جمهورية العراق
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة ميسان
كلية التربية الأساسية
قسم العلوم العامة

توليف وتوصيف جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة الخضراء مدعومة بالترسيب المشترك وتطبيقها بيولوجيا

رسالة مقدمة الى مجلس كلية التربية الأساسية ـ جامعة ميسان وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في العلوم العامة (علوم عامة تخصصية)

من الطالب

كرار رمضان كرم

إشـــــراف
أ.م. انس صبري أبوعلي
أ.م.د. هديل صالح مهدي

1447 هـ ميسان 2026 م

بِسْمِ ﷲِ الرَّحْمَـٰنِ الرَّحِيمِ

((إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ١٩٠ ۝ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ ۚ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَٰذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ١٩١ ۝))

(آل عمران: 190–191)

صدق الله العظيم

إقرار المشرفين

نقر نحن المشرفين إن الرسالة الموسومة **(توليف وتوصيف جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة الخضراء مدعومة بالترسيب المشترك و تطبيقها بيولوجيا)** والمقدمة من قبل الطالب **(كرار رمضان كرم)** قد جرت تحت اشرافنا في قسم العلوم العامة ـ كلية التربية الأساسية ـ جامعة ميسان وهي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في العلوم العامة / علوم عامة تخصصية .

التوقيع :

اسم المشرف الثاني : هديل صالح مهدي

اللقب العلمي : الأستاذ المساعد الدكتور

التوقيع :

اسم المشرف الاول : أنس صبري ابوعلي

اللقب العلمي : الأستاذ المساعد

رئيس قسم العلوم

الاسم : هاشم حنين كريم

اللقب العلمي : الأستاذ الدكتور

إقرار المقومين العلميين

نقر نحن المقومين العلميين بتقويم رسالة الماجستير- **الموسومة (توليف و توصيف جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة الخضراء مدعومة بالترسيب المشترك و تطبيقها بيولوجيا)** للطالب **(كرار رمضان كرم)** علميا من قبلنا و هي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير- في العلوم العامة /علوم عامة تخصصية.

التوقيع :

الاسم : علي مهدي عبد الحسين

اللقب العلمي : الاستاذ المساعد الدكتور

العنوان: جامعة كربلاء- كلية التربية للعلوم الصرفة

التوقيع :

الاسم : زهرة عدنان داخل

اللقب العلمي : الاستاذ الدكتور

العنوان : جامعة ميسان - كلية العلوم

إقرار المقوم اللغوي

أقر بتقويم رسالة الماجستير الموسومة **(توليف وتوصيف جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة الخضراء مدعومة بالترسيب المشترك و تطبيقها بيولوجيا)** للطالب **(كرار رمضان كرم)** لغويا من قبلي و هي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في العلوم العامة / علوم عامة تخصصيه.

التوقيع :

الاسم : مرتضى حمدان عاجب

اللقب العلمي : المدرس الدكتور

العنوان : جامعة ميسان ـ كلية التربية الاساسية

إقرار المقوم الإحصائي

اقر بان الرسالة الموسومة **(توليف وتوصيف جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة الخضراء مدعومة بالترسيب المشترك و تطبيقها بيولوجيا)** التي تقدم بها الباحث **(كرار رمضان كرم)** قد جرى تقويمها من الناحية الاحصائية من قبلي و هي جزء من متطلبات نيل درجة الماجستير في العلوم العامة /علوم عامة تخصصية.

التوقيع :

الاسم : صباح حسن جاسم

اللقب العلمي : الاستاذ المساعد

العنوان : جامعة ميسان ـ كلية التربية الاساسية

اقرار لجنة المناقشة

نحن أعضاء لجنة المناقشة الموقعون أدناه . نشهد اننا قد اطلعنا على الرسالة الموسومة **(توليف و توصيف جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة الخضراء مدعومة بالترسيب المشترك و تطبيقها بيولوجيا)** المقدمة من قبل الطالب **(كرار رمضان كرم)** وقد ناقشناها و وجدناها مستوفية للمتطلبات العلمية لنيل درجة الماجستير في العلوم العامة / علوم عامة تخصصية .

التوقيع :

الاسم : عدي علي صبيح

اللقب العلمي : الاستاذ المساعد الدكتور

(رئيس اللجنة)

التوقيع :

الاسم : سيف محمد حسن

اللقب العلمي : الاستاذ المساعد الدكتور

(عضوا)

التوقيع :

الاسم : سرى سمير علوان

اللقب العلمي : الاستاذ المساعد

(عضوا)

التوقيع :

الاسم : انس صبري ابو علي

اللقب العلمي : الاستاذ المساعد

(عضوا ومشرفا)

مصادقة عمادة كلية التربية الاساسية / جامعة ميسان

التوقيع:

الاسم: هديل صالح مهدي

التوقيع :

الاسم : غسان كاظم جبر

اللقب العلمي: الاستاذ المساعد الدكتور **اللقب العلمي : الاستاذ الدكتور**

(عضوا ومشرفا) **عميد كلية التربية الاساسية ـ جامعة ميسان**

التاريخ :

الإهـــــداء

إلى من غمروني بمحبتهم , وألهموني الصبر , وكانوا النور الذي رافق خطواتي في دروب العلم والمعرفة :-

إلى روح والدي الطاهرة ....

رحلت عن الدنيا جسدا وبقيت في قلبي دعاء وسندا لا ينقطع . كنت و تزال النور الذي انار دربي , والبوصلة التي توجهني نحو الخير .

إلى أمي الحبيبة .....

التي حملت عني اثقال الايام , وكانت الحضن الدافئ والدعاء الصادق في كل حين .

إلى اخوتي الأعزاء....

الركن الثابت, والسند الحقيقي , والدافع الذي جعلني أواصل المسير, لكم مني كل الشكر والتقدير فبكم كانت هذه الخطوة ممكنة .

إلى زوجتي الغالية....

شريكة الرحلة, ونصف القلب, التي وقفت بجانبي صابرة ومشجعة, واحتملت الكثير لأصل الى هذا اليوم . شكرا لحبك ودعمك اللامحدود.

إلى صغيري العزيزين....

يا فرحتي وسعادتي, يا من تملؤون ايامي بهجة واملا, اهديكما هذا الانجاز, عسى ان يكون مصدر فخر لكما في المستقبل, كما انتما مصدر فخري اليوم.

اليكم جميعا.....

أهدي ثمرة هذا الجهد المتواضع بكل الحب والامتنان والوفاء ...

عرفان بالجميل

اتقدم بخالص الشكر والتقدير الى عمادة كلية التربية الاساسية و قسم العلوم العامة لما قدموه من دعم و تسهيلات اسهمت في انجاز هذه الرسالة.

إن بلوغ هذه المرحلة من الرسالة لم يكن ليتحقق لولا توفيق الله أولا, ثم الأيادي البيضاء التي احاطتني بالعون والدعم خلال رحلتي العلمية. اتوجه بخالص الشكر وعظيم الامتنان الى مشرفي الفاضلين : **(أ.م. انس صبري ابو علي) و (أ.م.د.هديل صالح مهدي)** لما قدموه لي من وقت وجهد وتوجيه علمي دقيق ولصبرهم الكريم على مناقشاتي واستفساراتي المتكررة فلهم مني كل التقدير .

ولا يفوتني أن أعبر عن امتناني لكل أعضاء اللجنة العلمية الذين أكرموني بملاحظاتهم البناءة, التي أسهمت في صقل هذا العمل وتطويره .

كما أخص بالشكر عائلتي العزيزة. التي كانت سندي الحقيقي, وعلى راسهم والدتي التي غرست في قلبي حب العلم, و والدي رحمه الله الذي لا زالت دعواته تضيء لي الطريق, وأشكر اخوتي على دعمهم الهادئ الذي كنت استمد منه طاقتي في اللحظات الصعبة.

أما زوجتي الحبيبة فكانت رفيقة الدرب في هذه الرحلة, تشاركني السهر والقلق, وتبث في نفسي الطمأنينة فشكرا لها من القلب, ولأطفالي الذين كانوا الدافع الاكبر لأن اقدم كل ما لدي.

لكل من مر بطريق هذا العمل, وترك فيه أثرا طيبا, أقول : شكرا لكم جميعا.

الـــخـــلاصـــــة

ان ايجاد طرق صديقة للبيئة لتحضير جسيمات نانوية تمتلك كفاءة في التطبيقات الحيوية يمثل نقطة ارتكاز البحث الحالي كما هو الحال عالميا. اذ تتشابه مراكز البحث العلمية للوصول الى تلك الغاية, بالأخص عندما تكون هذه الطرق فاعلة في تقليل التأثيرات السمية للمواد النانوية المؤلفة. والاعتماد على الطرق الكيميائية التقليدية. اذ تناولت هذه الدراسة تحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام الطريقة النباتية (الخضراء) المعتمدة على مستخلص اوراق نبات (*Clivia miniata*) كعامل اختزال و تثبيت طبيعي. مع مقارنتها بالجسيمات المحضرة بالطريقة الكيميائية (الترسيب المشترك) و ذلك بهدف دراسة خصائصها التركيبية و البصرية و المورفولوجية وتقييم فعاليتها في التطبيقات البيولوجية. جرت مقارنة بين طريقتي التحضير. حيث أظهرت نتائج حيود الأشعة السينية (XRD) أن جسيمات(NiO NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية (الترسيب المشترك) تمتلك تركيبًا بلوريًا مكعبًا ممركز الأوجه (FCC) متوافقًا مع القيم القياسية لأوكسيد النيكل، بمتوسط حجم بلورات ((56.61 nm للجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية و (55.96 nm) أذ دلّ اتساع قمم الحيود على أن الحجوم البلورية تقع ضمن المدى النانوي (1-100 nm). وكشفت صور المجهر الإلكتروني الماسح ذي للانبعاث المجالي (FE-SEM) ان الجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) ذات شكل شبه كروي ومتوسط حجم الحبيبات هو ((182 nm. بينما الجسيمات المحضرة بالطريقة الكيميائية يكون شكلها حبيبي وغير منتظم ومتوسط حجمها((133 nm وأكد تحليل (EDX) للجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية(الخضراء) الى عدم نقاء الجسيمات من خلال ظهور عناصر اخرى غير النيكل والأوكسجين بسبب حدوث تلوث طفيف اثناء الفحص، في حين اكد تحليل EDX)) للجسيمات المحضرة بالطريقة الكيميائية نقاء الجسيمات من خلال ظهور عنصري النيكل و الاوكسجين فقط في العينة. كما أظهرت قياسات مطيافية الأشعة فوق البنفسجية–المرئية (UV-Vis) نطاق امتصاص مميز في منطقة الأشعة فوق البنفسجية، يعكس انتقالات إلكترونية مرتبطة بفجوة الطاقة وتأثير الحجم النانوي. وان قيمة فجوة الطاقة للجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) هي eV) (

3.97 بينما قيمة فجوة الطاقة للجسيمات المحضرة بالطريقة الكيميائية eV) (3.61 . و يوضح المجهر الإلكتروني النافذ (TEM) أن الجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية ذات شكل شبه كروي وتوزيع حجمي غير متجانس نسبيًا، مع وجود تكتلات بسيطة نتيجة الطاقة السطحية العالية. و ان متوسط حجم جسيمات (NiO NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) هو (43 nm) بينما المحضرة بالطريقة الكيميائية متوسط حجمها (22 nm). وأكدت نتائج مطيافية الأشعة

تحت الحمراء (FTIR) وجود روابط Ni–O)) المميزة، إضافة إلى قمم ناتجة عن المجاميع الوظيفية الحيوية في المستخلص النباتي، مما يثبت دورها في اختزال أيونات النيكل وتثبيت الجسيمات. أظهرت قياسات جهد زيتا (Zeta Potential) امتلاك جسيمات (NiO NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) لاستقرار متوسط في المحاليل بلغ -21 mV)). مع قابلية تكتل عالية نسبيا اما جسيمات (NiO NPs) المحضرة بالطريقة الكيميائية فأنها تمتلك استقرار عالي نسبيا بلغ -26 m V)) مع تكتل اقل نسبيا. اما في الجانب البيولوجي، أظهرت جسيمات (NiO) النانوية نشاطًا مضادًا للبكتيريا ضد كل من بكتيريا الإشريكية القولونية *(Escherichia coli)* وبكتيريا المكورات العنقودية الذهبية *Staphylococcus aureus))* ، حيث لوحظت مناطق تثبيط واضحة. ويُعزى هذا التأثير إلى صغر حجم الجسيمات وزيادة المساحة السطحية، مما يعزز تفاعلها مع الجدار الخلوي للبكتيريا، إضافة إلى قدرتها على توليد أنواع الأوكسجين التفاعلية (ROS) وإطلاق أيونات النيكل التي تؤدي إلى تلف الخلايا البكتيرية. كما أظهرت الجسيمات نشاطًا مضادًا للأكسدة، يُعزى إلى المركبات الحيوية المتبقية من المستخلص النباتي على سطح الجسيمات، والتي تعمل على تثبيط الجذور الحرة (ROS). وعلى مستوى الخلايا السرطانية، بينت نتائج اختبارات السمية الخلوية أن جسيمات (NiO) النانوية تمتلك تأثيرًا مثبطًا لنمو خلايا سرطان الثدي من نوع (MDA-MB-231)، حيث انخفضت حيوية الخلايا بشكل ملحوظ مع زيادة تركيز الجسيمات، نتيجة التفاعل مع الأغشية الخلوية وتحفيز آليات الموت الخلوي. بصورة عامة، تؤكد نتائج هذه الدراسة أن الطريقة الخضراء تُعد وسيلة فعالة وصديقة للبيئة لتحضير جسيمات أكسيد النيكل النانوية بخصائص فيزيائية مستقرة وكفاءة حيوية عالية، مما يجعلها طريقة مرشحة واعدة للتطبيقات الطبية والبيئية، خصوصًا في تثبيط مكافحة البكتيريا ومعالجة السرطان. كما توصي الدراسة بالتوسع في استخدام الطرق النباتية (الخضراء) في تحضير المواد النانوية، وإجراء دراسات مستقبلية مع تقييم تأثيرها السريري وتطبيقاتها في المجالات الطبية والبيئية.

قائمة المختصرات

الاختصار	المعنى	
NPs	Nanoparticles	جسيمات نانوية
NiO	Nickel Oxide	أوكسيد النيكل
0D	Zero Dimension	أبعاد صفريه
1D	One Dimension	أبعاد احادية
2D	Two Dimensions	أبعاد ثنائية
3D	Three Dimensions	أبعاد ثلاثية
ICDS	International Centre for Diffraction Data	البطاقة القياسية العالمية
SWNT	Single Walled Nanotubes	أنابيب نانوية وحيدة الجدران
MWNT	Multi Walled Nanotubes	أنابيب نانوية متعددة الجدران
mμ	Micrometer	مايكرومتر
FDA	Food and Drug Administration	أدارة الغذاء و الدواء الامريكية
MCF-7	Michigan Cancer Foundation-7	خط خلوي لسرطان الثدي البشري
Hep-G2	Hepatocellular Generation-2	خط خلوي لسرطان الكبد البشري
HT-29	Human Tumor-29	خط خلوي ورمي لسرطان القولون البشري
MTT assay	2,5--(dimethylthiazol-2-yl-4,5)-3 diphenyltetrazolium bromide	اختبار قياس حيوية الخلايا
DNA	Deoxyribo Nuclei Acid	الحمض النووي منقوص الاوكسجين
M-H	Muller Hinton agar	وسط زرعي لنمو البكتيريا
EDTA	Ethylene Diamine Tetra acetic acid	حمض إيثيلين ثنائي الامين رباعي حمض الاسيتيك
DMSO	Dimethyl Sulf Oxide	ثنائي مثيل سلفوكسيد
RPMI1640	Roswell Park Memorial Institute	وسط زراعة خلايا محددة كيميائيا

MDA-MB-231	M.D.Anderson Metastatic Breast	خط خلوي لسرطان الثدي البشري
BET	Brunauer Emmett Teller	نظرية بروناور- و ايميت و تيلر للامتزاز- متعدد الطبقات
XRD	X-Ray Diffraction	حيود الاشعة السينية
FE-SEM	Field Emission Scanning Electron Microscopy	المجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي
EDS	Energy Dispersive spectroscopy	مطيافية الاشعة السينية المشتتة للطاقة
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy	مطيافية الاشعة تحت الحمراء باستخدام تحويلات فوريه
UV-Vis	UV-Visible spectrometer	مطيافية الاشعة فوق البنفسجية - المرئية
UV-Vis-NIR	Ultra Violet-Visible spectro photo meter NIR	مطيافية الاشعة فوق البنفسجية - المرئية و تحت الحمراء القريبة
FWHM	Full Width at half Maximum	العرض الكامل عند منتصف الشدة العظمى
E.coli	Escherichia coli	بكتيريا القولون
S. aureus	Staphylococcus aureus	بكتيريا المكورات العنقودية
ROS	Reactive oxygen species	انواع الاكسجين التفاعلية
TEM	Transmission Electron Microscopy	المجهر الالكتروني النافذ
FCC	Face Centered Cubic	مكعب متمركز- الاوجه
WDS	Wavelength Dispersive Spectroscopy	مطيافية تشتت الطول الموجي

قائمة الرموز

الرمز	المعنى	الرمز	المعنى

N_{peaks}	عدد القمم الحيود الظاهرة في نمط XRD	kV	كيلو فولت
d_{hkl}	المسافات البينية بين المستويات البلورية	Θ_B	زاوية حيود براغ
β	العرض الكامل عند منتصف القمة العظمى FWHM	mA	ملي امبير
H	ثابت بلانك	E_g	فجوة الطاقة البصرية
w_t	الوزن الجزيئي	N	عدد صحيح يمثل مرتبة التداخل
α	معامل الامتصاص	M	التركيز المولاري
%	النسبة المئوية	A	الامتصاصية
° C	سيليزي	G	الغرام
Ω	التردد الزاوي	pH	الاس الهيدروجيني
$A°$	انكستروم	h k l	معاملات ميلر
K_α	اشعة لايمان ـ الفا	Cu	نوع مادة هدف XRD
K	ثابت شيرر	eV	الكترون فولت
Mol	مول	mV	ملي فولت
mL	ملي لتر	mg	ملي غرام
µg	مايكرو غرام	Λ	الطول الموجي
V	الحجم	M.W	الكتلة المولية للمادة

قائمة المحتويات

الفصل الاول

المقدمة و الدراسات السابقة		
1)-(1	المقدمة	1
1)-(2	المنظور التاريخي	2
1)-(3	الجسيمات النانوية NPs	3
1)-(4	أوكسيد النيكل NiO	3
1)-(5	استعمالات أوكسيد النيكل NiO	5
1)-(6	تقنيات المواد الحيوية النانوية	5
1)-(7	الدراسات السابقة	6
1)-(8	أهداف البحث	9
الفصل الثاني **الجزء النظري**		
2)-(1	المقدمة	11
2)-(2	المفاهيم الأساسية للمواد النانوية	11
2)-(3	تصنيف المواد النانوية	12
(2-3-1)	التصنيف حسب الابعاد	12
(2-3-2)	التصنيف حسب التركيب الكيميائي	13
2)-(4	أشكال المواد النانوية	14
2)-(5	خواص المواد النانوية	19
2)-(5-1	الخواص الفيزيائية	19
(2-5- 2)	الخواص البصرية	19
2)-(5-3	الخواص الكيميائية	20
2)-(5-4	الخواص الميكانيكية	20
2)-(5-5	الخواص المغناطيسية	20
2)-(5-6	الخواص الكهربائية	20
2)-(6	طرق تحضير الجسيمات النانوية	21
2)-(7	طريقة التحضير الاخضر	22
2)- (8	طريقة الترسيب المشترك	24
2)-(9	تشخيص الجسيمات النانوية	25
2)-(10	الخصائص التركيبية	26
2)- 10-(1	حيود الاشعة السينية XRD	26

2)-10- 1-(1	قانون براغ	29
(2-10-1-2)	حساب متوسط حجم البلورات	30
2)-10-(2	المجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي FE- SEM	31
2)-10-(2	مطيافية الاشعة السينية المشتتة للطاقة EDX	32
2)-11-(2	المجهر الالكتروني النافذ TEM	32
2)-11(2	الخصائص البصرية	33
2)-11-(1	مطيافية الاشعة فوق البنفسجية- المرئية UV-Vis	33
2)-11-(3	مطيافية الاشعة تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه FTIR	34
2)-11-(4	جهد زيتا Zeta Potential	35
2)-12(2	تطبيقات المواد النانوية	35
2)-13(2	النشاط المضاد للبكتيريا لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPs	37
2)-(14	النشاط المضاد للخلايا السرطانية لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPs	39
الفصل الثالث **الجزء العملي**		
3)-(1	مقدمة	42
(3-2)	المواد المستخدمة في العمل	42
3)-3(	الأجهزة والأدوات المستخدمة في العمل	44
3)-(4	جمع العينة (النبات)	45
3)-5(	تحضير المستخلص النباتي	46
(3-6)	تحضير جسيمات نانوية من نترات النيكل سداسية الهيدرات باستخدام مستخلص مائي لنبات *Clivia miniata*	47
3)-(7	تحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية باستخدام هيدروكسيد الصوديوم NaOH	50
3)-(8	أجهزة قياس الخواص التركيبية	51
3)-8-(1	حيود الأشعة السينية XRD	51
3)-8-(2	المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاث المجالي FE-SEM	53
3)-8-(3	مطيافية الأشعة السينية المشتتة للطاقة EDX	54
3)-(9	أجهزة قياس الخواص البصرية	55
3)-9-(1	مطيافية الأشعة فوق البنفسجية - المرئية UV-Vis	55

(3-9-2)	المجهر الإلكتروني النافذ TEM	58
(3-9-3)	مطيافية الأشعة الحمراء تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه FTIR	58
(3-9-4)	جهد زيتا	60
(3-10)	الأجهزة و الأدوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي(البكتيريا)	60
(3-11)	طريقة التعقيم	61
(3-12)	تحضير وسط مولر ـ هنتون اغار	62
(3-13)	اختبار التثبيط	62
(3-14)	الاجهزة والادوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي (الخلايا السرطانية)	63
(3-15)	صيانة مزارع الخلايا	63
(3-16)	اختبارات السمية الخلوية	64
(3-17)	التحليل الإحصائي	64
الفصل الرابع **النتائج و المناقشات**		
(4-1)	مقدمة	66
(4-2)	نتائج القياسات التركيبية	66
(4-2-1)	نتائج حيود الأشعة السينية XRD لأوكسيد النيكل النانوي NiO	66
(4-2-1-1)	المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	66
(4-2-1-2)	المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	69
(4-2-2)	نتائج المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاث المجالي FE-SEM لأوكسيد النيكل النانوي NiO	71
(4-2-2-1)	المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	71
(4-2-2-2)	المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	74
(4-3)	نتائج القياسات البصرية	77
(4-3-1)	نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية - المرئية UV-Vis	77
(4-3-2)	نتائج فحص المجهر الإلكتروني النافذ TEM لأوكسيد النيكل النانوي NiO	81
(4-3-2-1)	المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	81
(4-3-2-2)	المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	83

(4-3-3)	نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه FTIR لأوكسيد النيكل النانوي NiO	85
(4-3-3-1)	المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	85
(4-3-3-2)	المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	88
(4-3-4)	نتائج Zeta Potential لأوكسيد النيكل النانوي NiO	90
(4-4)	التطبيقات البيولوجية	92
(4-4-1)	فعالية جسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPS المضادة لبكتيريا *Staphylococcus aureus*	92
(4-4-1-1)	المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	92
(4-4-1-2)	المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	93
(4-4-2)	فعالية جسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPs المضادة لبكتيريا *Escherichia coli*	94
(4-4-2-1)	المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	94
(4-4-2-2)	المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	95
(4-4-3)	فعالية NiO NPs المضادة للخلايا السرطانية MDA-MB-231	98
(4-4-3-1)	المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق *Clivia miniata*	98
(4-4-3-2)	المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	100
الفصل الخامس **الاستنتاجات و التوصيات**		
(5-1)	الاستنتاجات	105
(5-2)	التوصيات	106
المراجع		108

قائمة الاشكال

الرقم	الشكل	الصفحة
(1-1)	التركيب البلوري المكعب لأوكسيد النيكل NiO	4

2)-(1	أمثلة عن المواد النانوية بحسب أبعادها	12
2)-(2	فئتان اساسيتان من المواد النانوية. المواد العضوية/ غير العضوية	13
2)-3)	الكرات النانوية	15
2)-(4	جسيم نانوي	16
2)-(5	بعض من اشكال الأنابيب النانوية	17
2)-6)	شكل الأسلاك النانوية	18
2)-7)	شكل الألياف النانوية	19
2)-(8	مخطط يوضح طرق تحضير المواد النانوية	21
2)-9)	المركبات الحيوية الموجودة في المستخلص النباتي و دورها في تخليق الجسيمات النانوية	22
(2-10)	المصادر الحيوية المستخدمة في عملية تحضير الجسيمات النانوية بالطريقة البيولوجية	24
(2-11)	مورفولوجية الجسيمات النانوية الناتجة بطريقة الترسيب المشترك	25
2)-12)	السمات التشخيصية للجسيمات النانوية	26
(2-13)	مخطط للتشخيص بحيود الاشعة السينية	27
2)-4)1	حيود الاشعة السينية ((a للمواد اللا بلورية b)) للمواد المتبلورة (c) متعددة التبلور	28
2)-(15	أنماط XRD لـ NiO NPs المحضرة بطريقة التوليف الاخضر باستخدام خلاصة بذور الفرس امريكانا	28
2)-(16	المستويات البلورية وقانون براغ	30
2)-17)	مخطط للمجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي	31
(2-18)	صورة للمجهر الالكتروني النافذ اضافة الى رسم يبين مكوناته الداخلية	33
2)-(19	مخطط مبسط للمكونات الرئيسية في مطيافية UV-Vis	34
2)-(20	فعالية NiO NPs المحضرة بالطريقة الخضراء المضادة للبكتيريا	39
3)-1)	مخطط انسيابي يوضح تحضير NiO بالطريقتين النباتية و الكيميائية والفحوصات وصولا للتطبيقات البيولوجية	44
(3-2)	نبات *Clivia miniata* المستخدم	45
3)-3)	مراحل استخلاص المستخلص النباتي لأوراق *Clivia miniata*	46
3)-4)	خطوات تحضير NiO NPs بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata*	49

3)-(5	جهاز XRD المستخدم في الفحص	52
3)-(6	صورة مقطعية لجهاز XRD و كيفية عمله	52
3)-(7	جهاز FE-SEM المستخدم في الفحص	53
3)-(8	مخطط يوضح آليه عمل جهاز FE-SEM	54
(3-9)	جهاز EDX المستخدم في الفحص	54
3)-(10	جهاز UV-Vis المستخدم في الفحص	55
3)-(11	مخطط يوضح آليه عمل جهاز UV-Vis	56
3)-(12	جهاز TEM المستخدم في الفحص	58
3)-(13	جهاز FTIR المستخدم في الفحص	59
3)-(14	مخطط يوضح آليه عمل جهاز FTIR	59
3)-(15	جهاز Zeta Sizer المستخدم في الفحص	60
4)-(1	أنماط حيود الاشعة السينية XRD لمسحوق NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata*	68
4)-(2	انماط حيود الاشعة السينية XRD لمسحوق NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	70
4)-(3	صورة FE-SEM لمسحوق NiO المحضر بالطريقة الخضراء باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata*	72
4)-(4	توزيع احجام جسيمات NiO المحضرة نباتيا باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata* و المحسوبة من صورة FE-SEM	72
4)-(5	صورة لمطيافية تشتت الطاقة EDX لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata*	73
4)-(6	صورة FE-SEM لمسحوق NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	74
4)-(7	توزيع احجام جسيمات NiO المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH و المحسوبة من صورة FE-SEM	75
4)-(8	صورة لمطيافية تشتت الطاقة EDX لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	76
4)-(9	صورة التحليل الطيفي لـ UV-Vis لكل من المستخلص النباتي و NiO المحضر بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الكيميائية	77
4)-(10	مقدار فجوة نطاق الطاقة لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء)	79

	باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata*	
4)-(11	مقدار فجوة نطاق الطاقة لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	81
4)-(12	صورة TEM لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata*	82
4)-(13	توزيع أحجام جسيمات NiO المحضرة نباتيا باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata* و المحسوبة من صورة TEM	82
4)-(14	صورة TEM لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	83
4)-(15	توزيع أحجام جسيمات NiOالمحضرة كيميائيا باستخدام NaOH و المحسوبة من صورة TEM	84
4)-(16	صورة طيف FTIR لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata*	85
4)-(17	صورة طيف FTIR لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH	89
4)-(18	صورة منحنى جهد زيتا لـNiO NPs المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الكيميائية	91
4)-(19	يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) ضد بكتيريا *S. aureus* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ml، بينما يوضح الشكل B تركيز 250 µg/ ml، ويبين الشكل C تركيز 500 µg/ ml	93
4)-(20	يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية ضد بكتيريا *S. aureus* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ ml. بينما يوضح الشكل B المعالجة بتركيز 250 µg/ ml . يبين الشكل C بتركيز 500 µg/ ml	94
4)-(21	يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) ضد بكتيريا *E. coli* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ ml، بينما يوضح الشكل B تركيز 250 µg/ ml، ويبين الشكل C تركيز 500 µg/ ml	96

(22-(4	يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية ضد بكتيريا *E .coli* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ ml. بينما يوضح الشكل B المعالجة بتركيز 250 µg/ ml. يبين الشكل C بتركيز 500 µg/ ml	96
23)-(4	تأثير السمية الخلوية لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) في خلايا MDA-MB-231	98
24)-(4	صورة خلايا MDA-MB-231 غير المعالجة . قوة التكبير 40x	99
25)-(4	صورة التغيرات المورفولوجية في خلايا MDA-MB-231 بعد معالجتها بـ NPs NiO المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) قوة التكبير 40x	100
(26-(4	تأثير السمية الخلوية لـ NiO المحضر بالطريقة الكيميائية في خلايا MDA-MB-231	101
27)-(4	صورة خلايا MDA-MB-231 غير المعالجة . قوة التكبير 40 x	102
28)-(4	صورة التغيرات المورفولوجية في خلايا MDA-MB-231 بعد معالجتها NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) قوة التكبير 40x	102

قائمة الجداول

الرقم	عنوان الجدول	الصفحة
(1-1)	بعض خصائص أكاسيد النيكل NiO	4
(1-3)	خصائص المواد المستخدمة في تحضير NiO NPs بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الكيميائية	42
(2-3)	الأجهزة و الأدوات المستخدمة في تحضير NiO NPs بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الكيميائية	44
3)-(3	الأدوات و الأجهزة المستخدمة في التطبيق البيولوجي (البكتيريا)	61
(4-3)	الأدوات والأجهزة المستخدمة في التطبيق البيولوجي (الخلايا السرطانية)	63
1)-(4	المعلمات التركيبية لحيود الاشعة السينية XRD للعينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و مقارنتها بالبطاقة القياسية	67
2)-(4	المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص XRD للعينة المحضرة	68

	بالطريقة النباتية (الخضراء)	
4)-(3	المعلمات التركيبية لحيود الاشعة السينية XRD للعينة المحضر بالطريقة الكيميائية و مقارنتها بالبطاقة القياسية	69
4)-(4	المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص XRD للعينة المحضرة بالطريقة الكيميائية	70
4)-(5	مقارنة خاصة بفحص XRD بين NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية	71
4)-(6	يبين التركيب الذري لعناصر NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) بالنسب المئوية	73
4)-(7	يبين التركيب الذري لعناصر NiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية بالنسب المئوية	76
4)-(8	مقارنة خاصة بفحص FE-SEM لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والكيميائية	76
4)-(9	مقارنة خاصة بفحص UV-Vis بين المستخلص النباتي NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية	79
4)-(10	مقارنة خاصة بفحص TEM لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية	84
4)-(11	القمم الرئيسية Peak Table لطيف FTIR لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء)	87
4)-(12	القمم الرئيسية Peak Table لطيف FTIR لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية	89
4)-(13	مقارنه خاصة بفحص FTIR لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية	90
4)-(14	مقارنة خاصة بفحص زيتا لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الكيميائية	92
4)-(15	يوضح الفعالية المضادة لبكتيريا *E.coli* و *S aureus.* لـ NiO NPs المحضرة بالطريقتين الكيميائية و النباتية	97
4)-(16	مقارنة السمية الخلوية لـ NiO NPs المحضرة بالطريقتين النباتية والكيميائية ضد خلايا MDA -MB-231	103

المعادلات و القوانين

الفقرة	العنوان	الصفحة
(2-1)	معادلة حيود براغ	29
(2-2)	معادلة ديباي شيرر	30
(3-1)	معادلة حساب مولارية نترات النيكل المائية سداسية الهيدرات	47
(3-2)	ذوبان نترات النيكل سداسية الهيدرات في الماء	48
(3-3)	تفاعل ايون النيكل مع المركبات الفينولية الموجودة في المستخلص النباتي	48
(3-4)	تحلل المعقد المتكون و تحوله الى هيدروكسيد النيكل	48
(3-5)	تحول هيدروكسيد النيكل الى أوكسيد النيكل النانوي بعد عملية التكليس	48
(3-6)	تأين هيدروكسيد الصوديوم	50
(3-7)	تكوين راسب هيدروكسيد النيكل	51
(3-8)	قانون بير لامبرت	56
(3-9)	قانون حساب معامل الامتصاص α	57
(3-10)	قانون طاقة الفوتون E	57
(3-11)	معادلة تاوك	57
(3-12)	معادلة حساب معدل التثبيط للخلايا السرطانية	64

الفصـــــــــــل الأول

المـقـدمـة والدراسات السابقة

1-1) المقدمة Introduction

أن مصطلح تقنية النانو مشتق من مقياس النانومتر((Nanometer، وهذا المجال يفتح عهداً جديداً من التضافر الجوهري البحثي عند الحجم النانوي. فالأشياء القيّمة تُصنع ضمن هذا النطاق، حيث تتواصل الدراسات لإنتاج أجهزة أعلى كفاءة [1] . وعلى هذا الأساس، استطاع الباحثون بناء تراكيب نانوية (Nano structure)) تحاكي واقعياً أشكالاً موجودة في الطبيعة أن لم تكن متوفرة، ومثال ذلك صناعة القضبان النانوية ((Nano rods والأسلاك النانوية ((Nano Wires والألياف النانوية (Nano Fibers) ، بالإضافة إلى إنتاج بعض الأجهزة الإلكترونية المألوفة كالترانزستورات والخلايا الضوئية والدايودات وغيرها [2]. و تشير هذه التقنية إلى مجال علمي يركز على دراسة المواد والتعامل معها على مستوى صغير جدًا، أي في حدود الذرات والجزيئات، حيث يتراوح حجمها بين (1 nm) 1-100. في هذا النطاق الدقيق، يمكن للعلماء التحكم في تركيب المواد وبنيتها بشكل مباشر. وما يميز هذا المجال أن المواد، مثل الجسيمات الدقيقة، لا تتصرف كما هي في الأحجام الكبيرة، بل تكتسب خصائص جديدة ومختلفة بشكل واضح، سواء من حيث الشكل أو التفاعل أو الوظيفة. لذلك، فإن تقنية النانو تفتح المجال أمام ابتكار مواد وتطبيقات بخصائص غير مألوفة في العالم الكبير [3]. و تعتبر تقنية النانو هي العلم والتطبيق المتعلق بالمركبات النانوية، وهي مواد لديها بُعد واحد او اكثر ضمن المدى النانوي [4]. ان غياب تعريف موحد ودقيق لمصطلح تقنية النانو يفسر بكونها تشمل طيفا واسعا من التقنيات المبنية على عمليات فيزيائية وكيميائية وبيولوجية على المستوى النانوي. كما أن هذه التقنيات ما تزال في تطوير و تحسين مستمر ما يجعل العديد من مفاهيمها غير واضحة تماما [5]. اليوم تعتبر هذه التقنية ميدان رائد يجمع بين علوم النانو والمعالجة السريرية، خصوصاً في نطاق معالجة السرطان وقد حدد المعهد الوطني للسرطان في التزامه عام 2004بتقديم 144مليون دولار لتطوير تقنيات نانوية جديدة الهدف منها تقليل الوفيات الناجمة عن مرض السرطان وهذا التقليل يشمل عده مسارات منها تشخيص المرض وتصويرة، ايصال الادوية و العلاج, الكشف عن التغيرات الجزيئية المسئولة عن مسببات المرض بهدف تحسين النتائج العلاجية وتخفيف التأثيرات السلبية. تعتمد هذه التقنيات النانوية على جزيئات مثل الليبوزومات، وذلك لتحسين انحلال الدواء واستقراره وتوافره الحيوي [6،7].

تظهر البحوث الراهنة أن هنالك أخطارًا فعلية مُحتملة على صحة البشر والبيئة متصلة باستعمالات هذه التقنية ، حيث يمكن للجسيمات النانوية الحرة سواء في الهواء أو الماء أو التربة أن تخترق جسم الإنسان عن طريق الاستنشاق أو الامتصاص الجلدي أو البلع، ثم تذهب عبر مجرى الدم إلى الأعضاء الحيوية، مما قد يؤدي إلى إتلاف الأنسجة أو التسبب في أمراض خطيرة [8]. كما يمكن لتقنية النانو تحسين سمات المركبات الفعالة حيويًا مثل الانحلالية، ومدة التواجد في الجهاز الهضمي . كما تشتمل على تغليف الاغذية بمواد حيوية قابلة للتحلل بيئيا ذات خصائص ميكانيكية محسنة [9]. تكمن معضلة البحث في القصور الذي تتسم به أساليب التخليق الكيميائية المعتادة لجسيمات أوكسيد النيكل (NiO NPs) جراء سميّة المكوّنات المستعملة وتأثيراتها البيئية، الأمر الذي يحدّ من سلامة توظيفها في الاستعمالات البيولوجية. ورغم تقديم "السبل الصديقة للبيئة" كبديل قابل للاستمرار، فإن العائق يبقى مطروحاً بشأن قدرتها على التحكم في السمات التركيبية والشكلية بدقّة تماثل الأساليب الكيميائية. وعليه، يهدف هذا البحث إلى سدّ الثلم المعرفي المتعلّق بمدى تأثير "أسلوب التحضير" على فعالية الجسيمات، وتحقيق التوازن بين رصانة التوصيف المادي والارتقاء بالفاعلية الحيوية ضدّ الجراثيم والخلايا السرطانية مع خفض المضاعفات السلبية.

1)-(2 المنظور التاريخي Historical Perspective

تُعد تقنية النانو من التقنيات الحديثة في العقود القليلة الماضية. ويُنسب أول بيان للفوائد المتعلقة بالمقياس النانوي وفقاً للباحثين في هذا الميدان إلى الفيزيائي الحاصل على جائزة نوبل ريتشارد فاينمان، عبر خطابه البارز عام 1959 المسمى "هناك مجال واسع في الأسفل"، حيث أشار فيه إلى أن سمات المواد والأدوات سوف تُبدي قدرات هائلة مستقبلاً [10]. في عام 1974استخدم الباحث الياباني (Norio Taniguchi) مصطلح تكنولوجيا النانو للمرة الاولى في طوكيو رغم انه لم يكن شائعا على نطاق واسع [11]. في عام 1986استخدم (Eric Drexler) أيضا تقنية النانو في مؤلفة حركات الابداع العصر القادم لتكنولوجيا النانو والذي طرح مفهوم مقياس النانو وفي العام ذاته ساهم Drexler)) في تأسيس معهد ((Foresight للمساهمة في رفع الوعي العام وفهم مبادى تكنولوجيا النانو و تداعياتها [12]. وفي عام 1991اكتشف الباحث الياباني (Sumio Iijima) انابيب الكربون النانوية و هي عبارة عن اسطوانات انبوبية من الكربون يبلغ قطرها بضعه نانومترات ولها سمات الكترونية وميكانيكية فريدة تجعلها ضرورية لصنع مواد وادوات مذهلة [13].

تعتبر التقنية النانوية هي ميدان علمي ناشئ بطبيعته، وهي تتطور دومًا مع ازدياد الاهتمام التجاري والأكاديمي، ومع عرض دراسات حديثة على المجتمع العلمي. ويمكن تتبع أبسط أصول هذا المجال، وإن كان ذلك محل خلاف، إلى عام 1959، لكن تطوره الأساسي حدث في ثمانينيات وتسعينيات القرن الماضي. إضافةً إلى منجزات علمية محددة مثل اختراع المجهر الالكتروني الماسح (SEM)، وبشكل عام، فإن استيعاب تطور هذه الرؤية والنقد الموجه لها يعد أمرًا جوهريًا لفهم واقع وإمكانات التقنية النانوية اليوم [14].

1)-3) الجسيمات النانوية Nano Particles (NPs)

الجسيمات النانوية هي مواد ذات قياسات ضئيلة للغاية تتراوح بين (1-100 nm)، مما يمنحها سمات فيزيائية وكيميائية وحيوية مميزة تختلف عن المواد الكبيرة. يمكن تحضير هذه الجسيمات باستخدام تقنيات فيزيائية وكيميائية وحيوية [15]. يعتقد ان سمية الجسيمات النانوية تعتمد على خصائصها الفيزيائية و الكيميائية بما في ذلك الحجم , الشكل , الشحنة السطحية [16]. إن الجسيمات النانوية تكون بأشكال متنوعة ومختلفة، قد تكون مثلثة الشكل ((Triangular أو مكعبة الشكل ((Cubical أو كروية الشكل (Spherical) أو على هيئة قضبان Rod)) وغيرها من الهيئات [17].

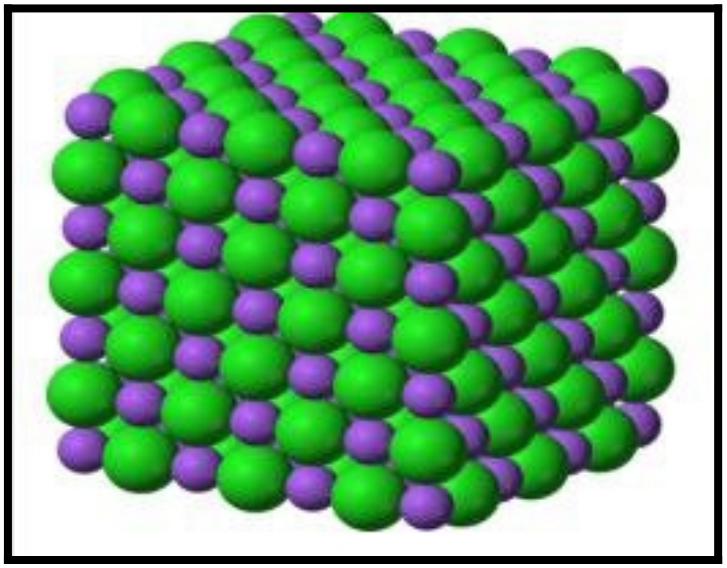
1)-(4 أوكسيد النيكل (NiO)

يتمتع التركيب البلوري له بكونه مكعبًا متمركز الأوجه (FCC) وهو مماثل جدًا لتركيب كلوريد الصوديوم البلوري ويكون النيكل بتكافؤ 2)+) والأوكسجين 2)-) . وتُعد هذه المادة ذات أهمية بسبب خصائصها الضوئية والكهربائية التي جعلتها مفيدة في طيف واسع من الاستخدامات الفيزيائية مثل شاشات العرض والمتحسسات [18]. والجدول 1)-(1 يوضح بعض خصائص اوكسيد النيكل (NiO)).

الجدول 1)-(1 بعض خصائص أكاسيد النيكل ((NiO

Molecular formula	Melting ((point °C	Density (cm^3/g (	Molecular weight ((g/mol	Energy gap ((eV	Colour
NiO	1955	6.67	74.6928	3.6- 4.0	Green
¿$_2O_3$	Decomposes before melting	4.84	165.38	2.3-2.8	Black
¿$_3O_4$	Decomposes before melting	4.80	240.08	1.8-2.2	Black

يمتلك أوكسيد النيكل مقاومة سطحية تفوق(($\Omega 10^6$ وهو عازل نسبيًا عند درجة حرارة الغرفة ويمثل إحدى المواد الإلكترونية الهامة نظرًا لكفاءته الإلكترونية الفائقة وثباته العالي، وهو قابل للطلاء و ذو متانة كبيرة فيُستخدم في تشكيل القطب الكهربائي الموجب (الانود) [18]. ويوضح الشكل 1-1)) التركيب البلوري المكعب متمركز الاوجه (FCC) لأوكسيد النيكل (NiO).



الشكل 1)-(1 التركيب البلوري المكعب متمركز الاوجه FCC لأوكسيد النيكل [19] NiO.

1)-(5 استعمالات أوكسيد النيكل (NiO)

لأوكسيد النيكل مجموعة واسعة من الاستعمالات منها :

1- في تصنيع المستشعرات الضوئية كالثرمستورات.

2- يُستعمل كأقطاب كهربائية في المنشآت الإلكترونية والبصرية.

3- في إنتاج الخزفيات السُبائك، وقد نال العالم الفيزيائي شارل إدواردز- جائزة نوبل عام 1920 لدوره في إنتاج سبائك النيكل المتين.

4- يُستخدم في بطارية إديسون، المشهورة أيضاً ببطارية النيكل والحديد، والتي تتألف من خلايا وقود وأملاح النيكل، والتي حُسِّنت لتصبح قابلة لإعادة الشحن.

5- يتفاعل مع الأحماض لتكوين الأملاح والمركبات الأخرى مثل كبريتات النيكل لطلاء الأقطاب الكهربائية في المستشعرات الكهروضوئية [20،21].

1)- 6) تقنيات المواد الحيوية النانوية Nano Biomaterials Technology

تعدّ التكنولوجيا الحيوية (Biotechnology) مع تكنولوجيا النانو (Nanotechnology) من المجالات البحثية الحديثة التي أحدثت تطورًا كبيرًا في مجال الطب النانوي، إذ تهدف إلى دراسة مكونات خلايا الكائنات الحية بدقة عالية وعلى المستوى الجزيئي للخلية الواحدة. ومع التقدم العلمي المتسارع في السنوات الأخيرة، أصبح الطب النانوي محور اهتمام العديد من الباحثين، ولاسيما في مجالات الكيمياء والفيزياء وعلوم الحياة. وخلال السنوات الماضية ازداد الاهتمام بطرق تحضير الجسيمات النانوية ذات الأقطار الصغيرة جدًا، وذلك لما تمتلكه من خصائص مميزة تزيد من فعاليتها الحيوية. وقد جعلها ذلك من المواد الحيوية النشطة المهمة في العديد من التطبيقات العلمية والطبية. ومن المعروف أن أبعاد الخلايا الحية تكون في حدود عشرات المايكرومترات، في حين أن أبعاد معظم أنواع البكتيريا تكون بحدود 2 μ(m-1). لذلك فإن تحضير الجسيمات النانوية بأحجام صغيرة، خصوصًا عندما تكون أقل من (50 nm)، يساهم في زيادة فعاليتها ويسهل قدرتها على اختراق الخلايا المصابة والتفاعل مع مكوناتها الداخلية [22].

تتجلى مزايا الطب النانوي في القدرة على تحضير النقاط الكمية بأشكال كروية وبأبعاد متجانسة، إذ يتراوح قطرها عادة10 (2-nm) . وتمتلك هذه الجسيمات خصائص بصرية وكيميائية مميزة، مما يجعلها أداة فعالة في التطبيقات الطبية، ولاسيما في مجال التشخيص المبكر للأمراض. إذ يمكن

استخدامها للكشف المبكر عن الأورام السرطانية بفضل حساسيتها العالية وقدرتها على التفاعل مع الخلايا المصابة [23]. تُعدّ الأدوية والعقاقير المحضرة بتكنولوجيا النانو اليوم ثورة مهمة في مجال الطب النانوي، لما تتميز به من كفاءة عالية ومستوى أمان أفضل مقارنة بالأنظمة الدوائية التقليدية. وقد تزايد الاهتمام والبحث في تطوير هذه الأدوية خلال السنوات الأخيرة بهدف تحسين التوافر و الاداء الحيوي للدواء وتقليل أثارة الجانبية. ويعتمد ذلك على قدرة الأنظمة النانوية على توجيه الدواء بشكل دقيق إلى الخلايا المصابة دون غيرها، مما يساعد على وصول المادة الفعالة مباشرة إلى موقع الإصابة. كما تسهم هذه التقنية في تحسين توزيع المادة الفعالة داخل الأنسجة والخلايا المستهدفة، الأمر الذي يعزز من فعالية العلاج ويقلل من التأثيرات الجانبية [24].

1)-7) الدراسات السابقة Literature Review

1- قام الباحث **(Sukumaran)** واخرون عام ((**2025** بتحضير جسيمات NiO NPs)) بطريقة التخليق الأخضر باستخدام مستخلص أوراق نبات (*Aegle marmelos*) كمصدر طبيعي للعوامل المختزلة والمثبتة. تم خلط محلول أملاح النيكل مع المستخلص النباتي ثم تكليس الناتج للحصول على جسيمات أوكسيد النيكل النانوية. وأظهرت نتائج تحليل (X-ray Diffraction) و (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) و((Scanning Electron Microscopy تكوين جسيمات نانوية ذات تركيب بلوري واضح وحجم نانوي منتظم. كما بينت النتائج امتلاك الجسيمات المحضرة نشاطاً مضاداً للبكتيريا ومضاداً للأكسدة إضافة إلى تأثير تدميري على الخلايا السرطانية، مما يشير إلى إمكانية استخدامها في التطبيقات الطبية والبيولوجية [25].

2- قام الباحث **(Hussain)** واخرون عام **(2023)** بتخليق جسيمات ((NiO NPs بطريقة التخليق الأخضر باستخدام مستخلص أوراق نبات(*Acacia nilotica*). اعتمدت الطريقة على استخدام المركبات الحيوية الموجودة في المستخلص النباتي كعوامل اختزال وتثبيت لأيونات النيكل أثناء عملية

التحضير. وقد تم تشخيص الجسيمات النانوية باستخدام تقنيات مختلفة مثل ((X-ray Diffraction و(Fourier Transform Infrared Spectroscopy) و((Scanning Electron Microscopy، حيث أظهرت النتائج تكوين جسيمات NiO)) ذات تركيب بلوري مكعب وحجم نانوي يتراوح تقريباً بين 16)-(28 nm. كما بينت الدراسة أن الجسيمات المحضرة تمتلك خصائص كهروكيميائية ونشاطاً حيوياً جيداً، مما يجعلها مناسبة للاستخدام في التطبيقات البيئية والطبية [26].

3- قام الباحث ((**Mohammed** عام **(2023)** بتحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) باستخدام طريقة الترسيب المشترك، حيث استُخدمت كبريتات النيكل كمصدر لأيونات النيكل وهيدروكسيد الصوديوم كعامل قاعدي لترسيب هيدروكسيد النيكل، ثم تحويله إلى أوكسيد النيكل من خلال التكليس الحراري. قام الباحثون بتوصيف الجسيمات الناتجة باستخدام (X-ray Diffraction) لتحديد الطور البلوري و((Scanning Electron Microscopy لدراسة الشكل والحجم النانوي للجسيمات. وأظهرت النتائج تكوّن جسيمات نانوية بمتوسط حجم بلوري مناسب، كما تم مقارنة الخصائص الفيزيائية والبصرية للجسيمات المحضرة بالطريقة الكيميائية التقليدية، موضحة أن طريقة الترسيب المشترك توفر وسيلة منخفضة التكلفة وفعّالة للحصول على (NiO NPs) ذات خصائص مستقرة [27].

4- قام الباحث **(Gul)** واخرون عام **(2022)** بتخليق جسيمات ((NiO NPs بطريقة التخليق الأخضر باستخدام مستخلص أوراق نبات (*Berberis balochistanica*). اعتمدت عملية التحضير على استخدام المركبات الحيوية الموجودة في المستخلص النباتي كعوامل اختزال وتثبيت لأيونات النيكل، مما أدى إلى تكوين جسيمات نانوية بطريقة صديقة للبيئة. وقد تم توصيف الجسيمات باستخدام تقنيات تحليلية مثل (X-ray Diffraction)) و (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)) و (Scanning Electron Microscopy)، حيث أظهرت النتائج تكوين جسيمات NiO)) ذات تركيب بلوري واضح وحجم نانوي بمتوسط يقارب (7.21) nm. كما أظهرت الجسيمات المحضرة نشاطاً مضاداً للأكسدة ومضاداً للبكتيريا، مما يشير إلى إمكانية استخدامها في التطبيقات الطبية والبيئية [28].

5- قام الباحث ((**Abdul-Ameer Z. N** عام **(2019)** بتحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) باستخدام طريقة الترسيب المشترك منخفضة التكلفة، مع دراسة تأثير درجة الحموضة (pH)) على تكوين الجسيمات وخصائصها. بدأ الباحث بترسيب هيدروكسيد النيكل من محلول أملاح النيكل باستخدام قاعدة مناسبة، ثم حوّل الهيدروكسيد إلى أوكسيد النيكل عن طريق المعالجة

الحرارية (التكليس). تم توصيف الجسيمات باستخدام (X-ray Diffraction) لتحديد الطور البلوري و (UV-VisSpectroscopy) لدراسة الخصائص البصرية، بالإضافة إلى (Scanning Electron Microscopy) لتحليل الشكل والحجم النانوي. وأظهرت النتائج أن قيمة pH)) تؤثر بشكل مباشر على حجم الجسيمات وتركيبها البلوري، مما يجعلها مناسبة للتطبيقات البصرية والنانو تكنولوجية [29].

6- قام الباحث **(Mohamed)** واخرون عام **2016)** بتخليق جسيمات (NiO NPs) بطريقة التخليق الأخضر باستخدام مستخلص أوراق نبات (*Moringa oleifera*). اعتمدت عملية التحضير على استخدام المركبات الحيوية الموجودة في المستخلص النباتي كعوامل اختزال وتثبيت لأيونات النيكل، مما أدى إلى تكوين جسيمات نانوية بطريقة صديقة للبيئة. تم توصيف الجسيمات باستخدام عدة تقنيات تحليلية مثل (X-ray Diffraction) و(Fourier Transform Infrared Spectroscopy) و(Transmission Electron Microscopy)، حيث أظهرت النتائج تكوين جسيمات (NPs NiO) ذات تركيب بلوري واضح وحجم نانوي منتظم. كما أظهرت الجسيمات المحضرة نشاطاً مضاداً للبكتيريا وتأثيراً ساماً للخلايا السرطانية، مما يشير إلى إمكانية استخدامها في التطبيقات الطبية والبيولوجية [30].

7- قام الباحث **(Umaralikhan)** واخرون عام **(2016)** بتحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) باستخدام طريقة الترسيب المشترك، حيث استُخدمت أملاح النيكل كمصدر لأيونات النيكل مع إضافة مادة قاعدية لترسيب هيدروكسيد النيكل الذي تم تحويله لاحقاً إلى أوكسيد النيكل من خلال المعالجة الحرارية (التكليس). تم بعد ذلك توصيف الجسيمات المحضّرة باستخدام عدة تقنيات تحليلية أهمها ((X-ray Diffraction لتحديد التركيب البلوري و((Scanning Electron Microscopy لدراسة الشكل المورفولوجي للجسيمات. أظهرت النتائج تكوّن جسيمات نانوية ذات بنية بلورية واضحة وحجم بلوري في المدى النانوي. كما قام الباحثون بدراسة الفعالية الحيوية لهذه الجسيمات، حيث أظهرت نشاطاً ملحوظاً مضاداً للبكتيريا إضافة إلى تأثير تدميري على بعض الخلايا السرطانية، مما يشير إلى إمكانية استخدامها في التطبيقات الطبية والبيولوجية [31].

8- قام الباحث **(Rahdar)** و اخرون عام **(2015)** بتحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) باستخدام طريقة الترسيب المشترك، حيث استُخدم كلوريد النيكل سداسي الماء ($Ni\ Cl_2{\cdot}6H_2O$) كمصدر لأيونات النيكل وهيدروكسيد الصوديوم كعامل لترسيب هيدروكسيد النيكل، ثم تم تحويله إلى أوكسيد النيكل عن طريق المعالجة الحرارية (التكليس). قام الباحثون بتوصيف الجسيمات باستخدام (X-

ray Diffraction) لتحديد الطور البلوري و(Scanning Electron Microscopy) لدراسة الشكل المورفولوجي و((Fourier Transform Infrared Spectroscopy و((UV-Vis Spectroscopy لتحليل الخصائص البصرية. أظهرت النتائج تكوّن جسيمات نانوية متجانسة ذات بنية بلورية واضحة وخصائص مغناطيسية وبصرية مستقرة، مما يجعلها مناسبة للاستخدام في التطبيقات البيئية والطبية [32].

1)-8) هدف البحث Research Objective

يهدف البحث الحالي الى تحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)) عبر مسارين هما الطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية (الترسيب المشترك) باستخدام مستخلص نباتي محضر مختبرياً صديق للبيئة. مع اجراء مقارنة علمية شاملة بين طريقتي التحضير من خلال دراسة الخواص التركيبية و البصرية علاوة على اختبار النشاط الحيوي للجسيمات النانوية المحضرة.

الفصـــــــــل الثـــــــاني

الجـــــــزء النظـــــــــري

2)-(1 المقدمة Introduction

يتناول هذا الفصل الجانب النظري للدراسة الحالية، حيث يشمل المفاهيم الأساسية، والعلاقات الرياضية، والتوضيحات العلمية التي استُند إليها لتفسير النتائج المستخلصة في هذا البحث.

2-2) المفاهيم الاساسية للمواد النانوية Basic Concepts of Nanomaterials

يرتبط السلوك الفريد للمواد النانوية بمستوى الترتيب الذري و الجزيئي في نطاق الابعاد متناهية الصغر. أن الفكرة الجوهرية هي أن المواد في المجال النانوي قادرة على إظهار سمات مميزة تختلف بشدة عن سماتها في الحالة الصلبة [33]. فعند تقليص المواد من الحالة الكتلية (Bulk) الى المقياس النانوي يؤدي ذلك الى زيادة نسبه المساحة السطحية الى الحجم بدرجة كبيرة مع بقاء التكوين الكيميائي والمكونات الذرية كما هي. هذه الزيادة تؤثر بصورة مباشرة على الخصائص الفيزيائية والكيميائية للمواد. وكذلك لزيادة السطح تأثير كبير على التفاعلات من حيث يؤثر على :

1- الذوبان : المواد النانوية تذوب اسرع من مثيلاتها الكتلية. بسبب ارتفاع المساحة السطحية المعرضة للمذيب.

2- الانصهار: الأجسام الصغيرة تنصهر أسرع من الكبيرة لذات السبب [34].

2-3) تصنيف المواد النانوية Classification Of Nanomaterials

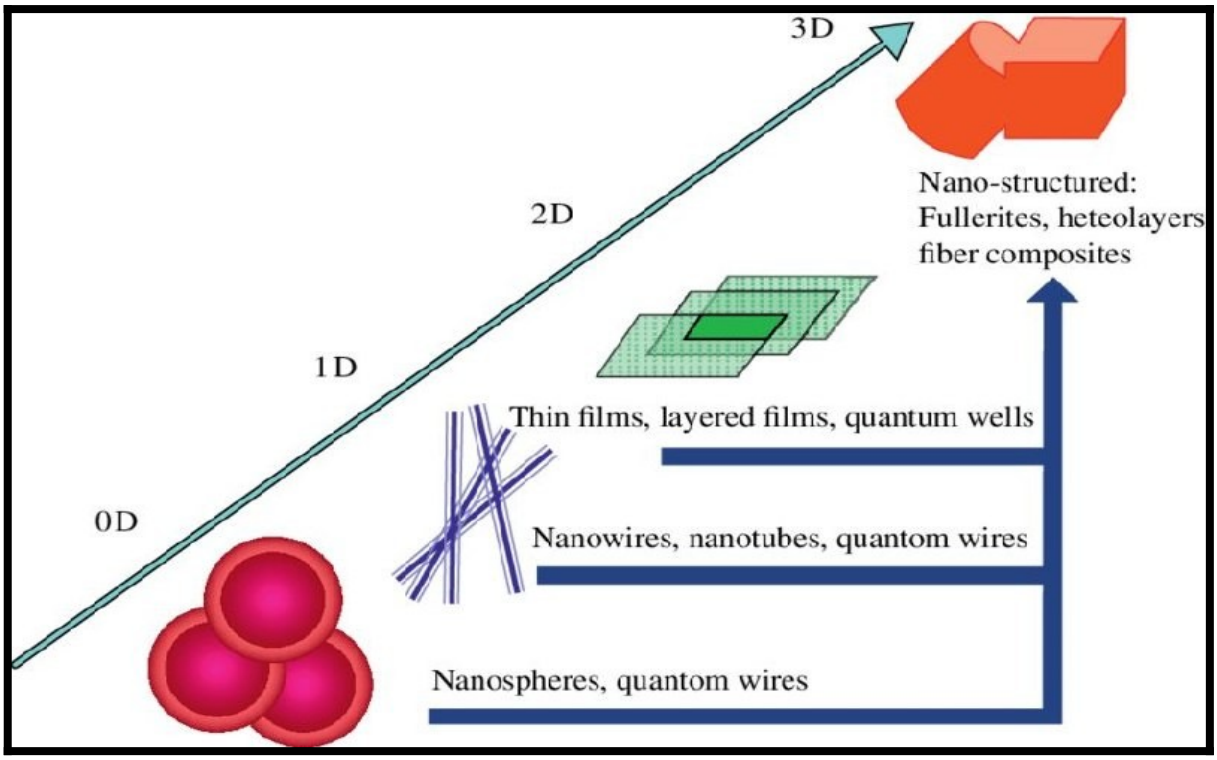
(2-3-1) التصنيف حسب ابعادها

1- أبعاد صفرية (0D): جميع الأبعاد الثلاثة تتواجد في المجال النانوي1-100 nm)) مثل النقاط الكمية والفوليرين.

2- بعد أحادي (1D): بُعدان في النطاق النانوي والبعد الثالث أكبر من (100 nm) ، مثل الأنابيب النانوية، الألياف النانوية، والأسلاك النانوية.

3- أبعاد ثنائية (2D): بعد واحد في النطاق النانوي والبعدين الآخرين أكبر من (100 nm) ، مثل الأغشية الرقيقة والطبقات النانوية.

4- أبعاد ثلاثية (3D): كل الأبعاد أكبر من (100 nm) ولكن تتشكل من وحدات نانوية، مثل المواد النانوية المجمعة والطبقات المتعددة. ويوضح الشكل (1-2)امثلة للمواد المصنفة حسب ابعادها الى صفرية الابعاد و احادية البعد و ثنائية الابعاد و ثلاثية الابعاد [35].

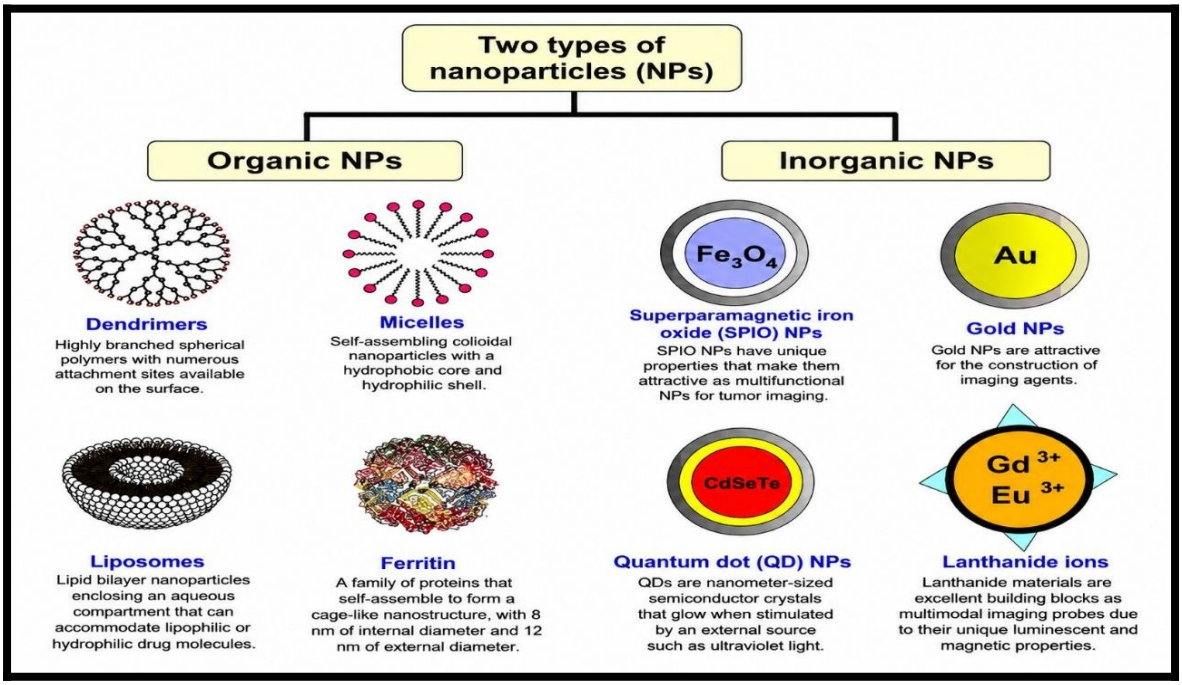


الشكل 2)-(1 أمثلة عن المواد النانوية بحسب أبعادها [36].

(2-3-2) التصنيف حسب التركيب الكيميائي

1- المواد النانوية غير العضوية : تضم هذه المواد الجسيمات النانوية من الفلزات وأكاسيد الفلزات ومواد غير عضوية أخرى، وتشمل هذه الفئة جسيمات ذهبية نانوية ونقاطاً كربونية كمية وأكسيد الحديد النانوي ، ويتم توظيف عدة أساليب لتحضير هذه المواد النانوية منها الترسيب واستخدام تقنية متقدمة تُستخدم لتحضير ألياف نانوية دقيقة جدًا من مواد مختلفة تسمى (الغزل الكهربائي) وتقنيات السول- جل [37].

2- المواد النانوية العضوية : وتشمل هذه المواد الجسيمات الدقيقة التي تم إنتاجها في أغلبها من خامات عضوية مع استثناء المواد المستندة إلى الكربون و الغير عضوية، وتضم هذه المواد الديندريمرات العضوية والحويصلات الدهنية النانوية و الفيريتين، على أن أغلب هذه الخامات موجودة بصورة طبيعية إلا أن بعضها يُصنع بواسطة إجراءات كيميائية [37]. و يوضح الشكل 2-2)) التصنيف الرئيس للمواد النانوية الى مواد نانوية عضوية و مواد نانوية غير عضوية مع عرض امثلة تمثل كل نوع.



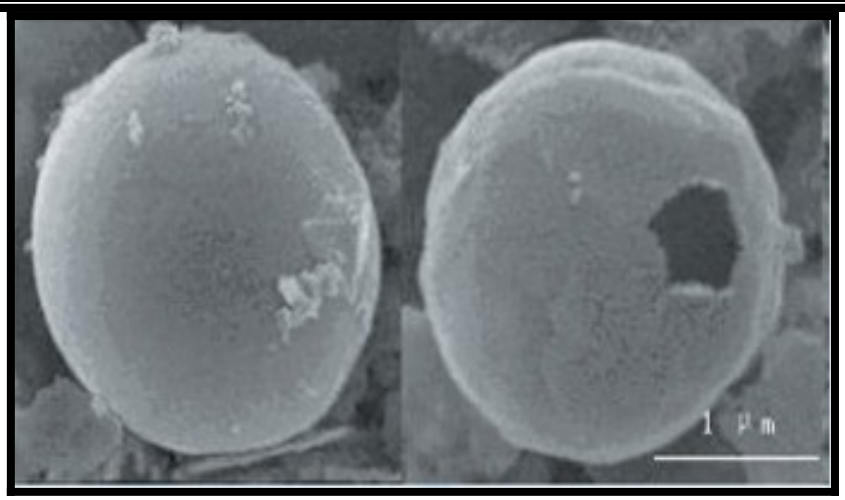
الشكل 2)-2) فئتان أساسيتان من المواد النانوية هما المواد العضوية و غير العضوية [38].

2)-(4 أشكال المواد النانوية Nanomaterial Forms

1- النقاط الكمية (Quantum Dots): إنه تركيب نانوي بلوري شبه موصل ثلاثي الأبعاد تتراوح أبعاده ما بين (2-10 nm) ، وتقوم النقطة الكمية بحجز إلكترونات نطاق التوصيل وفجوات نطاق التكافؤ أو الإكسيتونات (وهي زوج متحد من إلكترونات التوصيل وفجوات التكافؤ). وكذلك تُظهر النقاط الكمية طيفاً طاقياً مُتجزئاً ومنفصلاً وتكون الدوال الموجية المماثلة مُتمركزة ضمن النقطة الكمية، وعندما يبلغ قطر النقطة الكمية (10 nm) فإنه يُمكن ترتيب 3 ملايين نقطة كمية متجاورة بطول يماثل عرض إبهام الإنسان [39].

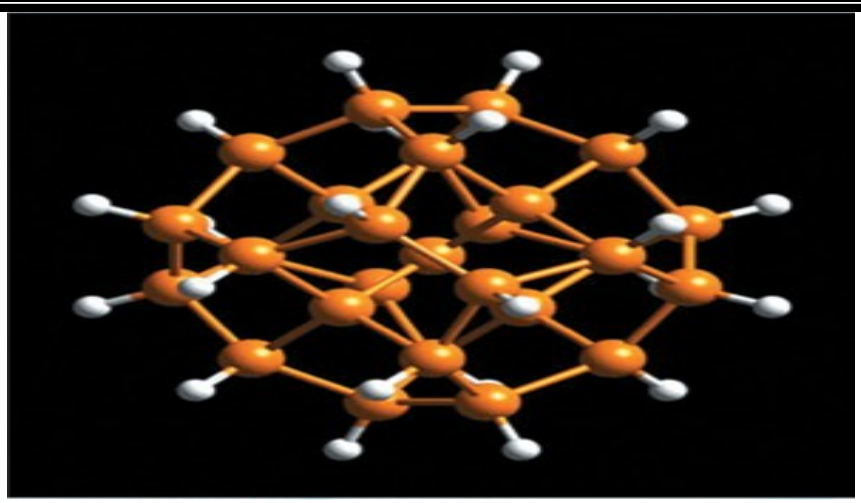
2- الفوليرين (Fullerene) : تركيب مُبتكر آخر للكربون وهو عبارة عن جزيء مكون من 60 ذرة من ذرات الكربون ويرمز له بالرمز (C60)، وقد أُكتشف عام1985 . إن جزيء الفوليرين كروي المظهر ويشبه تماماً كرة القدم التي تحتوي على 12 شكلاً خماسياً و20 شكلاً سداسياً. ومنذ اكتشاف كيفية تحضير الفوليرين عام 1990 وهو يُحضر بكميات مُتداولة. كما أمكن الحصول على جزيئات بعدد مختلف من ذرات الكربون مثل (C36 ، C70، C48) إلا أن العلماء أبدوا اهتماماً خاصاً بالجزيء (C60). لقد سمّي هذا التركيب بالفوليرين نسبة للمخترع والمهندس المعماري (R. Buckminster Fuller). وهكذا فقد نشأ فرع جديد يُسمَى كيمياء الفوليرين حيث عُرف أكثر من 9000 مركب فوليرين منذ عام 1997. وظهرت مركبات كيميائية قائمة على الفوليرين والتي لها تطبيقات مختلفة ومنها المركبات (K3C60 و RbCs2C60 و C60-CHBr3) التي أبدت توصيلية فائقة (superconductivity). كما اكتشفت أشكال أخرى منها كالفوليرين المخروطي والأنبوبي إضافةً إلي الكروي [39].

3- الكرات النانوية (Nanoballs) : من أبرزها كرات الكربون النانوية التي تنتمي إلى فئة الفوليرينات، لكنها تتباين عنها قليلًا بالبناء حيث أنها متعددة الطبقات. وهي أيضًا فارغة النواة، بخلاف الجسيمات الدقيقة، بينما يخلو السطح من فجوات كما هو الحال في الأنابيب النانوية متعددة الغلاف. وبسبب أن تركيبها يحاكي البصل فقد أطلق عليها الباحثون اسم (البصلة) (Bucky)، وقد يبلغ قطر الكريات الصغيرة نحو (500 nm) أو أبعد. و الشكل 2)-(3 يوضح شكل الكرات النانوية [39].



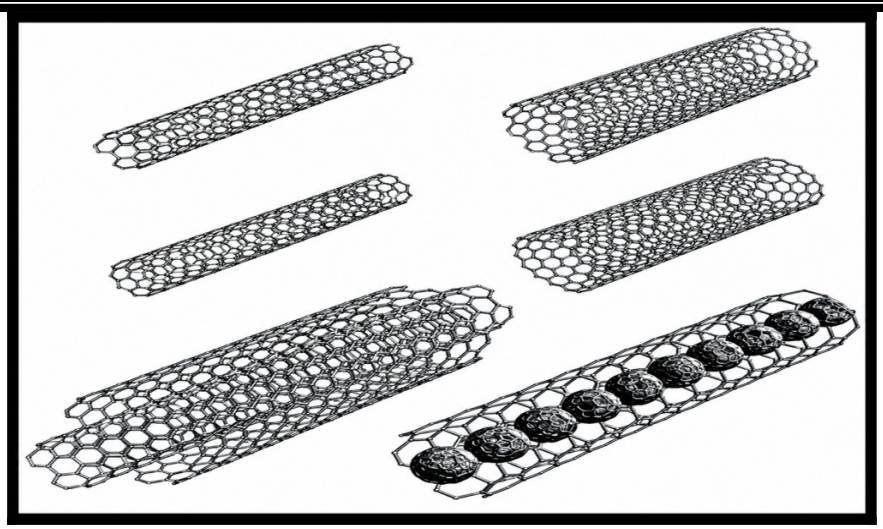
الشكل (2-(3 الكرات النانوية [39].

4ـ الجسيمات النانوية (Nanoparticles): على الرغم من أن مصطلح جسيمات النانو بات مستخدماً في الآونة الأخيرة، فأن هذه الجسيمات كانت موجودة في المواد المشكلة أو الطبيعية منذ زمن بعيد. مثلا، تبرز أحيانًا بعض الألوان الزاهية من شباك الألواح الزجاجية الملونة بفعل وجود جسيمات نانوية من الأَكاسِيد الفلزية في الزجاج، حَيثُ يصل حجمها إلى ما يقارب الطُّول الموجي للضوء. وبالتالي فأن الجسيمات ذات الأَحجام المتباينة تنشر اطوالا موجية متفاوتة من الضوء ،مما يودي الى ظهور ألوان مختلفة للزجاج. توجد بعض الأحجام الخاصة للجسيمات النانوية تُعرف باسم الأحجام السحرية، حيث تكون الجسيمات مستقرة جدًا عند هذه الأحجام. على سبيل المثال، جسيمات السيليكون النانوية (Si NPs) تميل لأن تتكون عند أحجام محددة تقريبًا (1، 1.7، 2.2، 2.9 nm). وعندما تتعرض هذه الجسيمات لأشعة فوق بنفسجية، تصدر ضوءًا مرئيًا، حيث يكون لون الضوء أصفر أو أزرق أو أحمر حسب حجم الجسيم، إذ أن طول الموجة المنبعث ينخفض كلما صغر حجم الجسيم. بهذه الطريقة، يمكن رؤية ألوان مختلفة للجسيمات النانوية بشكل واضح، وهذا يعتمد مباشرة على حجم كل جسيم. عندما يبلغ حجم الجسيمات النانوية مقياس النانو في بعد واحد فأنها تدعى البئر الكمومي (quantum well)، اما عندما يكون حجمها النانوي في بعدين فأنها تسمى السلك الكمومي (quantum wire) وعندما تكون هذه الجسيمات بحجم النانو في ثلاثة ابعاد فأنها تسمى بِالنقط الكمومية (quantum dots) و لابد من الاشارة ان التغير في الابعاد النانوية في التراكيب الثلاثة المذكورة سوف يؤثر على الخصائص الكهربائية لها ، مما يؤدي الى حدوث تبدل ملحوظ في الخصائص الضوئية للتراكيب النانوية. و الشكل (2-4) ادناه يوضح شكل الجسيمات النانوية في مركب نانوي [39].



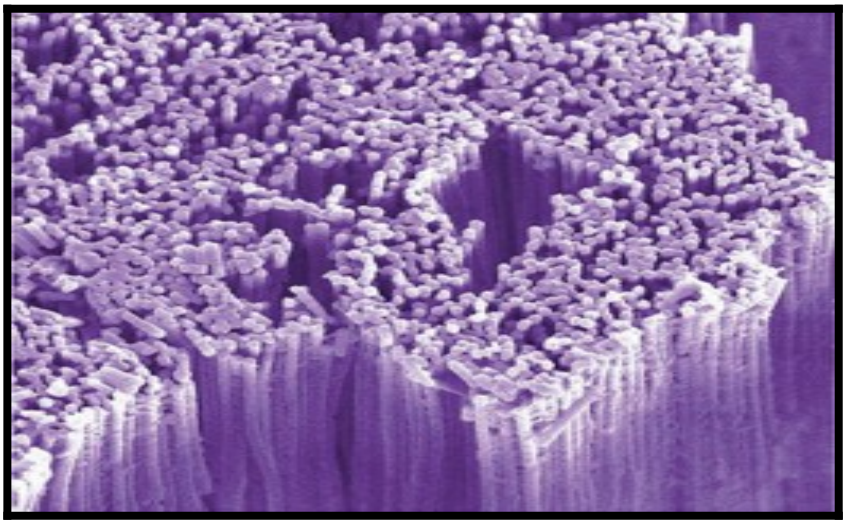
الشكل 2)-(4 جسيم نانوي [39].

5- الأنابيب النانوية (Nanotubes) : تُصنَع الأنابيب النانوية أحيانًا من خامات غير عضوية كأكاسيد الفلزات مثل أوكسيد الفاناديوم و أكسيد المنغنيز- وهي تماثل في بنائها أنابيب الكربون المجهرية التي تعتبر احد انواع الانابيب النانوية، إلا أنها أثقل منها وليست بنفس متانة أنابيب الكربون. تُعتبر أنابيب الكربون المجهرية، التي اكتُشفت عام 1991، أكثر أهمية نظرًا لتركيبها المتماثل وخواصها الجذابة واستعمالاتها الكثيرة في الميادين الصناعية، والمجسات الطبية الحيوية. يمكن وصف أنابيب الكربون بأنها صفائح من الغرافيت يتم لفّها حول محور ما لتكتسب هيئة أسطوانية حيث تتصل ذرّات طرفي الشريحة ببعضها لإغلاق الأنبوب. يكون أحد طرفي الأنبوب غالبًا مفتوحًا والآخر مُغلقًا على هيئة نصف كرة، وقد يكون حاجز الأنبوب أحادي الذرة وتُدعى حينها بالأنابيب المجهرية وحيدة الجدار (SWNT)، أو مزدوج أو أكثر وتُعرف بالأنابيب المجهرية متعددة الجدران (MWNT)، ويتراوح قطر الأنبوب ما بين أقل من نانومتر- واحد إلى (nm 100) أما طوله فقد يبلغ ((100 µm ليشكل سلكا نانويا- و للأنابيب النانوية اشكال عديدة فقد تكون مستقيمة, حلزونية, متعرجة, شبيهة بالخيزران, وغيرها . كذلك تمتلك هذه الانابيب صفات استثنائية من حيث القوة و الصلابة التوصيلية الكهربائية وسواها- و الشكل 2)-(5 أدناه يوضح بعض من اشكال الانابيب النانوية [39].



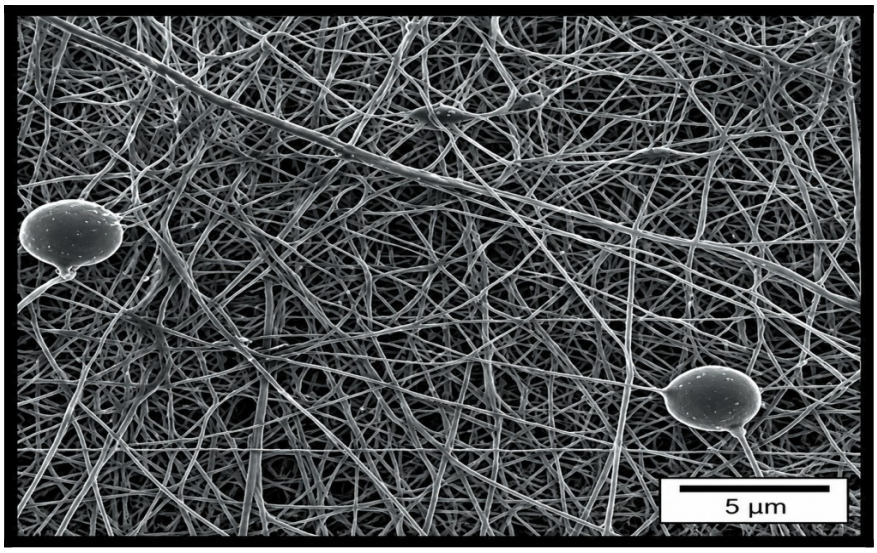
الشكل (2- 5) بعض من اشكال الانابيب النانوية [39].

6- الأسلاك النانوية (Nanowires): هي اسلاك بقطر قد يقلّ عن ((1nmوبأطوال مغايرة، أي بنسبة طول إلى عرض تزيد عن (1000) مرة، لذا فهي تُصنَّف ضمن المواد ذات البعد الوحيد، وكما هو مرتقب، فهي تتفوّق على الأسلاك المألوفة (ثلاثية الأبعاد)، ويعود ذلك إلى انحصار الإلكترونات كمياً باتجاه جانبي واحد مما يجعلها تشغل مستويات طاقة معينة تختلف عن تلك المستويات العريضة الموجودة في المادة الحجمية، وهنا يبدو أهمية الذرات السطحية مقارنة بالداخلية لظهور ما يُعرف بالتأثير الحافي، وهي لا تتواجد في الطبيعة ولكنها تُستحدَث في المَختبر، إذ منها الفلزّي (كالمعدن والفضة والبلاتينيوم)، وشبه الموصل (كالسيلكون ونترات الجاليوم وفوسفات الإنديوم) والعازل (كالسيليكات وأكسيد التيتانيوم)، ومنها الأسلاك الجزيئية العضوية (DNA)، وغير العضوية مثل ($Li_2Mo_6Se_6$ ، Mo_6Se_6) التي تُعتبر تكتلات بوليمرية. و الشكل 2)-(6 أدناه يبين شكل الاسلاك النانوية [39].



الشكل 2)-(6 شكل الأسلاك النانوية [39].

7 ـ الألياف النانوية (Nanofibers): نالت الألياف النانوية اهتماماً واسعاً مؤخراً لاستخداماتها الصناعية وتم اكتشاف صيغ عديدة لها مثل الألياف السداسية واللولبية والألياف ذات الشكل الشبيه بالذرة. إن المقطع العرضي لليف نانوي مسطح أو أنبوبي يأخذ شكلاً سداسياً، على سبيل المثال، وليس أسطوانياً. من أبرز الألياف النانوية تلك المصنوعة من جزيئات البوليمرات. إن معدل مساحة السطح بالنسبة للحجم مرتفع في حالة الألياف النانوية، تماماً كالأنبوبيات النانوية، حيث يكون عدد ذرات السطح كبيراً مقارنة بالعدد الإجمالي، وهذا يمنح تلك الألياف خصائص ميكانيكية بارزة كالصلابة ومتانة الشد وغيرها مما يجعلها مناسبة بدون منافس كوحدات ترشيح في تصفية السوائل أو الغازات، وفي المجال الطبي الحيوي وزراعة الأجزاء كالمفاصل وإيصال العقاقير في الجسم. يوجد أكثر من أسلوب لتشكيل الألياف البوليمرية، وأشهرها الغزل الكهربائي (Electrospinning)، ولا تزال تواجه تحديات عديدة للتحكم بصفات الألياف المتكونة كاستمراريتها واستقامتها وتراصها كما يبدو في الشكل 2)-(7 الذي يوضح شكل الألياف النانوية [39].



الشكل 2)-(7 شكل الألياف النانوية [39].

2)-(5 خواص المواد النانوية Properties Of Nanomaterials

يمنح الحجم النانوي الاستثنائي والمقياس الصغير جدا للمواد النانوية خصائص فريدة ذات اهمية قصوى حيث تبدي هذه المواد تأثيرات كمية وسطحية مغايرة لتلك التي يتم ملاحظتها في المواد التقليدية ذات الحجم الاكبر [40].

2)-5-(1 الخواص الفيزيائية Physical Properties

تتبدل السمات الفيزيائية على النطاق النانوي مقارنة بالنطاق الحجمي او الكتلي (Bulk) فمثلاً حرارة انصهار الذهب الاعتيادي هي 1064° (C) ولكن الذهب المُصَنَّع بترتيب الذرات على المقياس النانوي فتصبح حرارة انصهاره تقريباً (500 °C) عندما يكون حجم جسيمات الذهب (1.35 nm) وتنخفض حرارة الانصهار كلما نقص حجم جسيمات الذهب [40].

2)-5-(2 الخواص البصرية Optical properties

تتبدل السمات البصرية أيضًا فالذهب الخالص ذو الحبيبات الكبيرة يظهر بلون أصفر ذهبي مميز، إلا أن تقليص أبعاد حبيباته إلى المقياس النانوي يؤدي إلى تغيرات ملحوظة في مظهره البصري ودرجة شفافيته. ومع استمرار انخفاض حجم الحبيبات يتغير اللون تدريجيًا من الأخضر إلى البرتقالي ثم الأحمر، ويُعزى ذلك إلى اختلاف تفاعل الجسيمات مع الضوء نتيجة تغير أبعادها وما يرافقه من تغير في ظاهرة الرنين البلازموني السطحي [40].

2)-5-(3 الخواص الكيميائية Chemical properties

تتميز المواد النانوية بفعالية كيميائية كبيرة نتيجة التزايد الكبير في مساحة السطح بالنسبة إلى الحجم و وجود عدد وافر من الذرات على الأسطح الخارجية لتلك المواد، مما جعلها تُستعمل كمواد مُسرِّعة تُدعى محفزات نانوية، مُشكَّلة من جسيمات صغيرة بمقياس (100 nm) لقطر الجسيم الواحد، وتُستخدم بعض من هذه المُسرِّعات في تحويل الغازات الضارة إلى غازات غير ضارة، لتؤدي المواد النانوية دوراً أساسياً في تقليل تلوث البيئة [40].

2)-5-(4 الخواص الميكانيكية Mechanical properties

تأتي السمات الميكانيكية على رأس الخصائص المستفادة من تقليص حجم حبيبات المواد النانوية و وجود أعداد هائلة من الذرات على أسطحها الخارجية، حيث ترتفع درجة متانة المواد الفلزية وتزداد مقاومتُها لمواجهة الإجهادات والأوزان الواقعة عليها، كما يُكسب المواد السيراميكية قدر كبير من الصلابة والقابلية للتشكيل وتحمُّل إجهادات لم تكن متاحة بها، وهذا يعني إنتاج أصناف جديدة من تلك المواد [41].

2)-5-(5 الخواص المغناطيسية Magnetic properties

كلما تقلصت جزيئات المواد النانوية وتضاعف تواجد الذرات على أسطحها الظاهرة كلما اشتدت قوة وفعالية مقدرتها المغناطيسية مما يتيح توظيفها في المولدات الكهربائية الهائلة والمحركات [41].

2)-5-6) الخواص الكهربائية Electrical properties

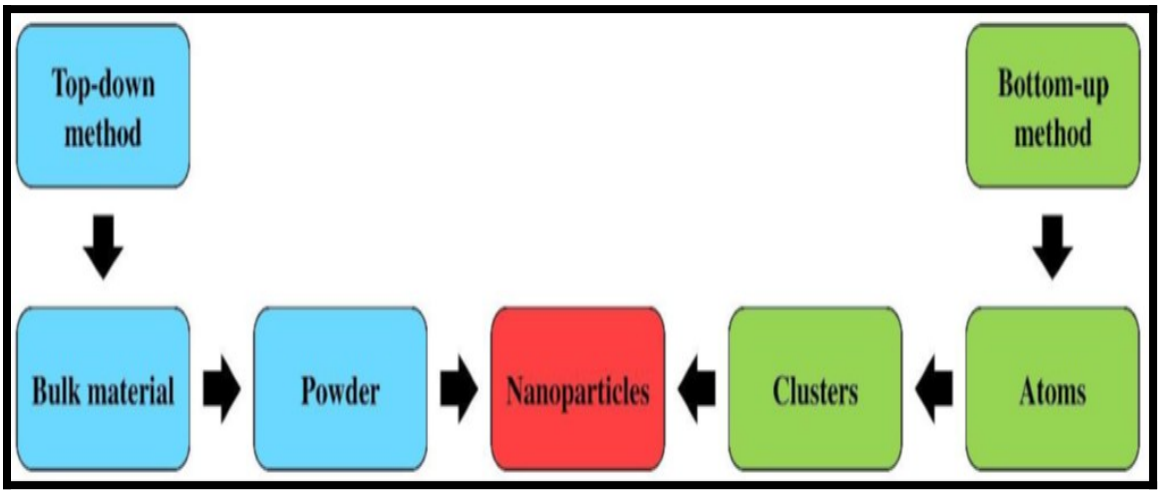
تقلص حجم جسيمات المواد النانوية وتزايد المساحة السطحية أثّر على السمات الكهربائية، فالمواد العازلة كالبوليمرات صارت على النطاق النانوي ناقلة للشحنات، وامتلكت مقدرة على الإيصال الكهربائي للاستفادة منها في حمل التيار بدلًا من توظيف أسلاك نحاسية غالية الثمن، بينما البوليمرات أقل كلفة. كذلك، أشباه الموصلات تصبح مُوَصِّلة على البُعد النانوي، فيصبح السيليكون موصل جيدًا الى حد ما للتيار الكهربائي. ان نسبة السطح الى الحجم ((SA:V هي مقياس يوضح مقدار مساحة السطح الخارجي المقاسة لكل وحدة من الحجم الداخلي لجسم ما. حيث تمتلك الجسيمات النانوية مساحة سطح هائلة مقارنة بحجمها مما يجعلها شديدة التفاعل وهامة جدا في استخدامها ضمن مجالات الطب و الطاقة [39].

2)- (6 طرق تحضير الجسيمات النانوية Methods Of preparing nanoparticles

استنادا الى الشكل (2-8)يمكن تحضير المواد النانوية وفق نهجي هما :

1- من القعر- للأعلى (Bottom-up): يعتمد النهج البنائي على تكوين الجسيمات النانوية بدءًا من الذرات والجزيئات الصغيرة وصولًا إلى الجسيم الأكبر. ويشمل ذلك تقنيات مثل السول-جل، والترسيب الكيميائي، والتخليق الأحيائي. أثناء هذا التجمع، تحاول الذرات ترتيب نفسها بطريقة تقلل من طاقة جبس الحرة (Gibbs Free Energy)(هي دالة حالة ثرموديناميكية تستخدم لتحديد ما اذا كان التفاعل الكيميائي او العملية الفيزيائية ستحدث تلقائيا ام لا عند ثبوت الضغط و درجة الحرارة) ، أي الطاقة الإجمالية للنظام، ليصبح الجسيم أكثر استقرارًا وأقل عرضة للتحلل أو التفاعل. يمكن تخيل ذلك كما لو كنت تبني برجًا من المكعبات بعناية: كل قطعة توضع في مكانها الأمثل لتكوين هيكل ثابت. لذا فان المواد النانوية التي يتم الحصول عليها عبر هذا المسار تحتوي على عدد اقل من العيوب البلورية مقارنة بالمواد التي يتم تحضيرها باستخدام النهج التفكيكي [42].

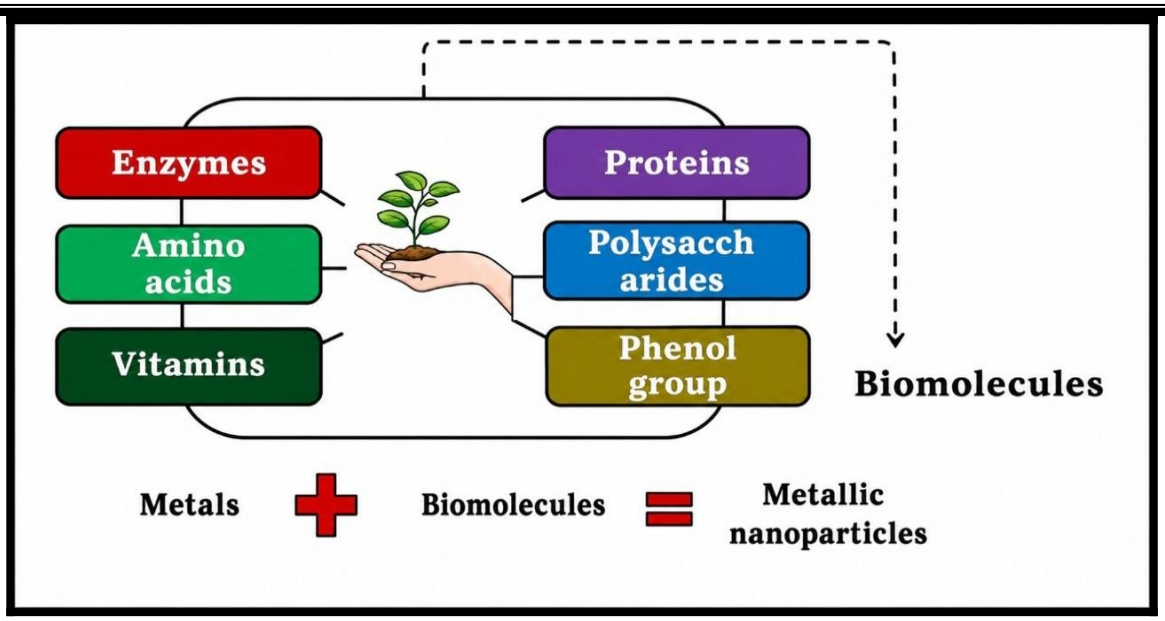
2- من الاعلى - للأسفل (Top-down): يعتمد على تقليل حجم المادة الخام إلى القياس النانوي باستعمال قوى فيزيائية، مثل الطحن الميكانيكي، والنقش الضوئي، والحفر بالليزر. في حالة العمليات "من الأعلى إلى الأسفل"، وغيرها، فإنها تعاب دائمًا باحتوائها على عيوب هيكلية على السطح [42].



الشكل 2)-8) مخطط يوضح طرق تحضير المواد النانوية [42].

2)-(7 طريقة التحضير الاخضر The green synthesis method

تُعد الطريقة الخضراء بديلاً هاماً و صديقا للبيئة عن الأساليب الكيميائية والفيزيائية المألوفة في تحضير الجسيمات النانوية. وتستند هذه المنهجية إلى توظيف كائنات حية أو خلاصاتها كعوامل اختزال وتثبيت طبيعية في عملية التخليق النانوي. ترتكز الطريقة الخضراء على الكائنات الحية الدقيقة كالبكتيريا، والخمائر، والفطريات، والطحالب، وكذلك النباتات او مستخلصاتها، حيث تعمل المركبات الفعالة الموجودة فيها كالبروتينات، والإنزيمات، والمركبات الفينولية و الأمينات، و القلويدات والأصباغ على اختزال أيونات الفلزات وتحويلها إلى جسيمات نانوية ثابتة. تتسم الجسيمات النانوية المُحضّرة بالطريقة الخضراء بكونها تميل الى امتلاك توافق حيوي اعلى (Biocompatible)، كما ان عوامل الاختزال والتثبيت تكون متوفرة بشكل طبيعي ضمن المنظومات الحيوية المستعملة. مما يغني عن ضرورة اضافتها صناعيا كما في الاساليب الكيميائية المعتادة كما في الشكل (10-2). التي غالبا ما تكون سامة او محفوفة بالمخاطر [43]. يوضح الشكل (9-2) اهم المركبات الحيوية الموجودة في المستخلص النباتي و دورها في اختزال ايونات الفلزات و تكوين الجسيمات النانوية.



الشكل (9-2) المركبات الحيوية الموجودة في المستخلص النباتي ودورها في تحضير الجسيمات النانوية [44].

ومن دوافع استخدام طريقة التحضير الاخضر:

1- خفض السمّية الناتجة عن مواد الاختزال والمُذيبات الكيميائية.

2- قليلة الكلفة و سهلة التحضير.

3- سرعة التفاعل وإمكانية إتمامه في حرارة الغرفة.

4- الجسيمات النانوية المحضرة تكون أكثر أمانًا للتطبيقات الطبية والبيئية [45].

يمكن التأثير على حجم وشكل الجسيمات النانوية المحضرة بالطريقة الخضراء عبر تعديل عدة عوامل مثل:

أ) نوع المستخلص النباتي أو الكائن المُستخدم.

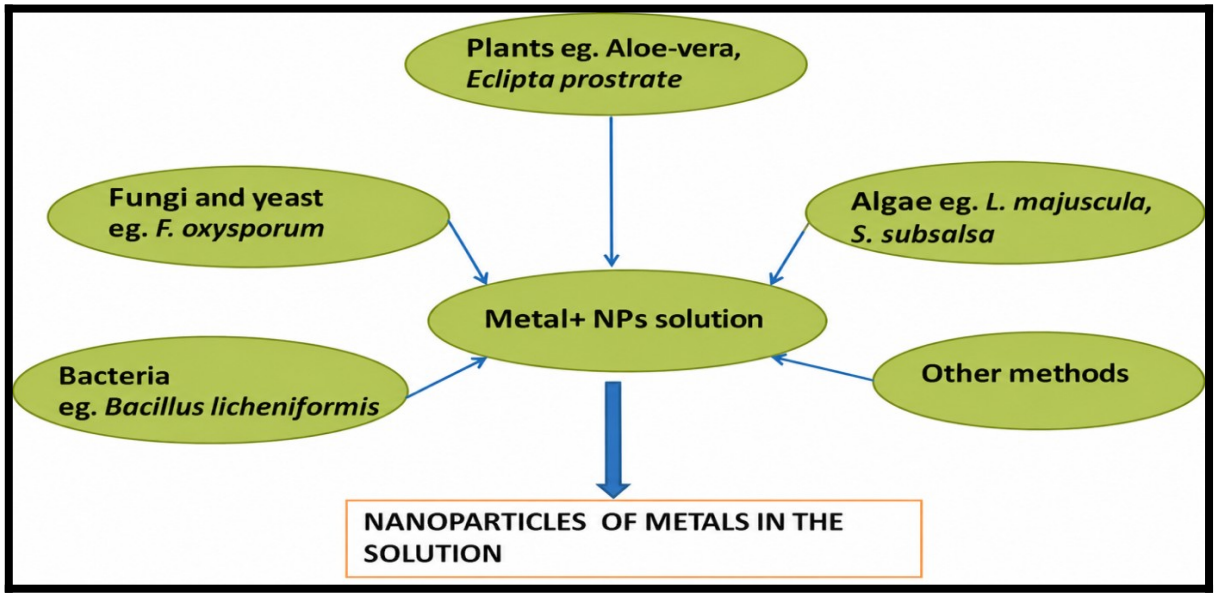
ب) نسبة تركيز الأملاح المعدنية المستخدمة إلى المستخلص النباتي.

ج) الاس الهيدروجيني (pH)، حيث إن الوسط القاعدي عادةً ما يشجع تشكيل الجسيمات.

د) درجة الحرارة، إذ تؤدي الحرارة العالية غالباً إلى تقليل حجم الجسيمات وتسريع وتيرة التفاعل.

هـ) مدة التفاعل [46].

تتعدد المصادر الحيوية المستخدمة في التحضير الاخضر للجسيمات النانوية اذ يمكن استخدام النباتات و الطحالب والفطريات والخمائر في عملية الاختزال و التثبيت. ويوضح الشكل 10-2)) اهم المصادر الحيوية المستخدمة في تحضير الجسيمات النانوية بالطريقة البيولوجية.

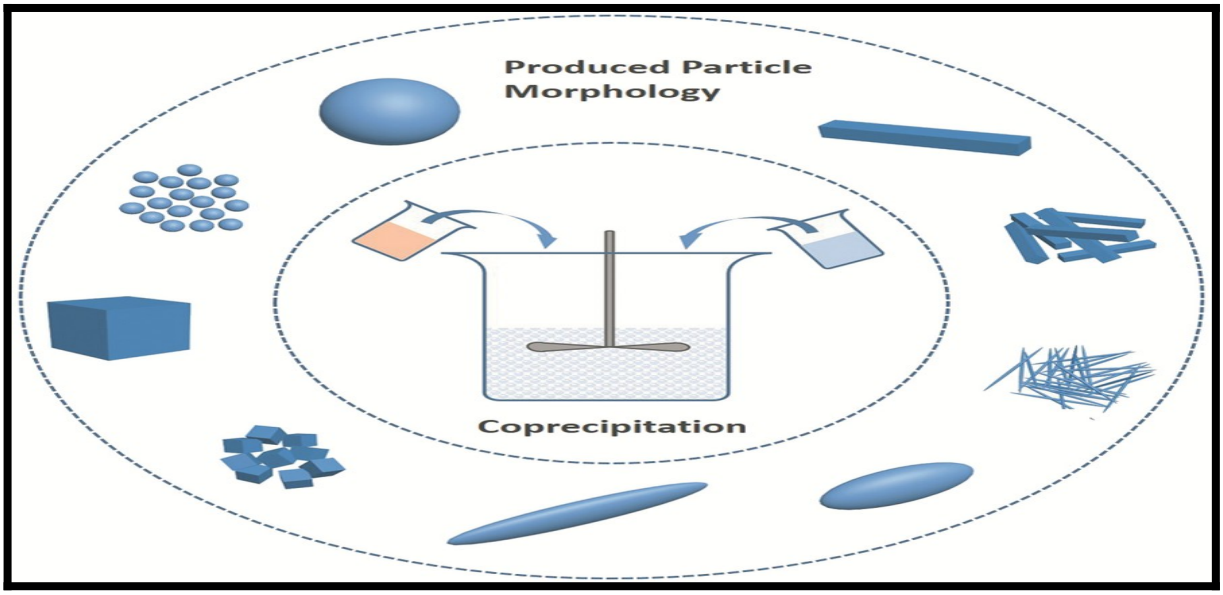


الشكل (2-10(المصادر الحيوية المستخدمة في عملية تحضير الجسيمات النانوية بالطريقة البيولوجية [45].

2)-(8 طريقة الترسيب المشترك Coprecipitation method

تعد هذه الطريقة من أكثر الطرق الكيميائية انتشارًا ، لِما تتسم به من سهولة التنفيذ، و قليلة الكلفة، والإمكانية على ضبط حجم الجُسيمات الناتجة [47]. و تمتاز بكونها لا تستلزم درجات حرارة او ضغوط مرتفعة وتتيح ازالة الملوثات بيسر عبر عمليات التصفية و الغسل مما يجعلها اسلوبا اقتصاديا ويسير التنفيذ مقارنة بالأساليب الفيزيائية الاخرى. حيث تستند هذه الطريقة الى ترسيب ايونات المعدن من محلولها الملحي عبر اضافة مركب مرسب بالتدريج مع ضبط قيمة الاس الهيدروجيني pH)) الامر الذي يؤدي الى تشكل راسب هيدروكسيدي يتحول لاحقا الى مادة نانوية بعد اكتمال عملية الاضافة [48]. ومن اهم العوامل المؤثرة في طريقة الترسيب المشترك هي تزايد قيمة (pH) او ارتفاع درجة

الحرارة. الامر الذي ينتج عنه زيادة في حجم الجسيمات النانوية. حيث من الممكن ضبط احجام الجسيمات من الخلال التحكم بدرجة الحرارة وقيمة [49] ((pH. تؤثر طريقة الترسيب المشترك في الشكل المورفولوجي للجسيمات النانوية الناتجة اذ يمكن الحصول على جسيمات بأشكال مختلفة تبعا لظروف التحضير. ويوضح الشكل (11-2) الاشكال المورفولوجية المختلفة للجسيمات النانوية المحضرة بطريقة الترسيب المشترك.



الشكل -2)11) مورفولوجية الجسيمات النانوية الناتجة بطريقة الترسيب المشترك [50].

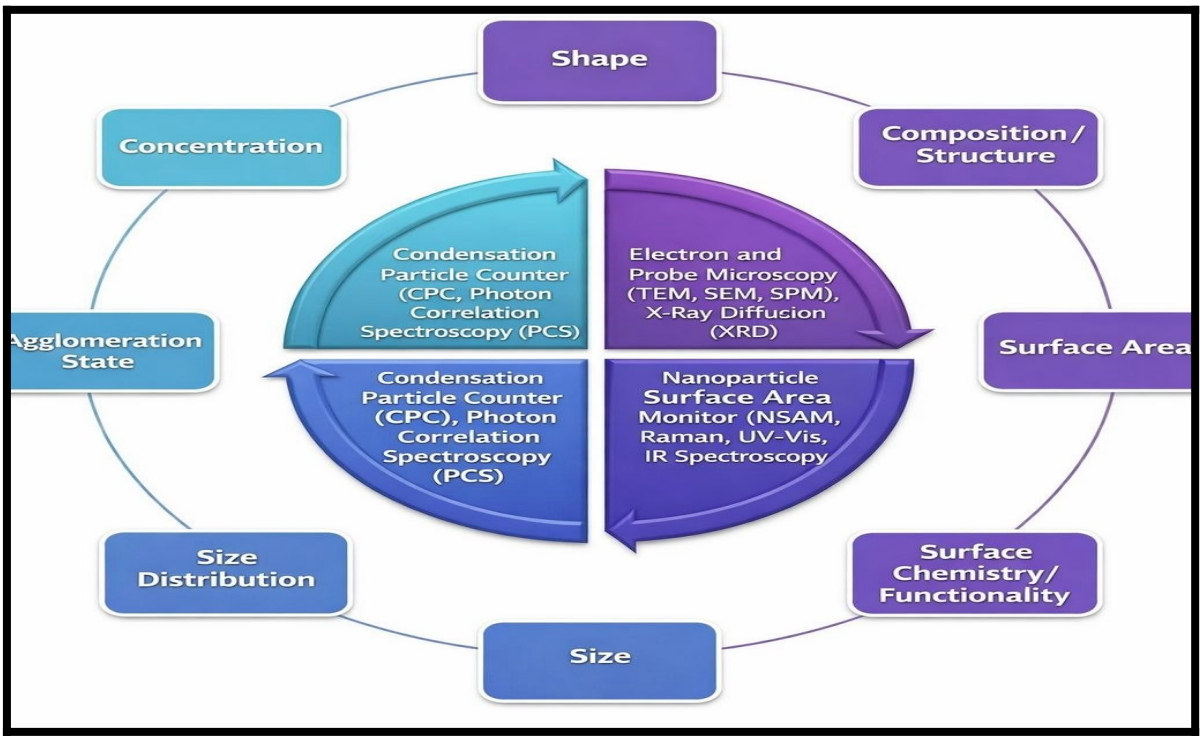
2)-(9 تشخيص الجسيمات النانوية Characterization of Nanoparticles

أن أساليب الوصف والأدوات والتقنيات المستعملة لفحص المواد النانوية وجدت لبيان سماتها واكتشاف الخصائص الجديدة التي تحويها وبالنظر لحجم المواد النانوية الذي يتراوح بين 1-100 (nm) لاحظ الشكل (12-2)، والذي لا يتجاوز حجمه مجموع أقطار بضع ذرات يمكننا عندها توقع مساعٍ عظيمة من قبل علماء النانو لإيجاد أساليب حديثة أو تطوير أساليب قديمة للتعامل مع هذه الأجسام الضئيلة وتحديد مقاييسها [51]. يُقصد بالتشخيص هو بحث الخواص الفيزيائية و الكيميائية للجسيمات النانوية لأنها تتحكم بصورة مباشرة بصفاتها وتطبيقاتها المتنوعة. و من أبرز السمات التي يتم تحديدها للجسيمات النانوية هي:

1- السمات الشكلية والسطحية: وتشمل (الحجم - الشكل - التكتل).

2- السمات التركيبية والكيميائية: وتشمل (التكوين البلوري - النقاء والاكسدة - الشحنة السطحية)

3- السمات الميكانيكية والحرارية والبصرية والمغناطيسية: وتشمل (المتانة والصلابة - الانتقال الحراري - السمات البصرية والالكترونية - المغناطيسية) [52].

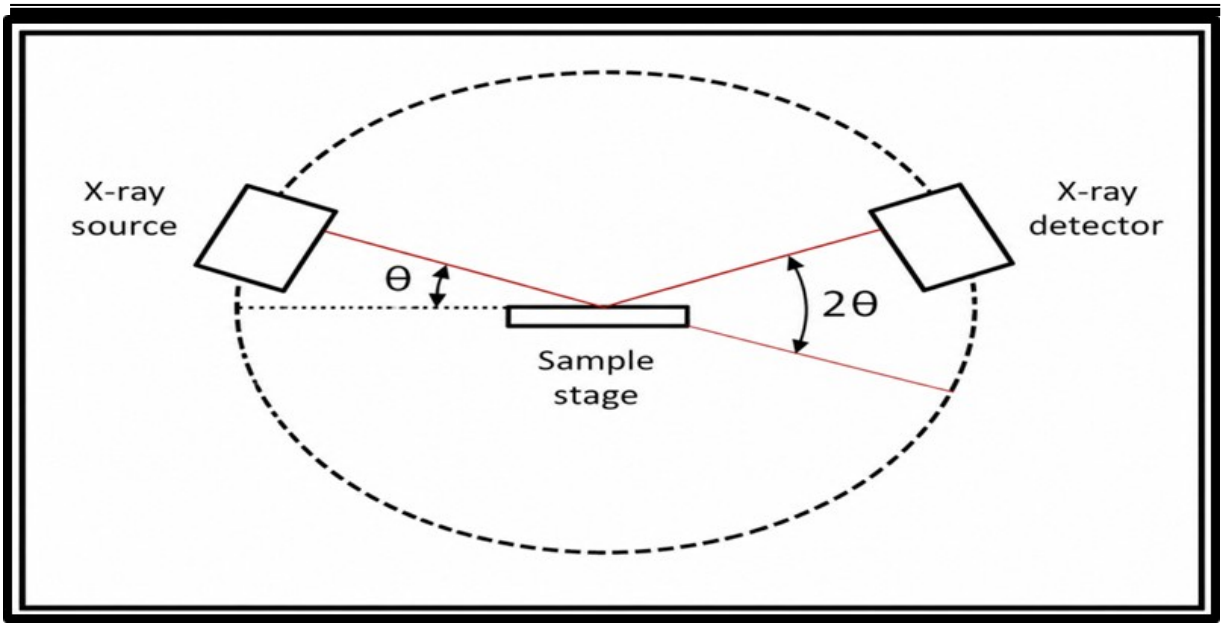


الشكل 2)-12(السمات التشخيصية للجسيمات النانوية [53].

2)-(10 الخصائص التركيبية Structural Properties

2)-10-(1 حيود الأشعة السينية ((XRD X- Ray Diffraction

هي طريقة تحليلية تُسلَّط فيها أشعة سينية على عينة مهيَّأة تحت زوايا مختلفة. يقوم جهاز الحيود (الحيودو ميتر) بقياس ابعاد خلية الوحدة، أي المسافة الفاصلة بين المستويات البلورية المتقاربة، استنادًا إلى ما يُسمّى بـ ((d-spacing ,Interplanar spacing . يعتمد مفهوم حيود الأشعة السينية على التداخل الإيجابي للأشعة السينية المتجانسة اللون عند سقوطها على عينة بلورية. تُولد هذه الأشعة في أنبوب الأشعة المهبطية (cathode ray tube)، ثم يتم ترشيحه لإنتاج إشعاع متجانس الطول الموجي، وتُجمع بواسطة عدسات موجهة (collimator) لتُسدد نحو العينة كما في الشكل (13-2). عند تفاعل الاشعة الساقطة مع العينة يحدث تداخل بناء(حيود) ينتج عنه شعاع مائل عندما تتحقق شروط قانون براغ [.[54 Bragg's Law))



الشكل (2-13)مخطط للتشخيص بحيود الأشعة السينية [55].

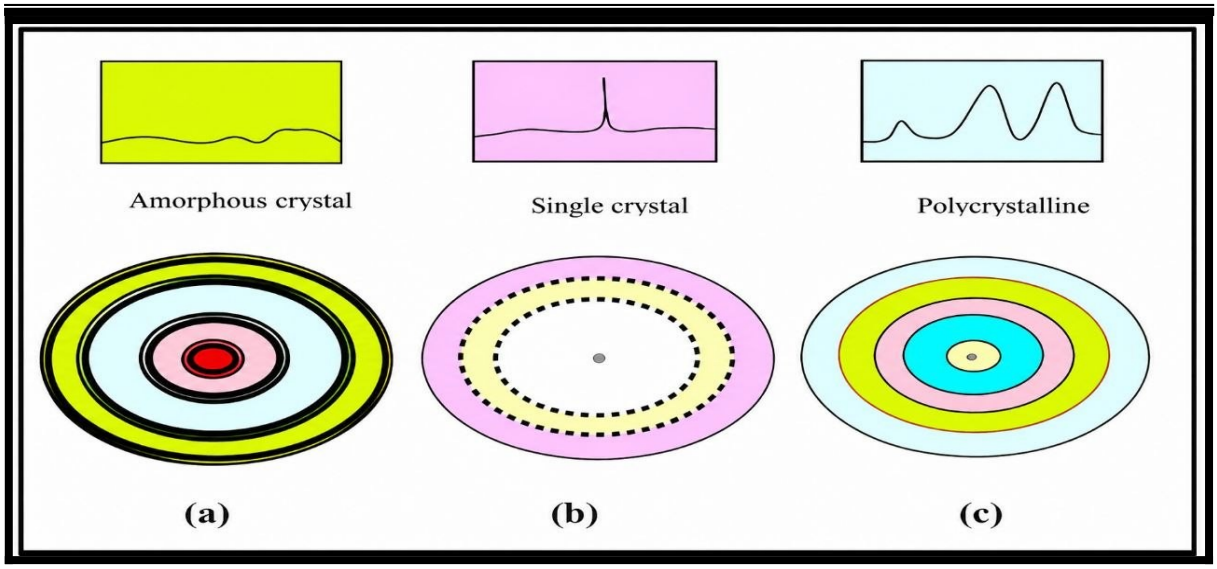
تمثل الأشعة السينية أمواج كهرومغناطيسية تكون ذات أطوال موجية مُعينة وتقع بين الأشعة فوق البنفسجية وأشعة كاما. يُفضل استخدامها في أغلب تجارب الحيود لأنها ذات طول موجي يتراوح بين (0.1) - nm 10، وعمومًا يعتمد الحيود على التركيب البلوري والطول الموجي للأشعة المستعملة [55].

والشكل**2) -14)** يبين تشخيصا حيث يمكن تعيين التبلور او العشوائية عبر حيود الاشعة السينية :

a)) المواد اللابلورية : تعطي نمط حيود يتكون من حلقات واسعة و منخفضة الشدة ويكون مركزها مشترك.

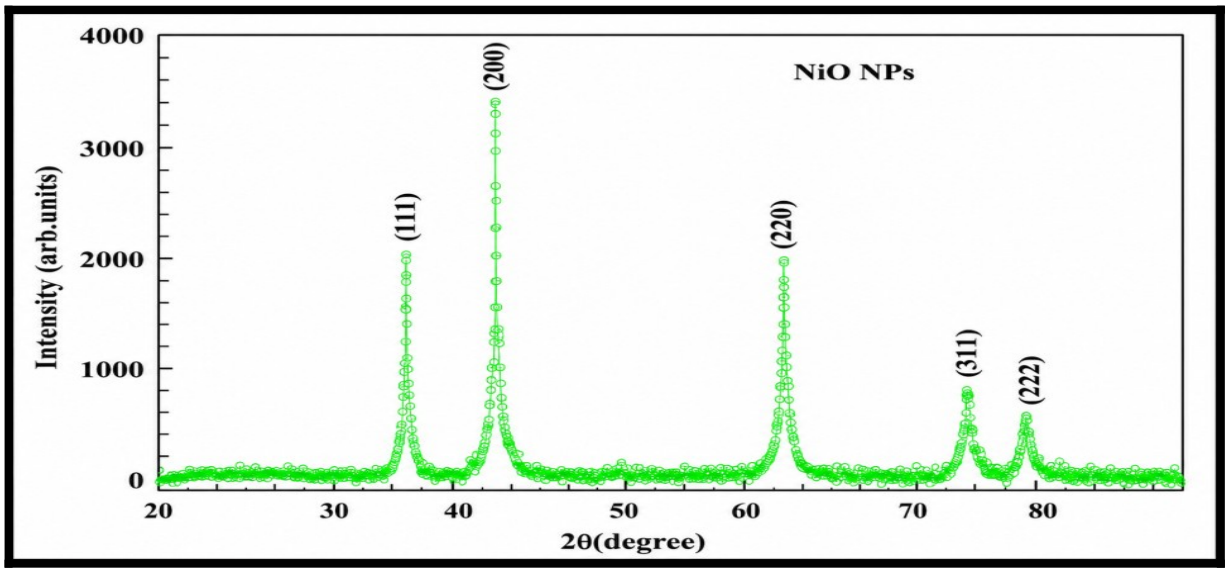
(b)المواد البلورية : تظهر بقع حيود منفصلة و ثابتة و لا يتغير موضعها عند دوران العينة وذلك نتيجة انتظام البنية البلورية و تماثلها.

(c)المواد متعددة التبلور: تنتج نمط حيود على شكل حلقات متحدة المركز تكون واضحة وحادة ومنفصلة عن بعضها بسبب وجود عدد كبير من البلورات ذات الاتجاهات المختلفة [56].



الشكل 2)-(14 حيود الاشعة السينية (a) للمواد اللا بلورية (b) المواد البلورية (c) المواد متعددة التبلور [56].

فعند توجيه أشعة سينية ذات طول موجي مفرد لمدى من الزوايا على سطح العينة سوف تُظهِر قممًا بسبب قانون براغ على الأسطح البلورية المتوازية [57]. و يبين الشكل 15-2)) نمط حيود الاشعة السينية لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء).



الشكل 2)-15) انماط XRD لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام خلاصة بذور الفرس امريكانا.[57]

2)-1-10-1 قانون براغ s Law 'Bragg

إن الشبكة البلورية التي تتباعد فيها الذرات أو الجزيئات بانتظام تتأثر بسقوط الأشعة عليها، فتتعرض الأشعة الساقطة لانحراف أو حيود عن مسارها المعتاد نتيجة لتفاعلها مع العينة. فعندما يخسر الجسيم أو فوتون الاشعة السينية المُبعث جزءًا من طاقته الحركية نتيجة اصطدامه بإلكترونات العينة، يُسمّى ذلك بالتشتت غير المرن. بينما إذا لم يحدث فقدانٌ في الطاقة الحركية للفوتون أو الجسيم، يُدعى التشتت المرن. فقد استطاع العالم براغ من صياغة علاقة رياضية هامّة، وذلك على أساس (أن تفاوت المسار للأشعة الساقطة والمنعكسة يكون مساويًا لطول موجة وحيدة أو عدد من الأطوال الموجية) ويبين الشكل (2-16) المستويات البلورية وقانون براغ [58].

وهناك شرط اساسي يجب ان يتوفر لكي يحدث انعكاس براغ هو ($2d_{hkl} \geq \lambda$) والمعادلة التالية تصف حيود براغ [59].

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

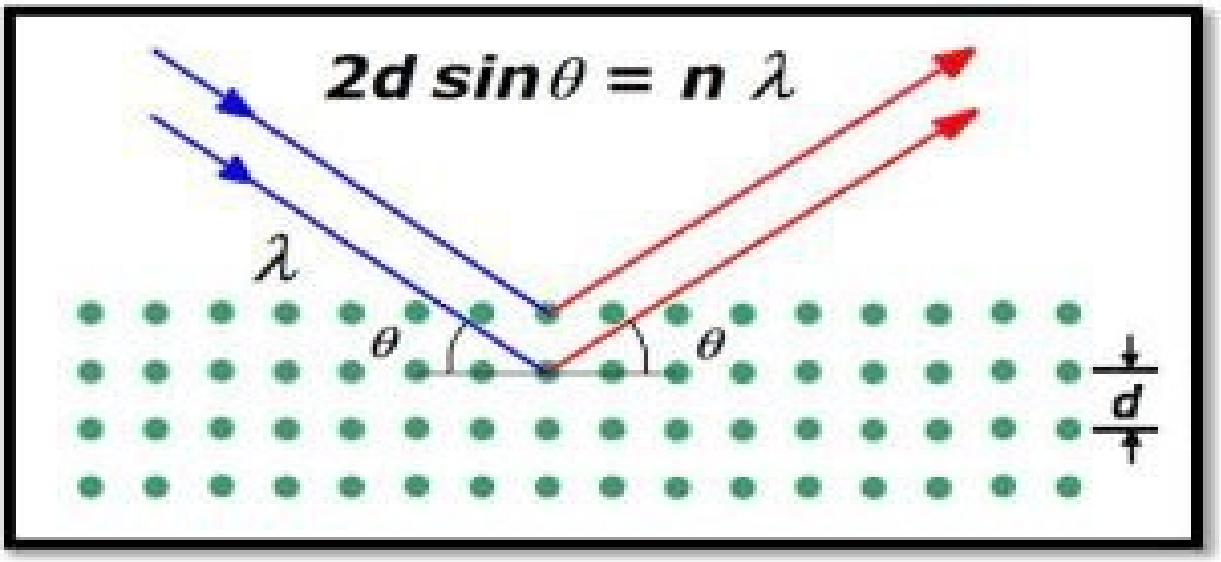
حيث ان :

N : عدد صحيح يمثل رتبة الحيود.

λ : الطول الموجي بوحدات nm.

d_{hkl} : المسافة البينية بين المستويات البلورية.

θ: زاوية براغ.



الشكل 2)- (16 المستويات البلورية وقانون براغ [59].

2)-1-10-(2 حساب متوسط حجم البلورات Crystallite size D

تستخدم فرضية ديباي ـ شيرر لحساب متوسط حجم البلورات [59].

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

حيث ان :

D: الحجم البلوري (nm).

λ: الطول الموجي للاشعة السينية المستخدمة (° 1.54056 A).

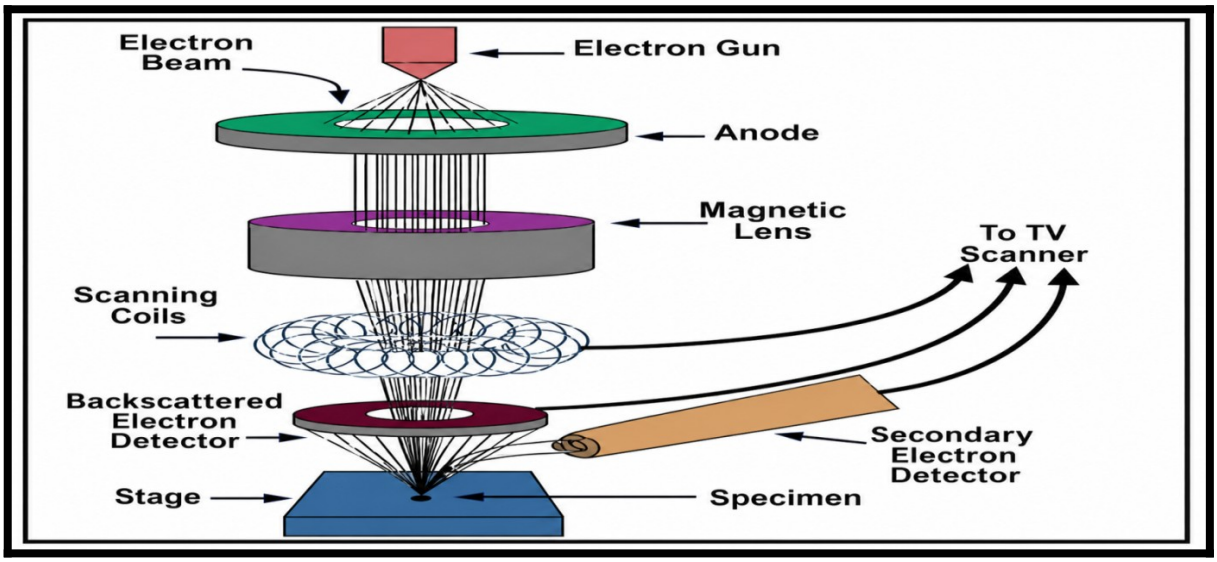
β: العرض الكامل عند منتصف القيمة للقمة FWHM .

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

θ: زاوية براغ وتمثل زاوية السقوط بالنسبة للاشعة السينية [59].

2)-10-(2 المجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي (FE-SEM) Field Emission Scanning Electron Microscope

تستخدم تقنية المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاث المجالي (FE-SEM) أسلوب المسح النقطي لمسح عينة بواسطة حزمة من الإلكترونات ذات الطاقة العالية لإنتاج الصور كما في الشكل (2-17). هنالك إشارات عديدة يمكن التقاطها كنتيجة لتفاعلات الإلكترونات مع جزيئات العينات، والتي تكشف عن بيانات عن طوبوغرافيا السطح، والتركيب [60]. إن توظيف مجهر (FE-SEM) بدلاً من المجهر البصري يمتلك فوائد متنوعة [61]. حيث يتم فحص عدد أكبر من العينات في آن واحد بسبب زيادة عمق مجال التكبير للمجهر، إضافة إلى وضوح الصورة الأعلى بشكل ملحوظ، مما يتيح تكبير حتى أدق التفاصيل. يمكن تشغيل المجهر الإلكتروني الماسح (FE-SEM) بوضعية النفاذ (T-SEM) ، حيث تخترق الإلكترونات الأولية العينة الموضوعة على شبكة شفافة للإلكترونات، ثم تسقط على طبقة مطلية بالذهب تولد الكترونات ثانوية يلتقطها لاحقا مكشاف ايفر هارت ـ ثورنلي. وهذا يتيح الحصول على تباين عبور يعتمد على الكثافة والعدد الذري للمادة. كما يشترط ان تكون العينة والركيزة نافذتين للإلكترونات عند مستويات طاقة (≥ 30 keV. ونظراً لاستعمال الالكترونات عوضا عن الضوء لتكوين صورة في هذا النمط من المجهر، يتطلب وجود عينة موصلة في عمود الفراغ. حيث تُدفع الإلكترونات نحو القطب الموجب لأن القطب الموجب مُحمّل بشحنة ايجابية و يحدث قوة جذب شديدة للإلكترونات [62].



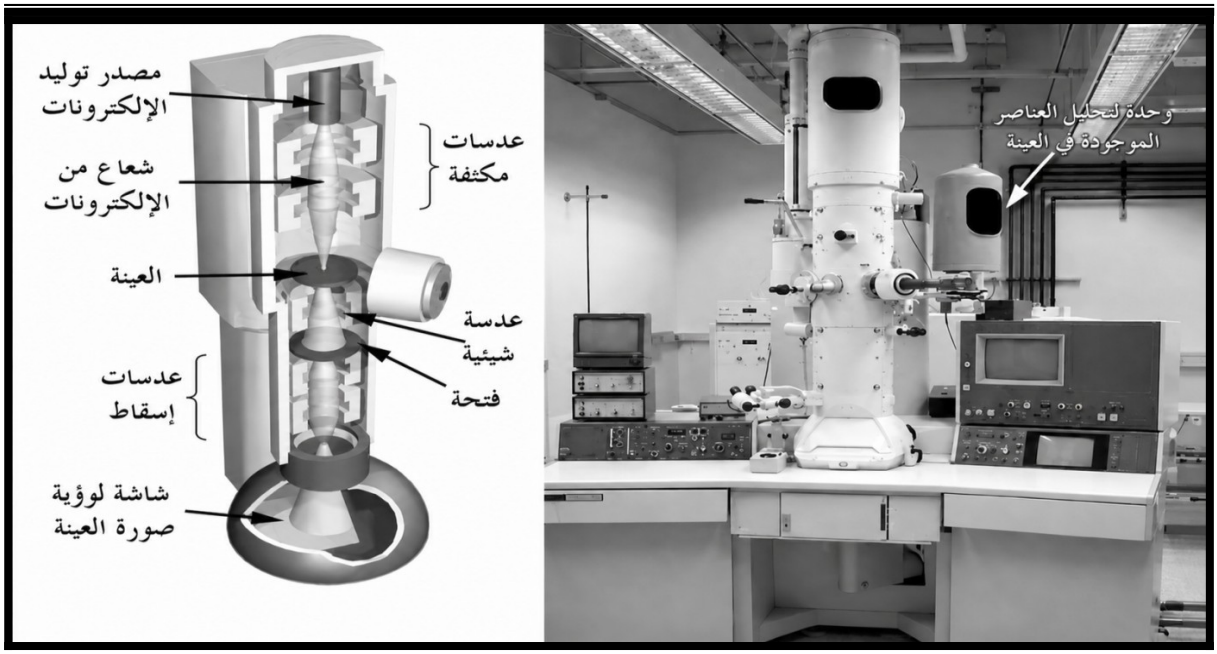
الشكل 2)-17) مخطط للمجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي [62].

2)-10-(3 مطيافية الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX)) Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy

تُعد تقنية الأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX) تقنية تحليلية لتحديد طبيعة المكونات الكيميائية المتواجدة في العينة. بالإضافة إلى ذلك، وحيث إن البنية الذرية لكل مادة تختلف، يقوم الكاشف بقياس شدة القمم الفريدة في طيف الأشعة السينية الخاص بها، مما يتيح تمييز العناصر الموجودة [63]. يُستخدم تحليل تشتت الطاقة للأشعة السينية (EDX) بالاقتران مع المجهر الإلكتروني الماسح (FE-SEM) لتحديد التركيب العنصري للمواد. في هذه التقنية يُسلَّط شعاع من الإلكترونات بطاقة تتراوح بين (10-20 keV) على سطح العينة الموصلة للكهرباء، مما يؤدي إلى انبعاث أشعة سينية مميزة تعتمد طاقتها على نوع العناصر الموجودة في العينة. وتجدر الإشارة إلى أن تقنية (EDX) لا تُعد من تقنيات تحليل السطح، إذ تتولد الأشعة السينية من منطقة قد يصل عمقها إلى نحو (2µm) داخل المادة. ومن خلال مسح شعاع الإلكترونات على سطح العينة يمكن الحصول على خرائط توزيع للعناصر المختلفة، إلا أن عملية تكوين هذه الخرائط قد تستغرق وقتًا أطول نسبيًا بسبب انخفاض شدة الأشعة السينية المنبعثة [65, 64].

2)-10-(4 المجهر الالكتروني النافذ Transmission Electron Microscope (TEM)

المجهر الإلكتروني النافذ (TEM) هو وسيلة قيّمة لبحث التركيب الداخلي للمواد، إذ يقدم معلومات بلورية وبيانات تركيبية على نطاق النانومتر. ولإنجاز مثل هذه البحوث، ينبغي أن تكون النماذج نافذة للشعاع الإلكتروني. في المجهر الإلكتروني النافذ, يتفاعل سيل إلكتروني ذو طاقة عالية (~200 keV) مع نموذج منفذ للإلكترونات بسمك يناهز 20-50 nm)) بغرض فحص البنية والتركيب المجهري [66]. يستخدم شعاع الكتروني مركز على عينة رقيقة عادة - 200 20(nm) لتوليد صور مجهرية للمواد النانوية ذات الاستبانة المكانية الجانبية العالية كما في الشكل .(2-18) عندما تنتقل حزمة الالكترونات عبر العينة فأنها تتفاعل مع العينة وتستخدم الالكترونات النافذة لتكوين الصورة عن طريق تكبيرها وتركيزها باستخدام عدسة شيئية . إذ إن المجاهر النافذة الحالية قادرة على تحقيق دقة تصل إلى (0.1- nm 0.5) من خلال تقليل تشوه الصورة باستخدام اجهزة قياس الانحراف [67].



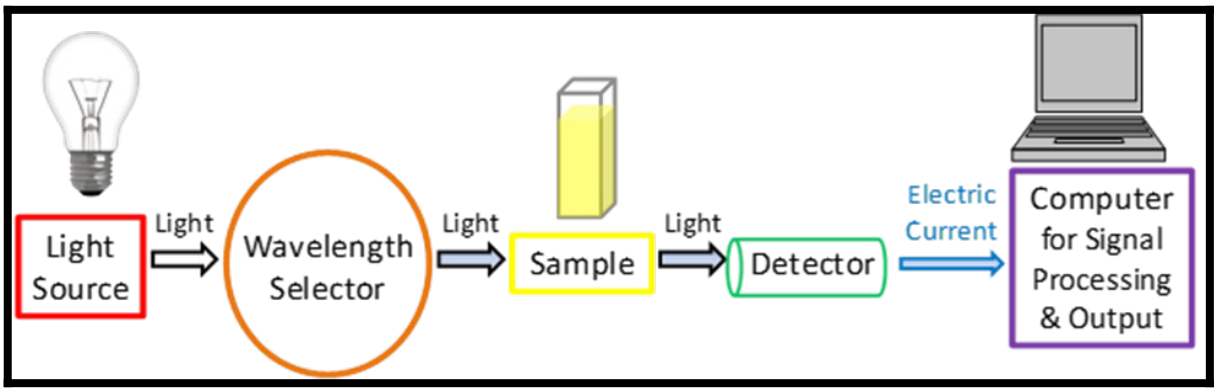
الشكل 2)-(18 صورة للمجهر الالكتروني النافذ اضافة الى رسم يبين مكوناته الداخلية [23].

2)-(11 الخصائص البصرية Optical Properties

2)-11- (1مطيافية الأشعة فوق البنفسجية – المرئية UV-Visible Spectroscopy (UV-Vis)

تستعمل مطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية الإشعاع الموجود في منطقتي الأشعة فوق البنفسجية (UV) والمنطقة المرئية (Vis) من الطيف الكهرومغناطيسي، ضمن مدى تقريبي من (200-800 nm) و غالبا ما تمتد هذه المنطقة الطيفية إلى منطقة قريبة من الأشعة تحت الحمراء (Near Infra Red) وتعرف حينئذ باسم مطيافية الاشعة فوق البنفسجية والمرئية و تحت الحمراء (UV-Vis-NIR) بمدى طيفي يصل الى نحو ((1000 nm. هذا الاسلوب يعتمد على توظيف مصباح ثنائي الهيدروجين الديوتريوم (Deuterium lamp) و مصباح التنجستن (Tungsten lamp) لإنتاج الأطوال الموجية للأشعة فوق البنفسجية والمرئية على الترتيب، إلى جانب استخدام العينة المدروسة وعينات مرجعية وكاشف وجهاز استشعار وجهاز مستوحد اللون Monochromator))، حيث يُعرَّض النموذج للأشعة فوق البنفسجية لاستخلاص خصائص الأشعة البنفسجية. و تُستَخدَم اوعية المختبر (Cuvettes) تحتوي على العينة وتُوضَع داخل الجهاز في مسار الضوء. الاوعية المختبرية تكون زجاجية أو لدائنيه (بلاستيكية) أو من السليكا أو خلايا الكوارتز. يمتص الطول الموجي الأقصر (310 nm) بواسطة الاوعية اللدائنية والزجاجية، لذلك لا يمكن استعمالها لدراسات الامتصاص تحت هذا الطول الموجي. ولهذا، يتم اللجوء إلى اوعية الكوارتز لقياسات الامتصاص في مدى الأشعة [68].

فوق البنفسجية نظرًا لصفائها للأطوال الموجية التي تزيد عن (nm 180) و الشكل (2-19) يوضح مخططا مبسطا لمكونات مطيافية UV-Vis [68].



الشكل 2)-(19 مخطط مبسط للمكونات الرئيسية في مطيافية UV-Vis [68].

2)-11-(2 مطيافية الأشعة تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه (FTIR) Fourier Transform Infrared

تعد مطيافية الأشعة تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه التقنية الاكثر شيوعا لقياس ترددات الأشعة التي تمتصها العينة. يتم الحصول على اطياف هذه الاشعة نتيجة للتغيرات في المستويات الاهتزازية للجزيئات. يمكن استخدام هذه الاطياف للحصول على تفاصيل حول التماثل (Symmetry) و قوه الرابطة , و التفاعلات الجزيئية الداخلية والخارجية, بالإضافة إلى بنية المادة وبناء على ذلك تستخدم هذه التقنية للتاكد من انواع الروابط الموجودة بين ذرات الجزيء والمجموعات الوظيفية أيضا. يمكن استخدام هذه التقنية لتوصيف كافة العينات في حالتها الصلبة و السائلة و الغازية. بشكل عام تمتص جميع المركبات العضوية إشعاع الأشعة تحت الحمراء و من ناحية أخرى يصعب توصيف المواد غير العضوية لأن الذرات الثقيلة تظهر انتقالات اهتزازية في منطقة الاشعة تحت الحمراء البعيدة (Extreme IR) مما يتطلب نوعا آخر من مقسمات الشعاع والكواشف. كما تظهر بعض الاهتزازات قمما عريضة جدا بسبب وجود تداخلات تعيق اكتشاف المجموعات الوظيفية. كما قد لا يتم اكتشاف شدة القمم لبعض المواد غير العضوية بسبب ضعفها.[69] يمكن تصنيف طيف الاشعة تحت الحمراء للجزيئات متعددة الذرات بشكل عام الى منطقة بصمة الاصبع ((Finger Print ومنطقة المجموعات الوظيفية (Group Region)) حيث توجد الاخيرة ضمن المدى الموجي ((4000-1500 cm^{-1} بينما تقع منطقة بصمة الاصبع ضمن المدى (400-1500cm^{-1} ([70،71]).

2)-11-3) جهد زيتا Zeta Potential

هو فرق الجهد الكهربائي المتولد عند مستوى الانزلاق (Shear Plane) ضمن الطبقة المزدوجة الكهربائية التي تحيط بسطح الجسيمات النانوية في الوسط السائل. ويُعد هذا الجهد مؤشرًا عمليًا على مقدار الشحنة السطحية الفعّالة للجسيمات، وبالتالي يُستخدم لتقييم درجة استقرار الأنظمة الغروية؛ إذ إن القيم العالية (موجبة أو سالبة) تدل على زيادة قوى التنافر بين الجسيمات واستقرارها، في حين أن القيم المنخفضة تشير إلى ميل الجسيمات للتجمع أو التكتل. و تبرز اهمية جهد زيتا في :

1- يحدد مدى استقرار الجسيمات النانوية في الاوساط المائية .

2- قيَم منخفضة لجهد زيتا بين 30 +) (mv و (30- mv) تشير إلى عدم ثبات الجسيمات وتعرضها للتكتل بفعل قوى فان دير فالز الضعيفة .

3- يُؤثّر في تفاعل الجسيمات مع الأغشية الخلوية التي غالباً ما تكون ذات شحنة سالبة، وبالتالي يضبط النفاذية والضرر والارتباط بالبروتينات.

اما العناصر المؤثرة في قيمة جهد زيتا هي :

1- درجة الحموضةpH)) .

2- الشدة الأيونية (Ionic strength).

3- طبيعة الوسط: (ماء - محلول منظم - مصل).

4- حجم الجسيمات و وجود البروتينات التي تُشكّل غلافاً (Corona) على سطحها [72].

2)-12) تطبيقات المواد النانوية Applications of nanomaterials

تلعب تكنولوجيا النانو اليوم دورا رائدا في العديد من التطبيقات منها : التطبيقات الزراعية عن طريق صناعة اسمدة نانوية ((Nano fertilizers تطلق المغذيات تدريجيا وموجهة لرفع كفاءة الاستخدام وتقليل التلوث. كما تستخدم تكنولوجيا النانو في تنقية المياه عن طريق استعمال مرشحات و محفزات نانوية لازالة المعادن الضارة. كما دخلت تكنولوجيا النانو في مجال تحسين المزروعات عن طريق ادخال مواد نانوية لتحفيز التبدلات الجينية أو رفع معدلات الانبات و النمو و الانتاج [73].

أما في المجال الطبي فقد أقرت هيئة الغذاء والدواء (FDA) أنواعاً متنوعة من الجسيمات النانوية، كالذهب، والفضة، أوكسيد الزنك، أوكسيد النيكل، و السليكا، للأغراض الطبية الحيوية في معالجة العلل المستعصية والأورام الخبيثة [74]. حيث يُستغل أوكسيد النيكل (NiO) في الاستخدامات الإحيائية الطبية، ولديه مقدرة مرتفعة على التوافق الحيوي، حيث أثبتت الجسيمات المُعدّة غياب أية آثار سامة سواء على خلايا الطحال السليمة أو المُنشّطة، ما يجعلها ملائمة للاستعمال في الطب النانوي وتطبيقات العقاقير. كذلك أوضح البحث أن أوكسيد النيكل (NiO) يتمتع بفعالية حيوية يمكن استخدامها في حقول المستحضرات الطبية النانوية (Nano Medicines) لاسيما وان بعض اشكال (NiO) المحضرة بأساليب صديقة للبيئة لها سمية محدودة على الانسجة الطبيعية حيث شملت الفحوصات تقييم السمية الحادة في الكائن الحي اذ لم يرصد أي تأثيرات سامة على الكبد او الكلى الامر الذي يدعم امكانية توظيفها في التطبيقات الصحية [75]. طالما لعبت تقنية النانو دورا مهما في الصناعات المختلفة حيث يمكن توظيفها في معالجة الأطعمة لتحسين الجودة الإجمالية للمنتجات الغذائية بما في ذلك المذاق والرائحة والتوافر البيولوجي للعناصر الغذائية كما يمكنها المساهمة في اطالة فترة صلاحية المنتجات [76]. كما تساهم هذه التقنية في حل مشكلة تبذير الطعام من خلال استعمالها في تغليف الأغذية. وقد أُثبت أن استخدام الجسيمات النانوية يحسّن من سلامة الغذاء عن طريق رفع المحتوى الغذائي و الفعالية ومدة الحفظ [77]. و بالمقارنة مع وسائل النقل الأخرى مثل النقل الجوي أو البحري، يتركّز معظم البحث والتطوير القائم على تقنية النانو في صناعة المركبات. تشمل مجالات استخدامها أجزاء الهيكل و الانبعاثات و الديكورات الداخلية و البدن والإطارات و الأنظمة الكهربائية والإلكترونية و المحركات وأنظمة التوجيه [78].

2)-(13 النشاط المضاد للبكتيريا لجسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)

أظهرت جسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) فعالية كبيرة ضد أنواع مختلفة من البكتيريا مثل:(*Escherichia coli*) و(*Staphylococcus aureus*) وتم تسجيل مناطق تثبيط واسعة وصلت إلى(10,22 mm). حيث تعتبر مقاومة البكتيريا للعقاقير تحديا متصاعدا في علاج الامراض المعدية وغالبا ما ينتج عن :

1- إفراز- إنزيمات تعيق العقار.

2- تحول البكتيريا إلى وضع أيضي منخفض اي انتقال البكتيريا إلى حالة من النشاط الحيوي المنخفض .

وكانت النتائج تدل على أن جسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) تمتلك إمكانية لافتة لكبح انتشار- هذه البكتيريا عند تراكيز- تتفاوت بين60، 20 (µg/ml) كما في الشكل (2-20) [75،79]. و من الاسباب التي تبرر فعالية (NiO NPs) هي صغر- حجمها وارتفاع نسبة المساحة السطحية . الأمر الذي يقوي مقدرتها على الدخول إلى الغشاء الخلوي الجرثومي وإحداث تدميرات بداخلها.[80]

كما ان هناك عدة سبل محتملة لنجاح(NiO NPs) منها :

1- التصاق- جسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) بسطح الخلية البكتيرية مما يؤدي الى :

أ) إرباك نفاذية الغشاء الخلوي.

ب) اعاقة انتقال المواد عبر الغشاء الخلوي.

ج) إتلاف سلامة الغشاء الخلوي.

2 - تغلغل جسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)) للأجزاء الداخلية والتفاعل مع:

أ) مُركبات الكبريت والفوسفات (مثل المادة الوراثية).

ب) فقدان القدرة على التكاثر وإبطال فاعلية الإنزيمات.

3- تحرير- أيونات النيكل(Ni^{+2}) من خلال :

أ) يستقطبها الغشاء الجرثومي ذو الشحنة السالبة.

ب) احداث تلفاً مباشراً للجدار الخلوي والتراكيب الداخلية [81].

4 ـ صِغَر حجم جسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) و هذا يؤدي الى :

أ) توفير مساحة سطحية كبيرة.

ب) زيادة التفاعل مع الخلايا الجرثومية.

ج) التسبب ببقع إعاقة أوسع [81].

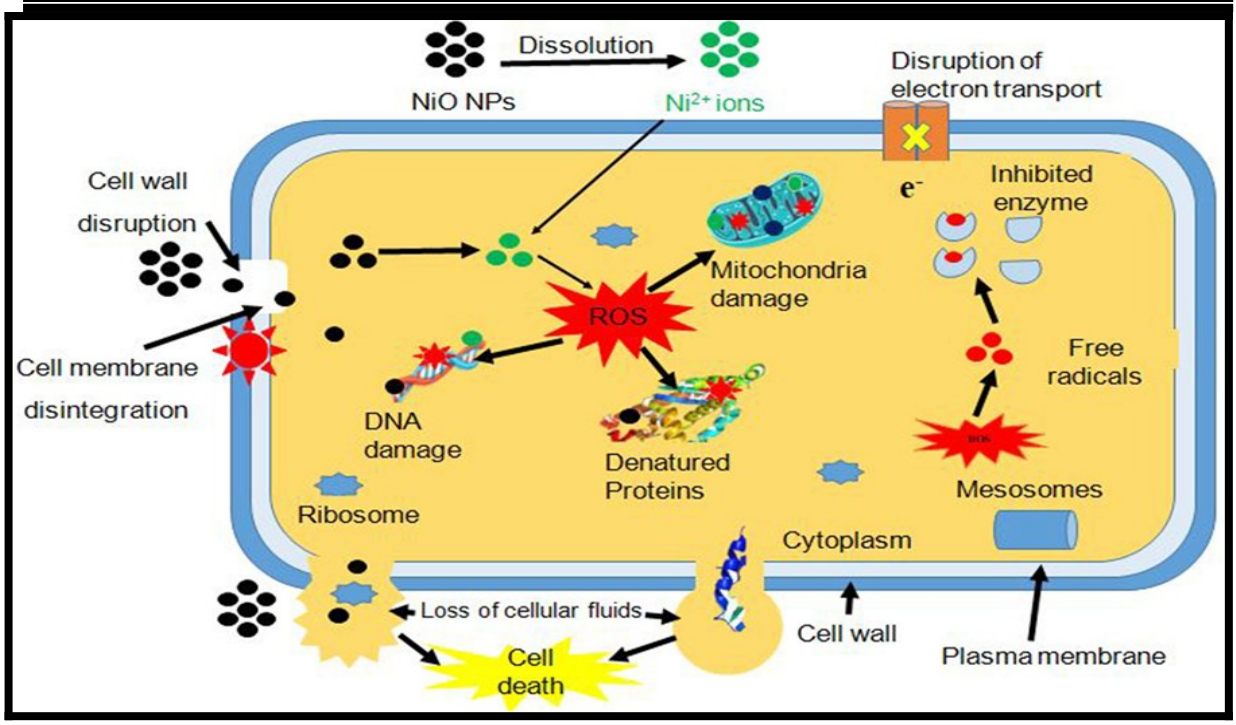
وهناك اليات اضافية ممكن ان تستخدمها الجسيمات النانوية ((NPs في ابادة البكتيريا منها:

1ـ اختلال الاتزان الايوني المعدني داخل الخلية (Metal Ion Homeostasis): الجسيمات المعدنية النانوية تحدث خللاً في توازن الأيونات داخل الخلية، مما يؤدي إلى أضرار لا يمكن إصلاحها.

2ـ خلل في وظيفة البروتينات والإنزيمات: تتسبب في أكسدة سلاسل الأحماض الأمينية، وتكوين كربونيلات بروتينية، مما يؤدي إلى فقدان النشاط التحفيزي وتلف البروتينات الهامة.

3ـ السمية العامة وتعطيل الإشارات: الجسيمات النانوية تتفاعل مع البوليمرات الحيوية، مما يؤثر سلبًا على تكاثر الحمض النووي و توقف الاشارات الخلوية .

4ـ القتل بالضوء (Photo killing): بعض الجسيمات النانوية الحساسة للضوء تدمر أغشية الخلايا عند تعرضها للضوء، خاصةً بروتينات و DNA البكتيريا [82] . و يوضح الشكل 20-2)) الاليات المختلفة للتأثير السام لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية داخل الخلية.



شكل (2-20) فعالية NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) المضادة للبكتيريا [75].

2)-(14 النشاط المضاد للخلايا السرطانية لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs))

أظهرت دراسات سابقة كفاءة واضحة لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية ((NiO NPs ضد الخلايا السرطانية ، إذ تم فحص السمّية الخلوية لها ضد ثلاثة سلالات خلوية سرطانية بشرية هي: (MCF-7) سرطان الثدي و (Hep-G2) سرطان الكبد و (HT-29) سرطان القولون باستعمال اختبار ((MTT. وأوضحت النتائج أن تأثير الجسيمات يتوقف بشكل كبير على الحجم والتركيز ودرجة التكليس فالجسيمات المكلسة عند C) ° 300)، والتي لها متوسط حجم مقداره 8.2 nm))، كانت الأشدّ فتكاً بالخلايا قبالة الجسيمات الأضخم المُحضّرة عند 500 °C) و (400 [83]. استُخدِمَت خلايا سرطان الكبد HepG2)) لتقدير السمية الخلوية. أُعِدَّت الجسيمات بأسلوب التخليق الأخضر باستعمال بياض البيض كعامل مُختزِل ومثبت طبيعي، ثمّ كلست عند درجات حرارة متباينة 600 °400، 500، (C). حيث تشير نتائج فحص MTT)) أن جسيمات NiO)) النانوية تملك قدرة كبيرة على كبح خلايا السرطان، حيث لوحظ أن الجسيمات المكلسة عند (600 C°) كانت الأكثر تأثيراً، إذ هبط معدل حيوية الخلايا إلى أقل من (40 %) مقارنة بالحالات الأخرى. وقد تزايدت السمية بازدياد التركيز من (µg/ml 400-10) ما يبرهن أن المفعول المضاد للسرطان مرتبط بالتركيز ومستوى التكليس الذي يؤثر على حجم الجسيمات البلورية [84].

أظهرت جسيمات أوكسيد النيكل النانوية ((NiO NPs المحضرة حيوياً تأثيراً ملحوظاً ضد خلايا السرطان من النوع ((A549 سرطان الرئة البشري. وقد أوضحت نتائج فحص السمّيّة الخلوية (MTT) أنّ هذه الجسيمات تحوز قدرة كابحة تعتمد على الجرعة، إذ أثمر رفع التركيز من(20 100) - µg/ml عن تضاؤل واضح في عدد الخلايا الناجية وزيادة في نسبة فناء الخلايا. وتمّ تعيين قيمة IC50 (هو تركيز المادة لتثبيط 50% من النشاط الحيوي للخلايا عند ظروف معينة) عند ((93.35 µg/ml، ما يشير إلى أنّ هذا التركيز يوقف 50%)) من تكاثر الخلايا السرطانية [85].

ان الأسلوب الجوهري لأنهاء الخلايا الخبيثة بواسطة جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)) هو اطلاق مسار الاستماتة ((Apoptosis pathway . و فيما يلي تتابع لمراحل هذا المسار :-

1- دخول جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)) إلى الخلية وتفاعلها مع مكوناتها مما ينتج عنه اختلالات حيوية في المادة الوراثية (DNA) , المركبات البروتينية , طريق نقل الالكترونات . اذ تعتبر هذه الاختلالات من اللبنات الاساسية لفناء الخلية السرطانية.

2- توليد كميات وفيرة من انواع الاوكسجين التفاعلية (ROS) داخل الخلية ويعزى ذلك الى صغر حجم جسيمات (NPs NiO) و زيادة مساحتها السطحية بالاضافة الى ان الجسيمات المُحضَّرة كيميائيًا تتمتع بعيوب بلورية أكبر ونقص أكسجيني، مما يزيد من قدرتها على إنتاج الجذور الحرة ((ROS عند تفاعلها مع الأكسجين والرطوبة داخل الخلية.

3- تسبب هذه المستويات العالية من انواع الاوكسجين التفاعلية (ROS) : اكسدة المكونات الخلوية , تعطيل وظيفة المايتوكوندريا , تفكيك الحمض النووي والبروتينات , تصدع الغشاء الخلوي.

4- تحفيز و إطلاق مسار الاستماتة ((Apoptosis pathway : هو عملية الموت المبرمج للخلية والذي يهدف الى التخلص من الخلايا التالفة و غير الضرورية [86].

الفصـــــــــــــل الثـــــالث

الجـــــــــــزء العملـــــــي

3)-(1 مقدمة Introduction

في هذا الفصل سيتم استعراض المواد والأجهزة و الأدوات التي استُخدمت في إجراء البحث، بالإضافة إلى شرح الأساليب والخطوات العملية التي تبعتها للوصول إلى النتائج. يهدف هذا الفصل إلى تزويد القارئ بصورة واضحة عن بيئة العمل البحثي وكيفية تنفيذ التجارب و الإجراءات بصورة منظمة.

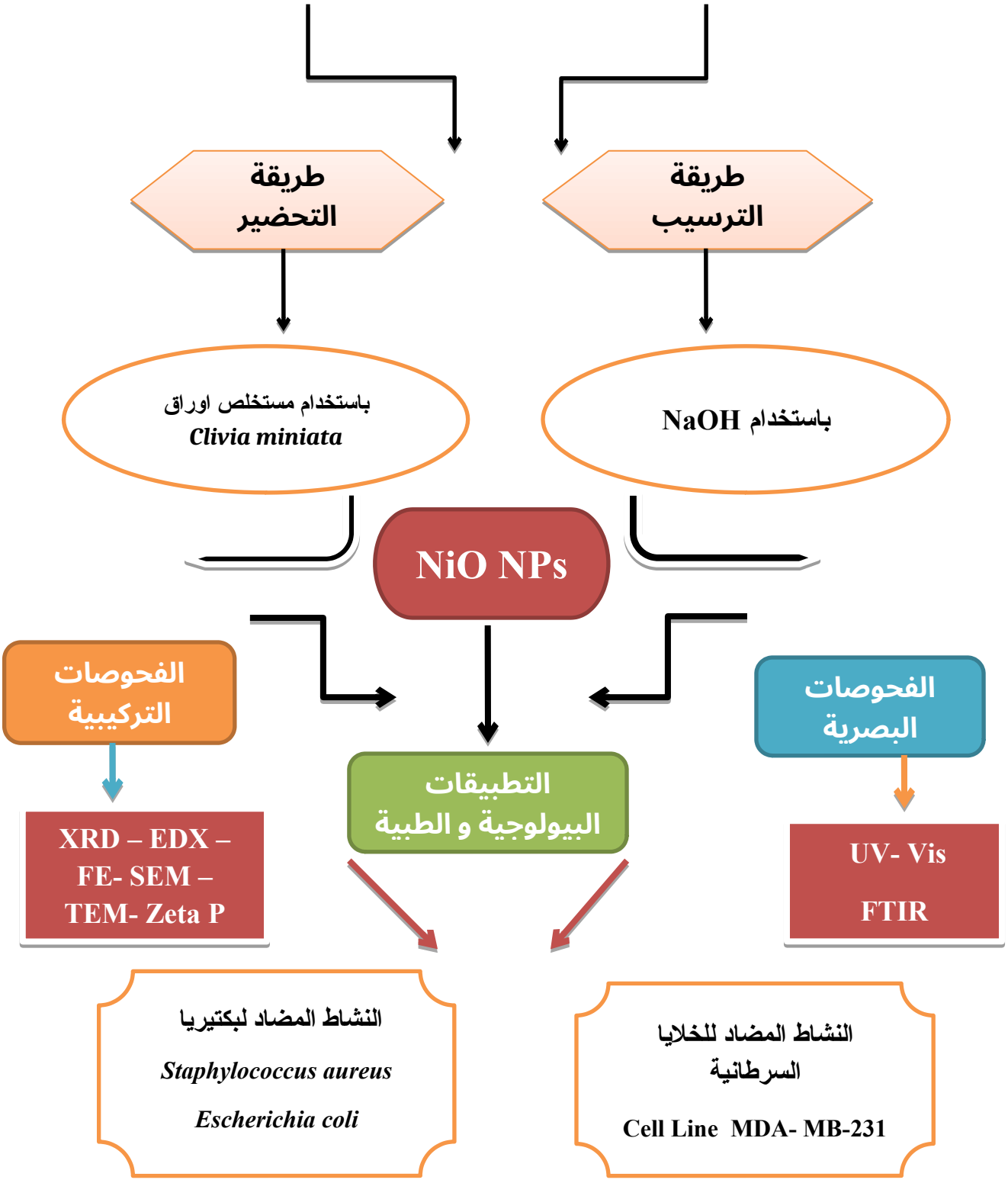
(3-2) المواد المستخدمة Materials Used

استخدمت في هذه الدراسة مجموعة من المواد الكيميائية ذات النقاوة العالية لتحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية، وذلك لضمان الحصول على نتائج دقيقة وموثوقة، ويوضح الجدول 1-3)) اسماء المواد الكيميائية المستخدمة، و اوزانها الجزيئية و الشركات المصنعة لها، و نسب نقاوتها.

جدول 3)-(1 خصائص المواد المستخدمة في تحضير NiO NPs بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

Chemical compound	Molecular weight (mol)/g	Company	Purity ((%
$Ni(NO_3)_2{\cdot}6H_2O$	290.83	Sigma-,India Aldrich	99.98
NaOH	40.00	Sigma- ,India Aldrich	99.97
OH (Ethanol)C_2H_5	46.07	Sigma-Aldrich, India	70
Distilled water ((OH_2	18.02	Misan Oil Training Institute	_____

نترات النيكل



الشكل 3)-(2 مخطط انسيابي يوضح تحضير NiO NPs بالطريقتين النباتية (الخضراء) والكيميائية والفحوصات وصولا الى التطبيقات البيولوجية

3-3) الأجهزة والادوات المستخدمة في العمل Apparatus and Tools

يبين الجدول (3-2) الأجهزة والادوات المستخدمة في هذه الدراسة :

جدول (3-2) الأجهزة والأدوات المستخدمة في تحضير NiO NPs بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

N	Apparatus and Tools	Company and Origin
1	Magnetic stirrer with hot plate	DLAB Scientific Co.,Ltd, China
2	Mercury thermometer	Lichen., China
3	Graduated cylinder	Labbox., China
4	Glass beakers	Shu Niu., China
5	Laboratory Oven	Xinhua., China
6	Filter papers Qualitative	Hawach., China
7	Plastic Dropper	Labbox., China
8	pH Meter	Xinhua., China
9	Electronic Analytical Balances	FAITHFUL CO.,Ltd China
10	Conical Filter	Shu Niu., China
11	Conical Flask	Shu Niu., China
12	Centrifuge tube	Nest Biotechnology., China
13	Laboratory Centrifuge	Thermo Fisher Scientific., USA
14	Water Distillery Device	Heidolph., Germany
15	Laboratory furnace	Memmert., Germany
16	Magnetic Capsule	Ankon Technologies., China
17	Porcelain Crucible	Coorstek, USA

3)-(4 جمع العينة (النبات) Sample Collection Plant

نبات *(Clivia miniata)*، والمعروف بأسماء شائعة مثل زنبق الأدغال أو زنبق ناتال، هو عشب معمر ومحب للظل ينتمي إلى العائلة النرجسية (Amaryllidaceae). يعود أصل تسميته باللاتينية (*miniata*) إلى اللون "الأحمر الزنجفري" لأزهاره عند اكتشافها في البرية. ينمو النبات في تجمعات ويصل ارتفاعه إلى80 (cm)، ويتميز بأوراقه الخضراء الداكنة الشريطية الناعمة ذات العرض المقارب لـ (5cm)، والتي تخرج من ساق تحت أرضية لحمية تمتلك كتلة مدمجة من الجذور. ويعد هذا النوع فريداً في جنسه لامتلاكه أزهاراً شبيهة بالبوق تنمو بشكل فردي على شكل مظلة فوق ساق قوية، وتتراوح ألوانها بين البرتقالي والأصفر الكريمي مع رائحة حلوة خفيفة. ولا يُكون النبات أبصالاً، بل ينتج ثماراً عنبية تحتوي بداخلها عادة على 10 بذور. ينتشر النبات طبيعياً في جنوب إفريقيا (مقاطعات كيب الشرقية، كوازولو ناتال، ومبومالانجا) وفي سوازيلاند. كيميائياً ودوائياً، يحتوي النبات على قلويدات متنوعة أبرزها "الليكورين" (Lycorine)، وتتوزع المركبات الكيميائية المعزولة في أجزائه؛ حيث يحتوي النبات كاملاً على قلويدات مثل (Clivonine ، Clivatine ، Haemanthamine) بينما تحتوي الريزومات على (Clivacetine) ، (Clivimine، والأوراق على Cliviamartine))) الجذور على حامض اللينكوليك مركب(5-hydroxymethyl-2-furancarboxaldehyde) [85]. و يوضح الشكل (1-3) ادناه صورة للنبات المستخدم. حيث جُمع النبات من مشتل محمد الكعبي في منطقة مغربة - قضاء العمارة - محافظة ميسان في شهر تشرين الثاني.

الشكل(1-3) نبات Clivia miniata المستخدم

3)-5(تحضير المستخلص النباتي Preparation of Plant Extracts

تم استخدام الأوراق الخضراء لنبات *(Clivia miniata)* حيث غسلت الأوراق جيدا بالماء العادي ثم شطفت بالماء المقطر لإزالة الشوائب والغبار عنها ثم جففت في الظل لمدة 4 ايام . ثم بعد ذلك سحقت الاوراق يدويا. ثم تم خلط (10 g) من أوراق النبات المسحوقة في بيكر زجاجي مع (200 mL من الماء المقطر. وتركت لمدة 30 دقيقة فوق جهاز التحريك المغناطيسي ذي الصفيحة الساخنة (Magnetic stirrer with hot plate) عند درجة حرارة (60°C) مع تحريك مستمر .بعد مرور 30 دقيقة رشح الخليط مرتين باستخدام ورق الترشيح Qualitative (Filter papers) للحصول على مستخلص مائي لأوراق *Clivia (miniata)* والشكل (3-3) يوضح خطوات او مراحل تحضير (الاستخلاص) المستخلص النباتي لأوراق *(Clivia miniata)* [88].

1- اوراق نبات *Clivia miniata* خلال مرحلة التجفيف

2-وضع 10 g من *Clivia miniata* مع 200 mL ماء مقطر فوق جهاز السخان المغناطيسي عند درجة حرارة 60° (C)

3- بعد مرور 30 دقيقة ترشيح المستخلص باستخدام ورق الترشيح

الشكل (3-3) مراحل استخلاص المستخلص النباتي لأوراق *Clivia miniata*

3)-6(تحضير جسيمات نانوية من نترات النيكل سداسية الهيدرات باستخدام مستخلص مائي لنبات *Clivia miniata*

تم تحضير جسيمات أكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) بالطريقة النباتية باستخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*) مع إجراء بعض التعديلات على الطريقة الموصوفة [89]. حيث تم إذابه (0.172 M) في بيكر زجاجي من نترات النيكل مع (100 mL) من الماء المقطر عند درجة حرارة (65 C°) وتحريك مستمر باستخدام جهاز التحريك المغناطيسي ذي الصفيحة الساخنة (Magnetic Stirrer With Hot Plate) . وتم تحديد مولارية نترات النيكل باستخدام المعادلة التالية : [90]

$$\frac{1000}{V(mL)} \quad \mathbf{M}^{\text{¿}} \frac{wt}{M.W} \quad \mathbf{x} \qquad \mathbf{1)\ldots\ldots\ldots\ldots\text{-}(3}$$

حيث ان :

M : التركيز المولاري (L/mol).

wt : كتلة المواد المذابة بالغرام g)).

M. W : الكتلة المولية للمادة (mol/g) .

V : حجم الماء المقطر (mL).

بعد 15 دقيقة من التسخين و التحريك المستمر يضاف ((50 mlمن المستخلص النباتي المحضر مسبقا وبشكل تدريجي على شكل قطرات باستخدام ((Plastic dropper الى الخليط الاول المكون نترات النيكل والماء المقطر ونستمر بالاضافة لمدة ساعة. بعدها يترك الخليط على الحرارة لمدة ساعة. حيث يلاحظ تشكل اسفل الـ ((Beaker راسب هو هيدروكسيد النيكل ثم يحفظ لمدة 24 ساعة في درجة حرارة الغرفة . بعدها نفصل الراسب بواسطة جهاز الطرد المركزي (10000 rpm). نضع العينة في بوتقة ونضعها في جهاز (Laboratory Oven)) في درجة حرارة ((50 C° ولمدة 24 ساعة لغرض تجفيفها . ثم نستخرج العينة من المجفف للحصول على بودرة لهيدروكسيد النيكل . توضع العينة في بوتقة وتوضع داخل (Laboratory Furnace)) وتحت درجة حرارة (450C°)) لمدة 4 ساعات لغرض تكليسها. ثم نستخرج العينة وتطحن للحصول على جسيمات اوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs). و الشكل (3-4) يشير الى خطوات تحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق نبات (*Clivia miniata*)). ويشير الشكل (3-4)) خطوات تحضير جسيمات

أوكسيد النيكل النانوية بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق نبات (*Clivia miniata*)

و المعادلات الافتراضية ادناه توضح الحصول علىNiO (NPs) بالطريقة النباتية (الخضراء). حيث المعادلة (3-2) تشير الى ذوبان نترات النيكل سداسية الهيدرات في الماء و تتأين الى ايون النيكل الثنائي و ايوني نترات و ست جزيئات ماء:

$$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O \rightarrow Ni^{2+} + 2NO_3^- + 6H_2O \quad \text{.....(3-2)}$$

اما المعادلة رقم (3-3) فتشير إلى أن أيون النيكل الثنائي يتفاعل مع المركبات الفينولية الموجودة في المستخلص النباتي و التي يرمز لها بالرمز (Ar OH) فيتكون معقد مع ايون النيكل:

$$Ni^{2+} + 2ArOH \rightleftharpoons Ni(OAr)_2 + 2H^+ \quad \text{.....(3-3)}$$

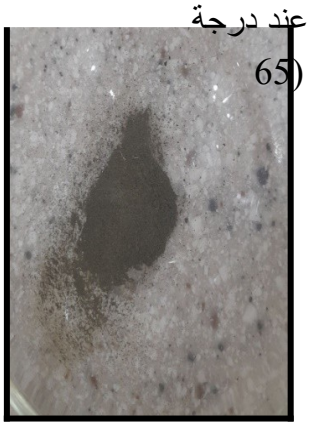
اما المعادلة رقم (3-4) فتشير الى ان المعقد المتكون في المعادلة رقم (3-3) سوف يتحلل بوجود الماء و يتحول الى هيدروكسيد النيكل:

$$Ni(OAr)_2 + 2H_2O \rightarrow Ni(OH)_2 \downarrow + 2ArOH \quad \text{.....(3-4)}$$

أما المعادلة رقم (3-5) فتشير الى أنه عند التكليس في الفرن فإن هيدروكسيد النيكل سوف يتحلل حراريا إلى أوكسيد النيكل النانوي (NiO) :

$$Ni(OH)_2 \xrightarrow{\Delta} NiO + H_2O \quad \text{.....(3-5)}$$

1- إذابة 0.172 M من نترات النيكل مع ((100 ml من الماء المقطر عند درجة حرارة) ° (65



2- إضافة ((50 ml من المستخلص النباتي تدريجيا وبشكل قطرات

3- استخدام جهاز الطرد المركزي (10000 rpm) لفصل الراسب

4- نضع العينة في جهاز (Oven) (Laboratory لغرض التجفيف عند درجة حرارة C)° (50 لمدة 24 ساعة

5- نضع العينة في بوتقة زجاجية ونضعها في جهاز (Laboratory furnace) عند درجة حرارة (450) C° ولمدة 4 ساعات

6- بعد انتهاء عملية التكليس يتم طحن العينة لنحصل على جسيمات نانوية غير متكتلة

اما المعادلة 3)-6 (فتشير الى تأين هيدروكسيد الصوديوم أي تفكك هيدروكسيد الصوديوم لإنتاج ايونات الهيدروكسيد :

..... (6-3)

المعادلة (3-(7 فتشير الى تكوين راسب هيدروكسيد النيكل الناتج [illegible] الهيدروكسيد :

..... (7-(3

3)-8-(1 حيود الأشعة السينية X ray Diffraction (XRD)

تم فحص العينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و العينة المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك بواسطة جهاز (X- Ray Diffractometer) من نوع (Powder X- diffractometer ray وهو جهاز حيود الأشعة السينية للمواد الصلبة على شكل مسحوق و يستخدم لتحليل البنية البلورية للمواد و تحديد الاطوار وحجم البلورات و الشركة المصنعة لهذا الجهاز هي ((Rigaku وبلد المنشأ هي اليابان و تم فحص العينات في العراق - بغداد - الكرادة - مركز فاي لعلوم النانو و الشكلان (3-5) و (3-6) يوضحان الجهاز المستخدم وصورة مقطعية له على التوالي وله المواصفات التالية :

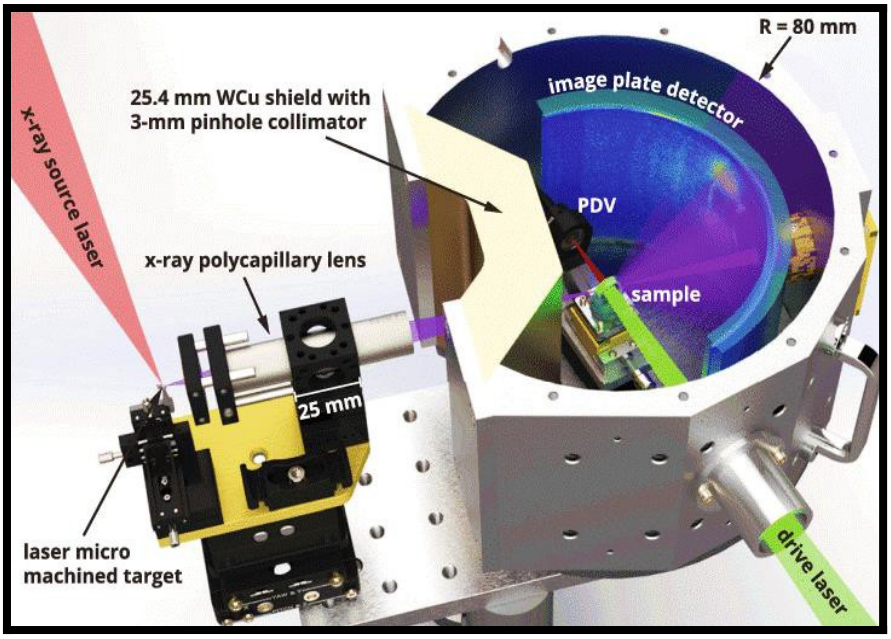
نوع الهدف : (Cu-Kα)

الطول الموجي : (°λ=1.5406 A))

التيار : ((30 mA

فرق الجهد : (40 keV)

الشكل 3)-(5 جهاز XRD المستخدم في الفحص

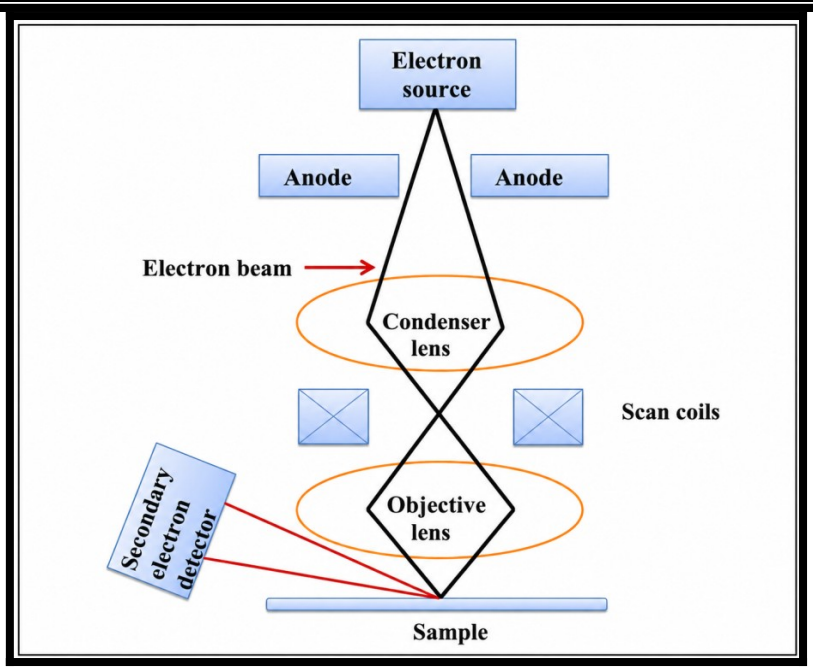


شكل 3)-(6 صورة مقطعية لجهاز XRD و كيفية عملة [92].

3)-8-2) المجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي ((FE-SEM Field Emission Scanning Electron Microscope

يوفر المجهر الإلكتروني الماسح للانبعاث المجالي (SEM-FE) فوائد عملية ملحوظة، إذ يُعد أداة تحليل ذات كفاءة عالية يمكنها، في الأساس، تغطية عينات كبيرة بدقة تصل إلى نطاق النانومتر. وعند المقارنة بالمجهر الالكتروني النافذ ((TEM و حيود الاشعة السينية. فإن المجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي يتميز بفوائد عملية ملحوظة . فمن ناحية تحضير العينات يتطلب جهداً أقل بكثير مقارنةً بما هو مطلوب في (TEM)، ومن ناحية أخرى، فإن القدرة المكانية لـ FE-SEM)) أعلى بكثير من تلك التي توفرها تقنيات حيود الأشعة السينية التقليدية.[93] و تم فحص العينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) العينة المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك بواسطة جهاز (FE-SEM) (Scanning Electron Microscope Field emission) من طراز (Sigma VP) و الشركة المصنعة ZEISS)) و بلد المنشأ المانيا و يستخدم هذا الجهاز لتحليل و دراسة البنية السطحية للمواد بدقة عالية و الشكل (7-3) يوضح صورة جهاز ((FE-SEM المستخدم و الشكل (8-3) يوضح مخطط عمل الجهاز. تم فحص العينات في العراق ـ بغداد ـ الكرادة ـ مركز فاي لعلوم النانو.

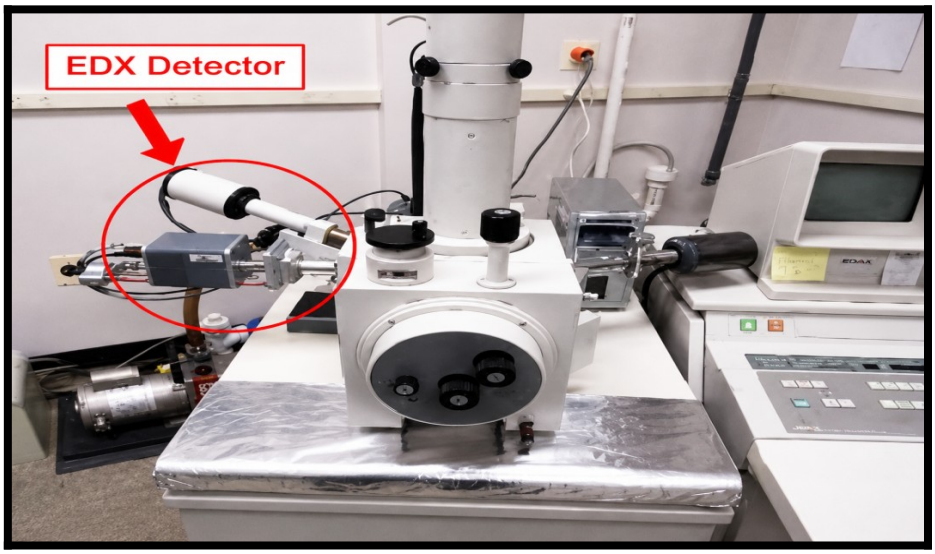
الشكل (7-3) جهاز FE-SEM المستخدم في الفحص



الشكل 3)-(8 مخطط يوضح عمل جهاز [64] FE-SEM.

3)-8- (3 مطيافية الاشعة السينية المشتتة للطاقة (EDX) Energy Dispersive X- ray Spectroscopy

يوضح الشكل (3-9) الجهاز المستخدم في الفحص. تم فحص العينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك في العراق ـ بغداد ـ الكرادة ـ مركز فاي لعلوم النانو من خلال استخدام مجهر من نوع (MIRA3 TESCAN FE-SEM).



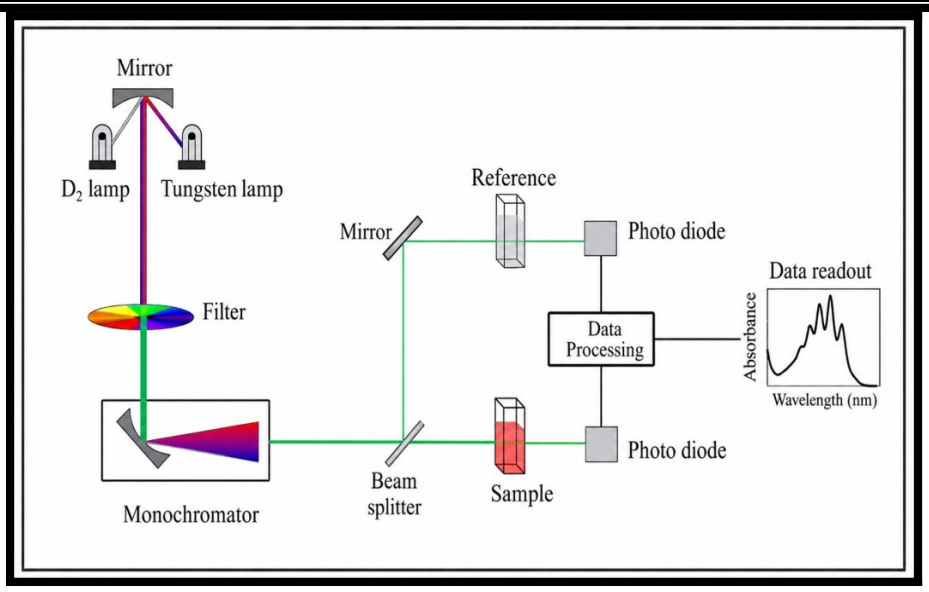
الشكل (3-9) جهاز EDX المستخدم في الفحص

(3-9(أجهزة قياس الخواص البصرية Optical Properties Measurement

3)-9-(1 مطيافية الأشعة فوق البنفسجية ـ المرئية Vis)-UV) UV- Visible Spectroscopy

تم فحص العينة المحضرة بطريقة التوليف الأخضر و العينة المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام جهاز مطياف الاشعة فوق البنفسجية ـ المرئية من طراز (UV-1900i) والشركة المصنعة هي ((SHIMADZU و بلد المنشأ هي اليابان. ضمن مدى اطوال موجية يتراوح بين (nm 200-800) والشكل (3-10) يوضح صورة الجهاز المستخدم في حين يوضح الشكل (3-11) مخطط عمل جهاز (UV-Vis) تم فحص العينات في العراق ـ ميسان ـ جامعة ميسان ـ كلية التربية الاساسية ـ مختبر قسم العلوم العامة.

الشكل 3)-10) جهاز UV- Vis المستخدم في الفحص



الشكل 3)-11) مخطط يوضح آليه عمل جهاز [94] UV-Vis.

بعد الحصول على اطياف الامتصاص باستخدام جهاز (UV-Vis) تم تحليل البيانات لحساب الخواص البصرية لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية اذ تم حساب معامل الامتصاص (α) و طاقة الفوتون (hv) وفجوة الطاقة البصرية (¿ باستخدام المعادلات التالية :-

1- قانون بير لامبرت :

$$A = \varepsilon . c . l \qquad \ldots\ldots\ldots\ldots\ldots\ldots \quad (8-3)$$

حيث إن :

A : الامتصاصية التي تظهر في جهاز الـ UV-Vis.

ε: معامل الامتصاص المولي.

c : تركيز المادة في المحلول.

l : طول المسار الضوئي داخل الخلية [95].

2- قانون حساب معامل الامتصاص (α):

α (9-3).....

حيث إن :

α : معامل الامتصاص.

A : الامتصاصية.

d : سمك الخلية وعادة ما يكون 1cm [95]

3- قانون طاقة الفوتون (E) :

$\frac{h}{\lambda}$ **(10-3).....**

حيث إن :

h c : هو حاصل ضرب ثابت بلانك (6.626 . 10^{-34} j.s) في سرعة الضوء (3/s m . 10^{8}).

λ : الطول الموجي بالـ nm [[95.

4- معادلة تاوك Tauc Equation :

h (11-3).....

حيث إن :

B : ثابت يعتمد على طبيعة المادة شبه الموصلة.

hν : طاقة الفوتون الساقط.

E_g : فجوة الطاقة البصرية [96].

3)-9-(2 المجهر الإلكتروني النافذ Transmission Electron Microscope (TEM)

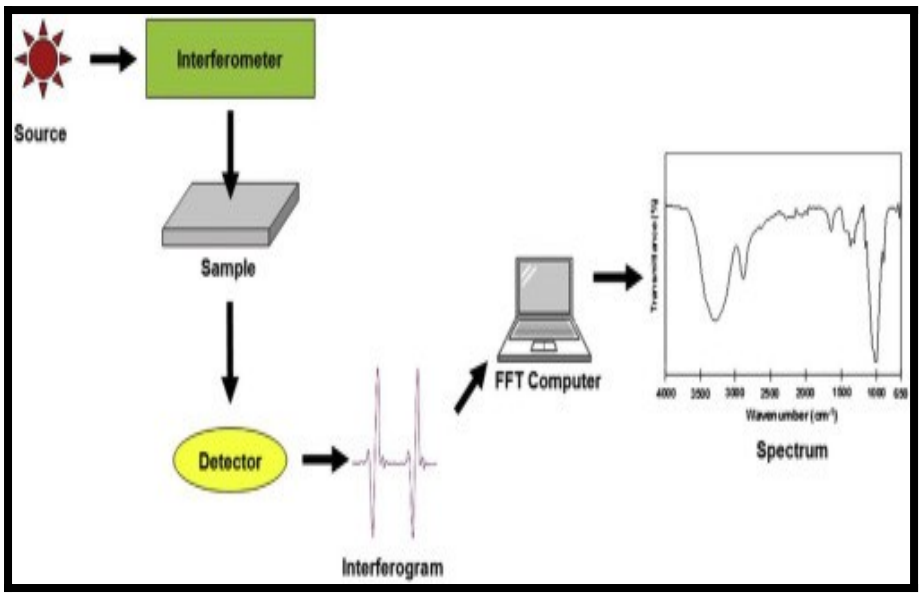
تم فحص العينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) العينة المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك بواسطة جهاز المجهر الإلكتروني النافذ و الشركة المصنعة (Hitachi) و بلد المنشأ هي اليابان و الشكل (12-3) يوضح صورة الجهاز المستخدم .وتم فحص العينات في العراق ـ بغداد ـ الكرادة ـ مركز فاي لعلوم النانو.

الشكل 3)-(12 جهاز TEMالمستخدم في الفحص

3)-9-(3 مطيافية تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه Fourier Transform (FTIR) Infrared Spectroscopy

تم فحص العينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و العينة المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك بواسطة جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR) والشركة المصنعة هي (SHIMADZU) وبلد المنشأ هي اليابان و الشكل (13-3) يوضح صورة الجهاز المستخدم في حين يوضح الشكل 14-3)) مخطط عمل الجهاز. تم فحص العينات في العراق ـ بغداد ـ الكرادة ـ مركز فاي لعلوم النانو.

الشكل (3-13) جهاز FTIR المستخدم في الفحص



الشكل 3-14) مخطط يوضح آلية عمل جهاز FTIR [97].

3-9-4) جهد زيتا Zeta potential

تم فحص العينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والعينة المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك بواسطة جهاز Zeta sizer)) وهو جهاز قياس جهد زيتا والحجم الحبيبي. والشركة المصنعة لهذا الجهاز هي (Malvern panalytical) وبلد الصنع هو المملكة المتحدة (United Kingdom). و يوضح الشكل (3-15) صورة الجهاز المستخدم تم فحص العينات في العراق ـ بغداد ـ الكرادة ـ مركز فاي لعلوم النانو.

الشكل 3)-(15 جهاز zeta sizer المستخدم في الفحص

3)-10) الأجهزة و الأدوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي(البكتيريا)

استخدمت مجموعة من الاجهزة و الادوات المختبرية في اجراء التطبيقات البيولوجية الخاصة بفحص النشاط المضاد للبكتيريا وقد اختلفت هذه الاجهزة من حيث الشركة المصنعة و بلد المنشأ. و يوضح الجدول 3-3)) الاجهزة و الادوات المستخدمة مع الشركات المصنعة و بلدان المنشأ.

الجدول 3)-(3 الاجهزة و الادوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي (البكتيريا)

N	Item	Company	Country
1	Autoclave	Labtech	Korea
2	Water distiller	Nuva	Turkey
3	Incubator	Binder	Germany
4	Water Bath	Kottermann	Germany
5	Micro pipette	Eppendorf	Germany
6	Petri dishes	Nuva	Turkey
7	Pipette	Nuva	Turkey
8	Cotton swabs	Nuva	Turkey
9	Parafilm	Nuva	Turkey
10	Laminar flow hood	Radobio scientific CO.,Ltd	China
11	Cork borer	ESAW	India
12	Bunsen burner	Humboldt mfg.Co	USA
13	VITEK 2 System	bioMerieux	France

(3-1)

طريقة التعقيم Method of Sterilization

تم تعقيم المستلزمات المستعملة في الإجراء الحيوي كالآتي :

1- تعقيم الاوساط الزرعية بواسطة جهاز الضغط الحراري ((Autoclave عند درجة حرارة ((121 ° C و تحت ضغط 15 psi لـ 15 دقيقة.

2- تعقيم الزجاجيات المستعملة في إعداد الوسط الزرعي باستخدام (Laboratory Oven) عند درجة حرارة ((180 ° C لمدة ساعتين.

3- تعقيم حجرة تدفق الهواء الصفيحي ((Laminar flow Hood باستخدام (Ethanolتركيزه (70 %. مع تشغيل الاشعة فوق البنفسجية (UV-Light) لمدة 20 دقيقة قبل بدء العمل لضمان بيئة معقمة قبل بدء العمل.

3-12)تحضير وسط مولر–هنتون أغار Preparation of Mueller Hinton Agar

يُحضّر وسط مولر- هنتون أغار (M-H) بإذابة (38g) من المسحوق في (L 1) من الماء المقطر، ثم يُسخّن على موقد مع التحريك. يجب تعقيم وسط مولر-هنتون أغار بالبخار باستخدام ((Autoclave

لمدة 15 دقيقة عند درجة حرارة ((121 C° بعد ذلك، يُترك ليبرد إلى ما يقارب ((50 C°ثم يسكب ما يقارب (20 ml) من الوسط في كل طبق بتري وتركه لمدة 15 دقيقة تقريبًا حتى يتصلب، ثم يُقلب رأسًا على عقب ويُحفظ في الثلاجة عند درجة حرارة (4 C°).

3)-13 (اختبار التثبيط Antibacterial Activity Test

ناخذ أربعة اطباق بتري قطر كل طبق منها 90mm)) حيث يتم زرع بكتيريا (*E.coli*) السالبة لصبغة كرام في طبقين و(*S. aureus*) و الموجبة لصبغة كرام في طبقين بطريقة الانتشار [98 ,99]. تم الحصول على هذه العزلات السريرية من مستشفى الطفل و الولادة في محافظة ميسان بعد تشخيصها مسبقا باستخدام جهاز (VITEK2 system) حيث ان عملية التلقيح تمت بأخذ مسحة قطنية معقمة (Cotton Swab) ونشرها ذهابا و إيابا على الأطباق البترية المحتوية على وسط مولر- هنتون اغار المحضرة سابقا [100]. بعد ذلك عملت تسع حفر في الطبق الواحد باستخدام حافر الفلين المعقم (Cork borer) بقطر ((6 mm لكل حفرة. قسمت هذه الحفر الى ثلاث مجموعات (بواقع ثلاث مكررات لكل تركيز) حيث رمز للمجموعة الاولى ((AAA وللمجموعة الثانية (BBB) و للمجموعة الثالثة (CCC) . بعدها يتم إضافة التركيز (125µg/ml) الى المجموعة الأولى والتركيز ((250µg/ml الى المجموعة الثانية و التركيز ((500µg/ml الى المجموعة الثالثة. ثم ننتظر 10 دقائق للسماح بانتشار المحلول داخل الآغار. بعدها نقوم بنقل الاطباق البترية إلى الحاضنة عند درجة حرارة ((37 °C نتركها لمدة 24 ساعة . في اليوم التالي نقوم بقياس منطقة (Inhibition) of zone) بوحدة mm)) باستخدام المسطرة المدرجة [102 ,110].

(3-14) الأجهزة والأدوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي (الخلايا السرطانية)

استخدمت مجموعة من الاجهزة و الادوات و المواد اللازمة لأجراء التطبيقات البيولوجية الخاصة بالخلايا السرطانية و قد تم اختيارها بما يتناسب مع متطلبات الفحوصات المختبرية. يوضح الجدول (3-4) الاجهزة و الادوات المستخدمة مع الشركات المصنعة و بلدان المنشأ لكل منها.

الجدول (3-4) الاجهزة و الادوات المستخدمة في التطبيق البيولوجي (الخلايا السرطانية)

N	Item	Company	Country
1	Trypsin/EDTA	Capricorn	Germany
2	DMSO	Santa Cruz biotechnology	USA
3	RPMI 1640	Capricorn	Germany
4	MTT stain	Bio – world	USA
5	Fetal bovine serum	Capricorn	Germany
6	incubatorco_2	Cypress diagnostics	Belgium
7	Microtiter reader	Gennex Lab	USA
8	Laminar flow hood	K scientific supplier	Korea
9	Micropipette	Cypress diagnostics	Belgium
10	Cell culture plates	Santa Cruz biotechnology	USA
11	Hemocytometer	Marienfeld	Germany

مزارع الخلايا Maintenance of cultures

تمت صيانة سلالة خلايا (MDA-MB-231) لسرطان الثدي في وسط (RPMI-1640) مُدعّم بـ 10 %من مصل الأبقار الجنيني، و (100 unite/ml) من البنسلين، و (100 µg/ml) من الستربتومايسين. تم نقل الخلايا باستخدام تريبسين-إيدتا، وأُعيد زرعها عند بلوغها 80% من الكثافة مرتين أسبوعيًا، وحُضنت عند (37 C°) [103،104].

3-16) اختبارات السمية الخلوية Cytotoxicity Assays

لتحديد التأثير السام لمادة أوكسيد النيكل النانوي (NiO) المحضر نباتيا باستخدام مستخلص أوراق *(Clivia miniata)*). والمحضر كيميائيا باستخدام NaOH)). حيث أُجري اختبار (MTT) باستخدام صفائح ذات 96 بئرًا [105،106]. و باستخدام جهاز عد الخلايا (Hemocytometer) زُرعت سلالة الخلايا بمعدل(x1 10^4خلية/بئرا). بعد 24 ساعة، أو عند الوصول إلى طبقة أحادية متصلة، عُولجت خلايا (MDA-MB-231) بمادة (NiO). تم قياس حيوية الخلايا بعد 72 ساعة من المعالجة بإزالة الوسط، وإضافة 100 (µL)من محلول (MTT) بتركيز (2 mg/ml)، وحضانة الخلايا لمدة ساعتين ونصف عند(C°37). بعد إزالة محلول MTT)) ، تم إذابة البلورات المتبقية في الآبار بإضافة (µL130) من ثنائي ميثيل سلفوكسيد (DMSO)، ثم حضانة الخلايا عند (C37°) لمدة 15 دقيقة مع الرج [107]. تم تحديد الامتصاصية باستخدام قارئ الميكرو بليت ((Microtiter reader عند (492nm) وأُجري الاختبار ثلاث مرات. حُسب معدل تثبيط نمو الخلايا (نسبة السمية الخلوية) وفقًا للمعادلة التالية [108،109].

معدل ..... **(12-3)**

حيث ان :

A : هي الكثافة الضوئية للعينة الضابطة(control) .

B : هي الكثافة الضوئية للعينات المعالجة [110].

3)-17) التحليل الاحصائي Statistical analysis

تم تحليل البيانات المُجمعة إحصائيًا باستخدام اختبار t غير المقترن بواسطة برنامج (Graph Pad Prism .6) [111]. عُرضت القيم كمتوسط ± الانحراف المعياري لثلاث قياسات [112].

الفصـــــــــل الرابـــــع

النتـــــــــائج والمناقشـــــــــات

4)- (1المقدمة Introduction

يشتمل هذا الفصل على عرض لنتائج الاختبارات التركيبية والمورفولوجية لتكوين جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) المُحضرة عبر مسارين مختلفين، وهما المسار الحيوي باستخدام مُستخلص اوراق نبات (*Clivia miniata*) و المسار الكيميائي باستخدام طريقة الترسيب المشترك. ويستعرض هذا الفصل كذلك الفعالية المُضادّة للميكروبات لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) ضد كل من بكتيريا المكورات العنقودية الذهبية (Gram-positive) وبكتيريا الإشريكية القولونية (Gram-negative)، إضافةً إلى كفاءة هذه الجُسيمات المضادة للخلايا السرطانية نوع (MDA-MB-231).

4)-(2 نتائج القياسات التركيبية Synthetic measurement results

4)-2-(1 نتائج حيود الأشعة السينية (XRD)) لأوكسيد النيكل النانوي (NiO))

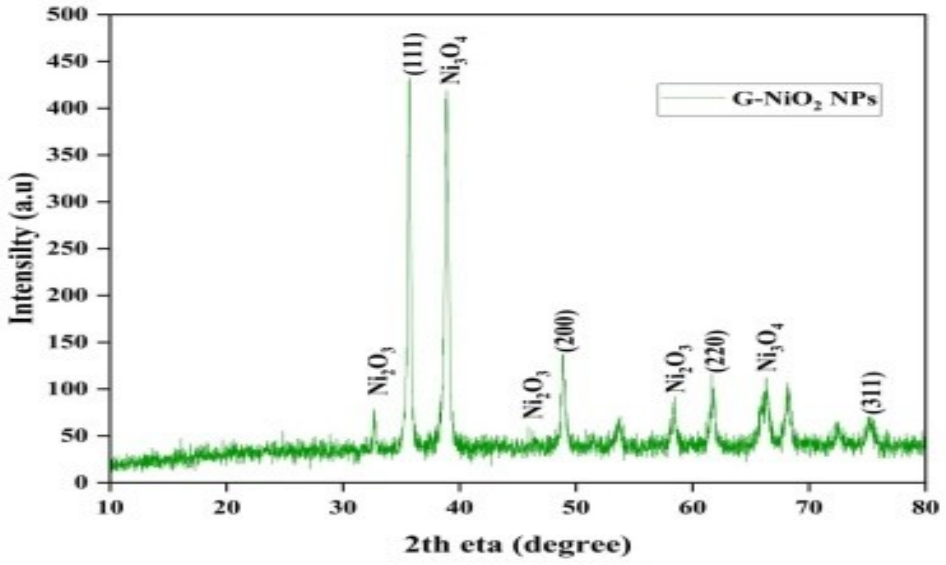
4)-2-1- (1المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص اوراق (*Clivia miniata*)

أظهرت نتائج التشخيص باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية (XRD) أن جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص أوراق نبات (*Clivia miniata*) تمتلك تركيباً بلورياً منتظماً و متعدد التبلور. يوضح الشكل (4-1) نمط حيود الأشعة السينية للمادة المحضرة، حيث تم تحديد مواقع القمم الحيودية (Peaks) من خلال تحليل المخطط باستخدام برنامج (Origin Lab 2024). لوحظت قمم حيود متميزة عند المستويات البلورية (111)، (200)، (220)، و(311)، وبالاعتماد على قاعدة البيانات العالمية لحيود الاشعة السينية وتحديدا من برنامج الـ (High Score) الملحق بجهاز الـ ((XRD حصلت على بيانات البطاقة القياسية الدولية (ICDS card No. 04-0835) الخاصة بأوكسيد النيكل النانوي NiO))، مما يؤكد تكوين مادة (NiO) وبتركيب بلوري مكعب متمركز الوجه (Face Centered Cubic).. يبين الجدول (4-1) القيم التفصيلية للقمم الحيودية متضمنة زوايا الحيود (2θ)، وشدد القمم، والعرض الكامل عند منتصف القمة العظمى (FWHM)، والمسافات البينية (d-spacing)، و الجدول (4-1) يشير الى المعلمات التركيبية لحيود الاشعة السينية (XRD) للعينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و مقارنتها مع البطاقة القياسية لـ NiO)). اما الجدول 4-2)) فيشير الى المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص (XRD) للعينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء).

الجدول (4-1) المعلمات التركيبية لحيود الاشعة السينية XRD للعينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) ومقارنتها بالبطاقة القياسية

رقم القمة	زاوية الحيود المقاسة علميا (2θ)	زاوية الحيود القياسية للبطاقة المرجعية	المستويات البلورية ((h k l	عرض القمه عند نصف الارتفاع ((FWHM	حجم البلورات D (nm)
1	° 35.6850	° 37.27	(111)	° 0.1181	nm 70.67
2	48.8886°	43.27 °	((200	0.2362 °	nm 36.95
3	64.6801°	° 62.87	((220	° 0.0960	nm 97.94
4	75.1706°	° 75.41	(311)	° 0.4800	nm 20.88

تم حساب متوسط حجم البلورات باستخدام معادلة شيرر [59]. و بالاعتماد على القمم الاربع الرئيسية البسيط في مواقع زوايا (2θ) الى بلغ متوسط حجم البلورات ق مع نتائج الدراسة التي قام بها الاجهاد الشبكي الناتج عن الباحث (Kiran et al) [113].



الشكل (4-1) انماط حيود الاشعة السينية XRD لمسحوق NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata*

الجدول 4)-(2 المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص XRD للعينة المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.7312	4.14	0.0787	15.42091	1.03
7.6773	3.84	0.0590	11.51569	0.96
8.4052	15.21	0.0590	10.51994	3.79
23.8360	13.71	0.1181	3.73314	3.42
32.6875	55.18	0.1574	2.73965	13.75
35.6850	369.07	0.1181	2.51610	91.95
38.7996	332.63	0.1200	2.31908	82.87
38.9086	401.37	0.0787	2.31474	100.00
48.8886	105.63	0.2362	1.86303	26.32
53.6505	41.39	0.3936	1.70837	10.31
58.3835	57.62	0.1574	1.58065	14.36
61.6801	87.05	0.1181	1.50385	21.69
64.3558	26.24	0.0960	1.44644	6.54
65.9390	60.05	0.1968	1.41666	14.96
66.3418	84.42	0.2362	1.40904	21.03
68.2231	78.48	0.1181	1.37470	19.55
72.4647	38.39	0.3149	1.30433	9.57
74.2821	21.73	0.2362	1.27685	5.42
75.1706	45.43	0.4800	1.26291	11.32

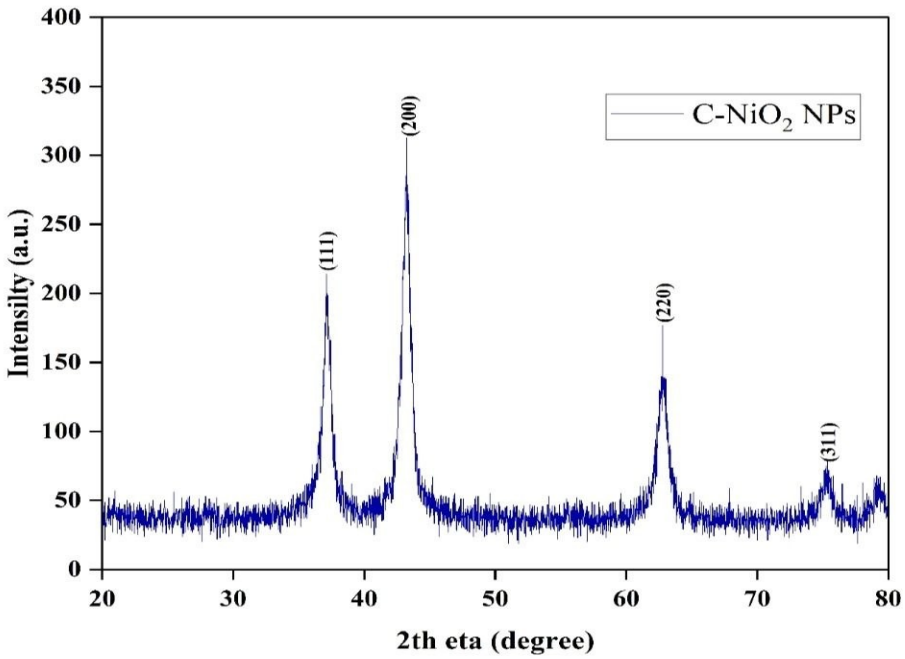
4)-2-1- (2المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك Co-(Precipitation) باستخدامNaOH))

أظهرت نتائج التشخيص باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية (XRD) أن جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO) المحضرة كيميائياً باستخدام هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) تمتلك تركيباً بلورياً منتظماً وبنية مكعبة (Cubic structure) ذات درجة تبلور جيدة. يوضح الشكل (4-2) نمط حيود الأشعة السينية للمادة المحضرة، ومن خلال تحليل مخطط الحيود باستخدام برنامج2024 Origin Lab تم تحديد مواقع القمم (Peaks). لوحظ ظهور قمم حيود عند المستويات البلورية (111)، (200)، (220)، و(311) على التوالي، وبالاعتماد على قاعدة البيانات العالمية لحيود الاشعة السينية وتحديدا من برنامج الـ High Score)) الملحق بجهاز الـ XRD)) حصلت على بيانات البطاقة القياسية الدولية (ICDS card No. 04-0835) الخاصة بمادة (NiO)، مما يؤكد تكوين الطور النقي لأوكسيد النيكل النانوي (NiO) وعدم وجود أطوار ثانوية. و يشير الجدول(4-3) الى المعلمات التركيبية لحيود الاشعة السنية (XRD) للعينة المحضرة بالطريقة الكيميائية (الترسيب المشترك) و مقارنتها مع البطاقة القياسية لـ NiO)). اما الجدول 4-4)) يشير الى المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص XRD)) للعينة المحضرة بالطريقة الكيميائية.

الجدول (4-3)المعلمات التركيبية لحيود الأشعة السينية XRD للعينة المحضرة بالطريقة الكيميائية ومقارنتها بالبطاقة القياسية

رقم القمة	زاوية الحيود المقاسة علميا 2θ	زاوية الحيود القياسية للبطاقة المرجعية	المستويات البلورية ((h k l	عرض القمه عند نصف الارتفاع FWHM	حجم البلورات D (nm)
1	° 37.1373	° 37.27	((111	° 0.3149	nm 35.49
2	° 43.2231	° 43.27	(200)	0.2362°	nm 27.14
3	° 62.7788	° 62.87	(220)	0.0720°	nm 129.34
4	° 75.3716	° 75.41	(311)	° 0.3149	nm 31.88

وتم استخدام معادلة ديباي شيرر [59]. لحساب متوسط حجم البلورات. و بالاعتماد على القمم الرئيسية بلغ متوسط حجم البلورات حوالي (55.96 nm). وهذه النتائج تتفق مع الدراسة التي قام بها الباحث (Deshpande et al).[114]



الشكل 4)-2) أنماط حيود الأشعة السينية XRD لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH

الجدول (4-4) المعلمات التركيبية التي تم الحصول عليها من فحص XRD للعينة المحضرة بالطريقة الكيميائية (الترسيب المشترك) باستخدام NaOH

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
28.4350	5.60	0.0984	3.13895	2.29
33.3166	3.49	0.2362	2.68935	1.42
37.1373	161.32	0.2362	2.42098	65.89
43.2231	244.82	0.3149	2.09316	100.00
55.6872	2.02	3.1488	1.65062	0.82
59.5537	6.47	0.1968	1.55236	2.64
62.7788	142.62	0.0720	1.47892	58.25
64.7774	6.17	0.3936	1.43923	2.52
65.6520	4.88	0.3149	1.42216	1.99
75.3716	32.72	0.3149	1.26108	13.36
78.0612	9.35	0.0960	1.22321	3.82

الجدول (4-5) مقارنة خاصة بفحص XRD بين NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

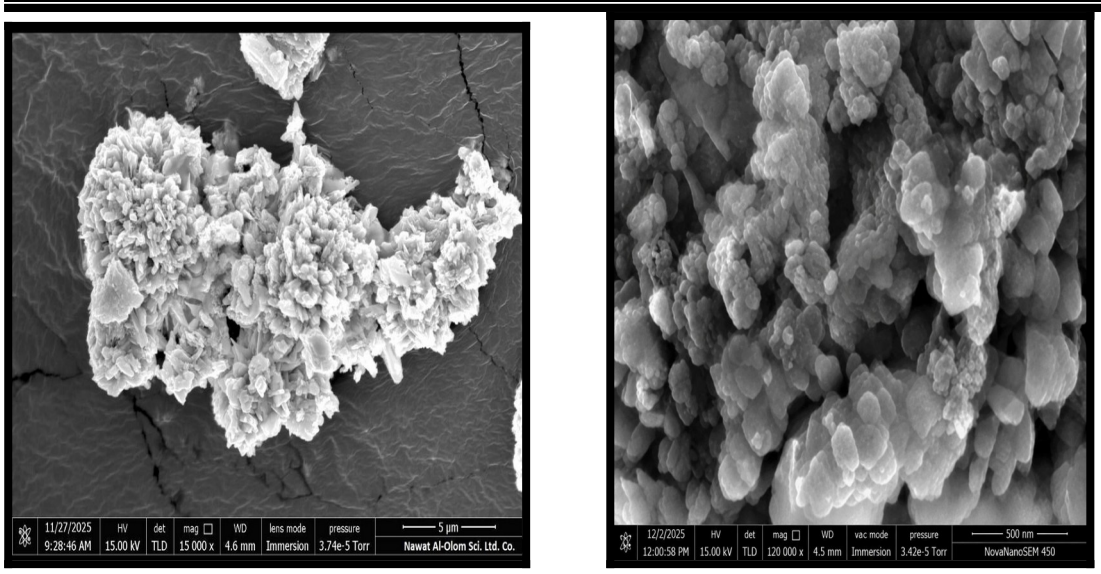
وجه المقارنة	الطريقة النباتية (الخضراء) *Clivia miniata*	الطريقة الكيميائية NaOH
متوسط حجم البلورات	nm 56.61	nm 55.96
الطور البلوري	مكعب	مكعب
مستويات حيود الاشعة	(200) (111) 220)) (311)	(111) (200) (220) (311)
درجة التبلور	متعدد	متعدد

يبين الجدول 4-5) مقارنة شاملة بين ((NiO NPs المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية . حيث اثبتت النتائج ان الطور البلوري هو الطور المستقر والقياسي لـ NiO)) في كلا الطريقتين. كما ان هناك اختلاف واضح في متوسط حجم البلورات ويعود سبب ذلك الى الترسيب السريع عند اضافة NaOH)) في الطريقة الكيميائية. اما في النباتية فيعود السبب الى انه تعمل المركبات الفعالة الموجودة في المستخلص النباتي كعوامل اختزال و تثبيت مما يودي الى حجم بلورات اكبر و بالتالي تكون أكاسيد أخرى(O_3 و$_2$ O_4 و$_3$ O_4) باحتمالية كبيرة.

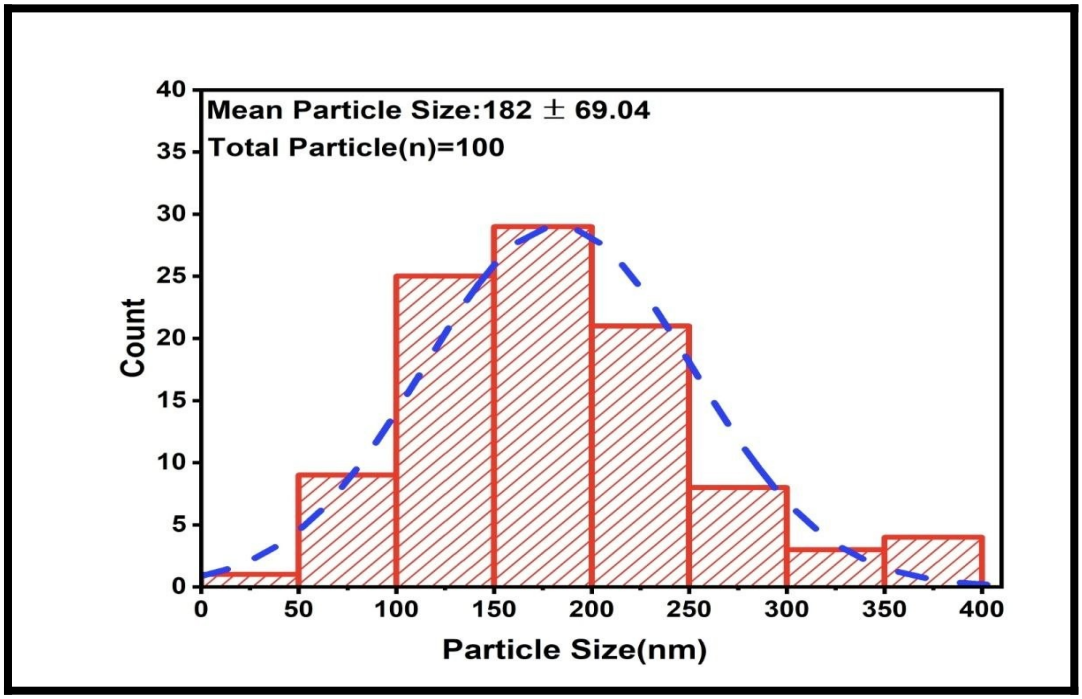
4)-2-2) نتائج المجهر الالكتروني الماسح للانبعاث المجالي (FE-SEM) لأوكسيد النيكل ((NiO

4)-2-2-(1 المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق (*Clivia miniata*)

أجري تحليل (FE-SEM) لحساب حجم الجسيمات و التشكل السطحي لـNiO (NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*)حيث تظهر الصورة في الشكل 4)-3) ان الجسيمات تمتلك مورفولوجيا شبة كروية مع توزيع حجمي متجانس نسبيا. وللحصول على وصف كمي دقيق (Quantitative Analysis) كما في الشكل 4)-(4 تم استخدام برنامج (ImageJ) لتحليل حجم الجسيمات أظهرت النتائج الاحصائية أن متوسط حجم الجسيمات هو (182 nm) مع انحراف معياري مقداره (± 69.04 nm) وان عدد الجسيمات المقاسة احصائيا هو ((100.كما ان مدى الجسيمات النانوية هو 400) nm-(50 . وقد تراوحت فترة الثقة 95% لمتوسط الحجم بين الحدين ((168.47 nm و (195.53 nm) بقيمة خطا معياري للمتوسط بلغت 6.904 nm)) وهذه النتائج تتفق مع ما قام به الباحث (Salih et al) [115].

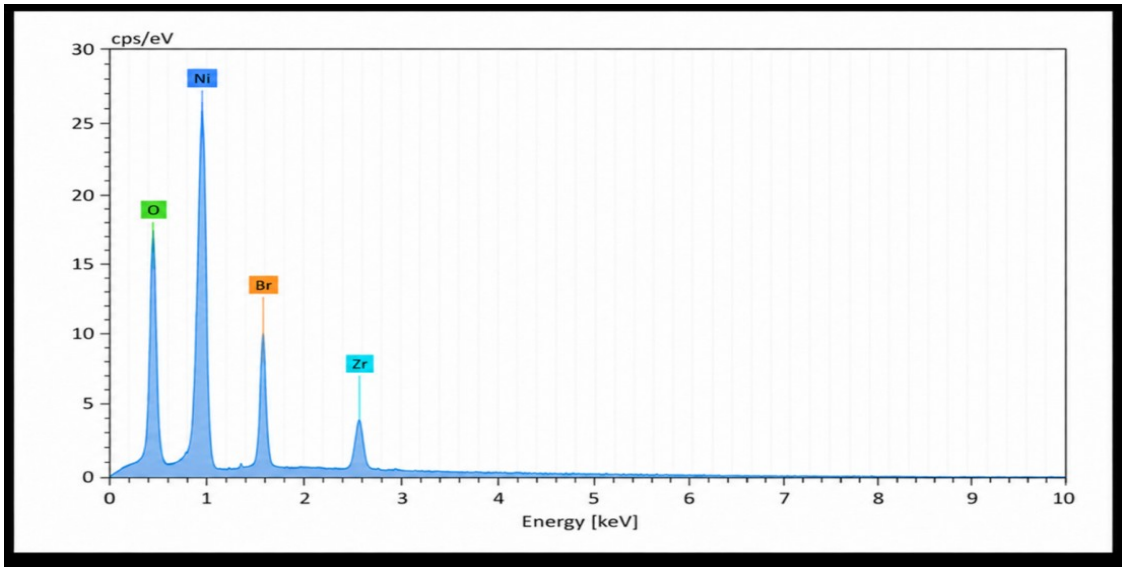


الشكل 4)-3) صورة (FE-SEM) لمسحوق NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق *Clivia miniata*



الشكل 4)-(4 توزيع أحجام جسيمات NiOالمحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata* و المحسوبة من صورة FE-SEM

تم قياس مطيافية تشتت الطاقة لـ (NiO) المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق نبات *Clivia miniata*)) حيث يبين الشكل (4-5) طيف (EDX)) والتركيب الذري لمادة(NPs NiO) وحسب الجدول 4)-6) تم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في (NiO NPs) بالنسب المئوية. حيث كانت هناك نسبة عالية جدا للنيكل مع بعض العناصر الاخرى مثل البروم و الالمنيوم و الزركونيوم و يعود سبب وجودها الى تلوث طفيف في حجرة الجهاز اثناء الفحص و هي لا تؤثر على التركيب الاساسي او نقاوة الطور. و هذه النتائج تتفق مع نتائج الدراسة التي قام بها الباحث Roshid et al)) [116].



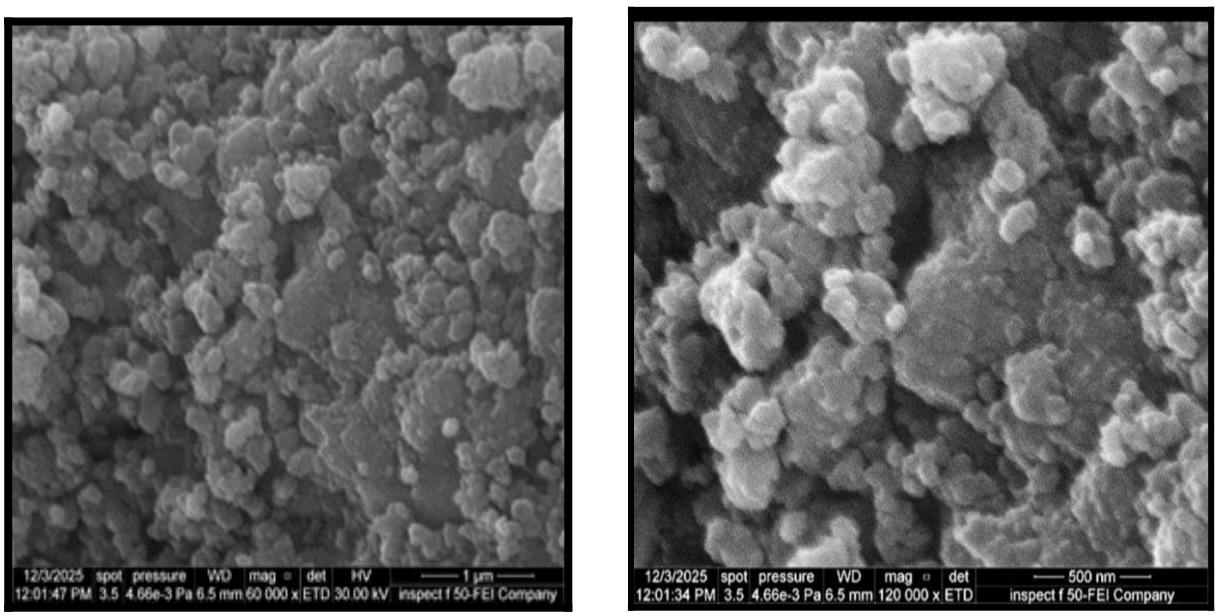
الشكل 4)-5) صورة لمطيافية تشتت الطاقة (EDX) لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستعمال مستخلص اوراق *Clivia miniata*

الجدول 4)- (6يبين التركيب الذري لعناصر NiO NPsالمحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) بالنسب المئوية

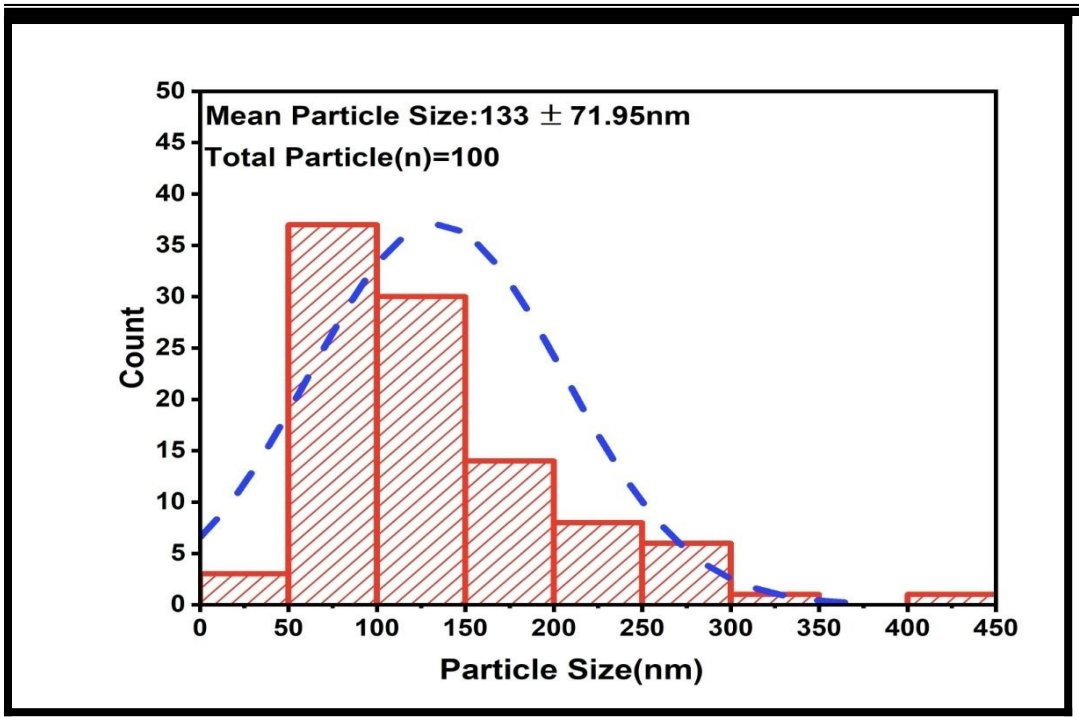
Element	%.Mass Norm	%.Atom
Oxygen	26.37	57.47
Nickel	67.23	39.88
Bromine	3.16	1.38
Zirconium	3.34	1.28

4)-2-2- (2المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك ((CoPrecipitation) باستخدام((NaOH

أجري تحليل (FE-SEM) لحساب حجم الجسيمات و التشكل السطحي لـ (NiO) المحضر كيميائيا باستخدام NaOH حيث تظهر الصورة في الشكل (4-6) ان الجسيمات تمتلك مورفولوجيا شبة حبيبية مع توزيع حجمي متباين نسبيا. وللحصول على وصف كمي دقيق ((Quantitative Analysis كما في الشكل (4-7) تم استخدام برنامج (ImageJ)) لتحليل حجم الجسيمات اظهرت النتائج الاحصائية ان متوسط حجم الجسيمات هو(nm 133) مع انحراف معياري مقداره (nm ± 71.95) وان عدد الجسيمات المقاسة احصائيا هو 100 . كما ان مدى الجسيمات النانوية هو (nm 350-50). وقد تراوحت فترة الثقة 95% لمتوسط الحجم بين الحدين (nm 118.90) و(nm 147.10) بقيمة خطا معياري للمتوسط بلغت (nm 7.195) وهذه النتائج تتفق مع نتائج الدراسة التي قامت بها الباحث (Kathiravan et al).[117]

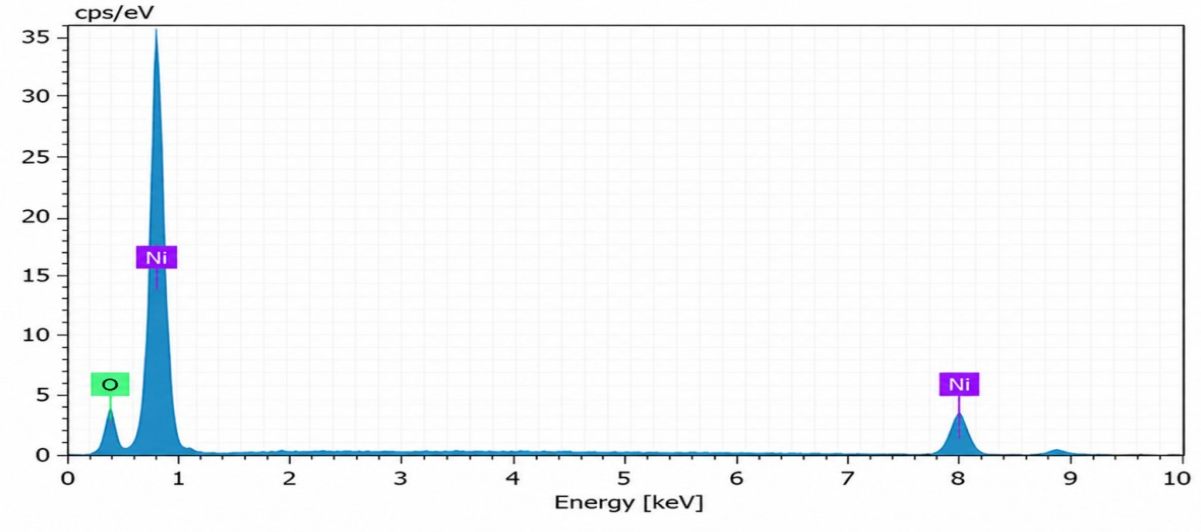


الشكل (4-6) صورة (FE-SEM) لمسحوق NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH



الشكل 4)-7) توزيع أحجام جسيمات NiO المحضرة كيميائيا باستخدام NaOH و المحسوبة من صورة FE-SEM

تم قياس مطيافية تشتت الطاقة لـ NiO)) المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام (NaOH) حيث يبين الشكل (4- 8) طيف (EDX) والتركيب الذري لمادةNiO (NPs) وحسب الجدول (4-7) تم تقديم وصف التركيب الذري للعناصر في ((NiO NPs بالنسب المئوية. حيث كانت هناك نسبة عالية جدا للنيكل و الاوكسجين مما يؤكد تكون (NiO) وأن ارتفاع شدة قمم النيكل مقارنة بقمة الاوكسجين يشير الى ان النيكل هو العنصر المسيطر في الطيف. وإن عدم ظهور قمم إضافية لعناصر أخرى يدل على نقاوة جيدة للعينة. هذه النتائج تتفق مع نتائج الدراسة التي قام بها الباحث (Vishaka et al) [118].



الشكل 4)-(8 صوره لمطيافية تشتت الطاقة (EDX)) لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH

الجدول 4)-(7 يبين التركيب الذري لعناصر NiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية بالنسب المئوية

Element	%.Mass Norm	%.Atom
Oxygen	28.77	45.47
Nickel	71.23	54.53

الجدول 4)-(8 مقارنه خاصة بفحص FE-SEM لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية

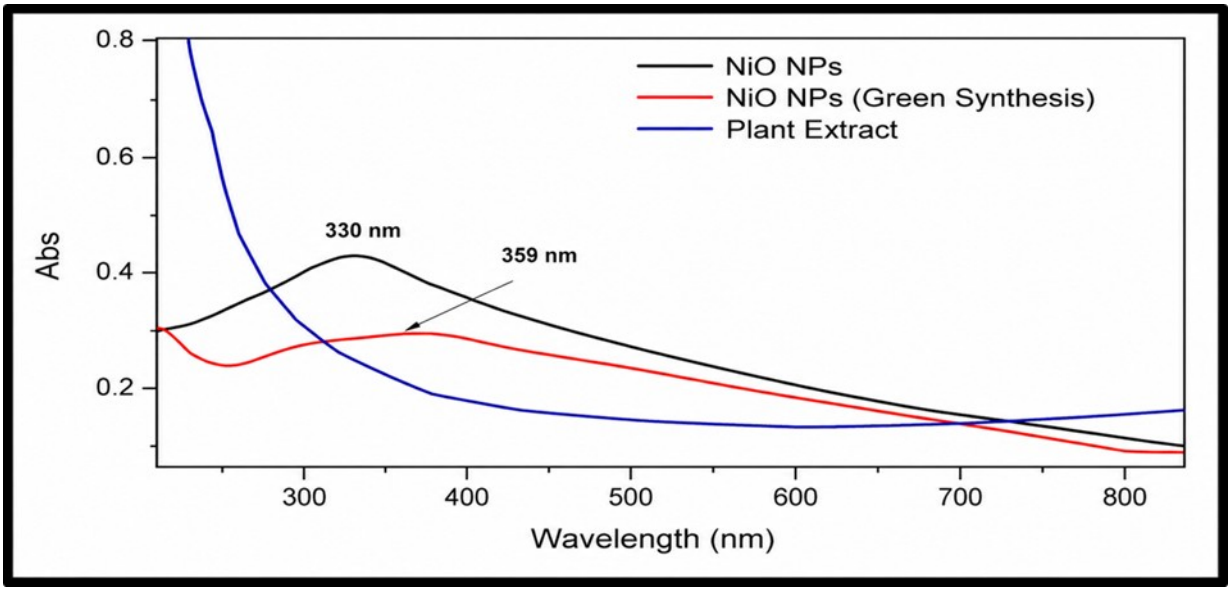
وجه المقارنة	الطريقة النباتية (الخضراء) *Clivia miniata*	الطريقة الكيميائية NaOH
عدد الجسيمات المقاسة احصائيا	100	100
شكل الجسيمات	شبه كروي	شبه حبيبي
توزيع الجسيمات	متجانس نسبيا	متباين نسبيا
الانحراف المعياري SD	±nm 69.04	± nm 71.95
الخطأ المعياري SE	nm 6.904	nm 7.195
متوسط حجم الجسيمات	nm 182	nm 133
مدى احجام الجسيمات النانوية	50-nm 400	50-nm 350
حدود فترة الثقة 95% لمتوسط حجم الجسيمات	nm 168.47-195.53	nm 147.10 – 118.90

و يبين الجدول (4-8) ان متوسط حجم (NiO NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) كان اكبر من مثيلاتها المحضرة بالطريقة الكيميائية و يعزى ذلك الى دور المركبات الفعالة الموجودة في المستخلص النباتي اذ قد تودي الى تكتل الجسيمات او زيادة نموها اثناء عملية التحضير. كما اظهرت الجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية شكلا شبه كروي بينما الجسيمات المحضرة بالطريقة الكيميائية شكلا شبه حبيبي ويعود ذلك الى اختلاف الية التكوين والنمو البلوري بين الطريقتين. اما مدى الاحجام فيشير الى ان الجسيمات المحضرة بالطريقة النباتية تمتلك مدى اكبر من المحضرة بالطريقة الكيميائية مما يثبت ان الطريقة الكيميائية توفر تحكم افضل في حجم الجسيمات وتوزيعها.

4)-(3 نتائج القياسات البصرية Optical measurement results

4)-3-(1 نتائج التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية- المرئية UV-(Vis)

يمثل الشكل(4-9) طيف الامتصاص بالأشعة فوق البنفسجية–المرئية (UV–Vis) لجسيمات أوكسيد النيكل النانوي (NiO NPs) المحضّرة بطريقتين مختلفتين، إضافة إلى طيف المستخلص النباتي المستخدم في التخليق الأخضر.



الشكل (4-9) صورة التحليل الطيفي لـ UV-Vis لكل من المستخلص النباتي و NiO المحضر بالطريقتين النباتية(الخضراء) و الطريقة الكيميائية

يظهر طيف المستخلص النباتي امتصاصًا عاليًا في المنطقة فوق البنفسجة خاصة عند الأطوال الموجية الأقل من 250 (nm)، ويعود ذلك إلى وجود مركبات عضوية فعالة مثل الفينولات والفلافونويدات و القلويدات. يقل الامتصاص تدريجيًا مع زيادة الطول الموجي، مما يشير إلى غياب امتصاص ملحوظ في المجال المرئي. هذا السلوك يؤكد دور المستخلص النباتي كعامل مختزل ومثبت أثناء عملية التخليق الأخضر لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs). وهذه النتيجة تتفق مع الدراسة التي قام بها الباحث (Safratova et al) [119].

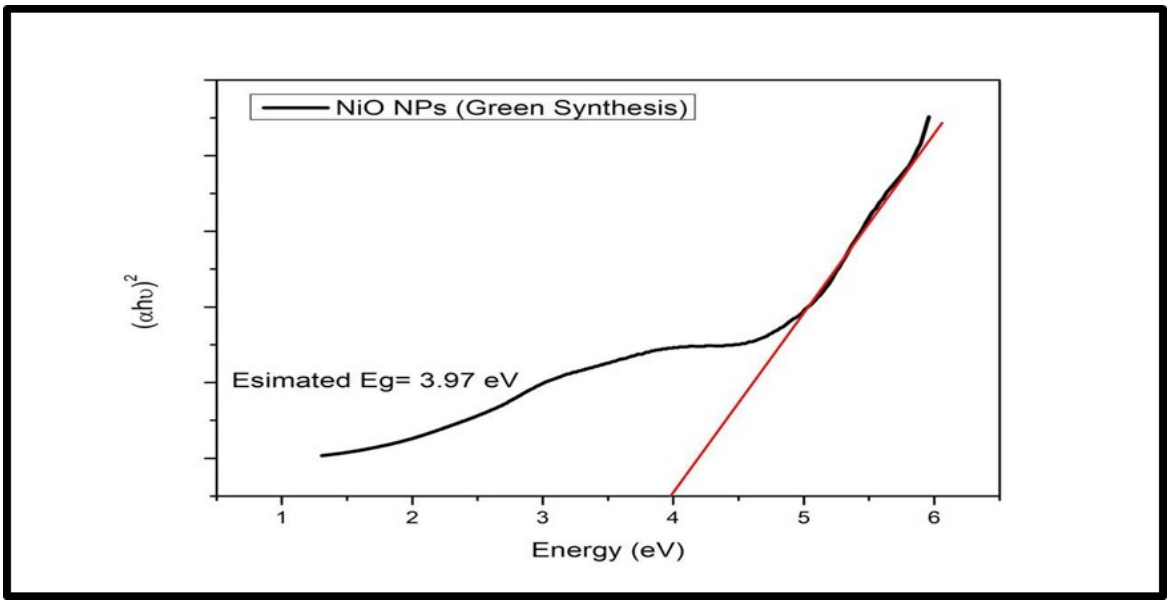
بالنسبة لأوكسيد النيكل النانوي (NiO) المحضّر بالطريقة الكيميائية، يظهر الطيف قمة امتصاص واضحة عند طول موجي يقارب (330 nm) تعود هذه القمم الى انتقالات الكترونية من نطاق التكافؤ إلى نطاق التوصيل، وهي سمة مميزة للمواد شبه الموصلة ذات الحجم النانوي. ظهور هذه القمم يؤكد نجاح تكوين جسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs))، كما يشير إلى امتلاكها خصائص بصرية تختلف عن أوكسيد النيكل بالحجم الكبير (Bulk)، نتيجة لتأثير الحجم النانوي. وهذه النتيجة تتوافق مع الدراسة التي قام بها الباحث (Theivasanthi et al) [120].

أما أوكسيد النيكل النانوي (NiO)) المحضّر بالطريقة النباتية (الخضراء)، فيظهر قمة امتصاص أقل حدة مقارنة بالطريقة الكيميائية عند (359 nm)، مع انزياح طفيف للقمة نحو أطوال موجية أكبر. يُعزى هذا الانزياح الطيفي إلى اختلاف حجم الجسيمات النانوية أو إلى تأثير المركبات النباتية المرتبطة بسطح الجسيمات، والتي تؤدي إلى تعديل الخصائص البصرية للمادة. كما أن انخفاض شدة الامتصاص قد يكون ناتجًا عن تغليف الجسيمات النانوية بالمركبات العضوية الموجودة في المستخلص النباتي أو عن وجود توزيع حجمي أوسع للجسيمات. وهذه النتيجة تتفق مع الدراسة التي قام بها الباحث
[121] ((Gebremichael et al. والجدول (9-4) يبين مقارنة في مطيافية الاشعة فوق البنفسجية – المرئية للمستخلص النباتي و جسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية (الترسيب المشترك).

الجدول 4)-(9 مقارنة خاصة بفحص UV-Vis بين المستخلص النباتي وNiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

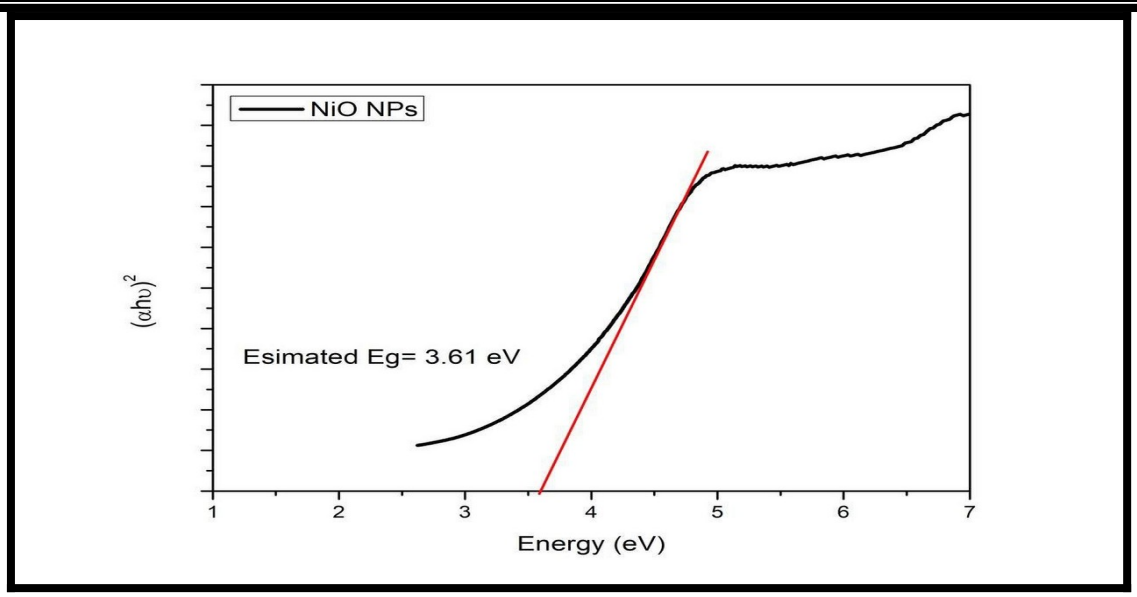
المستخلص النباتي *Clivia miniata*	NiO NPs الطريقة النباتية (الخضراء)	NiO NPs الطريقة الكيميائية
تظهر قمة امتصاص عند الاطوال الموجية الاقل من nm 250	تظهر قمة امتصاص عند الطول الموجي nm 359	تظهر قمة امتصاص عند الطول الموجي nm 330
بسبب وجود مركبات فعالة في النبات	بسبب اختلاف حجم الجسيمات او وجود مواد عضوية على السطح من المستخلص	بسبب انتقال الالكترونات من نطاق التكافؤ الى نطاق التوصيل

يوضح الشكل 4)-10) منحنى تاوك (Tauc plot) لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية ((NiO NPs المحضّرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*)حيث يلاحظ ان امتصاص الضوء يكون ضعيفا عندما تكون طاقة الفوتون منخفضة، أي عدم كفاية طاقة الفوتونات لإثارة الإلكترونات من نطاق التكافؤ إلى نطاق التوصيل ثم يزداد تدريجيًا مع زيادة طاقة الفوتون، مما يشير إلى بداية حدوث الانتقالات الإلكترونية من نطاق التكافؤ إلى نطاق التوصيل.



الشكل (4-10)مقدار فجوة نطاق الطاقة لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata*

تم حساب فجوة الطاقة البصرية E_g لـ (NiO NPs) باستخدام علاقة تاوك حيث تم اولا تحويل بيانات الامتصاصية A الى معامل امتصاص (α) وفقا لقانون (بير - لامبرت) ثم تم رسم العلاقة بين $(\alpha hv)^2$ مقابل طاقة الفوتون ($h\nu$) و بمد الجزء الخطي من المنحني ليقطع محور الطاقة تم تحديد فجوة الطاقة. حيث قدرت قيمة فجوة الطاقة بحوالي (3.97 eV) تشير هذه القيمة إلى أن جسيمات أوكسيد النيكل النانوية ((NiONPs تعد من المواد شبه الموصلة ذات فجوة الطاقة الواسعة (Wide band gap semiconductor). و هذه النتيجة تتوافق مع الدراسة التي قام بها الباحث (Gebremichael et al).[121] يوضح الشكل (4-11) منحنى تاوك (Tauc plot) لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) المحضّرة بالطريقة الكيميائية باستخدام (NaOH) حيث يلاحظ في الشكل ان امتصاص الضوء يكون ضعيفا عندما تكون طاقة الفوتون منخفضة، أي عدم كفاية طاقة الفوتونات لإثارة الإلكترونات من نطاق التكافؤ الى نطاق التوصيل ثم يزداد تدريجيًا مع زيادة طاقة الفوتون، مما يشير إلى بداية حدوث الانتقالات الإلكترونية من نطاق التكافؤ إلى نطاق التوصيل. تم حساب فجوة الطاقة البصرية Eg لـ (NiO NPs)) باستخدام علاقة تاوك حيث تم اولا تحويل بيانات الامتصاصية (A) الى معامل امتصاص (α) وفقا لقانون بير - لامبرت ثم تم رسم العلاقة بين (¿^{2}ahv) مقابل طاقة الفوتون ((hv و بمد الجزء الخطي من المنحني ليقطع محور الطاقة تم تحديد فجوة الطاقة. حيث قدرت قيمة فجوة الطاقة بحوالي(eV 3.61) تشير هذه القيمة إلى أن جسيمات أوكسيد النيكل النانوية تعد من المواد شبه الموصلة ذات فجوة الطاقة الواسعة (Wide band gap semiconductor). وهذه النتيجة تتوافق مع الدراسة التي قام بها الباحث (Hong et al)) [122].

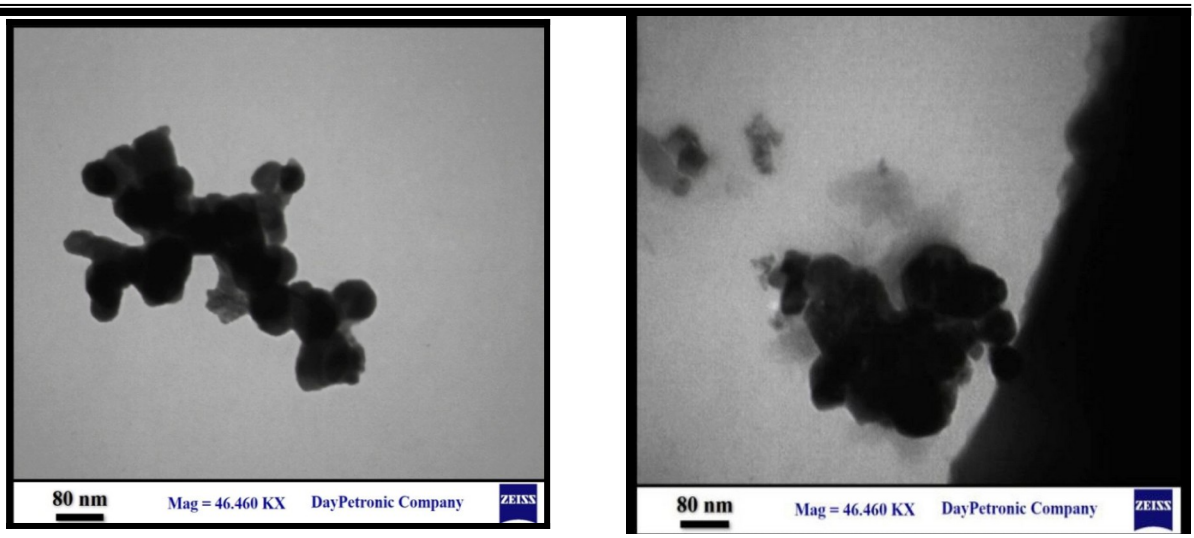


الشكل 4)-(11 مقدار فجوة نطاق الطاقة لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب مشترك باستخدام NaOH

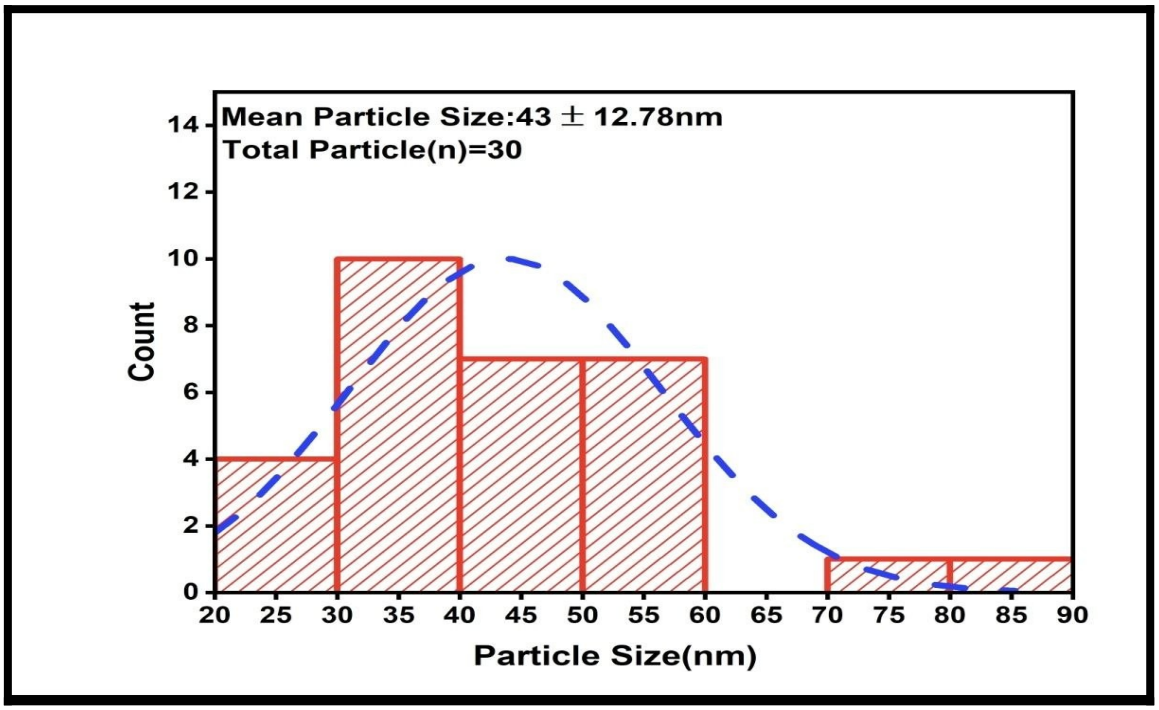
4)-3-(2 نتائج فحص المجهر الإلكتروني النافذ (TEM) لأوكسيد النيكل النانوي (NiO)

4)-3-2-(1 المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق(*Clivia miniata*)

تبين صورة المجهر الإلكتروني النافذ (TEM) في الشكل 4)-(12 لـ (NiO NPs) المحضّرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق نبات (*Clivia miniata*)الخصائص المورفولوجية لهذه الجسيمات. حيث تظهر الجسيمات النانوية بأشكال غير منتظمة تميل إلى الشكل شبه الكروي ، مع وجود حواف غير ملساء وبروزات سطحية، ويُعزى هذا السلوك إلى تأثير المركبات الفعالة حيويًا الموجودة في المستخلص النباتي، والتي تؤثر في آلية التكوين والنمو البلوري للجسيمات النانوية أثناء عملية التحضير. كما ان توزيع الجسيمات غير متجانس. توضح الصورة أيضًا وجود تكتل واضح للجسيمات النانوية، حيث تتجمع الجسيمات الأولية لتكوّن عناقيد نانوية ذات أحجام أكبر نسبيًا. . وللحصول على وصف كمي دقيق (Quantitative Analysis)) , كما في الشكل 4)-(13, تم استخدام برنامج (ImageJ) لتحليل حجم الجسيمات اظهرت النتائج الاحصائية ان متوسط حجم الجسيمات هو (43 nm) مع انحراف معياري مقداره (12.78± nm) وان عدد الجسيمات المقاسة احصائيا هو 30. كما ان مدى الجسيمات النانوية (20- 90) nm. وقد تراوحت فترة الثقة 95% لمتوسط الحجم بين الحدين (38.43و 47.57) (nm بقيمة خطا معياري للمتوسط بلغت (2.333 nm) وهذه النتيجة تتوافق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث (Uddin et al)) [123].



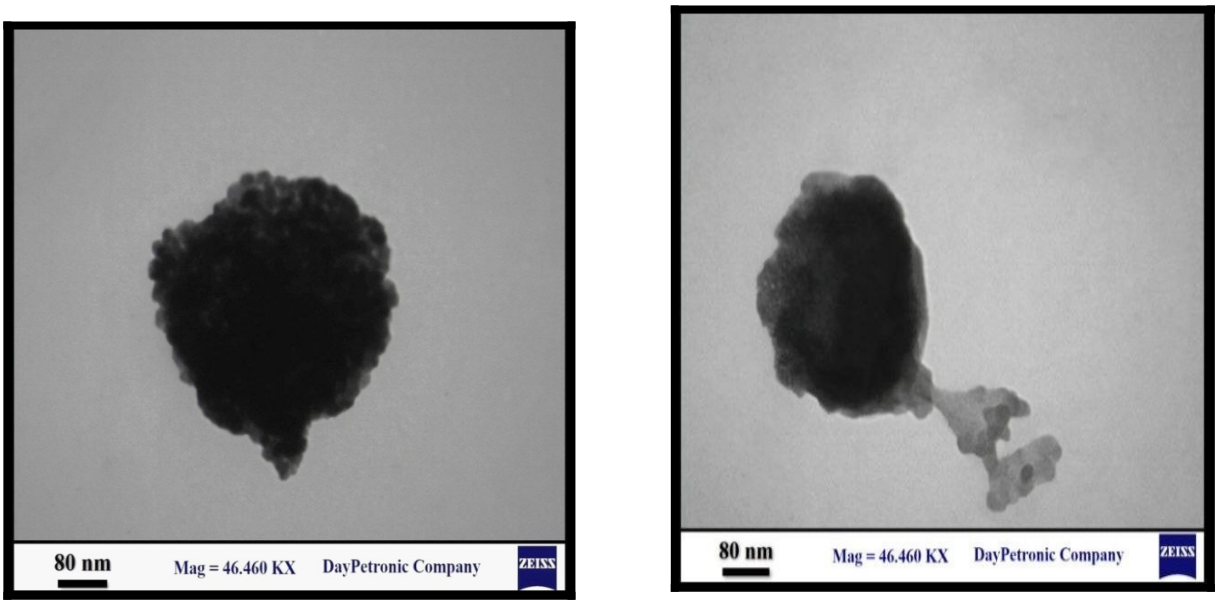
الشكل 4)-12) صورة TEM لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق نبات *Clivia miniata*



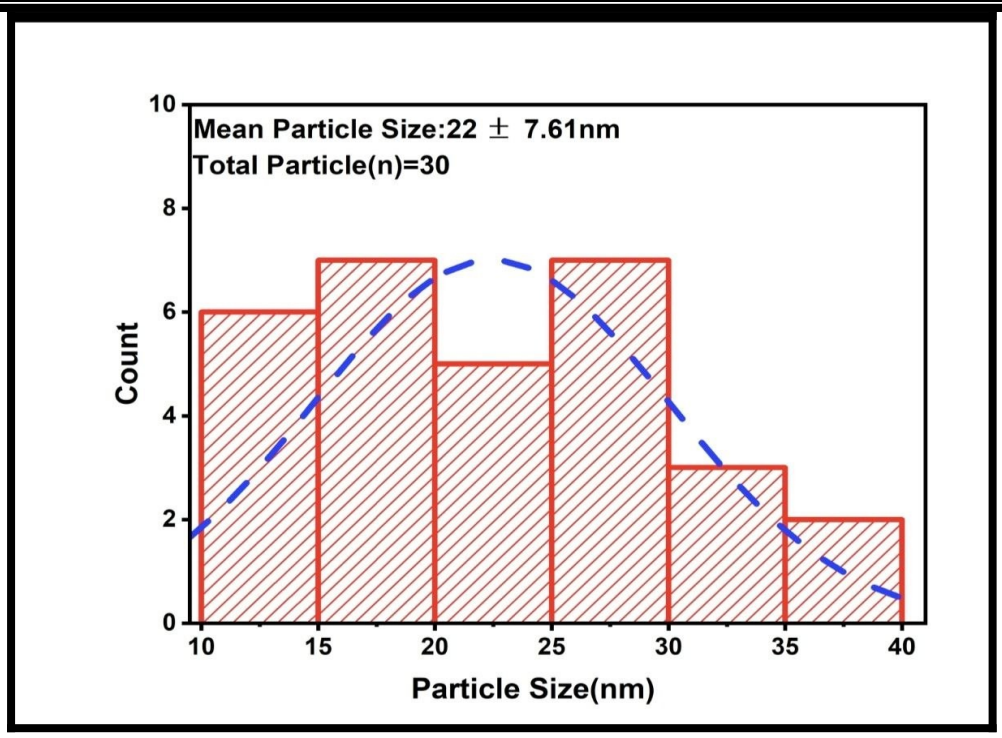
الشكل 4)-(13 توزيع أحجام جسيمات NiOالمحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata* و المحسوبة من صورة TEM

4)-2-2-3) المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك (CoPrecipitation) باستخدام (NaOH)

تُظهر صورة المجهر الإلكتروني النافذ ((TEM في الشكل 4)-(14 لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs)) المحضّرة كيميائياً بطريقة الترسيب المشترك تكوّن جسيمات نانوية ذات أشكال غير منتظمة تميل إلى الشكل شبه الكروي، مع ملاحظة وجود تكتل واضح بين الجسيمات. ويُعزى هذا التكتل إلى الارتفاع الكبير في طاقة السطح للجسيمات النانوية الناتجة عن صغر حجمها، إضافة إلى طبيعة طريقة الترسيب المشترك التي تؤدي إلى تكوين نوى متعددة ونمو سريع للجسيمات، مما يسهم في اندماج الجسيمات الأولية أثناء مراحل التجفيف أو التكليس اللاحقة. وهو ما يؤكد عدم تجانس التوزيع الحجمي للجسيمات النانوية. وللحصول على وصف كمي دقيق (Quantitative Analysis) كما في الشكل (4-(15 تم استخدام برنامج (ImageJ)) لتحليل حجم الجسيمات اظهرت النتائج الاحصائية ان متوسط حجم الجسيمات هو22 (nm) مع انحراف معياري مقداره (±7.61 nm) وان عدد الجسيمات المقاسة احصائيا هو 30. كما ان مدى الجسيمات النانوية 40) nm-(10 . وقد تراوحت فترة الثقة 95% لمتوسط الحجم بين الحدين (nm 19.28) و (nm 24.72) بقيمة خطا معياري للمتوسط بلغت (nm 1.389)وهذه النتيجة تتفق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحثان (Sagadevan and Podder) [124].



الشكل 4)-(14 صوره TEM لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH



الشكل (4-15) توزيع أحجام جسيمات NiO المحضرة كيميائيا باستخدام NaOH و المحسوبة من صورة TEM

الجدول (4- 10) مقارنه خاصة بفحص TEM لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

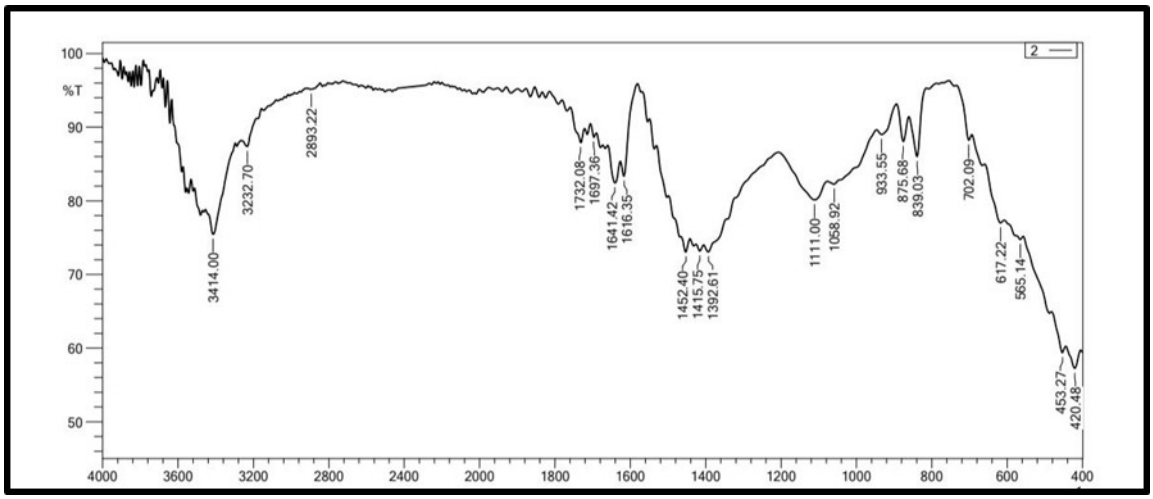
وجه المقارنة	الطريقة النباتية (الخضراء) *Clivia miniata*	الطريقة الكيميائية NaOH
عدد الجسيمات المقاسة احصائيا	30	30
شكل الجسيمات	شبه كروي	شبه كروي
توزيع الجسيمات	غير متجانس	غير متجانس
الانحراف المعياري SD	±nm 12.78	±nm 7.61
الخطأ المعياري SE	nm 2.333	nm 1.389
متوسط حجم الجسيمات	nm 43	nm 22
مدى احجام الجسيمات النانوية	nm 90 – 20	nm 40 – 10
حدود فترة الثقة 95% لمتوسط حجم الجسيمات	nm 47.57 – 38.43	nm 24.72 – 19.28

ومن الجدول 4)-(10 يمكن الاستنتاج ان الطريقة الكيميائية تتميز بكفاءة أعلى في التحكم بحجم جسيمات (NiO NPs) مقارنة بـالطريقة النباتية (الخضراء) التي أنتجت متوسط حجم أكبر وضمن مدى أحجام أوسع ومتفاوت (توزيع متباين). ويعود هذا الاختلاف الحجمي والمدى المتسع في الطريقة التقليدية إلى سرعة الترسيب الفائقة للعامل الكيميائي NaOH)) التي تحفز النوية السريعة، مقابل التفاعل الأبطأ والآلية المعقدة للمستخلص النباتي الذي يحتوي على جزيئات ومجموعات فعالة متعددة تتفاعل بسرعات مختلفة. وبالرغم من هذا التفاوت في الأبعاد والمدى، فقد حافظت الجسيمات النانوية على مظهر "شبه كروي" ثابت في كلا أسلوبي التحضير، مما يثبت أن الشكل النهائي محكوم بالخصائص البلورية وطاقة السطح الحرة للمادة نفسها والتي تميل بطبيعتها إلى تقليل المساحة السطحية، بغض النظر عن طبيعة عامل الاختزال المستخدم.

4)-3-3) نتائج طيف الأشعة تحت الحمراء باستخدام تحويلات فورييه FTIR لأوكسيد النيكل النانوي ((NiO

4)-3-3- (1المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*)

يوضح الشكل 4)-(16 طيف (FTIR) (NPs-لـ NiO) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) حيث تظهر مجموعة من القمم الامتصاصية و فجوة الطاقة التي تعكس وجود مجاميع وظيفية متنوعة على سطح العينة. إذ تُلاحظ قمة عريضة وقوية عند (3414.00 cm^{-1}) تُعزى إلى اهتزاز مجموعة الهيدروكسيل (O–H)، مما يدل على وجود ماء ممتص أو مركبات كحولية، وهو أمر شائع في المواد المحضرة بطرق حيوية. كما تظهر قمة عند (2893.22 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز روابط (C–H) للألكانات، مما يشير إلى وجود بقايا عضوية مرتبطة بسطح الجسيمات.



الشكل (4-16) صورة FTIR لـ NiO المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق *Clivia miniata*

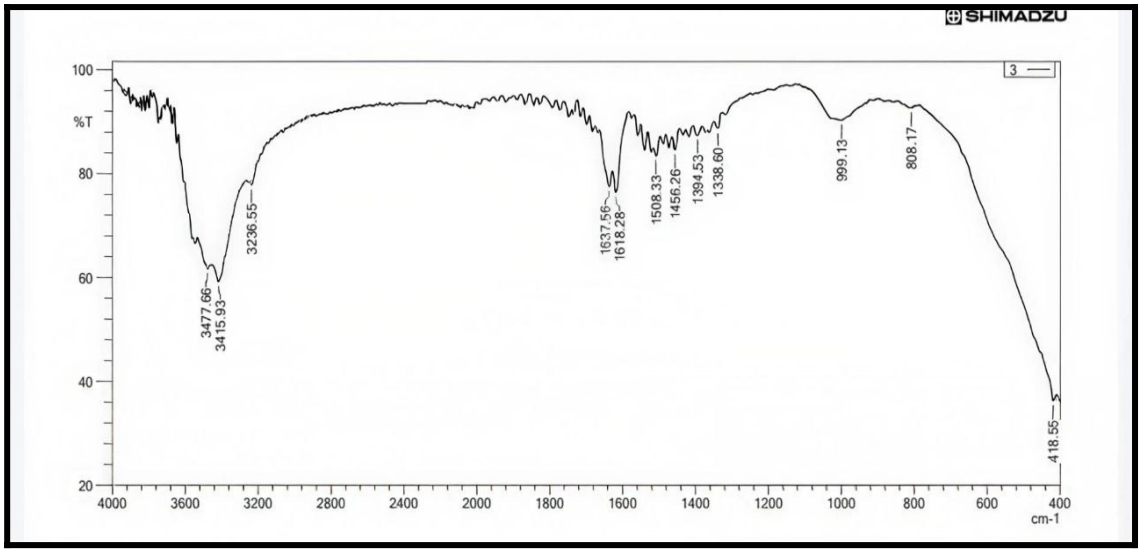
في المنطقة الوسطى من الطيف، تبرز قمة واضحة عند (1732.08 cm^{-1}) تُنسب إلى مجموعة الكربونيل (C=O)، مما يدل على وجود أحماض أو إسترات عضوية قد تلعب دوراً في عملية الاختزال أو التثبيت. كذلك تظهر قمة عند (1641.42 cm^{-1}) تُعزى إلى اهتزازات (C=C) أو روابط الأميد (Amide I)، مما يشير إلى وجود مركبات بروتينية أو مواد حيوية مرتبطة بسطح الجسيمات. وتُلاحظ أيضاً قمة عند (1111.00 cm^{-1}) تعود إلى اهتزاز (C–O)، مما يؤكد وجود مركبات كحولية أو سكريات. أما في المنطقة المنخفضة من الطيف، فتظهر قمم قوية ومميزة ضمن المدى(cm^{-1} 420.48-617.22)، والتي تُعزى إلى اهتزاز رابطة (Ni–O)، وهي تمثل دليلاً واضحاً على تكوّن أوكسيد النيكل (NiO). و بالإضافة الى القمم الرئيسية تظهر عدة قمم ضعيفة تدعم وجود مركبات عضوية معقدة تعمل كعوامل تغليف و تثبيت للجسيمات النانوية. هذه النتيجة تتفق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث (Hussain et al) [26]. و يوضح الجدول (4-11) القمم الرئيسية لطيف FTIR لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والتي استخدمت لتحديد المجاميع الوظيفية و الروابط الكيميائية الموجودة في العينة.

جدول 4)-11) القمم الرئيسية Peak Table لطيف FTIR لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء)

Peak Number	X (cm-1)	Y (%T)
1	3414.00	75
2	3232.70	87
3	2893.22	95
4	1732.08	87
5	1697.36	86
6	1641.42	82
7	1616.35	83
8	1452.40	73
9	1415.75	73
10	1392.61	73
11	1111.00	80
12	1058.92	82
13	933.55	89
14	875.68	88
15	839.03	86
16	702.09	88
17	617.22	77
18	565.14	74
19	453.27	59
20	420.48	57

4)-3-3-2) المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك (CoPrecipitation) باستخدام (NaOH)

يمثل الشكل (4-17 طيف FTIR)) لـ(NPs NiO) المحضرة كيميائيا باستخدام طريقة الترسيب المشترك حيث تظهر عدة قمم امتصاصية تعود إلى مجاميع وظيفية مختلفة، كما تظهر قمة عريضة و واضحة عند (3415.93 cm^{-1} - 3477.66) طبقا للجدول (4-12)، وهي من القمم القوية في الطيف، وتُعزى إلى اهتزاز مجموعة الهيدروكسيل (O–H)، مما يدل على وجود ماء ممتص أو مركبات كحولية. كما تظهر قمة عند (cm^{-1} 3236.55) في هذا النطاق، وتشير إلى اهتزازات (N–H) أو (O–H) المرتبطة بروابط هيدروجينية، وهو ما يدل على وجود مركبات حيوية مثل البروتينات أو الأحماض الأمينية. في المنطقة الوسطى، تظهر قمة عند1637.56 (cm^{-1}) - (1618.28، وتُعزى إلى اهتزازات (C=O) أو روابط الأميد (Amide I)، مما يشير إلى وجود مركبات عضوية معقدة، خاصة البروتينات المرتبطة بسطح الجسيمات. كما تظهر قمم عند (cm^{-1} 1508.33، 1456 26.، 1394.53)، والتي تعود إلى انثناء روابط (C–H) أو إلى مجموعات (COO^-) و(C–N)، مما يدعم وجود مواد عضوية. تُلاحظ أيضاً قمة عند (cm^{-1} 1338.60) تُنسب إلى اهتزازات (C–N) أو المجموعات الكربوكسيلية .اما في المنطقة الأقل من (cm^{-1} 1200)، تظهر قمة عند (cm^{-1} 999.13)تعزى إلى اهتزاز (C–O)، مما يدل على وجود كحولات أو سكريات، بينما تظهر قمة عند ((cm^{-1} 808.17 تعود إلى اهتزازات خارج المستوى (C–H) في الحلقات الاروماتية. اما في المنطقة المنخفضة فتظهر قمة قوية وواضحة عند (cm^{-1} 418.55)، وهي من أهم القمم في الطيف، حيث تُعزى إلى اهتزاز رابطة ((Ni–O، مما يؤكد تكوّن أوكسيد النيكل (NiO)يتوافق مع الخصائص المعروفة لأوكسيد النيكل النانوي المحضر بطرق كيميائية رطبة مثل الترسيب المشترك وهذه النتيجة تتوافق مع نتيجة دراسة الباحث (Gebreegziabher) [125]. ولغرض توضيح القمم الرئيسية لطيف ((FTIR بصورة اكثر تفصيلا يبين الجدول (4-12) قيم اعداد الموجات ونسب النفاذية لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء). كما يوضح الجدول (4-13) المقارنة بين اطياف ((FTIR لـ ((NiO NPs المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الكيميائية (الترسيب المشترك)



الشكل 4)-17) صورة FTIR لـ NiO المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام NaOH

جدول 4)-12) القمم الرئيسية Peak Table لطيف FTIR لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية

Peak Number	X (cm-1)	Y (%T)
1	3477.66	61
2	3415.93	59
3	3236.55	77
4	1637.56	77
5	1618.28	76
6	1508.33	83
7	1456.26	84
8	1394.53	87
9	1338.60	88
10	999.13	90
11	808.17	92
12	418.55	36

الجدول 4)-(13 مقارنة خاصة بفحص FTIR لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

وجه المقارنة	NiO NPs الطريقة النباتية (الخضراء)	NiO NPs الطريقة الكيميائية
رابطة Ni - O (400 - 600) cm^{-1}	ظهور واضح و قوي عند (420 - 617) cm^{-1}	ظهور واضح وقوي عند 418 cm^{-1}
رابطة O – H (3500 - 3200) cm^{-1}	ظهور واضح عند (3414 cm^{-1})	ظهور واضح و قوي عند 3415 - 3477 cm^{-1}
رابطة C = O (1600 ¿ cm^{-1} - 1700)	ظهور واضح عند(1732 cm^{-1})	ظهور واضح عند (1618 - 1637 cm^{-1}
رابطة C – O (100 - 1300 cm^{-1})	ظهور واضح عند(1111 cm^{-1})	ظهور واضح عند (999 cm^{-1})
عدد القمم	20	12

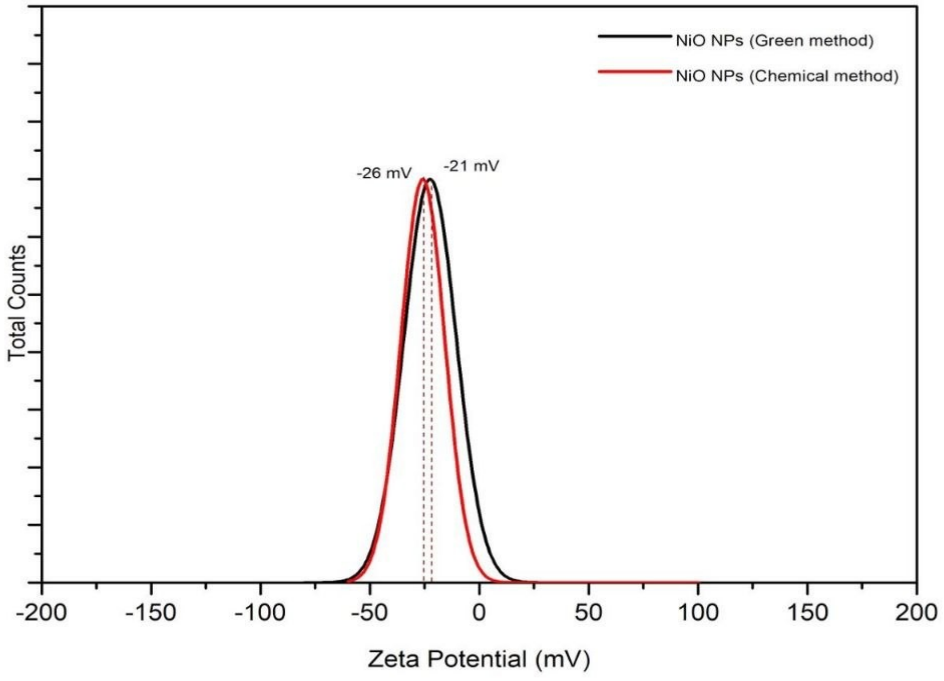
4)-3- (4نتائج Zeta potential لأوكسيد النيكل النانوي (NiO))

تقيس تقنية جهد زيتا الشحنة الكهربائية على سطح الجسيمات النانوية في السائل اثناء تحضير المواد النانوية وتعد اساسا لتقييم الاستقرار الغروي حيث تحدد قوة التنافر بين الجسيمات مما يساعد في منع تكتلها والحفاظ على حجمها النانوي . و تُظهر نتائج جهد زيتا الشكل (4-18) أن جسيمات أوكسيد النيكل النانوية ((NiO NPs المحضّرة بالطريقة الكيميائية تحمل شحنة سطحية سالبة، حيث بلغت (26 mV –). وتشير هذه القيمة إلى أن الجسيمات تمتلك استقرارًا غروانيًا عالي، إذ إن القيم الواقعة بين (20 mV ±) و (30 mV ±) تعكس وجود قوى تنافر كهربائي كافية نسبيًا للحد من تكتل الجسيمات، دون أن تصل إلى مستوى الاستقرار العالي جدًا. إن السالبيه في جهد زيتا تدل على أن سطح الجسيمات غني بمجموعات سالبة الشحنة، مثل مجموعات الهيدروكسيل أو الكربوكسيل، أو نتيجة امتزاز أيونات سالبة من الوسط المحيط. و هذه النتائج تتفق مع نتيجة ما قام به الباحث (Siddique et al) [126].

أما في الطريقة النباتية (الخضراء)، فإن القيمة تكون اقل سالبيه (21 mV –) و تشير هذه القيمة الى ان الجسيمات تمتلك استقرار متوسط يمكن تفسيرها بوجود طبقة من المركبات الحيوية الناتجة من المستخلص النباتي، مثل الفينولات والفلافونويدات والبروتينات، والتي تعمل كعوامل تثبيت (capping agents). هذه الطبقة العضوية تغطي سطح الجسيمات وتقلل من كثافة الشحنة الظاهرة، مما يؤدي إلى انخفاض قيمة جهد زيتا نسبيًا. ومع ذلك، فهي توفر نوعًا آخر من الاستقرار يُعرف بالتثبيت الفراغي،

حيث تمنع الجسيمات من الاقتراب الشديد من بعضها بسبب العوائق الحجمية. و هذه النتائج تتفق مع ما قام به الباحثان [127] ((Khan and Khan.

بناءً على ذلك، يمكن القول إن الطريقة الكيميائية تعتمد بشكل أساسي على التثبيت الكهروستاتيكي، في حين أن الطريقة الخضراء تجمع بين التثبيت الكهروستاتيكي والتثبيت الفراغي الناتج عن المواد النباتية. ورغم أن الجسيمات المحضّرة كيميائيًا أكثر استقرارًا من حيث الشحنة، فإن الجسيمات المحضّرة حيويًا تتميز بوجود غلاف عضوي قد يكون مفيدًا في التطبيقات الحيوية والدوائية. ولغرض المقارنة بين خصائص جسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية. يوضح الجدول 4-14) مقارنة بين نتائج فحص جهد زيتا (Zeta potential)) من حيث استقرار الجسيمات و قيمة شحنة السطح و قابلية التكتل.



الشكل 4)-(18 صورة منحنى جهد زيتا لـNiO NPs المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

جدول (4-14) مقارنة خاصة بفحص زيتا لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية

وجة المقارنة	NiO NPs الطريقة النباتية (الخضراء)	NiO NPs الطريقة الكيميائية
استقرار الجسيمات النانوية	جيد نسبيا	اعلى استقرار
قيمة شحنة السطح	21 -	26-
قابلية التكتل	اعلى نسبيا	اقل نسبيا

4-4) التطبيقات البيولوجية Biological Applications

4-4-1) فعالية جسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPs المضادة لبكتيريا(*S. aureus*)

أُجري اختبار النشاط المضاد للبكتيريا لجسيمات النيكل النانوية المحضّرة بالطريقتين النباتية والكيميائية ضد بكتيريا(*S. aureus*)باستخدام طريقة الانتشار في وسط ((Mueller Hinton agar عند ثلاثة تراكيز مختلفة هي (125 ,250 500 µg/ml.,

4-4-1-1) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق (*Clivia miniata*)

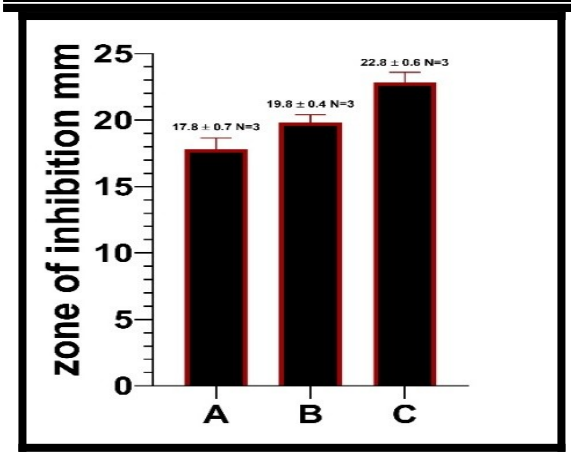
أظهرت جسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPs)) المحضّرة بالطريقة النباتية (الخضراء) قدرة واضحة على تثبيط نمو بكتيريا (*S. aureus*) كما في الشكل (4-19)، إذ سُجّلت عند تركيز (125µg/ml) أقطار مناطق تثبيط بلغت (18.8 mm 17.2 ,17.4,). وعند زيادة التركيز إلى (250µg/ml)، ارتفعت أقطار مناطق التثبيط لتصل إلى (20.3 mm) , 20 (19.2,. أما عند أعلى تركيز (500µg/ml) فقد لوحظ أعلى نشاط مضاد للبكتيريا، حيث بلغت أقطار مناطق التثبيط (23.5 22, 23, mm) مما يبيّن زيادة واضحة في فعالية التثبيط مع زيادة تركيز جسيمات أوكسيد النيكل النانوية. أظهر التحليل الاحصائي Anova)) وجود فروق ذات دلالة معنوية عالية جدا بين التراكيز الثلاثة عند مستوى احتمالية ($P<0.0001$) حيث يتميز التركيز الاول بالحرف a بينما التركيز الثاني بالحرف b اما التركيز الثالث بالحرف c مما يوكد ان التغير في المعاملات احدث تأثيرا جوهريا

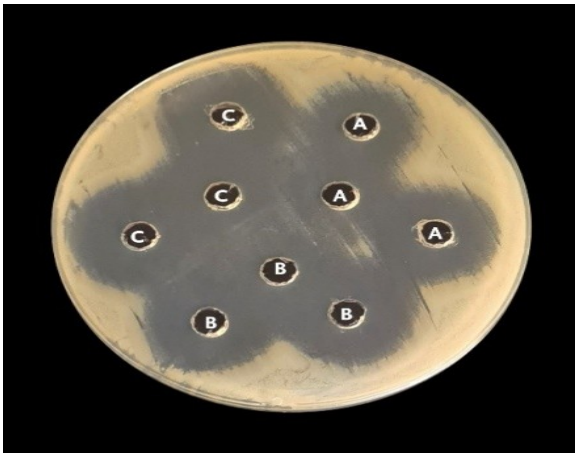
وحقيقيا من الناحية الاحصائية للقيم المقاسة. وهذه النتيجة تتوافق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث ((Said et al [128].

4)-4-1-(2 المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك (precipitation)-(Co باستخدام (NaOH)

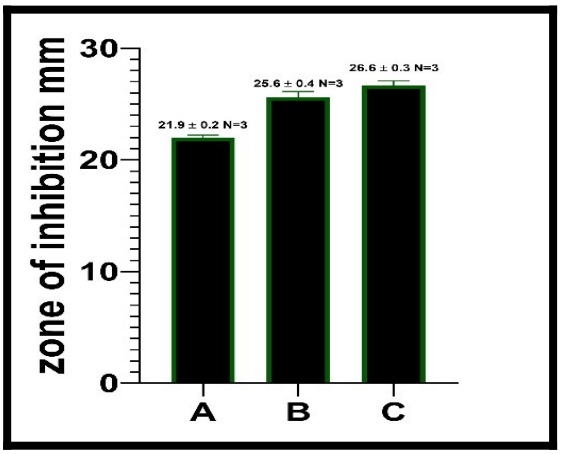
في المقابل اظهرت جسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضّرة كيميائيًا (NiO NPs)) فعالية أعلى ضد بكتيريا(*S. aureus*)عند جميع التراكيز المختبرة مقارنة بالجسيمات المحضّرة بالطريقة النباتية (الخضراء) كما في الشكل (20-4). فقد بلغت أقطار مناطق التثبيط عند تركيز (µg/ml) (125 نحو (mm) 21.7 22, 22.2,) ، بينما ازدادت هذه القيم عند تركيز (µg/ml) (250 لتصل إلى (mm) 25.8 26 ,(25 . وسُجّلت أعلى قيم للتثبيط عند تركيز (µg/ml) (500 حيث بلغت أقطار مناطق التثبيط (mm) 26.2 ,26.8 27,).

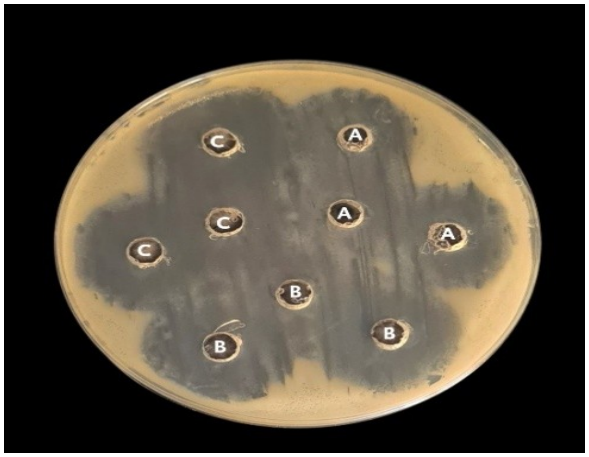
هذا الامر على نشاط مضاد قوي لجسيمات النيكل النانوية المحضّرة كيميائيًا ضد بكتيريا (*S. aureus*) وبشكل عام، تُظهر النتائج أن كلا الطريقتين في تحضير جسيمات أوكسيد النيكل النانوية تمتلكان نشاطًا مضادًا للبكتيريا، إلا أن الطريقة الكيميائية حققت أقطار تثبيط أكبر عند جميع التراكيز المستخدمة. أظهر التحليل الاحصائي (Anova)) وجود فروق ذات دلالة معنوية عالية جدا بين التراكيز الثلاثة عند مستوى احتمالية ($P<0.0001$) حيث يتميز التركيز الاول بالحرف a بينما التركيز الثاني بالحرف b اما التركيز الثالث بالحرف c مما يوكد ان التغير في المعاملات احدث تأثيرا جوهريا وحقيقيا من الناحية الاحصائية للقيم المقاسة . وهذه النتيجة تتوافق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث (Said et al) [128]. و لغرض توضيح النشاط المضاد للبكتيريا لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية يبين الشكلان (19-4)) و ((20-4) مناطق تثبيط نمو بكتيريا *S. aureus* عند التراكيز(125,250,500 µg)/ml للجسيمات المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية على التوالي.





الشكل (4-19) يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) ضد بكتيريا *S. aureus* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125µg/ml ، بينما يوضح الشكل B تركيز 250 µg/ ml ، ويبين الشكل C تركيز 500 µg/ ml





الشكل 4)-(20 يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية ضد بكتيريا *S. aureus* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ ml. بينما يوضح الشكل B المعالجة بتركيز 250 µg/ ml. يبين الشكل C تركيز 500 µg/ ml

4)-4-2) فعالية جسيمات أوكسيد النيكل النانوية NiO NPs المضادة لبكتيريا (*E. coli*)

أظهرت نتائج اختبار الفعالية المضادة لبكتيريا القولونية (*E. coli*) أن أوكسيد النيكل النانوي، سواء المحضَّر بالطريقة النباتية (الخضراء) أو بالطريقة الكيميائية، يمتلك قدرة واضحة على تثبيط نمو هذه البكتيريا عند التراكيز المختلفة (500 ,250 µg/125 ml)، وقد تم تسجيل ثلاثة أقطار تثبيط مستقلة لكل تركيز باستخدام طريقة الانتشار في الآغار، مما يعكس دقة وموثوقية النتائج.

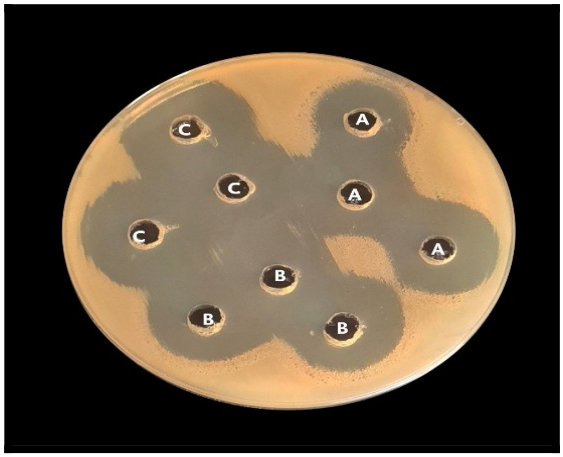
4)-4-2-1) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص اوراق (*Clivia miniata*)

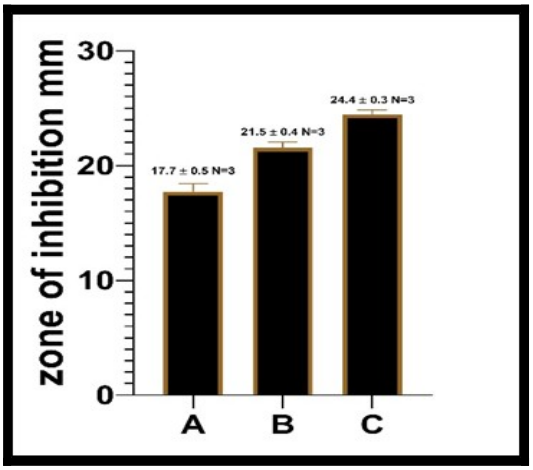
بالنسبة لجسيمات أوكسيد النيكل النانوي المحضَّرة بالطريقة النباتية (NiO NPs)) كما في الشكل (4-21)، فقد سجل التركيز الأول (125µg/ml) أقطار تثبيط بلغت (18.4, 17.8 mm ,17) ، مما يدل على فعالية مضادة متوسطة ضد بكتيريا القولونية عند التركيز المنخفض. وعند زيادة التركيز إلى (250 µg/ml)، ارتفعت أقطار مناطق التثبيط لتصل إلى (22 mm ,21.6 ,21)، وهو ما يشير إلى تحسن واضح في القدرة التثبيطية للجسيمات النانوية مع زيادة التركيز. أما عند أعلى تركيز مستخدم (500 µg/ml)، فقد تم تسجيل أعلى قيم لأقطار التثبيط، حيث بلغت (24,24.5,24.8 mm)، مما يعكس فعالية عالية لـ (NiO) المحضر نباتيا ضد (*E.coli*). أظهر التحليل الاحصائي (Anova)) وجود فروق ذات دلالة معنوية عالية جدا بين التراكيز الثلاثة عند مستوى احتمالية ($P<0.0001$) حيث يتميز التركيز الاول بالحرف a بينما التركيز الثاني بالحرف b اما التركيز الثالث بالحرف c . مما يوكد ان التغير في المعاملات احدث تأثيرا جوهريا وحقيقيا من الناحية الاحصائية للقيم المقاسة. وهذه النتيجة تتفق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث [129] ((Faizan et al.

4)-4-2-(2 المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك (precipitation)-(Co باستخدام NaOH))

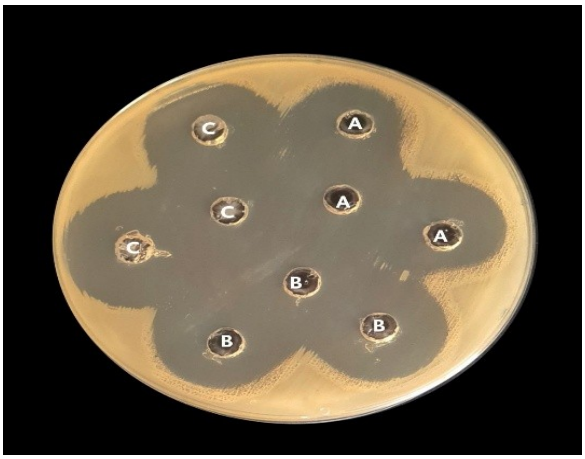
أما بالنسبة لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية ((NiO NPs المحضَّرة بالطريقة الكيميائية ، كما في الشكل (4-22) فقد أظهر فعالية أعلى مقارنة بالطريقة النباتية عند جميع التراكيز. إذ سجل التركيز (125 µg/ml) أقطار تثبيط مقدارها (19,19.3,19.9 mm) ، وهي قيم أعلى من نظيراتها في الطريقة النباتية. وعند التركيز المتوسط (250 µg/ml)، ازدادت أقطار مناطق التثبيط بشكل ملحوظ لتبلغ (24,25,25.2 mm)) ، مما يدل على نشاط مضاد قوي ضد بكتيريا القولونية. في حين أظهر التركيز المرتفع (500 µg/ml) أعلى فعالية، حيث بلغت أقطار التثبيط (26.9,27,27.2 mm)) مسجلةً أكبر مناطق تثبيط في هذه الدراسة. ومن خلال مقارنة الاقطار الثلاثة المسجلة لكل تركيز بين الطريقتين، يتضح وجود زيادة منتظمة في أقطار التثبيط مع زيادة التركيز في كلا النموذجين التحضيريين، إلا أن القيم المسجلة لأوكسيد النيكل النانوي المحضَّر بالطريقة الكيميائية كانت أعلى بشكل ثابت من تلك المحضَّرة بالطريقة النباتية، مما يدل على تفوق الطريقة الكيميائية في تثبيط نمو بكتيريا (*E. coli*) أظهر التحليل الاحصائي (Anova)) وجود فروق ذات دلالة معنوية عالية جدا بين التراكيز الثلاثة عند مستوى احتمالية ($P<0.0001$) حيث يتميز التركيز الاول بالحرف a بينما التركيز الثاني بالحرف b اما التركيز الثالث بالحرف c. مما يوكد ان التغير في المعاملات احدث تأثيرا جوهريا وحقيقيا من الناحية الاحصائية للقيم المقاسة. وهذه النتيجة تتفق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث((Nho et al [130]. و تؤكد هذه النتائج ان تسجيل ثلاث مكررات لكل تركيز يعزز موثوقية الاختبار و يقلل من الخطأ كما يثبت ان ((NiO يمتلك نشاطا مضادا فعالا ضد بكتيريا القولونية مع تفوق واضح للجسيمات المحضرة

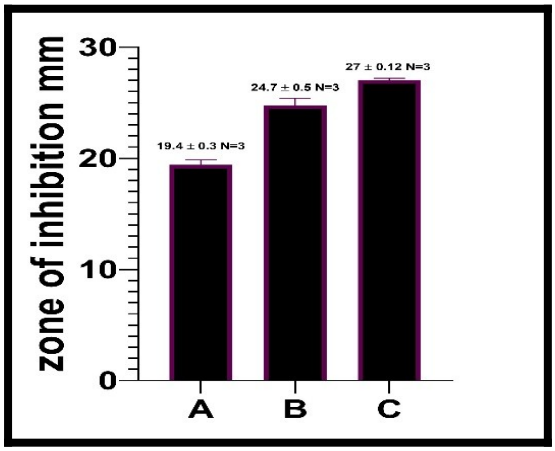
بالطريقة الكيميائية مقارنة بالطريقة النباتية. ولغرض توضيح النشاط المضاد للبكتيريا لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية يبين الشكلان (21-4) و (22-4) مناطق تثبيط نمو بكتيريا(*E. coli*)عند التراكيز (ml /500،250، 125µg)للجسيمات المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) و الطريقة الكيميائية على التوالي.





الشكل 4)- (21 يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) ضد بكتيريا *E.coli* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ ml ، بينما يوضح الشكل B تركيز 250µg/ ml ، ويبين الشكل C تركيز 500 µg/ ml





الشكل (4-22 يوضح الفعالية المضادة للبكتيريا لـNiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية ضد بكتيريا *E .coli* عند ثلاث تراكيز مختلفة. يوضح الشكل A المعالجة بتركيز 125 µg/ ml. بينما يوضح الشكل B المعالجة بتركيز 250 µg/ ml. يبين الشكل C تركيز 500 µg/ ml

الجدول 4)-15) يوضح الفعالية المضادة لبكتيريا *E. coli* و *S. aureus* لجسيمات اكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية

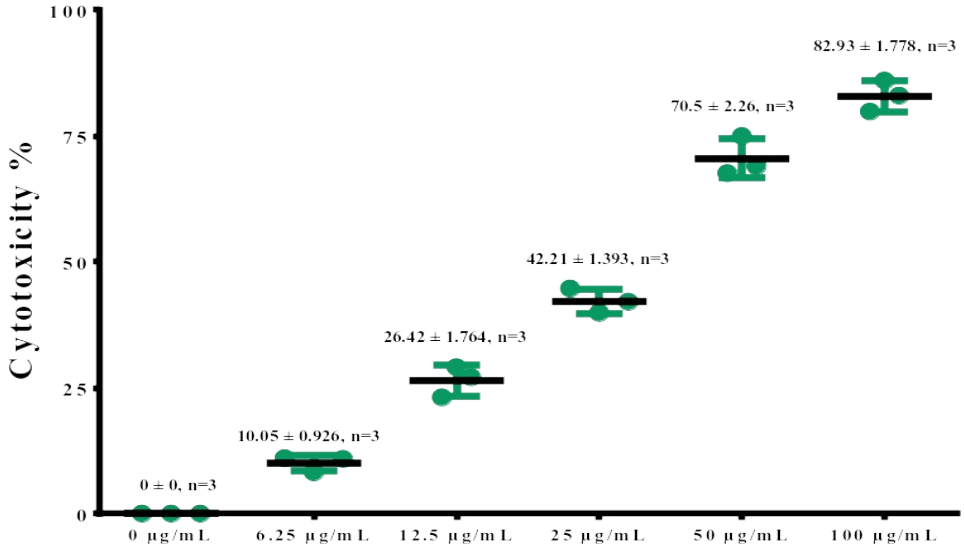
Antibacterial analysis(Zone of inhibition) (mm)					
Mean ±SD	Zone of inhibition (mm)			Concentration (ml) /µg	
±0.7 17.8	18.8	17.4	17.2	125	***S . aureus*** **BiO NiO**
19.8±0.4	19.2	20	20.3	250	
22.8±0.6	23.5	22	23	500	
17.7±0.5	18.4	17.8	17	125	***E. coli*** **BiO NiO**
21.5±0.4	22	21.6	21	250	
24.4±0.3	24.5	24.8	24	500	
21.9±0.2	22.2	22	21.7	125	***S .aureus*** **Ch NiO**
25.6±0.4	25	25.8	26	250	
26.6±0.3	27	26.2	26.8	500	
19.4±0.3	19.9	19.3	19	125	***E. coli*** **Ch NiO**
24.7±0.5	25.2	24	25	250	
27±0.12	27.2	27	26.9	500	

4)-4- (3 فعالية NiO NPs)) المضادة للخلايا السرطانية (MDA-MB-231))

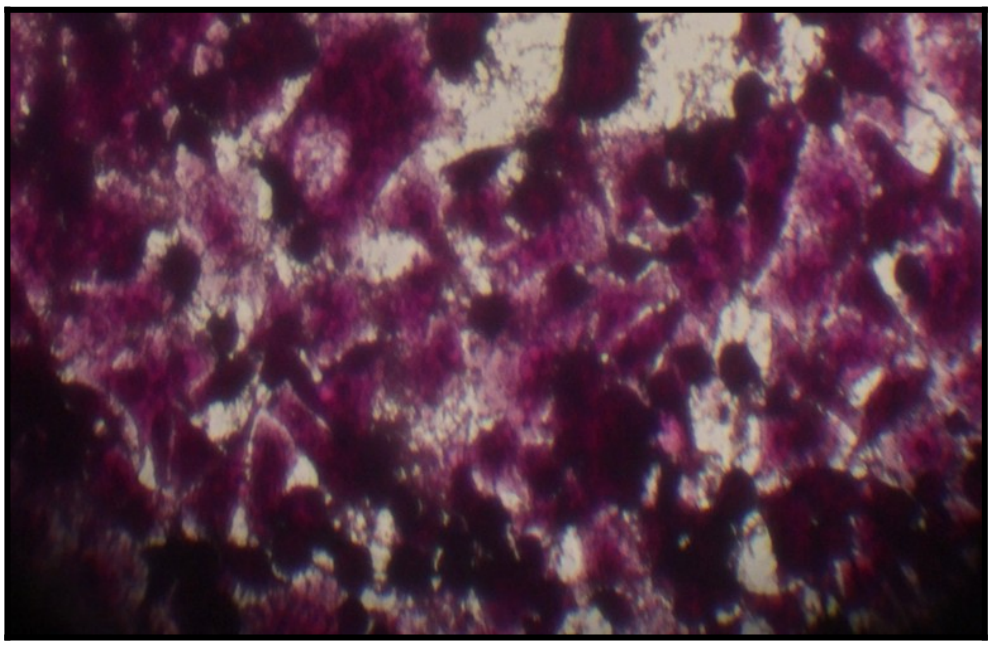
4)-4-3-(1 المحضر بالطريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*)

تمت دراسة التأثير السام لـ (NiO NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) على خلايا (MDA-MB-231)). كما تم اختبار نشاطها المضاد للتكاثر من خلال دراسة قدرتها على تثبيط تكاثر الخلايا. أظهرت النتائج أن لـ (NiO) تأثيرًا سامًا للغاية على خلايا (MDA-MB-321)،يوضح الشكل (4-23) نسبة السمية الخلوية المئوية عند تراكيز مختلفة من المادة المستخدمة، حيث يمثل المحور الأفقي تراكيز المادة بوحدات (µg/mL) والمحور العمودي نسبة السمية الخلوية. تشير النتائج إلى وجود علاقة تصاعدية بين تركيز المادة ونسبة السمية: عند التركيز الصفري (0 µg/mL) لم تظهر أي سمية، بينما عند (6.25 µg/mL) ارتفعت السمية إلى حوالي (10.05 ± 0.926)%، وعند (12.5 µg/mL) وصلت إلى (26.42 ± 1.764)% مع زيادة التركيز إلى (25 µg/mL)، بلغت السمية (42.21 ± 1.393)%، وعند (50 µg/mL) وصلت إلى (70.5 ± 2.26 %)، بينما عند التركيز الأعلى (100 µg/mL) سجلت السمية (82.93 ± 1.778)%. تظهر النتائج أن المادة تسبب سمية خلوية بطريقة تعتمد على التركيز، حيث تزداد نسبة الخلايا المتضررة مع زيادة التركيز، وتدل القيم ± على الانحراف المعياري للتكرارات الثلاثة لكل تركيز (n=3). بشكل عام، تشير البيانات إلى أن المادة تتمتع بفعالية واضحة في التأثير على الخلايا عند التركيزات العالية، بينما يكون تأثيرها محدودًا عند التركيزات المنخفضة كما في الشكل (4-23). و هذه النتيجة تتفق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث (Arthi et al)[131]. و لتوضيح التأثير السمي الخلوي لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية يبين الشكلان (4-24) و (4-25) المظهر المورفولوجي لخلايا سرطان الثدي (MDA-MB-231) قبل المعالجة وبعد معالجتها بجسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) عند التراكيز المستخدمة في الاختبار, حيث لوحظت تغيرات مورفولوجية واضحة في الخلايا المعالجة مقارنة بخلايا السيطرة (Control) حيث بينت وجود اختلافات واضحة في الشكل و البنية الخلوية فقد احتفظت خلايا الـ (Control) بشكلها المورفولوجي الطبيعي مع كثافة خلوية مرتفعة والتصاق جيد بسطح الزراعة. في المقابل اظهرت الخلايا المعاملة بجسيمات (NiO NPs) انخفاضا ملحوظا في كثافة الخلايا وانكماشها وفقدان انتظام شكلها ودرجة التصاقها. اضافة الى ظهور فراغات بين الخلايا نتيجة انفصال بعضها و

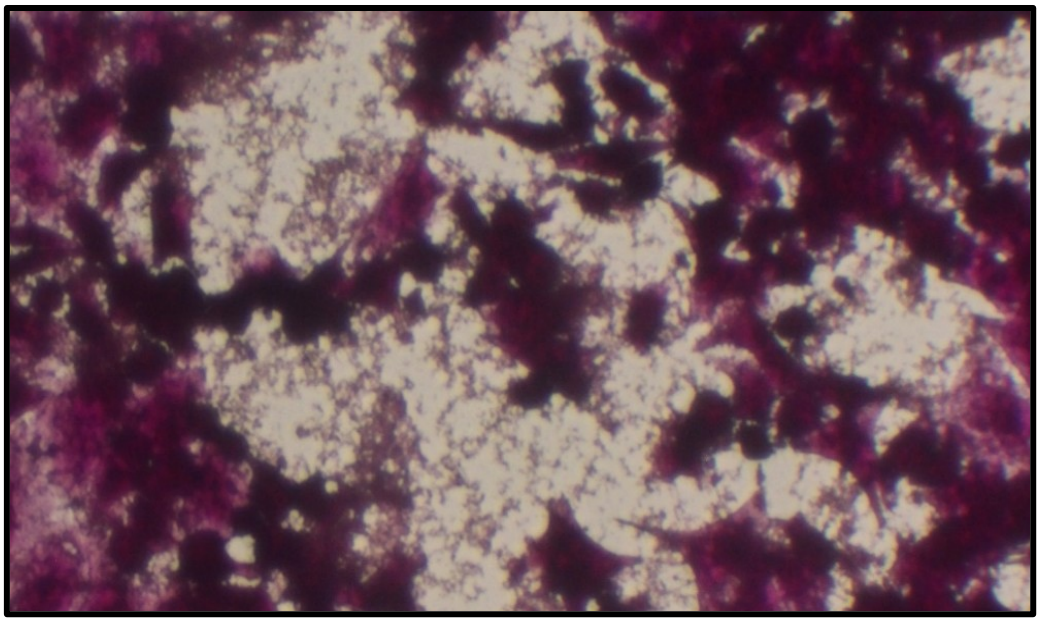
موتها. و تشير هذه التغيرات الى التأثير السام الذي احدثته NiO NPs)) مما ادى الى تثبيط الخلايا و تحفيز موتها المبرمج (Apoptosis).



الشكل 4)-(23 تأثير السمية الخلوية لـNiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) في خلايا MDA-MB-231.



الشكل 4)-(24 خلايا MDA-MB-231 غير المعالجة (Control). قوة التكبير 40x



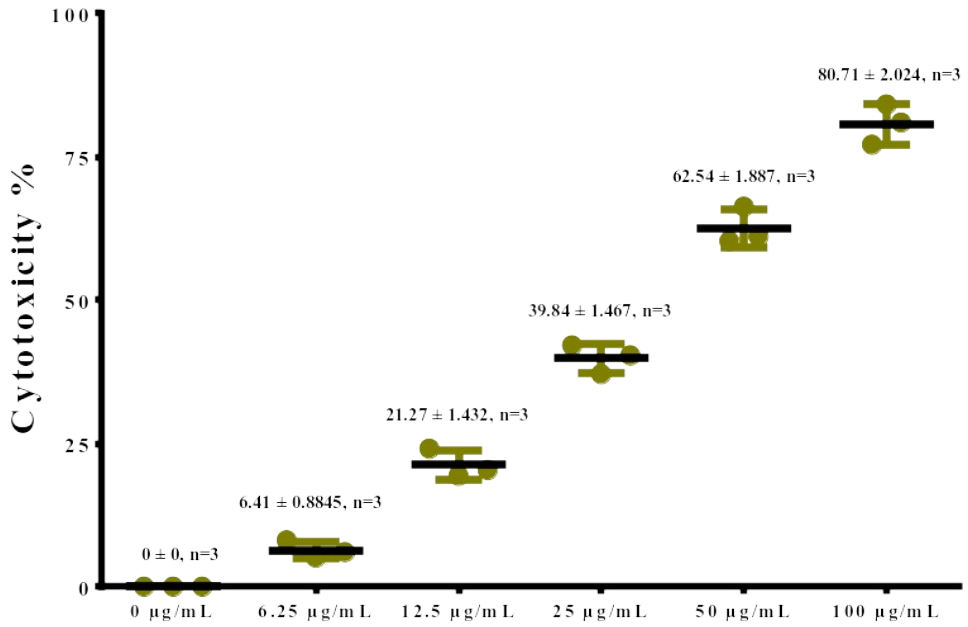
الشكل (4- 25)التغيرات المورفولوجية في خلايا MDA-MB-231 بعد معالجتها بـ NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء). قوة التكبير 40x

4)-4-3- (2 المحضر كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك (Co-Precipitation)باستخدام NaOH))

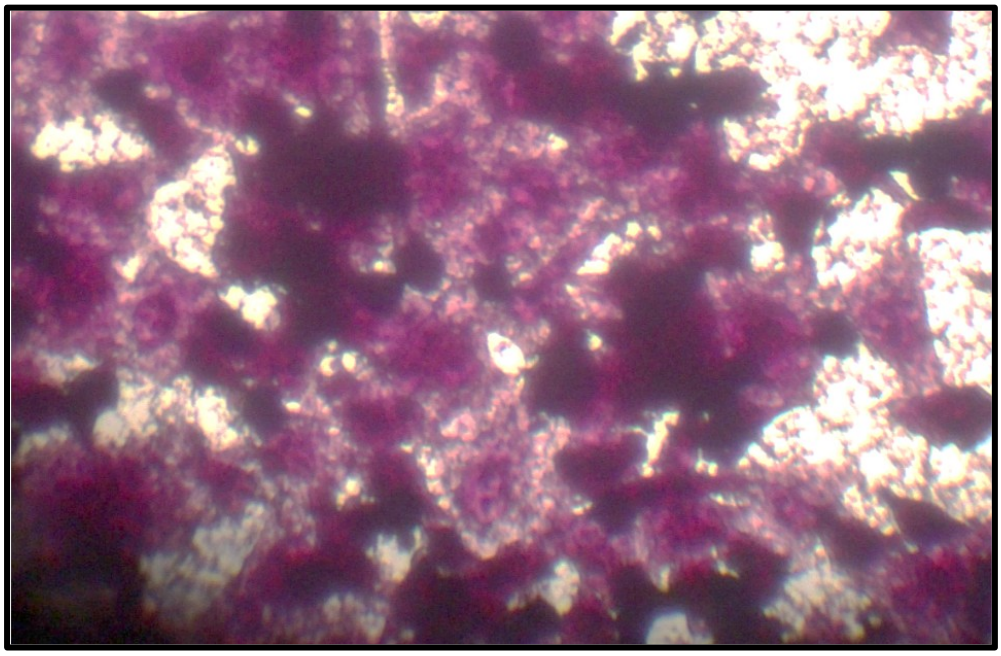
تمت دراسة التأثير السام لـNiO (NPs) المحضرة بالطريقة الكيميائية على خلايا (MDA-MB-231). واختُبر نشاطها المضاد للتكاثر من خلال دراسة قدرتها على تثبيط تكاثر الخلايا. وأظهرت النتائج أن لـ (NiO) تأثيرًا سامًا للغاية على خلايا (MDA-MB-231)،يمثل الشكل4)-(26 تأثير التراكيز المختلفة لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية (NiO NPs) على نسبة السُميّة الخلوية، حيث يوضح وجود علاقة طردية واضحة بين زيادة تركيز الجسيمات النانوية وارتفاع نسبة السُميّة الخلوية. عند تركيز (0 µg/mL) لم تُسجل أي سُميّة خلوية مئوية، مما يدل على أن وسط الزراعة وظروف التجربة لا تمتلك تأثيرًا سامًا بحد ذاتها، ويُعد هذا التركيز مجموعة السيطرة. عند التركيز المنخفض (6.25 µg/mL) ظهرت سُميّة خلوية بسيطة بلغت حوالي (6.41 ± 0.88%)، مما يشير إلى تأثير سام محدود جدًا للجسيمات النانوية عند التراكيز الواطئة.

ومع زيادة التركيز إلى (12.5 µg/mL) ارتفعت السُميّة الخلوية إلى (21.2 ± 1.43%)، وهو ما يعكس بداية التأثير السام الناتج عن زيادة التفاعل بين الجسيمات النانوية وسطح الخلايا. وعند تركيز (25 µg/mL) لوحظ ارتفاع أكبر في السُميّة الخلوية لتصل إلى (39.84 ± 1.46%)، مما يدل على حدوث تأثير سام متوسط قد يكون ناتجًا عن زيادة الإجهاد الخلوي أو بدء تلف بعض المكونات الخلوية. كما أظهرت النتائج عند تركيز (50 µg/mL) زيادة واضحة في السُميّة الخلوية لتبلغ (62.54 ±

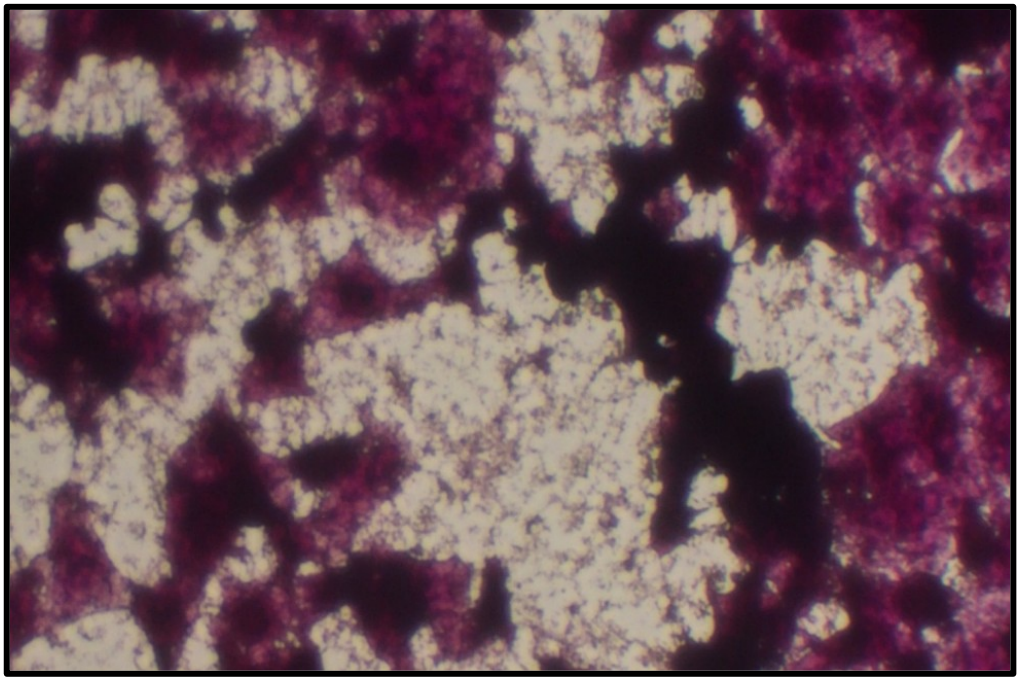
1.88%)، وهو ما يشير إلى فقدان أكثر من نصف الخلايا لحيويتها نتيجة التأثير السام للجسيمات النانوية. أما عند أعلى تركيز مختبر وهو (100 µg/mL) فقد سُجلت أعلى نسبة سُميّة خلوية بلغت (80.71 ± 2.02%)، مما يعكس تأثيرًا ساميًا شديدًا لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية عند التراكيز العالية كما يلاحظ في الشكل (4-26). وبشكل عام، تؤكد هذه النتائج أن السُميّة الخلوية لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية تعتمد على الجرعة، حيث تزداد السُميّة بزيادة التركيز، مما يدل على ضرورة التحكم في تراكيز هذه الجسيمات عند استخدامها في التطبيقات الحيوية والطبية. و هذه النتيجة تتفق مع نتيجة الدراسة التي قام بها الباحث [132](AlSalhe et al). ولتوضيح التأثير السمي الخلوي لجسيمات أوكسيد النيكل النانوية, يبين الشكلان (4-27 و 4-28) المظهر المورفولوجي لخلايا سرطان الثدي (MD-MBA-231) قبل المعالجة و بعد معالجتها بجسيمات أوكسيد النيكل النانوية المحضرة بالطريقة الكيميائية عند التراكيز المستخدمة في الاختبار, حيث لوحظت تغيرات مورفولوجية واضحة في الخلايا المعالجة مقارنة بخلايا السيطرة (Control). حيث بينت وجود اختلافات واضحة في الشكل و البنية الخلوية فقد احتفظت خلايا الـ Control) بشكلها المورفولوجي الطبيعي مع كثافة خلوية مرتفعة والتصاق جيد بسطح الزراعة. في المقابل اظهرت الخلايا المعاملة بجسيمات NiO NPs) انخفاضا ملحوظا في كثافة الخلايا وانكماشها وفقدان انتظام شكلها ودرجة التصاقها. اضافة الى ظهور فراغات بين الخلايا نتيجة انفصال بعضها و موتها. و تشير هذه التغيرات الى التأثير السام الذي احدثته NiO NPs) مما ادى الى تثبيط الخلايا و تحفيز موتها المبرمج (Apoptosis).



الشكل (4-26) تأثير السمية الخلوية لـNiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية في خلايا MDA-MB-231.



الشكل 4)-(27 خلايا MDA-MB-231 غير المعالجة (Control). قوة التكبير 40x



الشكل 4)-(28 التغيرات المورفولوجية في خلايا MDA-MB-231 بعد معالجتها بـ NiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية. قوة التكبير 40x

الجدول 4)- (16 مقارنة السمية الخلوية لجسيمات NiO NPs المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء) والطريقة الكيميائية ضد خلايا MDA-MB-231

التركيز µg/(ml)	السمية الخلوية % لـ NPs NiO المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء)	السمية الخلوية % لـ NiO NPs المحضرة بالطريقة الكيميائية	وجه المقارنة
0	0±0	0±0	لا يوجد تأثير في الطريقتين
6.25	±10.050.926	0.8845 6.41±	السمية اعلى في التحضير النباتي
12.5	1.764 26.42±	21.27 1.432 ±	التحضير النباتي اكثر تأثير
25	42.211.393 ±	39.84 1.467 ±	تقارب بالنتائج مع تفوق بسيط للنباتي
50	2.26 70.5±	1.887 62.54±	فرق واضح لصالح التحضير النباتي
100	1.778 82.93±	80.71 2.024 ±	نتائج متقاربة مع افضلية للنباتي

الفصـــــل الخـــامس

الاستنتاجـــــات

والتوصيـــــــات

5)-1) الاستنتاجات Conclusion

إن تحضير أوكسيد النيكل النانوي (NiO) بالطريقة النباتية (الخضراء) تجعل له مميزات عديدة مقارنه بالطرق التقليدية الاخرى ومنها طريقة الترسيب المشترك التي تستخدم ايضا في تحضير هذا الأوكسيد النانوي ويمكن ان استنتاج :-

1- يمكن الحصول على NiO (NPs) باستخدام طريقة صديقة للبيئة هي طريقة النباتية (الخضراء) باستخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*) عند درجة حرارة للتكليس (450 C°) ولمدة 4 ساعات. بينما يمكن الحصول على(NiO NPs) كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك باستخدام (NaOH) عند نفس درجة التكليس و وقت التسخين.

2- من العوامل التي ساعدت على تحويل ملح نترات النيكل الى أوكسيد نيكل نانوي في الطريقة النباتية هي استخدام مستخلص أوراق (*Clivia miniata*) حيث قام بدور التثبيت والاختزال إما في الطريقة الكيميائية الذي قام بدور الاختزال و التثبيت هو NaOH)).

3- أثبت فحص XRD)) بان (NPs NiO) المحضرة كيميائيا بطريقة الترسيب المشترك يكون متوسط حجم بلوراتها اصغر من متوسط حجم بلورات(NiO NPs) المحضرة بالطريقة النباتية (الخضراء).

4- لأوكسيد النيكل النانوي (NiO) خصائص بصرية تجعله ملائم للتطبيقات البيولوجية التي تعتمد على عوامل عديدة منها حجم وتركيب الجسيمات, و خشونة السطح.

5- من خلال اختبار NiO (NPs) المحضرة بالطريقتين النباتية (الخضراء) والكيميائية (الترسيب المشترك) على البكتيريا الموجبة كرام (*S. aureus*) والبكتيريا السالبة كرام (*E.coli*) وكذلك الخلايا السرطانية نوع (MDA-MB-231) حيث اثبت فعالية كبيرة في التثبيط وهذا يدل على نجاح الطريقتين في تحضير NiO (NPs).

5)-التوصيات Recommendation

على ضوء النتائج التي حصلنا عليها في هذه الدراسة أصبح لزاما علينا تقديم اقتراحات الغرض منها تطوير الدراسات المستقبلية :-

1- دراسة تأثير اضافة عوامل تثبيت عضوي ((Surfactants اثناء التحضير للتحكم في مورفولوجيا الجسيمات ومنع تكتلها مما يضمن الحفاظ على الخصائص النانوية لـ (NiO) لأطول فترة ممكنة.

2- دراسة التأثيرات البيولوجية لجزيئات (NiO) النانوية داخل الجسم باستخدام النماذج الحيوانية (مثل الفئران المختبرية).

3- تنويع الاختبارات الحيوية لجزيئات (NiO) النانوية لتشمل تقييم فاعليتها المضادة للفطريات الممرضة والخمائر .

4- التغيير في انتاج أوكسيد النيكل النانوي (NiO) باستخدام طرق التحضير المستدامة و تقييم كفاءتها التطبيقية في معالجة البيئة وخاصة ازالة العناصر الثقيلة من المياه الملوثة.

المراجـــــــــــع

]1[Van de Voorde, M., Werner, M., & Fecht, H. J. (Eds.). (2015). The nano-micro interface: bridging the micro and nano worlds. John Wiley & Sons.

]2[Jagadish, C., & Pearton, S. J. (Eds.). (2011). Zinc oxide bulk, thin films and nanostructures: processing, properties, and applications. Elsevier.

]3[McNeil, S. E. (2005). Nanotechnology for the biologist. Journal of leukocyte biology, 78(3), 585-594.

]4[Ma, X., Tian, Y., Yang, R., Wang, H., Allahou, L. W., Chang, J., & Poma, A. (2024). Nanotechnology in healthcare, and its safety and environmental risks. Journal of nanobiotechnology, 22(1), 715.

]5[Tolochko, N. K. (2009). History of nanotechnology. Encyclopedia of Life Support Systems (EOLSS).

]6[Venturini, J., Chakraborty, A., Baysal, M. A., & Tsimberidou, A. M. (2025). Developments in nanotechnology approaches for the treatment of solid tumors. Experimental Hematology & Oncology, 14(1), 76.

]7 [Alexis, F., Rhee, J. W., Richie, J. P., Radovic-Moreno, A. F., Langer, R., & Farokhzad, O. C. (2008, January). New frontiers in nanotechnology for cancer treatment. In Urologic oncology: seminars and original investigations (Vol. 26, No. 1, pp. 74-85). Elsevier.

]8[Hannah, W., & Thompson, P. B. (2008). Nanotechnology, risk and the environment: a review. Journal of environmental monitoring, 10(3), 291-300.

]9[Sozer, N., & Kokini, J. L. (2009). Nanotechnology and its applications in the food sector. Trends in biotechnology, 27(2), 82-89.

]10[Hulla, J. E., Sahu, S. C., & Hayes, A. W. (2015). Nanotechnology: History and future. Human & experimental toxicology, 34(12), 1318-1321.

]11[Sanjay, S. S., & Pandey, A. C. (2016). A brief manifestation of nanotechnology. In EMR/ESR/EPR spectroscopy for characterization of nanomaterials (pp. 47-63). New Delhi: Springer India.

[12] السلطاني، حسين صبحي علوان. (2021). تخليق وتشخيص مكونة نانوية من الفضة و أوكسيد الزنك ودراسة تطبيقاتها الدوائية (رسالة ماجستير، جامعة كربلاء، كلية التربية للعلوم الصرفة، العراق).

[13] نهى علوي الحبشي. (2009).ماهي تقنية النانو؟. دار كنوز المعرفة.

]14[Fanfair, D., Desai, S., & Kelty, C. (2007). The early history of nanotechnology. Connexions, 6(1), 15-21.

]15[Altammar, K. A. (2023). A review on nanoparticles: characteristics, synthesis, applications, and challenges. Frontiers in microbiology, 14, 1155622.

]16[Sukhanova, A., Bozrova, S., Sokolov, P., Berestovoy, M., Karaulov, A., & Nabiev, I. (2018). Dependence of nanoparticle toxicity on their physical and chemical properties. Nanoscale Research Letters, 13, 44.

]17[Kattumuri, V. (2006). Gold nanoparticles for biomedical applications: synthesis, characterization, in vitro and in vivo (Doctoral dissertation, University of Missouri--Columbia).

[18] بكر، ن. ع.، خضير، ز. ط.، وعبد الستار، ر. ص. (2013). دراسة الخصائص التركيبية والبصرية لأغشية ($Ni_{1-x}Zn_xO$) المحضرة بطريقة التحلل الكيميائي الحراري. قسم علوم الفيزياء، كلية العلوم، جامعة ديالى.

]19[Adler, D., & Feinleib, J. (1970). Electrical and optical properties of narrow-band materials. Physical Review B, 2(8), 3112.

]20[Franta, D., Negulescu, B., Thomas, L., Dahoo, P. R., Guyot, M., Ohlídal, I., ... & Yamaguchi, T. (2005). Optical properties of NiO thin films prepared by pulsed laser deposition technique. Applied surface science, 244(1-4), 426-430.

]21[Ahmed, S. S., Hassan, E. K., & Mohamed, G. H. (2014). Investigation of optical properties of NiO0. 99Cu0. 01 thin film by thermal evaporation. Int. J, 2(2), 633-638.

]22[Gordon, A. T., Lutz, G. E., Boninger, M. L., & Cooper, R. A. (2007). Introduction to nanotechnology: potential applications in physical medicine and rehabilitation. American journal of physical medicine & rehabilitation, 86(3), 225-241.

[23] الإسكندراني، محمد شريف. (2010). تكنولوجيا النانو من أجل غد أفضل. الكويت: المجلس الوطني للثقافة والفنون والآداب.

[24] Köstler, S., Rudorfer, A., Haase, A., Satzinger, V., Jakopic, G., & Ribitsch, V. (2009). Direct Condensation Method for the Preparation of Organic-Nanoparticle Dispersions. Advanced Materials, 21(24), 2505-2510.

[25] Sukumaran, J., Priya, M., Venkatesan, R., Sathiasivan, K., Khan, M. R., & Kim, S. C. (2025). Green Synthesis of Nickel Oxide Nanoparticles Using Leaf Extract of Aegle marmelos and Their Antibacterial, Anti-Oxidant, and In Vitro Cytotoxicity Activity. Microscopy Research and Technique, 88(10), 2830-2842.

[26] Hussain, S., Ali Muazzam, M., Ahmed, M., Ahmad, M., Mustafa, Z., Murtaza, S., & Imran, M. (2023). Green synthesis of nickel oxide nanoparticles using Acacia nilotica leaf extracts and investigation of their electrochemical and biological properties. Journal of Taibah University for Science, 17(1), 2170162.

[27] Mohammed, M. (2023). Synthesis and characterization of Nickel Oxide nanoparticles by Green as well as chemical routes and comparisons their Properties. Iraqi Journal of Natural Sciences and Nanotechnology, 4, 54-63.

[28] Gul, Z., Akbar, A., & Leghari, S. K. (2022). Elucidating therapeutic and biological potential of Berberis baluchistanica Ahrendt bark, leaf, and root extracts. Frontiers in Microbiology, 13, 823673.

[29] Abdul-Ameer, Z. N. (2019). Novel Co-Precipitation method for synthesis of Nanostructured Nickel Oxide in accordance to pH: Structural and Optical Properties as an Active optical filter. Ibn AL-Haitham Journal For Pure and Applied Sciences, 32(1), 1-6.

[30] Mohamad, E. A., Ahmed, S. M., Masoud, M. A., Mohamed, F. A., & Mohammed, H. S. (2025). Cardioprotective potential of Moringa oleifera leaf extract loaded niosomes nanoparticles-against doxorubicin toxicity in rats. Current Pharmaceutical Biotechnology, 26(2), 289-301.

[31] Umaralikhan, L., & Jaffar, M. J. M. (2016). Antibacterial and anticancer properties of NiO nanoparticles by co-precipitation method. JOURNAL OF Advanced Applied Scientific Research, 1(4), 24-35.

]32[Rahdar, A., Aliahmad, M., & Azizi, Y. (2015). NiO nanoparticles: synthesis and characterization.

]33[Johal, M. S., & Johnson, L. E. (2011). Understanding nanomaterials (pp. 195-196). Boca Raton, FL, USA. CRC Press.

]34[Pozzi, M., Jonak Dutta, S., Kuntze, M., Bading, J., Rüßbült, J. S., Fabig, C., & Parak, W. J. (2024). Visualization of the high surface-to-volume ratio of nanomaterials and its consequences. Journal of chemical education, 101(8), 3146-3155.

]عبد الله، رافد أحمد. (2014). مدخل إلى عالم النانو. 35 [

]36[Sheikh, Karishma & Ishnava, Kalpesh. (2020). Biosynthesis of Silver Nanoparticles from Acacia nilotica (L.) Wild. Ex. Delile Leaf Extract. 10.1002/9781119576785.ch6

]37[Paramasivam, G., Palem, V. V., Sundaram, T., Sundaram, V., Kishore, S. C., & Bellucci, S. (2021). Nanomaterials: Synthesis and applications in theranostics. Nanomaterials, 11(12), 3228.

]38[Jalasutram, J. K., Nowduri, A., Samudrala, P. K., & Shaik, T. B. (2025). Biofabrication of Zinc Oxide Nanoparticles: Exploring the Role of Bombax Ceiba in Nanoparticle Formation and Their Characterization, In-vivo Toxicity Assessment, Evaluation of Antibacterial and Dye Degradation Efficacy. Moroccan Journal of Chemistry, 13(2), 903-921.

[39] https://nano.ksu.edu.sa/en/contact-us?utm_source=chatgpt.com

]40[Darbala, A., & Hamza, A. (2016). Nanotechnology and its applications in various fields (Agriculture – Food – Water – Environment – Pest control). Dar Al-Kutub Al-Ilmiyah.

[41]عبد الرحمن، أ. ع. م. (2019). الطب النانوي (الطبعة الأولى). مكتبة العبيكان.

]42[Burlec, A. F., Corciova, A., Boev, M., Batir-Marin, D., Mircea, C., Cioanca, O., & Hancianu, M. (2023). Current overview of metal nanoparticles' synthesis, characterization, and biomedical applications, with a focus on silver and gold nanoparticles. Pharmaceuticals, 16(10), 1410.

]43[Nadaroglu, H., Güngör, A. A., & Ince, S. (2017). Synthesis of nanoparticles by green synthesis method. International Journal of Innovative Research and Reviews, 1(1), 6-9.

]44[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).

4]5[Gour, A., & Jain, N. K. (2019). Advances in green synthesis of nanoparticles. Artificial cells, nanomedicine, and biotechnology, 47(1), 844-851.

]46[Samuel, M. S., Ravikumar, M., John J, A., Selvarajan, E., Patel, H., Chander, P. S., & Chandrasekar, N. (2022). A review on green synthesis of nanoparticles and their diverse biomedical and environmental applications. Catalysts, 12(5), 459.

]47[Rao, B. S., Kumar, B. R., Reddy, V. R., Rao, T. S., & Chalapathi, G. J. C. L. (2011). Preparation and characterization of CdS nanoparticles by chemical co-precipitation technique. Chalcogenide Lett, 8(3), 177-185.

]48[Tazikeh, S., Akbari, A., Talebi, A., & Talebi, E. (2014). Synthesis and characterization of tin oxide nanoparticles via the Co-precipitation method. Materials Science-Poland, 32(1), 98-101.

]49[Wang, B., Wei, Q., & Qu, S. (2013). Synthesis and characterization of uniform and crystalline magnetite nanoparticles via oxidation-precipitation and modified co-precipitation methods. International Journal of Electrochemical Science, 8(3), 3786-3793 .

]50[Dong, H., & Koenig Jr, G. M. (2020). A review on synthesis and engineering of crystal precursors produced via precipitation for multicomponent lithium-ion battery cathode materials. CrystEngComm, 22(9), 1514-1530.

]51[Hamming, L. M., Qiao, R., Messersmith, P. B., & Brinson, L. C. (2009). Effects of dispersion and interfacial modification on the macroscale properties of TiO2 polymer–matrix nanocomposites. Composites science and technology, 69(11-12), 1880-1886.

]52[Joudeh, N., & Linke, D. (2022). Nanoparticle classification, physicochemical properties, characterization, and applications: a comprehensive review for biologists. Journal of nanobiotechnology, 20(1), 262.

]53[Mozia, S. (2010). Application of temperature modified titanate nanotubes for removal of an azo dye from water in a hybrid photocatalysis-MD process. Catalysis Today, 156(3-4), 198-207.

]54 [Juárez, D. A., Delgado, G. T., Pérez, R. C., Sandoval, O. J., Marín, J. M., & Sandoval, S. J. (2001). Influence of the Al content on the optical properties of ZnO thin films obtained by the sol-gel technique. Superficies y vacío, (13), 66-68.

]55[Kittel, C., & McEuen, P. (2018). Introduction to solid state physics. John Wiley & Sons.

56[[Klug, H. P., & Alexander, L. E. (1974). X-ray diffraction procedures: for polycrystalline and amorphous materials (p. 992).

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

]58[Çaglar, M., Ilcan, S., & Caglar, Y. (2006). Influence of substrate temperature on structural and electrical properties of ZnO films. Trakya Univ. J. Sci, 7(2), 153.

[59] أ.د. نعيمة عبد القادر احمد, أ.د. محمد امين سليمان," علم البلورات والاشعة السنية" ,الطبعة الاولى ,دار الفكر العربي, القاهرة، (2005).

]60[Santiago, M. (2017). Introduction to X-ray Diffractionmeter. Melalui http://geology. uprm. edu/facilities/Class% 20Forms/xrd. pdf.

]61[Lin, X. M., Cui, Y., Xu, Y. H., Ren, B., & Tian, Z. Q. (2009). Surface-enhanced Raman spectroscopy: substrate-related issues. Analytical and bioanalytical chemistry, 394(7), 1729-1745.

]62[Poole Jr, C. P., & Owens, F. J. INTRODUCTION TO NANOTECHNOLOGY.

]63[Tewksbury, S. K. (1995, September). Semiconductor Materials, West Virginia University.

]64[Titus, D., Samuel, E. J. J., & Roopan, S. M. (2019). Nanoparticle characterization techniques. In Green synthesis, characterization and applications of nanoparticles (pp. 303-319). Elsevier.

]الشمري، أحمد عامر. (2022). علم النانو تكنولوجي. 65 [

]66[Rao, D. S., Muraleedharan, K., & Humphreys, C. J. (2010). TEM specimen preparation techniques. Microscopy: science, technology, applications and education, 2, 1232.

]67[Modena, M. M., Rühle, B., Burg, T. P., & Wuttke, S. (2019). Nanoparticle characterization: what to measure?. Advanced Materials, 31(32), 1901556.

[68] Tom, J. (2021). Uv-vis spectroscopy: Principle, strengths and limitations and applications. Technology Network analysis & separation, 1-20.

]69[Hema, E., Manikandan, A., Karthika, P., Antony, S. A., & Venkatraman, B. R. (2015). A novel synthesis of Zn2+-doped CoFe2O4 spinel nanoparticles: structural, morphological, opto-magnetic and catalytic properties. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 28(8), 2539-2552.

70] [Shreve, O. D. (1952). Infrared, Ultraviolet, and Raman Spectroscopy. Analytical Chemistry, 24(11), 1692-1699.

[71] Gross, L. A., Griffiths, P. R., & Sun, J. N. P. (1985). Temperature Measurement by Infrared Spectrometry (p. 98). Marcel Dekker, New York.

]72[Sikora, A., Bartczak, D., Geißler, D., Kestens, V., Roebben, G., Ramaye, Y., & Minelli, C. (2015). A systematic comparison of different techniques to determine the zeta potential of silica nanoparticles in biological medium. Analytical Methods, 7(23), 9835-9843.

]73[Pramanik, P., Krishnan, P., Maity, A., Mridha, N., Mukherjee, A., & Rai, V. (2020). Application of nanotechnology in agriculture. In Environmental Nanotechnology Volume 4 (pp. 317-348). Cham: Springer International Publishing.

[74] Berhe, M. G., & Gebreslassie, Y. T. (2023). Biomedical applications of biosynthesized nickel oxide nanoparticles. International journal of nanomedicine, 4229-4251.

]75[Khan, A., Shkir, M., Ibrahim, E. H., Kilany, M., AlFaify, S., Sayed, M. A., & Siddiquei, M. M. (2020). Effect of Bi contents on key physical properties of NiO NPs synthesized by flash combustion process and their cytotoxicity studies for biomedical applications. Ceramics International, 46(12), 19691-19700.

]76[Mohammad, Z. H., Ahmad, F., Ibrahim, S. A., & Zaidi, S. (2022). Application of nanotechnology in different aspects of the food industry. Discover Food, 2(1), 12.

]77[Jagtiani, E. (2022). Advancements in nanotechnology for food science and industry. Food Frontiers, 3(1), 56-82.

]78[Mohammed, N., Nawar, S. H., Etawy, M. S., Nassar, G. E., & Hassabo, A. G. (2024). Nanotechnology and its applications in industry and product design. Journal of Textiles, Coloration and Polymer Science, 21(2), 273-284.

]79[Gomaji Chaudhary, R., A Tanna, J., V Gandhare, N., R Rai, A., & D Juneja, H. (2015). Synthesis of nickel nanoparticles: Microscopic investigation, an efficient catalyst and effective antibacterial activity. Advanced Materials Letters, 6(11), 990-998.

]80[Balogun, S. A., Abolarinwa, T. O., Adesanya, F. A., Ateba, C. N., & Fayemi, O. E. (2024). Spectroscopic and antibacterial activities of cobalt and nickel nanoparticles: a comparative analysis. Journal of Analytical Science and Technology, 15(1), 33.

]81[Rheima, A. M., Al Marjani, M. F., Aboksour, M. F., & Mohammed, S. H. (2021). Evaluation of anti-biofilm formation effect of nickel oxide nanoparticles (NiO-NPs) against methicillin-resistant Staphylococcus aureus (MRSA). International Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 17(4), 221-230.

]82[Kirtane, A. R., Verma, M., Karandikar, P., Furin, J., Langer, R., & Traverso, G. (2021). Nanotechnology approaches for global infectious diseases. Nature Nanotechnology, 16(4), 369-384.

]83[Kouhbanani, M. A. J., Sadeghipour, Y., Sarani, M., Sefidgar, E., Ilkhani, S., Amani, A. M., & Beheshtkhoo, N. (2021). The inhibitory role of synthesized Nickel oxide nanoparticles against Hep-G2, MCF-7, and HT-29 cell lines: the inhibitory role of NiO NPs against Hep-G2, MCF-7, and HT-29 cell lines. Green Chemistry Letters and Reviews, 14(3), 444-454.

]84[Bibi, A., Hussain, A., Munir, T., Yaqoob, M. Z., Mahmood, A., Nazir, S., & Khan, Y. (2025). Machine learning-based fabrication of phytogenic NiO nanoparticles for anticancer activity in HepG2 Cell Culture. Journal of Materials Science: Materials in Medicine, 36(1), 108.

]85[Khan, S. A., Shahid, S., Ayaz, A., Alkahtani, J., Elshikh, M. S., & Riaz, T. (2021). Phytomolecules-coated NiO nanoparticles synthesis using abutilon indicum leaf extract: antioxidant, antibacterial, and anticancer activities. International Journal of Nanomedicine, 1757-1773.

]86[Vijaya Kumar, P., Jafar Ahamed, A., & Karthikeyan, M. (2019). Synthesis and characterization of NiO nanoparticles by chemical as well as green routes and their comparisons with respect to cytotoxic effect and toxicity studies in microbial and MCF-7 cancer cell models. SN Applied Sciences, 1(9), 1083.

]87[Musara, C., Aladejana, E. B., & Aladejana, A. E. (2021). Clivia miniata (Lindl.) Bosse,(Amaryllidaceae): Botany, medicinal uses, phytochemistry and pharmacological properties. Journal of Applied Pharmaceutical Science, 11(2), 012-018.

[88]Srihasam, S., Thyagarajan, K., Korivi, M., Lebaka, V. R., & Mallem, S. P. R. (2020). Phytogenic generation of NiO nanoparticles using Stevia leaf extract and evaluation of their in-vitro antioxidant and antimicrobial properties. Biomolecules, 10(1), 89.

]89[Ariyanta, H. A., Ivandini, T. A., & Yulizar, Y. (2021). Novel NiO nanoparticles via phytosynthesis method: Structural, morphological and optical properties. Journal of Molecular Structure, 1227, 129543.

]90[Salavati-Niasari, M., Davar, F., & Fereshteh, Z. (2010). Synthesis of nickel and nickel oxide nanoparticles via heat-treatment of simple octanoate precursor. Journal of alloys and Compounds, 494(1-2), 410-414.

91[[Liang, L., Du, K., Peng, Z., Cao, Y., Duan, J., Jiang, J., & Hu, G. (2014). Co–precipitation synthesis of Ni0. 6Co0. 2Mn0. 2 (OH) 2 precursor and characterization of LiNi0. 6Co0. 2Mn0. 2O2 cathode material for secondary lithium batteries. Electrochimica Acta, 130, 82-89.

]92[Schollmeier, M., Ao, T., Field, E. S., Galloway, B. R., Kalita, P., Kimmel, M. W., & Porter, J. L. (2018). Polycapillary x-ray lenses for single-shot, laser-driven powder diffraction. Review of Scientific Instruments, 89(10).

]93 [Burkhardt, U., Borrmann, H., Moll, P., Schmidt, M., Grin, Y., & Winkelmann, A. (2020). Absolute structure from scanning electron microscopy. Scientific reports, 10(1), 4065.

[94] فهمي، محمد. (2025). دراسة بعض الخواص الفيزيائية للجسيمات النانوية المعدنية المحضرة باستخدام الاستئصال الليزري في السوائل (رسالة ماجستير- غير منشورة). جامعة ديالى، كلية العلوم، العراق

[95] راضي، م. م. (2014). مبادئ تقنية النانو وتطبيقاتها. دار دجلة ناشرون وموزعون.

] 96 [Acuña, A. U., Adam, W., Amat, F., Armesto, D., Atvars, T. D. Z., Bard, A., & Braslavsky, S. E. (2007). Glossary of Terms used in Photochemistry. Pure and Applied Chemistry, 79(3), 293-465.

[97] الجمال، يحيى نوري. (1990). فيزياء الحالة الصلبة. مطبعة جامعة الموصل.[

]98[Bahjat, H. H., Ismail, R. A., Sulaiman, G. M., & Jabir, M. S. (2021). Magnetic field-assisted laser ablation of titanium dioxide nanoparticles in water for anti-bacterial applications. Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials, 31(9), 3649-3656.

]99[Khashan, K. S., Abdulameer, F. A., Jabir, M. S., Hadi, A. A., & Sulaiman, G. M. (2020). Anticancer activity and toxicity of carbon nanoparticles produced by pulsed laser ablation of graphite in water. Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology, 11(3), 035010.

]100 [Khashan, K. S., Badr, B. A., Sulaiman, G. M., Jabir, M. S., & Hussain, S. A. (2021, March). Antibacterial activity of Zinc Oxide nanostructured materials synthesis by laser ablation method. In Journal of physics: conference series (Vol. 1795, No. 1, p. 012040). IOP Publishing.

]101[Jihad, M. A., Noori, F. T., Jabir, M. S., Albukhaty, S., AlMalki, F. A., & Alyamani, A. A. (2021). Polyethylene glycol functionalized graphene oxide nanoparticles loaded with nigella sativa extract: a smart antibacterial therapeutic drug delivery system. Molecules, 26(11), 3067.

]102[Mohammed, M. K., Mohammad, M. R., Jabir, M. S., & Ahmed, D. S. (2020, March). Functionalization, characterization, and antibacterial activity of single wall and multi wall carbon nanotubes. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 757, No. 1, p. 012028). IOP Publishing.

]103[Al-Salman, H. N. K., Ali, E. T., Jabir, M., Sulaiman, G. M., & Al-Jadaan, S. A. (2020). 2-Benzhydrylsulfinyl-N-hydroxyacetamide-Na extracted from fig as a novel cytotoxic and apoptosis inducer in SKOV-3 and AMJ-13 cell lines via P53 and caspase-8 pathway. European Food Research and Technology, 246(8), 1591-1608.

]104[Jasim, A. J., Sulaiman, G. M., Ay, H., Mohammed, S. A., Mohammed, H. A., Jabir, M. S., & Khan, R. A. (2022). Preliminary trials of the gold nanoparticles conjugated chrysin: An assessment of anti-oxidant, anti-microbial, and in vitro cytotoxic activities of a nanoformulated flavonoid. Nanotechnology reviews, 11(1), 2726-2741.

]105[Jwad, N. A. (2021). FTIR analysis of NiO nanoparticles prepared by chemical precipitation (Master's thesis, University of Diyala, Iraq).

]106[Alyamani, A. A., Al-Musawi, M. H., Albukhaty, S., Sulaiman, G. M., Ibrahim, K. M., Ahmed, E. M., & Mohammed, M. K. (2023). Electrospun polycaprolactone/chitosan nanofibers containing cordia myxa fruit extract as potential biocompatible antibacterial wound dressings. Molecules, 28(6), 2501.

]107[Ibrahim, A. A., Kareem, M. M., Al-Noor, T. H., Al-Muhimeed, T., AlObaid, A. A., Albukhaty, S., & Sahib, U. I. (2021). Pt (II)-thiocarbohydrazone complex as cytotoxic agent and apoptosis inducer in Caov-3 and HT-29 Cells through the P53 and caspase-8 pathways. Pharmaceuticals, 14(6), 509.

]108[Abbas, Z. S., Sulaiman, G. M., Jabir, M. S., Mohammed, S. A., Khan, R. A., Mohammed, H. A., & Al-Subaiyel, A. (2022). Galangin/β-cyclodextrin inclusion complex as a drug-delivery system for improved solubility and biocompatibility in breast cancer treatment. Molecules, 27(14), 4521.

]109[Jabir, M. S., Abood, N. A., Jawad, M. H., Öztürk, K., Kadhim, H., Albukhaty, S., & Sulaiman, G. M. (2022). Gold nanoparticles loaded TNF-α and CALNN peptide as a drug delivery system and promising therapeutic agent for breast cancer cells. Materials Technology, 37(14), 3152-3166.

]110[Sameen, A. M., Jabir, M. S., & Al-Ani, M. Q. (2020, March). Therapeutic combination of gold nanoparticles and LPS as cytotoxic and apoptosis inducer in breast cancer cells. In AIP Conference Proceedings (Vol. 2213, No. 1, p. 020215). AIP Publishing LLC.

]111[Kadhim, R. J., Karsh, E. H., Taqi, Z. J., & Jabir, M. S. (2021). Biocompatibility of gold nanoparticles: In-vitro and In-vivo study. Materials Today: Proceedings, 42, 3041-3045.

]112[Al-Omar, M. S., Jabir, M., Karsh, E., Kadhim, R., Sulaiman, G. M., Taqi, Z. J., ... & Mohammed, S. A. (2021). Gold nanoparticles and graphene oxide flakes enhance cancer cells' phagocytosis through granzyme-perforin-dependent biomechanism. Nanomaterials, 11(6), 1382.

]113[Kiran, A., Hussain, S., Ahmad, I., Imran, M., Saqib, M., Parveen, B., ... & Iqbal, M. (2024). Green synthesis of NiO and NiO@ graphene oxide nanomaterials using Elettaria cardamomum leaves: Structural and electrochemical studies. Heliyon, 10(20).

]114[Deshpande, M. P., Patel, K. N., Gujarati, V. P., Patel, K., & Chaki, S. H. (2016). Structural, thermal and optical properties of nickel oxide (NiO) nanoparticles synthesized by chemical precipitation method. Advanced Materials Research, 1141, 65-71.

]115 [Mahdi Salih, A., Mohammed Ali Hassan, Z., Jasim Khamees, E., & Gençyılmaz, O. (2025). Physiological characteristics and green production NiO nanoparticle synthesis employing Moringa Oleifera lam extract to assess in vitro cytotoxicity, antibacterial. Scientific Reports, 15(1), 33869.

]116 [Roshid, M. H., Alam, M. S., Amin, K. A. I., Ferdousi, F. K., Rahman, M. H., & Islam, S. (2025). Green synthesis of nickel oxide nanoparticles using Lagerstroemia speciosa, Bombax ceiba, and Piper chaba extracts and evaluating their potential antioxidant, antidiabetic and antibacterial properties. Heliyon, 11(6).

]117 [Kathiravan, P., Thillaivelavan, K., Viruthagiri, G., & Shanmugam, N. (2024). Investigations of thermal, structural, optical, morphological and magnetic properties of chemical precipitation synthesized NiO nanoparticles for optoelectronic applications. Journal of the Indian Chemical Society, 101(7), 101171.

]118 [Vishaka, E. J., Dharshini, M. P., Shally, V., & Jayam, S. G. (2021). Structural and optical properties of pure NiO nanoparticles and NiO-Mn2O3, NiO-CdO, NiO-Pb2O3, NiO-ZnO nanocomposites. Jordan Journal of Physics, 14(5).

]119 [Šafratová, M., Křoustková, J., Maafi, N., Suchánková, D., Vrabec, R., Chlebek, J., ... & Cahlíková, L. (2022). Amaryllidaceae alkaloids from Clivia miniata (Lindl.) Bosse (Amaryllidaceae): Isolation, structural elucidation, and biological activity. Plants, 11(22), 3034.

]120 [Theivasanthi, T., & Alagar, M. (2012). Chemical capping synthesis of nickel oxide nanoparticles and their characterizations studies. arXiv preprint arXiv:1212.4595.

]121 [Gebremichael, T. E., Tesfaye, E., Abebe, T., Bekele, A., Robi, Z. H., & Gebremikael, T. E. (2026). Bio-derived NiO nanoparticles from Colocasia esculenta leaf extract with enhanced antibacterial activity and efficient photocatalytic degradation of methylene blue. RSC advances, 16(3), 2030-2043.

]122[Hong, S. J., Mun, H. J., Kim, B. J., & Kim, Y. S. (2021). Characterization of nickel oxide nanoparticles synthesized under low temperature. Micromachines, 12(10), 1168.

]123[Uddin, S., Safdar, L. B., Iqbal, J., Yaseen, T., Laila, S., Anwar, S., ... & Quraishi, U. M. (2021). Green synthesis of nickel oxide nanoparticles using leaf extract of Berberis balochistanica: Characterization, and diverse biological applications. Microscopy Research and Technique, 84(9), 2004-2016.

]12[4Sagadevan, S., & Podder, J. (2015). Investigations on structural, optical, morphological and electrical properties of nickel oxide nanoparticles. International Journal of Nanoparticles, 8(3-4), 289-301 .

]125[Gebreegziabher, H. G., Yicheneku, Y. B., & Weldegebrieal, G. K. (2024). Synthesis of NiO nanoparticles using chemical precipitation method for the photocatalytic degradation of methylene blue dye. Lett. Appl. NanoBioSci, 13(3), 149.

]126[Siddique, K., Azeem, F., Attia, K. A., Hussain, S., Shahid, M., Fiaz, S., ... & Gunasekaran, S. (2025). Comparative efficacy of biologically and chemically synthesized nickel oxide nanoparticles for catalytic degradation of dyes and wastewater treatment. Scientific Reports, 15(1), 34666.

]127[Ibrahim Khan, K. S., & Khan, I. (2019). Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. Arabian journal of chemistry, 12(7), 908-931.

]128[Said, A. H., Shaibah, F., Moustafa, M., & Elamary, R. B. (2025). Plant-mediated nickel oxide nanoparticles show species-dependent antibacterial, antioxidant, anti-inflammatory and antidiabetic activities. Scientific Reports, 15(1), 31096.

]129 [Faizan, M., Fatima, M., Shams, F., Ibrahim, M., Hussain, S., Sabir, K., ... & Khan, I. (2023). Plant extract mediated biogenic synthesis and characterization of nickel oxide nanoparticles and its environmental and antibacterial applications. Journal of Chemistry and Environment, 2(2), 109-121.

]130 [Nho, D. N., Đức, S. T., & Mậu, T. N. (2025). Nano nickel (II) oxide: Synthesis, characterization and antibacterial ability against Escherichia coli. Vietnam Journal of Catalysis and Adsorption, 14(3), 30-36.

]131[Aarthi, J., Kaviya, S. S., Kirubavathi, K., Selvaraju, K., Shakeel, F., Gowri, S., & Faiyazuddin, M. (2025). Green synthesis of nickel oxide nanoparticles using leaf extract of Mimosa pudica for killing triple-negative breast cancer MDA-MB-231 cells and bacteria. Journal of Molecular Structure, 1321, 140178.

]132[AlSalhi, M. S., Aziz, M. H., Atif, M., Fatima, M., Shaheen, F., Devanesan, S., & Farooq, W. A. (2020). Synthesis of NiO nanoparticles and their evaluation for photodynamic therapy against HeLa cancer cells. Journal of King Saud University-Science, 32(2), 1395-1402.

Abstract

The research problem lies in the need to develop environmentally friendly methods for preparing nanoparticles with high biological efficiency, while minimizing toxicity and reliance on traditional chemical methods. This study investigated the preparation of nickel oxide nanoparticles (NiO_2 NPs) using a green method based on a plant extract as a natural reducing and stabilizing agent. The results were compared to those prepared using the traditional chemical method (co-precipitation) to study their structural, optical, and morphological properties and evaluate their effectiveness in biological applications. X-ray diffraction (XRD) results showed that the NiO_2 NPs prepared using both the plant and chemical methods possessed a face-centered cubic (FCC) crystal structure consistent with standard values for nickel oxide. The wide diffraction peaks indicated that the crystal size falls within the nanoscale range. Scanning electron microscopy (FESEM) images revealed that the particles prepared using the plant method had a spherical shape and an average particle size of 182 nm. While the chemically prepared particles have a granular, irregular shape with an average size of 133 nm, EDX analysis of the plant-prepared particles revealed impurities due to the presence of elements other than nickel and oxygen, likely resulting from minor contamination during testing. In contrast, EDX analysis of the chemically prepared particles confirmed their purity, showing only nickel and oxygen in the sample. UV-Vis spectroscopy measurements revealed a distinct absorption band in the UV region, reflecting electron transitions associated with the energy gap and the nanoscale effect. The energy gap value for the plant-prepared particles was 3.97 eV, while for the chemically prepared particles it was 3.61 eV. Transmission electron microscopy (TEM) showed that both plant-prepared and chemically prepared particles have a spherical shape and a relatively heterogeneous size distribution, with minor agglomerations due to high surface energy. The average size of NiO NPs prepared using the plant method was 43 nm, while those prepared using the chemical method had an average size of 22 nm. Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) confirmed the presence of characteristic Ni–O bonds, in addition to peaks resulting from biofunctional groups in the plant extract, demonstrating their role in nickel ion reduction and particle .stabilization

Abstract

Zeta potential measurements showed that NiO nanoparticles prepared using the plant method exhibited moderate stability in solutions of -21 mV, with relatively high agglomeration potential. In contrast, chemically prepared NiO nanoparticles displayed relatively high stability of -26 mV with relatively lower agglomeration potential. Biologically, the NiO nanoparticles demonstrated antibacterial activity against both Escherichia coli and Staphylococcus aureus, exhibiting clear inhibition zones. This effect is attributed to the small particle size and increased surface area, which enhances their interaction with the bacterial cell wall. Furthermore, they are capable of generating reactive oxygen species (ROS) and releasing nickel ions, leading to bacterial cell damage. The particles also exhibited antioxidant activity, attributed to bioactive compounds remaining from the plant extract on the particle surface, which inhibit free radicals. At the level of cancer cells, cytotoxicity tests showed that NiO nanoparticles have an inhibitory effect on the growth of MDA-MB-231 breast cancer cells. Cell viability decreased significantly with increasing particle concentration due to interaction with cell membranes and induction of cell death mechanisms. Overall, the results of this study confirm that the green method is an efficient and environmentally friendly way to prepare nickel oxide nanoparticles with stable physical properties and high bioavailability, making them promising candidates for medical and environmental applications, particularly in antibacterial and cancer treatment. The study also recommends expanding the use of green methods in nanomaterial synthesis and conducting future studies to evaluate their clinical impact and applications in the medical .and environmental fields

Republic of Iraq Ministry

of Higher Education and
Scientific Research

University of Maysan College

of Basic Education Department

of General Sciences

Synthesis and characterization of nickel oxide nanoparticles via Green Technique, Supported with Coprecipitation and Apply Biologically

A letter submitted to the Council of the College of Basic Education - University of Maysan, which is part of the requirements for obtaining a Master's degree in Specialized General Sciences (Specialized General Sciences)

by the student

Karrar Rimdhan Karam

Supervision

.Anas sabri Abu ali Prof. Asst

Hadeel Salih Mahdi Dr..Asst. Prof

2026 A.D **Misan** **A.H. 1448**