MENOUFIA JOURNAL OF AGRICULTURAL BIOTECHNOLOGY

https://mjab.journals.ekb.eg

Title of Thesis	**:**	Chemical Studies On Some Nanotechnology Applications.
Name of Applicant	**:**	Reda Mohamed Ibrahim Rashed
Scientific Degree	**:**	Ph. D.
Department	**:**	Agricultural Biochemistry
Field of study	**:**	Agricultural Biochemistry
Date of Conferment	**:**	Jan. 17, 2024

Supervision Committee:

- Dr. M. A. M. Hammam: Prof. of Agriculture Biochemistry, Fac. of Agric., Menoufia Univ.
- Dr. S. A. El-Kadousy : Prof. of Agriculture Biochemistry, Fac. of Agric., Menoufia Univ.
- Dr. S. M. Abd El-Gawad: Prof. of Agriculture Biochemistry, Fac. of Agric., Menoufia Univ.

ABSTRACT: The present study sheds light on the mportance of zinc oxide nanoparticles in various fields: Such as biomedical effects, electrochemistry, catalysis, sensors, biomedicine, pharmaceutics, healthcare, cosmetics, food technology, textile industry, mechanics, optics, electronics, space industry, energy science and optical devices, metal oxide nanoparticles display a very strong and widely applicable impact.

In this respect we Preparation of Zinc oxide nanoparticles from zinc acetate by two sol-gel methods.and determined Characterization of zinc nanoparticles via:

X-ray Diffraction method ,

FTIR analysis .

TEM analysis of the ZnO-NPs.

The XRD pattern of the as-prepared sample shows that the crystalline phase of ZnO had not been induced. On the other hand, the annealed powdered samples exhibit a long range order of sharp Bragg peaks. The miller indices for each peak have been indexed to the standard hexagonal wurtzite structure of ZnO. The ZnO nanoparticles annealed from 300 to 600°C displayed similar Bragg peak patterns.

The obtained FTIR spectrum of all the ZnO samples produced through various methods proved that the final product formed is ZnO in all the two cases.

Through TEM analysis It was observed that the morphology of the ZnO-NPs have grown in a near-hexagonal shape, the image shows that the powder consists of quasi-spherical nanoparticles. The majority of ZnO-NPs measured fell in the range of 30 to 50 nm in diameter with an average size of 40 nm in diameter. This is in close agreement with the results obtained from the powder XRD measurements. TEM measurements are based on the visible grain boundaries, while the XRD calculation measures the extended crystalline region that diffracts X-ray coherently.

The result optaind can be summarized in the following points:

1- Antioxidant activity of zinc oxide nanoparticles, there was a concentration dependent increase in antioxidant activity was observed. The data showed that ZnO NPs were further highlighted by the quenching of DPPH free radicals. The absorbance values for ZnO NPs (A) ranged from 49.25 to 53.79% and 58.24 to 59.54% for ZnO NPs (B) compared to the absorbance values for ascorbic acid from 95.2 to 95.9%, and the order of effectiveness is followed as follows: Ascorbic acid > ZnO NPs (B) > ZnO NPs > ZnOs (NPs) > Zn O NPs (NPs) > ZnO NPs (NPs) >

2- Antimicrobial activity of zinc oxide nanoparticles, Data showed the inhibition zones of ZnO NPs (A) and ZnO NPs (B) against that the ZnO NPs (A) and ZnO NPs (B) have sufficient antimicrobial activity. For all nine gm (-) , three gm (+) organisms , three fungi and yeast, it inhibited the growth and the growth inhibition is dose dependent. As the dose is increased the zone of diameter of inhibition is also increased.

3- Insectidcal activity of zinc oxide nanoparticles, the results obtained demonstrate the insecticidal activity of ZnO nanoparticles given the direct contact with the insect under a controlled environment in the assuming that no factors that interfere with the outcome. The insect feeding on food dipped in ZnO-NPs solution was affected and the number of days that the insect took to complete its lifecycle had a significant difference compared to the control. Showed the effect of ZnO-NPs on larval mortality , pupal mortality , % pupation , pupal weight gm/pupa , adult malformation and number of egg in bite / female, from results.

4- Effect of zinc oxide nanoparticles on some vegetative parameters of mentha piperita, Data showed that there were increased in plant height after treatment with zinc sulfate and ZnO-NPs (A) and (B) compared with control. Also showed that , there were increased in fresh and dry weight for plants treated with zinc sulfate and ZnO-NPs (A) and (B) compared with control. From tabulated data we indicated that foliar spray with ZnO-NPs (A) or (B) at concentration 25 mg/L were more effective on quantitative parameters like fresh weight and dry weight.

5- Chemical composition of mentha piperita essential oil, Data showed the chemical constituents of mentha piperita essential oil . The data showed that the total identified compounds from menthe oil were 24 represent 99.18 % from total mass. The major compounds found in mentha essential oil, were carvone (53.53%) followed by cis-d-dihydrocarveol (9.88%),...etc.

6- Toxicity of zinc oxide nanoparticles, The study was investigated the effect of nano ZnO on adult male Wistar rats by measuring liver function, kidney function, lipid profile , blood sugar level , hematologic analyses and histopathological changes in the liver. Where it the results showed that there was a significant increase compared to the negative control in all liver and kidney functions, glucose, cholesterol, low-density cholesterol and triglycerides, while the low-density cholesterol decreased compared to the negative control. As for the percentage of hemoglobin, red and white blood cells, and platelets, there was no significant difference compared to the negative control.while The histopathological features of the liver are shown respectively. Negative control showed preserved hepatic lobular architecture and intact hepatocytes. Group treated with ZnO-NPs (A) at concentration 150 mg/kg diet showed distorted lobular architecture in the form of compressed sinusoids and marked hydropic degeneration of hepatocytes. Meanwhile group treated with ZnO-NPs (A) at concentration 300 mg/kg diet showed distorted lobular architecture with markedly degenerated hepatocytes showing focal scattered apoptotic figures and dilated congested sinusoids. Group treated with ZnO-NPs (B) at concentration 150 mg/kg diet showed distorted lobular architecture with hydropic degeneration of hepatocytes , while group treated with ZnO-NPs (B) at concentration 300 mg/kg diet showed focal porto-portal and porto-central fibrosis.

عنوان الرسالة: دراسات كيميائية حيوية على التاثيرالسام لبعض المستخلصات النباتية
اسم الباحث : رضا محمد ابراهيم راشد
الدرجة العلمية: دكتور الفلسفة فى العلوم الزراعية
القسم العلمى : الكيمياء الحيوية الزراعية
تاريخ موافقة مجلس الكلية : ٢٠٢٤/١/١٧
لجنة الإشراف: أ.د. مصطفى عبدالله محمد همـــام أستاذ الكيمياء الحيوية، كلية الزراعة، جامعة المنوفية
أ.د. ا.د/ سمير عبد القادر القدوسي أستاذ الكيمياء الحيوية ، كلية الزراعة، جامعة المنوفية
أ.د. صلاح منصورعبدالجـــواد أستاذ الكيمياء الحيوية، كلية الزراعة، جامعة المنوفية

الملخص العربي

نستهدف من هذه الدراسة القاء الضوء على أهمية الجسيمات النانوية لأكسيد الزنك التي تستخدم في مجالات مختلفة: مثل التأثيرات الطبية الحيوية ، والكيمياء الكهربائية ، والحفز ، وأجهزة الاستشعار ، والطب الحيوي ، والصيدلانيات ، والرعاية الصحية ، ومستحضرات التجميل ، وتكنولوجيا الأغذية ، وصناعة النسيج ، والميكانيكا ، والبصريات ، والإلكترونيات ، وصناعة الفضاء ، وعلوم الطاقة ، والأجهزة البصرية ، وتظهر الجسيمات النانوية لأكسيد المعادن تأثيرا قويا قابلا للتطبيق على نطاق واسع.

وفي هذا الصدد ، نقوم بتحضير جزيئات أكسيد الزنك النانوية من أسيتات الزنك وكبريتات الزنك بطريقتين عن طريق الجل المتماسك والذي يعرف ب (sol-gel) ويمكننا تلخيص النتائج التي تم الحصول عليها في النقاط التالية:

- **التعرف على جزيئات الزنك النانوية عن طريق** :

تحليل حيود الأشعة السينية (X-ray diffraction)

حيث أظهرت نتائج تحاليل الاشعة السينية XRD للعينة المحضرة أن الشكل البلوري لأكسيد الزنك لم يتم تحريضها . من ناحية أخرى ، تُظهر العينات مدى طويل من قمم Bragg . حيث تشير كل قمة إلى الشكل السداسى القياسي لأكسيد الزنك wurtzite وأظهرت جزيئات أكسيد الزنك النانوية المحضرة من ٣٠٠ إلى ٦٠٠ درجة مئوية تماثل قمم Bragg .

تحليل الاشعة تحت الحمراء (FTIR) .

أظهر تحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء FTIR الذي تم الحصول عليه أنه تم العثور على سلسلة من قمم الامتصاص في المدى من ٤٠٠ - ٤٠٠٠ سم $^{-1}$. قمة الإمتصاص عند ٣٣٦٩ سم $^{-1}$ و ٣١٦٠ سم $^{-1}$ تتوافق مع الرابطة الهيدروجينية في مجموعة ال O-H . قمم الإمتصاص عند ١٥٢٠سم $^{-1}$ تعود إلى كربوكسيلات الزنك فى صورة C = O . تشير قمة الإمتصاص عند ١٣٨٦ سم $^{-1}$ إلى الارتباط بين الكربون والهيدروجين C-H. قمة الإمتصاص الحادة عند ٦٨٥ سم $^{-1}$ تعود إلى أكسيد الزنك Zn-O.

تحليل المجهر الالكتروني النافذ (TEM).

أظهر تحليل TEM أن مورفولوجى جزيئات الزنك النانوية قد نمت في شكل شبه سداسي ، تُظهر الصورة أن جزيئات الزنك تتكون من جسيمات نانوية شبه كروية قطرها في حدود من ٣٠ إلى ٥٠ نانومتر بمتوسط قطر يبلغ ٤٠ نانومتر.

- **النشاط المضاد للأكسدة لجسيمات أكسيد الزنك النانوية**:

تزداد الفاعلية كمضادات أكسدة بزيادة التركيز المستخدم وأظهرت النتائج جسيمات اكسيد الزنك النانوية ذات خواص جيدة كمضاد أكسدة ، حيث سجل الزنك نانو A قيم تتراوح من ٤٩.٢٥ إلى ٥٣.٧٩٪ فى تثبيط الشقوق الحرة DPPH وسجل

الزنك نانو B قيم تتراوح من ٥٨.٢٤ إلى ٥٩.٥٤٪ وذلك مقارنة بحمض الاسكوربيك الذى سجل قيم تثبيط من ٩٥.٢ إلى ٩٥.٩٪ ليكون ترتيب الفاعلية على الشقوق الحرة كما يلي: حمض الاسكوربيك > زنك نانو B > زنك نانو A .

- **النشاط المضاد للميكروبات لجسيمات أكسيد الزنك النانوية** :

أظهرت البيانات أن جسيمات أكسيد الزنك النانوية A , B لهما نشاط مضاد للميكروبات وذلك على تسعة من الميكروبات السالبة لجرام ، وثلاثة ميكروبات موجبة لجرام ، وثلاثة فطريات وسلالة خميرة ، فقد أدت إلى تثبيط نمو الميكروبات ويعتمد مدى التثبيط على التركيز المستخدم حيث زيادة التركيز يتبعة زيادة منطقة التثبيط .

- **النشاط الحشري لجزيئات أكسيد الزنك النانوية ،**

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها التأثير المبيد لجسيمات ZnO النانوية للحشرات بالنظر إلى الاتصال المباشر مع الحشرة في ظل بيئة محكومة بافتراض عدم وجود عوامل تتعارض مع النتيجة.حيث تأثرت تغذية الحشرة على الطعام المغموس في محلول ZnO-NPs تأثير معنوى وكذلك عدد الأيام التي استغرقتها الحشرة لإكمال دورة حياتها وذلك بالمقارنة بالمجموعة الضابطة. كذلك ظهر تأثير ZnO-NPs على معدل وفيات اليرقات - وفيات العذارى - النسبة المئوية للتشرنق - وزن العذراء - نسبة التشوه وعدد البيض في اللطعة / أنثى ، واشارت النتائج إلى أن (ZnO NPs (B كان أكثر فعالية من ZnO NPs (A).

- **تأثير الجسيمات النانوية لأكسيد الزنك على بعض القياسات الخضرية لنبات النعناع**: ،

أظهرت البيانات أن هناك زيادة في طول النباتات بعد المعاملة بكبريتات الزنك و ZnO-NPs (A) و (B) مقارنة مع المجموعة الضابطة. وأيضا كانت هناك زيادة في الوزن الرطب والجاف للنباتات. من البيانات المجدولة أتضح أن الرش الورقي باستخدام ZnO-NPs (A) أو (B) بتركيز ٢٥ مجم / لتر كان أكثر فاعلية على المعايير الكمية مثل الوزن الرطب والوزن الجاف.

- وبدراسة التركيب الكيميائي للزيت العطري لنبات النعناع. أظهرت البيانات أن إجمالي المركبات المحددة من زيت النعناع ٢٤ تمثل ٩٩.١٨٪ . وكانت المركبات الرئيسية الموجودة في زيت النعناع العطري هي الكارفون (٥٣.٥٣٪) يليه cis-d-dihydrocarveol (9.88 ٪) .

- **سمية جزيئات أكسيد الزنك النانوية**

تم دراسة تأثير النانو ZnO على ذكور فئران Wistar البالغة عن طريق قياس وظائف الكبد ، وظائف الكلى ، الدهون ، مستوى السكر في الدم ، التحليلات الدموية والتغيرات النسيجية في الكبد. حيث أظهرت النتائج أن هناك زيادة معنوية مقارنة بالمجموعة السالبة في جميع وظائف الكبد والكلى والجلوكوز والكوليسترول والكوليسترول منخفض الكثافة والدهون الثلاثية ، بينما انخفض الكوليسترول عالي الكثافة . أما بالنسبة لنسبة الهيموجلوبين وخلايا الدم الحمراء والبيضاء والصفائح الدموية ، فلم يكن هناك فرق معنوي مقارنة بالمجموعة الضابطة ، وبعرض الصفات النسيجية المرضية للكبد . أظهرت المجموعة السالبة بنية مفصصة كبدية محفوظة وخلايا كبدية سليمة ، اما المجموعة التي عولجت بـ ZnO-NPs (A) بتركيز ١٥٠ ملغم / كغم وجبة غذائية أظهرت بنية مفصصة مشوهة في شكل أشباه جيوب مضغوطة وتنكس مائي ملحوظ للخلايا الكبدية. وفي الوقت نفسه ، أظهرت المجموعة التي عولجت بـ ZnO-NPs (A) بتركيز ٣٠٠ مجم / كجم وجبة غذائية بنية مشوهة مع خلايا الكبد المتدهورة بشكل ملحوظ والتي تظهر أشكال موت الخلايا االمتناثرة والجيوب المتوسعة. أظهرت المجموعة التي عولجت بـ ZnO-NPs (B) بتركيز ١٥٠ مجم / كجم وجبة غذائية بنية مفصصة مشوهة مع انحلال مائي للخلايا الكبدية ، بينما أظهرت المجموعة التي عولجت بـ ZnO-NPs (B) بتركيز ٣٠٠ مجم / كجم وجبة غذائية تليف مركزي.