وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة القادسية
كلية التربية
قسم العلوم التربوية والنفسية

عنوان البحث

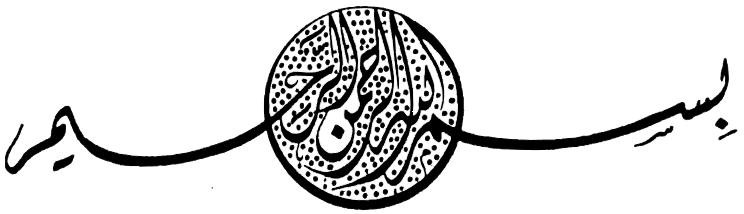
التحضير الحيوي للفضه النانويه (بلستخدام المستخلصات النباتية)-

بحث مقدم من قبل الطالبة سهير حامد ناصر / فرح فضل زويد الى مجلس قسم الكيمياء في كلية التربية وهو من متطلبات نيل شهادة البكالوريوس

المشرف

د. حسن عبلس

2018م 1439ه



[أُولَئِكَ الَّذِينَ اشْتَرَوُا الضَّلَالَةَ بِالهُدَى فَمَا رَبِحَتْ تِجَارَتُهُمْ وَمَا كَانُوا مُهْتَدِينَ]

صدق الله العلي العظيم

سورة البقرة:الايه16

الإهداء

من دنى فتدلى .....نبي الهدى محمد9

أئمه الهدى ومصابيح الدجى ....الذين اذهب الله عنهم الرجس وطهرهم تطهير.....Δ

والدي الحبيب الذي علمني حب العلم والفضل(اطال الله في عمره)

من قذفت لي الحنان التي بدعائها انارت دربي

والدتي الغالية

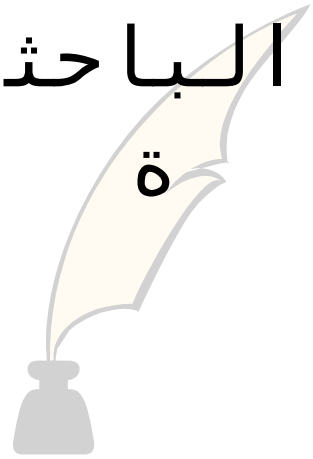
من منحني الكثير من وقته وشاركني مشوار البحث

الاستاذ الدكتورحسن عباس

أساتذتي الأفاضل .... تواضعاً لسخائهم العلمي
قواتنا الأمنية ومجاهدي الحشد الشعبي .... تحيتاً وسلاماً

إخوتي ، وزملائي .... حباً ووفاءً
اهدي ثمرة جهدي المتواضع هذا

الباحثة



شكر وإمتنان

"ولا تنسو الفضل بينكم"

الحمد لله الأول قبل الأنشاء والاحياء والآخر بعد فناء الاشياء العليم الذي لا ينسى من ذكره ولا ينقص من شكره ولا يخيب من دعاه ولا يقطع رجاء من رجاه الحمد لله الذي جعل الحمد مفتاحاً لذكره وسبباً لمزيد من فضله ودليل على آلائه وعظمته احمده مع اعترافي بالذنب والتقصير واشكره على ما أعانني ويسر لي العسير ونستغفره ونتوب إليه ونسأله التوفيق لكل ما يرضيه ويبعدنا عن كل سخطه وان لا يكلنا لأنفسنا طرفة عين فنكون من الهالكين والحمد لله الذي بعونه بدأت وعليه توكلت والصلاة والسلام على سيدنا محمد (9).

فأني بعد أنجاز دراستي أتقدم بخالص شكري وأمتناني الى السيد المشرف الذي كان مشرفاً علمياً أميناً ويتمتع بأخلاق عالية ورصانة علمية فأسأل الله ان يجزيه أفضل الجزاء في الدنيا والآخرة لأنه قدم إلي الكثير خلال مرحلة دراسة البكلوريوس فضلاً عن توجياته العلمية في مناقشة بحثي الموسوم (خصائص المتراكب النانوي $(Ag\text{-}Fe_2O_3)$

وخالص الشكر والعرفان للأساتذتي في كلية الادارة والاقتصاد قسم ادارة الاعمال بقبول مناقشة البحث كما اتوجه بالشكر والتقدير الى كل الأساتذة الذين أوهبوني العلم.

الباحثة

قائمة المحتويات

ت	اسم الموضوع	رقم الصفحة
	الآية القرآنية	أ
	الاهداء	ب
	شكر وتقدير	ج
	قائمة المحتويات	د
	الخلاصة	1
	المقدمة	2
	الجزء العملي	4
	الاجهزة المستخدمة	4
	المواد المستخدمة	5
	تحضير اوكسيد الحديديك	6
	تحضير اوكسيد الفضة	6
	تحضير اوكسيد الحديديك المشوب بالفضة	7
	مطيافية الاشعة تحت الحمراء	8
	مطيافية حيود الاشعة السينية	8
	جهاز المجهر الالكتروني الماسح	8
	النتائج والمناقشة	9
	المصادر	11
	Abstract	13

خصائص المتراكب النانوي$Ag\text{-}Fe_2O_3$.....[1]

الخلاصة

تضمن البحث الحالي تحضيرودراسة خصائصمتراكباوكسيد الحديديك المشوب بالفضة.تم تحضير هذا المتراكب النانوي باستخدام الطريقة المائية الحرارية.إذ تم الحصول على الدقائق النانوية لهذا المتراكب بتشعيعه بحمام الأمواج فوق الصوتية ثم فصلة بجهاز الطرد المركزي.تم دراسة خصائص المتراكب المحضر باستخدام المجهر الالكتروني الماسح ومطيافية انحراف الأشعة السينية ومطيافية امتصاص الاشعة تحت الحمراء.حيث بينت هذه التقنيات تكون المتراكب وفق الخصائص النانوية.

المقدمة

بسبب الخواص الفريدة للمواد المتراكبة مقارنتا مع اطوالهاالموجيةالأصلية فقد نالت اهتماما خاصا.أن هذه المتراكبات تتكون اما من ماديتين نانويتين او ثلاث مواد نانوية او اربعه مواد وفي بعض الحالات اكثر من ذلك.ومن بين هذه المتراكبات هو متراكب معدني (اوكسيد المعدن مثل $BG-ZNO,AG-Fe_2O_3,CU-MNO_2,PT-TIO_2$الخ).نال أوكسيدالحديد الثلاثي Fe_2O_3 الهيماتايت ليس بسبب كونه احد اشباه الموصلات الرخيصه ولكن كونه —NTYPE (EG=2.01EV.)احد اشباه الموصلات الصديقة للبيئه وانخفاض طاقة فجوة الحزمة له وهو ماده منخفضة الكلفة وذات مقاومه عالية للتآكل وليس له خصائص سميه.ان هذا الاوكسيد المستقر نال اهتماما تجاريا خاصا في مجالات العوامل المساعدة(CATALYSTS) والخضاب (PIGMENTS) ومواد الاقطاب (ELECTRODEMATERIAL) والاستشعار بالغازات (GASSENSOR)[4-7].

توجد عدة طرق لإنتاج متراكبات المعدن على اوكسيد معدن مثل طرق الترسيب (PRECIPITATION)والطريقةالحراريةالمائية (HYDROTHERMAL) والطرق الكهربائية (ELECTRICAL) والطرق الحرارية (THEREMAL) وطريقه الصول-جل(SOL_JOL). طريقة الصول جل هي إحدى الطرق الرخيصة والبسيطة لتحضير المتراكبات الثنائيه[8].

ومن أهم استخدامات اوكسيد الحديديك هو استخدامه كعامل مساعد ضوئي لإزالة الملوثات البئيه.ان المشاكل البيئية تأتي في معظم الحالات من اطلاق المخلفات الصناعية المحملة بالمواد السامه بدون معالجه مما يوثر على نوعية الماء المجهز للاستخدامات البشرية وتوجد عدة طرق لإزالة الملوثات الذائبة والعالقة في مصادر الماء ومن اكثرها شيوعا

هـــي:الامتـــزاز (Apsorption)والتخثـــر (flocculation)والأكـــسدة(Oxidation)والاختـــزال(redcuiation)[9و10].

ومـن بـين هـذه الطـرق تعـد طريقـه التحفيـز الـضوئي (photoccatalysis) المقترنـة بالتكنلوجيـا الـصديقةللبئيه(greentechnology) الاكثـر اهتمامـا فـي الفترةالأخيرةلإزالـة الملوثـات العضوية من مياه التصريف الصناعيه. فعلى سبيل المثال يعد اوكسيد التيتانيوم (TiO_2)واوكسيد الزنك(ZnO) من اكثر المواد استخداما لهذا الغرض لكن ما يعاب عليها هوان طاقه الأثارة لهما تقـع فـي المنطقـةفوق البنفسجية لـذلك جـرى البحـث عـن اسـتبدالها بمـواد اخـرى تمـتص الـضوء المرئي.ومن هذه المواد هي اوكسيد الحديديك(Fe_2O_3) ومن الممكن زيادة كفائة اشباه الموصلات هذه بتشويبها باشباه موصلات اخرى او معادنحيث يمكن تقليل الطاقة اللازمة لاثارتها[11].

ان اوكـسيد الحديـديك الهيماتايـت النـانوي هـو الاوكـسيد الاكثـر اسـتقرارا مـن بـين اكاسـيد لحديـــديك(Fe_2O_3) بـــشكل قـــضبان (Rods) أومكعبـــات(Cubes)أوصـــفائح(Sheets) أوطبقات(Plates) أوزهور(Flowers) أوحلقات(Rings).

مـا يعـاب علـى اوكـسيد الحديـديك هـو قـصر طـول انتشار الثقب لـه. أنطرق تخضيراوكسيد الحديديك:

1) الصول جل (Solgel)

2) الطريقه الحرارية بالمحلول (Solvothermal)

3) الطريقه الحراريةالمائية (hydrothermal)

4) الطرق المستندة على الموجات الدقيقة(microwaveassistedhydromethal)

الجزء العملي

1) الأجهزة المستخدمة

استخدمت في الدراسة الحالية الأجهزة المدرجة في الجدول (2–1)والذي يوضح هذه الاجهزةوشركاتها المصنعة

جدول (2–1) الأجهزة المستخدمة والشركات المصنعة لها

ت	الشركة المصنعة	الموديل	الجهاز
1	Scanning Electron Microscope	Vega 3	Tescan,
2	Ultracentrifuge		Triup international Corp
3	Water Bath	K-CWBBL	*K&K* ,Korea
4	FT-IR Spectrophotometer	8400SFT.IR 8000 Series	Shimadzu, Japan
5	Furnace	K-MF03	K&K Scientific, Korea
6	Hotplate stirrer	LMS-1003	Labtech, Korea
7	Oven	Ldo-060e	Labtech, Korea
8	pH meter	HI 83141	Hanna, Romania
9	vacuum oven	K-VO27	K&K,Korea
10	Ultrasound path	405 power sonic	Hwashin , Korea
11	Autoclave		china

Shimadzu-Japan	XRD-6000	X-Ray diffraction (XRD)	12

2) المواد المستخدمةChemicals

أن جميع المواد الكيميائية المستخدمة في هذه الدراسة كانت على درجة عالية من النقاوة واستخدمت بدون تنقية أضافية. يوضح الجدول 2–2 أهم المواد الكيميائية المستخدمة في البحث ودرجة نقاوتها والشركات المصنعة لها.

جدول(2–2): المواد الكيميائية المستخدمة في البحث ودرجة نقاوتها والشركات المصنعة لها

No.	*Material*	*Company*	*Purity (%)*
1	Ethanol	Scharlau	99.5
2	Sodium hydroxide	B.D.H	99.5
3	Silvernitrate	Scharlau	99.5
4	Iron(III) nitrate nonahydrate	Sigma-Aldrich	99.5

3) تحضير أوكسيد الحديديك

تم أذابة 4 غرام من نترات الحديديك تم أذابتها في 20 مللتر من الماء المقطرثم أضيف محلول هيدروكسيد الصوديومببطأ مع التحريك المستمر في درجة حرارة 60 درجة مئوية ولمدة ساعتين حيث تكون راسب احمر داكن.تم السماح للراسب بالاستقرار لمدة 24 ساعة ثم نقل بعدها الى جهاز اوتكليف لاستخدامه للمعالجة الحرارية المائية لمدة 4 ساعات في درجة حرارة 180 درجة مئويةتم بعدها تبريد العالق الى درجة حرارة المختبر وتم فصله وغسله بالماء المقطر عدة مرات لحين الوصول الى دالة حامضية 7 للمحلول النازل ثم شعع بجهاز الامواج فوق الصوتية لمدة عشرة دقائق للحصول على عالق متجانس.تم بعد ذلك فصل العالق بجهاز الطرد المركزي عند 3000 دورة في الدقيقة لمدة عشرة دقائق ثم جفف الراسب عند درجة 70 درجة مئوية لمدة 24 ساعة ثم طحن لتكوين مسحوق ناعم ثمتم حرق الراسب في فرن حرق عند درجة حرارة 350 درجة مئوية لمدة 4 ساعات حيث تم الحصول على الدقائق النانوية لاوكسيد الحديديك.

4) تحضير اوكسيد الفضة

تم أذابة 1.52 غرام من نترات الفضة في 20 مللتر من الماء المقطر مع الحفاظ على المحلول من التعرض للضوء ثم أضيف محلول هيدروكسيد الصوديومببطأ مع التحريك المستمر في درجة حرارة 60 درجة مئوية ولمدة ساعتين حيث تكون راسب اسود–رصاصي.تم اتقرار الراسب المتكون لمدة 24 ساعة ثم نقل بعدها الى جهاز اوتكليف لاستخدامه للمعالجة الحراية المائية لمدة 4 ساعات في درجة حرارة 180 درجة مئويةتم بعدها تبريد العالق الى درجة حرارة المختبر وتم فصله وغسله بالماء المقطر عدة مرات لحين الوصول الى دالة حامضية 7 للمحلول النازل ثم شعع بجهاز الامواج فوق الصوتية لمدة عشرة دقائق للحصول على عالق متجانس.تم بعد ذلك فصل العالق بجهاز الطرد المركزي عند 3000 دورة في الدقيقة لمدة عشرة دقائق ثم جفف الراسب عند درجة 70 درجة مئوية لمدة 24 ساعة ثم طحن لتكوين مسحوق ناعم ثمتم

حرق الراسب في فرن حرق عند درجة حرارة 350 درجة مئوية لمدة 4 ساعات حيث تم الحصول على الدقائق النانوية لاوكسيد الفضة.

5) **تحضير** أوكسيد الحديديك المشوب بالفضة

تم تحضير متراكب اوكسيد الحديديك المشوب بالفضة باستخدام الطريقة الحرارية المائية حيث أذيب 4 غرام من نترات الحديديك مع0.04 غرام من نترات الفضة في 20 مللتر من الماء المقطر مع الحفاظ على المحلول من التعرض للضوء ثم أضيف محلول هيدروكسيد الصوديومببطأ مع التحريك المستمر في درجة حرارة 60 درجة مئوية ولمدة ساعتين حيث تكون راسب رصاصي.سمح للراسب انيستقر لمدة 24 ساعة ثم نقل بعدها الى جهاز اوتكليف لاستخدامه للمعالجة الحراية المائية لمدة 4 ساعات في درجة حرارة 180 درجة مئويةتم بعدها تبريد العالق الى درجة حرارة المختبر وتم فصله وغسله بالماء المقطر عدة مرات لحين الوصول الى دالة حامضية 7 للمحلول النازل ثم شعع بجهاز الامواج فوق الصوتية لمدة عشرة دقائق للحصول على عالق متجانس.تم بعد ذلك فصل العالق بجهاز الطرد المركزي عند 3000 دورة في الدقيقة لمدة عشرة دقائق ثم جفف الراسب عند درجة 70 درجة مئوية لمدة 24 ساعة ثم طحن لتكوين مسحوق ناعم ثمتم حرق الراسب في فرن حرق عند درجة حرارة 350 درجة مئوية لمدة 4 ساعات حيث تم الحصول على الدقائق النانوية لاوكسيدالحديديك المشوب بالفضة.

6) مطيافية الأشعة تحت الحمراء:- Fourier transform infrared Spectroscopy (FTIR)

استخدم جهاز مطيافية امتصاصالاشعة تحت **الحمـراء**FTIR لتشخيص المجاميع الوظيفيةالفعاله في العينات الصلبة المحضرة حيث تم تسجيل الاطياف ضمن مدى الأعداد الموجية 400−4000سم−1 باستخدام طريقة اقراص بروميد البوتاسيوم الصلبة KBrDisc.

7) مطيافية حيود الاشعة السينية X-Ray Diffraction Spectroscopy (XRD)

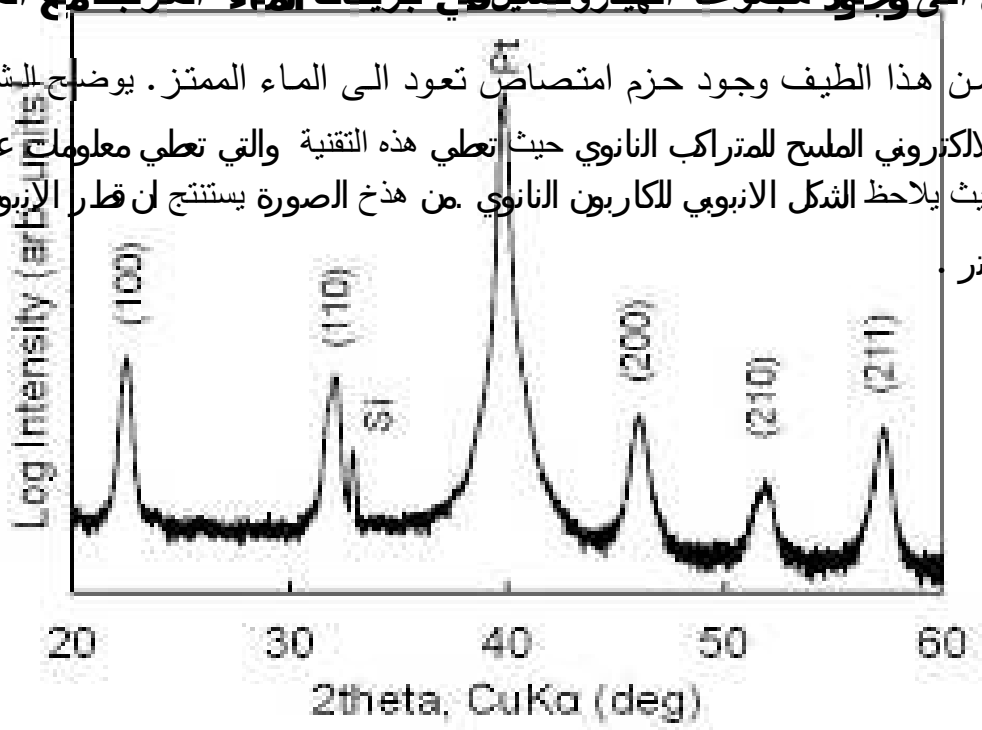
استخدم جهاز حيود الاشعة السينية (XRD)للتعرف على الخصائص البلورية للمواد الصلبة المحضرهباستخدام ضوء أحادي الطول الموجي(1.54056Å انكستروم) من مصدرCuKαوأستخدام النيكل كمرشح حيث تم فحص العيناتبوضعها وتثبيتها على شريحة زجاجية حيث حضرت بشكل فلم رقيق توضع عليه المادةتم مسحها **عند** 25 ضمن المدى5−80 درجة.

8) جهازالمجهر الالكتروني الماسح Scanning Electron Microscopy (SEM)

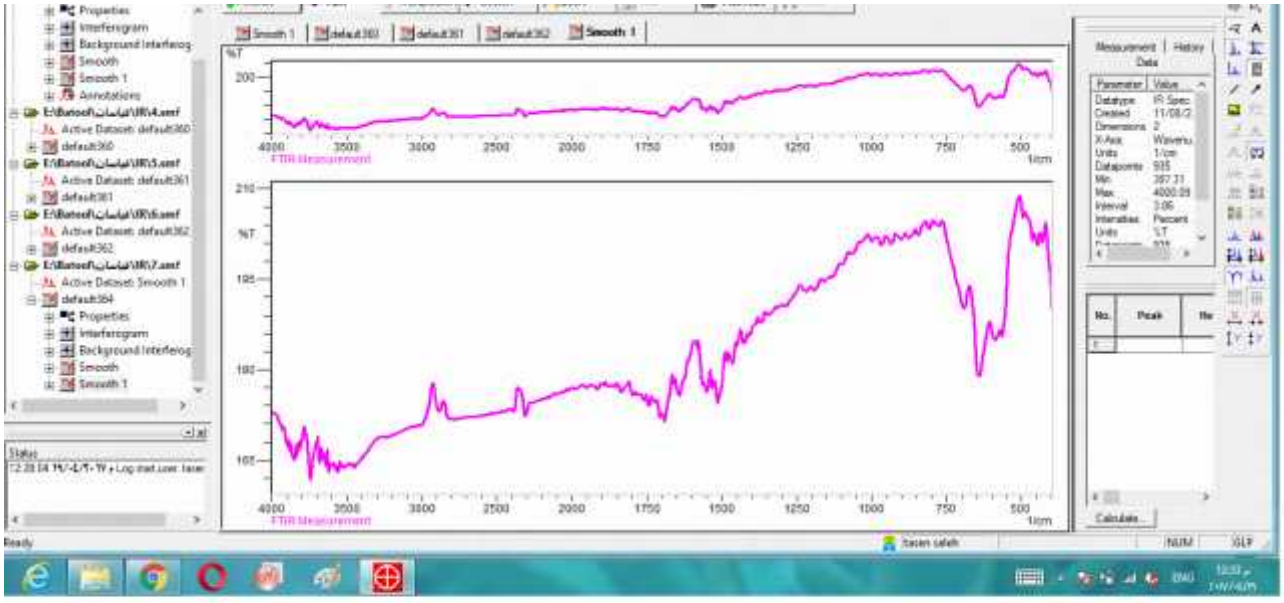
درست خصائص الشكل البلوري الخارجيMorphology ومعدل حجم الجسيماتParticlesSize للعينات المحضرة باستخدام مدفع الانبعاث المجالي FieldEmissionGun(FEG)كمصدر لحزمة الالكتروناتُElectronsbeam وتعجيل فولتية200 KV

النتائج والمناقشة

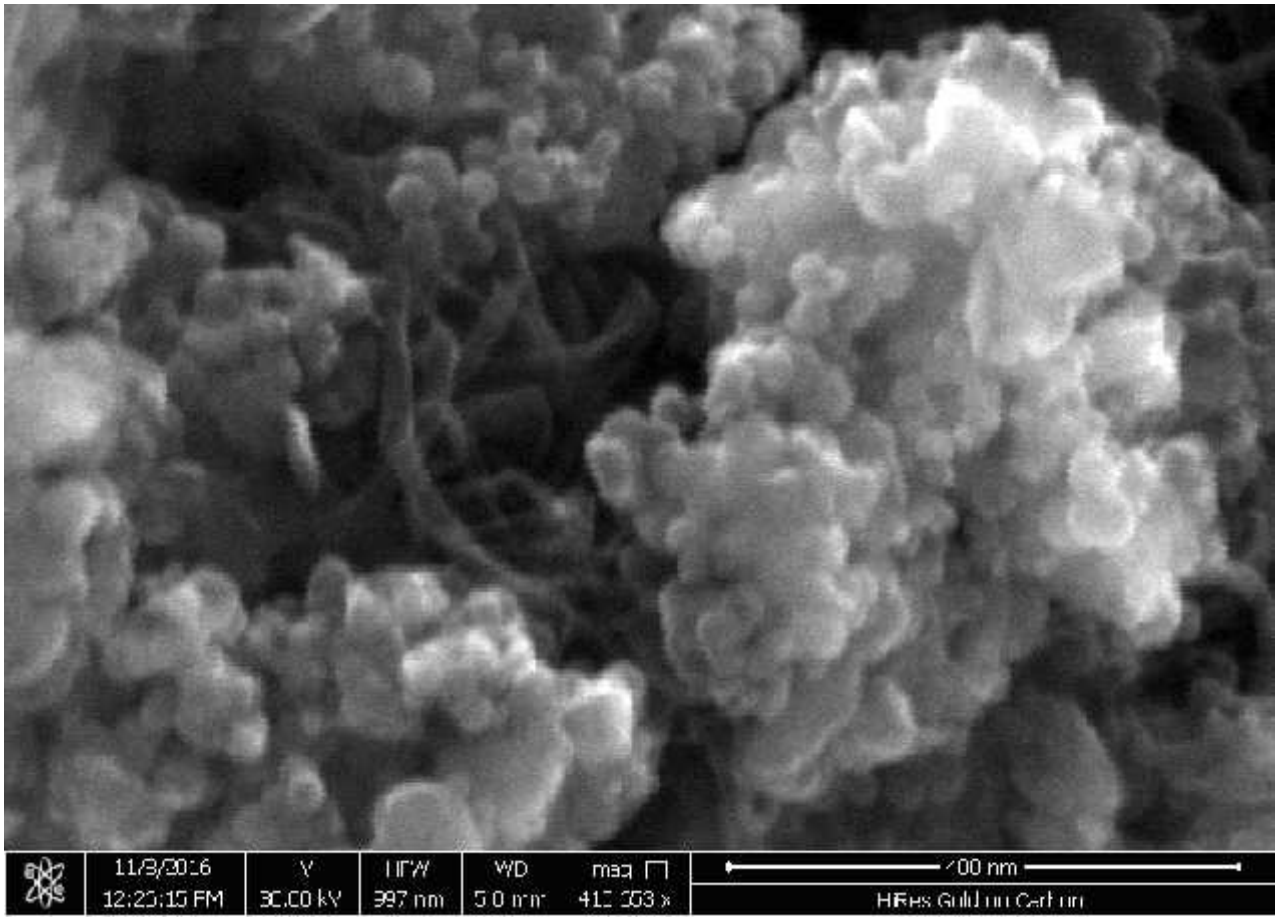
يبين الشكل (1)طيف انحراف الاشعة السينية للمتراكب اوكسيد الحديديك المشوب بالفضة حيث يلاحظ انطباق زوايا الانحراف مع التركيب البلوري للمتراكب.ويبين الشكل (2) طيف انحراف الاشعة تحت الحمراء للمتراكب**وكما يلاحظ من الشكل وجود حزمة عند 3449سم$^{-1}$وتعزى الى وجود مجموعة الهيدروكسيل في جزيئات الماء المرتبط مع المتراكب.** حيث يلاحظ من هذا الطيف وجود حزم امتصاص تعود الى الماء الممتز. يوضح الشكل (3) صورة المجهر الالكتروني الماسح للمتراكب النانوي حيث تعطي هذه التقنية والتي تعطي معلومات عن مورفولوجية السطح حيث يلاحظ الشكل الانبوبي للكاربون النانوي .من هذخ الصورة يستنتج ان قطر الانبوب النانوي 50-80 نانومتر .



الشكل(1):طيف أنحراف الاشعة السينية للمتراكب



الشكل(2):طيف أمتصاصالاشعة تحت الحمراءللمتراكب



الشكل(3):صور المجهر الالكتروني الماسح للمتراكب

المصادر

1. Chełminiak, D., Ziegler-Borowska, M. &Kaczmarek,H. (2015). Nanocząstkimagnetytupowlekanepolimeramidozastosowańbiomedyczn

ychCz. II. Nanocząstki Fe3O4 z powłokamizpolimerówsyntetycznych. Polimery, 2

2. Pikul, A.P. (2012). Wybranezagadnienia z fi zykimagnetyków.Wrocław. UniwersytetWrocławski.

3. Gupta, A.K. &Guptab, M. (2005). Synthesis and surfaceengineering of iron oxide nanoparticles for biomedicalapplications. Biomaterials 26(18), 3995–4021.

4. Fang, W., Zheng, J., Chen, C., Zhang, H., Lu, Y., Mac, L.& Chen, G. (2014). One-pot synthesis of porous Fe3O4 shell/silver core nanocomposites used as recyclable magnetic antibacterialagents. J. Magn. Magn. Mater. 357, 1–6, jmmm.2014.01.024.

5. Chen, Y., Gao, N. & Jiang, J. (2013). Surface matters:enhanced bactericidal property of core–shell Ag–Fe2O3 nanostructuresto their heteromer counterparts from one-potsynthesis. Small 9, 3242–3246.

6. Brollo, M.E.F., López-Ruiz, R., Muraca, D., Figueroa, S.J.A., Pirota, K.R. &Knobel, M. (2014). Compact Ag@Fe3O4core-shell nanoparticles by means of single-step thermal decompositionreaction. Sci. Rep. 4, 6839.

7. Chełminiak, D., Ziegler-Borowska, M. &Kaczmarek,H. (2015). Nanocząstkimagnetytupokrytepolimeramidozastosowańbiomedycznych. Cz. I. OtrzymywanienanocząstekFe3O4 z powłokami z polisacharydów. Polimery 60(1), 12–17.

8. Hariani, P.L., Faizal, Ridwan, M. &Marsi, Setiabudidaya,D. (2013). Synthesis and properties of Fe3O4 nanoparticles byco-precipitation method to removal procion dye. Int. J. Environ.Sci. Dev. 4(3), 336–340.

9. Yana, H., Lipinga, Z., Weiweia, H., Xiaojuanb, L.,Xiangnongc, L. &Yuxianga, Y. (2010). A Study on synthesisand properties of Fe3O4 nanoparticles by solvothermalmethod. Glass. Phys. Chem+ 36(3), 325–331.

10. Lu, A.H., Salabas, E.L. &Schth, F. (2007). Magneticnanoparticles: synthesis, protection, functionalization, andapplication. Angew. Chem. Int. Edit. 46(26), 1222–1244.

11. Pérez, J.A.L. &Quintela, M.A.L. (1997). Advances inthe preparation of magnetic nanoparticles by the microemulsionmethod. J. Phys. Chem. B 101(41), 8045–8047.

Abstract

The study involves the synthesis of Ag doped Fe_2O_3 nanoparticles by using hydrothermal method. The sunthesized nanoparticles were sonicated using sonication bath then separated using centrifuge to attained nanoscale particles. The synthesized nanoparticles are characterized using Scanning electron Microscopy(SEM), X-rays diffraction pattern (XRD) and Forrier transform-Infra red (FT-IR) which clarifyshow significant properties ofstructure and morphology of the new materials.