

# Utjecaj biljnih ekstrakata na sastav pripremljenih čestica željezovih oksida

---

**Deković, Kristina**

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2022**

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Split, Faculty of Science / Sveučilište u Splitu, Prirodoslovno-matematički fakultet**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:166:662683>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-11-14**

*Repository / Repozitorij:*

[Repository of Faculty of Science](#)



Sveučilište u Splitu  
Prirodoslovno-matematički fakultet  
Odjel za kemiju

Kristina Deković

**UTJECAJ BILJNIH EKSTRAKATA NA  
SASTAV PRIPRAVLJENIH ČESTICA  
ŽELJEZOVIH OKSIDA**

Završni rad

Split, 2022.

Sveučilište u Splitu  
Prirodoslovno-matematički fakultet  
Odjel za kemiju

Kristina Deković

**UTJECAJ BILJNIH EKSTRAKATA NA  
SASTAV PRIPRAVLJENIH ČESTICA  
ŽELJEZOVIH OKSIDA**

Završni rad

Split, 2022.

Ovaj rad, izrađen u Splitu, pod vodstvom doc. dr. sc. Ivane Mitar, predan je na ocjenu Odjelu za kemiju Prirodoslovno-matematičkog fakulteta Sveučilišta u Splitu radi stjecanja zvanja prvostupnica biologije i kemije

## Temeljna dokumentacijska kartica

Sveučilište u Splitu

Završni rad

Prirodoslovno matematički fakultet

Odjel za kemiju

Ruđera Boškovića 33, 21000 Split, Hrvatska

### UTJECAJ BILJNIH EKSTRAKATA NA SASTAV PRIPRAVLJENIH ČESTICA ŽELJEZOVIH OKSIDA

Kristina Deković

Čestice željezovih oksida mogu se pripremiti različitim metodama, najčešće korištena metoda je hidrotermička mikrovalna sinteza. Najveća prednost ove metode je mogućnost preciznog kontroliranja uvjeta sinteze. Ovaj rad daje kratki uvid u proces hidrotermičke mikrovalne sinteze čestica te je istražen utjecaj dodatka biljnih ekstrakata kamilice i brnistre na sintetizirane čestice hematita prije i nakon postupka sušenja. Sinteze su rađene pri temperaturi od 200 °C u trajanju od 20 minuta te su sintetizirane čestice čistog hematita. Dodatkom ekstrakata brnistre i kamilice prije postupka sušenja dokazan je nastanak smjese hematita i getita, dok dodatak ekstrakata nakon sušenja nije imao utjecaja na produkt sinteze. Dobivene čestice karakterizirane su infracrvenom spektroskopijom sa Fourierovom transformacijom (engl. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, FTIR).

**Ključne riječi:** željezovi oksidi, mikrovalna sinteza, biljni ekstrakti, FTIR.

**Rad sadrži:** 27 stranica, 10 slika, 3 tablice, 24 literaturnih navoda.

Izvornik je na hrvatskom jeziku.

**Mentor:**

Doc. dr .sc. Ivana Mitar

**Ocjenjivači:**

Doc. dr. sc. Ivana Mitar

Izv. prof. dr .sc. Renata Odžak

Dr. sc. Marina Kranjac, predavač

**Rad prihvaćen:** 26.9.2022

|                                 |
|---------------------------------|
| <b>Basic documentation card</b> |
|---------------------------------|

University of Split

B. Sc. Thesis

Faculty of Science

Department of Chemistry

Ruđera Boškovića 33, 21000 Split, Croatia

**INFLUENCE OF PLANT EXTRACTS ON COMPOSITION OF PREPARED IRON  
OXIDE PARTICLES**

Kristina Deković

Iron oxide particles can be prepared by different methods, but the most commonly used method is hydrothermal microwave synthesis. The main advantage of this method is the possibility to precisely control the synthesis conditions. This thesis gives a brief insight into the process of hydrothermal microwave particle synthesis. In addition, the influence of the chamomile and broom plant extracts on the synthesized particles before and after the drying process was investigated. The syntheses were carried out at a temperature of 200 °C for 20 minutes, and the synthesized particles were pure hematite. With the addition of broom and chamomile extracts before the drying process the formation of a mixture of hematite and goethite was proved, while the addition of extracts after drying had no effect on the final product resulting pure hematite particles. The obtained particles were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR.

**Keywords:** iron oxides, microwave synthesis, plant extracts, FTIR.

**Thesis consists of:** 27 pages, 10 figures, 3 tables, 24 references.

Original language: Croatian

**Supervisor:**

Ph.D. Ivana Mitar, Assistant Professor

**Reviewers:**

Ph.D Ivana Mitar, Assistant Professor

Ph.D Renata Odžak, Associate Professor

Ph.D. Marina Kranjac, Lecturer

**Thesis accepted:** September 26<sup>th</sup>, 2022

# SADRŽAJ

|  |    |
|--|----|
| 1. UVOD.....   | 1  |
| 2. RAZRADA TEME.....   | 2  |
| 2.1. Željezovi oksidi.....   | 2  |
| 2.1.1. Karakteristike najvažnijih željezovih oksida.....                     | 2  |
| 2.2. Metode sinteze.....   | 6  |
| 2.2.1. Mikrovalna hidrotermička metoda.....                                  | 7  |
| 2.3. Stabilizacija čestica željezovih oksida.....                            | 9  |
| 2.4. Biljni uzorci.....  | 11 |
| 2.4.1. Kamilica.....   | 11 |
| 2.4.2. Brnistra.....   | 11 |
| 2.5. Instrumentalne metode karakterizacije.....                              | 13 |
| 2.5.1. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom.....         | 13 |
| 2.5.2. Primjena spektroskopije pri karakterizaciji željezovih oksida.....    | 14 |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO.....  | 15 |
| 3.1. Oprema i reagensi.....  | 15 |
| 3.2. Priprema uzorka.....  | 16 |
| 3.2.1. Priprema biljnih uzoraka postupkom maceracije uz zagrijavanje.....    | 16 |
| 3.2.2. Sinteza čestica hematita.....   | 17 |
| 3.2.3. Dodatak biljnog ekstrakta prije i nakon sušenja čestica hematita..... | 18 |
| 3.3. Analiza uzorka.....   | 20 |
| 4. REZULTATI I RASPRAVA.....   | 21 |
| 5. ZAKLJUČAK.....  | 24 |
| 6. BIBLIOGRAFIJA.....  | 25 |
| Popis slika.....   | 28 |
| Popis tablica.....   | 28 |

# 1. UVOD

Čestice željezovih oksida postaju sve veći interes istraživanja znanstvenika zbog njihove raznovrsne primjene u brojnim industrijama, posebice u biotehnologiji i medicini, zbog specifičnih svojstava te različitih oblika i veličina. Također, čestice se mogu oblagati različitim tvarima kako bi se spriječile neželjene reakcije oksidacije nakon sinteze, a time se dodatno proširuje njihova primjena. Postoji mnogo različitih načina na koje se čestice mogu pripremiti, a najčešće korištene metode u laboratoriju su: koprecipitacije, hidrotermičko taloženje, sol/gel metoda, elektrokemijska metoda i mikrovalna hidrotermička metoda. U ovom radu za sintezu čestica željezovih oksida koristila se mikrovalna hidrotermička metoda zbog jednostavnosti, brzine i precizne kontrole uvjeta sinteze. Također, postoje različite kemijske i fizičke metode koje se koriste u svrhu stabilizacije dobivenih čestica no zbog velike količine kemijskog otpada koje onečišćuju okoliš, sve više znanstvenika se okreće 'zelenim' metodama koje su ekološki prihvatljivije.

U ovom radu ispitan je utjecaj dodatka ekstrakata brnistre i kamilice na sastav dobivenih čestica hematita prije i nakon sušenja čestica u vakuum sušioniku. Biljni ekstrakti kamilice i brnistre pripremljeni su postupkom maceracije uz zagrijavanje. Dobivene čestice karakterizirane su korištenjem infracrvene spektroskopije s Fourierovom transformacijom (engl. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*, FTIR).

Cilj ovog rada bio je ispitati utjecaj ekstrakata kamilice i brnistre na sastav dobivenih čestica željezovih oksida pripremljenih mikrovalnom hidrotermičkom metodom.



## 2. RAZRADA TEME

### 2.1. Željezovi oksidi

Željezove hidrokside, okside i oksihidrokside radi jednostavnosti, u literaturi, nazivamo zajedničkim nazivom „željezovi oksidi“. Ovi spojevi imaju široku primjenu u raznim područjima, uključujući, ekološku i industrijsku kemiju, znanost o koroziji, mineralogiju, geologiju, biologiju i medicinu. [1] Sastavljeni su od atoma željeza (Fe) povezanog sa atomom kisika (O) i/ili hidroksilnom skupinom (OH). U spojevima željezo se može nalaziti u dvovalentnom stanju [željezov(II) oksid (FeO), željezov(II) hidroksid (FeOH<sub>2</sub>)] te češće, u trovalentnom stanju [hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)]. Željezovi oksidi sastoje se od aniona koji su gusto pakirani u nizove, obično u heksagonalnom ili kubičnom nizu, a u čijim se oktaedarskim i tetraedarskim šupljinama nalazi dvovalentni ili trovalentni željezov kation. [2] Gotovo svi željezovi hidroksidi, oksidi i oksihidroksidi kristalične su građe, a stupanj uređenosti i veličina kristala često su promjenjivi i ovisni o uvjetima u kojima su kristali nastali. Nanočestice željezovih oksida zbog svojih jedinstvenih svojstava, primjerice superparamagnetizam, posebno su zanimljive i njihove primjene su vrlo široke. [3]

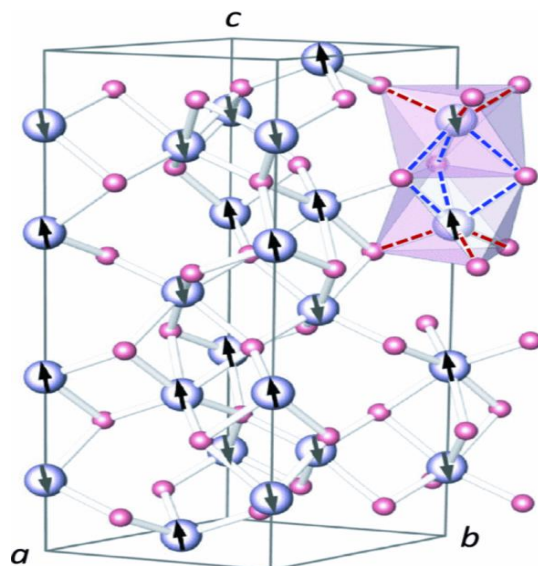
#### 2.1.1. Karakteristike najvažnijih željezovih oksida

Do sada je opisano 16 različitih spojeva željezovih oksida prikazanih u Tablici 1, od kojih su najvažniji hematit, magnetit i getit. Ovi spojevi posjeduju različita fizikalna i kemijska svojstva te se razlikuju po svojoj kristaličnoj građi, ali jedna od zajedničkih karakteristika im je slaba topljivost, intenzivno obojenje te uglavnom trovalentno stanje željeza. [4]

**Tablica 1.** Nazivi i formule najvažnijih željezovih oksida [2]

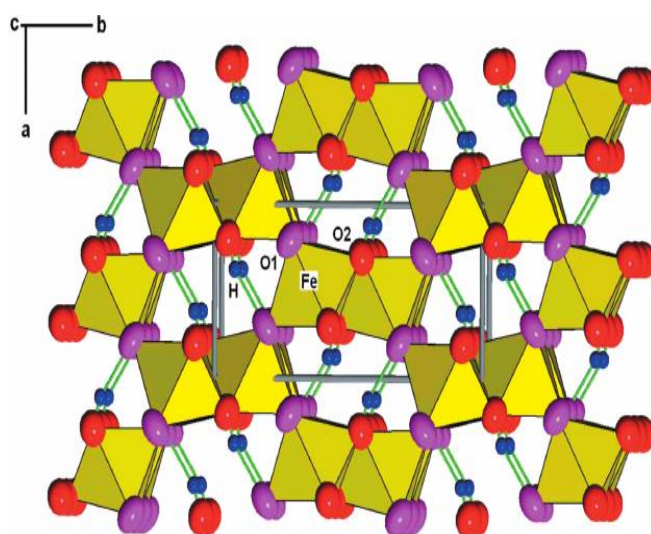
| <i>Oksihidroksidi i hidroksidi</i>  | <i>Oksidi</i>                                      |
|---|--|
| Getit, $\alpha$ -FeOOH  | Hematit, $\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  |
| Lepidokrokit, $\gamma$ -FeOOH   | Magnetit, Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>           |
| Akaganeit, $\beta$ -FeOOH   | Maghemit, $\gamma$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |
| Švertmannit, Fe <sub>16</sub> O <sub>16</sub> (OH) <sub>y</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>z</sub> × nH <sub>2</sub> O | $\beta$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>            |
| $\delta$ -FeOOH   | $\epsilon$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>         |
| Feroksihit, $\delta'$ -FeOOH  | Wüstit, FeO  |
| Visoko tlačni FeOOH   |  |
| Ferihidrit, Fe <sub>5</sub> HO <sub>8</sub> × 4H <sub>2</sub> O   |  |
| Bernalit, Fe(OH) <sub>3</sub>   |  |
| Fe(OH) <sub>2</sub>   |  |

Hematit,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, je jedan od najviše istraživanih spojeva željezovih oksida, široko je rasprostranjen u prirodi, pogotovo u stijenama i tlu. Ovaj najduže poznat željezov oksid naziv je dobio prema latinskoj riječi *haima* što znači krv zbog intenzivno crvenog obojenja u praškastom obliku, dok je u čvrstom kristalnom stanju sjajno sive do crne boje. Njegova kristalna struktura, prikazana na Slici 1, temelji se na heksagonskoj gustoj slagalini kisikovih aniona (O<sup>2-</sup>) s željezovim(III) kationima (Fe<sup>3+</sup>) koji ispunjavaju dvije trećine oktaedarskih šupljina. U nekim slučajevima kisikovi anioni mogu biti djelomično zamijenjeni s OH<sup>-</sup> anionima u svrhu postizanja bolje izjednačenosti naboja. [2] Zbog svojih svojstava često se upotrebljava za izradu senzora, katalizatora te zbog svoje crvene boje, kao pigment u proizvodnji bojila. [1]



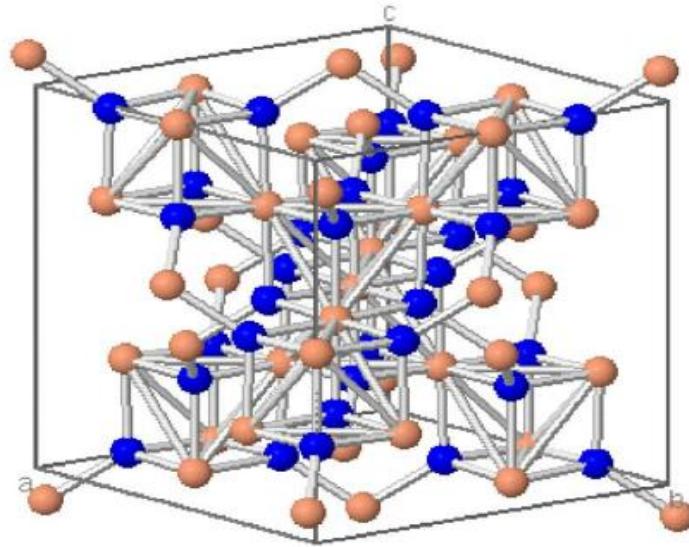
**Slika 1.** Kristalna struktura hematita [5]

Getit,  $\alpha$ -FeOOH, je jedan od najčešće korištenih željezovih oksida. Naziv je dobio po njemačkom književniku i znanstveniku Johannu Wolfgangu von Goetheu koji je uz to bio strastven kolekcionar minerala u čijoj je zbirci pronađen veliki kristal getita. U svojoj kristalnoj formi getit je tamno smeđe do crne boje, a u praškastoj formi je žut. Njegova kristalna struktura, prikazana na Slici 2, temelji se na heksagonskoj gustoj slagalini koja se sastoji od kisikovih aniona između kojih se u oktaedarskim šupljinama nalazi  $\text{Fe}^{3+}$  kation. Ovaj termodinamički najstabilniji željezov oksid služi kao modelni sustav u mnogim istraživanjima zbog svoje dobro istražene površinske strukture i kristalne morfologije,. Svoju primjenu pronalazi kao pigment u bojama i kozmetici. [1,2]



**Slika 2.** Kristalna struktura getita [6]

Magnetit,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , je mineral crne boje, a svoj naziv je dobio po svojim jakim magnetskim svojstvima. U njegovom sastavu može se pronaći najveći postotak željeza u odnosu na druge željezove okside te je posljedično tome najvažnija ruda u industriji čelika i željeza. U prirodi se može pronaći u magmatskim, metamorfnim i sedimentnim stijenama. Njegova kristalna struktura, prikazana na Slici 3, temelji se na kubičnoj gustoj slagalini koja se sastoji od kisikovih aniona između kojih se u oktaedarskim i tetraedarskim šupljinama nalaze i dvovalentni ( $\text{Fe}^{2+}$ ) i trovalentni kationi željeza ( $\text{Fe}^{3+}$ ). [1,2,4]



**Slika 3.** Kristalna struktura magnetita [7]

## 2.2. Metode sinteze

Sinteza nanočestica je aktivno i izazovno područje za znanstvenike i inženjere. Proces odabira metode sinteze uključuje pažljiv odabir metode te uvjeta pri kojima se sinteza provodi: pH vrijednosti, koncentracije i vrste prekursora, temperature, tlaka i sl. [4] Postoje brojne metode sinteze, a među najpoznatijima su: metoda koprecipitacije, hidrotermičko taloženje, sol/gel metoda, elektrokemijska metoda, poliolna sinteza, mikrovalna metoda, laserska piroliza, aeroslona metoda te mikroemulzija. Neke od najvažnijih metoda opisane su u nastavku.

1. **Metoda koprecipitacije** je najlakša metoda koja se koristi za sintezu magnetita, hematita i maghemita. Zbog relativno niske reakcijske temperature, kratkog vremena pripreme, niske cijene i dobro kristaliziranih produkata ova metoda je često upotrebljavana metoda sinteze. Sinteza magnetita se odvija miješanjem otopina koje sadrže  $\text{Fe}^{2+}$  i  $\text{Fe}^{3+}$  soli u omjeru 1:2 te dodatkom lužnatog medija u prethodno pripremljenu otopinu. Ovim procesom se dobiva velika količina nanočestica, visoke čistoće i homogenosti. Jedan od nedostataka ove metode je što samo kinetički čimbenici utječu na rast kristala što otežava kontrolu raspodjele veličine čestica. [4,8]
2. **Hidrotermičko taloženje** se karakterizira kao heterogena reakcija u vodenom sustavu pod uvjetima visokog tlaka (1-3 Kbar) i temperature ( $>100^\circ\text{C}$ ). Ovakve reakcije se provode u autoklavu ili reaktoru. Getit, pripremljen ovom metodom u lužnatom mediju pri visokom tlaku i temperaturama, može se transformirati u hematit. Ova metoda pokazala se pogodnom za tvari koje nisu topljive u vodi na sobnoj temperaturi, ali koje pokazuju značajnu topljivost u uvjetima visokog tlaka i temperature. U usporedbi sa ostalim metodama, hidrotermičkim taloženjem nastaje veći broj kristala većih dimenzija, ali je otežana kontrola njihovog rasta što rezultira nehomogenim produktima. [1,9]
3. **Sol/gel metodom** omogućuje se stvaranje različitih čestica željezovih oksida na relativno niskim temperaturama preradom metalnih soli ili prekursora metalnih alkoksida. Temelj ove metode je hidroliza i kondenzacija metalnih prekursora pri čemu nastane gel produkt. Jedna od prednosti ove metode je homogena veličina čestica zbog mogućnosti dobre kontrole procesa. [1]
4. **Mikroemulzija** je metoda koja se sastoji od tri faze: uljne, vodene i faze surfaktanta. Surfaktanti se dodaju kako bi se smanjila međufazna napetost između uljne i vodene

faze. Mikroemulzije se mogu sastojati od ulja u vodi ili vode u ulju, ovisno o koncentraciji različitih komponenti. Promjenama u koncentracijama disperzne faze i surfaktanta moguće je prilagoditi veličinu kapljica u rasponu 1-100 nm. [4]

- 5. Elektrokemijska metoda** koristi elektrone kao reaktante. Ovo je ekološki prihvatljiva metoda, bez zagađenja, jer primjenjuje električnu struju na elektrode prethodno uronjene u elektrolitne otopine. Nedostaci ove metode su male količine konačnog produkta te cijena platinskih elektroda. [4]

### **2.2.1. Mikrovalna hidrotermička metoda**

Mikrovalna hidrotermička sinteza nanočestica je metoda koja koristi mikrovalno zračenje za zagrijavanje uzoraka, koja osim što smanjuje vrijeme sinteze, omogućuje i laku kontrolu reakcijskih uvjeta. Mikrovalno zračenje je elektromagnetsko zračenje s frekvencijom od 0.3 do 300 GHz što odgovara valnim duljinama od 1 mm do 1 m. Kuhinjske mikrovalne peći i mikrovalne peći za kemijsku sintezu rade na frekvenciji od 2.45 GHz. [10]

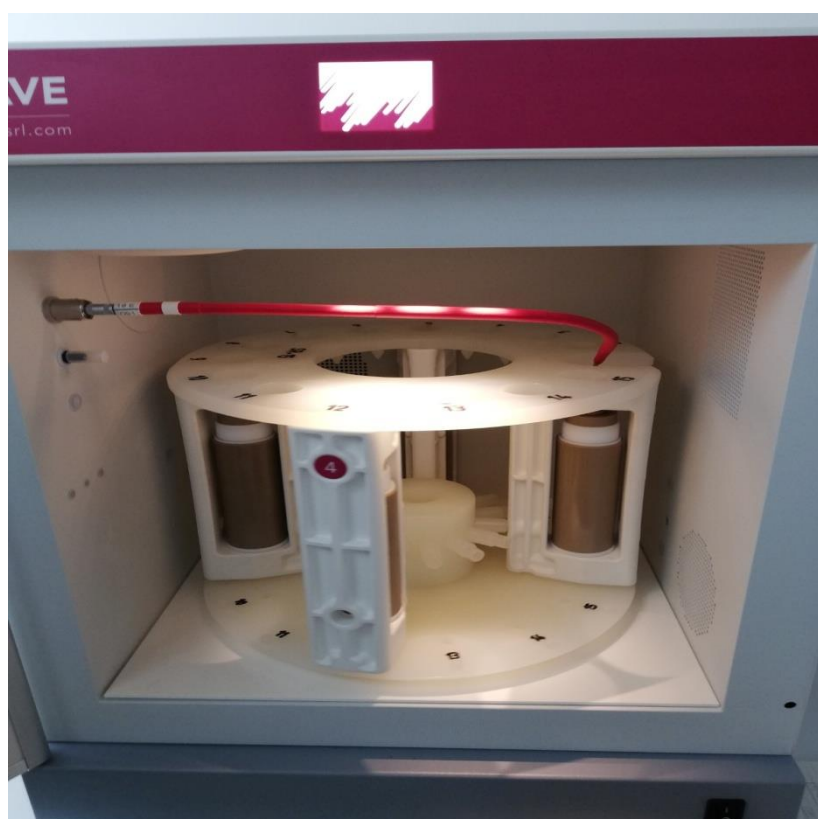
Kućne mikrovalne pećnice, koje su se prve koristile za sintezu, zamijenjene su mikrovalnim reaktorima budući da su kućne mikrovalne peći teško uspijevale precizno kontrolirati reakcijske uvjete te su predstavljale opasnost korištenja u laboratoriju. Moderni mikrovalni reaktori imaju ugrađene magnetske miješalice te sonde i senzore koji omogućuju lako praćenje i kontrolu temperature i tlaka u reakcijskim posudama. Reakcijske posude su razvijene od posebno mehaničkih otpornih materijala kao što su politetrafluoretilen (PTFE), perfluoroalkoksi alkan (PFA), teflon ili kvarc što omogućuje otpornost na uvjete visoke temperature i tlaka. [11]

Mikrovalna sinteza temelji se na reakcijama u vodenim otopinama pri visokim temperaturama (130 °C do 250 °C) i tlaku višem od 1 atm. Reakcijska smjesa se zagrijava do određene temperature u zadanom vremenskom intervalu, nakon čega se hladi do sobne temperature. Jednolikim mikrovalnim zagrijavanjem reakcijske smjese dolazi do homogenog taloženja i nastanka velike količine malih čestica istih oblika i veličine. Prednosti ove brze metode su: lokalizirano grijanje koje omogućuje homogeno taloženje i znatno kraće vrijeme sinteze. [10,12]

Prikaz mikrovalne peći korištene za sintezu čestica željezovih oksida prikazana je na Slici 4, a unutrašnjost mikrovalne peći na Slici 5.



**Slika 4.** Mikrovalna peč korištena za sintezu



**Slika 5.** Unutrašnjost mikrovalne peći

### 2.3. Stabilizacija čestica željezovih oksida

Čestice željezovih oksida pokazuju nestabilnost tijekom duljeg razdoblja koja se manifestira na dva načina: male čestice imaju tendenciju aglomeracije i stvaranju velikih čestica kako bi smanjile površinsku energiju i gubitak magnetizma jer se čestice lako oksidiraju na zraku zbog svoje visoke kemijske aktivnosti, posebno  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  i  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . [13] Kako bi se spriječila aglomeracija i oksidacija te očuvala funkcionalnost i stabilnost čestica željezovih oksida, koriste se različite metode stabilizacije. Najčešće korištene metode stabilizacije su: premazivanje organskim (sufraktantima i polimerima) i anorganskim tvarima (silicijevim dioksidom, ugljikom i plemenitim metalima). Navedene metode uključuju upotrebu toksičnih kemikalija te stvaranje opasnih nusprodukata. [12,14] Neke od najvažnijih stabilizacijskih tehnika prije i nakon sinteze opisane su u nastavku:

1. **Premaz od plemenitih metala:** Plemeniti metali se koriste kako bi se zaštitila jezgra od oksidacije tako što se talože na magnetske nanočestice kroz reakcije mikroemulzije i redoks transmetalacije. Zbog slabe reaktivnosti zlato se čini kao idealan materijal za premaz, ali zbog različite prirode dvaju površina direktan premaz nanočestica pokazao se kao težak proces. Zlatom obložene nanočestice željeza koje su bile stabilne u neutralnim uvjetima i kiselo vodenim uvjetima uspješno su sintetizirali O'Conor i suradnici. Uspješna sinteza bila je provedena na način da se u prethodno otopljen  $\text{FeCl}_3$ , u 1-metil-2-pirolidinu (NMPO), doda otopina NMPO koja sadrži natrij i naftalen. Natrij se dodaje u svrhu redukcije željezovog(III) kationa. Nakon sinteze i uklanjanja natrijevog klorida te centrifuge dodaje se 4-benzil piridin. Kao posljednji korak dodatkom dehidriranog  $\text{HAuCl}_4$  otopljenog u NMPO dobiju se čestice željeza obložene zlatom. [14]
2. **Polimerni premaz:** Stabilizacija čestica pomoću polimernog premaza može se postići na dva načina. Prvi način je da se sinteza nanočestica željezovih oksida odvija u prisutnosti polimera ili da se prvo sintetiziraju čestice u jednoj reakciji te se nakon sinteze oblažu polimernim materijalom. Polimeri mogu biti sintetski ili prirodni. Kao sintetski polimeri, koriste se; polietilen glikol (PEG), poliakrilna kiselina (PAA), polimetilmetakrilat (PMMA), polietilenimin (PEI) i polivinilni alkohol (PVA). [14] Biološki ili prirodni polimeri počinju biti češći odabir prilikom stabilizacije zbog njihove netoksičnosti te se takav pristup smatra „zelenim“ pristupom. Prirodni polimeri mogu u potpunosti prekriti nanočestice u jednom ili dva sloja ili se mogu adsorbirati na



njihovu površinu, uzrokujući steričko odbijanje među česticama sprječavajući aglomeraciju. U prirodne polimere ubrajamo: agar, celulozu, škrob, dekstrin, želatinu i dr. [12,15]

3. **Premaz od silicijeva dioksida:** Silikatna ljuska štiti magnetske jezgre na način da sprječava izravan kontakt jezgre sa drugim tvarima čime se izbjegavaju neželjene interakcije. Silikatne prevlake su stabilne u vodenim uvjetima te se mijenjanjem debljine ljuske mogu lako kontrolirati međučestične interakcije kako u otopini tako i unutar struktura. Stöberova metoda i sol/gel proces su najčešći izbor prilikom oblaganja magnetskih nanočestica sa silicijem. Ovim metodama debljina premaza može se prilagoditi variranjem koncentracijama amonijaka u različitim omjerima sa tetraetoksisilanom (TEOS) i vodom. Nastale obložene nanočestice su hidrofilne te se mogu lako modificirati sa drugim funkcionalnim skupinama. [14]

Također, širok raspon mikroorganizama (bakterija, gljivica i virusa) i biljnog materijala može se koristiti u svrhu stabilizacije. U usporedbi sa mikrobima, biljni ekstrakti reduciraju metalne ione u puno kraćem vremenskom razdoblju. [16] Takvi eksperimenti rade se jako često, iako literaturno još uvijek ima malo podataka o tome.

U ovom radu ispitivan je utjecaj biljnih ekstrakata na krajnji produkt sinteze, prije i nakon postupka sušenja čestica, dok za ispitivanje stabilizacije čestica trebalo bi proširiti metode karakterizacije pripremljenih čestica.

## 2.4. Biljni uzorci

Fizičke i kemijske metode sinteze kao rezultat daju veliku količinu kemijskog otpada što dovodi do onečišćenja u okolišu. Zbog toga se sve više znanstvenika okreće ekološki prihvatljivijim „zelenim“ metodama sinteze/stabilizacije čestica, korištenjem biljnih ekstrakata te bakterijskih i gljivičnih organizama. Sinteza nanočestica uz biljne ekstrakte smatra se najlakšim oblikom sinteze/stabilizacije jer ne iziskuje posebne sterilne uvjete u usporedbi sa bakterijama i gljivicama. Nadalje, spojevi koje nalazimo u biljnim ekstraktima, primjerice šećeri, terpenoidi, alkaloidi, fenolne kiseline, polifenoli i proteini imaju dvojaku funkciju, reduciraju željezove katione i stabiliziraju nanočestice. Za pripremu ekstrakta mogu se koristiti svi dijelovi biljke, korijen, lišće, plodovi, cvjetovi i kora. [17]

U ovom radu za sintezu/stabilizaciju čestica željezovih oksida koristili su se biljni ekstrakti pripremljeni od cvjetova brnistre (lat. *Spartium junceum*) i kamilice (lat. *Matricaria chamomilla*).

### 2.4.1. Kamilica

Kamilica (lat. *Matricaria chamomilla*) je ljekovita biljna vrsta iz porodice glavočika (lat. *Asteraceae*). Poznata je po svojim umirujućim svojstvima te se kroz povijest koristila u narodnoj medicini u obliku čaja za ublažavanje gastrointestinalnih poteškoća, inflamacije urinarnog trakta te za ublažavanje kožnih infekcija i upala usta, grla i očiju. Kroz znanstvenu upotrebu i istraživanja otkrivene su sve njene terapijske, kozmetičke i nutritivne vrijednosti.[18] Kroz istraživanja je dokazano kako fenolni spojevi u ekstraktu kamilice imaju važnu ulogu u protuupalnom djelovanju, zaštiti od UV zračenja te antikancerogena svojstva protiv biljnih tumora. Prisustvo apigenina, apigenin-7-O-glukozida ukazuje na spazmolitička svojstva ekstrakta kamilice. [19]

### 2.4.2. Brnistra

Brnistra (lat. *Spartium junceum*) je žuta grmolika biljna vrsta iz porodice mahunarki (lat. *Fabaceae*). Ima jako dobro razvijen korijenski sustav zbog rasta na sunčanim, suhim i krševitim područjima Mediterana. Zanimljiva je činjenica da podrijetlo imena grada Splita (*Spalatos/Aspalathos*) potječe od imena brnistre (grč. *Aspalathos*). Poznata je višestruka upotreba brnistre u bioinženjerskim tehnikama, kao i ekstrakt brnistre koji djeluje kao

reducirajući agens pri sintezi i ima ulogu stabilizacije čestica željezovih oksida. Ova biljka ima i raznoliku biološku ulogu te se koristi kao sedativ i diuretik te ima protuupalna, antimikrobna, antioksidativna i antikancerogena svojstva. Za diuretička djelovanja ove biljke odgovoran je glukozid skoparin koji se može izolirati iz cvjetova brnistre. Također, iz cvjetova brnistre izoliran je spoj sa snažnim antiulcerogenim svojstvima, spartitriozid. Alkaloid spartein, izoliran iz stabljike brnistre, ima analeptički utjecaj na mišićni sustav. [20,21]

## 2.5. Instrumentalne metode karakterizacije

Postoje mnoge tehnike za karakterizaciju čestica željezovih oksida među kojima su najvažnije:

- Difrakcija rendgenskih zraka (engl. *X-ray powder diffraction*, XRD)
- Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom (engl. *Fourier transform infrared spectroscopy*, FTIR)
- Pretražna elektronska mikroskopija (engl. *Scanning electron microscope*, SEM)
- $^{57}\text{Fe}$  Mössbauerova spektroskopija
- Spektroskopija ultraljubičastog, vidljivog i bliskog infracrvenog zračenja (engl. *Ultraviolet/Visible/Near-Infrared Spectroscopy*, UV/Vis/NIR) [22]

U izradi ovog završnog rada koristila se infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom za karakterizaciju čestica željezovih oksida.

### 2.5.1. Infracrvena spektroskopija s Fourierovom transformacijom

Infracrvena spektroskopija (IR) je najčešće korištena spektroskopska tehnika. Infracrveno zračenje dio je elektromagnetskog spektra te obuhvaća valne duljine od 780 nm do 1 mm. Temelji se na mjerenju apsorpcije različitih IR frekvencija kada se tvar osvjetli IR zrakom. Apsorbiranjem infracrvenog zračenja poznate valne duljine molekule vibriraju te se zbog toga infracrvena spektroskopija može zvati i vibracijska spektroskopija. Ovom metodom moguće je odrediti različite funkcionalne skupine iz razloga što različite funkcionalne skupine apsorbiraju karakteristične frekvencije.

Disperzivni IR spektrometri promatraju svaku frekvenciju pojedinačno, dok kod infracrvenih spektrometara sa Fourierovom transformacijom sve frekvencije se ispituju istovremeno pomoću interferometra. Interferometar potom prolazi kroz matematičku obradu pomoću Fourierovih transformacijskih algoritama. [23]

Glavna prednost infracrvene spektroskopije s Fourierovom transformacijom (FTIR) jest u tome što se svojstva uzoraka mogu analizirati kvalitativno i kvantitativno budući da svi spojevi pokazuju karakterističnu apsorpciju/emisiju u IR spektru. Kvantitativna analiza je također moguća, ali se ova tehnika rijetko koristi u te svrhe. [24]

## 2.5.2. Primjena spektroskopije pri karakterizaciji željezovih oksida

Za karakterizaciju čestica željezovih oksida, FTIR spektroskopija pokazala se kao najpogodniji odabir zbog svoje brzine, jednostavnosti i mogućnosti detektiranja nečistoća u uzorcima.

Fe-OH, Fe-O i OH vibracije veza su karakteristične za apsorpcijske vrpce čestica željezovih oksida, hidroksida i oksihidroksida. Hidroksilne skupine, koje prekrivaju površinu željezovih oksida, pokazuju istezanja apsorpcijske vrpce pri 3400-3700  $\text{cm}^{-1}$ . Getit se sastoji od površinskih i strukturnih hidroksilnih skupina. Površinske OH skupine pokazuju istezanja vrpce pri 3400-3430  $\text{cm}^{-1}$  dok strukturne OH skupine pokazuju istezanje pri 3230-3200  $\text{cm}^{-1}$ . Fe-OH vibracije veza, kod getita, pokazuju istezanje apsorpcijske vrpce pri 892  $\text{cm}^{-1}$  i 795  $\text{cm}^{-1}$ . Getit još pokazuje i vibracije Fe-O veze sa istezanjem pri 630  $\text{cm}^{-1}$  i 397  $\text{cm}^{-1}$ . Hematit se sastoji od simetričnih i asimetričnih Fe-O veza. Simetrične Fe-O veze pokazuju istezanja apsorpcijske vrpce pri 630  $\text{cm}^{-1}$  dok asimetrične Fe-O veze pokazuju istezanje pri 397  $\text{cm}^{-1}$ . Hematit ima još nekoliko karakterističnih vrpca pri 620  $\text{cm}^{-1}$ , 574  $\text{cm}^{-1}$ , 478  $\text{cm}^{-1}$  i 352  $\text{cm}^{-1}$ . Fe-O vibracije veze kod magnetita pokazuju karakteristično istezanje vrpce pri 400  $\text{cm}^{-1}$  i 580  $\text{cm}^{-1}$ . [2]

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

#### 3.1. Oprema i reagensi

Korištena oprema prilikom eksperimentalnog rada:

- Analitička vaga, Mettler-Toledo, AT 261 ( $\pm 0,1$  mg), Švicarska
- pH metar, Metrohm, 827, Njemačka
- Uređaj za mikrovalnu sintezu, Milestone, FlexWave SK15, Italija
- Centrifuga, BeckmanAvanti J-25, SAD
- Hidraulična preša, Camila 1995
- FTIR spektroskop, Shimadzu, 8400S, Japan
- Mikropipete, Dragon Med, (100-1000)  $\mu$ l/ (1-5) ml
- Vakuum sušionik, ThermoScientific, 3608-1CE, SAD
- Uređaj za proizvodnju ultračiste vode, MilliporeSimplicity 185, SAD
- Falcon epruvete, stakleni štapići, laboratorijske čaše, mikropipete, kapaljke

Korišteni reagensi prilikom eksperimentalnog rada:

- Ultračista voda
- Željezov(III) klorid ( $\text{FeCl}_3$ ), bezvodni, p.a. Sigma-AldrichGmbH, Njemačka
- Natrijev hidroksid ( $\text{NaOH}$ ), p.a. T.T.T. d.o.o, Hrvatska
- Etanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ), p.a. Gram mol d.o.o, Hrvatska
- Kalijev bromid ( $\text{KBr}$ ), FTIR grade,AlfaAesarGmbH&Co KG, Njemačka

## 3.2. Priprema uzorka

### 3.2.1. Priprema biljnih uzoraka postupkom maceracije uz zagrijavanje

Korišteni reagensi:

- Biljni materijal brnistre (*Spartium junceum L.*)
- Biljni materijal kamilice (*Matricaria recutita*)
- Ultračista voda

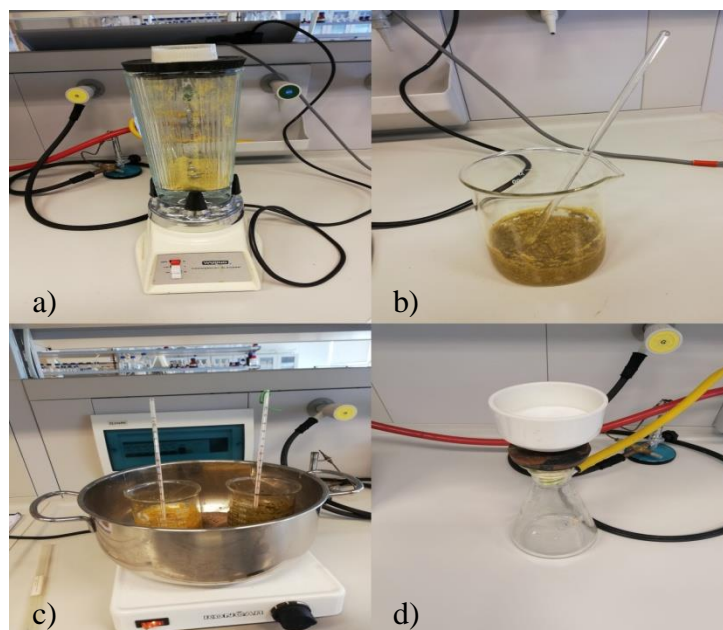
Korištena aparatura:

- Kuhalo
- Büchnerov lijevak
- Centrifuga, Beckman Avanti J-25, SAD
- Tehnička vaga
- Termometar, stakleni štapići, laboratorijske čaše, Falcon epruvete, kapaljke

Cvjetovi brnistre korišteni za izradu eksperimentalnog rada sakupljeni su 11.5.2021. na području sveučilišnog kampusa u gradu Splitu. Ubrani cvjetovi osušeni su na zraku te korišteni za pripravu biljnog ekstrakta.

Suhi cvjetovi njemačke kamilice korišteni za izradu eksperimentalnog rada komercijalno su dostupni. Kupljeni su 10.5.2021. od dobavljača Suban.

Priprema ekstrakata brnistre i kamilice rađeni su na isti način. Na tehničkoj vagi je izvagano 20 g prethodno osušenih i mehanički usitnjenih cvjetova. U laboratorijsku čašu dodano je 200 mL ultračiste vode te izvagani suhi materijal. Dobivena smjesa zagrijavana je na temperaturi od 60 °C u pješčanoj kupelji na kuhlalu u vremenu od 20 minuta. Nakon što je smjesa lagano ohlađena i filtrirana kroz Büchnerov lijevak pod vakuumom, dobiveni filtrat je centrifugiran 3 minute na 7000 okretaja te dekantiran u čiste epruvete kako bi se uklonio moguće zaostali biljni materijal. Pročišćeni filtrat čuvan je u hladnjaku. Slika 6 prikazuje aparaturu korištenu za pripremu biljnih ekstrakata.



**Slika 6.** Aparatura korištena za pripremu biljnih ekstrakata: a) mikser za usitnjavanje biljnog materijala, b) smjesa biljnog materijala i vode, c) zagrijavanje smjese u pješčanoj kupelji, d) Büchnerov lijevak za vakuum filtraciju

### 3.2.2. Sinteza čestica hematita

Za sintezu nanočestica korištene su: 1 M otopina željezovog(III) klorida ( $\text{FeCl}_3$ ), 8 M otopina natrijevog hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) te ultračista voda. Sinteza je rađena pomoću mikrovalne peći pri temperaturi od  $200\text{ }^\circ\text{C}$  u trajanju od 20 minuta pri snazi mikrovalnog zračenja od 850 W. Uzorci pripremljeni na način prikazan u Tablici 2., prebačeni su u teflonske posude za mikrovalni reaktor te stavljeni u mikrovalnu peć. Nakon završetka sinteze talog je centrifugiran pomoću Beckman centrifuge u trajanju od 5 minuta pri 10000 okretaja. Izoliranim matičnicama izmjerene su pH vrijednosti koje su prikazane u Tablici 2. Uzorci su nakon centrifugiranja isprani ukupno 3 puta ultračistom vodom te jednom etanolom kako bi se uklonile moguće nečistoće. Prije ispiranja etanolom, proveden je test na kloride pomoću srebrovog nitrata ( $\text{AgNO}_3$ ). Test se provodi na način da se na satno stakalce prenese mala količina uzorka i par kapi srebrovog nitrata. Izostanak bijelog taloga srebrovog klorida ukazuje da u uzorcima nisu prisutni kloridi, koji su moguća glavna nečistoća prilikom sinteze hematita budući da se za sintezu, kao prekursor, koristi otopina željezovog(III) klorida.



**Tablica 2.** Eksperimentalni uvjeti sinteze

| <b>Uzorak</b> | <b>1 M FeCl<sub>3</sub>/mL</b> | <b>8 M NaOH/mL</b> | <b>H<sub>2</sub>O/mL</b> | <b>pH</b> |
|---------------|--------------------------------|--------------------|--------------------------|-----------|
| <b>1</b>      | 4                              | 4                  | 32                       | 13,10     |
| <b>2</b>      | 4                              | 4                  | 32                       | 13,00     |
| <b>3</b>      | 4                              | 4                  | 32                       | 12,98     |
| <b>4</b>      | 4                              | 4                  | 32                       | 13,02     |
| <b>5</b>      | 4                              | 4                  | 32                       | 13,05     |
| <b>6</b>      | 4                              | 4                  | 32                       | 13,13     |

### **3.2.3. Dodatak biljnog ekstrakta prije i nakon sušenja čestica hematita**

Nakon ispiranja uzorka (uzorci 4, 5 i 6) stavljeni su na sušenje preko noći u vakuum sušionik na 60 °C. Nakon sušenja, navedenim uzorcima su dodani voda i biljni ekstrakti, prema Tablici 3., te su potom ostavljeni na magnetskoj miješalici preko noći, prikazano na Slici 7. Nakon miješanja, uzorci su centrifugirani te stavljeni na sušenje preko noći u vakuum sušionik na 60 °C.

U uzorke 1, 2 i 3, nakon ispiranja dodani su voda i ekstrakti kako je navedeno u Tablici 3. te su potom ostavljeni na magnetskoj miješalici preko noći, a zatim centrifugirani i stavljeni na sušenje u vakuum sušionik na 60 °C.

**Tablica 3.** Dodatak biljnih ekstrakata

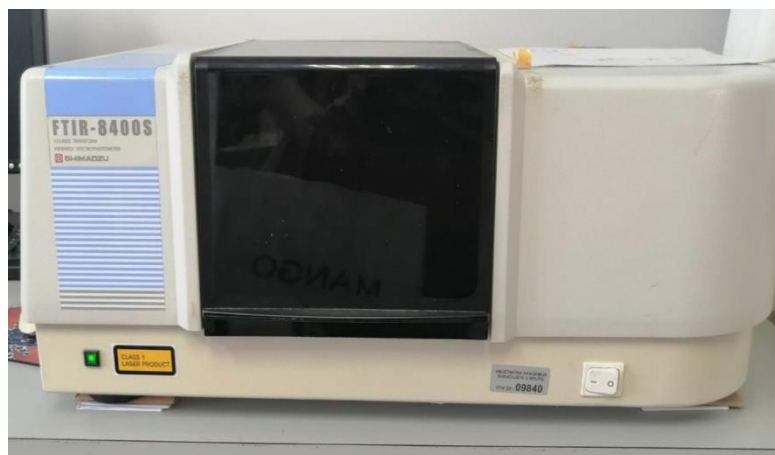
| Uzorak | Dodatak prije/poslije sušenja |                      |                       |
|--------|-------------------------------|----------------------|-----------------------|
|        | H <sub>2</sub> O /mL          | Ekstrakt kamilice/mL | Ekstrakt brnistre /mL |
| 1      | 40 (prije)                    | -                    | -                     |
| 2      | -                             | 40 (prije)           | -                     |
| 3      | -                             | -                    | 40 (prije)            |
| 4      | 40 (poslije)                  | -                    | -                     |
| 5      | -                             | 40 (poslije)         | -                     |
| 6      | -                             | -                    | 40 (poslije)          |



**Slika 7.** Uzorci na magnetskoj miješalici

### 3.3. Analiza uzoraka

Dobiveni uzorci su analizirani FTIR metodom. Prije snimanja apsorpcijskog spektra uzoraka, snimi se pozadinski spektar. Za snimanje pozadinskog spektra koristi se kalijev bromid (KBr). Približno 20 mg kalijevog bromida se usitni u tarioniku i potom pomoću hidraulične preše oblikuje u pastilu koja odgovara dimenzijama na nosaču pastile instrumenta. Pastila kalijevog bromida oprezno se prenese na nosač spektrofotometra te se uzorak snimi. Dobivene IR vrpce odgovaraju apsorpcijskim spektrima ugljikovog dioksida i vlage iz zraka. Zatim se uzorci pripreme na isti način, tako da se u tarionik stavi i usitni čisti KBr i doda mala količina uzorka te se miješa dok se ne dobije homogena smjesa. Pomoću hidraulične preše, oblikuje se pastila s uzorkom. Dobivene IR vrpce se mogu pripisati samo uzorku jer program spektrofotometra, *IR solution*, oduzme pozadinski spektar koji je prethodno snimljen. Slika 8. prikazuje FTIR uređaj korišten za analizu.



**Slika 8.** FTIR uređaj korišten za analizu

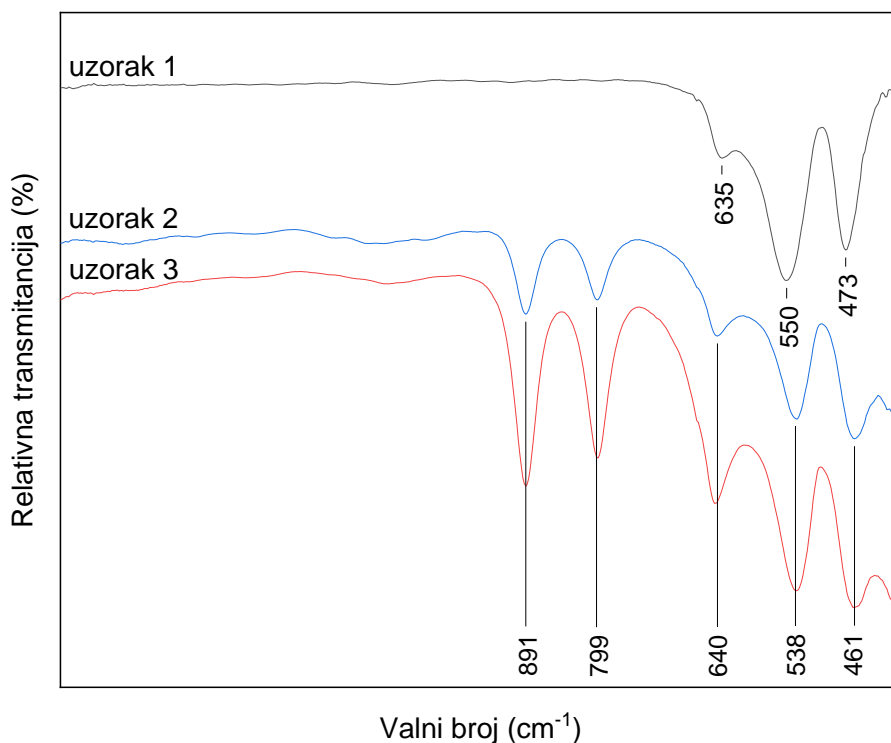
## 4. REZULTATI I RASPRAVA

IR spektri čestica željezovih oksida dobivenih mikrovalnom sintezom uz dodatak ekstrakata kamilice i brnistre prije sušenja sintetiziranih čestica prikazani su na Slici 9:

Uzorak 1 - referentni uzorak

Uzorak 2 - uzorak s dodatkom ekstrakta kamilice prije sušenja

Uzorak 3 - uzorak s dodatkom ekstrakta brnistre prije sušenja



**Slika 9.** FTIR spektri uzoraka 1, 2 i 3

Hematit ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) ima karakteristične IR vrpce, koje su posljedica vibracija Fe-O veze, pri  $430\text{ cm}^{-1}$  i  $530\text{ cm}^{-1}$ . Na intenzitet i odmak IR vrpce utječu veličina i oblik čestica. Kod uzorka 1 vide se IR vrpce pri  $473\text{ cm}^{-1}$ , odnosno kod uzorka 2 i 3 pri  $461\text{ cm}^{-1}$  koje se mogu pripisati istežanju veze Fe-O karakteristične za hematit. Također, istežanje pri  $635\text{ cm}^{-1}$  kod uzorka 1 i kod uzorka 2 i 3 pri  $640\text{ cm}^{-1}$  mogu se pripisati istežanju Fe-O veze hematita. Apsorpcijske vrpce pri  $799\text{ cm}^{-1}$  i  $891\text{ cm}^{-1}$  karakteristične su za getit (istežanja površinskih i strukturnih

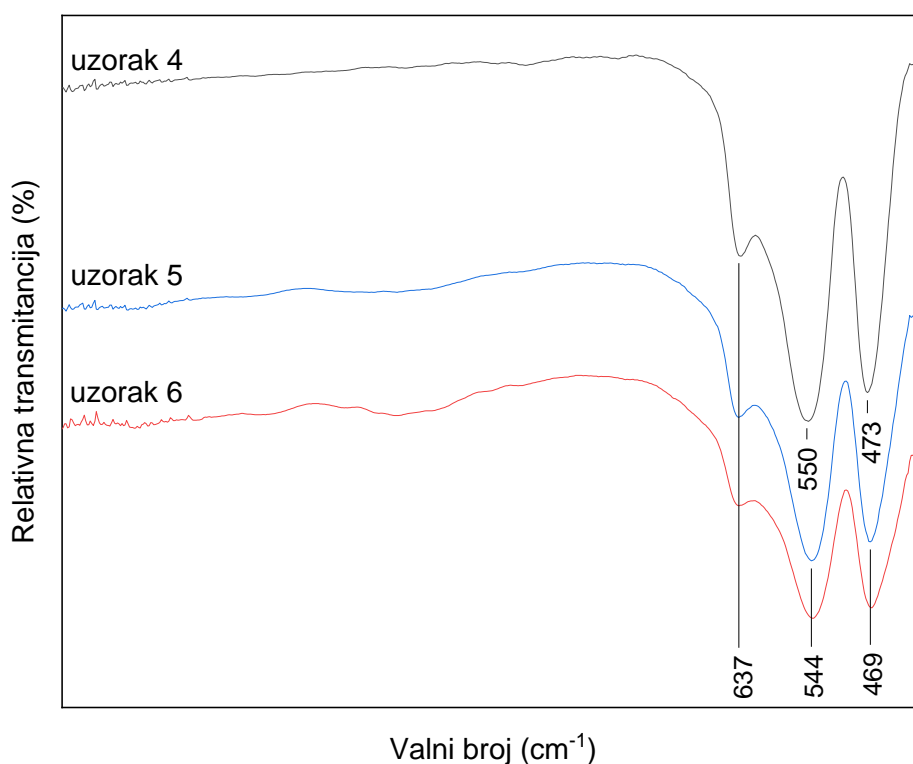
hidroksilnih skupina) čime je dokazano kako dodatak biljnih ekstrakata prije procesa sušenja usporava transformaciju getita u hematit te je kao konačan produkt dobivena smjesa hematita i getita. Za referentni uzorak 1, koji nema dodatak biljnih ekstrakata, prema IR spektru možemo zaključiti da je sastavljen od čistog hematita.

IR spektri čestica željezovih oksida dobivenih mikrovalnom sintezom uz dodatak ekstrakata kamilice i brnistre nakon sušenja sintetizirani čestica prikazani su na Slici 10:

Uzorak 4 - referentni uzorak

Uzorak 5 - uzorak s dodatkom ekstrakta kamilice nakon sušenja

Uzorak 6 - uzorak s dodatkom ekstrakta brnistre nakon sušenja



**Slika 10.** FTIR spektri uzoraka 4, 5 i 6

Kod uzorka 4, referentni uzorak bez dodatka biljnih ekstrakata, vide se IR vrpce pri  $473\text{ cm}^{-1}$ , odnosno kod uzorka 5 i 6 pri  $469\text{ cm}^{-1}$  koje se mogu pripisati istežanju Fe-O veze karakteristične za hematit. Također istežanje pri  $637\text{ cm}^{-1}$  prisutnih u uzorcima 4, 5 i 6 se može pripisati istežanju veze Fe-O karakteristične za hematit. Obzirom da je iz Slike 10 vidljivo kako

su prikazani uzorci čisti hematit, možemo zaključiti da dodatak ekstrakata biljnog materijala kamilice i brnistre u uzorke nakon sušenja sintetiziranih čestica nema utjecaj na sastav konačnog produkta.

## 5. ZAKLJUČAK

Iz eksperimentalnog dijela provedenog u ovom završnom radu dobiveni su sljedeći zaključci:

- Dodatak ekstrakata kamilice i brnistre u uzorcima dobivenim mikrovalnom sintezom tijekom 20 minuta pri 200 °C prije sušenja utječu na sastav dobivenih produkata. Dodatkom ovih ekstrakata, pri zadanim eksperimentalnim uvjetima, nastaje smjesa hematita i getita, dok kod referentnog uzorka kod kojeg izostaje dodatak ekstrakata biljnih materijala nastaje čisti hematit.
- Dodatkom ekstrakata kamilice i brnistre u uzorke dobivene mikrovalnom hidrotermičkom metodom tijekom 20 minuta pri 200 °C nakon sušenja, nastaju čestice hematita, kao kod referentnog uzorka.

## 6. BIBLIOGRAFIJA

1. Schwertmann, U.; Cornell, R.M. *Iron Oxides in the Laboratory: Preparation and Characterization*; Wiley VCH: 2000; p. 204.
2. Cornell, R.M.; Schwertmann, U. *The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions, Occurrence, and Uses*, 2nd ed.; John Wiley & Sons: Weinheim; New York, 2003; pp. 1-664.
3. Ali, A.; Hira Zafar, M.Z.; ul Haq, I.; Phull, A.R.; Ali, J.S.; Hussain, A. Synthesis, characterization, applications, and challenges of iron oxide nanoparticles. **2016**, *9*, 49.
4. Mohapatra, M.; Anand, S. Synthesis and applications of nano-structured iron oxides or hidroxides - A review. *International Journal of Engineering, Science and Technology* **2010**, *2*, 127-146, doi:10.4314/ijest.v2i8.63846.
5. Local vibrational dynamics of hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) studied by extended x-ray absorption fine structure and molecular dynamics - Scientific Figure on ResearchGate. Dostupno: [https://www.researchgate.net/figure/Crystal-structure-of-hematite-15-large-and-small-circles-denote-Fe-and-O-atoms\\_fig3\\_26303755](https://www.researchgate.net/figure/Crystal-structure-of-hematite-15-large-and-small-circles-denote-Fe-and-O-atoms_fig3_26303755)[Pristupljeno 17. 9. 2022.]
6. The Biogeochemistry of Technetium: A Review of the Behavior of an Artificial Element in the Natural Environment Scientific Figure on ResearchGate. Dostupno: [https://www.researchgate.net/figure/Crystal-structure-of-goethite-FeIII\(OH\)-from-Yang-and-others-2006\\_fig2\\_255222238](https://www.researchgate.net/figure/Crystal-structure-of-goethite-FeIII(OH)-from-Yang-and-others-2006_fig2_255222238) [Pristupljeno 17. 9. 2022.]
7. Origin of the Verwey transition in magnetite: Group theory, electronic structure, and lattice dynamics study - Scientific Figure on ResearchGate. Dostupno: [https://www.researchgate.net/figure/Color-online-The-crystal-structure-of-magnetite-in-the-cubic-F-d-3-m-symmetry-Iron\\_fig1\\_1768269](https://www.researchgate.net/figure/Color-online-The-crystal-structure-of-magnetite-in-the-cubic-F-d-3-m-symmetry-Iron_fig1_1768269) [Pristupljeno 17. 9. 2022.]
8. Lassoued, A.; Dkhil, B.; Gadri, A.; Ammar, S. Control of the shape and size of iron oxide ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles synthesized through the chemical precipitation method. **2017**, *7*, 3007-3015, doi:<https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.07.066>.
9. Lassoued, A.; Lassoued, M.S.; Dkhil, B.; Ammar, S.; Gadri, A. Synthesis, photoluminescence and Magnetic properties of iron oxide ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles through precipitation or hydrothermal methods. **2018**, *101*, 212-219, doi:<https://doi.org/10.1016/j.physe.2018.04.009>.
10. Bilecka, I.; Niederberger, M. Microwave chemistry for inorganic nanomaterials synthesis. *Nanoscale* **2010**, *2*, 1358-1374, doi:10.1039/b9nr00377k.



11. Mello, P.A.; Barin, J.S.; Guarnieri, R.A. Chapter 2 - Microwave Heating. In *Microwave-Assisted Sample Preparation for Trace Element Analysis*, Flores, É.M.d.M., Ed.; Elsevier: Amsterdam, 2014; pp. 59-75.
12. Wu, W.; He, Q.; Jiang, C. Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis and surface functionalization strategies. *Nanoscale Res. Lett.* **2008**, *3*, 397-415, doi:10.1007/s11671-008-9174-9.
13. Wu, W.; Wu, Z.; Yu, T.; Jiang, C.; Kim, W.-S. Recent progress on magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, surface functional strategies and biomedical applications. **2015**, *16*, 023501, doi:10.1088/1468-6996/16/2/023501.
14. Lu, A.-H.; Salabas, E.L.; Schueth, F. Magnetic nanoparticles: Synthesis, protection, functionalization, and application. *Angew. Chem., Int. Ed.* **2007**, *46*, 1222-1244, doi:10.1002/anie.200602866.
15. J.Ngeneleme, F.-T.; J. Eko, N.; D. Mbom, Y.; D. Tantoh, N.; M. Rui, K.W. A One Pot Green Synthesis and Characterisation of Iron Oxide-Pectin Hybrid Nanocomposite. **2013**, *03*, 30-37, doi:10.4236/ojcm.2013.32005.
16. Herlekar, M.; Barve, S.; Kumar, R. Plant-Mediated Green Synthesis of Iron Nanoparticles. **2014**, *2014*, 140614, doi:10.1155/2014/140614.
17. Buarki, F.; AbuHassan, H.; Al Hannan, F.; Henari, F.Z. Green Synthesis of Iron Oxide Nanoparticles Using Hibiscus rosa sinensis Flowers and Their Antibacterial Activity. **2022**, *2022*, 5474645, doi:10.1155/2022/5474645.
18. Singh, O.; Khanam, Z.; Misra, N.; Srivastava, M.K. Chamomile (*Matricaria chamomilla* L.): An overview. *Pharmacognosy reviews* **2011**, *5*, 82-95, doi:10.4103/0973-7847.79103.
19. Haghi, G.; Hatami, A.; Safaei, A.; Mehran, M. Analysis of phenolic compounds in *Matricaria chamomilla* and its extracts by UPLC-UV. *Research in pharmaceutical sciences* **2014**, *9*, 31-37.
20. Bezić, N.; Dunkić, V.; Radonić, A. Anatomical and chemical adaptation of *Spartium junceum* L. in arid habitat. **2003**, *45*.
21. Nasser, M.A.; Shahabi, M.; Allahresani, A.; Kazemnejadi, M. Eco-friendly biosynthesis of silver nanoparticles using aqueous solution of *Spartium junceum* flower extract. **2019**, *3*, 382-390, doi:10.22034/ajgc.2018.144365.1099.
22. Faraji, M.; Yamini, Y.; Rezaee, M. Magnetic nanoparticles: synthesis, stabilization, functionalization, characterization, and applications. *J. Iran. Chem. Soc.* **2010**, *7*, 1-37.

23. Ng, L.M.; Simmons, R. Infrared spectroscopy. **1999**, *71*, 343R-350R, doi:10.1021/a1999908r.
24. Ismail, A.A.; van de Voort, F.R.; Sedman, J. Fourier transform infrared spectroscopy: principles and applications. In *Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry*, Paré, J.R.J., Bélanger, J.M.R., Eds.; Elsevier: 1997; Volume 18, pp. 93-139.

## Popis slika

|   |    |
|---|----|
| <b>Slika 1.</b> Kristalna struktura hematita.....   | 4  |
| <b>Slika 2.</b> Kristalna struktura getita .....  | 4  |
| <b>Slika 3.</b> Kristalna struktura magnetita .....   | 5  |
| <b>Slika 4.</b> Mikrovalna peć korištena za sintezu .....   | 8  |
| <b>Slika 5.</b> Unutrašnjost mikrovalne peći .....  | 8  |
| <b>Slika 6.</b> Aparatura korištena za pripremu biljnih ekstrakata: a) mikser za usitnjavanje biljnog materijala, b) smjesa biljnog materijala i vode, c) zagrijavanje smjese u pješčanoj kupelji, d) Büchnerov lijevak za vakuum filtraciju..... | 17 |
| <b>Slika 7.</b> Uzorci na magnetskoj miješalici .....   | 19 |
| <b>Slika 8.</b> FTIR uređaj korišten za analizu .....   | 20 |
| <b>Slika 9.</b> FTIR spektri uzoraka 1, 2 i 3 .....   | 21 |
| <b>Slika 10.</b> FTIR spektri uzoraka 4,5 i 6 .....   | 22 |

## Popis tablica

|  |    |
|--|----|
| <b>Tablica 1.</b> Nazivi željezovih oksida.....        | 3  |
| <b>Tablica 2.</b> Eksperimentalni uvjeti sinteze ..... | 18 |
| <b>Tablica 3.</b> Dodatak biljnih ekstrakata .....     | 19 |