وزارة التعليـم العالـي والبحـث العلمـي
جامعـة قاصـدي مربـاح ورقلـة
كليـة الرياضيات وعلـوم المـادة
قسـم الكيمياء

مذكـرة مقدمة ضمن استكمال متطلبات نيل شهادة ماستر أكاديمي
فـي الكيـمياء.
التخصص: كيمياء تحليلية
من إعداد:طالبتين خنفر بشرى –بن سالم ام الخير

بعنـوان

تصنيع مادة هجينة وتطبيقها في معالجة النفايات السائلة النسيجية التي تحتوي على الملونات الصناعية

نوقشت علنا يوم الخميس 2025/05/15

أمام لجنة المناقشة

الاستاذ مخلفي طارق	استاذ تعليم عال	رئيسا
الاستادة دقموش مسعودة	استاذ تعليم عال	مناقشا
الاستادة زنخري لويزة	استاذ تعليم عال	مـقررا

السنة الجامعية : 2024 / 2025

وزارة التعليـم العالـي والبحـث العلمـي
جامعـة قاصـدي مربحا وركلة
كليـة الرياضيات وعلـوم المـادة
قسـم الكيمياء

مذكـرة مقدمة ضمن استكمال متطلبات نيل شهادة ماستر أكاديمي
فـي الكيـمياء.
التخصص: كيمياء التحليلية
من إعداد: خنفر بشرى –بن سالم أم الخير

بعنـوان

تصنيع مادة هجينة وتطبيقها في معالجة النفايات السائلة النسيجية التي تحتوي على الملونات الصناعية

نوقشت علنا يوم الخميس 2025/05/15

أمام لجنة المناقشة

الأستاذ مخلفي طارق	أستاذ تعليم عال	رئيسا
الأستادة دقموش مسعودة	أستاذ تعليم عال	مناقشا
الأستادة زنخري لويزة	أستاذ تعليم عال	مـقررا

السنة الجامعية : 2024 / 2025

الإهداء

أهدي هذا العمل المتواضع:

لمن كان سبباً في وجودي **أمي** الحبيبة رحمها الله و**أبي** حفظه الله.

وإلى سندي ومن شجعني على إكمال دراستي **زوجي** قرة عيني **وأولادي** سعادة حياتي.

وإلى **أخواتي** العزيزات و**إخوتي** سندي وفخري.

وإلى و**الدي الأخرين** والدي زوجي حفظهما الله.

كما لا أنسى **أختى وزميلتي** خنفر بشرى.

ولكل من أعطاني يد العون من قريب أو بعيد وساعدني في إنجاز هذه المذكرة وأخص بالذكر **المشرفة**

الدكتورة زنخري لويزة.

بن سالم أم الخير

الإهداء

بقلبٍ يفيض بالحب والامتنان، أهدي ثمرة جهدي هذه إلى:

نبراسيّ في الحياة، **والديّ الكريمين** ، اللذين بذلا الغالي والنفيس لأصل إلى هذه اللحظة، دعواتكما كانت ولا تزال سندي وعوني.

سندي وعزوتي، **أخواتي الغاليات وإخواني الأعزاء** ، الذين شاركوني الفرح والتحدي، وكانوا لي خير عون وسند.

من أضاء وا لي دروب العلم والمعرفة، **أساتذتي الأفاضل**، الذين غرسوا فيّ حب التعلم ووجهوني نحو النجاح و أخص بالذكر **الأستاذة زنخري لويزة** تقدير لجهودها ودعمها.

إلى **أختي وزميلتي بن سالم أم الخير**، هذه المذكرة هي جزء من رحلة شاركتيني فيها لحظات الجد والفرح، فلكِ مني كل الشكر والتقدير.

خنفر بشرى

الشكر وعرفان

الحمد لله

حمدا كثيرا طيبا مباركا فيه

الحمد لله رب العالمين والصلاة والسلام على أشرف المرسلين سيدنا وحبيبنا محمد و آله

وصحبه الطيبين الطاهرين

قال رسول الله صلى الله عليه وسلم: (إن أشكر الناس الله عز وجل أشكرهم للناس)

نتقدم بجزيل الشكر وأسمى عبارات التقدير للدكتورة **زنخري لويزة** التي تشرفنا بإشرافها على هذه المذكرة وعلى

مجهوداتها، نصائحها وصبرها معنا لإنجاز هذا العمل

كما لا يسعنا إلا أن نتوجه بالشكر المسبق للجنة المناقشة المكونة من الأستاذة **مخلفي طارق** رئيس للجنة

والأستاذ **دقموش مسعودة** مناقشا نظير قبولهم وجهدهم لإثراء هذه المذكرة من خلال الملاحظات والتوجيهات

والتي لن تزيد هذا العمل إلا إتقانا

خلال هذه الأسطر نغتنم الفرصة لنتوجه بكل عبارات الشكر والامتنان إلى كامل أفراد أسرة علوم المادة

نخص بالذكر عمادة الكلية، أساتذتنا في قسم الكيمياء وكل عمال مخبر الكيمياء في الكلية دمتم في خدمة

العلم والطلبة.

نتقدم بجزيل الشكر للأستاذ قاجة عمر على إجرائه لتحليل طيف الأشعة السينية، وللسيدة بن زين ابتسام على

قيامها بتحليل طيف الأشعة تحت الحمراء، وللعاملين بالأرضية التقنية الفيزوكيميائية بورقلة على تنفيذهم

لتحليل طيف الأشعة فوق البنفسجية والتحليل بالمجهر الإلكتروني الماسح.

ونتوجه بالشكر الجزيل إلى زملاء وزميلات دفعة الكيمياء التحليلية 2024/2025 لكل ما قدموه من عون

ومساعدة طيلة سنوات الدراسة.

بشرى_ أم الخير

قائمة الجداول

الرقم	العنوان	الصفحة
1-II	المواد الكيميائية المستعملة	31
2-II	النتائج التجريبية	39
3-III	تحديد مختلف القمم الموجودة في طيف العينة$Ni(C_2O_4).2(H_2O)$	40
4-II	النسب الذرية والكتلية للعناصر الموجودة في العينة	42
5-III	تعريف معلومات التعريف البلوري للعينة المستخلصة بواسطة HighScore Plus	43

قائمة الأشكال

الرقم	الشكل	الصفحة
I-1	بنية كونغو الأحمر	9
I-2	بنية أخضر المثيل	10
II-1	الأدوات المستخدمة	32
II-2	ميزان حساس	32
II-3	جهاز الرج المغناطيسي	32
II-4	جهاز الأشعة السينية	33
II-5	جهاز الأشعة فوق البنفسجية	34
II-6	جهاز الأشعة تحت الحمراء	34
II-7	جهاز مجهر إلكتروني الماسح	35
II-8	محيط برنامج HighScore Plus	35
II-9	محيط برنامج Mercury	36
III-1	طيف الأشعة تحت الحمراء لمركب $Ni(C_2O_4).2(H_2O)$	39
III-2	شكل بلورات المحضّرة لمركب $Ni(C_2O_4).2(H_2O)$، كما تظهر تحت المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)	41
III-3	طيف الأشعة السينية	42
III-4	طيف الأشعة السينية لمركب $Ni(C_2O_4)(H_2O)_2$ (الاحمر) الشوائب (الاخضر)	43
III-5	توصيف العينة	43
III-6	نتائج إزالة الملونات المثيل الاخضر	47
III-7	نتائج إزالة الملونات الكونغوالأحمر	47
III-8-أ	: اطياف مسجلة لمحلول الكونغو الأحمر	50
III-8-ب	: اطياف مسجلة لمركب النيكل مع محلول الكونغو الأحمر	50

III–9–أ	طيف مسجلة مركب النيكل مع محلول المثيل الاخضر	52
III–9–ب	اطياف مسجلة لمحلول المثيل الاخضر	53
III–9–ج	اطياف مسجلة لمركب النيكل مع محلول المثيل الأخضر	53

الفهرس

المحتوى	ص
الإهداء	I
شكر وعرفان	III
قائمة الجداول	IV
قائمة الأشكال	V
المقدمة العامة (الهدف والإشكالية)	1
الفصل الأول عموميات ودراسات سابقة	
المقدمة	4
I-1 مفهوم التلوث البيئي	4
I-1-1 تعريف تلوث المياه	4
I-1-2أنواع تلوث المياه	4
I-1-3 مصادر تلوث المياه	5
I-2 النفايات السائلة النسيجية	6
I-2-1 تعريف النفايات السائلة النسيجية	6
I-2-2 أسباب تلوث مياه الصرف النسيجية	6
I-3 طرق رئيسية لمعالجة مياه الصرف في صناعة النسيج	6
I-3-1 المعالجة الفيزيائية	6

I-3-2 المعالجة الكيميائية	7
I-4 الأصباغ صناعية	7
I-4-1 تعريف الأصباغ الصناعية	7
I-4-2 التصنيف حسب التطبيق	7
I-4-3 تعريف صبغتي الكونغو الأحمر والأخضر	9
I-5 الأثر البيئي والسمية لمياه الصرف الصناعي للنسيج	9
I-6 المواد الهجينة كمحفزات ضوئية ودورها	10
I-6-1 تعريف التحفيز الضوئي	10
I-6-2المواد الهجينة	11
I-7الدراسات السابقة	11
الفصل الثاني المواد وطرق التجريبية	
II-1المواد الكيميائية المستعملة	31
II-2 الأدوات والأجهزة المستخدمة	31
II-2-1الأدوات	31
II-2-2الأجهزةالمستخدمة	32
II-3المنصات المعلوماتية	35
الفصل الثالث النتائج ومناقشتها	
المقدمة	38
III-1تحضير المركب	38
III-2توصيف المركب	39

III-1-2التحليل بتقنية الأشعة تحت الحمراء	39
III-2-2التحليل بتقنية المجهر الإلكتروني الماسح	41
III-2-3التحليل بانعراج بالأشعة السينية	42
III-3 تأثير تركيزوسط التفاعل على ناتج	45
III-4تقييم كفاءة الإزالة	47
III-4-1تحضير المحاليل الملوثة	47
III-4-2 إجراء تجارب الأمتزاز	47
III-4-3ظروف التجارب	48
III-4-4التمثيل المرئي للنتائج	48
III-4-5نسبة إزالة الملوثات	49
III-4-6تحليل إزالة ملوثات بتقنية الأشعة الفوق بنفسجية	49
III-4-7 مقارنة كفاءة إزالة الكونغو الأحمر و المثيل الأخضر	55
III-4-8 الاستنتاج حول الإزالة الأفضل	55
الخاتمة	57
الآفاق المستقبلية	58
مراجع	60
ملاحق	66
الملخص	70

المقدمة العامة

مقدمة:

الماء هو أحد أهم المكونات الأساسية المطلوبة لتقدم القطاعات الزراعية والصناعية؛ حيث تعتمد معظم الأنشطة البشرية على توفره في حالته النقية الخالية من الملوثات. علاوةً على ذلك، يلعب الماء دوراً مهماً في بعض الأنشطة الترفيهية الأخرى. ومع ذلك، يُلاحظ أن النسبة الأكبر من المياه المتوفرة على الكرة الأرضية ملوثة بشكل كبير بواسطة الأنشطة البشرية المختلفة من صناعة، وزراعة، وكذلك الأنشطة المنزلية، ويتضمن ذلك تفريغ مياه الصرف المنبعثة من المنازل، والمستشفيات، والمصانع. يشكل تصريف كميات كبيرة من الملوثات إلى المسطحات المائية من قِبل الصناعات المختلفة والأنشطة الأخرى خطراً بيئياً كبيراً، ومن هنا تأتي ضرورة معالجة المياه قبل عملية طرحها.[1]

تُعد مياه الصرف الناتجة عن عمليات الصباغة في صناعة النسيج من مصادر التلوث البيئي البارزة، إذ تحتوي على مجموعة واسعة من المركبات الكيميائية الخطرة التي تؤثر بشكل مباشر على جودة المياه العادمة. ولضمان حماية البيئة والصحة العامة، يصبح من الضروري معالجة هذه المياه معالجة فعّالة قبل تصريفها إلى الشبكات البلدية أو الأحواض المستقبلية الأخرى.

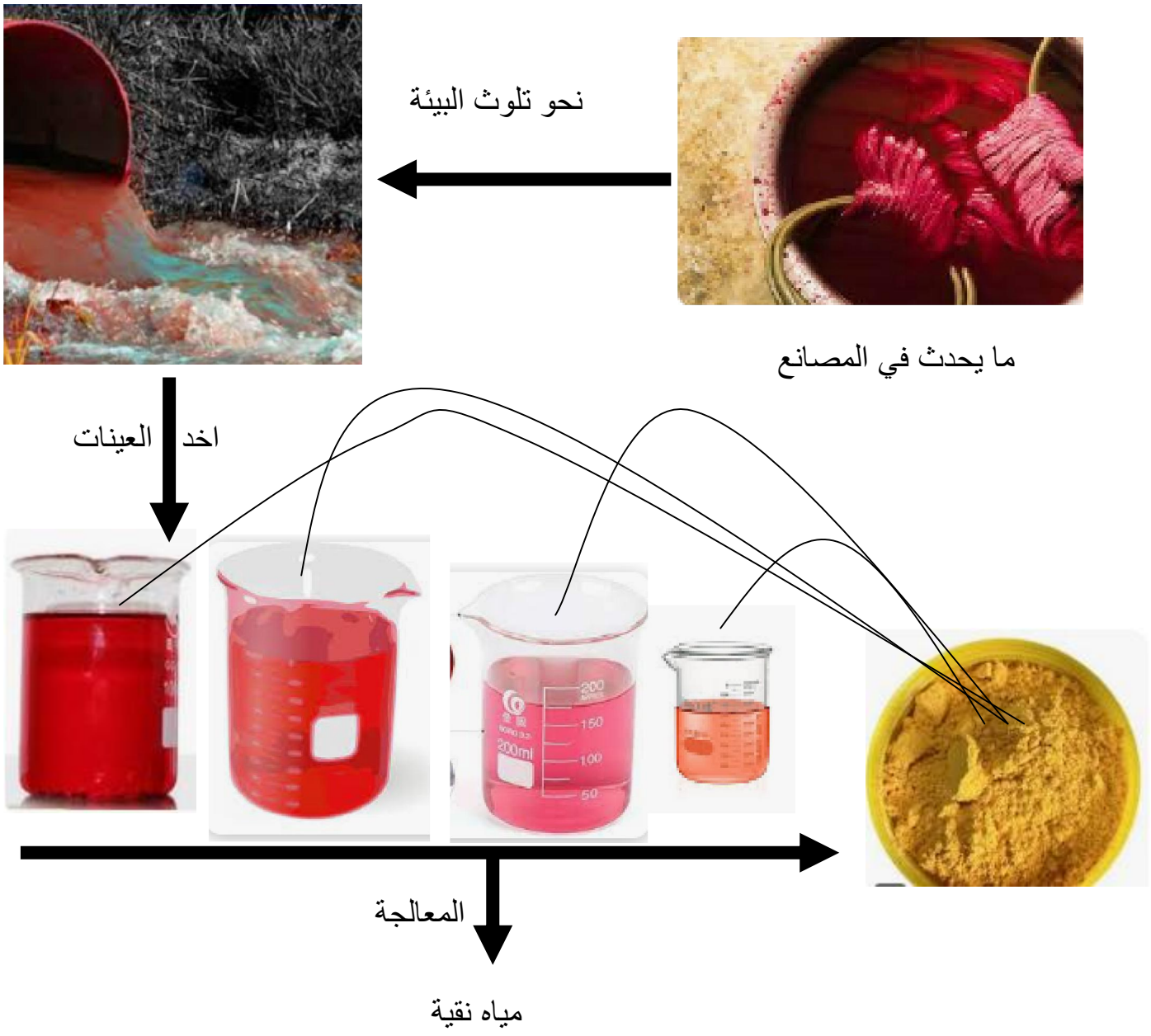
ومن بين هذه الملوثات، تحتل الأصباغ النسيجية مكانة خاصة، حيث تمثل مجموعة من المركبات الاصطناعية ذات الهياكل الجزيئية العطرية، التي تتسم بمقاومة عالية للضوء، والحرارة، والعوامل المؤكسدة، بالإضافة إلى كونها مواد يصعب تحللها بيولوجيًا.

لقد أشارت العديد من الدراسات إلى أن وجود المركبات الملونة في البيئات المائية يؤدي إلى تقليل قدرة الضوء على اختراق المياه، مما يعيق عمليات التمثيل الضوئي للنباتات المائية ويؤثر سلبًا على الكائنات الحية المرتبطة بها.

وفي ضوء هذه التحديات، تبرز الحاجة الماسة إلى تطوير وتنفيذ تقنيات معالجة فيزيائية وكيميائية فعّالة لضمان التخلص من هذه الملوثات بطريقة آمنة ومستدامة. [2]

قد استخدمت طرق متعددة لإزالة الأصباغ مثل استخدام المواد المخثرة، العوامل المؤكسدة، العمليات التحفيزية الضوئية، مرشحات وأغشية مختلفة. ومع ذلك، تعاني هذه الطرق من عيوب مثل ارتفاع التكاليف والحاجة المستمرة إلى إضافة مواد مخثرة ومؤكسدة. [3] ومن بين استخدامات الحديثة طريقة المعالجة بالمواد الهجينة، تمتلك المواد الهجينة خصائص وسطية تجمع بين المواد المعدنية والعضوية، بل أيضاً بسلوكيات

جديدة ومثيرة للاهتمام تسمح باستخدامها في عدة مجالات تطبيقية. تشمل هذه المجالات التطبيقات التحفيزية، والتطبيقات الطبية والصيدلانية، والإلكترونيات الضوئية، والبيئة، والمواد الحيوية .[4] وبهدف تحضير وتطوير مادة هجينة ذات خصائص محسنة من أجل استخدامها بفعالية في إزالة الملونات الصناعية من مياه الصرف الناتجة عن صناعة النسيج، وبالتالي الإسهام في تقليل الأثر البيئي لهذه النفايات وتحسين جودة المياه المعالجة. وفي هذا العمل تطرقنا إلى دراسة كفاءة تقنية إزالة أصباغ من مياه الصرف النسيجي باستخدام المواد الهجينة، حيث يحتوي الفصل الأول على عموميات حول ودراسات السابقة ، ويشمل الفصل الثاني الطرق والأدوات المستخدمة الفصل الثالث هو عبارة عن تقديم النتائج المتحصل عليها خلال الدراسة ومناقشتها.



الفصل الأول

عموميات ودراسات سابقة

مقدمة:

يشهد العالم اليوم تطوراً متسارعاً في مختلف الصناعات، مما أدى إلى تفاقم مشكلة التلوث الصناعي كأحد أبرز التحديات البيئية المعاصرة. وتُعد صناعة النسيج من بين أكثر الصناعات تأثيراً في هذا المجال، سواء من حيث حجم الإنتاج أو كمية النفايات السائلة الناتجة عنها، والتي غالباً ما تكون غنية بالمواد الكيميائية الخطرة، خصوصاً الملونات الصناعية المعروفة بثباتها وصعوبة تحللها الطبيعي. نقدم هذا الفصل عوميات و دراسات سابقة.

I-1 مفهوم التلوث البيئي:

يُعرّف التلوث البيئي بأنه وجود مواد ضارة أو ملوثة في البيئة بتركيزات متفاوتة، تؤثر سلباً على الكائنات الحية، والتربة، والماء، والهواء. وينتج هذا التلوث عن مصادر طبيعية أو بشرية، وقد يكون مرئياً أو غير مرئي، وقد لا يصاحبه طعم أو رائحة، لكنه يُلحق أضراراً كبيرة بالبيئة.[5]

I-1-1 تعريف تلوث المياه:

يعرف تلوث المياه بأنه حدوث أي تغير في مكونات الماء الفيزيائية، الكيميائية أو البيولوجية مما يؤثر سلبا على النظام البيئي المائي. و يعرف تلوث المياه بتواجد العديد من المواد الدقيقة والأجسام الغريبة المنحلة في الماء، والتي تؤدي إلى تدهور جودة الماء وتجعله غير صالح للإستعمالات اليومية المطلوبة.[6]

I-1-2أنواع تلوث المياه

أ. التلوث الكيميائي:

هو تلوث المياه الناتج عن وجود مواد كيميائية ذائبة بكميات تتجاوز الحدود الطبيعية، مما يؤدي إلى تغير في خصائص المياه الأساسية مثل الطعم واللون[7]. يمكن أن يحدث هذا التلوث بشكل غير مقصود نتيجة لحوادث، أو بشكل متعمد بسبب الأنشطة الصناعية والزراعية التي تجري بالقرب من مصادر المياه.

ب. التلوث الفيزيائي:

يحدث هذا النوع من التلوث عندما تتغير الخصائص الفيزيائية للمياه عن معاييرها الطبيعية. ويشمل ذلك ارتفاع درجة حرارة الماء (التلوث الحراري)، وتغير نسبة الأملاح الذائبة فيه، وزيادة تركيز المواد الصلبة العالقة سواء كانت ذات أصل عضوي أو غير عضوي.

ج. التلوث البيولوجي:

ينتج هذا التلوث عن ارتفاع أعداد الكائنات الحية الدقيقة المسببة للأمراض، مثل البكتيريا والفيروسات، في المياه. غالبًا ما يحدث ذلك نتيجة لتسرب مخلفات الإنسان والحيوان مباشرة إلى المسطحات المائية العذبة.

د. التلوث الإشعاعي:

ينجم هذا النوع من التلوث عن وجود مواد مشعة في الماء، والتي غالبًا ما تتسرب من المفاعلات النووية أو تنتج عن النفايات الناتجة عن المستشفيات والمناجم التي يتم التخلص منها في مختلف المسطحات المائية.[8]

I-1-3 مصادر تلوث المياه:

أ. المصدر الصناعي:

تُعد الأنشطة الصناعية، وخاصة الصناعات الكيميائية والمعدنية والإلكترونية، سببًا رئيسيًا في تلوث المياه. يحدث ذلك من خلال تصريف المياه المستعملة في العمليات الصناعية المختلفة كالتبريد والتعدين والغسيل والاستخلاص وغيرها، مباشرة إلى المجاري المائية.

ب. المصدر الطبيعي

تمثل الظواهر الطبيعية مصدرًا مهمًا لتلوث المياه، وذلك بسبب اتصالها المباشر بالغلاف الجوي. على سبيل المثال، يؤدي ثوران البراكين إلى ارتفاع تركيز المعادن الثقيلة والهيدروكربونات التي تتلامس مع التكوينات الجيولوجية وتتسرب إلى المياه الجوفية

ج. المصدر الزراعي:

ينجم التلوث الزراعي عن الأنشطة الزراعية والمزارع التقليدية للحيوانات. تتسرب المواد الكيميائية المستخدمة في الزراعة، مثل المبيدات الحشرية والأسمدة المتراكمة، بالإضافة إلى فضلات الحيوانات المتحللة في التربة، لتصل إلى المياه الجوفية. ونتيجة لذلك، يزداد تركيز المواد العضوية والمعدنية، مثل النترات والفوسفات، في هذه المياه.

د. المصدر الحضري

ينشأ هذا النوع من التلوث من المناطق الحضرية (المنازل)، حيث تُنقل المياه المستعملة عادةً عبر شبكة الصرف الصحي إلى محطات المعالجة. يتميز التلوث الحضري بوجود جراثيم برازية وتركيزات عالية من المواد العضوية والأملاح المعدنية (مثل النيتروجين والفوسفور). بالإضافة إلى ذلك، تحتوي مياه الصرف المنزلي على مواد مثل مساحيق الغسيل، والمنظفات، والدهانات.[6]

I-2 النفايات السائلة النسيجية:

I-2-1 تعريف النفايات السائلة النسيجية:

النفايات النسيجية هي المياه الملوثة الناتجة عن عمليات صناعة النسيج، والتي تحتوي على تركيزات عالية من الملوثات، بما في ذلك الأصباغ العضوية والمواد الكيميائية السامة. نظراً لاحتوائها على مكونات معقدة وصعبة التحلل، يجب معالجتها بفعالية باستخدام تقنيات صديقة للبيئة.[9]

I-2-2 أسباب تلوث مياه الصرف النسيجية:

تسبب صناعة النسيج تلوث المياه نتيجة الاستخدام المكثف للمياه والمواد الكيميائية في عمليات التحضير، الصباغة، والتشطيب. تُنتج هذه العمليات مياه صرف ملوثة بالأصباغ والمواد العضوية التي يصعب تحللها، مما يؤثر على البيئة المائية. تسهم المرحلة التحضيرية بنسبة 45% من مياه الصرف، تليها الصباغة (33%) ثم التشطيب (22%).[10]

I-3 طرق رئيسية لمعالجة مياه الصرف في صناعة النسيج:

I-3-1 المعالجة الفيزيائية:

تعتمد المعالجة الفيزيائية على إزالة الأصباغ بطرق مادية دون تغيير تركيبها الكيميائي. ومن أهم هذه الطرق:

1. **الامتزاز:** يتم باستخدام مواد مثل الفحم المنشط، الفحم الحجري، الرماد المتطاير، السيليكا، الخشب، المواد الطينية، المخلفات الزراعية ومخلفات القطن.
2. **التبادل الأيوني:** تقنية محدودة الاستخدام بسبب تخصصها الشديد تجاه أنواع معينة من الأصباغ والشوائب.
3. **الإشعاع:** فعال لإزالة اللون من كميات صغيرة من المياه، لكنه يتطلب مستويات عالية جدًا من الأكسجين الذائب.

I-3-2 المعالجة الكيميائية:

تعتمد هذه الطريقة على استخدام مواد كيميائية لتحطيم أو إزالة الأصباغ. من أهم تقنياتها:

1. **التخثير والتلبد:** حيث تضاف مواد كيميائية لتجميع الجزيئات الملوثة معًا لتشكيل جسيمات أكبر يمكن ترسيبها وإزالتها.
2. **المعالجة البيولوجية:**

تُستخدم الكائنات الحية الدقيقة لتحليل وتفكيك الملوثات العضوية في مياه الصرف.

I-4 الأصباغ صناعية:

I-4-1 تعريف الأصباغ الصناعية:

الأصباغ هي مركبات عضوية اصطناعية ذات أهمية كبيرة، وتُستخدم بشكل واسع في العديد من الصناعات، وخاصةً في مجال صناعة المنسوجات.[11] تعمل على تحسين مظهر المنتجات النهائية من خلال منحها لونًا موحدًا.[12] ذات تراكيب جزيئية أرومانية معقدة مصممة لتكون مستقرة' [13] تعد هذه الأصباغ الاصطناعية دائمًا السبب الرئيسي في تقليل نفاذية الضوء وتعطيل عملية التمثيل الضوئي في النظام البيئي المائي.[14]

I-4-2 التصنيف حسب التطبيق:

1.**أصباغ النسيج** :يُعتبر قطاع النسيج أكبر مستهلك للأصباغ، حيث تُستخدم لتلوين الأقمشة والملابس. وتلوين المنسوجات من أهم استخدامات الأصباغ. هناك أنواع مختلفة من الأصباغ تُستخدم في الصناعات النسيجية، ومنها: الأصباغ المباشرة، والأصباغ التفاعلية، والأصباغ المشتتة، والأصباغ الحمضية، والأصباغ القاعدية .

أ. **الأصباغ المباشرة:** تُوضع مباشرة على الأنسجة دون الحاجة إلى مادة مثبتة. تُستخدم بشكل أساسي لتلوين الألياف الطبيعية مثل القطن، والرايون، والصوف، وغيرها من الألياف السليلوزية. وتتميز بسهولة الاستخدام وثبات جيد في الغسيل، لكن ثباتها ضعيف في الضوء

ب. **.الأصباغ التفاعلية:** تُكوّن روابط كيميائية مع ألياف النسيج، مما يمنحها ثباتًا ممتازًا في الغسيل والضوء. تُستخدم على نطاق واسع لتلوين الألياف الطبيعية مثل القطن، وكذلك الألياف الصناعية

مثل النايلون. وهي قابلة للذوبان بدرجة كبيرة في الماء وتدخل في تفاعلات كيميائية مع الألياف لتثبيتها. تتميز بثبات جيد في الغسيل والضوء، لكن ثباتها ضد الاحتكاك ضعيف. وتُعرف الأصباغ التفاعلية بتكوين روابط قوية مع الألياف، وتُستخدم عادةً مع القطن والألياف السليلوزية الأخرى

ج. **.الأصباغ المشتتة:** تُستخدم للألياف الصناعية مثل البوليستر والنايلون. تُطحن هذه الأصباغ بدقة لضمان التوزيع المتساوي وتُستخدم بطرق تلوين بدرجات حرارة عالية. وهي غير قابلة للذوبان في الماء وتحتاج إلى درجات حرارة وضغط مرتفع لتثبيتها. وتتمتع بثبات جيد في الضوء والغسيل، ولكن ثباتها ضعيف ضد الاحتكاك

د. **الأصباغ الحمضية:** تُستخدم لتلوين الألياف البروتينية مثل الصوف والحرير والنايلون. وتكون فعالة في تلوين هذه الألياف في ظروف حمضية. وهي قابلة للذوبان بدرجة كبيرة في الماء، وتتميز بثبات ممتاز في الضوء والغسيل .

هـ. **الأصباغ القاعدية:** تُستخدم لتلوين الألياف الصناعية مثل البوليستر، بالإضافة إلى الورق، والجلد، والخشب. وهي قابلة للذوبان بدرجة كبيرة في الماء، وتتمتع بثبات جيد في الضوء ولكن ثباتها ضعيف في الغسيل. وقد تبيّن أن العديد من الأصباغ المستخدمة في الصناعات النسيجية سامة للكائنات الحية المائية وقد يكون لها آثار سلبية على صحة الإنسان .

2.**أصباغ الأغذية** :الأصباغ الغذائية الطبيعية تُستخرج من مصادر نباتية وحيوانية وتُستخدم لتلوين المنتجات الغذائية والمشروبات. ومن الأمثلة على ذلك: عصير الشمندر (الأحمر)، الكركم (الأصفر)، والكلوروفيل (الأخضر). تُستخدم الأصباغ بشكل واسع في صناعة الأغذية والمشروبات لتحسين المظهر الجذاب للمنتجات .أما الأصباغ الغذائية الاصطناعية فهي مركّبات كيميائية مُصنّعة تُستخدم لتلوين أنواع مختلفة من المنتجات الغذائية، ومن الأمثلة الشائعة FD&C Red No. 40 :الأحمر و FD&C Yellow No. 5 الأصفر .

3.أصباغ مستحضرات التجميل والأدوية :تُستخدم الأصباغ في مستحضرات التجميل، وأصباغ الشعر، وتركيبات الأدوية لأغراض التلوين والتعريف. تعتمد مستحضرات التجميل على الأصباغ لإعطاء ألوان جذابة للمكياج، وأصباغ الشعر، وطلاء الأظافر، وغيرها من منتجات الجمال. كما تُستخدم الأصباغ في الأدوية لتلوين الأشكال التي تؤخذ عن طريق الفم والشراب والحبوب والمستحضرات التي توضع على الجلد .

4. **أحبار الطباعة** :تُستخدم الأحبار التي أساسها المذيبات في تطبيقات الطباعة المختلفة مثل التغليف، والملصقات، والإعلانات الخارجية. وتحتوي هذه الأحبار على أصباغ أو مواد ملونة مُوزعة في مذيبات

عضوية. أما الأحبار المائية فتُستخدم للطباعة على الورق، والورق المقوى، والمنسوجات، وهي صديقة للبيئة وتحتوي على أصباغ قابلة للذوبان في الماء.

5.الأصباغ البيولوجية والأصباغ المتخصصة:

تُستخدم الأصباغ النسيجية مثل الهيماتوكسيلين والإيوزين في علم الأنسجة لتلوين المقاطع النسيجية بهدف فحصها تحت المجهر. وتشمل أمثلة أخرى الأصباغ الميكروبيولوجية مثل الكريستال البنفسجي وصبغة غرام (التي تشمل استخدام اليود)، والتي تُستخدم لتمييز أنواع الخلايا البكتيرية.

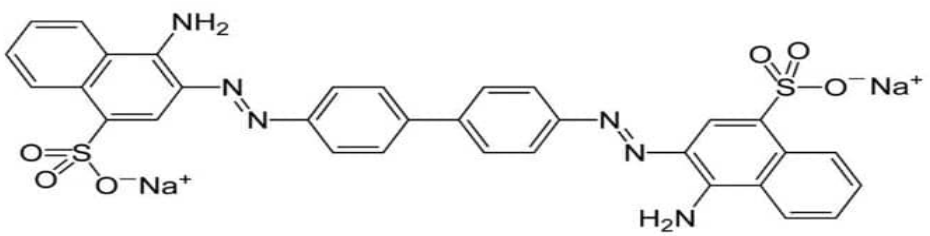
تُعد الأصباغ الفلورية والضوئية من أبرز الأمثلة على الأصباغ المتخصصة؛ حيث تُصدر الأصباغ الفلورية ضوءًا عند تعرضها للأشعة فوق البنفسجية، وتُستخدم في تطبيقات مثل المجهر الفلوري وتعداد الخلايا، في حين تُغير الأصباغ الضوئية لونها استجابةً للتعرض للضوء، وتُستخدم في عدسات النظارات والمنتجات الزخرفية. [15]

I-4-3 تعريف صبغتي الكونغو الأحمر والأخضر:

1.تعريف الكونغو لأحمر:

تُعد صبغة الكونغو الأحمر (CR)، والتي تحمل الصيغة الكيميائية صوديوم 3,3'–(E,1E1)–بيفينيل–4,4'–ديل بيس (ديازين–2,1–ديل) بيس (4–أمينونافثالين–1–سلفونات)، واحدة من أكثر الأصباغ الثنائية الآزو استخدامًا في التطبيقات الصناعية. ومن الجدير بالذكر أن تحلل الكونغو الأحمر ينتج عنه مادة البنزيدين، وهي مركب سام معروف بتسببه في الإصابة بسرطان المثانة لدى البشر.[16].

يمثل **الشكلI**-1 الصيغة الكيميائية لصبغة الكونغو الأحمر

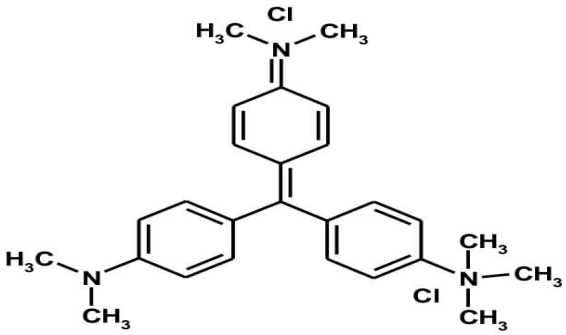


الشكلI – 1 : البنية الجزيئية للكونغو الأحمر (CR) [17]

2.تعريف أخضر المثيل (MG):

صبغة المثيل الأخضر (MG) صيغتها هي صبغة أساسية ثنائية الكاتيون من نوع ثلاثي فينيل الميثان. تُستخدم هذه الصبغة في المجال الطبي لأغراض التلوين وكصبغة ضوئية لتحسيس الأفلام الجيلاتينية. كما تُستخدم أيضًا في صناعات الورق، والنسيج، والجلود، والأغذية، ومستحضرات التجميل، لصبغ القطن، والصوف، والحرير، والنايلون، بالإضافة إلى تلوين الشموع، والزيوت، والدهون، والبلاستيك، والورنيش، وغيرها.[3]

يمثل الشكل I-2 : بنية أخضر المثيل(MG)



الشكل I-2 : بنية أخضر المثيل [3]

I-5 الأثر البيئي والسمية لمياه الصرف الصناعي للنسيج :

تُعد مياه الصرف الصناعي من صناعة النسيج مصدرًا رئيسيًا للتلوث البيئي، خاصة في الدول النامية، بسبب احتوائها على مركبات سامة ومسرطنة يصعب تحللها مثل الأصباغ الآزوية. تُستخدم آلاف المواد الكيميائية في هذه الصناعة، ويفقد منها سنويًا نحو 280,000 طن إلى البيئة. تؤثر هذه الأصباغ سلبًا على خصائص المياه والنظم البيئية وتُسبب أمراضًا خطيرة للإنسان، كما أن لها تأثيرات طفرية وسُمية واضحة حتى بعد المعالجة. ونظرًا لقصور التقنيات التقليدية في إزالة هذه الملوثات، تبرز الحاجة إلى تطوير حلول معالجة أكثر فاعلية لحماية البيئة والصحة العامة.[18]

I-6 المواد الهجينة كمحفزات ضوئية ودورها:

I-6-1 تعريف التحفيز الضوئي:

هو ظاهرة يتم فيها استخدام الضوء، غالبًا عن طريق مادة شبه موصلة تُعرف بالمحفز الضوئي، لتسريع تفاعل كيميائي دون أن تُستهلك هذه المادة. عند تعرض المحفز للضوء، يتولد زوج من الإلكترون والثقب، مما يساهم في تفاعلات كيميائية فعالة، مثل تفكيك الملوثات حيث لعبت المواد الهجينة، دورًا مهمًا في تعزيز كفاءة التحفيز الضوئي.[19].

I-6-2المواد الهجينة:

1.تعريف المادة الهجينة:

هي مزيج من مركبين مختلفين على المستوى الجزيئي، عادةً ما يكون أحدهما غير عضوي والآخر عضوي. وتتراوح أبعاد المركبات الهجينة من بضع نانومترات إلى عشرات النانومترات.يجمع هذا المزيج بين الخصائص المميزة للمواد العضوية وغير العضوية، مما ينتج عنه خصائص جديدة وفريدة.جينة.[20][21]

أ,تعريف الأطر العضوية المعدنية (MOFs):

الأطر العضوية المعدنية هي مواد بلورية مسامية ناتجة عن التنسيق بين أيونات معدنية أو عناقيد معدنية وروابط عضوية متعددة الوظائف. تجمع هذه المواد بين خصائص المواد العضوية وغير العضوية، وتتميز بمساحة سطحية عالية، وانتقائية كبيرة، وهيكل قابل للتعديل، مما يجعلها مناسبة لتطبيقات متعددة مثل التحفيز، الامتزاز، الفصل، وتخزين الغازات.[22]

ب,دور الأطر المعدنيةالعضوية كمحفزات ضوئية في معالجة الملوثات العضوية:

أظهرت الأطر المعدنية العضوية (MOFs)، وهي مجموعة من المواد الهجينة العضوية وغير العضوية التي تتميز ببنية مسامية وقدرة امتصاصية وخاصية تحفيز ضوئي متميزة، إمكانات واعدة كمحفزات ضوئية فعّالة. وقد أُحرز تقدم كبير في استخدام الأطر المعدنية العضوية في تحلل الملوثات العضوية.[23]

I-7 الدراسات السابقة:

في سياق الجهود البحثية الرامية إلى تطوير مواد مبتكرة لمعالجة مياه الصرف الصناعي المحتوية على الملوثات العضوية، استكشفت دراسة تجريبية أجراها كل من Alshabanat و AL–Anazy (2018)إمكانية استخدام أغشية نانوية بوليمرية مركبة كمحفزات ضوئية في عملية التحلل الضوئي لصبغة الكونغو الحمراء. قام الباحثان بتخليق أغشية نانوية ذات طبيعة صديقة للبيئة، معتمدين على مزيج من بوليمرات قابلة للتحلل الحيوي، وهي الكيتوسان وبولي فينيل الكحول، وتم تعزيز هذه المصفوفة البوليمرية بجسيمات نانوية من الكربون الأسود. هدفت الدراسة بشكل أساسي إلى تقييم فعالية هذه الأغشية النانوية المركبة كمحفزات ضوئية في معالجة المياه العادمة الصناعية الملوثة بصبغة الكونغو الأحمر، وهي صبغة آزوية تعتبر من الملوثات العضوية المستعصية.

وقد كشفت نتائج الدراسة أن طبيعة المصفوفة البوليمرية لم تُظهر تأثيرًا جوهريًا على كفاءة عملية التحلل الضوئي. بالإضافة إلى ذلك، حدد الباحثان الظروف التشغيلية المثلى لتحقيق أعلى كفاءة في التحلل الضوئي، والتي تمثلت في درجة حموضة (pH) مقدارها 6 وتركيز ابتدائي للصبغة قدره 8 مليغرام لكل لتر. تتلاقى هذه النتائج بشكل ملحوظ مع الأهداف الراهنة لموضوع البحث الحالي، والذي يركز على تحضير مواد هجينة ذات خصائص وظيفية مُحسّنة وتوظيفها في معالجة مياه الصرف الصناعي المحتوية على طيف واسع من الأصباغ العضوية[24].

استكمالًا للدراسات التي تستهدف تطوير مواد فعالة في معالجة مياه الصرف الصناعي الملوثة بالأصباغ، قام Masoomi وآخرون (2021) بالإسهام في هذا المجال من خلال دراسة تناولت تخليق إطارين معدنيين عضويين (MOFs) جديدين يعتمدان على أيونات الكادميوم الثنائي .((Cd(II)) تم تحقيق تخليق هذين الإطارين، اللذين أطلق عليهما TMU–8 وTMU–9 ، باستخدام منهجية التصنيع الميكانيكوكيميائي، وهي تقنية تعتبر بديلًا مستدامًا لطرق التصنيع التقليدية القائمة على المذيبات.

في عملية التصنيع، استُخدمت ليجندات ثنائية الكربوكسيلات غير خطية (oba) بالتزامن مع ليجندات مانحة للنيتروجين (N–مانحة) خطية، وتحديدًا 4,4′–بيبيريدين (bipy–′4,4) و1,4–بيس(4–بيريديل)–2,3–ديازا–1,3–بيوتادين (bpdb–4). وقد تم توصيف البنيتين البلوريتين النهائيتين للمركبين الناتجين بدقة باستخدام تقنية تحليل حيود الأشعة السينية للأحادية البلورة (Single–crystal X–ray diffraction analysis)، مما أظهر تأثير طبيعة الليجند المستخدم على الهيكل الطوبولوجي النهائي للإطار المعدني العضوي المتكوّن.

فضلاً عن ذلك، تم تقييم كفاءة هذين الإطارين المعدنيين العضويين في إزالة صبغة الكونغو الأحمر من المحاليل المائية، وهي نفس الصبغة التي تم تناولها في دراسة Alshabanat و AL-Anazy (2018). وقد أظهرت النتائج التي توصّل إليها Masoomi وآخرون كفاءة امتزاز عالية لصبغة الكونغو الأحمر بواسطة الإطارين TMU-8 وTMU-9. بالإضافة إلى ذلك، فقد تم إجراء دراسة تفصيلية لحركيات عملية الامتزاز، والتي أظهرت توافقًا جيدًا مع نماذج حركية محددة، مما يوفر رؤى حول الآلية المسيطرة على عملية الامتزاز .[25]

تماشيًا مع التوجهات البحثية نحو تطوير محفزات ضوئية ذات كفاءة عالية لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ، قدمت دراسة حديثة أجراها Babaei وآخرون (2021) مساهمة قيمة في هذا المجال. وقد أشارت الدراسة إلى التصنيع الناجح لمركب نانوي مبتكر من نوع Z-scheme، يتكون من نيتريد الكربون الجرافيتي (g-C_3N_4)، وأكسيد الجرافين المختزل (RGO)، وبزموت فيريت (BFO)، وذلك باستخدام طريقة التحلل المائي الحراري، وهي تقنية تتيح التحكم في خصائص المواد النانوية المصنَّعة.

وقد خضع هذا المركب النانوي الجديد لفحص دقيق باستخدام مجموعة من التقنيات التحليلية المتقدمة، بما في ذلك مطيافية تحويل فوريه للأشعة تحت الحمراء(FTIR) ، وتحليل حيود الأشعة السينية(XRD) ، ومسح المجهر الإلكتروني ذو الانبعاث الميداني(FESEM) ، والمجهر الإلكتروني النافذ(TEM) ، وتحليل مساحة السطح بتقنية بروناور-إيميت-تيلر(BET) ، ومطيافية الانعكاس المنتشر للأشعة فوق البنفسجية والمرئية .(DRS) وقد استهدفت هذه التقنيات تحديدًا توصيف الخصائص الهيكلية والمورفولوجية للمركب النانوي المُحضر.

إلى جانب ذلك، تم تقييم كفاءة هذا المركب النانوي الثلاثي في عملية تحلُّل صبغة الكونغو الأحمر (Congo Red) في محلول مائي تحت تأثير الضوء المرئي، وهو نفس الملوِّث النموذجي الذي تم استخدامه في الدراستين السابقتين اللتين أجراهما وAl-Anazy A وIshabanat (2018) و Masoomi (2021). وقد أظهرت النتائج التي توصّل إليها Babaeiوآخرون. أن المركب النانوي

g-C_3N_4/RGO/BFO أظهر نشاطًا فوتوكاتاليتيًا (Photocatalytic Activity) محسّنًا بشكل ملحوظ مقارنة بالمواد المكوّنة له بشكل منفرد (g-C_3N_4، BFO، RGO) وبالمركب الثنائي g-C_3N_4/BFO.

يُعزى هذا التحسين في الأداء الفوتوكاتاليتي إلى آلية Z–scheme التي تميّز هذا النوع من المركبات، والتي تسهم في تعزيز فصل وانتقال الشحنات الضوئية المتولدة بين المواد المختلفة المكوّنة للمركب النانوي.

بالإضافة إلى ذلك، تم التحقق من استقرار المركب النانوي من خلال إجراء تجارب تدوير متكررة لعملية التحلل الضوئي، والتي أظهرت استقرارًا ملحوظًا في أدائه الفوتوكاتاليتي. وفي الختام، أشارت النتائج الكمية للدراسة إلى أن هذا المركب النانوي المبتكر قادر على تحلل نسبة تفوق 87% من صبغة الكونغو الأحمر تحت تأثير الضوء المرئي، مما يسلط الضوء على إمكاناته التطبيقية الواعدة في مجال معالجة المياه الملوثة بالأصباغ[26]

في سياق البحث عن مواد هجينة متعددة الوظائف تجمع بين خصائص الامتزاز والتحفيز الضوئي بكفاءة عالية وبتكلفة اقتصادية، تناولت دراسة أجراها Pascariu وآخرون (2020) تطوير مادة هجينة مبتكرة تتكون من الكربون وأكسيد الزنك .(ZnO) وقد تم تصميم هذه المادة الهجينة بهدف تحقيق تآزر بين قدرة الكربون على الإمتزاز العالي وفعالية أكسيد الزنك كمحفز ضوئي في معالجة المياه الملوثة.

وقد تضمنت عملية تحضير هذه المادة الهجينة ثلاث مراحل أساسية. بدأت بتصنيع ألياف دقيقة من أسيتات البوتيرات السليلوزية (CAB) باستخدام تقنية الغزل الكهربائي، وهي طريقة فعالة لإنتاج مواد ليفية نانوية أو ميكرونية ذات مساحة سطحية عالية. تلت ذلك مرحلة ترسيب هياكل ZnO النانوية على هذه الألياف الدقيقة باستخدام تقنيتي الغمر والمعالجة الحرارية المائية، وهما طريقتان معروفتان للتحكم في حجم وشكل الجسيمات النانوية. وأخيرًا، خضعت المادة لمعالجة التكلس الحراري عند درجة حرارة 600 درجة مئوية في جو من النيتروجين لتحقيق الخصائص المطلوبة.

وقد أكدت تحاليل حيود الأشعة السينية (XRD) أن أكسيد الزنك (ZnO) الموجود في المادة الهجينة يمتلك بنية بلورية سداسية من نوع الورزيت، وهي البنية الأكثر استقرارًا لأكسيد الزنك. بالإضافة إلى ذلك، أظهرت صور المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) وجود أشكال نانوية متميزة لأكسيد الزنك، مثل القضبان والنجوم، مما يشير إلى مورفولوجيا سطحية معقدة يمكن أن تعزز التفاعلات مع الملوثات. ولوحظ أيضًا انخفاض في فجوة الطاقة لأكسيد الزنك في المادة الهجينة إلى 2.51 إلكترون فولت مقارنة بقيمة 3.21 إلكترون فولت لأكسيد الزنك النقي، مما يشير إلى تحسن في قدرته على امتصاص الضوء المرئي وبالتالي تعزيز كفاءته في

التحفيز الضوئي، وهو جانب مهم يتكامل مع نتائج دراسة Babaei وآخرون (2021) التي ركزت على التحفيز الضوئي باستخدام الضوء المرئي.

وقد تم اختبار فعالية هذه المادة الهجينة في إزالة مجموعة من الأصباغ العضوية ، وهي أزرق المثيلين، وروداميناB ، والأحمر الكونغولي، الذي تم استخدامه أيضًا كملوث نموذجي في الدراستين السابقتين Alshabanatو AL–Anazy (2018)؛ Masoomi وآخرون، (2021). وقد أظهرت المادة الهجينة كفاءة إزالة عالية لهذه الأصباغ، حيث بلغت 97.97% لأزرق المثيلين، و98.34% لروداميناB ، و91.93% للأحمر الكونغولي. كما تم تسجيل ثابت سرعة للتفاعل قدره 0.29×10^{-2} دقيقة$^{-1}$، مما يشير إلى معدل إزالة جيد للملوثات. وتبرز الأهمية الكبيرة لهذه الدراسة في إمكانية إنتاج محفزات فعالة لمعالجة مياه الصرف الصناعي الملوثة بالأصباغ باستخدام مواد أولية بسيطة وتقنيات منخفضة التكلفة، مما يمثل تقدمًا نحو حلول أكثر استدامة واقتصادية.[27]

في اطار الجهود المستمرة لتطوير مواد نانوية فعالة وآمنة لتطبيقات معالجة المياه، قام Khalaf وآخرون (2023) بإجراء دراسة ركزت على تحضير غشاء نانوي مركب يعتمد على أكاسيد فلزية مدعمة على سطح أكسيد الجرافين .(GO) وقد شمل هذا الغشاء النانوي تركيبة فريدة من أكسيد التيربيوم (Tb_2O_3) وأكسيد النيكل (NiO) تم ترسيبها على سطح أكسيد الجرافين باستخدام طريقة الترسيب الكيميائي، وهي تقنية شائعة لتصنيع مواد مركبة ذات خصائص محددة.

وقد تم توصيف الخصائص الفيزيائية والكيميائية لهذا الغشاء النانوي المركب بدقة باستخدام مجموعة من تقنيات التحليل المتقدمة، بما في ذلك تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد التركيب البلوري، ومطيافية الأشعة فوق البنفسجية–المرئية (UV–vis) لدراسة خصائص امتصاص الضوء، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM)لفحص المورفولوجي السطحية. وقد هدفت هذه التحاليل إلى فهم العلاقة بين تركيب الغشاء النانوي وبنيته وفعاليته في إزالة الملوثات.

وقد أظهرت نتائج الدراسة كفاءة ملحوظة للغشاء النانوي المركب في إزالة الملوثات العضوية من المحاليل المائية. وعلى وجه التحديد، بلغت نسبة إزالة صبغتي المثيل أور انج والروداميين B باستخدام التركيبة الثلاثية GO@Tb_2O_3.NiOحوالي 54.8% و32.3% على التوالي بعد 100 دقيقة من التعريض الضوئي. تشير هذه النتائج إلى إمكانية استخدام هذا النوع من الأغشية النانوية المركبة في تطبيقات التحفيز الضوئي

لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ، وهو مجال يتلاقى مع اهتمام الدراسات السابقة التي تناولت تحلل صبغة الكونغو الأحمر Alshabanat وAnazy–AL، (2018)؛ Babaei وآخرون (2021)؛ Pascariu وآخرون، 2020.

بالإضافة إلى تقييم كفاءة إزالة الملوثات، ركّز الباحثون كذلك على دراسة السلامة البيولوجية للمادة المطورة.فقد أجريت اختبارات السمية الخلوية على خطين من الخلايا البشرية، وهما خلايا سرطان الكبد (HepG2)وخلايا سرطان الثدي(MCF–7) ، وأظهرت النتائج أن الغشاء النانوي المركب غير سام عند التركيز المنخفض (10 ميكرولتر)، مما يعزز من إمكانية استخدامه بأمان في تطبيقات معالجة المياه الملوثة على نطاق واسع.[28]

ومع استكشاف الإمكانات الوظيفية المتنوعة لمركبات الكادميوم في مجالات المعالجة البيئية والتحفيز الكيميائي، قدم PAUL وآخرون (2010) دراسة تناولت تحضير مركبات جديدة من كبريتات الكادميوم باستخدام جزيئات عضوية من نوع بوليازاهيتروسيكلات عبر تفاعل حراري مائي مُحكم. وقد أسفر هذا التفاعل عن تكوين أطوار بلورية ذات بنى معمارية متنوعة، شملت الأبعاد الثنائية والثلاثية، حيث ترتبط وحدات الكادميوم والسلفات فيما بينها عبر روابطCd–O–Cd ، مما يؤدي إلى تشكيل شبكات بلورية ذات خصائص هيكلية مميزة.

وقد أظهرت هذه المركبات المُصنعة قدرة انتقائية واعدة في إمتزاز الأصباغ الأنيونية من الوسط المائي، بالإضافة إلى إمكانية تحرر هذه الأصباغ في وسط كحولي، مما يشير إلى إمكانية استخدامها في عمليات فصل واستخلاص الملوثات. علاوة على ذلك، أظهرت المركبات نشاطًا محفزًا معتدلًا في تحلل الأصباغ الكاتيونية تحت تأثير الأشعة فوق البنفسجية، مما يوسع نطاق تطبيقاتها المحتملة في مجال المعالجة الضوئية للمياه، وهو مجال تم استكشافه أيضًا في دراسات أخرى باستخدام مواد مختلفة (Babaei) وآخرون، 2021، Pascariu وآخرون 2020، KHALAF وآخرون 2023.

بالإضافة إلى ذلك، أثبتت هذه المركبات فعاليتها كمحفزات غير متجانسة في تفاعلات السيانوسايليلايشن، وهي تفاعلات كيميائية عضوية مهمة في صناعة المستحضرات الصيدلانية والمواد الكيميائية الدقيقة، مما يسلط الضوء على إمكاناتها في تطبيقات التحفيز الكيميائي. وقد تم توصيف هذه المركبات المحضرة بشكل شامل باستخدام مجموعة من التقنيات التحليلية المتقدمة، شملت تحليل حيود الأشعة السينية للمسحوق

(PXRD)لتحديد التركيب البلوريbulk، والتحليل الحراري الوزني (TGA) لدراسة الاستقرار الحراري، وأطياف الأشعة تحت الحمراء (IR) لتحديد المجموعات الوظيفية، بالإضافة إلى الأطياف فوق البنفسجية–المرئية (UV–Vis) لدراسة الخصائص البصرية والإلكترونية.

تشير نتائج هذه الدراسة إلى التنوع الكبير في التطبيقات الممكنة لهياكل كبريتات الكاديوم المُصنعة، سواء في مجالات المعالجة البيئية، بما في ذلك إمتزاز وتحلل الأصباغ، أو في مجال التحفيز الكيميائي لتفاعلات عضوية محددة. [29]

"في سياق البحث عن مواد نانوية متعددة الوظائف ذات تطبيقات واعدة في مجالات متنوعة، بما في ذلك تخزين الطاقة ومعالجة المياه، استكشفت دراسة حديثة أجراها P. D. Solanki وآخرون (2023) خصائص واستخدامات جسيمات بيروفوسفات النيكل النانوية .($Ni_2P_2O<0xE2><0x82><0x87>$) وقد تم في هذه الدراسة تحضير هذه الجسيمات النانوية باستخدام طريقة مبتكرة بمساعدة المواد الخافضة للتوتر السطحي، وهي تقنية تهدف إلى التحكم في حجم وشكل الجسيمات النانوية المنتجة.

وقد تم التحقق من الطبيعة النانوية للجسيمات المُحضرة باستخدام تقنيات توصيف دقيقة، شملت تحليل حيود الأشعة السينية للمسحوق (Powder XRD) لتحديد التركيب البلوري وحجم الحبيبات، والمجهر الإلكتروني النافذ (TEM) لتصوير المورفولوجي النانوية للجسيمات وتأكيد أبعادها النانوية.

وفي سياق التطبيقات البيئية، تم تقييم فعالية جسيمات بيروفوسفات النيكل النانوية كمحفز ضوئي في عملية تحلل صبغة المثيلين الأزرق(MB) ، وهي صبغة عضوية شائعة الوجود في مياه الصرف الصناعي وتعتبر من الملوثات البيئية الهامة. وقد تم تأكيد فاعلية التحفيز الضوئي من خلال إجراء تحاليل متعددة شملت تحليل مياه الصرف المعالجة، وتحليل الكربون العضوي الكلي (TOC) لتقييم درجة التحلل، والكروماتوغرافيا الأيونية لتحديد النواتج الثانوية المحتملة، والتحليل الطيفي بالأشعة فوق البنفسجية – المرئية (UV–Vis) لمتابعة تغير تركيز الصبغة مع مرور الوقت. وقد أظهرت النتائج أن المثيلين الأزرق يتحلل إلى صبغة ليوكو ذات وزن جزيئي منخفض، مما يدل على قدرة جسيمات بيروفوسفات النيكل النانوية على تفكيك وإزالة الملوثات العضوية، وهو هدف مشترك مع الدراسات الأخرى التي تناولت تحلل أصباغ مختلفة Alshabanatو AL–Anazy (2018)، Babaei وآخرون(2021)، Pascariu وآخرون، (2020)، KHALAF وآخرون، (2023)، PAUL وآخرون (2010).

بالإضافة إلى ذلك، تم تقييم الخصائص الكهروكيميائية للجسيمات النانوية باستخدام التحليل الطيفي لممانعة التحليل الكهروكيميائي(EIS) ، مما أظهر قدرة هذه الجسيمات على تحسين التفاعلات التحليلية، وهو جانب يشير إلى إمكانات إضافية لهذه المادة في تطبيقات أخرى متعلقة بالطاقة.

تُظهر نتائج هذه الدراسة أن جسيمات بيروفوسفات النيكل النانوية تمثل محفزات ضوئية فعالة في إزالة الملوثات العضوية من مياه الصرف، وتبرز إمكانيات واعدة لهذه المادة في معالجة التلوث الصناعي، بالإضافة إلى تطبيقاتها المحتملة في مجال تخزين الطاقة[30].

في إطار البحث عن طرق مبسطة وفعالة لتخليق مواد نانوية ذات تطبيقات في معالجة المياه، قدمت دراسة أجراها A. Dehno Khalaji (2019)منهجية سهلة التحضير لجسيمات نانوية من أكسيد النيكل .(NiO) وقد اعتمدت الطريقة على استخدام مواد كيميائية متاحة، وهي كلوريد النيكل سداسي الهيدرات، وحمض البنزويك، وبيكربونات الصوديوم، والإيثانول، وتم تسريع عملية التفاعل من خلال التسخين السريع للمزيج في جهاز مايكروويف محلي الصنع بمعدل 52 درجة مئوية في الدقيقة، مما يمثل نهجًا موفرًا للطاقة والوقت في تصنيع المواد النانوية.

وقد خضعت الجسيمات النانوية المحضرة لعملية توصيف دقيقة باستخدام تقنيات تحليلية متعددة، شملت طيف الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه (FT–IR) لتحديد المجموعات الوظيفية والتركيب الكيميائي السطحي، والحيود بالأشعة السينية للمساحيق (XRD) لتحديد الطور البلوري وحجم الحبيبات، والمجهر الإلكتروني النافذ (TEM) لتصوير شكل وحجم الجسيمات النانوية وتأكيد طبيعتها النانوية، وهو جانب أساسي تم التأكد منه أيضًا في دراسات أخرى تناولت مواد نانوية مختلفة P. D. Solanki وآخرون، 2023.

وقد تم في هذه الدراسة أيضًا دراسة قدرة هذه الجسيمات النانوية من أكسيد النيكل على إمتزاز صبغة أخضر المثيل بتركيز ابتدائي قدره 20 مليغرام لكل لتر من المحلول المائي. وقد تم التحقيق في تأثير عدة عوامل تشغيلية على كفاءة الإمتزاز، بما في ذلك كمية مادة أكسيد النيكل المازة المستخدمة، وزمن التحريك اللازم للوصول إلى حالة التوازن، ودرجة حرارة المحلول. وقد أظهرت النتائج أن الظروف المثلى لإزالة صبغة أخضر المثيل تتمثل في استخدام 10 مليغرام من مادة أكسيد النيكل لمدة 45 دقيقة عند درجة حرارة 45

درجة مئوية، مما يشير إلى كفاءة هذه المادة النانوية في إزالة الألوان المشابهة من المحاليل المائية، وهو هدف يتوافق مع الدراسات الأخرى التي استهدفت إزالة أصباغ مختلفة باستخدام مواد نانوية.[3]

في سياق البحث عن محفزات ضوئية فعالة ومستدامة تعتمد على ضوء الشمس الطبيعي لتطبيقات معالجة المياه، قدمت دراسة حديثة أجراها AYODHYA(2019) تحقيقًا حول تحضير جزيئات نانوية من كبريتيد الزنك(ZnS) ، وكبريتيد الكادميوم(CdS) ، وكبريتيد النحاس (CuS) باستخدام طريقة الترسيب المشترك، وهي تقنية بسيطة وفعالة لتصنيع مواد نانوية ذات تركيب مضبوط. وقد تم استكشاف إمكانية استخدام هذه الجزيئات النانوية كمحفزات ضوئية في عملية التحلل الضوئي لصبغة بروموثيمول الأزرق (BTB) تحت إشعاع ضوء الشمس الطبيعي، مما يمثل نهجًا صديقًا للبيئة واقتصاديًا لمعالجة المياه الملوثة.

وقد أظهرت نتائج الدراسة أن جزيئات كبريتيد الكادميوم النانوية (CdS) كانت الأكثر كفاءة وثباتًا في عملية التحلل الضوئي لصبغة بروموثيمول الأزرق عبر خمس دورات متكررة من الاستخدام. وقد عزا الباحثون هذا الأداء المتميز إلى الخصائص الفيزيائية والكيميائية الفريدة لجزيئات CdS النانوية، بما في ذلك صغر حجمها الذي يتراوح بين 5 و 12 نانومتر، ومساحة سطحها الكبيرة التي توفر مواقع تفاعل وفيرة. بالإضافة إلى ذلك، تم تحديد قيم فجوات الطاقة لكل من المواد النانوية المُحضرة، حيث بلغت 3.62 إلكترون فولت لـ ZnS، و 2.21 إلكترون فولت لـCdS ، و 1.16 إلكترون فولت لـCuS ، مما يوضح قدرتها على امتصاص جزء مختلف من الطيف الشمسي. كما تم تحديد التركيب البلوري لهذه المواد باستخدام تحليل حيود الأشعة السينية(XRD) ، حيث تبين أن ZnS و CdS يمتلكان تركيبًا بلوريًا مكعبًا، بينما يمتلك CuS تركيبًا بلوريًا سداسيًا.

وقد خلصت الدراسة بشكل عام إلى أن هذه الجزيئات النانوية من كبريتيدات المعادن الانتقاليةZnS) ، CdS، (CuSتُعد محفزات ضوئية فعالة وصديقة للبيئة لتطبيقات معالجة المياه الصناعية، خاصةً في إزالة الملوثات العضوية القابلة للتحلل الضوئي تحت ضوء الشمس الطبيعي، وهو مصدر طاقة متجدد ومتاح على نطاق واسع. تتكامل هذه النتائج مع الاتجاه العام للدراسات السابقة التي سعت إلى استخدام مواد نانوية متنوعة في عمليات التحلل الضوئي للأصباغ [31]

في سياق تطوير محفزات ضوئية جديدة ذات كفاءة محسّنة لتطبيقات معالجة المياه الملوثة بالأصباغ، قامت دراسة حديثة أعدها NASSAR وآخرون (2023) بتقديم محفز ضوئي مبتكر من نوع $MCC/S-VO_2$ تم

تحضيره باستخدام طريقة مائية بسيطة تعتمد على التفاعل الحراري المائي. وقد خضعت المادة المحضرة لعملية توصيف شاملة باستخدام مجموعة واسعة من التقنيات التحليلية المتقدمة، شملت تحليل حيود الأشعة السينية(XRD) ، ومطيافية تحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء(FT-IR) ، ومطيافية رامان(Raman) ، ومطيافية حيود الأشعة السينية للإلكترونات الضوئية(XPS) ، ومسح المجهر الإلكتروني ذو الانبعاث الميداني (FE-SEM) المزود بتحليل تشتيت الطاقة للأشعة السينية(EDX) ، والمجهر الإلكتروني النافذ (TEM)، ومطيافية الانعكاس المنتشر للأشعة فوق البنفسجية والمرئية(DRS) ، بالإضافة إلى التحليل الحراري الوزني والمسعري التفاضلي .(TGA/DSC) وقد ساهمت هذه التقنيات المتنوعة في الكشف عن الخصائص البنيوية والتركيبية والبصرية للمادة المحضرة بدقة.

وقد تم تقييم الأداء التحفيزي الضوئي للمحفز الجديد في عملية تحلل صبغة المثيلين الأزرق (MB) تحت إشعاع الأشعة فوق البنفسجية، وتمت مقارنة كفاءته مع كل من أكسيد الفاناديوم الخماسي النقي (V_2O_5) وأكسيد الفاناديوم الرباعي المطعم بالكبريت .($S-VO_2$) وقد أظهر مركب $MCC/S-VO_2$ تفوقًا واضحًا في النشاط التحفيزي الضوئي، حيث تمكن من إزالة نسبة 72.3% من صبغة المثيلين الأزرق خلال فترة زمنية قدرها 6 ساعات من التعريض للإشعاع فوق البنفسجي. وقد لوحظ تحسن كبير في كفاءة التحلل عند إضافة بيروكسيد الهيدروجين (H_2O_2) كعامل مؤكسد مساعد، حيث وصلت نسبة التحلل إلى 92.5% خلال 55 دقيقة فقط. تتوافق هذه النتائج مع الاتجاه العام للدراسات التي تستخدم مواد نانوية مختلفة لتحلل الأصباغ العضوية وقد كشفت الدراسة الحركية لعملية التحلل الضوئي أن التفاعل يتبع نموذج الرتبة الكاذبة الأولى، مع ثابت سرعة تفاعل ملاحظ (k_{obs}) قدره 3.9×10^{-2} دقيقة$^{-1}$. بالإضافة إلى ذلك، تم استخدام عدة كواشف مزلزلة (Scavengers) لتحديد الأنواع النشطة المتورطة في عملية التحلل الضوئي، وقد تبين أن الجذور الهيدروكسيلية (•OH) والفجوات الموجبة (h^+) هما المسؤولان الرئيسيان عن عملية التحلل الضوئي لصبغة المثيلين الأزرق. وأخيرًا، أظهرت المادة المحضرة ثباتًا عاليًا في الأداء التحفيزي وإمكانية واعدة لإعادة الاستخدام في دورات متكررة، مما يعزز من جدواها كتقنية واعدة وفعالة من حيث التكلفة لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ الصناعية [32]

في سياق البحث عن طرق فعالة من حيث التكلفة وسهلة التنفيذ لتحضير مواد نانوية ذات قدرة إمتزاز عالية للملوثات العضوية، قدمت دراسة أجراها Zhang Fei وآخرون (2013) تطويرًا لطريقة بسيطة ومنخفضة الحرارة لتحضير صفائح نانوية من هيدروكسيد النيكل .($Ni(OH)_2$) وقد اعتمدت هذه الطريقة على استخدام

المادة الخافضة للتوتر السطحي بروميد سيتيل ثلاثي مثيل الأمونيوم (CTAB) للتحكم في نمو وهيكل الجسيمات النانوية المتكونة.

وقد خضعت المادة النانوية المحضرة لعملية توصيف شاملة باستخدام مجموعة من التقنيات التحليلية، شملت تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد التركيب البلوري والطور، ومطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه (FTIR) لتحديد المجموعات الوظيفية على السطح، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) والمجهر الإلكتروني النافذ (TEM) لدراسة المورفولوجي والحجم، بالإضافة إلى المجهر الإلكتروني النافذ عالي الدقة (HRTEM)للحصول على معلومات تفصيلية حول البنية البلورية على المستوى الذري. وقد أكدت هذه التحاليل تشكل المادة على هيئة صفائح نانوية ذات أبعاد محددة، حيث بلغ طولها مئات النانومترات وعرضها عشرات النانومترات، مما يوفر مساحة سطحية عالية للتفاعل مع الملوثات.

وقد بينت نتائج الدراسة فعالية هذه الصفائح النانوية من هيدروكسيد النيكل في إ متزاز صبغة الكونغو الحمراء من المحاليل المائية، وهي نفس الصبغة التي تم تناولها في العديد من الدراسات السابقة التي هدفت إلى إيجاد مواد مازة فعالة لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ(Alshabanat و AL-Anazy، 2018؛ Masoomi وآخرون، 2021؛ Pascariu وآخرون، 2020). وتشير هذه النتائج إلى الكفاءة العالية للمادة المحضرة في إزالة الملوثات العضوية وإمكانية استخدامها كحل واعد في تطبيقات معالجة مياه الصرف الصناعي الملوثة بالأصباغ. [33]

"في سياق الاهتمام المتزايد بتطوير محفزات ضوئية فعالة ومتعددة الاستخدامات لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ، ركزت دراسة حديثة أجراها Hojjati-Najafabadi وزملاؤه (2024) على تخليق وتوصيف هياكل نانوية من كبريتيد الكادميوم (CdS) باستخدام طريقة الترسيب المشترك. وقد استهدفت الدراسة تقييم فعالية هذه المواد النانوية في عملية التحلل الضوئي لصبغة المثيل البرتقالي، وهي صبغة آزوية أخرى شائعة الاستخدام في الصناعات النسيجية وتعتبر من الملوثات العضوية الضارة.

وقد تم توصيف المواد النانوية المصنعة بشكل دقيق باستخدام تقنيات تحليلية متعددة، شملت تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد التركيب البلوري والطور، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) لدراسة المورفولوجي السطحية، والتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه (FTIR) لتحديد المجموعات الوظيفية، بالإضافة إلى طيف رامان لتوفير معلومات إضافية حول التركيب الجزيئي والاهتزازي. وقد أظهرت

النتائج أن المواد النانوية المتكونة تمتلك مورفولوجيا شبيهة بالزهور ضمن نظام بلوري مكعب، مع قيم لفجوة الطاقة تتراوح بين 2.4 و 2.8 إلكترون فولت، مما يشير إلى قدرتها على امتصاص جزء كبير من الطيف المرئي. وقد سبق وأن أشارت دراسة Ayodhya (2019)إلى فعالية كبريتيد الكادميوم النانوي (CdS) في التحلل الضوئي لأصباغ أخرى تحت ضوء الشمس الطبيعي.

وقد شملت الدراسة تقييمًا شاملاً لفعالية التحلل الضوئي تحت تأثير مصادر إشعاع متعددة، من بينها ضوء الشمس الطبيعي، والأشعة فوق البنفسجية، وضوء الزينون(Xenon)، ومحاكي ضوء الشمس، مما يوفر رؤى حول استجابة المادة النانوية لمختلف ظروف الإضاءة. كما تم تحليل تأثير عدة عوامل تشغيلية حاسمة على كفاءة التحلل، مثل الرقم الهيدروجيني للمحلول، والتركيز الابتدائي للصبغة، وتركيز العامل المحفز النانوي. وقد أظهرت النتائج أن تقليل الرقم الهيدروجيني للمحلول إلى pH = 3 أدى إلى تعزيز عملية التحلل بشكل ملحوظ، حيث تم تسجيل نسبة تحلل بلغت 85% في غضون 90 دقيقة من التعريض للإشعاع. والأكثر إثارة للإعجاب هو تحقيق تحلل كلي بنسبة 100% لصبغة المثيل البرتقالي خلال نفس المدة الزمنية عند التعرض للضوء المرئي، مما يبرز الكفاءة العالية للمواد النانوية المحضرة في إزالة الصبغات العضوية من المياه الملوثة تحت ظروف إضاءة مختلفة. وتؤكد هذه النتائج على الدور الواعد لهذه المواد النانوية في تطوير تطبيقات معالجة بيئية مستدامة وفعال [34]

في سياق البحث عن مواد مازة فعالة ومستدامة لإزالة الملوثات العضوية من المياه، قدمت دراسة حديثة أجراها Suchelmaei وKhalaji(2024)نهجًا مبتكرًا يعتمد على تحضير مركبات نانوية من السليلوز المعدل بحمض الماليك والمرتبط بكبريتيدات المعادن (الزئبق والرصاص) باستخدام طريقة "الوعاء الواحد" البسيطة. وقد تم استهداف استخدام هذه المركبات، التي تم ترميزها بـ CL/M@Hg وCL/M@Pb ، كمواد مازة فعالة لإزالة صبغة المثيل الأخضر من المحاليل المائية، وهي صبغة عضوية أخرى شائعة الاستخدام في الصناعة.

وقد تميزت الدراسة بالتوصيف الشامل للمركبات النانوية المحضرة باستخدام مجموعة من التقنيات التحليلية المتقدمة. شمل ذلك التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FT–IR) لتحديد التغيرات في المجموعات الوظيفية بعد التعديل والارتباط بكبريتيدات المعادن، وتحليل الأشعة السينية للطاقة المشتتة (EDS) لتحديد التركيب العنصري وتوزيع المعادن، والتحليل الحراري الوزني (TGA) لتقييم الاستقرار الحراري للمواد، وحيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد الطور البلوري، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) لدراسة المورفولوجي

السطحية وتوزيع جسيمات كبريتيد المعادن على سطح السليلوز. وقد أكدت نتائج هذه التحاليل نجاح عملية التحضير والتوزيع الجيد لكبريتيدات المعادن على سطح السليلوز المعدل.

وقد تم في الدراسة تقييم تأثير عوامل تشغيلية مختلفة على سعة الإمتزاز لصبغة المثيل الأخضر، بما في ذلك الرقم الهيدروجيني للمحلول، وجرعة الممتز المستخدمة، ووقت التلامس بين الممتز والملوث. وقد أظهرت النتائج أن الظروف المثالية أدت إلى تحقيق سعة إمتزاز قصوى لصبغة المثيل الأخضر بلغت 123.27 مليغرام لكل غرام باستخدام) CL/M@Hg بنسبة إزالة قدرها 88.05%) و 134.75 مليغرام لكل غرام باستخدام) CL/M@Pb بنسبة إزالة قدرها 96.25%). وتعتبر هذه القيم مرتفعة مقارنة ببعض المواد المازة الأخرى المستخدمة في إزالة الأصباغ، كما يتضح من الدراسات السابقة التي تناولت إزالة صبغة المثيل الأخضر (2019Khalaji) وأصباغ أخرى (Zhang Fei وآخرون، 2013)

وقد أظهرت نتائج دراسة حركية الإمتزاز أن عملية إمتزاز صبغة المثيل الأخضر على كلا الممتزين تتوافق بشكل أفضل مع نموذج الدرجة الثانية الزائفة(PSO) ، مما يشير إلى أن الإمتزاز يعتمد على التفاعلات الكيميائية بين الممتز والملوث. وقد تم اقتراح آلية إمتزاز محتملة شملت التجاذب الكهروستاتيكي بين سطح الممتز المشحون والصبغة الأيونية، وتفاعلات تكدس $\pi-\pi$ بين الحلقات العطرية في الصبغة وسطح الممتز، بالإضافة إلى الروابط الهيدروجينية التي قد تتكون بين المجموعات الوظيفية على سطح الممتز وجزيئات الصبغة. وأخيرًا، أظهرت المواد المحضرة إمكانية واعدة لإعادة استخدامها لعدة دورات إمتزاز وتجديد دون فقدان كبير في فعاليتها، مما يعزز من جدواها كخيار مستدام وفعال من حيث التكلفة لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ العضوية [35]

في سياق الجهود البحثية الرامية إلى تطوير مواد نانوية متقدمة ذات كفاءة عالية في معالجة المياه الملوثة بالأصباغ، استكشفت دراسة حديثة أجراها Ata Ur Rahman وآخرون (2022) إمكانية استخدام نقاط كمومية من كبريتيد الكادميوم (CdS) مشوبة بعنصر البار يوم. وقد تم تحضير هذه النقاط الكمومية باستخدام تقنية التحلل الحراري المائي، وهي طريقة فعالة للتحكم في حجم وشكل وتركيب المواد النانوية. وقد استهدف الباحثون بشكل أساسي تقييم قدرة هذه النقاط الكمومية المشوبة على إزالة صبغة المثيلين الأزرق من المياه، وهي صبغة عضوية شائعة تم تناولها أيضًا في دراسات أخرى NASSAR وآخرون، 2023؛

P. D. Solanki وآخرون، 2023

وقد تميزت الدراسة بالتوصيف الشامل للنقاط الكمومية المحضرة باستخدام مجموعة متنوعة من التقنيات التحليلية المتقدمة لفهم خصائصها التركيبية والبصرية. شمل ذلك تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) الذي كشف عن تحسن في درجة التبلور وتكوين بنية بلورية سداسية أكثر استقرارًا نتيجة لتشويب البار يوم. بالإضافة إلى ذلك، تم استخدام تحليل حيود الإلكترونات لمنطقة محددة (SAED) وتحليل الأشعة تحت الحمراء (FTIR) اللذين أكدا الطبيعة متعددة البلورات للمادة ووجود مجموعات وظيفية على السطح يمكن أن تلعب دورًا في عملية الإمتزاز أو التحفيز الضوئي. وقد تم فحص البنية السطحية وتوزيع الحبيبات النانوية باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) والمجهر الإلكتروني النافذ عالي الدقة(HR–TEM) ، حيث أظهرت النتائج وجود بنية نانوية منتظمة وتوزيع جيد للحبيبات.

وقد تم دراسة الخصائص البصرية للنقاط الكمومية المشوبة باستخدام مطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV–vis)، الذي كشف عن انزياح في قمة الامتصاص نحو الطول الموجي الأحمر وانخفاض في قيمة فجوة الطاقة من 2.56 إلى 2.38 إلكترون فولت نتيجة لتشويب البار يوم، مما يشير إلى تحسن في قدرة امتصاص الضوء المرئي. كما تم استخدام تحليل الفلورة (PL) لرصد معدل إعادة اتحاد الإلكترونات والفجوات المتولدة ضوئيًا، وهو عامل مهم يؤثر على كفاءة التحفيز الضوئي. وقد تم تعزيز هذه النتائج التجريبية بحسابات نظرية متقدمة باستخدام نظرية الكثافة الوظيفية(DFT) ، مما أتاح فهمًا أعمق للخصائص الإلكترونية والبصرية للنقاط الكمومية المشوبة على المستوى الذري.

وقد أسفرت الدراسة عن نتائج فعالة في إزالة صبغة المثيلين الأزرق من المحاليل المائية، حيث بلغت نسب الإزالة 62.59% في الوسط المتعادل، و 70.15% في الوسط القاعدي، و 72.74% في الوسط الحمضي. تؤكد هذه النتائج على فعالية النقاط الكمومية من كبريتيد الكادميوم المشوبة بالباريوم في معالجة المياه الملوثة بالأصباغ وإمكانية توظيفها في التطبيقات البيئية، مما يضيف إلى الجهود المبذولة لاستخدام مواد نانوية متنوعة في هذا المجال [36].

"في سياق البحث عن محفزات فعالة وسريعة لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ، استكشفت دراسة حديثة أجراها SHIوآخرون (2015) فعالية مركب $CdFe_2O_4$ النانوي كمحفز مغناطيسي في إزالة صبغة الكونغو الأحمر (CR) من المياه. وقد تم تحضير هذا المحفز باستخدام طريقة التحلل المائي الحراري، وهي تقنية شائعة لتصنيع مواد نانوية ذات خصائص محددة. وقد تميزت الدراسة بتوصيف شامل للمحفز باستخدام تقنيات تحليلية متعددة، شملت تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد التركيب البلوري، والمجهر

الإلكتروني الماسح (SEM) لدراسة المورفولوجي السطحية، وتحليل مساحة السطح بتقنية بروناور–إيميت–تيلر (BET) لتحديد المساحة السطحية، ومقياس المغناطيسية ذو العينة المهتزة (VSM) لتحديد الخصائص المغناطيسية، وهي خاصية مهمة لتسهيل فصل المحفز وإعادة استخدامه. وقد تم استخدام صبغة الكونغو الأحمر كملوث نموذجي، وهي نفس الصبغة التي تم تناولها في العديد من الدراسات السابقة Alshabanat وAL–Anazy، 2018؛ Masoomi وآخرون، 2021؛ Zhang Fei وآخرون، 2013وقد تم تطبيق هذا المحفز في نظام تحفيز يعتمد على التشعيع الميكروي، وهو نهج يهدف إلى تسريع عملية التحلل. وقد أظهرت النتائج كفاءة عالية في إزالة صبغة الكونغو الأحمر، حيث بلغت نسبة الإزالة 94.4% خلال 10 دقائق فقط من التعريض للميكروويف، مما يدل على فعالية المحفز تحت تأثير هذا النوع من الإشعاع. وقد شملت الدراسة أيضًا تحليلًا تفصيليًا للنواتج الوسيطة المتكونة أثناء عملية التحلل باستخدام تقنيات متقدمة مثل مطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية(UV–Vis) ، والكروماتوغرافيا السائلة عالية الأداء(HPLC) ، وكروماتوغرافيا الأيونات لتحديد مسار التحلل والمنتجات النهائية. بالإضافة إلى ذلك، تم إجراء دراسة شاملة لحركية التفاعل وتقييم تأثير العوامل التشغيلية المختلفة، مثل نوع الأيونات المرافقة الموجودة في الماء، ودرجة الحموضة، والتركيز الابتدائي للصبغة، وكمية المحفز المستخدمة.

وقد أكدت تجارب احتجاز الجذور الحرة وتقنية الفلورة أن الثقوب الموجبة (h^+) وجذور الهيدروكسيل ($OH^·$) هما الأنواع النشطة الأساسية المسؤولة عن عملية التحلل الضوئي. كما تم تحليل بنية النطاق الإلكترونية للمحفز باستخدام مطياف الانعكاس المنتشر للأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV–Vis DRS) وقياسات Mott–Schottkyلفهم خصائصه الإلكترونية وتحديد آلية توليد وفصل الشحنات الضوئية. وبناءً على النتائج، تم اقتراح آلية تفاعل مفصلة لعملية تحلل صبغة الكونغو الأحمر باستخدام محفز $CdFe_2O_4$ النانوي تحت تأثير إشعاع الميكروويف. وفي الختام، توصلت الدراسة إلى أن مركب $CdFe_2O_4$ النانوي يمثل محفزًا واعدًا وفعالًا في معالجة مياه الصرف الصناعي المحتوية على الأصباغ[37]

في سياق البحث عن محفزات ضوئية فعالة تعمل تحت الضوء المرئي لتفكيك الملوثات العضوية، قدمت دراسة أخرى أجراها Tadjarodi وآخرون (2014) تحقيقًا حول تحضير بنية نانوية ذات شكل معين من أكسيد الكادميوم (CdO) باستخدام تقنية التحضير المائي الحراري متبوعة بعملية تكلّس. وقد تم التركيز في هذه الدراسة على التحكم في مورفولوجيا المادة النانوية لتحسين أدائها التحفيزي الضوئي. وقد تم تأكيد الشكل المعيني للجسيمات النانوية باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح(SEM) ، مما يشير إلى نجاح الطريقة في

التحكم في نمو البلورات. وقد أظهرت نتائج مطيافية الانعكاس المنتشر (DRS) أن فجوة الطاقة للمادة النانوية المحضرة تبلغ 1.9 إلكترون فولت، وهي قيمة منخفضة بما يكفي لجعل المادة نشطة ضوئيًا تحت إشعاع الضوء المرئي، وهو مصدر إضاءة مستدام ووفير. وقد سبق وأن أشارت دراسات أخرى إلى أهمية المواد ذات فجوات الطاقة المناسبة للتحفيز الضوئي تحت الضوء المرئي(AYODHYA ، 2019؛ Babaei وآخرون،2021).

وقد تم استخدام المادة النانوية المحضرة كمحفز ضوئي في تفكيك مجموعة من أصباغ الآزو المسرطنة، وهي الكونغو الأحمر (الذي تم دراسته في العديد من الأبحاث السابقة)، والأخضر المالاكيتي، والبنفسجي البلوري. وقد أظهرت النتائج أن هذه المادة ذات البنية النانوية المعينة كانت فعالة جدًا في تحفيز تحلل هذه الملوثات العضوية تحت تأثير الضوء المرئي. وقد تم تحقيق نسب إزالة تصل إلى 100% بعد فترات زمنية مختلفة من التعرض للضوء المرئي، مما يدل على الكفاءة العالية لهذا المحفز. وقد تبين أيضًا أن عملية التحلل تتبع نموذج التفاعل من المرتبة الأولى، مما يوفر معلومات حول حركية التفاعل. بالإضافة إلى ذلك، تم تقييم تأثير الرقم الهيدروجيني للمحلول وزمن التلامس بين المحفز والصبغة على فعالية التحلل الضوئي، مما قدم رؤى حول الظروف التشغيلية المثلى. وفي الختام، تدعم نتائج هذه الدراسة إمكانية استخدام أكسيد الكادميوم ذي البنية النانوية المعينة كمحفز فعال في تطبيقات معالجة المياه الملوثة بالأصباغ العضوية تحت إشعاع الضوء المرئي[38]

في سياق الجهود البحثية لتطوير مواد نانوية هجينة ذات كفاءة محسّنة في معالجة المياه الملوثة بالأصباغ، قدمت دراسة حديثة أجراها Deng وآخرون (2020) تطويرًا لهياكل نانوية هجينة أحادية البُعد تتكون من جسيمات نانوية من كبريتيد الكادميوم (CdS) وألياف نانوية من أكسيد النيكل (NiO) على شكل مفاصل غير متجانسة من نوع نواة–قمر صناعي .(core–satellite) وقد اعتمدت طريقة التحضير على مسار تركيبي أحادي الخطوة جمع بين الترسيب الكيميائي الغمري والتكلسين، بالإضافة إلى تفاعل كيميائي رطب مدعوم بالموجات فوق الصوتية، مما يمثل استراتيجية فعالة لتصنيع مواد نانوية مركبة ذات تفاعلات بينية قوية. وقد تميزت الألياف النانوية المحضرة بقطر يتراوح بين 150 و 180 نانومتر وطول يصل إلى عدة ميكرونات، مما يوفر بنية ذات مساحة سطحية عالية. وقد تم استخدام صبغة الكونغو الأحمر (CR) كملوث نموذجي، وهي صبغة آزوية تم تناولها في العديد من الدراسات السابقة لتقييم كفاءة المواد النانوية في إزالتها SHI.وآخرون، 2015؛ Tadjarodi وآخرون، 2014؛ Zhang Fei وآخرون، 2013.

وقد أبرزت الدراسة كـ فاءة عالية لهذه الهياكل النانوية الهجينة في إزالة صبغة الكونغو الأحمر من المحاليل المائية، حيث بلغت نسبة الإزالة 91.2% خلال 40 دقيقة فقط من التعريض لإشعاع الضوء المرئي. وقد تفوقت هذه النتيجة بشكل واضح على كفاءة كل من CdS النقي والخليط الفيزيائيCdS/NiO ، مما يشير إلى التآزر القوي بين مكوني الهيكل النانوي الهجين. وقد عزا الباحثون الأداء التحفيزي المحسن إلى عدة عوامل، بما في ذلك زيادة امتصاص الضوء المرئي نتيجة لتكوين الهيكل الهجين، والكفاءة العالية في فصل الأزواج الإلكترونية–الفجوات المتولدة ضوئيًا عند منطقة التلامس بين CdS وNiO ، إضافة إلى السعة العالية الإمتزاز جزيئات الصبغة على سطح الهيكل النانوي الهجين. وتؤكد هذه النتائج الدور الواعد لهذه المواد النانوية متعددة الوظائف في مجال المعالجة البيئية، وخاصة في تطوير تقنيات تنقية مياه الصرف باستخدام وسائل هندسية خضراء ومستدامة.[39]

"في إطار البحث عن مواد فعالة وصديقة للبيئة لتطبيقات التحفيز الضوئي في معالجة المياه، قدمت دراسة حديثة أجراها Betseba وآخرون (2024) تحقيقًا حول تحضير إطار معدني عضوي قائم على النيكل (Ni–MOF)باستخدام طريقة حرارية مائية تعتبر صديقة للبيئة. وقد اعتمدت عملية التصنيع على استخدام حمض البنزين–1,4–ثنائي الكربوكسيل كروابط عضوية وثنائي مثيل السلفوكسيد (DMSO) كمذيب، وتم إجراؤها داخل أوتوكلاف مبطن بالتفلون لضمان التحكم الدقيق في ظروف التفاعل.

وقد خضعت الأطر المعدنية العضوية المحضرة لعملية توصيف دقيقة باستخدام مجموعة من التقنيات التحليلية المتقدمة. شمل ذلك تحليل حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد التركيب البلوري والطور، والمجهر الإلكتروني الماسح المزود بتحليل الأشعة السينية المشتتة للطاقة (SEM–EDX) لدراسة المورفولوجي السطحية والتركيب العنصري، ومطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR) لتحديد المجموعات الوظيفية، والتحليل الحراري الوزني (TGA) لتقييم الاستقرار الحراري، وقياسات امتصاص النيتروجين لتحديد مساحة السطح وخصائص المسامية.

وقد تم تقييم الأداء الضوئي التحفيزي للإطار المعدني العضوي Ni–MOF ضد صبغة الكونغو الأحمر تحت إشعاع الضوء المرئي، وهي نفس الصبغة التي تم استخدامها على نطاق واسع كملوث نموذجي في العديد من الدراسات السابقة لتقييم كفاءة المواد المختلفة في إزالتها Deng) وآخرون، 2020؛ SHI وآخرون، 2015؛ Tadjarodi وآخرون، 2014؛ Zhang Fei وآخرون، 2013). وقد أظهر الإطار المعدني العضوي Ni–MOF كفاءة تحلل عالية بلغت 98.68% بعد 145 دقيقة من التعريض للضوء المرئي، مما

يشير إلى إمكاناته الواعدة كمحفز ضوئي فعال في معالجة المياه الملوثة بالأصباغ العضوية باستخدام مصدر إضاءة مستدام[40]

في سياق تطوير مواد مازة ذات كفاءة عالية وسرعة إمتزاز فائقة لإزالة طيف واسع من الملوثات العضوية من المياه، قدمت دراسة أُجريت من قبل Maryam Mohammadikish وزملائها تحقيقًا حول تحضير بوليمر تناسقي جديد يعتمد على النيكل ومقاوم للماء .(Ni–PDC) وقد تم تخليق هذا البوليمر باستخدام طريقة ترسيب بسيطة تعتمد على تفاعل حمض 1,3–بروبانديكربوكسيليك مع أسيتات النيكل. وقد تم توظيف هذا البوليمر التناسقي الناتج كمادة مازة فعالة في إزالة كل من الأصباغ الأنيونية، مثل كونغو ريد ومثيل أور انج (اللتين تم تناولهما في دراسات سابقة)، وكذلك الأصباغ الكاتيونية، مثل المثيلين الأزرق وروداميين.B

وقد أظهرت نتائج الدراسة كفاءة عالية وسرعة كبيرة بشكل خاص في إزالة الأصباغ الأنيونية. وعلى وجه التحديد، تمت إزالة أكثر من 96% من صبغة كونغو ريد خلال الدقيقتين الأوليين فقط من عملية الإمتزاز، مما يشير إلى ديناميكية إمتزاز سريعة للغاية. كما تبين أن درجة الحموضة (pH) للمحلول المائي ليس لها تأثير ملحوظ على كفاءة الإزالة، حيث تم تحقيق الظروف المثالية الإمتزاز عند pH متعادل، مما يقلل من الحاجة إلى تعديل درجة الحموضة المكلفة في تطبيقات معالجة المياه. إضافة إلى ذلك، أظهر البوليمر التناسقي Ni–PDC قابلية جيدة لإعادة الاستخدام بعد إزالة الأصباغ العضوية دون تدهور ملحوظ في الأداء حتى بعد أربع دورات من الإمتزاز والتجديد، مما يعزز من استدامته وفعاليته الاقتصادية في تطبيقات معالجة المياه على المدى الطويل.[41]

استعرضت الدراسات السابقة مجموعة واسعة من المواد النانوية والمحفزات الضوئية والأطر المعدنية العضوية والبوليمرات التناسقية ذات الكفاءة المتفاوتة في إزالة أنواع مختلفة من الملوثات العضوية، بما في ذلك أصباغ الآزو مثل الكونغو الأحمر والمثيل البرتقالي والمثيلين الأزرق وروداميين .B وقد اعتمدت هذه الدراسات على طرق تحضير متنوعة وشملت مواد مختلفة مثل أكاسيد المعادن (أكسيد النيكل، أكسيد الكادميوم، أكسيد التيربيوم، أكسيد الزنك، أكسيد الفاناديوم، فيريت الكادميوم)، وكبريتيدات المعادن (كبريتيد الكادميوم، كبريتيد الزنك، كبريتيد النحاس)، والمواد الكربونية (أكسيد الجرافين المختزل، الكربون النشط)، والأطر المعدنية العضوية(Ni–MOF) ، والبوليمرات التناسقية(Ni–PDC) ، بالإضافة إلى مواد هجينة تجمع بين أكثر من مكون لتعزيز الأداء.

وقد أظهرت العديد من هذه المواد كفاءة عالية في إزالة الأصباغ من المحاليل المائية تحت ظروف مختلفة من الإضاءة (الضوء المرئي، الأشعة فوق البنفسجية، ضوء الشمس) وعوامل تشغيلية (درجة الحموضة، تركيز الممتز، زمن التلامس). كما تم التحقيق في آليات الإزالة المختلفة، بما في ذلك الإمتزاز والتحلل الضوئي، وتم في بعض الحالات تحديد الأنواع النشطة المتورطة في عملية التحلل.

على الرغم من التنوع الكبير في المواد التي تم استكشافها لإزالة الأصباغ العضوية، لا يوجد في الدراسات التي تم استعراضها إشارة واضحة إلى استخدام مركبات ناتجة عن تفاعل أسيتات الأمونيوم والأوكسالات مع كاتيونات معدنية محددة لهذا الغرض، وخاصة لإزالة ملون المثيل البرتقالي. يشير هذا إلى وجود فجوة بحثية محتملة لاستكشاف إمكانية تصنيع واستخدام مثل هذه المركبات كمواد مازة أو محفزات ضوئية جديدة.

إن استخدام أسيتات الأمونيوم والأوكسالات كليجندات لبناء هياكل تنسيقية مع كاتيونات معدنية يمكن أن يؤدي إلى مواد ذات خصائص هيكلية ومسsurface ية فريدة، مما قد يعزز قدرتها على التفاعل مع جزيئات الصبغة مثل المثيل البرتقالي. علاوة على ذلك، فإن اختيار الكاتيون المعدني يمكن أن يساهم في تحديد الخصائص الامتزازية أو التحفيزية للمركب الناتج

بناءً على الفجوة البحثية المحددة، فإن تصنيع مركبات جديدة باستخدام أسيتات الأمونيوم والأوكسالات مع كاتيونات معدنية محددة بهدف إزالة ملون المثيل البرتقالي من الماء يمثل اتجاهًا بحثيًا مبتكرًا. يمكن أن تستفيد هذه الدراسة من المعرفة المكتسبة حول فعالية المواد التنسيقية والأطر المعدنية العضوية في إزالة الأصباغ، مع التركيز على تصميم مواد ذات خصائص محسّنة للانتقائية والكفاءة والاستدامة في معالجة المياه الملوثة بملون المثيل البرتقالي. إن نجاح هذا النهج يمكن أن يساهم في توسيع نطاق المواد المتاحة لتطبيقات المعالجة البيئية وتقديم بدائل واعدة للمواد التقليدية.

الفصل الثاني

المواد والطرق التجريبية

مقدمة:

يتناول هذا الفصل الطرق المعتمدة في تحضير العينات، إلى جانب الأدوات والتقنيات التحليلية المستخدمة لتوصيف المواد المدروسة. تم اعتماد أجهزة متقدمة مثل FT−IR، DRX، MEB، وUV−Vis بهدف تحليل البنية البلورية، التعرف على الزمر الوظيفية، دراسة الشكل السطحي، وتقييم الخصائص البصرية، وذلك لضمان دقة النتائج وتحقيق أهداف البحث.

II_1 المواد الكيميائية المستعملة:

في بحثنا هذا استخدمنا المواد الكيميائية في الجدول أدناه. يُظهر الجدول طبيعة المواد الكيميائية المستخدمة، حيث يضم مركبات عضوية وغير عضوية، بالإضافة إلى أملاح المعادن وأصباغ.

جدول II-1: المواد الكيميائية المستعملة

اسم المادة	الصيغة الكيميائية
أسيتات الأمونيوم	$C_2H_7NO_2$
كلوريد النيكل	$NiCl_2.6H_2O$
كبريتات كادميوم	
حمض الأكساليك	
الكونغو الأحمر	$C_{3\ 2}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$
أخضر المثيل	

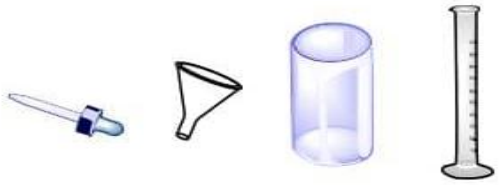
II _2 الأدوات والأجهزة المستخدمة:

تضمن قائمة الأدوات مجموعة أساسية وضرورية لإجراء عمليات التحضير المخبري للعينات.

II _2_1الأدوات :

- بيشر + أنبوب مدرج.
- ملعقة مخبرية.

- زجاجة ساعة.
- ورق ترشيح.
- قضيب مغناطيسي.
- ورق قياس درجة الحموضة



الشكل II-1: الأدوات المستعملة

II -2-2 الأجهزة المستخدمة:

1جهاز الميزان الحساس (Analytical Balance)

من الأدوات المخبرية عالية الدقة، ويُستخدم لقياس كتل المواد بدقة فائقة تصل إلى 0.0001 غرام (أي حتى أربعة منازل عشرية)، مما يجعله أداة أساسية في التحاليل التي تتطلب قياسات دقيقة للكتلة.

الشكلII_2: ميزان حساس

2جهاز الرج مغناطيسي (Magnetic Stirrer) :

هو أداة مخبرية تُستخدم لخلط المحاليل بطريقة فعالة ومتجانسة باستخدام مجال مغناطيسي.

الشكل II-3: جهاز الرج مغناطيسي

3 جهاز مطيافية الأشعة السينية (X-ray Spectroscopy):

تُستخدم تقنية مطيافية الأشعة السينية لتحليل التركيب العنصري للمواد، حيث تعتمد على إثارة ذرات العينة بواسطة الأشعة السينية، مما يؤدي إلى انبعاث إشعاع فلوري مميز لكل عنصر، يُستخدم هذا الإشعاع لتحديد نوع العناصر الموجودة في العينة وكمياتها النسبية، مما يجعل هذه التقنية أساسية في التحليل العنصري الدقيق.[42]

استخدمنا في تحليل التركيب الكيميائي العنصري جهاز الأشعة السنية بمخبر الجيولوجيا المتواجد بمركز البحث العملي لجامعة قاصدي مرباح ورقلة (القطب الجامعي 3)

الشكل II-4 : جهاز الأشعة السينية

4 جهاز مطيافية الأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis Spectrophotometer):

من التقنيات التحليلية الهامة المستخدمة في تحديد امتصاص المركبات الكيميائية للأشعة فوق البنفسجية والضوء المرئي ضمن أطوال موجية محددة. ويعتمد مبدأ عمل هذا الجهاز على انتقال الجزيئات إلى مستويات طاقة إلكترونية أعلى عند امتصاصها للإشعاع، مما يتيح دراسة البنية الإلكترونية للمواد وتقدير تراكيزها بدقة في المحاليل.[43]

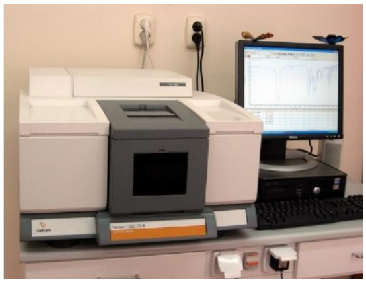
استخدمنا في التحليل الكمي النوعي للعينة مطافية الأشعة فوق البنفسجية- المرئية المتواجدة في مخابر الأرضية التقنية للتحاليل الفيزيوكيميائية.

الشكلII _5: جهاز الإشعة فوق البنفسجية

5جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء(Infrared Spectroscopy):

تُعد مطيافية الأشعة تحت الحمراء من الوسائل الطيفية المهمة لتحليل المركبات الكيميائية، حيث تقوم على دراسة امتصاص الجزيئات للأشعة تحت الحمراء ضمن أطوال موجية معينة، تُوفر هذه التقنية معلومات تفصيلية حول أنواع الروابط الكيميائية والمجموعات الوظيفية في المركب، مما يُساعد على استنتاج البنية الجزيئية بدقة[43]

استخدمنافي تحليل الكيميائي جهاز الأشعة تحت الحمراء المتواجد في مخبر المتواجد في مركز البحث العلمي جامعة قاصدي مرباح ورقلة (القطب الجامعي 1)



الشكل II _6: جهاز الإشعة تحت الحمراء

6المجهر الإلكتروني الماسح (SEM):

هو تقنية تصوير سطحي تُنتِج صورًا للعينة عن طريق مسحها بحزمة مركزة من الإلكترونات. تتفاعل الإلكترونات الساقطة مع العينة وتُولد إشارات تعكس صورًا مباشرة بالإضافة إلى التركيب الذري للسطح الممسوح.[44]

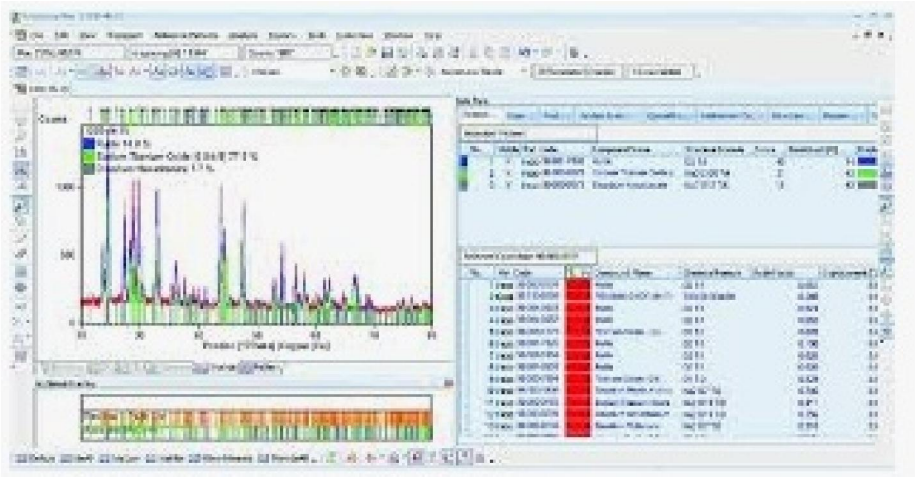
استخدمنا في التحليل الكمي الكيفي للعينات المجهر الالكتروني الماسح لمركز التحليل الفيزيوكيميائية CRAPC المتواجدة بجامعة ورقلة.

الشكلII-7 المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)

II -2-2 المنصات المعلوماتية:

برنامج HighScore Plus:

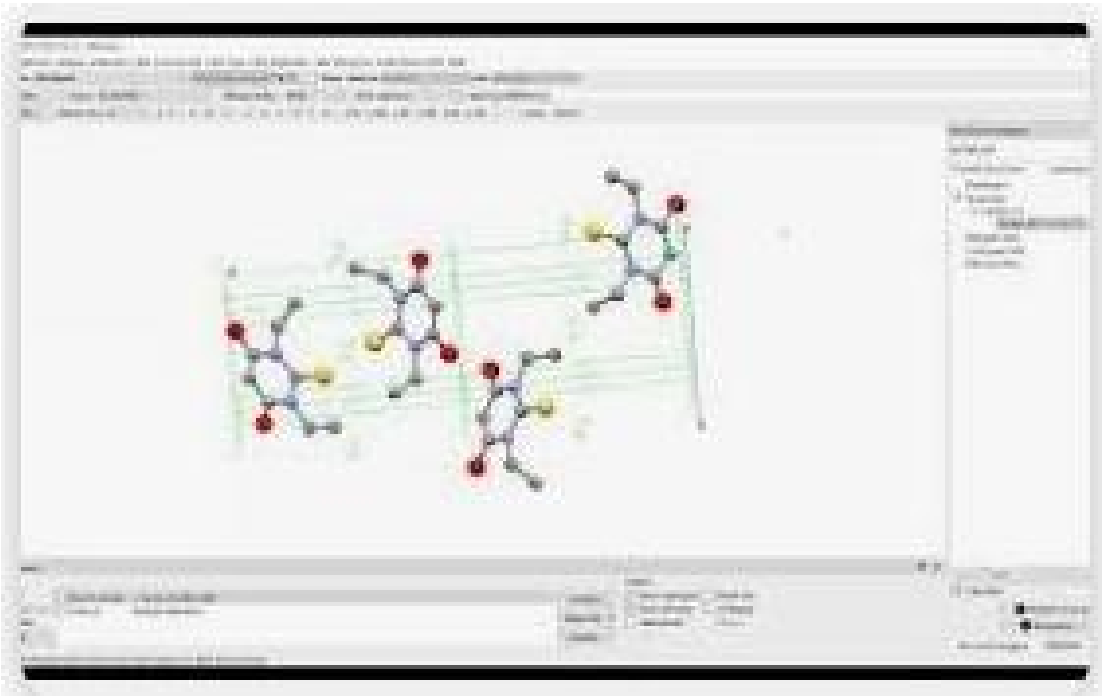
هو برنامج تجاري متقدم مخصص لتحليل بيانات حيود الأشعة السينية للمساحيق، حيث يُمكّن المستخدم من معالجة نتائج القياسات بدقة اعتمادًا على قواعد بيانات شاملة تحتوي على معلومات متنوعة حول التراكيب البلورية المختلفة. يقوم البرنامج بمطابقة بيانات العينة المدروسة مع البيانات المرجعية المخزنة، مما يتيح تحديد البنية البلورية الأكثر توافقًا مع العينة. إضافة إلى ذلك، يوفر HighScore Plus مجموعة واسعة من الأدوات التحليلية، حيث يضم ما يقارب 19 نوعًا من التحاليل المتقدمة، إلى جانب العديد من الخيارات والوظائف المساعدة التي تعزز من دقة وكفاءة التحليل البلوري. [45]



الشكلII-8 : محيط برنامج HighScore Plus

برنامج Mercury:

هو أداة طوّرها مركز البيانات البلورية بجامعة كامبريدج، وقد صُمّم في البداية لتصوير البنية البلورية. ومع التقدم المستمر في مجال علم وهندسة البلورات الكيميائية، برزت الحاجة إلى أدوات تحليل أكثر تطوراً. استجابةً لذلك، شهد برنامج Mercury تطوراً كبيراً ليصبح منصة قوية للتحليل والتصميم والتنبؤ البلوري. يتميز البرنامج بقدرته على عرض صور عالية الجودة، وقراءة الهياكل البلورية من صيغ ملفات متعددة، كما يوفّر مجموعة واسعة من الأدوات التي تسهّل البحث ودراسة وتحليل البنية البلورية، مثل قياس المسافات، الزوايا، وزوايا الالتواء وغيرها. [45]



الشكلII- 9: محيط برنامج Mercury

الفصل الثالث

النتائج ومناقشتها

مقدمة:

يتناول هذا الجزء دراسة تصنيع وتوصيف مركب تناسقي يحتوي على النيكل، تم الحصول عليه باستخدام طريقة الترسيب الكيميائي. تم تنفيذ التفاعل انطلاقًا من مزيج من كلوريد النيكل سداسي الهيدرات ($NiCl_2 \cdot 6H_2O$) وأوكسالات كمصدر لأنيون الأوكسالات، بالإضافة إلى أسيتات الأمونيوم التي تعمل كعامل مساعد في ضبط وسط التفاعل. تم تحضير المركب في شروط معينة للتحكم في تكون المركب التناسقي المحتوي على النيكل، مع الاعتماد على تفاعل الترسيب لتكوين راسب ثابت يمكن تحليله لاحقًا. وقد تم توصيف المادة المحضّرة باستخدام مجموعة من تقنيات التحليل البلوري والكيميائي شملت: مطيافية الأشعة تحت الحمراء (IR)، حيود الأشعة السينية (XRD)، المجهر الإلكتروني الماسح (MEB).

III-1 تحضير المركب $Ni(C_2O_4).2(H_2O)$

أجريت سلسلة من عينات المواد انطلاقًا من متفاعلات كيميائية تجارية محددة سلفًا. نُفذت التفاعلات وفقًا لمنهجية الكيمياء اللينة، والتي تضمنت إجراء التفاعلات في أوساط سائلة ضمن نطاق درجة حرارة يتراوح بين 25 و80 درجة مئوية.

استُخدم كل من حمض الأوكساليك $H_2C_2O_4$، بوزن 0.09g، وأسيتات الأمونيوم CH_3COONH_4 بوزن 0.071g ، وكلوريد النيكل سداسي الهيدرات $NiCl_2.6(H_2O)$ بوزن 0.1996g كمواد أولية. ولتحضير المحاليل، أُذيبت كل مادة على حدة في 5ml من الماء المقطر مع التحريك المستمر باستخدام محرك مغناطيسي حتى تحقق الذوبان الكامل. عقب ذلك، أُضيف محلول كل من كلوريد النيكل الثنائي وأسيتات الأمونيوم تدريجيًا وبشكل متزامن إلى محلول حمض الأوكساليك، مع استمرار التحريك لمدة 15 دقيقة، حيث لوحظ تكون راسب أخضر بعد مرور حوالي عشر دقائق. عُزل الراسب الناتج عن طريق الترشيح، وغُسل عدة مرات بالماء المقطر لإزالة الشوائب، ثم تُرِك ليجف عند درجة حرارة الغرفة. أُعيدت التجربة مع تغيير حجم الماء المقطر المستخدم في تحضير المحاليل إلى 10ml و15ml. فتحصلنا على راسب في الثانية بعد مرور عشر دقائق بينما لاحظنا عدم تشكل راسب في تجربة الثالثة حتى بعد مرور قرابة شهرين من الزمن والنتائج ممثلة الجدول III-1.

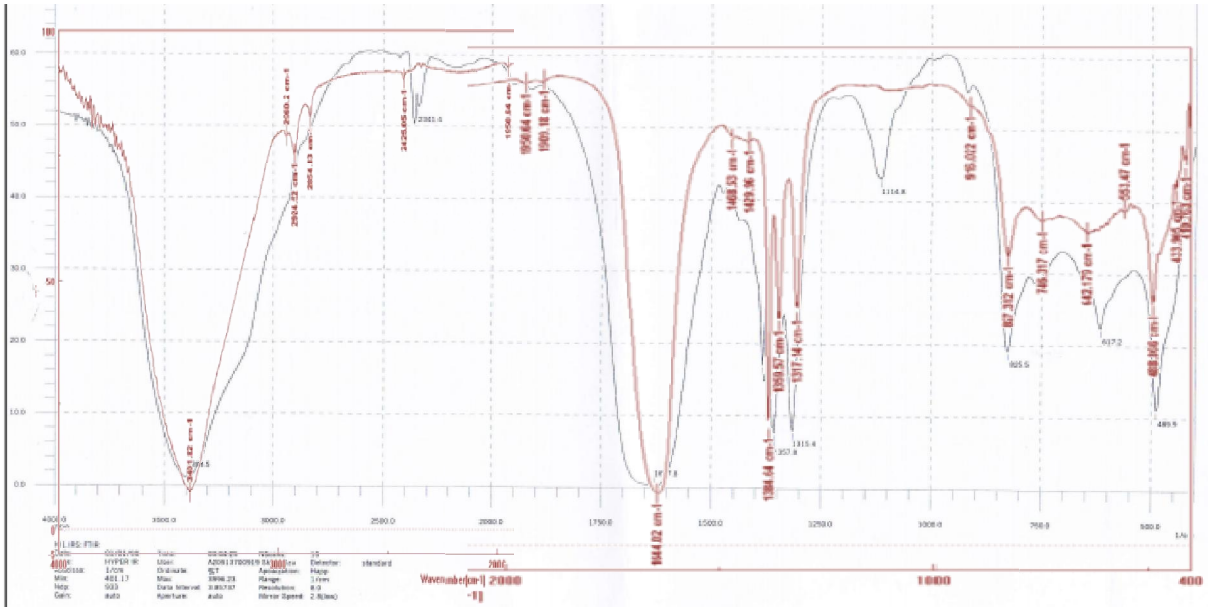
الجدول III-2 : النتائج التجريبية

التجربة	المتفاعلات	الوزن	المذيب	الحجم	الناتج	الملاحظة	الزمن تشكل راسب
الرقم(1)	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	0.91996g	ماء مقطر	5ml		تشكل راسب	10min
	Oxalic acid	0.0900g					
	Ammonium acetate	0.0771g					
الرقم(2)	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	0.91996g	ماء مقطر	10ml		تشكل راسب	10min
	Oxalic acid	0.0900g					
	Ammonium acetate	0.0771g					
الرقم(3)	$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	0.91996g	ماء مقطر	15ml		تشكل راسب	
	Oxalic acid	0.0900g					
	Ammonium acetate	0.0771g					

III−2 توصيف المركب

III−2−1 التحليل بتقنية الاشعة تحت الحمراء

يمثل الشكل طيف الأشعة تحت الحمراء لمركب $Ni(C_2O_4).2(H_2O)$ الذي تم تسجيلة في المجال 400 إلى 4000 سم$^{-1}$.



الشكل III-1 : طيف الأشعة تحت الحمراء لمركب $Ni(C_2O_4).2(H_2O)$

بعد البحث في دراسات السابقة عن تحليل المركب فإن كل من طيف الأشعة السينية وطيف الأشعة تحت الحمراء لم تتوافق مع أطياف دراسات سابقة تحتوي على المتفاعلات الثلاث الي عملنا بيها في حين لاحظنا تطابقا تاما بين طيف التي تم تسجيله و طيف أخر لصحبه "Mihail BIRZESCU"كما هو موضح في الشكل III-1 إن تطابق الأولي لطيفين يعطي فكرة أولية عن الطبيعة الكيميائية للمركب والجدول III-3 نفسر فيه العصابات.

الجدول III-3 : تحديد مختلف القمم الموجودة في طيف العينة$Ni(C_2O_4).2(H_2O)$

الوظيفة	رقم الموجي للمجموعة الوظيفية في هذا العمل (Cm^{-1})	رقم الموجي للمجموعة الوظيفية (cm^{-1})[46]
ν_asym(OH) + ν_sym(OH) or hydrogen bonding	3394.5	3402 s, br
ν_asym(OCO)	1627.8	1644 vs
ν_sym(OCO)	1357.8	1365 vs
ν_sym(CO) + δ(OCO)	1315.4	1317 s
coordinated water	825.5	827 m
ν(Ni(II)–O(C_2O_4)) + ν(C–C)	489.9	488 m

بالنظر إلى الأطياف الواردة في الجدول، يُظهر المركب المدروس شريط امتصاص عريضًا وقويًا في المنطقة الطيفية 3000–3600 سم$^{-1}$، يتمحور عند قيمة 3394.5 سم$^{-1}$. يُعزى هذا الشريط إلى اهتزاز υ(OH)لجزيئات الماء المنسقة في الغلاف التناسقي الأول، بالإضافة إلى تأثير الروابط الهيدروجينية القوية القائمة بين هذه الجزيئات وأنيون الأوكسالات. علاوة على ذلك، يؤكد ظهور شريط امتصاص متوسط الشدة عند 827 سم$^{-1}$ وجود ماء الشبكة البلورية.

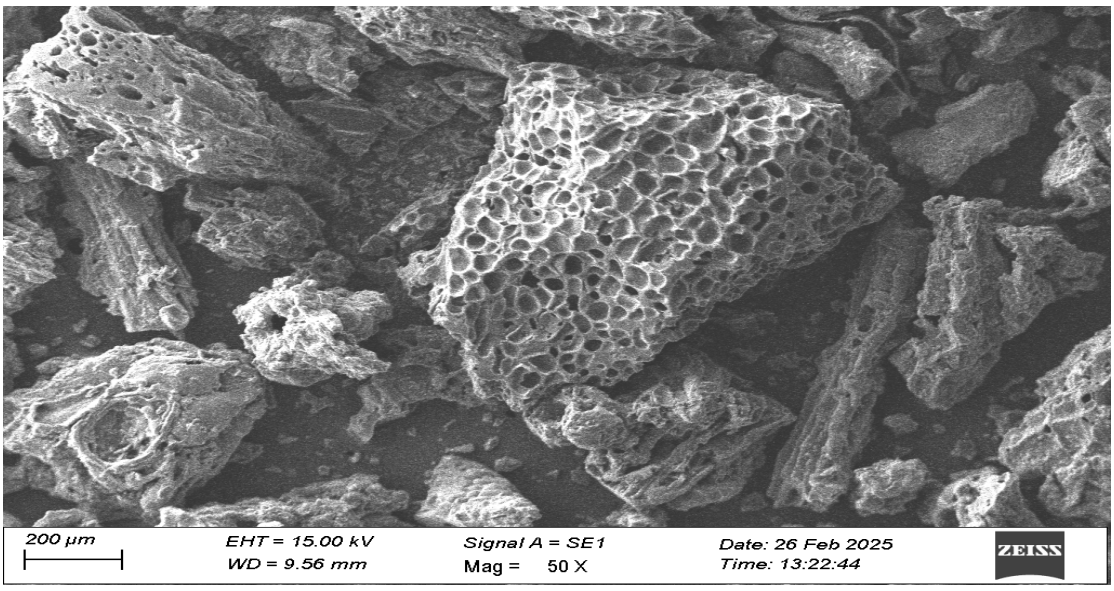
في المقابل، يشير غياب الأشرطة المميزة لاهتزاز υ_asym(C=O) في نطاق 1660–1720 سم$^{-1}$، والتي تُلاحظ عادةً في المعقدات التناسقية التي يرتبط فيها أيون الأوكسالات ($C_2O_4^{2-}$) برباط ثنائي السن، إلى حدوث ظاهرة الرنين الإلكتروني في مجموعات الكربوكسيلات ضمن البنية الجزيئية للمركب المحضر. تدعم هذه الملاحظة تكافؤ ذرات الأكسجين الأربع في وحدة الأوكسالات، مما يشير إلى سلوك أيون الأوكسالات كمرتبط جسري، وهو ما يتوافق مع نتائج تحليل حيود الأشعة السينية الموضحة في الشكلIII–5

يُعزى الشريط ذو الشدة العالية الظاهر عند 1600 سم$^{-1}$ إلى اهتزاز υ_asym(OCO) ، وتشير قيمة هذا الشريط إلى الطبيعة الأيونية الغالبة للرابطة بين أيون النيكل الثنائي (Ni(II)) ومجموعة الكربوكسيلات. أما

الشريط الواقع عند 1357.8 سم$^{-1}$ فيُنسب إلى اهتزاز υ_sym(OCO) ، وتتفق هذه القيمة، جنبًا إلى جنب مع شريط الانحناء υ(OCO) الظاهر عند 1315.4 سم$^{-1}$، مع مواقع الامتصاص المتوقعة في معقدات الأوكسالات الجسرية. أخيرًا، يُعزى الشريط الحاد في النطاق 600–700 سم$^{-1}$ إلى نمط اهتزاز υ(Ni–O) ، بينما يُنسب الشريط الحاد والمتوسط الشدة الظاهر عند 488 سم$^{-1}$ إلى مساهمة كل من اهتزاز υ(Ni–O) واهتزاز υ(C–C).

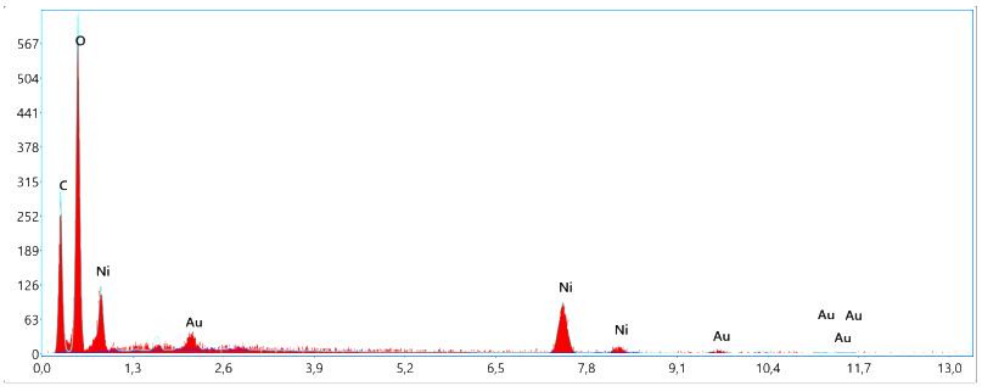
III–2–2 التحليل بتقنية المجهر الالكتروني الماسح

يمثل الشكل III–2 : شكل حبيبات مادة لمركب Ni(C2O4).2(H2O)، كما تظهر تحت المجهر الإلكتروني الماسح (MEB). تظهر العينة مجموعة من حبيبات صلبة وغير منتظمة الشكل، تتميز الحبيبات الكبيرة ببنية مسامية للغاية وتشبه الإسفنج . يمكن رؤية شبكة معقدة من الفراغات والمسامات المترابطة بأحجام مختلفة داخل هذه الحبيبات. تبدو جدران هذه المسامات خشنة وغير منتظمة، مما يشير إلى طبيعة التبلور أو التجميع غير المنتظمة للجسيمات الأولية. بعض هذه الحبيبات الكبيرة تظهر تراكيبًا طبقية أو صفائحية جزئيًا، مما قد يعكس مراحل النمو البلوري. أما بالنسبة للجزيئات الأصغر حجمًا، فهي تظهر أشكالًا أكثر تكتلاً وغير محددة .بعضها يبدو كقطع صغيرة أو شظايا ربما تكون قد تكسرت من الحبيبات الأكبر. سطح هذه الجزيئات الأصغر يبدو أيضًا خشنًا ومحببًا.



الشكلIII–2 : شكل بلورات المحضّرة لمركب $Ni(C_2O_4).2(H_2O)$، كما تظهر تحت المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)،

الطيف الموضح في الشكل III-3 هو تمثيل بياني لسلسلة من الخطوط التي تعتبر مميزة لأنواع الذرات المكونة للعينة، حيث كل عنصر يمتلك مجموعة فريدة من خطوط الطيف هي مبدأ أساسي في التحليل الطيفي.



الشكلIII-3 : طيف الأشعة السينية

أكد هذا التحليل وجود العناصر الكيميائية: الكربون، الأوكسجين، النيكل، وغياب الكلور في التركيب الكيميائي للمنتج الناتج. كما ظهرت النسب الذرية والكتلية لهذا التركيب في الجدولIII- 2.

الجدولIII- 4 النسب الذرية والكتلية للعناصر الموجودة في العينة

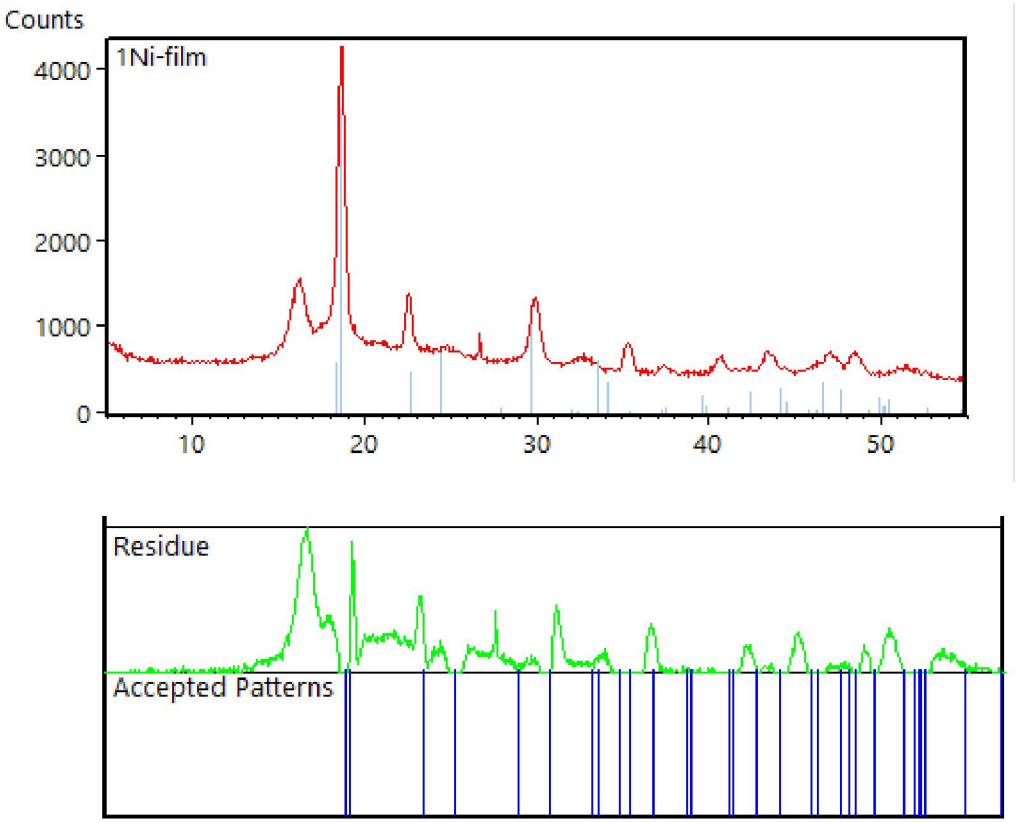
Elément	% de masse	% atomique	Kratio	Z	A	F
C K	29.77	42.21	0,1184	1.0760	0.3697	1.0000
O K	49.02	52.18	0,1456	1.0312	0.2879	1.0000
AuM	2.64	0.23	0,0225	0.6176	1.3574	1.0199
NiK	18.57	5.39	0,1536	0.8011	1.0142	1.0180

تتوافق نتائج التركيب الكمي والكيفي بالمجهر الإلكتروني الماسح مع النتائج المتحصل عليها في نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء.

III-2-1 التحليل بانعراج بالأشعة السينية على المسحوق

يعتبر تحليل حيود الأشعة السينية أداة قوية وأساسية في توصيف المواد الصلبة، حيث يوفر معلومات قيمة عن التركيب البلوري، والطورية، ووجود الشوائب. هذه المعلومات ضرورية لفهم العلاقة بين التركيب المجهري للمادة وخواصها الكلية. يمثل الشكلIII-4 طيف الأشعة السينية الذي تم تسجيلة لمسحوق مركب

أوكسالات النيكل الثنائي المائية$\mathbf{Ni(C_2O_4).2(H_2O)}$. تم مقارنة هذا النمط بقواعد بيانات أنماط الحيود المعروفة (ICDD) لتأكيد هوية المركب ودرجة نقاوته البلورية.



الشكلIII-4: طيف الأشعة السينية لمركب $Ni(c_2o_4)(H_2o)_2$ (الاحمر) الشوائب (الاخضر)

باستعمال البرنامج HighScore Plusحصلنا على توصيف البنية البلورية للعينة الاولى $Ni(c_2o_4)(H_2o)_2$ كما هو موضح في الشكلIII -5

الشكل III-5 : توصيف العينة

الجدول III- 5: معلومات التعريف البلورية للعينة المستخلصة بواسطةHighScore Plus

Ref. Code 01-089-7120	يدل على الرقم التسلسلي للبطاقةASTM43 في قاعدة البيانات COD والتي تحمل المعلومات البلورية لهذا الركب
Sc Compound Name 31 Iron Oxalate Hydrate	اسم المركب حسب UIPAC
Chemical Formula Fe (C2 O4) (H2 O)2	الصيغة الكميائية للمركب

وتشمل هده البطاقة على المعلومت التالية:

Name and formula

Reference code:	01-089-7120
Mineral name:	Humboldtine
Compound name:	Iron Oxalate Hydrate
ICSD name:	Iron Oxalate Hydrate
Empirical formula:	$C_2FeH_4O_6$
Chemical formula:	$O_2(_2H)(_4O_2C)Fe$

Crystallographic parameters

Crystal system:	Monoclinic
Space group:	C2/c
Space group number:	15
a (Å):	12,0400
:(Å)b	5,5800
:(Å)c	9,8900
:(°) Alpha	90,0000
:(°) Beta	127,5700
:(°) Gamma	90,0000
:(3^cm/g)Calculated density	2,27
:(3^cm/g)Measured density	2,32
:(3^pm 6^10)Volume of cell	526,64
:Z	4,00
:RIR	1,53

Subfiles and quality

Subfiles:	Corrosion ICSD Pattern Inorganic Mineral
Quality:	Calculated (C)

Comments

ICSD collection code:	076659
Creation Date:	01/01/1970
Modification Date:	01/01/1970
ICSD Collection Code:	076659
Calculated Pattern Original Remarks:	ATOM H 1 +1. 16.00 Atoms not located in unit cell
Calculated Pattern Original Remarks:	REM M PDF 23-293, cp. 16813
Test from ICSD:	Calc. density unusual but tolerable
Temperature Factor:	ITF. The structure of oxalite Fe C2 O4 * 2 H2 O.

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12++*
:Structure) ,269 ,**26** ,.*Mineral .Period* ,.C ,Garavelli ,.F ,Mazzi1957(

Structure

No.	Name	Elem.	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	O1	O	0,17200	0,08100	0,25000	1,7400	1,0000	8f
2	O2	O	0,08500	0,38100	0,42000	1,7400	1,0000	8f
3	O3	O	0,41500	0,28100	0,08000	1,7400	1,0000	8f
4	C1	C	0,45000	0,08100	0,15000	1,7400	1,0000	8f
5	FE1	Fe	0,00000	0,08100	0,25000	1,7400	1,0000	4e

من الملاحظ وجود قمم إضافية باللون الأخضر في الطيف، والتي يُشار إليها على أنها 'الشوائب'. ظهور هذه القمم يشير إلى وجود أطوار بلورية أخرى غير مرغوب فيها في العينة. تحليل مواقع وشدة هذه القمم يدل على طبيعة هذه الشوائب، هي عبارة عن اعادة تبلور لاسيتات الامونيوم الدي لم يدخل في التفاعل

بمقارنة شدة قمم الشوائب بشدة قمم المركب الرئيسي (باللون الأحمر) تعطي مؤشرًا نسبيًا عن كمية الشوائب القليلة الموجودة في العينة. بما ان قمم الشوائب كانت اقل وضوحًا وشدة، دل ذلك على نسبة منخفضة من الشوائب.

III-3 تحليل تأثير تركيز وسط التفاعل على ناتج$Ni(C_2O_4)\cdot 2(H_2O)$

في هذا البروتوكول التجريبي، تم تغيير حجم المذيب (الماء المقطر) المستخدم لتحضير المحاليل المتفاعلة، مع الحفاظ على كميات المتفاعلات ثابتة. هذا التغيير في حجم المذيب أدى إلى تغيير في تركيز المتفاعلات في وسط التفاعل. يمكن ملاحظة التأثير التالي على تكوين الراسب.

التجربة رقم (1): حجم المذيب 5 ملليلتر (أعلى تركيز للمتفاعلات) : تشكل الراسب الأخضر لمركب $Ni(C_2O_4)\cdot 2(H_2O)$ بعد حوالي **عشر دقائق**.يشير هذا إلى أن التركيز العالي نسبيًا للمتفاعلات في وسط التفاعل أدى إلى **سرعة عالية في عملية الترسيب وتكوين الناتج**.

التجربة رقم (2): حجم المذيب 10 ملليلتر (تركيز متوسط للمتفاعلات): تشكل الراسب الأخضر لمركب $Ni(C_2O_4)\cdot 2(H_2O)$ بعد حوالي **عشر دقائق**، على الرغم من مضاعفة حجم المذيب وبالتالي تخفيض تركيز المتفاعلات إلى النصف مقارنة بالتجربة الأولى، **لم يتأثر زمن تكون الراسب بشكل ملحوظ** .قد يشير هذا إلى أن التركيز لا يزال كافيًا لحدوث النواة والنمو البلوري بسرعة مماثلة.

التجربة رقم (3): حجم المذيب 15 ملليلتر (أقل تركيز للمتفاعلات): لم يتشكل راسب حتى بعد مرور قرابة شهرين. يوضح هذا بشكل قاطع أن انخفاض تركيز المتفاعلات بشكل كبير أدى إلى منع أو تأخير كبير في تكوين ناتج التفاعل ربما أصبح التركيز أقل من الحد اللازم لتجاوز طاقة النواة الحرجة وبدء عملية الترسيب بشكل فعال ضمن الإطار الزمني للتجربة.

يمكن استنتاج أن تركيز وسط التفاعل له تأثير كبير على عملية تكوين ناتج مركب $Ni(C_2O_4)\cdot 2(H_2O)$ في ظل الظروف التجريبية المحددة.

1. زيادة التركيز (تقليل حجم المذيب مع بقاء كمية المتفاعلات ثابتة) تؤدي إلى سرعة أكبر في تكوين الراسب.
2. تقليل التركيز بشكل كبير(زيادة حجم المذيب بشكل كبير) يمكن أن يمنع أو يؤخر بشكل كبير تكوين الراسب.

تشير هذه النتائج إلى أن هناك مدى مثالي لتركيز المتفاعلات لحدوث الترسيب بشكل فعال وسريع. تجاوز هذا المدى بالزيادة قد لا يؤدي إلى تأثير كبير على سرعة الترسيب، بينما الانخفاض الكبير دونه يعيق بشكل كبير عملية تكوين الناتج.

III-4تقييم كفاءة الإزالة :

تم تصميم التجربة بشكل منهجي لتقييم قدرة المادة المحضرة على امتزاز صبغتي الكونغو الأحمر والمثيل الأخضر من المحاليل المائية. استخدام تراكيز مختلفة من الملونات يسمح بدراسة تأثير التركيز الأولي على كفاءة الامتزاز.

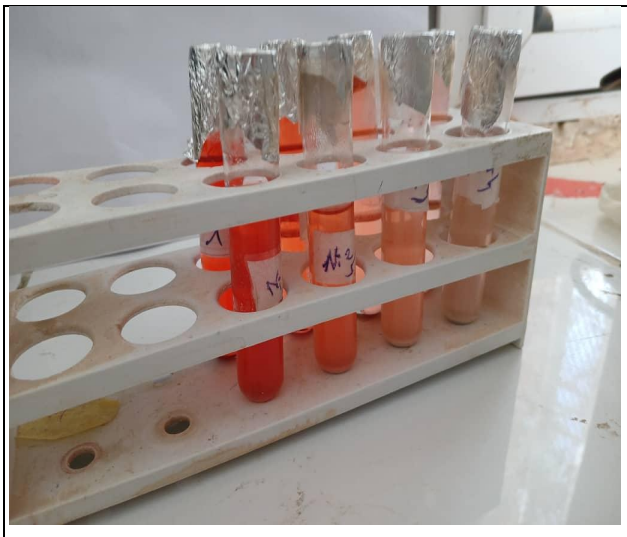
III-4-1تحضير المحاليل الملوثة :

تم اختيار صبغة الكونغو الحمراء والمثيل الاخضر كملوث لتقييم قدرة الامتزاز للمواد المصنعة، تم تحضير محلول مائي لكل منهما بتركيز 50 مغ/ل من صبغة الكونغو الأحمر(CR) باستخدام الماء المقطر، ثم تم إجراء تخفيفات متسلسلة للحصول على محاليل بتركيزات 25، 12.5، و6.25 مغ/ل.

III-4-2 إجراء تجارب الامتزاز:

تم وضع 10 مل من كل محلول في أنابيب زجاجية، وأضيفت إليها كمية ثابتة من مادة المحضرة مسبقًا(0.0293 غ). تم تحريك المعلّقات جيدًا، ثم تم تعريضها لضوء لمدة ثلاثة أيام متتالية. كما في الاشكال III–6 و III–7.

الشكل III-6 نتائج إزالة الملونات المثيل الاخضر



الشكل III-7 نتائج إزالة الملونات الكونغو الأحمر

بالنظر إلى المعلومات المقدمة والشكلينIII –6 و III–8 اللذين يمثلان نتائج إزالة ملونات المثيل الأخضر والكونغو الأحمر، يمكننا تقديم الملاحظات التالية:

يُظهر المحلول بعد المعالجة بقاء جزء من اللون، مما يدل على أن إزالة الصبغة لم تكتمل كلياً. وتشير النتائج إلى أن إزالة صبغة أخضر المثيل كانت أكثر فعالية مقارنة بصبغة الكونغو الأحمر، مما قد يعود إلى اختلاف في التركيب الكيميائي أو آلية التحلل الضوئي لكل صبغة.

III-4-3 **ظروف التجارب:** تم تحديد كمية المادة الممتزة (0.0293 غ) وحجم المحلول (10 مل) بشكل ثابت. التعريض للضوء لمدة ثلاثة أيام متتالية يمثل عاملًا زمنيًا مهمًا في عملية الامتزاز، وربما يهدف إلى دراسة الامتزاز طويل الأمد أو تأثير التحلل الضوئي المحتمل للملونات.

III-4-4**التمثيل المرئي للنتائج** :الشكلانIII –6 و III–7 يقدمان تمثيلًا مرئيًا لنتائج الإزالة لكل من الملونات. يعرض هذان الشكلان العلاقة بين تركيز الملون المتبقي في المحلول (نسبة الإزالة) والتركيز الأولي.

يظهر من الشكلIII –6 (المثيل الأخضر)، نلاحظ اختلافًا في كفاءة الإزالة بين الملونين عند نفس التراكيز الأولية. بحيث تُزال إحدى الصبغتين بنسبة أعلى من الأخرى، مما يشير إلى تفضيل المادة الممتزة لأحد الملونين على الآخر. يمكن أن يعزى هذا الاختلاف إلى الاختلافات في الخصائص الكيميائية والفيزيائية لكلا الملونين وتفاعلها مع سطح المادة الممتزة والمقارنة مع الشكلIII –7 (الكونغو الأحمر) أن نسبة إزالة صبغة الكونغو الأحمر تعتمد على التركيز الأولي للملون. وأن نسبة الإزالة تكون أعلى عند التراكيز الأولية

المنخفضة وتقل تدريجيًا مع زيادة التركيز الأولي. هذا يشير إلى محدودية في المواقع النشطة على سطح المادة الممتزة عند التراكيز العالية.

بما أن التجربة تعرضت للضوء لمدة ثلاثة أيام، فان هناك تأثير للتحلل الضوئي على الملونات. فبالاضافة الى الإزالة الناتجة عن الامتزاز يمكن ان نتكلم عن الإزالة الناتجة عن التحلل الضوئي عند تحليل النتائج. وتعزى هذه النقطة الى ضروري إجراء تجارب تحكم في الظلام لتقييم مساهمة التحلل الضوئي كافاق مستقبلية.

III-4-5نسبة إزالة الملوثات

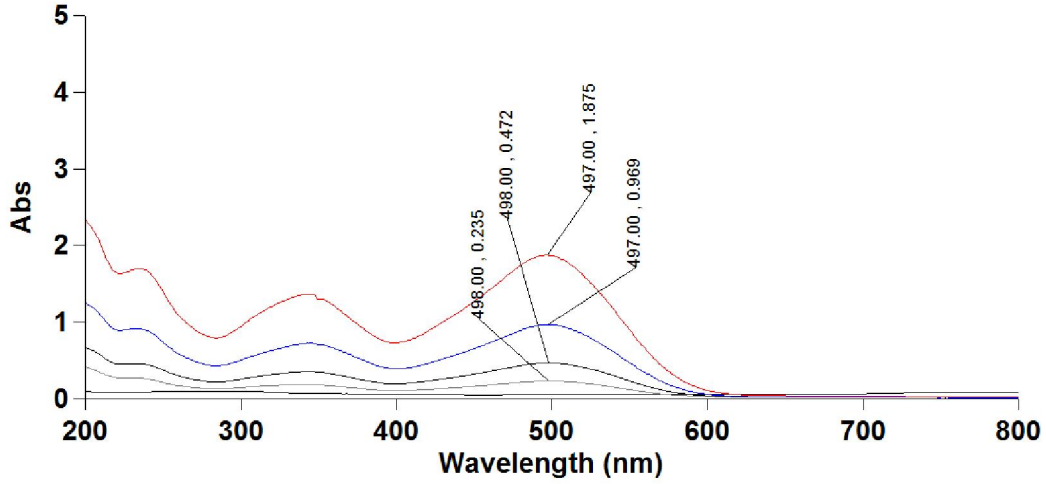
لتقييم فعالية المواد المازة في تنقية المياه الملوثة ب (أخضر المثيل _ كونغو الأحمر) تم حساب نسبة إزالة الملوثات وفق العلاقة التالية:

نسبة إزالة الملوث (%) = 100 × (التركيز الابتدائي – التركيز النهائي) / التركيز الابتدائي

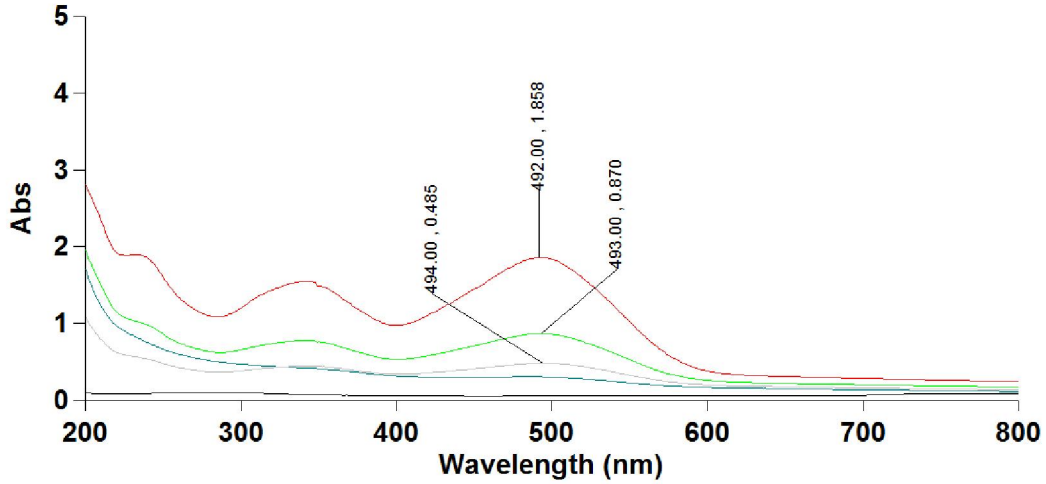
III-4-6تحليل إزالة ملوثات بتقنية الأشعة الفوق بنفسجية

1.تحليل ازالة ملوث الكونغو الاحمر بتقنية الاشعة الفوق بنفسجية

يمثل الشكل III–8 طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV–Visible) لإزالة الكونغو الأحمر بواسطة مركب النيكل، حيث يمثل اللون الأزرق التركيز الأعلى ثم الأخضر فالبني وصولًا إلى الأحمر كأقل تركيز، يمكننا تقديم الملاحظات التالية:



الشكل III-8-أ : اطياف مسجلة لمحلول الكونغو الأحمربتركيز مختلفة 25،50،12.25، 6.25،



الشكل III-8-ب : اط ياف مسجلة لمركب النيكل مع محلول الكونغو الأحمر بتركيز مختلفة 25،50، 12.2، 6.25

يوضح هذا الشكل III -8-أ طيف الامتصاص للكونغو الأحمر عند أربعة تراكيز مختلفة قبل إضافة مركب النيكل. نلاحظ وجود قمة امتصاص واضحة للكونغو الأحمر عند طول موجي أقصى (λmax) يقع حوالي 497–498 نانومتر. تتناسب شدة الامتصاص عند هذه القمة طرديًا مع تركيز الكونغو الأحمر. أعلى امتصاص (حوالي 1.875) يظهر عند أعلى تركيز (50والممثل بالمنحنى الأزرق)، بينما أقل امتصاص

(حوالي 0.235) يظهر عند أقل تركيز (6.25والممثل بالمنحنى الأحمر). يشير هذا الشكل إلى أن قياس الامتصاص عند هذا الطول الموجي يمكن استخدامه لتحديد تركيز الكونغو الأحمر في المحلول.

في حين يوضح هذا الشكل III-8-ب طيف الامتصاص للكونغو الأحمر بعد المعالجة بمركب النيكل بنفس التراكيز الأولية الموضحة في الشك III-8-أ.

بمقارنة الشكل III-8-ب بالشكلIII -8-أ، نلاحظ انخفاضًا كبيرًا في شدة قمة الامتصاص المميزة للكونغو الأحمر عند حوالي 497–498 نانومتر لجميع التراكيز. هذا الانخفاض يدل على إزالة جزء من صبغة الكونغو الأحمر من المحلول بواسطة مركب النيكل.

أ,فعالية الإزالة:

يمكننا تقييم فعالية الإزالة من خلال مقارنة قيم الامتصاص عند λmax في كلا الشكلين لكل تركيز :

- عند أعلى تركيز (50المنحنى الأزرق)، انخفض الامتصاص من حوالي 1.875 إلى حوالي 1.677. يشير هذا إلى إزالة جزء من الصبغة حتى عند أعلى تركيز.
- عند التركيز التالي (25المنحنى الأخضر)، انخفض الامتصاص من حوالي 0.969 إلى حوالي 0.658، مما يدل على فعالية أكبر في الإزالة مقارنة بالتركيز الأعلى.
- عند التراكيز الأقل (12.5المنحنى البني، و 6.25 المنحنى الأحمر)، نلاحظ انخفاضًا أكبر في الامتصاص ليقترب من خط الأساس (0)، مما يشير إلى كفاءة عالية لمركب النيكل في إزالة الصبغة عند هذه التراكيز المنخفضة.

ب.تغيرات طفيفة في شكل الطيف:

بالنظر إلى الشكلIII -8-ب ، قد نلاحظ تغيرات طفيفة في شكل الطيف بعد المعالجة بمركب النيكل، مثل انخفاض في حدة القمة أو ظهور امتصاصات جديدة ذات شدة منخفضة في مناطق أخرى من الطيف. هذه

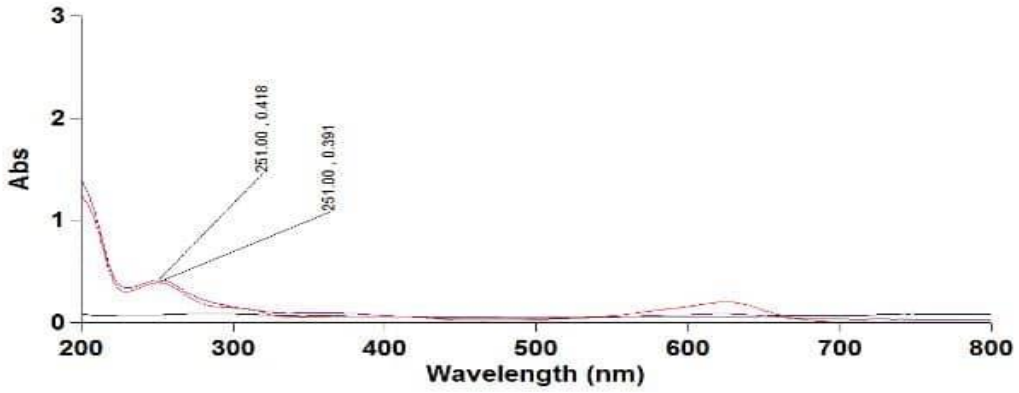
التغيرات يمكن أن تعطينا بعض المؤشرات حول آلية تفاعل مركب النيكل مع جزيئات الكونغو الأحمر، مثل التكسير الجزئي للصبغة أو تكوين مركبات جديدة.

نلاحظ ظهور قمة امتصاص جديدة عند حوالي 339 نانومتر في الشكل III-8-ب ، خاصة عند التراكيز الأعلى، مما قد يشير إلى تكون نواتج وسيطة أو تغير في بنية الصبغة. وتبقى هذه احتمالات للتاكد منها في افاق مستقبلية.

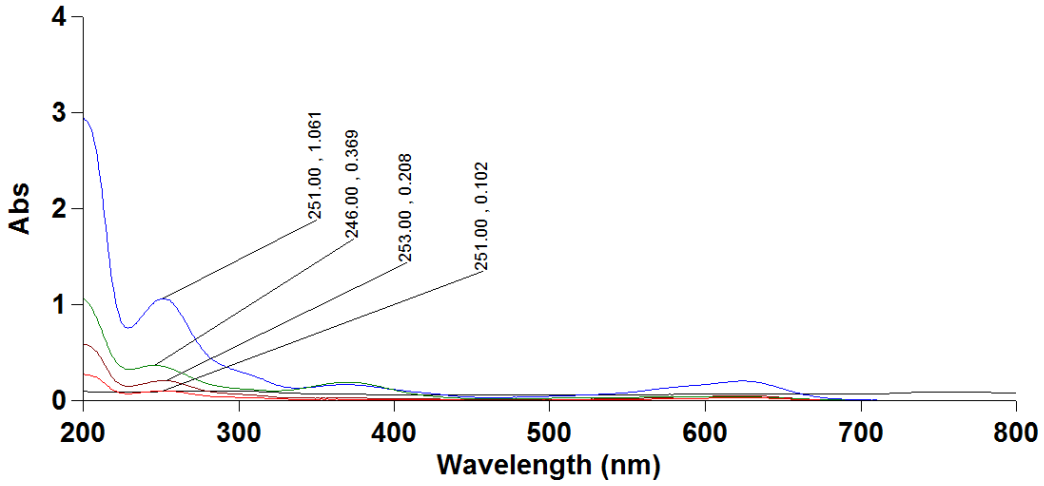
تؤكد الأشكال III-8-أوIII-8-ب بشكل واضح فعالية مركب النيكل في إزالة صبغة الكونغو الأحمر من المحلول المائي. تتناسب كفاءة الإزالة عكسيًا مع التركيز الأولي للصبغة، حيث تكون أعلى عند التراكيز المنخفضة. يشير الانخفاض الكبير في شدة الامتصاص عند الطول الموجي المميز للكونغو الأحمر بعد المعالجة بمركب النيكل إلى تفاعل فعال بين الممتز والصبغة. بالإضافة إلى ذلك، قد توفر التغيرات الطفيفة في شكل الطيف رؤى أولية حول الآلية المحتملة لعملية الإزالة.

2.تحليل ازالة ملوث المثيل الاخضر بتقنية الاشعة الفوق بنفسجية

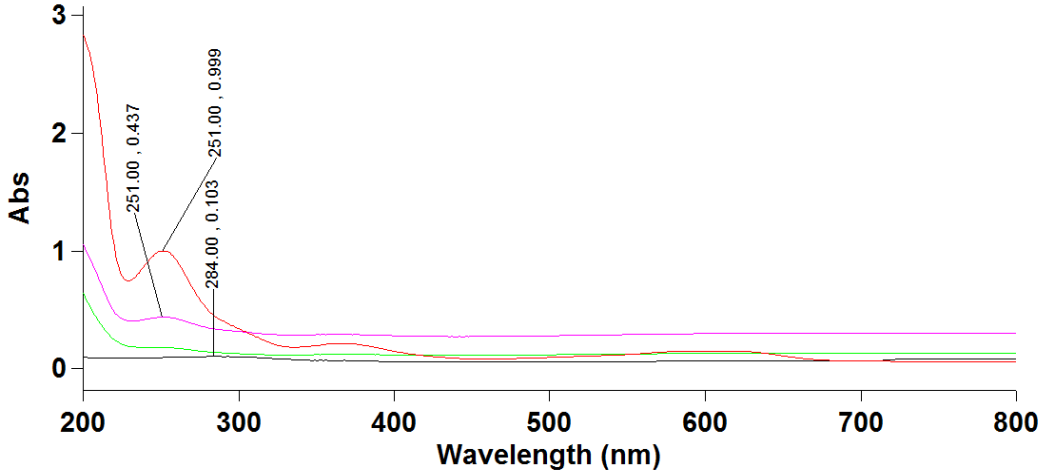
تمثل الأشكال III-9-أ، III-9-ب و III-9-ج طيف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية لإزالة المثيل الأخضر بواسطة مركب النيكل.



الشكل III-9-أ : طيف مسجلة مركب النيكل مع محلول المثيل الاخضر بتركيز 25



الشكل III-9-ب : اطياف مسجلة لمحلول المثيل الاخضر بتركيز مختلفة 12.5 ، 6.25،50،25



الشكل III-9-ج : اطياف مسجلة لمركب النيكل مع محلول المثيل الأخضر بتركيز مختلفة 12.25، 6.25، 50

يوضح الشكل III-9-أ طيف الامتصاص للمثيل الأخضر عند تركيز أولي قدره 50 قبل إضافة مركب النيكل.نلاحظ وجود قمة امتصاص رئيسية للمثيل الأخضر عند طول موجي أقصى (λmax) يقع حوالي 616 نانومتر، مع قيمة امتصاص تقارب 0.848. ويوضح الشكل III-9-ب أطياف امتصاص المثيل الأخضر بعد المعالجة بمركب النيكل عند أربعة تراكيز أولية مختلفة. بمقارنة هذا الشكل مع الشكل III-9-

أ (خاصة المنحنى الأزرق الذي يمثل التركيز الأولي 50 ، نلاحظ انخفاضًا في شدة قمة الامتصاص الرئيسية عند حوالي 616 نانومتر بعد المعالجة بمركب النيكل (أصبحت قيمة الامتصاص حوالي 0.302). هذا يشير إلى إزالة جزء من صبغة المثيل الأخضر من المحلول. عند مقارنة المنحنيات المختلفة في الشكل III-9-ب ، يبدو أن هناك علاقة بين التركيز الأولي والامتصاص المتبقي. المنحنى الأزرق (أعلى تركيز أولي) لا يزال يظهر أعلى امتصاص بعد المعالجة، بينما المنحنى الأحمر (أقل تركيز أولي وهو6.25) يظهر أقل امتصاص (يقترب من خط الأساس).

يظهر الشكل III-9-ج نمطًا مشابهًا للشكل III-9-ب ، حيث نرى انخفاضًا في الامتصاص بعد المعالجة بمركب النيكل. عند التركيز الأولي 50 ، (المنحنى الأزرق)، انخفض الامتصاص عند حوالي 616 نانومتر إلى حوالي 0.999. عند أقل تركيز أولي (6.25المنحنى الأحمر)، يقترب الامتصاص من الصفر.

أ.تحليل كفاءة الإزالة:

بشكل عام، تشير الأشكال III-9-ب و III-9-ج إلى أن مركب النيكل قادر على إزالة صبغة المثيل الأخضر من المحلول المائي. يبدو أن كفاءة الإزالة تعتمد على التركيز الأولي للمثيل الأخضر. عند التراكيز الأولية المنخفضة، تكون نسبة الإزالة أعلى حيث يقترب الامتصاص من الصفر بعد المعالجة. عند التركيز الأولي الأعلى 50، لا يزال هناك امتصاص كبير متبقٍ بعد المعالجة، مما يشير إلى أن كمية مركب النيكل المستخدمة قد تكون غير كافية لإزالة كمية أكبر من الصبغة عند هذا التركيز، أو أن التفاعل يصل إلى حالة توازن.

توضح الأطياف أن مركب النيكل فعال في إزالة صبغة المثيل الأخضر من المحلول المائي، على الرغم من أن كفاءة الإزالة تبدو أعلى عند التراكيز الأولية المنخفضة للصبغة. تشير التغيرات في شدة

الامتصاص وشكل الطيف إلى تفاعل بين مركب النيكل وجزيئات المثيل الأخضر. للمزيد من الفهم حول آلية الإزالة، قد يكون من المفيد دراسة تأثير عوامل أخرى مثل كمية مركب النيكل المستخدمة، ودرجة الحموضة، ودرجة الحرارة.

III-4-7 مقارنة كفاءة إزالة الكونغو الأحمر و المثيل الأخضر

- الكونغو الأحمر (الأشكال III-8): لاحظنا انخفاضًا كبيرًا في امتصاص الكونغو الأحمر بعد المعالجة بمركب النيكل، خاصة عند التراكيز الأولية المنخفضة. المنحنيات الحمراء والبنية في الشكل III-8-ب اقتربت بشكل كبير من خط الأساس، مما يشير إلى إزالة فعالة للصبغة. حتى عند أعلى تركيز (المنحنى الأزرق)، كان هناك انخفاض ملحوظ في الامتصاص.
- المثيل الأخضر (الأشكال III-9): شهدنا أيضًا انخفاضًا في امتصاص المثيل الأخضر بعد المعالجة بمركب النيكل. ومع ذلك، عند أعلى تركيز (المنحنى الأزرق في III-9- ب و III-9-ج)، لا يزال هناك امتصاص كبير متبقٍ مقارنة بحالة الكونغو الأحمر. في المقابل، عند التراكيز المنخفضة للمثيل الأخضر (المنحنيات الحمراء)، كان الامتصاص المتبقي منخفضًا، مما يشير إلى إزالة جيدة.

III-4-8 الاستنتاج حول الأزالة الأفضل:

بناءً على المقارنة المرئية للانخفاض في الامتصاص في الأشكال، يبدو أن مركب النيكل أظهر أزالة أفضل في إزالة صبغة الكونغو الأحمر مقارنة بالمثيل الأخضر، خاصة عند التركيزات الأولية المنخفضة. قد يكون هناك عدة أسباب لهذا الاختلاف في الأزالة:

- الاختلاف في البنية الكيميائية: يمتلك الكونغو الأحمر والمثيل الأخضر هياكل جزيئية مختلفة. قد يكون لمركب النيكل تفاعلات كيميائية أو فيزيائية أفضل مع جزيئات الكونغو الأحمر، مما يؤدي إلى امتزاز أو تكسير أكثر فعالية.
- آلية التفاعل: قد تكون آلية إزالة الكونغو الأحمر بواسطة مركب النيكل أكثر ملاءمة من آلية إزالة المثيل الأخضر. على سبيل المثال، قد يكون مركب النيكل قادرًا على تكوين روابط أقوى مع الكونغو الأحمر أو تحفيز تفاعلات تدهور أكثر كفاءة.
- تأثير التركيز: على الرغم من أن الإزالة كانت فعالة لكلا الصبغتين عند التراكيز المنخفضة، يبدو أن قدرة مركب النيكل على التعامل مع التركيزات العالية من الكونغو الأحمر كانت أفضل نسبيًا.

الخاتمة

في هذا العمل، تمكّنا من تحضير مادة هجينة بسيطة متمثلة في مركب نيكل أوكسالات ثنائي الهيدرات ($Ni(C_2O_4)•2(H_2O$)، وتم توصيفها باستخدام مجموعة من التقنيات الفيزيائية والكيميائية (FTIR، UV–Vis، DRX، وMEB) للتأكد من بنيتها وخصائصها السطحية. وقد بيّنت نتائج الدراسة أن هذا المركب يُظهر كفاءة معتبرة في إزالة صبغتين صناعيتين شائعتين هما الكونغو الأحمر والمثيل الأخضر من محاليل مائية تحاكي مياه الصرف الصناعي النسيجي.

أظهرت تجارب الامتزاز أن فعالية المادة تختلف باختلاف نوع الصبغة وتركيزها الأولي، حيث كانت كفاءة الإزالة أعلى عند التراكيز المنخفضة، وبرزت قدرة النيكل أوكسالات بشكل خاص في إزالة صبغة الكونغو الأحمر مقارنة بالمثيل الأخضر. تعكس هذه النتائج الإمكانات الواعدة لهذه المادة كممتز هجين فعال ومنخفض التكلفة لمعالجة المياه الملوثة بالملونات الصناعية، ما يمهد الطريق نحو تطوير حلول بيئية أكثر استدامة وبساطة.

تُعد هذه الدراسة خطوة أولى نحو استكشاف أوسع لاستخدام مركبات انتقالية وهجينة في مجال معالجة المياه، ونقترح مستقبلاً توسيع نطاق الدراسة ليشمل تأثير العوامل التشغيلية الأخرى مثل درجة الحرارة، pH، وإعادة استخدام المادة في دورات متعددة لتحسين الجدوى التطبيقية لهذه التقنية.

الآفاق المستقبلية:

بناءً على نتائج هذا البحث، يمكن اقتراح العديد من الآفاق المستقبلية لتعزيز هذا العمل وتوسيع نطاقه:

1. تحسين كفاءة الإزالة:

- **تعديل المادة الهجينة** :يمكن استكشاف طرق لتعديل سطح مركب النيكل أوكسالات لزيادة قدرته على الامتزاز أو تحفيز تفاعلات التدهور للملونات، مثل تضمين مواد أخرى نانوية أو وظيفية.
- **دراسة تأثير العوامل المختلفة** :إجراء دراسات منهجية لتحديد الظروف المثلى لعملية الإزالة، مثل درجة الحموضة، درجة الحرارة، جرعة الممتز، وزمن التلامس، لكل نوع من الملونات الصناعية.
- **استكشاف مواد هجينة أخرى** :تصنيع ودراسة مواد هجينة أخرى تعتمد على معادن مختلفة أو ليجندات عضوية أخرى لتقييم فعاليتها في إزالة مجموعة أوسع من الملونات الصناعية.

2. فهم آلية الإزالة:

- **دراسات الامتزاز المتقدمة** :إجراء دراسات تفصيلية لنمذجة عملية الامتزاز (مثل نماذج Langmuir و Freundlichو (Temkin لفهم طبيعة التفاعلات بين الممتز والملوثات.
- **تحليل نواتج التدهور** :إذا لوحظ تدهور للملونات، يجب تحديد وتحليل النواتج الثانوية المتكونة لتقييم مدى سميتها وتحديد مسارات التفاعل.

3. توسيع نطاق التطبيق:

- **دراسة إزالة خليط من الملونات** :تقييم فعالية المادة الهجينة في إزالة خليط من الملونات الصناعية الشائعة الوجود في النفايات السائلة النسيجية الحقيقية.

- **تطبيق على نفايات سائلة حقيقية** :اختبار فعالية المادة الهجينة على عينات حقيقية من النفايات السائلة النسيجية بعد معالجتها الأولية.

4. **تطوير عمليات قابلة للتطبيق على نطاق واسع:**

- **تصميم مفاعلات معالجة** :استكشاف إمكانية تصميم مفاعلات معالجة تعتمد على استخدام مركب النيكل أوكسالات أو مواد هجينة مشابهة بطرق فعالة واقتصادية.
- **دراسة إعادة استخدام الممتز** :تقييم إمكانية تجديد وإعادة استخدام مركب النيكل أوكسالات بعد عملية الامتزاز لتقليل التكاليف البيئية والاقتصادية.

5. **التحليل الاقتصادي والبيئي:**

- **تقييم التكلفة** :إجراء تحليل اقتصادي لعملية تصنيع واستخدام المادة الهجينة مقارنة بالطرق التقليدية لمعالجة النفايات السائلة النسيجية.
- **التقييم البيئي لدورة الحياة** :دراسة الآثار البيئية لدورة حياة المادة الهجينة، من التصنيع إلى التخلص النهائي.

المراجع

باللغة العربية

[1]: الخراز م، الشريف ع م، مادري ح، ساسي م س. تقييم كفاءة مخلفات أوراق الشاي الأحمر في امتزاز صبغة الميثيلين الأزرق من النفايات السائلة: دراسة تجريبية لعوامل الأيزوثيرم والحركية والديناميكية الحرارية. Arabian J Sci Res. 2024;5(1).

[7] أ. بحة أ، طويل أ. تحضير وتشخيص مادة مازة انطلاقًا من مخلفات النخيل (السعف) وتطبيقها في إزالة تلوث الماء بصبغة أزرق الميثيلين. ماستر أكاديمي. جامعة الشهيد حمة لخضر الوادي؛ 2018.

[8] ناصري إ، حمادة إ. امتزاز صبغة البلورة البنفسجية من محاليلها المائية بواسطة أطيان الإيليت بطريقة الدفعات والعمود. ماستر. جامعة قاصدي مرباح ورقلة؛ 2019.

[43] سعيد ع أ. التحليل الكيميائي الآلي. عدن: كلية العلوم، جامعة عدن؛ 2022.

[45] بن عزية،اوكادي. توليف، توصيف، نمذجة ودراسة النشاط المضاد للبكتيريا في المختبر لمعقدات الكوبالت II والنيكل II مع حمض الأكساليك و4،4-بيبيريدين كمرتبطات. ماستر أكاديمي. جامعة قاصدي مرباح ورقلة؛ 2020.

باللغة الأجنبية

[2]**:** Suteu D, et al. Using of industrial waste materials for textile wastewater treatment. Environ Eng Manag J. 2009;8(5):1097–102.

[3]**:** Khalaji AD. Removal of methyl green dye using nickel oxide nanoparticles. J Color Sci Tech. 2021;15:71–7.

[4]**:** Othmani A, et al. Textile wastewater purification using an elaborated biosorbent hybrid material (luffa–cylindrica–zinc oxide) assisted by alternating current. Water. 2019;11(7):1326.

[5]**:** Abdal Kareem MA Dawagreh. Environmental Pollution. Al-Balqa' Applied University; 2017.

[6] Redouane A, Aouali A. Caractérisation physico-chimique des eaux superficielles de l'Oued Agrioun de la région de Bejaia [Mémoire de fin de cycle]. Université Abderrahmane MIRA de Bejaia; 2012.

[9]**:** Keskin B, et al. Pilot and full-scale applications of membrane processes for textile wastewater treatment: A critical review. J Water Process Eng. 2021;42:102172.

[10]**:** Azanaw A, et al. Textile effluent treatment methods and eco-friendly resolution of textile wastewater. Case Stud Chem Environ Eng. 2022;6:100230.

[11]**:** Pereira L, Alves M. Dyes—environmental impact and remediation. In: Environmental protection strategies for sustainable development. Springer Netherlands; 2011. p. 111–62.

[12]**:** Islam MT, et al. Synthetic dyes for textile colouration: Process, factors and environmental impact. Text Leather Rev. 2022;5:327–73.

[13] **:**Arora S. Textile dyes: It's impact on environment and its treatment. J Bioremediation Biodegrad. 2014;5(3):1.

[14]: Dutta P, et al. Effects of textile dyeing effluent on the environment and its treatment: A review. Eng Appl Sci Lett. 2022;5:1–17.

[15]: Alegbe EO, Uthman TO. A review of history, properties, classification, applications and challenges of natural and synthetic dyes. Heliyon. 2024.

[16]: Sakkas VA, et al. Photocatalytic degradation using design of experiments: A review and example of the Congo red degradation. J Hazard Mater. 2010;175(1–3):33–44.

[17]: Jain R, Sikarwar S. Photocatalytic and adsorption studies on the removal of dye Congo red from wastewater. Int J Environ Pollut. 2006;27(1–3):158–78.

[18]: Wang X, Jiang J, Gao W. Reviewing textile wastewater produced by industries: Characteristics, environmental impacts, and treatment strategies. Water Sci Technol. 2022;85(7):2076–96.

[19]: Ameta SC, Ameta R, editors. Advanced oxidation processes for wastewater treatment: Emerging green chemical technology. Academic Press; 2018.

[20]: Kickelbick G. Introduction to hybrid materials. Hybrid Mater. 2007;1:2.

[21]: Rejab MRBM, et al. Historical development of hybrid materials. Mater Sci Mater Eng. 2020;4:445–55.

[22]: Férey G. Hybrid porous solids: Past, present, future. Chem Soc Rev. 2008;37(1):191–214.

[23]: Zhang X, et al. Functionalized metal-organic frameworks for photocatalytic degradation of organic pollutants in environment. Chemosphere. 2020;242:125144.

[24]: Alshabanat MN, Al-Anazy MM. An experimental study of photocatalytic degradation of Congo red using polymer nanocomposite films. J Chem. 2018;2018:9651850.

[25]: Masoomi MY, Morsali A, Junk PC. Rapid mechanochemical synthesis of two new Cd(II)-based metal–organic frameworks with high removal efficiency of Congo red. CrystEngComm. 2015;17(3):686–92.

[26]: Shekardasht MB, et al. Preparation of a novel Z-scheme g-C3N4/RGO/Bi2Fe4O9 nanophotocatalyst for degradation of Congo Red dye under visible light. Diam Relat Mater. 2020;109:108008.

[27]: Pascariu P, et al. Innovative low-cost carbon/ZnO hybrid materials with enhanced photocatalytic activity towards organic pollutant dyes' removal. Nanomaterials. 2020;10(9):1873.

[28]: Khalaf EI, et al. Enhancing the photoinduced via a novel nano-combination of terbium oxide and nickel oxide on graphene oxide surface: Cytotoxicity and water treatment. Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc. 2023;286:121949.

[29]: Paul AK, Sanyal U, Natarajan S. Use of polyazaheterocycles in the assembly of new cadmium sulfate frameworks: Synthesis, structure, and properties. Cryst Growth Des. 2010;10(9):4161–75.

[30]: Solanki PD, et al. Photocatalytic applications of Nickel pyrophosphate nanoparticles in wastewater treatment. J Mater Sci Mater Electron. 2024;35(17):1141.

[31]: Ayodhya D, Veerabhadram G. Facile fabrication, characterization and efficient photocatalytic activity of surfactant free ZnS, CdS and CuS nanoparticles. J Sci Adv Mater Devices. 2019;4(3):381–91.

[32]: Nassar MY, et al. A facile hydrothermal synthesis of S-VO2-cellulose nanocomposite for photocatalytic degradation of methylene blue dye. Processes. 2023;11(5):1322.

[33]: Zhang F, et al. A facial method to synthesize Ni(OH)2 nanosheets for improving the adsorption properties of Congo red in aqueous solution. Powder Technol. 2013;235:121–5.

[34]: Hojjati-Najafabadi A, et al. Controllable synthesis of nanostructured flower-like cadmium sulfides for photocatalytic degradation of methyl orange under different light sources. J Water Process Eng. 2024;59:105002.

[35]: Suchelmaei MK, Khalaji AD. Cellulose grafted malic acid@metal sulfides as adsorbents for removal of methyl green dye from aqueous solutions. Results Chem. 2024;11:101773.

[36]: Ur Rehman A, et al. Facile synthesis of barium-doped cadmium sulfide quantum dots for the treatment of polluted water: Experimental and computational investigations. ACS Omega. 2022;7(50):46325–36.

[37]: Shi W, et al. Magnetic nano-sized cadmium ferrite as an efficient catalyst for the degradation of Congo red in the presence of microwave irradiation. RSC Adv. 2015;5(63):51027–34.

[38]: Tadjarodi A, et al. Preparation of CdO rhombus-like nanostructure and its photocatalytic degradation of azo dyes from aqueous solution. Nanomater Nanotechnol. 2014;4:16.

[39]: Deng C, et al. 1D hierarchical CdS NPs/NiO NFs heterostructures with enhanced photocatalytic activity under visible light irradiation. Adv Powder Technol. 2020;31(8):3158–67.

[40]: Betseba AH, et al. Synthesis and characterization of nickel-based MOFs: Enhancing photocatalysis and targeted cancer drug delivery. J Indian Chem Soc. 2024;101(10):101335.

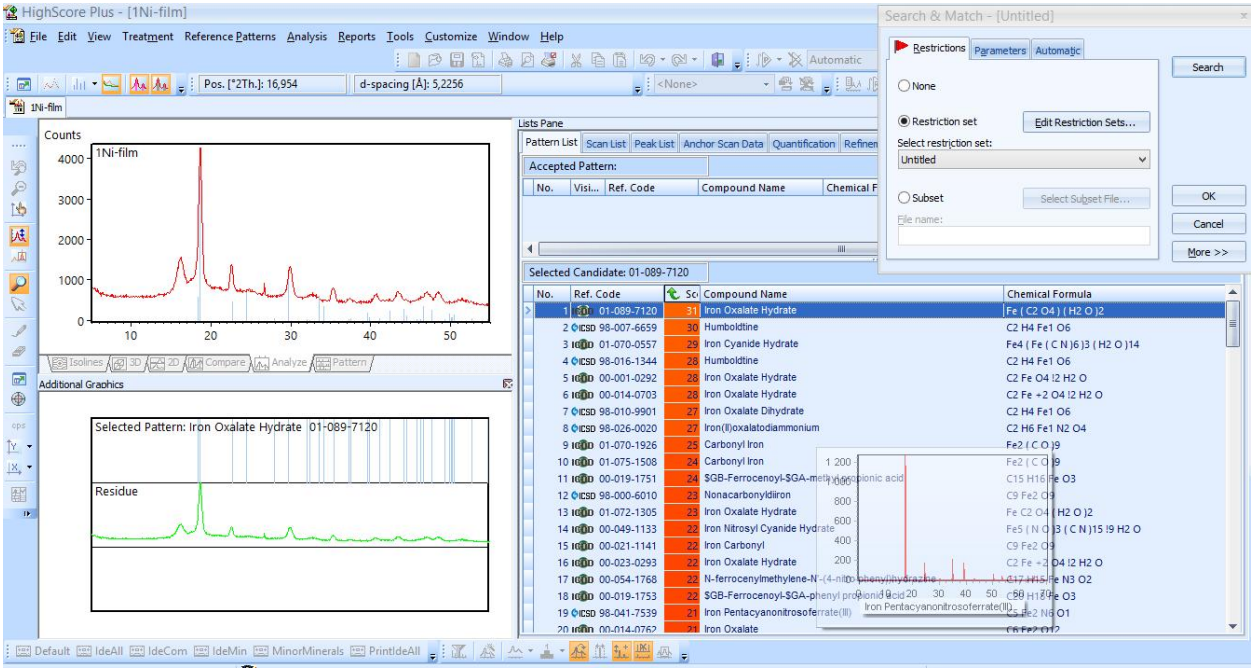
[41]: Mohamed EA, et al. Highly efficient and rapid removal of Congo red dye from textile wastewater using facile synthesized Mg/Ni/Al layered double hydroxide. Sci Rep. 2025;15(1):2183.

[42]: Balci M. Basic 1H- and 13C-NMR spectroscopy. Elsevier; 2005.

[44]**:** Olatunji MA, et al. Polypyrrole-based nanocomposite adsorbents and its application in removal of radioactive materials. In: Polymer-based nanocomposites for energy and environmental applications. Woodhead Publishing; 2018. p. 465–89.

[46]**:** Bîrzescu M, et al. Synthesis and thermal analysis of the nickel (II) oxalate obtained through the reaction of ethylene glycol with Ni(NO3)2•6H2O. Rev Roum Chim. 2014;59(6–7):555–63.

الملاحق



المركب	الصيغة	المتفاعلات	طريقة التحضير	استخدامه	المرجع
اكسالات الحديد	$Fe(C_2O_4)\cdot 2H_2O$	كبريتات الحديدوز الأمونيومية حمض الأكساليك.	تم الحصول على أوكسالات الحديد الثنائي Fe(II) من خلال خلط بطيء لمحاليل مخففة من كبريتات الحديدوز الأمونيومية وحمض الأكساليك. عند العمل بفائض بسيط من الحمض يتم الحصول بشكل تفضيلي على α-$Fe(C_2O_4)\cdot 2H_2O$، بينما يتم الحصول على β- $Fe(C_2O_4)\cdot 2H_2O$ عن طريق تقليل تركيز الحمض [14]. تم توصيف الراسبين الميكروبلوريين من خلال أنماط حيود الأشعة السينية الخاصة بهما باستخدام مقياس حيود Philips PW 1710 وإشعاع Cu-Kα (λ = 1.5425 Å) تحضير عينات β- $Fe(C_2O_4)\cdot 2H_2O$ الجزئية التبادل بالديوتيريوم، تم اتباع نفس الطريقة المذكورة أعلاه، ولكن باستخدام 3 مل من D_2O (الماء الثقيل) على نطاق صغير.	تحسين الفهم البنيوي (الهيكلي) لمركبات أوكسالات الحديد الثنائية والثلاثية. تحليل الخصائص الاهتزازية (الطيفية) باستخدام: طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) طيف رامان طيف Mössbauer للحديد-57. تمييز الأشكال البلورية المختلفة (α و β) لمركب $FeC_2O_4\cdot 2H_2O$، بالرغم من أن الدراسة أظهرت أن هذه الأشكال لا يمكن تمييزها بسهولة بسبب التشابه البنيوي الكبير. اقتراح نموذج بنيوي (هيكلي) لمركب $Fe_2(C_2O_4)_3\cdot 4H_2O$ اعتمادا على البيانات الطيفية.	D'ANTONIO, Maria C., et al. Spectroscopic investigations of iron (II) and iron (III) oxalates. Journal of the Brazilian Chemical Society, 2009, 20: 445-450.
اكسالات النحاس	CuC2O4·0.02 H2O، CuC2O4·0.1 H2O	لكبريتات النحاس أكسالات البوتاسيوم	تم تحضير أكسالات النحاس الثنائي [3] عن طريق الترسيب من محاليل مائية لكل من كبريتات النحاس الثنائي (0.20 مول/لتر) وأكسالات البوتاسيوم (0.13 مول/لتر). تم تجفيف الناتج في	دراسة السلوك الحراري للمركب تحت غازات مختلفة (مثل الأرجون والنيتروجين)	LAMPRECHT, Emmanuel; WATKINS, Gareth M.; BROWN, Michael E. The thermal decomposition of copper (II) oxalate revisited. Thermochimica

					acta, 2006, .446.1-2: 91-100
اكسالات المغنيزيوم	$[Mg(O_4C_2)\cdot 2H_2O]$	خلات المغنيسيوم رباعية الهيدرات الماء المقطر أوكسالات البوتاسيوم	تم تحضير أوكسالات المغنيسيوم $[Mg(O_4C_2)\cdot 2H_2O]$، المركب الأولي، وفقا للإجراء التالي: تم إذابة 2 مليمول من خلات المغنيسيوم رباعية الهيدرات $(CH_3COO)_2Mg\cdot 4H_2O$ في 10 مل من الماء المقطر لتكوين محلول متجانس. ثم تمت إضافة كمية متكافئة من أوكسالات البوتاسيوم، مذابة في نفس الحجم من الماء المقطر، بالتنقيط إلى المحلول السابق تحت التحريك المغناطيسي. استمر التحريك لمدة 15 دقيقة تقريبا، فتكون راسب أبيض تم فصله وغسله عدة مرات بالإيثانول، ثم جفف عند درجة حرارة $50°C$. تم توصيف مركب أوكسالات المغنيسيوم $[Mg(O_4C_2)\cdot 2H_2O]$ باستخدام التحليل العنصري، الأشعة تحت الحمراء (FT-IR)، حيود الأشعة السينية XRD، والتحليل الحراري الوزني (TGA).		MOHANDES, Fatemeh; DAVAR, Fatemeh; SALAVATI-NIASARI, Masoud. Magnesium oxide nanocrystals via thermal decomposition of magnesium oxalate. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 2010, .71.12: 1623-1628
اكسالات الكوبالت و اكسالات الحدسد	$Co(ox)_2(phen)_2\cdot 4H_2O$ $Fe(ox)_2(phen)_2\cdot 2H_2O$	نترات الكوبالت مونوهيدرات 1،10-أورثوفينانثرولين، حمض الفوسفوريك، حمض الأكساليك ثنائي الهيدرات الماء والايثانول أورثوفينانثرولين مونوهيدرا حمض الأوكساليك ديهيدرات محلول مائي	تم تحضير هذا المركب من خلال تفاعل نترات الكوبالت $Co(NO_3)_2\cdot 6H_2O$، ومونوهيدرات 1،10-أورثوفينانثرولين، وحمض الفوسفوريك، وحمض الأكساليك ثنائي الهيدرات بنسبة (1:2:1:1) في خليط من الإيثانول/الماء (1:1 حجما لحجم). تم تسخين الخليط الناتج حتى نقطة الغليان وتحريكه لمدة ساعتين. تكون راسب وردي فورا. وبعد يومين، تم الحصول على بلورات وردية مفردة بواسطة التبخر البطيء من المحلول المائي في درجة حرارة الغرفة.	دراسة التركيب البلوري: تم استخدام المعقدات لدراسة تركيبها البلوري من خلال تقنيات حيود الأشعة السينية أحادية البلورة، مما سمح بتحديد الأشكال الهندسية التي تشكلها المركبات على المستوى الذري. الدراسات الطيفية: تم استخدام الطيف تحت الأحمر (IR) والأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis) لتحديد خصائص التفاعل والطيفية للمركبات، مما يساعد في فهم كيفية تفاعل هذه المركبات	ABDELHAK, Jawher, et al. Iron (III) and cobalt (III) complexes with oxalate and phenanthroline: synthesis, crystal structure, spectroscopy properties and magnetic properties. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 2014, .27: 1693-1700

				مع الضوء ومع الأيونات المختلفة. الخصائص المغناطيسية: تم قياس القابلية المغناطيسية للمركب في نطاق درجات حرارة مختلفة (K 300-5)، وتم ملاحظة سلوك بارامغناطيسي عند درجات الحرارة العالية مع حدوث تفاعلات مضادة مغناطيسية ضعيفة عند درجات الحرارة المنخفضة.	

الملخص:

خلال هذا العمل البحثي، تمكّنا من تحضير مركب مهجّن بالصيغة $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$، وذلك من خلال توصيفه باستخدام تقنيات التحليل الطيفي بالأشعة السينية (RX) والأشعة تحت الحمراء (IR)، بالإضافة إلى دراسة البنية المورفولوجية لسطحه عن طريق المجهر الإلكتروني الماسح (MEB). كما تم تحضير ثلاث عينات مهجنة من مركب النيكل، مما أتاح لنا تأكيد تركيب المركب المذكور. ، وفي منهجية التوصيف، اعتمدنا على برامج وتقنيات حديثة. كما شملت دراستنا تحليل تأثير تركيز وسط التفاعل على مردود المركب وبنيته النهائية، بالإضافة إلى تفسير أطياف الأشعة تحت الحمراء التي أكدت حدوث تفاعل بين الطور العضوي واللاعضوي، مما يدل على نجاح عملية التحضير.تم أيضًا دراسة كفاءة المركب باستخدام التحليل الطيفي بالأشعة فوق البنفسجية–المرئية (UV–Vis)، وقد بيّنت النتائج أن مركب $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$ يتمتع بكفاءة عالية في إزالة الأصباغ من المحاليل المائية. حيث أظهر أزا لة أفضل في إزالة صبغة الكونغو الأحمر مقارنة بالمثيل الأخضر.

Abstract :

During this research work, we successfully prepared a hybrid compound with the formula $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$, which was characterized using X-ray diffraction (XRD) and infrared (IR) spectroscopy techniques, as well as by studying its surface morphology through scanning electron microscopy (SEM). Three hybrid samples of the nickel compound were also prepared, which enabled us to confirm the structure of the synthesized compound. In the characterization methodology, we relied on modern software and techniques. Our study also included an analysis of the effect of the reaction medium concentration on the yield and final structure of the complex, along with the interpretation of the infrared spectra, which confirmed the interaction between the organic and inorganic phases, indicating the success of the synthesis process. The efficiency of the complex was further evaluated using UV-Vis spectroscopy, and the results showed that $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$ exhibits high efficiency in removing dyes from aqueous solutions. It demonstrated superior removal of Congo red dye compared to its green analog.

الملخص:

خلال هذا العمل البحثي، تمكّنا من تحضير مركب مهجّن بالصيغة $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$، وذلك من خلال توصيفه باستخدام تقنيات التحليل الطيفي بالأشعة السينية (RX) والأشعة تحت الحمراء (IR)، بالإضافة إلى دراسة البنية المورفولوجية لسطحه عن طريق المجهر الإلكتروني الماسح (MEB). كما تم تحضير ثلاث عينات مهجنة من مركب النيكل، مما أتاح لنا تأكيد تركيب المركب المذكور. ، وفي منهجية التوصيف، اعتمدنا على برامج وتقنيات حديثة. كما شملت دراستنا تحليل تأثير تركيز وسط التفاعل على مردود المركب وبنيته النهائية، بالإضافة إلى تفسير أطياف الأشعة تحت الحمراء التي أكدت حدوث تفاعل بين الطور العضوي واللاعضوي، مما يدل على نجاح عملية التحضير.تم أيضًا دراسة كفاءة المركب باستخدام التحليل الطيفي بالأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis)، وقد بيّنت النتائج أن مركب $Ni(C_2O_4)\bullet 2H_2O$ يتمتع بكفاءة عالية في إزالة الأصباغ من المحاليل المائية. حيث أظهر أزالة أفضل في إزالة صبغة الكونغو الأحمر مقارنة بالمثيل الأخضر.

الكلمات المفتاحية: مركب مهجن- البنيةالمورفولوجية – الأصباغ – صبغة الكونغو الأحمر- المثيل الأخضر.

Abstract :

During this research work, we successfully prepared a hybrid compound with the formula $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$, which was characterized using X-ray diffraction (XRD) and infrared (IR) spectroscopy techniques, as well as by studying its surface morphology through scanning electron microscopy (SEM). Three hybrid samples of the nickel compound were also prepared, which enabled us to confirm the structure of the synthesized compound. In the characterization methodology, we relied on modern software and techniques. Our study also included an analysis of the effect of the reaction medium concentration on the yield and final structure of the complex, along with the interpretation of the infrared spectra, which confirmed the interaction between the organic and inorganic phases, indicating the success of the synthesis process. The efficiency of the complex was further evaluated using UV-Vis spectroscopy, and the results showed that $Ni(C_2O_4)\cdot 2H_2O$ exhibits high efficiency in removing dyes from aqueous solutions. It demonstrated superior removal of Congo red dye compared to its green analog.

Keywords: Hybrid compound – Surface morphology – Dyes – Congo red dye – Green analog.