



جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة ديالى – كلية العلوم
قسم الفيزياء



تحضير ودراسة الخصائص الفيزيائية لبعض الأكاسيد النانوية وتطبيقاتها البيولوجية

رسالة تقدمت بها

نور محمد أبراهيم

(بكالوريوس علوم فيزياء 2017)

إلى

مجلس كلية العلوم - جامعة ديالى

وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في علوم الفيزياء

بإشراف

أ.د. طالب جواد كاظم

أ.د. زياد طارق خضير

2022 م

1443 هـ

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

﴿ قَالَ الَّذِي عِنْدَهُ عِلْمٌ مِنَ الْكِتَابِ أَنَا آتِيكَ بِهِ قَبْلَ أَنْ يَرْتَدَّ إِلَيْكَ طَرْفُكَ فَلَمَّا رآهُ مُسْتَقِرًّا عِنْدَهُ قَالَ هَذَا مِنْ فَضْلِ رَبِّي لِيَبْلُوَنِي أَأَشْكُرُ أَمْ أَكْفُرُ وَمَنْ شَكَرَ فَإِنَّمَا يَشْكُرُ لِنَفْسِهِ وَمَنْ كَفَرَ فَإِنَّ رَبِّي غَنِيٌّ كَرِيمٌ ﴾

اللَّهُ
صَدَقَ
الْعَظِيمُ

سورة النمل

آية [40]

إقرار المقوم العلمي

أقر بتقويم رسالة الماجستير المعنونة (تحضير ودراسة الخصائص الفيزيائية لبعض الأكاسيد النانوية وتطبيقاتها البيولوجية) لل طالبة (نور محمد ابراهيم محمد) علمياً من قبلي وهي جزء من متطلبات نيل درجة ماجستير علوم في الفيزياء.

التوقيع:

الاسم: أ.د. زينب ناصر جميل

المرتبة العلمية: أستاذ

العنوان: الجامعة التكنولوجية – قسم هندسة الاتصالات

التاريخ: / / ٢٠٢٢م

التوقيع:

الاسم: ا.م.د. عادل اسماعيل كاظم

المرتبة العلمية: أستاذ مساعد

العنوان: جامعة بغداد – كلية التربية (ابن الهيثم) – قسم الفيزياء

التاريخ: / / ٢٠٢٢م

إقرار المقوم اللغوي

أقر بتقويم رسالة الماجستير المعنونة (تحضير ودراسة الخصائص الفيزيائية لبعض الأكاسيد النانوية وتطبيقاتها البيولوجية) للطالبة (نور محمد ابراهيم محمد) لغوياً من قبلي وهي جزء من متطلبات نيل درجة ماجستير علوم في الفيزياء.

التوقيع:

الاسم: ا.م.د. علاء حسين عليوي

المرتبة العلمي: أستاذ مساعد

العنوان: جامعة ديالى – كلية التربية للعلوم الانسانية – قسم اللغة العربية

التاريخ: / / ٢٠٢٢م

البحوث المنشورة

(Synthesis and characterization of nickel oxide (NiO) nanoparticles using an environmentally friendly method, and their biomedical application)

Ziad T. Khodair a,^{*}, Noor M. Ibrahim a, Talib J. Kadhim b,
Ali M. Mohammad c

ضمن مجلة (Chemical Physics Letters 797 (2022) 139564)

الإهداء

*إلى من خلقني فسوانني وأعطاني فأرضاني **الله ربي**

*إلى من بلغ الرسالة وأدى الأمانة ونصح الأمة إلى نبينا
وسيدنا..... **محمد (صلى الله عليه وسلم)**

*إلى معنى الحب والحنان والتفاني وبسمة الحياة وسر الوجود ومن كان
دعائها سر نجاحي **أمي الحبيبة**

*إلى الذي انحنى لكي استقيم فكان السند والوثد الذي وقفت
عليه..... **والدي**

*إلى شموعي و نور عيني هم من أدخل الفرع إلى قلبي..... **إخوتي**
وأخواتي

*إلى رفيق دربي والروح التي سكنت قلبي **زوجي الغالي أحمد**

*إلى فرحة عمري وأجمل عطايا الله لي **طفلتي سبأ**

*إلى من مهدوا طريق العلم أمامي... **أساتذتي الاعزاء**

نور

شكر وتقدير

الحمد لله رب العالمين والصلاة والسلام على سيد المرسلين وخاتم الأنبياء محمد (صلى الله عليه وسلم)؛ الحمد لله كما ينبغي لجلال وجهك وعظيم سلطانك؛ الحمد لله الذي أتمّ بنعمته عليّ ووفقني لإكمال رسالتي هذه. وأنا أضع اللمسات الأخيرة لرسالتي أتقدم بالشكر الجزيل إلى جامعة ديالى- عمادة كلية العلوم المتمثلة أ. د. **تحسين حسين مبارك** (عميد كلية العلوم/جامعة ديالى) لتدليله الصعوبات التي واجهتنا وحرصه على متابعتنا أثناء البحث، و أتقدم بالشكر والامتنان إلى مشرفي وأستاذي العزيز أ. د. **زياد طارق خضير** (جامعة ديالى /كلية العلوم /قسم الفيزياء) لتوجيهاته العلمية القيمة وحرصه الشديد على اكمال البحث اسأل الله العظيم ان يحفظه ويديمه بظله يوم لا ظل الا ظله. و أتقدم بالشكر الجزيل إلى مشرفي أ. د. **طالب جواد كاظم** (جامعة ديالى/ عميد كلية الطب البيطري) لتوجيهاته ومتابعته , اسأل الله العظيم رب العرش العظيم أن يحفظه ويديمه بالصحة والعافية.

كما أتقدم بخالص الشكر والتقدير الى رئيس قسم الفيزياء الدكتور (أسامة عبد العزيز دخيل) داخل الجامعة المستنصرية – كلية العلوم والاستاذة (**ضحى عبد الكريم كاظم**) لتعاونهما اللامحدود معي في الحصول على المستلزمات المختبرية والمعلومات النظرية والعملية الخاصة بالبحث.

كما أتقدم بالشكر لكل من ساعدني على إتمام هذا البحث وقدم لي العون ومد لي يد المساعدة وزودني بالمعلومات اللازمة لإتمام هذا البحث، إذ كانوا عوناً لي في بحثي هذا ونورا يضيء الظلمة التي كانت تقف أحياناً في طريقي. وأتقدم بشكري الجزيل لزملائي وزميلاتي طلبة الدراسات العليا .

الخلاصة

تم في هذا البحث استخدام طريقتين مختلفتين هما طريقة المحلول الغروي (Sol-gel) والطريقة البيولوجية وتسمى أيضا بطريقة التوليف الأخضر، وكذلك تم استعمال نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون) كعوامل أكسدة واختزال، وذلك لتحضير أكاسيد كل من النيكل والنحاس والكاديوم ذات التراكيب النانوية.

تم دراسة الخصائص التركيبية والبصرية للأكاسيد المحضرة، والتي تضمنت حيود الأشعة السينية (XRD) والمجهر الإلكتروني الماسح بمجال الانبعاث (FE-SEM) وطيف الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDS) وقياس مطياف الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (Uv-Vis) وقياس طيف الأشعة تحت الحمراء لتحويلات فورير (FT-IR) على التوالي لجميع الأكاسيد المحضرة، تم اختبار فعالية الأكاسيد النانوية المحضرة في مجال التطبيق الحيوي لتنشيط نوعين من البكتريا المختبرية (*Escherichia coli*) و (*Staphylococcus*) واحد أنواع الفطريات (*Candida albicans*) .

أظهرت فحوصات حيود الأشعة السينية (XRD) أن الأكاسيد المحضرة كانت ذات تركيب متعدد التبلور (Polycrystalline) بعضها من النوع المكعب (Cubic) والبعض الآخر من النوع أحادي الميل (Monoclinic)، إذ تم حساب كل من معدل الحجم البلوري (D) وثابت الشبكة (a_0) وعامل التشكيل (T_C).

بينت صور (FE-SEM) وفحص (EDS) أن الأكاسيد التي حصلنا عليها ذات أشكال نانوية مختلفة ونسب تكوين مختلفة.

تمت دراسة الخواص البصرية للأكاسيد المحضرة باستعمال طيفي الامتصاصية والنفاذية، باستخدام قياس (UV-Vis) إذ تم حساب فجوة الطاقة ووجد هناك نقصان وزيادة فجوة الطاقة باختلاف نوع المستخلص النباتي المستعمل، وعن طريق قياس (FT-IR) تم معرفة حزم الطاقة (O-H و C=C و C=O) لجميع الأكاسيد المحضرة.

تم اختبار فعالية تنشيط أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة باستخدام طريقة التوليف الأخضر باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون) على البكتريا سالبة الجرام (*Escherichia coli*) وأظهرت جميع الأكاسيد المحضرة نسب تنشيط عالية وكانت أعلى نسبة تنشيط (44mm) تعود الى أكسيد الكاديوم المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، وكذلك على البكتريا موجبة الجرام (*Staphylococcus*) ووجد نسب تنشيط عالية لجميع الأكاسيد المحضرة وأن أعلى نسبة تنشيط (50mm) تعود أيضا الى أكسيد الكاديوم المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال.

تم اختبار فعالية تنشيط أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة باستخدام طريقة (sol-gel) باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون) على البكتريا سالبة الجرام (*Escherichia coli*) وبينت جميع الأكاسيد المحضرة نسب تنشيط عالية وكانت أعلى نسبة تنشيط (44mm) تعود الى أكسيد الكاديوم المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وهذا مشابه لنسبة تنشيط الأكسيد نفسه المحضر بالطريقة التوليف الأخضر وهذا يدل على أن الطريقتين تعطي أكاسيد نانوية عالية الكفاءة، وكذلك على البكتريا موجبة الجرام (*Staphylococcus*) ووجد نسب تنشيط عالية لجميع الأكاسيد

المحضرة وأن أعلى نسبة تثبيط (47mm) تعود أيضا إلى أكسيد النحاس المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وهذا يوضح أن مستخلص أوراق البرتقال يعمل كعامل أكسدة واختزال قوي جدا في التخلص من المعادن الموجودة في النترات ليتكون أكسيد نانوي عالي الدقة والكفاءة.

تم اختبار فعالية تثبيط الأكاسيد المحضرة بالطريقتين المختلفتين باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية على أحد أنواع الفطريات (*Candida albicans*) ووجد أعلى نسبة تثبيط (49mm) تعود إلى أكسيد الكاديوم المحضر بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، وأعلى نسبة تثبيط (47mm) تعود إلى أكسيد الكاديوم المحضر بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون.

قائمة المحتويات

الصفحة	المحتوى	الفقرة
I	قائمة المحتويات	
V	قائمة الأشكال	
VII	قائمة الجداول	
VIII	قائمة الرموز	
X	قائمة الاختصارات	
الفصل الأول مقدمة عامة		
1	المقدمة	(1-1)
2	الجسيمات النانوية	(2-1)
2	أكسيد النيكل (NiO)	(3-1)
3	استخدامات أكسيد النيكل	(1-3-1)
4	أكسيد النحاس (CuO)	(4-1)
6	استخدامات أكسيد النحاس	(1-4-1)
6	أكسيد الكاديوم (CdO)	(5-1)
7	المواد الحيوية النانوية	(6-1)
7	الدراسات السابقة	(7-1)
11	الهدف من البحث	(8-1)
الفصل الثاني الجانب النظري		
12	المقدمة	(1-2)
12	علم النانو	(2-2)
12	تصنيف المواد النانوية وتطبيقاتها	(3-2)

14	طرائق تحضير الجسيمات النانوية	(4-2)
15	طريقة التوليف الأخضر	(5-2)
19	طريقة المحلول الغروي	(6-2)
20	تطبيقات طريقة المحلول الغروي	(1-6-2)
20	مزايا طريقة المحلول الغروي	(2-6-2)
21	الخصائص التركيبية	(7-2)
21	حيود الاشعة السينية (XRD)	(1-7-2)
23	قانون براك	(1-1-7-2)
24	حساب حجم البلوريات	(2-1-7-2)
25	ثابت الشبكة	(3-1-7-2)
26	طيف الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDS)	(2-7-2)
26	المجهر الالكتروني الماسح بمجال الانبعث (FE-SEM)	(3-7-2)
27	الخصائص البصرية	(8-2)
27	تفاعل الضوء مع المادة	(1-8-2)
28	حافة الامتصاص الاساسية	(2-8-2)
29	النفاذية	(3-8-2)
30	الامتصاصية	(4-8-2)
30	الانتقالات الالكترونية	(5-8-2)
31	فجوة الطاقة البصرية	(6-8-2)
31	تحليلات فورييه للأشعة تحت الحمراء (FTIR)	(7-8-2)
32	النشاط المضاد للبكتيريا	(9-2)
33	اختبار نشاط مضادات الميكروبات	(10-2)
الفصل الثالث الجانب العملي		
36	المقدمة	(1-3)
39	الأجهزة والمواد المستخدمة في العمل	(2-3)
39	جمع العينات (النباتات)	(3-3)

40	تحضير المستخلصات النباتية	(4-3)
41	تحضير جسيمات الاكاسيد النانوية بطريقة التوليف الأخضر	(5-3)
44	تحضير جسيمات الاكاسيد النانوية بطريقة المحلول الغروي	(6-3)
46	أجهزة قياس الخواص التركيبية	(7-3)
46	قياس حيود الاشعة السينية (XRD)	(1-7-3)
47	المجهر الالكتروني الماسح بمجال الانبعاث (FE-SEM)	(2-7-3)
47	طيف الاشعة السينية المشتت للطاقة (EDS)	(3-7-3)
47	أجهزة قياس الخواص البصرية	(8-3)
47	مطياف الاشعة المرئية-فوق البنفسجية (UV-Vis)	(1-8-3)
49	مطياف الاشعة تحت الحمراء (FTIR)	(2-8-3)
49	الأجهزة والادوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي	(9-3)
51	طريقة التعقيم	(10-3)
51	تحضير الاوساط الزراعية	(11-3)
51	تنشيط العزلات	(12-3)
51	اختبار الحساسية	(13-3)

الفصل الرابع

النتائج والمناقشة

53	المقدمة	(1-4)
53	نتائج القياسات التركيبية	(2-4)
53	نتائج حيود الاشعة السينية للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة التوليف الأخضر	(1-2-4)
65	نتائج حيود الاشعة السينية للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة المحلول الغروي	(2-2-4)
75	نتائج المجهر الإلكتروني الماسح الباعث للمجال (FE-SEM) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة التوليف الأخضر	(3-2-4)
79	نتائج المجهر الإلكتروني الماسح الباعث للمجال (FE-SEM) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة المحلول الغروي	(4-2-4)
83	نتائج التحليل الطيفي المشتت للطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة التوليف الأخضر	(5-2-4)
86	نتائج التحليل الطيفي المشتت للطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة المحلول الغروي	(6-2-4)

89	نتائج القياسات البصرية	(3-4)
89	نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis)	(1-3-4)
89	نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis) للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر	(1-3-4) (A)
93	نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis) للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي	(1-3-4) (B)
97	نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR)	(2-3-4)
97	نتائج قياس FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر	(2-3-4) (A)
100	نتائج قياس FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي	(2-3-4) (B)
103	التطبيق البيولوجي	(4-4)
111	الاستنتاجات	(5-4)
112	المشاريع المستقبلية	(6-4)
113	المصادر	

قائمة الاشكال

الرقم	الشكل	الصفحة
(1-1)	التركيب البلوري المكعب لأكسيد النيكل	3
(2-1)	التركيب البلوري لأكسيد النحاس	5
(1-2)	تصنيف المواد النانوية ذات البعد الواحد والبعدين والثلاث أبعاد	14
(2-2)	مخطط لطرق تحضير الجسيمات النانوية لكل من أسلوب التحضير من أعلى إلى أسفل واسلوب من أسفل إلى أعلى	15
(3-2)	أجزاء مختلفة من المستخلصات النباتية	16
(4-2)	التخليق الحيوي النباتي للمعادن	17
(5-2)	المستقبلات للتخليق الأخضر لعناصر البروتين الطبيعية عن طريق المستخلصات النباتية	17
(6-2)	المزايا الرئيسية للطريقة الخضراء	18
(7-2)	الرسم التخطيطي لمختلف الخطوات المتبعة في عملية المحلول الغروي	20
(8-2)	حيود الأشعة السينية للمواد العشوائية والمتبلورة ومتعددة التبلور	21
(9-2)	مخطط للتشخيص بالأشعة السينية	22
(10-2)	أنماط XRD لمادة NiO المحضرة بطريقة التخليق الحيوي	22
(11-2)	أنماط XRD لمادة CuO	23
(12-2)	أنماط XRD لمادة CdO	23
(13-2)	المستويات البلورية وقانون براك	24
(14-2)	مجال الانبعاث بمجهر المسح الإلكتروني	27
(15-2)	مناطق حافة الامتصاص	29
(16-2)	المخطط التوضيحي لاختراق الجسيمات النانوية والايونية البكتيرية	33
(1-3)	الأملاح المستخدمة في العمل	37
(2-3)	النباتات المستخدمة في العمل	37
(3-3)	مخطط العمل لتحضير الاكاسيد النانوية والقياسات من المواد وصولاً إلى التطبيق البيولوجي	38
(4-3)	خطوات تحويل النباتات الطازجة إلى مستخلصات	41

43	مراحل تحضير أكاسيد (النكل والنحاس والكاديوم) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون كعوامل مساعدة باستخدام طريقة التوليف الأخضر	(5-3)
45	مراحل تحضير أكاسيد (النكل والنحاس والكاديوم) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون كعوامل مساعدة باستخدام طريقة المحلول الغروي	(6-3)
46	جهاز XRD	(7-3)
47	صورة المجهر الالكتروني الماسح بمجال الانبعث	(8-3)
48	مخطط توضيحي لعمل جهاز UV-Vis	(9-3)
48	صورة جهاز مطياف الاشعة فوق البنفسجية- مرئية (UV-Vis)	(10-3)
49	صورة جهاز مطياف الاشعة تحت الحمراء	(11-3)
54	أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(1-4)
55	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النكل	(2-4)
56	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(3-4)
56	البطاقة القياسية العالمية للنكل	(4-4)
57	البطاقة القياسية العالمية لمادة NiO ₂	(5-4)
58	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(6-4)
59	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(7-4)
60	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النحاس	(8-4)
61	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(9-4)
62	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد الكاديوم (ICDD-01-073-2245)	(10-4)
62	البطاقة القياسية العالمية لمادة CdO ₂	(11-4)
63	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(12-4)
64	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد الكاديوم (ICDD- 05-0640)	(13-4)
66	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(14-4)
67	أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(15-4)
68	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النكل	(16-4)

69	أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(17-4)
70	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النحاس (ICDD-05-0661)	(18-4)
71	أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(19-4)
72	البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النحاس (ICDD-02-1041)	(20-4)
73	أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(21-4)
74	أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(22-4)
76	صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(23-4)
76	صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(24-4)
77	صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضر بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(25-4)
78	صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(26-4)
78	صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(27-4)
79	صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(28-4)
80	صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(29-4)
80	صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(30-4)
81	صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(31-4)
81	صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(32-4)
82	صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(33-4)
82	صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(34-4)
85	مطيافية تشتت الطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال المستخلصات النباتية	(35-4)
88	مطيافية تشتت الطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال المستخلصات النباتية	(36-4)
91	طيف الامتصاصية للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال	(37-4)

92	فجوة نطاق الطاقة للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال	(38-4)
95	طيف الامتصاصية للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال	(39-4)
96	فجوة نطاق الطاقة للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال	(40-4)
99	طيف FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون عوامل أكسدة واختزال	(41-4)
102	طيف FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون عوامل أكسدة واختزال	(42-4)
105	مناطق التنشيط النشاط المضاد للبكتيريا (موجبة الجرام) <i>S.aureus</i> للأكاسيد النانوية التركيب المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(43-4)
107	مناطق تنشيط النشاط المضاد للبكتيريا (سالبة الجرام) <i>E.Coli</i> للأكاسيد النانوية المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(44-4)
109	مناطق التنشيط النشاط المضاد للفطريات (<i>Candida albicans</i>) للأكاسيد النانوية المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(45-4)

قائمة الجداول

رقم الصفحة	عنوان الجدول	رقم الجدول
2	بعض خصائص أكسيد النيكل	(1-1)
5	الخواص الفيزيائية والكيميائية لأوكسيد النحاس	(2-1)
6	الخواص الفيزيائية والكيميائية لأوكسيد الكاديوم	(3-1)
36	خصائص المواد المستخدمة في العمل	(1-3)
39	الأجهزة والمواد المستخدمة في العمل	(2-3)
40	قائمة بالاسم الحيوي للنبات المستخدم في تحضير الأكاسيد النانوية	(3-3)
41	الحسابات الرياضية للأملاح	(4-3)
42	نسب خلط محلول النترات مع محلول المستخلص النباتي لطريقة التوليف الأخضر	(5-3)
44	نسب خلط محلول النترات مع محلول المستخلص النباتي لطريقة المحلول الغروي	(6-3)
50	الأجهزة والأدوات المستخدمة في دراسة التطبيق البيولوجي	(7-3)
51	الايوساط الزراعية المستخدمة في التطبيق البيولوجي	(8-3)
54	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO NPs المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(1-4)
57	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO NPs المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(2-4)
59	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(3-4) (A)
60	قيم ثوابت الشبكة لمادة CuO المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(3-4) (B)
61	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(4-4)
64	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(5-4)
66	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(6-4)
67	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(7-4)
70	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(8-4) (A)

70	قيم ثوابت الشبكة لمادة CuO المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(8-4) (B)
71	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(9-4) (A)
72	قيم ثوابت الشبكة لمادة CuO المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(9-4) (B)
74	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال	(10-4)
75	المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون	(11-4)
86	نسب الأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر في داخل طيف (EDS)	(12-4)
89	نسب الأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي في داخل طيف (EDS)	(13-4)
93	القياسات البصرية للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال	(14-4)
97	القياسات البصرية للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال	(15-4)
100	اهتزازات الأواصر التابعة للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال المستخلصات النباتية	(16-4)
103	اهتزازات الأواصر التابعة للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال المستخلصات النباتية	(17-4)
105	نتائج تثبيط للبكتيريا (موجبة الجرام) S.aureus باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(18-4)
106	نتائج تثبيط للبكتيريا (موجبة الجرام) S.aureus باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(19-4)
108	نتائج تثبيط للبكتيريا (سالبة الجرام) E.Coli باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(20-4)
108	نتائج تثبيط للبكتيريا (سالبة الجرام) E.Coli باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(21-4)
110	نتائج تثبيط للفطريات (Candida albicans) باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(22-4)
110	نتائج تثبيط للفطريات (Candida albicans) باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)	(23-4)

قائمة الرموز

الرمز	المعنى	الرمز	المعنى
N	عدد القمم الظاهرة في طيف حيود الأشعة السينية	θ_B	زاوية حيود براك
I	الشدة المقاسة عمليا	a_o b_o c_o	ثوابت الشبكة
I_o	الشدة القياسية في بطاقة الفحص القياسية	v	الحجم
d_{hkl}	المسافة بين مستويين بلوريين متجاورين	E_g	فجوة الطاقة البصرية
D_{av}	معدل الحجم البلوري	λ	الطول الموجي للأشعة السينية الساقطة
β	عرض المنحني عند منتصف القمة	n	عدد صحيح يمثل مرتبة التداخل
ν	التردد	$h\nu$	طاقة الفوتون
h	ثابت بلانك	M	التركيز المولاري
W_t	الوزن الجزيئي	A	الامتصاصية
α	معامل الامتصاص	g	الغرام
%	نسبة مئوية	α_o	ثابت التناسب
$^{\circ}C$	سيليزي	T	النفاذية
w	التردد الزاوي	PH	الاس الهيدروجيني
A^o	أنكستروم	hkl	معاملات ميلر
K	عامل الشكل أو الهيئة	r	معامل اسي يعتمد على طبيعة الانتقال
E_u	طاقة ذبول	Cu	نوع مادة هدف (XRD)
$K_{\alpha 1}$	اشعة لايمان - الفا	mA	ملي أمبير
KV	كيلو فولت	KBr	بروميد البوتاسيوم

وحدة فلكية	a.u
------------	-----

قائمة المختصرات

المعنى	الاختصار
جسيمات نانوية	Nanoparticles NPs
حيود الأشعة السينية	X-ray Diffraction XRD
المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاث المجالي	Field Emission Scanning Electron Microscopy FE-SEM
مطياف الأشعة السينية المشتتة للطاقة	Energy Dispersive X-Ray Detection EDS
مطياف تحويلات فوريير للأشعة تحت الحمراء	Fourier Transform Infrared Spectroscopy FTIR
مطياف الأشعة فوق البنفسجية - مرئية	Uv – visible Spectrometer UV-Vis
عرض منتصف الشدة العظمى	Full Width at Half Maximum FWHM
بكتيريا القولون	Escherichia coli E-coli
بكتيريا المكورات العنقودية	Staphylococcus aerus S- aerus
نانومتر	Nanometer nm
مليمتر	millimeter mm
أنواع الأكسجين التفاعلية	Reactive oxygen species ROS
شبكة التلافيف كاملة	Fully Convolution Network FCN
رنين بلازمون السطح	Surface Plasmon Resonance SPR
البطاقة القياسية العالمية	International Centre for Diffraction Data ICDD
التحليل الحراري الوزني	Thermo Gravimetric Analysis TGA
المجهر الإلكتروني النافذ	Transmission Electron Microscopy TEM
التحليل الحراري التفاضلي	Differential Thermal Analysis DTA
مكعب مركز الوجوه	Face Centered Cubic FCC
مكعب مركز القاعدة	Base Centered Cubic BCC

الفصل الأول

المقدمة

والدراسات السابقة

(1-1) المقدمة

(Introduction)

اليوم، أصبحت تقنية النانو محورًا رئيسًا للبحث الحديث، فضلاً عن كونها واحدة من أهم المجالات الفيزيائي والكيميائي والبايولوجي بالإضافة إلى التخصصات العلمية الأخرى. نقصد بـ "علم النانو" فرع العلم المعني بتوصيف ودراسة المواد النانوية بالإضافة إلى تحديد خواصها الفيزيائية والكيميائية والتي تتراوح حبيباتها الداخلية ما بين (1- 100 نانومتر) [1]، ونعني دراسة المواد بمقاييس بدءًا من الحبوب الداخلية إلى الأخيرة. لم تحصل أي تقنية في أي عصر آخر على نفس القدر من الاهتمام مثل تقنية النانو، والتي تعد مفتاح التقدم الحالي في كل صناعة [2]. تحمل الخصائص الفريدة والتميزة لهذه التكنولوجيا مفتاح الغموض إذ تختلف الخواص الفيزيائية والكيميائية للجسيمات النانوية اختلافًا كبيرًا عن خواص الجزء الأكبر من نفس المادة، وهذا ما يميز الجسيمات النانوية ويجعلها معجزة علمية جديدة ودائمًا في تقدم [3]. يشتق مصطلح التقنية النانوية من مقياس النانومتر (Nanometer)، وهذا العلم يفتح حقبة جديدة من التكامل الأساسي البحثي عند المقياس النانوي (Nanoscale)، فالمنتجات المهمة تُصنع ضمن هذا المقياس، إذ إن البحوث جارية لتصنيع نباتات أكثر كفاءة وإن الأولوية للسنيين الخمسة القادمة في الوقت الراهن ستركز على المجال الطبي وتحويل الطاقة والزراعة والكترونيات النانو والعوامل المحفزة والمستحضرات الصيدلانية [4]. وعلى ضوء ذلك فقد تمكن العلماء من تصنيع أشكال نانوية التركيب (Nanostructure Shapes) تشابه في حقيقتها أشكالًا موجودة في الطبيعة أو غير موجودة ومثال على ذلك تصنيع القضبان النانوية (Nanorods) والأسلاك النانوية (Nanowires) والأنابيب النانوية (Nanotubes) والألياف النانوية (Nanofibers) والكثير من الأشكال رائعة التكوين، وكذلك تصنيع النباتات الالكترونية المعروفة مثل الترانزستورات، والخلايا الشمسية، والدايودات، والمتحسسات وغيرها [5].

تعدّ المواد النانوية فريدة من نوعها بسبب صغر حجمها، مما يجعلها مثالية للاستخدام الطبي في توصيل الأدوية إلى أنسجة معينة. بمجرد أن تخترق الجسيمات النانوية (NPs) جدار الخلية يمكن تغطيتها بالأدوية أو البروتينات ثم توصيلها إلى المنطقة المستهدفة [6]. من الأهمية تحديد طريقة التحضير المناسبة للمواد النانوية من أجل تحسين خصائصها النهائية، ويجب أن يسترشد هذا الاختيار بعدد من العوامل، مثل المعلومات الفيزيائية والكيميائية للمركب والقطر النانوي للجسيم ووسط الشكل أو الاعتبارات البيئية [7].

Nanoparticles (NPs)

(2-1) الجسيمات النانوية

إن الجسيمات النانوية تتكون من عدد معين من الذرات ويشير لفظ الجسيمات النانوية الى كون ابعادها الثلاثة جميعها في حجم النانومتر، وتظهر الجسيمات النانوية الخصائص الألكترونية والمغناطيسية والكيميائية المثيرة للاهتمام والتي تختلف عن تلك الموجودة بعناصرها في حجمها الكبير بسبب انخفاض حجم العناصر المكونة للمواد ذات البنية البلورية [8]. إن الجسيمات النانوية تكون بأشكال متنوعة ومختلفة إذ قد تكون مثلثية الشكل (Triangular) ومكعبة الشكل (Cubical) وكروية الشكل (Spherical) وعلى شكل قضبان (Rod) واهليلجي الشكل (Ellipsoidal) وغيرها من الأشكال الأخرى [9].

(3-1) أكسيد النيكل (NiO)

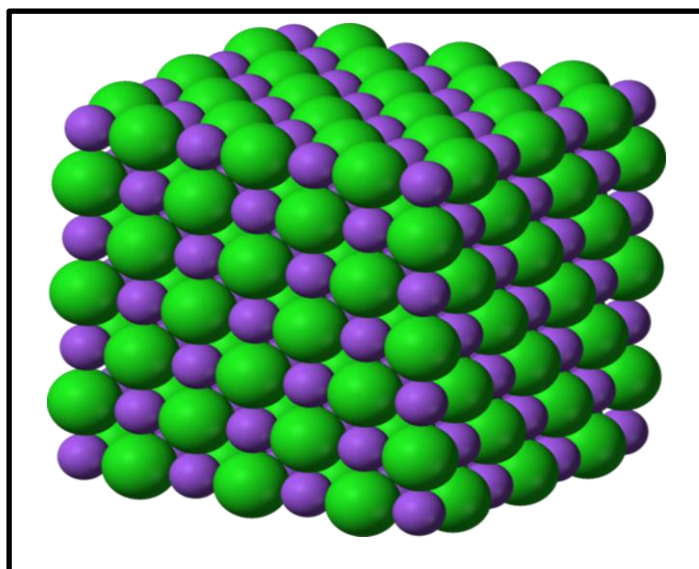
يكون أكسيد النيكل (NiO) على شكل بلورات خضراء اللون ويكون ذي كثافة (6.67 g/cm^3) ووزن جزيئي (842.87 g/mol) ودرجة انصهار (1984°C) [10]. وأن التركيب البلوري للمادة (NiO) هو مكعب متمركز الأوجه (FCC)، وهو مشابه جدًا لتركيب كلوريد الصوديوم البلوري (NaCl)، و يكون (Ni) ذو تكافؤ (+2) والأكسجين (-2)، وتعد هذه المادة مهمة وذلك نظرًا لأن خواصها الضوئية والكهربائية جعلتها مفيدة في مجموعة واسعة من التطبيقات الفيزيائية مثل (شاشات العرض والمتحسسات كذلك تدخل في تصنيع اجزاء من الليزر والطلاءات غير العاكسة والمرشحات والعديد من التطبيقات الأخرى)، والجدول (1-1) يوضح بعض خصائص اوكسيد النيكل [10].

الجدول (1-1) بعض خصائص اكسيد النيكل [10].

Molecular formula	Melting point ($^\circ\text{C}$)	Density (g/cm^3)	Molecular weight (g/mol)	Energy gap (eV)	Colour
NiO	1955	6.67	74.6928	3.6-4.0	أخضر

إن أكسيد النيكل يمتلك مقاومة سطحية جيدة تتجاوز (106Ω) ويكون غير عازل عند درجة حرارة الغرفة، وهو يمثل أحد المواد الألكترونية المهمة من بعد أكسيد التنتستن بسبب كفاءته الألكترونية العالية وأستقراريته العالية وهو قابل للطلاء وذو متانة عالية فيستعمل في صناعة

الأنود الكهربائي وله عدة استخدامات أخرى [10]. إذ أن أكسيد النيكل يعد من المواد التي يتغير لونها عند تسليط مجال كهربائي عليها (Electrochromic Material) ويستخدم بشكل واسع في النوافذ الذكية وفي مرايا السيارات الخلفية [11]. والشكل (1-1) يوضح التركيب البلوري لأكسيد النيكل.



الشكل (1-1) التركيب البلوري المكعب لأكسيد النيكل [12]

(1-3-1) استخدامات أكسيد النيكل (NiO)

- 1- في صناعة المتحسسات الضوئية مثل الثرمستورات (Thermistors).
- 2- يستخدم كأقطاب كهربائية في الأجهزة الالكترونية والبصرية.
- 3- في صناعة السيراميك وإنتاج السبائك، وقد فاز العالم الفيزيائي (شارل ادور اغيوم) في جائزة نوبل لعام (1920) لدوره في إنتاج سبائك النيكل الصلب.
- 4- في بطارية أديسون والمعروفة أيضا ببطارية (نيكل- الحديد) التي تتكون من خلايا الوقود وأملاح النيكل والتي طورت لتكون قابلة لإعادة الشحن.
- 5 - يتفاعل مع الأحماض ليكون الأملاح والمركبات الأخرى مثل (كبريتات النيكل) لطلاء الأقطاب الكهربائية كقطب كهربائي شفاف في المتحسسات الكهرو بصرية.

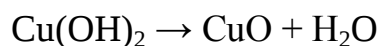
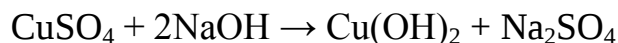
(4-1) أكسيد النحاس (CuO)

يعد أكسيد النحاس هو مادة أساسية من أشباه الموصلات بسبب الموصلية العالية احد المركبات الكيميائية ورمزه الكيميائي (CuO) يمكن الحصول عليه من أكسدة النحاس المعدني (metallic copper) وهو شبه موصل من النوع الموجب (p-type) ويمتلك فجوة طاقة ضمن المدى (المرئي- المنطقة تحت الحمراء) أما الاسماء العلمية لهذا الأوكسيد فهي (tenorite) و (cupric oxide) [16,15]. ويمكن تحضير أكسيد النحاس بطرائق مختبرية عديدة ومنها [17] :-

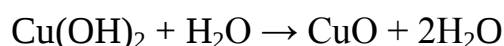
1- يسخن فلز النحاس إلى الاحمرار بدرجة حرارة (800°C) ويمرر الهواء على الفلز أي (أكسدة هوائية) بحسب المعادلة:



2- نتيجة التفاعل بين كبريتات النحاس وهيدروكسيد الصوديوم ، يترسب هيدروكسيد النحاس وترسبات أكسيد النحاس نتيجة لهذه التفاعلات:



3- باستخدام أقطاب نحاسية لتحليل الماء ، يشكل هيدروكسيد النحاس مسحوقاً غير قابل للذوبان وتتجاوز درجة حرارة محلول الإلكتروليت 100 درجة مئوية. (40 °C) يتفكك هيدروكسيد النحاس ليتكون منه أكسيد النحاس حسب المعادلة:



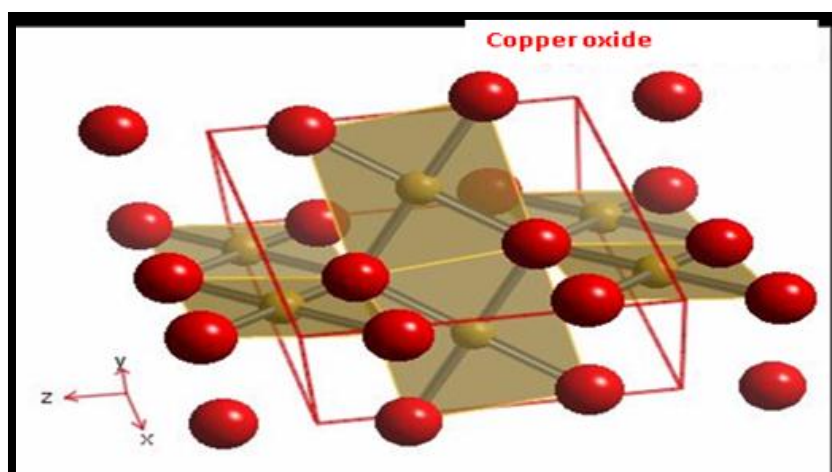
أكسيد النحاس يمتلك العديد من الخصائص وهي :-

ومن خصائص اكسيد النحاس انه ذو لون بني غامق مائل إلى اللون الاسود, وذو تركيب احادي الميل (monoclinic) وحدة الخلية هي مركز الجسم (BCC)[16], وذو معامل امتصاص عالٍ في المنطقة المرئية (10^4cm^{-1}) عند الطول الموجي (500nm) [18], عديم الرائحة و غير سام [19], ويعدّ مادة ضديدة الفيرومغناطيسية (Anti-ferromagnetic) في درجة حرارة (T_N =113 °C) [20]. ويوضح الجدول (2-1) بعض الخواص الفيزيائية

والكيميائية لأكسيد النحاس (CuO) [16] , ويوضح الشكل (1-6) التركيب البلوري لأكسيد النحاس (CuO)[16].

الجدول (1-2) الخواص الفيزيائية والكيميائية لأكسيد النحاس (CuO) [16].

Sym.	Colour	Crystal Structure	M.Wight (g/mol)	Density (g/cm ³)	Melting Point (°C)	Boiling Point (°C)
CuO	Dark brown	BCC	79.545	6.31	1201	2000



الشكل (1-2) التركيب البلوري لأكسيد النحاس (CuO) [16].

(1-4-1) استخدامات أكسيد النحاس (CuO)

يستخدم أكسيد النحاس في الكثير من التطبيقات أهمها :-

- 1- يدخل اكسيد النحاس في صناعة الخلايا الضوئية- الحرارية الشمسية (Solar photo-thermal), التي تحتاج إلى استقراريه ذات مدى عالي وامتصاصية ذات كفاءة عالية [21] وفي الخلايا الشمسية[22].
- 2- يتم استخدامه في الرنين المغناطيسي [23] وكذلك في المرنان المغناطيسية (magnetic resonator) [24] .
- 3- يستعمل في تصنيع النبائط ذات التوصيل الفائق, فعند نقص درجة الحرارة يصبح الأكسيد مادة فائقة التوصيل, ويستخدم كذلك متحسس للغازات (Gas Sensors) [25].
- 4- يستخدم في النبائط الكهروضوئية (Optoelectronic Device) إذ له تطبيقات واسعة و مختلفة إذ يستخدم في تصنيع النبائط المختلفة مثل الدايمودات الباعثة للضوء [26] .

(5-1) أكسيد الكاديوم (CdO)

أكسيد الكاديوم هو مركب كيميائي يمتلك الصيغة (CdO) وتكون هيأته الكيميائية ذات اللون الأحمر الغامق [27]. أذ أنه بالتسخين الشديد لعنصر الكاديوم يتم الحصول على أكسيد الكاديوم , وهو لا يذوب في الماء والقواعد لكنه يذوب في الأحماض وأملاح النشادر [28]. بنيته البلورية مكعبة (Cubic) ومركزة الوجوه (FCC) يشبه تركيب بلورة كلوريد الصوديوم (NaCl) [29]. ويوضح الجدول (3-1) بعض الخواص الفيزيائية والكيميائية له [30].

الجدول (3-1) الخواص الفيزيائية والكيميائية لأكسيد الكاديوم [30]

Sym.	Apearance	Colour	Melting Point (°C)	Density g/cm ³	Lattice Constant (A)
CdO	Solid	Brown	1500	8.115	4.695

(6-1) المواد الحيوية النانوية

(Nano – Biomaterials)

تشكل التكنولوجيا الحيوية (Biotechnology) مع تكنولوجيا النانو (Nanotechnology) منهاجاً بحثياً متقدماً وثورة علمية في مجال الطب النانوي تهدف إلى دراسة مكونات خلايا الكائن الحي دراسة دقيقة وذلك على المستوى الجزيئي للخلية الواحدة. ونتيجة التقدم العلمي والثورة العلمية أصبح الطب النانوي (Nanomedicine) محور الاهتمام لدى الباحثين وسيما في مجالات علوم الكيمياء والفيزياء وعلوم الحياة لما له من خواص فريدة ومميزة في السنوات السابقة، إذ إن المواد المستخدمة في التطبيقات الطبية التي تسمى بالمواد الحيوية النانوية (Bio-nanomaterial) تعد الأكثر استخداماً في الأبحاث العلمية السابقة وعلى مدى السنوات السابقة الأخيرة تزايد الاهتمام بطرق تحضير الجسيمات النانوية بمقاييس أقطارها لا تتعدى (2nm) مما أدى إلى زيادة فعاليتها و احتلالها المرتبة الأولى للمواد الحيوية الفعالة النشطة لأنه كما معروف إن أبعاد خلايا الكائن الحي لا تقل عن (10µm) وكذلك أبعاد جميع أنواع البكتيريا لا تقل عن (2µm) هذا يعني انه كلما كان تحضير الجسيمات النانوية بأبعاد صغيرة أقل من (50nm) يجعل فعاليتها أكبر واختراق الخلايا المصابة أسهل وكذلك سهولة اختراق الغلاف الخارجي لأنواع من البكتيريا [31]. حيث تتباين مزايا الطب النانوي فمن خلال تحضير النقاط الكمية (Quantum dots) بشكل كروي وذات ابعاد متجانسة يتراوح حجم اقطارها (2-10) نانومتر، إذ نستطيع من خلال هذه الجسيمات الكشف المبكر عن الاورام السرطانية [2]. وكذلك تعتبر الأدوية والعقاقير النانوية الآن ثورة كبرى في مجال الطب النانوي من حيث الكفاءة والامان حيث بدء العمل المستمر على الادوية والعقاقير النانوية منذ فترة لزيادة التوافر البيولوجي وتقليل نسبة سمية الدواء من خلال تمكين الدواء من الوصول الى الخلية المصابة مباشرةً بعينها وكذلك العمل على تحسين توزيع المادة الفعالة للدواء بالخلايا المصابة [6].

(Literature Review)

(7-1) الدراسات السابقة

1- حضر (Ray) سنة (2001) أوكسيد النحاس باستخدام المحلول المثلثي لكلوريدات النحاس المائية وذلك باستعمال تقنية (Sol-gel) بدرجات حرارة مختلفة، أذ تم دراسة الخصائص البصرية والتركيبية له، وبينت نتائج حيود الاشعة السينية أنه عند درجة حرارة (360°C) ينتج طور (Cu₂O) وعند درجات حرارة (400-500°C) ينتج طور (CuO)، و بينت نتائج القياس البصري أن قيمة فجوة الطاقة للطور (Cu₂O) تساوي 2.10 eV أما عند الطور (CuO) فإن قيمة فجوة الطاقة تساوي (1.9 eV) [32].

2- درس الباحث (Dakhel) في سنة (2010) الخصائص البصرية والكهربائية لأوكسيد الكاديوم (CdO) المطعم بالحديد، وتراوحت نسب التطعيم بين % (1.3-5.7) باستخدام طريقة

التبخير الحراري في الفراغ والتي تكون مرسبة على قواعد من السليكون والزجاج. أذ أن نتائج قياسات (XRD) و (XRF) بينت تأثير نسب التطعيم. أذ بينت أن الاتجاه السائد هو (111) وعند زيادة قيم التطعيم يتم ازاحة زاوية الحيود، وبينت الدراسة أيضا أن قيم فجوة الطاقة تعتمد على نسب التطعيم وأنه يعمل على تحسين قيمة التوصيلية المستمرة للأوكسيد، فعند النسبة % (1.3) وجد ازدياد بالتحركية ((Mobility) بمقدار (6) مرات والتوصيلية (24) مرة وتركيز الحملات (4) مرات مقارنة مع (CdO) غير المطعم [33].

3- تمكن الباحثون (Hoseini et al.) سنة (2011) من الحصول على جسيمات (CuO) النانوية التي تم تشويبها بمادة الحديد وبنسب تشويب مختلفة (X= 0.05, 0.10, 0.15) وذلك باستخدام طريقة (Sol-gel) بدرجة حرارة (400 °C)، أذ تم أولا دراسة تأثير التشويب على الخصائص التركيبية وبينت النتائج وجود (CuO) وأنه عند النسبة (0.15) من الحديد تمتلك فعالية جيدة ضد البكتريا [34].

4- درس الباحث (André Venter et al.) سنة (2011) الخصائص الكهربائية والبصرية لأغشية أوكسيد النيكل الممكنة للتطبيقات العازلة التي تكون مرسبة على قواعد زجاجية وذلك باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)، وحيود الأشعة السينية (XRD) ومطياف الأشعة المرئية للأشعة فوق البنفسجية لمدى الأطوال الموجية (200nm - 1000nm)، إذ وجد أن الأغشية المحضرة تمتلك سطحا خشنا، وأن درجات الحرارة المرتفعة تغير كل من (سمك الغشاء والحجم الحبيبي)، ووجد أيضا معامل الانكسار الذي تم الحصول عليه من الامتصاصية والنفاذية [35].

5- درست الباحثة (Bushra. K.H.al-Maiyaly et al.) سنة (2014) الخصائص البصرية والتركيبية لأوكسيد النحاس الأصفر الذي تم تحضيره بواسطة الأكسدة الحرارية مع وجود الهواء مرة ومع وجود الأوكسجين مرة أخرى، وقد بينت فحوصات الأشعة السينية (XRD) أن أوكسيد النحاس هي أحادية التبلور وذات تركيب بلوري عالي وبالاتجاه السائد (111) وتم إجراء القياسات البصرية لكل من (معامل الامتصاص ومعامل الانكسار ومعامل الخمود وثابت العزل الكهربائي) لمدى الأطوال الموجية من (300-1100 nm) [36].

6- حضر الباحث (Sudhir Shende et al.) سنة (2015) أوكسيد النحاس (CuO) باستخدام طريقة التخليق الحيوي (طريقة كيميائية بسيطة) باستعمال مستخلص الليمون، وتم دراسة الخصائص البصرية والتركيبية له، وبينت النتائج البصرية بامتلاك أوكسيد النحاس رنين

بلازموني سطحي (SPR) عند حوالي (631 nm) , وبينت الخواص التركيبية أن حجم الجسيمات بحدود 10-60 نانومتر, وكشف حيود الأشعة السينية طبيعة الجسيمات النانوية بأنها من نوع FCC , وأظهرت هذه الجسيمات نشاطا مثبطا كبيرا ضد البكتيريا [37].

7- قام الباحث (Nurul Nadia and Mohd Zorkipli) سنة (2016) بتحضير جزيئات أكسيد النيكل (NiO) النانوية باستخدام طريقة sol-gel عند درجة حرارة 400°C، إذ تم التحكم في المحلول عند الاس الهيدروجيني (11), وبينت نتائج القياسات التركيبية تشكل جسيمات أكسيد النيكل النانوية ذات شكل مكعب وبدون شوائب, وكشفت التحليلات المورفولوجيا والتركيبية عن نسب كل من NiO و Ni و O , وأظهر التحليل السطحي أن جزيئات NiO النانوية بمتوسط قطر يبلغ حوالي (32.9 nm) [38].

8- أستطاع الباحث (N. Thovhogi et al.) سنة (2016) تحضير أكسيد الكاديوم النانوي باستخدام طريقة (التخليق الحيوي) وباستعمال مستخلص زهرة الكركديه, إذ تم دراسة الخواص الفيزيائية لأوكسيد الكاديوم, ويظهر تحليل حيود الأشعة السينية أن أكسيد الكاديوم نقياً أحادي الطور, وتلألؤه الضوئي ذو ذروة انبعاث مكثفة وضيقة نسبياً عند (551nm), إذ تم حساب فجوات النطاق المباشر وغير المباشر لتكون (2.1 , 2.7 eV) , وأظهرت خصائص سطحه وجود تنسيق مزدوج: وجود روابط من نوع CdO و CdO2 [39].

9- استخدم الباحث (Noluthando Mayedwa et al.) في عام (2017) طريقة (التخليق الحيوي) لتحضير كل من PdO و NiO باستعمال مستخلص نبات Aspalathus Linearis عند درجات الحرارة (200 °C و 500 °C) على التوالي, إذ يبلغ متوسط قطر PdO NPs 4.3 ± 22.7 نانومتر و NiO NPs هو 31.8 ± 5 نانومتر, وبينت نتائج حيود الأشعة السينية أن كلا الجسيمات النانوية متعددة البلورات, وأكد التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء الترابط الكيميائي للمستخلص الطبيعي مع NPs , إذ أن $451cm^{-1}$ و $683cm^{-1}$ تشير إلى PdO و $481cm^{-1}$ تشير إلى NiO, أظهر قياس الفولتميتر الدوري أن ذروة الأكسدة المحتملة لـ PdO NPs كانت 0.5 و 0.64 فولت وذروة الاختزال عند 0.68 فولت , أظهر مخطط Bode أن كلا من NPs عبارة عن أشباه موصلات بقيمة زاوية طور تبلغ 49.3 لـ PdO و 50.4 لـ NiO [40].

10- حضر الباحث (Saeid Taghavi Fardood et al.) سنة (2017) جزيئات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام طريقة (Sol-Gel) باستعمال الصمغ العربي, إذ تم دراسة الخواص التركيبية والبصرية لأوكسيد النيكل عن طريق التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه (FTIR) ، والفحص المجهر الإلكتروني لمسح الانبعاث الميداني (FESEM) وانحراف مسحوق الأشعة السينية (XRD), وقد تبين أن جزيئات NiO النانوية المركبة من الطور المكعب لها شكل كروي ومتوسط حجمها 34 نانومتر [41].

11- قامت الباحثة (Zohra Nazir Kayani et al.) في عام (2018) بتحضير أوكسيد النيكل النانوي باستخدام طريقة (Sol-Gel) باستعمال هيدروكسيد الأمونيوم ونترات النيكل عند درجات الحرارة 400°C و 1000°C على التوالي, أذ تم قياس حيود الأشعة السينية (XRD)، والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه (FT-IR)، ومقياس المغناطيسية لعينة الاهتزاز (VSM)، وتحليل الجاذبية الحرارية / التحليل الحراري التفاضلي (TGA / DTA)، وأظهرت نتائج XRD أن حجم البلورات يزداد مع زيادة درجة حرارة الكلسنة, ويتراوح متوسط حجم البلورات من 12 نانومتر إلى 20 نانومتر, وكشف مطياف فورييه لتحويل الأشعة تحت الحمراء (FT-IR) عن التركيب الكيميائي وأكد تكوين جزيئات NiO النانوية, وأظهرت الجسيمات النانوية سلوكاً مغناطيسياً [42].

12- استخدم الباحث (A.K.H. Bashir et al.) في عام (2019) طريقة خضراء صديقة للبيئة (طريقة التخليق الحيوي) لتحضير أوكسيد النيكل باستعمال مستخلص من بذور الافوكادو (Persea Americana) لاستخدامها كمحفزات ضوئية في التحلل الضوئي للسيانيد الحر (FCN), أشارت نتائج XRD إلى NiO من النوع المكعب، وأظهر التحليل المجهر النافذ الذي تم إجراؤه باستخدام TEM أن جسيمات أوكسيد النيكل لها أشكال معينة الشكل وكروية مع تكتل طفيف , وكان حجم الجسيمات المحسوبة بحدود (11nm), وأكد تحليل EDS المكونات الأولية للعينات مع ذرات Ni و O, وأشار ايضا تحليل UV-Vis إلى أن عينات NiO NPs أظهرت خصائص بصرية جيدة مع ذروة محددة جيداً عند (338.9nm), وكانت فجوة نطاق الطاقة التي تم الحصول عليها على سبيل المثال لـ NiO NPs بناءً على التحليلات البصرية (3.75eV), وكان أداء NiO NPs جيداً كمحفز ضوئي تحت ضوء الأشعة فوق البنفسجية أثناء تدهور الصورة لـ FCN , حيث كان الحد الأقصى لكفاءة الأكسدة التحفيزية للصور 84%

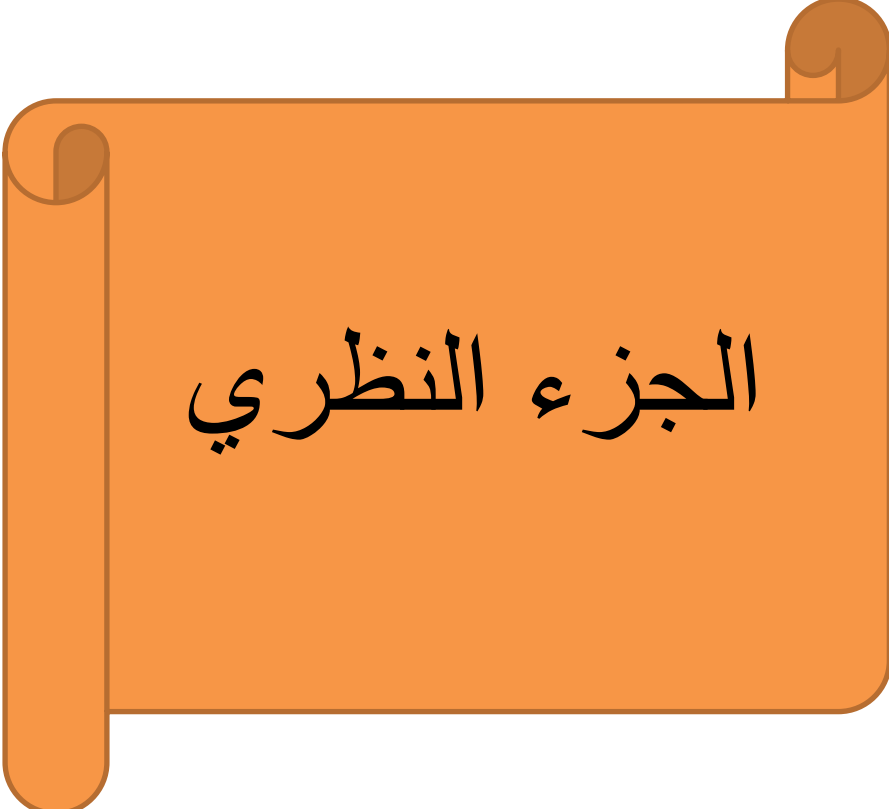
بعد التشعيع لمدة 30 دقيقة, أذ تم توضيح آلية تدهور الصورة FCN بناءً على الأكسدة التحفيزية الضوئية للمركبات بواسطة الأكسجين مع أشباه الموصلات [43].

(Aim of the study)

(8-1) الهدف من البحث

- 1- تحديد مدى ملائمة طريقة التوليف الأخضر لتحضير جسيمات أكسيد النikel (NiO) وأكسيد النحاس (CuO) وأكسيد الكاديوم (CdO) ذات التراكيب النانوية من خلال دراسة الخصائص التركيبية والبصرية إضافة الى تضاريس السطح.
- 2- تحديد مدى ملائمة طريقة المحلول الغروي لتحضير جسيمات أكسيد النikel (NiO) وأكسيد النحاس (CuO) وأكسيد الكاديوم (CdO) ذات التراكيب النانوية من خلال دراسة الخصائص التركيبية والبصرية إضافة الى تضاريس السطح.
- 3- بيان مدى أهمية الأكاسيد المحضرة في تثبيط نوعين من البكتيريا (*S.aureus*) (*E.coli*) ونوع واحد من الفطريات (*Candida albicans*).
- 4- بيان مقارنة بين الطريقتين وبيان أي الطريقتين أفضل في تحضير الأكسيد وكذلك في تثبيط الميكروبات.

الفصل الثاني



الجزء النظري

(Introduction)

(1-2) المقدمة

يتضمن هذا الفصل الجانب النظري لموضوع دراستنا الحالية أذ يشمل المفاهيم النظرية والعلاقات الرياضية والإيضاحات العلمية التي اعتمدت لتفسير ما تم التوصل إليه من نتائج في هذا البحث.

(2-2) علم النانو

(Nanoscience)

أصبح علم النانو في مقدمة المجالات الأكثر إثارة وأهمية في مجال علوم الفيزياء والعلوم الأخرى، إذ أعطى أملا كبيرا لثورات علمية في المستقبل القريب تقوم هذه الثورات بتغيير وجهة العلم للعديد من التطبيقات، وعلم النانو يمثل جيلا خامسا للتطور التقني [44].

يُعدّ علم النانو وحدة لقياس طول الأشياء الصغيرة جدا التي لا يمكن رؤيتها الا تحت المجهر الالكتروني مثل خلية الوحدة والبكتيريا، أذ أنه لا يهتم بعلم معين بل يختص بعلوم المواد ايضا وربط هذه العلوم مع الفيزياء مثل الهندسة الكيميائية والفيزيائية والحيوية وتمثل هذه العلوم تفرعات واختصاصات فرعية متعددة جميعها يهتم ببحث خواص المادة على المستوى النانوي، نظراً لأن نانومتراً واحداً هو ما يعادل (13) ذرة من غاز الهيدروجين المصفوفة جنباً إلى جنب مع بعضها البعض تساوي قياس طول الصف، ويركز هذا المجال على تخليق وتوصيف واستقصاء واستخدام المواد النانومترية الهيكلية [45,46].

بشكل عام، فإن علم النانو يتعامل مع عدة تراكيب من المواد التي تكون ذات ابعاد من رتبة النانومتر وحظى هذا العلم بالأهمية الكبرى وذلك لمى ابداه من تطبيقات واعدة وكثيرة شملت المجالات العسكرية والطبية، الاتصالات الالكترونية والحاسوبية وغيرها، مما ادى الى دعم واسع لأبحاث النانو في السنوات الأخيرة [47].

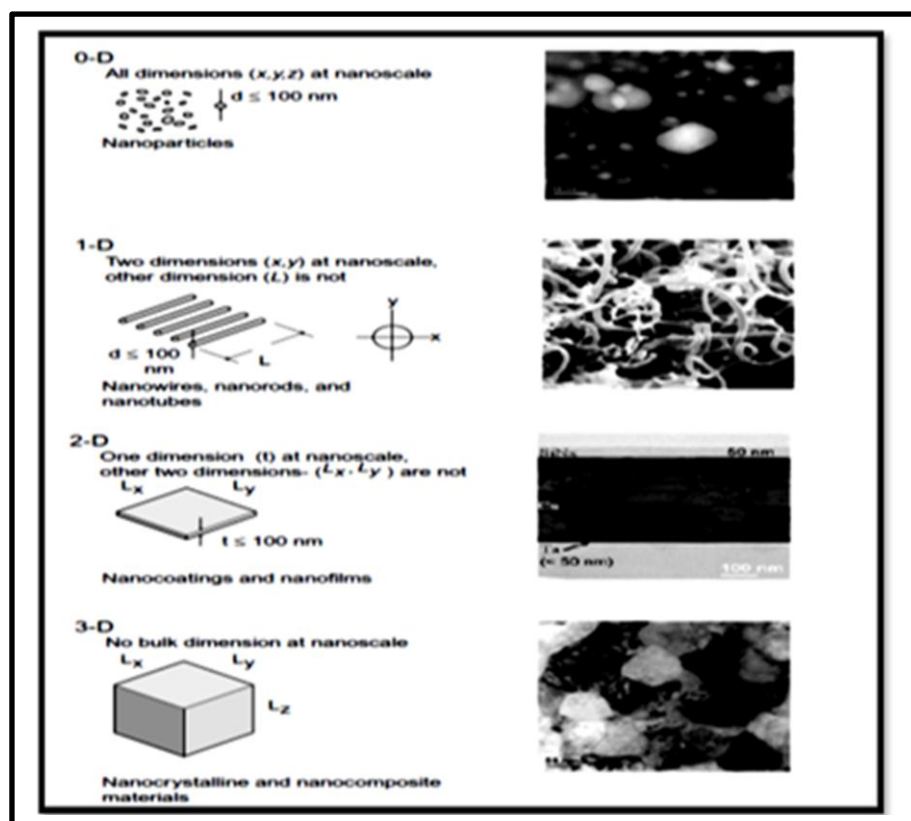
(3-2) تصنيف المواد النانوية وتطبيقاتها

(Classification of Nanoparticles and Their Applications)

إن جميع أنواع المواد التقليدية، مثل أشباه الموصلات (Semiconductors)، والفلزات (Metals) وسبائكها، والزجاج (Glass)، والبوليمرات (Polymers) تكون بمنزلة الخامات الأولية التي يتم استخدامها في تخليق مواد ذات ابعاد نانو مترية (مواد نانوية)، إذ أن اشكال المواد النانوية تكون

مختلفة باختلاف طريقة تحضيرها، إذ يمكن أن تحضر على شكل أغشية رقيقة (Thin films)، أو تكون على شكل أسلاك (Nanowires)، أو على شكل أنابيب (Nanotubes)، أو على هيئة قضبان نانوية (Nanorods)، وكذلك على شكل حبيبات نانوية (Nanoparticles)، تتميز المواد النانوية باختلاف أنواعها عن المواد التقليدية ذات الحبيبات الكبيرة بخواص فيزيائية وكيميائية وميكانيكية فريدة [48].

- يتم تصنيف المواد النانوية وفقاً لعدد الأبعاد النانوية للمادة [49]، كما موضحة في الشكل (1-2)
- 1- النقاط الكمومية والجسيمات النانوية (Nanoparticales)، على سبيل المثال، هما مثالان على المواد ذات الأبعاد الصفرية، وهي مواد ذات أبعاد أقل من 100 نانومتر.
 - 2- تُعرف تلك المواد ذات البعدين الأقل من (100) نانومتر وبُعد واحد أكبر من (100) نانومتر بالمواد أحادية البعد (الأنابيب النانوية والأسلاك النانوية والقضبان النانوية....)، تستفيد الإلكترونيات والمجالات الأخرى بشكل كبير من استخدام هذه المواد.
 - 3- الأغشية النانوية والطلاء النانوي عبارة عن مواد ثنائية الأبعاد لها بعد واحد أكبر من (100) نانومتر وبُعد واحد أقل من (100) نانومتر، تستخدم هذه المواد أيضاً في إنتاج المستشعرات والتطبيقات الإلكترونية كمواد ثنائية الأبعاد.
 - 4- من الممكن أن يكون لديك مواد ذات بنية ثلاثية الأبعاد تتكون من بلورات بحجم النانو أو مواد لها ثلاثة أبعاد ولكنها تحتوي على بُعد واحد أو أكثر، والتي تُعرف بالمواد ثلاثية الأبعاد، والتي تكون أبعادها كلها أكبر من (100) نانومتر مثل العناقيد النانوية.



الشكل (1-2) تقسيم المواد النانوية ذات البعد الواحد والبعدين والثلاث ابعاد [50]

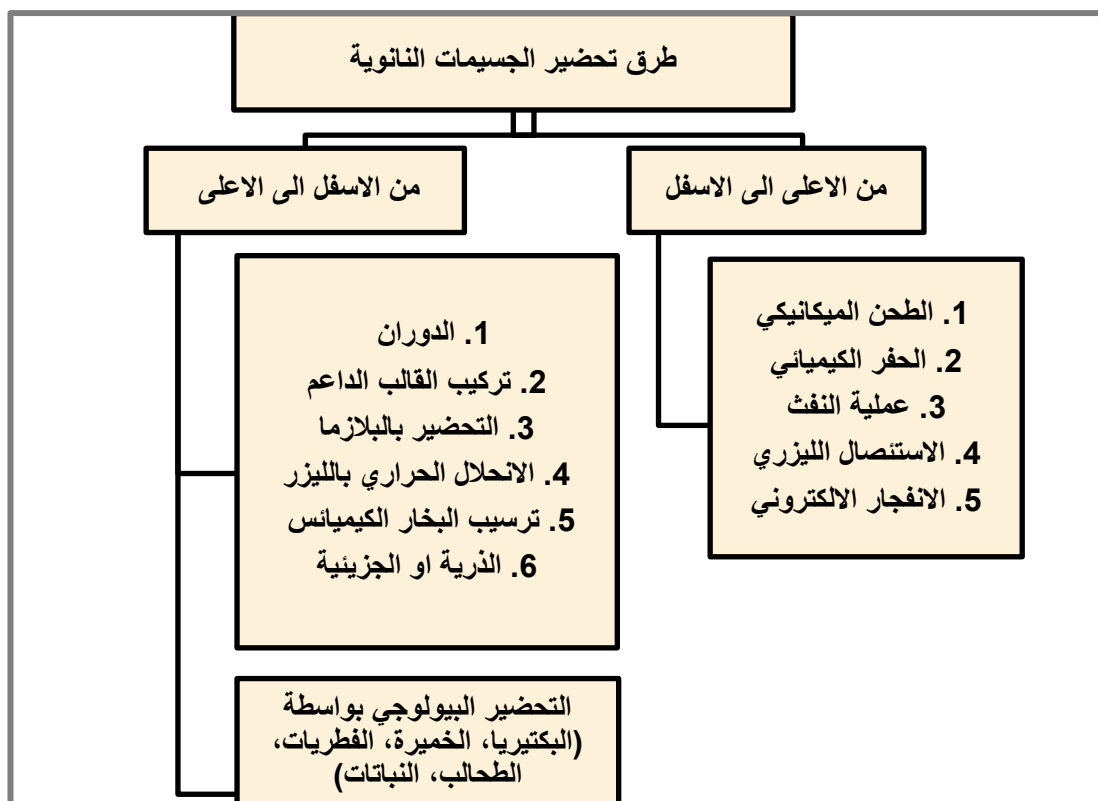
(4-2) طرائق تحضير الجسيمات النانوية

(Synthesis Methods of Nanoparticles)

هناك طرائق عديدة لتحضير الجسيمات النانوية تم تقسيمها على قسمين رئيسيين [51,53].

1- يتم استخدام مجموعة متنوعة من التقنيات ، بما في ذلك النقش البصري والقطع والطحن والتجزئة من أجل تقطيع المادة الأصلية إلى قطع أصغر وأصغر حتى تصل إلى المقياس النانوي وتسمى من الأعلى إلى الأسفل (up to Bottom).

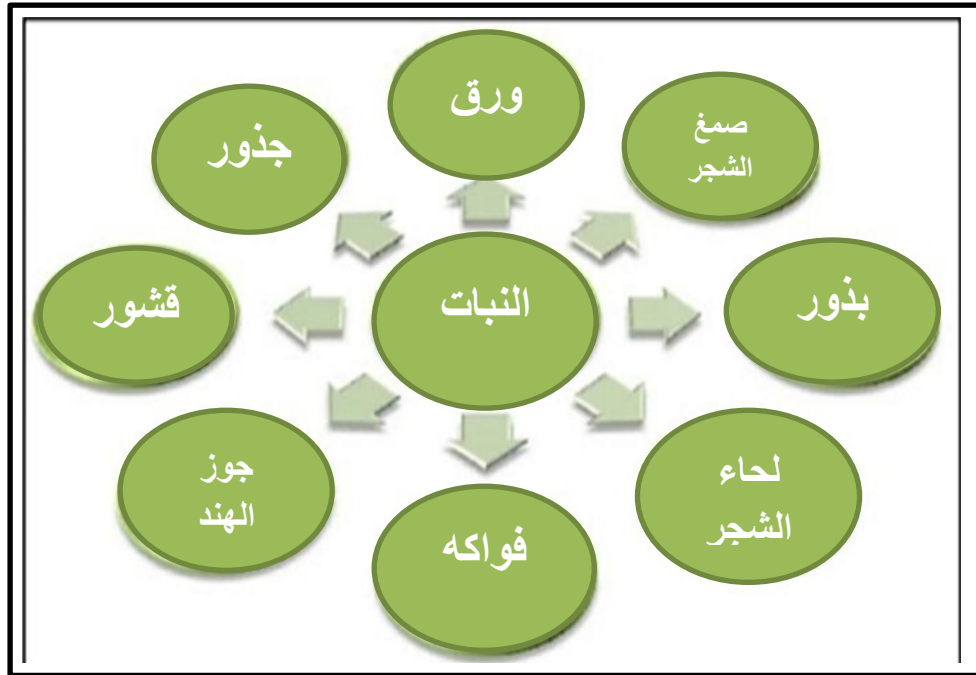
2- من الأسفل إلى الأعلى (Bottom to up)، عكس الطريقة الأولى، نظرًا لصغر حجم المواد المنتجة ، وقلة إهدار المادة الأصلية ، فضلاً عن القدرة على الوصول إلى روابط قوية للمواد النانوية الناتجة ، غالبًا ما يتم تضمين هذه الطريقة في الطرق الكيميائية. هناك تقنيات أخرى تسمح بتحضير جزيئات ذات أبعاد صغيرة جدًا مثل الميثانمفيتامين المائي. ويوضح الشكل (2-2) الطرق الأساسية لتصنيع المواد النانوية .



الشكل (2-2) مخطط لطرق تحضير الجسيمات النانوية لكل من أسلوب التحضير من أعلى إلى أسفل و أسلوب التحضير من أسفل إلى أعلى [54]

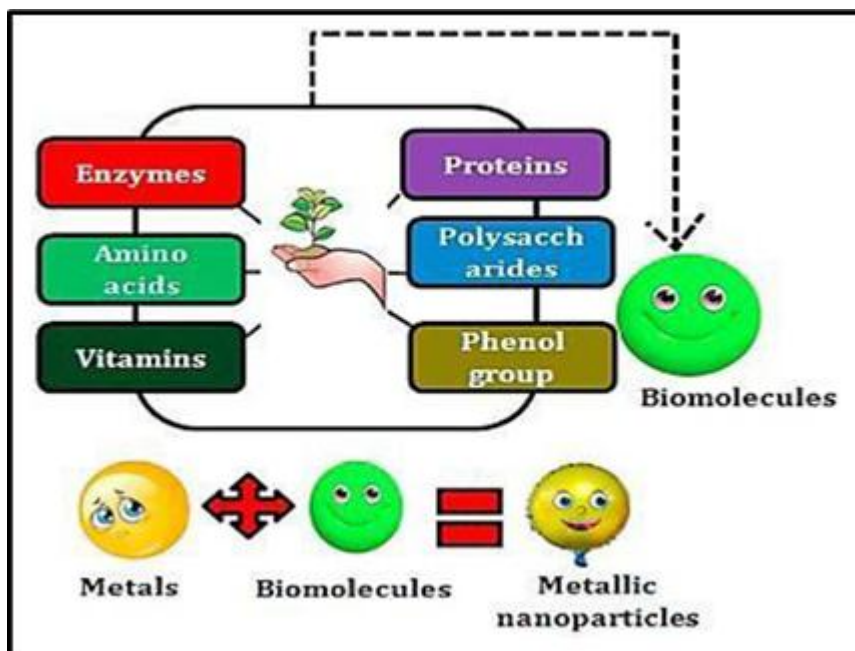
(5-2) طريقة التوليف الأخضر (The green synthesis method)

تُعدّ طريقة التوليف الأخضر طريقة مميزة وفعالة لتخليق الجسيمات النانوية (NPs), إذ أنها تتطلب درجة حرارة منخفضة وطاقة منخفضة لبدء التفاعل, وهذه الطريقة متاحة اقتصاديًا من حيث التكلفة, وهي تختلف عن الطرق الأخرى التي تتطلب درجات حرارة عالية ومواد شديدة السمية التي يمكن أن تسبب أضرارًا ضارة للإنسان والحيوان والنبات [55]. وبالتالي، إذ تم اقتراح استخدام مستخلصات أجزاء نباتية مختلفة تضاف معًا، لتحضير أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) على سبيل المثال باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون [56]. والشكل (2-3) يوضح أجزاء مختلفة من المذيبات المستخدمة للمستخلصات النباتية [57].



الشكل (2-3) أجزاء مختلفة من المذيبات المستخدمة للمستخلصات [57].

تتميز طريقة التخليق الحيوي بأنها طريقة صديقة للبيئة وغير مكلفة وآمنة ، ولا تستخدم مركبات ضارة وقد تم إضافتها إلى الطرق الكيميائية والفيزيائية [58]. أمثلة على طرق التخليق الحيوي هي كما يلي:- أولاً: يمكن إنتاج كميات كبيرة من الجسيمات النانوية (NPs) بسبب المكون البيولوجي الذي يحتوي على جزيئات حيوية متضمنة (الإنزيمات، والأحماض الأمينية، والفيتامينات، والبروتينات، ومجموعة الفينول) [59]. والشكل (2-4) يوضح التخليق الحيوي للنباتات المعدنية (NPs) [60]. ثانياً:- تقوم المستخلصات النباتية بتحويل الأملاح إلى هيئة (NPs) في وقت قصير وهي شائعة الاستخدام لوجود عوامل الاختزال والأكسدة في المستخلص [61]. أخيراً، يمكن استخدام الموارد البيولوجية (البكتيريا والفطريات والطحالب والفيروسات) وكذلك المحاصيل النباتية على نطاق واسع لتخليق الجسيمات النانوية (NPs) [62]. كما في الشكل (2-5) [63].



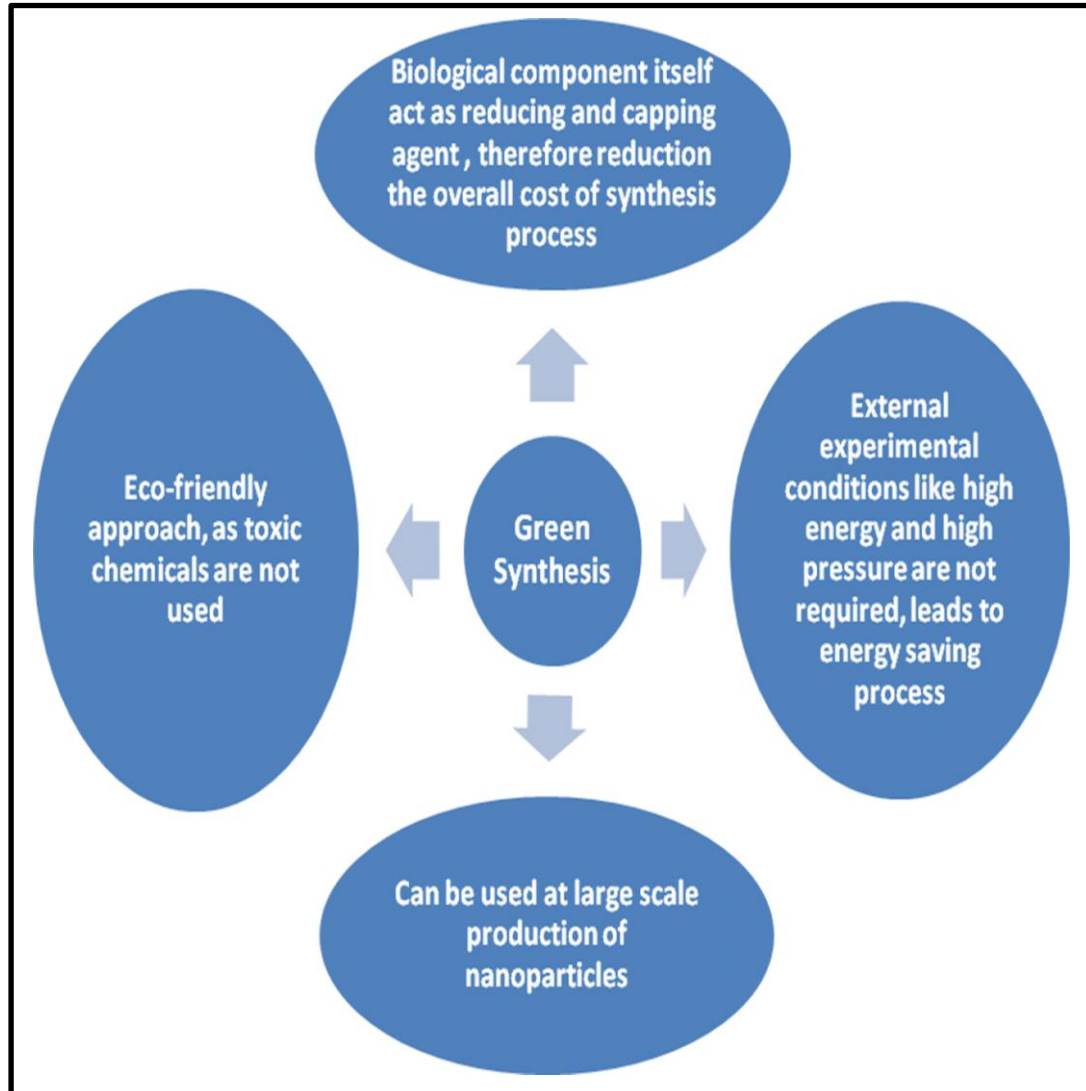
الشكل (2-4) التخليق الحيوي النباتي للمعادن (NPs)[60].



الشكل (2-5) المستقبلات للتخليق الأخضر لعناصر البروتين الطبيعية عن طريق المستخلصات النباتية [63].

إن التخليق الحيوي مطلوب لتجنب إنتاج المنتجات الثانوية العرضية غير المرغوب فيها أو الضارة من خلال بناء إجراءات توليف موثوقة ومستدامة وصديقة للبيئة، ويعد استخدام أنظمة المذيبات المثالية والموارد الطبيعية (مثل الأنظمة العضوية) أمراً ضرورياً لتحقيق هذا الهدف، إذ يعد استخدام

المستخلصات النباتية عملية بسيطة وسهلة إلى حد ما لإنتاج الجسيمات النانوية على نطاق واسع بالنسبة للبكتيريا و الفطريات [64]. وتُعرف هذه المنتجات مجتمعة باسم الجسيمات النانوية الحيوية كما في الشكل (2-6).



الشكل (2-6) المزايا الرئيسية للطريقة الخضراء .

إن منهجيات التخليق الخضراء المستندة إلى السلانف البيولوجية تعتمد على معلمات تفاعل مختلفة مثل المذيب ودرجة الحرارة والضغط وظروف الأس الهيدروجيني (الحمضية أو الأساسية أو المحايدة) لتخليق الجسيمات النانوية لأكسيد المعدن / المعادن ، تم النظر في التنوع البيولوجي النباتي على نطاق واسع نظراً لتوافر المواد الكيميائية النباتية الفعالة في المستخلصات النباتية المختلفة، خاصة في الأوراق مثل الكيتونات، والألدهيدات، والفلافونات، والأميدات، والتربينويدات، والأحماض الكربوكسيلية، والفينولات، والأسكوربيك إذ أن هذه المكونات قادرة على تحويل الأملاح المعدنية إلى جزيئات معدنية نانوية [65]. وتم التحقق من السمات الأساسية لهذه المواد النانوية

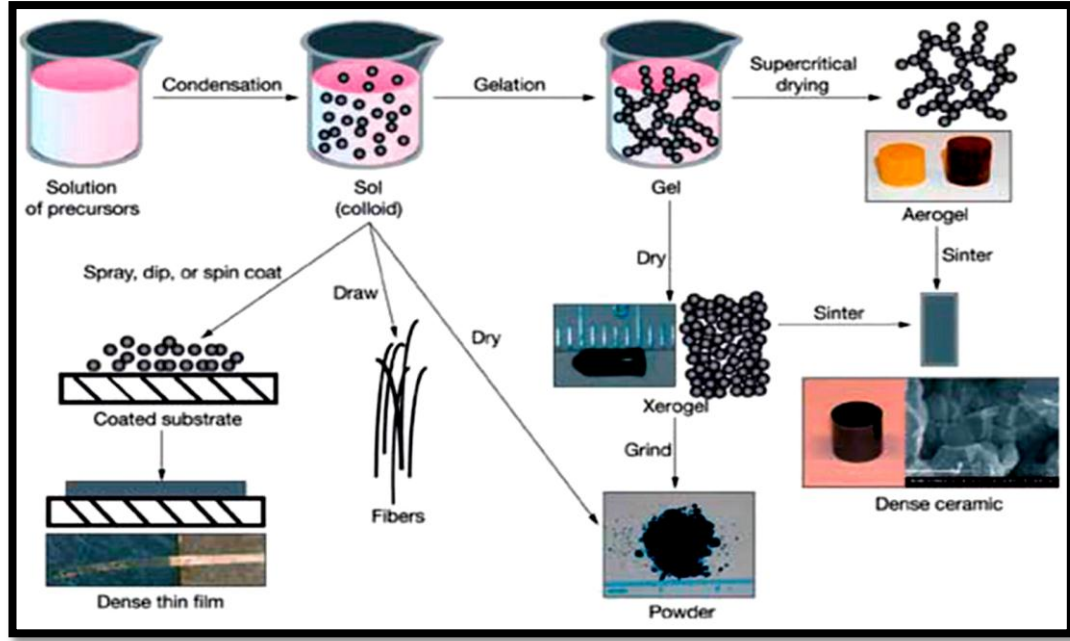
لاستخدامها في التشخيص الطبي الحيوي، ومضادات الميكروبات، والحفز، والاستشعار الجزيئي، والتصوير البصري، ووسم الأنظمة البيولوجية [66].

(6-2) طريقة المحلول الغروي

(Sol- Gel Technique)

تعد هذه التقنية ذات أسلوب كيميائي رطب ويمكن أيضا تسميتها بأنها عملية ترسيب المحلول الكيميائي، يتم تحضير هذه الطريقة بعدة مراحل مثل التحليل (Hydrolysis) والبلمرة (Polymerizing) التجفيف (Drying) والتثخين (Gelation) والتكثيف (Condensation) وتم استخدام هذه الطريقة في مجالات هندسة الخزف والسيراميك [67].

وتعد طريقة (Sol-gel) من أهم الطرائق لتحضير المواد النانوية أذ يترتب عملها على الانتقال من نظام المحلول الكيميائي (Sol) السائل الى المرحلة الصلبة (gel) والهدف منها تحضير المواد المتقدمة وبأشكال مختلفة مثل المواد المسامية التي يسهل اختراقها وتسمى (Aero-Gel) أو تنتج بشكل مساحيق متناهية الصغر، وهناك عدة عوامل يجب مراعاتها عند العمل بهذه الطريقة ومنها التحكم بدرجة الحموضة (PH) التي تمثل اهم عامل لتجنب الترسيب، ولتكوين هلام متجانس يتم اضافة قاعدة أو حامض للمحلول، ويتم التمييز بين مراحل هذه التقنية بالاعتماد على استخدام محلول أو مادة غروائية، أذ ان مرحلة (Sol) تمثل تفريق الجزيئات الصلبة في السائل وبالتالي يؤدي ذلك الى تعلق الجزيئات وتكوين محلول غروائي (Colloidal) [68]. أما مرحلة (gel) الهلام أو الجيلاتين فهي تتألف من جزيئات غروائية يمكن تحديدها والتي تم ربطها ببعضها البعض عبر القوى السطحية لتشكيل شبكة فيما بينها، أما في حالة استخدام محلول عادي يكون المحلول الناتج عبارة عن مركبات معدنية عضوية (gel) وهي عبارة عن مادة جيلاتينية صلبة تتراوح خصائصها من الضعف والطراوة الى المتانة والقساوة وهي الحالة التي يكون فيها كل من الصلب والسائل متفرقا عن بعضه البعض، أذ انها تمثل شبكة صلبة ومستمرة ثلاثية الابعاد أي بمعنى اخر عبارة عن مركب هلامي [69] والشكل (7-2) يوضح الرسم التخطيطي لمختلف الخطوات المتبعة في عملية المحلول الغروي [70].



الشكل (7-2) الرسم التخطيطي لمختلف الخطوات المتبعة في عملية المحلول الغروي [70]

(1-6-2) تطبيقات طريقة المحلول الغروي

(Applications of the Sol-Gel Technique)

تستخدم طريقة المحلول الغروي في العديد من التطبيقات ومنها:-

- 1- يوفر طريقة بديلة لإنتاج السيراميك والزجاج [71].
- 2- يقدم طرقاً جديدة لتركيبة المساحيق الدقيقة [71].
- 3- القدرة العالية على تصنيع أكاسيد معدنية نقية بشكل استثنائي مما يؤدي إلى استخدامها في المكونات البصرية مثل العدسات والألياف الضوئية [72].
- 4- يمثل معالجة الرقائق والطلاءات أول استخدام تجاري لـ Sol-gel [72].

(2-6-2) مزايا طريقة المحلول الغروي

(Advantages of Sol- Gel Technique)

من أهم مميزات هذه الطريقة [73,74]:

- * عملية التلدين للمواد الناتجة بهذه الطريقة لا تحتاج الى درجات حرارة عالية ($200-600^{\circ}\text{C}$).
- * يتم تشكيل المواد بسهولة في حالة هلام بأشكال هندسية معقدة .
- * أنتاج مواد عالية النقاوة .
- * تحضير جسيمات نانوية بشكل مسحوق .
- * تعتبر طريقة سهلة وسريعة وفعالة واقتصادية.

(Structural Properties)

(7-2) الخصائص التركيبية

يتم دراسة التركيب البلوري للمادة ومعرفة ورسم تضاريس سطح المادة وحساب المعلمات التركيبية من خلال :-

(X-Ray Diffraction) (XRD)

(1-7-2) حيود الأشعة السينية

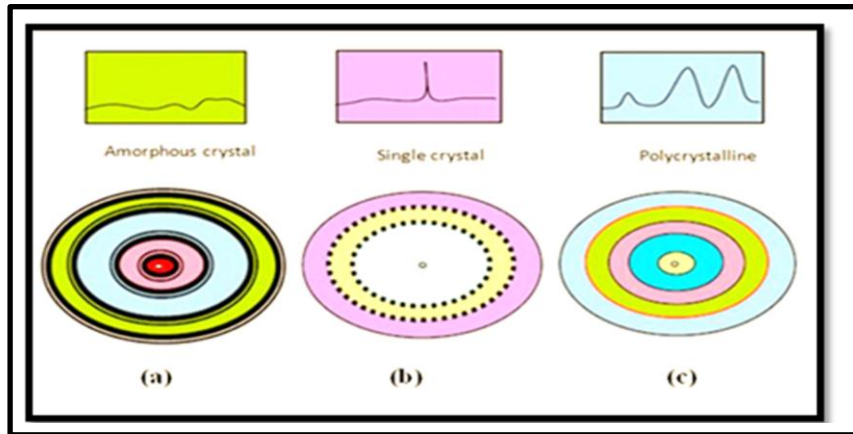
تمثل الأشعة السينية موجات كهرومغناطيسية تكون ذات أطوال موجية محددة وتقع بين الأشعة فوق البنفسجية وأشعة كاما، ويفضل استعمالها في معظم تجارب الحيود وذلك لأنها تكون ذات طول موجي يتراوح بين $(0.1-10) \text{ \AA}$ وبشكل عام فإن الحيود يعتمد على التركيب البلوري والطول الموجي للأشعة المستخدمة أي أن الطول الموجي يجب أن يكون مساوياً أو مقارباً لثابت الشبكة [75]. والشكل (8-2) يبين تشخيصاً للأشعة السينية.

يمكن تحديد التبلور أو العشوائية باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية:-

1- مواد عشوائية التي تتكون من حلقات عريضة وضعيفة الإضاءة ومتحدة المركز كما في الشكل (a8-2).

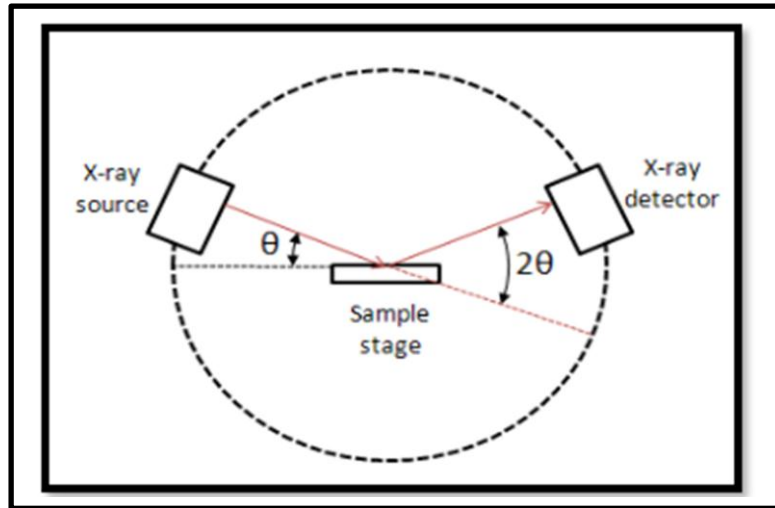
2- بلورة احادية التي تتكون من سلسلة من النقاط المضيئة لا تتغير عند الدوران بسبب التماثل كما في الشكل (b8-2).

3- متعددة التبلور تكون على شكل سلسلة من الحلقات متمركزة ذات إضاءة حادة وغير متداخلة كما موضح بالشكل (c8-2).



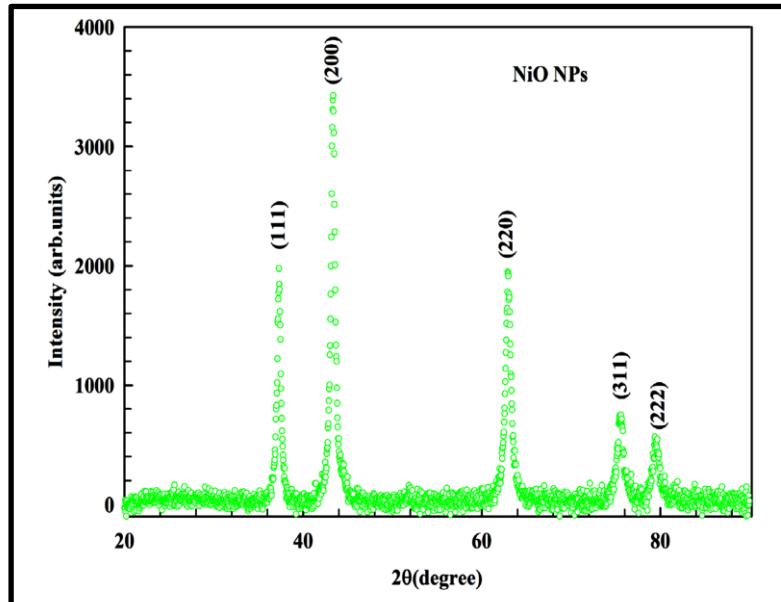
الشكل (8-2) حيود الأشعة السينية (a) للمواد العشوائية (b) المتبلورة (c) متعددة التبلور [76]

فعند تسليط اشعة سينية ذات طول موجي احادي لمدى من الزوايا على سطح العينة سوف تبين بيكات بسبب قانون براك على الأسطح المتبلورة المتوازية والشكل (9-2) يوضح آلية التشخيص بالأشعة السينية [77].



الشكل (9-2) مخطط للتشخيص بالأشعة السينية [77]

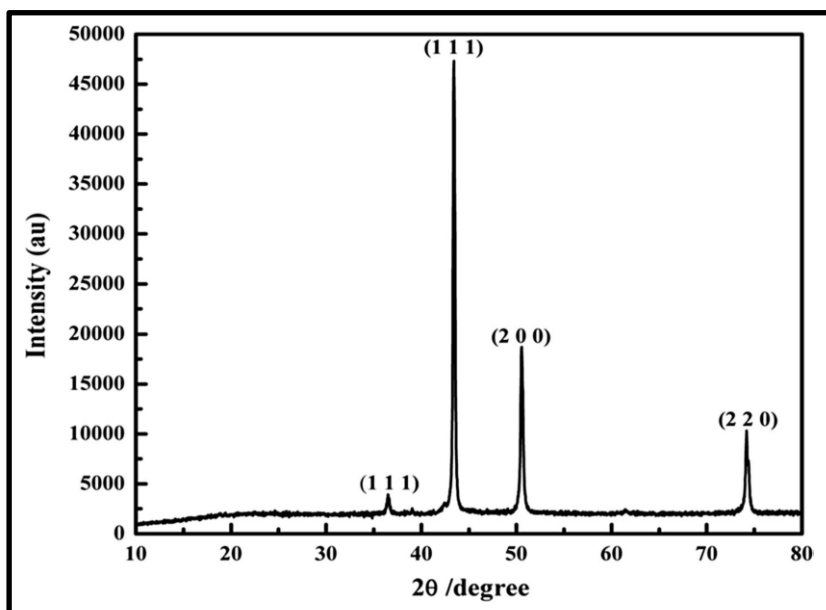
ويوضح الشكل (10-2) أنماط حيود جسيمات NiO NPs المحضرة بطريقة التخليق الحيوي باستخدام خلاصة بذور الفرس امريكانا [43].



الشكل (10-2) أنماط XRD لـ NiO NPs المحضرة بطريقة التخليق الحيوي

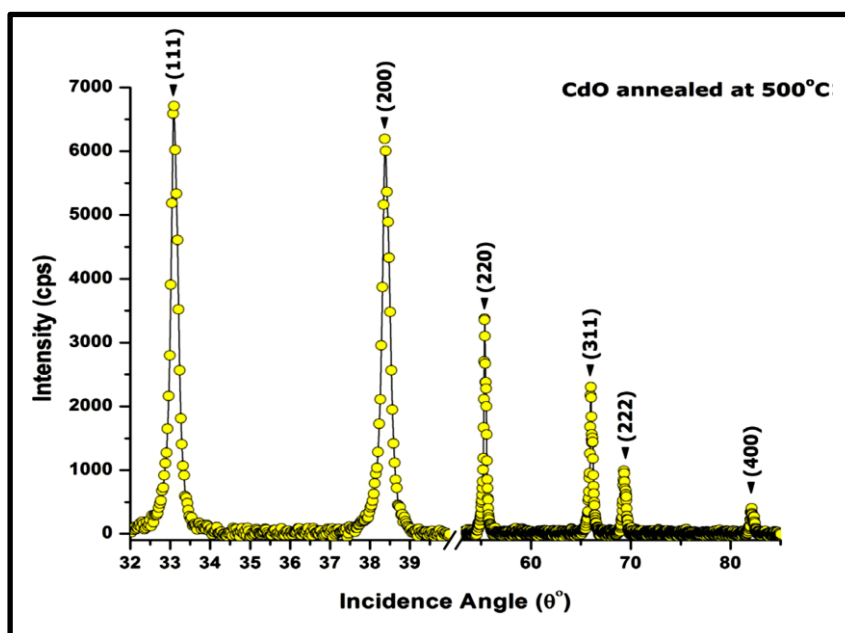
باستخدام خلاصة بذور الفرس امريكانا [43].

ويوضح الشكل (11-2) انماط حيود جسيمات CuO NPs التي تظهر بشكل بلورة من نوع FCC [37].



الشكل (11-2) انماط XRD لجسيمات CuO NPs [37].

ويوضح الشكل (12-2) حيود الأشعة السينية في درجة حرارة الغرفة النموذجية لأكسيد الكاديوم المحضرة بطريقة التخليق الحيوي [39].



الشكل (12-2) انماط XRD لجسيمات CdO NPs [39].

(Bragg's Law)

(1-1-7-2) قانون براك

ان الشبكة البلورية التي تتباعد فيها الذرات أو الجزيئات بانتظام تتأثر بسقوط الأشعة عليها فتعاني الأشعة الساقطة انحرافاً أو حيوداً عن مسارها الطبيعي نتيجة لتفاعلها مع مادة الغشاء الرقيق فعندما يفقد الجسيم أو الفوتون المشتت جزءاً من طاقته الحركية يدعى بالتشتت غير المرن، بينما إذا لم

يحدث فقدان في الطاقة الحركية للفوتون او الجسيم يدعى بالتشتت المرن. [78]. فقد تمكن العالم براك من صياغة علاقة رياضية مهمة وذلك على أساس (أن فرق المسار للأشعة الساقطة والمنعكسة يكون مساوي لطول موجة واحدة أو عدد من الأطوال الموجية)، والشكل (2-13) يبين المستويات البلورية وقانون براك [78]، وإن انعكاس براك يتحقق بتوفر الشرط الاساسي لحدوثه وهو ($\lambda \leq 2d$)، وقانون براك يصف هذا الحيود بالمعادلة الاتية [79] :

$$n \lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad \text{..... (1-2)}$$

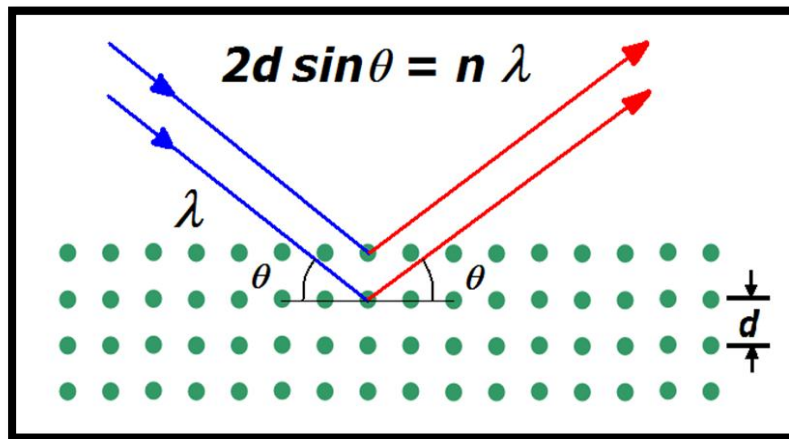
إذ أن:

n : عدد صحيح يمثل مرتبة الحيود .

λ : طول موجة الأشعة الساقطة على العينة ، بوحدة (nm).

θ : زاوية حيود براك (degree).

d_{hkl} : المسافة بين المستويين البلوريين المتجاورتين.



الشكل (2-13) المستويات البلورية وقانون براك [78]

(Crystallite size) (D)

(2-1-7-2) حساب حجم البلوريات

يمكن حساب حجم البلوريات باستخدام فرضية (ديباي – شرر) [79].

Debye- Scherer's Crystallite Size Formula

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad \text{..... (2-2)}$$

حيث أن:

D: الحجم البلوري (nm).

λ : الطول الموجي للأشعة السينية ($1.54056 \text{ \AA}$).

β : أقصى عرض للمنحني عند منتصف القمة (FWHM) (Full Width at Half Maximum) مقاسا بالوحدات نصف القطرية (Rad).

K: عامل الشكل او الهيئة (Shape Factor) وقيمته حوالي (0.89) وهو يعتمد على شكل المادة.

θ : زاوية حيود براك تمثل زاوية سقوط الأشعة السينية.

Lattice Constant (a)

(3-1-7-2) ثابت الشبكة

يمكن حساب ثابت الشبكة (a^0) لنظام المكعب (cubic) باستعمال طيف (XRD) عن طريق المعادلة الآتية [80].

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \dots\dots\dots (3-2)$$

إذ أن:-

(d_{hkl}): المسافة بين المستويات البلورية.

(hkl): معاملات ميلر.

ومن المعادلة (2-2) نحصل على:-

$$d_{hkl} = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \quad \dots\dots\dots (4 - 2)$$

وتعويض معادلة (2-5) بالمعادلة (2-4) نحصل على:-

$$a = \left(\frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \right) \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \dots\dots\dots (5 - 2)$$

ويمكن حساب ثابت الشبكة (a^0, b^0, c^0) لنظام احادي الميل (Monoclinic) باستعمال المعادلة الآتية [81] :-

$$\frac{1}{d^2} = \left(\frac{h^2}{a^{o2}} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^{o2}} + \frac{l^2}{c^{o2}} - \frac{2hl \cos \beta}{a^o c^o} \right) \csc^2 \beta \quad \dots\dots\dots (6 - 2)$$

(2-7-2) طيف الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDS)

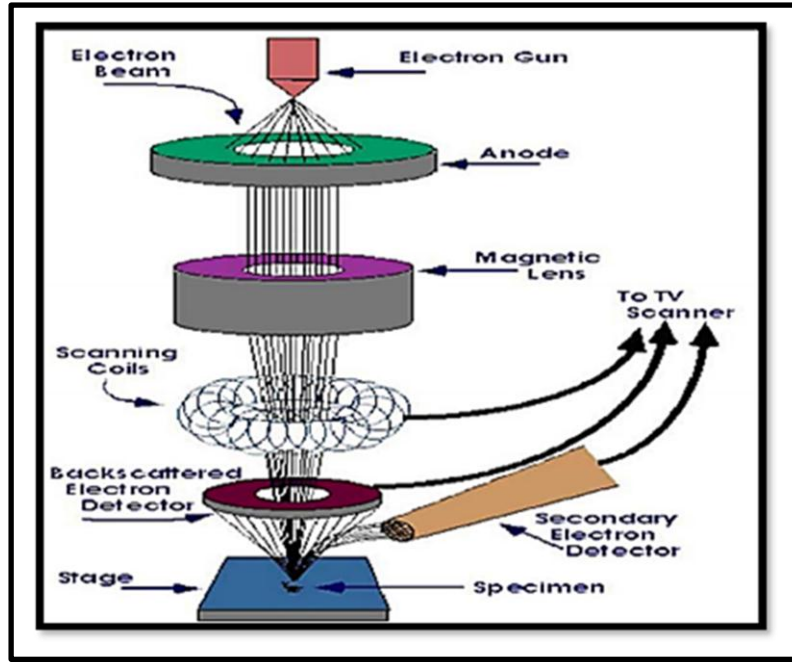
(Energy – Dispersive X – ray Spectroscopy)

نظرًا للتأثير المتبادل بين مادة العينة والشعاع الإلكتروني للجهاز، فإن تقنية (EDS) هي تقنية تحليلية لتحديد نوع العناصر الكيميائية الموجودة في العينة. بالإضافة إلى ذلك، نظرًا لاختلاف التركيب الذري لكل مادة، يقيس الكاشف طاقة القمم المميزة في طيف الأشعة السينية الخاص به مما يجعل من الممكن تحديد العناصر الموجودة. إذا أخذنا عدد الإلكترونات التي يولدها الفوتون الذي يمتصه الكاشف وضربنا هذا الرقم في عدد الفوتونات الممتصة، فلدينا معيار كمي يمكن استخدامه لإعطاء قيمة تظهر كقيمة طاقة على المحور السيني في الطيف، إذ أن دقة الكاشف تختلف من (120-140) (eV) [82].

(3-7-2) المجهر الإلكتروني المسح بمجال الانبعاث

Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)

تستخدم تقنية (FE-SEM) نمط المسح النقطي لمسح عينة باستخدام حزمة من الإلكترونات عالية الطاقة لإنشاء الصور. هناك العديد من الإشارات التي يمكن الكشف عنها نتيجة تفاعلات الإلكترونات مع الذرات في العينات، والتي تكشف عن معلومات عن تضاريس السطح والتركيب والتوصيل الكهربائي [83]. إن استخدام المجهر الإلكتروني (FE-SEM) بدلاً من المجهر الضوئي له مزايا مختلفة [84]. قد يتم تركيز المزيد من العينات في نفس الوقت بسبب عمق المجال الواسع للميكروسكوب بالإضافة إلى دقة وضوحه الأكبر بشكل ملحوظ مما يجعل من الممكن تكبير حتى أصغر التفاصيل. يوضح الشكل (2-14) المجهر الإلكتروني للانبعاثات الميدانية، ونظرًا لاستخدام الإلكترونات بدلاً من الضوء لإنشاء صورة في هذا النوع من المجهر يلزم وجود عينة موصلة في عمود الفراغ، إذ يتم دفع الإلكترونات نحو القطب الموجب لأن القطب الموجب مشحون بشكل إيجابي ويولد قوة جذب قوية للإلكترونات. وهناك بعض الأشياء التي يجب وضعها في الاعتبار عندما يتعلق الأمر بالإلكترونات الثانوية. إذ يتم تضخيم الإشارة الإلكترونية الناتجة عن الإلكترونات الثانوية وتحويلها إلى صورة يمكن عرضه على الشاشة أو تسجيله ومعالجته [85].



الشكل (2-14) مجال الانبعاث بمجهر المسح الالكتروني [85].

(Optical Properties)

(8-2) الخصائص البصرية

تعد دراسة الخصائص البصرية للمواد النانوية مهمة جداً لأنها توفر معلومات عديدة التي تحدث في المادة وأيضاً تصف الخواص المميزة التي تحدد تفاعل الضوء مع المادة [86].

(2-8-1) تفاعل الضوء مع المادة

عند سقوط شعاع من الضوء أحادي اللون عمودياً على سطح المادة النانوية فإن جزءاً من هذا الشعاع سينعكس (R) وينفذ الجزء المتبقي (T)، وان الضوء النافذ جزء منه يمتص داخل المادة النانوية لأن طاقته تكفي لإثارة الإلكترونات وتحويلها إلى مناطق ذات طاقة عالية غير مشغولة [87]. وبما أن هناك عدداً كبيراً من المراتب المشغولة بالإلكترونات في حزمة التكافؤ وعدداً كبيراً من المراتب الفارغة في حزمة التوصيل و يفصل بين هاتين الحزمتين الفجوة الممنوعة لذلك تكون احتمالية الامتصاص كبيرة جداً عندما تكون طاقة الضوء الساقط أكبر من طاقة الفجوة الممنوعة (E_g) للمادة النانوية [88] يعبر مبدأ لامبرت عن كيف تتضاءل شدة الضوء أحادي اللون بشكل كبير أثناء انتقاله عبر البلورة بسبب أن نسبة امتصاص الضوء للمادة النانوية تتناسب طردياً مع شدة الضوء عند طول موجي معين (Lambert Formula) الآتية [89] :-

$$I_t = I_0 e^{-\alpha t} \dots\dots\dots (7-2)$$

إذ أن:

(α): معامل الامتصاص.

(I_0): شدة الضوء الساقط.

(I_t): شدة الضوء بعد أن ينتقل مسافة مقدارها (t) داخل شبه الموصل.

(2-8-2) حافة الامتصاص الأساسية (Fundamental Absorption Edge)

إن الارتفاع السريع في معدل الامتصاص الذي يحدث عندما تتساوى طاقة الإشعاع الممتص مع فجوة الطاقة يمثل حافة الامتصاص الأساسية [90]. حافة الامتصاص الأساسية هي مقياس لمدى سرعة زيادة الامتصاص عندما تتساوى طاقة الإشعاع الممتص مع فجوة الطاقة [90]. ويوضح الشكل (15-2) العلاقة بين معامل الامتصاص (α) وطاقة الفوتون ($h\nu$) لكل من مناطق الامتصاص الثلاث.

1- منطقة الامتصاص العالي High Absorption Region

عند ($\alpha \geq 10^4 \text{ cm}^{-1}$)، يُظهر معامل الامتصاص منطقة الامتصاص العالية، والتي تحدث عندما تحدث انتقالات من مستويات ممتدة في نطاق التكافؤ إلى مستويات ممتدة في نطاقات التوصيل، والتي يمكن من خلالها تحديد فجوة الطاقة الضوئية المحظورة [91]. ويوضح الشكل (15-2A) هذه المنطقة [92]. ويتم التعبير عن معامل الامتصاص (α) في هذه المنطقة بالمعادلة الآتية:-

$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g)^r \dots\dots\dots (8-2)$$

إذ أن:-

A: ثابت يعتمد على طبيعة المادة.

$h\nu$: طاقة الفوتون بوحدة (eV).

E_g : فجوة الطاقة البصرية.

r: معامل أُسّي يعتمد على طبيعة الانتقال.

2- منطقة الامتصاص الأسّي Exponential Absorption Region

تتراوح قيمة معامل الامتصاص (α) في هذه المنطقة بين $10^4 < \alpha < 10^5 \text{ cm}^{-1}$ وهذه المنطقة موضحة بالشكل (15-2B)، نظرًا لأن حافة الامتصاص تزداد أضعافًا مضاعفة بسبب الزيادة التدريجية في الامتصاص التي تمتد إلى عدد قليل من الإلكترون فولت ويتم التعبير عن معامل

الامتصاص (α) في هذه المنطقة من خلال علاقة Auerbach ويتم استخدام المعادلة المستخدمة في هذا المجال لوصف التحولات الإلكترونية لهذه المنطقة [93].

$$\alpha = \alpha_0 e^{h\nu/E_u} \dots\dots\dots (9-2)$$

إذ أن :-

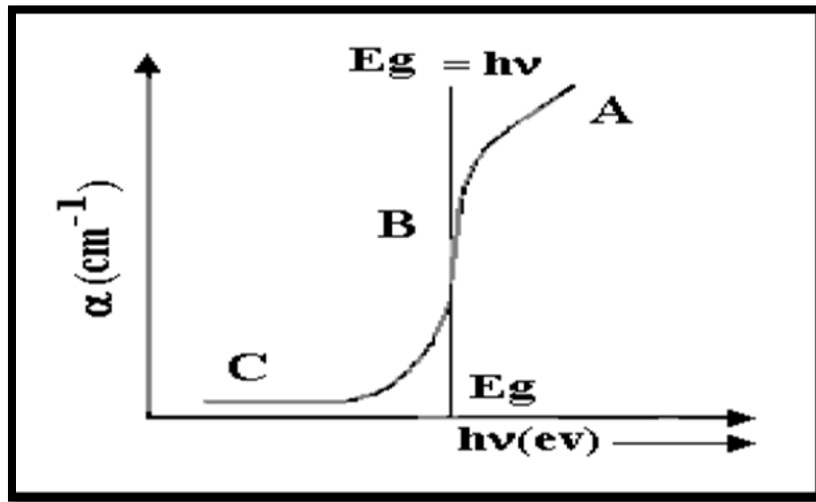
α_0 : ثابت التناسب.

E_u : طاقة ذبول (Auerbach) عرض ذبول (Auerbach) تساوي مقلوب منحدر الرسم البياني في منطقة الفجوة البصرية لعرض ذبول (Auerbach) ($h\nu$) و ($\ln \alpha$).

Low Absorption Region

3-منطقة الامتصاص الواطئ

ان المهم ملاحظة أنه نظرًا لضعف الامتصاص في هذه المنطقة ، فإن معامل الامتصاص (α) صغير جدًا ($\alpha < 1 \text{ cm}^{-1}$) ، مما يشير إلى أن منطقة الامتصاص هذه تمثل انتقالات إلكترونية بين ذبول داخل فجوة الطاقة [90]. علاوة على ذلك ، في الشكل (15-2C) يمكننا رؤية المنطقة ذات الحد الأدنى من الامتصاص [94].



الشكل (15-2): مناطق حافة الامتصاص [94]

(A) منطقة الامتصاص العالي. (B) منطقة الامتصاص الأسّي. (C) منطقة الامتصاص الواطئ.

(Transmittance)

(3-8-2) النفاذية (T)

النفاذية هي النسبة بين شدة الاشعاع النافذ من الغشاء (I_t) إلى شدة الاشعاع الساقط (I_0) عليه، وتحسب من العلاقة الآتية [95]:

$$T = I_t / I_o \dots\dots\dots (10-2)$$

والنفاذية ترتبط مع الامتصاصية (A) وفق العلاقة الآتية [96]:

$$A = \log(1/T) \dots\dots\dots (11-2)$$

(Absorbance) (4-8-2) الامتصاصية (A)

هي النسبة بين شدة الإشعاع الممتص (I_A) من قبل الغشاء إلى شدة الإشعاع الساقط (I_o) عليه, ويعبر عنها بالعلاقة الآتية [95]:

$$A = I_A / I_o \dots\dots\dots (12-2)$$

وعلاقة النفاذية مع الامتصاصية يعبر عنها بالعلاقة الآتية [96]:

$$T = e^{-2.303A} \dots\dots\dots (13-2)$$

Electronic Transition (5-8-2) الإنتقالات الإلكترونية

إن الإنتقالات الإلكترونية وهي مقسمة وفقاً لموقع أعلى نقطة في الجزء العلوي من شريط التكافؤ وأدنى نقطة في الجزء السفلي من نطاق التوصيل. يعتمد على نوعين من التحولات: المباشرة وغير المباشرة. [97].

Direct Transition * الإنتقالات المباشرة

أشبه الموصلات المباشرة هي أشباه موصلات تحدث فيها التحولات الإلكترونية من ذروة نطاق التكافؤ إلى حوض نطاق التوصيل في نفس الموقع في الوقت المكاني (k) ويكون بشكل عمودي إذ أن ($\Delta k = 0$) ويحدث ذلك عندما يمتد امتصاص الفوتون الساقط بواسطة الكترون حزمة التكافؤ (التي تكون مملوءة تماماً بالإلكترونات) لينتقل الإلكترون إلى مكان فارغ في حزمة التوصيل ويحدث هذا الانتقال الإلكتروني عندما تكون طاقة الفوتون أكبر أو تساوي فجوة الطاقة ($h\nu = E_g$) وبذلك يتحقق كل من قانون حفظ الطاقة وحفظ الزخم [98]. وهناك نوعان من الإنتقالات الإلكترونية المباشرة وهي:-

(a) الانتقال المباشر المسموح (Direct Allowed Transition) ويحدث هذا النوع من الانتقال عندما يكون انتقال الإلكترون بشكل مباشر من قيمة حزمة التكافؤ إلى قعر حزمة التوصيل وعندما يتطابق موقع كل من قمة حزمة التكافؤ وقعر حزمة التوصيل ولنفس قيمة متجه الموجة ($\Delta k = 0$) وعندما يكون ($r = 1/2$).

(b) الانتقال المباشر الممنوع (Direct Forbidden Transition) ويحدث هذا النوع من الانتقال عندما يكون الانتقال ما بين النقاط المجاورة لأعلى وأوطأ نقطة وبصورة مباشرة وكذلك لنفس قيمة متجه الموجة ($\Delta k = 0$) وعندما يكون ($r = 3/2$).

* الإنتقالات غير المباشرة

Indirect transitions

إن أشباه الموصلات التي يحدث فيها هذا النوع من الانتقال تدعى أشباه الموصلات غير المباشرة ويحصل الانتقال الإلكتروني غير المباشر عندما يكون انتقال الإلكترون من قمة حزمة التكافؤ (V.B) في قعر حزمة التوصيل (C.B) ويكون الشكل غير عمودي ولا يحصل مساواة في قيمة متجه الموجة ($\Delta k \neq 0$) قبل الانتقال وبعده وبمساعدة الفونون تحدث هذه الإنتقالات من قانون حفظ الزخم الذي ينتج من خلال تغير في متجه الموجه (k) (Wave Vector) للإلكترون [99] وهناك نوعين من الإنتقالات غير المباشرة وهي:-

- انتقال غير مباشر مسموح (Indirect Allowed Transition) تكون الانتقالات في هذا النوع بين أعلى نقطة في حزمة التكافؤ (V.B) وأوطأ نقطة في حزمة التوصيل (C.B) ولمناطق فضاء مختلفة (k).
- انتقال غير مباشر ممنوع (Indirect Forbidden Transition) تكون الانتقالات في هذا النوع بين النقاط المجاورة لأعلى وأوطأ نقطة في حزمة التكافؤ (V.B) وحزمة التوصيل (C.B).

(6-8-2) فجوة الطاقة البصرية

Optical Energy Gap

إن فجوة الطاقة تعد من الثوابت البصرية المهمة ويمكن تعريفها بأنها دالة لدرجات الحرارة إذ أن قيمتها تتغير بشكل طفيف مع تغير درجات الحرارة، وإن قيمة فجوة الطاقة تزداد في بعض المواد شبه الموصلة ولكن في البعض الآخر منها تقل، وفي شبه الموصل النقي لا تكون فجوة الطاقة فارغة تماماً وإنما تحتوي فيها مستويات موضعية تتواجد بسبب العيوب البلورية، ويمكننا حسابها بطرق عدة ومن أحد هذه الطرق هي النموذج (Tauc) وفي هذه الطريقة يتم رسم علاقة بيانية بين $(\alpha h\nu)$ و $(\alpha h\nu)^2$ وذلك عن طريق مد أفضل خط مستقيم ويكون امتداده قاطع لمحور طاقة فجوة الطاقة ويكون عندها $(\alpha h\nu)^2 = 0$ [100].

$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g) \quad (14 - 2)$$

إذ تمثل:-

$h\nu$: هي طاقة الفوتون الساقطة، α : هي معامل الامتصاص، A: ثابت يعتمد على المادة، E_g : هو فجوة الطاقة، n: هو ثابت يعتمد على طبيعة الانتقال البصري

(7-8-2) تحليلات فورييه للأشعة تحت الحمراء

Fourier Transform Infrared (FTIR)

تمثل الموجات تحت الحمراء موجات كهرومغناطيسية حرارية تتكون من الاجسام والجزيئات الساخنة وأن طاقة الموجات تحت الحمراء عند امتصاصها من قبل الاجسام تظهر على شكل حرارة وذلك لان هذه الطاقة تعمل على زيادة الحركة الاهتزازية بسبب تهيج ذرات المادة ومن ثم تؤدي الى

ارتفاع درجة الحرارة، وتأتي الأشعة تحت الحمراء بعد الأشعة المرئية وقبل منطقة الموجات الدقيقة (Microwave) والتي يمكنها التأثير في مستويات الطاقة الاهتزازية والدورانية للجزيئات معا وتنقسم الى ثلاث مناطق رئيسية [101].

1- الأشعة تحت الحمراء القريبة (Near-IR) وتتراوح بين $(12000-4000)cm^{-1}$

2- الأشعة تحت الحمراء الوسطى (Mid-IR) وتتراوح بين $(4000-200)cm^{-1}$

3- الأشعة تحت الحمراء البعيدة (Far-IR) وتتراوح بين $(200-10)cm^{-1}$

Anti – bacterial Activit

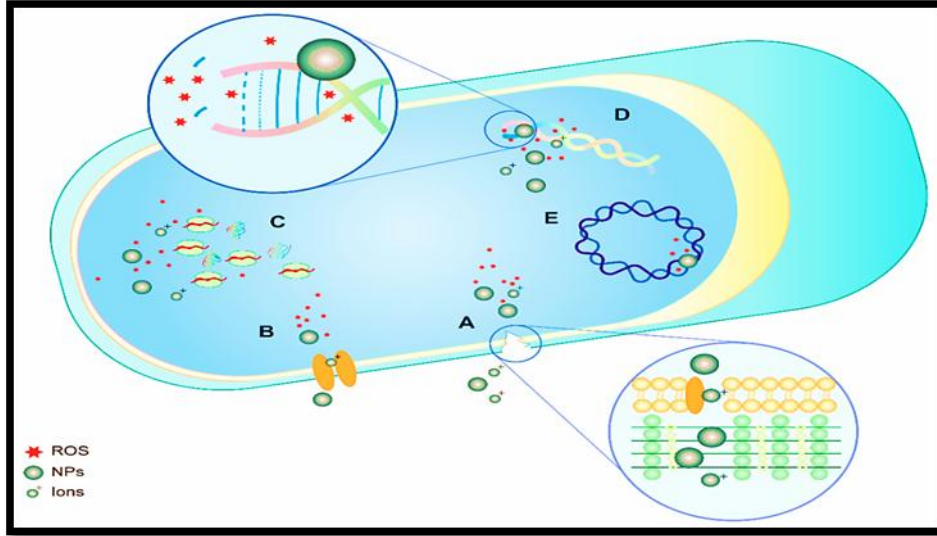
(9-2) النشاط المضاد للبكتيريا

إن الجسيمات النانوية للمعادن وأكاسيدها تشتهر بتأثيراتها المضادة للميكروبات ويعود استخدامها الواسع في العديد من البيئات السريرية والصناعية إلى عدة عقود مضت، وعلى الرغم من أنه لا تشترك جميع الجسيمات النانوية في نفس آليات العمل إلا أن خصائص غالبية هذه الجسيمات مرتبطة بكل من بنيتها الفيزيائية وتفاعلها المحدد مع منتجات الأغشية الحيوية، وهناك عدة عوامل قد تحفز وتعزز نشاط مضادات الميكروبات [102].

- الحجم
- شكل الجسيمات النانوية إذ أن مع انخفاض حجم هذه الجسيمات لا يزيد ثباتها فحسب وإنما يزيد المسافة السطحية لوحدة الحجم مما يمنحها قدرة أعلى على التفاعل مع غشاء الخلية والحصول على إمكانات أعلى لمضادات الميكروبات.
- القوى الكهروستاتيكية التي تحدث بين البكتيريا والجسيمات النانوية، إذ تحتوي معظم البكتيريا على جدار خلوي سالب الشحنة يجذب الجسيمات الموجبة الشحنة، ويمكن للأيونات الموجبة الشحنة أو الجسيمات النانوية أن تدخل الكائنات الحية الدقيقة بسهولة وبالتالي يؤدي ذلك إلى إتلاف هياكلها الداخلية عن طريق ربط البروتينات سالبة الشحنة والأحماض النووية.
- تركيز الجسيمات النانوية والتي يمكن أن تختلف بناءً على الحساسية البكتيرية المختلفة اعتماداً على فئات الكائنات الحية الدقيقة المختلفة.
- جميع المتغيرات المدرجة تتعاون لمنح الجسيمات النانوية تأثيراً مضاداً للميكروبات ويتم تضخيمه عن طريق إطلاق الأيونات.
- تولد مركبات (ROS) دوراً مهماً في تأثير مبيد الجراثيم لجسيمات النانوية.

تمثل هذه القدرة السامة للخلايا والسمية الجينية سلاحاً قوياً وغير محدد وفعالاً ضد جميع أنواع الكائنات الحية الدقيقة تقريباً وايضا الخلايا حقيقية النواة، وهذا يثير العديد من المخاوف المتعلقة بالتوافق الحيوي للجسيمات النانوية. ولتجنب أي آثار خطيرة على الخلايا حقيقية النواة من المهم الانتباه الى التراكم التي تنظم استخدام الجسيمات النانوية من أجل قتل الكائنات الحية الدقيقة دون آثار ضارة على الخلايا الأخرى [102]. يوضح الشكل (2-16) مخططاً توضيحياً لتفاعل البكتيريا بعد التعرض لأنواع الأكسجين التفاعلية الناتجة من الجسيمات النانوية والأيونات، وأن الجزء (A) من المخطط يوضح اختراق الجسيمات النانوية لجدار الخلية والجزء (B) من

المخطط يوضح انقطاع نقل الإلكترون والجزء (C) يوضح الأضرار التي لحقت (Ribosome) التي تؤثر على تخليق البروتين والجزء (D) يوضح الإضرار التي تحصل لقواعد الحمض النووي التي لا يمكن إصلاحها والجزء (E) يوضح التفاعل السلبي للـ DNA [102].



الشكل (2-16) المخطط التوضيحي لاختراق الجسيمات النانوية والإيونات للبكتيرية [102].

ويمكن تفسيرها فيزيائياً أن الجسيمات تؤثر بصورة غير مباشرة عن طريق التغييرات في بيئة الشحن المحيطة للأكاسيد النانوية ضد الكائنات الحية الدقيقة بمعنى ستكون هناك أيونات للمادة يتم إطلاقها من الجسيمات النانوية التي تلتصق بجدار الخلية البكتيرية السالبة أو الموجبة الشحنة وتمزقها، مما يؤدي إلى تكسر البروتين وتسبب موت الخلية (فيض المجال الكهربائي) [102].

(2-10) اختبار نشاط مضادات الميكروبات

(Antimicrobial activity test)

تم فحص النشاط المضاد للميكروبات للأكاسيد النانوية لكل من (النكل والنحاس والكاديوم) الناتجة بطريقتين مختلفتين ضد النشاطات البكتيرية لبكتيريا من نوع موجبة الجرام (*Staphylococcus aureus*) وبكتيريا من نوع سالبة الجرام (*Escherichia coli*) وضد نشاط الفطريات (*Candida albicans*) وهذه الأنواع المختلفة من الميكروبات تم توفيرها من قبل معمل الأحياء الدقيقة في الجامعة المستنصرية- كلية العلوم/ قسم علوم الحياة، ويتم وصفها بالنحو التالي:

Staphylococcus aureus: اكتشف السير ألكسندر أوغستون، الجراح في أبردين، اسكتلندا، البكتيريا في عام 1883 بعد عزلها من صديد مفصل الركبة. ما يقرب من 20% من سكان العالم حاملة دائمة لهذه البكتيريا، والتي يمكن العثور عليها على سطح الجلد والأنف لأنها تعيش في الجهاز التناسلي السفلي للمرأة، وهي بكتيريا موجبة الجرام تتميز بشكلها الدائري كثيراً ما توجد على الجلد والنظام التنافسي العلوي، يمكن أن تنمو هذه البكتيريا دون الحاجة إلى الأكسجين، وعلى

الرغم من أنها غالبًا ما تعتبر ميكروبات بشرية ، إلا أنها يمكن أن تسبب المرض على وجه الخصوص ، تعد بكتيريا *Staphylococcus aureus* واحدة من الأكثر مبيد للجراثيم. التهاب الشغاف والدم بصرف النظر عن الجروح الموجودة في الأنسجة المخاطية ، يمكن أن تسبب البكتيريا مجموعة واسعة من التهابات الجلد والأنسجة الرطبة ، خاصةً إذا لامست صديدًا من جرح مصاب. استخدم المرضى المناشف والألحفة والملابس والمعدات الرياضية. يمكن أن يحدث التهاب المفاصل الإنتاني بسبب المفاصل الاصطناعية ، مثل التهاب الشغاف والإلتهاب الرئوي إذا كان لدى الشخص صمام قلب اصطناعي [103].

Escherichia Coli: هي بكتيريا سالبة الجرام تعيش في الأمعاء الغليظة عند البشر ، وتمثل حوالي 80% من هيكل فلورا الهواء. هذه الأنواع من البكتيريا مقاومة للمضادات الحيوية مثل الجنتاميسين والإريثروميسين، وتعرف الاشيريشيا القولونية أيضا بأسم العصيات القولونية (*Escherichia coli*). صنفت لأول مرة من قبل العالم (Theoder Echerich) عام (1885)، إذ سميت بـ (*Bacterium coli*) وحاليا معروفة باسم (*Escherichia coli*) بكتيرية الاشيريشيا القولونية [104]. تتميز بكونها عصيات غير مكونة للسبورات سالبة لصبغة كرام وتمتلك أسواطاً محيطة وبعض سلالاتها تكون محاطة بالمحفظة وتكون الاشيريشيا هوائية أو لاهوائية اختيارية يبلغ عرضها حوالي (0.6 µm) وطولها حوالي (1-3 µm)، الاشيريشيا القولونية لا تحتاج الى مواد غذائية معقدة لكي تنمو لأنها تخمر سكر الكلوكوز واللاكتوز وتتعايش على الأوساط الزراعية العادية، صنفت البكتيرية الاشيريشيا القولونية بعدة تصنيفات ومنها:-

- Kingdom: Bacteria
- Phylum: Proteobacteria
- Class: Gammaproteobacteria
- Order: Enterobacteriales
- Family: Enderobacteriaceae
- Genus: Escherichia

بكتيرية الاشيريشيا القولونية تستعمر أمعاء الإنسان بعد ولادتها بساعات قليلة وتسبب العديد من الأمراض منها خمج المسالك البولية والإسهال والتهاب السحايا عند انتقالها من مكانها الأصلي لذلك تُعدُّ البكتيرية الاشيريشيا القولونية من البكتيرية الانتهازية، تصنف بكتيرية الاشيريشيا القولونية الى العائلة المعوية لأنها تستوطن الأمعاء، إذ لا يعد توажدها في الأمعاء ممرضا لآته النبيت الطبيعي لها الا إن وجودها في السائل المخي الشوكي و الجروح والأذن الوسطى و الجهاز البولي والحروق يعد ممرضا، تكون حركتها بأشكال منفردة أو مزدوجة وتتم حركتها بواسطة الاسواط المحيطة بها

[104,105]. بكتيرية الاشيريشيا القولونية تقسم على ثلاثة مجاميع وهي البكتيريا المتعايشة والبكتيريا الممرضة المعوية والبكتيريا الممرضة غير المعوية [105].

Candida albicans: هو نوع من الفطريات (الخميرة) التي تعيش في الأغشية المخاطية لكثير من الناس والتي وجودها بكميات صغيرة في مناطق مختلفة من الجسم غير ضار ولا يشكل خطراً على صحة الإنسان [106].

الفصل الثالث



الجزء العملي

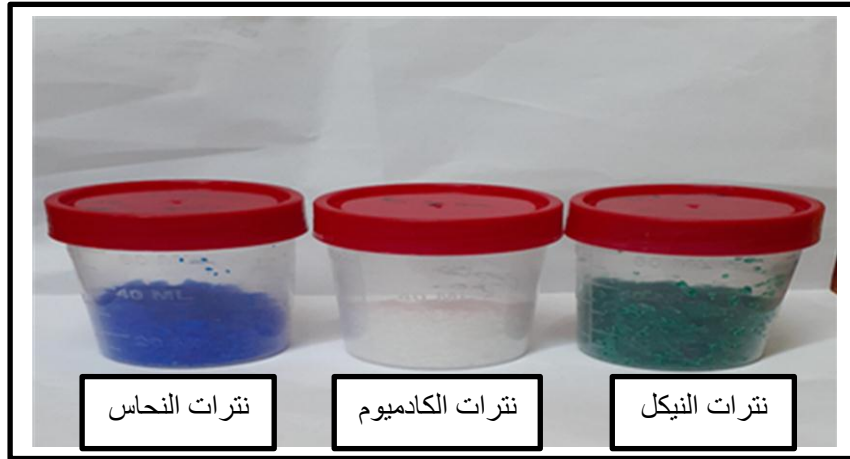
(1-3) مقدمة

(Introduction)

يتناول هذا الفصل الخطوات العملية المتبعة في تحضير أكاسيد (النكل والنحاس والكاديوم) نانوية التركيب باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية (أوراق البرتقال و أوراق الزيتون) باستخدام طريقتين (كيميائية بسيطة والمحلل الغروي). تم دراسة الخصائص التركيبية عن طريق حيود الأشعة السينية (XRD)، والمسح المجهر الإلكتروني (FE-SEM) و قياس EDS وكذلك تم دراسة الخصائص البصرية مثل الامتصاصية، وفجوة نطاق الطاقة باستخدام مطياف الأشعة فوق البنفسجية المرئية UV-Vis، وقم الامتصاص القوية باستخدام مطياف (FT-IR) وأخيرا، دراسة النشاط المضاد للميكروبات باستعمال أكاسيد النكل والنحاس والكاديوم. وكذلك يتضمن وصف الأجهزة المستعملة في دراسة الخصائص البصرية والتركيبية والكهربائية. والجدول (1-3) يبين أنواع المواد والوزن الجزيئي والشركة والنقاء، والشكل (1-3) يوضح الاملاح المستخدمة في العمل، والشكل (2-3) يوضح النباتات المستخدمة في العمل.

جدول (1-3) خصائص المواد المستخدمة في العمل .

النقاء %	الشركة	الوزن الجزيئي (g/mol)	المادة
99.99	Sigma-Aldrich, India	182.703	نترات النكل المائية $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
99.98	Sigma-Aldrich, India	187.56	نترات النحاس المائية $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
99.99	Sigma-Aldrich, India	236.42	نترات الكاديوم المائية $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

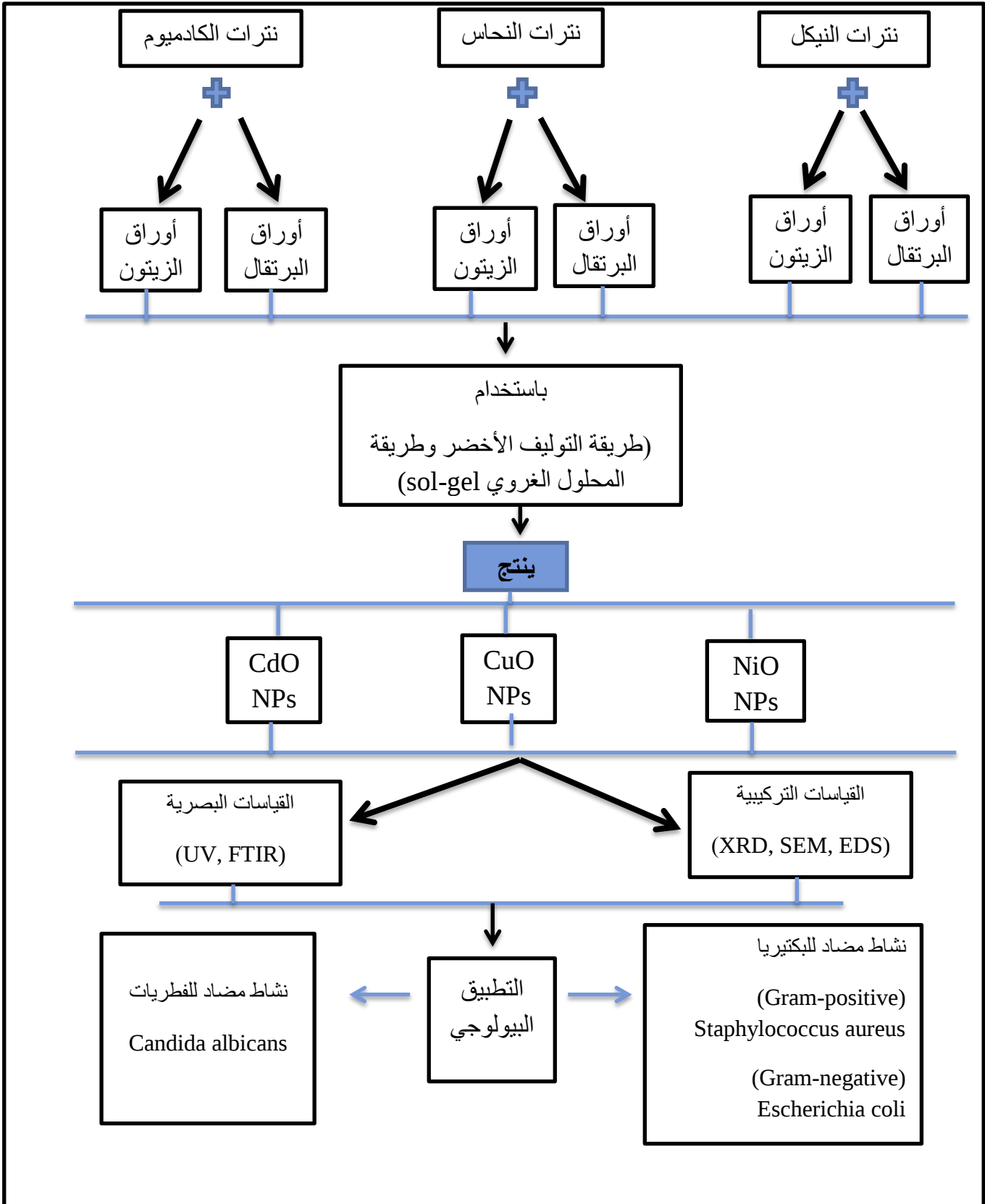


الشكل (1-3) الاملاح المستخدمة في العمل



الشكل (2-3) النباتات المستخدمة في العمل

والشكل (3-3) يوضح مخطط العمل لتحضير الأكاسيد النانوية بطريقة التوليف الأخضر وطريقة المحلول الغروي (sol-gel) من المواد وصولاً إلى التطبيق البيولوجي .



الشكل (3-3) مخطط العمل لتحضير الأكاسيد النانوية والقياسات من المواد وصولاً إلى التطبيق البيولوجي .

(2-3) الأجهزة والمواد المستخدمة في العمل

يبين الجدول (2-3) الأجهزة والمواد المستخدمة في هذه الدراسة.

جدول (2-3) الأجهزة والمواد المستخدمة في العمل.

العدد	الأجهزة والمواد	الشركة والمنشأ
1	Laboratory Oven	SRJX-5-13 Model box-) Resistance furnace control (box
2	Magnetic Stirrer	(Rlabinc, Lebanon)
3	Water distillery device	(Gallenkamp, England)
4	Glass Substrates	(Haimen 226100,China)
5	Blender	(Sliver Crest, American)
6	Glass beakers	(Samduk, Busan Korea)
7	Conical filter	American
8	Filter Papers Whatman	(Sigma Aldrich, USA)
9	Sensitive Electronic Balances	(Sartorius (Germany)
10	Refrigerator	(Concord, Lebanon)
11	Micropipette	(Dargon Medical Limited,China)
12	PH- Meter	(HANNA)
13	Eyelid	(China)
14	Petri dishes	Germany

(3-3) جمع العينات (النباتات): Sample Collection (Plants)

تم أخذ العديد من العوامل في نظر الاعتبار لتكوين الجسيمات النانوية NPs والتي تشمل مصدر النبات، والمستخلص، ودرجة الحرارة، وقيمة PH، أذ تم استعمال نوعين من النباتات المختلفة المذكورة ادناه متمثلة بأوراق البرتقال والزيتون في هذه الدراسة . وتعدّ هذه

النباتات مصادر غنية بـ (الفلافونيدات والفينولات والقلويات والفيتامينات والأحماض الأمينية والكينونات والمعادن والكبريت والبروتينات والمركبات (الأليسين). وهناك الكثير من الفلافونويد والفركتوز الذي يمكن أن يقلل الأيونات ليساعد في تكوين (NPs) بسبب وجود (فيتامين C) في هذه المستخلصات النباتية. أذ تم جمع النباتات من بساتين بعقوبة في محافظة في ديالى في شهر نوفمبر تشرين الثاني كعمل تمهيدي ويوضح الجدول (3-3) النوع الحيوي والعائلي والنباتي المستعمل في تحضير NPs.

جدول (3-3) قائمة بالاسم الحيوي للنبات المستخدم في تحضير الأكاسيد النانوية .

النوع	الفصيلة	الاسم شائع	الاسم الحيوي للنبات
أوراق	سذابية	سيتروس سينسيس Citrus Singensis	برتقال
أوراق	زيتونية	زيتون اوروبا Olea europaea	زيتون

(4-3) تحضير المستخلصات النباتية: Preparation of Plant Extarcts:

تم في هذه الدراسة استخدام الأوراق الخضراء لكل من النباتات التالية (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)، ويتم شطف هذه الأوراق بالماء المقطر لإزالة الشوائب والغبار ثم تقطيعها إلى قطع دقيقة وتجفيفها تحت أشعة الشمس من 9-10 أيام، بعد ذلك، يُطحن بواسطة الخلاط لنحصل على مسحوق جاف من هذه الأوراق، وتم اخذ (7g) من مسحوق أوراق البرتقال وأوراق الزيتون مخلوط مع (80ml) من الماء المقطر ووضعها على الخلاط المغناطيسي لمدة ساعتين عند 80 درجة مئوية كل على حدة، ثم يتم تصفيتهما باستخدام أنواع من الورق والقصاصات المخصصة لغرض التصفية والمحاليل الناتجة بعد التصفية تمثل مستخلص أوراق البرتقال و مستخلص أوراق الزيتون، ويوضح الشكل (3-5) خطوات تحويل أوراق النباتين الطازجين إلى مستخلصات نباتية. يكون دور المستخلص عاملاً مختزلاً من خلال احتوائه على كمية كبيرة من البولي فينولات (Polyphenols) والتي بدورها تتكون من الفلافونيدات (Flavonoids) ومضادات حيوية ومضادات للأكسدة ومجاميع عضوية، وعند إضافة هذا المستخلص الى ملح النترات يكسر آصرة (-OH) ويكون آصرة جزئية مع الفلز وعند كسر هذه الآصرة الجزئية تنتقل الإلكترونات لتكون هيدروكسيد الذي بدوره يتفاعل مع (-OH) القادمة من النترات ليتكون أوكسيد نانوي.



شكل (4-3) خطوات تحويل النباتات الطازجة الى مستخلصات .

(5-3) تحضير جسيمات الأكاسيد النانوية بطريقة التوليف الأخضر.

تم تحضير أكاسيد كل من (CdO NPs ,CuO NPs ,NiO NPs) بطريقة التوليف الأخضر وذلك عن طريق خلط (9.1 جرام) من ملح نترات النيكل مع (50 مل) من الماء المقطر لإنتاج محلول النيكل وتم خلط (9.3 جرام) من ملح نترات النحاس مع (50 مل) من الماء المقطر لإنتاج محلول النحاس وتم خلط (11.8 جرام) من ملح نترات الكاديوم مع (50 مل) من الماء المقطر لإنتاج محلول الكاديوم، وتحرك هذه المحاليل الثلاثة (محلول النيكل ومحلول النحاس ومحلول الكاديوم) كل على حدة على خلاط مغناطيسي لمدة 30 دقيقة عند (70) درجة مئوية. تم تحديد مولارية نترات النيكل ونترات النحاس ونترات الكاديوم (M) باستخدام المعادلة (3-1) كما مبين في الجدول (4-3) [107].

$$M = \frac{Wt}{Mwt.* \frac{V}{1000}} \quad (3 - 1)$$

حيث M: التركيز المولي، Wt: وزن المواد المستخدمة ، Mwt: الوزن الجزيئي للمواد (g/mol) و V: حجم الماء المقطر (ml).

الجدول (4-3) الحسابات الرياضية للأملاح

الأملاح	الوزن الجزيئي g/mol	التركيز المولي	المولارية	النسبة المستخدمة في العمل
نترات النيكل	182.703	9.1	1M	50 ml
نترات النحاس	187.56	9.3	1M	50ml
نترات الكاديوم	236.42	11.8	1M	50 ml

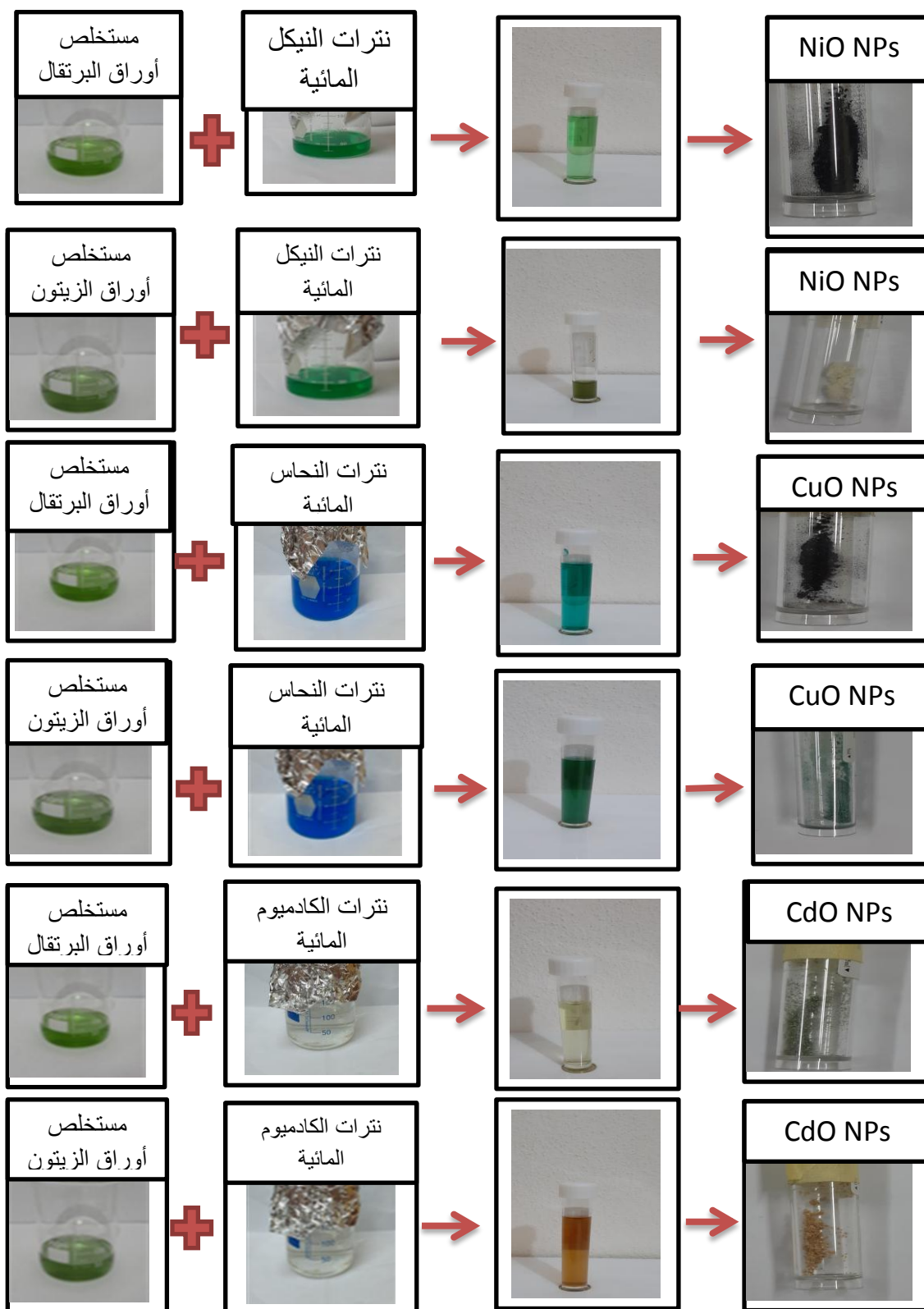
بعد عملية تحضير المحاليل يتم الاستعداد لتحضير الأكاسيد كما موضح في الجدول (5-3).

جدول (5-3) نسب خلط محلول النترات مع محلول المستخلص النباتي .

تركيزه	محلول المستخلص النباتي	تركيزه	محلول النترات
50 ml	مستخلص أوراق البرتقال	50 ml	نترات النيكل
50 ml	مستخلص أوراق الزيتون	50 ml	نترات النيكل
50 ml	مستخلص أوراق البرتقال	50 ml	نترات النحاس
50 ml	مستخلص أوراق الزيتون	50 ml	نترات النحاس
50 ml	مستخلص أوراق البرتقال	50 ml	نترات الكاديوم
50 ml	مستخلص أوراق الزيتون	50 ml	نترات الكاديوم

بعد خلط مواد التفاعل كل على حدة وتمير فترة زمنية تبلغ حوالي 15 دقيقة ، يلاحظ تغيراً في لون المحاليل وتكوين أكسيد النيكل NPs وأكسيد النحاس NPs وأكسيد الكاديوم NPs وبعد انتهاء التفاعل تترك المحاليل لتبرد في درجة حرارة الغرفة لمدة 10 دقائق وتوضع في التجميد من أجل ملاحظة تجانس المحاليل ونقاوتها. ثم توضع المحاليل في بودقة (جفنة) سيراميكية في الفرن لمدة ساعتين عند 300 درجة مئوية للحصول على مسحوق أكاسيد كل من (النيكل والنحاس والكاديوم) نانوية التركيب. ويوضح الشكل (5-3) مراحل تحضير الأكاسيد الثلاثة، وتم الحصول على الأكاسيد وفقاً للمعادلات الكيميائية التالية:-





شكل (5-3) مراحل تحضير أكاسيد كل من (النيكل و النحاس و الكاديوم) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون كعوامل أكسدة واختزال باستخدام طريقة التوليف الأخضر

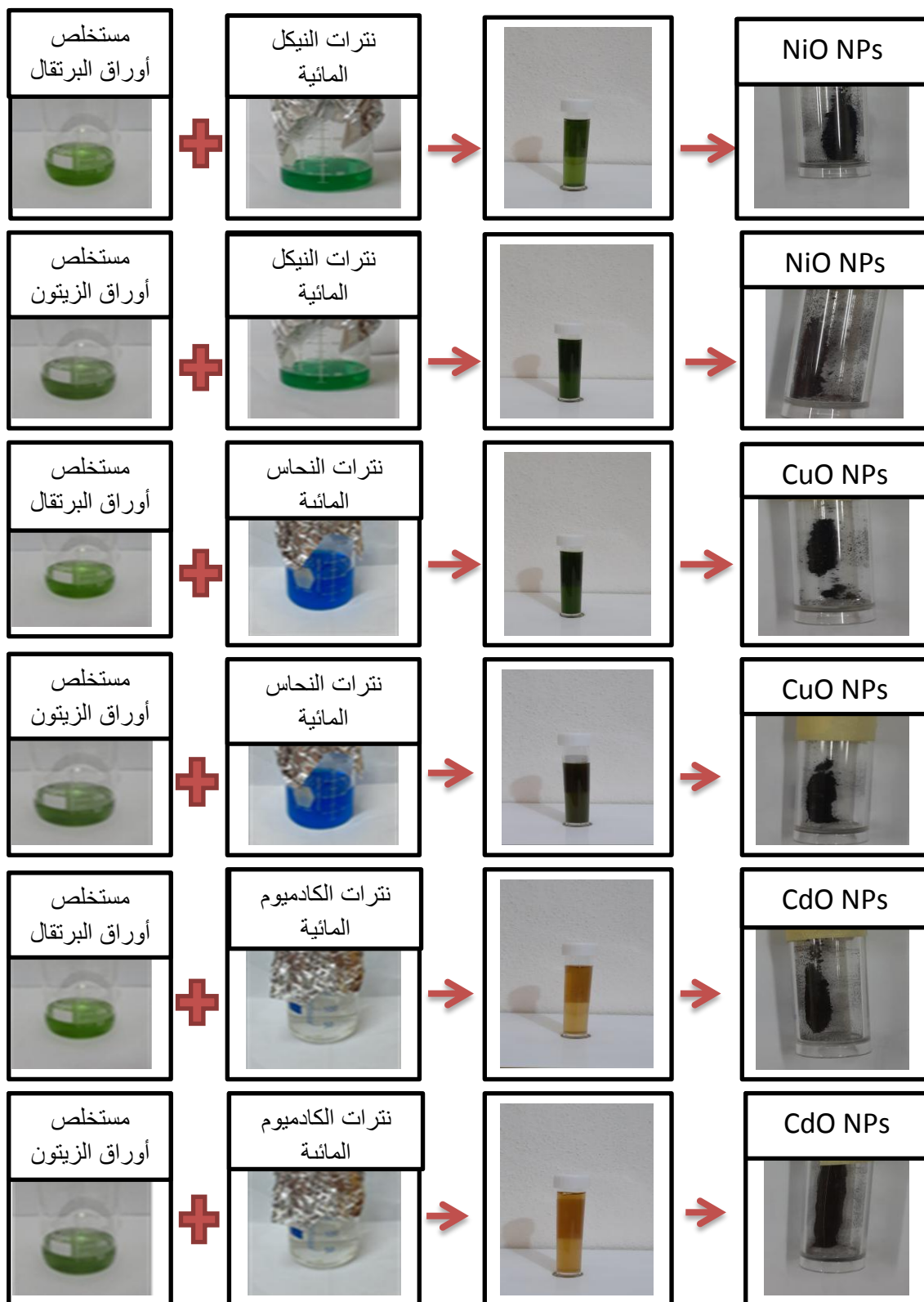
(6-3) تحضير جسيمات الأكاسيد النانوية بطريقة المحلول الغروي.

بعد الانتهاء من تحضير المحاليل (محلول نترات النيكل ومحلول نترات النحاس ومحلول نترات الكاديوم ومحلول مستخلص أوراق البرتقال ومحلول مستخلص أوراق الزيتون) في الطريقة السابقة طريقة التوليف الأخضر, يتم بعد ذلك خلط كل من محاليل النترات مع محاليل المستخلصات النباتية كل على حدا وفقا للتركيز المذكورة في الجدول (6-3).

جدول (6-3) نسب خلط محلول النترات مع محلول المستخلص النباتي .

تركيزه	محلول المستخلص النباتي	تركيزه	محلول النترات
50 ml	مستخلص أوراق البرتقال	50 ml	نترات النيكل
50 ml	مستخلص أوراق الزيتون	50 ml	نترات النيكل
50 ml	مستخلص أوراق البرتقال	50 ml	نترات النحاس
50 ml	مستخلص أوراق الزيتون	50 ml	نترات النحاس
50 ml	مستخلص أوراق البرتقال	50 ml	نترات الكاديوم
50 ml	مستخلص أوراق الزيتون	50 ml	نترات الكاديوم

بعد خلط كل من محلول النترات مع محلول المستخلص النباتي في دورق مقاوم للحرارة وتوضع على الخلاط المغناطيسي لمدة (30 min) بدرجة حرارة الغرفة لغرض تجانس الخليط بالكامل والتوزيع الجيد للمكونات ليتكون (Sol) ثم ترفع من الخلاط ويضاف إليها الأمونيا (NH_3) على شكل قطرات لكي يتم تعديل دالة الحامض PH لحين الوصول الى ما يقارب ($\text{PH} \sim 7$), ثم يتم وضع الخليط على الخلاط المغناطيسي ورفع درجة الحرارة (80°C) وتثبتها عند (80°C) وبعد مدة زمنية تبدأ الغازات بالتصاعد ويترك التفاعل لمدة مع استمرار تحريك الخليط حتى يتكون الشكل الهلامي (Gel), وبعد حوالي (50 min) تتكون هلامية جافة (Xerogel) ثم يتم اطفاء الحرارة وتترك المادة لتبرد ومن ثم جمعت وطحنت بهاون سيراميكي طحنا جيدا كي يتجانس المسحوق ونتخلص من التكتلات التي حدثت اثناء عملية التحضير, ثم يوضع المسحوق في أجفان سيراميكية في الفرن لمدة ساعتين عند 300°C درجة مئوية لغرض الكلسنة (Calcination) وبعد اطفاء الفرن تترك العينات داخل الفرن لمدة 24 ساعة فيتكون مسحوق نانوي. والشكل (6-3) يوضح مراحل تكوين الأكاسيد الثلاث.



الشكل (3-6) مراحل تحضير أكاسيد كل من (النيكل و النحاس و الكاديوم) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون كعوامل أكسدة واختزال باستخدام طريقة المحلول الغروي

(7-3) أجهزة قياس الخواص التركيبية

(Structural properties Measurements)

(1.7.3) قياس حيود الأشعة السينية (XRD)

(X-ray Diffraction measurement)

تم قياس حيود الأشعة السينية للأكاسيد النانوية المحضرة بطريقتين (الكيميائية البسيطة والمحلل الغروي (Sol-Gel)) باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون) وذلك عن طريق جهاز حيود الأشعة السينية من نوع (SHIMADZU XRD - 6000) وهذا الجهاز موجود في (جامعة بغداد - كلية التربية للعلوم الصرفة (ابن الهيثم) - المختبر الخدمي) وله المواصفات الآتية :

نوع الهدف: Cu - $k_{\alpha 1}$

الطول الموجي: 0.15405 nm

التيار: 30 mA

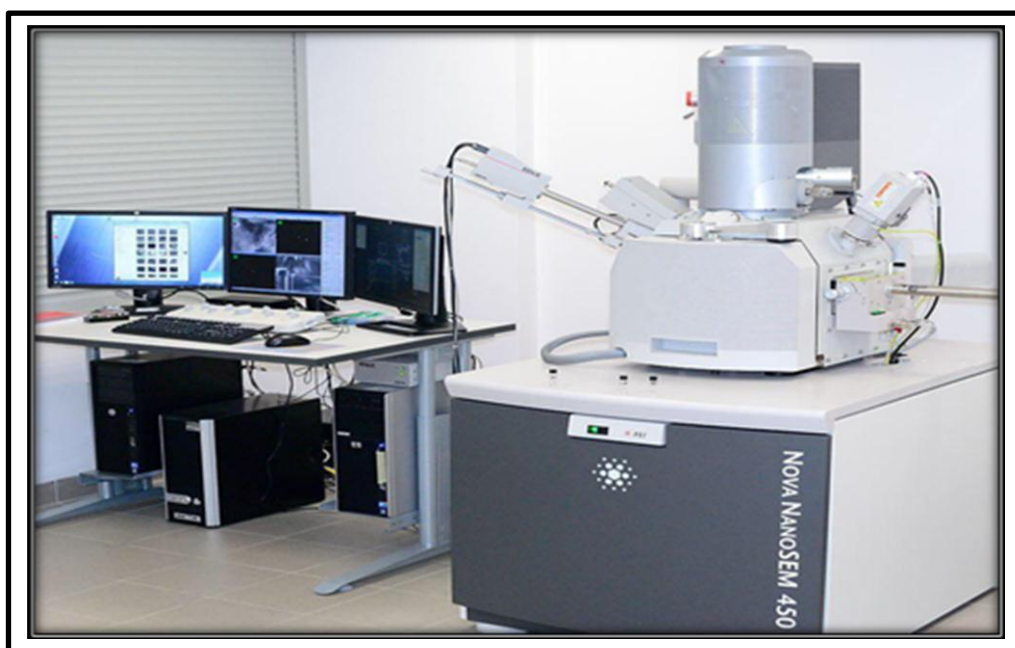
فرق الجهد: 40 KV



الشكل (7-3) جهاز XRD

(2.7.3) المجهر الإلكتروني الماسح بمجال الانبعاث (FE-SEM)**(The Field Emission Scanning Electron Microscope)**

تم دراسة تضاريس السطح بشكل دقيق واستخلاص المعلومات وذلك من خلال إجراء فحوصات (FE-SEM) وكان الجهاز المستخدم من نوع (FEL- Model Nova Nano 450) بجامعة طهران، ويوضح الشكل (8-3) نوع الجهاز المستعمل.



الشكل (8-3) صورة المجهر الإلكتروني الماسح بمجال الانبعاث (FE-SEM).

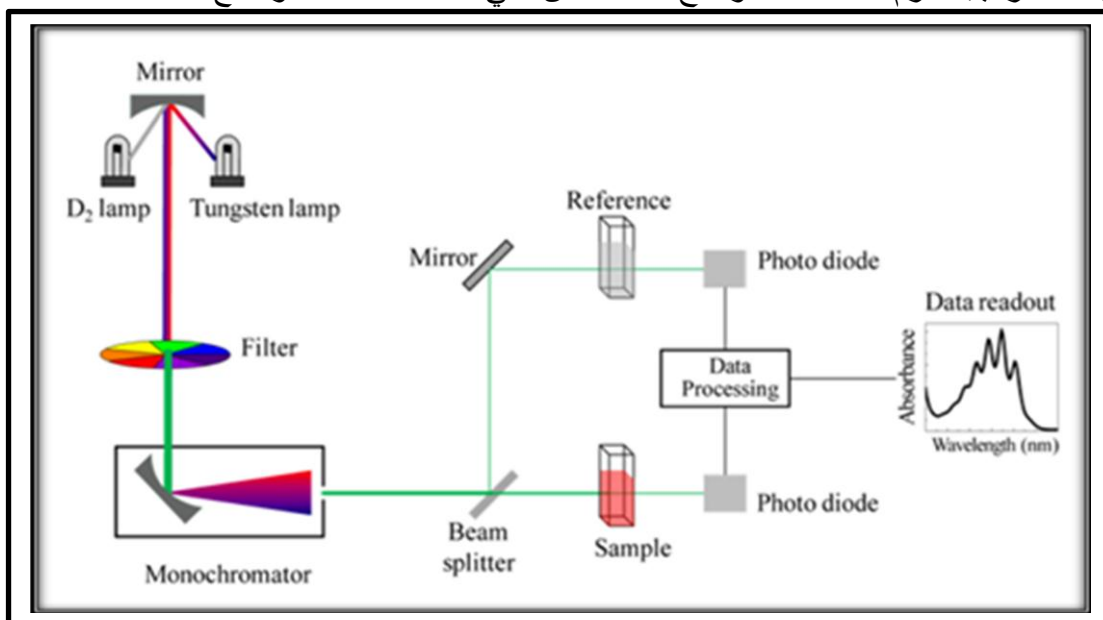
(3.7.3) طيف الأشعة السينية المشتت للطاقة (EDS)**(Energy – Dispersive X- ray Spectroscopy)**

تم معرفة العناصر الكيميائية الموجودة في الأكاسيد النانوية من خلال استخدام مجهر من نوع (MIRA3 TESCAN FE-SEM) في جامعة طهران-إيران.

(8.3) أجهزة قياس الخواص البصرية**(Optical properties measurement)****(1.8.3) مطياف الأشعة المرئية – فوق البنفسجية****((UV-Visible) Spectroscopy)**

تم قياس الامتصاصية في الجزء المرئي من الأشعة فوق البنفسجية من الطيف الكهرومغناطيسي باستخدام جهاز (Uv-Vis) لأن الامتصاص يؤثر على النطاق المرئي للمادة. تم إجراء هذا

القياس في المعمل المركزي لكلية العلوم - جامعة ديالى ذو منشأ (Japan) والذي تم تصنيعه في شركة (Shimadzu), في الصورة هنا مخطط عمل جهاز (Uv-Vis) في شكل (9-3) وكذلك الجهاز نفسه في شكل (10-3). تعتبر دراسة الخصائص الضوئية للبنى النانوية ذات أهمية تقنية وعملية كبيرة لأنها تزودنا بالكثير من المعلومات حول جودة التحولات الإلكترونية وكذلك تركيب حزم الطاقة كما توضح الخصائص التي تحدد تفاعل الضوء مع المادة.



الشكل (9-3) مخطط توضيحي لعمل جهاز (UV-Vis)

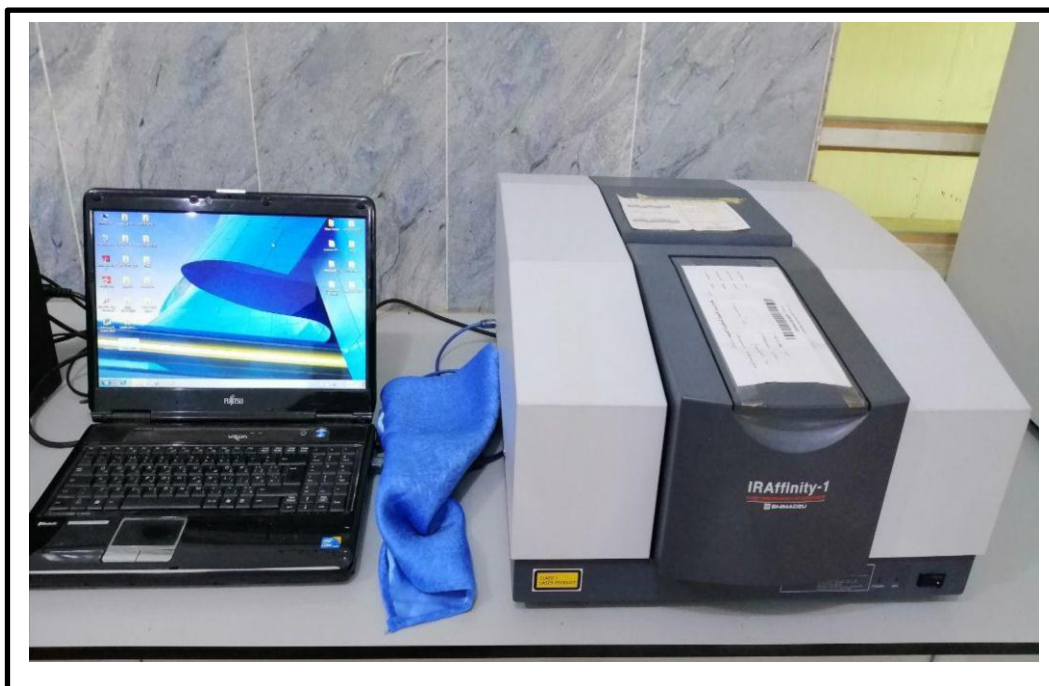


الشكل (10-3) صورة جهاز مطياف الأشعة فوق البنفسجية - مرئية (UV-Vis)

(2.8.3) مطياف الأشعة تحت الحمراء

(FTIR-Spectroscope)

يوضح الشكل (11-3) جهاز (FTIR – Spectroscope) الذي تم قياس العينات فيه والذي يكون مصنعه (Japan), إذ تم خلط المحلول النانوي مع حبيبات (KBr) وتم تسجيل نطاق الامتصاص الذي يكون ضمن نطاق الاعداد الموجية ($400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$) وتم اجراء هذا القياس في المختبر المركزي لكلية العلوم – جامعة ديالى.



الشكل (11-3) صورة جهاز مطياف الاشعة تحت الحمراء
(FTIR-Spectroscope)

(9-3) الأجهزة والأدوات المستخدمة في التطبيق البايولوجي

(Devices and Tools Used in the application of bacteria)

تم استخدام كل من الأجهزة والأدوات المبينة في الجدول (7-3) لغرض التطبيق البايولوجي.

جدول (3-7) الأجهزة والأدوات المستخدمة في دراسة التطبيق البيولوجي.

اسم الجهاز	الشركة المجهزة والمنشأ
فرن الضغط الحراري (وعاء معدن للتعقيم) Autoclave	Labtech (Korea)
جهاز تقطير Water distiller	Nuva (Turkey)
حاضنة Incubator	Binder (Germany)
حمام مائي water bath	Kotterman(Germany)
ماصة دقيقة Micropipette	Eppendr of (Germany)
ميزان حساس Sensitive balance	Kern (Korea)
غطاء تدفق الهواء الرقائقي Laminer air FlowHood	Nuva (Turkey)
إطباق بتري Petri dishes	Nuva (Turkey)
قمع (طرف ماصة) Pipette	Nuva (Turkey)
الناقل المعايير calibrated loop designed	Nuva (Turkey)
مسحات قطنية Swabs	Nuva (Turkey)
شرائط parafilm	Nuva (Turkey)
المحلول الملحي الفسلجي Normal saline	Nuva (Turkey)
محلول ثابت العكرة القياسي Solution Mlac Farland Standard	Nuva (Turkey)

Method of Sterilization

(10-3) طريقة التعقيم

تم تعقيم الأدوات المستخدمة في التطبيق البايولوجي كالتالي :-

- 1- تعقيم الأوساط الزراعية بواسطة فرن الضغط الحراري (Autoclave) بدرجة حرارة (121°C) لمدة (15 min) تحت ضغط (15) باوند/انج².
- 2- تعقيم الزجاجيات المستخدمة في تحضير الوسطين الزراعيين بالفرن الحراري (Oven) بدرجة حرارة (180 °C) لمدة (2 h).
- 3- تعقيم غطاء تدفق الهواء الرقائقي (Hood) بالكحول.

Preparation of Culture Media

(11-3) تحضير الأوساط الزراعية

تم تحضير الأوساط العازلة المذكورة في جدول (8-3) وفقاً لتعليمات الشركة المجهزة, إذ تم إذابة المكونات في الماء المقطر (Distilled water (D.W.) و ثم غليانها على موقد ناري (Bunsen burner) مع تحريكها بشكل دوري لضمان حصول الإذابة لجميع المكونات تماماً وبعدها عقرت بواسطة فرن الضغط الحراري، وبعد ذلك تم توزيعها في أطباق بتري المعقمة، و تم وضعت في الحاضنة عند (37 °C) لمدة (24 h) لضمان التعقيم ثم زرعت العينات عليها.

جدول (8-3) الأوساط الزراعية المستخدمة في التطبيق البيولوجي.

الشركة المجهزة والمنشأ	الوسط الزراعي
Mast (U.K)	وسط أكار المولر هنتون Muller-Hinton agar
Mast (U.K)	وسط الأكار المغذي Nutrient agar

Activation of isolates

(12-3) تنشيط العزلات

تم تنشيط العزلات (البكتيريا والفطريات) المعزولة والمشفعة والمحفوظة في وسط مرق نقيع القلب والدماغ (Brain heart infusion broth) وذلك عن طريق نقل جزء من الوسط باستخدام الناقل المعياري وزرعه على سطح الاكار المغذي المحضر بطريقة التخطيط ، ووضعت الإطباق بالحاضنة بدرجة حرارة (37 °C) لمدة 24 ساعة .

Sensitivity Test

(13-3) اختبار الحساسية

تم إجراء التطبيق البايولوجي بواسطة طرق نشر الآجار جيداً في أطباق بتري معقمة تكون بقطر (60mm) تحتوي على وسط آجار معقم, وتم تحضير وسط آجار المغذيات عن طريق

إذابة (0.5g) من الببتون الذي يوفر النيتروجين العضوي، و (0.3g) من مستخلص الخميرة الذي يساهم في الفيتامينات والكربوهيدرات والنيتروجين والأملاح، و (28g) أجار وهذا يعطي الخليط صلابة في (1000 ml) من الماء المقطر، وتم تعديل الأس الهيدروجيني إلى (6.8) عند 27 درجة مئوية، وتم خلط هذه المكونات وعلوها لمدة 15 دقيقة تقريباً لضمان خلطها بشكل نموذجي عند 121 درجة مئوية وصبها في أطباق بتري التي يتم تغطيتها على الفور حتى تصبح صلبة وبعد ذلك يتم إذابة الأكاسيد النانوية الناتجة من الطريقتين كل على حدى في مذيب ثنائي ميثيل سلفوكسيد (DMSO) بتركيز (30 mg/ml)، وتم مسح البكتيريا الطازجة على سطح أطباق بلاستيك وتم عمل آبار بقطر (8mm) في وسط البكتيريا والفطريات لكل لوح باستخدام مثقاب جل معقم / حفار كروك. يحتوي كل بئر على (40µl) من الأكاسيد النانوية ويتم إدخال عنصر تحكم (DMSO) للبكتيريا والفطريات على التوالي بالتركيز المطلوب في البئر، ويتم إدخال عينات الاختبار في حاضنة عند درجة حرارة $25 \pm$ درجة مئوية لمدة 24 ساعة للبكتيريا والفطريات وبعدها يتم قياس قطر منطقة التثبيط بـ (mm). وتم قياس النسبة المئوية لمنطقة التثبيط باستخدام المعادلة التالية [108]:

$$\text{Inhibition zone (\%)} = \frac{\text{Diameter of the inhibition zone in mm}}{\text{mmDiameter of petriplate (90 mm)}} \times 100\%$$

(3 – 7)

الفصل الرابع



النتائج والمناقشة

الفصل الرابع

النتائج والمناقشات

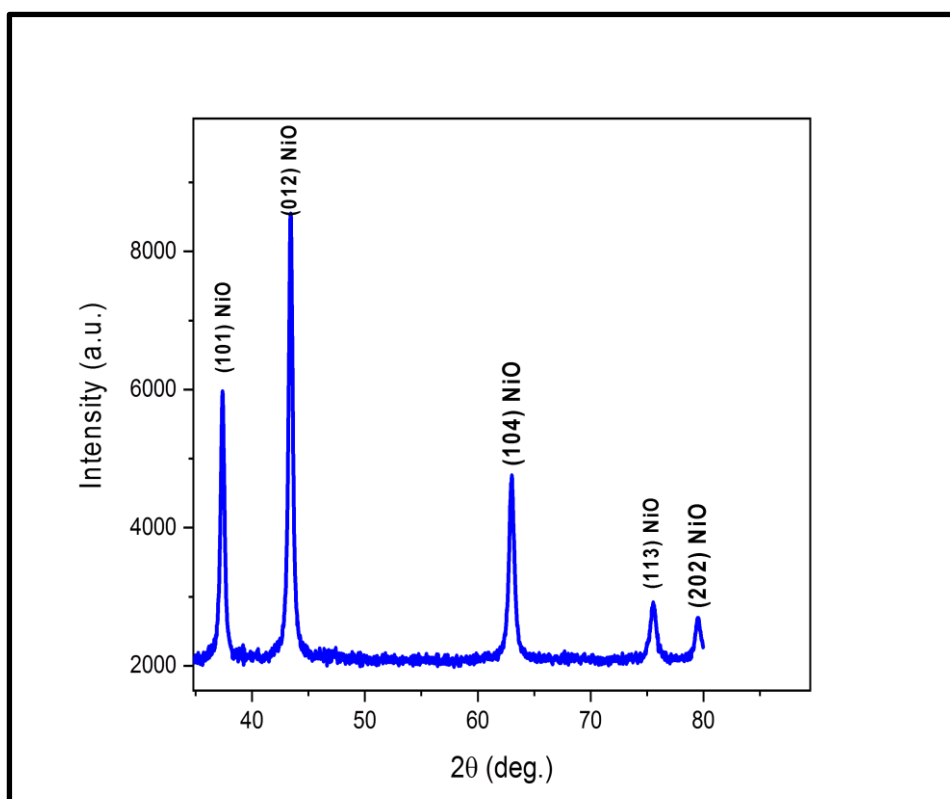
Introduction المقدمة (1-4)

يتضمن هذا الفصل عرض نتائج الفحوصات التركيبية والبصرية للتخليق الحيوي لكل من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بواسطة طريقتين مختلفتين هما الطريقة الكيميائية البسيطة وطريقة المحلول الغروي Sol-gel وباستعمال نوعين من المستخلصات النباتية هما (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) ويناقش هذا الفصل أيضا النشاط المضاد للميكروبات للبنى النانوية ضد البكتيريا موجبة الجرام *Staphylococcus aureus* والبكتيريا سالبة الجرام (*Escherichia coli*) وأحد انواع الفطريات (*Candida albicans*).

Synthetic measurement results نتائج القياسات التركيبية (2-4)

(1.2.4) نتائج حيود الأشعة السينية (XRD) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة التوليف الأخضر.

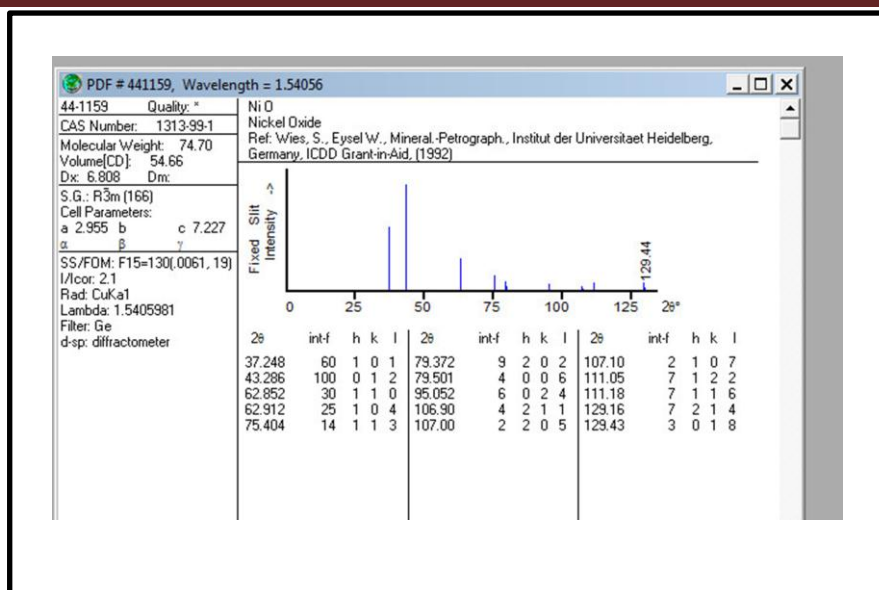
أظهرت نتائج التشخيص باستعمال تقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل (NiO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال عامل أكسدة واختزال بأن مادة أكسيد النيكل ذات تركيب متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع المكعب (cubic) حيث يبين الشكل (1-4) مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمم (101) و (012) و (104) و (113) و (202) والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية ذات الرقم التسلسلي (ICDD-44-1159) العائدة لأكسيد النيكل (NiO) ونلاحظ ان الاتجاه السائد للنمو هو المستوي (012)، ويظهر الجدول (1-4) النتائج المتحصلة من هذا الفحص إذ تم حساب معدل الحجم البلوري (Crystallite size) وفقا للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (17.6nm- 19.3nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد النيكل المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale)، وأوضحت المعلومات التي تم الحصول عليها من نتائج قياس حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل (NiO) أنها تتفق مع النتائج التي توصل إليها الباحث A.K.H. Bashir وجماعته سنة (2019) [109,110].



الشكل (1-4) أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمسحوق NiO المحضر بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

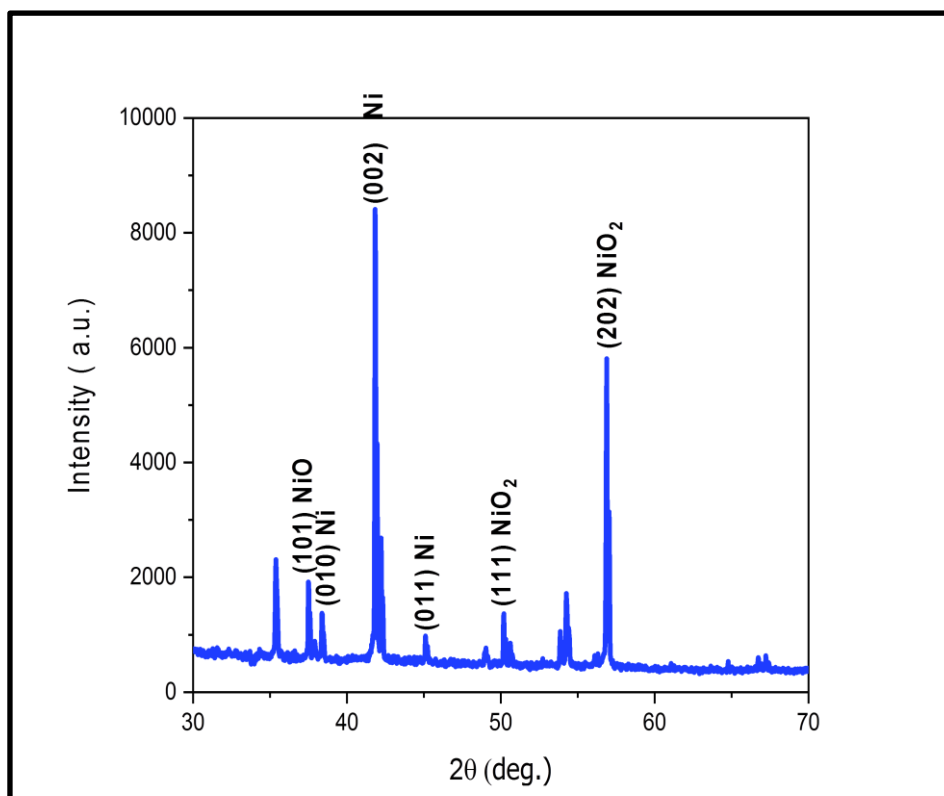
الجدول (1-4) المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمسحوق NiO NPs المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d_{hkl} (Å)	D (nm)	a_o (Å)
NiO NPs	37.3	0.424	(101)	2.406	19.3	2.955
	43.3	0.435	(012)	2.085	19.2	
	62.9	0.532	(104)	1.475	17.6	
	75.5	0.561	(113)	1.258	17.9	
	79.4	0.558	(202)	1.205	18.5	



الشكل (2-4) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النيكل (ICDD-44-1159).

أما الشكل (3-4) يمثل نتائج التشخيص باستعمال تقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل (NiO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون عامل أكسدة واختزال، إذ يبين أن مادة أكسيد النيكل ذات تركيب متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع المكعب (cubic)، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمة (101) لمادة (NiO) والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية ذات الرقم التسلسلي (ICDD-44-1159) العائدة لأكسيد النيكل (NiO) وظهور المستويات (010) و(002) و(011) لمادة (Ni) المطابقة للبطاقة القياسية الدولية (ICDD-00-045-1027) والمستويات (111) و(202) العائدة الى مادة (NiO₂) المطابقة للبطاقة القياسية العالمية (ICDD-01-089-8397). ظهور عدة أطوار لنفس الأكسيد بسبب اختلاف أنواع التأكسد بحسب نوع الطريقة المستخدمة [110].



الشكل (3-4) انماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق NiO المحضر بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

PDF Card - Ni - 00-045-1027

File Edit d-Spacings Tools Window Help

d-Spacings

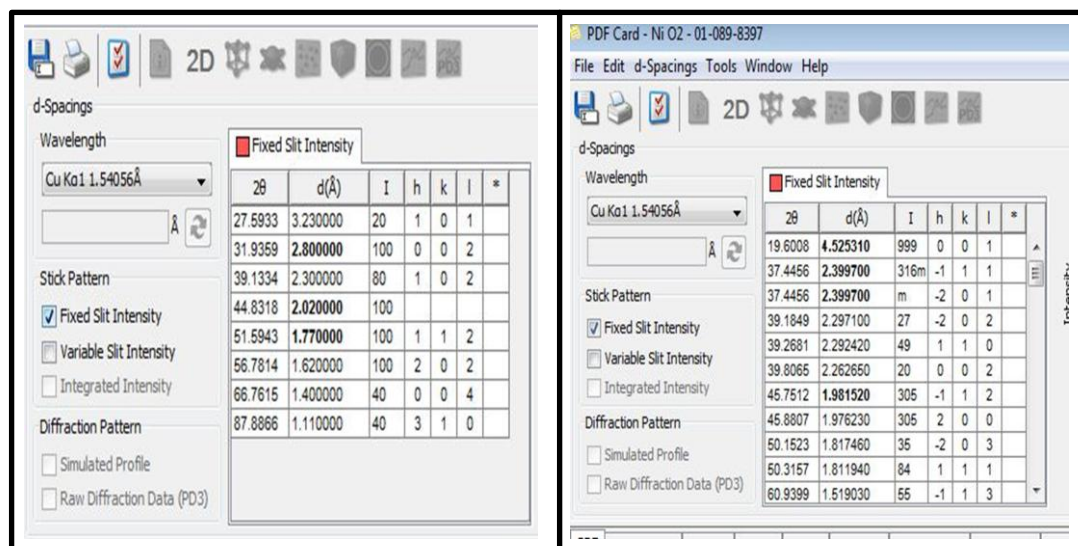
Wavelength: Cu Kα1 1.54056Å

Stick Pattern: ☒ Fixed Slit Intensity, ☐ Variable Slit Intensity, ☐ Integrated Intensity

Diffraction Pattern: ☐ Simulated Profile, ☐ Raw Diffraction Data (PD3)

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*
39.1000	2.301890	22	0	1	0	
41.5301	2.172640	30	0	0	2	
44.5200	2.033420	100	0	1	1	
58.4202	1.578400	13	0	1	2	
70.9798	1.326790	10	1	1	0	
77.9998	1.223990	8	1	0	3	
84.2397	1.148500	<1	2	0	0	
85.7901	1.131670	7	1	1	2	
87.8498	1.110370	5	2	0	1	
90.5297	1.084340	2	0	0	4	
98.7301	1.015030	2	2	0	2	

الشكل (4-4) البطاقة القياسية العالمية للننكل (ICDD-00-045-1027)

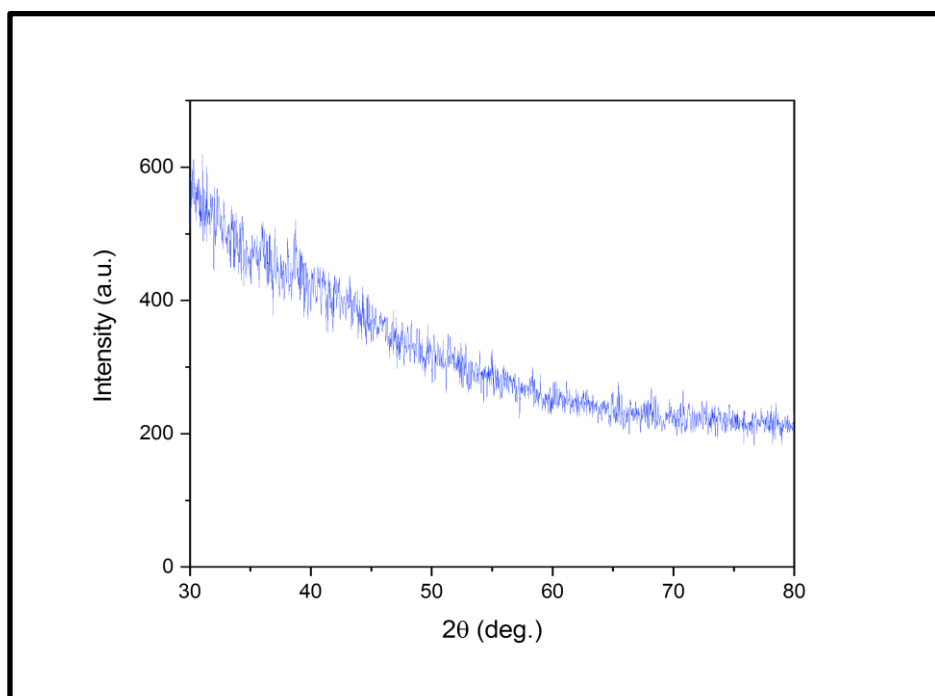


الشكل (5-4) البطاقة القياسية العالمية لمادة NiO₂ (ICDD-01-089-8397)

الجدول (2-4) المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO
 NPs المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

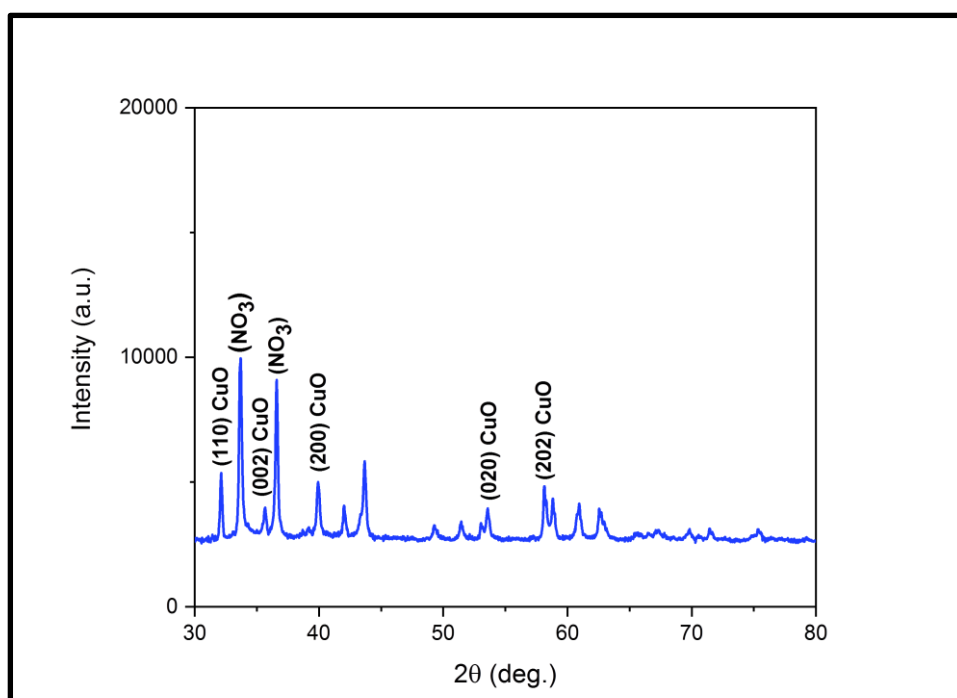
Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d _{hkl} (Å)	D (nm)	a ₀ (Å)
NiO	37.4	0.039	(101)	2.396	214.1	2.965
Ni	41.8	0.055	(002)	2.157	154.7	
	39.1	0.065	(010)	2.301	129.7	
	44.5	0.06	(011)	2.033	143.1	
NiO ₂	50.3	0.051	(111)	1.816	172.1	
	56.7	0.073	(202)	1.617	123.7	

أما الشكل (6-4) يوضح مخطط حيود الاشعة السينية لمادة أكسيد النحاس المحضر بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال عاملاً مساعداً عدم وجود قمم واضحة لأكسيد النحاس من المخطط وهذا قد يعود سببه الى عدم حصول التبلور التام (عشوائي) عند درجة الحرارة المستعملة (300 C⁰) وذلك لعدم توفر نسبة عالية من الفينولات في أوراق البرتقال لإتمام عملية الأكسدة والاختزال لنترات النحاس.



الشكل (4-6) انماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق CuO المحضر بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

أظهرت نتائج التشخيص باستعمال تقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النحاس (CuO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون عاملاً مساعداً بأن مادة أكسيد النحاس ذات تركيب متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع احادي الميل (Monoclinic)، ويبين الشكل (4-7) مخطط حيود الاشعة السينية لمادة أكسيد النحاس المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمم (110) و(002) و(200) و(020) و(202) والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية ذات الرقم التسلسلي (ICDD-05-0661) وإن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (110)، ويظهر الجدول (4-3) النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد النحاس ذي تركيب نانوي (CuO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقاً للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (21.3nm- 64.9nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد النحاس المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) اوضحت المعلومات التي تم الحصول عليها من نتائج قياس حيود الاشعة السينية لمادة اكسيد النحاس النانوية التركيب (CuO NPs) انها تتفق مع النتائج التي توصل اليها الباحث Sudhir Shende وجماعته سنة 2015 [111,112].



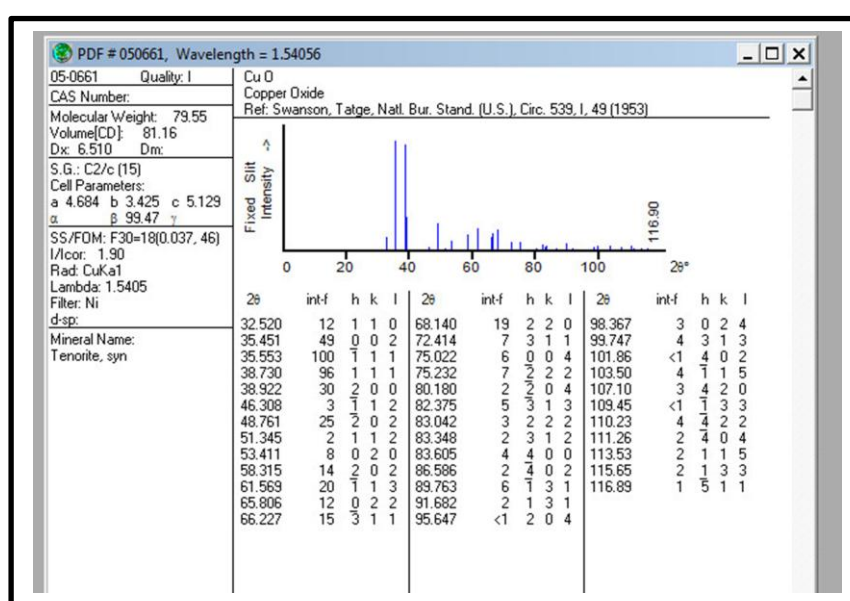
الشكل (7-4) أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق CuO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

الجدول A(3-4) المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d_{hkl} (Å)	D (nm)
CuO NPs	32.1	0.21	110	2.784	39.3
	35.6	0.33	002	2.515	24.6
	39.2	0.4	200	2.297	21.3
	53.5	0.23	020	1.709	38.6
	58.1	0.14	202	1.585	64.9

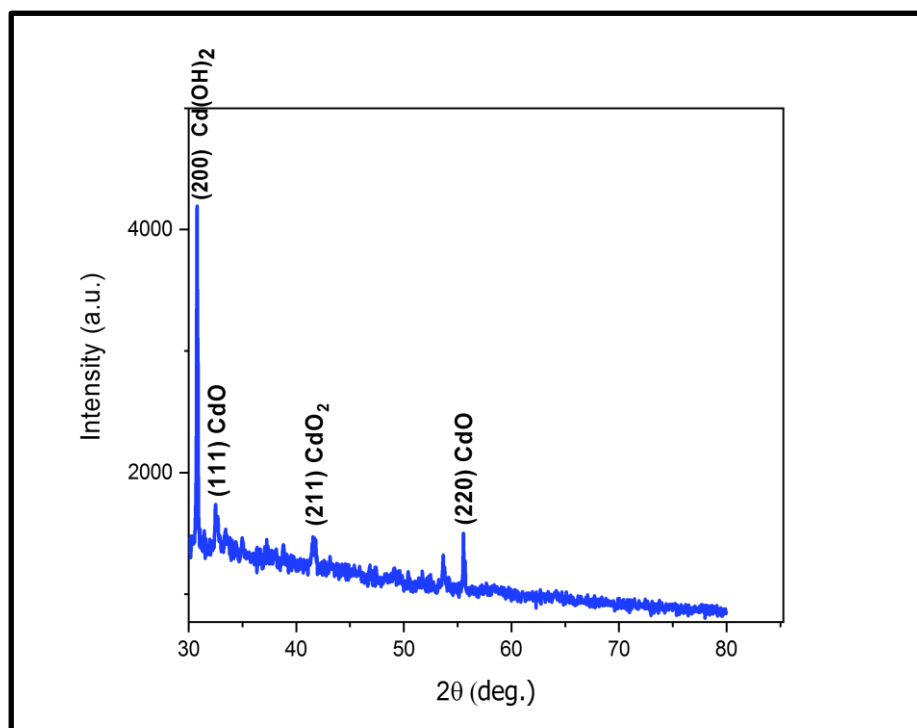
الجدول (3-4) B قيم ثوابت الشبكة لمادة CuO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	CuO
Lattice constant (a_0) (Å)	4.685
Lattice constant (b_0) (Å)	3.425
Lattice constant (c_0) (Å)	5.126



الشكل (8-4) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النحاس (ICDD-05-0661).

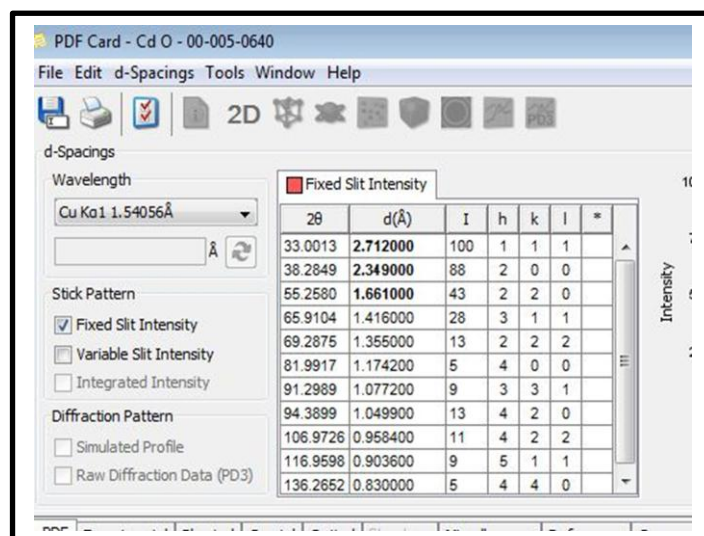
أظهرت نتائج التشخيص باستعمال تقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال عاملاً مساعداً بأن مادة أكسيد الكاديوم ذات تركيب متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع المكعب (cubic). يبين الشكل (9-4) مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمم (111) و (220) لمادة (CdO) المطابقة للبطاقة القياسية العالمية (ICDD-00-005-0640) والقمم (211) لمادة (CdO₂) المطابقة للبطاقة القياسية العالمية (ICDD-01-075-6621) وتم حساب المعلمات التركيبية لها في الجدول (4-4) [113].



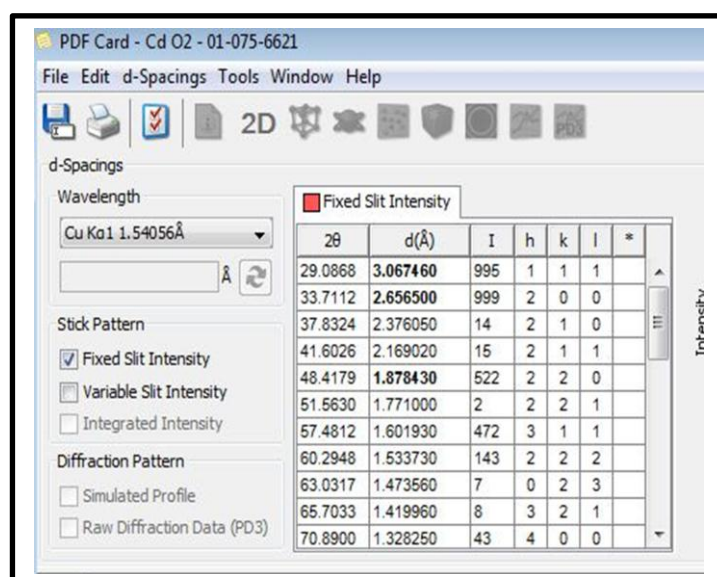
الشكل (4-9) أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمسحوق CdO المحضر بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال.

الجدول (4-4) المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d_{hkl} (Å)	D (nm)	a_0 (Å)
CdO	32.6	0.1	111	2.737	83.6	4.684
	55.5	0.07	220	1.653	128.3	
CdO ₂	41.6	0.1	211	2.168	85	



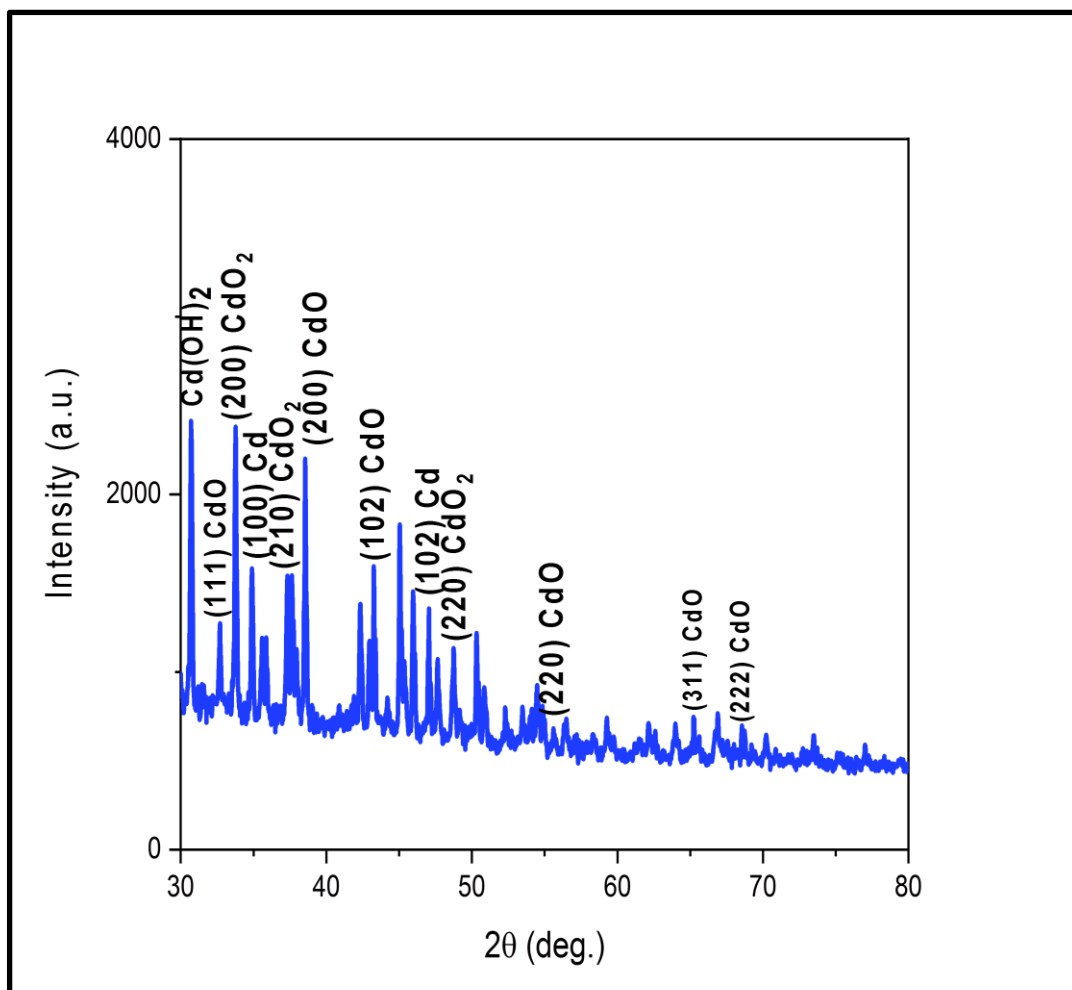
الشكل (10-4) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد الكاديوم (ICDD-00-005-0640)



الشكل (11-4) البطاقة القياسية العالمية لمادة CdO₂ (ICDD-01-075-6621)

أظهرت نتائج التشخيص باستعمال تقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون عاملاً مساعداً بأن مادة أكسيد الكاديوم ذات تركيب متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع المكعب (cubic). يبين الشكل (12-4) مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمم (200) و(220) و(311) و(222) و(111) و(102) المطابقة للبطاقة القياسية الدولية ذات الرقم التسلسلي (ICDD-05-0640) و(ICDD-01-073-2245) العائدة لأكسيد الكاديوم (CdO) والقمم (100) و(102) العائدة لمادة (Cd) نقية والمطابقة للبطاقة القياسية العالمية (ICDD-00-005-0674) والقمم (200) و(210) و(220) العائدة لمادة (CdO₂) المطابقة للبطاقة القياسية العالمية (ICDD-01-075-6621)، ويظهر الجدول (5-4)

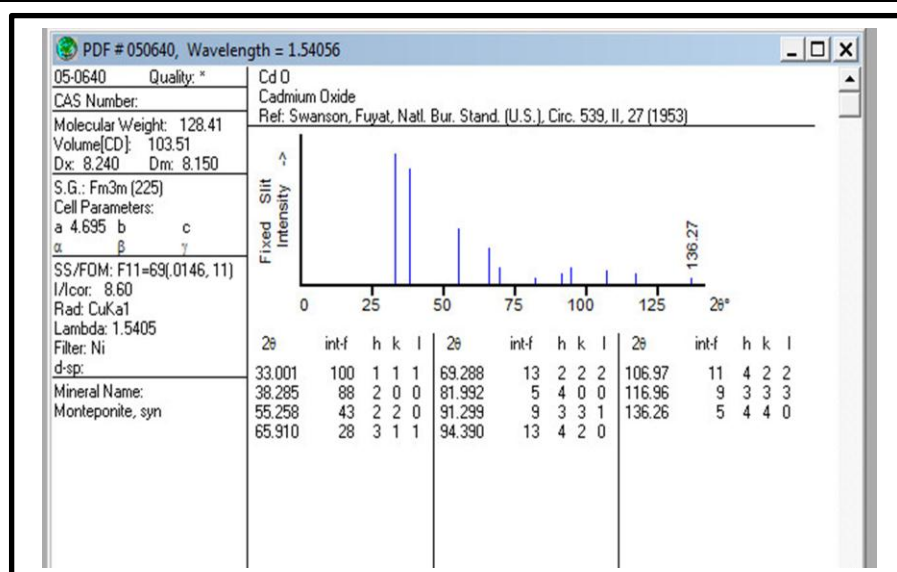
النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد الكاديوم ذي تركيب نانوي (CdO) من NPs من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقا للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (59.9nm- 160.9nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد الكاديوم المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) وتم حساب ثابت الشبكة وفقا للمعادلة (2-6) ووجد أن قيمته مطابقة للبطاقة القياسية، اوضحت المعلومات التي تم الحصول عليها من نتائج قياس حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم النانوية التركيب (CdO NPs) انها تتفق مع النتائج التي توصل اليها الباحث N. Thovhogi وجماعته سنة (2016) [114,115] .



الشكل (12-4) انماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمسحوق CdO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

الجدول (4-5) المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg)	(hkl)	d _{hkl} (Å)	D (nm)	a ₀ (Å)
CdO NPs	32.6	0.12	111	2.738	69	4.694
	38.5	0.14	200	2.333	60.2	
	43.2	0.074	102	2.089	115.5	
	55.6	0.15	220	1.651	59.9	
	65.6	0.12	311	1.421	78.7	
	69.2	0.06	222	1.356	160.9	
Cd	34.8	0.12	100	2.652	69.4	
	47.6	0.14	102	1.907	62	
CdO ₂	33.7	0.14	200	2.652	59.3	
	37.9	0.14	210	2.368	60	
	48.7	0.21	220	1.866	41.5	

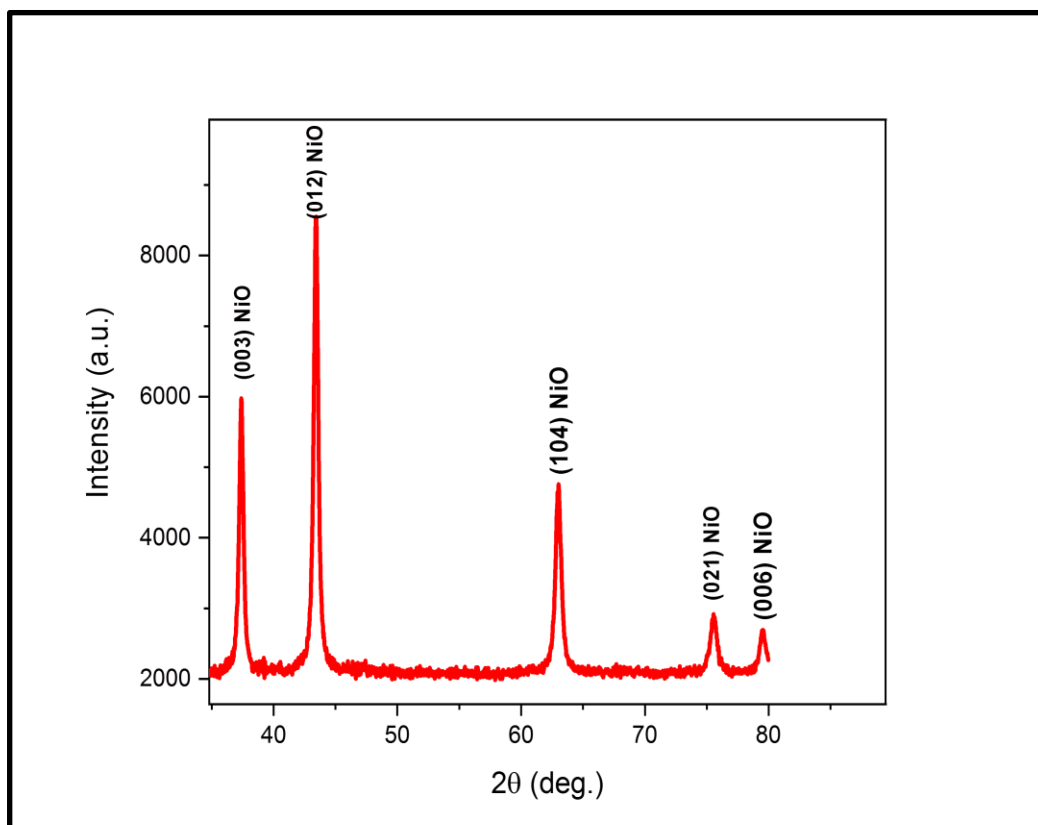


الشكل (4-13) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد الكاديوم (ICDD- 05-0640).

(2.2.4) نتائج حيود الأشعة السينية (XRD) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة المحلول الغروي (sol-gel).

يوضح الشكل (4-14) مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال عامل أكسدة واختزال, ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks), إذ نلاحظ ظهور القمم (003) و(012) و(104) و(021) و(006) وأن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (012), والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية (ICDD- 22-1189) العائدة لأكسيد النيكل (NiO) ويبين الجدول (4-6) النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد النيكل ذي تركيب نانوي (NiO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقا للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (16.4nm- 21nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد النيكل المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) وتم حساب ثابت الشبكة وفقا للمعادلة (2-6) ووجد أن قيمته مطابقة للبطاقة القياسية [116,117].

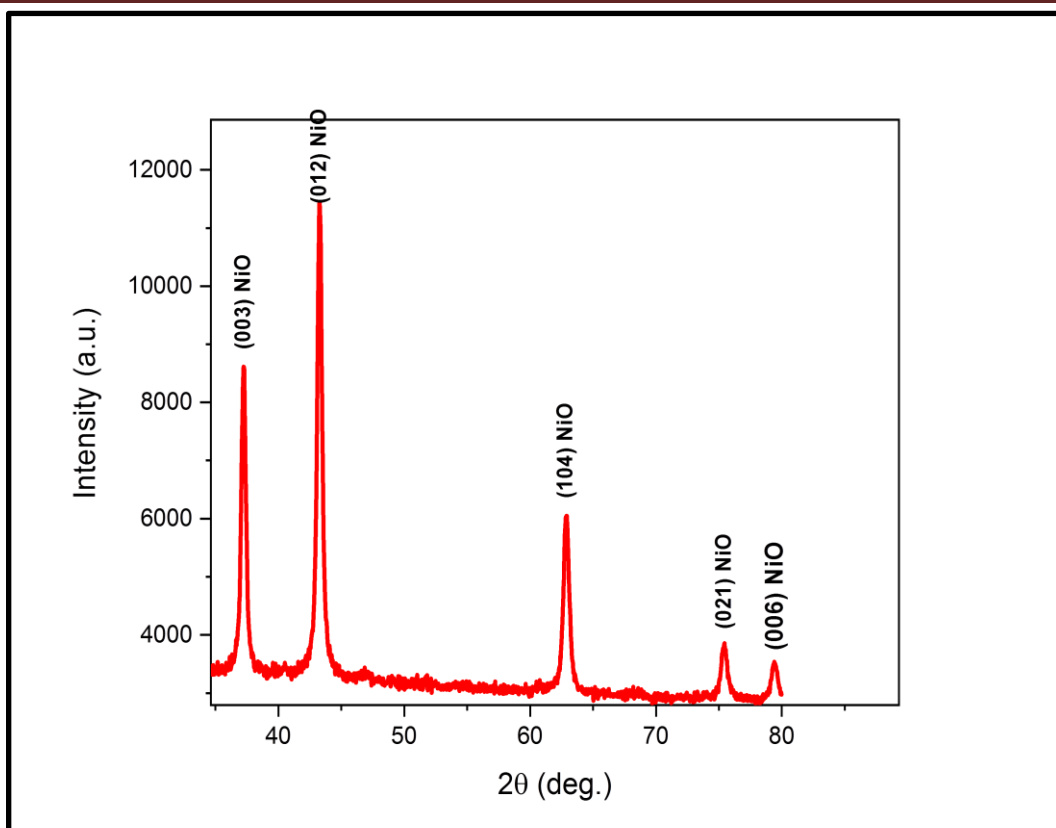
أما الشكل (4-15) يمثل مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل (NiO) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون عامل أكسدة واختزال, ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks), إذ نلاحظ ظهور القمم (003) و(012) و(104) و(021) و(006) وأن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (012), والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية (ICDD 22-1189) العائدة لأكسيد النيكل (NiO) ويبين الجدول (4-7) النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد النيكل ذي تركيب نانوي (NiO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقا للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (16.8nm- 40.1nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد النيكل المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) وتم حساب ثابت الشبكة وفقا للمعادلة (2-6) ووجد أن قيمته مطابقة للبطاقة القياسية. أوضحت المعلومات التي تم الحصول عليها من نتائج قياس حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النيكل النانوية التركيب (NiO NPs) تتفق مع النتائج التي توصل إليها الباحث A.K.H. Bashir وجماعته سنة (2019) [116,117].



الشكل (14-4) أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمسحوق NiO المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

الجدول (6-4) المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

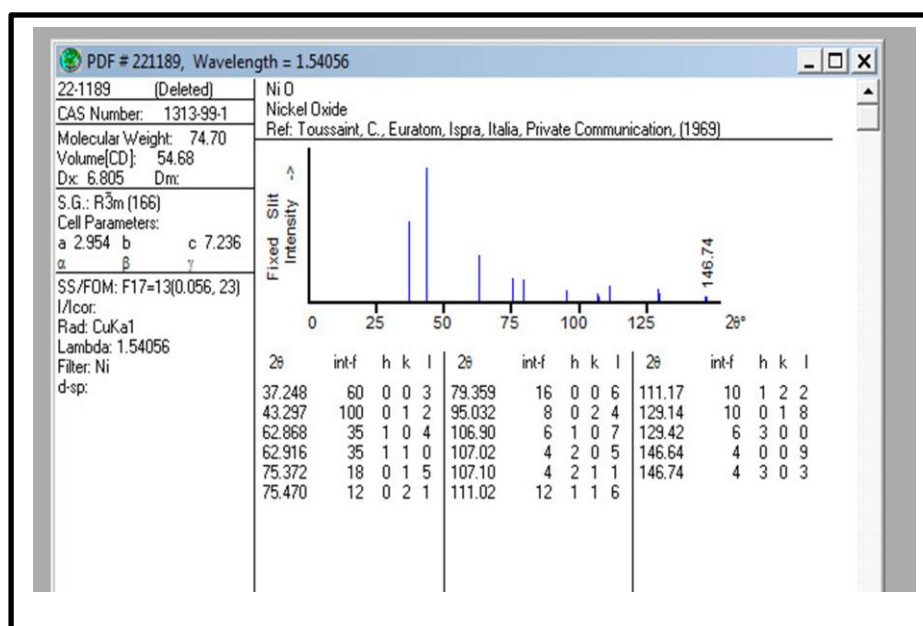
Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d_{hkl} (Å)	D (nm)	a_o (Å)
NiO NPs	37.3	0.509	(003)	2.405	16.4	2.954
	43.4	0.505	(012)	2.084	16.9	
	62.9	0.46	(104)	1.475	20.2	
	75.5	0.522	(021)	1.258	19	
	79.4	0.49	(006)	1.205	21	



الشكل (15-4) أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمسحوق NiO المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

الجدول (7-4) المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة NiO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d_{hkl} (Å)	D (nm)	a_0 (Å)
NiO NPs	37.2	0.209	(003)	2.413	40.1	2.959
	43.2	0.508	(012)	2.090	16.8	
	62.8	0.44	(104)	1.477	21.1	
	75.4	0.352	(021)	1.260	28.5	
	79.3	0.49	(006)	1.206	21	



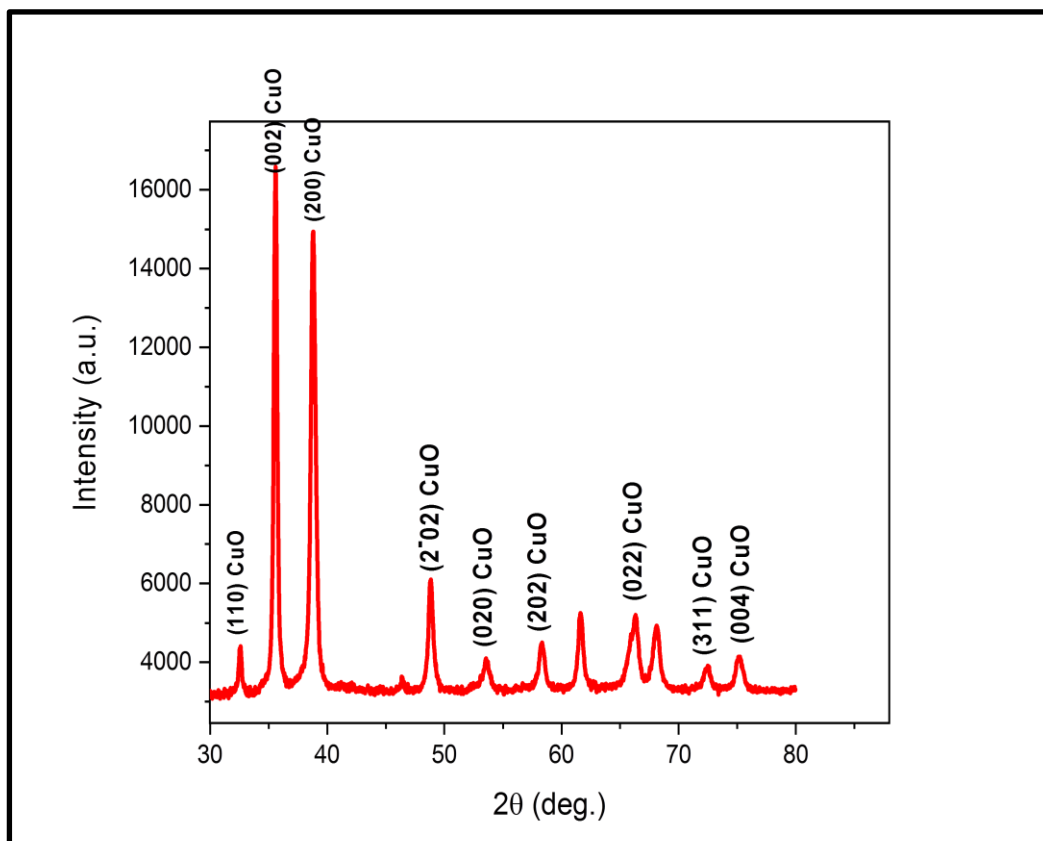
الشكل (4-16) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النيكل (ICDD-22-1189).

أظهرت نتائج التشخيص بتقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النحاس (CuO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عامل أكسدة واختزال بأن مادة (CuO) ذات متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع احادي الميل (Monoclinic).

إذ أن الشكل (4-17) يوضح مخطط حيود الأشعة السينية لمادة (CuO) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال عامل أكسدة واختزال , ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks) , إذ نلاحظ ظهور القمم (110) و (002) و (200) و (202-) و (020) و (202) و (022) و (311) و (004) وأن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (002), والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية ذات الرقم التسلسلي (ICDD-05-0661) العائدة لأكسيد النحاس (CuO) ويبين الجدول (4-8) النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد النحاس ذي تركيب نانوي (CuO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقا للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (9.4nm- 28.9nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد النيكل المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) وتم حساب ثابت الشبكة وفقا للمعادلة (2-6) ووجد أن قيمته مطابقة للبطاقة القياسية [111,112].

أما الشكل (4-19) يبين مخطط حيود الأشعة السينية لمادة (CuO) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون عامل أكسدة واختزال, ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks), إذ نلاحظ ظهور القمم (110) و (002) و (111) و (202-) و (020) و (202) و (022) و (220) و (311) و (220) وأن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (002), والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية (ICDD- 02-1041) العائدة لأكسيد النحاس (CuO) ويبين الجدول (4-9) النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد النحاس ذي تركيب نانوي (CuO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقا للمعادلة

(2-2) والتي كانت بحدود (14.5nm- 34.4nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد النikel المحضر هو ضمن المقياس وتم حساب ثابت الشبيكة وفقا للمعادلة (6-2) ووجد أن قيمته مطابقة للطاقة القياسية. أوضحت المعلومات التي تم الحصول عليها من نتائج قياس حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد النحاس النانوية التركيب (CuO NPs) انها تتفق مع النتائج التي توصل إليها الباحث Sudhir Shende وجماعته سنة 2015 [111,112].



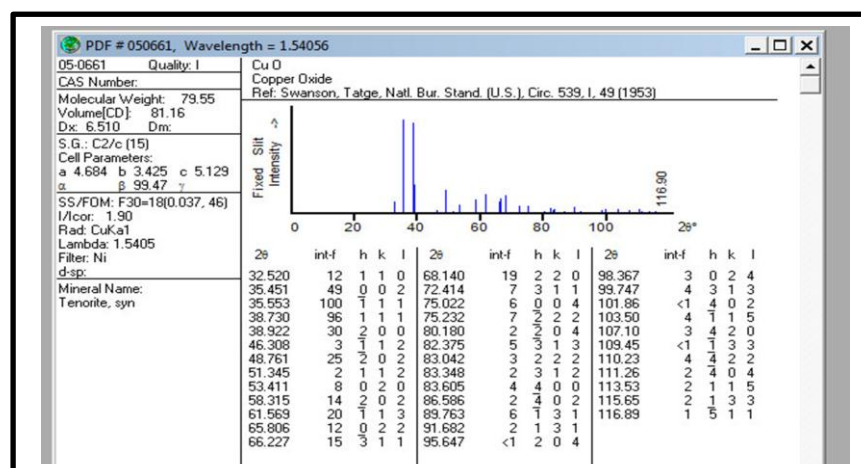
الشكل (4-17) أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق CuO المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

الجدول A(8-4) المعطيات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d _{hkl} (Å)	D (nm)
CuO NPs	32.5	0.286	(110)	2.749	28.9
	35.5	0.374	(002)	2.521	22.3
	38.8	0.520	(200)	2.319	16.2
	48.7	0.38	(2 02)	1.865	22.9
	53.5	0.552	(020)	1.709	16.1
	58.3	0.540	(202)	1.581	16.8
	66.1	1.007	(3 11)	1.408	9.4
	72.4	0.783	(311)	1.303	12.5
	75.1	0.840	(004)	1.264	11.9

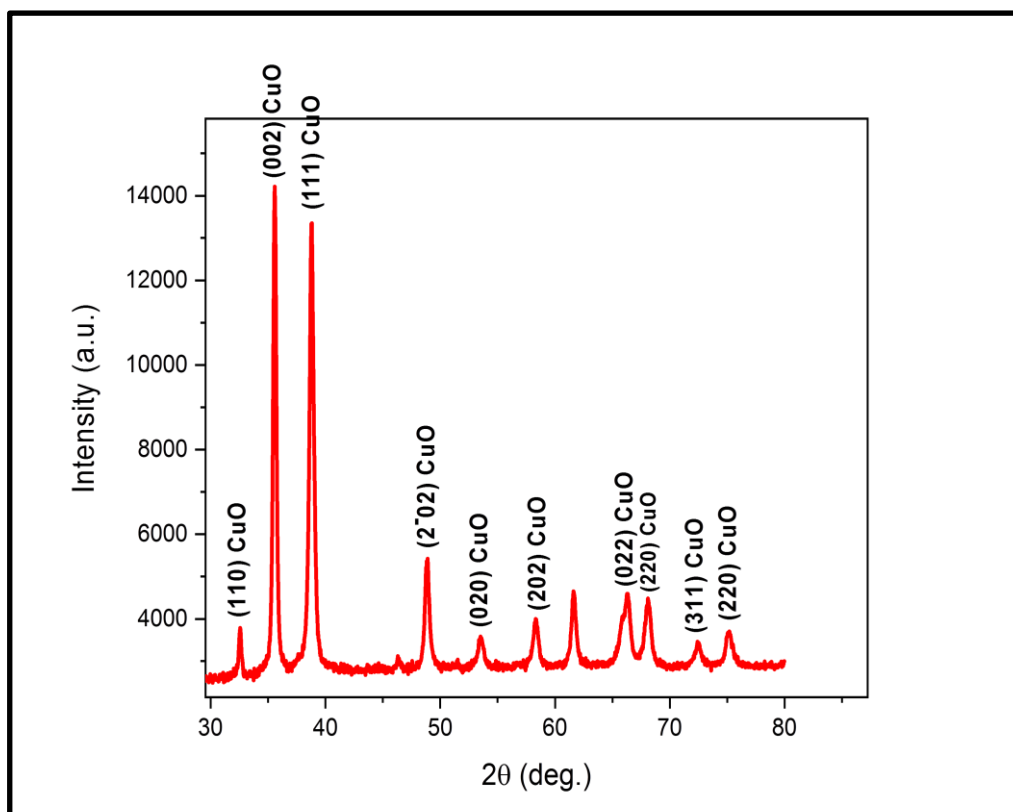
الجدول B (8-4) قيم ثوابت الشبكة لمادة CuO المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

Material	CuO
Lattice constant (a ₀) (Å)	4.681
Lattice constant (b ₀) (Å)	3.425
Lattice constant (c ₀) (Å)	5.125



الشكل (18-4) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النحاس

. (ICDD-05-0661)



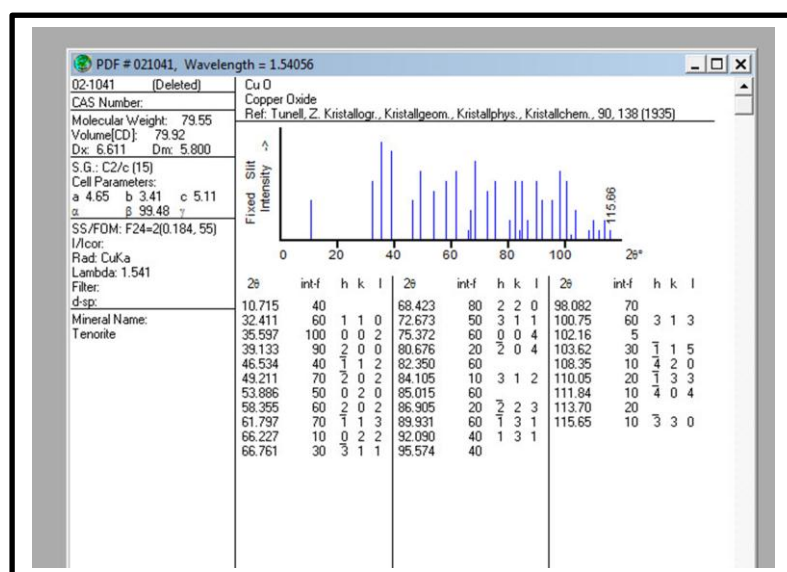
الشكل (19-4) أنماط حيود الأشعة السينية (XRD) لمسحوق CuO المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

الجدول A(9-4) المعلومات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CuO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d_{hkl} (Å)	D (nm)
CuO NPs	32.5	0.24	(110)	2.748	34.4
	35.5	0.352	(002)	2.521	23.7
	38.7	0.394	(111)	2.321	21.3
	48.8	0.33	(2'02)	1.864	26.4
	53.5	0.61	(020)	1.710	14.5
	58.3	0.53	(202)	1.581	17.1
	65.8	0.51	(022)	1.417	18.5
	68.0	0.55	(220)	1.376	17.4
	72.4	0.46	(311)	1.303	21.3
	75.0	0.42	(220)	1.264	22.5

الجدول (9-4) B قيم ثوابت الشبكة لمادة CuO المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	CuO
Lattice constant (a_0) (Å)	4.65
Lattice constant (b_0) (Å)	3.44
Lattice constant (c_0) (Å)	5.11

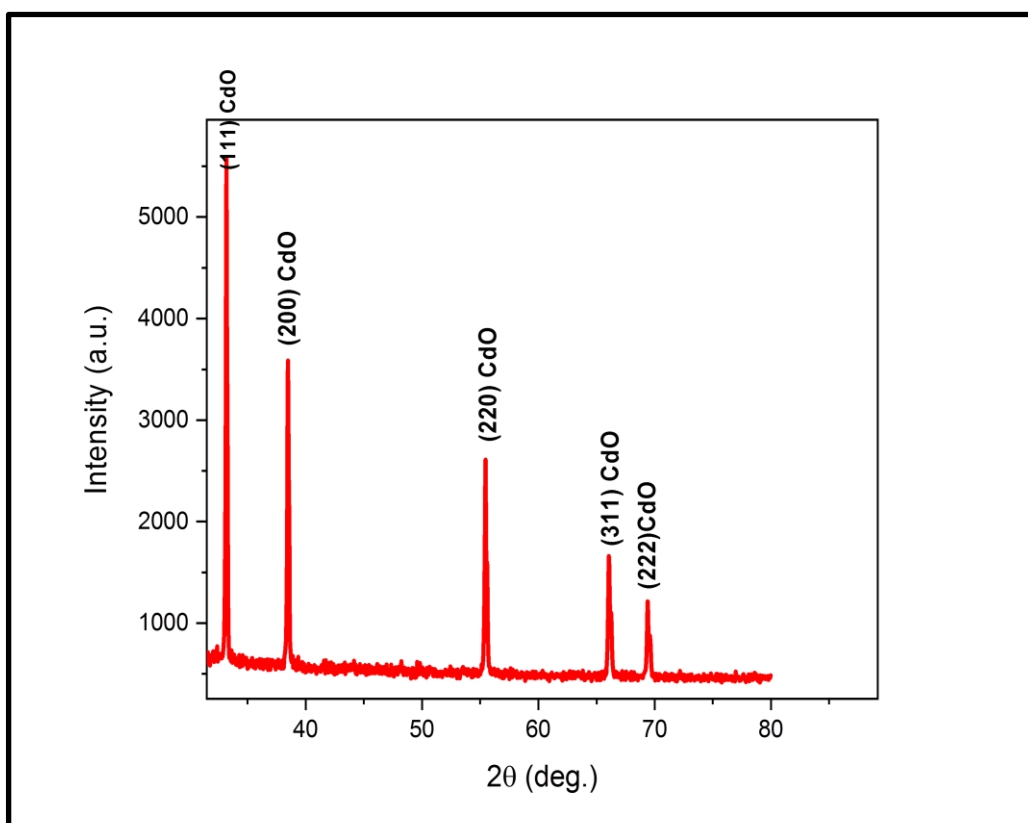


الشكل (20-4) البطاقة القياسية العالمية لأكسيد النحاس (ICDD-02-1041).

أظهرت نتائج التشخيص بتقنية حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم (CdO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عامل أكسدة واختزال بأن مادة (CdO) ذات متعدد التبلور (Polycrystalline) ومن النوع المكعب (Cubic).

إذ يبين الشكل (21-4) مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم (CdO) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال عامل أكسدة واختزال، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمم (111) و(200) و(220) و(311) و(222) وأن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (111)، والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية ذات الرقم التسلسلي (ICDD- 05-0640) ويبين الجدول (10-4) النتائج المتحصلة من خلال هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد الكاديوم ذي تركيب نانوي (CdO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقاً للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (59.9nm- 71.8nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد الكاديوم المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) وتم حساب ثابت الشبكة وفقاً للمعادلة (2-6) ووجد أن قيمته مطابقة للبطاقة القياسية [118].

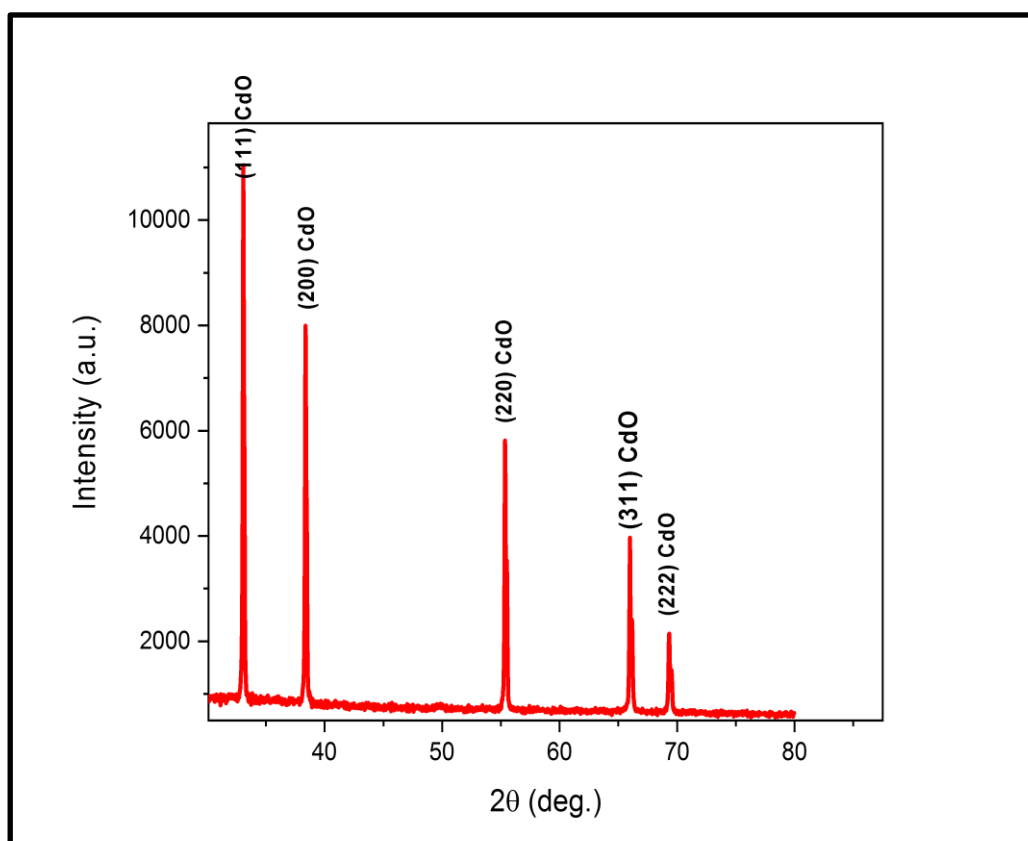
أما الشكل (4-22) يمثل مخطط حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم (CdO) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون عامل أكسدة واختزال، ومن خلال تحليل هذه المنحنيات تم معرفة مواقع القمم (Peaks)، إذ نلاحظ ظهور القمم (111) و(200) و(220) و (311) و(222) وأن الاتجاه السائد للنمو بينها هو (111)، والمطابقة للبطاقة القياسية الدولية (ICDD- 05-0640) ويبين الجدول (4-11) النتائج المتحصلة من هذا الفحص والتي بينت أن أكسيد الكاديوم ذي تركيب نانوي (CdO NPs) من خلال حساب معدل حجم البلوريات (Crystallite size) وفقا للمعادلة (2-2) والتي كانت بحدود (85nm- 8nm) وهذه النتائج تبين أن أكسيد الكاديوم المحضر هو ضمن المقياس النانوي (Nanoscale) وتم حساب ثابت الشبكة وفقا للمعادلة (2-6) ووجد أن قيمته مطابقة للبطاقة القياسية. اوضحت المعلومات التي تم الحصول عليها من نتائج قياس حيود الأشعة السينية لمادة أكسيد الكاديوم (CdO) أنها تتفق مع النتائج التي توصل إليها الباحث N. Thovhogi وجماعته سنة (2016) [119].



الشكل (4-21) أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق CdO المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

الجدول (10-4) المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d _{hkl} (Å)	D (nm)	a _o (Å)
CdO NPs	33.1	0.126	(111)	2.697	65.8	4.688
	38.4	0.124	(200)	2.338	67.8	
	55.4	0.125	(220)	1.655	71.8	
	65.9	0.158	(311)	1.413	59.9	
	69.4	0.14	(222)	1.353	69.1	



الشكل (22-4) أنماط حيود الاشعة السينية (XRD) لمسحوق CdO المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

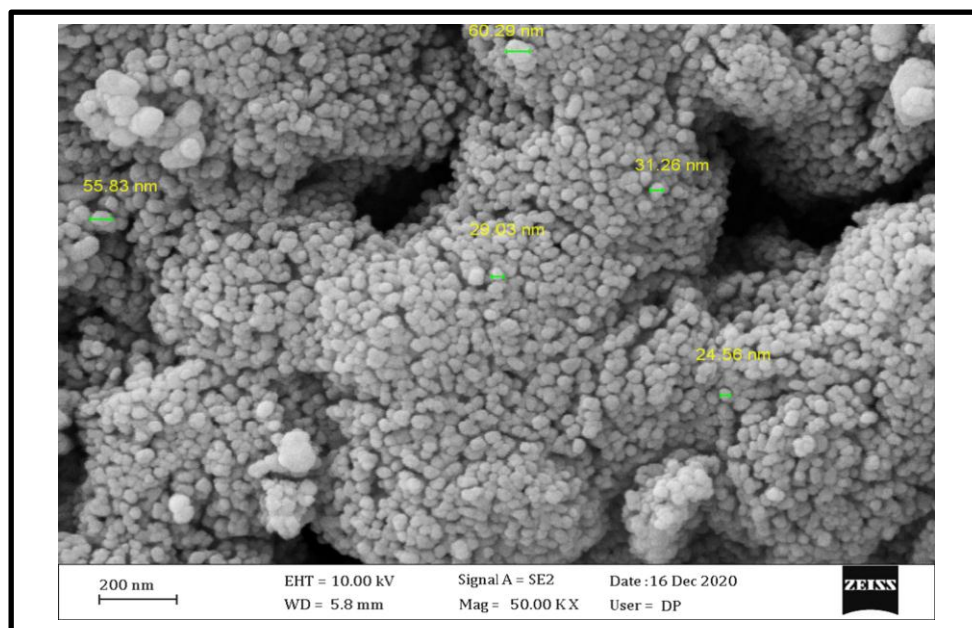
الجدول (11-4) المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) لمادة CdO المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

Material	2θ (deg.)	FWHM (deg.)	(hkl)	d _{hkl} (Å)	D (nm)	a ₀ (Å)
CdO NPs	33.0	0.099	(111)	2.705	83.7	4.695
	38.3	0.099	(200)	2.343	84.9	
	55.3	0.105	(220)	1.658	85.4	
	65.9	0.116	(311)	1.414	81.6	
	69.3	0.127	(222)	1.354	76	

(3.2.4) نتائج المجهر الإلكتروني الماسح الباعث للمجال (FE-SEM) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة التوليف الأخضر.

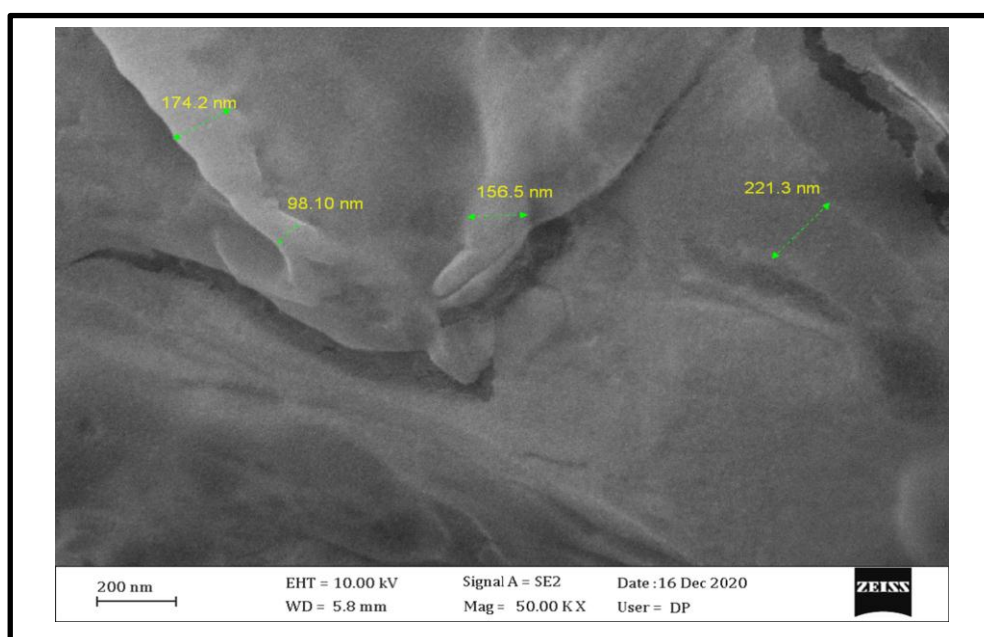
تم إجراء قياسات تحليل FE-SEM لحساب التشكل السطحي ومتوسط حجم الحبيبات لكل من أكاسيد (النیکل والنحاس والكاديوم) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون كعوامل أكسدة واختزال بطريقة التوليف الأخضر.

أولاً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النیکل نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (4-23) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط أحجام حبيبات تتراوح من (24.56 nm إلى 60.29 nm)، تظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل حبيبات نانوية تحتوي في الغالب على خمسة إلى ستة تراكيب على شكل زهرة البتلة (Petal)، مع مركز كل زهرة لها سطح على شكل قبة [120].



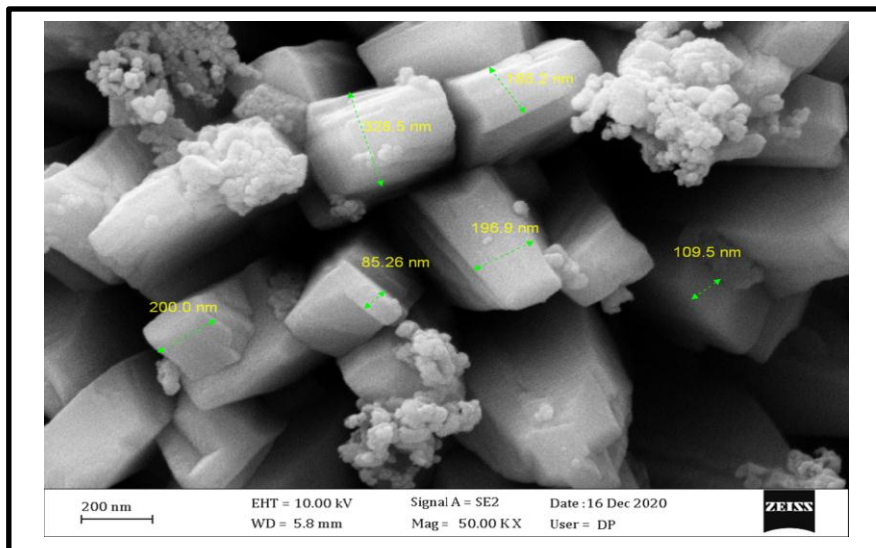
الشكل (23-4) صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

ثانياً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النيكل نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق الزيتون ، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (24-4) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط حجم حبيب (98.10nm), وتظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل طبقات نانوية [121].



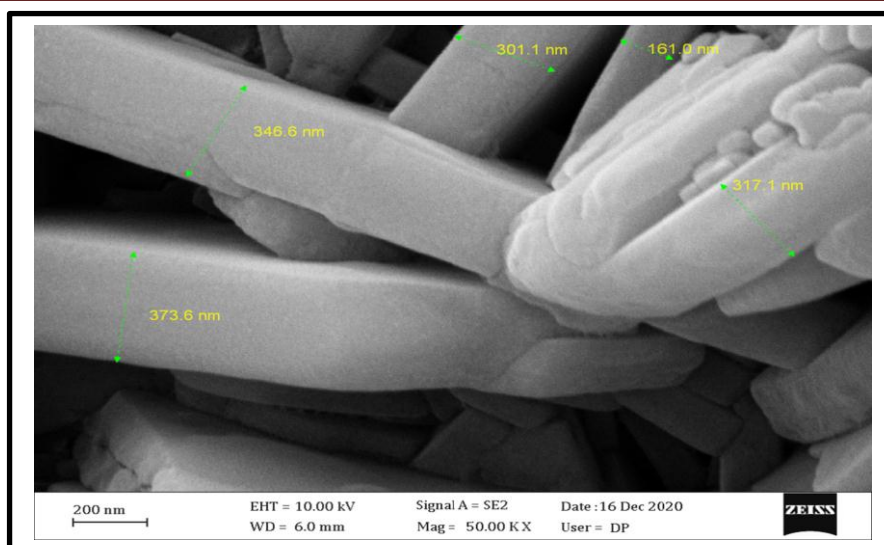
الشكل (24-4) صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

ثالثاً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النحاس نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (4-25) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط حجم حبيبي (85.26 nm)، وتظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل مكعب ومورفولوجيا تكتل سداسية [122].



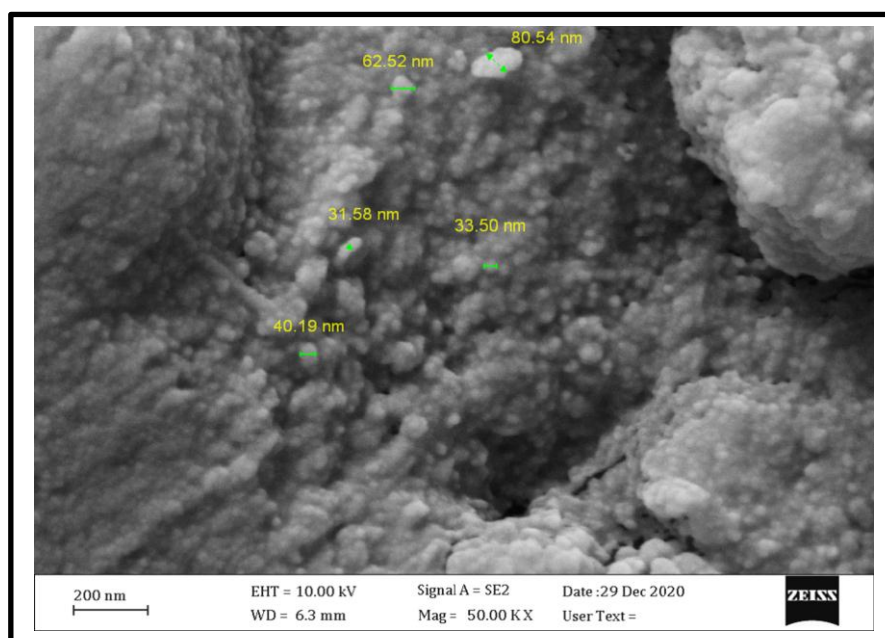
الشكل (4-25) صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

رابعاً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النحاس نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (4-26) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط حجم حبيبي (161.0 nm)، وتظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل شرائح نانوية [123].



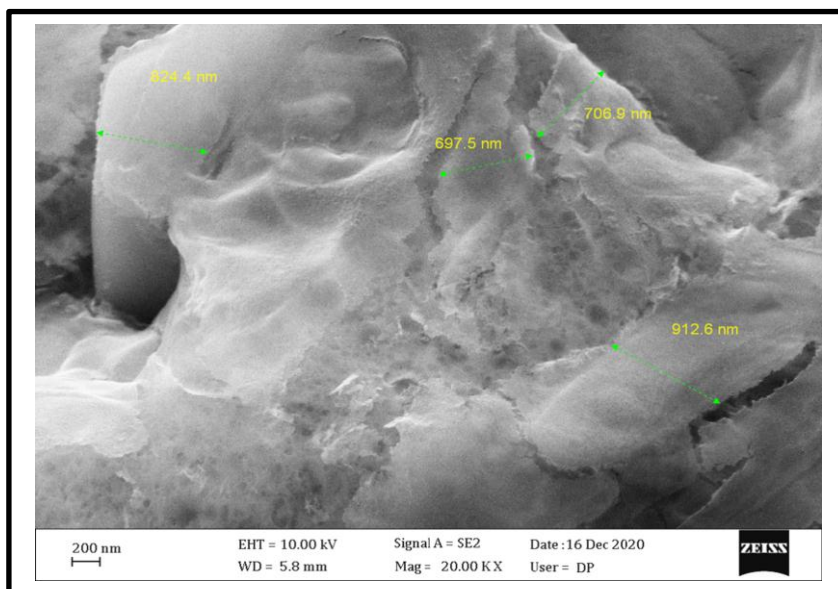
الشكل (26-4) صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

خامسا:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد الكاديوم نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (27-4) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط أحجام حبيبات تتراوح من (31.58 nm الى 49.18 nm), تظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل كروي [124].



الشكل (27-4) صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

سادساً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد الكاديوم نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (4-28) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط أحجام حبيبات تتراوح من (697.5nm الى 912.6nm), تظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل سحاب نانوية.

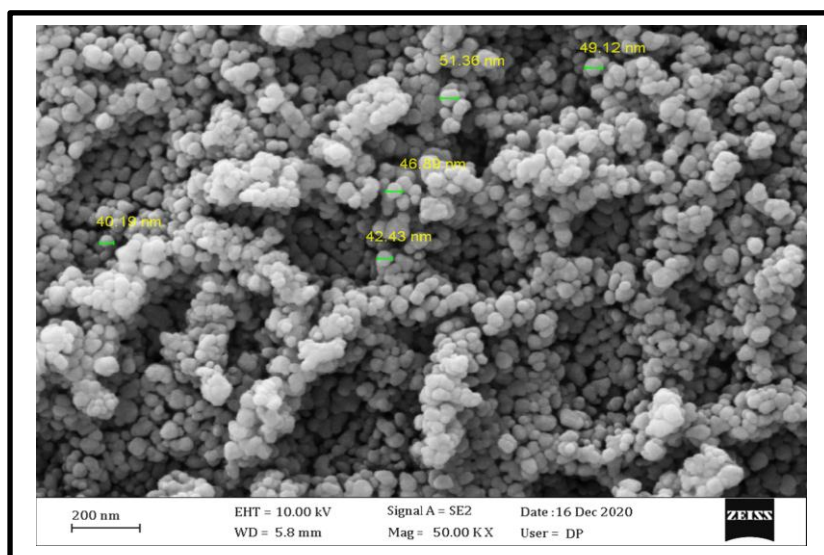


الشكل (4-28) صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

(4-2-4) نتائج المجهر الإلكتروني الماسح الباعث للمجال (FE-SEM) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة المحلول الغروي.

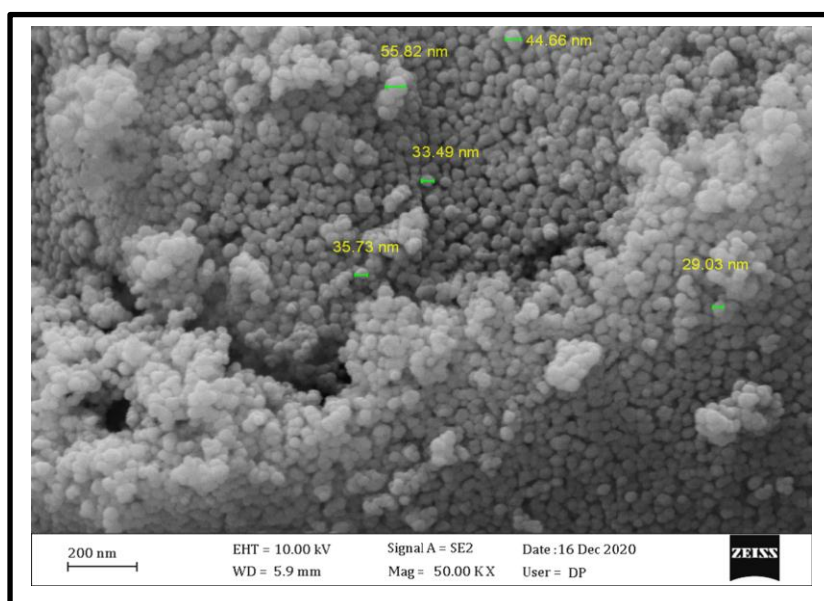
تم إجراء قياسات تحليل FE-SEM لحساب التشكل السطحي ومتوسط حجم الحبوب لكل من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) نانوية التركيب باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون كعوامل أكسدة واختزال بطريقة المحلول الغروي (sol-gel).

أولاً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النيكل نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (4-29) صورة مجهرية لهياكل الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط أحجام حبيبات تتراوح من (40.19nm الى 51.36nm), تظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل عنقايد متكئة كروية الشكل بأحجام مختلفة [125].



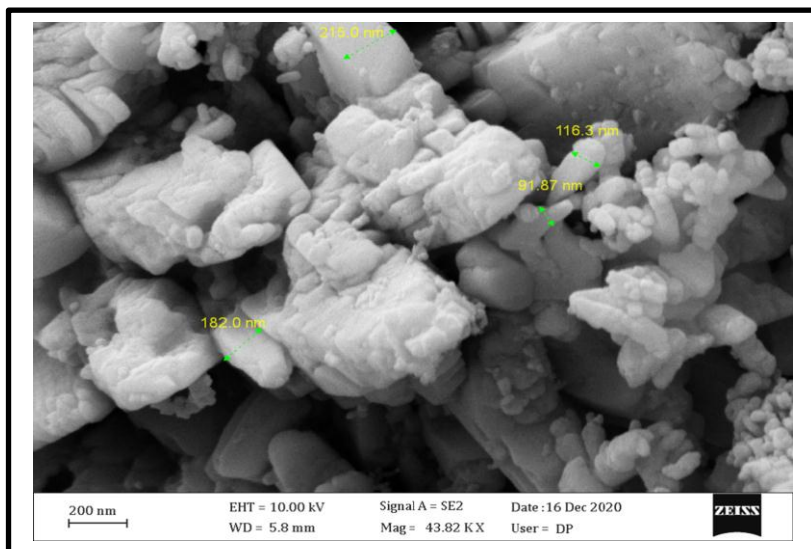
الشكل (29-4) صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

ثانياً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النيكل نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (30-4) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط أحجام حبيبات تتراوح من (29.03nm الى 55.82nm), تظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل كروي, يمكننا أن نلاحظ أن الجسيمات شديدة التكتل وهي في الأساس مجموعة من الجسيمات النانوية. قد يُعزى وجود بعض الجسيمات النانوية الكبيرة إلى حقيقة أن الجسيمات النانوية تميل إلى التكتل بسبب طاقتها السطحية العالية والتوتر السطحي العالي للجسيمات متناهية الصغر [126].



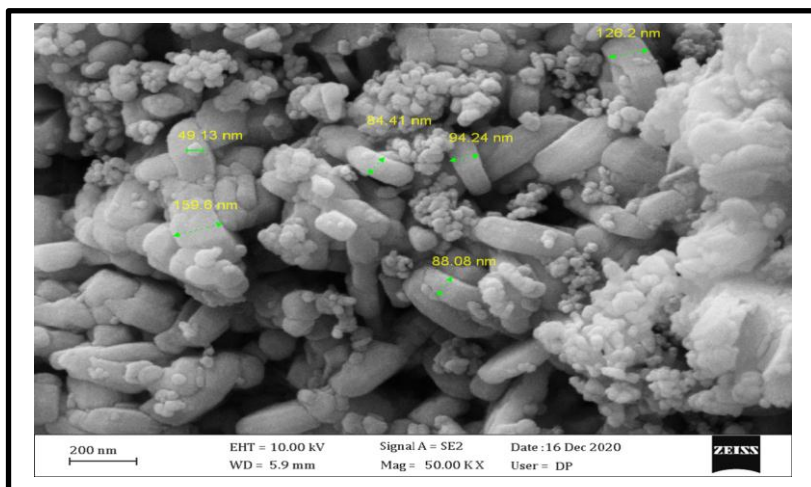
الشكل (30-4) صور (FE-SEM) لمادة (NiO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

ثالثاً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات CuO NPs باستخدام صور FE-SEM باستخدام مستخلص أوراق البرتقال، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (31-4) صورة مجهرية لهياكل الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط حجم حبيبي (91.87nm)، وتظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل حبوب متكتلة شبه مكعبة [127].



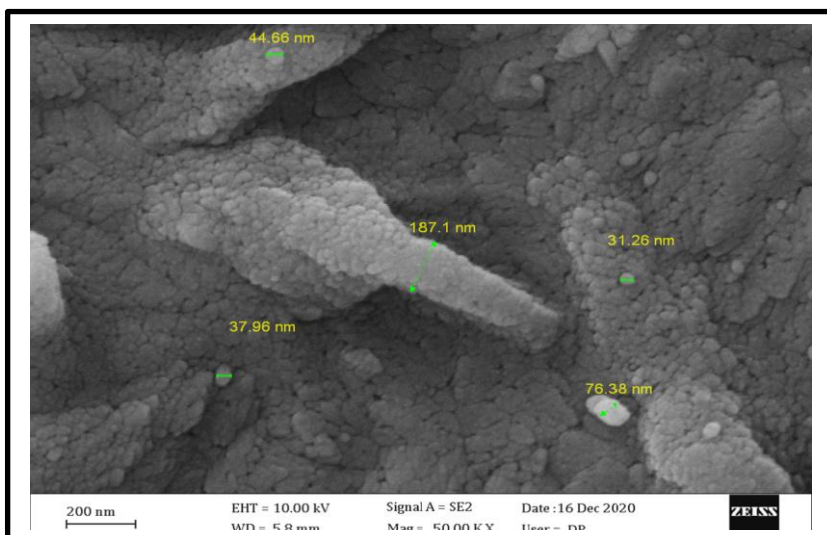
الشكل (31-4) صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

رابعاً:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد النحاس نانوية التركيب وذلك باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (32-4) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط حجم حبيبي (49.13nm)، وتظهر النتائج وجود جسيمات نانوية كروية صغيرة الحجم وجسيمات سداسية بأحجام مختلفة [128].



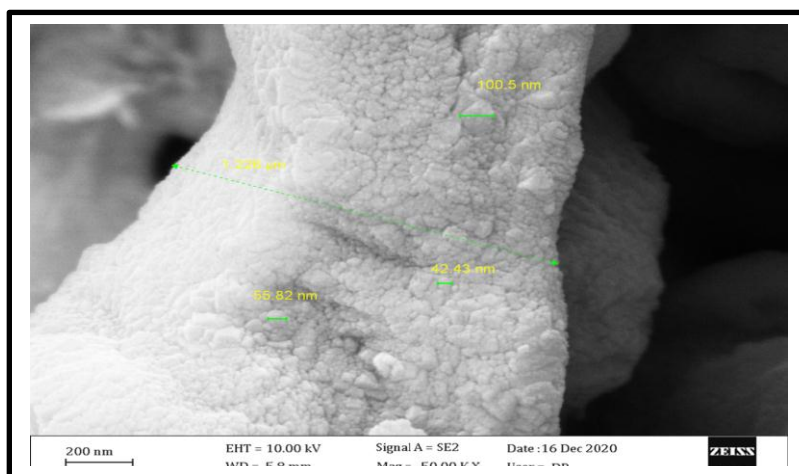
الشكل (32-4) صور (FE-SEM) لمادة (CuO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

خامسا:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد الكاديوم نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (33-4) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط احجام مختلفة منها (31.26nm), وتظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل هرمي او جسيم مثلث صغير الحجم ذي سطح أملس [129]



الشكل (33-4) صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال

سادسا:- تم تحليل مورفولوجيا ومتوسط حجم حبيبات مادة أكسيد الكاديوم نانوية التركيب باستخدام صور FE-SEM باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والتي تم ترسيبها على طبقة زجاجية. يوضح الشكل (34-4) صورة مجهرية لتراكيب الجسيمات النانوية البارزة التي لوحظت بمتوسط حجم حبيبي (42.43nm), وتظهر النتائج أن الجسيمات النانوية في شكل هرمي بأجسام مكنتلة ومختلفة الحجم [129].



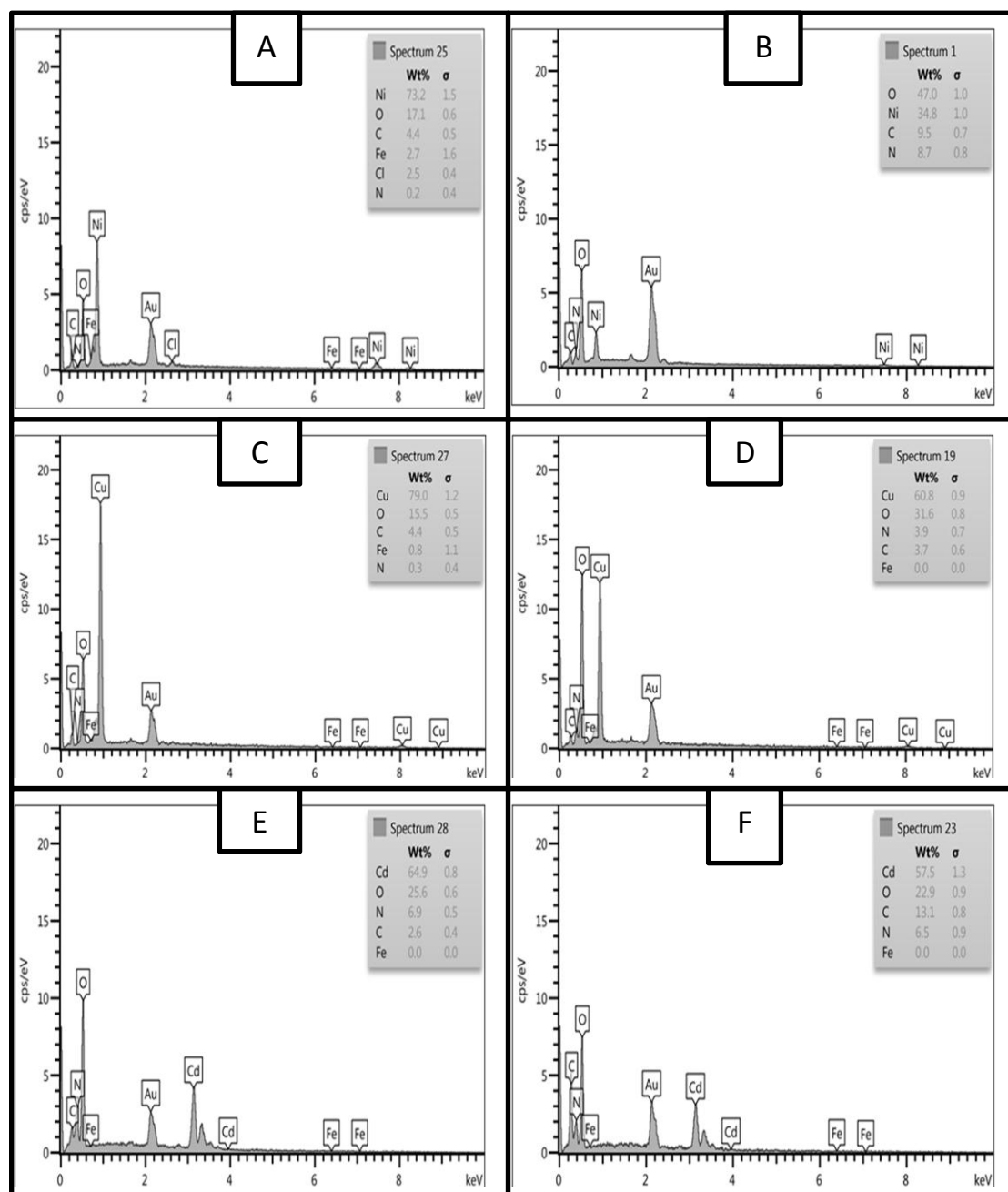
الشكل (34-4) صور (FE-SEM) لمادة (CdO) المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص أوراق الزيتون

(5.2.4) نتائج التحليل الطيفي المشتت للطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة التوليف الأخضر.

تم قياس مطيافية تشتت الطاقة لكل من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) نانوية التركيب المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون كعوامل أكسدة واختزال.

يوضح الشكل (4-35) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة (NiO NPs) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستخدام مستخلص أوراق البرتقال وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في NiO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (A) إذ يبين الشكل نسبة النيكل العالية جدا مع بعض المعادن (اوكسجين وكاربون وحديد وكلور ونيتروجين) ذات نسب ضعيفة جدا وهذه الشوائب تكون من عملية تحضير المسحوق قبل عملية فحص (FE-SEM) وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الأشعة السينية لأوكسيد النيكل النانوي التركيب المحضرة بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال [130]. أما الشكل (B) يوضح طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النيكل النانوي التركيب المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في (NiO NPs) بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (B) إذ تبين القمم وجود النيكل بنسبة عالية جدا مع وجود بعض الشوائب (اوكسجين وكاربون ونيتروجين) بنسب ضعيفة جدا نتيجة لطريقة الفحص وليس لمكونات الأوكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الأشعة السينية لأوكسيد النيكل النانوي التركيب [130]. أما الشكل (C) يوضح طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النحاس النانوي التركيب المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في (CuO NPs) بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (C) إذ يبين الشكل ظهور مادة النحاس بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين) نتيجة طريقة الفحص والمستخلص النباتي وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الأشعة السينية لأوكسيد النحاس النانوي التركيب [112]. ويوضح الشكل (D) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النحاس النانوي التركيب المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في (CuO NPs) بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (D) إذ يبين الشكل ظهور مادة النحاس بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين) نتيجة طريقة الفحص وليس لمكونات الأوكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الأشعة السينية لأوكسيد النحاس النانوي التركيب المحضر بطريقة كيميائية بسيطة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون [112]. ويوضح الشكل (E) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد الكاديوم النانوي التركيب المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في (CdO NPs) بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل

(E) إذ يبين الشكل ظهور مادة الكادميوم بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين) نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الأوكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الأشعة السينية لأوكسيد الكادميوم النانوي التركيب [131]. ويوضح الشكل (F) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد الكادميوم النانوي التركيب المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في (CdO NPs) بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (F) إذ يبين الشكل ظهور مادة الكادميوم بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين) نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الأوكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الأشعة السينية لأوكسيد الكادميوم النانوي التركيب [131].



الشكل (4-35) مطيافية تشتت الطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال المستخلصات النباتية

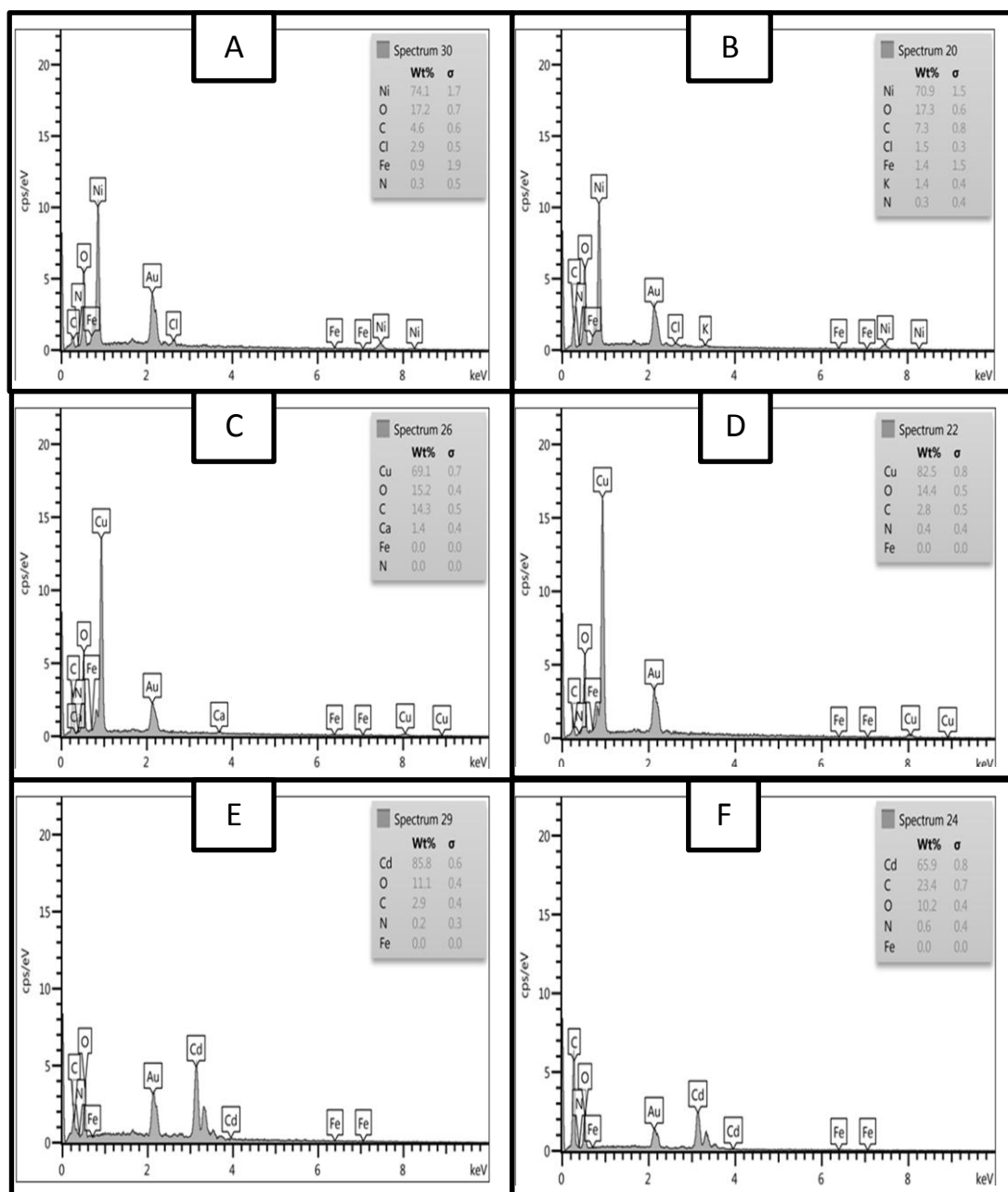
الجدول (4-12) نسب الأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر في داخل طيف (EDS)

نسب الأكسيد %	المستخلص النباتي	الأكسيد المحضر
90.3	مستخلص أوراق البرتقال	NiO
81.8	مستخلص أوراق الزيتون	NiO
94.5	مستخلص أوراق البرتقال	CuO
92.4	مستخلص أوراق الزيتون	CuO
90.5	مستخلص أوراق البرتقال	CdO
80.4	مستخلص أوراق الزيتون	CdO

(4-2-6) نتائج التحليل الطيفي المشتت للطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة باستعمال المستخلصات النباتية بطريقة المحلول الغروي.

يوضح الشكل (4-36) (A) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النيكل نانوية التركيب المحضرة بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في NiO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (A) إذ يبين الشكل ظهور مادة النيكل بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين وكلور) نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الأكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الاشعة السينية لأكسيد النيكل النانوي التركيب المحضر بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص أوراق البرتقال [130]. أما الشكل (B) يوضح طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النيكل نانوية التركيب المحضرة بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق الزيتون وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في NiO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (B) . إذ يبين الشكل ظهور مادة النيكل بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين وكلور وبوتاسيوم) بنسبة اكثر من استعمال مستخلص البرتقال نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الأكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الاشعة السينية لأكسيد النيكل النانوي التركيب [130]. ويبين الشكل (C) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النحاس نانوية التركيب المحضرة بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في CuO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (C) إذ يبين الشكل ظهور مادة النحاس بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين وكاربون وحديد ونيتروجين وكالسيوم) نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الأكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج

الأشعة السينية لأكسيد النحاس النانوي التركيب [112]. أما الشكل (D) يوضح طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد النحاس نانوية التركيب المحضرة بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق الزيتون وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في CuO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (D) إذ يبين الشكل ظهور مادة النيكل بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين و كاربون وحديد و نيتروجين) بنسبة اقل مما هي عليه عند استعمال مستخلص أوراق البرتقال نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الاكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الاشعة السينية لأكسيد النحاس النانوي التركيب [112]. ويبين الشكل (E) طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد الكاديوم نانوية التركيب المحضرة بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في CdO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (E) إذ يبين الشكل ظهور مادة الكاديوم بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين و كاربون وحديد و نيتروجين) بنسب ضعيفة جدا وسببها يكون ناتج من طريقة الفحص وليس مكونات الأكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الاشعة السينية لأكسيد الكاديوم النانوي التركيب [131]. والشكل (F) يوضح طيف (EDS) والتركيب الذري لمادة أكسيد الكاديوم نانوية التركيب المحضرة بطريقة (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق الزيتون وتم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في CdO NPs بالنسب المئوية في جدول داخل الشكل (F) إذ يبين الشكل ظهور مادة النيكل بصورة نقية وقوية جدا مع وجود القليل جدا من الشوائب (اوكسجين و كاربون وحديد و نيتروجين) بنسب ضعيفة جدا نتيجة طريقة الفحص وليس مكونات الاكسيد وهذه النتائج تتفق مع النتائج التي تم الحصول عليها من تحليل نتائج الاشعة السينية لأكسيد الكاديوم النانوي التركيب [131].



الشكل (4-36) مطيافية تشتت الطاقة (EDS) للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال المستخلصات النباتية

الجدول (4-13) نسب الأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي في داخل طيف (EDS)

نسب الأكسيد %	المستخلص النباتي	الأكسيد المحضر
91.3	مستخلص أوراق البرتقال	NiO
88.2	مستخلص أوراق الزيتون	NiO
84.3	مستخلص أوراق البرتقال	CuO
96.9	مستخلص أوراق الزيتون	CuO
96.9	مستخلص أوراق البرتقال	CdO
76.1	مستخلص أوراق الزيتون	CdO

(3-4) نتائج القياسات البصرية Optical measurement results

(1.3.4) نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis).

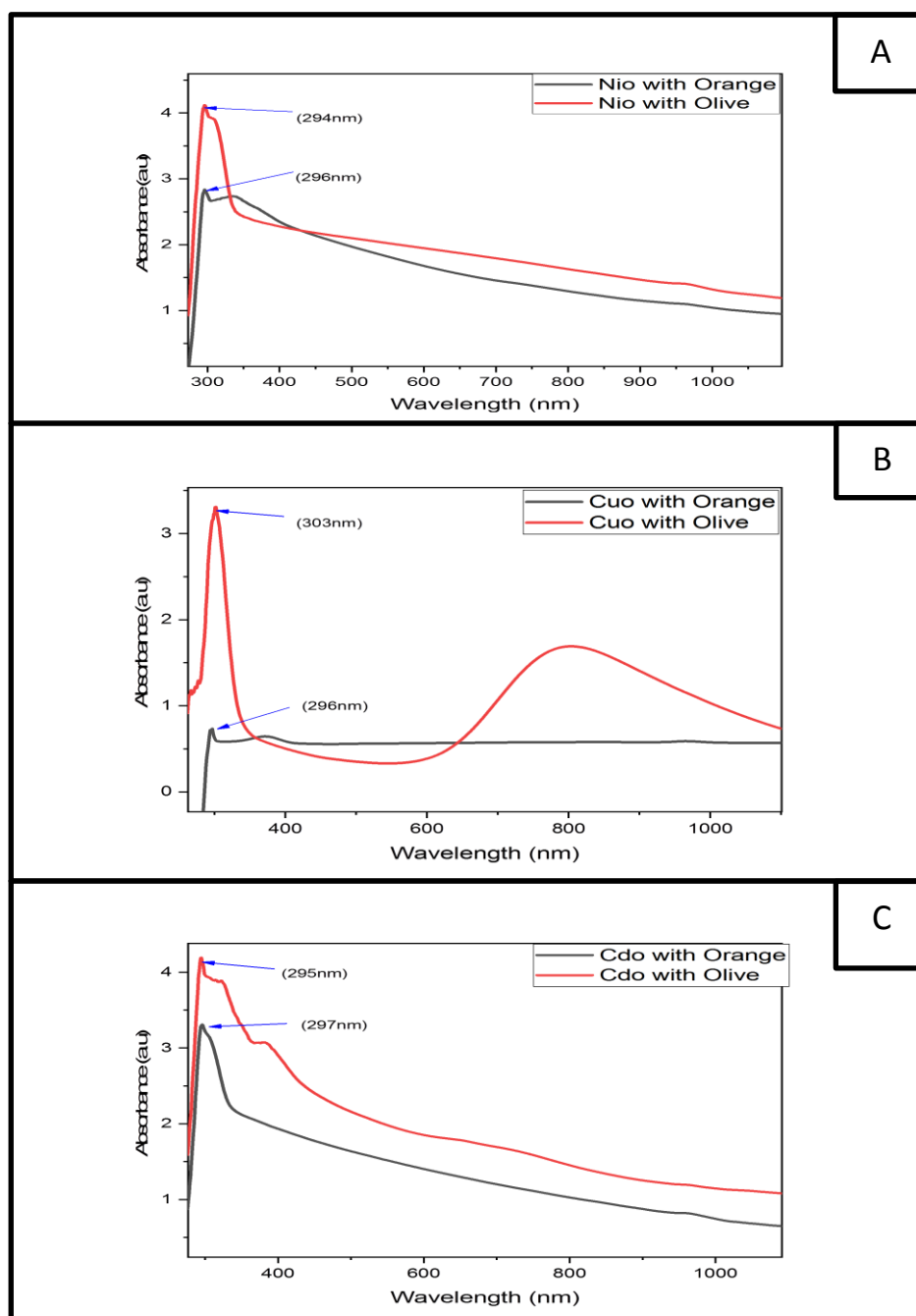
يمكن لمقياس الطيف الضوئي UV-Vis أن يشرح الميزات الخاصة في طيف منطقة الامتصاص. تم إجراء تحليل UV-Vis لتحديد نطاق الامتصاص لأكاسيد (النكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقتين (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عوامل أكسدة واختزال.

(A)(1.3.4) نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis) للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر.

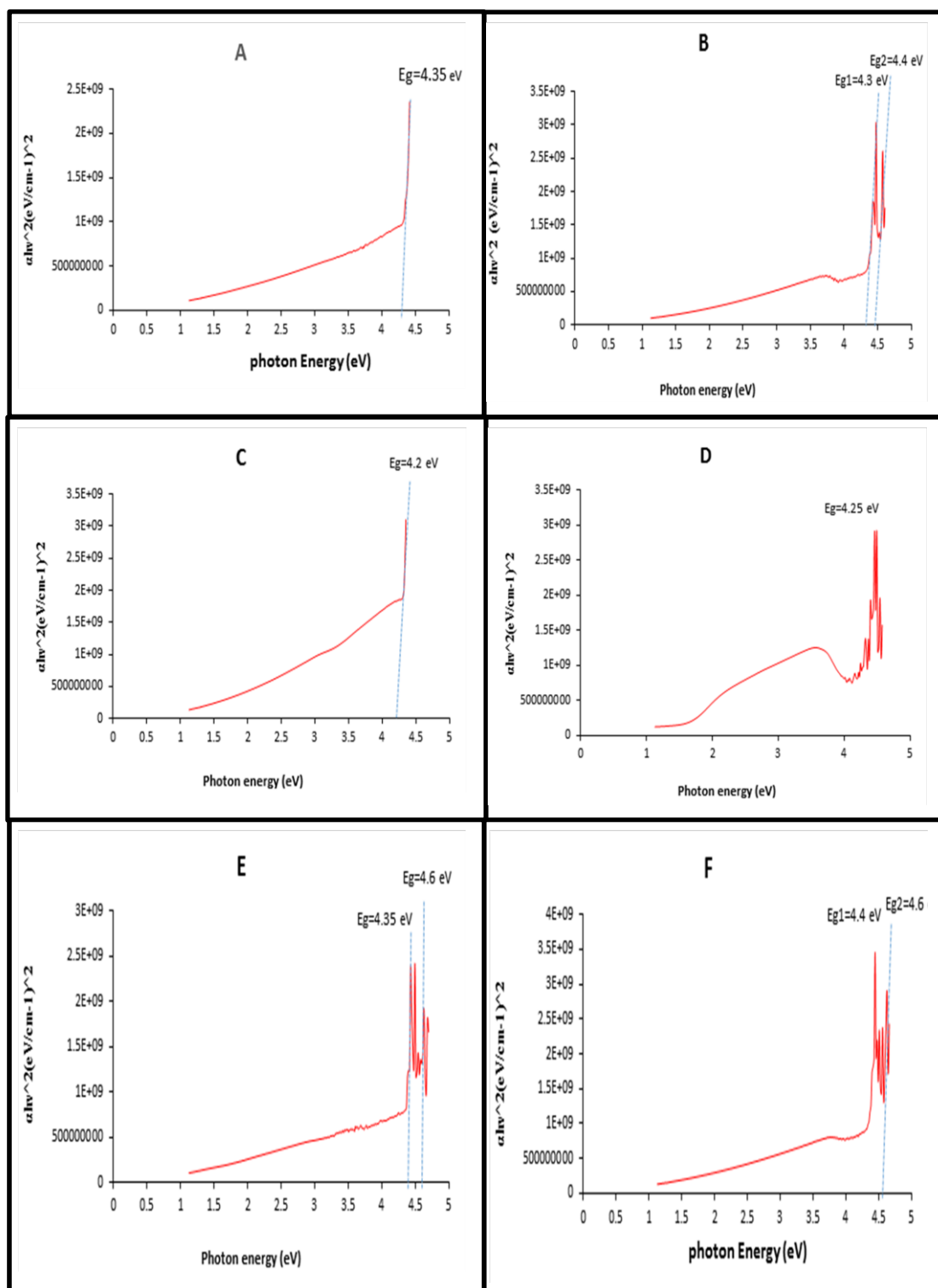
يوضح الشكل (4-37) (A) نتائج التحليل الطيفي لامتصاص UV-Vis التي تم الحصول عليها لمادة أكسيد النكل المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون كعوامل أكسدة واختزال, من الواضح أن مادة (NiO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال أظهرت امتصاصاً قوياً في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند (296 nm) وامتصاصية مقدارها (2.838 a.u) أما مادة (NiO NPs) المحضرة من مستخلص أوراق الزيتون أظهرت امتصاصاً قوياً جداً في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند (294 nm) وامتصاصية مقدارها (4.070 a.u) إن الامتصاصية تكون اعظم ما يمكن عند الطاقات العالية (الاطوال الموجية القصيرة) ثم تقل مع زيادة الطول الموجي لتصل أقل قيمة لها في المنطقة المرئية من الطيف, وسبب سلوك طيف الامتصاصية بهذا الشكل من السلوك يرجع الى ان الفوتون الساقط لا يستطيع تهيج الإلكترونات ونقلها من حزمة التكافؤ الى حزمة التوصيل لان طاقة الفوتون الساقط اقل من قيمة فجوة الطاقة البصرية لشبه الموصل

ولهذا السبب فإن الامتصاصية تقل مع زيادة الطول الموجي. إذ نلاحظ أن امتصاصية أكسيد النيكل النانوي التركيب الناتج من مستخلص أوراق الزيتون أعلى من امتصاصيته مع مستخلص أوراق البرتقال ويرجع هذا السبب إلى استقرارية المادة النانوية. الامتصاصية القوية في منطقة الأشعة فوق البنفسجية يكون ناتجا عن امتصاص فجوة الطاقة في (NiO) [132]. تم حساب فجوة الطاقة لأكسيد النيكل نانوي التركيب المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و مستخلص أوراق الزيتون عوامل مساعدة باستخدام المعادلة (2-14) [133].

الثابت n يأخذ قيمة 2 في حالة الانتقال البصري المباشر و $1/2$ للانتقال البصري غير المباشر وتعتمد قيم فجوة الطاقة على نوع المادة وعلى طريقة تنظيم توزيع الذرات داخل المادة وكذلك إنها تتأثر بشكل كبير بنوع الشوائب الموجودة داخل البنية التركيبية، تم حساب فجوة الطاقة المباشرة لمادة (NiO NPs) عند $n=2$, وتم حساب فجوة النطاق المباشرة من خلال العلاقة $(\alpha h\nu)^2$ مقابل $h\nu$, يتم رسم مماس من أفضل خط مستقيم تمر به معظم النقاط بعد حافة الامتصاص ثم نمد المستقيم ليقطع محور طاقة الفوتون عند $[(\alpha h\nu)^2=0]$ [134], كما هو موضح في الشكل (4-38) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال (A) ومستخلص أوراق الزيتون (B) [135]. أما الشكل (4-37) (B) يوضح نتائج التحليل الطيفي لامتناص UV-Vis التي تم الحصول عليها لمادة أكسيد النحاس المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عوامل أكسدة واختزال, إن مادة (CuO NPs) المحضرة من مستخلص أوراق البرتقال أظهرت امتصاصا ضعيفا جدا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند (296 nm) وامتصاصية مقدارها (0.711 a.u) أما (CuO NPs) المحضر من الزيتون أظهر امتصاصا قويا جدا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند (303 nm) وامتصاصية مقدارها (3.262 a.u), نلاحظ أن المادة النانوية المحضرة من مستخلص أوراق الزيتون ذات امتصاصية عالية جدا مقارنة مع تحضيرها من مستخلص أوراق البرتقال وذلك لكون استقراريتها النانوية ونقاوتها وذات نطاق فجوة طاقة أكبر كما موضح في الشكل (4-38) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال (C) ومستخلص أوراق الزيتون (D) وإن سبب كون فجوة الطاقة للمادة صغيرة عن استعمال مستخلص أوراق البرتقال في الغالب هو نتيجة لتكوين مستويات موضعية قريبة من حزمة التوصيل أسهمت بزيادة عدد الإلكترونات التي تصل إلى حزمة التوصيل أي إزاحة حافة الامتصاص الأساسية نحو الطاقات الواطئة [136]. أما الشكل (4-37) (C) يمثل نتائج التحليل الطيفي لامتناص UV-Vis التي تم الحصول عليها لمادة أكسيد الكاديوم المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عوامل أكسدة واختزال, إن مادة (CdO NPs) المحضرة من مستخلص أوراق البرتقال أظهرت امتصاصا عاليا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (297 nm) وامتصاصية مقدارها (3.299 a.u) أما مادة (CdO NPs) المحضرة من مستخلص أوراق الزيتون أظهرت امتصاصا عاليا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (295 nm) وامتصاصية مقدارها (4.193 a.u). ويوضح الشكل (4-38) (E) قيم فجوة الطاقة للمادة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون [137].



الشكل (37-4) طيف الامتصاصية للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال



الشكل (38-4) فجوة نطاق الطاقة للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال

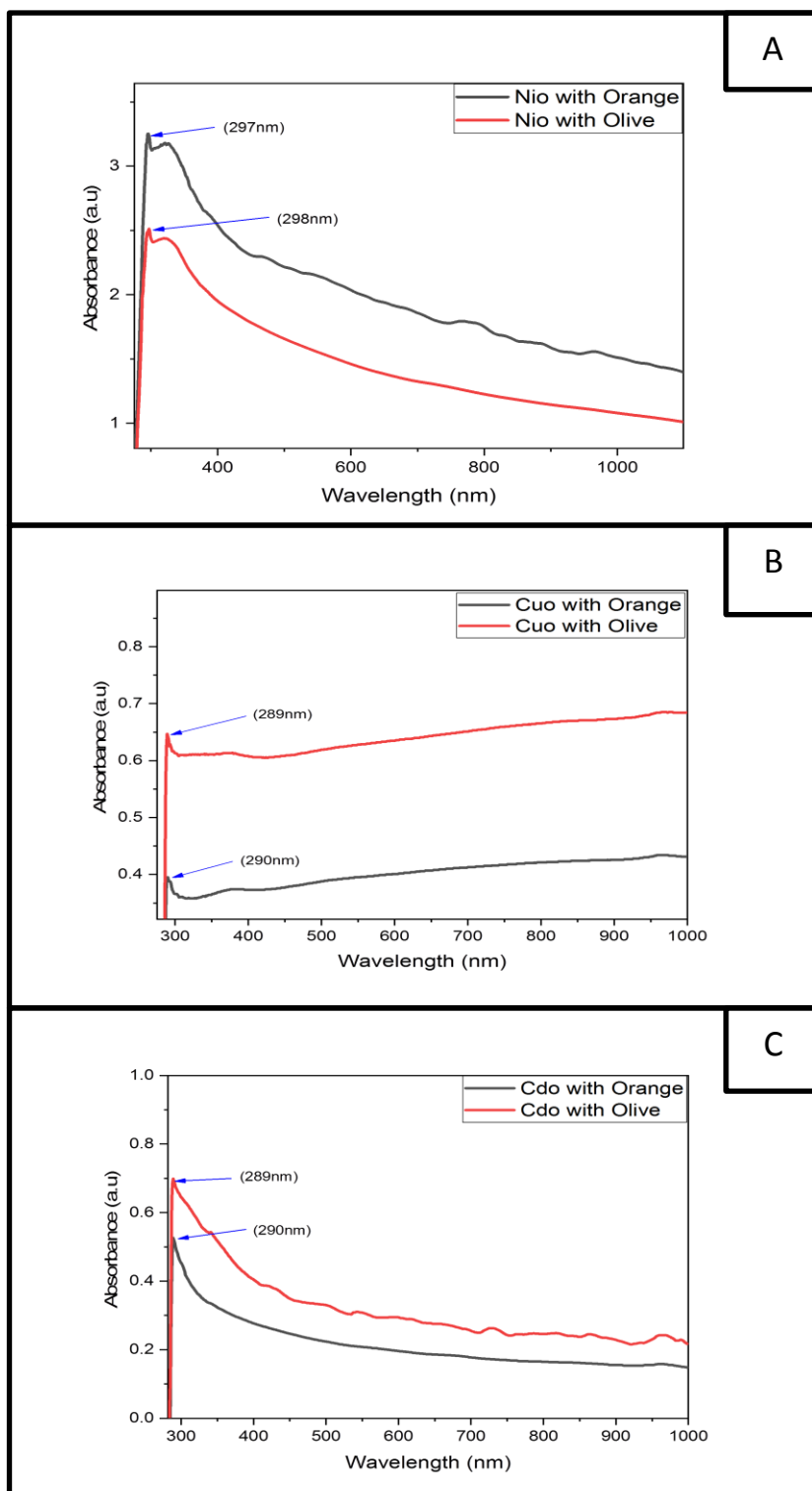
الجدول (4-14) القياسات البصرية للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كموامل أكسدة واختزال

الأكسيد	المستخلص النباتي	فجوة الطاقة (eV)
NiO	مستخلص أوراق البرتقال	(4.35)eV
NiO	مستخلص أوراق الزيتون	(4.3 , 4.4)eV
CuO	مستخلص أوراق البرتقال	(4.2)eV
CuO	مستخلص أوراق الزيتون	(4.25)eV
CdO	مستخلص أوراق البرتقال	(4.35 , 4.6)eV
CdO	مستخلص أوراق الزيتون	(4.4 , 4.6)eV

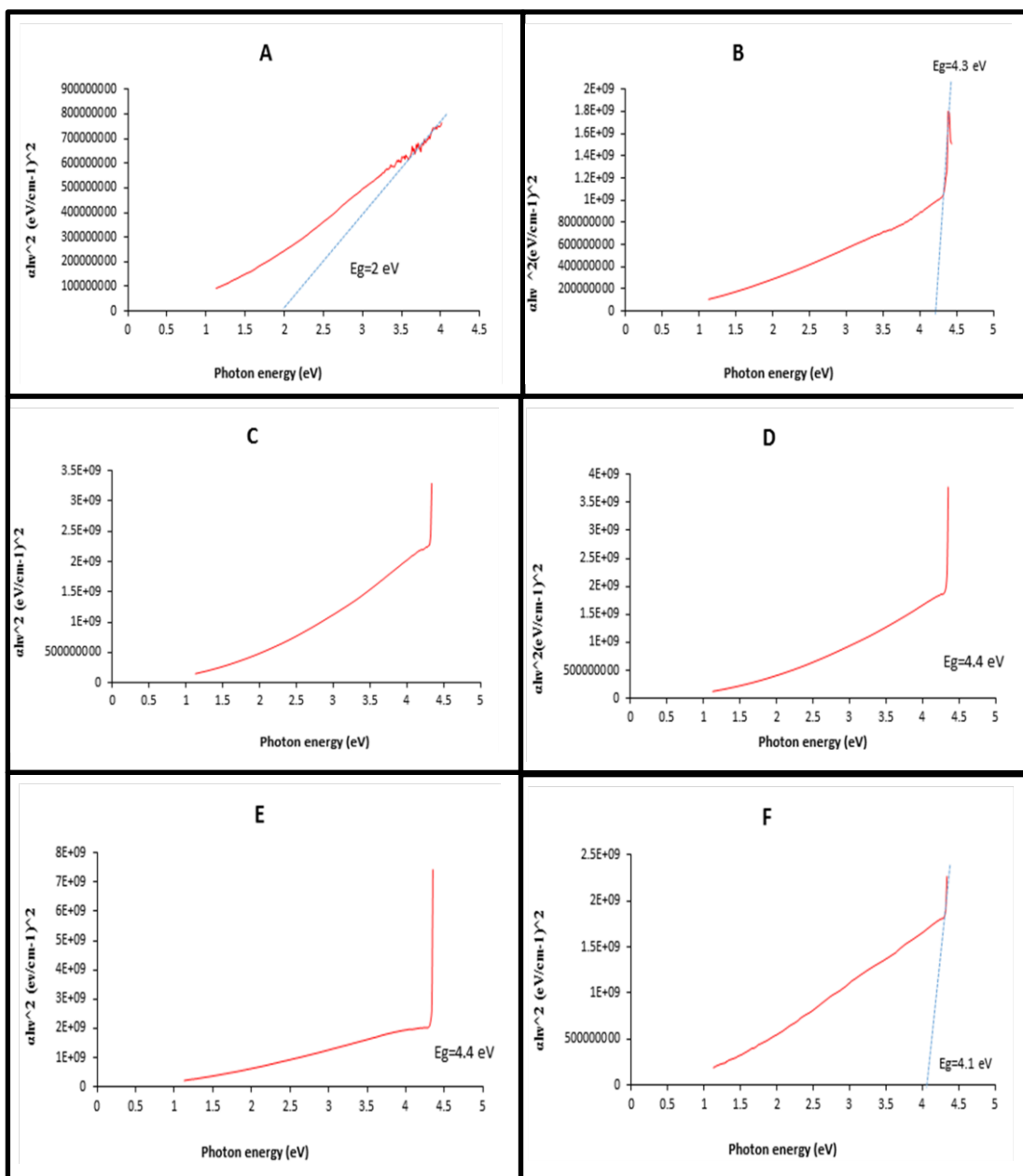
(B) (1.3.4) نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية المرئية (UV-Vis) للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي (Sol-gel).

يوضح الشكل (4-39) (A) نتائج التحليل الطيفي لامتناص UV-Vis التي تم الحصول عليها لمادة أكسيد النيكل المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون عوامل أكسدة واختزال, إن مادة NiO NPs المحضرة من مستخلص أوراق البرتقال أظهرت امتصاصا عاليا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (297 nm) وامتصاصية مقدارها (3.234 a.u) أما مادة NiO NPs المحضرة من مستخلص أوراق الزيتون أظهرت امتصاصا عاليا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (298 nm) وامتصاصية مقدارها (2.493 a.u), المادة الناتجة من البرتقال تمتلك امتصاصية عالية اعلى من الناتجة من الزيتون وقيمة فجوة طاقة اعلى وهذه الزيادة في فجوة الطاقة تعود الى اراحة حافة الامتناص نحو الطاقات العالية, إذ أن المستويات القريبة من حزمة التوصيل تكون ممثلة بالإلكترونات لذلك فإن الإلكترونات تحتاج الى طاقة اكبر للانتقال فيبدو كأن فجوة الطاقة تزداد ويوضح الشكل (4-40) (A) قيم فجوة الطاقة للمادة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و (B) باستعمال مستخلص أوراق الزيتون والجدول (4-15) يبين القياسات البصرية للمادة [135]. أما الشكل (4-39) (B) يوضح نتائج التحليل الطيفي لامتناص UV-Vis التي تم الحصول عليها لمادة أكسيد النحاس المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عوامل أكسدة واختزال, إن مادة CuO NPs المحضرة من مستخلص أوراق البرتقال أظهرت امتصاصا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (290 nm) وامتصاصية مقدارها (0.395 a.u) أما مادة CuO NPs المحضرة من مستخلص أوراق الزيتون أظهرت امتصاصا عاليا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (289 nm) وامتصاصية مقدارها (0.647 a.u), نلاحظ إن مادة CuO NPs الناتجة

من مستخلص أوراق الزيتون تكون ذا نقاوة عالية واستقرارية نانوية عالية لذلك امتصاصيتها عالية جدا أعلى من تحضيرها من مستخلص أوراق البرتقال وكذلك فجوة نطاق الطاقة لها أعلى مما هي عليه مع البرتقال وسبب النقصان في فجوة الطاقة يعود إلى أن الشوائب أدت إلى تكوين مستويات موضعية جديدة (مستويات مانحة) تقع أسفل حزمة التوصيل هذه المستويات مهيئة لاستقبال الإلكترونات وتوليد ذبول طاقة موضعية داخل فجوة الطاقة البصرية تعمل على امتصاص الفوتونات ذات الطاقات الواطئة (إزاحة حافة الامتصاص نحو الأطوال الموجية الطويلة) مما يؤدي إلى نقص فجوة الطاقة البصرية، كما هو موضح في الشكل (4-40) (C) حيث يوضح قيم فجوة الطاقة للمادة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والشكل (D) باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والجدول (4-15) يوضح القياسات البصرية لهذه المادة [136]. أما الشكل (4-39) (C) يمثل نتائج التحليل الطيفي لامتصاص UV-Vis التي تم الحصول عليها لمادة أكسيد الكاديوم المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون عوامل أكسدة واختزال، إن مادة CdO NPs المحضرة من مستخلص أوراق البرتقال أظهرت امتصاصا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (290 nm) وامتصاصية مقدارها (0.52 a.u) أما مادة CdO NPs المحضرة من مستخلص أوراق الزيتون أظهرت امتصاصا عاليا في الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية عند الطول الموجي (289 nm) وامتصاصية مقدارها (0.699 a.u)، نلاحظ إن مادة CdO NPs الناتجة من مستخلص أوراق الزيتون تكون ذا نقاوة عالية واستقرارية نانوية عالية لذلك امتصاصيتها عالية جدا أعلى من تحضيرها من مستخلص أوراق البرتقال ويوضح الشكل (4-40) (E) قيم فجوة الطاقة للمادة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال و (F) باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، والجدول (4-15) يوضح القياسات البصرية لهذه المادة [137].



الشكل (4-39) طيف الامتصاصية للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال



الشكل (4-40) فجوة نطاق الطاقة للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال

الجدول (4-15) القياسات البصرية للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون كعوامل أكسدة واختزال

فجوة الطاقة (eV)	المستخلص النباتي	الأكسيد
(2)eV	مستخلص أوراق البرتقال	NiO
(4.3)eV	مستخلص أوراق الزيتون	NiO
(4.3)eV	مستخلص أوراق البرتقال	CuO
(4.4)eV	مستخلص أوراق الزيتون	CuO
(4.4)eV	مستخلص أوراق البرتقال	CdO
(4.1)eV	مستخلص أوراق الزيتون	CdO

(2.3.4) نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR)

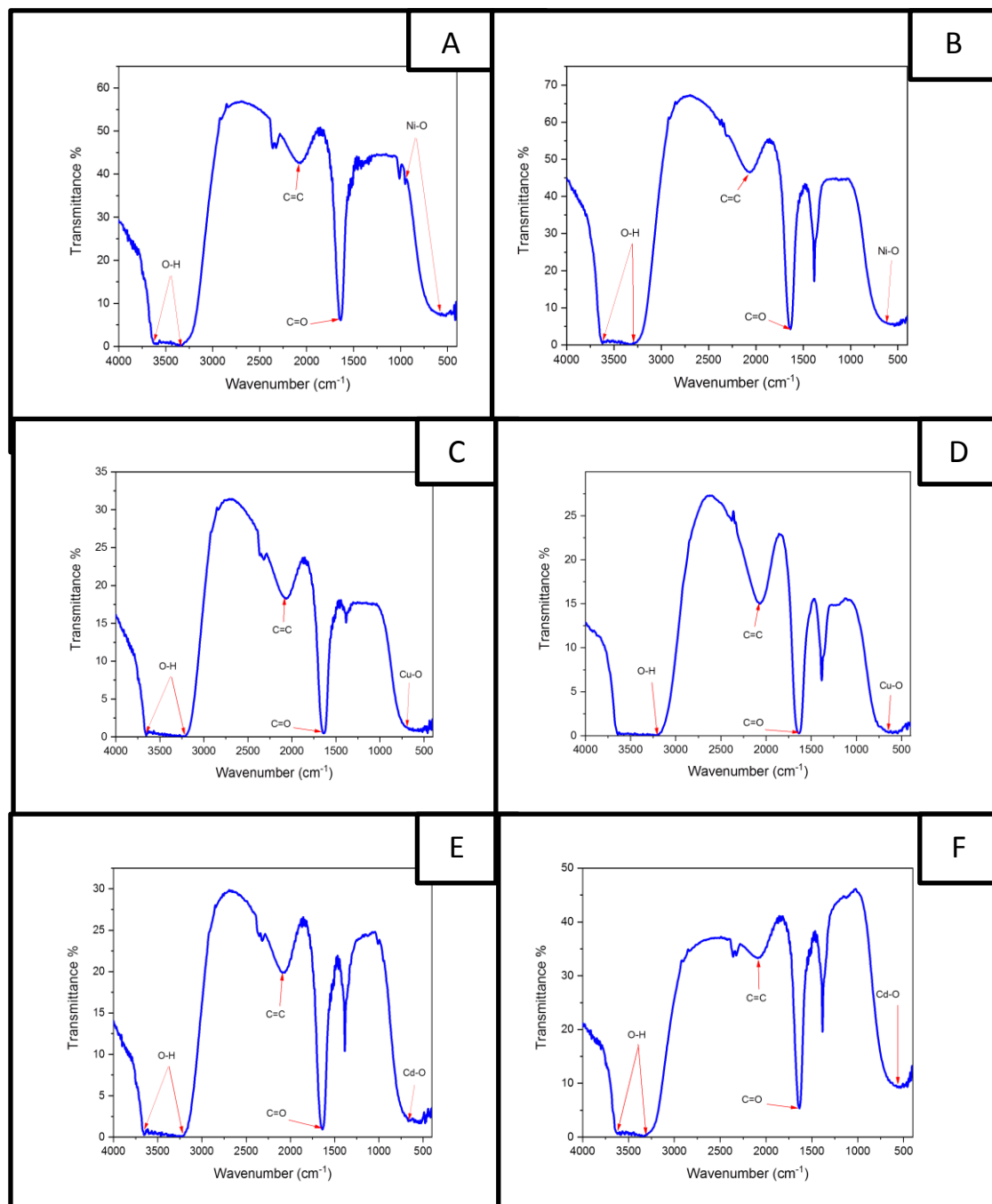
Fourier Transform Infrared

(A) (2.3.4) نتائج قياس FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر.

يوضح الشكل (4-41) العلاقة ما بين العدد الموجي والنفاذية باستخدام مطياف الأشعة تحت الحمراء FTIR ومواقع وارتباطات المركبات الكيميائية ومواقع الاواصر للأكاسيد المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون كعوامل أكسدة واختزال، إذ تشير النتائج الى ان قمم الامتصاص ومواقعها كانت معتمدة بشكل كبير على التركيب البلوري والتركيب الكيميائي للأكاسيد.

إذ يبين الشكل (A) طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (NiO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، وتشير الذروة التي لوحظت عند (3338 cm^{-1} و 3628 cm^{-1}) إلى ظهور حزمة امتصاص واسعة و وقوية من (NiO NPs) لمجموعة الهيدروكسيل (Hydroxyl) (O-H) الممتد من اهتزاز الفينولات والكحول، إذ تم تخصيص القمم الضعيفة التي لوحظت عند (1631 cm^{-1} و 2073 cm^{-1}) وتشير هذه القمم إلى اصرة (C=O و C=C) على التوالي، والذي نشأ من الامتزاز من ثاني أكسيد الكربون في الغلاف الجوي (Aldehyde and carbonyl)، إن قمم الامتصاص السفلية عند (945 cm^{-1} و 596 cm^{-1}) تمثل النطاق القوي المقابل لوضع اهتزاز تمدد (Ni-O) لجسيمات NiO NPs وهذا يتفق مع

نتائج قياس EDS. ويبين الشكل (B) طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة NiO NPs المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، وتشير الذروة التي لوحظت عند 3296 cm^{-1} و 3630 cm^{-1} الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) وهذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح NiO NPs عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي، تم تخصيص القمم الضعيفة التي لوحظت عند 1645 cm^{-1} و 2071 cm^{-1} تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي والتي تكون ناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي، ويمثل الانحناء (601 cm^{-1}) جسيمات NiO NPs. نلاحظ ان جسيمات NiO NPs الناتجة من مستخلص أوراق البرتقال اكثر نقاوة ووضوح وظهور من الجسيمات الناتجة من مستخلص أوراق الزيتون [138]. أما الشكل (C) يمثل طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (CuO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، وتشير الذروة التي لوحظت عند 3232 cm^{-1} و 3658 cm^{-1} الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) وهذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح (NiO NPs) عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي، وتم تخصيص القمم الضعيفة التي لوحظت عند 1627 cm^{-1} و 2073 cm^{-1} تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي والتي تكون ناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي، ويمثل الانحناء (675 cm^{-1}) جسيمات CuO NPs. ويبين الشكل (D) طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (CuO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، وتشير الذروة التي لوحظت عند 3199 cm^{-1} الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) وهذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح مادة (CuO NPs) وذلك عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي، وتشير القمم التي لوحظت عند 1647 cm^{-1} و 2071 cm^{-1} الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي والتي تكون ناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي، ويمثل الانحناء (673 cm^{-1}) الى جسيمات CuO NPs [139]. والشكل (E) يوضح طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (CdO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، تشير الذروة التي لوحظت عند 3290 cm^{-1} و 3658 cm^{-1} الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح (CdO NPs) عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي، تم تخصيص القمم الضعيفة التي لوحظت عند 2081 cm^{-1} و 1645 cm^{-1} تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) الناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي، ويمثل الانحناء (661 cm^{-1}) جسيمات (CdO NPs). والشكل (F) يبين طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (CdO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، وتشير الذروة التي لوحظت عند 3340 cm^{-1} و 3633 cm^{-1} الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح (CdO NPs) عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي، تم تخصيص القمم الضعيفة التي لوحظت عند 1645 cm^{-1} و 2075 cm^{-1} تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) الناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي، يمثل الانحناء (559 cm^{-1}) جسيمات CdO NPs [140].



الشكل (41-4) طيف FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون عوامل أكسدة واختزال

الجدول (4-16) اهتزازات الأواصر التابعة للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال المستخلصات النباتية

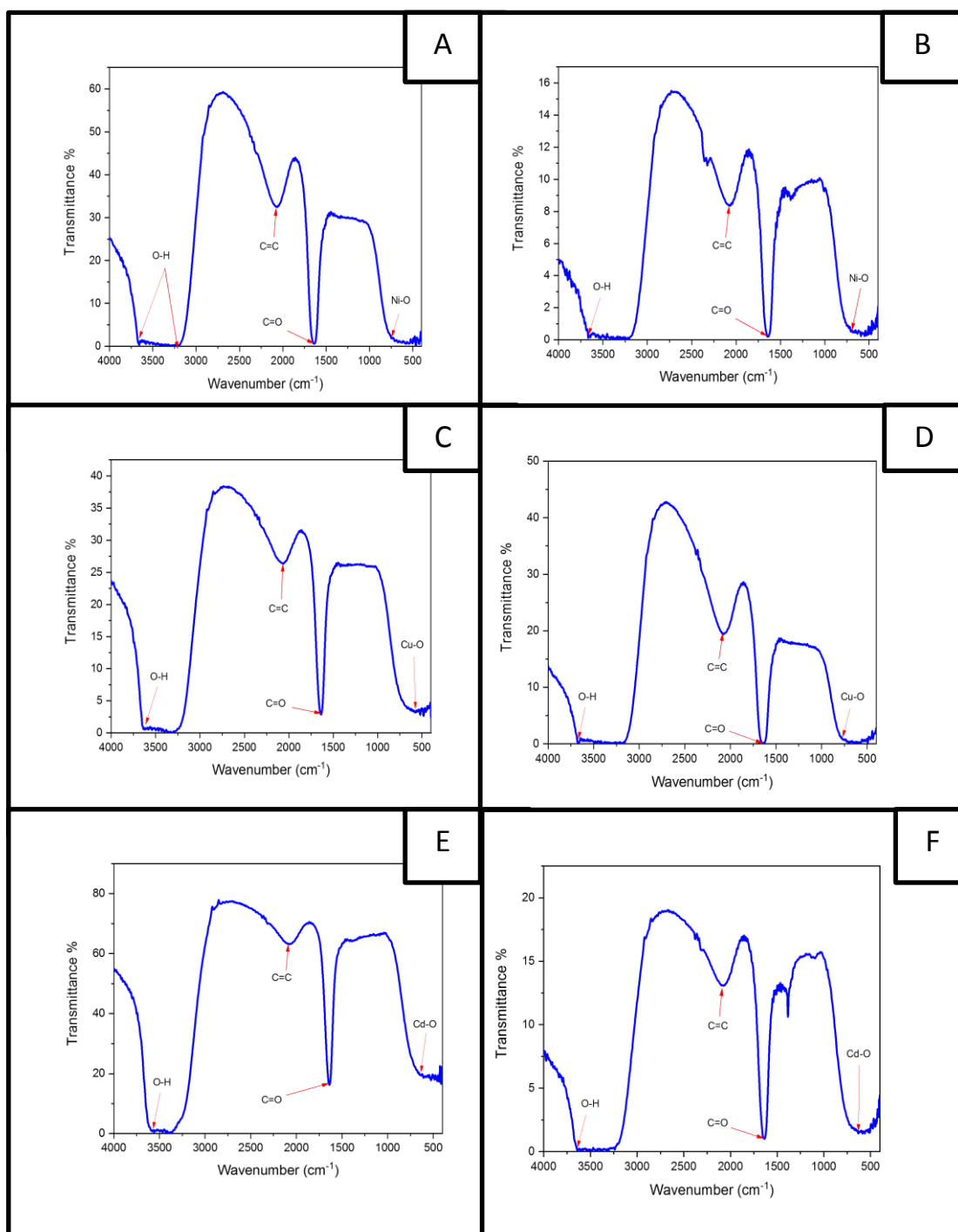
الأكسيد	المستخلص النباتي	آصرة الأكسيد	C=O	C=C	O-H
NiO	أوراق البرتقال	(945-596) cm^{-1}	1631 cm^{-1}	2073 cm^{-1}	(3628-3338) cm^{-1}
NiO	أوراق الزيتون	601 cm^{-1}	1645 cm^{-1}	2071 cm^{-1}	(3630-3296) cm^{-1}
CuO	أوراق البرتقال	675 cm^{-1}	1627 cm^{-1}	2073 cm^{-1}	(3658-3232) cm^{-1}
CuO	أوراق الزيتون	673 cm^{-1}	1647 cm^{-1}	2071 cm^{-1}	3199 cm^{-1}
CdO	أوراق البرتقال	661 cm^{-1}	1645 cm^{-1}	2081 cm^{-1}	(3658-3290) cm^{-1}
CdO	أوراق الزيتون	559 cm^{-1}	1645 cm^{-1}	2075 cm^{-1}	(3633-3340) cm^{-1}

(B) (2.3.4) نتائج قياس FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي (Sol-gel).

يوضح الشكل (4-42) العلاقة ما بين العدد الموجي والنفاذية باستخدام مطياف الأشعة تحت الحمراء FTIR ومواقع وارتباطات المركبات الكيميائية ومواقع الأواصر للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي (sol-gel) باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون عوامل أكسدة واختزال، حيث تشير النتائج إلى أن قمم الامتصاص ومواقعها كانت معتمدة بشكل كبير على التركيب البلوري والتركيب الكيميائي للأكاسيد المحضرة.

يبين الشكل (A) طيف الأشعة تحت الحمراء لمادة NiO NPs المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، وتشير الذروة التي لوحظت عند (3209 cm^{-1} و 3672 cm^{-1}) إلى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح (NiO NPs) عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي، وتم تخصيص القمم التي لوحظت عند (1641 cm^{-1} و 2071 cm^{-1}) تشير إلى وجود روابط (C=O و C=C) على التوالي الناشئة من ثاني أكسيد الكربون في الغلاف الجوي، ويمثل الانحناء (750 cm^{-1}) جسيمات NiO NPs. ويبين الشكل (B) طيف الأشعة تحت الحمراء لمادة NiO NPs المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون، وتشير الذروة التي لوحظت (3670 cm^{-1}) إلى مجموعة الهيدروكسيل (Hydroxyl).

((O-H)) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح NiO NPs عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي, وتم تخصيص القمم التي لوحظت عند (1641 cm^{-1} و 2073 cm^{-1}) تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي الناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي , يمثل الانحناء (700 cm^{-1}) جسيمات [138]NiO NPs. أما الشكل (C) يوضح طيف الأشعة تحت الحمراء لمادة (CuO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال, وتشير الذروة التي لوحظت عند (3630 cm^{-1}) الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح CuO NPs عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي, تم تخصيص القمم التي لوحظت عند (1633 cm^{-1} و 2071 cm^{-1}) تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي الناشئة من ثاني اكسيد الكربون في الغلاف الجوي, ويمثل الانحناء (574 cm^{-1}) جسيمات CuO NPs. ويبين الشكل (D) طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة CuO NPs المحضرة باستعمال مستخلص اوراق الزيتون, تشير الذروة التي لوحظت عند (3676 cm^{-1}) إلى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح CuO NPs عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي, تم تخصيص القمم التي لوحظت عند (1645 cm^{-1} و 2083 cm^{-1}) تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي الناشئة من ثاني أكسيد الكربون في الغلاف الجوي, ويمثل الانحناء (763 cm^{-1}) جسيمات CuO NPs. ويبين الشكل (E) طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (CdO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق البرتقال, وتشير الذروة التي لوحظت عند (3581 cm^{-1}) الى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح CdO NPs عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي, تم تخصيص القمم التي لوحظت عند (1627 cm^{-1} و 2071 cm^{-1}) تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي الناشئة من ثاني أكسيد الكربون في الغلاف الجوي, ويمثل الانحناء (642 cm^{-1}) جسيمات CdO NPs. ويبين الشكل (F) طيف الاشعة تحت الحمراء لمادة (CdO NPs) المحضرة باستعمال مستخلص أوراق الزيتون, وتشير الذروة التي لوحظت عند (3649 cm^{-1}) إلى مجموعة الهيدروكسيل (O-H) (Hydroxyl) هذا بسبب اهتزاز جزيئات الماء على سطح مادة (CdO NPs) عندما تتعرض العينات للغلاف الجوي, تم تخصيص القمم التي لوحظت عند كل من (1645 cm^{-1} و 2090 cm^{-1}) تشير الى وجود روابط (C=O) و (C=C) على التوالي الناشئة من ثاني أكسيد الكربون في الغلاف الجوي, ويمثل الانحناء (603 cm^{-1}) جسيمات [140]CdO NPs.



الشكل (42-4) طيف FTIR للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال مستخلص أوراق البرتقال والزيتون عوامل أكسدة واختزال

الجدول (4-17) اهتزازات الأواصر التابعة للأكاسيد المحضرة بطريقة المحلول الغروي باستعمال المستخلصات النباتية

الأكسيد	المستخلص النباتي	آصرة الأكسيد	C=O	C=C	O-H
NiO	أوراق البرتقال	750 cm ⁻¹	1641 cm ⁻¹	2071 cm ⁻¹	(3672-3209) cm ⁻¹
NiO	أوراق الزيتون	700 cm ⁻¹	1641 cm ⁻¹	2073 cm ⁻¹	3670 cm ⁻¹
CuO	أوراق البرتقال	574 cm ⁻¹	1633 cm ⁻¹	2071 cm ⁻¹	3630 cm ⁻¹
CuO	أوراق الزيتون	763 cm ⁻¹	1645 cm ⁻¹	2083 cm ⁻¹	3676 cm ⁻¹
CdO	أوراق البرتقال	642 cm ⁻¹	1627 cm ⁻¹	2071 cm ⁻¹	3581 cm ⁻¹
CdO	أوراق الزيتون	603 cm ⁻¹	1645 cm ⁻¹	2090 cm ⁻¹	3649 cm ⁻¹

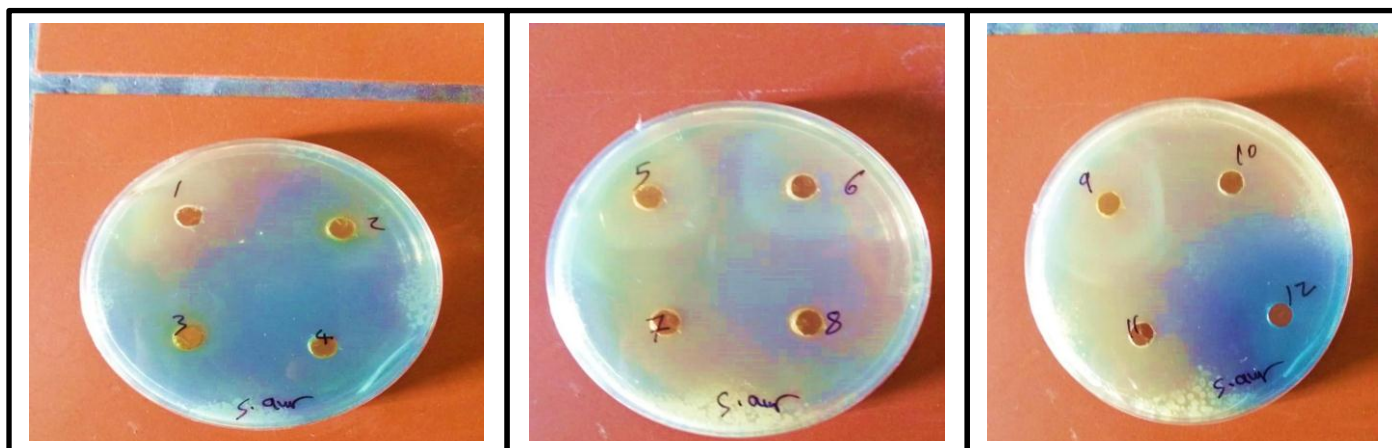
(4.4) التطبيق البيولوجي

Biological Application

تم دراسة نشاط مضادات الميكروبات لكل من الأكاسيد المعدنية (النيكل والنحاس والكاديوم) نانوية التركيب (NPs) المحضرة بطريقتين (طريقة التوليف الأخضر وطريقة المحلول الغروي (sol-gel) باستخدام نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال و الزيتون) كمعامل أكسدة واختزال، وتعتبر حالياً (NPs) المعدنية وغير المعدنية المتنوعة بديلاً عملياً للمضادات الحيوية بسبب فعاليتها الكبيرة تجاه الأنشطة المضادة للميكروبات، وتم قياس فعالية النشاط المضاد للميكروبات (بكتيريا وفطريات) من حيث تثبيط البكتيريا والفطريات مقاسة بوحدة المليمتر (mm) مقابل عزلتين من البكتيريا واحدة موجبة الجرام (*Staphylococcus aureus*) وأخرى سالبة الجرام (*Escherichia coli*) وكذلك مقابل عزلة من الفطريات من نوع (*Candida albicans*)، النشاط المضاد للبكتيريا للأكاسيد النانوية الناتجة من الطريقتين يرجع أساساً إلى أن هذه الأكاسيد تطلق أيونات تلتصق جميعها بجدار الخلية البكتيرية بسبب التجاذب الكهروستاتيكي. علاوة على ذلك، لا تتفاعل أيونات الأكاسيد مع سطح الغشاء فحسب، بل يمكنها أيضاً اختراق البكتيريا. قد تتفاعل (NPs) مع مجموعة thiol (-SH) في جدار الخلية للبكتيريا ولا تسمح بنقل العناصر الغذائية عبر جدار الخلية.

يتناقص البروتين داخل الخلية، مما يؤدي في النهاية إلى موت الخلية. أو السبب الآخر، لأن حجم الجسيمات الأصغر من (NPs) المعدنية مرتبط بفجوة نطاق كبيرة، وبالتالي، فإن المزيد من الأكسيتون المتاح سيؤدي إلى توليد تركيز أعلى من أنواع الأكسجين التفاعلية (ROS) لتعزيز الأنشطة المضادة للميكروبات. ومع ذلك، فإن النشاط يعتمد على مساحة سطح كبيرة للحجم، وتركيز (NPs)، والبنية البلورية، وشكل الجسيمات [141].

يوضح الشكل (4-43) مناطق تثبيط النشاط المضاد للبكتيريا موجبة الجرام (S.aureus) للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر وطريقة المحلول الغروي Sol-gel باستعمال المستخلصات النباتية (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) وبين الجدول (4-18) نسب قطر التثبيط الناتج من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) وإن أعلى نسبة (50mm) تعود إلى أكسيد الكاديوم المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال. وبين الجدول (4-19) نسب قطر التثبيط الناتج من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقة المحلول الغروي (Sol-gel) باستعمال مستخلص (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)، وإن أعلى نسبة (47mm) تعود إلى أكسيد النحاس المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال، وهذا يمكن أن يعزى إلى أن الغلاف الذي يوفره المستخلص النباتي والذي يمكن أن يكون البادئ للارتباط بالجدار الخلوي للبكتيريا ومن ثم إمكانية نفوذ هذه الأكاسيد بعد ذلك ليبدأ تأثيرها على البكتيريا [142].



الشكل (4-43) مناطق التثبيط النشاط المضاد للبكتيريا (موجبة الجرام) *S. aureus* للأكاسيد النانوية التركيب المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

طريقة المحلول الغروي Sol-gel:-

(2) CuO - برتقال

(3) CuO - زيتون

(5) CdO - زيتون

(6) CdO - برتقال

(7) NiO - زيتون

(10) NiO - برتقال

طريقة التوليف الأخضر:-

(1) CdO - برتقال

(4) CuO - زيتون

(8) NiO - زيتون

(9) CdO - زيتون

(11) NiO - برتقال

(12) CuO - برتقال

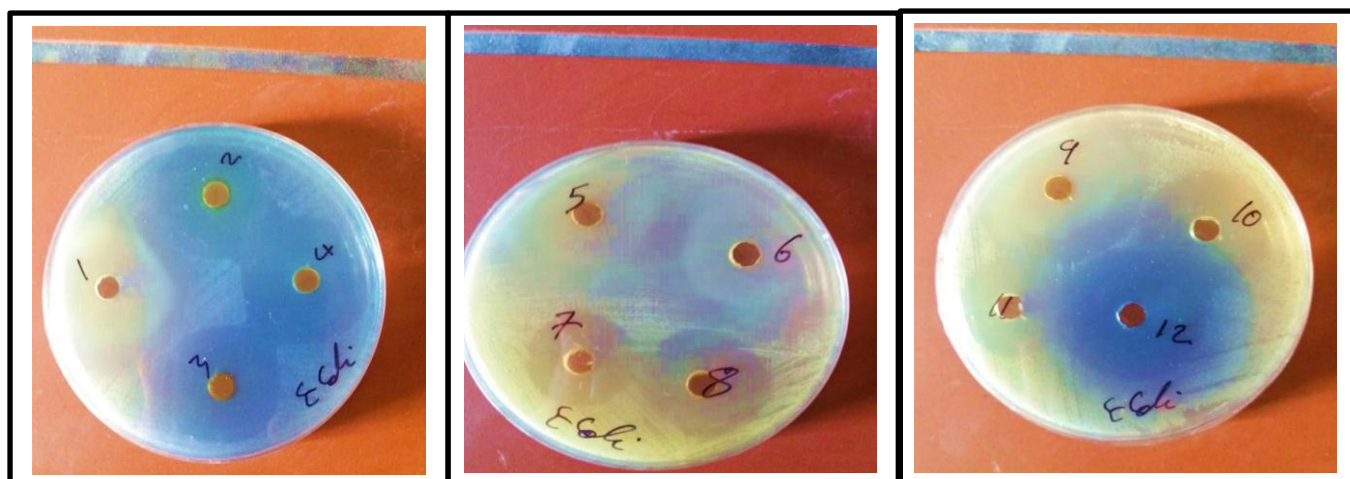
الجدول (4-18) نتائج تثبيط للبكتيريا (موجبة الجرام) *S. aureus* باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

Material	Plant Extract	<i>S. aureus</i> Gram-positive (+)mm	Percentage of inhibition zone (%)mm
NiO NPs	أوراق البرتقال	32	36
NiO NPs	أوراق الزيتون	42	47
CuO NPs	أوراق البرتقال	37	41
CuO NPs	أوراق الزيتون	38	42
CdO NPs	أوراق البرتقال	45	50
CdO NPs	أوراق الزيتون	32	36

الجدول (4-19) نتائج تثبيط للبكتيريا (موجبة الجرام) *S.aureus* باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

Material	Plant Extract	<i>S. aureus</i> Gram-positive (+)mm	Percentage of inhibition zone (%)mm
NiO NPs	أوراق البرتقال	36	40
NiO NPs	أوراق الزيتون	34	38
CuO NPs	أوراق البرتقال	42	47
CuO NPs	أوراق الزيتون	36	40
CdO NPs	أوراق البرتقال	30	33
CdO NPs	أوراق الزيتون	26	29

يوضح الشكل (4-44) مناطق تثبيط النشاط المضاد للبكتيريا سالبة الجرام (*E.Coli*) للأكاسيد المحضرة بطريقة التوليف الأخضر وطريقة المحلول الغروي Sol-gel باستعمال المستخلصات النباتية (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) عوامل أكسدة واختزال، ويبين الجدول (4-20) نسب قطر التثبيط الناتج من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) وإن أعلى نسبة (44mm) تعود إلى أكسيد الكاديوم المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال. ويبين الجدول (4-21) نسب قطر التثبيط الناتج من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقة المحلول الغروي (Sol-gel) باستعمال مستخلص (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)، وإن أعلى نسبة (44mm) تعود إلى أكسيد الكاديوم أيضا المحضر كذلك باستعمال مستخلص أوراق البرتقال وهذا يدل على أنه يمكن لمنافذ (CdO) النانوي الالتصاق بملف جدران الخلايا البكتيرية وكسرها قبل التسلل داخل الغشاء لتمزيق المكونات الكيميائية لعضيات الخلية. تم إثبات أن الجسيمات النانوية الأصغر تكشف عن أقوى مبيد للبكتيريا حسب نتائج الباحث (Lee et al) [143] حيث أن الجسيمات النانوية مع المتوسط يتراوح حجمها من 5 إلى 80 نانومتر يمكن أن تدمر الكائنات الحية الدقيقة (البكتيريا مثل *S. aureus* و *E.Coli*) عن طريق اختراق الخلية البكتيرية [144].



الشكل (4-4) مناطق تثبيط النشاط المضاد للبكتيريا (سالبة الجرام) *E. Coli* للأكاسيد النانوية المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

طريقة المحلول الغروي Sol-gel:-

- CuO (2) - برتقال
- CuO (3) - زيتون
- CdO (5) - زيتون
- CdO (6) - برتقال
- NiO (7) - زيتون
- NiO (10) - برتقال

طريقة التوليف الأخضر:-

- CdO (1) - برتقال
- CuO (4) - زيتون
- NiO (8) - زيتون
- CdO (9) - زيتون
- NiO (11) - برتقال
- CuO (12) - برتقال

الجدول (20-4) نتائج تثبيط للبكتيريا (سالبة الجرام) *E.Coli* باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

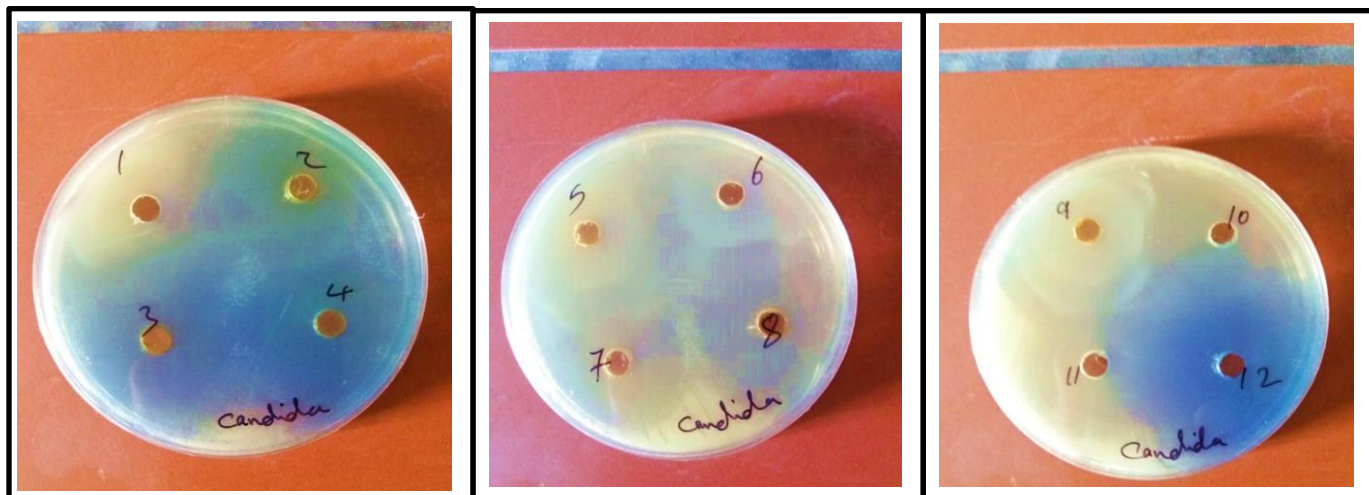
Material	Plant Extract	<i>E-Coli</i> Gram-negative (-) mm	Percentage of inhibition zone (%)mm
NiO NPs	أوراق البرتقال	25	28
NiO NPs	أوراق الزيتون	26	29
CuO NPs	أوراق البرتقال	28	31
CuO NPs	أوراق الزيتون	32	36
CdO NPs	أوراق البرتقال	40	44
CdO NPs	أوراق الزيتون	38	42

الجدول (21-4) نتائج تثبيط للبكتيريا (سالبة الجرام) *E.Coli* باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة المحلول الغروي sol-gel باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

Material	Plant Extract	<i>E-Coli</i> Gram-negative (-)mm	Percentage of inhibition zone (%)mm
NiO NPs	أوراق البرتقال	32	36
NiO NPs	أوراق الزيتون	23	26
CuO NPs	أوراق البرتقال	31	34
CuO NPs	أوراق الزيتون	28	31
CdO NPs	أوراق البرتقال	40	44
CdO NPs	أوراق الزيتون	38	42

يوضح الشكل (45-4) مناطق تثبيط النشاط المضاد للفطريات (*Candida albicans*) للأكاسيد النانوية المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)، ويبين الجدول (22-4) نسب قطر التثبيط الناتج من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) وإن أعلى نسبة (49mm) تعود إلى أكسيد الكاديوم المحضر باستعمال مستخلص أوراق الزيتون. ويبين الجدول (23-4) نسب قطر التثبيط الناتج من أكاسيد (النيكل والنحاس والكاديوم) المحضرة بطريقة المحلول الغروي (Sol-gel) باستعمال مستخلص (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) وإن أعلى نسبة (47mm)

تعود إلى أكسيد الكاديوم أيضا المحضر باستعمال مستخلص أوراق البرتقال ومستخلص أوراق الزيتون معا بنسبة قتل مشتركة [145].



الشكل (4-45) مناطق التثبيط النشاط المضاد للفطريات (*Candida albicans*) للأكاسيد النانوية المحضرة بواسطة (طريقة التوليف الأخضر وطريقة sol-gel) باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

طريقة المحلول الغروي Sol-gel:-

- (2) CuO - برتقال
- (3) CuO - زيتون
- (5) CdO - زيتون
- (6) CdO - برتقال
- (7) NiO - زيتون
- (10) NiO - برتقال

طريقة التوليف الأخضر:-

- (1) CdO - برتقال
- (4) CuO - زيتون
- (8) NiO - زيتون
- (9) CdO - زيتون
- (11) NiO - برتقال
- (12) CuO - برتقال

الجدول (22-4) نتائج تثبيط للفطريات (*Candida albicans*) باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

Material	Plant Extract	<i>Candida albicans</i> mm	Percentage of inhibition zone (%)mm
NiO NPs	أوراق البرتقال	25	28
NiO NPs	أوراق الزيتون	30	33
CuO NPs	أوراق البرتقال	32	36
CuO NPs	أوراق الزيتون	33	37
CdO NPs	أوراق البرتقال	42	47
CdO NPs	أوراق الزيتون	44	49

الجدول (23-4) نتائج تثبيط للفطريات (*Candida albicans*) باستخدام الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة sol-gel باستعمال مستخلص كل من (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون)

Material	Plant Extract	<i>Candida albicans</i> mm	Percentage of inhibition zone (%)mm
NiO NPs	أوراق البرتقال	40	44
NiO NPs	أوراق الزيتون	30	33
CuO NPs	أوراق البرتقال	39	43
CuO NPs	أوراق الزيتون	30	33
CdO NPs	أوراق البرتقال	42	47
CdO NPs	أوراق الزيتون	42	47

(5-4) الاستنتاجات

Conclusion

إن الأكاسيد النانوية المحضرة بطريقة التوليف الأخضر تمتلك مميزات عديدة مقارنة مع الطرق الأخرى للتحضير وكذلك تحضير الأكاسيد النانوية بطريقة sol-gel ويمكن أن نستنتج التالي:-

1- يمكن الحصول على أكاسيد (CdO ,CuO ,NiO) باستخدام طريقة التوليف الأخضر باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال والزيتون) بدرجة حرارة 300 C° لمدة ساعتين.

2- يمكن الحصول على أكاسيد (CdO ,CuO ,NiO) باستخدام طريقة المحلول الغروي (sol-gel) وذلك باستعمال نوعين من المستخلصات النباتية (مستخلص أوراق البرتقال والزيتون) بدرجة حرارة 300 C° لمدة ساعتين.

3- إن ادخال المستخلصات النباتية (أوراق البرتقال وأوراق الزيتون) في طريقة التحضير عوامل أكسدة واختزال أدى إلى سهولة تحويل ملح النترات إلى أكسيد نانوي عالي الدقة والكفاءة.

4- أظهرت قياسات (XRD) أن الأكاسيد المحضرة بطريقة sol-gel أصغر حجماً من التي حضرت بطريقة التوليف الأخضر.

5- تتمتع جميع الأكاسيد النانوية بخصائص بصرية ملائمة للتطبيقات البيولوجية وتعتمد على عدة عوامل مثل الحجم وتركيب (NPs) وخشونة السطح وشوائب المواد.

6- أظهرت قياسات (EDS) أن جميع الأكاسيد المحضرة تحتوي على نسب شبه معدومة من المعادن وهذا يؤكد وجود المادة النانوية بصورة نقية جداً.

7- تم اختبار تثبيط الأكاسيد المحضرة بالطريقتين على البكتريا موجبة الجرام (*S.aureus*) وسالبة الجرام (*E.Coli*) وكذلك على أحد أنواع الفطريات (*Candida albicans*) ووجد أن جميعها كانت فعالة بنسب عالية جداً وهذا يؤكد نجاح الطريقتين في تحضير أكاسيد نانوية مضادة للميكروبات.

Future Works

(6-4) المشاريع المستقبلية

تدفعنا النتائج التي تم الحصول عليها في هذا العمل إلى تقديم بعض الاقتراحات لتطوير الدراسات المستقبلية:-

1-استخدام طريقة (biosynthesis) من خلال عزلات لبعض انواع البكتيريا واهمها *E.Coli* و *S.aureus* .

2-دراسة مقارنة لاستخدام الجسيمات النانوية كعامل للدواء (drug delivery).

3- تحضير اكاسيد نانوية بطريقة الإشعاع الحراري المائي والميكروويف مع مقارنتها.

4- دراسة التطبيقات الكهروضوئية مثل الخلايا الشمسية والكاشف الضوئي للأكاسيد النانوية التي تم تحضيرها في هذا البحث.

5- تخليق أكسيد الفلز بالطريقة الخضراء وتطبيقه في إزالة المعادن الثقيلة.

6- تحضير مواد نانوية بالطريقة الخضراء وتطبيق المنتجات كسطح ذاتي التنظيف (self-clean).

المصادر

-
- [1] Kittel, C., McEuen, P., Introduction to solid state physics (Vol. 8, pp. 105-130). New York: Wiley; (1996).
- [2] محمد شريف الاسكندراني, علم المعرفة (تكنولوجيا النانو من اجل غد افضل) العدد(374) (2010)
- [3] Poole Jr, C. P., & Owens, F. J., Introduction to nanotechnology. John Wiley & Sons; (2003).
- [4] Hans-Jorg Fecht and Matthias Werner "The Nano-Micro Interface" Wiley-Vch Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, (2003).
- [5] C. Jagadish, S. Pearton "Zinc Oxide Bulk, Thin Films and Nanostructures" Elsevier Limited ,(2006).
- [6] Köstler, S., Rudorfer, A., Stzinger, V., Jakopic, G., & Ribitsch, V. Direct Condensation Method for the Preparation of Organic-Nanoparticle Dispersions. Advanced Materials, 21(24), 2505-2510; (2009).
- [7] J. Allouche "Synthesis of Organic and Bioorganic Nanoparticles", Springer-Verlag London, PP.27-74; (2013).
- [8] Z. I. Abd-Alwahab, & B. G. Rasheed, "Antibacterial Silver Nanoparticles produced by Nd:YAG Laser", Al-Nahrain Journal for Engineering Sciences, Vol. 18, No. 2, pp. 315-321; (2015).
- [9] V. Kattumuri, " Gold nanoparticles for biomedical applications: synthesis, characterization, in vitro and in vivo", Ph. D. dissertation, *University of Missouri-Columbia*; (2006).
- [10] نبيل علي بكر, زياد طارق خضير, ردينة صديق عبد الستار, " دراسة الخصائص المحضرة بطريقة التحلل (Ni (1-x) Zn_xO) التركيبية والبصرية لأغشية الكيمياء الحراري", مجلة ديالى للعلوم الصرفة, عدد 445, (2013).
- [11] عادل حبيب عمران, صالح حسون عبود, "بناء منظومة رش كيميائي حراري لتحضير المواد الصلبة على شكل أغشية رقيقة ودراسة الخواص الفيزيائية للمواد المحضرة", *Journal of kufa-physics* Vol. 2, No. 2, (2010).
- [12] Adler, David, and Julius Feinleib. "Electrical and optical properties of narrow-band materials." *Physical Review* B2.8,

-
- 3112; (1970).
- [13] D. Franta, L. thomas, B. N. scu, P. richar and M. Guyot, " Optical properties of NiO thin films prepared by pulsed laser deposition technique ",Applied surface science, Vol. 244, No. 426; (2005).
- [14] S. S. Ahmed, E. K. Hassan and G. H. Mohamed, " Investigation of Optical properties of NiO 0.99 Cu 0.01 thin film by thermal evaporation technique ",International Journal of advanced research ,Vol.2,No.2,pp.633-638; (2014).
- [15] Z.M.Jaezebaki,"Oxide semiconductors", New York,Vol.4;(1974).
- [16] J. B. Forsyth and S. Hull," The Effect of Hydrostatic Pressure on the Ambient Temperature Structure of CuO", J. Phys. Condens. Matter 3, p.p (5257-5261); (1991).
- [17] W.M. Haynes , David R.Lide " CRC Hand book of Chemistry Physics " 95Thed , CRC press; (2014) .
- [18] Z.H. Gan, G.Q. Yu, B.K. Tay, C.M. Tan, Z.W. Zhao and Y.Q. Fu, "Preparation and Characterization of Copper Oxide Thin Films Deposited by Filtered Cathodic Vacuum Arc" J.of Physics D. Applied Physics Vol. 37,No.1 ,p. 81; (2004).
- [19] B.Balamurugan and B.R. Mehta, "Optical and Structural Properties of Nanocry stalline Copper Oxide Thin Films Prepared by Activated Reactive Evaporation",Thin Solid Films,Vol.396,p.p (90-96); (2001).
- [20] WM. Sears and E.Fortin , " Preparation and Properties of Cu₂O/Cu Photovoltaic Cells", Solar Energy Mater,Vol. 10,No.1 , p.93; (1984).
- [21] X.P. Gao, J.L. Bao, G.L. Pan, H.Y. Zhu, P.X. Huang, F. Wu and D.Y. Song,"Preparation and Electrochemical Performance of Polycrystalline and Single Crystalline CuO Nanorods as Anode Materials for Li Ion Battery", J. Phys. Chem , Vol. 108,No.18, p.p(5547-5551); (2004).
- [22] H.M. Xiao, S.Y. Fu, L.P. Zhu, Y.Q. Li and G. Yang," Controlled Synthesis and Characterization of CuO Nanostructures Through a Facile Hydrothermal Route in the Presence of Sodium Citrate ",

-
- European Journal of Inorganic Chemistry., Vol. 2007,No.14,p.p (1966–1971); (2007).
- [23] C.T. Hsieh, J.M. Chen, H.H. Lin and H.C. Shih," Field Emission From Various CuO Nanostructures",Applied Physics Letters ,Vol. 83,No.16,p.p(3383-3385); (2003).
- [24] H. Fan, L. Yang, W. Hua, X. Wu, Z. Wu, S. Xie and B. Zou," Controlled Synthesis of Mono dispersed CuO Nano crystals", Nano technology , Vol. 15,No.1; (2004).
- [25] M . Ando, T.Kobayashi and M.Haruta," Optical CO Detection by Use of CuO/Au Composite Films", Sensors and Actuators B: Chemical ,Vol.25 , No.(1-3),p.p (851-853), (1995).
- [26] P.O. Larsson, A. Andersson, R.L. Wallengerg and B. Svensson," Combustion of CO and Toluene; Characterisation of Copper Oxide Supported on Titania and Activity Comparisons with Supported Cobalt, Iron, and Manganese Oxide", Journal of Catalysis , Vol. 163,No.2 , p.p (279-293); (1996).
- [27] J. Richard, Sr., Lewis, Hawley's, Condensed Chemical Dictionary, 13th Edition, P. 189.(1997).
- [28] R. C. Weast and M. J. Astle, "Hand Book of Chemistry and Physics", CRC Press, (1979).
- [29] Z. M. Jarberzki, "Oxid semiconductor" pergamon press, London, (1973).
- [30] D. R. Lide "Chemical Rubber Compang handbook of Chemistry and physics", CRC Press, Boca Raton, Florida, USA, 77th edition, (1996).
- [31] Gordon, A. T., Lutz, G. E., Boninger, M. L., & Cooper, R. A. Introduction to nanotechnology: potential applications in physical medicine and rehabilitation. American journal of physical medicine & rehabilitation, 86(3), 225-241 ; (2007).

-
- [32] S. C.Ray, "Preparation of Copper Oxide Thin Film by the Sol Gel Like Dip Technique and Study of Their Structural and Optical Properties" , Soler Energy Materials and Soler Cell.Vol 68, p.p (307-312); (2001).
- [33] A. A. Dakhel , " Electrical and optical properties of iron-doped CdO". Thin Sold Films, Vol.518, pp. 1712-1715; (2010).
- [34] A. Hoseini, N. Shahtahmasebi , M. Rezaee-Roknabadi ,M.Mashreghi ,M.M.Bagheri-Mohagheghi , E.Azhir and P. Madahi , "Fabrication of CuO:Fe Nanoparticles by Sol-Gel Method and Study of Structural and Antibacterial Properties" 2nd Conferences on Applications of Nanotechnology in Sciences , Engineering and Medicine , Mashhad Iran ;(2011).
- [35] A. Venter, Johannes R. Botha,"Optical and electrical properties of NiO for possibl edielectric applications", South African Journal of Science 107.1-2, P.P (1-6); (2011).
- [36] Al-Maiyaly, Bushra KH, I. H. Khudayer, and Ayser J. Ibraheim. "Effect ambient oxidation on structural and optical properties of copper oxide thin films." Int. J. Innovative Res. Sci., Eng. Technol 3: 8695-8700; (2014).
- [37] Shende, S., Ingle, A. P., Gade, A., & Rai, M. Green synthesis of copper nanoparticles by Citrus medica Linn.(Idilimbu) juice and its antimicrobial activity. World Journal of Microbiology and Biotechnology, 31(6), 865-873; (2015).
- [38] Zorkipli, N. N. M., Kaus, N. H. M., & Mohamad, A. A. Synthesis of NiO nanoparticles through sol-gel method. Procedia chemistry, 19, 626-631; (2016).
- [39] Thovhogi, N., Park, E., Manikandan, E., Maaza, M., & Gurib-Fakim, A. Physical properties of CdO nanoparticles synthesized by green chemistry via Hibiscus Sabdariffa flower extract. Journal of Alloys and Compounds, 655, 314-320; (2016).
- [40] Mayedwa, N., Mongwaketsi, N., Khamlich, S., Kaviyarasu, K., Matinise, N., & Maaza, M., Green synthesis of nickel oxide, palladium and palladium oxide synthesized via Aspalathus linearis

natural extracts: physical properties & mechanism of formation. Applied Surface Science, 446, 266-272; (2017).

[41] Fardood, S. T., Ramazani, A., & Moradi, S. A novel green synthesis of nickel oxide nanoparticles using Arabic gum. Chemistry Journal of Moldova, 12(1), 115-118; (2017).

[42] Kayani, Z. N., Butt, M. Z., Riaz, S., & Naseem, S. Synthesis of NiO nanoparticles by sol-gel technique. Mater Sci-Pol, 36(4), 547-552; (2018).

[43] Bashir, A. K. H., Razanamahandry, L. C., Nwanya, A. C., Kaviyarasu, K., Saban, W., Mohamed, H. E. A., ... & Maaza, M. Biosynthesis of NiO nanoparticles for photodegradation of free cyanide solutions under ultraviolet light. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 134, 133-140; (2019).

[44] زياد طارق خضير " تصميم وتصنيع التراكيب النانوية بتقنية DVCPA ودراسة بعض الخواص الفيزيائية وظروف الترسيب للمركب (ONZ:EF) " اطروحة مقدمة الى مجلس كلية التربية-ابن الهيثم-جامعة بغداد (2011).

[45] M. A. Aegerter, and M. Mennig, "Sol-Gel Technologies for Glass Producers and Users", Springer Science and Business Media, LLC; (2004).

[46] C. A. Milea C. Bogatu and A. Duta, "The Influence of Parameters in Silica Sol – Gel Process", Series I: Engineering Sciences, Vol.4, No.53, pp.59-66; (2011).

[47] T. Pradeep, " Nano The Essentials, Understanding Nano Science And Nano technology ", Tata. McGraw-Hill Publishing company limited, New Delhi; (2007).

[48] محمد شريف الاسكندراني, علم المعرفة (تكنولوجيا النانو من اجل غد افضل) العدد (374) (2010).

[49] عطية البردي, مجلة الفيزياء العصرية, "دروس من الطبيعة في النانوتكنولوجيا", العدد السادس, ص19-24, 2009.

-
- [50] D. L. Schodek, P. Ferreira, and M. F. Ashby, *Nanomaterials, nanotechnologies and design: an introduction for engineers and architects*. Butterworth-Heinemann; (2009).
- [51] Thomas Ihn " *Semiconductors Nanostructures*" oxford University press, New-york; (2010).
- [52] C. Jagadish, S. Pearton " *Zinc oxide Bulk, Thin Films and Nanostructures*" Elsevier Limited; (2006).
- [53] Hwaiyu Geng and Linzhou " *Semiconductors Manufacturing Handbook* " The Mc Graw-Hill Company ; (2004).
- [54] A. Zielonka, & M. Klimek-Ochab, "Fungal synthesis of size-defined nanoparticles", *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 8, No. 4, pp. 043001; (2017).
- [55] Jafarirad, S., Hajat Ardehjani, P., & Movafeghi, A. Are the green synthesized nanoparticles safe for environment. A case study of aquatic plant *Azolla filiculoides* as an indicator exposed to magnetite nanoparticles fabricated using microwave hydrothermal treatment and plant extract. *Journal of Environmental Science and Health, Part A*, 1–12. doi:10.1080/10934529.2019.1567182; (2019).
- [56] Dahoumane, S. A., Yéprémian, C., Djédiat, C., Couté, A., Fiévet, F., Coradin, T., & Brayner, R., Improvement of kinetics, yield, and colloidal stability of biogenic gold nanoparticles using living cells of *Euglena gracilis* microalga. *Journal of Nanoparticle Research*, 18(3). doi:10.1007/s11051-016-3378-1; (2016).
- [57] Naseem, T., & Farrukh, M. A., Antibacterial Activity of Green Synthesis of Iron Nanoparticles Using *Lawsonia inermis* and *Gardenia jasminoides* Leaves Extract. *Journal of Chemistry*, 1–7. doi:10.1155/2015/912342; (2015).
- [58] Sardar M. & Mazumder A. J., Bimolecular Assisted Synthesis of Metal Nanoparticles. <https://link.springer.com/book/10.1007/978-3-319-98708-8>; (2018).
- [59] Senapati, S., Ahmad, A., Khan, M. I., Sastry, M., & Kumar, R. Extracellular biosynthesis of bimetallic Au–Ag alloy nanoparticles. *Small*, 1, 517 –520; (2005).

-
- [60] Klaus, T., Joerger, R., Olsson, E., & Granqvist, C. G. Silver-based crystalline nanoparticles, microbially fabricated. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 96, 13611 –13614; (1999).
- [61] Parida U., Das S., Jena P., Rout N. & Bindhain B., plant mediated green synthesis of metallic nanoparticles: Challenges and opportunities *Fabrication and Self-Assembly of Nanobiomaterial*, 149-177.<https://doi.org/10.1016/B978-0-323-41533-0.00006-4>; (2016).
- [62] Rai, M., Yadav, A., & Gade, A., Current trends in photosynthesis of metal nanoparticles. *Critical Reviews in Biotechnology*, 28, 277 – 284; (2008).
- [63] Mohanpuria, P., Rana, N.K., & Yadav, S. K., Biosynthesis of nanoparticles: technological concepts and future applications. *Journal of Nanoparticle Research*, 10, 507 –517; (2008).
- [64] Doble M, Kruthiventi AK. *Green Chemistry and engineering*. Cambridge: Academic Press; (2007).
- [65] Aguilar Z. *Nanomaterials for medical applications*. Boston: Elsevier; (2013).
- [66] Gommès, C. J. Roberts A, " Structure Development of Resorcinol Formaldehyde Gels: microphase Separation or colloid Aggregation. *Physical Review* "; (2008).
- [67] احمد حامد عبد حبيب, " دراسة بعض الخصائص الفيزيائية لأوكسيد المغنيسيوم (OgM) النانوي المطعم بأيوني السيريوم والحديد المحضر كيميائيا " رسالة ماجستير مقدمة الى مجلس كلية العلوم جامعة ديالى (2016).
- [68] N. Rosa-fox, M. Pinero, L. Esquivias, " Organic-Inorganic Hybrid Materials from Sol gels "; (2002).
- [69] C. J. Brinker, G. W. Scherer, " *Sol-Gel Science*", New York; (1990).
- [70] B. C. Dave, X. Hu and Y. Devaraj, " Sol–Gel-Derived Corrosion-Protection Coatings ", *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, Vol.32, PP. 143-147; (2004).

-
- [71] S. Tabesh, F. Davar and M. R. Loghman-Estarki, "Preparation of γ - Al_2O_3 nanoparticles using modified sol-gel method and its use for the adsorption of lead and cadmium ions", Journal of Alloys and Compounds, vol. 730, PP. 441-491; (2018).
- [72] J. D. wright, N.A.J.M. Sommerdi JK, " Sol-Gel Materials: chemistry And Applicatiopn "; (2000).
- [73] M. A. Aegerter, M. Menning, " Sol-Gel Technologies for Galss Producers And users "; (2004).
- [74] B. L. Mattes and L. Kazmarsk ,"Polycrystalline and Amorphou Thin Films and Devices", 2nd Edition , Academic Press; (1980).
- [75] D.C. Altamirano, G. Torres, R. Castanedo, O. Jimeuz, J.Marquez and S. Jimenez, "Influence of the Al content on the optical properties of, ZnO thin films obtained by the sol-gel technique", Superficies, vol.13P.66; (2001).
- [76] K. Alexander, "X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Material", John Wiley and sons; (1974).
- [77] C. Kittle,"Introduction to Solid State Physics",John Wiley and Sons Inc., 8th edition, New York; (2005).
- [78] أ.د. نعيمة عبد القادر أحمد, أ.د. محمد أمين سليمان, "علم البلورات والأشعة السينية", الطبعة الأولى, مطبعة دار الفكر العربي, القاهرة, (2005).
- [79] M. Caglar, S. Ilcan and Y. Caglar, "Influence of Temp- erature Substrate on Structural and Electrical Properties of ZnO Films", J.Sci, Vol.7No.2, pp.(153-159); (2006).
- [80] p. Mitra and Khan, "Materials chemistry and physics"; (2008).
- [81] غازي ياسين القيسي, "فيزياء الحالة الصلبة" ودار المسيرة للنشر والتوزيع والطباعة, الطبعة الاولى, (2011).
- [82] S. K. Tewksbury, "Semiconductors Materials", west Virginia University; (1995).
- [83] M. Santiago, " Introduction to X-Ray Diffraction meter" University of Puerto Rico; (2006).

-
- [84] X. M. Lin , Y. Cui , Y. H. Xu , B. Ren , & Z. Q. Tian , "Surface-enhanced Raman spectroscopy: substrate-related issues", *Analytical and bioanalytical chemistry*, Vol. 394, No. 7 ,PP. 1729-1745; (2009).
- [85] C. P. Poole Jr, & F. J. Owens, " introduction to nanotechnology", a JOHN WILEY and sons, Inc. publication ; (2003).
- [86] T. Turkki , " Studies on preparation and properties of Nano phase metal oxides", Ph.D .dissertation Material vetenskap; (1999).
- [87] S. Al-Ani, "Studies of optical and Related Properties of Thin Amorphous Films" ,Ph.D. Thesis, Brunel University; (1984).
- [88] Ali Jasim AL-Jabiry "Studying the Effect of Molarity on the Physical and Sensing Properties of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Spray Pyrolysis Technique" Ph.D. Thesis University of Technology ; (2007).
- [89] Ben Streetman, Sanjay Banerjee "Solid State Electronic Devices", 6nd edition, Hall International, Inc,U.S.A; (2009).
- [90] N. F. Mott, E. A. Davis , "Electronic Processes in non-Crystalline ", 2nd edition , Clarendon Press . Oxford; (2014).
- [91] يحيى نوري الجمال, "فيزياء الحالة الصلبة" مطبعة جامعة الموصل (1990).
- [92] C. F. K. Lingshirn, "Semiconductor Optics", Springer Verlag, Berlin Hridelberg, (1st ed.); (1997).
- [93] H. Ahmed, Bahaa H. Rabee, H. Hakim, A.Hashim , S. R. Salman, Preparation and Study of Optical Properties of (Polymer-Nickel Nitrate) Composite", *Advances in Physics Theories and Applications*, V. 20, p.p (152-157); (2013).
- [94] A. Boukhachem, B. Ouni, A. Bouzidi, A. Amlouk, K. Boubaker, M. Bouhafs, and M. Amlouk1," Quantum Effects of Indium/Ytterbium Doping on ZnO-Like Nano-CondensedMatter in terms of Urbach-Martienssen andWemple-DiDomenico Single-Oscillator Models Parameters" *Condensed Matter Physics*, V(2012), P.P(1-11); (2012).

- [95] احمد امين سليمان, احمد فؤاد باشا وشريف احمد خيرى, "فيزياء الجوامد" مطبعة الفكر العربي (2000).
- [96] O. Stenz-el , "The Physics of Thin Film Optical Spectra", An Introduction, Winz erlaer Str. 10, 07745 Jena, Germany; (2005).
- [97] B. L. Theraja, "Modern Physics", S.Chandand Company (PVY), NewDelhi; (1987).
- [98] J. I. Pankove , "Optical Processes Semiconductors", Prentice-Hall, Engle wood Cliffs, NewJersey; (1971).
- [99] زياد طارق خضير, "دراسة الخواص البصرية وبعض الخواص الكهربائية لأغشية الكادميوم المطعم بأوكسيد الفضة والمحضرة بطريقة الترسيب الكيميائي الحراري" رسالة ماجستير, كلية التربية, الجامعة المستنصرية, (2003).
- [100] رونق قيس غضبان, "نمذجة نظرية للمواد الواقية من الاشعاع" رسالة ماجستير, جامعة بغداد, (2009) .
- [101] Balla, Mohamed Balla Awad-Elkareem. "Use of Gamma Rays in the Medical Field." PhD diss., Sudan University of Science and Technology ; (2016).
- [102] J. Day, X. Huang, N. L. Richards, " Examination of a Grit Blasting Process for Thermal Spraying Using Statistical Methods", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 14, No. 4, pp. 471-47, 2005.
- [103] D. Tan, Y. Teng, Y. Liu, Y. Zhuang, and J. Qiu, "Preparation of zirconia nanoparticles by pulsed laser ablation in liquid", *Chemistry letters*, Vol. 38, No. 11, PP. 1102-1103, (2009).
- [104] افنان صعب فيحان, "دراسة وبائية لالتهاب المجاري البولية البكتيري في محافظة ديالى" رسالة ماجستير, كلية العلوم, جامعة ديالى, 2019
- [105] أبراهيم عدنان محمود الرجب, "دراسة بكتريولوجية لبكتريا *Proteus mirabilis* المعزولة من اخماج سريرية مختلفة في مدينة المقدادية", رسالة ماجستير, كلية التربية, جامعة ديالى, 2014
- [106] Pappas PG. "Invasive candidiasis" . Infect. Dis. Clin. North Am.20(3):485-506; (2006).
- [107] Salavati-Niasari, Masoud, Fatemeh Davar, and Zeinab Fereshteh. "Synthesis of nickel and nickel oxide nanoparticles via heat-treatment

of simple octanoate precursor." *Journal of alloys and Compounds* 494, no. 1-2: 410-414; (2010).

- [108] Rakshit, Soumyadipta, Srabanti Ghosh, Sayantani Chall, Soumya Sundar Mati, S. P. Moulik, and Subhash Chandra Bhattacharya. "Controlled synthesis of spin glass nickel oxide nanoparticles and evaluation of their potential antimicrobial activity: A cost effective and eco friendly approach." *RSC Advances* 3, no. 42: 19348-19356; (2013).
- [109] Acharyulu, N. P. S., R. S. Dubey, V. Swaminadham, Pratap Kollu, R. L. Kalyani, and S. V. N. Pammi. "Green synthesis of CuO nanoparticles using *Phyllanthus amarus* leaf extract and their antibacterial activity against multidrug resistance bacteria." *International Journal of Engineering Research & Technology* 3, no. 4; (2014).
- [110] Veisi, Hojat, Bikash Karmakar, Taiebeh Tamoradi, Saba Hemmati, Malak Hekmati, and Mona Hamelian. "Biosynthesis of CuO nanoparticles using aqueous extract of herbal tea (*Stachys Lavandulifolia*) flowers and evaluation of its catalytic activity." *Scientific Reports* 11, no. 1: 1-13; (2021).
- [111] Aldwayyan, A. S., F. M. Al-Jekhedab, M. Al-Noaimi, B. Hammouti, T. B. Hadda, M. Suleiman, and I. Warad. "Synthesis and characterization of CdO nanoparticles starting from organometallic dmphen-CdI₂ complex." *Int. J. Electrochem. Sci* 8, no. 8: 10506-10514; (2013).
- [112] Ghosh, M. and C.J.C.P.L. Rao, Solvothermal synthesis of CdO and CuO nanocrystals. 2004. 393(4-6): p. 493-497.
- [113] Reddy, S., et al., Synthesis of CdO nanoparticles and their modified carbon paste electrode for determination of dopamine and ascorbic acid by using cyclic voltammetry technique. 2010. 5: p. 10-17.
- [114] Alagiri, M., S. Ponnusamy, and C. J. J. o. M. S. M. i. E. Muthamizhchelvan, Synthesis and characterization of NiO nanoparticles by sol–gel method. 23(3): p. 728-732; (2012).

-
- [115] Qiao, H., et al., Preparation and characterization of NiO nanoparticles by anodic arc plasma method. 2009. 2009.
- [116] Permana, Y. and Y. Yulizar. Potency of *Parkia speciosa* Hassk seed extract for green synthesis of CdO nanoparticles and its characterization. in IOP conference series: Materials science and engineering. (2017).
- [117] Batool, Arifa, Syed Mujtaba Shah, Naimat Ullah, and Hazrat Hussain. "Synthesis, Characterization, and Photovoltaic Performance of CdO-Based Nano Hybrid Material in Solid-State Dye-Sensitized Solar Cells." *Journal of Electrochemical Energy Conversion and Storage* 18, no. 1: 011012; (2021).
- [118] Srihasam, Saiganesh, Krishnan Thyagarajan, Mallikarjuna Korivi, Veeranjaneeya Reddy Lebaka, and Siva Pratap Reddy Mallem. "Phytogenic generation of NiO nanoparticles using Stevia leaf extract and evaluation of their in-vitro antioxidant and antimicrobial properties." *Biomolecules* 10, no. 1: 89; (2020).
- [119] Alshatwi, Ali A., Jegan Athinarayanan, Vaiyapuri Subbarayan Periasamy, and Khalid A. Alatah. "Date fruits-assisted synthesis and biocompatibility assessment of nickel oxide nanoparticles anchored onto graphene sheets for biomedical applications." *Applied biochemistry and biotechnology* 181, no. 2: 725-734; (2017).
- [120] Shahidi, Sheila, Amir Jamali, Sanaz Dalal Sharifi, and Hamid Ghomi. "In-situ synthesis of CuO nanoparticles on cotton fabrics using spark discharge method to fabricate antibacterial textile." *Journal of Natural Fibers* 15, no. 6: 870-881; (2018).
- [121] Zhang, Qiaobao, Kaili Zhang, Daguo Xu, Guangcheng Yang, Hui Huang, Fude Nie, Chenmin Liu, and Shihe Yang. "CuO nanostructures: synthesis, characterization, growth mechanisms, fundamental properties, and applications." *Progress in Materials Science* 60: 208-337; (2014).
- [122] Skheel, A., M. Jaduaa, and A. Abd. Biosynthesis and characterization of CdO nanostructure and its influence on cancer cells of (HT29). in *Journal of Physics: Conference Series*. (2021).

-
- [123] Fazlali, F., A. reza Mahjoub, and R. J. S. S. Abazari, A new route for synthesis of spherical NiO nanoparticles via emulsion nano-reactors with enhanced photocatalytic activity. 48: p. 263-269; (2015).
- [124] Theivasanthi, T. and M.J.a.p.a. Alagar, Chemical capping synthesis of nickel oxide nanoparticles and their characterizations studies. (2012).
- [125] Taghavi Fardood, S. and A. J. J. o. N. Ramazani, Green synthesis and characterization of copper oxide nanoparticles using coffee powder extract.. 6(2): p. 167-171; (2016.)
- [126] Alhumaimess, Mosaed S., Amr A. Essawy, Mahmoud M. Kamel, Ibrahim Hotan Alsohaimi, and Hassan Hassan. "Biogenic-mediated synthesis of mesoporous Cu₂O/CuO nano-architectures of superior catalytic reductive towards nitroaromatics." *Nanomaterials* 10, no. 4: 781; (2020).
- [127] Al-Hada, Naif Mohammed, Elias Saion, Zainal Abidin Talib, and Abdul Halim Shaari. "The impact of polyvinylpyrrolidone on properties of cadmium oxide semiconductor nanoparticles manufactured by heat treatment technique." *Polymers* 8, no. 4: 113; (2016).
- [128] Chen, D. H. and X. R. J. M. R. B. He, Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method. 36 : (8-7)p. 1369-1377; (2001).
- [129] Zaien, M., K. Omar, and Z. J. I. J. o. P. S. Hassan, Growth of nanostructured CdO by solid-vapor deposition. 6 (17): p. 4176-418; (2011).
- [130] X. Wang, J. Song, L. Gao, J. Jin, H. Zheng, Z. Zhang, Optical and electrochemical properties of nanosized NiO via thermal decomposition of nickel oxalate nanofibers, *Nanotechnology* 16 3739; (2005).
- [131] R. Branek, H. Kisch, Tuning the optical and photoelectrochemical properties of surface-modified TiO₂, *Photochem. Photobiol. Sci.* 7 408; (2008).
- [132] A.A. Ezhilarasi, J.J. Vijaya, K. Kaviyarasu, M. Maaza, A. Ayeshamariam, L.J. Kennedy, Green synthesis of NiO nanoparticles

-
- using *Moringa Oleifera* extract and their biomedical applications: cytotoxicity effect of nanoparticles against HT-29 cancer cells, *J. Photochem. Photobiol. B Biol.* 164 352–360; (2016).
- [132] Sabouri, Zahra, Narges Fereydouni, Alireza Akbari, Hasan Ali Hosseini, Alireza Hashemzadeh, Mohammad Sadegh Amiri, Reza Kazemi Oskuee, and Majid Darroudi. "Plant-based synthesis of NiO nanoparticles using *salvia macrosiphon* Boiss extract and examination of their water treatment." *Rare Metals* 39, no. 10: 1134-1144; (2020).
- [133] Gebremedhn, Kiflom, Mebrahtu Hagos Kahsay, and Muluken Aklilu. "Green synthesis of CuO nanoparticles using leaf extract of *catha edulis* and its antibacterial activity." *Journal of Pharmacy and Pharmacology* 7, no. 7: 327-342; (2019).
- [134] Salehi, B., S. Mehrabian, and M.J.J.o.n. Ahmadi, Investigation of antibacterial effect of Cadmium Oxide nanoparticles on *Staphylococcus Aureus* bacteria. 12(1): p. 1-8; (2014).
- [135] Kumar, CR Rajith, Virupaxappa S. Betageri, G. Nagaraju, G. H. Pujar, B. P. Suma, and M. S. Latha. "Photocatalytic, nitrite sensing and antibacterial studies of facile bio-synthesized nickel oxide nanoparticles." *Journal of Science: Advanced Materials and Devices* 5, no. 1: 48-55; (2020).
- [136] Ethiraj, A.S. and D. J. J. N. r. l. Kang, Synthesis and characterization of CuO nanowires by a simple wet chemical method.. 7(1): p. 1-5; (2012).
- [137] Arun, K. J., K. Shijith Kumar, A. K. Batra, M. D. Aggarwal, and P. J. Francis. "Surfactant free hydrothermal synthesis of Cdo nanostructure and its characterization." *Advanced Science, Engineering and Medicine* 7, no. 9: 771-775; (2015).
- [138] Mohamed S., Bereksi H., Chahrazed B., Djamel E., Evaluation of "Antibacterial Activity of some Medicinal Plants Extract Commonly Used in Algerian Traditional Medicine against some Pathogenic Bacteria". *Pharmacognsy Journal*; 10 (3), 507-512 (2018).
- [139] Sharmila, Govindasamy, and Marimuthu Thirumarimurugan. "Phytofabrication, characterization and antibacterial activity of *Cassia auriculata* leaf extract derived CuO nanoparticles." *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials* 27, no. 3: 668-673; (2017).

-
- [140] Lee, C., Kim, J. Y., Lee, W. I., Nelson, K. L., Yoon, J., & Sedlak, D. L., "Bactericidal effect of zero-valent iron nanoparticles on *Escherichia coli*. *Environmental science & technology*", 42(13), 4927-4933; (2008).
- [141] Salim A A, Bidin N, Lafi A S and Huyop F Z, "Antibacterial activity of PLAL synthesized nanocinnamon". *Materials and Design* 132 486-495; (2017).
- [142] Ahmed, N. Abd, Mohammed F Al-Marjani, and Zahraa A Kadham. "Synthesis of CdO NPs for antimicrobial activity." *International Journal of Thin Film Science and Technology* 7.1 (2018): 6.

Abstract

In this study, two different methods were used, the sol-gel method and the biological method, also called the green synthesis method, as well as two types of plant extracts (orange and olive leaf extract) as oxidizing and reducing agents, in order to prepare the oxides of nickel, copper and cadmium. nanostructured.

The structural and optical properties of the prepared oxides were studied, which included X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (FE-SEM), energy-dispersive X-ray spectrometry (EDS), UV-Vis spectrometry and infrared spectrometry. For Fourier transforms (FT-IR) respectively for all the prepared oxides, the activity of the prepared nano-oxides was tested in the field of biological application to inhibit two types of laboratory bacteria (*Escherichia coli*) and (*Staphylococcus*) and one type of fungi (*Candida albicans*).

The results of X-ray diffraction (XRD) tests showed that the prepared oxides were of polycrystalline composition, some of the cubic type and some of the monoclinic type, as the grain size rate (D) and the lattice constant were calculated. (a_0).

The (FE-SEM) images and (EDS) scans showed that the oxides we obtained have different nanostructures and different formation ratios .

The optical properties of the prepared oxides were studied using the absorption and transmittance spectroscopy, using (UV-Vis) measurement, as the energy gap was calculated and there was a decrease and increase in the energy gap according to the type of plant extract used, and by measuring (FT-IR) the energy bands (O-H) and (C = O) for all the prepared oxides.

The inhibition activity of the oxides (nickel, copper and cadmium) prepared by using the green synthesis method with using two types of plant extracts (orange leaf extract and olive leaf extract) on Gram-negative *Escherichia coli* bacteria). To cadmium oxide prepared using orange leaf extract, as well as to Gram-positive bacteria (*Staphylococcus*), high inhibition rates were found for all prepared oxides, and the highest inhibition rate (50 mm) was also due to cadmium oxide prepared using orange leaf extract.

The inhibition activity of the oxides (nickel, copper and cadmium) prepared by using the (sol-gel) method was tested with using two types of plant extracts (orange leaf extract and olive leaf extract) on Gram-negative bacteria (*Escherichia coli*). (44 mm) refers to cadmium oxide prepared using orange leaf extract, and this is similar to the inhibition rate of the same oxide prepared by the simple chemical method, and this indicates that the two methods give highly efficient nano-oxides, as well as on Gram-positive bacteria (*Staphylococcus*). The inhibition ratio (47 mm) is also due to the copper oxide prepared using orange leaf extract, and this shows that the orange leaf extract acts as a very strong catalyst in getting rid of the minerals contained in nitrates to form a high-precision and efficient nano-oxide.

The inhibition activity of oxides prepared by the two different methods was tested using two types of plant extracts on one of the fungi (*Candida albicans*) and found the highest inhibition rate (49 mm) due to cadmium oxide prepared by a green synthesis method using olive leaf extract, and the highest inhibition rate (47 mm) due to oxide Cadmium prepared by (sol-gel) method using orange leaf extract and olive leaf extract.



Republic of Iraq
Ministry of Higher Education and Scientific Research
University of Diyala
College of Sciences
Department of Physics



Preparation and study of the physical properties of some nano-oxides and their biological applications

A Thesis
Submitted to the Council of College of Science
University of Diyala in Partial Fulfillment
for the Degree of M.Sc. in Physics
By

Noor Muhammad Ibrahim

(B.Sc. in Physics 2017)
Supervised By

Prof . Dr. Ziad Tariq Khodair

Prof . Dr. Talab Jawaad Kazim

2022 A.D

1443 A.H