مجلة الدراسات التربوية والعلمية - كلية التربية - الجامعة العراقية
العدد الثالث والعشرون - المجلد الخامس - علوم الكيمياء - آيار 2024 م
doi.org/10.52866/esj.2023.05.23.03

تحضير و تشخيص الكرافيت نانوية من كربنة المائية لسليلوز شعيرات الجذرية لنبات وردة النيل

ماردين عمر رؤوف ، غزوان حسن عبد الوهاب ، مازن برهان الدين عبد الرحمن
جامعة تكريت / كلية التربية للعلوم الصرفة - قسم كيمياء

مستخلص:

تم في هذا البحث الحصول على صفائح الكرافيت الحيوي النانوي من كربنة الحرارية المائية عن طريق تلدينها عند درجة الحرارة 210°C وذلك بوضعها داخل الة الأوتوكلاف تم ذلك من خلال تهيئة شعيرات جذور لوردة النيل بجمعها وغسلها وتجفيفها لتكون جاهزة للتلدين الحراري وتحوليها الى صفائح الكرافيت الحيوي النانوي عند درجة الحرارة 210°C حيث تم اختيار هذا شعيرات لكونها ذات مساحة سطحية كبيرة كما شخصت العينات بالتقنيات التالية : (IR, AFM ,SEM ,BET ,XRD) .

الكلمات المفتاحية : كربنة الكتلة الحيوية ، النبات زهرة النيل ، الكرافيت ، الأوتوكلاف.

Preparation and characterization of bio nano graphite from carbonation of root hairs of Eichhornia.

Mardeen Omar Raoof ,
Ghazwan Hassan Abdul-Wahhab ,
Mazen Burhanalddin Abdulrahman
Department of Chemistry, College of Education for Pure Sciences,
Tikrit University

Abstract :

In this research, bio-nano-graphite sheets were obtained from hydrothermal carbonization by annealing them at a temperature of 210 ° C by placing them inside the autoclave machine This was done by preparing the root hairs of the Nile rose by collecting, washing and drying them to be ready for annealing and turning them into nanobiographic sheets at a temperature of 210 ° C, where these bristles were chosen because they have a large surface area as the samples were diagnosed by the following techniques (IR, AFM, SEM, BIT, XRD) .

Key words: Biomass carbonization, Eichhornia, graphite, autoclave .

1-1. مقدمة Introduction

الكرافيت هو أحد صور الكاربون والذي يتكون من ترتيب ذرات الكربون في بنية سداسية ، يبلغ متوسط طول الرابطة التساهمية لذرة الكربون المرتبة في شبكة قرص العسل 0.14 نانومتر.[1] الكرافيت هو الشكل الأكثر استقرارا للكربون والذي يوجد بشكل طبيعي في ظل الظروف القياسية. يتكون الجرافيت أيضاً من العديد من طبقات الكرافين عندما يتم تكديس طبقات الكرافين أحادية الذرة وتثبيتها معاً بواسطة قوى فان دير فال الضعيفة، يتم تشكيل الكرافيت نظرا لضعف قوى فان دير فال الموجودة بين طبقات الكرافين، يطور الكرافيت خاصية ناعمة وزلقة حيث يمكن استبدال قوة فان دير فال بسهولة بقوة خارجي.[2]

2-1 : طرق تحضير كرافيت نانوي حيوي

احد طرق تخليق كرافيت النانوي حيوي تتم بالطريقة الحرارية المائية عادةً تستخدم هذه الطريقة لتحضير معظم المواد النانوية (100-1) نانومتر) يتم تحضير في وعاء ضغط فولاذي تسمى «الأوتوكلاف» حيث يمكن التحكم في درجة الحرارة والضغط وتنظيمهما أثناء تخليق المواد النانوية، يمكن زيادة درجة الحرارة عند نقطة غليان الماء مما يسمح للبخار بالتشبع،[3] تم استخدام هذه الطريقة على نطاق واسع في إنتاج جسيمات نانوية مختلفة ميزة هذه الطريقة هي أن هذا يمكن أن يكون مفيدا للتحكم في حجم المادةٱومورفولوجيا الجسيمات، والطور البلوري وكيمياء السطح من خلال تنظيم درجة حرارة التفاعل، والضغط، وخصائص المذيبات، وتكوين المحلول، والمواد المضافة.[4] يتم تحديد خصائص الكتلة الحيوية على انواع المواد الخام المستخدمة في الانحلال الحراري المائي المكون لها ويتم الحصول على اقصى استفادة من المادة الصلبة حيت يتراوح وقت الانحلال الحراري المناسب من 60 الي 240 دقيقة ومن 300 الى 700 درجة مئوية لكن يتم تحديد هذه معلومات من خلال الخصائص المطلوبة للمادة نهائية حيث يتحلل أجزاء من الكتلة الحيوية لكنها تحتفظ بجزء كبير من محتواها من الكربون ويتم تغيير الخصائص يصبح المنتج أكثر كربونية وبالتالي أسهل في الاستخدام كبديل في العمليات التقنية.[5]

2-1. الجزء العملي The Method of Work

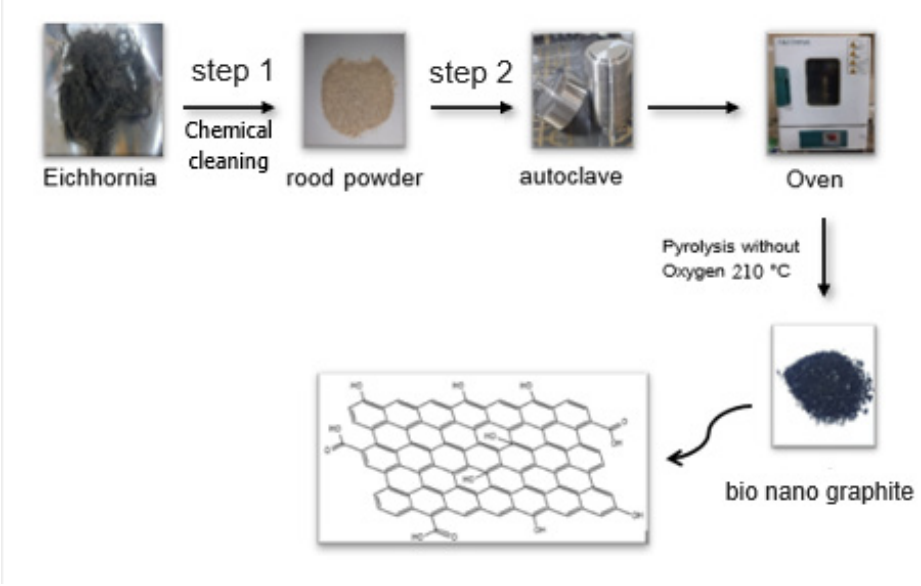
2-2 : تحضير الكرافيت الحيوي النانوي لجذور نبات وردة النيل .

تحضير الشعيرات الجذرية لنبات وردة النيل المطحونة الخالية من اللكنين (M_1) والكرافيت الحيوي النانوي لها (M_2) وكما يأتي:

اولاَ : طريقة إزالة اللكنين من الشعيرات الجذرية لنبات النيل :اذ قمنا بأخذ 1 غم من شعيرات الجذرية لنبات وردة النيل وقمنا بغسلها بالهايبوكلوريت الصوديوم NaOCl (5٪ wt) مع ضبط الرقم الهيدروجيني 4.6 لإجل إزالة اللكنين حيث نقوم بغمر المادة بـ NaOCl لمدة 15 دقيقة لغاية تغير لون شعيرات حيث توضع على جهاز تحريك الحراري عند درجة حرارة 60 °م مع تحريك بعد ذلك نقوم بفصل مادة وغسلها بماء منزوع ايونات وتعاد عملية مرة أخرى فيما بعد نفصل مادة و تجفف مادة مفصولة في الفرن عند درجة حرارة 50 °م ولحين ثبات الوزن ثم طحنها.[6]

ثانياً: تم تحضير الكرافيت الحيوي النانوي باستخدام الكربنة الحرارية المائية لسليلوز الشعيرات الجذرية لنبات زهرة النيل والذي تم غسلها ثلاث مرات بماء منزوع ايونات ثم تجففيها عند 100 °م لمدة 24 ساعة ولحين ثبات الوزن باستخدام الأوتوكلاف من الفولاذ المقاوم للصدأ عالي الضغط وحاوية على التفلون محكم وضعت المادة M_1 بنسبة 1:15 نسبة ماء لايوني في المحلول ثم يصوتن 30 دقيقة ثم يضع داخل اوتوكليف ثم يضع في

الفرن ويسخن حتى 210 درجة سيليزية لمدة 12 ساعة ثم تم إيقاف تشغيل المفاعل ويبرد عن طريق الماء تدريجيا إلى درجة حرارة الغرفة تم تفريغ المحلول من المفاعل وتصفيته وتم التجفيف المادة عفي درجة حرارة مناسبة .[7]



شكل (1): مخطط تحضير دقائق النانوية

1-3 . النتائج والمناقشة
Results and Discussion

تتضمن الدراسة تحضر صفائح من الكرفيت الحيوي النانوي باستعمال طريقة التسخين الرطب تحت الضغط (M_1,M_2) باستعمال شعيرات نبات زهره النيل .

1.1.3 مناقشة قياس الأشعة السينية للمركبات (M_1,M_2)

اظهرت قياسات الاشعة السينية اختلافات متعددة امكن تلخيصها في الجدول (1) والذي يبين قيم الزوايا والحجم الحبيبي D وعدد الطبقات n والمسافة بينها d وكذلك الفروقات نسبية للمركبات(M_1,M_2) وكما يلي:

جدول (1): نتائج قياسات الأشعة السينية للمركبات (M_1,M_2)

Compd No.	2Θ	المسافة بين الطبقات d	الحجم الحبيبي D	عدد الطبقات n
M_1	75.39	1.259	70	56
M_2	24.50	3.6255	34.26	9.44

2.1.3 مناقشة معاملات السطح للمركبات (M_1,M_2)

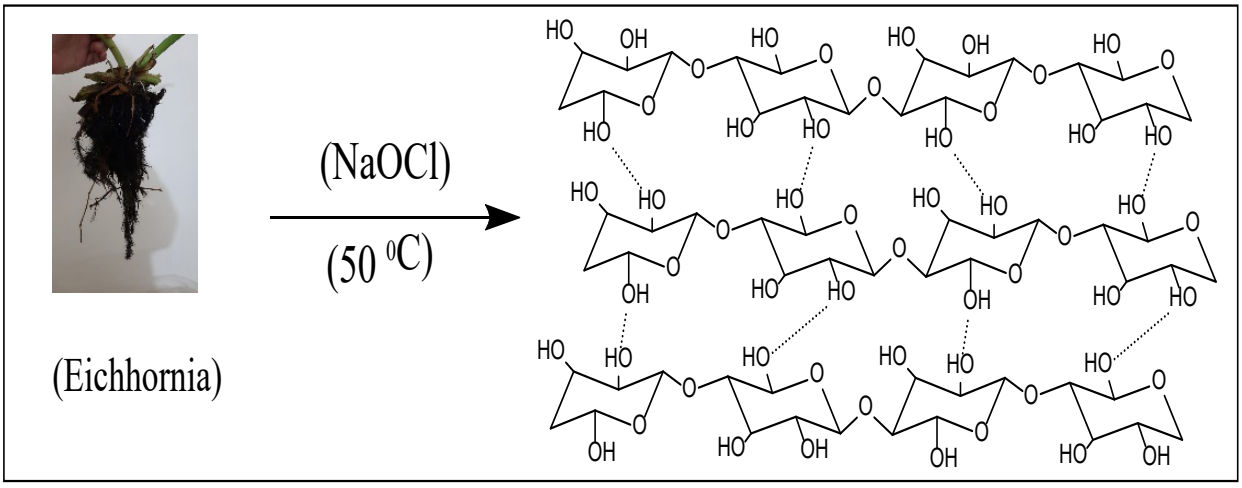
اظهرت المركبات (M_1,M_2) العديد من المعاملات السطحية احصائيا من خلال صور المجهر الالكتروني الماسح SEM وقد شملت جذر متوسط الخشونة التربيعية Rq (nm) ومعدل القيمة الشائعة للخشونة Ra (nm) وأقصى ارتفاع ذروة Rp (nm) وأقصى عمق للحفرة Rv (nm) وأقصى ارتفاع Rz (nm) و درجة انحياز شكل الخشونة Rsk (nm) وكذلك التقوس Rku وكما في الجدول (2).

جدول (2) معاملات السطح للمركبات (M_1,M_2)

NO.	متوسط الارتفاع الحسابي	أقصى ارتفاع	أقصى عمق للحفرة	أقصى ارتفاع ذروة	التقوس	انحراف الخشونة	جذر مربع متوسط الارتفاع
	Ra	Rz	Rv	Rp	Rku	Rsk	Rq
M_1	20.33	99.60	55.04	44.57	2.296	- 0.2718	23.82
M_2	7.213	52.29	21.16	31.13	2.587	0.3468	8.761

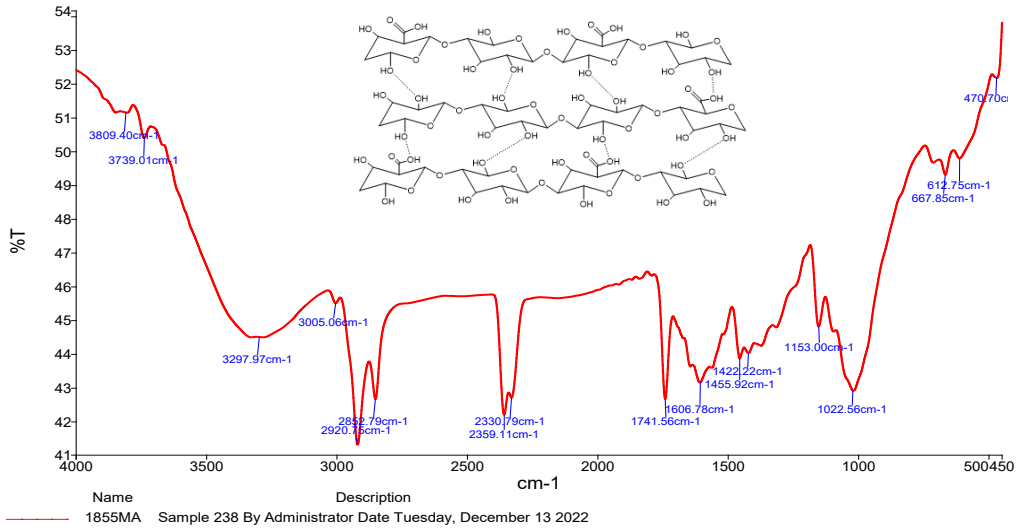
2.3 مناقشة المركب M_1 :

تم تهيئة شعيرات جذور لوردة النيل بجمعها وغسلها وتجفيفها لتكون جاهزة للتلدين وتحوليها الى صفائح الكرافيت الحيوي النانوي عند درجة الحرارة 210^0C حيث تم اختيار هذا شعيرات لكونها ذات مساحة سطحية كبيرة كما موضح في المخطط أدناه:



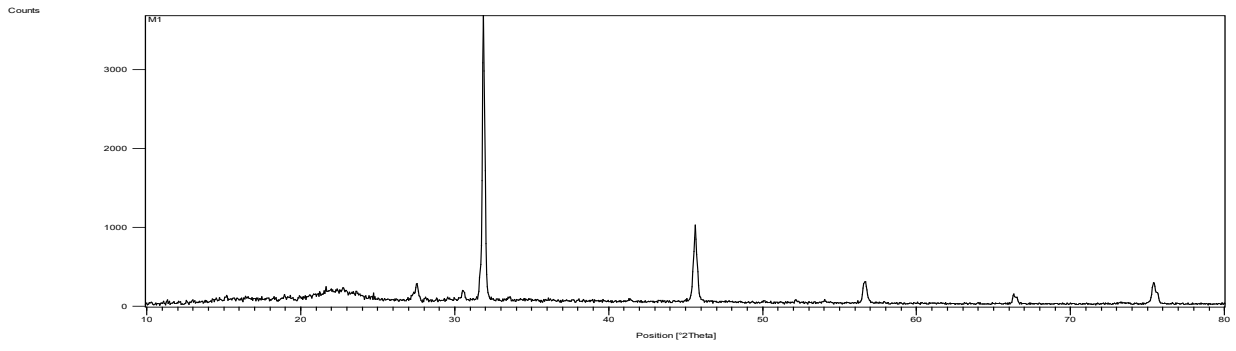
شكل (2) : تحضير المركب M_1

تم تشخيص المركب M_1 بواسطة بعض الخصائص الفيزيائية مثل تغيرات (اللون ودرجة الانصهار) وباستعمال طيف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR)، اذ اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء حزمة مميزه عند (3297) سم $^{-1}$ تعود الى مط (O-H) وظهور حزمة عند (3005) سم $^{-1}$ تعود الى مط (Ar-H) وظهور حزمة مط عند (1741) سم $^{-1}$ التي تعود الى (C=O) سم $^{-1}$ للحامض الكاربوكسيلي واظهرت القياس حزمة مط عند (1153) سم $^{-1}$ تعود الى (C-O-C) سم $^{-1}$. [8]



شكل(3) : يوضح طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب M_4

كما اظهر طيف الأشعة السينية للمركب M_1 قيمة زاوية (2θ) عند 75.39 والمسافات بين طبقات تساوي d=1.2597 وبحجم حبيبي 70 وعدد طبقات n= 55.64 [9] و من المقارنة بين قيم المسافة بين الطبقات d و الحجم الحبيبي D وكذلك عدد طبقات n ، نلاحظ ازاله مواد ثقيلة و تبقى السليلوز فقط وهذا ما اثبتتها النتائج (2θ) ووجود تثخنات عالية بسبب أواصر هيدروجينة بين حلقات سليلوز، يلاحظ الشكل (9).[10]



شكل (4) : طيف الاشعة السينية للمركب M_1

مناقشة الصور المورفولوجية للمركب (M_1)

من ملاحظة الصور المورفولوجيه للمركب M_1 في الشكل (10) عن طريق المجهر الالكتروني الماسح (FESEM) ، لوحظ ما يأتي :

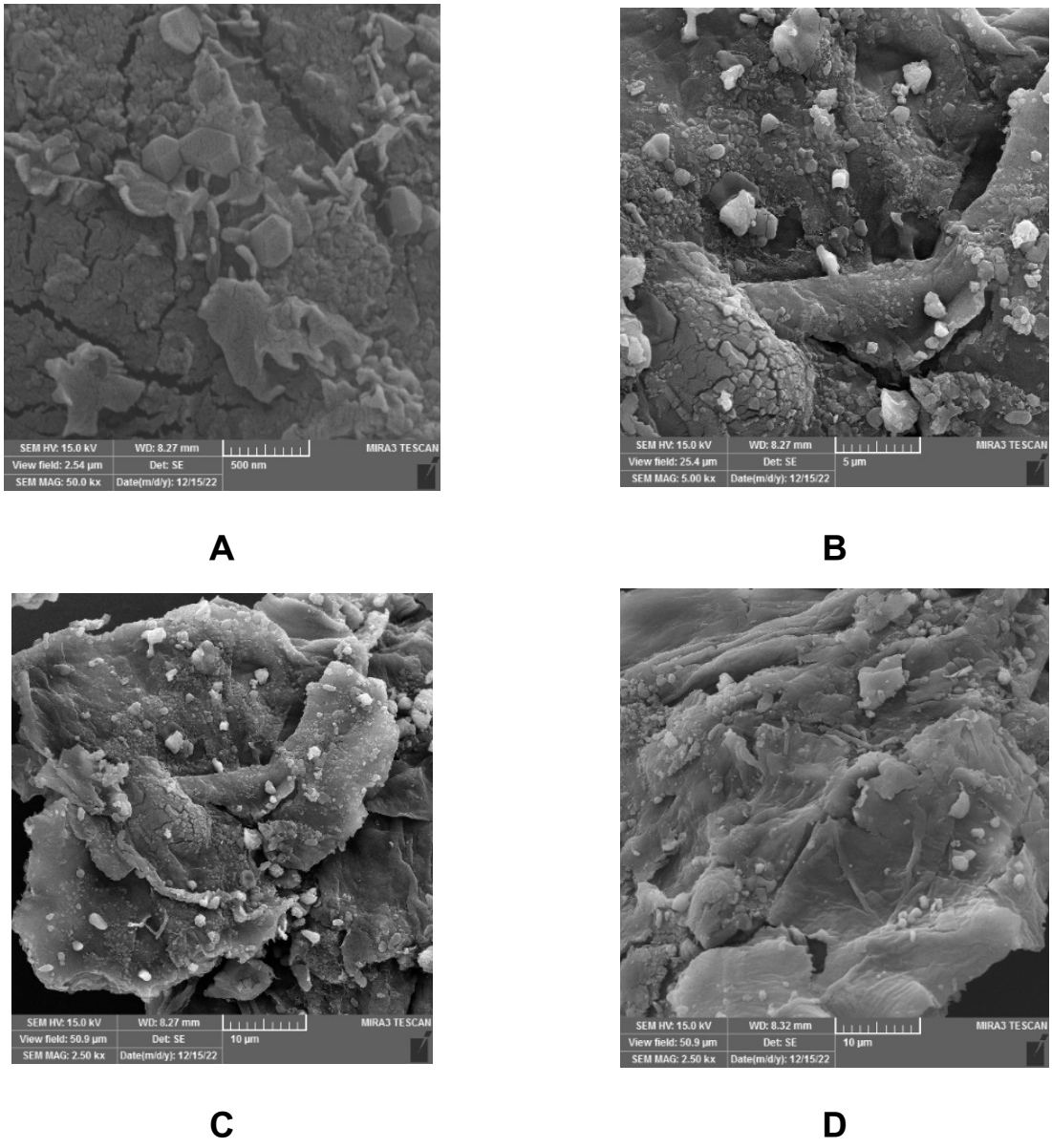
1. وجود تقشير واضح للصفائح A وهي يتناسب مع قمة المساحة السطحية (10.81 م2/ غم) وهي متعلقة بالتقشير الجيد للعينة حيث تم تنظيفها من اللكنين مع تجمعات كروية [11]

2. ظهور اشكال مختلفة من البلورات B ويعزى ذلك الى اختلاف قدرة العامل المؤكسد على اختلاف للعينة .

3. ظهور شكل قليل ارتفاعات على السطح وهو

يتناسب مع حجم متوسط الارتفاع الحسابي Ra وجذر مربع متوسط الارتفاع Rq لعينة وبقياسات مايكروية .

4. أظهرت العينة تشخن على الصفائح قد يكون ناتج من الاكسدة للحافات بهيبوكلوريت الصوديوم .[12]



شكل (5) صور FESEM للمركب M_4

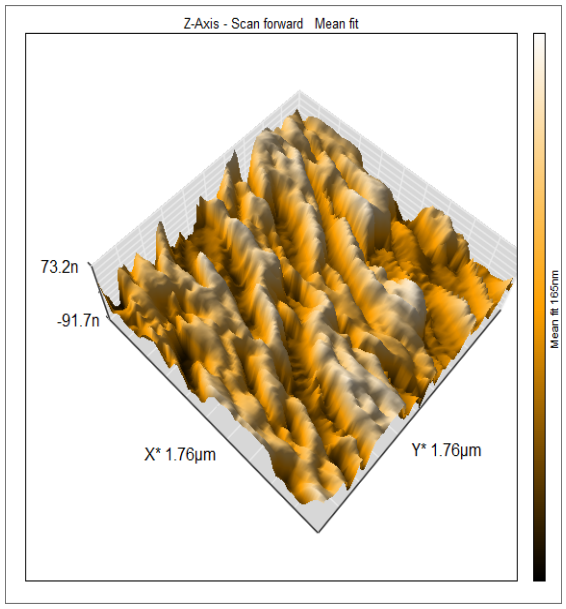
أظهرت صور مجهر القوة الذرية AFM للمركب في الشكل (11) للمركب (M_1) حيث أظهرت العينة :

1. تقشير جيد A مع وضوح الاشكال الصفائح.

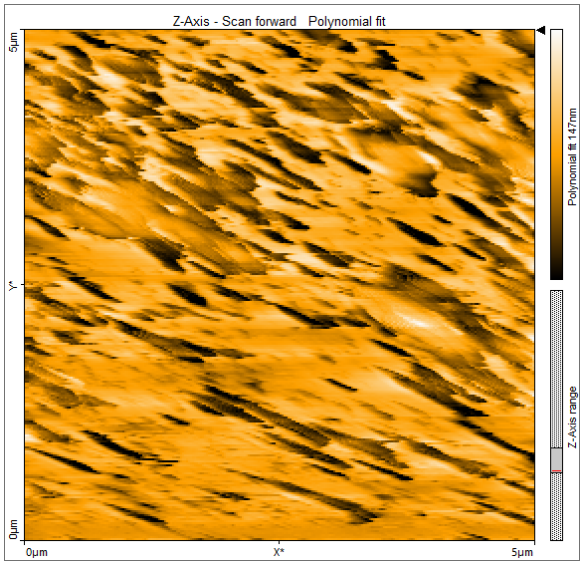
2. وجود تجويفات متوازية تشير الى نمط موحد في التوزيع للصفائح تم المحافظة عليها رغم عملية التقصير B.

3. وجود تعوجات واضح على السطح C .

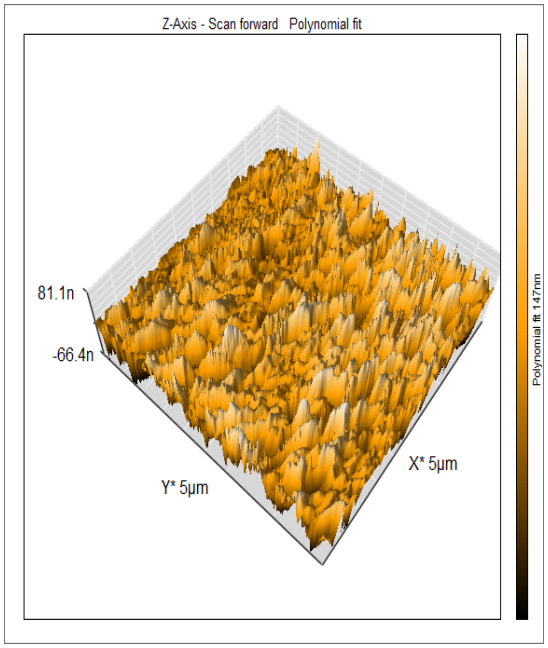
4. وجود إضافات قليل التشخن للصفائح وهذا لا يتناسب مع ما ظهر في SEM مما يدل على عدم تجانس العينة .



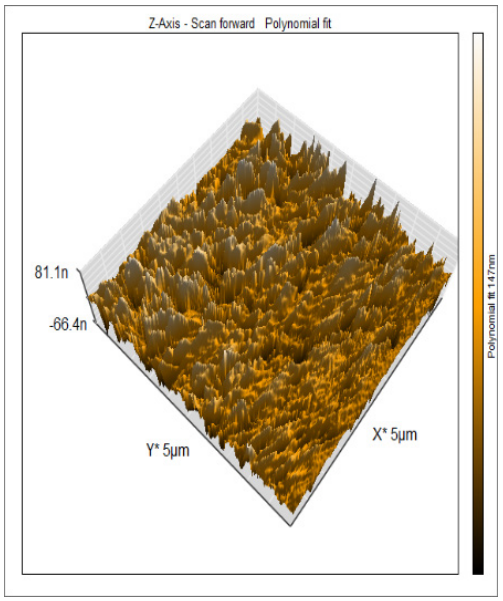
A



B



C

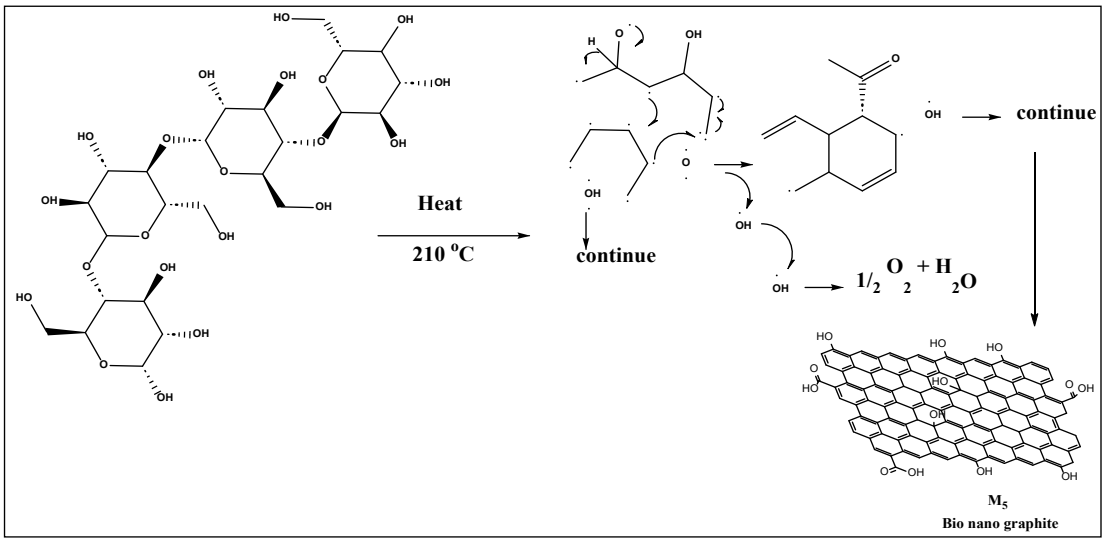


D

شكل (6) صور AFM للمركب M_4

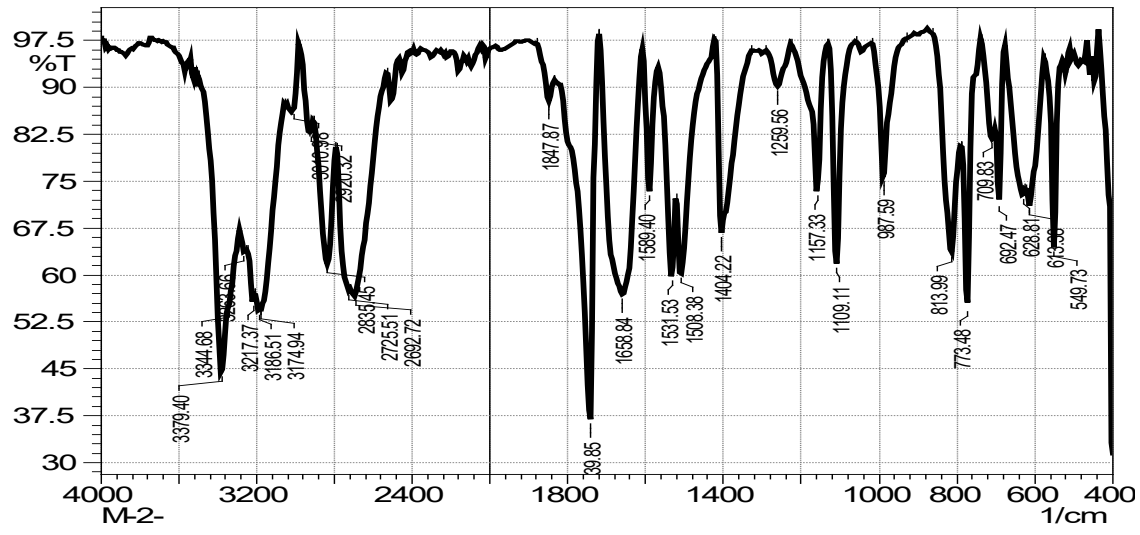
3.3 مناقشة تحضير الكرافيت الحيوي النانوي لجذور نبات وردة النيل M_2

تم الحصول على صفائح الكرافيت الحيوي النانوي الجزئية من كربنة الحرارية المائية عن طريق تلدينها عند درجة الحرارة 210^0C وذلك بوضعها داخل الة الأوتكليف كما موضح في المخطط أدنـاه .



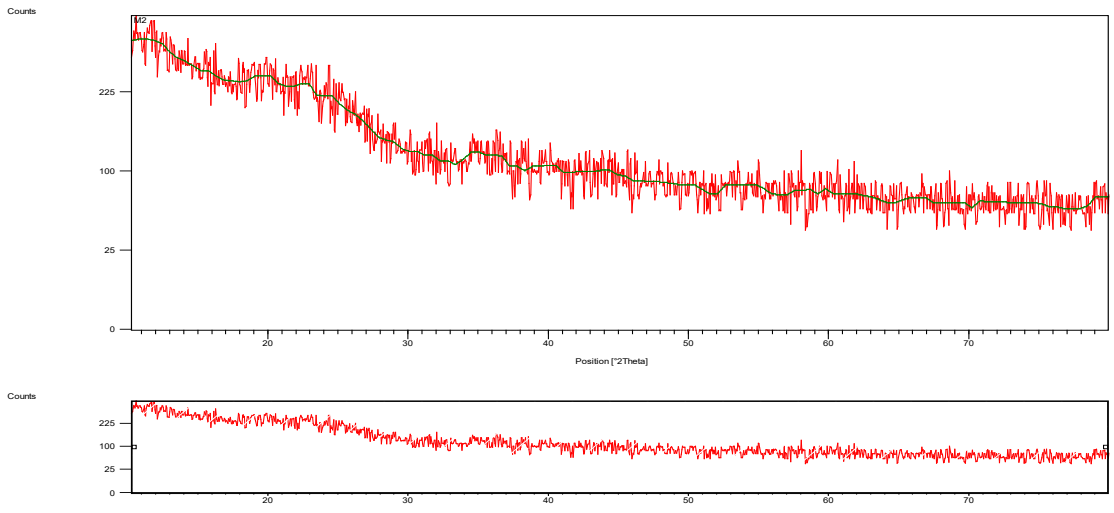
الشكل (7) : تحضير المركب M_2 [13]

تم ملاحظة تغير الخصائص فيزيائية للمركب M_2 مثل اللون ودرجة الانصهار، كما شخصت بواسطة طيف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR)، اذ اظهر طيف الاشعة تحت الحمراء حزمة مميزة عند (3441) سم$^{-1}$ تعود الى مط (O-H) وظهور حزمة عند (1705) سم$^{-1}$ تعود الى مط (C=O) للحامض الكاربوكسيلي كما ظهور حزمتين عند (1593،1446) سم$^{-1}$ تعود الى (C=C) الأروماتية وحزمة عند مدى (1028) سم$^{-1}$ تعود الى مط (C-O) . [14]



شكل (8) : طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب M_2

اظهر طيف الأشعة السينية للمركب M_2 قيمة زاوية (2θ) عند24.5335 ولمسافات d=3.6255 وبحجم حبيبي 34.26 وعدد طبقات n=9.44 ، يلاحظ من الشكل (14) حيث ان الحجم الحبيبي قلت التي كانت سببها فقدان جزيئات الماء التي سببت بتقليل الحجم الحبيبي بعد الحرق .



شكل (9) طيف الاشعة السينية للمركب M_2

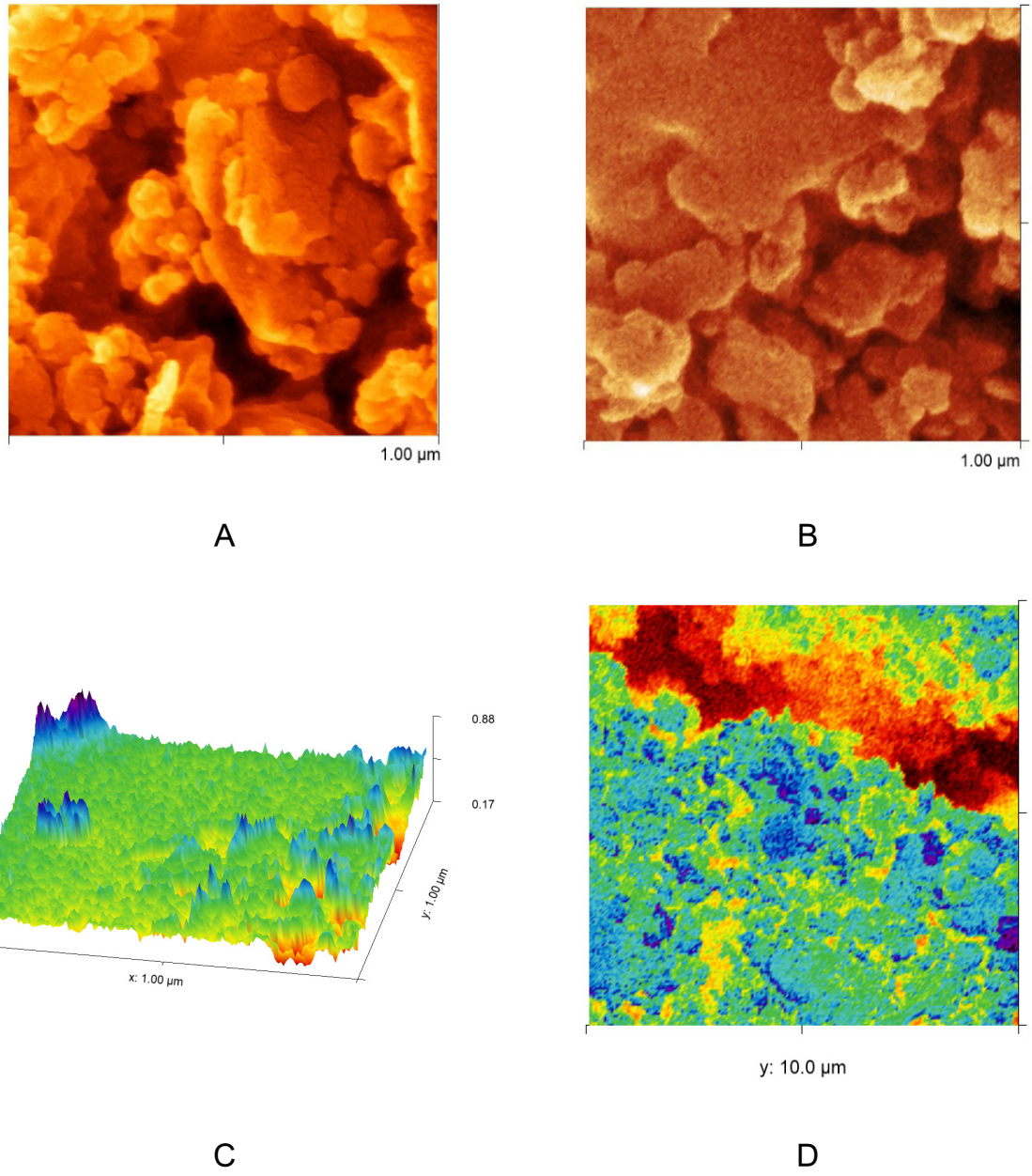
من ملاحظة الصور المورفولوجيه للمركب M_2 في الشكل (15) لوحظ ما يأتي :

1. وجود صفائح بشكل واضح مقارنة مع M_1 مع زيادة في تباعد تزيد من المساحة السطحية المتوقعة و هذا يتطابق مع كون العينة ذات مساحة سطحية (74.56 م^2 / غم.A).

2. تعدد احجام الصفائح ووجود تجمعات على صفاتها مما يعزى الى كون تلك المناطق نقاط التقاء الصفائح خلال التشوه ناتج من التفاعلات الجذرية التي قد ترتبط اكثر من صفيحة متكونة معاً B .

3. وجود صفائح ممتدة متموجة C.

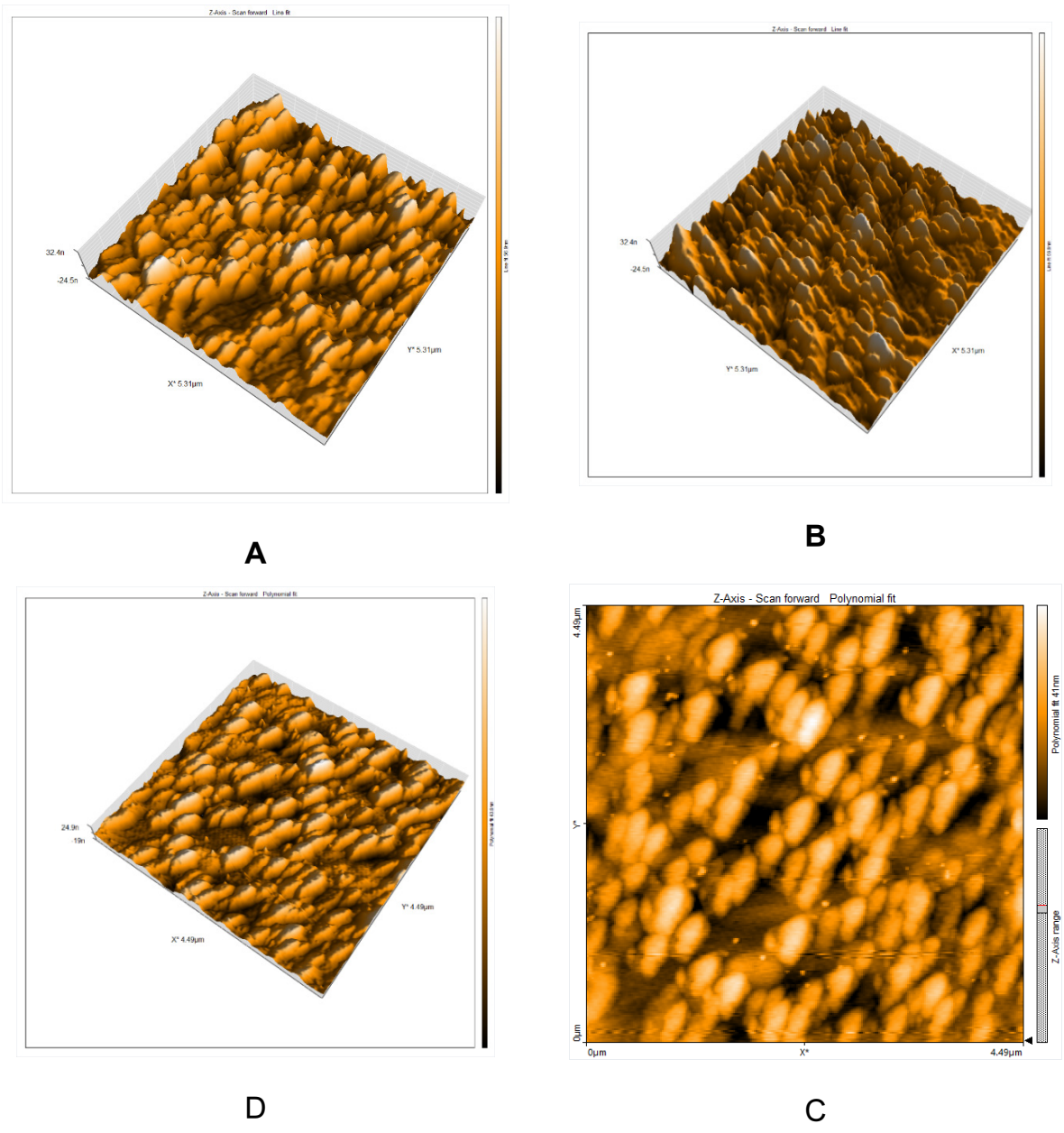
4. تكون الصفائح الخارجية اقل امتداداً من الصفائح الداخلية وقد يعزى ذلك الى مراحل التكوين المتتابعة رغم وجود تشققات في جميع الصفائح لكن ليس بنمط موحد D .



شكل (10) صور FESEM للمركب M_2

من صور مجهر القوة الذرية AFM للمركب في الشكل (16) لمركب (M_2) وحسب الشكل (16) لوحظ ما يأتي :

1. وجود الصفائح بشكل متوازي طبقي A .
2. الحافات للصفائح متقاربة السمك B .
3. وجود تثخنات على حافات الصفائح C بارتفاع 32 غم .[15]
4. وجود بلورات نقطية بين الصفائح تدل على وجود بقايا طبقية غير سطحية D .



شكل (11) صور AFM للمركب M_2

الاستنتاجات Conclusions

يمكن تحضير كرافيت حيوي من خلال الجذور نبات زهرة النيل و يمكن تحضير متراكبات ناوية فعالة في مجالات متعددة .

المصادر References

1. Rizwan, M., Shoukat, A., Ayub, A., Razzaq, B., and Tahir, M. B. (2021). Types and classification of nanomaterials. In Nanomaterials: synthesis, characterization, hazards and safety (pp. 31-54). Elsevier.

10. Al Nafiey, A., Subramanian, P., Addad, A., Sieber, B., Szunerits, S., and Boukherroub, R. (2016). Green synthesis of reduced graphene oxide-silver nanoparticles using environmentally friendly L-arginine for H2O2 detection. ECS Journal of Solid State Science and Technology, 5(8), M3060.
11. Shalaby, A., Nihtianova, D., Markov, P., Staneva, A. D., Iordanova, R. S., and Dimitriev, Y. B. (2015). Structural analysis of reduced graphene oxide by transmission electron microscopy. Bulgarian Chemical Communications, 47(1), 291-295.
12. Lang, P. T., Harned, A. M., and Wissinger, J. E. (2011). Oxidation of borneol to camphor using oxone and catalytic sodium chloride: A Green experiment for the undergraduate organic chemistry laboratory. Journal of Chemical Education, 88(5), 652-656
13. Najm, R. S., Shannak, Q. A., and Dalaf, A. H. (2023). Synthesis and Decoration of Aromatic Derivatives Nano Platelets by the Electric Method. Azerbaijan Pharmaceutical and Pharmacotherapy Journal, 22(2), 92-97.
14. Alemdar, A., and Sain, M. (2008). Isolation and characterization of nanofibers from agricultural residues–Wheat straw and soy hulls. Bioresource technology, 99(6), 1664-1671.
15. Ozaki, Y., Huck, C., Tsuchikawa, S., and Engelsen, S. B. (Eds.). (2021). Near-infrared spectroscopy: theory, spectral analysis, instrumentation, and applications (pp. 978-9811586477). Singapore: Springer.
2. Hussein, H. J. A. (2015). Manufacture of thermal and electrical insulators from epoxy particulate compounds. journal of the college of basic education, 21(89), 1-16.
3. Namratha, K., Nayan, M. B., Darshan, M. S., Basavarajappa, H. T., Madesh, P., and Byrappa, K. (2022). Hydrothermal—From Geology to Technology (Part 1). Journal of the Geological Society of India, 98(3), 353-362.
4. Dhiman, L., and Dhamija, A. (2014). Multifaceted graphene: novelity in electronics. International Journal of Advanced Research in lectrical, Electronics and Instrumentation Engineering, 3, 11807-11811.
5. Cui, L., Ren, X., Sun, M., Liu, H., and Xia, L. (2021). Carbon dots: Synthesis, properties and applications. Nanomaterials, 11(12), 3419.
6. Mehta, V. N., Jha, S., and Kailasa, S. K. (2014). One-pot green synthesis of carbon dots by using Saccharum officinarum juice for fluorescent imaging of bacteria (Escherichia coli) and yeast (Saccharomyces cerevisiae) cells. Materials Science and Engineering: C, 38, 20-27.
7. Maniscalco, M. P., Volpe, M., and Messineo, A. (2020). Hydrothermal carbonization as a valuable tool for energy and environmental applications: A review. Energies, 13(16), 4098.
8. Ribeiro, V. G. P., Barreto, A. C. H., Denardin, J. C., Mele, G., Carbone, L., Mazzetto, S. E., ... and Fechine, P. B. A. (2013). Magnetic nanoparticles coated with anacardic acid derived from cashew nut shell liquid. Journal of Materials Science, 48, 7875-7882.
9. Staneva, A., Martinov, B., Slavov, S., Karashanova, D., Mateeva, J., Melo, B. M. G., and Costa, L. C. (2021). DIELECTRIC PROPERTIES OF NEW COMPOSITES BASED ON GRAPHENE OXIDE AND NANO-SIZED ZnO. Journal of Chemical Technology and Metallurgy, 56(1).