

اسم الجامعة : جامعة صنعاء

الكلية : كلية العلوم

القسم : فيزياء

التخصص: علم المواد

العنوان باللغة الانجليزية :

Fabrication and Characterization of Zinc Sulfide

and Zinc Oxide Nanostructures

العنوان باللغة العربية:

تحضير وتشخيص مركبي كبريتيد الخارصين وأكسيد الخارصين النانوية

أسماء المشرفين:

أ.م.د/ أنس سعيد الشرعبي مشرفاً رئيساً كلية العلوم التطبيقية – جامعة ذمار

أ.م.د/ عبد الحكيم أحمد الحمادي مشرفاً مشاركاً كلية العلوم – جامعة صنعاء

Abstract

ZnO and ZnS (pure and doped) nanoparticles were prepared using the green method. The work can be divided into four parts; the first part was the preparation of ZnO and (0.02,0.06)Ag doped ZnO nanoparticles (NPs). The second part of work was the preparation of ZnO and (0.02,0.06)Mg doped ZnO NPs. The third part of work was the preparation ZnS and (0.02,0.06)Ag doped ZnS NPs. The fourth part of work was the preparation ZnS and (0.02,0.06)Mg doped ZnS NPs. *Plectranthus barbatus* leaves (PBL) extract were used as a solvent to prepare the study samples. The structural, optical, spectral, and morphological properties were studied. In addition, antibacterial and hemolytic activity were studied for all the samples.

The XRD patterns of ZnO, Ag doped ZnO and Mg doped ZnO NPs confirmed the formation of nanoparticles with a hexagonal phase for all prepared samples.

Scherrer's equation was used to calculate the crystallite size of the samples, which was 23.44 nm for ZnO pure, 23.69 and 26.95 nm for 2%Mg doped ZnO and 6%Mg doped ZnO and 21.61nm ,24.78nm of 2%Ag,6% doped ZnO NPs , respectively.

UV-Visible spectra showed the band gap values of pure and Ag doped ZnO NPs in the range of (2.55 – 2.04eV) while for pure and Mg doped ZnO NPs in the range (2.55-2.92eV). This suggests that the nanoparticles are suitable for several applications such as photovoltaics, photocatalysis and thermoelectrics. Scanning electron microscopy (SEM) and FTIR were employed to characterize the morphology and functional group of the obtained samples, respectively. The antibacterial activity of all the prepared samples on gram positive *S. aureus* and gram negative *E.coli* bacterial strains was assayed by disc diffusion method. Biocompatibility test in terms of erythrocyte hemolysis, in reference to normal saline and distilled water as minimal and maximal controls, confirmed nontoxic at low doses .

Moreover, the XRD patterns of ZnS, Ag doped ZnS and Mg doped ZnS NPs confirmed the formation of nanoparticles with a cubic phase for all the synthesized materials. Scherrer's formula was utilized to evaluate the average crystallite size of the samples, which was 3.08nm for pure ZnS, 4.42 and 8.40 nm for 2%Ag doped ZnS and 6%Ag doped ZnS and 2.971nm,2.742nm of 2%Mg, 6% Mg-doped ZnS NPs , respectively. FTIR was used to characterize the functional group of the obtained materials. In addition , SEM was utilized to study the morphological properties of all the synthesized materials. UV-Visible spectrophotometer was used to study the optical properties. It was shown that the energy band gap was reduced when the pure sample was doped with Ag, while the opposite occurred when doping with Mg.

The antibacterial activity of all the synthesized materials on gram positive *S. aureus* and gram negative *E.coli* bacterial strains was executed by disc diffusion method.

Biocompatibility test in terms of erythrocyte hemolysis, in reference to normal saline and distilled water as minimal and maximal controls, emphasized nontoxic at low doses. Such improvement in ZnO and ZnS properties, as a result of certain morphology enhancement, makes it a suitable candidate for applications in various fields such as solar cells, photocatalysis, and antibacterial applications.

الملخص

تم تحضير جسيمات ZnO و ZnS النانوية (نقية ومشوبة) باستخدام الطريقة الخضراء. وقد قسم العمل إلى أربعة أجزاء؛ الجزء الأول كان تحضير ZnO نقي و مطعم بمعدن الفضة (0.02،0.06)Ag. الجزء الثاني من العمل كان تحضير ZnO نقي و مطعم بمعدن المغنسيوم (0.02،0.06)Mg. الجزء الثالث من العمل كان تحضير ZnS نقي و مطعم بمعدن الفضة (0.02،0.06)Ag. الجزء الرابع من العمل كان تحضير ZnS نقي و مطعم بمعدن المغنسيوم (0.02،0.06)Mg. تم استخدام مستخلص أوراق *Plectranthus barbatus* كمذيب لإعداد عينات الدراسة. تم دراسة الخصائص التركيبية والبصرية والطيفية والمورفولوجي. بالإضافة إلى دراسة النشاط المضاد للبكتيريا (antibacterial activity) والنشاط الهيموليتيكي (hemolytic activity) لجميع العينات.

أكدت دراسة حيود الأشعة السينية (XRD) لـ ZnO و ZnO المطعم بـ Ag و ZnO المطعم بـ Mg تكون جسيمات نانوية ذات تركيب سداسية لجميع العينات المحضرة. تم استخدام معادلة Scherrer لحساب متوسط حجم البلورات للعينات وكانت 23.44 نانومتر لـ ZnO النقية و 23.69 و 26.95 نانومتر لـ ZnO المطعم بـ Mg 2% و 21.61 نانومتر و 24.78 نانومتر لـ ZnO المطعم بـ Ag 2% و 6% Ag على التوالي.

أظهرت نتائج UV-Visible قيم فجوة الطاقة لجسيمات ZnO النقية و المطعم بـ Ag في المدى (2.04-2.55) إلكترون فولت) بينما كانت لجسيمات ZnO النقية و المطعم بـ Mg في المدى (2.55-2.92 إلكترون فولت) مما يشير إلى أن الجسيمات النانوية مناسبة للعديد من التطبيقات مثل الخلايا الشمسية والتحفيز الضوئي والتحميل الحراري. تم استخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) و FTIR لتوصيف الشكل والمجموعة الوظيفية للعينات المحضرة على التوالي.

كما تمت دراسة فعالية المركبات antibacterial activity ضد نمو نوعين من البكتيريا الموجبة والسالبة لصبغة الجرام باستخدام طريقة الانتشار القرصي. وقد أظهرت المركبات المنتجة فعالية متفاوتة في تثبيط نمو البكتيريا الموجبة المدروسة ، بينما البكتيريا السالبة المدروسة لن تظهر المركبات المنتجة فعالية تجاهها. كما تمت دراسة فعالية تكسير المركبات لخلايا دم الإنسان hemolytic activity حيث لوحظ إن التراكيز المخففة من المركبات أعطت فعالية تكسير محدودة لخلايا الدم، أي أكدت النتائج عدم التسمم بالجرعات المنخفضة.

علاوة على ذلك ، أكدت نتائج دراسة حيود الأشعة السينية (XRD) لـ ZnS و ZnS المطعمة بـ Ag و ZnS المطعمة بـ Mg تكون جسيمات نانوية ذات تركيب بلوري مكعب لجميع المواد المحضرة. تم استخدام معادلة Scherrer لحساب متوسط حجم البلورات للعينات وكان 3.08 نانومتر لـ ZnS النقية و 4.42 و 8.40 نانومتر لـ ZnS المطعمة بـ 2% Ag و 2.98 نانومتر و 2.74 نانومتر لـ 6% Mg و 2% Mg على التوالي. تم استخدام FTIR لتحديد المجموعة الوظيفية للمواد المحضرة. بالإضافة إلى ذلك ، تم استخدام SEM لدراسة الخصائص المورفولوجية لجميع المواد المحضرة. تم استخدام جهاز الطيف الضوئي UV-Visible لدراسة الخصائص البصرية. أظهرت أن قيم فجوة الطاقة تم تخفيضها عندما تم مزج العينة النقية مع Ag ، بينما حدث العكس عند التطعيم بـ Mg.

كما تمت دراسة فعالية المركبات antibacterial activity ضد نمو نوعين من البكتيريا الموجبة والسالبة لصبغة الجرام باستخدام طريقة الانتشار القرصي. وقد أظهرت المركبات المنتجة فعالية متفاوتة في تثبيط نمو البكتيريا الموجبة والسالبة المدروسة . كما تمت دراسة فعالية تكسير المركبات لخلايا دم الإنسان hemolytic activity حيث لوحظ إن التراكيز المخففة من المركبات أعطت فعالية تكسير محدودة لخلايا الدم، أي أكدت النتائج عدم التسمم بالجرعات المنخفضة. يجعل هذا التحسين في خصائص ZnS ، ZnO مناسباً للاستخدامات في مجالات مختلفة مثل الخلايا الشمسية والتحفيز الضوئي والتطبيقات المضادة للبكتيريا.