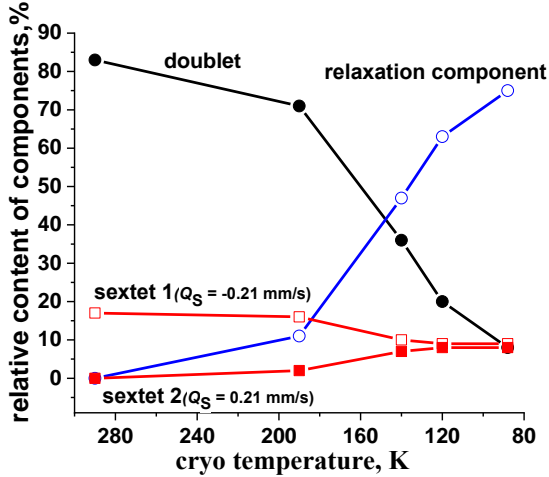


Рис. 6. Динаміка змін відносних інтегральних інтенсивностей основних складових месбауерівських спектрів матеріалу при проведенні криозйомок та зняття вирождення для магнітвпорядкованої компоненти.

### III. Дискусія

Отримані результати пояснювали на основі будови магнітної структури фази гематиту. Гематит є антиферромагнетиком в якому дві магнітні підґратки повністю компенсують одна одну. При цьому спостерігається незначна деформація октаедрів, що призводить до квадрупольного розщеплення із значенням модуль якого рівний 0,21 мм/с. Однак, теплові осциляції іонів ґратки за кімнатної температури не дозволяють розділити вклад цих двох магнітних підґраток. Застосування температури криозйомок 120 К забезпечує повне зняття

магнітних підґраток гематиту із антипаралельними магнітними моментами.

При зниженні температури зйомок починаючи із 140 К також спостерігається значний перерозподіл відносних інтегральних інтенсивностей парамагнітної та релаксаційної компонент відповідних месбауерівських спектрів в сторону збільшення останньої (рис. 6). Залишковий вміст парамагнітної складової спектру при температурі зйомок 88 К складає 8 %. При цьому, релаксаційна складова являє собою суперпозицію уширених значним чином зееманівських секстиплетів із параметрами  $I_S = 0,39$  мм/с,  $Q_S = -0,26$  мм/с та розподілом значень ефективних магнітних полів на резонансних ядрах в діапазоні від 212 кЕ до 446 кЕ з максимумами в околі  $H_{\text{еф}} = 257$  кЕ, 359 кЕ та 437 кЕ. Отриманий результат для релаксаційної складової є характерним для фази лепідокрокіту  $\gamma$ -FeOОН із температурою Нееля 77 К.

Підтвердженням цьому слугують також практично ідентичні МС спектри зареєстровані в базі даних мінеральної спектроскопії Марсу (Mars Mineral Spectroscopy Database), які отримані для модельної суміші, що містила у співвідношенні один до одного синтетичний гематит (<5 мкм) і сілезський лепідокрокіт (НММ 81159) (рис. 7) [8]. Однак, в нашому випадку фаза  $\gamma$ -FeOОН є набагато дисперснішою, оскільки формування характерних зееманівських складових починається при суттєво нижчих температурах зйомки в діапазоні 120 - 88 К. Необхідно відмітити, що на спектрі модельної суміші, який отриманий за температури зйомки 190 К, також, як і у нашому випадку, фіксувалось зняття вирождення для фази гематиту з чіткою фіксацією двох магнітних підґраток.

Для встановлення ступеня структурної стабільності синтезований вихідний матеріал було відпалено на повітрі при високих температурах в діапазоні від 200 °С до 500 °С протягом 5 год. Відповідні МС спектри відпалених зразків матеріалу представлено на рис. 8.

В результаті зафіксовано, що відпал при температурі 200 °С супроводжується лише незначним перерозподілом ( $\approx 5$  %) вмісту парамагнітної та магнітвпорядкованої складових (рис. 9). Однак, при цьому спостерігається значний ріст значення величини ефективного магнітного поля відповідного

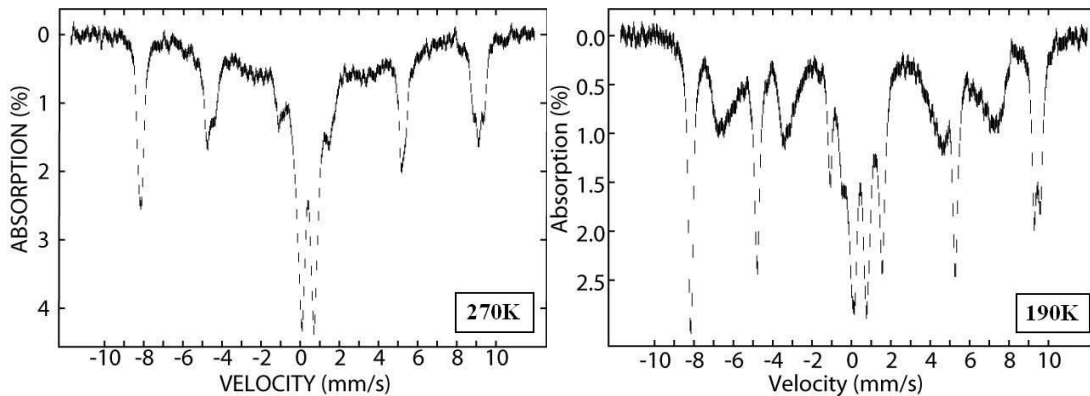


Рис. 7. Месбауерівські спектри для модельної суміші (1:1) синтетичний гематит (<5 мкм) і сілезський лепідокрокіт (НММ 81159) [8], температури реєстрації 270 К (зліва) та 190 К (справа).

відповідного вирождення з чіткою фіксацією двох зееманівського секстету магнітвпорядкованої

компоненти до 550 кЕ (рис. 9). Зафіксовані результати свідчать, що за даної температури відпалу наночастинки фази лепідокрокиту  $\gamma$ -FeOOH є достатньо структурно стабільними і практично всією своєю масою залишаються у вихідному стані. В цей же час відбувається відпал структурних дефектів в мікрокристалітах фази гематиту, що сприяє підвищенню ступеня структурної досконалості останніх і, як наслідок, росту значення величини ефективного магнітного поля відповідної зеєманівської складової [9]. Подальше підвищення температур відпалу до вибраних, згідно термогравіметричних досліджень (рис. 4), характерних значень 320°C, 360°C та 500°C призводить до прогнозованого перебігу фазового переходу  $\gamma$ -FeOOH  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. При цьому перехід є тривалим і застосована кінцева температура відпалу 500°C не забезпечує повноти його перебігу. Відповідний залишковий вміст парамагнітної компоненти становить 11 %.

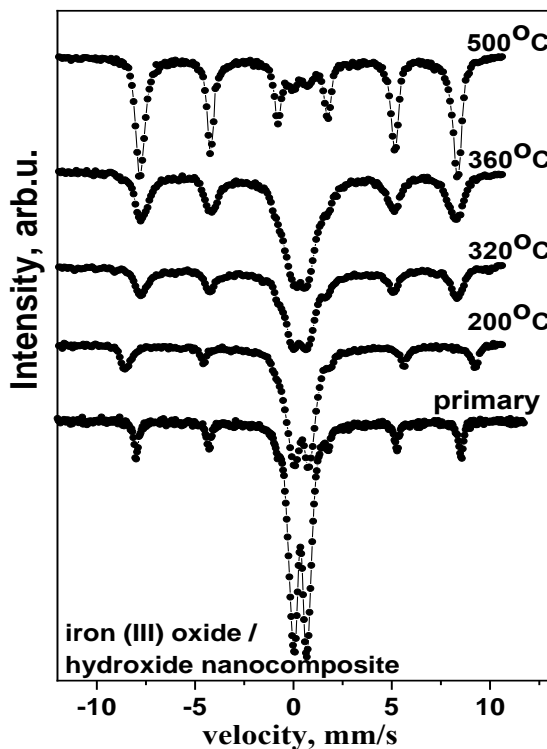


Рис. 8. Месбауерівські спектри системи відпалених при температурах від 200°C до 500°C зразків синтезованого наноконкомпозиту оксид/гідроксид заліза (III).

Необхідно відмітити, що для процесу відпалу характерним є відсутність на спектрах відповідних зразків релаксаційної складової, яка б свідчила про пряме перетворення наночастинок  $\gamma$ -FeOOH у відповідні частинки  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> з наступним їх спіканням та формуванням мікрокристалітів. В даному випадку має місце механізм росту кристалітів гематиту за рахунок приростання наночастинок фази  $\gamma$ -FeOOH з одночасним трансформуванням їх кристалічної структури до бічних граней більших за розмірами частинок фази  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Значення середньозваженої величини ефективного магнітного поля відповідного

зеєманівського секстету магнітвпорядкованої компоненти на початку перебігу фазового переходу знижується до рівня 498 кЕ (рис. 9) внаслідок формування дефектних міжзеренних областей в кристалітах при їх рості і залишається практично незмінним впродовж всього подальшого процесу відпалу.

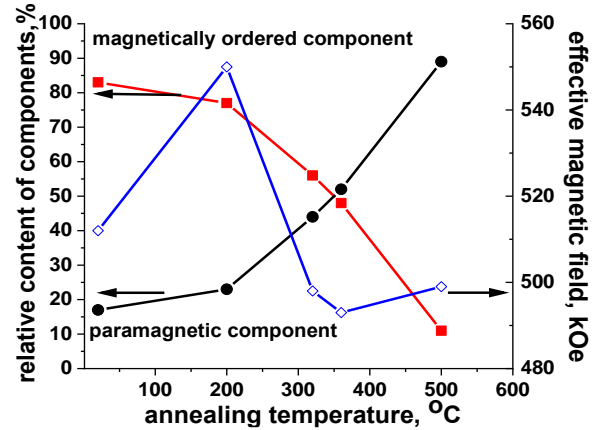


Рис. 9. Динаміка змін відносної інтегральної інтенсивності магнітвпорядкованої і парамагнітної складових МС спектрів синтезованого наноконкомпозиту оксид/гідроксид заліза (III) та ефективного магнітного поля магнітвпорядкованої складової в залежності від температури відпалу.

## Висновки

Вивчено структурно-морфологічні характеристики, магнітну мікроструктуру та структурну стійкість наноконкомпозиту оксид / гідроксид заліза (III), синтезованого методом осадження. Низькотемпературні месбауерівські дослідження показали, що композиційний матеріал являє собою суміш нанокристалітів гематиту ( $\approx$  10 нм) і наночастинок лепідокроцу (3 - 4 нм). Питома площа поверхні матеріалу становить  $S_{sp} = 280 \text{ м}^2/\text{г}$ . Для магнітвпорядкованої фази гематиту при температурі нижче 120 К апроксимація здійснюється двома секстетними лініями, які відрізняються квадрупольним розщепленням ( $Q_s = -0,21 \text{ мм/с}$  і  $Q_s = 0,21 \text{ мм/с}$ ), що відповідає існуванню двох магнітних решіток з антипаралельними магнітними моментами. Встановлено, що при відпалі наноконкомпозиту оксид / гідроксид заліза (III) при температурі 200°C наночастинки фази  $\gamma$ -FeOOH є досить стабільними у структурі і всі залишаються у вихідному стані. Одночасно відбувається відпал структурних дефектів в нанокристалічній фазі гематиту. Завдяки цьому відбувається збільшення ефективного магнітного поля магнітвпорядкованої компоненти до 550 кЕ. Подальше підвищення температури відпалу до 500°C призводить до фазового переходу  $\gamma$ -FeOOH  $\rightarrow$   $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Запропоновано модель фазової трансформації, що передбачає ріст нанокристалітів гематиту за рахунок прикріплення наночастинок фази  $\gamma$ -FeOOH до бічних граней часток фази  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> та наступного перетворення їх кристалічної структури. У

цьому випадку не може бути прямого перетворення окремих наночастинок  $\gamma$ -FeOOH у відповідні частинки  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, оскільки вміст релаксаційної складової в месбауєрівських спектрах не змінюється. Ефективне магнітне поле відповідного зееманівського секстета магнітновпорядкованої компоненти, який відповідає фазі гематиту, на початку фазового переходу зменшується до 498 кЕ і залишається практично незмінним протягом усього процесу відпалу.

**Остафійчук Б.К.** – член-кореспондент НАН України, д.ф.-м.н., професор, п.н.с. лабораторії фізики магнітних плівок, завідувач кафедри МіНТ;  
**Мокляк В.В.** – д.ф.-м.н., с.н.с. лабораторії фізики магнітних плівок;  
**Федорів В.Д.** – к.ф.-м.н., професор кафедри МіНТ;  
**Груб'як А.Б.** – к.ф.-м.н., докторант лабораторії фізики магнітних плівок;  
**Яворський Ю.В.** – к.ф.-м.н., асистент кафедри металознавства та термічної обробки,  
**Юрієв С.О.** – к.ф.-м.н., професор кафедри загальної фізики.

- [1] K. Kucio, B. Charmas, V. Sydorhuk, S. Khalameida, O. Khyzhun, *Applied Catalysis A: General* 603, 117767 (2020) (DOI: 10.1016/j.apcata.2020.117767).
- [2] L.S. Kaykan, J.S. Mazurenko, N.V. Ostapovych, A.K. Sijo, N.Ya. Ivanichok, J. Nano- Electron. Phys. 12(4), 04008 (2020) (DOI: 10.21272/jnep.12(4).04008).
- [3] Z. Cheng, A.L.K. Tan, Y. Tao, D. Shan, K E Ting, X.J. Yin, *International Journal of Photoenergy* 2012, 1 (2012) (DOI: 10.1155/2012/608298).
- [4] V. Kotsyubynsky, B. Ostafiyhuk, V. Moklyak, A. Hrubiak, *Solid State Phenomena* 230, 120 (2015) (DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.230.120).
- [5] I.A. Ryzhak, O.P. Krivoruchko, R.A. Buyanov, L.M. Kefeli, A.A. Ostantkovich, *Kinetika i kataliz* 10, 377 (1969).
- [6] R.A. Buyanov, O.P. Krivoruchko, I.A. Ryzhak. *Kinetika i kataliz* 13, 470 (1972).
- [7] O.P. Krivoruchko, R.A. Buyanov, B.P. Zolotovskii, A.A. Ostan'kovich. *Russ Chem Bull* 23, 1384 (1974) (DOI: 10.1007/BF00929635).
- [8] Mars Mineral Spectroscopy Database. URL: <https://www.mtholyoke.edu/courses/mdyar/database/index.shtml?group=mixed&species=mix1>.
- [9] B.K. Ostafiyhuk, V.S. Bushkova, V.V. Moklyak, R.V. Ilnitsky, *Ukrainian Journal of Physics* 60(12), 1234 (2015) (DOI: 10.15407/ujpe60.12.1234).

B.K. Ostafiyhuk<sup>1,2</sup>, V.V. Moklyak<sup>1</sup>, V.D. Fedoriv<sup>2</sup>, A.B. Hrubiak<sup>1</sup>,  
Yu.V. Yavorskyi<sup>3</sup>, S.O. Yuryev<sup>4</sup>

## Low-Temperature Mossbauer Studies of the Phase Composition and Structural Stability of Iron (III) Oxide/Hydroxide Nanocomposite

<sup>1</sup>G.V. Kurdyumov Institute for Metal Physics, N.A.S. of Ukraine, Kyiv, Ukraine, [hrobiakOandrii@gmail.com](mailto:hrobiakOandrii@gmail.com)

<sup>2</sup>Vasyl Stefanyk Precarpathian National University, Ivano-Frankivsk, Ukraine, [natal.gladiv@ukr.net](mailto:natal.gladiv@ukr.net)

<sup>3</sup>National Technical University of Ukraine "Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute", Kyiv, Ukraine, [yar-vra@ukr.net](mailto:yar-vra@ukr.net)

<sup>4</sup>Lviv Polytechnic National University, Lviv, Ukraine, [s.o.yuryev@gmail.com](mailto:s.o.yuryev@gmail.com)

In article present the results of low-temperature Mossbauer studies of iron (III) oxide/hydroxide nanocomposite synthesized by the method of deposition. Based on these studies, the composition of the synthesized composite was revealed. The nanodispersed composite with a specific surface 280 m<sup>2</sup>/g is a hematite in the weakly disordered crystalline state (CSR 10 nm), and a lepidocrocite in the X-ray amorphous state (particles size 3 - 4 nm). The relative integral intensity of the Zeeman sextet, which corresponds to the magnetically ordered phase of hematite, is practically unchanged and is about 17%. The tendency to divide the magnetically ordered component into two sextets, which differ in quadrupole splitting Q<sub>s</sub> = -0.21 mm/s and Q<sub>s</sub> = 0.21 mm/s, respectively, is observed starting from a temperature of 190 K. As a result of annealing of the synthesized material at a temperature of 200 °C, a slight redistribution (≈ 5 %) of the content of paramagnetic and magnetically ordered components was recorded, which indicates the structural stability of the nanoparticles of the lepidocrocite  $\gamma$ -FeOOH phase at this temperature. Increase of annealing temperatures to 500°C leads to the predicted course of the phase transition  $\gamma$ -FeOOH →  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The mechanism of growth of hematite crystallites during sintering due to fixation side faces of larger  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phase of nanoparticles of the  $\gamma$ -FeOOH phase with simultaneous transformation of their crystal structure to side faces of larger  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phase particles is presented.

**Keywords:** iron (III) oxide/hydroxide nanocomposite, Mossbauer, magnetically ordered and paramagnetic components, Zeeman splitting, effective magnetic field.