

### ملخص الرسالة

مما لا شك فيه أن التكنولوجيا النانومترية تهتم بخواص وتطبيقات المواد المحضر جسيماتها في الحجوم النانومترية. وهي تعتبر من أهم وأحدث التكنولوجيات الموجودة في علوم المواد لخواصها الغير عادية وتطبيقاتها الصناعية والعلمية العديدة . واختلاف الحجم الحبيبي للمواد له تأثير كبير على جميع خواصها الفيزيائية . ومن تلك المواد التي لها دور كبير في الناحية الصناعية اكاسيد الفلزات مثل أكسيد التيتانيوم ،أكسيد النيكل وأكسيد الزنك واكاسيد اللافزات مثل السيليكا جيل والفلزات مثل الفضة. لذلك تم دراسة تحضير هذه المواد في حجم النانو إلى جانب دراسة تأثير الحجم الحبيبي على الخواص الفيزيائية وأيضاً الخواص البيولوجية كأحد التطبيقات الهامة لهذه المواد.

تنقسم الرسالة إلى أربعة أبواب رئيسية:

**الباب الأول:** يتضمن مقدمة عامة وبعض الدراسات السابقة المنشورة في المراجع والدوريات العلمية على أكسيد التيتانيوم ،أكسيد النيكل، السيليكا جيل والفضة كما يحتوى على الهدف من الرسالة.

**الباب الثاني:** يتضمن ملخص عن النظريات وطرق الحسابات المستخدمة لتحليل نتائج التوصيل الكهربائي ( $\sigma_{ac}$  &  $\sigma_{dc}$ ) وثبت العزل الكهربائي (E) وفقد العزل الكهربائي (E') عند درجات حرارة تتراوح بين 303- 783 كلفن وعند ترددات مختلفة 10<sup>-7</sup> - 10<sup>7</sup> هرتز وكذلك المعاوقة الحرارية (Z\*). إلى جانب طريقة قياس مساحة سطح المواد وقياس الحجم الحبيبي عن طريق استخدام حيود الأشعة السينية. وكذلك حساب العوامل المختلفة للتعرف على كفاءة الخلية الشمسية وهي (I<sub>sc</sub>, V<sub>oc</sub>, FF, η<sub>y</sub>).

**الباب الثالث :** يتضمن المواد المستخدمة وطرق التحضير للمواد المراد دراستها وذلك باستخدام طريقتين: أحدهما طريقة عادية والأخرى باستخدام بعض المواد ذات النشاط السطحي . ويشتمل أيضاً على الأجهزة المستخدمة في الدراسة : (حيود الأشعة السينية (XRD) ، التحليل الحراري التفاضلي والوزني (DTA - TG) ، تحليل أطياف الأشعة تحت الحمراء ، الميكروскоп الإلكتروني الماسح والميكروскоп الإلكتروني النافذ (SEM,TEM)). وطريقة دراسة الخواص السطحية مثل مساحة السطح باستخدام جهاز BET، وطريقة تعين الخواص الحمضية

عن طريق تحليل أطيف الأشعة تحت الحمراء للبريدبين الممتاز على العينات وطريقة دراسة الخواص البيولوجية وتأثير العينات على بعض الكائنات الدقيقة . ويحتوى الباب على طريقة قياس الخواص الكهربائية باستخدام جهاز RCL وأيضا دراسة تأثير أكسيد  $TiO_2$ ,  $ZnO$  على التكسير الحفزي الضوئي لصبغة المثيلين الأزرق MB. وامتزاز MB على السيليكا جيل كما تم أيضا توضيح عمل خلية شمسية باستخدام أغشيه رقيقة من الصبغة و  $ZnO$ ,  $TiO_2$ .

**الباب الرابع :** ينقسم الباب الرابع الى خمسة أجزاء حيث تتضمن عرض وشرح وتفسير النتائج التي تم الحصول عليها للمواد المحضرة وكل جزء يشتمل على احد هذه المواد :-

- 1- الجزء ( A ) : أكسيد التيتانيوم  $TiO_2$
- 2- الجزء ( B ) : أكسيد الزنك  $ZnO$
- 3- الجزء ( C ) : أكسيد النيكل  $NiO$
- 4- الجزء ( D ) : السيليكا جيل  $SiO_2 \cdot xH_2O$
- 5- الجزء ( F ) : الفضة  $Ag$

### وأهم الاستنتاجات التي تم الحصول عليها بشكل عام

- 1- تم تحضير جميع المواد محل الدراسة في حجوم نانومترية تتراوح بين 5 إلى 85 نانومتر ويعتمد حجم الجسيمات الناتج على طريقة التحضير.
- 2- وجد أن المواد ذات النشاط السطحي المستخدمة لتحضير أكسيد التيتانيوم لها دور هام في تحديد الشكل الخارجي لجسيمات المواد المحضرة وفي تحديد نوعية الشكل البلوري لها.
- 3- جميع المواد المحضرة وخاصة ذات الحجم الحبيبي الصغير لها نشاط بيولوجي عالي تجاه بعض الكائنات الدقيقة.
- 4- قيم التوصيل الكهربائي ( $\sigma_{dc}$ ) للمواد النانومترية المحضرة (أكسيد التيتانيوم وأكسيد الزنك وأكسيد النيكل) تزيد كلما صغر حجم جسيماتها.
- 5- تتميز المواد المحضرة بمساحة سطح عالية تتراوح بين 603-206 م<sup>2</sup>/جرام. و تزداد مساحة السطح مع نقص الحجم الحبيبي للمادة.
- 6- وجد أن المواقع الحامضية وأنواعها على سطح المواد المحضرة تتأثر بكل من التركيب البلوري والشكل الخارجي والحجم الحبيبي أيضا.
- 7- - وجد أن المواد النانومترية من أكسيد التيتانيوم وأكسيد الزنك لها نشاط ضوئي حفزي عالي لتكسير صبغة المثيلين الأزرق MB. وتم استخدامهم في عمل خلايا شمسية ذات كفاءة عالية.
- 8- عينات السيليكا المحضرة لها سعة امتصاص عالية لصبغة المثيلين الأزرق MB.

ألي جانب تلك الاستنتاجات العامة توجد بعض الاستنتاجات الخاصة لكل جزء في الرسالة.

### الجزء (أ) : الاستنتاجات الخاصة بأكسيد التيتانيوم:

- 1- الحجم الحبيبي للمواد المحضرة يقع في مدى النانومتر ويتراوح ما بين 5 إلى 14 نانومتر. ولها تركيب بلوري مختلف ذلك اعتمادا على طريقة التحضير.
- 2- أثبتت نتائج حيود الأشعة السينية (XRD) أن أكسيد التيتانيوم تكون بتركيب بلوري (anatase) عند درجات حرارة منخفضة. كما أوضحت النتائج تكوين طور ال (rutile) ثباته حراريا عند درجات حرارة عالية.
- 3- المواد المحضرة لها مساحة سطح عالية تتراوح ما بين 206 - 251 م<sup>2</sup>/جرام. وأيضاً حجم مسام عالي وذلك نتيجة اختلاف الحجم الحبيبي.
- 4- من نتائج التوصيل الكهربائي استنتج الآتي:
  - أ- قيم التوصيل الكهربائي ( $\sigma_{dc}$ ) عند درجة حرارة الغرفة للمواد النانومترية المحضرة لأكسيد التيتانيوم (~10<sup>-7</sup> اوm<sup>-1</sup>. سم<sup>-1</sup>) أكبر من تلك التي للمواد ذات الحجم الحبيبي الكبير (~10<sup>-13</sup> اوm<sup>-1</sup>. سم<sup>-1</sup>).  
ب- المواد المحضرة تتبع سلوك أشباه الموصلات.
  - ج- وجد أن قيم التوصيل الكهربائي ( $\sigma_{ac}$ ) أكبر من ( $\sigma_{dc}$ ) وهذا يدل على ان الترددات الكهربائية (AC) تساعده بقوة على دفع حوامل الشحنات فتزداد قيمة التوصيل الكهربائي. ويدل ذلك أيضا على وجود استقطاب كهربائي داخل المادة أثناء عملية التوصيل.
  - خ- ميكانيكية التوصيل الكهربائي في عينات أكسيد التيتانيوم تعزى إلى ميكانيكية القفز التكاملي للحاجز.
  - د- قيم ثابت العزل ('') عالية. وتزداد بزيادة درجة الحرارة والتردد.
  - ذ- قيم ثابت فاقد العزل الكهربائي ('') تزداد بزيادة درجة الحرارة وذلك نتيجة الاستقطاب الموجي.
  - ر- الخواص الكهربائية لأكسيد التيتانيوم النانومترى مختلف عن مثيله ذات الحجم الحبيبي الكبير وذلك نتيجة الاحتباس الكمي للشحنات (quantum confinement).
  - ف- من نتائج المعاوقة يتبين أن أكسيد التيتانيوم عبارة عن دائرة مكونة من مقاومة و مكافئ على التوازي.
  - 5- عينة أكسيد التيتانيوم ( $T_{(C)}$ ) ذات تركيب (anatase) لها نشاط عالي تجاه ايشريشيا كولاي (E. Coli) (59 ملی متر). بينما عينة أكسيد التيتانيوم ( $T_{(TX)}$ ) ذات تركيب (rutile) لها نشاط عالي تجاه سيراتيا ميجاتريم (Ser. m) و اجروبكتريرم اسبيشيس (Agr. s).

6- أوضحت نتائج التكسير الضوئي الحفزي أن العينات المحضره لها نشاط عالي تجاه صبغة المثيلين الأزرق MB. عينة أكسيد التيتانيوم  $(T_{(C)}$ ) ذات تركيب (anatase) أظهرت أعلى كفاءة حفزية تصل إلى 93,6 % في 70 دقيقة.

7- تم عمل خلية شمسية تعمل بكفاءة عالية 6%.

### الجزء (ب) : الاستنتاجات الخاصة بأكسيد الزنك:

1- الحجم الحبيبي للمواد المحضره يقع في مدى النانو ويتراوح ما بين 35 إلى 85 نانومتر. و ذلك اعتماداً على طريقة التحضير.

2- المواد المحضره لها مساحة سطح عالية تتراوح ما بين 333 - 353  $m^2 / جرام$ . و تزداد بنقص الحجم الحبيبي.

4- من نتائج التوصيل الكهربائي أستنتج الآتي:

أ- قيم التوصيل الكهربائي  $(\sigma_{dc})$  للمواد النانومترية المحضره لأكسيد الزنك اكبر من مثيلاتها ذات الحجم الحبيبي الكبير.

ب- المواد المحضره تتبع سلوك أشباه الموصلات.

ج- وجد ان قيم التوصيل الكهربائي  $(\sigma_{ac})$  اكبر من  $(\sigma_{dc})$  وهذا يدل على ان الترددات الكهربائية ( فى حالة AC ) تساعده بقوة على دفع حوامل الشحنات فيزداد قيمة التوصيل الكهربائي. ويدل ايضا على وجود استقطاب أثناء عملية التوصيل.

خ- ميكانيكية التوصيل الكهربائي في عينات أكسيد الزنك تعزى إلى ميكانيكية الفرز التكاملى للحاجز.

د- قيم ثابت العزل (ε) عالية. وتزداد بزيادة درجة الحرارة والتردد.

ذ- قيم ثابت فقد العزل الكهربائي (''ε) تزداد بزيادة درجة الحرارة وذلك نتيجة الاستقطاب الموجه.

ر- الخواص الكهربائية لأكسيد الزنك النانومترى مختلفة عن أكسيد الزنك ذات الحجم الحبيبي الكبير.

ف- من نتائج المعاوقة يتبن أن أكسيد الزنك النانومترى عبارة عن دائرة مكونة من مقاومة و مكثف على التوازي.

5- أكسيد الزنك النانوى له نشاط عالي تجاه بعض الكائنات الدقيقة.

6- قد أوضحت نتائج التكسير الضوئي الحفزي أن العينات المحضره لها نشاط عالي تجاه صبغة المثيلين الأزرق MB. عينة أكسيد الزنك  $(Z_{(C)}$ ) ذات اقل حجم حبيبي أظهرت أعلى كفاءة حفزية تصل إلى 63,9 % في 70 دقيقة.

7- تم عمل خلية شمسية تعمل بكفاءة عالية 4.2%.

### الجزء (ج) : الاستنتاجات الخاصة بأكسيد النيكل:

- 1- الحجم الحبيبي لأكسيد النيكل المحضر يقع في مدى النانو ويتراوح حجم حبيباته ما بين 6 إلى 14 نانومتر. و ذلك اعتمادا على طريقة التحضير.
- 2- أكسيد النيكل المحضر له مساحة سطح عالية تتراوح ما بين  $274 - 311 \text{ m}^2/\text{грамм}$ . و تزداد بنقص الحجم الحبيبي.
- 4- من نتائج التوصيل الكهربائي استنتج الآتي:
  - أ- قيم التوصيل الكهربائي ( $\sigma_{dc}$ ) للمواد النانومترية المحضر لأكسيد النيكل أكبر من مثيلاتها ذات الحجم الحبيبي الكبير.
  - ب- المواد المحضرة تتبع سلوك أشباه الموصلات.
  - ج- وجد ان قيم التوصيل الكهربائي ( $\sigma_{dc}$ ) اكبر من ( $\sigma_{ac}$ ) وهذا يدل على ان الترددات الكهربائية ( $\sigma_{ac}$ ) فى حالة AC تساعده بقوه إلى دفع حوامل الشحنات فيزيادة قيمة التوصيل الكهربائي. ويدل على وجود استقطاب أثناء عملية التوصيل.
  - خ- ميكانيكية التوصيل الكهربائي في عينات أكسيد الزنك تعزى إلى ميكانيكية القفز.
  - د- قيم ثابت العزل ( $\epsilon'$ ) عالية. وتزداد بزيادة درجة الحرارة والتردد.
  - ذ- قيم ثابت فاقد العزل الكهربائي ( $\epsilon''$ ) تزداد بزيادة درجة الحرارة وذلك نتيجة الاستقطاب الموجه.
  - ر- من نتائج المعاوقة يتبع أن أكسيد النيكل المحضر عبارة عن دائرة مكونة من مقاومة و مكثف على التوازي.
  - 5- أكسيد النيكل النانوى له نشاط عالي تجاه بعض الكائنات الدقيقة خاصة (Asp. n) (Bac. a) (Can. a) (66 ملليمتر) و (65 ملليمتر).

### الجزء (د) : الاستنتاجات الخاصة بالسيليكا:

- 1- جميع أكسيد السيليكا المحضر لها تركيب غير متبلور (amorphous).
- 2- الحجم الحبيبي للسيليكا المحضر يقع في مدى النانو ويتراوح ما بين 11 إلى 52 نانومتر.
- 3- المواد ذات النشاط السطحي المستخدمة في التحضير لها تأثير كبير على الحجم الحبيبي و الشكل الخارجي لجسيمات السيليكا.
- 4- السيليكا المحضر لها مساحة سطح عالية تتراوح ما بين  $373 - 603 \text{ m}^2/\text{грамм}$ . و تزداد بنقص الحجم الحبيبي.

4- أوضحت نتائج دراسة الخواص الحامضية للعينات باستخدام تحليل الأشعة تحت الحمراء للبريديين الممتر على سطح عينات السيليكا ظهور أماكن خاصة في المواد المحضرة من النوع برونسنـد Brönsted في كل العينات بجانب نوع لويس Lewis (L). وتم حساب تركيز الأمانـك Lewis و Brönsted على كل العينات.

5- السيليكا المحضرة لها نشاط عالي تجاه بعض الكائنات الدقيقة. خاصة تجاه الكائنات الآتية:

Can. a, Asp. n and B. m

6- أوضحت نتائج امتراز صبغة المثيلين الأزرق MB على عينات السيليكا النانوية أن لها سعة امتراز عالية تجاه صبغة المثيلين الأزرق MB. وعينات السيليكا ( $S_{CPBA}$ ) و ( $S_{CYP}$ ) أظهرتا أعلى كفاءة امتراز تصل إلى 99,6 % و 94,8 % في 70 دقيقة.

### الجزء (ف) : الاستنتاجات الخاصة بالفضة:

1- كل المواد المحضرة لها تركيب فلزى للفضة وهو تركيب مكعب مركز الأوجه (FFC).

2- الحجم الحبيبي للفضة المحضرة يقع في مدى النانو ويتراوح ما بين 15 إلى 22 نانومتر.

3- عوامل التشتت والتثبيت مثل (المواد ذات النشاط السطحي) المستخدمة لها تأثير كبير على الحجم الحبيبي و الشكل الخارجي لجسيمات الفضة.

4- الفضة المحضرة لها شكل كروي بأحجام حبيبية مختلفة.

5- الفضة المحضرة لها مساحة سطح عالية تتراوح ما بين  $355 - 397 \text{ m}^2 / \text{جرام}$ . وتزداد بنقص الحجم الحبيبي.

6- الفضة النانوية المحضرة لها نشاط عالي تجاه بعض الكائنات الدقيقة. وذلك يرجع إلى مساحة السطح العالية. وأيضا نتيجة التأثير السام للفضة على إنزيمات الجهاز التنفسـي للكائنات الدقيقة.

