شبكة المعلومات الجامعية

بسم الله الرحمن الرحيم

شبكة المعلومات الجامعية

شبكة المعلومات الجامعية

التوثيق الالكتروني والميكروفيلم

شبكة المعلومات الجامعية

جامعة عين شمس

التوثيق الإلكتروني والميكروفيلم

قسم

نقسم بالله العظيم أن المادة التي تم توثيقها وتسجيلها
علي هذه الأقراص المدمجة قد أعدت دون أية تغيرات

يجب أن

تحفظ هذه الأقراص المدمجة بعيدا عن الغبار

تخليق وتوصيف النانو زركونيا لاستخدامها في مولد التنجستين -١٨٨ / الرينيوم -١٨٨

الكروماتوجرافي"

رسالة مقدمة من

مي الشحات عبد الغني محمد

بكالوريوس علوم كيمياء ٢٠٠٨

ماجستير في الكيمياء ٢٠١٦

مدرس مساعد بقسم النظائر والمولدات المشعة

مركز المعامل الحارة

هيئة الطاقة الذرية

إلى

قسم الكيمياء – كلية العلوم – جامعة عين شمس

للحصول على درجة **(دكتوراة الفلسفة فى العلوم في الكيمياء)**

تحت إشراف :

أ.د/ وجيهه حامد محمود بحيري
أستاذ الكيمياء غير العضوية والتحليلية المتفرغ
-
كلية العلوم
جامعة عين شمس

أ.د/ محمود أبو العينين الأمير
أستاذ الهندسة الكيميائية الإشعاعية - قسم النظائر والمولدات المشعة - شعبة إنتاج النظائر والمصادر المشعة- مركز المعامل الحارة - هيئة الطاقة الذرية

أ.د/ محمد مصطفي عبد الحميد
أستاذ الكيمياء الإشعاعية - قسم النظائر والمولدات المشعة - شعبة إنتاج النظائر والمصادر المشعة-
مركز المعامل الحارة -
هيئة الطاقة الذرية

أ.م.د/ هالة السيد رمضان
أستاذ مساعد الكيمياء الإشعاعية - قسم النظائر والمولدات المشعة - شعبة إنتاج النظائروالمصادرالمشعة
مركز المعامل الحارة -
هيئة الطاقة الذرية

٢٠٢١

رسالة دكتوراه

الطالب : مي الشحات عبد الغني محمد

عنوان الرسالة :

"تخليق وتوصيف النانو زركونيا لاستخدامها في مولد التنجستين -١٨٨ / الرينيوم -١٨٨ الكروماتوجرافي

إسم الدرجة : دكتوراه الفلسفة فى العلوم فى الكيمياء

لجنة الإشراف:

١- **أ.د / وجيهه حامد محمود بحيري** أستاذ الكيمياء غير العضوية والتحليلية المتفرغ -كلية العلوم- جامعة عين شمس

٢- **أ.د/ محمود أبو العينين الأمير** أستاذ الهندسة الكيميائية الإشعاعية -هيئة الطاقة الذرية

٣- **أ.د / محمد مصطفي عبد الحميد** أستاذ الكيمياء الاشعاعية-هيئة الطاقة الذرية

٤- **أ.م.د /هالة السيد رمضان** أستاذ الكيمياء الاشعاعية المساعد -هيئة الطاقة الذرية

لجنة الحكم :

١- **أ.د / وجيهه حامد محمود بحيري** أستاذ الكيمياء غير العضوية والتحليلية المتفرغ -كلية العلوم- جامعة عين شمس

٢- **أ.د/ محمود أبو العينين الأمير** أستاذ الهندسة الكيميائية الإشعاعية -هيئة الطاقة الذرية

٣- **ا.د/ صديق عطيه صديق** أستاذ الكيمياء غير العضوية قسم الكيمياء- كلية العلوم- جامعة الزقازيق

٤- **ا.د/ مصطفي يسن محمد يسن نصار** أستاذ الكيمياء غير العضوية قسم الكيمياء- كلية العلوم-جامعة بنها

رئيس مجلس القسم

ا.د.ايمن ايوب عبد الشافى

الدراسات العليا :

ختم الإجازة : أجيزت ا لرسالة بتاريخ / /2021

موافقة مجلس الكلية / /2021

موافقة مجلس الجامعة / / 2021

"تخليق وتوصيف النانو زركونيا لاستخدامها في مولد التنجستين -١٨٨ / الرينيوم -١٨٨ الكروماتوجرافي"

أسم الطالب : مي الشحات عبد الغني محمد
الدرجة العلمية : دكتوراه
القسم التابع له : الكيمياء
أسم الكلية : العلوم
الجامعة : عين شمس

سنة التخرج : ٢٠٠٨
سنة المنح : ٢٠٢١

شكر

خالص الشكر والتقدير للأساتذة الذين قاموا بالإشراف على الرسالة وهم:
أ.د/ وجيهه حامد محمود بحيري

أستاذ الكيمياء غير العضوية والتحليلية المتفرغ ـ كلية العلوم- جامعة عين شمس

أ.د/ محمود أبو العينين الأمير

أستاذ الهندسة الكيميائية الإشعاعية قسم النظائر والمولدات المشعة ـ شعبة إنتاج النظائر والمصادر المشعة- مركز المعامل الحارة ـ هيئة الطاقة الذرية

أ.د/ محمد مصطفي عبد الحميد

أستاذ الكيمياء الإشعاعية ـ قسم النظائر والمولدات المشعة ـ شعبة إنتاج النظائر والمصادر المشعة- مركز المعامل الحارة ـ هيئة الطاقة الذرية

أ.م.د/ هالة السيد رمضان

أستاذ الكيمياء الإشعاعية المساعد ـ قسم النظائر والمولدات المشعة ـ شعبة النظائر والمصادر المشعة- مركز المعامل الحارة ـ هيئة الطاقة الذرية

“Synthesis and characterization of Nano Zirconia for use in Chromatographic $^{188}W/^{188}Re$ generator”

Thesis Submitted by

Mai El-Shahat Abd El-Ghany Mohamed

B.Sc. (Chemistry), 2008

M. Sc. of Science (Chemistry), 2016

For the requirement of Ph.D. Degree of Science in Chemistry

Under Supervision of

Prof. Dr. Wagiha Hamed Mahmoud

Full-time Prof. of Analytical Chemistry, Faculty of Science, Ain shams University.

Prof. Dr. Mahmoud A. El-Amir

Prof. of Radiochemical Engineering, Radioactive Isotope sand Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

Prof. Dr. Mohamed Mostafa Abd El-Hamid

Prof. of Radiochemistry, Radioactive Isotopes and Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

Assist. Prof. Dr. Hala El-Sayed Ramadan

Assist. Prof. of Radiochemistry, Radioactive Isotopes and Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

To

Department of Chemistry

Faculty of Science, Ain Shams University

2021

Approval Sheet for submission Ph.D.

Thesis Name of candidate: Mai El-Shahat Abd El-Ghany Mohamed

Degree: **Ph.D. in chemistry**

Thesis title: **"Synthesis and Characterization of Nano Zirconia for use in Chromatographic $^{188}W/^{188}Re$ Generator"**

This thesis has been approved by: Signature

1- **Prof. Dr. Wagiha Hamed Mahmoud** **…….**
Full time Prof. of Analytical Chemistry, Faculty of Science, Ain shams University.

2- **Prof. Dr. Mahmoud A. El-Amir** **…….**
Prof. of Radiochemical Engineering, Radioactive Isotopes and Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

3- **Prof. Dr. Mohamed M. Abd El-Hamid** **…….**
Prof. of Radiochemistry, Radioactive Isotopes and Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

4- **Assist. Prof. Dr. Hala El-Sayed Ramadan** **…….**
Assist. Prof. of Radiochemistry, Radioactive Isotopes and Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

Head of Chemistry Department

Prof. Dr. Ayman Ayoub Abdel-Shafi

2021

Approval Sheet for submission Ph.D.

Thesis Name of candidate: Mai El-Shahat Abd El-Ghany Mohamed

Degree: **Ph.D. in chemistry**

Thesis title: **"Synthesis and Characterization of Nano Zirconia for use in Chromatographic $^{188}W/^{188}Re$ Generator"**

This thesis has been approved by: Signature

1- **Prof. Dr. Wagiha Hamed Mahmoud** **……**
Full time Prof. of Analytical Chemistry, Faculty of Science, Ain shams University.

2- **Prof. Dr. Mahmoud A. El-Amir** **……**
Prof. of Radiochemical Engineering, Radioactive Isotopes and Generators Dept., Radioisotope Production and Sealed Sources Div., Hot Labs. Center, Atomic Energy Authority.

3- **Prof. Dr. Sedeek Attia Sedeek**
…… Prof. of Inorganic Chemistry, Faculty of Science, Zagazig University

4- **Prof. Dr. Mostafa Y Nassar** **……**
Prof. of Inorganic Chemistry, Faculty of Science, Benha University

Head of Chemistry Department

Prof. Dr. Ayman Ayoub Abdel-Shafi

2021

ACKNOWLEDGEMENT

In the name of ALLAH, the most merciful and almighty WHO gave me the courage, power and patience to complete this study.

My first and foremost gratitude goes to my supervisor, **Prof. Dr.Mahmoud A. El-Amir,** prof. of Radiochemical Engineering and Head of Radioactive and Isotopes Dept., Hot Labs Center, Atomic Energy Authorityforhis suggestion of the point of this research, active support, and encouragement during this study, in addition to the revision of the thesis, Thank you very much for your valuable time and immeasurable patience. It is with utmost sincerity that I say, I could not have completed my work without his guidance.

I am greatly indebted to **Prof. Dr. Mohamed M. Abd El-Hamid,** Prof. of Radiochemistry, Radioactive and Isotopes Dept., Hot Labs Center, Atomic Energy Authority, who lent me a hand in preparing this work, planning of the experimental work, for his help in the practical part of this research, his motivation, enthusiasm, and immense knowledge and his guidance helped me in all the time of research and writing of this thesis. All my deepest appreciation for the invaluable guidance and support to my professor. Actually this thesis would not have been possible without his continuous advice and constant support that provided over the course of my PhD research seek to become a better researcher. For which I will remain forever grateful.

I would like to express my sincere **Prof. Dr. Wagiha Hammed Mahmoud** Prof. of Analytical Chemistry, Faculty of Science, Ainshams University, who offered me advice during the present work. I appreciate her continuous encouragement, objective criticism and valuable directions which made the accomplishment of this work possible. I couldn’t find words to express my gratitude for her valuable help.

I couldn't forget the efforts of **Assist. Prof.Dr. Hala E. Ramadan,** Assist. Prof. of Radiochemistry, Radioactive and Isotopes Dept., Hot Labs Center, Atomic Energy Authority,for her helping me by giving me the lacked chemicals during practical part without her my experiments couldn't complete. She is my favorite sister before her offer scientific help for me.

I am sincerely thankful for **Dr. Mostafa Atef** ,Lecturer at Radioactive Isotopes and Generators Department, Hot Labs. Center - Egyptian Atomic Energy Authority (EAEA) for his great help and unlimited support ,

continuous scientific effective comments during my study and research which push me to complete my work.

Finally thank all members of radioactive Isotopes Generators Department, Hot Laboratories Center, Atomic Energy Authority for their nice co-operative interactions and support.

Mai El shahat Abd-El Ghany

Dedication With all my love to

THE SOUL OF MY FATHER,

MY MOTHER,

My Husband,

My daughter,

&

My Sisters .

CONTENTS

	Page
LIST OF TABLES	**iv**
LIST OF FIGURES	**v**
AIM OF WORK	**ix**
SUMMARY	**x**
CHAPTER 1	
INTRODUCTION	
1.1. General view	**1**
1.2. Current status and challenges	**2**
1.3.Nanotechnology	**3**
1.3.1. Wet-chemical synthesis techniques	5
1.3.1.1. Chemical precipitation synthesis	5
1.3.1.2. Sol-gel synthesis:	7
1.3.1.3. Microemulsion synthesis (mainly reverse micelles)	9
1.3.1.4. Sonochemical synthesis	9
1.3.1.5. Hydrothermal/solvothermal synthesis	11
1.4. Preparation and applications of zirconia and zirconia-contained materials	12 12
1.4.1. Preparation of zirconia and zirconia-contained materials	14
1.4.2. Applications of zirconia and zirconia-contained materials	15
1.5. Chemistry of tungsten	18
1.6. Chemistry of rhenium	21
1.7. ^{188}W/^{188}Re generators	21
1.7.1. ^{188}W/^{188}Re sublimation generators	21
1.7.2. ^{188}W/^{188}Re solvent extraction generators	21
1.7.3. ^{188}W/^{188}Re electrochemical generators	22
1.7.4. ^{188}W/^{188}Re chromatographic column generators	22
1.7.4.1. Alumina based ^{188}W / ^{188}Re generators	24
1.7.4.2. ^{188}W/^{188}Re gel generators	25
1.7.4.3. ^{188}W/^{188}Re gel generators based on high capacity adsorbents	
CHAPTER 2	
EXPERIMENTAL	
2.1. Chemical reagents	**27**
2.2. Instruments and equipment	**27**
2.3. Radiotracer stock solution	**29**
2.4. Preparation conditions of nano zirconia gels	**29**

2.4.1. Hydrothermal route preparation conditions 29
2.4.1.1. Urea : zirconium molar ratio
2.4.1.2. Drying temperature 30
2.4.1.3. Hydrothermal reaction temperature 30
30
Isoamyl alcohol route preparation conditions 30
2.5. Batch distribution studies **31**
2.5.1. Batch distribution studies with hydrothermal route zirconia gel 31
2.5.2. Batch distribution studies with isoamyl alcohol route zirconia gel 32
2.6. Characterization of zirconia gels **32**
2.6.1. FT-IR spectroscopy 32
2.6.2. X-ray diffraction 32
2.6.3. Scanning electron microscope imaging 32
2.6.4. High resolution transmission microscope imaging 33
2.6.5. Light scattering 33
2.6.6. Thermal analysis 33
2.6.7. pH-metric titration 33
2.6.8. N2 adsorption/desorption chromatography 34
2.7. Kinetic studies 34
2.8. Sorption isotherm studies 35
2.9. Breakthrough capacity determination 35
2.10. Preparation and performance of ^{188}W/^{188}Re generators 36
2.10.1. Preparation of ^{188}W/^{188}Re generators 36
2.10.2. Performance of ^{188}W/^{188}Re generators 36

CHAPTER 3
RESULTS AND DISCUSSION

3.1. Gamma-ray spectrum of the irradiated tungsten target in ETRR-2: **38**
3.2. Gel synthesis routes 41
3.2.1. Hydrothermal route: 41
3.2.2. Isoamyl alcohol synthesis route 41