

تحضير الفضة النانوية بطريقة السول - جل ودراسة خصائصها

تغريد مسلم مريوش الساعدي

لؤي جعفر خضر السعدي

قسم الفيزياء / كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم) / جامعة بغداد

استلم في: 15 حزيران 2014 قبل في: 8 ايلول 2014

الخلاصة

حُضِر مسحوق الفضة النانوية بطريقة السول - جل بنجاح باستخدام نترات الفضة (AgNO_3) بصفته بادرة يضاف لها سترات الصوديوم ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3$) عاملاً مختزلاً وباستخدام المحرك المغناطيسي (Magnetic Stirrers) لخلط المحاليل وتسخينها ثم استخدمت آلة الطرد المركزي (centrifuge machine) لفصل الفضة النانوية عن المحلول ومن ثم تجفيفها في فرن بدرجة حرارة 40°C مدة 24 ساعة .
دُرست الخصائص التركيبية لمسحوق الفضة المحضرة من خلال استخدام جهاز حيود الاشعة السينية (XRD). اظهرت نتائج (XRD) ان تركيب الفضة النانوية هو مكعب متمركز الوجة (fcc) وبثابت شبكية ($4.086 \pm 0.006 \text{ \AA}$) وبمطابقتها مع الجداول القياسية (JCPDS) وجدت مطابقة تماماً للملف ذي الرقم 04-0783 الذي يعود للمجموعة الفضائية ($\text{Fm}\bar{3}\text{m}$ (space group) رقم (225).

حُسب حجم الحبيبات النانوية للعينات المحضرة باستعمال معادلة شيرر , إذ كان متوسط حجم الحبيبات من (18.84 nm – 50.23 nm) كما تم ايجادها باستعمال معادلة وليمسون - هول وكانت تتراوح من (10.11 nm – 39.60 nm) . كذلك حُسبت الكثافة الكتلية وكثافة الإنخلاعات وعامل التشكيل والمساحة السطحية للحبيبات النانوية . فضلاً عن ذلك فحصت العينات المحضرة بمجهر القوة الذرية (AFM) وقد كان متوسط قطر الحبيبات يتراوح بين (84.32 nm – 97.35 nm) , ومتوسط ارتفاعها تراوح بين (1.54 nm – 5.02 nm) .

الكلمات المفتاحية : الفضة النانوية , سول - جل , الحجم الحبيبي , حيود الاشعة السينية , مجهر القوة الذرية

المقدمة

أصبحت تقنية النانو في طليعة المجالات الأكثر أهمية وإثارة في حقول الفيزياء ، الكيمياء ، الأحياء والهندسة ومجالات عديدة أخرى ، وقد أعطى ذلك أملاً كبيراً لثورات علمية في المستقبل القريب ستغير وجهة التقنية في العديد من التطبيقات . لا يمكن تحديد عصر أو حقبة معينة لبروز تقنية النانو ولكن من الواضح أن من أوائل الناس الذين استخدموا هذه التقنية (من دون أن يدركوا ما أهميتها) هم صانعو الزجاج في العصور الوسطى ، إذ كانوا يستعملون حبيبات الذهب النانوية الغروية في التلوين . ويعضد ذلك كأس الملك الروماني لايكورجوس الموجود في المتحف البريطاني منذ القرن الرابع الميلادي الذي يحتوي على جسيمات من الذهب والفضة نانوية الحجم ، إذ يلاحظ تغير لون الكأس من اللون الأخضر إلى اللون الأحمر الغامق عندما يتعرض لمصدر ضوئي [1] .

يمكننا تعريف المواد النانوية بأنها تلك الفئة المتميزة من المواد المتقدمة التي يمكن إنتاجها بحيث تتراوح مقاييس أبعادها أو أبعاد حبيباتها الداخلية بين (1-100) nm وقد ادى صغر احجام ومقاييس تلك المواد الى ان تسلك سلوكاً مغايراً للمواد التقليدية كبيرة الحجم التي تزيد أبعادها عن (100) nm. ففي المقياس النانوي تتصرف الجسيمات بشكل مختلف تماماً عن تصرفها في المقاييس الأكبر ، إذ ان المواد عند مستوياتها النانوية تكتسب صفات وخصائص جديدة وذات منافع جمة من حيث التطبيقات وعلى سبيل المثال لا الحصر تغير اللون والخواص الكهربائية والمغناطيسية والتوصيل الحراري والعزل ودرجة الانصهار وانعكاسات الضوء ودرجة الصلادة والقوة والشفافية وغيرها [2,3] .

تُظهر المواد النانوية خصائص كهربائية وبصرية ومغناطيسية فريدة إذ لا تظهر هذه الخصائص بالكيفية نفسها في المواد (bulk) التي يكون قياسها فوق (100 nm) [4]. وهي تعتمد بقوة على حجم وشكل الجسيمات النانوية ، إذ ان حجم وشكل الجسيمات النانوية يعتمد هو الآخر على مدى التفاعل مع المثبتات والوسط المحيط وكذلك على اسلوب وطريقة التحضير. ان تحضير الجسيمات النانوية ودراسة احجامها وخصائصها هي من الاساسيات المهمة في البحوث الجديدة المتقدمة [5-7]. ومن المهم جداً السيطرة ليس فقط على حجم الجسيمات إنما على شكلها وطبيعتها سطحها. ان نقاوة المادة المذيبة ونظافتها وكذلك درجة حرارة المحلول وتركيز ملح المعدن وعامل الاختزال وزمن التفاعل هذه كلها تؤثر في حجم الجسيمات ، وان السيطرة على حجم وشكل جسيمات المعدن النانوية يبقى تحدٍ قائم [8].

ان نسبة المساحة السطحية الى الحجم التي تمتلكها الجسيمات النانوية تكون عالية جداً مقارنة بالمواد ذات الأحجام المايكروية أو الأكبر من ذلك ، إذ يمكن لبعض المواد النانوية ان تكون محفزات جيدة ، كما ان بعض الحبيبات النانوية تظهر تأثيراً ضد البكتيريا قد تمكن باحثون في جامعة هانج يانج في كوريا الجنوبية من ادخال جسيمات نانوية من الفضة الى المضادات الحيوية ، ومن المعروف ان الفضة قادرة على قتل حوالي (650) جرثومة من دون ان تؤذي الجسم البشري وتعد الفضة النانوية قادرة على قتل اخطر انواع الفايروسات ، مثل فايروس الكبد الوبائي ، وانفلونزا الطيور وقد اثبتت دراسات في جامعة تكساس على قدرتها على قتل فايروس الايدز خلال ثلاث ساعات فقط ولذلك فان نسبة المساحة السطحية العالية الى الحجم هي مهمة جداً في هذا النوع من البحوث وغيرها [9,10]. ويمكن تحضير جسيمات الفضة النانوية باستعمال طرائق مختلفة منها بايولوجية ، كيميائية [11] ، كهروكيميائية [12,13] ، باستخدام اشعة كاما وغيرها [12,14]. يمكن تعريف عملية السول-جل من وجهة نظر ثيرموديناميكية على أنها تشكيل طور صلب مستقر نسبياً عند درجة حرارة معينة، بدءاً من الطور السائل (المحلول)، والسول تعني محلول غرواني، بينما الجل هو مركب هلامي.

في عملنا هذا حُضرت الفضة النانوية من المحلول المائي لنترات الفضة باستعمال سترات الصوديوم عاملاً مختزلاً فضلاً عن دراسة الخصائص التركيبية وطبيعة السطح لحبيبات الفضة النانوية وذلك باستخدام جهاز حيود الاشعة السينية (XRD) ، و مجهر القوة الذرية (AFM) .

الجزء العملي

حُضرت الفضة النانوية باستعمال نترات الفضة ($AgNO_3$) مجهزة من (BDH England) وبنقاوة 99.5% وسترات الصوديوم ($C_6H_5O_7Na_3$) من (Dolder LTD Basle Switzerland) وبنقاوة تبلغ 98% ، واستعملت هذه المواد من دون إضافات ، إذ تم تهيئة محلول نترات الفضة (S_1) وذلك بإذابة وزن معين من نترات الفضة في (1000 ml) ماء مقطر ، ومن ثم تهيئة محلول سترات الصوديوم (S_2) بإذابة وزن من سترات الصوديوم في (1000 ml) ماء مقطر وتفاصيل الأوزان المستعملة والتراكيز المولارية للعينات الأربعة مدرجة بالجدول رقم (1).

بعد تهيئة المحلولين ثم وضع المحلول (S_1) على المحرك المغناطيسي (Magnetic Stirrers) مع تشغيل عنصر الحرارة (heat element) إلى أن وصل إلى حد الغليان وبعد ذلك أضيف المحلول (S_2) قطرة قطرة إلى المحلول (S_1) وبوجود الحركة والحرارة معاً . إن عملية التقطير هذه تستغرق حوالي (35 دقيقة) ، وبعد الإنتهاء من عملية الإضافة نلاحظ تغير لون المحلول ففي البداية يكون أصفر فاتح وبعد مدة من الزمن يصبح لونه أصفر شاحب وقد يتحول الى البني حسب التراكيز المستخدمة (كما يظهر في الشكل رقم (1)) عند ذلك يتم إبعاده عن عنصر التسخين ويترك ليبرد عند درجة حرارة الغرفة [12].

بعد ذلك إستخدمت آلة الطرد المركزي (centrifuge machine) نوع لابينت أمريكي المنشأ بسرعة 10000 rpm) مدة 10 min لكل دورة ترشيح باستخدام عبوات بلاستيكية ذات سعة (1.5-2.2) ml ثم جمعت المادة وأضيف لها الماء المقطر ووضعت مرة اخرى في آلة الطرد المركزي وكررت هذه العملية مرتين لغسل الناتج للتخلص من جميع

الأيونات الذاتية غير المتفاعلة وبعدها وضع الناتج في الفرن للتجفيف بدرجة حرارة (40°C) مدة يوم واحد بعدها تم إخراجها من الفرن وجمعت المادة , إذ كانت بشكل مسحوق (Powder) رمادي اللون كما في الشكل رقم (2) وبهذه الخطوات حُضرت العينة (A) و بالخطوات نفسها حُضرت بقية العينات (B , C , D).

النتائج والمناقشة

دراسة حيود الأشعة السينية

تم الحصول على انماط حيود الأشعة السينية بجهاز (Shimadzu XRD-6000) , باستخدام هدف النحاس ($CuK\alpha$) وبطول موجي (1.5406 Å) وبفولتية (40 KV) وتيار (30 mA) وبيين الشكل رقم (3) انماط حيود الأشعة السينية للعينات المحضرة (A,B,C,D) وظهرت انماط الحيود ست ذروات واضحة ضمن المدى الزاوي (30°-100°) تعود للسطوح (111) , (200) , (220) , (311) , (222) , (400) وهذه المؤشرات تدل على طبيعة التركيب لمسحوق الفضة النانوية المحضرة التي كانت عبارة عن مكعب متمركز الوجه (fcc) عند مطابقتها مع الجداول القياسية (JCPDS) , إذ يتطابق مع الملف ذي الرقم 04-0783 الذي يعود للمجموعة الفضائية ($Fm\bar{3}m$ space group) رقم (225) .

حساب حجم الحبيبات

من انماط حيود الأشعة السينية لمسحوق الفضة النانوية حُسب حجم الحبيبات للعينات المحضرة باستخدام معادلة ديبياي - شيرر (Debye – Scherer) [15].

$$D_{SH} = K\lambda / \beta_{hkl} \cos\theta \dots\dots\dots (1)$$

إذ تمثل D_{SH} : حجم الحبيبات حسب معادلة ديبياي - شيرر , λ : الطول الموجي للأشعة السينية , β : أقصى عرض عند منتصف الشدة , θ : زاوية سقوط الأشعة السينية , و K تمثل مقدار ثابت يعتمد على شكل الحبيبات النانوية ويساوي (0.94). وقد كان معدل حجم الحبيبات للعينات ($D_{SH(ave)}$) (A,B,C,D) هو (18.84 , 24.14 , 45.09 , 50.23) nm على التوالي وقد حُسب المعدل لحجم الحبيبات لكل عينة بحساب حجم الحبيبات لكل السطوح البلورية والنتائج مبينة في الجدول رقم (2) .

فضلاً عن ذلك حُسب حجم الحبيبات للعينات المحضرة باستخدام معادلة وليامسون - هول (Williamson – Hall) [16] (W-H).

$$\beta_{hkl} * \cos\theta = \left[\frac{K\lambda}{D} \right] + [4\epsilon * \sin\theta] \dots\dots\dots (2)$$

إذ ان ϵ تمثل الإنفعال الداخلي (Internal Strain) للحبيبات , وقد تم إيجاد معدل حجم الحبيبات بالرسم البياني بين ($\sin\theta$) على محور السينات و ($\beta_{hkl} * \cos\theta$) على محور الصادات و كما موضح في الشكل رقم (4) , إذ يمكن استخراج قيمة D (حجم الحبيبات) من خلال مقدار القطع لمحور الصادات والذي يمثل $\frac{K\lambda}{D}$ وقد كان حجم الحبيبات (D_{W-H}) للعينات (A,B,C,D) هو (10.11 , 18.98 , 32.23 , 39.60) nm على التوالي والنتائج مبينة في الجدول رقم (2). خلال المقارنة بين النتائج التي تم الحصول عليها باستخدام المعادلتين نلاحظ ان معدل حجم الحبيبات باستخدام معادلة (W-H) هو دائما اصغر من معدل حجم الحبيبات باستخدام معادلة ديبياي شيرر إذ اخذت معادلة (W-H) بنظر الاعتبار تأثير الإنفعال الداخلي للحبيبات إذ يعزى السبب في عرض القمم الى حجم الحبيبات و الإنفعال الداخلي في أن واحد . من جهة أخرى يلاحظ ان صغر حجم الحبيبات يزيد من الإنفعال الداخلي الذي يمثل $\Delta d/d$ والإشارة السالبة تدل على إنكماش الشبيكة.

حساب عامل التشكيل

يمكن وصف التوجيه التفضيلي لمستوى معين داخل البلورة في التراكيب متعددة التبلور بما يسمى بعامل التشكيل (Texture Coefficient) (TC) , إذ ان قيمته المساوية للواحد تعني ان البلّرات (crystallites) موجهة بشكل عشوائي مماثل لبطاقة (JCPDS) القياسية والأعلى من ذلك تؤكد ان اتجاه النمو البلوري للمستويات المفضلة (الاغلب) تكون ضمن هذا الاتجاه , اما الأقل من الواحد فهي متعددة التبلور ولكن باتجاهات غير موحدة , ومن ثم فان تحسن النمو البلوري للمادة مرتبط بقيمة هذا العامل [17,18] , وقد وُصِف هذا العامل اعتماداً على العلاقة الآتية : [19].

$$TC(hkl) = \frac{I_{(hkl)}/I_0(hkl)}{\sum_{N-1}^N I_{(hkl)}/I_0(hkl)} \dots\dots\dots (3)$$

إذ يمثل TC عامل التشكيل , $I(hkl)$: الشدة المقاسة عملياً , $I_0(hkl)$: الشدة القياسية الموجودة في بطاقة (JCPDS) , N : تمثل عدد الذروات الواضحة في مخطط الحيود ضمن المدى الزاوي المفحوص . والنتائج التي تم الحصول عليها للعينات المحضرة مبينة في الجدول رقم (3) , إذ لوحظ ان عامل التشكيل مقارب الى الواحد للقمة الرئيسية (111) مع وجود توجيه التفضيلي (preferred orientation) لجسيمات الفضة النانوية للعينات المحضرة على طول مستوى الحيود (220) , وقلة نمو طفيفة على طول المستوي (222) .

حساب كثافة الانخلاعات

يمكن تعريف الانخلاعات بانها عيب يحدث ضمن هيكل البلورة , وان وجود هذا العيب يؤثر بشدة في العديد من خصائص المواد , كما ان ترتيب الذرات او الجزيئات في معظم المواد البلورية ليست مثالية , وهكذا فان زيادة كثافة الانخلاعات ينطوي على صلادة اعلى [20] . حُسبت كثافة الانخلاعات للعينات المحضرة باستخدام العلاقة الاتية: [21].

$$\delta = \frac{15\beta_{hkl}\cos\theta}{4aD} \dots\dots\dots(4)$$

إذ تمثل δ كثافة الانخلاعات محسوبة لكل متر مربع , β_{hkl} : اقصى عرض عند منتصف الشدة , θ : زاوية سقوط الاشعة السينية , a : ثابت الشبكة بوحدة (m) , D : حجم الحبيبات بوحدة (m) . والنتائج التي تم الحصول عليها مبينة في الجدول رقم (4) , ان كثافة الانخلاعات تزداد كلما صغر حجم الجسيمات وهذا يتطابق تماماً مع النتائج التي حصلنا عليها [22] .

حساب ثابت الشبكة وكثافة الفضة

تم فهرسة أطراف الحبيبات يدوياً للحصول على معاملات ميلر وقد حُسب ثابت الشبكة للعينات المحضرة باستخدام العلاقة الاتية التي تعود للنظام المكعب :

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2(h^2+k^2+l^2)}{4a^2} \dots\dots\dots(5)$$

إذ تمثل λ الطول الموجي للاشعة السينية , (hkl) : معاملات ميلر , و θ : زاوية سقوط الاشعة السينية , و a : ثابت الشبكة , والنتائج التي تم الحصول عليها مبينة في الجدول رقم (5) , إذ يلاحظ وجود تطابق كبير مع مع بيانات الجداول القياسية (JCPDS) . فضلاً عن ذلك حُسبت كثافة الفضة للعينات المحضرة باستخدام بيانات الأشعة السينية وحسب العلاقة الاتية :

$$\rho_x = \frac{MN}{V} \dots\dots\dots(6)$$

إذ ρ تمثل كثافة الفضة , M تمثل الكتلة المولارية , N : عدد الذرات في خلية الوحدة , V تمثل حجم وحدة الخلية . بينت النتائج تطابق قيمة الكثافة المحسوبة عملياً من من بيانات الأشعة السينية والجداول التي قيمتها $(10.5g/cm^3)$ وكما مبين في الجدول رقم (5).

حساب المساحة السطحية

حُسبت المساحة السطحية لجسيمات الفضة النانوية المحضرة باستخدام العلاقة الاتية [23] .

$$S.A = \frac{6}{D\rho} \dots\dots\dots(7)$$

إذ تمثل $S.A$ المساحة السطحية للحبيبات , D : حجم الحبيبات , ρ : كثافة الفضة . والنتائج التي تم الحصول عليها مبينة في الجدول رقم (5) , ان المساحة السطحية تزداد كلما صغر حجم الحبيبات وهذا يتطابق تماماً مع النتائج التي تم الحصول عليها [23].

دراسة العينات باستخدام مجهر القوة الذرية (AFM)

يعد مجهر القوة الذرية (Atomic Force Microscopy) احد أنواع مجاهر المجس الماسح والمطور اعتماداً على تقنية المجهر النفقي الماسح ويمتاز هذا المجهر بقدرة تحليل عالية مقدارها $(0.1-1.0 \text{ nm})$ وقوة تكبير عالية مع امكانية تشغيله ضمن الضغط الجوي الاعتيادي ودون الحاجة الى تفريغ عال كما هو متعارف عليه في المجاهر الالكترونية. مُسحت الصور للعينات المحضرة بمساحة مقدارها تقريباً $(1.95\mu\text{m} \times 1.95 \mu\text{m})$ ويظهر الشكل رقم (5) نتائج فحص (AFM) للعينات المحضرة , ان متوسط قطر الحبيبات تراوحت بين $(84.32 \text{ nm} - 97.35 \text{ nm})$, ومتوسط ارتفاعها تراوحت بين $(1.54 \text{ nm} - 5.02 \text{ nm})$. يلاحظ ان حجم الحبيبات لمساحيق للفضة النانوية المحضرة يتناسب طردياً مع التركيز المولاري للمواد المستعملة في التحضير .

ان حجم الحبيبات التي تم الحصول عليها من صور (AFM) هي اكبر من تلك القيم التي تم الحصول عليها من قياسات (XRD) والسبب يعود الى ان الحبيبة الواحدة تتكون من مجموعة بلّرات (مصغر بلورة) , وجهاز AFM يقوم بتصوير السطح العلوي للحبيبات أما جهاز (XRD) فيحصل الحبيبات من السطوح البلورية للبلّرات التي تعد كل منها بمثابة بلورة ذات حجم مجهري . من جهة أخرى ان الحبيبات تستقر على السطح الاكبر مساحة وان الجزء الحساس من جهاز (AFM) (tip) يتحرك بصورة عمودية على العينة لذلك فان الحجم المقاس يمثل حجم الحبيبة ذي المساحة الأكبر , بينما في طيف حيود الأشعة السينية فان الأشعة تسقط بصورة مائلة على العينة اي على الوجه الأصغر من الحبيبة .

الاستنتاج

ان اصغر معدل حجم للحبيبات النانوية تم الحصول عليه هو للعينة (A) التي كانت تمثل اقل تركيز مولاري للمواد الداخلة في التفاعل , لذا يمكن القول بانه كلما قل التركيز قل معدل حجم الحبيبات بثبوت العوامل الاخرى , كذلك ان كثافة الانخلاعات تزداد كلما صغر معدل الحجم الحبيبي وهذا يؤدي الى اضعاف صفة الصلابة والقوة للجسيمات ذات الحجم

الصغير , ان المساحة السطحية تزداد كلما صغر حجم الحبيبات وهذا ما كان واضحاً للعينه (A) . كما ان عرض القمم الناتجة من حيود الأشعة السينية يزداد كلما صغر حجم الحبيبات ومن ثم زيادة الإنفعال الداخلي . من جهة أخرى ان التوجيه المفضل لجسيمات الفضة النانوية المحضرة كان على طول مستوي الحيود (220) وان القمة الرئيسية التي تعود للسطح (111) كانت نامية بشكل مطابق لما موجود في الملف القياسي JCPDS الذي يعود للفضة .

المصادر

1. Dutta and Hofmann H. (2005) Nanomaterials , Electronic Book .
2. Sherif El-Esk, M. and Arany , (2009) Journal of Nanopartecles , 2,(13-22).
3. Boer, K. ed. (2001) Semiconductor Physics , 1 and 2 , Wiley , New York .
4. Chen, C.; Wang, L.; Jiang, G. and Yu, H., (2006) Rev. Adv. Mater. Sci. , 11, 1.
5. Patil, H. B.; Borse, S. V.; Patil, D. R.; Patil, U. K. and Patil, H. M. (2011), Archives of Physics Research, 2, 3153.
6. Cao, G.; PhD Thesis, (2004) Imperial College, (London, UK).
7. Giri, N.; Natarajan, R. K.; Gunasekaran S.; Shreemathi S.; Sun Y. and Xia Y., (2011) Archives of Applied Science Research,, 3, 624.
8. BudiHarmami, S.; Sondari, D. and Haryono, A., (2008) Indonesian Journal of Materials, 233.
9. Choi, B.; Lee, H.; Jin, S.; Chun, S. and Kim, S.H, (2007) Nanotechnology, 1-5 .
10. Narayanan, S.S. and Pal, S.K. (2008) J.Phy.Chem.C, 112, 4874-4879.
11. IM Yakutik; Shevchenko ; GP and Rakhmanov, SK, (2004) The Formation of Monodisperse Spherical Silver Particles Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineerin Aspects 242. 175 – 179
12. Asta Sileikaite ; Igoris Prosycevas ; Judita Puiso ; Algimantas Juraitis and Asta Guobienė (2006) Analysis of Silver Nanoparticles Produced by Chemical Reduction of Silver Salt Solution. 1392–1320. Materiasl Science. 12 (4).
13. Vorobyova SA ; Lesnikovich AI and Sobal NS (1999) Preparation of Silver Nanoparticles by Interphase Reduction Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 152. 375 – 379.
14. Choi, S.H. ; Zhang, Y.P. ; Gopalan ,A. ; Lee, K.P. and Kang, H.D. (2005) Preparation of Catalytically Efficient Precious Metallic Colloids by γ -irradiation and Characterization Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 256. 165 – 170.
15. Jinnah, M.; Sheik Mohamed and Selvakumar, N. (2012) Effect of Strain in X-ray Line Broadening of MoSi₂-10% SiC Ceramic Nanocomposites by Williamson Hall Method , Eur. J. Sci. Res. , 79 (1) 82-88.
16. Rita John and Rajaram Rajakumari, (2012) Synthesis and Characterization of Rare Earth Ion Doped Nano ZnO, Nano-Micro Lett. 4 (2) 65-72.
17. Amilcar Bedoya Pinto (2007) Novel ferromagnetic semiconductors: Preparation and characterization of bulk-and thin film samples of Cu-doped ZnO” Ph.D Dissertation, Bayerische Akademie.
18. Caglar, M.; Caglar, Y. and Ilican, S. (2006) The determination of the thickness and optical constants of the ZnO crystalline thin film by using envelope method, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, 8,4,1410-1413.
19. Ilican S.; Caglar Y. and Caglar M., (Oct. 2008) " Preparation and characterization of ZnO thin films deposited by sol-gel spin coating method. Journal of optoelectronics and advanced materials, J. Opt. Elec. Adv. Mat. 10(10) 2578 - 2583.
20. Gubicza, J.; Chinh, NQ; Labar, JL; Hegedus, Z; Szommer, P.; Tichy G. and Langdon, TG., (2008) ,Delayed microstructural recovery in silver processed by equal-channel angular pressing. J.Mater.Sci.435672-5676.

21. Subbaiah, YPV.; Prathap, P. and Reddy KTR. (2006) Structural, electrical and optical properties of ZnS films deposited by close-spaced evaporation. Appl. Surf. Sci. 253(5): 2409 – 2415.
22. Bosea, P.; Bida, S.; Pradhana, S.K.; Palb, M. and Chakravortyb, D. (2002) ,X-ray characterization of nanocrystalline Ni₃ Fe , J.Alloys and Compounds 343 192–198.
23. Wani, IA ; Khaton, S.; Ganguly, A.; Ahmed, J.; Ganguli, Ak and Ahmad (2010) Mater Res Bull , 45 , 1033 – 8.

جدول رقم (1) : الاوزان والتراكيز المولارية للمواد المستعملة في تحضير الفضة

Sample	Mass of AgNO ₃ g	Volume of deionised water ml	Molar concentration M	Mass of C ₆ H ₅ O ₇ N _a ₃ g	Volume of deionised water ml	Molar concentration M
A	0.17	1000	0.001	0.26	100	0.01
B	0.765	1500	0.003	1.16	150	0.03
C	1.25	800	0.009	2.28	125	0.07
D	2.5	800	0.018	4.56	125	0.14

جدول رقم (2) :مواقع حيود براك والحجوم الحبيبية حسب معادلتى ديبياي – شيرر ووليامسون – هول والإنفعال

sample	2θ	D ₍₁₁₁₎ (nm)	2θ	D ₍₂₀₀₎ (nm)	2θ	D ₍₂₂₀₎ (nm)	2θ	D ₍₃₁₁₎ (nm)	2θ	D ₍₂₂₂₎ (nm)	D _{SH(ave.)} (nm)	D _{w-h} (nm)	ε * 10 ⁻³
A	38.017	14.36	44.12	13.87	64.37	18.48	77.35	14.58	81.34	32.96	18.84	10.11	-2.75
B	38.16	25.20	44.31	18.43	64.48	26.2	77.39	19.91	81.57	31	24.14	18.98	-0.7
C	38.34	42.25	44.52	37.25	64.65	45.29	77.59	47.14	81.74	53.51	45.09	32.23	-0.6
D	38.06	46.98	44.23	45.44	64.39	49.67	77.35	52.50	81.66	56.57	50.23	39.60	-0.37

جدول رقم (3) : معامل التشكيل للسطوح البلورية للعينات الاربعة

Sample	TC (111)	TC (200)	TC (220)	TC (311)	TC (222)
A	0.922	0.807	1.254	1.17	0.845
B	1.087	0.842	1.217	1.128	0.724
C	1.029	0.977	1.111	1.108	0.772
D	0.993	1.042	1.112	1.107	0.744

جدول رقم (4): كثافة الإنخلاعات محسوبة لكل متر مربع

Sample	$\delta_{(111)} * 10^{15}$ m^{-2}	$\delta_{(200)} * 10^{15}$ m^{-2}	$\delta_{(220)} * 10^{15}$ m^{-2}	$\delta_{(311)} * 10^{15}$ m^{-2}	$\delta_{(222)} * 10^{15}$ m^{-2}
A	6.15	6.58	3.72	5.97	1.17
B	2	3.74	1.85	3.2	1.32
C	0.71	0.92	0.62	0.57	0.44
D	0.57	0.61	0.5	0.46	0.39

جدول رقم (5): المساحة السطحية حسب معادلتى ديبياي - شيرر , وليامسون- هول و حساب الكثافة وثابت الشبكة

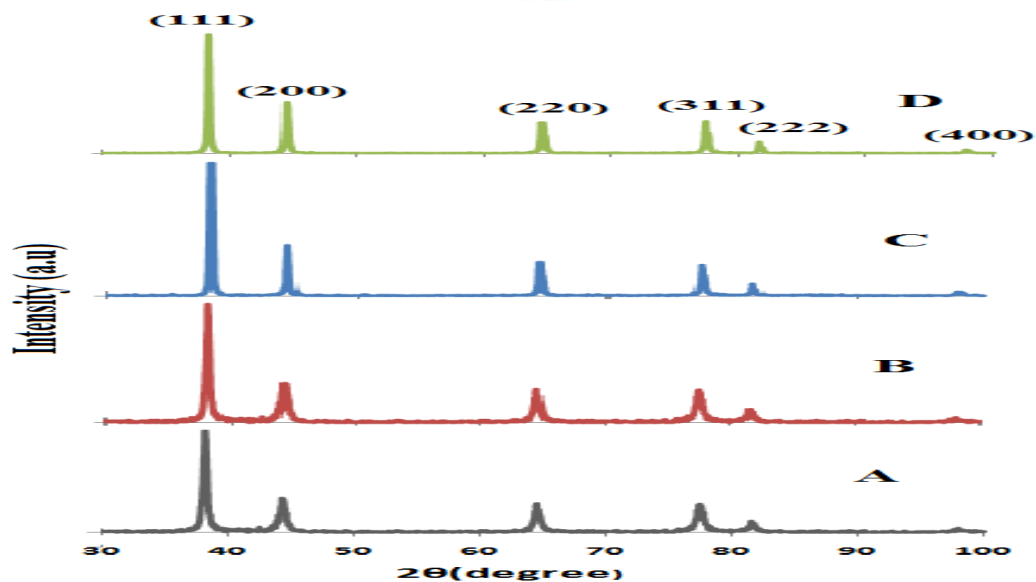
sample	$D_{SH(ave.)}$ (nm)	(S.A) _{SH} (m^2/g)	D_{W-H} (nm)	(S.A) _{W-H} (m^2/g)	D_{AFM} (nm)	(S.A) _{AFM} (m^2/g)	a (Å)	$\rho(g/cm^3)$
A	18.84	30.4	10.11	56.7	84.32	6.8	4.092	10.45
B	24.14	23.6	18.98	30	84.58	6.7	4.082	10.53
C	45.09	12.5	32.23	17.5	95.96	5.9	4.072	10.63
D	50.23	11.3	39.60	14.4	97.35	5.8	4.086	10.50



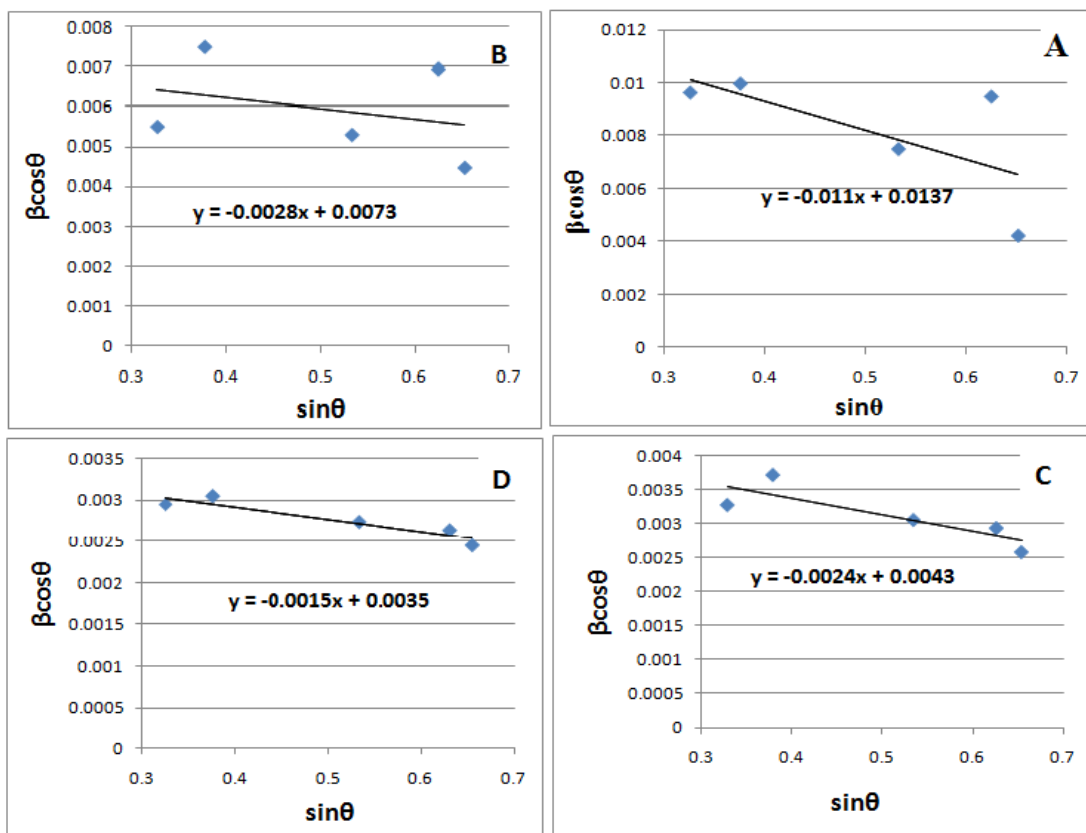
شكل رقم (2): مسحوق الفضة النانوية الرمادي اللون للعينات A D , C , B. المحضرة



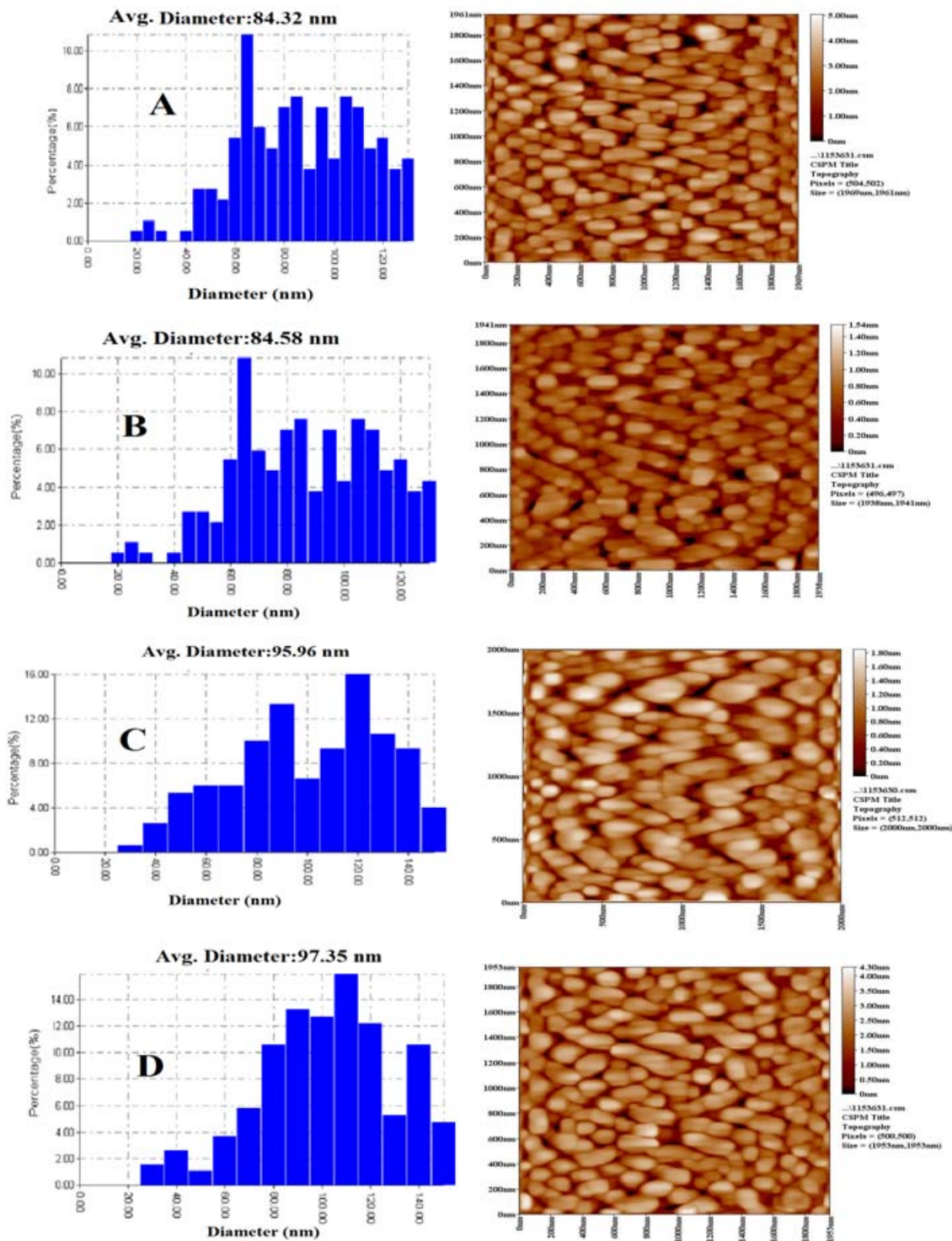
شكل رقم (1): تغير لون المحلول من الأصفر الفاتح الى البني.



شكل رقم (3): مخطط حيود الأشعة السينية للعينات المحضرة A , B , C , D



شكل رقم (4): حساب الحجم الحبيبي والإنفعال الداخلي من معادلة وليمسون- هول



شكل رقم (5): فحوصات مجهر القوة الذرية (AFM) للعينات الأربعة



Preparation of Silver Nanoparticles by Sol - Gel Method and Study their Characteristics

Tagreed M. Al-Saadi

Luay J.k. Alsaady

Dept. of Physics / College of Education for Pure Science(Ibn Al-Haitham) /
University of Baghdad

Received in:15June 2014 Accepted in:8September2014

Abstract

Powder of silver nanoparticles was prepared by Sol - Gel method successfully using silver nitrate , (AgNO_3) gesture is added to sodium citrate ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\text{Na}_3$) as a reducing agent and by using Magnetic Stirrer to mix the solutions and heated then using centrifuge machine to separate the silver nanoparticles from solution .It is then dried in an oven at a temperature 40°C for 24 hours.

Structure characteristics was studied , the synthetic silver powder was prepared through the use of an (XRD). Results showed the composition of silver nanoparticles is a (fcc) and a constant lattice ($4.086 \pm 0.006 \text{ \AA}$) by comparing it with standard tables (JCPDS) which is found perfectly matched to file with a number 04-0783, which is due to the space group $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$ No. 225.

Particle size of nanoparticles was calculated for samples prepared using the Scherrer equation where the average grain size of (18.84 nm - 50.23 nm) was also found using the equation Williamson - Hall and ranged from (10.11 nm - 39.60 nm). As well as the mass density, density of dislocations, texture factor and the surface area of nano-particles were calculated. In addition samples prepared with an atomic force microscope (AFM) were examined and had the average diameter of the grains between (84.32 nm - 97.35 nm), and the average height ranged between (1.54 nm - 5.02 nm).

Keywords : Sol – Gel , Silver Nanoparticles ,Grain size , XRD , AFM