تحضير ودراسة الخواص التركيبية لأغشية (CMC-PVP) المدعمة بجسيمات SnO_2 النانوي المحضر بواسطة طريقة (محلول- هلام)

سعد شندوخ حبيب المجرص [1] أ.م.د. محمد حميد التميمي [2]

Received: 12/7/2021 Accepted: 3/8/2021 Published: 2021

تحضير ودراسة الخواص التركيبية لأغشية (CMC-PVP) المدعمة بجسيمات SnO_2 النانوي المحضر بواسطة طريقة (محلول- هلام)

سعد شندوخ حبيب المجرص [1]
قسم الفيزياء
كلية العلوم - جامعة ديالى

أ.م.د. محمد حميد التميمي [2]
قسم الفيزياء
كلية العلوم - جامعة ديالى

muhammadtimimi@yahoo.com

مستخلص البحث:

يهدف هذا البحث الى تحضير و دراسة تأثير درجة حرارة الكلسنة على الخواص التركيبية لا غشية (CMC-PVP) المدعمة بثنائي أوكسيد القصدير النانوي SnO_2. تم تصنيع جسيمات ثنائي أوكسيد القصدير SnO_2 النانوية بنجاح بواسطة طريقة (محلول-هلام) الكيميائية البسيطة باستخدام متفاعلات رخيصة وغير سامة، تم كلسنة مسحوق SnO_2 الناتج من التفاعل عند درجات حرارية مختلفة (400, 600, 800 C°) أدت إلى تكوين جسيمات SnO_2 النانوية شبه الكروية SnO_2 بأحجام نانوية مختلفة. تم دراسة الخصائص التركيبية من خلال التقنيات الاتية: حيود الاشعة السينية (XRD)، التحليل الحراري-الوزني (TGA)، المجهر الالكتروني الماسح (SEM) ومطياف الاشعة تحت الحمراء (FTIR). تم الحصول على جسيمات SnO_2 النانوية شبه الكروية ذات بنية بلورية نوع روتيل (Rutile Crystal Structure) رباعي الزوايا (Tetrgonal) بأحجام جسيمات مختلفة (26.47 nm) عند 400 C°، (26.27 nm) عند 600 C° و (31.8 nm) عند 800 C°. بينت النتائج ان حجم الجسيمات (Particle Size) و درجة التبلور (Crystallization Degree) تزداد مع ارتفاع درجة حرارة الكلسنة نتيجة النمو البلوري، في حين كثافة الانخلاعات تنخفض بارتفاع درجة حرارة. من خلال فحص التحليل الحراري-الوزني تبين ان عند درجة حرارة (800 C°) تم الحصول على طور جسيمات SnO_2 النانوي عالي التبلور و النقي (Crystallized and Pure Phase).

الكلمات المفتاحية: جسيمات SnO_2 النانوي، طريقة تحضير (محلول-هلام)، درجة حرارة الكلسنة، خواص تركيبية.

المقدمة:

اظهرت المواد ذات الحجم النانوي (Nanometer-sized Materials) في السنوات الاخيرة قدرًا كبيرًا من الاهتمام من قبل الباحثين وذلك لما تتمتع به من خصائص كهربائية، فيزيائية، كيميائية و مغناطيسية متميزة، بالإضافة إلى إمكانية تطبيقاتها التكنولوجية الواسعة [1]، اذ ان العديد من أنواع الجسيمات النانوية قد اظهرت خصائص فيزيائية تعتمد بصورة رئيسية على حجم الجسيمات النانوية

[1] [] Park, K. W., Ahn, K. S., Choi, J. H., Nah, Y. C., & Sung, Y. E. (2003). PtRu–WO 3 nanostructured alloy electrode for use in thin-film fuel cells. Applied physics letters, 82(7), 1090-1092.

(Size-dependent Physical Properties)، لذلك هناك عدد من الأسئلة المتعلقة بالعلاقة بين الحجم النانوي (Nanometer Size) والخصائص الفيزيائية (Physical Characterizations) دون إجابة وخاصة العوامل التي تحدد الحجم الحرج (Critical Size) الذي عنده تظهر المادة خصائص مميزة تختلف عن تلك الموجودة في المادة غير النانوية (Bulk Material) ليست مفهومة جيدا. المواد ذات الحجم النانوي في مواد الاقطاب (Electrodes Materials) تسمح بالانتقال الامثل للالكترونات بين القطبين والايونات بين الالكتروليت (Electrolyte) والاقطاب والتي تؤدي الى سرعة معدل الشحن والتفريغ في البطارية [1]. اذ اثبت بنجاح ان المواد ذات الحجم النانوي بانها مادة مضيفة (Host Material) متميزة عند استخدامها كمادة قطب موجب (Anode) في بطارية الليثيوم ([2] Lithium Battery). تم التوصل الى ان معدل التحسن (Improved Rate) و اداء الشحن والتفريغ (Cycling Performance) مرتبط بصورة مباشرة بصغر حجم حبيبات القصدير (Tin Grains) داخل اليافا اوكسيد القصدير (SnO_2 Nanofibers)، لذلك فإن التحقيق في العلاقة بين الحجم (Size) والخصائص الإلكترونية (Electronic Characterizations) لجسيمات أكاسيد المعادن النانوية في نظام البطارية يحتاج إلى مزيد من العمل من اجل الوصول الى فهم متكامل.

ثنائي أكسيد القصدير (SnO_2) هو نوع من أشباه الموصلات يستخدم على نطاق واسع في مجموعة من المجالات التقنية مثل مستشعرات الغاز (Gas Sensors)، والمواد المحفزة (Catalysts)، تكنولوجيا البطاريات (Batteries Technology) والأقطاب الكهربائية الشفافة ([3] Transparent Electrodes)، حيث اقترح اوكسيد القصدير SnO_2 كمادة قطب موجب (Anode) لاستبدال القطب ذو الاساس الكربوني (Carbon based Material) نتيجة امتلاكه سعة نظرية اعلى حوالي (1491 [4] [mAh/g]). يعتبر ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 شبه الموصل النانوي مع تركيب بلوري نوع- روتيل (Rutile Crystal Structure) هو الاوكسيد الاكثر دراسة لامتلاكه خصائص متميزة. أوكسيد القصدير (SnO_2) هو من أشباه الموصلات نوع (N-type) ذو فجوة طاقة (Band Gap) واسعة ([5] [Eg = 3.6 eV])، هذا الذي ادى الى لتطبيقاته في مجالات واسعة. على سبيل المثال ، جسيمات SnO_2 النانوية كذلك تستخدم كمحفزات لهدرجة الستايرين، وفي

[1] [] Attard, G. S., Elliott, J. M., Bartlett, P. N., Whitehead, A., & Owen, J. R. (2000, July). Nanostructured materials for batteries. In Macromolecular Symposia (Vol. 156, No. 1, pp. 179-186). Weinheim: WILEY-VCH Verlag.

[2] [] Li, N., & Martin, C. R. (2001). A high-rate, high-capacity, nanostructured Sn-based anode prepared using sol-gel template synthesis. Journal of the Electrochemical Society, 148(2), A164.

[3] [] Leite, E. R., Weber, I. T., Longo, E., & Varela, J. A. (2000). A new method to control particle size and particle size distribution of SnO2 nanoparticles for gas sensor applications. Advanced materials, 12(13), 965-968.

[4] [] Aegerter, M. A., Reich, A., Ganz, D., Gasparro, G., Pütz, J., & Krajewski, T. (1997). Comparative study of SnO2: Sb transparent conducting films produced by various coating and heat treatment techniques. Journal of non-crystalline solids, 218, 123-128.

[5] [] S.C. Yeow, W.L. Ong, A.S.W. Wong, G.W. Ho, Sens. Actuators, B 143 (2009) 295-301.

تصنيع فينيل-كيتون (vinyl ketone) وكمحفز للتحلل الضوئي لمختلف الأصباغ العضوية. تم تطوير العديد من الطرق لتصنيع الهياكل النانوية لثنائي اوكسيد القصدير SnO_2، منها طريقة (محلول-هلام) (Sol-gel method) ، الترسيب الكيميائي (Chemical Precipitation)، الطرق الحرارية-المائية (hydrothermal methods)، تصنيع بمساعدة الميكروويف (Microwave Assisted Synthesis) وغيرها. من جانب اخر، تتميز جسيمات اوكسيد القصدير SnO_2 النانوية بمستوى منخفض جدا من السمية (Low Level of toxicity) وليس له آثار صحية ضارة او خصائص مسرطنة، كما أن جسيمات SnO_2 النانوية ضعيفة الامتصاص من الجسم عند تناولها أو استنشاقها. تعتبر تكلفة (Cost) تحضير جسيمات 2SnO النانوية على المستوى الصناعي هي من العوامل المهمة جدا في إنتاج المواد النانوية. لذلك فان استخدام طريقة بسيطة (Simple Method)، مواد بدء رخيصة (Cheap starting Materials) هي عوامل ضرورية و رئيسية لتصنيع جسيمات اوكسيد القصدير SnO_2 النانوية. وبالتالي ، من المهم جدا اختيار طريقة تحضير من خلال استخدام مواد رخيصة وغير سامة. بالاضافة الى ذلك فان حجم (Size) و شكل (Morphology) واستقرار (Stability) خصائص جسيمات SnO_2 النانوية المحضرة ذي اهمية كبيرة ويجب أن تؤخذ في نظر الاعتبار. في هذا البحث ، تم تحضير جسيمات اوكسيد القصدير SnO_2 النانوية بواسطة طريقة (محلول-هلام) الكيميائية البسيطة (Simple Sol-gel Method) من خلال استخدام متفاعلات رخيصة وغير سامة، ودراسة تاثير درجة حرارة الكلسنة (Calcination Temperature) على الخصائص التركيبية لاغشية (CMC/PVP) قبل وبعد التدعيم بجسيمات اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي.

الجانب العملي:

1. المواد المستخدمة:

تم في هذا البحث استخدام المواد التالية: كلوريد القصدير $SnCl_2.5H_2O$، حامض الستريك $C_6H_8O_7$و محلول الامونيا (NH_4OH) بتركيز (25%) التي تم شرائها من شركة (Sigma-Aldrich) بدون اي عمليات تنقية اضافية (Without Additional Purification).

2. تحضير جسيمات ثاني اوكسيد القصدير النانوية Preparation of SnO_2 Nanoparticles

تم تحضير جسيمات اوكسيد القصدير SnO_2 النانوية (SnO_2 Nanoparticles) بطريقة (محلول-هلام) (Sol-Gel)، وحسب الخطوات الاتية: تمت إذابة (2M) من كلوريد القصدير $SnCl_2.5H_2O$ و (2 M) من حامض الستريك $C_6H_8O_7$ بشكل منفصل في (50ml) من الماء المقطر، بعدها تم خلط المحلولين مع التحريك المستمر (Continuous Stirring) للحصول على محلول متجانس (Homogeneous Solution)، ثم تم اضافة محلول الأمونيا (Ammonia Solution) بتركيز (25٪) بصورة تدريجية (قطرة بعد قطرة) إلى المحلول المتجانس حتى الحصول على محلول بقيمة حامضية (pH = 8). مع الخلط المستمر وتسخين عند درجة حرارة (80C°) من اجل تبخر الماء، بعد (3 ساعات) تم الحصول على هلام بني غامق (Dark Brown Gel). أخيرًا، تم تجفيف الهلام (Gel) الناتج لمدة (12 ساعة) عند درجة حرارة (200 C°) ومن ثم تبعتها عملية كلسنة لمدة (4 ساعات) عند درجات حرارية مختلفة (400, 600, 800 C°) في الهواء من اجل الحصول على جسيمات اوكسيد القصدير SnO_2 النانوية النقية.

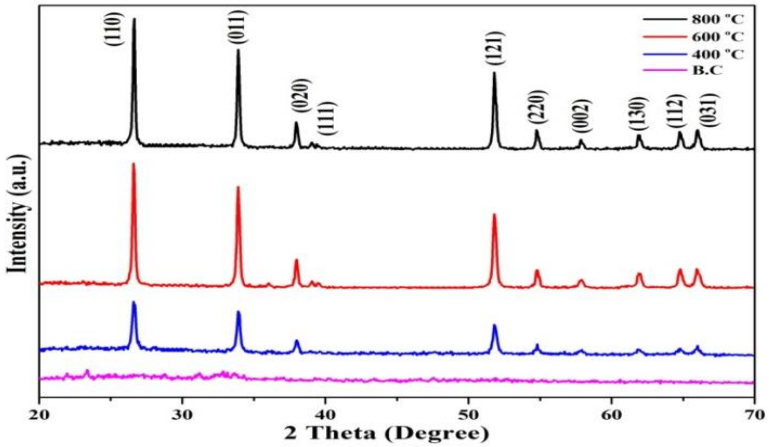
3. تحضير اغشية (CMC-PVP) المدعمة بجسيمات SnO_2 النانوية

تم إذابة مساحيق البوليمرات (CMC) و (PVP) في (100ml) من الماء المقطر بنسبة وزنية مقدارها (%40CMC60%:PVP)، تم مزج محاليل البوليمر لمدة (3 ساعات) مع الخلط المستمر للحصول على محلول بوليمري متجانس، تم خلط نسب مختلفة من جسيمات SnO_2 النانوية المحضرة (0٪ ، 2٪ ، 4٪ ، 6٪) مع المحلول البوليمري، تم صب الخليط البوليمري المتجانس في أطباق زجاجية مسطحة ومن ثم تبعتها عملية تجفيف عند درجة حرارة (50 C°) لمدة يومين للحصول على أغشية (CMC-PVP) المدعم بجسيمات SnO_2 النانوية بسمك حوالي 25 ميكرومتر.

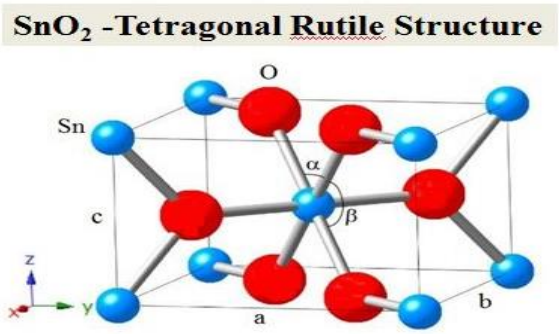
النتائج والمناقشة:

1. حيود الاشعة السينية (X-ray Diffraction) (XRD)

تم تشخيص نوع التركيب البلوري (Crystal Structure Type) لجميع العينات المحضرة في درجة حرارة الغرفة (25 C°) باستخدام مقياس حيود الأشعة السينية (6000-Shimadzu XRD) يعمل عند فولتية (30 KV) وتيار (30 mA)، تم اجراء الاختبار عند زاوية (2Θ = 20° - 70°) بسرعة مسح (5°/min) باستخدام إشعاع ($Cu\ K_\alpha$) وطول موجي (λ = 1.5418Å). الشكل رقم (1) يبين طيف حيود الاشعة السينية لمسحوق SnO_2 النانوي قبل وبعد المعاملة الحرارية عند درجات حرارية مختلفة (400, 600 and 800 °C)، حيث بينت النتائج التي تم الحصول عليها ان مسحوق SnO_2 قبل المعاملة الحرارية يمتلك طور غير متبلور (Amorphous phase) لكن بعد المعاملة الحرارية وعند درجة حرارة (400 C°) بدأ الطور بالتشكل ومع زيادة درجة حرارة الكلسنة (Calcination Temperature) ازدادت درجة التبلور (Crystallization Degree) لمسحوق SnO_2 النانوي واصبحت القمم (Peaks) اكثر حدة و وضوح وازدادت الشدة مع زيادة درجة الحرارة حيث تم الحصول على طور متبلور ونقي (Crystallized and Pure Phase) عند درجة حرارة (800 C°). طيف الاشعة السينية لمسحوق SnO_2 النانوي المحضر يتطابق بصورة جيدة مع الطيف القياسي (JCPDS No. 98-009-0611) بنظام بلوري رباعي الزوايا (Tetragonal 136.Crystal System) (P42/mnm no) نوع روتيل (Rutile Structure) بأبعاد بلورية (a=b = 4.735 ˚A, c = 3.184 ˚A) و زوايا ($\alpha = \beta = \gamma$ =90°) وكما موضح في الشكل رقم (2) الذي يعرض خلية الوحدة (Unit Cell) و ثوابت الشبيكة البلورية (Lattice Parameters) لثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 رباعي الزوايا- نوع روتيل.



شكل رقم (1) يبين انماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير (SnO_2) النانوي قبل وبعد عملية الكلسنة عند درجات حرارية مختلفة.



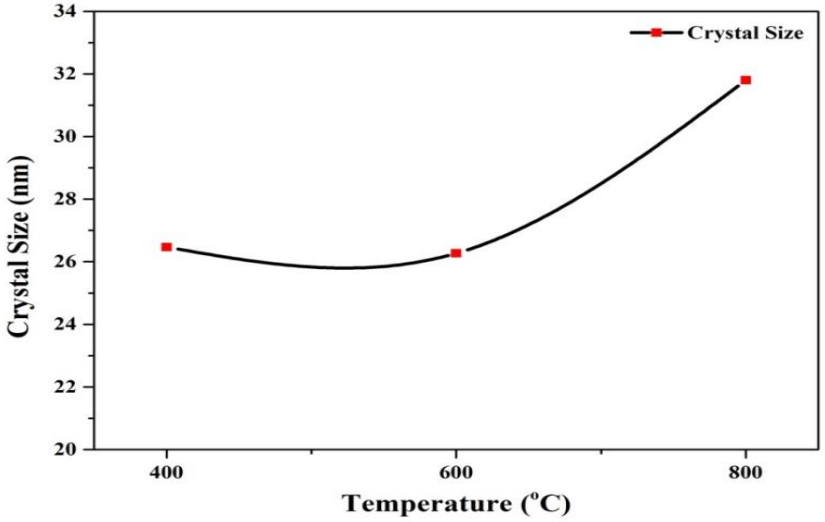
Lattice Parameters	
a = 4.735 ˚A	α = 90 °
b = 4.735 ˚A	β = 90 °
c = 3.184 ˚A	γ = 90 °

شكل رقم (2) خلية الوحدة وثوابت الشبيكة البلورية لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 نوع روتيل.

المسافة البينية (d_{hkl}) (d-space) بين المستويات البلورية لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي عند درجات حرارة مختلفة (400, 600, 800 C°) تم حسابها من خلال قانون براغ (Bragg's Law) لجميع القمم التي تم الحصول عليها من طيف الاشعة السينية حيث بينت النتائج ان قيمة (d_{hkl}) العملية المحسوبة متقاربة بصورة كبيرة مع القيم في البطاقة القياسية عند جميع الدرجات الحرارية وكما مثبت في الجداول رقم (, 2, 31) مما يشير الى تبلورالحبيبات (granule crystallization) باتجاه القيم الحقيقية لمسحوق SnO_2 القياسي. من خلال معادلة شيرر (Scherer's equation) تم حساب متوسط الحجم البلوري (Average Crystal Size) لمسحوق SnO_2 النانوي عند جميع الدرجات الحرارية، وجد ان متوسط الحجم البلوري عند الدرجات الحرارية (400 C°) و (600 C°) متقارب جدا ويساوي (26.47 nm) و (26.27 nm) على التوالي، في حين ان متوسط الحجم البلوري عند (800 C°) يساوي (31.8 nm) اي ان عند درجات الحرارة العالية يزداد متوسط الحجم البلوري لمسحوق SnO_2 النانوي وكما موضح في الشكل رقم (3) الذي يبين العلاقة بين متوسط الحجم البلوري (Average Crystal Size) و زيادة درجة حرارة الكلسنة (Calcination Temperature)، وهذا يعزى الى ان الحرارة العالية تؤدي الى زيادة انتشار الذرات (Atoms Diffusion) التي بدورها تعمل على زيادة تشكيل النوى (Nuclei Formation) لنفس الطور، ونظرا لارتفاع درجة الحرارة بصورة مستمرة فانه يجري ازالة الحدود البلورية وبالتالي زيادة حجم البلورات، وهذا ما يفسر ان القمم (Peaks) اصبحت أضيق واعلى شدة مع زيادة درجة الحرارة مما يشير إلى زيادة حجم البلورات [1]، بالإضافة الى ذلك تم حساب كثافة الانخلاعات (δ) (Dislocation Density) لمسحوق اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي، تبين أن قيم كثافة الانخلاعات تنخفض عند الدرجات الحرارية العالية (800 C°) وهذا يشير الى انتظامية جيدة

[1] **[] Chen, Y. F., Lee, C. Y., Yeng, M. Y., & Chiu, H. T. (2003). The effect of calcination temperature on the crystallinity of TiO2 nanopowders. Journal of crystal growth, 247(3-4), 363-370.**

في التركيب البلوري لمسحوق ثاني اوكسيد القصدير النانوي، أي مع زيادة الحجم البلوري (زيادة حجم البلورات) عند درجات الحرارة العالية يؤدي الى خفض الحدود الحبيبية (granular boundaries) والانخلاعات (Dislocations] [1]). الجداول رقم (1, 2, 3) تستعرض قيم كثافة الانخلاعات و قيم الحجم البلوري عند كل درجة حرارة ولجميع القمم التي تم الحصول عليها من حيود الاشعة السينية.



شكل رقم (3) يبين العلاقة بين متوسط الحجم البلوري مع زيادة درجة حرارة الكلسنة

جدول رقم (1) بعض القيم النظرية والعملية المستحصلة من حيود الاشعة السينية لمسحوق SnO_2 النانوي عند درجة حرارة (800 °C).

Peak No.	2 Theta Practical	2 Theta Standard	FWHM (deg)	Crystal size (nm)	d_{hkl} (°A) Practical	d_{hkl} (°A) Standard	(hkl)	$\delta*10^{15}$
1	26.63	26.602	0.1979	39.06	3.344	3.348	(110)	0.988
2	33.918	33.9	0.2148	35.37	2.64	2.642	(011)	
3	37.988	37.975	0.2317	32.42	2.366	2.367	(020)	
4	39.056	39.006	0.1739	43.05	2.304	2.307	(111)	
5	51.828	51.809	0.257	27.8	1.762	1.763	(121)	
6	54.804	54.792	0.2324	30.34	1.673	1.674	(220)	
7	57.87	57.875	0.199	34.92	1.592	1.592	(002)	

[1] [] Mahesh, S. (2012). Orientation preferences of extended sub-granular dislocation boundaries. Philosophical Magazine, 92(18), 2286-2312.

			1					
8	61.925	61.921	0.252 2	27.01	1.497	1.497	(130)	
9	64.803	64.792	0.263 8	25.42	1.437	1.437	(112)	
10	66.017	66.011	0.293 9	22.66	1.414	1.414	(031)	

جدول رقم (2) بعض القيم النظرية والعملية المستحصلة من حيود الاشعة السينية لمسحوق SnO_2 النانوي عند درجة حرارة (600 °C).

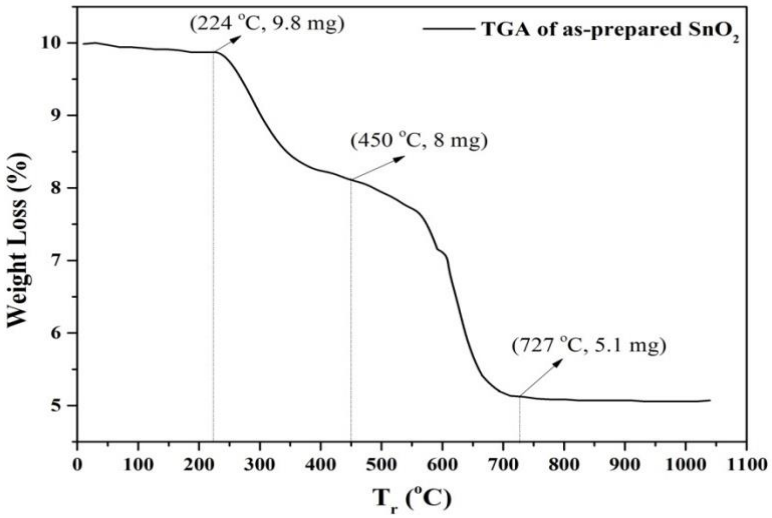
Peak No.	2 Theta Practical	2 Theta Standard	FWHM (deg)	Crystal size (nm)	d_{hkl} (°A) Practical	d_{hkl} (°A) Standard	(hkl)	$\delta*10^{15}$
1	26.613	26.602	0.2306	33.52	3.346	3.348	(110)	1.449
2	33.914	33.9	0.2543	29.87	2.641	2.642	(011)	
3	37.985	37.975	0.2331	32.21	2.366	2.367	(020)	
4	39.060	39.006	0.2197	34.07	2.304	2.307	(111)	
5	51.822	51.809	0.2925	24.42	1.762	1.763	(121)	
6	54.809	54.792	0.2683	26.28	1.673	1.674	(220)	
7	57.864	57.875	0.3011	23.08	1.592	1.592	(002)	
8	61.938	61.921	0.3210	21.21	1.496	1.497	(130)	
9	64.801	64.792	0.3261	20.56	1.437	1.437	(112)	
10	66.013	66.011	0.3800	17.53	1.414	1.414	(031)	

جدول رقم (3) بعض القيم النظرية والعملية المستحصلة من حيود الاشعة السينية لمسحوق SnO_2 النانوي عند درجة حرارة (400 °C).

Peak No.	2 Theta Practical	2 Theta Standard	FWHM (deg)	Crystal size (nm)	d_{hkl} (°A) Practical	d_{hkl} (°A) Standard	(hkl)	$\delta*10^{15}$
1	26.628	26.602	0.3559	21.71	3.344	3.348	(110)	1.427
2	33.931	33.9	0.2981	25.48	2.639	2.642	(011)	
3	38.008	37.975	0.2675	28.07	2.365	2.367	(020)	
4	51.838	39.006	0.3337	21.41	1.762	1.763	(111)	
5	54.799	51.809	0.2344	30.08	1.673	1.674	(121)	
6	57.876	54.792	0.2757	25.21	1.591	1.592	(220)	
7	61.897	57.875	0.2085	32.66	1.497	1.497	(002)	
8	64.795	61.921	0.2490	26.93	1.437	1.437	(130)	
9	65.976	64.792	0.2490	26.75	1.414	1.414	(112)	

4. التحليل الحراري الوزني (Thermogravimetric analysis) (TGA)

تم اجراء فحص التحليل الحراري-الوزني (Thermogravimetric Analysis) (TGA) للمادة الاساس (Precursor Material) المحضرة كمصدر لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي من اجل توصيف الخصائص الفيزيائية والكيميائية كدالة لدرجة الحرارة بوجود الاوكسجين، باستخدام المحلل الحراري- الوزني نوع (Mettler Toledo- Star System).



شكل رقم (4) يبين منحنى التحليل الحراري الوزني (TGA) لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 قبل المعاملة الحرارية.

الشكل رقم (4) يبين منحني معدل فقدان الوزن (Weight Loss) كدالة لدرجة الحرارة (التحليل الحراري-الوزني) للمادة المحضرة قبل عملية الكلسنة (Before Calcination) كمصدر لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي، من منحنى فقدان الوزن تبين ان المادة فقدت حوالي (2%) من كتلتها الأولية عند مدى درجة الحرارة (25 - 224 C°)، وهذا يعزى الى فقدان العينة لجزيئات الماء الممتصة من المحيط الخارجي (Moisture) نتيجة تركيبها المسامي بالاضافة الى فقدان الماء التركيبي (Structural Water) المرتبط بجزيئات المادة المحضرة [1]، خلال هذا المدى من الدرجات الحرارية تم إزالة الرطوبة الممتصة والمياه التركيبية وهذا يشير الى التركيب عالي المسامية للمادة والذي يميل الى امتصاص الرطوبة من المحيط الخارجي عند درجة حرارة الغرفة. عند مدى درجة الحرارة (230 – 450 C°) لوحظ فقدان ملحوظ في كتلة المادة بحوالي (18%) من كتلتها الاولية، الذي ممكن ان يرجع الى تحلل هيدروكسيد القصدير $Sn(OH)_4$ بالاضافة الى وجود حامض الستريك الذي يفقد ايون هيدروجين (H^+) و يطلق ثاني أكسيد الكربون (CO_2) عند هذا المدى من درجات الحرارة [1, 2]. من جانب اخر، لوحظ ايضا هناك فقدان ملحوظ ثاني في كتلة

[1] [] Lu, Z., Donaberger, R. A., & Dahn, J. R. (2000). Superlattice ordering of Mn, Ni, and Co in layered alkali transition metal oxides with P2, P3, and O3 structures. Chemistry of materials, 12(12), 3583-3590.

[2] [] Majdoub, M., Loupy, A., Petit, A., & Roudesli, S. (1996). Coupling focused microwaves and solvent-free phase transfer catalysis: application to the synthesis of new furanic diethers. Tetrahedron, 52(2), 617-628.

المادة حوالي (29%) من الكتلة الاولية عند مدى درجة الحرارة (450 – 727 C°)، الذي يمكن ان يكون مرتبط بالازالة المستمرة لمختلف انواع مجموعة الهيدروكسيل المتكثفة على سطح مسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 بالاضافة الى الماء التركيبي [2, 3]. من منحنى TGA لوحظ فقدان اضافي قليل جدا في الكتلة عند درجات حرارة أعلى من (727 C°) مما يدل على الانتهاء من أي تفاعل يتضمن تغيير في الكتلة والحصول على مسحوق اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي المتبلور النقي (Crystallized and Pure Phase)، حيث يلاحظ ان المادة المحضرة فقدت حوالي (49%) من كتلتها الاولية خلال عملية التحليل الحراري الوزني.

من هذه النتائج يتضح ان معظم المتفاعلات الداخلة في تحضير مسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي تتطاير عند المعاملة الحرارية (Heat Treatment) فوق درجة الحرارة (727 C°)، لذلك تم اختيار درجات حرارة كلسنة مختلفة (400, 600, 800 C°) للمادة المحضرة من اجل دراسة تاثيرها على الخواص التركيبية لمسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي.

5. المجهر الالكتروني الماسح (Scanning Electron Microscopy) (SEM)

تم اجراء فحص المجهر الالكتروني الماسح (Scanning Electron Microscopy) للنماذج المحضرة من اجل دراسة طبيعة السطح (Surface Morphological) والشكل لمسحوق اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي الذي تم تحضيره بطريقة (Sol-Gel) بواسطة المجهر الالكتروني نوع (50FEI INSPECT F) باستخدام فرق جهد (40 kV)، شكل رقم (5) يبين الصور المجهرية لمسحوق اوكسيد القصدير SnO_2 قبل وبعد المعاملة الحرارية عند درجات حرارية مختلفة (400, 600, 800 C°). تشير الصور إلى أن مسحوق اوكسيد القصدير قبل المعاملة الحرارية يمتلك طور غير متبلور (Random Phase) وشكل غير محدد (Indefinite Shape) وهذا يعزى الى الطبيعة العشوائية لسترات القصدير (Tin Citrates) الموجودة ضمن تركيب المادة قبل عملية الكلسنة، مع القليل من الجسيمات (Particles) التي ممكن ان تكون قد تشكلت نتيجة عملية تجفيف الجل (Gel) عند درجة حرارة (200 C°) الذي تم تحضيره كمصدر لمسحوق SnO_2 النانوي [4] وكما مبين في شكل رقم (a5)، وهذا يتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من فحص حيود الاشعة السينية (XRD) والتحليل الحراري الوزني (TGA). من خلال الشكل رقم (b, c, d5) يظهر ان مسحوق SnO_2 بعد عملية الكلسنة عند درجة حرارة (400 C°) بدأ بالتبلور بصورة تدريجية ليتحول الى تركيب شبه متبلور (Semi-crystalline Structure) مكون من جسيمات (Particles) نانوية مرتبة و متراصة بعضها جنب بعض لتشكل تركيب حبيبي مسامي (Porous Granular Structure) من حبيبات شبه كروية (Semi-spherical Grains) التي تعتبر كمراكز تنوي

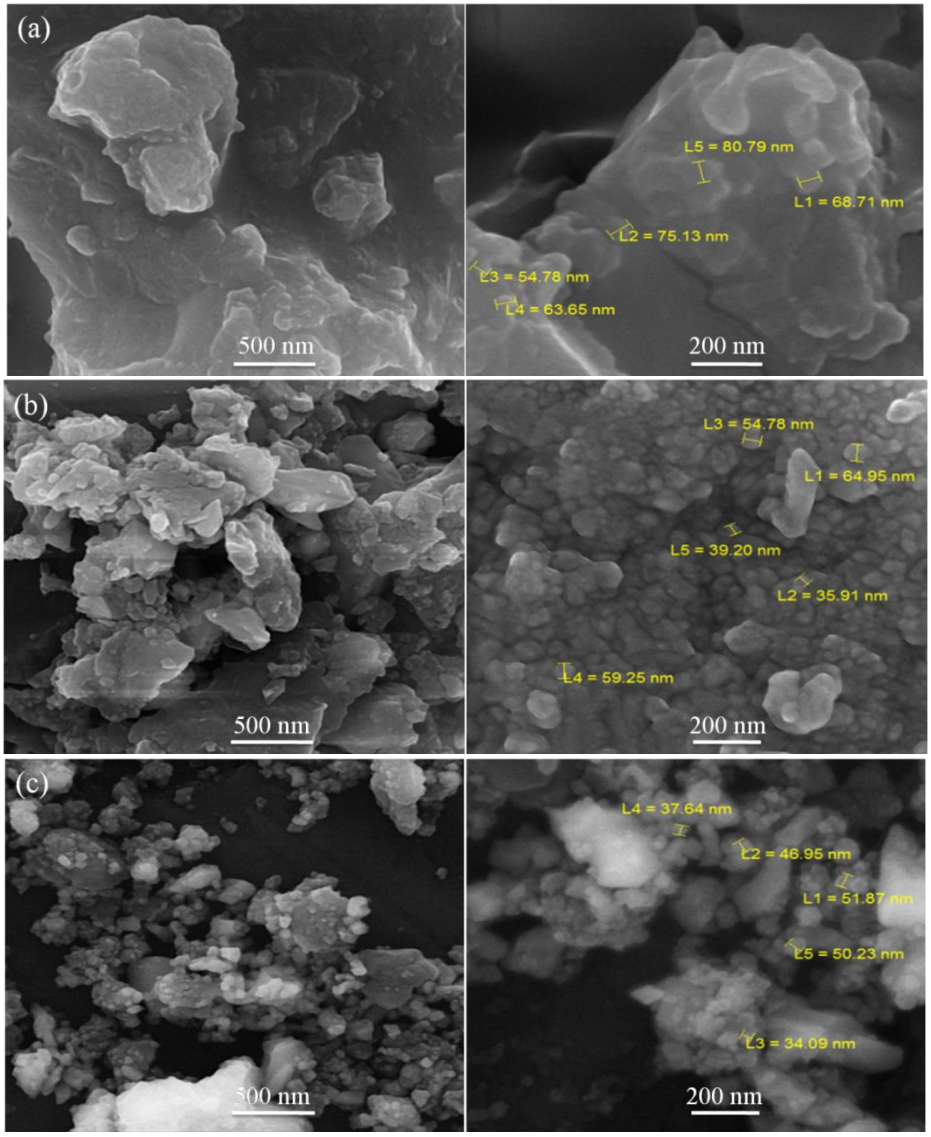
[1] [] Vivekanandhan, S., Venkateswarlu, M., & Satyanarayana, N. (2007). Novel urea assisted polymeric citrate route for the synthesis of nanocrystalline spinel LiMn2O4 powders. Journal of alloys and compounds, 441(1-2), 284-290.

[2] [] Zhu, J. J., Zhu, J. M., Liao, X. H., Fang, J. L., Zhou, M. G., & Chen, H. Y. (2002). Rapid synthesis of nanocrystalline SnO2 powders by microwave heating method. Materials Letters, 53(1-2), 12-19.

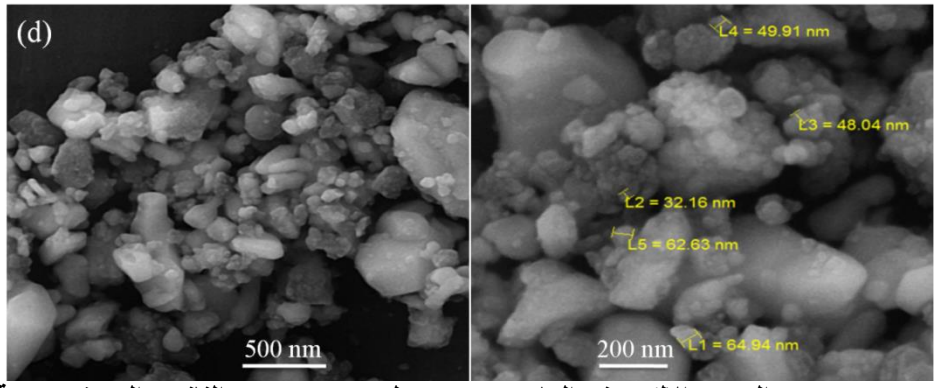
[3] [] Sayari, A., Moudrakovski, I., Reddy, J. S., Ratcliffe, C. I., Ripmeester, J. A., & Preston, K. F. (1996). Synthesis of mesostructured lamellar aluminophosphates using supramolecular templates. Chemistry of materials, 8(8), 2080-2088.

[4] [] Maensiri, S., & Nuansing, W. (2006). Thermoelectric oxide NaCo2O4 nanofibers fabricated by electrospinning. Materials chemistry and physics, 99(1), 104-108.

(Nucleation Centers) لعملية النمو بلوري (Crystalline Growth). عند زيادة درجة حرارة الكلسنة فان الطور المتبلور لمسحوق SnO_2 اصبح اكثر وضوح ليشكل جسيمات نانوية (Nanoparticles) صغيرة الحجم و متميزة عند درجة حرارة (600 °C)، اما عند الدرجة الحرارية (800 °C) نلاحظ زيادة درجة التبلور (Crystallization Degree) لمسحوق SnO_2 مع زيادة في الحجم الحبيبي للجسيمات وهذا يعزى الى ان ارتفاع درجة حرارة الكلسنة يؤدي الى استمرار النمو البلوري للحبيبات واندماجها مع بعضها البعض وبالتالي زيادة الحجم الحبيبي [ ].[1]



[1] [] De Silva, R. C. L., Jayaweera, M. T. V. P., Perera, V. P. S., Jayarathna, I. P. L., & Rosa, S. R. D. (2014). Sodium nickel oxide nanoporous cathodes used for sodium-ion rechargeable batteries. Sri Lankan Journal of Physics, 15, 19-29.

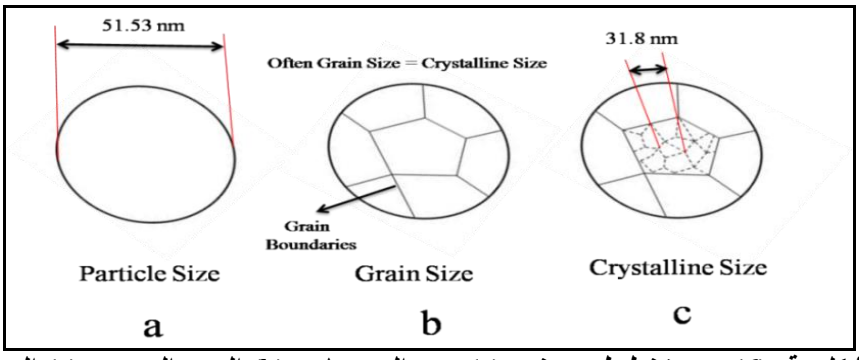


شكل رقم (5) يبين صور المجهر الالكتروني الماسح (SEM) لمسحوق SnO_2 النانوي المحضر (a) قبل عملية الكلسنة (b) عند درجة حرارة 400 °C (c) عند درجة حرارة 600 °C (d) عند درجة حرارة 800 °C.

تم حساب معدل حجم الجسيمات (Particles Size) لمسحوق SnO_2 قبل و بعد عملية الكلسنة عند درجات حرارية مختلفة (400, 600, 800 °C) من خلال المجهر الالكتروني الماسح (SEM) وكما مبين بالجدول رقم (4)، بينت النتائج التي تم الحصول عليها ان حجم الجسيمات (Particles Size) يزداد عند الدرجات الحرارية العالية ليزداد من (44.15 nm) عند درجة حرارة (600 °C) ليصبح (51.53 nm) عند درجة حرارة (800 °C) نتيجة استمرار النمو البلوري واندماج الحبيبات (Grain) مع بعضها عند هذه الدرجات الحرارية العالية. بالمقارنة مع نتائج الحجم البلوري (Crystal Size) التي تم حسابها من معادلة شيرر (Scherer's equation)، تشير النتائج الى ان كل جسيمة (Particle) من مسحوق اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي تتكون من اكثر من بلورة (Poly-crystals) ضمن الجسيمة الواحدة. الشكل رقم (6) يبين رسم تخطيطي يوضح كل من حجم الجسيمات (Particle Size)، الحجم الحبيبي (Grain Size) و الحجم البلوري (Crystalline Size) لمسحوق SnO_2 النانوي عند درجة حرارة (800 °C) التي تم حسابها من معادلة شيرر والمجهر الالكتروني الماسح.

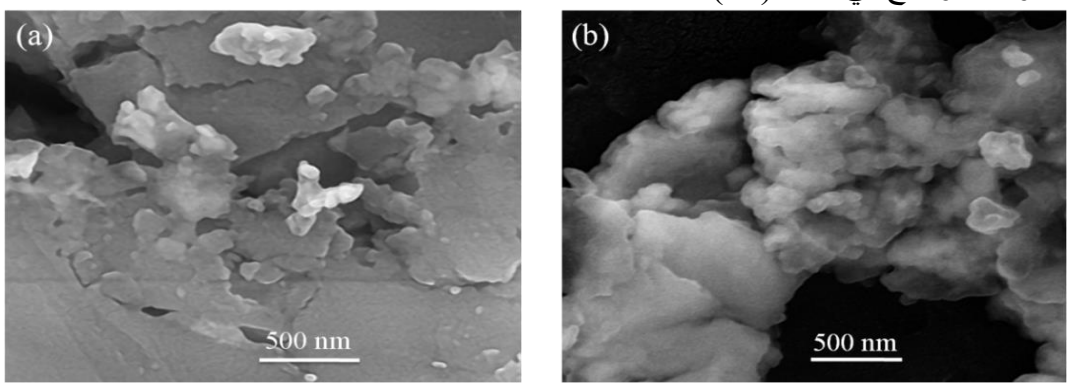
جدول رقم (4) معدل حجم الجسيمات لمسحوق SnO_2 قبل وبعد المعاملة الحرارية.

Temperature (°C)	Average Particle Size of SnO_2 (nm)
Before Calcination	68.61
400	50.81
600	44.15
800	51.53



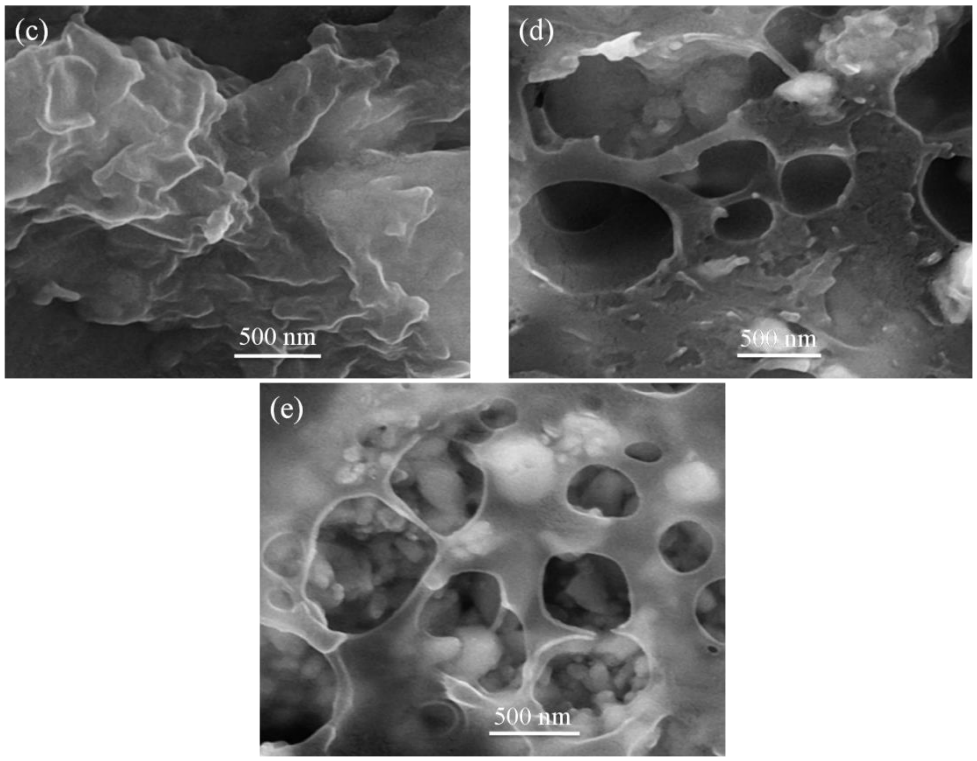
الشكل رقم (6) رسم تخطيطي يوضح (a) حجم الجسيمات، (b) الحجم الحبيبي، (c) الحجم البلوري لمسحوق اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي عند 800 C.°

الشكل رقم (7) يستعرض صور المجهر الالكتروني الماسح (SEM) للاغشية المحضرة (CMC) و (CMC-PVP) قبل وبعد التدعيم بمسحوق ثاني اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي بنسبة (4%) عند درجات حرارية مختلفة (400, 600, 800 C°)، الشكل رقم (a7) يبين ان غشاء بوليمر (CMC) النقي يمتلك سطح خشن (Rough Surface) مكون من مجموعة من الدقائق المتجمعة المتراصة مع بعضها البعض، مما يؤدي إلى مساحة بينية كبيرة داخل تركيب البوليمر والتي تزيد من قابلية حركية الامتزاز (adsorption kinetics) لاكاسيد المعادن [1, 2]، وعند اضافة بوليمر PVP بنسبة (40%) اصبح تركيب الخليط البوليمري اكثر خشونة ومكون من دقائق متراصة مع بعضها البعض وكما موضح في شكل (b7).



[1] [] Yuan, J., Qiu, F., & Li, P. (2017). Synthesis and characterization of β-cyclodextrin–carboxymethyl cellulose–graphene oxide composite materials and its application for removal of basic fuchsin. Journal of the Iranian Chemical Society, 14(9), 1827-1837.

[2] [] Liuyun, J., Yubao, L., & Chengdong, X. (2009). A novel composite membrane of chitosan-carboxymethyl cellulose polyelectrolyte complex membrane filled with nano-hydroxyapatite I. Preparation and properties. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 20(8), 1645-1652.



الشكل رقم (7) يبين صور المجهر الالكتروني الماسح (a) Pure CMC (b)CMC-PVP (c)CMC-PVP-4% SnO_2 400 °C (d) CMC-PVP-4% SnO_2 600 °C (e)CMC-PVP-4% SnO_2 800 °C.

عند اضافة جسيمات مسحوق ثاني اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي بنسبة (4%) عند درجات حرارية مختلفة كما في شكل (c,d,e7)، اظهرت الصور ان الاغشية البوليمرية (Polymeric Films) المدعمة امتلكت سطوح غير منتظمة (Irregular Surfaces) واكثر خشونة (Roughness) ومسامية سطحية عالية (High Porosity) مقارنة مع الاغشية قبل التدعيم، وهذا يعزى الى الترابط الهيدروجيني (Hydrogen Bonding) الناتج عن مجاميع الكاربوكسيل والهيدروكسيل الفعالة ([Carboxyl and Hydroxyl Functional Groups] [1])، هذه الطبيعة غير المنتظمة ، الخشنة و المسامية العالية للسطح تعزز الامتزاز الكيميائي (Chemical Adsorption) للاغشية المتراكبة المحضرة.

6. مطياف الاشعة تحت الحمراء (FTIR) (Fourier- transform infrared (spectroscopy

تم إجراء فحص مطياف الاشعة تحت الحمراء (FTIR) للاغشية المحضرة من اجل معرفة المجاميع الفعالة باستخدام المطياف نوع (1-Shimadzu Japan-IR Affinity)، من خلال قياس طيف النفاذية (Transmittance Spectrum) كدالة للعدد الموجي (Wave number) ضمن المدى (400-3500 cm^{-1}). الشكل رقم (8) يستعرض اطياف الاشعة تحت الحمراء (FTIR Spectra) المميزة لاغشية ((CMC-PVP، (PVP)،CMC))، و (CMC-PVP- 4% SnO_2

[1] **[] Joshi, G., Naithani, S., Varshney, V. K., Bisht, S. S., Rana, V., & Gupta, P. K. (2015). Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from office waste paper: a greener approach towards waste management. Waste Management, 38, 33-40.**

800 °C) على التوالي. لوحظ ظهور ثمانية حزم تشخيصية (Characteristic Bands) رئيسية لاغشية CMC و PVP و متراكباتها تتمركز حول 800 cm^{-1} والتي تعزى الى انماط اهتزاز اصرة اوكسيد القصدير ([1][Sn-O vibrations، cm^{-1} 898 ناتجة عن اهتزازات كليكوسيد السيليلوز ([2] Glycoside of cellulose vibrations، cm^{-1} 1283 تشير الى انماط اهتزاز الالتواء غير المتماثل لمجموعة (-CH_2 asymmetric twisting vibrations)–، CH_2، cm^{-1} 1365 نتيجة الى اهتزازات الانحناء لمجموعة (-OH bending vibrations)–، OH، cm^{-1} 1566 ناتجة عن اهتزازات التمدد لحلقة الكلوكوز ((Ring stretching of glucose، cm^{-1} 1843 من الممكن ان يعزى الى اهتزازات التمدد لمجموعتي ((C-H, C-O Stretching vibration) (C-H, C-O، cm^{-1} 2343 تعزى الى مزيج من اهتزازات الانحناء للاصرة (-OH) واهتزازات التمدد للاصرة (-combinations of -OH bending and -C-O stretching vibrations) (C-H، 2961 cm^{-1} تنسب الى اهتزازات التمدد غير المتناظرة للأصرة (C-H–) لمجموعة (C-H – CH_2 Asymmetric stretching vibrations) [3, 4, 5, 6, 7, 8]. من النتائج التي تم الحصول عليها

[1] Sala, F., & Trifiro, F. (1974). Oxidation catalysts based on tin-antimony oxides. Journal of Catalysis, 34(1), 68-78.

[2] Viera, R. G. P. (2007). GR Filho, RMN de Assunção, C. da S. Meireles, J. Vieira and GS de Oliveira. Carbohydr. Polym, 67, 182-189.

[3] Elashmawi, I. S., & Baieth, H. A. (2012). Spectroscopic studies of hydroxyapatite in PVP/PVA polymeric matrix as biomaterial. Current Applied Physics, 12(1), 141-146.

[4] Teodorescu, M., Bercea, M., & Morariu, S. (2019). Biomaterials of PVA and PVP in medical and pharmaceutical applications: Perspectives and challenges. Biotechnology advances, 37(1), 109-131.

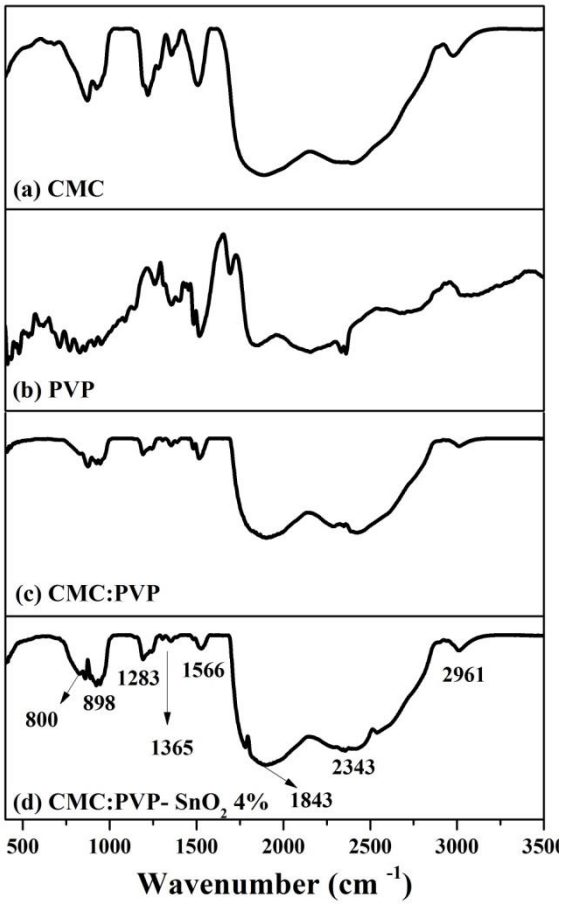
[5] Liu, X., Li, W., Chen, N., Xing, X., Dong, C., & Wang, Y. (2015). Ag–ZnO heterostructure nanoparticles with plasmon-enhanced catalytic degradation for Congo red under visible light. RSC Advances, 5(43), 34456-34465.

[6] Singh, B., & Sharma, V. (2017). Crosslinking of poly (vinylpyrrolidone)/acrylic acid with tragacanth gum for hydrogels formation for use in drug delivery applications. Carbohydrate polymers, 157, 185-195.

[7] Prashar, D., Sharma, S., & Lal Khokra, S. (2012). SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ELECTRICAL STIMULUS SENSITIVE BEHAVIOR OF psy-cl-poly (AA) HYDROGEL. Pharma Science Monitor, 3(4).

[8] Abbas, N. K., Habeeb, M. A., & Algidsawi, A. J. K. (2015). Preparation of chloro penta amine cobalt (III) chloride and study of its influence on the structural and some optical properties of polyvinyl acetate. International Journal of Polymer Science, 2015.

تبين عند اضافة مسحوق ثاني اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي تظهر قمة عريضة (Broad Peak) جديدة تتمركز حول 800 cm^{-1} كما موضح في الشكل رقم (d8)، والتي تشير الى اهتزازات اصرة (Sn-O)، بالإضافة الى ذلك اصبحت القمم اكثر وضوح وتحديد (Clear and Defined Peaks) بوجود جسيمات SnO_2 النانوية، الذي ممكن ان يعزى الى التفاعل الجيد للجسيمات النانوية مع الاواصر الفعالة (Functional Groups) للخليط البوليمري (Polymeric Blend)، اي فعالية جيدة للجسيمات النانوية داخل المادة الاساس.



الشكل رقم (8) طيف الاشعة تحت الحمراء (a) غشاء (CMC (b غشاء (PVP (c غشاء CMC-PVP (d) الغشاء المدعم .CMC-PVP-4% SnO_2 (800 °C)

الاستنتاجات

من خلال النتائج التي تم التوصل اليها خلال هذا البحث يمكن استنتاج النقاط الاتية:

1. تم تحضير جسيمات مسحوق ثنائي اوكسيد القصدير SnO_2 النانوي بواسطة طريقة كيميائية بسيطة (Simple Method)، وهي طريقة (محلول-هلام) (Sol-gel) من خلال استخدام مواد متفاعلة رخيصة الثمن وغير سامة.

2. تم الحصول على جسيمات SnO_2 النانوية شبه الكروية ذات بنية بلورية نوع روتيل (Rutile Crystal Structure) رباعي الزوايا (Tetrgonal) باحجام جسيمات مختلفة.
3. حجم الجسيمات (Particle Size) ودرجة التبلور (Crystallization Degree) لمسحوق SnO_2 النانوي يزداد مع ارتفاع درجة حرارة الكلسنة.
4. كثافة الانخلاعات (Dislocation Density) لمسحوق SnO_2 النانوي تنخفض مع ارتفاع درجة حرارة الكلسنة.
5. تم الحصول على الطور عالي التبلور النقي عند درجة حرارة كلسنة (800 °C).

References

[1] Park, K. W., Ahn, K. S., Choi, J. H., Nah, Y. C., & Sung, Y. E. (2003). PtRu–WO 3 nanostructured alloy electrode for use in thin-film fuel cells. Applied physics letters, 82(7), 1090-1092.

[2] Attard, G. S., Elliott, J. M., Bartlett, P. N., Whitehead, A., & Owen, J. R. (2000, July). Nanostructured materials for batteries. In Macromolecular Symposia (Vol. 156, No. 1, pp. 179-186). Weinheim: WILEY-VCH Verlag.

[3] Li, N., & Martin, C. R. (2001). A high-rate, high-capacity, nanostructured Sn-based anode prepared using sol-gel template synthesis. Journal of the Electrochemical Society, 148(2), A164.

[4] Leite, E. R., Weber, I. T., Longo, E., & Varela, J. A. (2000). A new method to control particle size and particle size distribution of SnO2 nanoparticles for gas sensor applications. Advanced materials, 12(13), 965-968.

[5] Aegerter, M. A., Reich, A., Ganz, D., Gasparro, G., Pütz, J., & Krajewski, T. (1997). Comparative study of SnO2: Sb transparent conducting films produced by various coating and heat treatment techniques. Journal of non-crystalline solids, 218, 123-128.

[6] S.C. Yeow, W.L. Ong, A.S.W. Wong, G.W. Ho, Sens. Actuators, B 143 (2009) 295- 301.

[7] Chen, Y. F., Lee, C. Y., Yeng, M. Y., & Chiu, H. T. (2003). The effect of calcination temperature on the crystallinity of TiO2 nanopowders. Journal of crystal growth, 247(3-4), 363-370.

[8] Mahesh, S. (2012). Orientation preferences of extended sub-granular dislocation boundaries. Philosophical Magazine, 92(18), 2286-2312.

[9] Lu, Z., Donaberger, R. A., & Dahn, J. R. (2000). Superlattice ordering of Mn, Ni, and Co in layered alkali transition metal oxides with P2, P3, and O3 structures. Chemistry of materials, 12(12), 3583-3590.

[10] Majdoub, M., Loupy, A., Petit, A., & Roudesli, S. (1996). Coupling focused microwaves and solvent-free phase transfer catalysis: application to the synthesis of new furanic diethers. Tetrahedron, 52(2), 617-628.

[11] Vivekanandhan, S., Venkateswarlu, M., & Satyanarayana, N. (2007). Novel urea assisted polymeric citrate route for the synthesis of nanocrystalline spinel LiMn2O4 powders. Journal of alloys and compounds, 441(1-2), 284-290.
[12] Zhu, J. J., Zhu, J. M., Liao, X. H., Fang, J. L., Zhou, M. G., & Chen, H. Y. (2002). Rapid synthesis of nanocrystalline SnO2 powders by microwave heating method. Materials Letters, 53(1-2), 12-19.
[13] Sayari, A., Moudrakovski, I., Reddy, J. S., Ratcliffe, C. I., Ripmeester, J. A., & Preston, K. F. (1996). Synthesis of mesostructured lamellar aluminophosphates using supramolecular templates. Chemistry of materials, 8(8), 2080-2088.
[14] Maensiri, S., & Nuansing, W. (2006). Thermoelectric oxide NaCo2O4 nanofibers fabricated by electrospinning. Materials chemistry and physics, 99(1), 104-108.
[15] De Silva, R. C. L., Jayaweera, M. T. V. P., Perera, V. P. S., Jayarathna, I. P. L., & Rosa, S. R. D. (2014). Sodium nickel oxide nanoporous cathodes used for sodium-ion rechargeable batteries. Sri Lankan Journal of Physics, 15, 19-29.
[16] Yuan, J., Qiu, F., & Li, P. (2017). Synthesis and characterization of β-cyclodextrin–carboxymethyl cellulose–graphene oxide composite materials and its application for removal of basic fuchsin. Journal of the Iranian Chemical Society, 14(9), 1827-1837.
[17] Liuyun, J., Yubao, L., & Chengdong, X. (2009). A novel composite membrane of chitosan-carboxymethyl cellulose polyelectrolyte complex membrane filled with nano-hydroxyapatite I. Preparation and properties. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 20(8), 1645-1652.
[18] Joshi, G., Naithani, S., Varshney, V. K., Bisht, S. S., Rana, V., & Gupta, P. K. (2015). Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from office waste paper: a greener approach towards waste management. Waste Management, 38, 33-40.
[19] Sala, F., & Trifiro, F. (1974). Oxidation catalysts based on tin-antimony oxides. Journal of Catalysis, 34(1), 68-78.
[20] Viera, R. G. P. (2007). GR Filho, RMN de Assunção, C. da S. Meireles, J. Vieira and GS de Oliveira. Carbohydr. Polym, 67, 182-189.
[21] Elashmawi, I. S., & Baieth, H. A. (2012). Spectroscopic studies of hydroxyapatite in PVP/PVA polymeric matrix as biomaterial. Current Applied Physics, 12(1), 141-146.

[22] Teodorescu, M., Bercea, M., & Morariu, S. (2019). Biomaterials of PVA and PVP in medical and pharmaceutical applications: Perspectives and challenges. Biotechnology advances, 37(1), 109-131.
[23] Liu, X., Li, W., Chen, N., Xing, X., Dong, C., & Wang, Y. (2015). Ag–ZnO heterostructure nanoparticles with plasmon-enhanced catalytic degradation for Congo red under visible light. RSC Advances, 5(43), 34456-34465.
[24] Singh, B., & Sharma, V. (2017). Crosslinking of poly (vinylpyrrolidone)/acrylic acid with tragacanth gum for hydrogels formation for use in drug delivery applications. Carbohydrate polymers, 157, 185-195.
[25] Prashar, D., Sharma, S., & Lal Khokra, S. (2012). SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ELECTRICAL STIMULUS SENSITIVE BEHAVIOR OF psy-cl-poly (AA) HYDROGEL. Pharma Science Monitor, 3(4).
[26] Abbas, N. K., Habeeb, M. A., & Algidsawi, A. J. K. (2015). Preparation of chloro penta amine cobalt (III) chloride and study of its influence on the structural and some optical properties of polyvinyl acetate. International Journal of Polymer Science, 2015.

تحضير ودراسة الخواص التركيبية لأغشية (CMC-PVP) المدعمة بجسيمات SnO_2 النانوي المحضر بواسطة طريقة (محلول- هلام)

سعد شندوخ حبيب المجرص [1] أ.م.د. محمد حميد التميمي [2]

Preparation and Study the Structural Characterizations of (CMC-PVP) Films Filled with SnO_2 Nanoparticles Synthesized by (Solution-Gel) Method

Saad Sh. Habeeb ALMGRS [1] **Muhammad Hameed AL-Timimi [2]**

Department of Physics - College of Science
University of Diyala - Iraq
muhammadtimimi@yahoo.com

Abstract:

The aim of this work, to prepare and study the effect of calcination temperature on the structural characterizations of (CMC/PVP) filled-SnO_2 nanoparticles films. SnO_2 nanoparticles have been successfully synthesized by simple chemical method (sol-gel method), using cheap and non-toxic reactants. The obtained SnO_2 powder was calcined at different temperatures (400, 600, 800 °C) which led to form of quasi-spherical SnO_2 nanoparticles with different nanoscale sizes. The structural properties were studied by X-ray diffraction (XRD), thermo-gravimetric analysis (TGA), scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectroscopy (FTIR). The quasi-spherical tin oxide SnO_2 nanoparticles with Rutile-type crystal structure were obtained, with different particle sizes (26.47 nm), (26.27 nm) and (31.8 nm) at 400, 600, 800 °C, respectively. The results showed that the particle size and crystallization degree increased with rising the calcination temperature as a result of crystal growth, while the dislocations density decreases with the rising in temperature. The thermo-gravimetric analysis (TGA) demonstrated that at temperature (800 °C) highly crystalline and pure phase of SnO_2 nanoparticle were produced.

Keyword: SnO_2 Nanoparticles, (Sol-gel) Preparation Method, Calcination Temperature, Structural Characterizations.