

ПОЛУЧЕНИЕ ПОРОШКОВ ОКСИДА МЕДИ СОНОХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ И ИССЛЕДОВАНИЯ ИХ СВОЙСТВ

Шут В.Н.* , Мозжаров С.Е.* , Янченко В.В.** , Акулёнок О.М.***

*Институт технической акустики НАН Беларуси, Витебск, Беларусь

*Витебский государственный технологический университет,
Витебск, Беларусь

**ОДО «Научно-исследовательское коллективное предприятие Ресан»,
Витебский государственный медицинский университет, Витебск, Беларусь.

***УЗ «Витебская областная клиническая больница», Витебск, Беларусь

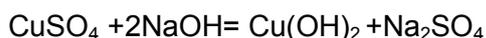
Порошки оксидов меди нашли многочисленные применения в различных областях: они являются основой высокотемпературных сверхпроводников и применяются для изготовления прозрачных проводников p -типа, производства электрохромных покрытий, стекла и эмалей, а также используются в качестве газового сенсора и фотовольтаического материала в солнечных батареях [1]. Оксиды меди широко используются как антибактериальные продукты [2], для защиты древесины, в катализе, в частности, для приготовления катализатора, применяемого для очистки газовых смесей от оксида углерода в выбросах промышленных предприятий, для очистки выхлопных газов двигателей внутреннего сгорания, а также для придания медицинским материалам биоцидных свойств [3].

На сегодняшний день существует достаточно большое количество методов получения мелкодисперсных и наноразмерных порошков оксида меди: высокотемпературный процесс окисления; электрический взрыв проводников; электролиз меди с использованием переменного тока промышленной частоты и др. [4]

В последнее время для получения мелкодисперсных и наноразмерных порошков различного назначения активно развиваются методы с применением ультразвука – сонохимические и соноэлектрохимические методы [5, 6]. Существенным достоинством сонохимических методов является их высокая производительность и дополнительные возможности управления ходом процесса, как путем изменения параметров химических реакций, так и за счет изменения режимов УЗ-воздействия.

Нами предложен новый метод получения оксида меди под действием ультразвука из прекурсора – гидроокиси меди ($\text{Cu}(\text{OH})_2$).

На первом этапе, при медленном добавлении раствора CuSO_4 под действием ультразвука к раствору NaOH (мольное соотношение - 1:2,2) получаем $\text{Cu}(\text{OH})_2$:



На втором этапе - отмытую и осажденную гидроокись меди смешиваем с дистиллированной водой (объемное отношение твердого к жидкому 1:3) и подвергаем действию ультразвука в течение 5 минут. За это время голубая гидроокись меди превращается в темно коричневую смесь оксидов меди.

Эффекты воздействия УЗ на химические процессы в жидких средах достаточно хорошо исследованы [6-8]. Кроме нагрева среды и интенсификации массопереноса, воздействие УЗ вызывает кавитационные явления — образование микропузырьков, при коллапсе которых могут быть достигнуты очень высокая температуры (>5000 К), давление (>20 МПа) и скорость охлаждения ($> 10^7$ К/с), а также происходит генерация ударных волн. Благодаря этому на кавитационных пузырьках возникают дополнительные центры зародышеобразования и одновременно разрушаются агрегаты частиц под действием ударных волн. Все эти факторы благоприятствуют использованию ультразвука для получения ультрадисперсных и наноразмерных материалов.

Средний арифметический размер частиц полученного порошка, определенный с помощью прибора ANALYSETTE 22 MicroTec plus фирмы «FRITSCHE» (рисунок 1),

равен 610 нм. Метод лазерного сканирования не дает представления о морфологии частиц, поэтому образовавшиеся конгломераты считаются за частицу крупных размеров. Соответственно реальный средний размер частиц (а также кристаллитов) будет меньше.

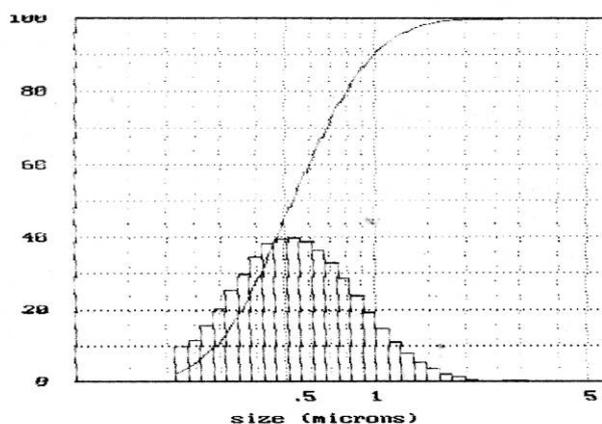


Рисунок 1 - График Fritsch-анализа порошка оксида меди

На рисунке 2 приведены рентгенодифракционные спектры полученного порошка и этого же порошка отожженного при 400 °С в течение 4 часов.

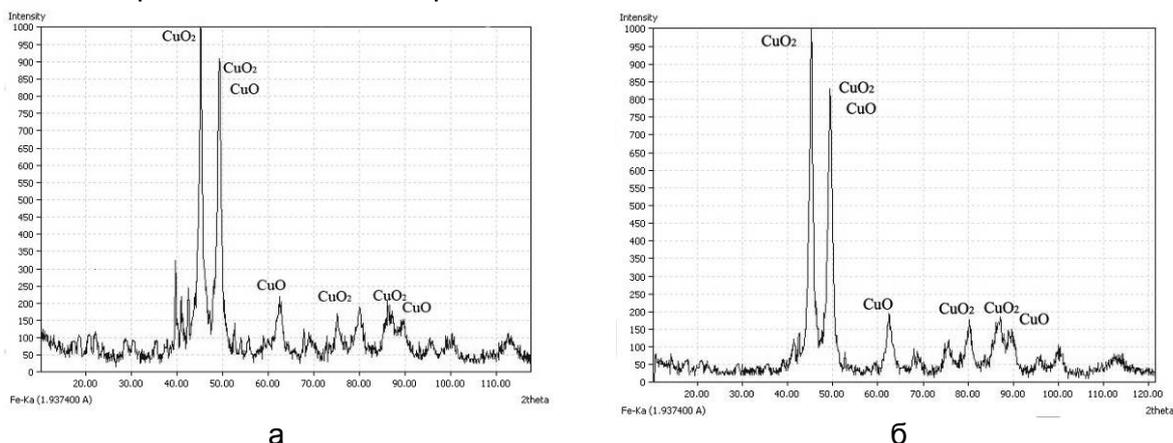
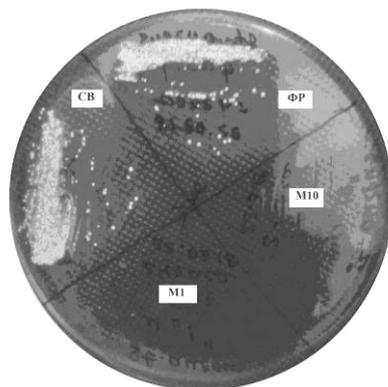


Рисунок 2 - Дифрактограмма порошка оксида меди полученного под воздействием ультразвука а) и затем отожженного б)

Спектры показывают, что порошки практически не отличаются по составу, что позволяет считать метод пригодным для получения мелкодисперсных порошков оксида меди.

Была протестирована антибактериальную активность полученного порошка. Тестирование проводили на штамме золотистого стафилококка - *Staphylococcus aureus* subsp. *aureus* Rosenbach (ATCC 25923). Для этого готовили рабочую взвесь микробов на стерильном физрастворе ($1,5 \times 10^8$ КОЕ на мл), которая добавлялась (по 100 мкл) в три микропробирки. Первая микропробирка (1), контрольная, содержала 1 мл физраствора, вторая (2) и третья (3) по 1 мл физраствора с порошком оксида меди в концентрации 1 и 10 мг/мл соответственно. Пробирки инкубировались 24 часа при комнатной температуре. Затем микробиологической петлей производили посев содержимого микропробирок и исходной рабочей взвеси микробов на чашки с кровяным агаром для количественного определения микробов и на чашку с Мюллер Хилтон агаром для качественного определения (рисунок 3) микроорганизмов - в опытных и контрольных пробах.



СВ – посев исходной суспензии штамма *Staphylococcus aureus*; ФР - посев из пробирки 1 (без оксида меди); М1- посев из пробирки 2 (концентрация оксида меди 1 мг/мл); М10 - посев из пробирки 3(концентрация оксида меди 10 мг/мл)

Рисунок 3 - Чашка для качественного определения микробов, через 24 часа инкубации

Чашки инкубировались 18 часов при температуре 35°C. Затем оценивали количество выросших колоний (колонии микроорганизмов на рис.3 видны как белые точки и пятна). После 24 инкубации бактерий с порошками оксида меди колонии микроорганизмов отсутствовали. В контрольных - выявлялись микроорганизмы *Staphylococcus aureus* в концентрации $1,0 \times 10^6$ КОЕ на мл.

Список литературы

1. Sears , W.M. Preparation and properties of $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Cu}$ photovoltaic cells/ W.M. Sears , E. Fortin// Solar Energy Materials.– 1984.– №10 .– P. 93-103
2. Biokinetics of different-shaped copper oxide nanoparticles in the freshwater gastropod, *Potamopyrgus antipodamm* / T.Ramskova [at all]// Aquatic Toxicology.– 2015.– № 163.– P. 71-80.
3. Toxicity of copper oxide nanoparticles in lung epithelial cells exposed at the air-liquid interface compared with in vivo assessment / X.Jing [at all] // Toxicology in Vitro.– 2015.– Vol. 29.– P. 502-511.
4. Применение наноразмерных медьсодержащих порошков в качестве эффективных биоцидных препаратов/ Гарасько Е.В. [и др.] // Изв. вузов. Химия и хим. технология.–2008.–Т. 51,№ 10.– С. 116-119
5. Copper oxide nanomaterials: Synthesis, characterization and structure-specific antibacterial performance / A.Ananth [et all] // Chem. Eng. Jour.– 2015.– № 262.– P. 179-188.
6. Mancier, V. Synthesis and characterization of copper oxide (I) nanoparticles produced by pulsed sonoelectrochemistry /Valerie Mancier , Anne-Lise Daltin , Didier Leclercq// Ultrasonics Sonochemistry.– 2008.– №15.– P.157–163.
7. Sdez, K. Sonoelectrochemical Synthesis of Nanoparticles/ K. Sdez, T.J. Mason // Molecules.– 2009.– Vol. 14, № 10.– P. 4284-4299.
8. Bang J. H., Sustick K.S. Applications of Ultrasound to the Synthesis of Nanostructured Materials / J. H. Bang K.S., Sustick //Adv. Mater. –2010. –Vol. 22. –P. 1039-1059.