22 A

جامعة الإسكندرية
ALEXANDRIA UNIVERSITY

Alexandria University
Medical Research Institute

**Medical Research Institute**

**Department of Medical Biophysics**

# Preparation and characterization of ultrafiltration membranes based on electrospun nanofibrous composites for water disinfection: Prototype Construction.

**A Thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy**

**In**

**Medical Biophysics**

***Submitted by***

**Asmaa Magdy Abd El kader**

B.Sc. in Science(Chemistry/physics), Faculty of Science, Alexandria University, Year 2012

M.Sc. in Medical Biophysics, Department of Medical Biophysics, Medical Research Institute, Alexandria University, Year 2019

**2024**

P.U.A. Library
Central Medical Library (B)
Faculty of :
Serial No : 861
Classification : 613,7

CamScanner

# Abstract

Clean water is crucial for the health and survival of all living organisms, significantly impacting human life, environmental sustainability, and development. Access to clean water requires advanced purification technologies, with nanotechnology being particularly effective for water disinfection. This work focuses on the development of a hybrid membrane nanofiber incorporated with functional materials acting as antimicrobial agents for water purification.

In this study, Ag, CuO, and ZnO nanoparticles were prepared and characterized using TEM, XRD, FTIR, and UV-Vis spectrophotometry. Their antibacterial activities were performed against Gram positive (*S.aureus*) and Gram-negative bacteria (*E.coli*), using disk and well diffusion tests. Polyacrylonitrile (PAN) nanofibers and PAN nanofibers loaded with Ag, CuO, and ZnO with different rations (1, 2 and 3%) were prepared by electrospinning technique. The prepared nanocomposites were characterized using scanning electron microscopy (SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX), and FTIR. SEM images indicated a uniform, bead-free nanofibrous membrane with concentrations of PAN (10%). The incorporation of metal nanoparticles resulted in a rougher surface. EDX and FTIR analyses confirmed the purity and presence of functional groups in the samples. The antibacterial activities of the hybrid PAN nanofibers were also evaluated at different times and concentrations.

A prototype filtration unit was created to test the disinfection efficiency of plain and metal nanoparticle-loaded nanofiber membranes. Antibacterial tests showed that higher metal nanoparticle concentrations and longer exposure times increased bacterial inhibition. Ag and CuO nanoparticles achieved near-complete inhibition, while ZnO nanoparticles showed a slight increase in CFU count. No bacteria were found in the filtrate from the nanoparticle-loaded membranes indicating the highly efficient membrane for water filtration and disinfection.



CamScanner

# المستخلص العربى

الماء النظيف ضروري لصحة وبقاء جميع الكائنات الحية، وله تأثير كبير على حياة الإنسان واستدامة البيئة والتنمية. يتطلب الوصول إلى الماء النظيف تقنيات تنقية متقدمة، حيث تُعتبر تقنية النانو فعّالة بشكل خاص في تطهير المياه. يركز هذا العمل على تطوير غشاء هجين من الألياف النانوية يتضمن مواد فعالة تعمل كعوامل مضادة للميكروبات لتنقية المياه.

في هذه الدراسة، تم تحضير جسيمات نانوية من الفضة (Ag) وأكسيد النحاس (CuO) وأكسيد الزنك (ZnO) وتوصيفها باستخدام المجهر الإلكتروني النافذ (TEM) والأشعة السينية لتحليل المسحوق (XRD) وتحليل طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR)والتحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية-المرئية .(UV-Vis) تم اختبار نشاطها المضاد للبكتيريا ضد البكتيريا الموجبة الجرام (S.aureus) والبكتيريا السالبة الجرام (E.coli) باستخدام اختبارات الانتشار بالقرص والحفر.

تم تحضير ألياف النانو من البولي أكريلونيتريل (PAN) وألياف PAN المحملة بجسيمات Ag و CuOو ZnOبنسب مختلفة (1%، 2%، و3%) باستخدام تقنية الغزل الكهربائي. تم توصيف المركبات النانوية الهجينة التى تم تحضيرها باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) وتحليل الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX) وتحليل طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) . أظهرت صور SEM غشاء نانوي موحد وخالٍ من الحبيبات بتركيزات. (10%) PAN وأدى دمج الجسيمات النانوية المعدنية إلى سطح أكثر خشونة. أكدت تحليلات EDX و FTIR نقاء ووجود المجموعات الوظيفية في العينات. كما تم تقييم النشاط المضاد للبكتيريا لألياف PAN الهجينة عند فترات زمنية وتركيزات مختلفة.

CamScanner

# الملخص العربى


الماء النظيف ضروري لبقاء وصحة جميع الكائنات الحية على الأرض. إنه جزء أساسي من العديد من جوانب حياة الإنسان واستدامة البيئة والتنمية. ضمان الوصول إلى الماء النظيف ضروري للحفاظ على الصحة. تعتبر تقنيات تنقية المياه ضرورية للقضاء على الملوثات وضمان توفير الماء النظيف. من بين هذه التقنيات، تعتبر تقنية النانو فعّالة بشكل خاص في تعقيم المياه.

يهدف هذا العمل إلى الحصول على ماء نظيف باستخدام غشاء هجين من الألياف النانوية المدمجة بمواد وظيفية جديدة تعمل كعوامل مضادة للميكروبات. تم اختبار أداء الترشيح للغشاء الهجين المصنع باستخدام وحدة ترشيح نموذجيّة مصممة حديثًا. في هذا العمل، تم تحضير بعض الجسيمات النانوية المضادة للبكتيريا مثل الفضة (Ag) وأكسيد الزنك (ZnO) وأكسيد النحاس (CuO) وتم توصيفها باستخدام مطياف الأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis) ومجهر الإلكترون النافذ (TEM) والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) وحيود الأشعة السينية (XRD). تم تقييم النشاط المضاد للبكتيريا لـ Ag وZnO وCuO بتركيزات مختلفة (100، 300، و500 ميكروجرام/لتر) باستخدام اختبارات الانتشار القرصي والحفر. تم تحميل هذه الجسيمات النانوية على غشاء من الألياف النانوية بوليمر الاكريلونتريل PAN ليتم استخدامها كأغشية مطهرة. تم تصنيع أغشية الألياف النانوية باستخدام تقنية الغزل الكهربائي، ثم تم توصيفها باستخدام SEM وXRD وFTIR. تم دراسة النشاط المضاد للبكتيريا لأغشية الألياف النانوية PAN المدمجة بجسيمات Ag وZnO وCuO باستخدام اختبار الانتشار القرصي واختبار نمو البكتيريا.

أظهرت النتائج ما يلي:

بالنسبة للفضة، أظهر فحص TEM أن الجسيمات النانوية للفضة تظهر بشكل كروي بمتوسط حجم 5.79 نانومتر. توضح أطياف UV-Vis وجود نطاق امتصاص عند 410 نانومتر. بالنسبة لجسيمات CuO النانوية، أظهر فحص TEM أن الجسيمات النانوية لأكسيد النحاس تظهر كأنها أسلاك بمتوسط حجم 11 نانومتر. وتظهر نطاق امتصاص عند 340 نانومتر. بالنسبة لجسيمات ZnO النانوية، أظهر فحص TEM أن الجسيمات النانوية لأكسيد الزنك تظهر بشكل سداسي بمتوسط حجم 50 نانومتر. وتظهر نطاق امتصاص عند 345 نانومتر. أظهرت أنماط XRD للجسيمات النانوية أن الجسيمات المحضرة كانت بلورية بطبيعتها. تمثل أطياف FTIR للجسيمات النانوية للفضة وأكسيد الزنك وأكسيد النحاس التركيب الكيميائي والهيكلي للمعادن المنتجة، وتأثير المواد الكيميائية المستخدمة في التخليق، ونقاء وطبيعة الجسيمات النانوية المعدنية.




CamScanner

كشفت الأنشطة المضادة للبكتيريا للجسيمات النانوية الثلاث المحضرة أن الجسيمات النانوية للفضة لها تأثير مضاد للبكتيريا أكبر من جسيمات ZnO وCuO النانوية.

تم توصيف الألياف النانوية PAN والغشاء الليفي النانوي المدمج مع الجسيمات المعدنية من حيث المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) وتحليل تشتت الأشعة السينية (EDX) ومطياف الأشعة تحت الحمراء (FT-IR).

أظهرت جميع صور SEM المسامية والتجانس وخلو الأغشية الليفية النانوية من العقد بتركيز (10، 13٪ وزن/حجم) من PAN. أظهرت الألياف النانوية المدمجة مع الجسيمات المعدنية سطحًا أكثر خشونة نتيجة الجمع بين PAN والجسيمات المعدنية. من ناحية أخرى، أكدت جميع أطياف EDX وFT-IR نقاء ووجود المجموعات الوظيفية في كل عينة.

أظهرت النشاطات المضادة للبكتيريا لألياف PAN المدمجة بجسيمات Ag وZnO وCuO النانوية ضد بكتيريا المكورات العنقودية الذهبية والبكتيريا الإشريكية القولونية نشاطًا عاليًا للألياف النانوية PAN المحملة بـ 3٪ من جسيمات ZnO وCuO النانوية و0.5٪ من جسيمات Ag النانوية.

للتحقق من كفاءة غشاء الألياف النانوية العادي والغشاء المحمل بالجسيمات المعدنية في ترشيح المياه، قمنا بتصميم وبناء وحدة نموذجية ودراسة كفاءة التعقيم.

نتائج الاختبارات المضادة للبكتيريا:

- مع زيادة تركيز الجسيمات المعدنية، تزداد منطقة تثبيط البكتيريا.
- مع زيادة وقت التعرض للألياف النانوية PAN المحملة بجسيمات Ag، تزداد منطقة تثبيط البكتيريا.
- مع زيادة تركيز جسيمات ZnO أو CuO المحملة على الألياف النانوية PAN، يحدث زيادة في منطقة تثبيط البكتيريا.
- لم يتم العثور على بكتيريا في الماء المصفى بعد الترشيح باستخدام الألياف النانوية الهجينة المحملة بجسيمات Ag وZnO وCuO.

## الاستنتاجات و التوصيات

من هذه الدراسة يمكننا أن نستنتج أن:

- الماء النظيف ضروري لصحة الإنسان والصرف الصحي والزراعة والتنوع البيولوجي والتنمية الاقتصادية والمرونة المناخية وتحقيق أهداف التنمية المستدامة. إنه مورد ثمين يتطلب إدارة فعّالة، والحفاظ عليه، والتوزيع العادل لضمان مستقبل صحي ومستدام للجميع.
- طريقة الترسيب الكيميائي هي إحدى الطرق الأكثر دقة لتخليق الجسيمات النانوية المعدنية وأكسيد المعادن مثل Ag وCuO وZnO باستخدام مكونات نقية.



CamScanner

- ثبتت توصيفات الجسيمات النانوية لـ Ag و CuO و ZnO وكذلك غشاء الألياف النانوية PAN، بواسطة العديد من التقنيات الفيزيائية، نقاء جميع هذه المواد.
- تمتلك جسيمات Ag النانوية خصائص مضادة للميكروبات أكثر بكثير من الجسيمات النانوية لأكاسيد المعادن الأخرى بسبب حجمها الصغير.
- النشاط المضاد للبكتيريا لجسيمات Ag النانوية >جسيمات CuO النانوية >جسيمات ZnO النانوية.
- تثبيط نمو البكتيريا الإشريكية القولونية بواسطة الألياف النانوية المدمجة بجسيمات Ag أو ZnO أو CuO النانوية يشير إلى أنها قد تستخدم في النهاية كأغشية مضادة للبكتيريا فعّالة لتعقيم المياه وترشيحها.
- الغشاء الهجين المصنوع من الألياف النانوية PAN المدمجة بجسيمات Ag النانوية هو الأكثر فعالية في قتل البكتيريا الإشريكية القولونية والمكورات العنقودية الذهبية ومنع تكوين الأغشية الحيوية على الغشاء وأعطى ماء مصفى أكثر نقاءً.
- تقنية الغزل الكهربائي هي تقنية بسيطة لتصنيع الأغشية المضادة للميكروبات لمعالجة المياه.
- أظهرت نتائج قوة الشد أن تحميل الجسيمات النانوية يزيد من الخصائص الميكانيكية للألياف النانوية PAN.
- أقصى تركيز للجسيمات النانوية لإنتاج الألياف النانوية PAN المتجانسة، تحت الظروف المذكورة أعلاه، كان 3٪ (وزن/حجم) مما يحد من كفاءتها المضادة للبكتيريا، لذا قد يمكننا من خلال تغيير ظروف الغزل الكهربائي إنتاج PAN/NPs بتركيز أعلى وبالتالي زيادة خصائص التعقيم للغشاء الهجين.
- هناك حاجة إلى دراسات إضافية لاختبار كفاءة الألياف النانوية PAN المحملة بعامل مضاد للبكتيريا آخر لتعقيم المياه.
- إن دمج PAN مع حشوات غير عضوية مختلفة في مركب يمكن أن يجلب فوائد مثل تحسين الخصائص (البصرية، الحرارية، المغناطيسية، الميكانيكية، الصلابة...).



CamScanner