

## تحضير مركب حبيبي من الكيتوزان المُدعم ببلورات أكسي هيدروكسيد الألمنيوم (AlOOH) النانوية ودراسة خصائصه الكيميائية والبنوية

فاتن علي حسن\* وإبراهيم الغريبي

1 طالبة ماجستير في الفيزياء كلية العلوم جامعة دمشق.

[faten36.hasan@damascusuniversity.edu.sy](mailto:faten36.hasan@damascusuniversity.edu.sy)

2 أستاذ مساعد في قسم الفيزياء، كلية العلوم، جامعة دمشق

[ibrahim.alghoraibi@damascusuniversity.edu.sy](mailto:ibrahim.alghoraibi@damascusuniversity.edu.sy)

### الملخص

خُصّر المركب الحبيبي الكيتوزان\_أكسي هيدروكسيد الألمنيوم بطريقة سول-جل وجُفف بدرجة حرارة الغرفة وُصّف هذا المركب كيميائياً باستخدام تقنيّتي مطيافية الأشعة تحت الحمراء (FTIR) ومطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية (EDX) واللّتان أثبتتا ارتباط ألياف الكيتوزان مع بلورات أكسي هيدروكسيد الألمنيوم. كما وُصّف المركب المُحضّر طبوغرافياً باستخدام مجهر القوة الذرية (AFM) ومورفولوجياً باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح ذو الانبعاث الحثلي (FESEM) وبنويّاً باستخدام إنعراج الأشعة السينية (XRD). تراوحت أبعاد حبيبات المركب بين 27 و37nm، أما طيف XRD للمركب المدروس كان يتطابق مع طيف أكسي هيدروكسيد الألمنيوم الطبيعيّ ذو النظام البلوري معيني الشكل مع وجود قمم إضافية مميزة تخص الكيتوزان شبه المتبلور. حُسب متوسط بعد بلورة أكسي هيدروكسيد الألمنيوم من علاقة شيرر وكان نحو 30nm. كما أُختبرت ثباتيّة المركب في الماء وحُسب مؤشر الإنتاج والذي لم يتجاوز 12% فقط.

تاريخ الإيداع: 2022/12/20

تاريخ الموافقة: 2023/02/26



حقوق النشر: جامعة دمشق -

سورية، يحتفظ المؤلفون بحقوق

النشر بموجب الترخيص

CC BY-NC-SA 04

**الكلمات المفتاحية:** الكيتوزان، أكسي هيدروكسيد الألمنيوم، مركب حبيبي نانوي (كيتوزان-أكسي هيدروكسيد الألمنيوم)، مؤشر الإنتاج.

# Synthesis of Granular Composite From Chitosan Enhanced With Aluminum Oxyhydroxide Nanocrystals and Studying Its Chemical and Structural Properties

Faten Ali Hasan<sup>1</sup> Ibrahim Alghoraib<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Master Student In Department Of Physics, Faculty Of Science, Damascus University.

[faten36.hasan@damascusuniversity.edu.sy](mailto:faten36.hasan@damascusuniversity.edu.sy)

<sup>2</sup>Professor In Department Of Physics, Faculty Of Science, Damascus University.

[ibrahim.alghoraibi@damascusuniversity.edu.sy](mailto:ibrahim.alghoraibi@damascusuniversity.edu.sy)

## Abstract

Chitosan aluminum oxyhydroxide was synthesized by a sol-gel method. The composite was characterized chemically and elementally using the infrared spectroscopy (FTIR) and energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) techniques, which demonstrated the bonding of chitosan fibers with aluminum oxyhydroxide crystals. The compound was also characterized morphologically and structurally using the atomic force microscopy (AFM), field emission scanning electron microscopy (FESEM) and X-ray diffraction (XRD). Grain size ranged between 27 and 37nm, the XRD spectrum of the compound was similar to the spectrum of the orthorhombic crystal system of the natural aluminum oxyhydroxide, in addition to the characteristic peaks related to the semi-crystalline organic compound, (chitosan). The average crystal size was calculated by the Scherrer equation and it was about 30nm. The stability of the compound in water was tested and it was found that the swelling index does not exceed 12%.

Received :2022/12/20

Accepted:2023/02/26

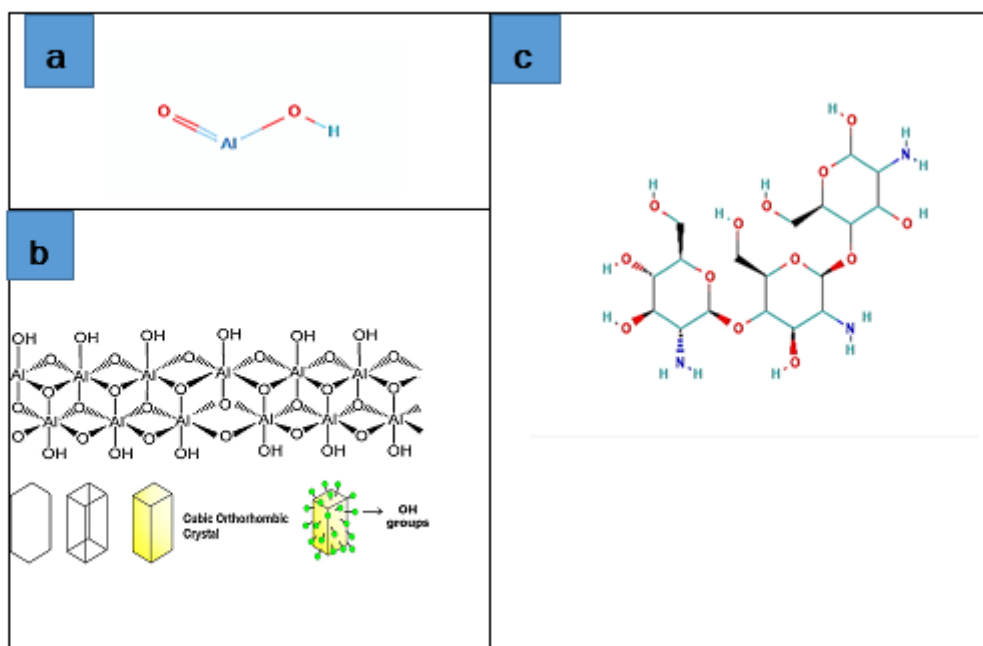


**Copyright:** Damascus University- Syria, The authors retain the copyright under a CC BY- NC-SA

**Keywords:** Chitosan, Aluminum Oxyhydroxide, Granular Nanocomposites (chitosan-aluminum oxyhydroxide)• Swelling Index.

## 1-المقدمة:

الكيتوزان بوليمير حيوي عديد السكاريد مشتق من الكيتين، والكيتين هو ثاني أكثر عديد السكاريد وفرةً في العالم بعد السليلوز [1]. يختلف الكيتوزان عن الكيتين كونه أسهل انحلالاً في المحاليل الحمضية المخففة [2] ( $pH < 6$ ) ، لذا فالتطبيقات العملية للكيتين محدودة للغاية. تحتوي جزيئات الكيتوزان الموضحة صيغته المنشورة في الشكل (1-c) على مجموعات أمينية وهيدروكسيل على حد سواء بحيث يمكنها تكوين روابط تساهمية مستقرة عبر تفاعلات عدة [3]. لا يزال الكيتوزان مصدر اهتمام للباحثين على اختلاف تخصصاتهم وذلك لسهولة التعامل معه وتوافقه الحيوي، بحيث يمكن استخدامه في الكثير من التطبيقات المختلفة كالتطبيقات الطبية والصيدلانية [4] وتغليف الأغذية [4] ومعالجة المياه [5]. ولكن الخواص الميكانيكية للكيتوزان ضعيفة إلى حد ما ونسبة انتباجه عالية في الماء [5] لذلك غالباً ما يحتاج الكيتوزان في الكثير من التطبيقات إلى مادة أخرى داعمة لتعزيز خصائصه الميكانيكية وإكسابه خواص جديدة، فمثلاً يمكن أن تُدعم ألياف الكيتوزان النانوية بالبولي فينيل الكحول Poly Vinyl Alcohol (PVA) باستخدامها كضمام للجروح [6] أو بأنابيب الكربون النانوية والتي قد تُحسن من خواصه الميكانيكية بنسبة 93%-99% [7]. كما انصب اهتمام الباحثين في الآونة الأخيرة على تعزيز الكيتوزان بالمعادن كالفضة النانوية لأغراض التعقيم [8] أو بأكاسيد المعادن مثل أكسيد الحديد [9] وأكسيد الزنك وأكسيد التيتانيوم [10]. أو تعزيزه بأوكسي هيدروكسيدات المعادن كأوكسي هيدروكسيدات الحديد أو المنغنيز أو الألمنيوم لتحسين ثباته الكيتوزان في الماء وتعزيز خواصه الكيميائية بهدف استخدامه في عملية تنقية المياه [11,12] يُعد أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم (OxAlOOH) مادة نانوية مألوفة للكثير من البوليمرات كالأيبوكسي [13] والبولي ايثرسولفون (PES) Poly Ether Sulfone [14] ومن المعروف أن الاسم الشائع لأوكسي هيدروكسيد الألمنيوم هو البوهميت (Boehmite). تُوضح صيغته المنشورة والمفصلة ونظامه البلوري في الشكل (1-a,b) وهو موجود في الطبيعة ويُعد المكون الرئيسي للبوكسيت كما يمكن تحضيره مخبرياً من أملاح الألمنيوم [15] وقد أُستخدم البوهميت كمادة مألوفة نانوية مع الكيتوزان لامتصاص المعادن الثقيلة من المياه [16] وبينت الدراسات أن مركب الكيتوزان أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم يتمتع بثباته عالية في الماء ومقاوم للحموض. كما أن ارتباط بلورات أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم بالكيتوزان يُحسن من كفاءته في امتصاص المعادن الثقيلة كالرصاص [17] وامتصاص الفلورايد من مياه الشرب [18] كما أن نسبة انتباج المركب عند درجة حرارة الغرفة تقارب 10% تقريباً [18] وهي أقل من نسبة انتباج الكيتوزان بمفرده. نظراً لأهمية هذا المركب وخاصة في مجال معالجة المياه؛ حُضِر في هذا البحث ودرست خصائصه الكيميائية باستخدام التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء والتحليل العنصري بتقنية تشتت الأشعة السينية ودراسة خصائصه البنيوية باستخدام مجهر القوة الذرية والمجهر الإلكتروني الماسح ذو الانبعاث الحثلي وإنعراج الأشعة السينية. كما جرى التحقق من ثباتيته وحساب مؤشر الانتباج.



الشكل (1): (a) الصيغة المنشورة لأوكسي هيدروكسيد الألمنيوم [19]، (b) الصيغة المفصلة والنظام البلوري لبلورة أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم [14] (c) الصيغة المنشورة للكيتوزان [20].

## 2- مواد البحث وطرائقه:

### 1-2- المواد والأدوات والأجهزة المستخدمة:

مواد كيميائية (كيتوزان متوسط الوزن الجزيئي، نترات الألمنيوم المائية ( $(\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O})$ ، نترات الفضة ( $\text{AgNO}_3$ ))، حمض الآزوت ( $\text{HNO}_3$ )، هيدروكسيد الصوديوم ( $\text{NaOH}$ ))، ماء مقطر خالٍ من الشوارد.

الأجهزة المستخدمة في توصيف المركبات:

- ❖ مجهر القوة الذرية AFM صنع شركة Nanosurf السويسرية طراز easyscan2.
- ❖ جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء FTIR (JASCO-4200).
- ❖ المجهر الإلكتروني الماسح ذو الانبعاث الحثلي FESEM مزود بتقنية تشتت الأشعة السينية EDX من شركة (MIRA3 (TESCAN).
- ❖ جهاز إنعراج الأشعة السينية XRD ألماني الصنع من شركة STOE باستخدام الأشعة ( $\text{Cu}(K_\alpha)$ .

### 2-2- الطرائق العملية المتبعة:

#### 1-2-2-1- تحضير مركب الكيتوزان-أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم

حُضِرَ المركب بطريقة السول-جل من خلال إذابة 0.2g من الكيتوزان في 100 mL من محلول حمض الآزوت (0.5%) ثم أُضيف إليه 100 mL من محلول نترات الألومنيوم (0.133M) على شكل قطرات. تُرِكَ المحلول بفترة حضانة على الخلاط المغناطيسي لمدة 48h ثم أُضيف إليه محلول هيدروكسيد الصوديوم (0.5M) على شكل قطرات لتعديل قيمة pH المحلول و ترسيب المركب الناتج. تُبِتت قيمة pH المحلول عند الدرجة pH=10. تُرِكَ الراسب الناتج على الخلاط لمدة ساعة واحدة وبعد ذلك جرى ترشيحه باستخدام مرشح ميكانيكي وغسله بكمية وافرة من الماء. كان الراسب أبيض تُرِكَ ليُجف في درجة حرارة الغرفة  $30^\circ\text{C}$  ثم طُحِن بوساطة هاون سيراميكي لإجراء التحاليل والاختبارات المناسبة. يُوضَّح الشكل (2) المراحل التجريبية المتبعة لتحضير المركب المدروس.

## 2-2-2- اختبار المركب المُحضّر في الماء وقياس مؤشر الانتباج

أُجري اختبار الانتباج على 0.3g من المركب قبل طحنه حيث جرى نفعه في الماء المقطر لمدة 24h ثم وُزن قبل وبعد التشبع بالماء وحُسب مؤشر الانتباج من المعادلة (1)، أيضاً جرى نقع كمية من مسحوق المركب في الماء المقطر ومراقبته دورياً لمدة تزيد عن أسبوع كامل.

$$SI\% = \frac{W_w - W_d}{W_d} \quad (1)$$

$W_w$ : وزن البودرة بعد الانتباج  $W_d$ : وزن البودرة قبل الانتباج



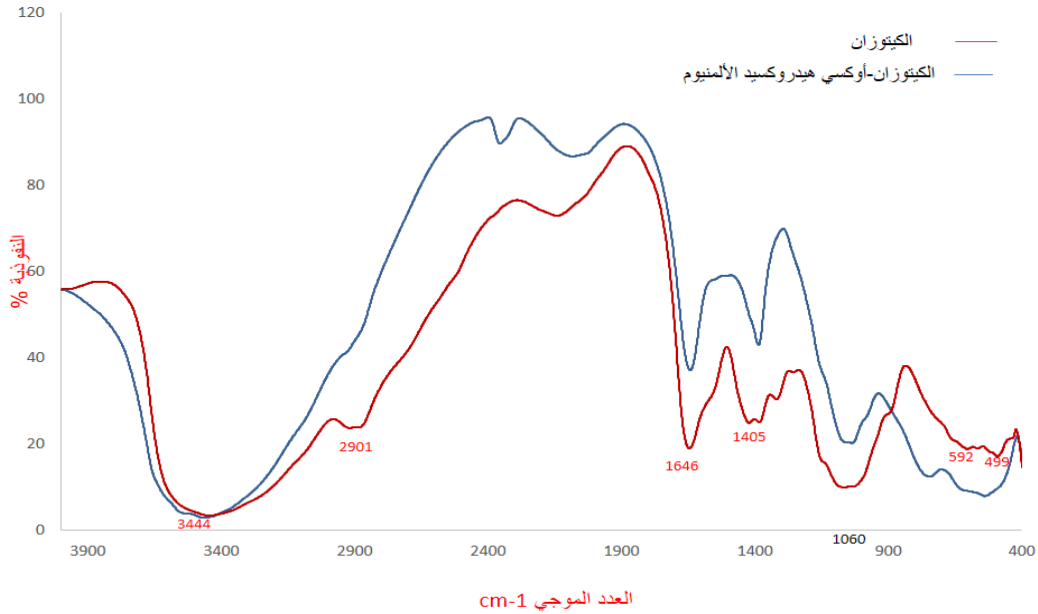
الشكل (2): مراحل تحضير المركب Cs- OxAlOOH

## 3- النتائج والمناقشة:

### 3-1- التحليل باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء FTIR

يُظهر الشكل (3) طيف FTIR لكل من الكيتوزان الذي أُخذ كطيف مرجعي (الخط الأحمر) والكيتوزان أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم (الخط الأزرق). يُلاحظ من هذا الشكل عدة قمم امتصاص مميزة في طيف الكيتوزان. تُشير قمة الامتصاص عند  $3444\text{cm}^{-1}$  إلى اهتزازات الروابط O-H و N-H كما أن قمم الامتصاص عند الأعداد الموجية  $2901\text{cm}^{-1}$  و  $1646\text{cm}^{-1}$  و  $1405\text{cm}^{-1}$  تُعزى إلى كلٍ من اهتزازات الشد للمجموعات C-H و  $\text{-NH}_2$  واهتزازات الانحناء للرابطة C-H واهتزازات الشد غير المتناظر للمجموعات C-O-C في الرابطة الغليكوزيدية على الترتيب [21,22] بالمقارنة بطيف مركب الكيتوزان أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم (الخط الأزرق) يتضح وجود تغيرات بعد إضافة أيونات الألمنيوم  $\text{Al}^{+3}$  للكيتوزان ألا وهي اختفاء القمة الضعيفة عند  $2901\text{cm}^{-1}$  وظهور قمة صغيرة عند  $2356\text{cm}^{-1}$  نتيجة اهتزازات الشد المتناظر وغير المتناظر للرابطة

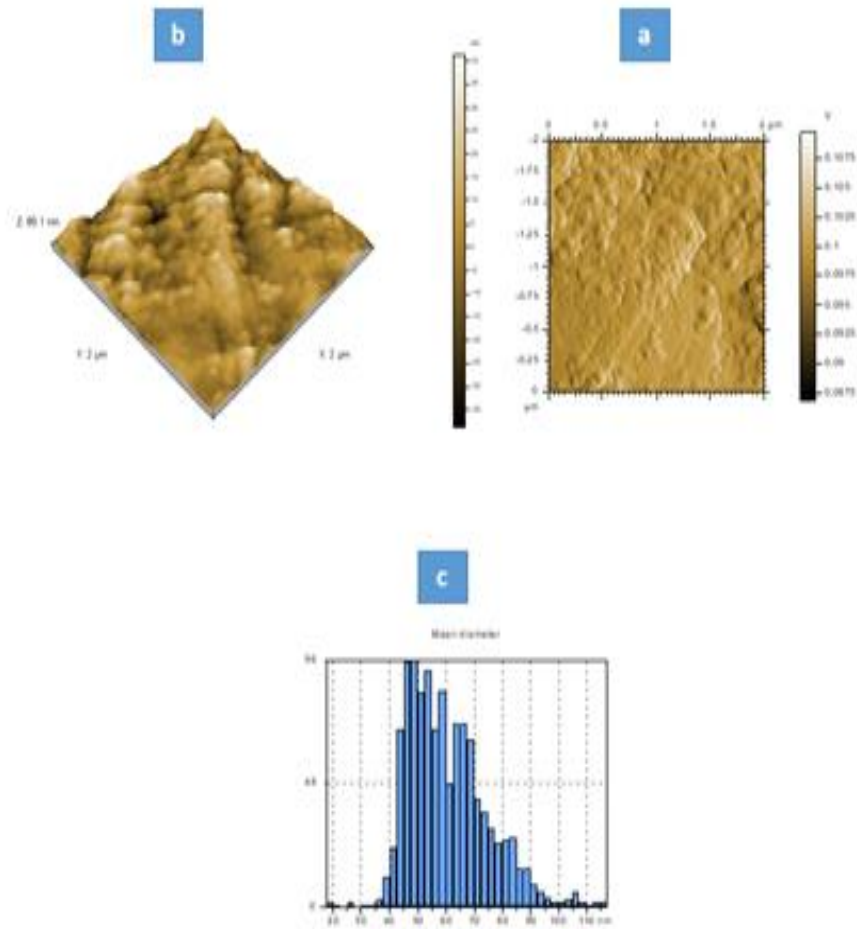
(Al)O-H، أيضاً زيادة حدة القمة عند العدد الموجي  $1405\text{ cm}^{-1}$  وحدث انزياح نسبي للطيف ضمن المجال  $(822\text{ cm}^{-1} - 922\text{ cm}^{-1})$  بسبب زيادة عدد الروابط الهيدروجينية في المركب. بالإضافة إلى وجود قمة واسعة وضعيفة بين  $592\text{ cm}^{-1}$  و  $499\text{ cm}^{-1}$  سببها اهتزاز النمط AIO6.[23]



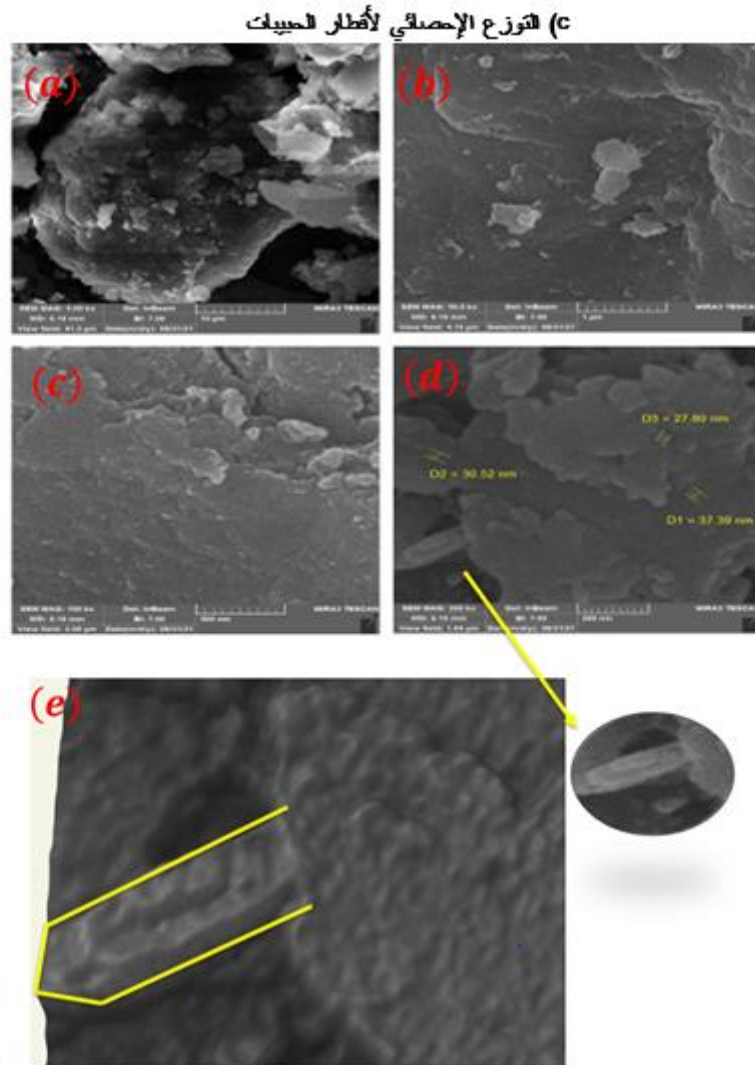
الشكل(3): أطياف FTIR لكل من الكيتوزان والكيتوزان مع أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم

## 2-3- التحاليل باستخدام مجهر القوة الذرية (AFM) والمجهر الإلكتروني ذو الانبعاث الحقلي (FESEM)

يوضح الشكل(4) صور مجهر القوة الذرية ثنائية الأبعاد 2D وثلاثية الأبعاد 3D لسطح مركب (Cs - OxAIOOH) كما يُظهر الشكل (4-c) التوزيع الإحصائي الغاوسي لأقطار الحبيبات. يُبين الشكل(4-a,b) أن هذه الحبيبات متلاصقة وتُشكّل ما يشبه النسيج المتناسك، بالمقابل أُكّدت صور المجهر الإلكتروني الماسح ذو الانبعاث الحقلي هذه النتائج كما يظهر في الشكل(5) ويتضح من الشكل(5-e) وجود بنية بلورية معينة الشكل (orthorhombic crystal) من أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم ضمن بنية المركب (Cs - OxAIOOH) وهذا يتوافق مع الدراسات المرجعية [23,24]. تبيّن باستخدام المجهر AFM أن أبعاد حبيبات المركب المُحضّر تقع في المجال (40-90nm) بينما يبيّن الشكل(5-d) أن أبعاد الحبيبات تراوحت بين (27-37nm) باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح مع ظهور بعض التكتلات. يُعزى هذا الاختلاف في متوسط أبعاد الحبيبات المقاسة إلى طريقة تحضير العينة للقياس في كلٍ من الجهازين المذكورين والأهم من ذلك أن أبعاد حبيبات المركب المُحضّر في كلتا الحالتين أقل من 100nm.



الشكل (4): صور AFM ( $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ ) كثافة وثلاثية الأبعاد لمركب Cs-OxAlOOH



الشكل(5): a-d : صور المجهر الإلكتروني الماسح ذو الانبعاث الحثلي للمركب المحضّر بتكبيرات مختلفة، e: صورة مكبرة ومعالجة بواسطة برنامج imagej تُظهر بوضوح بلورة AIOOH المعينية

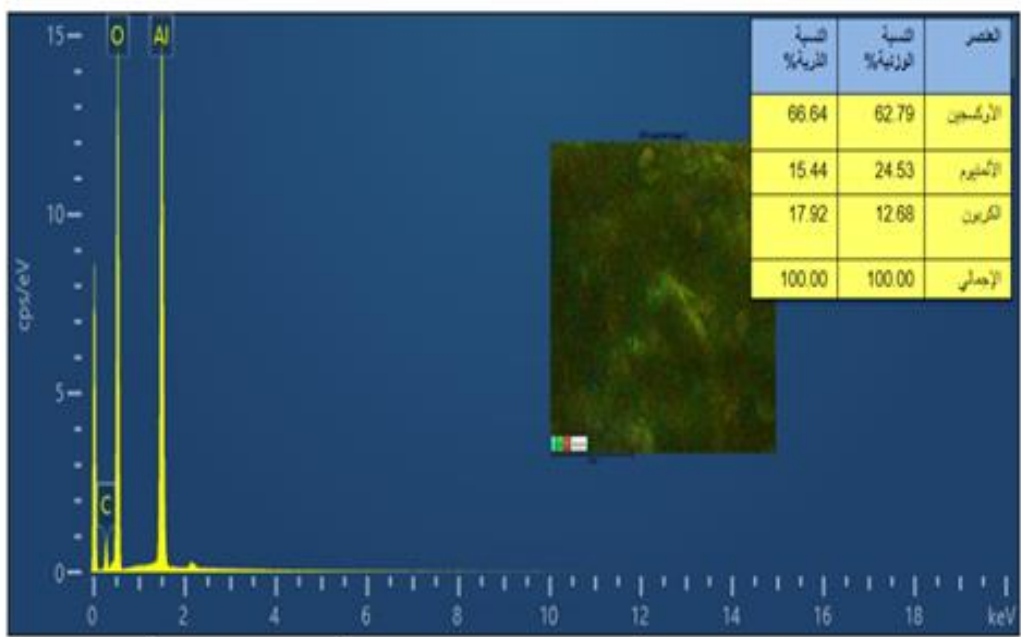
### 3-3- التحليل باستخدام مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية EDX

يبين الشكل(6) نسب العناصر في بنية المركب CS-OxAlOOH النانوي، حيث يبيّن وجود نسبة وزنية وذرية عالية لكلٍ من عنصري الأوكسجين والكربون في المركب وهي العناصر المكونة للكيتوزان. كما يتضح أيضاً وجود نسبة عالية من عنصر الألمنيوم نتيجةً لتشكل بلورات أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم AIOOH ضمن بنية المركب.

### 3-3- التحليل باستخدام مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية EDX

يبين الشكل(6) نسب العناصر في بنية المركب CS-OxAlOOH النانوي، حيث يبيّن وجود نسبة وزنية وذرية عالية لكلٍ من عنصري الأوكسجين والكربون في المركب وهي العناصر المكونة للكيتوزان. كما يتضح أيضاً وجود نسبة عالية من عنصر الألمنيوم نتيجةً لتشكل بلورات أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم AIOOH ضمن بنية المركب.



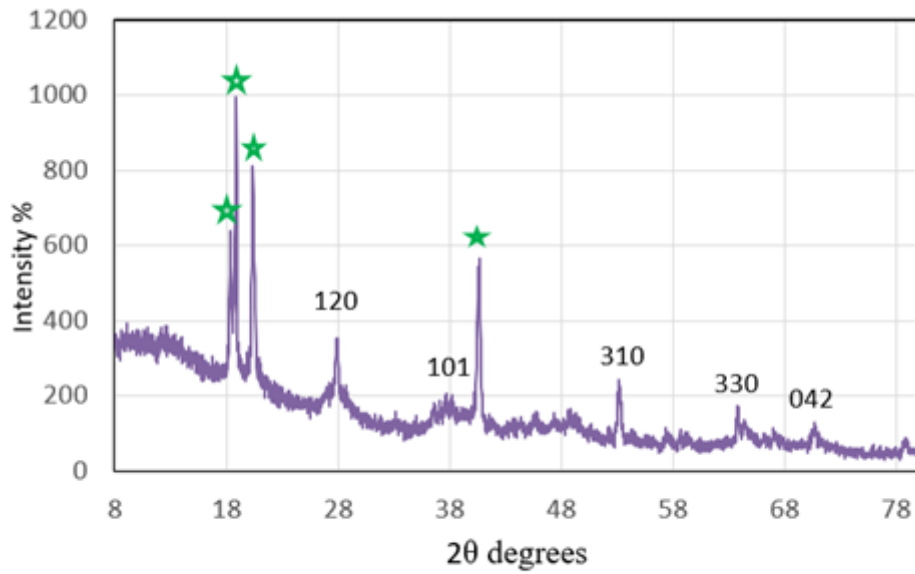


الشكل (6): طيف مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية لمركب الكيتوزان أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم.

#### 4-3- تحاليل إنعراج الأشعة السينية الـ XRD

أجريت تحاليل إنعراج الأشعة السينية للمركب  $Cs - OxAlOOH$  الموضحة في الشكل (7) للتأكد من تشكل بلورات مركب أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم النانوية (AlOOH) وحساب أبعادها. بعد مقارنة طيف المركب مع الدراسات المرجعية باستخدام برنامج (Match!) وجد أن الأطياف تتطابق مع طيف مركب أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم الطبيعي (COD96-154-4906) الذي يتميز بنظام بلوري معيني الشكل أبعاد شبكته البلورية:

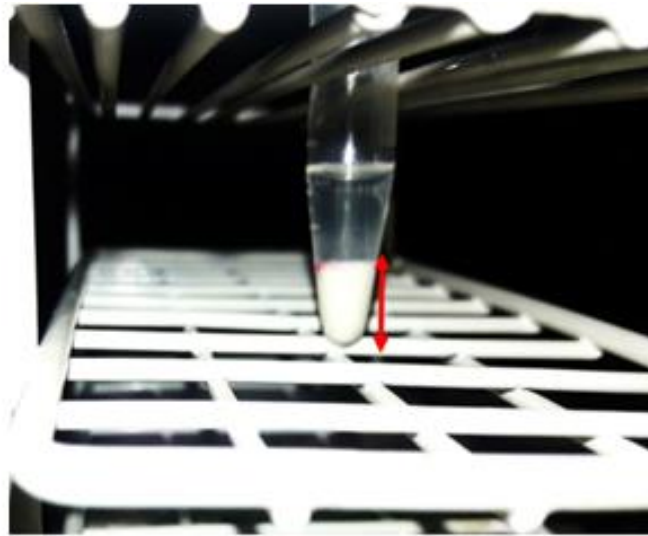
و  $a = 4.39920 \text{ \AA}$  و  $b = 9.42140 \text{ \AA}$  و  $c = 2.84460 \text{ \AA}$  و  $\theta_2 (27.79^\circ \text{ و } 37.57^\circ \text{ و } 53.05^\circ \text{ و } 64.23^\circ \text{ و } 70.49^\circ)$  تُسبب إلى التوجهات البلورية [(042), (330), (310), (101), (120)] لبلورة أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم على الترتيب [25]. لوحظ أن القمم الواقعة عند الزوايا  $\theta_2 (18.33^\circ \text{ و } 18.82^\circ \text{ و } 20.38^\circ \text{ و } 40.7^\circ)$  والمُشار إليها بإشارة النجمة في الشكل (7) لا تتطابق مع الطيف المرجعي المُستخدم ولكنها تُشير إلى جسيمات الكيتوزان النانوية [26] الموجودة ضمن بنية المركب المُحضّر. حُسب متوسط بعد بلورة أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم من صيغة شيرر لجميع القمم وكانت القيمة الوسطية نحو 30nm.



الشكل (7): طيف XRD لمركب Cs - OxAlOOH

### 5-3- مؤشر الانتاج:

أثبت إختبار الانتاج أن المركب مستقر تماماً في الماء ولم تظهر أي أثار للتحلل حتى بعد أسبوع كامل من النقع في الماء المقطر كما هو مُوضح في الشكل (8) ولم تتعدى قيمة مؤشر الانتاج والتي حُسبت من المعادلة (1) 12% .



الشكل (8): ثباتية المركب Cs - OxAlOOH بعد أسبوع من النقع في الماء المقطر.

### الاستنتاجات :conclusion

حُضِرَ مركب الكيتوزان-أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم بطريقة سول-جل وُوصف بتقنيات عدة. أوضحت أطياف FTIR حدوث ارتباط بين المادتين حيث ارتبطت أيونات الألمنيوم  $Al^{+3}$  بالأوكسجين والهيدروكسيد الموجودتان في بنية الكيتوزان. وكذلك أوضحت تحاليل EDX وجود نسبة عالية من الألمنيوم في المركب وهو دليل آخر على ارتباط الألمنيوم ببنية الكيتوزان. بيّنت الدراسة المورفولوجية والطبوغرافية للمركب ارتباط ألياف الكيتوزان وبلورات أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم مشكلة حبيبات تراوحت أبعادها بين  $37$  و  $27$  nm . طابق طيف XRD للمركب المُحضّر طيف أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم الطبيعي ذو النظام البلوري المعيني مع وجود قمم إضافية مميزة تخص المركب العضوي الكيتوزان وهو دليل ثالث على نجاح تشكل المركب المُحضّر، وقد بلغ متوسط بعد بلورة أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم المحسوب من صيغة شيرر نحو  $30$ nm. وأكّدت نتائج اختبارات الانتباج على ثباتية المركب في الماء وأن مؤشر انتباج المركب لم يتجاوز  $12\%$  وهذا يبرهن مدى فعالية بلورات أوكسي هيدروكسيد الألمنيوم النانوية كمادة مألئة للكيتوزان.

## المراجع

- [1] G. A. F. Roberts, Chitin Chemistry, 1st editio. London: The Macmillan Education UK, 1992. doi: DOI 10.1007/978-1-349-11545-7.
- [2] I. A. Sogias, V. V. Khutoryanskiy, and A. C. Williams, "Exploring the factors affecting the solubility of chitosan in water," *Macromol. Chem. Phys.*, vol. 211, no. 4, pp. 426–433, 2010, doi: 10.1002/macp.200900385.
- [3] B. J. Leedy M, Martin H, Norowski P, Jennings J, Haggard W, "Use of chitosan as a bioactive implant coating for bone-implant applications," in *Chitosan for biomaterials II*, 1nd ed., Springer-Verlag Berlin, 2011, pp. 129–65.
- [4] F. Ahmadi, Z. Oveisi, M. Samani, and Z. Amoozgar, "Chitosan based hydrogels: Characteristics and pharmaceutical applications," *Res. Pharm. Sci.*, vol. 10, no. 1, pp. 1–16, 2015.
- [5] Y. D. R. and R. Rajesh and Contents, "Marine Polysaccharide (Chitosan) and Its Derivatives as Water Purifier," in *Marine Biomaterials: Characterization, Isolation and Applications*, pp. 747–764.
- [6] S. Wang et al., "Incorporation of metal-organic frameworks into electrospun chitosan/poly (vinyl alcohol) nanofibrous membrane with enhanced antibacterial activity for wound dressing application," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 158, pp. 9–17, 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.04.116.
- [7] O. A. Saputra and N. Tashkandi, "Preparation and Mechanical Properties of Chitosan / Carbon Nanotubes Composites," *Biomacromolecules*, vol. 6, pp. 3067–3072, 2005.
- [8] A. S. A. Al-Sherbini, H. E. A. Ghannam, G. M. A. El-Ghanam, A. A. El-Ella, and A. M. Youssef, "Utilization of chitosan/Ag bionanocomposites as eco-friendly photocatalytic reactor for Bactericidal effect and heavy metals removal," *Heliyon*, vol. 5, no. 6, p. e01980, 2019, doi: 10.1016/j.heliyon.2019.e01980.
- [9] M. Yadav, K. Y. Rhee, S. J. Park, and D. Hui, "Mechanical properties of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/GO/chitosan composites," *Compos. Part B Eng.*, vol. 66, no. April, pp. 89–96, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2014.04.034.
- [10] A. Babaei-Ghazvini, B. Acharya, and D. R. Korber, "Antimicrobial biodegradable food packaging based on chitosan and metal/metal-oxide bio-nanocomposites: A review," *Polymer (Guildf.)*, vol. 13, no. 16, 2021, doi: 10.3390/polym13162790.
- [11] M. Chaudhary, S. Rawat, N. Jain, A. Bhatnagar, and A. Maiti, "Chitosan-Fe-Al-Mn metal oxyhydroxides composite as highly efficient fluoride scavenger for aqueous medium," *Carbohydr. Polym.*, vol. 216, pp. 140–148, 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.04.028.
- [12] M. Parastar, S. Sheshmani, and S. Shokrollahzadeh, Cross-linked chitosan into graphene oxide-iron(III) oxide hydroxide as nano-biosorbent for Pd(II) and Cd(II) removal, vol. 166, no. Iii. Elsevier B.V, 2021. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.10.160.
- [13] I. Topolniak, V. D. Hodoroba, D. Pfeifer, U. Braun, and H. Sturm, "Boehmite nanofillers in epoxy oligosiloxane resins: Influencing the curing process by complex physical and chemical interactions," *Materials*, vol. 12, no. 9. 2019. doi: 10.3390/ma12091513.
- [14] V. Vatanpour, S. S. Madaeni, L. Rajabi, S. Zinadini, and A. A. Derakhshan, "Boehmite nanoparticles as a new nanofiller for preparation of antifouling mixed matrix membranes," *J. Memb. Sci.*, vol. 401–402, pp. 132–143, 2012, doi:10.1016/j.memsci.2012.01.040.
- [15] K. Wefers and C. Misra, "Oxides and Hydroxides of Aluminum," *Alcoa Tech. Pap.*, vol. 19, pp. 1–100, 1987.
- [16] M. Rajamani and K. Rajendrakumar, "Chitosan-boehmite desiccant composite as a promising adsorbent towards heavy metal removal," *J. Environ. Manage.*, vol. 244, no. January, pp. 257–264, 2019, doi: 10.1016/j.jenvman.2019.05.056.
- [17] Y. Chen, W. Cai, C. Dang, J. Fan, J. Zhou, and Z. Liu, "A facile sol–gel synthesis of

- chitosan-boehmite film with excellent acid resistance and adsorption performance for Pb(II),” Chem. Eng. Res. Des., vol. 161, pp. 332–339, 2020, doi: 10.1016/j.cherd.2020.07.018.
- [18] G. Saha, S. M. Maliyekkal, P. C. Sabumon, and T. Pradeep, “A low cost approach to synthesize sand like AlOOH nanoarchitecture (SANA) and its application in defluoridation of water,” J. Environ. Chem. Eng., vol. 3, no. 2, pp. 1303–1311, 2015, doi: 10.1016/j.jece.2014.11.030.
- [19] “National Center for Biotechnology Information,” PubChem Compound Summary for CID 23295517, Boehmite (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O). Retrieved December 5, 2022 from [https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Boehmite-\\_Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.H<sub>2</sub>O](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Boehmite-_Al2O3.H2O).
- [20] “National Center for Biotechnology Information,” PubChem Compound Summary for CID 129662530, Chitosan. Retrieved December 5, 2022 from <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/129662530>.
- [21] M. R. & M. Z. E. Maram t. H. Abou kana1, “wastewater\_treatment\_with\_chitosan\_nanoparticles” Int. J. Nanotechnol., vol. 3, no. 2, pp. 40–48, 2013.
- [22] E. C.-G. A. Zuñiga-Zamora, J. Garcí’a-Menab, “Shrimp, Removal of Congo Red from the aqueous phase by chitin and chitosan from waste,” Desalin. Water Treat., vol. 57, pp. 14675–14685, 2016.
- [23] Haghazari, Abdollahifar “The Effect of NaOH and KOH on the Characterization of Mesoporous AlOOH Nanostructures in the Hydrothermal Route,” J.Mex.chem.Soc, vol. 58(2), pp. 95–98, 2014.
- [24] E. A. Abdolali Alemi, Hosseinpour1 Zahra, “Boehmite (g-AlOOH) nanoparticles: Hydrothermal synthesis, characterization, pH-controlled morphologies, optical properties and DFT calculations,” basic solid state Phys., 2012, doi: DOI 10.1002/pssb.201147484.
- [25] et al. Shin-Ichi IWAW, “Topotactic thermal-transformation of diaspore to corundum,” Mineral. J., vol. 7, pp. 137–158, 1973.
- [26] S. Thamilarasan, “Single Step Fabrication of Chitosan Nanocrystals Using Penaeus semisulcatus: Potential as New Insecticides, Antimicrobials and Plant Growth Promoters,” J. Clust. Sci., vol. 29, pp. 357–384, 2018.