

# Příprava materiálů obsahujících nanočástice stříbra

Bc.Pavel Bažant

---

Diplomová práce  
2008



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

akademický rok: 2007/2008

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Pavel BAŽANT**  
Studijní program: **N 2808 Chemie a technologie materiálů**  
Studijní obor: **Inženýrství polymerů**  
  
Téma práce: **Příprava materiálů obsahujících nanočástice stříbra**

Zásady pro vypracování:

1. Vypracujte rešerši.
2. S využitím MW syntézy optimalizujte metodu přípravy materiálů obsahujících stříbro, přesněji stříbrné nanočástice, potenciálně využitelných ve zdravotnictví.
3. Připravené materiály charakterizujte metodami dostupnými na FT, eventuelně na spolupracujících ústavech.
4. Zpracujte a diskutujte výsledky.

Rozsah práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. Schmid, G. Nanoparticles. Weinheim Wiley-VCH, 2004. ISBN 3-527-30507-6
2. Loupy, A. Microwaves in organic synthesis; Wiley-VCH: Weinheim, 2002. ISBN 3527305149
3. Tsuji, M; Hashimoto, M; Nishizawa, Y; Kubokawa, M; Tsuji, T. 2005. Microwave-assisted synthesis of metallic nanostructures in solution. CHEMISTRY-A EUROPEAN JOURNAL 11 (2): 440-452. ISSN: 0947-6539

Vedoucí diplomové práce: **Ing. et Ing. Ivo Kufitka, Ph.D.**  
Centrum polymerních materiálů

Datum zadání diplomové práce: **11. února 2008**

Termín odevzdání diplomové práce: **16. května 2008**

Ve Zlině dne 11. února 2008



doc. Ing. Petr Hlaváček, CSc.  
*děkan*



Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

## **ABSTRAKT**

Abstrakt česky

Tato diplomová práce se zabývá problematikou přípravy nanočástic stříbra pomocí působení mikrovlnné energie. Úvodní teoretická část je zaměřena na objasnění základních pojmů. Praktická část pak navazuje na část teoretickou s využitím poznatků přípravy nanočástic stříbra mikrovlnnou syntézou. U vzniklých vzorků, které byly připraveny podle navrženého postupu, pak byla provedena série zkoušek (SEM, RTG, UV-VIS, antibakteriální test), které slouží k bližšímu popisu jejich struktury a vlastností.

Klíčová slova: PVA, mikrovlnná syntéza, nanostříbro, antibakteriální

## **ABSTRACT**

Presented diploma thesis deals with preparation of silver nanoparticles by microwave assisted synthesis. Introductory part covers basic theoretical framework and terms for microwave heating and synthesis of metallic nanoparticles. Experimental part uses gained theoretical knowledge for design of nanosilver structures. An original procedure of preparation was developed. Synthesized materials were examined by SEM, RTG, UV-VIS, antibacterial test.

Keywords: PVA, microwave synthesis, nanosilver, antibacterial

## Poděkování

*Rád bych poděkoval svému vedoucímu bakalářské práce Ing. et Ing. Ivo Kuřítkovi, Ph.D. za cenné rady, diskuse, pomoc při měření experimentální části a za pomoc během zpracování mé diplomové práce.*

*Dále bych rád poděkoval Ing. Ladislavu Sedlaříkovi, Ph.D. za pomoc při stanovení antibakteriálních testů a při měření optickým mikroskopem.*

*Ing. Michalu Machovskému za snímkování na skenovacím elektronovém mikroskopu.*

*MSc. Tsermaa Galya za provedení antibakteriálních testů.*

*Ing. Robertu Moučkovi za pomoc při stanovení vodivostních vlastností vzorků.*

*Ing. Martině Hřibové, Ph.D. za provedení RTG difrakce.*

*Ing. Milanu Žaludkovi, Ph.D. za zasvěcení do problematiky mechanických zkoušek.*

*V neposlední řadě svému otci Petru Bažantovi, za pomoc při sestavování a výrobě jednotlivých dílu mikrovlákné pece.*

Prohlašuji, že jsem na diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval. V případě publikace výsledků, je-li to uvedeno na základě licenční smlouvy, budu uveden jako spoluautor.

Ve Zlíně

.....  
Podpis diplomanta

# OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>8</b>
<b>I TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>10</b>
<b>1 NANOMATERIÁLY</b> .....	<b>11</b>
1.1 NANOKOMPOZITY .....	12
1.2 MATRICE - POLYVINYLALKOHOL.....	12
1.2.1 Vlastnosti PVA.....	13
1.3 NANOČÁSTICE - STRÍBRO.....	14
<b>2 MIKROVLNNÉ ZÁŘENÍ</b> .....	<b>15</b>
2.1 MIKROVLNY .....	15
2.1.1 Interakce mikrovln se systémy obsahujícími polární rozpouštědla.....	15
2.1.2 Elektronová polarizace.....	16
2.1.3 Dipólová rotace a reorientace.....	16
2.1.4 Iontové vedení (kondukční).....	17
2.1.5 Mikrovlnný ohřev – Ztrátový úhel .....	18
2.1.6 Přehřívací účinek.....	20
<b>3 MIKROVLNNÁ SYNTÉZA STRÍBRA</b> .....	<b>23</b>
3.1 MIKROVLNNÁ SYNTÉZA NANOČÁSTIC STRÍBRA .....	23
3.2 TYPY STRUKTUR NANOSTRÍBRA.....	24
<b>4 BAKTERIE</b> .....	<b>26</b>
4.1 ROD STAPHYLOCOCCUS .....	26
4.2 ESCHERICHIA COLI .....	27
<b>5 CHARAKTERIZACE MATERIÁLŮ A JEJICH ANTIBAKTERIÁLNÍCH VLASTNOSTÍ</b> .....	<b>29</b>
5.1 FTIR .....	29
5.2 RENTGENOMETRICKÉ METODY .....	29
5.3 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE.....	30
5.4 UV-VIS .....	31
5.5 MECHANICKÉ ZKOUŠKY .....	33
5.5.1 Tahová zkouška.....	33
5.6 ANTIBAKTERIÁLNÍ ZKOUŠKY .....	34
5.6.1 Kultivace bakterií .....	34
5.6.2 Příprava půd .....	34
5.6.3 Očkování půd .....	35
<b>II PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>36</b>
<b>6 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE</b> .....	<b>37</b>
<b>7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST</b> .....	<b>38</b>

7.1	MW APARATURA .....	38
7.2	POUŽITÉ MATERIÁLY A CHEMIKÁLIE .....	39
7.3	PŘÍPRAVA MATERIÁLŮ A VZORKŮ.....	40
7.3.1	Základní materiály – SERIE A.....	40
7.3.2	Stupňovitý přídavek AgNO <sub>3</sub> – SERIE B.....	40
7.4	CHARAKTERIZACE MATERIÁLŮ.....	41
7.4.1	RTG difrakce.....	41
7.4.2	UV VIS.....	41
7.4.3	Optický mikroskop.....	41
7.4.4	SEM.....	42
7.4.5	Antibakteriální test.....	43
7.4.6	Měření vodivosti.....	43
7.4.7	Tahové zkoušky.....	44
<b>8</b>	<b>VÝSLEDKY.....</b>	<b>46</b>
<b>9</b>	<b>DISKUSE .....</b>	<b>58</b>
9.1	SÉRIE A.....	58
9.2	OPAKOVANÉ PŘIDÁVÁNÍ – SÉRIE B .....	60
<b>10</b>	<b>ZÁVĚR.....</b>	<b>62</b>
	<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>63</b>
	<b>SEZNAM OBRÁZKŮ .....</b>	<b>68</b>
	<b>SEZNAM TABULEK.....</b>	<b>70</b>
	<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>71</b>

## ÚVOD

V současné době výzkum směřuje k aplikacím, které významně zlepší stávající technologie. Souběžně probíhající expanze kapacity počítačů pak dovoluje sofistikované simulace materiálových vlastností v nanorozměrech. Výzkumy v oblasti ultrajemné mechaniky probíhají s cílem dosáhnout téměř dokonalého opracování součástí, magnetických hlav a optických prvků. Výroba prášků a krystalů v nanorozměrech může zabezpečit nová mazadla, otěruvzdorné povlaky strojních součástek a katalyzátory chemických reakcí. Vědci objevují možnosti samoorganizace základních kamenů hmoty (self-assembly) s cílem vytváření struktur chemickou syntézou, podle vzoru biologických procesů samouspořádávání. Rovněž lékařství může v blízké budoucnosti profitovat z nanotechnologií. Nanosenzory implantované do lidského těla mohou např. indikovat, kdy diabetik potřebuje svoji dávku inzulínu, nebo senzory zabudované do náramkových hodinek mohou detekovat nebezpečné množství škodlivých plynů v ovzduší a mohou tak upozornit na možný astmatický záchvat.

V posledních deseti letech je vyvíjeno enormní úsilí v oblasti základního výzkumu, zejména v oblasti nanoelektroniky, ale i v ostatních oblastech. Nanotechnologie je oblast výzkumu, která zahrnuje velké množství vědních disciplín, jako jsou fyzika, chemie, biologie, elektronika, inženýrství atd. Z toho vyplývá, že tato oblast vyžaduje interdisciplinární přístup k řešení problémů. [1].

### **Přípravek budoucnosti**

Současná medicína stojí před velkou výzvou. Objevují se nové nemoci, nové typy chřipky (ptačí chřipka), plísní, nádorů, a nedávno také smrtící zápaly plic. Viry a bakterie samy mutují a stávají se odolnými proti lékům. Vůči těmto nebezpečím je naše dosavadní zbraň - antibiotika - čím dál tím častěji bezradná. Objevila se nutnost užívat přípravky nové generace, jedna z možností může být i nanostříbro. Viry rozhodně nemohou mutovat do stříbra odolné formy. Částice a ionty metalického stříbra rozpuštěné v roztoku působí jinak než antibiotika. Jako "stříbrné střely" rychle vyhledávají bacily v organismu a ničí je. Současně se zvyšuje imunita organismu, dochází k přílivu energie a nových životních sil.

Nanostříbro má částice velikosti několika nanometrů. Velikost virů je od 15 nm do 150nm, velikost bakterií je od 350 do 100nm. Nanostříbro může proto pronikat k jádru patogenů a ničit je. Stoupenci stříbra vyzdvihují jeho antibiotickou schopnost efektivně čelit prakticky všem bakteriím, houbám a virům. Antibiotický a fungicidní účinek nanostříbra je dán



jednak jeho přímým průnikem do bakterie - konkrétně jeho reakcí s -SH skupinami oxidačních metabolických enzymů bakterie a tím k jejímu udušení, jednak tím, že nanostříbro vytváří aktivní kyslík. Bakterie navíc nezískávají rezistenci vůči těmto kovům, což je výhoda proti klasickým antibiotikům [2].

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**

## 1 NANOMATERIÁLY

Nanomateriály se vyznačují následujícími společnými znaky:

- a) Stavebními jednotkami jsou nanočástice s definovanými vlastnostmi: rozměry, tvarem, atomovou strukturou, krystalinitou, mezifázovým rozhraním, homogenním/heterogenním složením a chemickým složením. Rozměry jsou limitovány v oblasti od molekul k pevným částicím menším než 100nm. Vlivem malých rozměrů v některých případech počet povrchových atomů převyšuje počet atomů ve vnitřním objemu.
- b) Tyto stavební jednotky jsou uspořádané v makroskopických multi-klastrových materiálech s velmi různorodým topologickým pořádkem. Chemicky identické částice mohou být těsně uspořádány a kompaktovány za vzniku hranic zrn. Částice mohou být oddělené nebo spojené koalescencí nebo podložkou a mohou vytvářet nanodrátky, nanotrubičky, nanokompozity, keramické nebo jiné tenké filmy nebo vrstvy.
- c) Stavební jednotky a jejich topologie mohou sloužit pro vytváření rozměrnějších materiálů vhodných pro technické aplikace.

Nanomateriály (nanostrukturní materiály) jsou ty, jejichž nové vlastnosti jsou určeny charakteristickými znaky (částice, klastry, dutiny) o rozměrech mezi 1-100nm, přinejmenším ve dvou rozměrech.

Oblast využití nanotechnologií a nanomateriálů je velmi rozsáhlá. Můžu pro zjednodušení konstatovat, že se týká všeho kolem nás od medicíny přes strojírenství, stavebnictví, textilní průmysl, elektroniku, kosmický průmysl až po vojenský průmysl.

### **Využití v Medicíně**

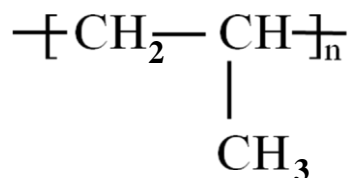
Velmi významnou oblastí jsou kontrastní látky pro NMR, kde se většinou využívají nanočástice oxidů. Další podobnou oblastí je cílená likvidace tumorů, kdy se využívá absorpčních schopností nanočástic cíleně usazených v nádorových tkáních – cílená doprava léčiv, umělé klouby, chlopně, náhrada tkání. Po ozáření infračerveným laserovým nebo vysokofrekvenčním elektromagnetickým zářením dochází k destrukci nádorové tkáně, [3].

## 1.1 Nanokompozity

Nanokompozity jsou materiály složené ze dvou nebo více různých složek, z nich alespoň jedna se v materiálu vyskytuje ve formě částic o velikostech jednotek až desítek nanometrů. Většinou se jedná o nanočástice aktivní látky (tj. látky se zajímavými magnetickými, elektrickými a jinými vlastnostmi) rovnoměrně rozptýlené v inertní matici. Úlohou inertní matrice je nést a pevně spojovat jednotlivé nanočástice a zároveň bránit jejich přímému kontaktu mezi sebou. Důvodem použití aktivní látky ve formě nanočástic jsou její kvalitativně odlišné fyzikální vlastnosti oproti "objemovému" materiálu. Toto je způsobeno například monodoménovou strukturou nanočástic, vysokým poměrem počtu "povrchových" / "vnitřních" atomů v nanočásticích, nemožností vzájemných interakcí částic a mnoha dalšími, doposud ne zcela prozkoumanými jevy. Vlastnosti nanokompozitů se odvíjejí jednak od složení, ale zároveň od velikosti částic, jejich morfologie a uspořádání. Kompozitní nanomateriály mají velmi široké použití. Například ukládání informací, magnetické chlazení, ferrofluidy, zobrazovací metody v medicíně, různé senzory, elektromechanické a magneto-mechanické měniče, antiseptická vlákna, a mnohé další [4].

## 1.2 Matrice - Polyvinylalkohol

PVA se vyrábí radikálovou polymerací vinylacetátu nejčastěji v metanolu a následující hydrolyzou polymerního produktu.



Obr. 1 Vzorec polyvinylalkoholu

Monomerní vinylalkohol není za normálních podmínek schopný existence a při svém vzniku se mění okamžitě na acetaldehyd. Samotná polymerace vinylacetátu probíhá buď v alkalickém, nebo v kyselém prostředí bezvodého alkoholu, např. metanolu. Nastavením reakč-

ních podmínek lze regulovat vlastnosti polymeru v širokém rozsahu, rozdílným dávkováním metanolu např. stupněm polymerace (mol. hmotnost), koncentrací katalyzátoru (NaOH), stupněm acetylace. Uvedené parametry pak primárně rozhodují o chování polymeru při dalším zpracování i o užitných vlastnostech budoucích výrobků [5].

### 1.2.1 Vlastnosti PVA

PVA je bílý částečně krystalický, ve vodě rozpustný polymer, ale v organických rozpouštědlech se nerozpouští. Při zahřívání nad 150°C začíná degradovat za odštěpování vody. Vlastnosti PVA závisí na polymeračním stupni a stupni hydrolyzy. Jeho rozpustnost ve vodě se zvětšuje se snižováním molekulové hmotnosti. Stabilita, protažení, strukturální pevnost a flexibilita se naopak se snižující molekulovou hmotností snižují [6].

### Rozpustnost PVA

Rozpustnost PVA je ve vodě kontrolována stupněm hydrolyzy a polymeračním stupněm. Jeho rozpustnost závisí na obsahu hydroxylových skupin. Při obsahu 70 až 80 % zbytkových -OH je polymer nerozpustný ve vodě, ale rozpustný v aromatických uhlovodících a cyklických esterech. Je-li v polymeru obsaženo 35% zbytkových acetátových skupin, přestává polymer být rozpustný v organických rozpouštědlech, ale rozpouští se ve vodě. Optimální rozpustnost v teplé i studené vodě je při obsahu 12% zbytkových acetátových skupin.

Optimální rozmezí hydrolyzy pro rozpustnost v horké i studené vodě je 87 – 89%. Jako další rozpouštědla lze použít např. glykol, glycerol, formamid [7].

Pro náš systém jsme použili jako rozpouštědlo vodu. Jako nejlepší teplota rozpouštění se nám jevila teplota nad 80°C.

### Optické vlastnosti PVA

Mezi významné optické vlastnosti PVA patří index lomu PVA roztoků, který lineárně roste s koncentrací, až do "kritické" koncentrace PVA. Ta závisí na molekulové hmotnosti a viskozitě roztoku [8].

Zkoumání vlastností PVA lze použít metod: UV-vis spektroskopii, IČ Spektroskopii, FTIR spektroskopii atd.

### 1.3 Nanočástice - stříbro

Nanočástice stříbra jsou statisticky rozptýleny do matrice např. do roztoku PVA. Tyto částice představují ionty stříbra, mezi kterými je ostré mezifázové rozhraní. Soudržnost tohoto systému je na bázi fyzikálních sil. Nanočástice stříbra mají velikost desítek nm. Ovšem v některých případech mohou vznikat shluky těchto částic a tím se mění jejich tvar a celkový charakter systému. Struktura těchto částic může být např. kulová, kubická triklinická a další.

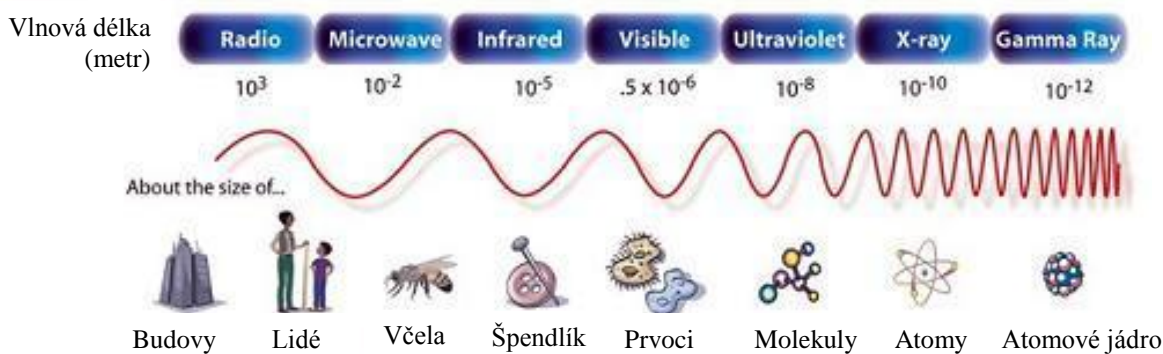
Stříbro jako nanočástice se dá vyrobit nejrůznějšími metodami. V dnešní době zatím převládá mechanická metoda vpravení stříbra do roztoku mechanickým mícháním, přesto již existují metody, jak připravit stříbrné nanočástice pomocí mikrovlnného pole.

Charakterizace této nanostruktury se provádí transmisním elektronovým mikroskopem (TEM) nebo skenovacím elektronovým mikroskopem (SEM).

## 2 MIKROVLNNÉ ZÁŘENÍ

### 2.1 Mikrovlny

Mikrovlnami je nazývána část elektromagnetického záření s vlnovou délkou od 1cm do 1m. Pro průmyslové účely je určena globálně frekvence 2,45GHz s odpovídající vlnovou délkou 12,2cm. Následující obrázek ukazuje její místo v elektromagnetickém spektru a její vztah k ostatním používaným frekvencím. Ve spektru elektromagnetických vln (viz Obr. 2) leží mikrovlny mezi radiovými vlnami (nižší frekvence) a infračerveným zářením (vyšší frekvence) v rozsahu 300MHz až 300GHz.



Obr. 2 Elektromagnetické spektrum [9]

Mikrovlnná energie je pohlcována především molekulami vody, které se rozkmitají a způsobují její zahřátí.

#### 2.1.1 Interakce mikrovln se systémy obsahujícími polární rozpouštědla

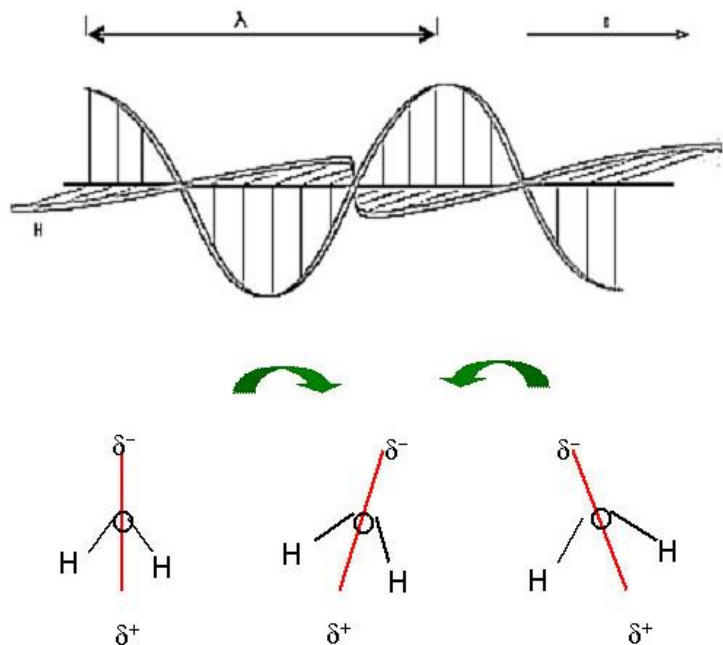
Mikrovlnná energie patří k neionizujícím druhům elektromagnetické energie. Nevyvolává přímo žádné chemické změny, na rozdíl od ionizujících rentgenových paprsků. Základním principem absorpce MW záření s hmotou je elektronová polarizace a indukované dipóly, dipólová rotace a reorientace a pohyb nosičů náboje (iontů) vyvolané působením MW elektromagnetického pole [10].

### 2.1.2 Elektronová polarizace

Nastává v pevných látkách s nepolárními molekulami, kdy působením elektrického pole dojde k posunu záporného elektrického náboje elektronového obalu a k opačnému posunu kladného náboje jader, tím k posunu těžišť nábojů jak záporného tak kladného náboje molekuly a ke vzniku orientovaného dipólu (kladný náboj ve směru pole) [11].

### 2.1.3 Dipólová rotace a reorientace

Nastává u materiálů, jejichž molekuly nebo části molekul mají permanentní dipól (voda, kyseliny, polární rozpouštědla). V rychle se měnícím elektrickém poli se molekuly nebo jejich části (polární skupiny) pokoušejí orientovat směrem podél siločar. Absorbce mikrovlnného pole je tím intenzivnější, čím více se jeho frekvence blíží rezonanční molekulární frekvenci [12].

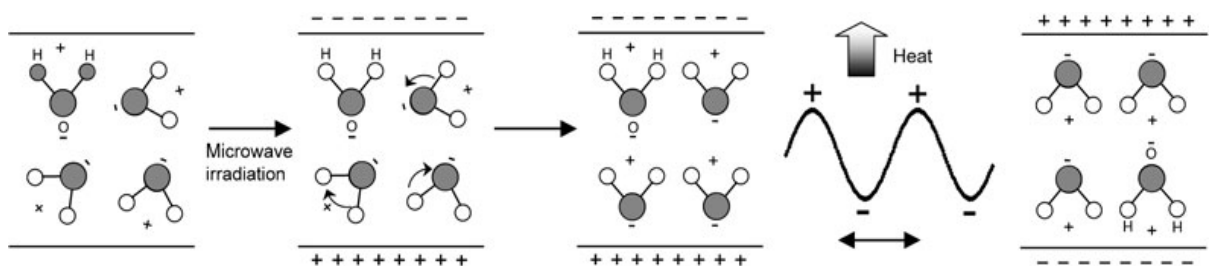


Obr. 3 Orientace molekul u dipolové rotace [13]

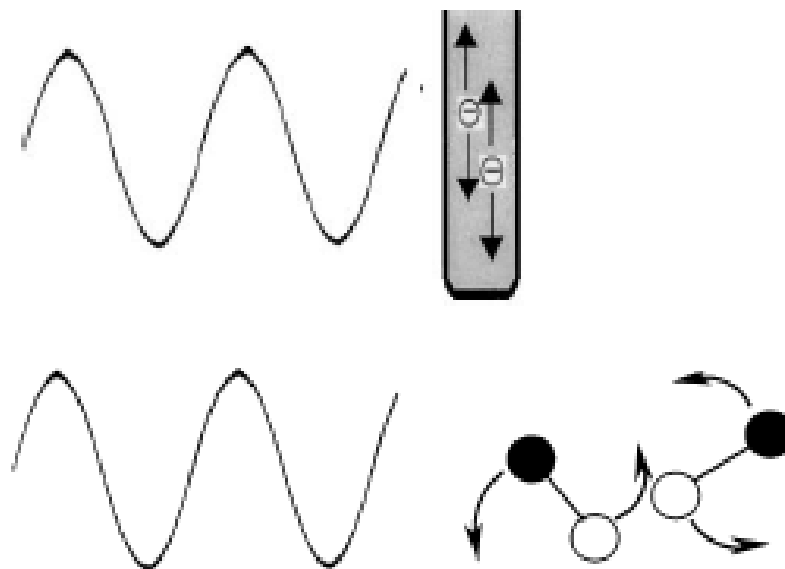


### 2.1.4 Iontové vedení (kondukční)

Absorpce mikrovln nastává také v důsledku pohybu iontů vyvolaného vlivem elektromagnetického záření. Teplo při absorpci MW vzniká přeměnou energie elektromagnetického pole v mechanický pohyb – rotace, vibrace a translační pohyb iontů. U pohybu iontů v roztoku nebo materiálu pod vlivem elektrického pole se zvětšuje intenzita srážek a tím převedení kinetické energie na tepelné vlny. Kondukční mechanismus má silnější působení než mechanismus dipólový, vzhledem k teplu, které se vytváří. Jestliže máme vzorek obsahující destilovanou vodu a vodovodní vodu, které jsou zahřívány mikrovlnami o konstantním radičním výkonu, pak pro stejný čas bude konečná teplota vyšší ve vodovodní vodě [11].



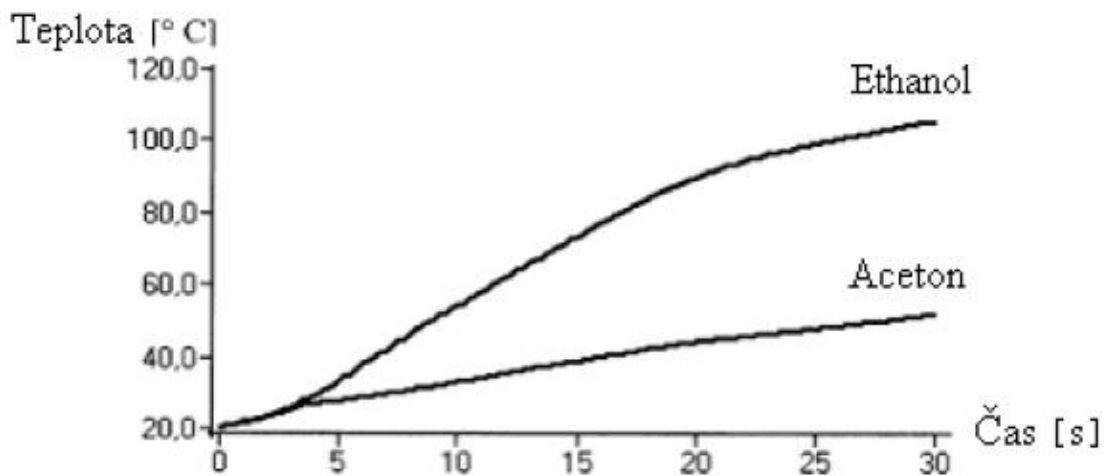
Obr. 4 Teplotní mechanismus molekul vody v mikrovlnném poli [14]



Obr. 5 Srovnání kondukčního a rotačního mechanismu absorpce MW záření [15]

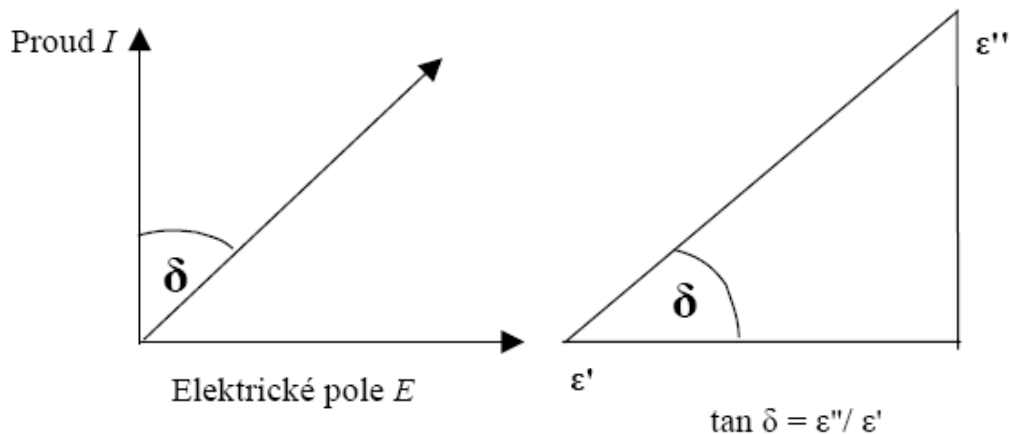
### 2.1.5 Mikrovlnný ohřev – Ztrátový úhel

Podmínkou pro mikrovlnný ohřev uvažovaných systémů jsou polární rozpouštědla nebo ionty. Dielektrická polarizace závisí v první řadě na schopnosti dipólů se přeorientovat v aplikovaném elektrickém poli [16].



Obr. 6 Teplota etanolu a acetonu při mikrovlnné syntéze, při výkonu 150W. [11]

Jestliže jsou dvě rozpouštědla s porovnatelnou permitivitou, např. rozpouštědlo aceton a etanol, zahřívána MW o stejné radiační intenzitě a po stejnou dobu, může se jejich konečná teplota významně lišit – v uvedeném příkladu bude mít etanol mnohem vyšší teplotu než aceton (viz. Obr. nahoře).

Obr. 7 Znáornění ztrátového úhlu  $\tan \delta$  elektrického pole [17]

Příčinou je schopnost různých rozpouštědel vyvíjet teplo mikrovlnného záření, schopnost pohlcovat mikrovlnu energie a přeměnit spotřebovanou energii na teplo. Musíme vzít v úvahu faktory ztrátové úhly  $\delta$ , který je obvykle vyjádřený ve formě tangentu (viz. Obr. nahoře).

$$\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon' \quad (1)$$

Permitivita, nebo relativní permitivita  $\epsilon'$  reprezentuje schopnost dielektrického materiálu akumulovat energii elektrického pole, ve kterém se materiál nachází.

$$P = c \cdot |E|^2 \cdot f \cdot \epsilon'' = c \cdot |E|^2 \cdot f \cdot \epsilon' \cdot \tan \delta \quad (2)$$

$P$  je mikrovlnná disipační energie vztažen na jednotku objemu materiálu,  $c$  je konstanta,  $E$  je elektrické pole v materiálu,  $f$  je frekvence záření, a  $\epsilon'$  a  $\epsilon''$  jsou dielektrické ztrátové konstanty, respektive  $\epsilon'$  reprezentuje relativní permitivitu, která je mírou schopnosti molekuly polarizovat se v elektrickém poli a  $\tan \delta = \epsilon'' / \epsilon'$  je energetický ztrátový činitel nebo též koeficient dielektrických ztrát. Rovnost (2) ukazuje, že  $\epsilon''$  je nejdůležitější fyzikální parametr, který charakterizuje schopnost materiálu se zahřívat v MW poli. Fyzikální parametry pro typická rozpouštědla použitelná v MW poli pro syntézy kovových nanostruktur jsou uvedeny v tabulce 1 [16].

Tab. 1 Fyzikální parametry rozpouštědel používané při mikrovlnném ohřevu [14]

Rozpouštědlo	Bod varu (° C)	$\epsilon'$	$\epsilon''$	$\tan \delta$
Voda	100	78,3	12,3	0,157
Metanol	65	32,7	20,9	0,639
Etanol	78	24,3	6,08	0,200
N,N-dimethylformamid (DMF)	153	36,71	-	-
Etylen glykol (EG)	198	41,0	41,0	1,00
N-methylpyrrolidon (NMP)	202	32,0	8,855	0,277

### 2.1.6 Přehřívací účinek

Relaxační čas  $\tau$ , je definovaný jako čas pro jednu molekulu potřebný od vypnutí elektrického pole k návratu na hodnotu  $(1/e)$  jejího původního stavu. Relaxační čas je teplotně závislý a s rostoucí teplotou klesá. Jelikož oba parametry  $\epsilon'$  a  $\epsilon''$  rozpouštědla jsou závislé na  $\tau$ , je přeměna mikrovlnné energie na teplo závislá nejen na frekvenci MW ale i na teplotě. V důsledku toho, organická rozpouštědla s relaxačním časem větším jak 65ps budou mít při frekvenci mikrovlnného ozáření 2,45GHz ztrátový úhel vzrůstající s teplotou. Rychlost ohřevu pro tato rozpouštědla se během mikrovlnného dielektrického ohřevu zvyšuje a může vést ke vzniku horkých míst v kapalině s teplotou vyšší, než je bod varu [13]. Tento jev je popsán jako přehřívání a může mít za následek zvýšení teploty varu rozpouštědla až o 26 stupňů nad konvenční hodnotu rozpouštědla. Čiré rozpouštědlo si může udržovat tuto vyšší teplotu, dokud na něj působí mikrovlnné záření. Přehřívací účinek je jeden z možných mechanismů odpovědných za zvýšenou rychlost chemických reakcí v MW systémech [18].

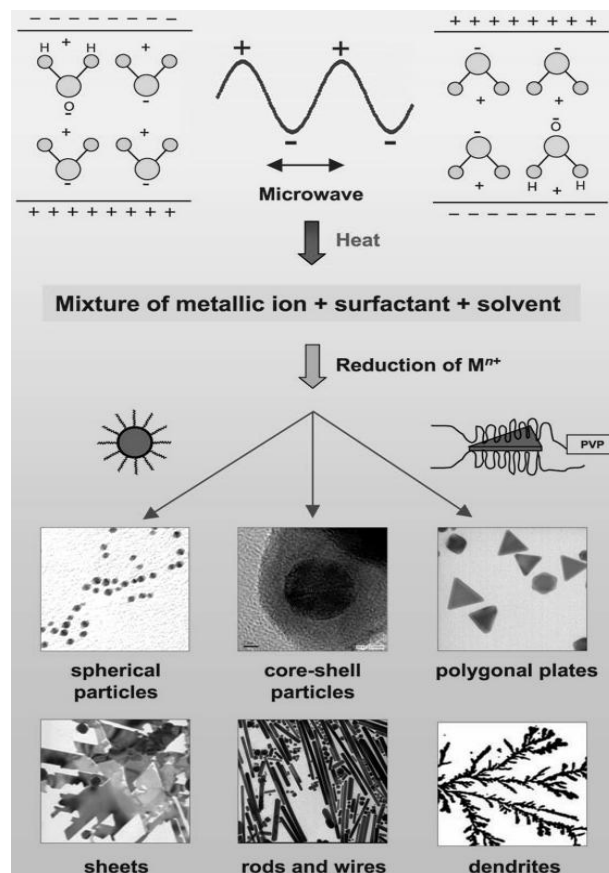
Tab. 2 Hodnoty dielektrických konstant a koeficienty dielektrických ztrát pro rozpouštědla organických syntéz [19]

Rozpouštědlo	Dielektrická konstanta $\epsilon$	Ztrátový úhel ( $\tan \delta$ ) <sup>1</sup>
Hexan	1,9	-
Benzen	2,3	-
Chlorid uhličitý	2,2	-
Chloroform	4,8	-
Kyselina octová	6,1	0,091
Ethylacetát	6,2	0,174
THF	7,6	0,059
Methylen Chlorid	9,1	0,047
Aceton	20,6	0,042
Ethanol	24,6	0,054
Methanol	32,7	0,941
Acetonitril	36,0	0,659
Dimethylformamid	36,7	0,062
Dimethylsulfoxid	47,0	0,161
Kyselina Mravenčí	58,4	0,722
Voda	80,4	0,123

---

<sup>1</sup> Hodnoty stanoveny pro 2,45 GHz při pokojové teplotě.

Mikrovlnná syntéza kovových částic, je specifická. Kovové nanočástice se pomocí působení mikrovlnného pole ukládají do několika formací. Vznik těchto struktur je závislý na reakčních podmínkách experimentu. Při zahřátí systému v mikrovlnném poli je zapotřebí, aby docházelo k redukci kovů, jako například u zlata, niklu či stříbra. Tato redukce probíhá v roztoku. Důležitým prvkem je vhodně zvolené rozpouštědlo a teplotní podmínky.



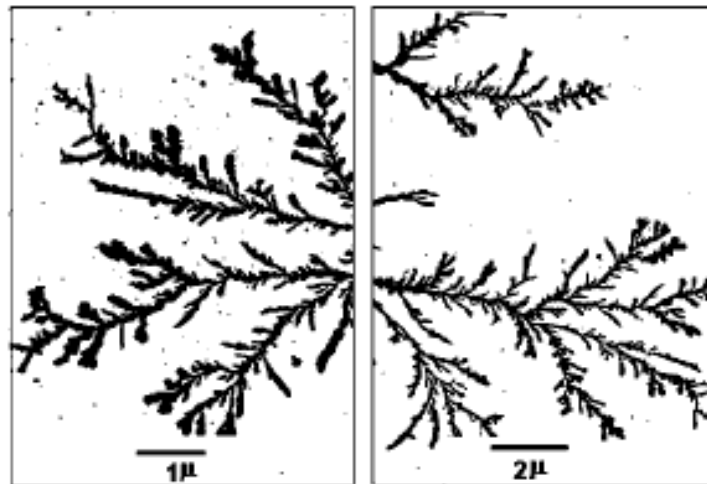
Obr. 8 Mikrovlnná syntéza kovových částic [14]

### 3 MIKROVLNNÁ SYNTÉZA STŘÍBRA

#### 3.1 Mikrovlnná syntéza nanočástic stříbra

Pro vznik nanostruktury stříbra je výhodná mikrovlnná polyolová metoda. Provádí se MW ohřevem přidáním redukčního rozpouštědla. V průběhu ohřevu začíná růst krystal stříbra ze zárodku, tím se mění zpravidla barva roztoku. Výhodné je použít rozpouštědlo o vysokém bodu varu, tím se docílí vyšší krystalinita látky. Podoba vzniklého krystalu závisí převážně na druhu rozpouštědla a koncentraci stříbrných iontů, dále pak závisí na teplotě ohřevu. Při použití rozpouštědla vody (bp 100°C), pyridinu (bp 115°C) a etanolu (bp 78°C) se z větší pravděpodobností vzniknou kulovité částice stříbra, protože zvolená rozpouštědla mají nízkou teplotu varu. Proto při nízkých teplotách vzniká amorfnní struktura polymeru. Za to např. u rozpouštědla DMF (bp 153°C) či PVP (bp 202°C) vzniknou trojúhelníkové nebo komolé nanohranoly o velikosti strany 50 – 100nm nebo nanotyčinky, trubky a dráty o rozměrech 20 – 200nm. Takto vzniklé systémy jsou krystalické povahy. V každém systému můžeme najít všechny typy struktur, ale podle zvolených podmínek bude jedna ze struktur převládat. Katalytické, optické a elektrické vlastnosti těchto systému jsou závislé na typu struktury a rozměrů daných substituentů nanostříbra [20].

Další možností je postupný přídavek iontů stříbra. Nejprve se přidá část iontu stříbra do připraveného roztoku. Částice stříbra se redukují nějakým vhodným rozpouštědlem např. PVP v mikrovlnném poli. Při redukci a zvýšené teplotě začnou růst krystaly ze zárodku. Po přidání dalších iontů stříbra reakce dále postupuje, zvyšuje se teplota a začnou se tvořit nové zárodky, na kterých začíná další růst krystalu, přičemž pořád probíhá růst krystalu ze zárodků starých center. Tento způsob má za následek, že vznikají krystalky, které mají dendritickou stromečkovou strukturu [21] Obr. 9.



Obr. 9 Růst krystalu ze zárodku – tvorba dendritické struktury [21]

### 3.2 Typy struktur nanostříbra

Nanostruktura stříbra se může vytvářet v 1D, 2D a 3D formacích. Předně jsou to plošné či kulové útvary, které vznikají působením mikrovlnného pole u rozpouštědel s nízkým bodem varu. Další formou jsou útvary prostorové (hranoly), které vzniknou působením mikrovlnného pole u rozpouštědel s vysokým bodem varu [22].

Typy morfologie nanočástic jsou rozdělené podle formace

Nanostruktura 1D

1. Tyčinky, dráty
2. Trubky

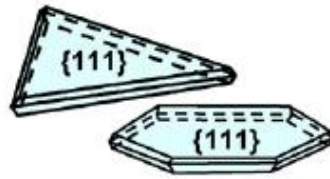
Nanostruktura 2D

3. Listy, desky

Nanostruktura 3D

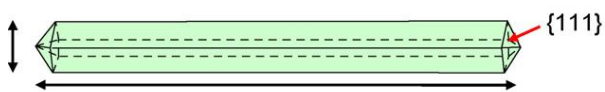
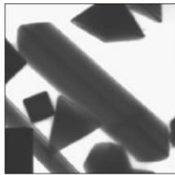
4. Koule
5. Krychle
6. Hranol



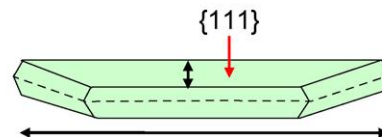
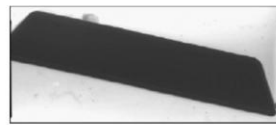


Listy, desky

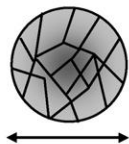
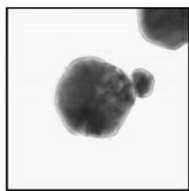
Tyčinka, drát



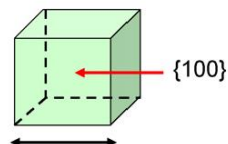
Plošná struktura - deska



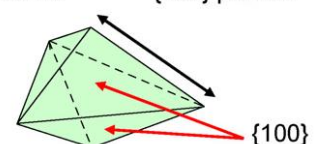
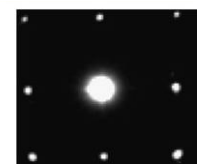
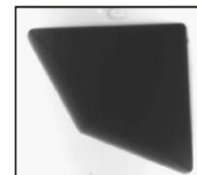
Sférická struktura



Krychlová struktura



Hranol - Triklinická struktura



Obr. 10 Nanotuktura stříbrných částic [23]

## 4 BAKTERIE

Bakterie jsou jednobuněčné organismy, které se od sebe liší morfologickými znaky, barvitelností, pohyblivostí, kultivačními nároky, biochemickými a fyzikálními vlastnostmi atd. Podle toho se také systematicky rozdělují [24].

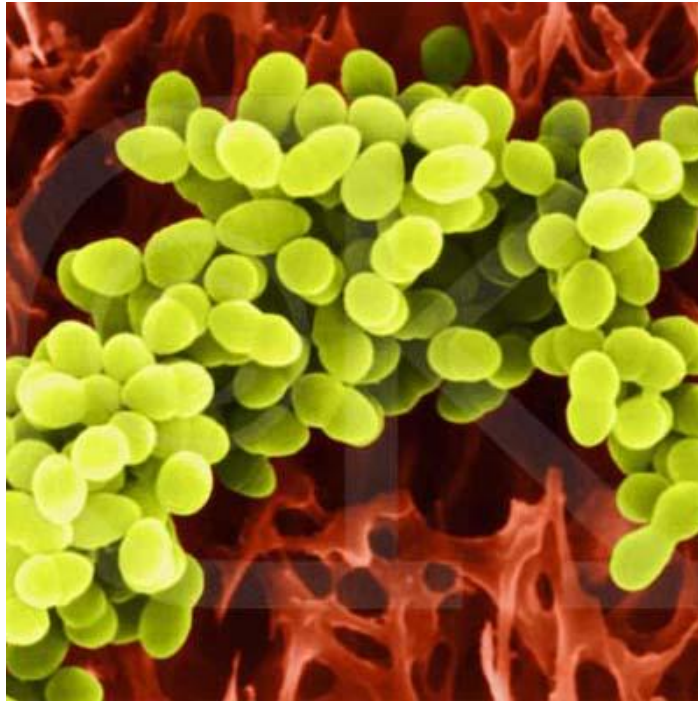
Zástupce bakterií řadíme do nadříše Prvojaderní (Prokaryota), říše Prvobuněční (Protocellulata) a oddělení Bakterie (Bacteria). Tloušťka bakterií se pohybuje zhruba od 0,2 do 2  $\mu\text{m}$  a délka od 1,5 do 5  $\mu\text{m}$ . Velikost bakterií je variabilní i u jedinců z jedné a téže čisté kultury a závisí také na stáří buněčné kultury, na růstové fázi i na kultivačních podmínkách. Bakteriální buňky jsou pleomorfní, tzn., že vykazují morfologickou diverzitu. Základní jsou tři tvary: kulovitý, tyčinkovitý a spirálovitý. Bakterie kulovitého tvaru pojmenováváme jako koky, tyčinkovité jako bakterie, mezi spirálovité patří např. spirochéty [25].

### 4.1 Rod *Staphylococcus*

Rod *Staphylococcus* řadíme mezi grampozitivní koky. *Staphylococcus* má aerobní i anaerobní metabolismus, zkvašuje cukry za tvorby organických kyselin. Tvoří žluté až oranžové kolonie, někdy bílé. Nejčastěji se vyskytuje na kůži a mukózních membránách teplokrevných zvířat a člověka [26].

*Staphylococcus aureus* je patogenní druh, způsobující např. anginu. Výskyt *S. aureus* v potravinách živočišného nebo rostlinného původu představuje závažný zdravotní a ekonomický problém. *S. aureus* tvoří buněčné exoprodukty nazývané enterotoxiny. Jde o bílkoviny s nízkou molekulární hmotností, které vedou k tzv. enterotoxikóze. Tu doprovází těžké zvracení, průjem, střevní a svalové křeče, bolesti hlavy, pocení a celková slabost. Stafylokokové infekce z jídla jsou obecně spojeny s ruční manipulací s potravinami [27].

Většina kmenů (kolem 80%) je rezistentní k penicilinu. Tento problém však řeší semisynthetické penicilináza-rezistentní peniciliny (oxacilin, meticilin, klaxacilin), penicilinové preparáty kombinované s enzymovými inhibitory beta laktamázy [28].



Obr. 11 Staphylococcus Aureus [29]

## 4.2 Escherichia coli

Escherichia coli je hlavním zástupcem bakteriální rodiny, Enterobacteriaceae, střevní bakterie, které jsou fakultativně anaerobní, Gramnegativní tyčinky, které žijí v trávicích trakttech jak zdravých, tak i nemocných zvířat a lidí. Z lékařského hlediska patří Enterobacteriaceae mezi nejvýznamnější bakterie. Několik druhů bakterií patří do skupiny střevních patogenů (např. Salmonella, Yersinia) a jiné tvoří přirozenou střevní mikroflóru (např. Escherichia coli, Enterobacter, Klebsiella), které jsou považovány za nepatogenní bakterie. E. coli je přirozeným obyvatelem střevní mikroflóry člověka, kde tvoří její převážnou část, ale ve srovnání s celkovým počtem všech bakterií tvoří jen malou část. Anaerobní druhy střevních bacilů v trávicím traktu převýší počtem E. coli přinejmenším v poměru 20:1. E. coli mohou infikovat dolní cesty dýchací, rány, způsobují infekty močových cest, bývají též obávanými původci meningitid u novorozenců [30].

Escherichia coli má jak respirační, tak i kvasný metabolismus. Zkvašuje cukry (např. glukosu, laktosu, některé pentosy a alkoholické cukry) za intenzivní tvorby kyselin a plynů. Tvoří z těchto cukrů hlavně kyseliny mléčnou, pyrohroznovou, octovou a mravenčí, přičemž část kyseliny mravenčí rozkládá na oxid uhličitý a vodík. Pro zjištění této bakterie v

potravinách nebo vodě se využívá její schopnosti zkvašovat laktosu za vzniku kyselin; příslušné diagnostické selektivní půdy totiž obsahují laktosu jako zdroj uhlíku, barvivo, které změnou barvy prokáže zkvašování laktosy [31].



Obr. 12 Escherichia coli [32]

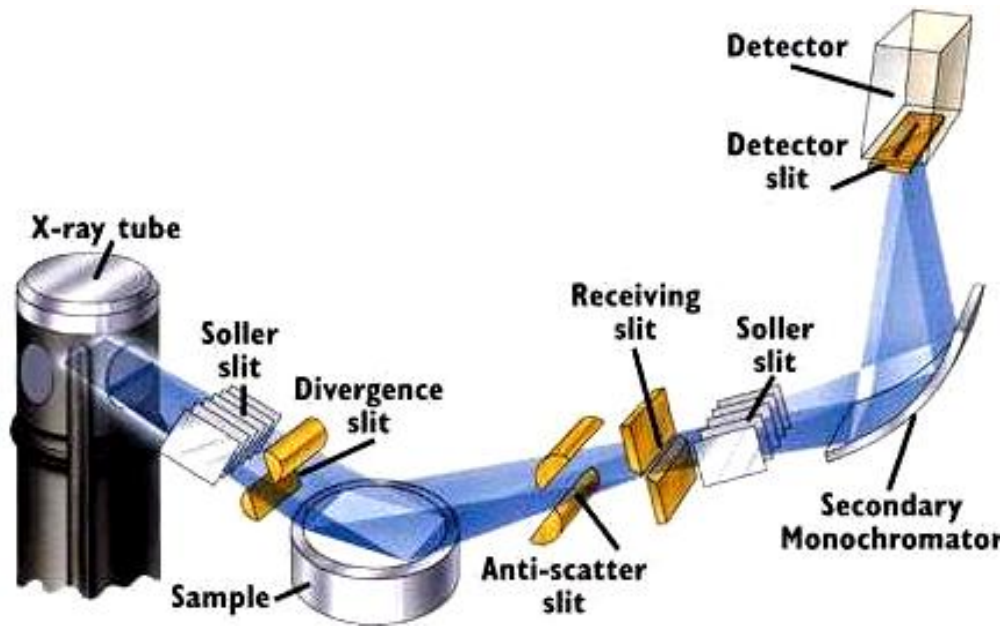
## 5 CHARAKTERIZACE MATERIÁLŮ A JEJICH ANTIBAKTERIÁLNÍCH VLASTNOSTÍ

### 5.1 FTIR

Jedná se o přístroje pracující na principu interference spektra, které na rozdíl od disperzních přístrojů měří interferogram modulovaného svazku záření po průchodu vzorkem. Tyto přístroje vyžadují matematickou metodu Fourierovy transformace, abychom získali klasický spektrální záznam. FTIR spektrometry vykazují celou řadu výhod. Při měření dopadá na detektor vždy celý svazek záření. Takové uspořádání umožňuje i experimenty, při nichž dochází k velkým energetickým ztrátám, tj. měření silně absorbujících vzorků nebo měření s nástavci pro analýzu pevných či kapalných vzorků v odraženém světle - reflektanční infračervená spektroskopie. Rozvoj FTIR spektrometrie umožnil i rozvoj infračervené mikroskopie [33].

### 5.2 Rentgenometrické metody

Nejrozšířenějším způsobem studia struktury látek jsou rentgenometrické metody (metody rentgenové difrakční analýzy) [34]. Je to řada metod založených na interakci rentgenového záření (paprsků X) s hmotou, v našem případě s krystalem. Vedle rentgenových difrakčních metod se pro studium struktury krystalů také využívá interakce elektronů (elektronová difrakční analýza) nebo neutronů (neutronová difrakční analýza) s krystalem, ovšem méně často. Rentgenové záření je elektromagnetické záření stejné fyzikální povahy jako světlo, ale jeho vlnová délka se pohybuje v oboru  $10^{-11}$  až  $10^{-8}$  m. Protože vzdálenost mezi stavebními částicemi ve strukturách krystalů je obvykle řádově  $1 \cdot 10^{-10}$  m (= 1 Å), využívá se v praxi pro strukturní analýzu krystalů záření o obdobné vlnové délce. Při průchodu rentgenového záření strukturou krystalu dochází k jevu, který se nazývá difrakce. Ze studia tohoto jevu se vychází při řešení struktury krystalu [35].



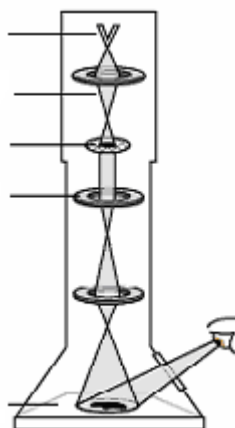
Obr. 13 Obr. Schéma roentgenové difraktometrie dle [36]

X-ray tube – Roentgenova lampa, Soller slit – Usměrňovač záření, Divergence slit – Štěrbina na vstupu omezující divergenci paprsků, Sample – Vzorek, Receiving slit – Štěrbina vymežující svazek dopadající do detekčního systému, Secondary monochromator – monochromátor, Detector slit – Štěrbina detektoru, Detector – Detektor záření

### 5.3 Elektronová mikroskopie

Transmisní elektronová mikroskopie (TEM) je technika používaná pro analyzování morfologie, krystalografie struktury, a dokonce kompozici vzorku. TEM poskytuje mnohem vyšší prostorové rozlišení než SEM, a může usnadnit analýzu na molekulární úrovni (v rozsahu několika nanometrů). Používá se energie elektronového paprsku v rozsahu 60 až 350keV [37]. TEM obsahuje zdroj elektronového svazku, elektromagnetické čočky a preparát umístěný na mechanický stolek. Pro TEM se používají vysokonapěťové zdroje, elektronika k řízení mikroskopu a výkonný vakuový systém, který vyčerpává vnitřní mikrovlnný prostor na hodnotu, která zabezpečí střední volnou dráhu elektronu alespoň 3m. [38]. Pomocí TEM se zkoumá struktura částic nanomateriálů, jeho uspořádání a rozmístění v polymerní matici. Např. [39].

Skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie – SEM Principem SEM je elektronový svazek, který rastruje objekt a vznikající záření z interakce svazku s objektem moduluje jas televizní obrazovky. Pomocí SEM lze zkoumat vzorky, se statistickým zvětšením. Metoda je vhodná pro zkoumání vzorků s různým povrchem morfologie, topografií povrchu [40].



Obr. 14 Schéma transmisního elektronového mikroskopu [39]

#### Elektronová mikroanalýza

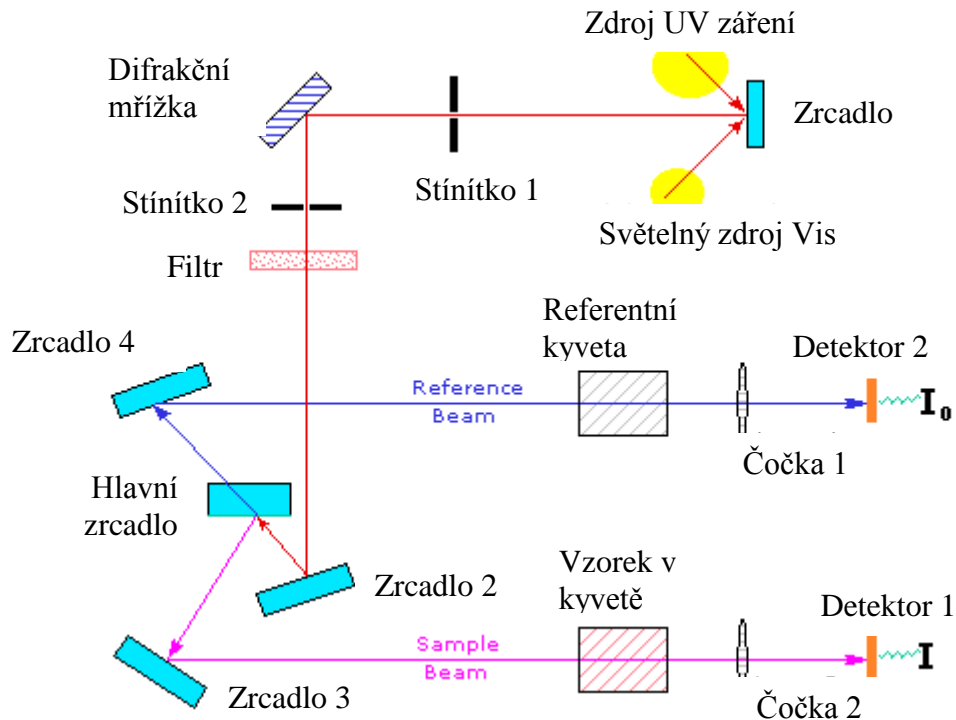
Základním prvkem elektronového mikroanalyzátoru je elektronová tryska, které produkuje vysoce urychlené primární elektrony. Ty jsou zaostřeny na povrch preparátu do plochy o průměru pouhých 0,1 – 3 $\mu$ m. Sekundárně emitované částice jsou analyzovány. Elektronová mikroanalýza umožňuje pouze prvkovou analýzu, nikoliv chemickou analýzu. Není možno charakterizovat některé důležité skupiny (např. OH- a H<sub>2</sub>O). Metoda neumožňuje identifikaci polymorfních modifikací téže sloučeniny. I přes tato omezení představují dnes metody elektronové mikroanalýzy nejpoužívanější způsob chemické analýzy materiálů [41].

## 5.4 UV-VIS

Mnoho organických sloučenin absorbuje záření v ultrafialové a viditelné oblasti spektra s vlnovými délkami 180 až 800nm. Oblast s vlnovými délkami 400 – 800nm je viditelná oblast vnímatelná lidským okem. Nejvíce se pracuje blízkosti ultrafialové oblasti při vlnových délkách 200 – 400nm.



Když na molekulu látky působí UV anebo viditelné záření, nastává jeho absorpce a energetický stav molekuly se zvyšuje. Absorbované záření způsobuje přechod elektronů do vyššího energetického stavu [42].



Obr. 15 Schéma UV-VIS metody [43]

Paprsek světla z viditelné anebo UV viditelné záření zdroje (červená barva) je rozdělen hranolem nebo optickou mřížkou. Každá monochromatická (jednotlivá vlnová délka) paprsku je rozdělena na dva stejné paprsky. Paprsek vzorku (fialová barva), projde skrz kyvetu obsahující roztok. Další paprsek (barva modrá), projde skrz stejnou kyvetu obsahující jen rozpouštědlo. Intenzita těchto svazků světla je pak změřena elektronkovými detektory a srovnána. Měří se absorpce.

Absorbce je představovaná jako transmitance

$$T = I/I_0$$

$I$ ..... Dopadající zářivý tok

$I_0$  ..... Prošlý zářivý tok

nebo absorbance

$$A = -\log T = \log I_0/I$$



Jestliže absorpce záření je nulová, pak transmitance je jedna (100%). Vlnová délka maxima absorbance je charakteristická hodnota, kterou označujeme  $\lambda_{\max}$ .

Vhodné rozpouštědla jsou voda, etanol, hexan. Pomocí UV/VIS spektroskopie lze identifikovat neznámé látky a stanovit koncentraci známých látek. Rozpouštědla pro UV spektroskopii musí mít vhodné rozpouštěcí vlastnosti a propouštět UV záření v širokém spektru.

## 5.5 Mechanické zkoušky

### 5.5.1 Tahová zkouška

Tahová zkouška je založena na protahování zkušebního tělesa ve směru své hlavní podélné osy konstantní rychlostí do jeho porušení (což může být přetržení zkušebního tělesa) nebo do toho okamžiku, kdy napětí v tahu nebo protažení dosáhnou předem zvolené hodnoty. U zkoušky se měří zatížení působící na zkušební těleso a také prodloužení. Při tahových zkouškách můžeme vycházet z následujících norem ČSN EN ISO 527-1 a ČSN EN ISO 527-3, kde se analyzuje stupeň anizotropie mechanických vlastností folií termoplastů.

Příslušné normy uvádí:

1. Tvar zkušebních těles:

Oboustranné lopatky, pásy – plasty

Kroužky se používají většinou u pryží ve dvou rozměrech:

1.) vnitřní průměr 44,6mm a tloušťka stěny 4mm, nebo

2.) vnitřní průměr 8mm, tloušťka stěny 1mm.

Tloušťka do 1mm fólie – pásy

Tloušťka nad 1mm deska – lopatky

2. Počet zkušebních těles (anizotropie).

3. Způsob měření rozměrů.

4. Upínání zkušebních těles (mechanicky, pneumaticky).

5. Rychlost provádění zkoušky.

## 5.6 Antibakteriální zkoušky

### 5.6.1 Kultivace bakterií

Kultivace je nejdůležitější diagnostickou metodou přímého důkazu většiny bakterií. Na kultivačních půdách určených pro diagnostiku bakterií rostou obvykle také kvasinky a plísně. V diagnostice bakterií užíváme tzv. kultivace statické, kdy bakterie narostou v ohraničeném množství kultivační půdy, např. ve zkumavce nebo Petriho misce. Jejich růst probíhá podle růstové křivky, kterou lze matematicky definovat. Po vyčerpání živin nebo po nahromadění metabolitů, které je obvykle spojeno s posunem pH, se růst zastavuje. Proto bakterie na stejné kultivační půdě vytvoří za stejnou dobu morfologicky stejné nebo podobné kolonie. Podle jejich vzhledu můžeme některé bakterie zařadit do rodu, nebo zúžit široké spektrum metod dalšího určování.

Kontinuální kultivace (nebo též submersní kultivace) se užívá při výrobě antibiotik nebo v potravinářském průmyslu.

1. Kultivace slouží k přímému průkazu bakterií v klinickém materiálu.
2. Kultivací zjistíme, zda se jedná o jeden druh či několik druhů bakterií.
3. Cílem kultivace je získání čisté kultury bakterií, složené z bakterií stejného rodu i druhu, čistou kulturu užijeme k bližšímu určení bakterií diagnostickými metodami, např. mikroskopií, biochemickým určením, antigenní analýzou.
4. U některých bakterií můžeme podle morfologie kolonií na pevných půdách určit rod nebo alespoň skupinu rodů [44].

### 5.6.2 Příprava půd

Většinu půd se připravuje ze sušených základů, komerčně vyráběných firmami. Podle návodu výrobce se rozpustí potřebné množství sušené půdy a rozvaří se při 100°C ve vodní lázni nebo v Arnoldově přístroji a zkontroluje se pH. Půdy tekuté se rozplní do sterilních zkumavek a zazátkují se. Zkumavky se pak sterilizují v autoklávu po dobu 20 - 30 minut při teplotě 115–21 °C.

### 5.6.3 Očkování půd

Očkováním rozumíme přenesení malého množství bakterií nebo vzorku vyšetřovaného materiálu do čerstvé tekuté nebo pevné půdy. Očkovat na půdy je nutno v čistém prostředí bez proudícího vzduchu. V místnosti je nutno zabránit prudšímu pohybu dalších osob a průvanu. Vlastní očkování je nutno provádět asepticky, aby nedošlo ke kontaminaci. [30]

#### Typy očkování

1. Očkování do tekuté půdy
2. Očkování na šikmý agar
3. Očkování půd v Petriho misce



Obr. 16 Vedení očkovacích čar [44]

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 6 CÍL DIPLOMOVÉ PRÁCE

Cílem práce je sestavit mikrovlnnou aparaturu z dostupných komponent na trhu. Mikrovlnná pec bude obsahovat zpětný tokový systém, aby nedocházelo k riziku vzplanutí nebo explozi předpokládaných organických rozpouštědel. Pomocí této aparatury je cílem připravit co možná nejjednodušeji a nejrychleji materiály obsahující nanočástice stříbra, tak aby požadovaný materiál měl antibakteriální účinky. Jeho vlastnosti budou charakterizovány metodami dostupných na FT eventuelně na spolupracujících ústavech.

## 7 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

### 7.1 MW aparatura

Byla zakoupena mikrovlnná pec CWR-TECH s maximálním výkonem 700W, pracovní frekvence MW pece je 2,45GHz. Do středu horní desky pece byl vyvrtán otvor skrz o průměru 42mm. Do otvoru se umístila hliníková vložka o síle stěny 5mm proto, aby zabránila působení mikrovln na vnější okolí. Do zbylého otvoru byl prostrčen chladicí systém s možností výměny tepla s okolím, respektive se zpětným chladičem. Tudíž nemohlo dojít k přehřátí zahřívacího systému. Spotřeba energie byla sledovaná přístrojem ENERGY CHECK 3000 Voltcraft<sup>®</sup>, její hodnota byla zaznamenána do tabulky.

Aparatura je složena z několika hlavních částí: mikrovlnná pec, obměrná baňka se zábrusem, prodlužovací nástavec, odplyňovací nástavec, přikapávací nástavec, zpětný chladič viz Obr. 17.

Funkce jednotlivých dílů

**Mikrovlnná pec** – je zdrojem mikrovlnné energie

**Reakční baňka** – slouží k uložení vzorku, je místem kde probíhá experiment

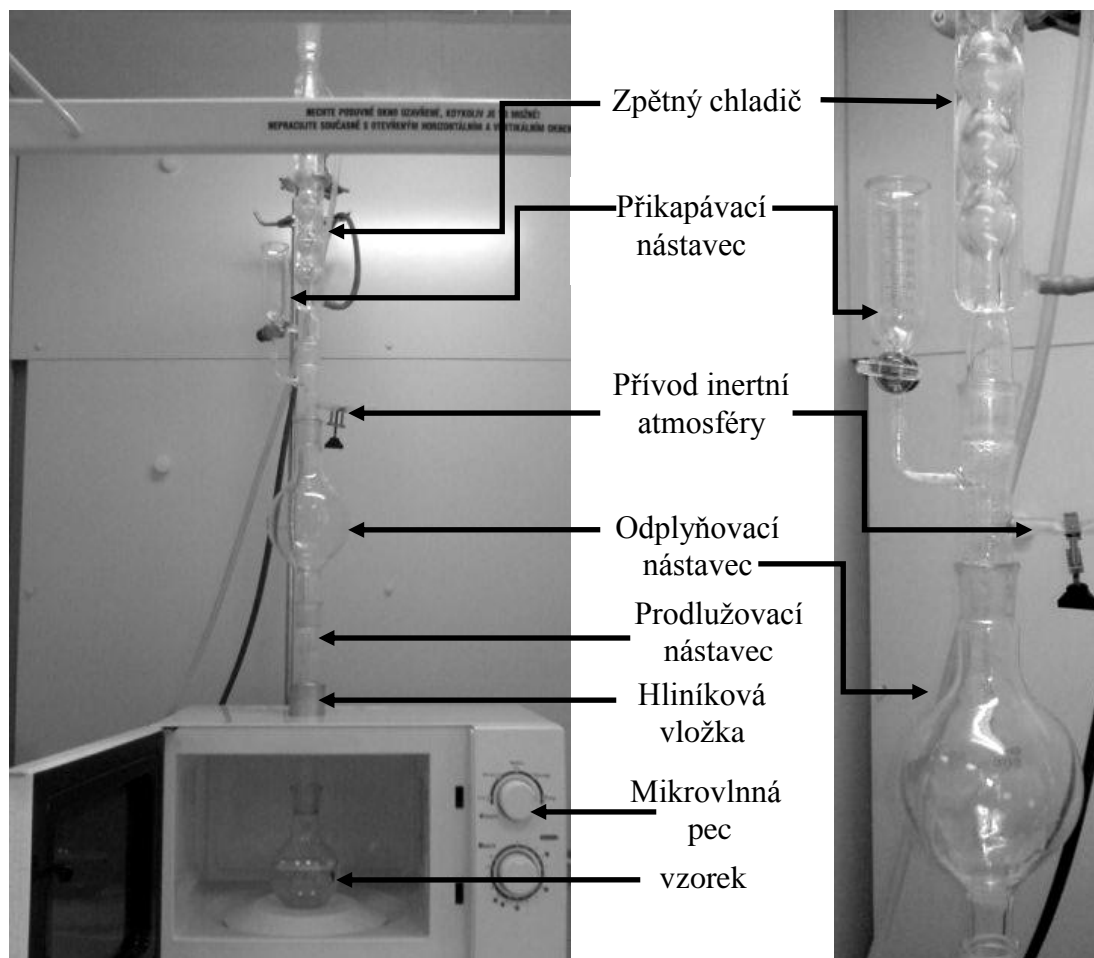
**Prodlužovací nástavec** – spojení reakční baňky s vnějším chladicím systémem.

**Odplyňovací nástavec** – jeho rozšířená část zabraňuje případným explozivním a nečekaným unikům přehřáté kapaliny.

**Přikapávací nástavec** – umožňuje i v průběhu experimentu přidávat do procesu kapaliny.

**Zpětný chladič** – dochází v něm ke kondenzaci a kondenzovaná kapalina se vrací zpět do reakční nádoby, tím nedochází k úniku par ze zahříváního systému.

**Hliníková vložka** – stíní případné mikrovlnné záření způsobené působením MW pole. Tím zabraňuje působení MW záření vně přístroje na živé organismy.



Obr. 17 Mikrovlnná aparatura

## 7.2 Použité materiály a chemikálie

Při laboratorních pokusech byly použity následující chemikálie:

Polyvinylalkohol	Hydrogen. 18,0 – 18,8%, $M_w$ 47000, $P_n = 100$ Fluka Ecn. 2091833
Dusičnan stříbrný	$AgNO_3$ , $M_r = 169,87g/mol$ , obsah nečistot 0,05% Výrobce – firma Penta Chrudim
Kyselina dusičná	$HNO_3$ , $c = 65\%$ , $M_r 63,01g/mol$ , $\rho = 1400kg/m^3$ Výrobce – firma Penta Chrudim
Destilovaná voda	$H_2O$
Aceton	$CH_3COCH_3$ , $M = 58,08g/mol$ , $\rho = 791kg/m^3$ , obsah nečistot 0,05%, Výrobce – firma Penta Chrudim

## 7.3 Příprava materiálů a vzorků

### 7.3.1 Základní materiály – SERIE A

Vzorky PVA s odlišnou koncentrací  $\text{AgNO}_3$  byly připraveny s použitím rozpouštědla následujícím způsobem. 80g vodného polymerního roztoku PVA bylo připraveno rozpuštěním polymerních granulí v destilované vodě při  $80^\circ\text{C}$  při kontinuálním míchání. Poté disociovaný PVA byl převeden do odměrné baňky a umístěn do mikrovlnné pece, kde na něj 10minut působilo mikrovlnné záření. Pak se do roztoku nalil přes překapávač v 10g destilované vody rozpuštěné množství  $\text{AgNO}_3$ . Tento roztok byl vystaven MW záření na dobu 20minut. Vzorek byl odlit do Petriho formy o průměru 14cm a sušen na vzruchu při teplotě  $25^\circ\text{C}$  po dobu 48hodin. Popis přípravy vzorků a zkušebních tělísek je uveden dále u jednotlivých metod.

Spotřeba energie byla sledovaná přístrojem ENERGY CHECK 3000 Voltcraft<sup>®</sup>, a odpovídá deklarovanému příkonu zařízení, tj. 1kW.

Tab. 3 Příprava materiálu pro základní sérii (v hmotnostních procentech)

SERIE A	Vzorek	Koncentrace $\text{AgNO}_3$ (hmot. %)	Vypočítaný obsah $\text{Ag}^+$ (hmot. %)	Hmotnost $\text{AgNO}_3$ (g)	Hmotnost $\text{Ag}^+$ (g)
1	PVA	0	0	0	0
2	PVA/Ag 0,5	0,76	0,5	0,079	0,062
3	PVA/Ag 1	1,52	1	0,160	0,125
4	PVA/Ag 3	4,56	3	0,495	0,387
5	PVA/Ag 5	7,60	5	0,854	0,668
6	PVA/Ag 7	10,64	7	1,238	0,969
7	PVA/Ag 9	13,68	9	1,651	1,292

### 7.3.2 Stupňovitý přídavek $\text{AgNO}_3$ – SERIE B

Byl připraven vzorek o koncentraci 0,854g  $\text{AgNO}_3$  následujícím způsobem. PVA se rozpustil v 80g destilované vody, jak v předešlém případě. Mezi tím se připravil roztok  $\text{AgNO}_3$ . V 10g destilované vody bylo rozpuštěno 0,16g dusičnanu, který byl následně přilít do roztoku s PVA. Takto sloučený disociovaný roztok byl převeden do odměrné baňky a umístěn do mikrovlnné pece, kde na něj 10minut působilo mikrovlnné záření. Po dokončení operace se do roztoku nalil přes přikapávač další rozpuštěný roztok dusičnanu o hmot-



nosti 0,694g rozpuštěný v 10g destilované vody. Tento roztok byl vystaven MW záření na dobu 20minut. Vzorek byl odlit do Petriho formy o průměru 14cm a sušen při teplotě 25°C po dobu 48hodin.

## 7.4 Charakterizace materiálů

### 7.4.1 RTG difrakce

Z každé fólie byl vystřižen vzorek o velikosti 2 x 1cm, měřil se rengenová difrakční spektra v uspořádání na průchod pomocí přístroje Difraktometr AxP1. Zvolený rozsah úhlů byl od hodnoty 32 - 45°.

### 7.4.2 UV VIS

Měření proběhla s pomocí přístroje AvaSpec 2048-2. Byly vystřiženy vzorky z fólie o velikosti 2 x 1cm byly. Měřila se absorbance vzorků. Pro účely srovnání vlastností různě tlustých fólií byla hodnota absorbance přepočítána na optickou hustotu (podíl absorbance a tloušťky vzorku).



Obr. 18 UV-VIS spektrometr AvaSpec 2048-2

### 7.4.3 Optický mikroskop

Měření proběhlo na binokulárním mikroskopu značky Olympus CX31. Pracovní zvětšení přístroje bylo 40x – 400x

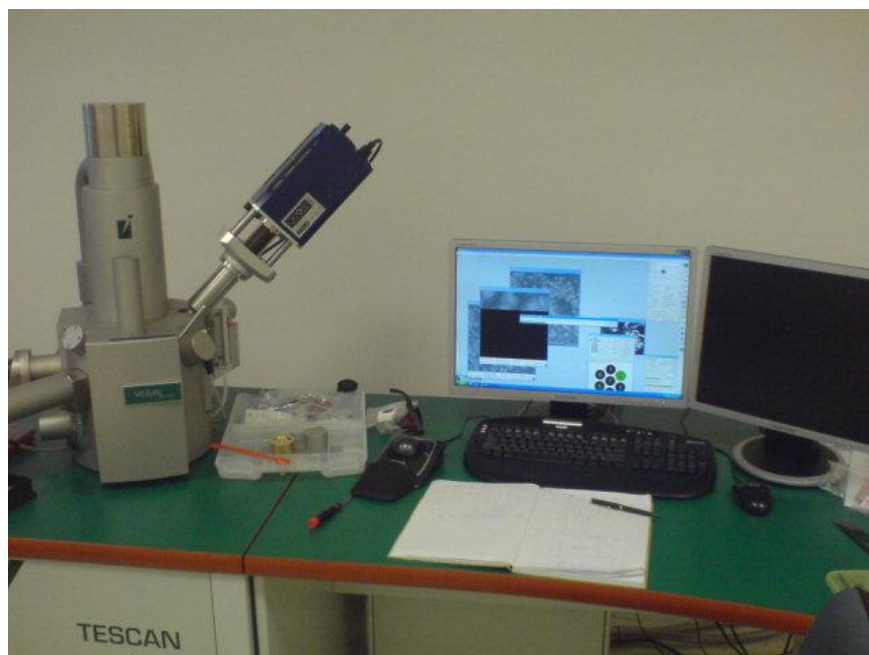
Vzorky o velikosti  $0,5 \times 0,5\text{cm}^2$  byly vystříženy z fólie. Pomocí digitálního fotoaparátu byly zaznamenány obrazy vzorků při vhodných zvětšeních.



Obr. 19 Mikroskop Olympus CX 31 binokulár

#### 7.4.4 SEM

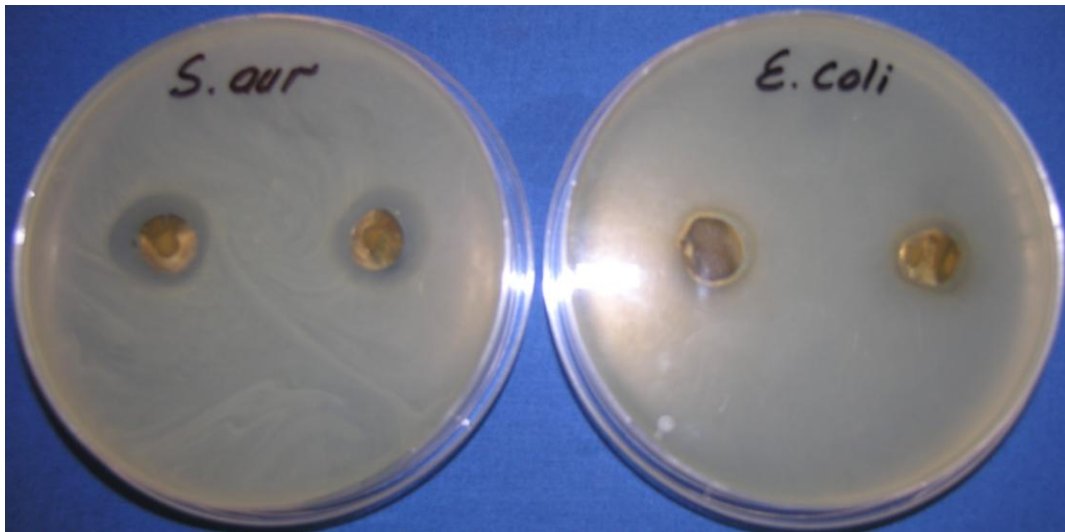
Z fólie byl vystřížen kruh o průměru 0,5cm. Vzorky byly pozorovány z horní i spodní strany na přístroji Tescan Vega II LMU. Měření se provádělo za podmínek nízkého vakua, kvůli malé vodivosti vzorků.



Obr. 20 Scanovací elektronový mikroskop Vega II LMU

#### 7.4.5 Antibakteriální test

Z každého vzorku byla vyseknuta 4 tělíska o průměru 8mm. Ta byla umístěna na živou půdu, do které byla před tím naočkována bakterie *Escherichia coli* nebo *Staphylococcus aureus*. Po 24 hodinách inkubace při teplotě 37°C se zjišťovala velikost inhibiční zóny (kruhová zóna, bez bakteriálního osídlení) tak, že se její průměr změřil v 5 směrech a aritmetický průměr byl používán pro další výpočty.



Obr. 21 Test antibakteriálních účinků, ukázka.

#### 7.4.6 Měření vodivosti

Měření vodivosti se provádělo na zařízení HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER, pracovní frekvence byla v rozsahu 100Hz -10kHz. Čtvercová tělíska o straně 1,5cm byla uchycena mezi kruhové elektrody tak, aby se okraje nedotýkala okolních částí držáku, viz Obr. 22.



Obr. 22 HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER

Měřily se veličiny:

- impedance  $Z$  [ $\Omega$ ]
- kapacita  $C$  [F]
- vodivost  $G$  [S]
- ztrátový faktor  $tg \delta$

#### 7.4.7 Tahové zkoušky

Měření proběhlo na univerzálním zkušebním stroji vhodný pro tah, tlak, ohyb, značky ZWICK 1456. Měřila se deformace a napětí při přetržení. Měření probíhalo podle tahové normy pro plasty ČSN EN ISO 527-1. Z fólií byly vystřiženy tahové tělíska o velikosti 8x 1,5cm, tloušťka tělísek se pohybovala od 200 – 350 $\mu$ m. Rychlost odtahu byla 50mm/min. Takto připravená zkušební tělesa byla kondicionována v exsikátoru pro dosažení konstantní vlhkosti po dobu 24hodin při laboratorní teplotě a vlhkosti 60%. Měřila se série 4 stejných tělísek jednoho vzorku. Z každé série se spočítal aritmetický průměr a vypočítala se směrodatná odchylka.



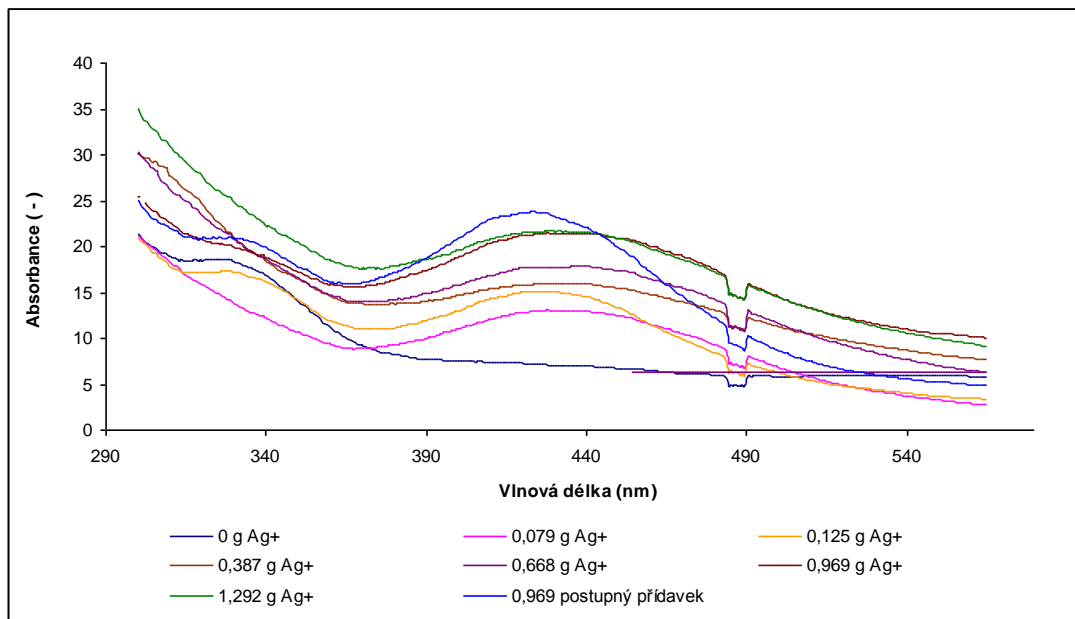
Obr. 23 Univerzální zkušební stroj ZWICK 1456

- měřené veličiny: - mez pevnosti – maximální dosažené napětí  $\sigma$  [MPa]  
- napětí při přetržení  $\sigma_b$  [MPa]

- Youngův modul pružnosti v tahu  $E$  [MPa] do 0,5% deformace
  - maximální dosažená dosažená deformace  $\varepsilon$  [%]
  - maximální dosažené prodloužení  $\Delta l$  [mm]
  - deformace při přetržení  $\varepsilon_b$  [%]
  - prodloužení při přetržení  $\Delta l_b$  [mm]
- pozn.: hodnoty  $\varepsilon$  [%],  $\Delta l$  [mm],  $\varepsilon_b$  [%],  $\Delta l_b$  [mm] byly získány z posuvu extenzometru

## 8 VÝSLEDKY

Graf. 1 Závislost absorpance na vlnové délce u vzorků s různou koncentrací Ag<sup>+</sup>



Vztah výpočtu optické hustoty A/d

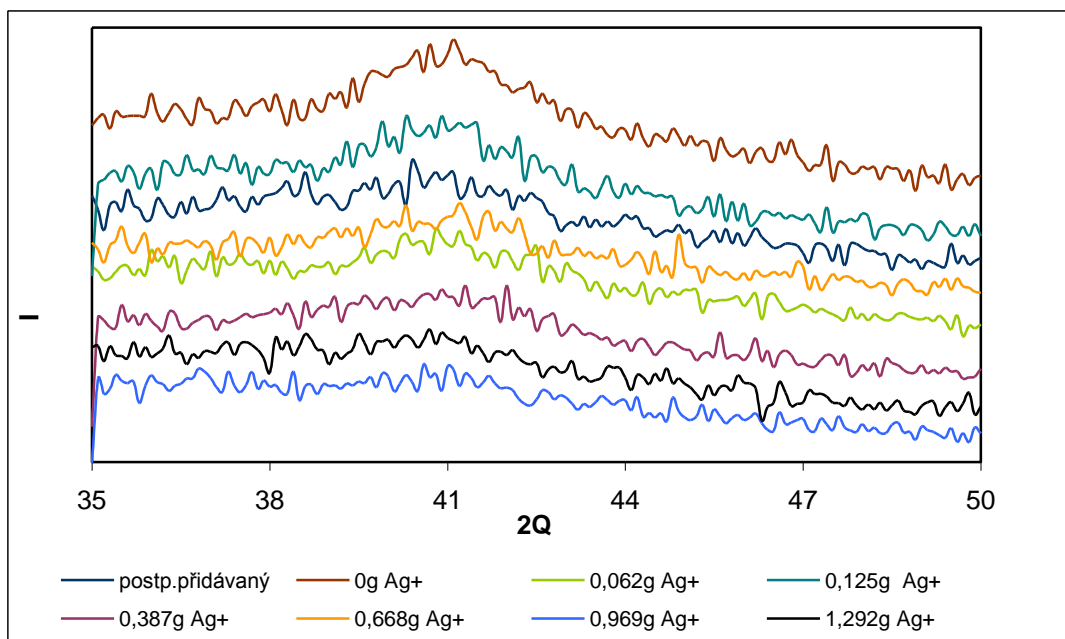
$$\frac{A}{d} = D$$

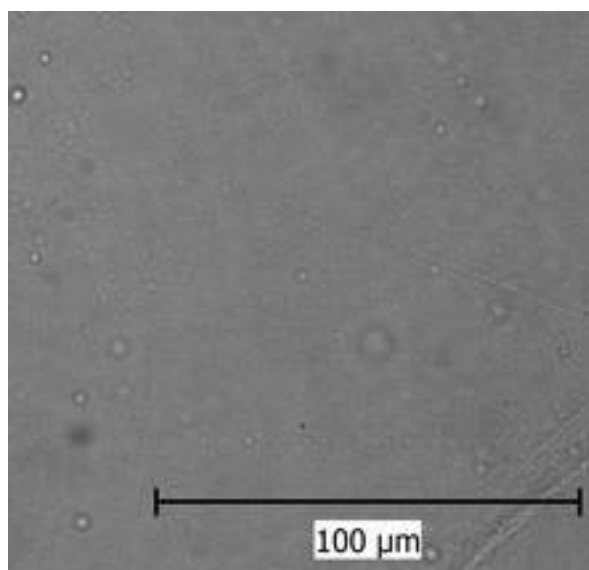
D... Optická hustota (cm<sup>-1</sup>)

d ... Tloušťka vzorku (mm)

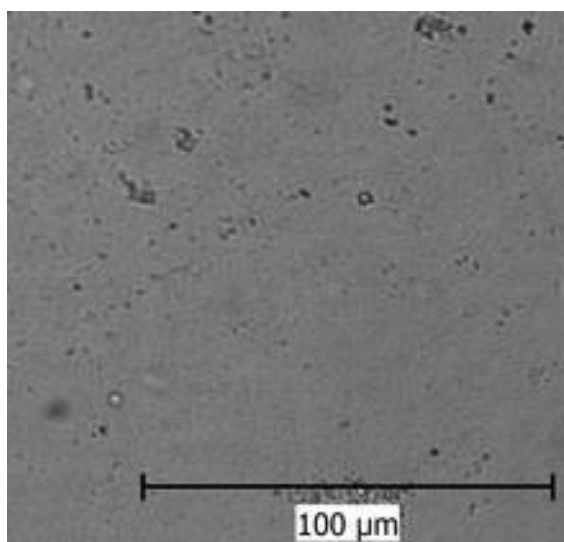
A ... Absorbance (-)

Graf. 2 RTG difrakce u vzorků A+B

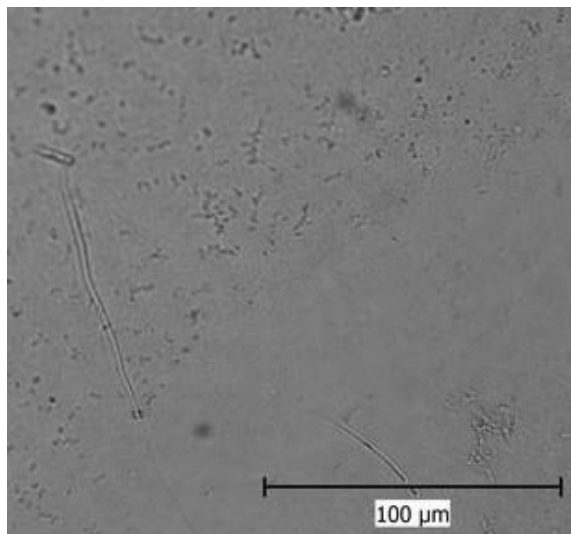




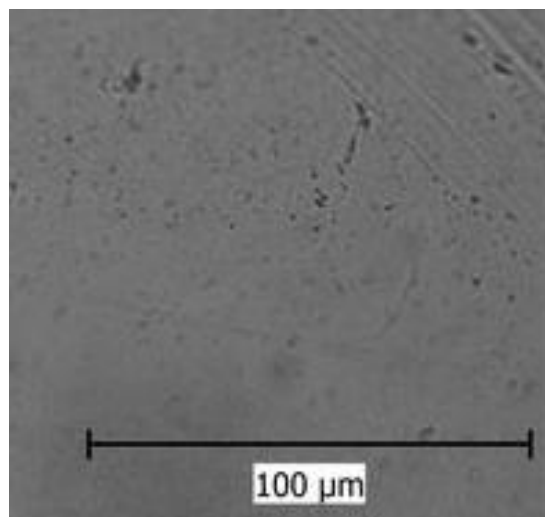
Obr. 24 Vzorek A<sub>1</sub>, zvětšení 400x



Obr. 25 Vzorek A<sub>2</sub>, zvětšení 400x

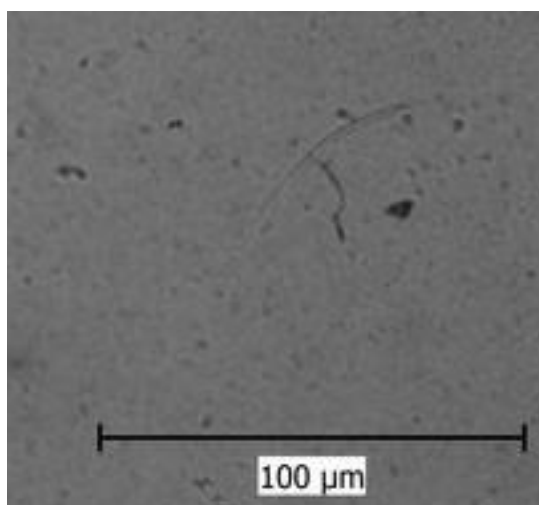
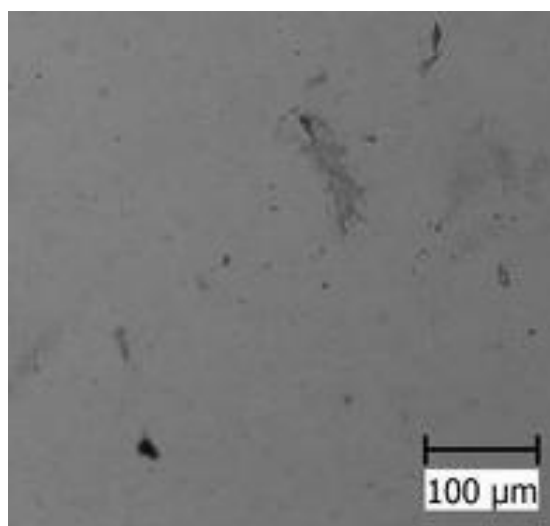


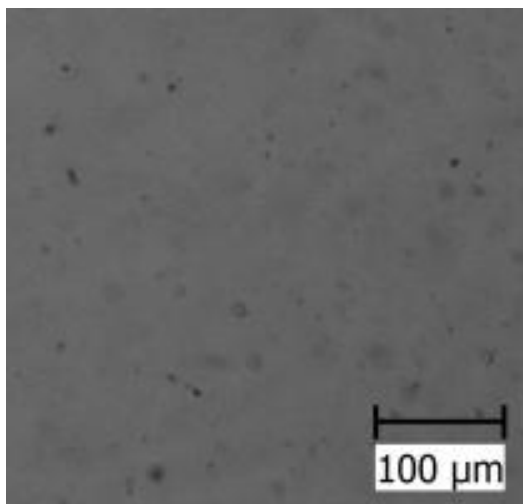
Obr. 26 Vzorek A<sub>3</sub>, zvětšení 400x



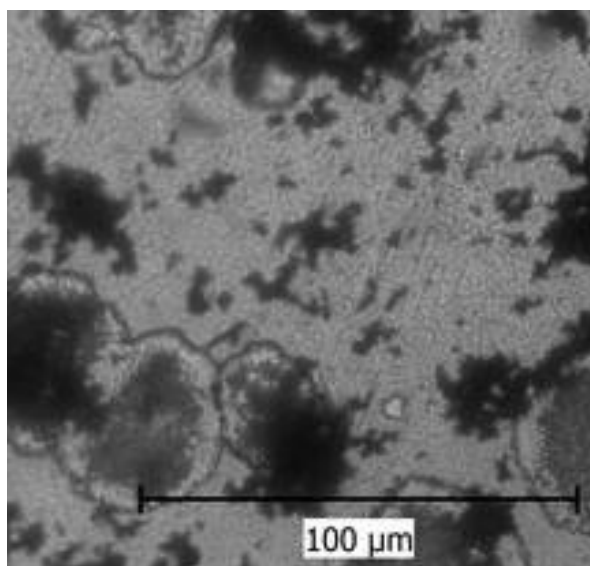
Obr. 27 Vzorek A<sub>4</sub>, zvětšení 400x



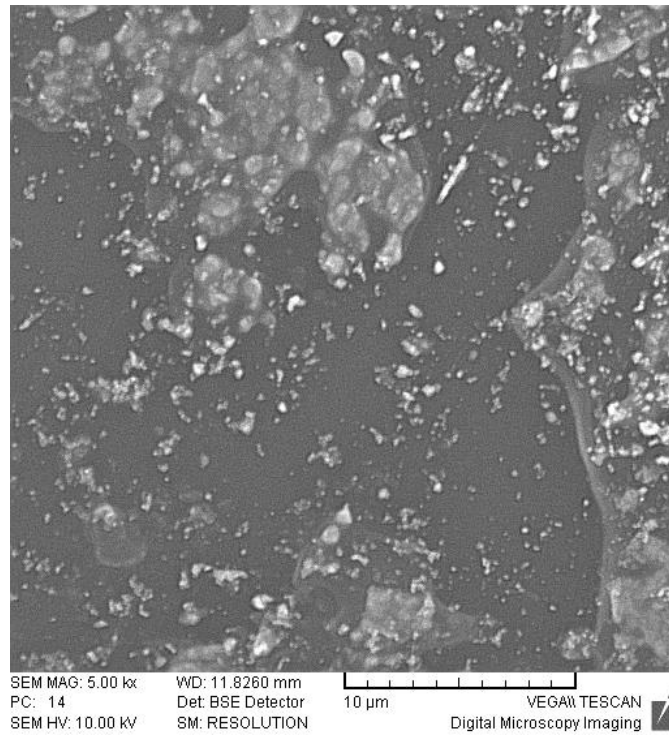
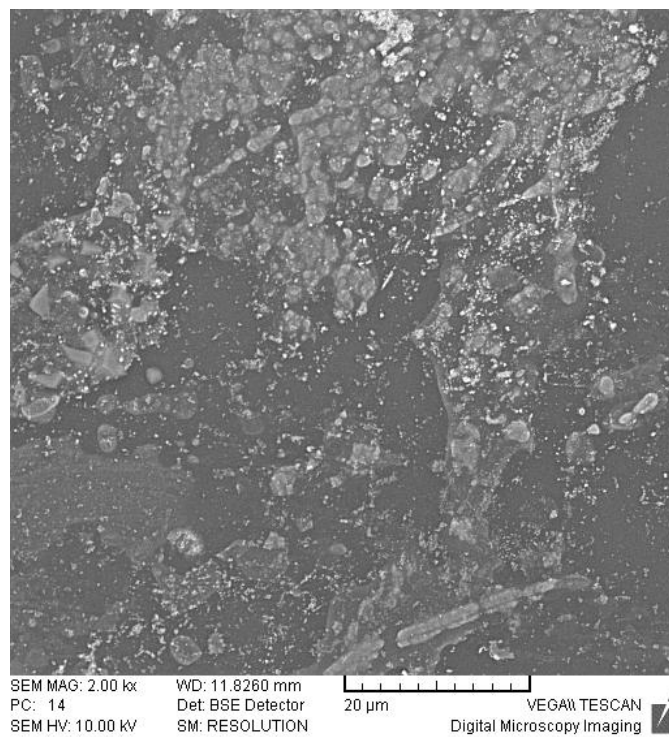
Obr. 28 Vzorek A<sub>5</sub>, zvětšení 100xObr. 29 Vzorek A<sub>6</sub>, zvětšení 100x

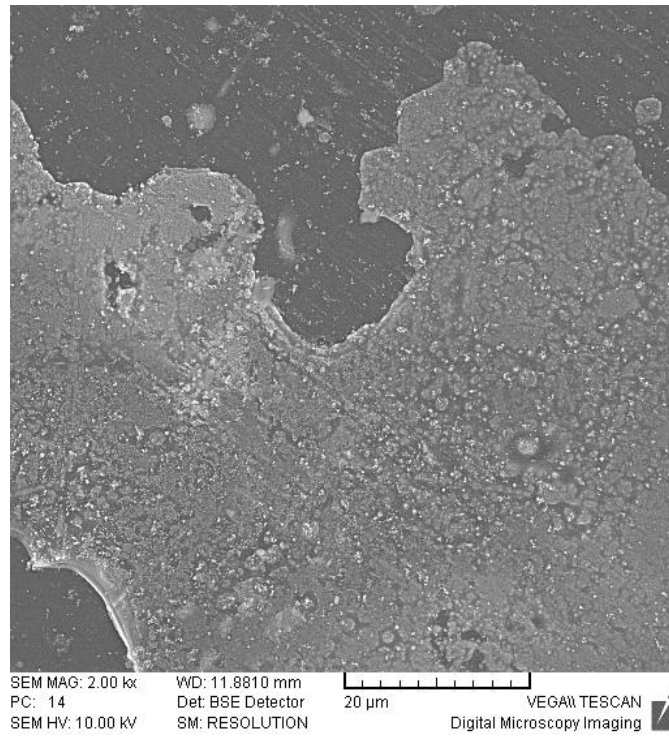
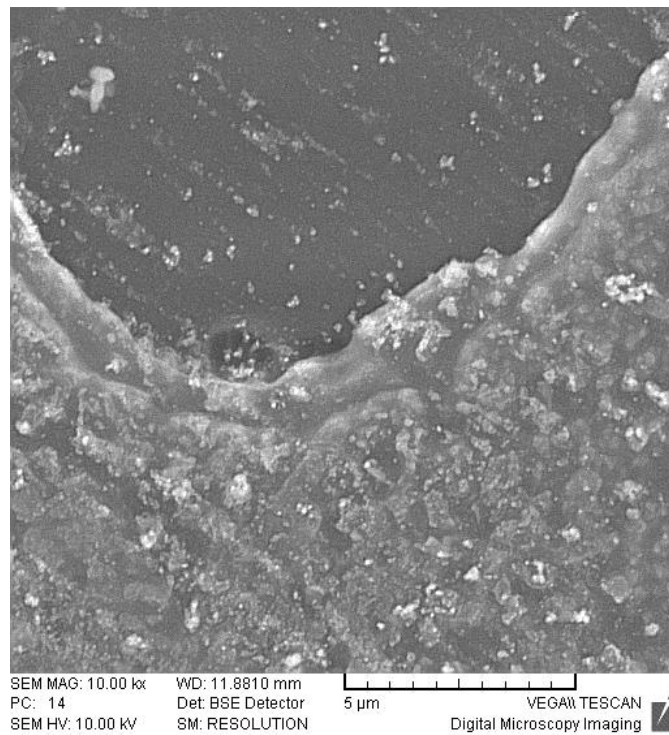


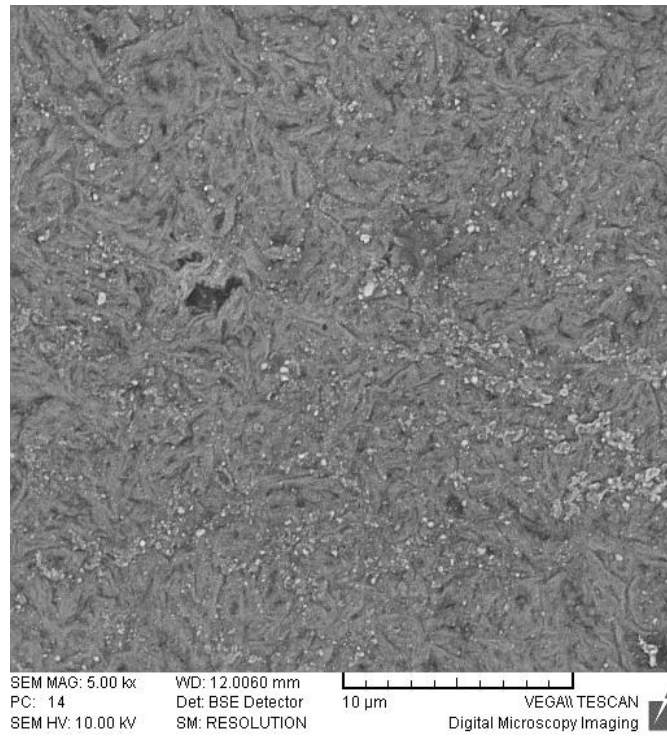
Obr. 30 Vzorek A<sub>7</sub>, zvětšení 400x



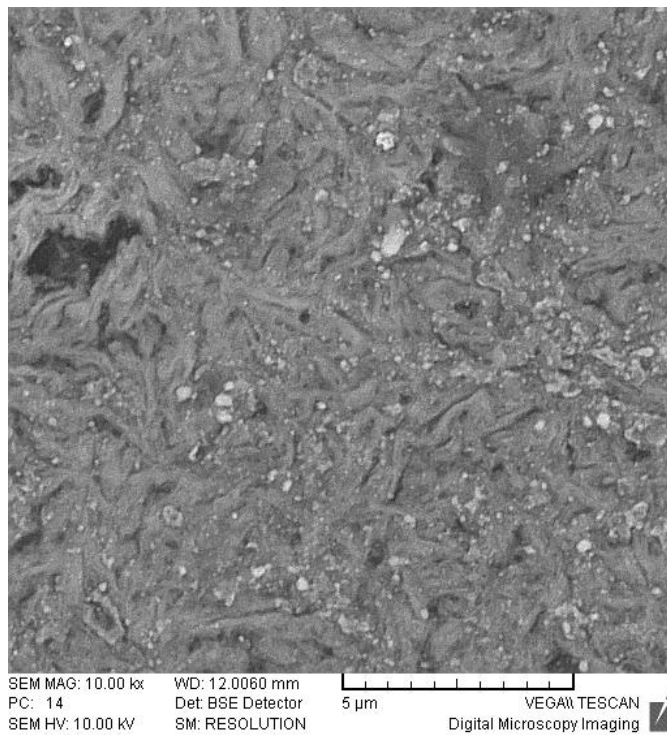
Obr. 31 Vzorek B, zvětšení 400x

Obr. 32 Vzorek A<sub>7</sub>, zvětšení 5,00 kx, spodní stranaObr. 33 Vzorek A<sub>7</sub>, zvětšení 2,00 kx, spodní strana

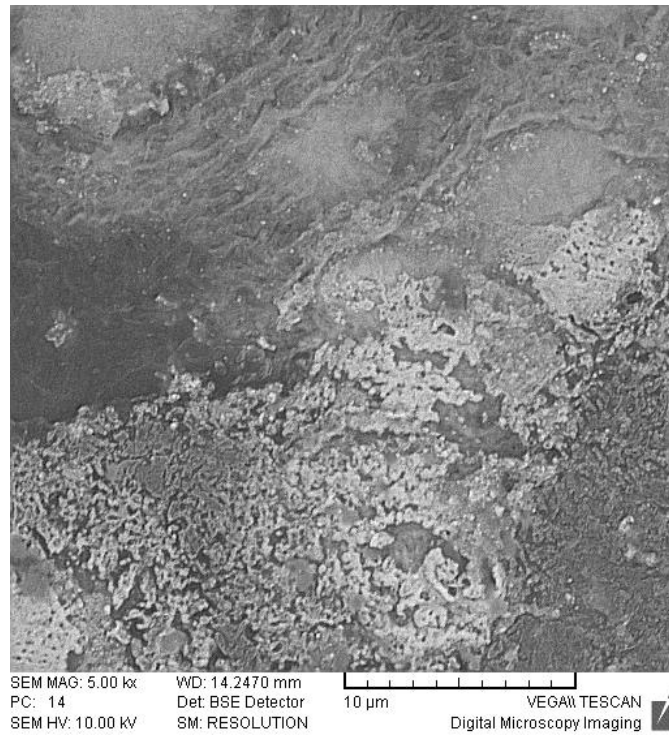
Obr. 34 Vzorek A<sub>7</sub>, zvětšení 2,00 kx, vrchní stranaObr. 35 Vzorek A<sub>7</sub>, zvětšení 10,00 kx, vrchní strana



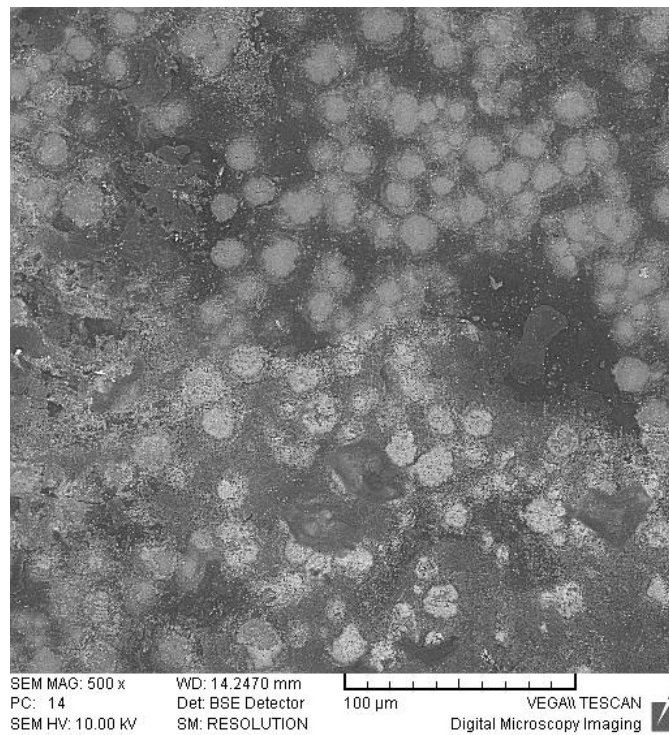
Obr. 36 Vzorek B, zvětšení 5,00 kx, spodní strana



Obr. 37 Vzorek B, zvětšení 10,00 kx, spodní strana

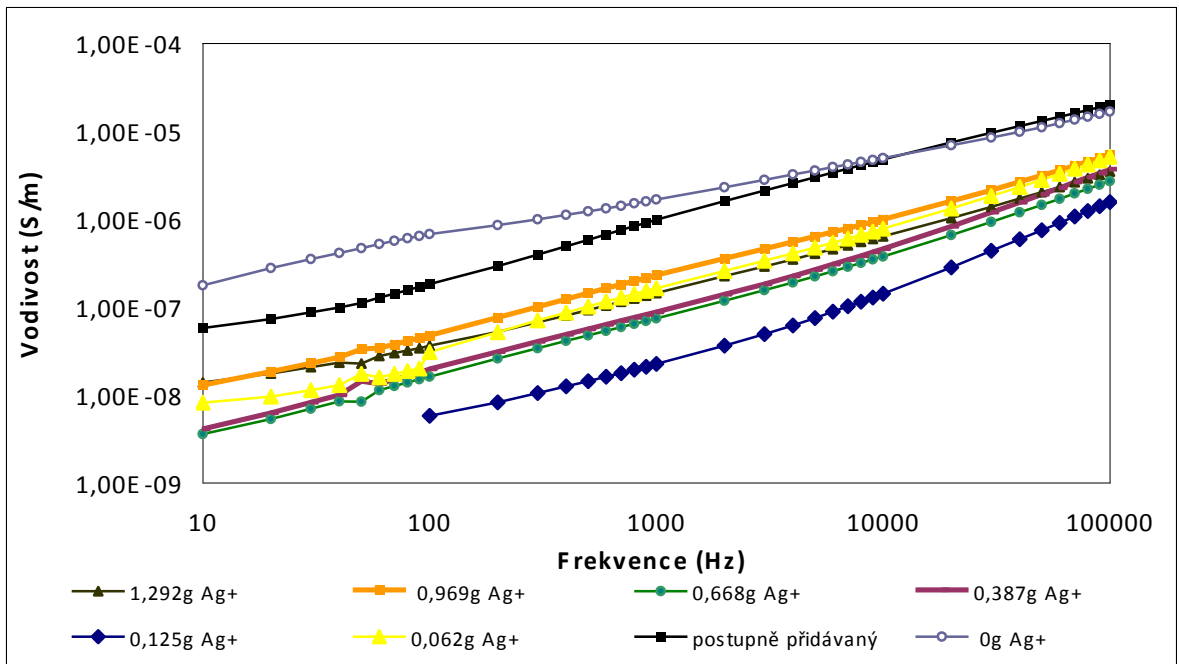


Obr. 38 Vzorek B, zvětšení 5,00 kx, vrchní strana

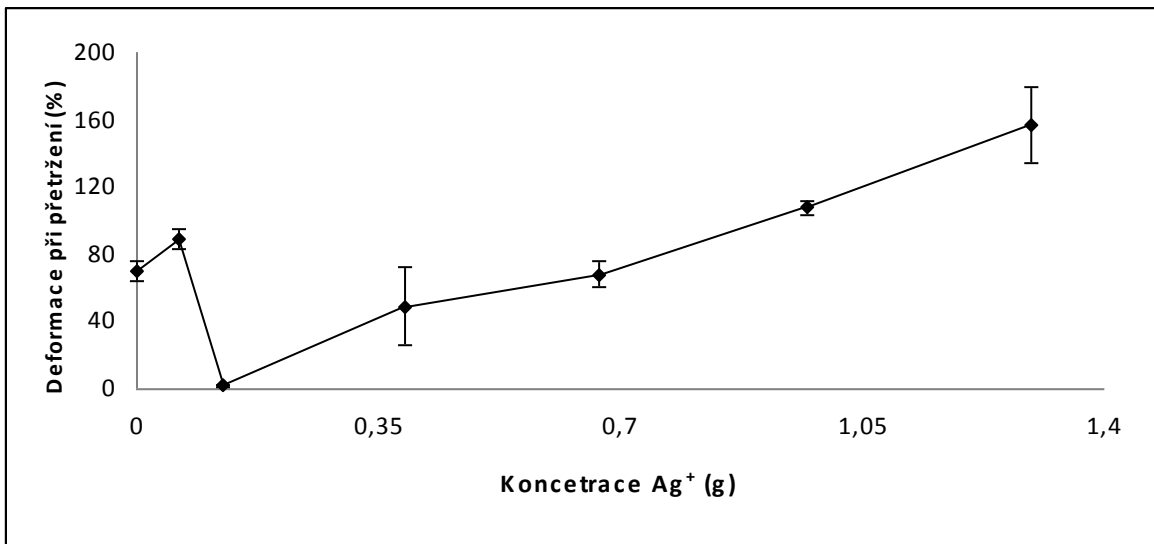


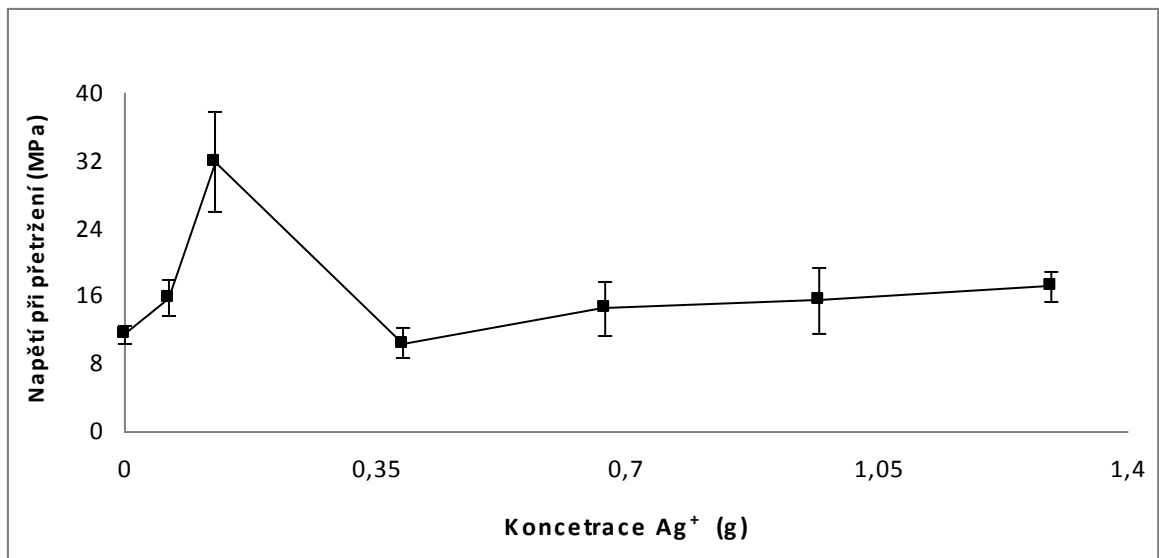
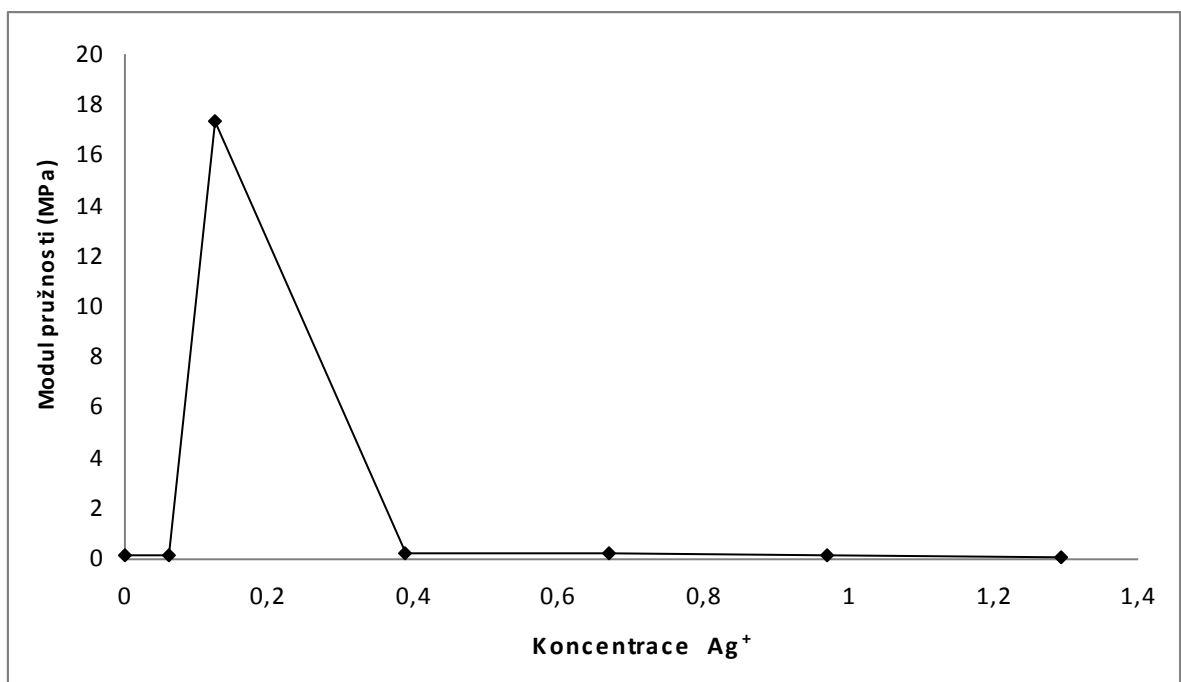
Obr. 39 Vzorek B, zvětšení 500 x, vrchní strana

Graf. 3 Závislost měrné vodivosti na frekvenci, série A



Graf. 4 Závislost deformace při přetržení na koncentraci Ag<sup>+</sup>



Graf. 5 Závislost napětí při přetržení na koncentraci  $\text{Ag}^+$ Graf. 6 Závislost Modulu pružnosti na koncentraci  $\text{Ag}^+$ 



Tab. 4 Naměřené hodnoty polí u vzorků zkoumaného na bakterii Escherichia coli

vzorek	$d_1$ (mm)	$d_2$ (mm)	$d_3$ (mm)	$d_4$ (mm)	$A_1$ (mm <sup>2</sup> )	$A_2$ (mm <sup>2</sup> )	$A_3$ (mm <sup>2</sup> )	$A_4$ (mm <sup>2</sup> )	$\bar{\varnothing}_A$ (mm <sup>2</sup> )	$\sigma_A$
<b>A<sub>7</sub></b>	12,8	12,6	12,4	10,0	128,6	124,6	120,7	78,5	<b>113,1</b>	<b>23,3</b>
<b>A<sub>6</sub></b>	13,4	13,1	13,0	13,4	141,0	134,7	132,7	141,0	<b>137,3</b>	<b>4,3</b>
<b>A<sub>5</sub></b>	13,2	14,0	14,6	13,0	136,8	153,9	167,3	132,7	<b>152,7</b>	<b>16,0</b>
<b>A<sub>4</sub></b>	15,2	15,2	14,2	14,4	181,4	181,4	158,3	162,8	<b>170,9</b>	<b>12,2</b>
<b>A<sub>3</sub></b>	10,0	11,0	10,0	11,0	78,5	95,0	78,5	95,0	<b>86,7</b>	<b>9,5</b>
<b>A<sub>2</sub></b>	12,1	12,6	11,0	11,0	114,9	124,6	95,0	95,0	<b>107,4</b>	<b>14,9</b>
<b>A<sub>1</sub></b>	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	<b>0,0</b>	<b>0,0</b>
<b>B</b>	12,6	11,4	12,0	11,8	124,6	102,0	113,0	109,3	<b>112,2</b>	<b>9,4</b>

Tab. 5 Naměřené hodnoty polí u vzorků zkoumaného na bakterii Staphylococcus aureus

vzorek	$d_1$ (mm)	$d_2$ (mm)	$d_3$ (mm)	$d_4$ (mm)	$A_1$ (mm <sup>2</sup> )	$A_2$ (mm <sup>2</sup> )	$A_3$ (mm <sup>2</sup> )	$A_4$ (mm <sup>2</sup> )	$\bar{\varnothing}_A$ (mm <sup>2</sup> )	$\sigma_A$
<b>A<sub>7</sub></b>	15,4	14	14	16	186,2	153,9	153,9	201,0	<b>173,7</b>	<b>23,7</b>
<b>A<sub>6</sub></b>	14	15	14,2	15,6	153,9	176,6	158,3	191,0	<b>170,0</b>	<b>17,2</b>
<b>A<sub>5</sub></b>	14,4	13,8	13	14	162,8	149,5	132,7	153,9	<b>149,7</b>	<b>12,6</b>
<b>A<sub>4</sub></b>	13,6	13,6	14	13,8	145,2	145,2	153,9	149,5	<b>148,4</b>	<b>4,1</b>
<b>A<sub>3</sub></b>	15,8	14,4	13,4	14,2	196,0	162,8	141,0	158,3	<b>164,5</b>	<b>23,0</b>
<b>A<sub>2</sub></b>	13,8	13,6	13,4	13,8	149,5	145,2	141,0	149,5	<b>146,3</b>	<b>4,1</b>
<b>A<sub>1</sub></b>	0	0	0	0	0,0	0,0	0,0	0,0	<b>0,0</b>	<b>0,0</b>
<b>B</b>	17,4	15,6	14,4	15	237,7	191,0	162,8	176,6	<b>192,0</b>	<b>32,5</b>

Pozn.:  $d$  – průměr kruhového koláče bez bakterie,  $A$  – plocha kruhového koláče bez bakterie,  $\bar{\varnothing}_A$  – průměr hodnot plochy,  $\sigma_A$  – směrodatná odchylka hodnot plochy

## 9 DISKUSE

Na pracovišti autora práce byla instalována MW aparatura vlastní výroby. Aparatura vznikla úpravou běžně dostupného typu domácí mikrovlnné pece a s využitím běžného chemického skla. V této aparatuře byly připraveny s pomocí mikrovlnného ohřevu disperze z roztoků PVA a  $\text{AgNO}_3$ . Po expozici MW záření, reakční kapalina změnila barvu (viditelné pouhým okem) na žluto-oranžovou, tedy podobně jako v předchozích studiích bez ohřevu (Sedlařík L., Tsermaa G., dosud nepublikované výsledky), kdy tato změna indikovala přítomnost nanočástic stříbra. Případně za teploty mírně zvýšené (max.  $75^\circ\text{C}$ ) konvekčním ohřevem v sušárně při zrání fólií. Ze získaných disperzí byly odléváním připraveny fólie, jejichž vlastnosti byly charakterizovány, přičemž řízeným parametrem experimentu byla koncentrace stříbra (série A) nebo způsob dávkování stříbra v průběhu MW ohřevu.

### 9.1 Série A

Metodou UV-VIS spektroskopie byla naměřena absorbance připravených fólií v rozsahu vlnových délek 290 až 540nm. Absorbance byla přepočtena na optickou hustotu s pomocí tloušťky fólie, aby bylo možné jednotlivé materiály mezi sebou porovnat. Graf č. 1 ukazuje postupný nárůst intenzity píku s maximem v oblasti okolo 440nm. Tento pík je dle literatury [45] charakteristickým pro stříbrné nanočástice. S postupným zvyšováním koncentrace stříbra v absorpčním spektru je též patrný pík příslušející výchozímu PVA, který leží v UV oblasti okolo 340nm. Tento UV pík naopak s přidavkem Ag ubývá, až od koncentrace  $0,387\text{g Ag}^+$  mizí. Tento úbytek lze vysvětlit hydrolyzou 2% zbytkových acetyl skupin v původním PVA.

Nanočástice stříbra, které v UV-VIS absorpčním spektru poskytují pouze jeden pík, a bývají proto označovány jako monochromní [46] mohou být amorfní nebo krystalické. RTG difrakční spektra na grafu č. 2 naměřená v oblasti  $35 - 50 2\Theta$  nevykazují přítomnost charakteristických čar pro krystalickou fázi stříbra, z čehož vyplývá že nanočástice jsou amorfní. Amorfní částice vznikají při syntézách prováděných za teplot nižších než  $150^\circ\text{C}$ , [47] což je případ studovaného systému, kdy ani při lokálním přehřátí vodného roztoku působením MW v otevřeném systému nemůže přesáhnout  $120^\circ\text{C}$  [12].

Materiály byly pozorovány optickým mikroskopem, aby bylo možno posoudit mikroskopickou homogenitu připravených vzorků. Byly pozorovány nehomogenity již v referenčním materiálu připraveném z výchozího PVA (A<sub>1</sub>, obr. 24). Ve všech pozorovaných případech se fólie jevily jako barevné, přičemž optickým mikroskopem nebylo možno identifikovat žádné částice pigmentu, který by toto zbarvení způsoboval, což je v souladu s povahou nanočástic. Objekty zřídka zachytitelné na obr. 25 – 30 jako černé body jsou nečistoty, zrna prachu atd. přítomné kvůli používání nefiltrovaných roztoků a nemožnosti zajistit zrání fólii v prachuprostém prostředí. Nelze vyloučit, že se jedná o větší agregáty stříbra nebo oxidů stříbra, které by měly původ v stárnutí výchozího AgNO<sub>3</sub> v prachovnici. Ze spektroskopického hlediska se však přítomnost těchto nečistot neprojevila (viz výše).

Pro SEM mikroskopii byly z důvodů časové náročnosti a dostupnosti kapacit měření vybrány reprezentativní vzorky. Vzorek A<sub>7</sub> byl snímkován z vrchní i spodní strany (obr. 32 – 35). Snímky byly pořízeny pomocí BSE detektoru (detektoru zpětně odražených elektronů), který poskytuje materiálový kontrast. Stříbrné částice v matrici tvořené lehkými prvky (PVA – uhlík, kyslík, vodík) se jeví jako světlé na tmavém podkladu matrice. Bílé skvrnky nepravidelného tvaru identifikovatelné na snímcích naznačují maximálně několika mikrometrovou velikost částic, nebo pravděpodobněji agregátů submikrometrových částic (= nanočástic). Bohužel lepších zvětšení a většího rozlišení se nepodařilo dosáhnout, takže o velikosti a tvaru částic stříbra si nelze učinit přesnější představu.

Další významnou vlastností kompozitních materiálů obsahujících kovové částice je měrná vodivost, může být požadováno, aby materiál byl elektricky vodivý nebo naopak nevodivý, s ohledem na nutnost sledování životních funkcí pacienta měřením elektrických veličin pomocí svodů umístěných na nebo v jeho těle. Pacient i všechny materiály, které jsou s jeho tělem vodivě spojeny, mohou být exponovány elektrickými pulzy např. při použití defibrilátoru při zástavě srdeční činnosti. Vzorky byly testovány v rozsahu 10 Hz – 100 kHz, souhrnně jsou výsledky měření zachyceny v grafu č. 3. Závislosti měrné vodivosti vzorků na frekvenci el. proudu tvoří sérii monotónně rostoucích křivek, resp. víceméně přímkou v log-log grafu zhruba oblasti vodivosti 10<sup>-9</sup> – 10<sup>-5</sup> S.m, což se materiál podobá polovodičům. Největší elektrickou vodivost měl vzorek A<sub>1</sub> při nejvyšší frekvenci. Nejmenší hodnotu vodivosti byl vzorek A<sub>3</sub>, který se v oblasti frekvencí pod 100 Hz nedal změřit. Proti očekávání nejvyšší hodnoty vodivosti vykazuje materiál z čistého PVA.

Od samonosného nebo k povlakování určeného plochého materiálu je nutné očekávat určité mechanické vlastnosti. Z mechanických zkoušek bylo zjištěno, že v rozmezí zkoumaných koncentrací stříbra existuje v závislostech mechanických vlastností (Youngův modul pružnosti, deformace a napětí při přetržení) existuje extrém. Materiál A<sub>3</sub> s 0,125g Ag<sup>+</sup> koncentrací stříbra vykazuje největší Youngův modul pružnosti a napětí při přetržení a nejmenší deformace při přetržení. Při vyšších koncentracích stříbra, resp. stříbrných nanočástic následuje pozvolný pokles napětí při přetržení a pozvolný nárůst deformace při přetržení, což by mohlo znamenat jiný typ agregátů, velikosti, struktury atd. vznikajících nanočástic. Připravené materiály mohou mít mechanické vlastnosti zhruba stejné jako výchozí polymer, což svědčí o tom, že materiál z mechanického hlediska není pro eventuální aplikaci přídavkem stříbra znehodnocen.

Diplomová práce byla zaměřena na přípravu materiálu s antibakteriálními vlastnostmi, čemuž právě stříbrné nanočástice měly dopomoci. Antibakteriální vlastnosti byly charakterizovány testem velikosti inhibičních zón na bakteriích *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*. Tento standardní test ukázal, že všechny připravené stříbro obsahující materiály inhibují růst *Staphylococci* a *Escherichii*, zatímco materiál připravený z čistého PVA inhibiční účinek nemá. Výsledky jsou shrnuty v tabulkách č. 4, 5. Všechny materiály vykazovaly zhruba stejný (a velmi uniformní) účinek na *Staphylococcus aureus*, zatímco v inhibici *Escherichia coli* se projevila větší variabilita. Přesto i v případě *E. coli* byla antibakteriální aktivita jednoznačně prokázána pro všechny stříbro obsahující materiály.

## 9.2 Opakované přidávání – Série B

Na základě výsledků ze série A byl původní záměr práce rozšířen o experiment zacílená na přípravu materiálu s výrazně odlišnou distribucí částic. Jestliže v roztoku polymeru byly vygenerovány nanočástice (vzniklá jejich disperze v roztoku polymeru), pak lze očekávat, že po přidání dalšího výchozího roztoku AgNO<sub>3</sub> existující nanočástice, nebo jejich agregáty poslouží jako centra dalšího růstu, nebo agregace stříbrných částic. Tento stupňovitý přídavek AgNO<sub>3</sub> byl realizován u vzorku B, který byl připraven jako vzorek A<sub>3</sub>, avšak po ukončení MW ohřevu bylo přidáno množství 0,694g AgNO<sub>3</sub> a proveden opakovaný ohřev MW. Připravený materiál byl ošetřen a charakterizován stejným způsobem jako vzorky série A.

V UV-VIS spektrech, RTG difrakčních spektrech a v antibakteriálním účinku se neliší od vzorků série A. Vykazuje však vyšší hodnotu vodivosti v celém rozsahu proměřovaných frekvencí než ostatní stříbro obsahující vzorky, přibližuje se k výchozímu materiálu, (což by se možná dalo očekávat, pro kompozit s velkými částicemi ve srovnání nanokompozitem o stejné koncentraci plniva). Již optická mikroskopie odhaluje velké četné útvary o velikosti v řádu desítek  $\mu\text{m}$ , viz obr. 31. SEM snímky (obr. 36 – 39) potvrzují přítomnost těchto agregátů stříbra (materiálový kontrast – BSE), které mají jemnější strukturu shluků nanočástic, (nanokompozity?). Ukazuje se také asymetrie materiálů, kdy spodní strana vzorku B při pozorování SEM nevykazuje přítomnost těchto agregátů, což naznačuje význam procesu zrání (sušení fólií).

## 10 ZÁVĚR

PVA je vodorozpustný a biodegradovatelný materiál, který má značný aplikační potenciál v medicíně. Významnou roli při eventuálním použití připravených materiálů ve zdravotnictví založených na PVA může hrát požadavek na jejich antibakteriální účinek, mechanické vlastnosti, elektrickou vodivost, atd. V této prvotní studii byla pro splnění takto definovaných požadavků, použito zakomponování nanočásti stříbra do PVA matrice. Originálním přínosem je spojení MW syntézy nanočástic s přípravou nanodisperze těchto částic v roztoku PVA pro výrobu plochých materiálů odléváním. Tato syntéza probíhá v jednom kroku a v jedné reakční nádobě, čímž odpadá mnoho problémů, které obvykle jsou spojeny s redisperzivním přístupem k vytváření nanokompozitů z nanočástic.

Dosažené výsledky lze shrnout následovně:

- Byla sestavena mikrovlnná aparatura s otevřeným reakčním systémem a prokázalo se, že MW ohřev je poměrně snadno použitelný při přípravě disperzí pro odlévání fólií z vodorozpustných polymerů.
- Ve formě fólií byl připraven materiál obsahující monochromní amorfnní nanočástice stříbra v PVA matrici.
- Vznik nanočástic stříbra lze MW ohřevem indukovat již během přípravy disperze pro odlévání.
- Morfologii částic lze řídit průběhem procesu MW ohřevu.
- Připravený materiál vykazuje antibakteriální aktivitu.
- Mechanické vlastnosti mohou být zhruba na úrovni výchozího PVA.
- Elektrickou vodivostí se připravený materiál podobá polovodičům.
- 

Pro další výzkum je nutné změřit na rozvoj charakterizačních technik připravených kapalin odlévaných fólií. Změna je potřebné zlepšit snímkování, standardizovat podmínky a lépe kondicionovat vzorky.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] [http://www.nanosilver.cz/www\\_soubory/nano.php#nano](http://www.nanosilver.cz/www_soubory/nano.php#nano)
- [2] <http://www.nanotrade.cz/produkty/produkty-s-antibakterialnimi-ucinky-2>
- [3] [http://www.nanosilver.cz/www\\_soubory/ponozky.php](http://www.nanosilver.cz/www_soubory/ponozky.php)
- [4] <http://www.kompozity.info/index.php?pr=15&uid=&id=>
- [5] MLEZIVA J.: Polymery - výroba, vlastnosti, použití. Sobotáles, (1993), 119 – 122s
- [6] ŠEVČÍK L.: Příprava směsí přírodních a syntetických polymerů a vliv přípravy na fyzikální vlastnosti, Diplomová práce, FT UTB Zlín, (2005)
- [7] FINECH C. A.: Polyvinylalkohol - Developments, John Wiley & sons, Aylesbury, UK, (1992)
- [8] HONSOVÁ S.: Anaerobní rozklad PVA a jeho směsí s vybranými polysacharidy, Diplomová práce, FT UTB, (2006)
- [9] <http://www.physicscentral.com/athome/images/microwavespectrum.jpg>
- [10] [http://www.kfy.vslib.cz/kfy/vyuka/fm/Stud\\_mat/f3.pdf](http://www.kfy.vslib.cz/kfy/vyuka/fm/Stud_mat/f3.pdf)
- [11] LIDSTRÖM P. et al.: Microwave assisted organic synthesis – a review, Tetrahedron, 57, (2001), 9225–9283s
- [12] LOUPY, A.: Microwaves in organic synthesis, wiley-VCH: Weinheim, (2002), ISBN 3257305149
- [13] [http://www.anton-paar.com/ap/apinternet/file/sample\\_preparation/dipolrotation\\_kl](http://www.anton-paar.com/ap/apinternet/file/sample_preparation/dipolrotation_kl)
- [14] TSUJI M., HASHIMOTO M.: Microwave-Assisted Synthesis of Metallic Nanostructures in Solution, Chem. Eur. J, 11. (2005), 440 – 452s
- [15] BAŽANT P.: Bakalářská práce, FT UTB Zlín, (2006), 55s
- [16] STADLER A., KAPPE C.: Automated Library Generation Using Sequential Microwave-Assisted Chemistry, Application Toward the Biginelli Multicomponent Condensation, J. Comb. Chem, 3, (2001), 624 – 630s
- [17] GABRIEL C., GABRIEL, S.: Chem.Soc. Rev. 76, (1998), 525 – 532s

- [18] BALDASSARI S., et al.: Microwave versus conventional preparation of orga-noclays from natural and synthetic clays, *Applied Clay Science*, Volume 31, (2006), 134 – 141s
- [19] ARANDA P., et al.: Relevance of polymer – and biopolymer – clay nanocomposi-tes in electrochemical and electroanalytical applications, *Thin Solid Films* 495, (2006), 104 – 112s
- [20] TSUJI M., MATSUMOTO K.: Roles of Pt seeds and chloride anions in the preparati-on of silver nanorods and nanowires by microwave-polyol method, *Colloids and Sur-faces A: Physicochem. Eng. Aspects* 316, (2008), 266 – 277s
- [21] HE R., QIAN X.: *Chem. Phys. Lett.* 369, (2003), 454s
- [22] WILEY B., SUN Y.: *MRS Bull.* 30, (2005), 356s
- [23] TSUJI M., NISHIZAWA Y.: Rapid synthesis of silver nanostructures by using microwave-polyol method with the assistance of Pt seeds and polyvinylpyrrolidone, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 293, (2007), 185 –194s
- [24] KAŠPÁRKOVÁ E.: Účinek kyseliny kaprylové na vybrané kmeny bakterií, *Diplomo-vá práce, FT UTB*, (2006)
- [25] JUNGMANOVÁ L.: *Úvod do mikrobiologie*. Praha: Karolinum -nakladatelství Uni-verzity Karlovy, (1998), 87s, ISBN 382-233-97
- [26] ŠILHÁNKOVÁ L.: *Mikrobiologie pro potravináře*. Praha: SNTL, (1983), 304 s. ISBN 04-824-83
- [27] DOHNÁLEK M., MARTH E. H.: Production of extracellular compounds and behavi-our in foods. *Journal Food Protect*, vol. 52, (1989), 267-282s
- [28] BEDNAŘÍK M., FRAŇKOVÁ V.: *Lékařská mikrobiologi*, Narvil (1996), 558s
- [29] <http://www.kimicontrol.com/microorg/staphylococcus%20aureus.jpg>
- [30] VOTAVA M.: *Lékařská mikrobiologie II. – Přehled vyšetřovacích metod v lékařské mikrobiologii*. Brno (2000), ISBN 80-210-2272-8
- [31] [www.health.state.ny.us/nysdoh/communicable\\_diseases/en/e\\_coli.htm](http://www.health.state.ny.us/nysdoh/communicable_diseases/en/e_coli.htm)
- [32] [http://www.kimicontrol.com/microorg/escherichia\\_coli.jpg](http://www.kimicontrol.com/microorg/escherichia_coli.jpg)
- [33] <http://lms.vscht.cz/Zverze/Infrared.htm#Výběr>



- [34] <http://www.museum.mineral.cz/mineraly/ucebnice/>
- [35] KRAUS I.: Úvod do strukturní rentgenografie. Praha: ACADEMIA, (1985), 235s.
- [36] <http://www.science.uva.nl/research/cry-stallography/service/xrdE.htm>
- [37] <http://www.Semiconfareast.com>
- [38] <http://www.Nobelprize.org/physics/educational/microscopes/tem>
- [39] <http://www.ceg.fsv.cvut.cz/EN/ceg-vyzkum/mikroskopie.htm>
- [40] <http://skripta.dictor.net>
- [41] <http://www.ceg.fsv.cvut.cz/EN/ceg-vyzkum/mikroskopie.htm>
- [42] KLOUDA P.: Moderní analytické metody, nakladatelství Pavel Klouda, (1996), 102 – 104s, ISBN 80-902155-0-5
- [43] <http://www.cem.msu.edu/~reusch/VirtualText/Spectrpy/UV-Vis/uvspec.htm#uv1>
- [44] NOVÁKOVÁ A.: Antibakteriální účinek tavicí soli HBS (polyfosforečnan s dlouhým lineárním řetězcem), diplomová práce FT UTB, (2006)
- [45] HE R., QUIN X.: Preparation of polychrome silver nanoparticles in different solvents, Journal of Materials chemistry, 12, (2002), 3783 – 3786s
- [46] HE B., TAN J. J.: Synthesis of size controlled Ag nanoparticles, Journal of molecular catalysis, 221, (2004), 121 – 126s
- [47] TSUJI M., NISHIZAWA Y.: Effects of chain length of polyvinylpyrrolidone for the synthesis of silver nanostructures by a microwave-polyol method, Materials letters, 60. (2006), 834 – 838s

## Seznam použitých symbolů a zkratk

NMR	Nukleární magnetická resonance
PVA	Polyvinylalkohol
NaOH	Hydroxid sodný
-OH	Hydroxilová skupina
UV-vis	Spektroskopie pro oblast viditelného a ultrafialového záření
IČ	Infračervená spektroskopie
FTIR	Fourierova transformační spektroskopie
SEM	Rastrovací elektronová mikroskopie
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie
MW	Mikrovlnné záření/ pole
$\tan \delta$	Ztrátový úhel
P	Mikrovlnná disipační energie
c	Konstanta
E	Elektrické pole materiálu
f	Frekvence zařízení
$\epsilon'$ a $\epsilon''$	Dielektrické ztrátové konstanty
$\tau$	Relaxační čas
ps	Jednotka času (pikosekundy)
bp	Bod varu
°C	Stupeň teploty
DMF	Dimethylformamid
PVP	Polyvinylpyrolidon
1 Å	Jednotka vzdálenosti
H <sub>2</sub> O	Vzorec vody

UV	Ultrafialové záření
pH	Jednotka kyselosti/zásaditosti roztoků
FT	Fakulta technologická
AgNO <sub>3</sub>	Dusičnan stříbrný
°	Úhel značený ve stupních

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

Obr. 1 Vzorec polyvinylalkoholu.....	12
Obr. 2 Elektromagnetické spektrum [9].....	15
Obr. 3 Orientace molekul u dipolové rotace [13] .....	16
Obr. 4 Teplotní mechanismus molekuly vody v mikrovlnném poli [14].....	17
Obr. 5 Srovnání kondukčního a rotačního mechanismu absorpce MW záření [15].....	17
Obr. 6 Teplota etanolu a acetonu při mikrovlnné syntéze, při výkonu 150W. [11].....	18
Obr. 7 Znázornění ztrátového úhlu $\tan \delta$ elektrického pole [17] .....	19
Obr. 8 Mikrovlnná syntéza kovových částic [14] .....	22
Obr. 9 Růst krystalu ze zárodka – tvorba dendritické struktury [21] .....	24
Obr. 10 Nanotruktura stříbrných částic [23] .....	25
Obr. 11 Staphylococcus Aureus[29] .....	27
Obr. 12 Escherichia coli [32].....	28
Obr. 13 Obr. Schéma roentgenové difraktometrie dle [36] .....	30
Obr. 14 Schéma transmisního elektronového mikroskopu [39] .....	31
Obr. 15 Schéma UV-VIS metody [43].....	32
Obr. 16 Vedení očkovacích čar [44] .....	35
Obr. 17 Mikrovlnná aparatura.....	39
Obr. 18 UV-VIS spektrometr AvaSpec 2048-2 .....	41
Obr. 19 Mikroskop Olympus CX 31 binokulár .....	42
Obr. 20 Scanovací elektronový mikroskop Vega II LMU .....	42
Obr. 21 Test antibakteriálních účinků, ukázka. ....	43
Obr. 22 HIOKI 3522-50 LCR HiTESTER .....	43
Obr. 23 Univerzální zkušební stroj ZWICK 1456 .....	44
Obr. 24 Vzorek A <sub>1</sub> , zvětšení 400x .....	47
Obr. 25 Vzorek A <sub>2</sub> , zvětšení 400x .....	47
Obr. 26 Vzorek A <sub>3</sub> , zvětšení 400x .....	48
Obr. 27 Vzorek A <sub>4</sub> , zvětšení 400x .....	48
Obr. 28 Vzorek A <sub>5</sub> , zvětšení 100x .....	49
Obr. 29 Vzorek A <sub>6</sub> , zvětšení 100x .....	49
Obr. 30 Vzorek A <sub>7</sub> , zvětšení 400x .....	50
Obr. 31 Vzorek B, zvětšení 400x.....	50

---

Obr. 32 Vzorek A <sub>7</sub> , zvětšení 5,00 kx, spodní strana.....	51
Obr. 33 Vzorek A <sub>7</sub> , zvětšení 2,00 kx, spodní strana.....	51
Obr. 34 Vzorek A <sub>7</sub> , zvětšení 2,00 kx, vrchní strana .....	52
Obr. 35 Vzorek A <sub>7</sub> , zvětšení 10,00 kx, vrchní strana .....	52
Obr. 36 Vzorek B, zvětšení 5,00 kx, spodní strana .....	53
Obr. 37 Vzorek B, zvětšení 10,00 kx, spodní strana .....	53
Obr. 38 Vzorek B, zvětšení 5,00 kx, vrchní strana .....	54
Obr. 39 Vzorek B, zvětšení 500 x, vrchní strana .....	54

**SEZNAM TABULEK**

Tab. 1 Fyzikální parametry rozpouštědel používané při mikrovlnném ohřevu. [14].....	20
Tab. 2 Hodnoty dielektrických konstant a koeficienty dielektrických ztrát pro rozpouštědla organických syntéz [19] .....	21
Tab. 3 Příprava materiálu pro základní sérii (v hmotnostních procentech) .....	40
Tab. 4 Příprava materiálu o jedné koncentraci ale různé době působení Mw. <b>Chyba! Záložka není definována.</b>	
Tab. 5 Naměřené hodnoty polí u vzorků zkoumaného na bakterii Escherichia coli.....	57
Tab. 6 Naměřené hodnoty polí u vzorků zkoumaného na bakterii Staphylococcus aureus.....	57

## SEZNAM PŘÍLOH

## **PŘÍLOHA P I: NÁZEV PŘÍLOHY**