

**U n i v e r z i t a P a l a c k é h o v O l o m o u c i**

Přírodovědecká fakulta

Katedra fyzikální chemie



## **Antimikrobiální impregnace tkanin nanočásticemi stříbra**

Bakalářská práce

Autor:	Sabina Klegová
Vedoucí práce:	doc. RNDr. Robert Pucek, Ph.D.
Studijní program:	B 1407 Chemie
Studijní obor:	Aplikovaná chemie
Forma studia:	Prezenční

**Olomouc 2015**

**P a l a c k ý   U n i v e r s i t y   i n   O l o m o u c**

Faculty of Science

Department of Physical Chemistry



**Antimicrobial impregnation of textiles by silver nanoparticles**

Bachelor thesis

Author:	Sabina Klegová
Supervisor:	doc. RNDr. Robert Prucek, Ph.D.
Study program:	B 1407 Chemistry
Study branch:	Applied Chemistry
Form of study:	Full-time

**Olomouc 2015**

# PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracovala samostatně na základě pokynů vedoucího mé bakalářské práce. Veškeré literární prameny a informace, které byly v práci využity, jsou v seznamu použité literatury.

Souhlasím s tím, že tato práce je prezenčně zpřístupněna v knihovně Katedry fyzikální chemie, Přírodovědecké fakulty, Univerzity Palackého v Olomouci.

V Olomouci dne .....

.....  
Vlastnoruční podpis

# PODĚKOVÁNÍ

*Na tomto místě bych ráda poděkovala svému školiteli doc. RNDr. Robertu Pruckovi Ph.D., za odborné vedení mé práce, jeho pomoc i za cenné rady, které mi poskytl. Také bych chtěla poděkovat panu doc. RNDR. Aleši Panáčkovi, Ph.D., za pořízení snímků z elektronového mikroskopu.*

*Můj velký dík patří také mým rodičům, za jejich podporu v průběhu celého studia.*

## **Bibliografická identifikace:**

Jméno a příjmení autora: Sabina Klegová

Název práce: Antimikrobiální impregnace tkanin nanočásticemi stříbra

Typ práce: Bakalářská práce

Pracoviště: Katedra fyzikální chemie

Vedoucí práce: doc. RNDr. Robert Pucek, Ph.D.

Rok obhajoby práce: 2015

### **Abstrakt:**

Tato bakalářská práce je zaměřena na impregnaci různých typů tkanin disperzemi nanočástic stříbra s cílem zvýšit jejich antimikrobiální aktivitu. V této práci byly koloidní disperze připravovány redukcí roztoku dusičnanu stříbrného, za využití tetrahydridoboritanu sodného jako redukčního činidla. Připravené koloidní disperze se lišily molekulovými hmotnostmi použitého stabilizátoru, kterým byla sodná sůl kyseliny polyakrylové. V průběhu práce bylo realizováno několik postupů s různými časovými intervaly jednotlivých procesů a různou modifikací připravených koloidních disperzí.

Experimentálně bylo zjištěno, že k impregnaci povrchu tkanin disperzí, obsahující nanočástice stříbra, dojde i v těch nejkratších časových intervalech. Proto byly aplikovány další postupy, kde byly modifikovány přímo připravené disperze nanočástic stříbra a všechny výsledky byly porovnány. Jeden z postupů byl použit pro úpravu tkanin, které byly následně podrobeny testu antimikrobiální aktivity. I když výsledek po ošetření neprokázal výraznou optickou změnu vzorků, následný test antimikrobiální aktivity ukázal, že všechny ošetřené tkaniny, kromě polypropylenu, jeví vysokou antibakteriální aktivitu vůči testovaným kmenům bakterií *Staphylococcus Aureus* a *Escherichia Coli*.

Klíčová slova: nanočástice stříbra, tkaniny, antimikrobiální úprava

Počet stran: 61

Jazyk: čeština

## **Bibliographical identification:**

Author's first name and surname: Sabina Klegová

Title: Antimicrobial impregnation of textiles by silver nanoparticles

Type of thesis: Bachelor

Department: Department of Physical Chemistry

Supervisor: doc. RNDr. Robert Pucek, Ph.D.

The year of presentation: 2015

### **Abstract:**

This thesis focuses on various types of fabric impregnation with dispersions of silver nanoparticles to increase their antimicrobial activity. In this work, colloidal dispersions were prepared by a reduction of a silver nitrate solution using sodium borohydride as a reducing agent. The colloidal dispersion differed in molecular weight of the used stabilizer, which was a sodium salt of polyacrylic acid. During the course of this work, several procedures were carried out at different time intervals of the individual processes and various modifications of the prepared colloidal dispersions.

Experimentally it was found that the impregnation of the surface of the fabric by a dispersion containing silver nanoparticles occurred in the shortest time intervals. Therefore other processes have been applied, where the prepared dispersions of silver nanoparticles were directly modified and all results were compared. One of the procedures was used to treat fabrics, which were then subjected to a test for antimicrobial activity. Although the outcome after treatment showed no significant optical changes of the sample, the subsequent test of antimicrobial activity showed that all treated fabrics, except for polypropylene, showed high antimicrobial activity against the tested strains of *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli*.

Key words: silver nanoparticles, fabrics, antimicrobial modification

Number of pages: 61

Language: Czech



## OBSAH

1. ÚVOD.....	11
2. TEORETICKÁ ČÁST .....	12
2.1 Disperzní systémy.....	12
2.2 Koloidně disperzní systémy.....	13
2.3 Kinetické vlastnosti koloidních systémů .....	13
2.3.1 Difúze .....	14
2.3.2 Osmóza.....	14
2.3.3 Sedimentace.....	14
2.4 Elektrické vlastnosti koloidních systémů .....	15
2.5 Optické vlastnosti koloidních systémů .....	16
2.5.1 Absorpce záření .....	16
2.5.2 Rozptyl záření.....	17
2.5.3 Mikroskopie – metody detekce koloidních částic .....	18
2.6 Stabilita koloidních systémů.....	19
2.7 Metody příprav koloidních systémů .....	19
2.7.1 Metoda dispergační.....	19
2.7.2 Metoda kondenzační.....	20
2.8 Příprava nanočástic stříbra.....	20
2.8.1 Laserová ablace .....	21
2.8.2 Redukce anorganickými látkami .....	21
2.8.3 Redukce organickými látkami .....	21
2.8.4 Fotochemická metoda.....	22
2.9 Využití a aplikace nanočástic stříbra .....	22
2.9.1 Ramanova spektroskopie.....	22
2.9.2 Antibakteriální účinky a toxicita stříbrných částic .....	23

2.10	Struktura a vlastnosti tkanin .....	24
2.10.1	Bavlna (CO).....	25
2.10.2	Polyamid (PA) .....	25
2.10.3	Polyester (PES).....	26
2.10.4	Polypropylen (PP) .....	26
2.11	Dosavadní studie úprav tkanin .....	26
3.	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST .....	28
3.1	Chemikálie .....	28
3.2	Zařízení a přístroje .....	28
3.3	Tkaniny .....	28
3.4	Pracovní postupy.....	28
3.4.1	Příprava disperzí nanočástic stříbra.....	28
4.	VÝSLEDKY A DISKUZE.....	30
4.1	Porovnání připravených disperzí nanočástic stříbra .....	30
4.2	Úprava tkanin.....	34
4.2.1	Impregnace neupravenými koloidními disperzemi stříbra .....	34
4.2.2	Impregnace koloidními disperzemi stříbra s oleátem sodným .....	44
4.2.3	Impregnace koncentrovanější koloidní disperzí stříbra.....	53
4.2.4	Test antimikrobiální aktivity .....	55
5.	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK .....	57
6.	ZÁVĚR.....	58
7.	SUMMARY .....	59
8.	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY .....	60

## 1. ÚVOD

Bakteriální infekce je jedna z mnoha nemocí ohrožující veškeré živé organismy včetně člověka. V dnešní době existuje celá řada antibakteriálních prostředků, které zabraňují šíření a rozvoji těchto bakterií. Se stoupajícím zájmem nás všech o zdravý životní styl a prevenci, ale také s rozvojem vědních oborů, vznikají nové materiály a technologie. Jednou z těchto technologií je i nanotechnologie, která je definována jako oblast, která aplikuje principy platící na úrovni nanočástic, vedoucí ke vzniku nových nástrojů a materiálů s neobvyklými vlastnostmi. Mezi takové vlastnosti řadíme například antibakteriální a hydrofobní vlastnosti, odolnost vůči UV záření, odolnost proti znečištění a mnoho dalších. [1]

Antibakteriální vlastnosti jsou zajištěny především díky obsahu stříbra, respektive díky jeho nanočásticím. S těmito částicemi se setkáváme dnes již běžně v praxi. Vyskytují se například ve sprejích k dezinfekci bot, jsou součástí praček i ledniček a v neposlední řadě jsou obsaženy ve funkčním prádle a textiliích. Existuje mnoho výzkumů, které se snaží v této oblasti najít nové poznatky. Jde většinou o nalezení nových metod výroby, ať už použitím odlišných chemikálií, dobou působení disperzí a roztoků kterými jsou tkaniny upravovány, velikostí použitých částic a mnoho dalších. Kromě stříbra se pro impregnaci tkanin využívají také oxidy kovů – ZnO, CuO nebo také beta cyklodextrin, či tetracyklin. [2,3,4] Cílem je podpora antibakteriálních vlastností a tedy zabránění šíření bakterií. V posledních letech antimikrobiální úprava vlákn a tkanin přitahuje velkou pozornost. Upravené textilie mají široké uplatnění v mnoha oblastech textilního průmyslu a také v lékařském prostředí.

Cílem mé práce byla úprava textilních tkanin, různých typů, za pomoci připravené disperze nanočástic stříbra. V rámci experimentu, byly připravené koloidní disperze pro impregnaci různě modifikovány, měnily se také podmínky jednotlivých procesů a následně byly všechny dosažené výsledky porovnány. Postup s nejlepšími výsledky byl následně uplatněn na úpravu tkanin, které byly podrobeny testu antimikrobiální aktivity.

## 2. TEORETICKÁ ČÁST

### 2.1 Disperzní systémy

Disperzní systém se skládá z disperzního prostředí a disperzního podílu (fáze). Rozlišujeme dva typy disperzních systémů – heterogenní systém a homogenní systém. Heterogenním systémem rozumíme takový systém, kde se disperzní fáze liší od disperzního prostředí. Mezi částicemi disperzního prostředí a částicemi disperzního podílu existuje jistá hranice, která je nazývána fázové rozhraní. V homogenním systému žádné takové rozhraní neexistuje a složka disperzního podílu je v disperzním prostředí rozptýlena ve formě velmi malých částic. [5]

Disperzní systémy můžeme klasifikovat podle mnoha kritérií. Základní klasifikací disperzních soustav je dělení podle velikosti a tvaru částic a podle skupenství disperzního prostředí a disperzního podílu. Částice disperzního podílu bývají obvykle různě velké. Velikost částic disperzního systému lze vyjádřit veličinou zvanou stupeň disperzity. Tato veličina označuje míru rozptýlení disperzní fáze v disperzním prostředí a je udávána jako převrácená hodnota lineárního rozměru částice. Platí tedy, že čím je fáze rozptýlena jemněji, tím je vyšší stupeň disperzity. Podle tohoto stupně dělíme disperzní systémy následovně:

- a) Analyticky disperzní systém – tento systém obsahuje nejmenší částice ( $10^{-9}$  m), jejich velikost je srovnatelná s částicemi disperzního prostředí. Tyto částice jsou prokazatelné pouze chemickou analýzou, nikoli opticky.
- b) Hrubě disperzní systém – pro tento systém jsou typické velké částice ( $\geq 10^{-6}$  m). Tento typ disperzního systému můžeme dále klasifikovat, a to na systémy makrodisperzní a mikrodisperzní. U makrodisperzních systémů jsou částice rozeznatelné pouhým okem, u mikrodisperzních systémů jsou pozorovatelné pouze optickým mikroskopem.
- c) Koloidně disperzní systém – v tomto systému jsou částice o velikosti  $10^{-9}$  m– $10^{-6}$  m, to znamená, že tento systém má přechodový charakter mezi dvěma výše uvedenými systémy. [5,6]

Soustavy lze klasifikovat také podle toho, zda jsou jednotlivé částice v nich obsažené stejně velké (monodisperzní) nebo ne (polydisperzní), či podle tvaru. Soustavy s částicemi o stejném tvaru označujeme jako homodisperzní, soustavy s částicemi různých tvarů jako heterodisperzní. U tvaru částic dále rozlišujeme, zda se jedná o částice, které jsou ve všech třech dimenzích vyvinuty do stejných rozměrů, pak hovoříme o izometrických částicích

a systém, který je obsahuje, označujeme jako systém globulárně disperzní. U anizometrických částic převládá buď jeden rozměr (tyčinky, vlákna), soustavu s takovými částicemi označujeme jako fibrilárně disperzní soustavu, nebo převládají dva rozměry (destičky, lamely), pak hovoříme o lamilárně disperzní soustavě. [7,8]

## **2.2 Koloidně disperzní systémy**

Koloidně disperzní systémy jsou charakterizovány tím, že se v nich vyskytují částice o velikosti nanometrů až mikrometrů. Tyto soustavy, i když je velikost jejich částic velmi malá, mají velmi unikátní fyzikálně-chemické vlastnosti. Unikátní chování a specifické vlastnosti koloidních soustav souvisí také s velkým rozměrem jejich fázového rozhraní. Plocha fázového rozhraní mezi disperzním podílem a disperzním prostředím roste s klesající velikostí částic. Lze říci, že čím je velikost částic menší, tím větší bude podíl povrchových molekul, které jsou v kontaktu s disperzním prostředím.

Vzhledem k velké rozmanitosti dělíme koloidně disperzní systémy do dvou skupin. 1. Lyofobní disperze – jedná se o systémy heterogenní. Existuje zde fázové rozhraní a jeho přítomnost výrazně ovlivňuje vlastnosti těchto systémů. Tyto disperze samovolně zanikají, nejsou tedy stálé. 2. Lyofilní disperze (koloidní roztoky) – jsou opakem lyofobních disperzí, jedná se o systémy homogenní. Charakteristickým znakem je vysoký stupeň příbuznosti mezi disperzním podílem a disperzním prostředím. Jedná se o pravé roztoky, které vznikají samovolným rozpouštěním, a jsou tedy stálé. [6,8,9]

## **2.3 Kinetické vlastnosti koloidních systémů**

Pokud jsou částice disperzního podílu dostatečně malé, účastní se tepelného pohybu. Při sedimentaci hrají hlavní roli buď gravitace nebo odstředivá síla. V disperzních systémech je tepelný pohyb podmínkou pro difúzi a osmózu, což jsou jevy charakteristické pro molekulární roztoky. U těchto dvou jevů se tepelný pohyb projevuje na makroskopické úrovni. Mikroskopická úroveň je spjata s Brownovým pohybem. Brownův pohyb je pohyb částic, který je způsoben nárazy molekul disperzního prostředí do koloidních částic vlivem tepelného pohybu. Platí, že čím je vyšší teplota a menší velikost částic, tím je tento pohyb intenzivnější. [10]

### 2.3.1 Difúze

Tento proces je projevem tepelného pohybu částic (Brownova pohybu). Jde o proces, při kterém se částice rozptylují do prostoru. Základem je zde rozdíl koncentrací v systému a snaha o dosažení rovnováhy mezi těmito koncentracemi. Rozdíl koncentrací se také označuje pojmem koncentrační gradient. Difúze vždy probíhá ve směru koncentračního gradientu, což znamená, že veškeré látky přecházejí vždy z prostředí s vyšší koncentrací do prostředí s koncentrací nižší. Rychlost difúze se s rostoucí velikostí částic a zvyšující se viskozitou zpomaluje. V koloidních systémech je proto rychlost difúze mnohem nižší než například v pravých roztocích. V hrubě disperzních systémech je tato rychlost zcela neměřitelná. [6,11]

### 2.3.2 Osmóza

Osmóza je podobným procesem jako difúze. Opět jde o vyrovnávání koncentrací roztoků, ale platí, že tento proces probíhá opačným směrem. Roztoky, nebo roztok a čisté rozpouštědlo, se stýkají přes polopropustnou membránu a přes tuto membránu proniknou pouze molekuly rozpouštědla. Důsledkem pohybu těchto molekul je osmotický tlak ( $\pi$ ), měřený v pascálech. Tento tlak je závislý také na velikosti částic. Proces osmózy se dá využít například k oddělení koloidů od nízkomolekulárních látek. Mezi separační metody, které jsou na principu osmózy založeny, patří dialýza, elektrodialýza, elektrofiltrace a ultrafiltrace. [5]

### 2.3.3 Sedimentace

Při tomto procesu dochází k usazování částic vlivem gravitační nebo odstředivé síly. Faktory ovlivňující pohyb těchto částic v silovém poli jsou jejich hmotnost, tvar a také jejich hustota. Obecným pravidlem je, že částice větších rozměrů se usazují rychleji a částice s menšími rozměry sedimentují pomaleji. Nesmíme také zapomenout, že záleží i na vlastnostech prostředí, ve kterém se tyto částice pohybují. Postupem času, dochází v systému k rovnovážnému uspořádání částic v nádobě. Toto uspořádání lze také označit termínem sedimentační rovnováha. U dna nádoby se koncentrují částice největší, menší částice jsou pak rovnoměrně rozptýleny v systému, a to díky Brownově pohybu.

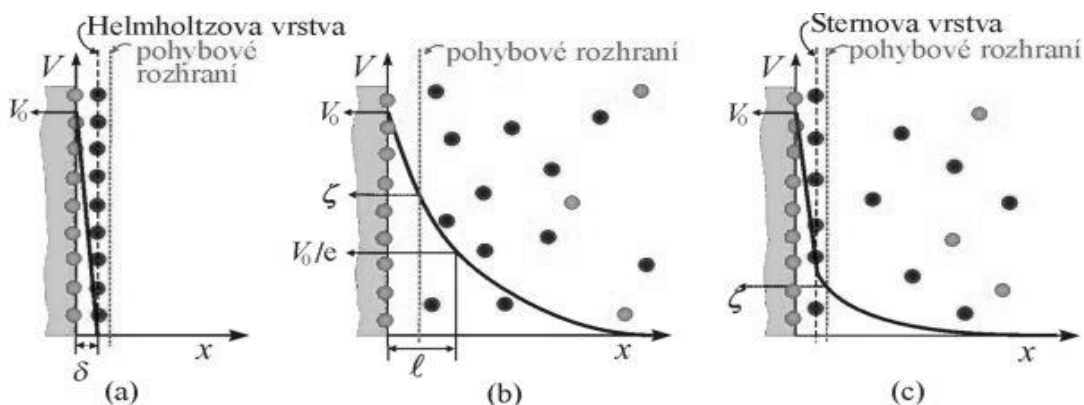
Sedimentace je závislá na tzv. stupni dispergace, dozvíme se tak, zda se částice budou usazovat či naopak. Pravé roztoky, vysoce dispergované systémy, nesedimentují. U částic koloidních rozměrů se působením gravitační síly sedimentace projeví, ale její rychlost bude značně pomalejší než u systémů hrubě disperzních. Pro urychlení sedimentace se používají

ultracentrifugy (odstředivky), kde je gravitační síla nahrazena silou odstředivou. Výsledkem je, že silové pole odstředivky je až  $10^6$ krát větší než gravitace země. Usazování tedy probíhá mnohem rychleji. [7,9]

## 2.4 Elektrické vlastnosti koloidních systémů

Poměrně dlouhou dobu je známo, že koloidní částice mají elektrický náboj. Ovšem celkový náboj koloidně disperzního systému je neutrální. Elektrický náboj částice může vznikat několika mechanismy. Mezi ně patří úplná nebo částečná adsorpce iontů z disperzního prostředí nebo disociace funkčních skupin. [12]

Procesy, kdy se nabitě částice disperzního podílu vůči disperznímu prostředí pohybují, jsou označovány termínem elektrokinetické jevy. Pokud dochází k pohybu částic působením vnějšího elektrického pole, jedná se o jevy zvané elektroosmóza či elektroforéza. V případě, že je mechanickým pohybem částic elektrické pole vyvoláno, jedná se o sedimentační potenciál nebo potenciál proudění. Elektrokinetické jevy existují díky výskytu elektrického náboje na rozhraní mezi disperzním prostředím a disperzní fází. Nabitou koloidní částicí jsou pak přitahovány ionty s opačným nábojem a v důsledku toho vzniká elektrická dvojvrstva. Existuje několik modelů elektrické dvojvrstvy. Nejjednodušším a zároveň prvním modelem je model Helmholtzův. Později bylo zjištěno, že tento model neodpovídá skutečnosti a nezávisle na sobě jej doplnili Goüy a Chapman (Goüy-Chapmanův model). Nejdokonalejší teorii však uspořádal Stern, který doplnil i konečné rozměry iontů a také specifické neelektrické interakce iontů. Vrstva protiiontů blízko přiléhajících k povrchu, tzv. Sternova vrstva, je tvořena ionty vázanými většinou adsorpčními silami. Společně s ionty, které jsou vázány na povrchu částice, tvoří kompaktní vnitřní vrstvu. Další protiionty jsou součástí difúzní vrstvy, přitahují je elektrostatické síly z větších vzdáleností od částice. Difúzní vrstva se nachází až za Sternovou vrstvou, na jejich rozhraní je určitý potenciál, označovaný jako  $\xi$ -potenciál, který je odpovědný za elektrokinetické jevy. [5,9,13]



**Obr. 1:** (a) Helmholtzův model, (b) Gouy-Chapmanův model, (c) Sternův model. [14]

## 2.5 Optické vlastnosti koloidních systémů

Zvláštností disperzních soustav je, že mají speciální optické vlastnosti. Disperzním systémem totiž prostupuje světlo a intenzita světelných paprsků se může zmenšovat. Důsledky tohoto zmenšování intenzity jsou buď rozptyl světla nebo pravá absorpce. U rozptylu světla na částicích systému dochází k tomu, že záření je opět emitováno ve formě světelné energie. Pravá absorpce je proces, kdy pohlcené záření zvyšuje vnitřní energii molekul systému a toto záření je následně přeměněno v teplo. Charakter disperzního systému a vlnová délka světla ovlivňují rozsah obou těchto jevů. V disperzních soustavách, obsahujících částice koloidních či větších rozměrů, se projevuje především rozptyl světla. V analyticky disperzních soustavách je to prakticky jen pravá absorpce. [15,16]

### 2.5.1 Absorpce záření

Při absorpci světla dochází ke změnám energetických stavů elektronů. Jak již bylo řečeno, absorbované záření se mění v teplo a zvyšuje vnitřní energii molekuly. Absorpce záření (světla) při průchodu látkou A je definována Lambert-Beerovým zákonem:

$$A = -\log \frac{I}{I_0} = \varepsilon cd$$

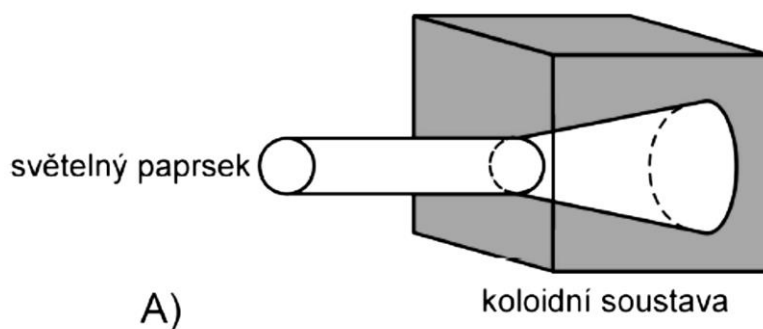
Písmenem I je označena intenzita prošlého záření látkou, intenzita dopadajícího záření na látku je pak označena  $I_0$ .  $\varepsilon$  je absorpční koeficient, c pak koncentrace látky a d je tloušťka vrstvy, kterou světlo prochází. [5]



### 2.5.2 Rozptyl záření

Tento jev se dá pozorovat pouze u soustav s odlišnými indexy lomu disperzního prostředí a disperzních částic. U hrubých disperzních soustav dochází na povrchu částic pod různými úhly (z důvodu nerovnosti povrchu) k lomu a odrazu světelných paprsků. Světlo se následně polarizuje a zároveň se difúzně rozptyluje. To se projevuje zákalem systému, který je viditelný v jakémkoli směru, i v tenkých vrstvách. Koloidní disperze obsahující částice o rozměrech, které lze srovnat s vlnovou délkou světla nebo s ještě menšími rozměry, mají intenzitu rozptylu menší. Proto jsou koloidně disperzní systémy při procházejícím světle v tenkých vrstvách čiré. Až v tlustých vrstvách se objevuje jemný zákal. [15]

Již bylo zmíněno, že při pohlcení světla dochází k vyzáření přijaté energie, a to náhodně všemi směry, aniž by se změnila vlnová délka. Rozptyl záření je jev zahrnující ohyb, odraz, lom a interferenci světla. Již v 17. století byl rozptyl světla pozorován Johnem Tyndallem. Po něm je pojmenován jev, který můžeme pozorovat, když ze strany na disperzi dopadá světelný paprsek. Jedná se o tzv. Tyndallův kužel, který má vrchol v místě přechodu do disperze a který se směrem ven postupně rozšiřuje. V případě, kdy jsou disperzní částice dostatečně velké, je můžeme pozorovat jako jednotlivé zářící body. Menší částice jsou pak pozorovatelné jen jako difúzní světelný pruh. [7,16]



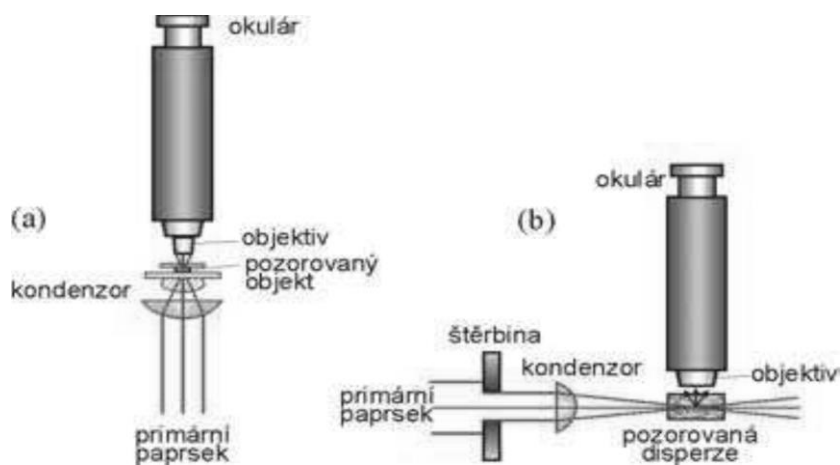
**Obr. 2:** Tyndallův jev. [5]

Pro malé kulovité částice ( $d = \lambda/20$ ) vypracoval teorii anglický fyzik John W. Rayleigh v roce 1871. Jeho teorie položila obecný základ k výzkumu rozptylu záření. Při průchodu světelného paprsku se molekuly polarizují a v důsledku toho se vytvářejí indukované oscilující dipóly. Všemi směry se pak ve formě vlnění šíří vznikající periodické

elektrické pole. Zdrojem rozptýleného světla se pak stává každá molekula, která byla primárním světlem ozářena. [6]

### 2.5.3 Mikroskopie – metody detekce koloidních částic

Koloidní částice nelze pozorovat přímo optickým mikroskopem, jelikož jeho rozlišovací schopnost není uzpůsobena takto malým částicím. Lze jím ale pozorovat například hrubě disperzní systémy. Přímou studii koloidních částic umožňuje ultramikroskop, jehož principem je pozorování Tyndallova kužele. Do ultramikroskopu nepřichází primární světlo, takže pozorujeme pouze světlo, které je disperzními částicemi rozptýlené. Projevem tohoto jevu jsou zářící body na tmavém pozadí. Hranice viditelnosti v ultramikroskopu je dána velikostí částic, intenzitou rozptýleného světla, ale také rozdílem indexů lomu disperzního podílu a disperzního prostředí. V případě, že jsou rozměry částic srovnatelné s vlnovou délkou světla nebo jsou větší, nejsou pak viditelné jako zářící body, ale jako soustředné difrakční kroužky. Další metodou přímého studia těchto částic je elektronová mikroskopie. Pomocí ní lze studovat tvar a velikost částic. Elektronový mikroskop používá svazek rychle letících elektronů místo světelných paprsků. [6,16]



**Obr. 3:** Porovnání optického mikroskopu (a) a ultramikroskopu (b). [6]

Koloidní částice můžeme zkoumat také pomocí rastrovací tunelové mikroskopie, která je založena na pravděpodobnosti průchodu elektronů přes energetickou bariéru. Z klasického pohledu je tato bariéra neprostupná. Mikroskopie atomárních sil pak na povrchu vzorku

mapuje rozložení sil, které jsou vyvolány přiblížením hrotu k povrchu. Pomocí této metody můžeme zkoumat vodivé i nevodivé vzorky. [17]

## **2.6 Stabilita koloidních systémů**

Koloidní systémy jsou v tzv. metastabilním stavu, což je stav se zvýšenou energií. Příčinou zvýšené energie je přítomnost fázového rozhraní a tedy nadbytek povrchové energie. Je možné dosáhnout stavu s nižší povrchovou energií, a to tím, že překonáme určitou bariéru označovanou termínem energetická bariéra. Pokud chceme dosáhnout toho, aby byl koloidní systém stabilní, je třeba vytvořit dostatečnou energetickou bariéru. Ta zabraňuje spojování částic neboli agregaci, což je jedna z nejdůležitějších fyzikálních vlastností koloidních disperzí. Hlavní příčinou agregace jsou van der Waalovy přitažlivé síly mezi částicemi. Proti těmto silám dlouhého dosahu zároveň působí síly odpudivé, jejichž dosah je však kratší. [5,10,18]

V úvodu už bylo zmíněno, že existují dvě velké skupiny koloidně disperzních soustav. Jednou z nich je soustava lyofilní, která je stálá termodynamicky. Naopak stabilní pouze kineticky je soustava lyofobní. [9]

## **2.7 Metody příprav koloidních systémů**

Nanočástice můžeme připravit různými metodami. Při přípravě nanočástic lze dosáhnout požadovaných tvarů a velikostí, s čímž také souvisí jejich následné fyzikální a chemické vlastnosti. Nejčastěji připravovanými nanočásticemi jsou nanočástice kovů, např. zlata a stříbra, dále pak nanočástice selenidů, oxidů, sulfidů a také polymerní nanočástice. Příprava koloidních soustav pro studium či aplikaci může probíhat buď rozměňováním makroskopického materiálu (dispergační metoda) nebo agregací malých molekul (kondenzační metoda). [19,20]

### **2.7.1 Metoda dispergační**

Při rozměňování částic hrubě disperzního podílu je třeba vynaložit energii, tudíž tato metoda neprobíhá samovolně. Částice můžeme rozmělnit vibračně (ultrazvuk) nebo mechanicky (mlýnky). Jemný prach, který vzniká drcením či mletím, je následně suspendován v kapalině a tím dochází ke vzniku koloidních systémů. Avšak částice v systému nejsou stabilní a mají tendenci agregovat. Abychom dosáhli vysokého stupně disperzity, přidáváme pomocné látky, které tyto částice stabilizují. Nejčastějším

stabilizačním činidlem jsou ionty přidaného elektrolytu. Adsorbují se na povrch částic a zde vytvářejí elektrický náboj. Jednou z nevýhod mechanického mletí je, že můžeme dosáhnout pouze určitého stupně disperzity. Dále také může docházet ke znečištění roztoku materiálem z částí mlýnku při otěru a rozmělnování. [6]

### **2.7.2 Metoda kondenzační**

Pomocí této metody lze připravit vysoce dispergované koloidní systémy. Obecně jsou známy dva postupy, díky kterým lze dosáhnout kondenzace látek za vzniku koloidních systémů. Prvním z nich je metoda fyzikální a druhým metoda chemická.

Fyzikální metoda souvisí se změnou fyzikálně-chemických podmínek, jako je změna teploty, někdy i změna tlaku. Nejvíce ovlivňujícím faktorem je ale změna složení rozpouštědla, což je spojeno se změnou rozpustnosti látek. Tím, že změním rozpouštědlo, respektive jeho složení, změním i rozpustnost určité látky v tomto rozpouštědle. Dojde ke kondenzaci látky a vzniku koloidních částic.

Častěji využívaným postupem je kondenzační metoda chemická. Funguje na principu chemické přeměny rozpuštěné látky na látku jinou, která je v daném prostředí nerozpustná. Díky této metodě lze připravit větší počet koloidních systémů o různém chemickém složení. U této metody využíváme např. srážecí reakce, kterými můžeme připravit koloid AgI smísením  $\text{AgNO}_3$  a KI. Dalším typem jsou reakce hydrolytické, které slouží k přípravě koloidních částic hydroxidů těžkých kovů a také reakce oxidačně-redukční, jimiž můžeme připravit koloidní částice kovů i nekovů. [5,6]

## **2.8 Příprava nanočástic stříbra**

Koloidní systémy kovů řadíme do skupiny lyofobních soustav. Tyto soustavy se vyznačují malou rozpustností dispergovaných látek v kapalném disperzním prostředí. Konkrétním příkladem, který zde můžeme zařadit, jsou v poslední době velmi často zkoumané koloidní disperze stříbra. Pro své fyzikálně-chemické vlastnosti je právě stříbro jedním z nejvíce používaných kovů v oblasti nanotechnologií. Hojně se ho využívá i z toho důvodu, že existuje hned několik postupů, které je možné uplatnit při přípravě koloidních disperzí s jeho obsahem. Využití dispergačních metod při přípravě nanočástic stříbra není příliš časté. Možné je z praktického hlediska využití pouze dispergace v elektrickém oblouku nebo využití laserové ablace. Metody kondenzační hrají při přípravě těchto nanočástic významnější roli. Využívají postupy založené především na redukci iontových sloučenin.

Kromě organických a anorganických činidel lze také využít radikály, které vznikly v soustavě působením radioaktivního záření či ultrazvuku. Mezi faktory, jež jsou důležité pro další využití těchto částic, patří jejich vlastnosti odvíjející se od velikosti a stability. Je proto nutné zvolit vhodnou metodu přípravy, abychom dosáhli požadovaných výsledků. [21]

### **2.8.1 Laserová ablace**

Principem této poměrně jednoduché metody je působení laserového paprsku na povrch materiálu v kapalném prostředí. Tento paprsek způsobuje na povrchu ozářeného materiálu díky své vysoké energii přehřátí. Dochází tedy ke zvýšení teploty i tlaku, důsledkem čehož je uvolnění částic z materiálu. Velikost takto vzniklých částic, ale také jejich výsledné chování ovlivňuje mnoho faktorů. Záleží na intenzitě použitého laseru, na vlnové délce, na typu použitého rozpouštědla, ale také na přítomnosti iontů v roztoku či na přítomnosti jiných látek. [21,22]

### **2.8.2 Redukce anorganickými látkami**

U chemické redukce se asi nejčastěji setkáváme s tetrahydridoboritanem sodným ( $\text{NaBH}_4$ ), který zde slouží jako anorganické redukční činidlo. Existuje mnoho experimentálních metod pro přípravu částic stříbra, které byly publikovány již dříve a které jsou dodnes hojně využívány. Za průkopníky přípravy nanočástic stříbra za pomoci  $\text{NaBH}_4$  můžeme označit Creightona, Blatchforda a Albrechta. Experimentální provedení spočívá v reakci 1 ml  $\text{AgNO}_3$  ( $10^{-3}$  M) se 3 ml ledového roztoku  $\text{NaBH}_4$  ( $2 \cdot 10^3$  M) za intenzivního míchání. V těchto podmínkách vzniká stabilní disperze stříbra s velmi malými částicemi o rozměrech 5-20 nm. Pro přípravu částic větších velikostí je používán postup navržený Schneiderem. Jedná se o další způsob redukce stříbrné soli za pomoci  $\text{NaBH}_4$ . Je to tzv. dvoustupňová redukce, kdy v první fázi redukcí  $\text{NaBH}_4$  dojde ke vzniku stříbrných částic o rozměrech asi do 20 nm. Tyto částice jsou poté ve druhé fázi zvětšovány za pomoci slabšího redukčního činidla, např. kyseliny askorbové.

Existuje i řada dalších anorganických redukčních činidel. Jejich využití je však méně časté, než je tomu u  $\text{NaBH}_4$ . Patří sem např. vodík, hydrazin, hydroxylamin nebo peroxid vodíku. [22]

### **2.8.3 Redukce organickými látkami**

Nejčastěji používanou látkou pro přípravu koloidního stříbra, která má organický charakter, je citrát sodný. Postup přípravy s touto látkou poprvé zapsali Lee a Meisel. Částice

stříbra, které jsou připravovány daným postupem, jsou také hojně využívány v Ramanově spektroskopii. Daný postup spočívá ve smísení 10 ml 1% roztoku citrátu trisodného s 500 ml vodného roztoku  $\text{AgNO}_3$  (90 mg v 500 ml). Následně se reakční směs nechá hodinu vřít. Podle studií dochází k redukci stříbrných iontů obvykle 2 minuty po přidavku citrátu. Prvotní částice bývají velké (60-80 nm), ale zahříváním roztoku dochází k jejich zmenšování, a to na průměrnou velikost 27 nm.

Existují i další metody, které řadíme mezi chemické redukce organickými látkami. Jednou z nich je tzv. Tollensův proces. Obecně se jedná o redukci amoniakálního komplexního kationtu  $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]^+$  redukujícími cukry. [22]

#### **2.8.4 Fotochemická metoda**

Při fotochemické metodě se jedná o přípravu částic za využití UV záření. Ozařovaná reakční směs obsahuje stříbrnou sůl, vhodný stabilizátor a také organickou látku. Vlivem UV záření se z organické látky uvolňují volné radikály, které následně plní funkci redukčního činidla stříbrných iontů. Nejčastěji využívaným zdrojem UV záření bývá rtuťová výbojka. Pomocí fotochemické metody vznikají standardně částice o velikostech 6-20 nm, mohou však dosahovat velikosti až 100 nm. [22,23]

### **2.9 Využití a aplikace nanočástic stříbra**

Význam nanomateriálů v posledních letech prudce vzrůstá. Je to zapříčiněno jejich unikátními vlastnostmi a také jejich širokým aplikačním potenciálem. Využívají se v různých průmyslových odvětvích, v molekulární medicíně a lékařství, při konstrukci nanosenzorů, v potravinářství a dalších oblastech. Nejen v laboratořích, ale také v běžném životě jsou nanočástice stříbra hojně využívány. Jejich chemické, fyzikální a biologické vlastnosti se totiž výrazně liší od makroskopické formy stříbra. Nejčastěji jsou využívány pro svou antimykotickou a antibakteriální aktivitu. Nárůst využívání kovových nanočástic, především stříbrných, od 70. letech 20. století je spojen s objevem Ramanovy spektroskopie. Tato metoda nám umožňuje studovat molekuly navázané na povrchu nanočástic. Využívá se proto nejen v oblasti výzkumu, ale také v praktické analytické chemii. [17,24]

#### **2.9.1 Ramanova spektroskopie**

Jedná se o metodu vibrační molekulové spektroskopie, která byla pojmenována po indickém fyzikovi Č. V. Ramanovi, jež tuto metodu poprvé popsal. Tato spektroskopická metoda je velmi citlivá, nedestruktivní a rychlá. Lze ji využít k identifikaci různých molekul

a iontů, které jsou naadsorbovány na zdrsňelém povrchu kovů s vhodnou nanostrukturní morfologií. Nejčastěji používanými kovy jsou v tomto případě stříbro, zlato a měď. Uplatnění této metody je široké – od chemického a farmaceutického průmyslu, přes mineralogii a geochemii až po biologii a lékařství. Využívá se při analýze plynných, kapalných i pevných vzorků. Tato analytická metoda je založená na tzv. Ramanově rozptylu. Jeho principem je interakce viditelného záření s nanostrukturami kovů a s molekulami, které jsou lokalizovány na jejich površích. Vlnová délka rozptýleného záření se liší od vlnové délky dopadajícího záření. Existují faktory, jimiž můžeme Ramanův signál zesílit. Jde o chemický mechanismus, který do celkového zesílení signálu zasahuje poměrně nepatrně ( $10^2$ ) a ve vědeckých kruzích se o něm stále vedou diskuze, a elektromagnetický mechanismus, který celkový signál zesiluje ve větší míře (asi  $10^4$ ). [25,26,27]

### **2.9.2 Antibakteriální účinky a toxicita stříbrných částic**

Antimikrobiální či antibakteriální účinky stříbra znali již v antickém Řecku a Římě, kde používali stříbrné nádoby k zachování trvanlivosti vody a jiných tekutin. Ve středověku bylo mleté stříbro preventivně užíváno proti infekcím. Stříbro však v této formě není biologicky dobře využitelné a po dlouhodobějším užívání dochází k otravě, tzv. argyrii. Tato otrava se projevuje změnou barvy pokožky i očního bělma a také poškozením jater. Objev antibiotik zapříčinil útlum ve výzkumu i využití částic stříbra. Hlavním nástrojem v boji proti bakteriím se stala antibiotika. V posledních letech však dochází ke vzrůstu rezistence bakterií vůči těmto lékům, jehož příčinou je jejich masové užívání. Počátkem 20. století byla tedy znovu objevena tato unikátní vlastnost stříbra. Ve srovnání s antibiotiky byla odolnost bakterií vůči iontovému stříbru prokázána jen sporadicky. Vůči koloidnímu stříbru pak tato odolnost nebyla prozatím prokázána vůbec.

Stříbro v podobě kovu biologicky nereaguje a prochází tělem, proto se častěji využívá ve formě oxidu stříbrného ( $\text{Ag}_2\text{O}$ ). Obecně je známo, že stříbro mikroorganismy zabíjí a pozitivně nabitě stříbrné ionty jsou pro tyto organismy vysoce toxické. Existuje několik způsobů, kterými může stříbro na mikroorganismy působit. Příkladem je jeho vysoká afinita k negativně nabitým bočním skupinám biologické molekuly, stříbro také napadá místa uvnitř buněk a tím deaktivuje kritické fyziologické funkce. Pokud dojde ke ztrátě těchto funkcí, bakterie přestane růst nebo ve většině případů dojde k zabití mikroorganismu. Účinky stříbra nejsou selektivní. Důsledkem toho je, že stříbro má antibakteriální účinky vůči širokému spektru mikroorganismů včetně kvasinek, hub a bakterií. Výsledky studií antimikrobiálních účinků stříbrných nanočástic poukazují na fakt, že tyto účinky jsou závislé na velikosti těchto

nanočástic i na jejich morfologii. Optimální velikost nanočástic pro efektivní ničení bakterií je v rozmezí 1–10 nm. Platí pravidlo, že čím jsou tyto nanočástice menší, tím je jejich antibakteriální aktivita vyšší. [17,22,28,29]

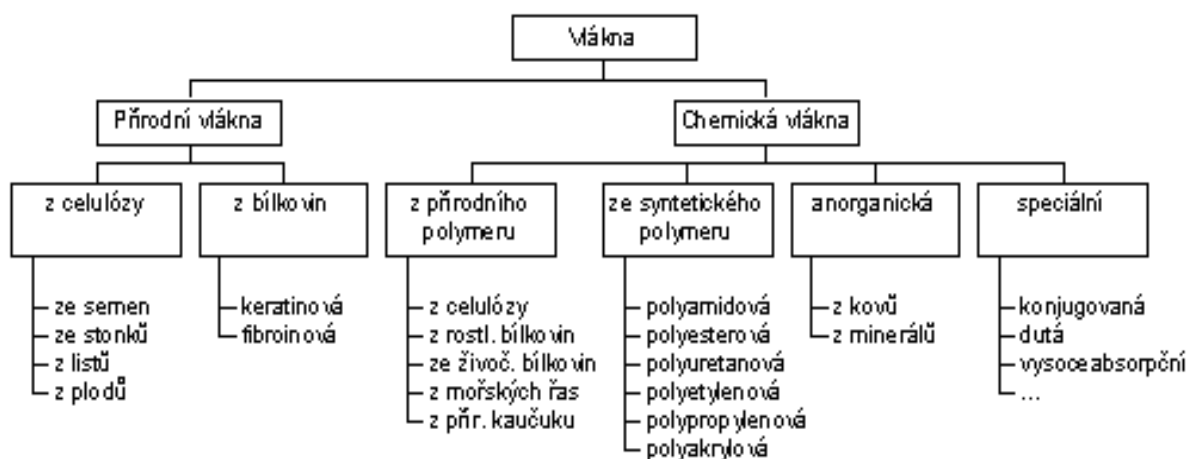
Na trhu se objevuje mnoho výrobků, které obsahují stříbrné nanočástice nebo jsou jimi nějakým způsobem impregnovány. Jsou obsaženy např. v dezinfekčních prostředcích odpadních vod, které jsou generovány z nemocnic a obsahují infekční mikroorganismy. Účelem nasazení stříbrných nanočástic je zabránění kontaminace životního prostředí. Dále se tyto částice využívají ve stavebnictví, např. se přidávají do barev na domovní fasády nebo do vnitřních omítek, a to proti tvoření plísní a usazování řas. Jsou jimi postříbřeny i některé lékařské nástroje a pomůcky. Využívají se při léčbě popálenin, ran a k léčbě některých bakteriálních infekcí (rychlejší a efektivnější hojení ran, lepší kosmetický vzhled jizev). Existuje obvazový materiál, krémy a gely, které obsahují stříbrné částice. Jsou využívány i jako biosenzory, např. při analýze mozkomíšni tekutiny k odhalení Alzheimerovy choroby. V potravinářském průmyslu slouží tyto nanočástice ke konzervaci potravin, protože omezují bakteriální růst. V neposlední řadě jsou využity i v textilním průmyslu. Přidávají se do hmoty, ze které se vyrábí textilní vlákno, nebo jsou impregnovány na jeho povrch. Nejčastějším textilním výrobkem, který nanočástice obsahuje, jsou ponožky, ale vyskytují se také ve funkčním prádle. [17,28,29,30]

Rozmach v používání nových antibakteriálních materiálů a různých dezinfekčních prostředků, které obsahují nanočástice stříbra, předbíhá laboratorní výzkum. Např. nejsou ještě zcela prozkoumána rizika týkající se možného negativního dopadu nanočástic na lidský organismus, životní prostředí a ekosystém vůbec. Pravidlem ale je, že pokud budeme častěji využívat přípravky, které obsahují stříbrné nanočástice, povede to k vyšším emisím stříbra do životního prostředí. Touto problematikou, přesněji toxicitou nanočástic kovů, se zabývá obor zvaný nanotoxikologie. [29,31]

## **2.10 Struktura a vlastnosti tkanin**

Základem textilního průmyslu jsou textilní vlákna, která se obecně dělí na vlákna přírodní a vlákna umělá. Přírodní vlákna mohou být živočišného původu (proteinová) nebo rostlinného původu (na bázi celulózy). Umělá vlákna jsou naopak produktem chemického průmyslu. [32]





**Obr. 4:** Rozdělení vláken. [32]

### 2.10.1 Bavlna (CO)

Jedná se o jednobuněčná vlákna obrůstající semena bavlníku. Hlavním stavebním prvkem bavlněných vláken je celulóza, a proto je bavlna jejím nejčistším zdrojem. Podle chemického složení se bavlna řadí do skupiny vláken s heterogenním hlavním řetězcem a do podskupiny bezdušíkatých sloučenin. Bavlněné vlákno se skládá z několika složek. Obsah některých z nich může záležet na půdě, kde byla bavlna pěstována a na případném napadení škůdci.

- |                          |                                 |
|--------------------------|---------------------------------|
| 1) celulóza 88 – 96 %    | 5) organické kyseliny 0,5 – 1 % |
| 2) pektiny 0,9 – 1,2 %   | 6) minerální soli 0,7 – 1,6 %   |
| 3) bílkoviny 1,1 – 1,9 % | 7) cukry 0,3 %                  |
| 4) vosky 0,3 – 1 %       | 8) ostatní 0,9 %                |

### 2.10.2 Polyamid (PA)

Dříve se v ČR vyráběl pod názvem Silon, dnes nese název Nylon. Vyznačuje se dobrými mechanickými vlastnostmi, vysokou pružností a také malou bobtnavostí (snadné praní, rychle schne). Polyamidy jsou kondenzační produkty kyseliny aminokaprové, nebo kyseliny adipové a hexametyléndiaminu. Typickou skupinou pro polyamidy je skupina -CO-NH- a podle chemického složení se řadí do skupiny vláken s heterogenním hlavním řetězcem a do podskupiny dusíkatých sloučenin. Díky amidické vazbě v hlavním řetězci se polyamidová vlákna blíží chemickou podstatou vlně. [33]

### 2.10.3 Polyester (PES)

V produkci mezi syntetickými vlákny je polyester na prvním místě (47,5%). Jedná se o kondenzační produkt s esterovou vazbou v hlavním řetězci. Klasický polyester vzniká přímou esterifikací kyseliny tereftalové a etylénglykolu. Má dobré mechanické vlastnosti a je odolný vůči oděru. Mezi nevýhody patří jeho vysoká tvorba žmolků a nízká navlhavost. Z hlediska chemického složení se řadí do stejné skupiny jako bavlna, tedy skupina vláken s heterogenním hlavním řetězcem, podskupina bezkyslíkaté sloučeniny. Typickou skupinou pro polyestery je  $-\text{CO}-\text{O}-$  skupina. [33]

### 2.10.4 Polypropylen (PP)

Průmyslová výroba polypropylenu započala již v roce 1960. Polypropylen se řadí mezi polyolefiny. Vlákná polypropylenu jsou připravována polymerací vinylových monomerů obecného vzorce  $\text{CH}_2=\text{CHR}$  s využitím katalyzátorů. Je vysoce odolný vůči chemikáliím, lze jej porušit jen koncentrovanou  $\text{HNO}_3$  a horkými koncentrovanými alkáliemi. Mezi jeho výhody patří snadná formovatelnost, nízká měrná hmotnost a odolnost vůči oděru. Nevýhodami je jeho nízká navlhavost, nízká barvitelnost a také nízká tepelná odolnost. Z hlediska chemického složení se řadí do skupiny vláken s hlavním uhlíkatým řetězcem typu  $-\text{CH}_2-\text{CHR}-\text{CH}_2-$ . [33]

## 2.11 Dosavadní studie úprav tkanin

Ve většině současných studií se hovoří o úpravě tkanin a textilií za pomoci sonochemické metody. Tato metoda využívá k aktivaci chemických reakcí energii ultrazvuku. Působením mechanického vlnění dochází k lokálnímu zhoustnutí nebo zředění roztoku. Principem metody je tvorba bublin na povrchu částic, které narůstají, až dojde k jejich rozpadu, při kterém se zároveň uvolní energie a dojde k tvorbě požadovaných vrstev. Destrukce těchto bublin je velmi rychlá a probíhá pouze několik nanosekund. Rychlá kinetika tak zabraňuje růstu jader. Tato metoda vytváří vrstvu po vrstvě a po kompletním vytvoření dojde ke vzniku jedné homogenní vrstvy spojením (slinováním) sousedních částic. [34,35]

Při úpravě tkanin s cílem podpořit jejich antibakteriální účinky byly využity např. oxidy kovů jako oxid zinečnatý ( $\text{ZnO}$ ) nebo také oxid měďnatý ( $\text{CuO}$ ). Tyto oxidy byly nanášeny na tkaniny za pomoci zmiňované sonochemické metody. Oxid zinečnatý impregnovaný

na bavlněné textilií vykazoval vynikající antibakteriální aktivitu vůči dvěma testovaným bakteriím – *Staphylococcus Aureus* a *Klebsiella Pneumoniae*.

Gedanken a kol. využili ve svém experimentu také oxid zinečnatý, který impregnovali na povrch bavlny opět sonochemickou metodou. Technologický princip této impregnace byl založen na kontinuálním tažení textilní látky pracovním roztokem, který obsahoval kovové soli působící jako prekurzory, které se rozkládají za vzniku nanočástic. Tvorba in situ nanočástic ZnO v ultrazvuku a jejich následné ukládání na povrch tkaniny probíhal v jednom kroku reakce. Povlak podle studie neobsahoval žádné toxické látky a výzkum ukázal, že i při nízké koncentraci povlaku, méně než 1 %, vykazuje povlak vynikající antibakteriální aktivitu vůči *Escherichia Coli* a *Staphylococcus Aureus*. Kovové částice byly pevně přichyceny na látku a jejich obsah se nezměnil ani po 20 pracích cyklech.

Tiž výzkumníci vyvinuli nový postup přípravy bavlněných obvazů s antibakteriálními a antimykotickými vlastnostmi pokrytím jejich povrchu nanočásticemi CuO. Fyzikálně-chemická analýza prokázala, že nano-krytalický oxid mědi (10-15 nm) byl jemně dispergován na povrchu bavlny bez významného poškození struktury příze. Podobný účinek měly také použité oxidy MgO a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. [2,3,36]

Stejnou metodou byly v jiném experimentu upravovány bavlna a polyester, opět s cílem podpořit antibakteriální aktivitu těchto tkanin. Tentokrát nebyly využity pro impregnaci oxidy kovů, ale antibiotikum tetracyklin (TTCL), který byl pro úpravu tkanin zatížen proteinovými mikročásticemi a to bovinním sérovým albuminem (BSA) a nebo proteinem kasein. Postup sonochemické metody, kdy byl vytvářen povlak na povrchu tkanin, probíhal po dobu 3 minut. Výsledky morfologie tkanin, tedy bavlněných a polyesterových obvazů, potažených TTCL zatíženým BSA nebo kaseinovými mikročásticemi, byly stanoveny pomocí světelné mikroskopie. Upevnění částic a účinnost sonochemické metody byly následně studovány pomocí UV spektrofotometrie. Výzkum úpravy tkanin za pomoci těchto látek byl spojen s otázkou možného praktického využití při výrobě obvazů, pro podporu hojení ran a pro pacienty, kteří jsou vysoce citliví na určité druhy bakterií. [37]

### **3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST**

#### **3.1 Chemikálie**

Dusičnan stříbrný (Fagron), amoniak (vodný roztok 28-30%, p. a., Sigma-Aldrich), sodná sůl kyseliny polyakrylové (NaPA, 35 % vodný roztok, molekulová hmotnost 15 000, p. a., Sigma-Aldrich), sodná sůl kyseliny polyakrylové (NaPA, 45 % vodný roztok, molekulová hmotnost 1 200, p. a., Sigma-Aldrich), tetrahydridoboritan sodný (p. a., Sigma-Aldrich), oleát sodný ( $\geq 82\%$  mastných kyselin, p. a., Sigma - Aldrich)

#### **3.2 Zařízení a přístroje**

Při přípravě disperze nanočástic stříbra byla využita automatická hřídelová míchačka (Heidolph). K určení velikosti částic stříbra byl použit přístroj 90 Plus Particle Size Analyzer (Brookhaven Instruments Corporation, USA), který pracuje na principu dynamického rozptylu světla (DLS – Dynamic Light Scattering). Pro záznam absorpčních spekter připravených disperzí nanočástic byl využit spektrofotometr Specord S600 (Analytik Jena, Německo). Impregnace tkanin probíhala na automatické třepačce (Heidolph, Promax 1020). Při jednom z postupů byla také využita elektrická sušárna (Binder).

#### **3.3 Tkaniny**

Pro experiment byly použity tyto druhy tkanin: bavlna, kationizovaná bavlna, polypropylen, polyester a polyamid. Vzorčky tkanin poskytla firma INOTEX spol. s r.o.

#### **3.4 Pracovní postupy**

##### **3.4.1 Příprava disperzí nanočástic stříbra**

Pro experiment byly připraveny dvě disperze nanočástic stříbra. Koncentrace stříbra pro obě připravené koloidní disperze byla 5 g/l. Tyto připravené koloidní disperze stříbra se lišily molekulovými hmotnostmi použitého stabilizátoru, kterým zde byla sodná sůl kyseliny polyakrylové (NaPA).

Koloidní disperze s NaPA o molekulové hmotnosti 1 200 (45% vodný roztok) byla připravena redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ . Kádinka o objemu 2000 ml umístěná na automatické míchačce byla nejdříve naplněna 800 ml destilované vody a v tomto objemu byla rozmíchána navážka 7,87 g  $\text{AgNO}_3$ . Dále byly po kapkách přidány 4 ml  $\text{NH}_3$ . Nejdříve vznikla sraženina, která se následně rozpustila, čímž došlo k vyčeření roztoku. Po vyčeření bylo do roztoku

přidáno 11 ml sodné soli kyseliny polyakrylové. Následně byl objem míchaného roztoku doplněn na 900 ml, tedy bylo přidáno 85 ml destilované vody. Posledním přídavkem byl objem 100 ml destilované vody, ve kterém bylo rozpuštěno 1,03 g NaBH<sub>4</sub>, který zde působil jako redukční činidlo.

Disperze nanočástic stříbra s NaPA o molekulové hmotnosti 15 000 (35% vodný roztok) byla připravena obdobným způsobem. Rozdílem bylo přidané množství NH<sub>3</sub>, které v tomto případě činilo 7,5 ml, pro sodnou sůl kyseliny polyakrylové to byl objem 14,3 ml. Změnilo se také množství destilované vody, která byla přidávána, aby byl roztok doplněn na celkový objem 900 ml. Zde činilo přidané množství 78,2 ml. Další postup byl nezměněn. Takto připravené koloidní disperze stříbra byly uloženy do tmavých skleněných láhví a uchovávány v tmavých prostorech, aby byla omezena expozice světla.

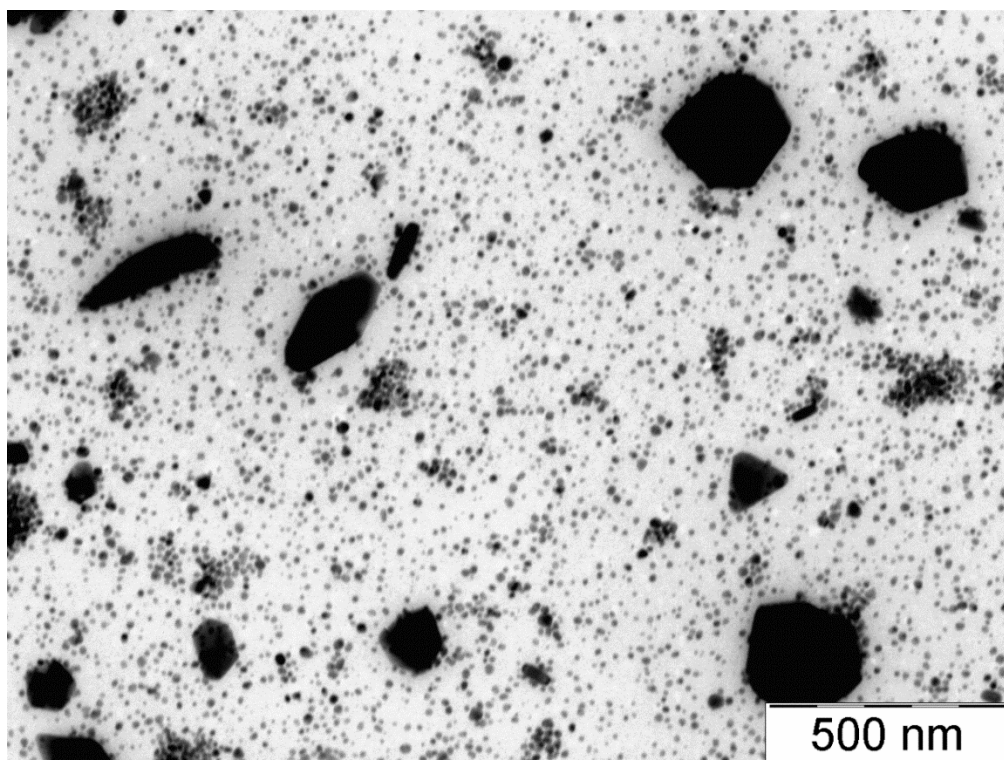
## 4. VÝSLEDKY A DISKUZE

### 4.1 Porovnání připravených disperzí nanočástic stříbra

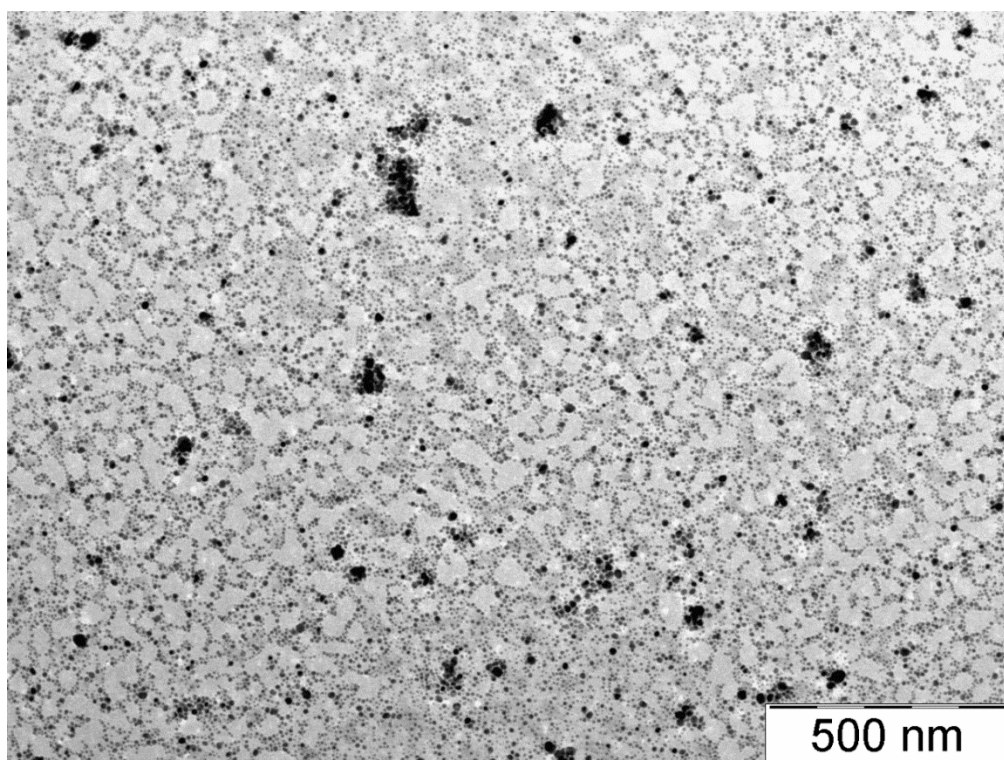
Disperze nanočástic stříbra, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ , se od sebe lišily molekulovými hmotnostmi použitého stabilizátoru. V těchto experimentech byla tímto stabilizátorem sodná sůl kyseliny polyakrylové. Funkcí stabilizátorů je působení proti agregaci nanočástic tak, že pokryjí jejich povrch. Byly využity dva typy polyakrylátu sodného o molekulových hmotnostech 1 200 a 15 000. Celková koncentrace stříbra u obou koloidních disperzí měla hodnotu 5 g/l. Z hlediska velikosti částic byla koloidní disperze stříbra s NaPA 1 200 polydisperznější. (Obr. 5) Koloidní disperze stříbra s NaPA 15 000 byla v tomto porovnání monodisperznější, obsahovala částice přibližně stejných rozměrů. (Obr. 6) Při porovnání TEM snímků v menším měřítku byly připravené částice koloidní disperze s NaPA 15 000 menší a celkově vzorek disperze nanočástic jevil kompaktnější uspořádání. (Obr. 7, 8) Dosažené velikosti částic těchto připravených disperzí jsou uvedeny v následující tabulce.

**Tabulka 1:** Velikost částic připravených disperzí nanočástic stříbra.

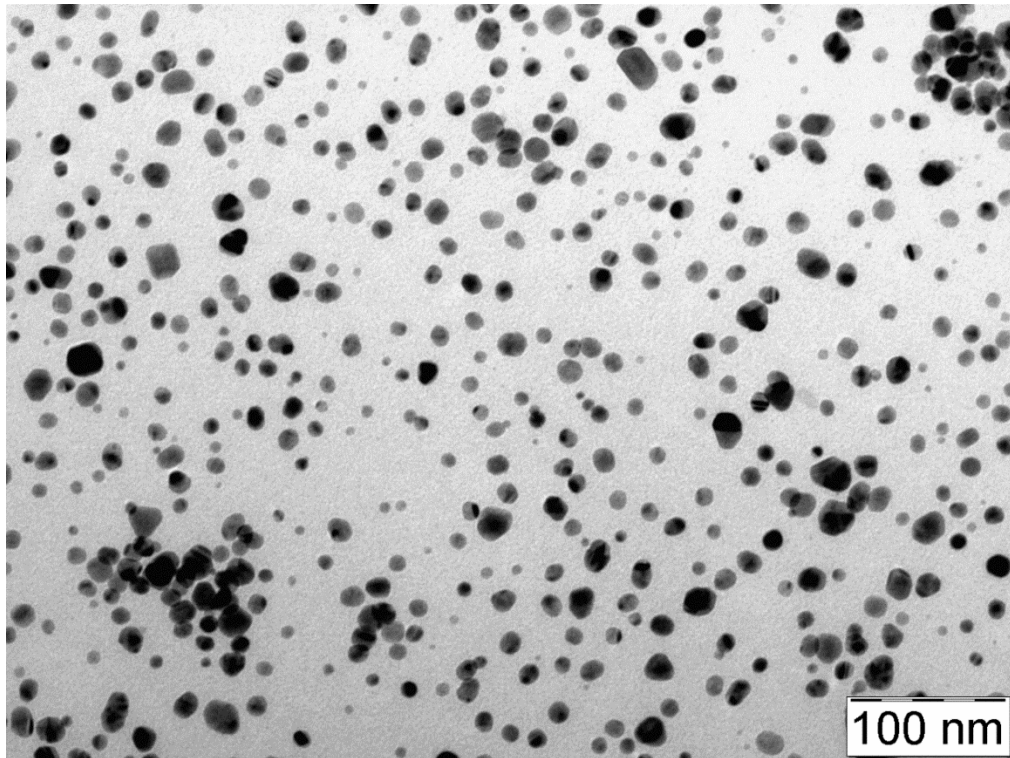
	<b>disperze s NaPA 1200</b>	<b>disperze s NaPA 15000</b>
po přípravě	23 nm	19,6 nm
po 5 měsících	27,7 nm	23 nm



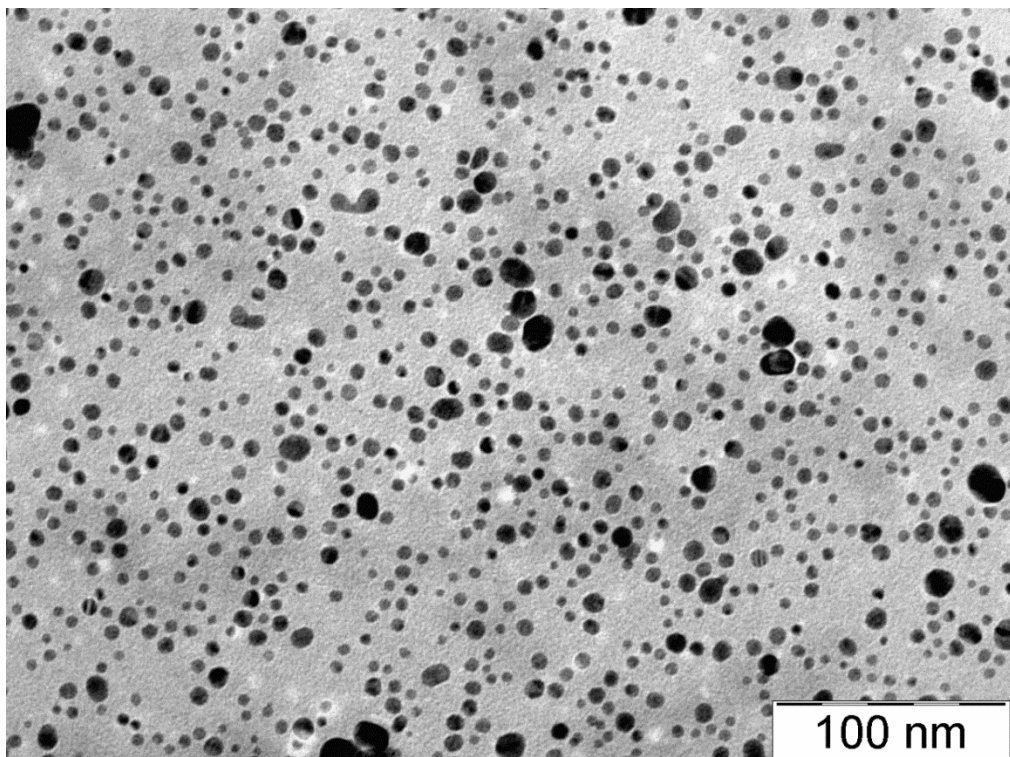
**Obr. 5:** TEM snímek koloidní disperze stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ .



**Obr. 6:** TEM snímek koloidní disperze stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ .

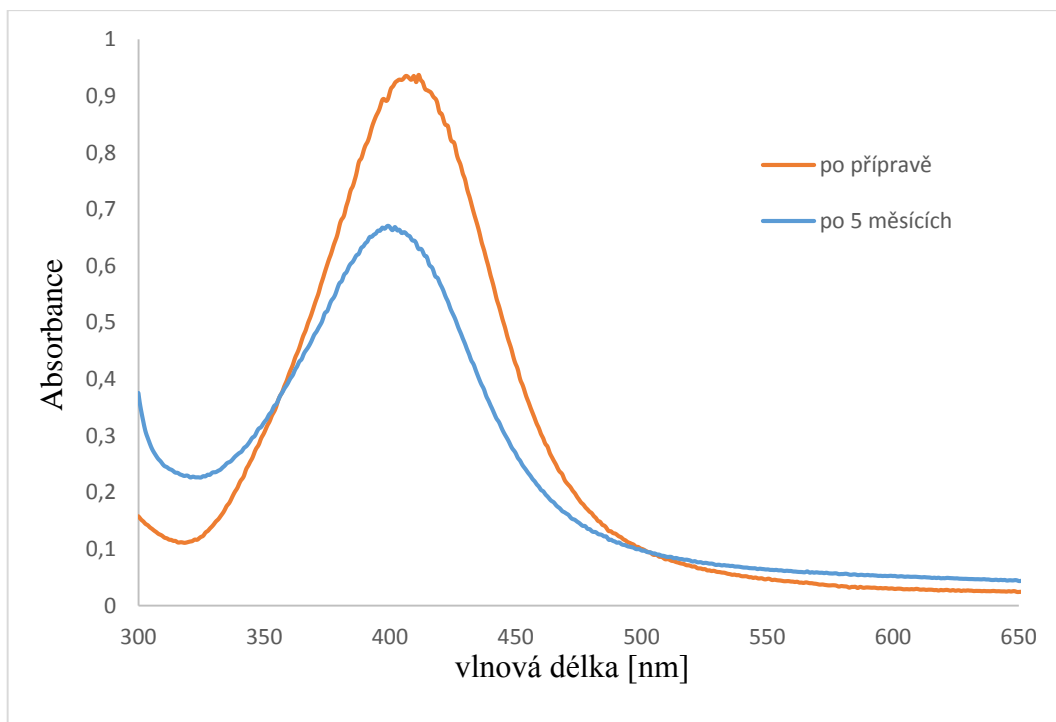


**Obr. 7:** TEM snímek koloidní disperze stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ .

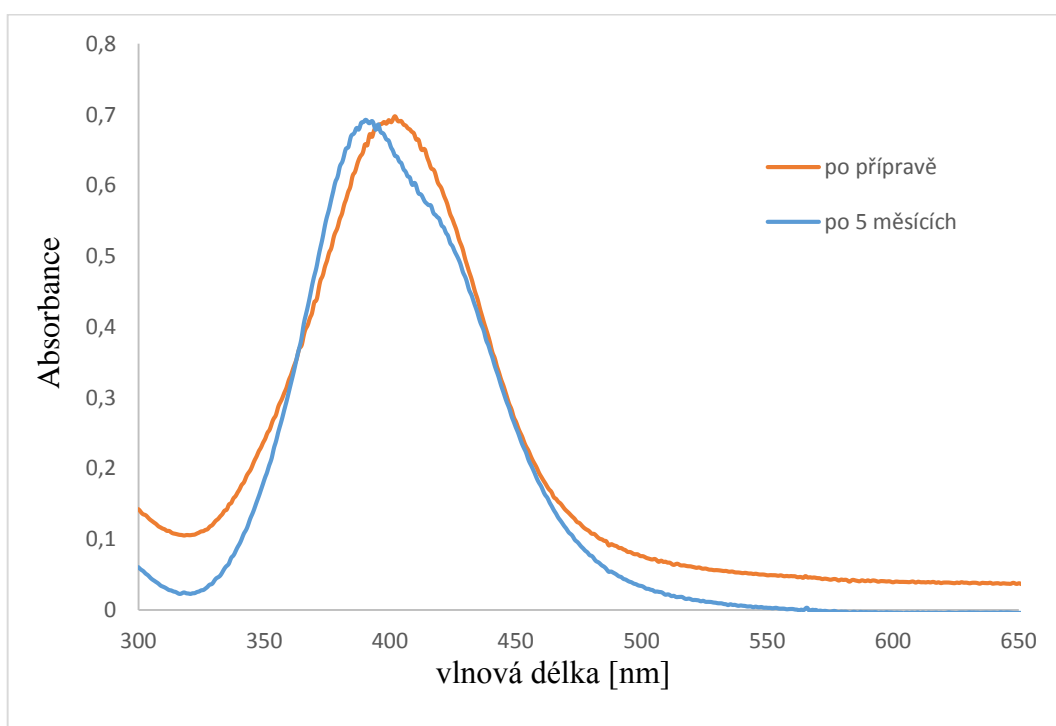


**Obr. 8:** TEM snímek koloidní disperze stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ .





**Obr. 9:** Absorpční spektra koloidní disperze stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ .



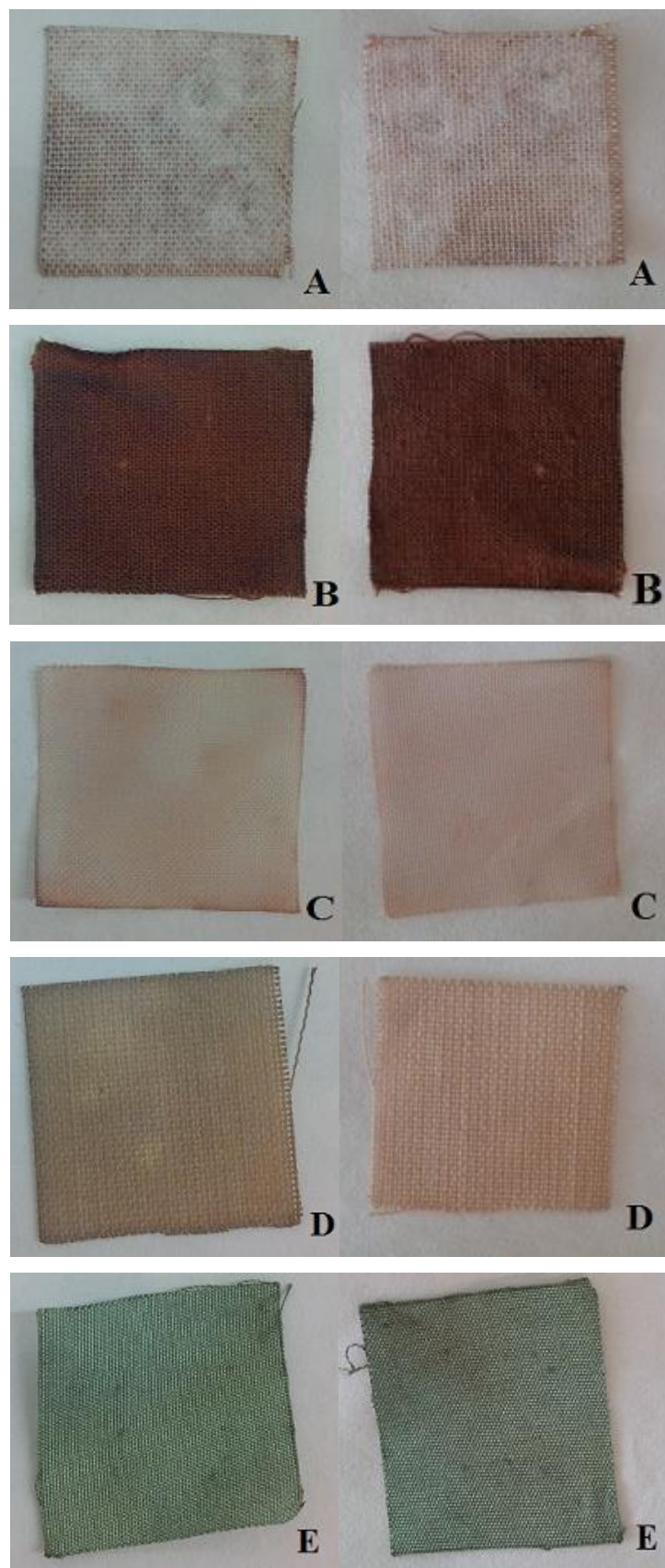
**Obr. 10:** Absorpční spektra koloidní disperze stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000, připravené redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ .

V případě obou připravených koloidních disperzí se prokázala charakteristická intenzivní absorpce světla v rozmezí 400–420 nm. Tato hodnota dává disperzi těchto nanočástic charakteristické oranžové až hnědé zbarvení. Hodnoty se v průběhu času výrazně nezměnily.

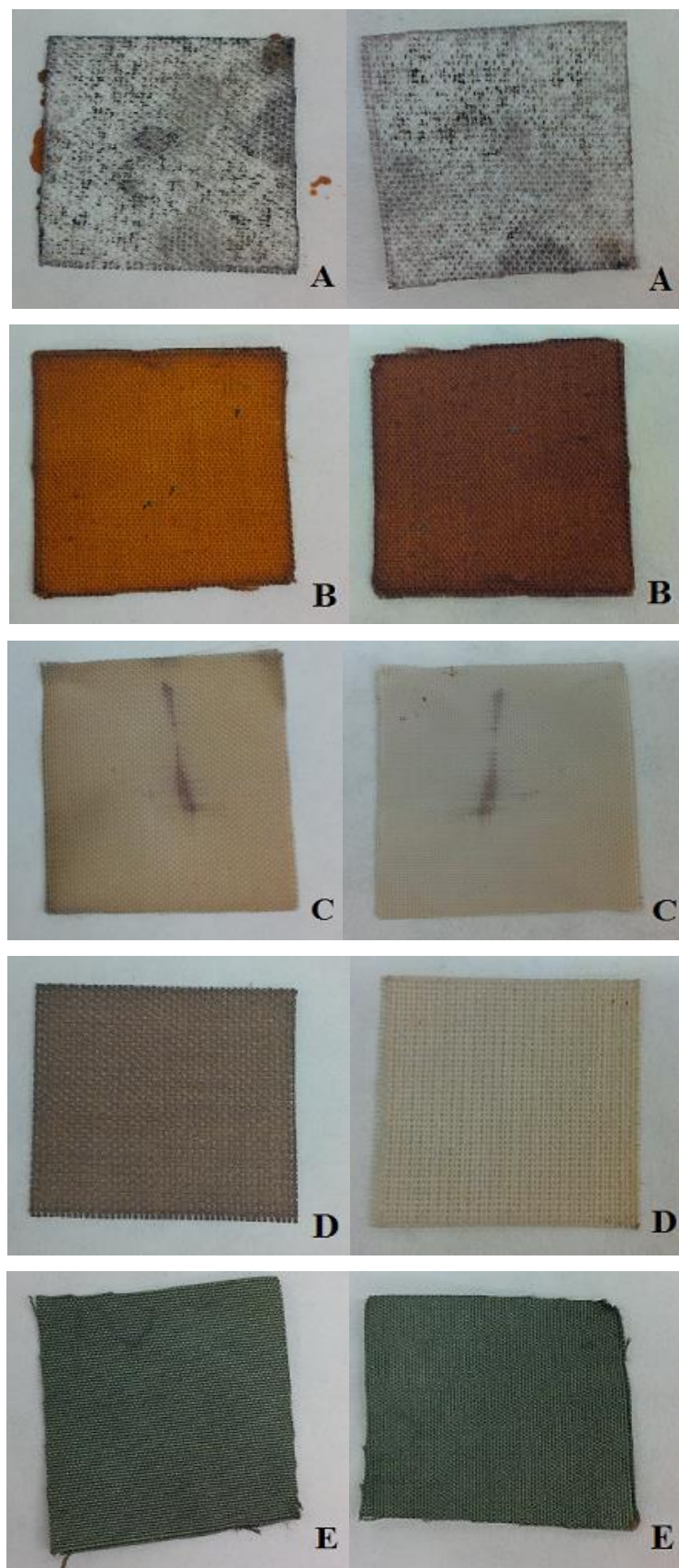
## 4.2 Úprava tkanin

### 4.2.1 Impregnace neupravenými koloidními disperzemi stříbra

V experimentu byly použity tyto tkaniny: bavlna, kationizovaná bavlna, polypropylen, polyester a polyamid. Ze všech tkanin byl odstřížen čtverec o délce strany 2,5 cm. Každá z těchto tkanin byla ponořena do objemu 10 ml připravené koloidní disperze (100 ml kádinka) a kádinky se vzorky byly umístěny na automatickou třepačku. Proces impregnace probíhal po dobu 24 hodin. Po uplynutí této doby byly tkaniny vyjmuty z disperze a umístěny na filtrační papír. Zde byly sušeny na vzduchu dalších 24 hodin. Po této době byly usušené tkaniny vypírány v destilované vodě laboratorní teploty. Proces vypírání probíhal opět v kádinkách o objemu 100 ml na automatické třepačce. Doba vypírání byla stejná jako doba impregnace a sušení, tedy 24 hodin. Nakonec byly tkaniny z vody vytaženy a opět umístěny na filtrační papír, aby došlo k jejich opětovnému vysušení. Tento postup byl uplatněn pro obě připravené disperze nanočástic stříbra. Optické porovnání materiálů, které byly ošetřeny použitými koloidními disperzemi, přineslo téměř totožné výsledky. Ke kompaktní impregnaci došlo u bavlny i kationizované bavlny, ale také u polyesteru. Polyester vykazoval tmavé zbarvení po impregnaci, ale po vypírání pravděpodobně došlo k odstranění větší části naimpregnované disperze z povrchu tkaniny. Rozdílem u tkanin se stejnou strukturou, tedy bavlny a kationizované bavlny, bylo různé zbarvení tkaniny po impregnaci. U bavlny byl vzorek tkaniny zbarven do odstínu hnědé a u kationizované bavlny měl vzorek tkaniny barvu spíše zelenou. Tento rozdíl je pravděpodobně zapříčiněn úpravou tkaniny před jejím zpracováním. Tato úprava nebyla prováděna v rámci experimentu. V případě polypropylenu a polyamidu nebyla tato impregnace z vizuálního hlediska příliš patrná. U polypropylenu nedošlo k celistvému pokrytí povrchu tkaniny disperzí. Důvodem může být nízká hustota hmotnosti polypropylenu, tudíž nedošlo k jeho úplnému ponoření do kapaliny a možnosti naimpregnování disperze tak byla omezena. V případě polyamidu, pravděpodobně došlo k určitému uchycení disperze na povrchu tkaniny, ale zdaleka ne ve stejné míře, jako tomu bylo u ostatních typů tkanin. Po provedení procesu vypírání nedošlo u tkanin k výrazným změnám až na zmíněný polyester. Všechny typy tkanin měly po vypírání mírně světlejší odstín barvy, než po impregnaci. Impregnovaná disperze se tedy na povrchu tkanin udržela a lze říci, že procesem praní nedošlo k jejímu úplnému odstranění. (Obr. 11,12)



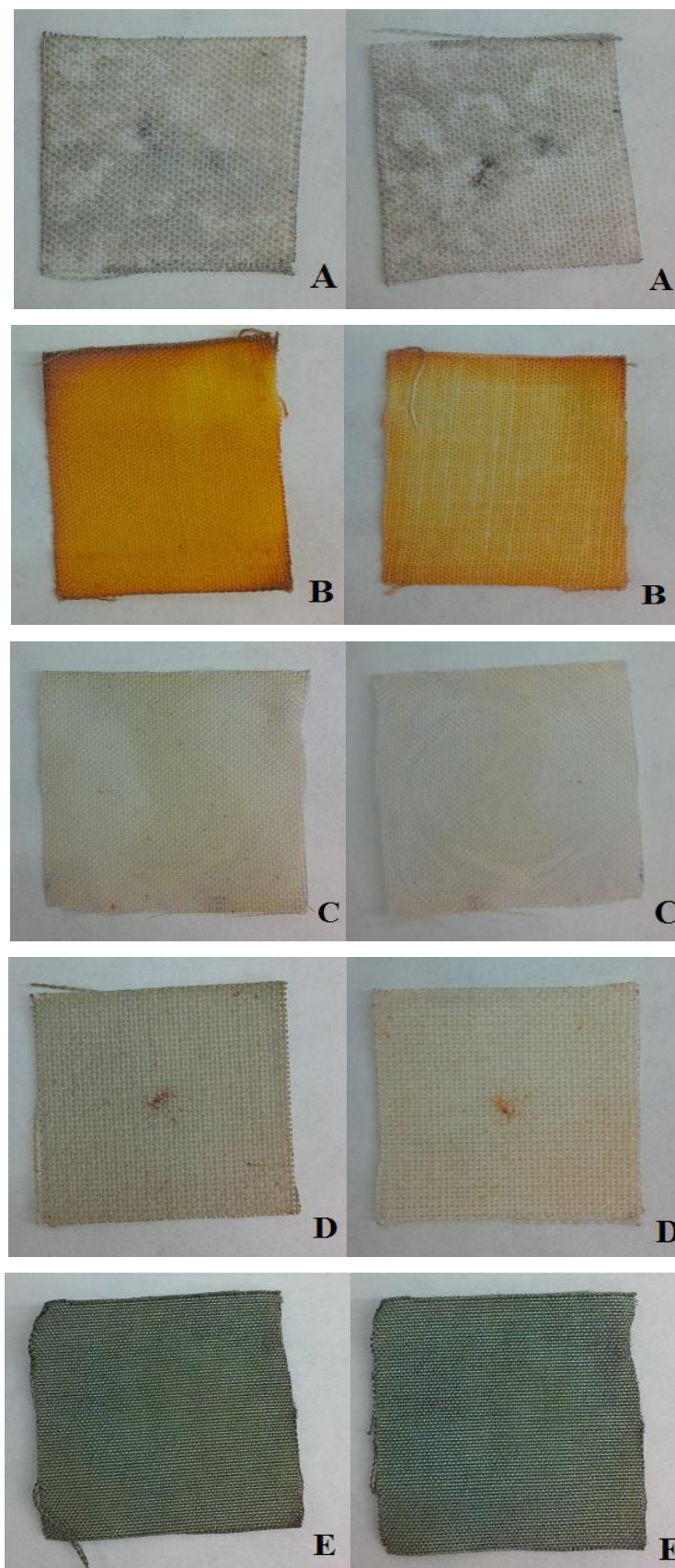
**Obr. 11:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.



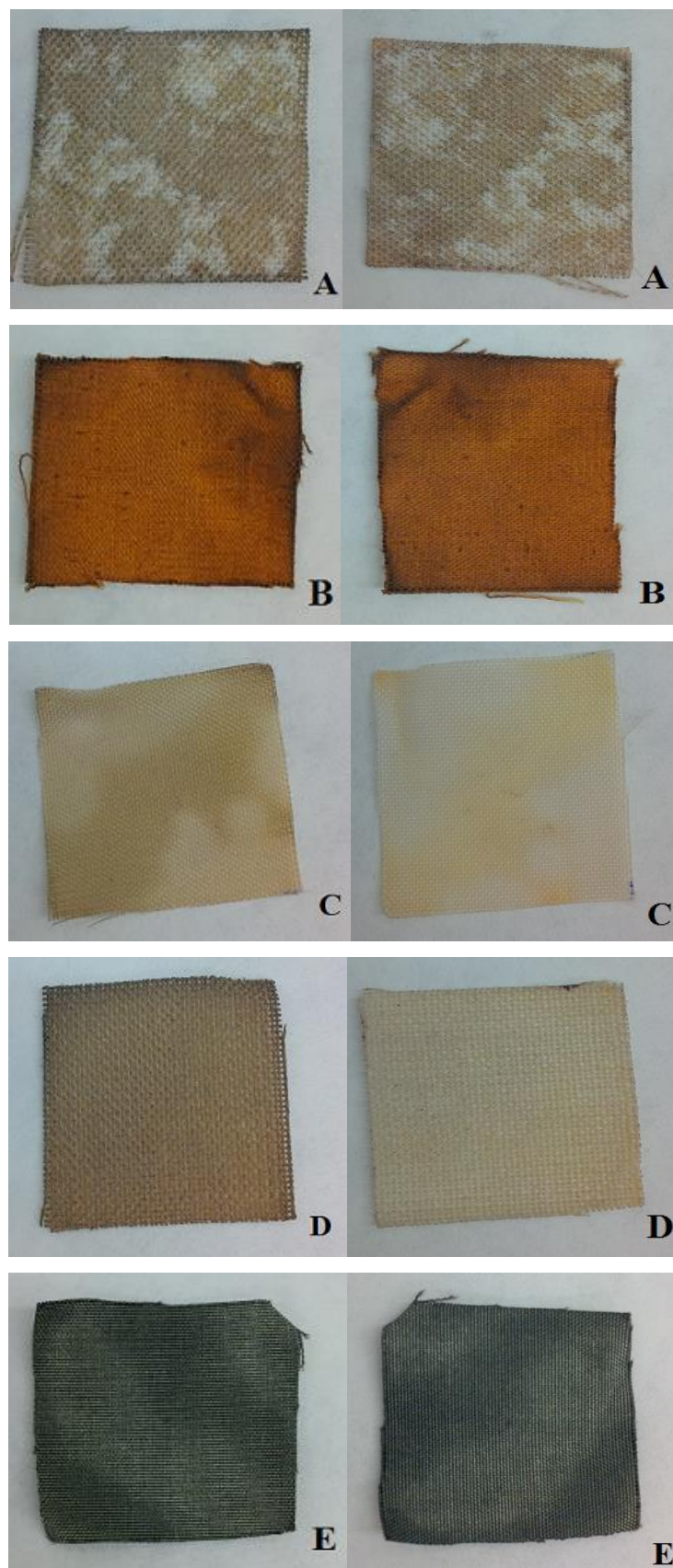
**Obr. 12:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

V dalším experimentu byl proveden stejný postup a byly použity stejné typy i rozměry tkanin. Rozdíl spočíval ve změnách časových intervalů. Doba impregnace tkanin v koloidní disperzi stříbra probíhala 5 minut, sušení na filtračním papíře 30 minut a doba vypírání byla stejná jako doba impregnace, tedy 5 minut. Opět byly pro tento postup využity obě připravené koloidní disperze. Důvodem změny časových intervalů bylo zjistit, zda se impregnovaná disperze zachytí na povrchu tkanin i za kratší časový úsek. Tento aspekt byl prozkoumán v souvislosti s případným využitím v praxi, kde by časové intervaly měly být co nejkratší, aby celý proces nebyl příliš časově náročný a tím také nákladný.

Zde již byly pozorovány nepatrné rozdíly po impregnaci jednotlivými koloidními disperzemi. U polypropylenu byl výsledek opět značně ambivalentní. Povrch tkaniny byl pokryt nekompaktní vrstvou disperze. Bavlna vykazovala podobné výsledky, jaké byly získány v předchozím experimentu. U koloidní disperze s NaPA 1 200 byla bavlna už na pohled světlejší než v předešlém pokusu, ale zbarvení povrchu tkaniny bylo celistvé. U koloidní disperze s NaPA 15 000 byla barva také světlejší, ale nebyl zde pozorován razantní rozdíl oproti dřívějším výsledkům. Vizually byl tedy výsledek pro bavlnu pozitivní. Polyamid v případě koloidní disperze s NaPA 1 200 nejevil příliš viditelnou barevnou změnu, u druhé z použitých koloidních disperzí bylo zbarvení polyamidu viditelnější, ale impregnace nebyla kompaktní. Vizualní výsledek se tedy jevil spíše negativně. Tkanina polyesteru jevila v obou případech celistvé zbarvení, výsledek byl podobný jako při popisu bavlny - po impregnaci koloidní disperzí s NaPA 1 200 byl vzorek tkaniny světlejší než po impregnaci disperzí nanočástic stříbra s NaPA 15 000. Kationizovaná bavlna, jako jediná ze vzorků tkanin, prokázala téměř totožné výsledky jako v experimentu s delšími časovými intervaly. (Obr. 13,14)



**Obr. 13** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

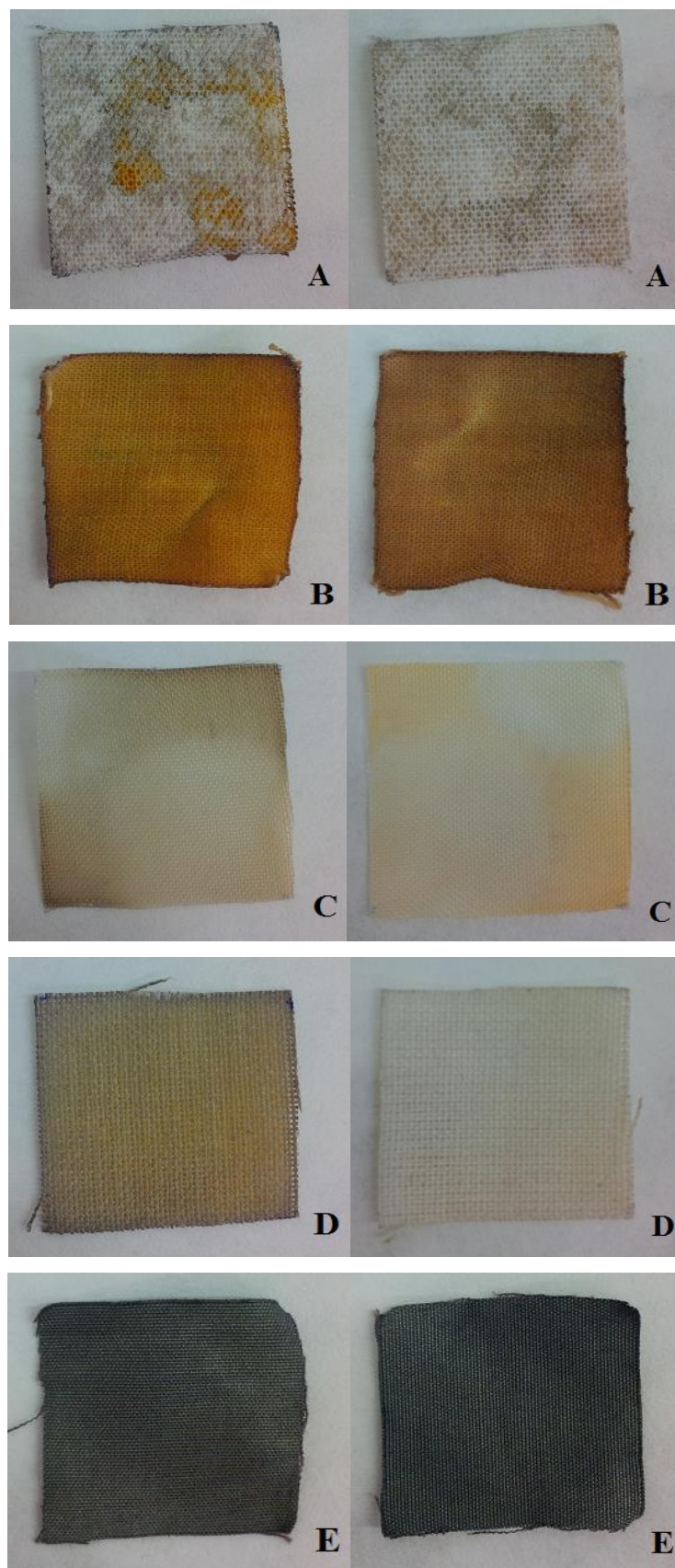


**Obr. 14:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

Následující experimenty s další úpravou časových intervalů byly prováděny jen s disperzí nanočástic stříbra obsahující NaPA o molekulové hmotnosti 15 000. Důvodem redukce disperzí byly dosavadní výsledky z předchozích dvou pokusů. Uvedená koloidní disperze prokazovala lepší výsledky jak při posuzování pouhým okem, tak i na snímcích z elektronového mikroskopu. Podle výsledků velikosti částic obsahovala i nepatrně menší částice. Tkaniny a jejich rozměr pro tento postup zůstal stejný. Proces impregnace tkanin v koloidní disperzi na automatické třepačce probíhal v tomto případě 30 sekund. Tkaniny byly sušeny na filtračním papíře po dobu 30 minut a po uplynutí této doby byly následně vypírány v destilované vodě laboratorní teploty po dobu 30 sekund.

Dosažené výsledky po provedení právě uvedeného postupu byly následující. Ani v tomto případě nebyl vizuální výsledek pro vzorek tkaniny polypropylenu pozitivní, protože povrch tkaniny po impregnaci nebyl pokryt rovnoměrně a ani zbarvení nebylo na celé ploše konstantní. Možný důvod byl již zmíněn dříve, jde pravděpodobně o nízkou hustotu látky, která zabraňuje rovnoměrnému naimpregnování, protože se látka do kapaliny zcela neponoří. U bavlny se také výsledek příliš nezměnil. Látka po impregnaci vykazovala kompaktní zbarvení a nebyl pozorován výrazný rozdíl ve zbarvení v porovnání s předchozími postupy. V případě polyamidu jde spíše o negativní vizuální výsledek podobný vzorku tkaniny polypropylenu. U polyesteru byl výsledek impregnace opět téměř totožný, ale došlo zde k výraznější změně po vypírání než doposud. Impregnace po vypírání v tomto procesu vizuálně téměř vymizela a látka nejevila výraznou barevnou odlišnost ve srovnání s čistým neimpregnovaným vzorkem. U kationizované bavlny byly výsledky přibližně stejné jako v předchozích experimentech. (Obr. 15)

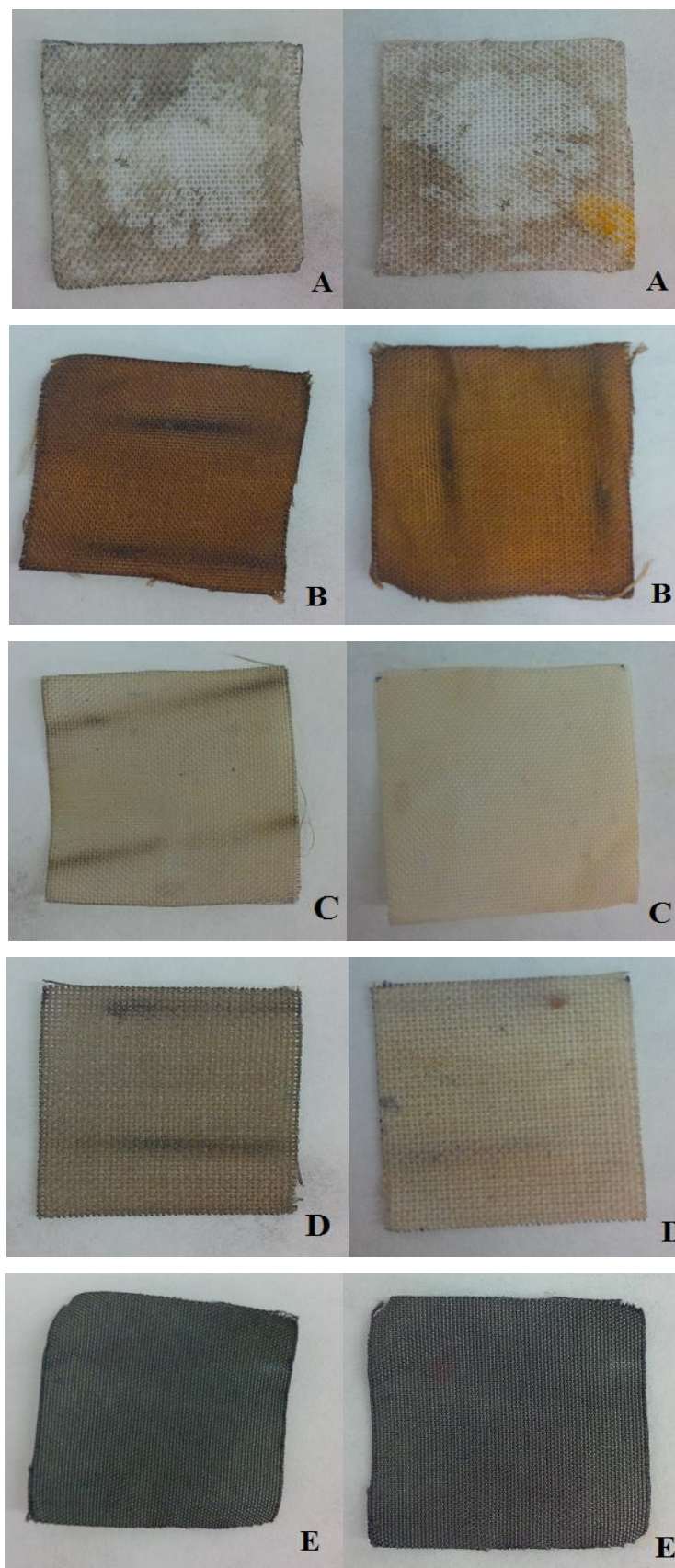




**Obr. 15:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

Poslední provedený experiment s neupravenou disperzí nanočástic stříbra s NaPA 15 000 byl tento: impregnace probíhala za stejných podmínek jako v předchozích případech, tentokrát však v časovém intervalu 30 minut. Následné sušení na vzduchu na filtračním papíře trvalo 1 – 2 minuty, a poté byly tkaniny sušeny ještě v elektrické sušárně při teplotě 100 °C po dobu 5 minut. Cílem tohoto experimentu bylo zjistit, zda se impregnovaná disperze na povrchu tkanin při intenzivnějším sušení více ukotví a při následném praní nedojde k jejímu odstranění. Po vysušení byly vzorky tkanin podrobeny procesu vypírání, který trval při tomto postupu 30 sekund, avšak probíhal za stejných podmínek jako ve všech předchozích experimentech.

Pozorovatelné rozdíly byly pouze v případě vzorků tkanin polyamidu a polyesteru. Povrch tkaniny polyamidu jevil celistvější a sytější zbarvení než v předešlých experimentech. U polyesteru byla barva tkaniny po impregnaci stejná jako v již dříve provedených postupech, ale rozdíl spočíval ve výsledku po vypírání. Impregnace se na povrchu viditelně více udržela, na rozdíl od předešlého postupu, kdy došlo téměř k jejímu úplnému odstranění. Razantní rozdíly se po uplatnění tohoto postupu neprokázaly. (Obr. 16)

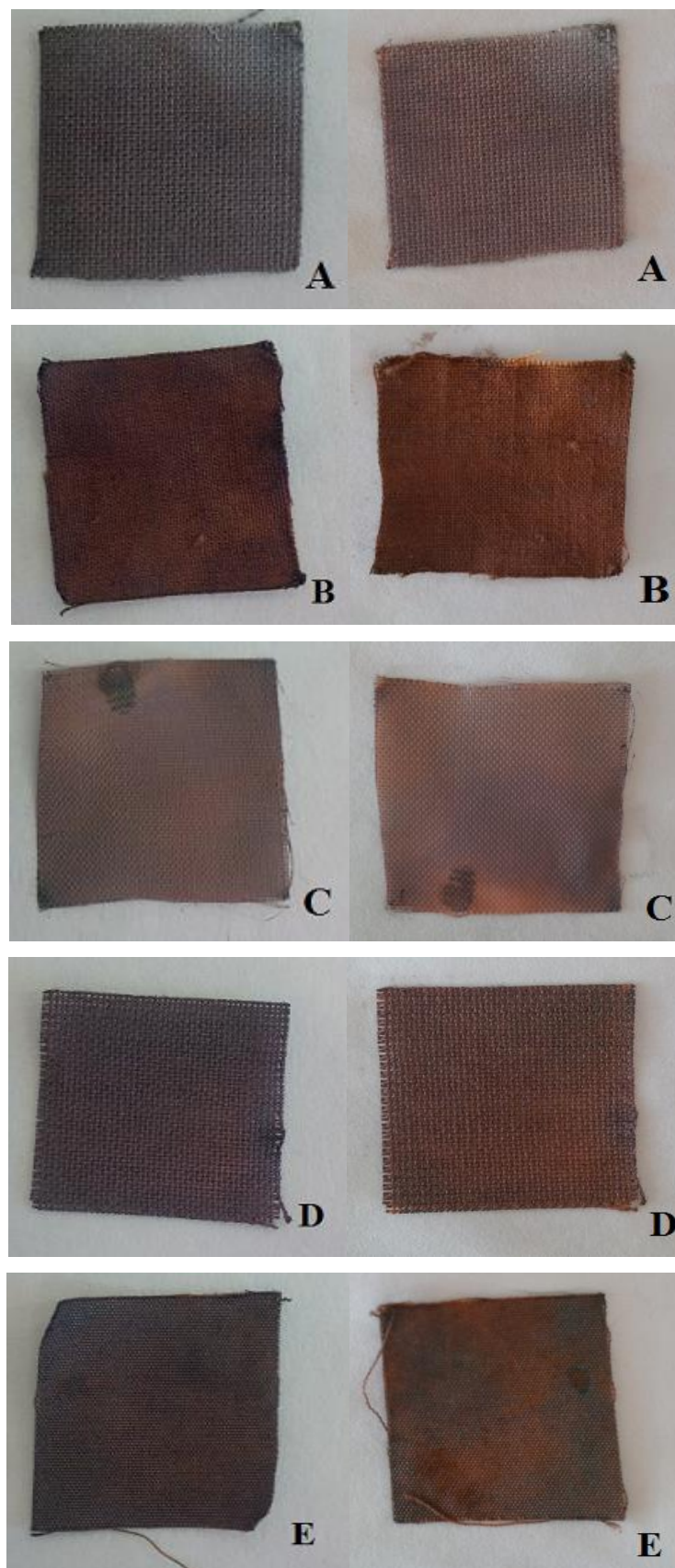


**Obr. 16:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

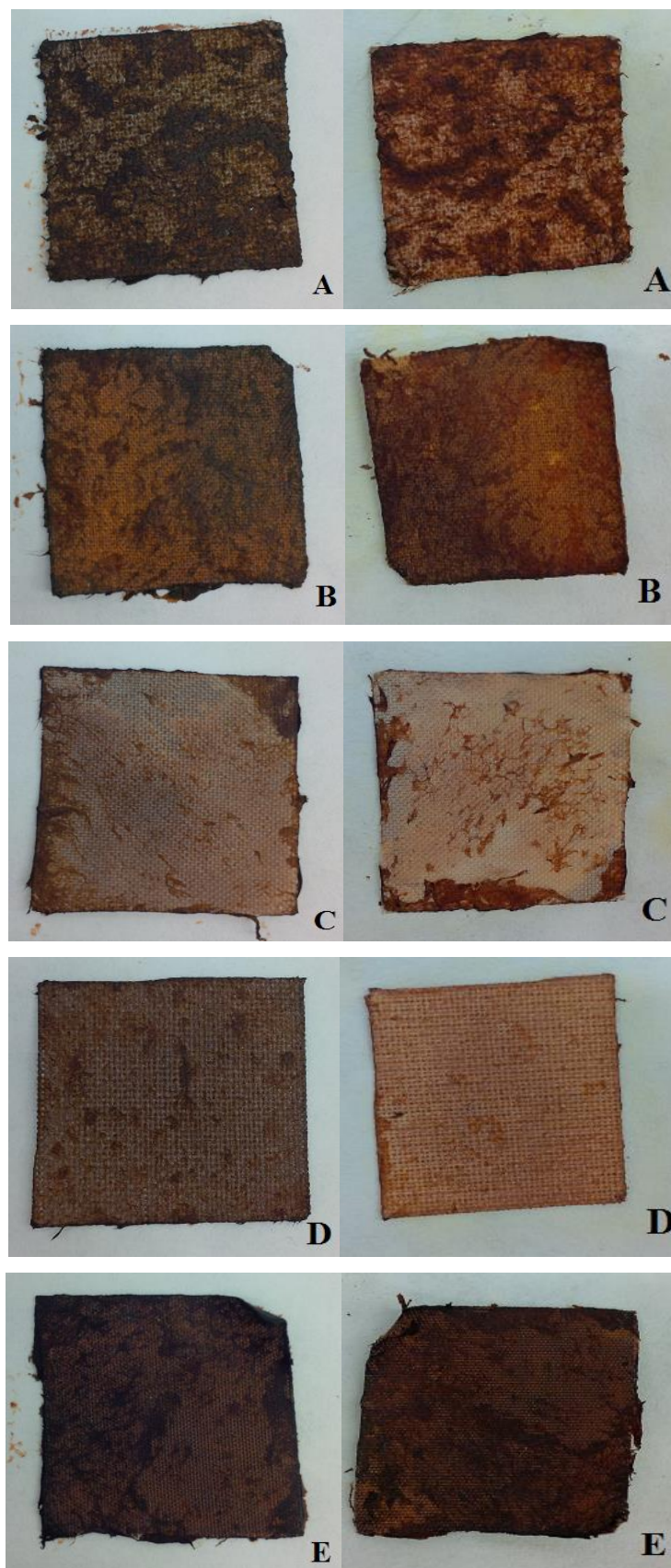
#### 4.2.2 Impregnace koloidními disperzemi stříbra s oleátem sodným

Pro následující postupy byly použity tkaniny: bavlna, kationizovaná bavlna, polypropylen, polyester a polyamid. Velikost každého vzorku tkaniny byl čtverec o délce strany 2,5 cm. K připravené koloidní disperzi byl přidán oleát sodný. Důvodem přidavku této látky byl zjištěný fakt, že kyselina olejová a její soli pokrývají povrch připravených nanočástic a propůjčují jim tak hydrofobní vlastnosti. Cílem bylo zjistit, zda se tyto získané vlastnosti nanočástic projeví při impregnaci a zda tato přidaná látka ovlivní přichycení disperze na povrchu tkanin. Oleát sodný byl přidán v poměru 10 mg oleátu na 10 ml koloidní disperze. Po přidání oleátu sodného do disperze byly kádinky umístěny do ultrazvuku, aby došlo k rozdispergování prášku, jelikož oleát se v roztoku samovolně nerozpustí. Poté byly tkaniny vloženy do koloidní disperze s rozpuštěným oleátem sodným a kádinky umístěny na automatickou třepačku. Impregnace probíhala po dobu 24 hodin. Po uplynutí doby impregnace byly tkaniny umístěny na filtrační papír a zde vysoušeny na vzduchu 24 hodin. Následně byly suché tkaniny vloženy do 100ml kádinek s destilovanou vodou laboratorní teploty, kde byly vypírány po dobu 24 hodin na automatické třepačce. Po skončení vypírání byly tkaniny vyjmuty z kádinek a umístěny na filtrační papír, kde došlo k jejich opětovnému vysušení. Postup byl uplatněn opět pro obě připravené koloidní disperze stříbra a výsledky samozřejmě porovnány s ostatními experimenty.

V tomto experimentu byly prokazatelně pozitivnější výsledky po impregnaci koloidní disperzí stříbra s NaPA 1 200. Výrazným rozdílem byl výsledek u vzorku polypropylenu, kdy došlo k celistvé impregnaci, na rozdíl od předešlých experimentů bez přidavku oleátu sodného. Bavlna dosáhla opět pozitivního výsledku, ale ve srovnání s experimenty bez přidavku oleátu byl výsledek velmi podobný. Také u vzorku polyamidu byl pozorován výrazný rozdíl. Došlo k tmavšímu zbarvení tkaniny, ale na povrchu se objevily světlé skvrny. Pozitivní výsledek byl patrný u vzorku polyesteru, jeho zbarvení bylo kompaktní jak po impregnaci, tak i po vypírání. U vzorku kationizované bavlny nebyl výsledek tak přesvědčivý jako u dřívějších postupů. Po impregnaci sice vzorek jevil podobné výsledky jako v předchozích experimentech, ale po vypírání se na povrchu tkaniny objevily rezavé skvrny. Výsledky impregnace koloidní disperzí stříbra s NaPA 15 000, s přidavkem oleátu sodného, prokázaly naprosto odlišný výsledek. Na povrchu všech vzorků tkanin zůstaly viditelné zbytky disperze, a to i po procesu vypírání. Po 24 hodinách totiž došlo k vytvoření želatinové hmoty, z disperze s přidavkem oleátu, a proto byly tyto výsledky vizuálně negativní. (Obr. 17,18)



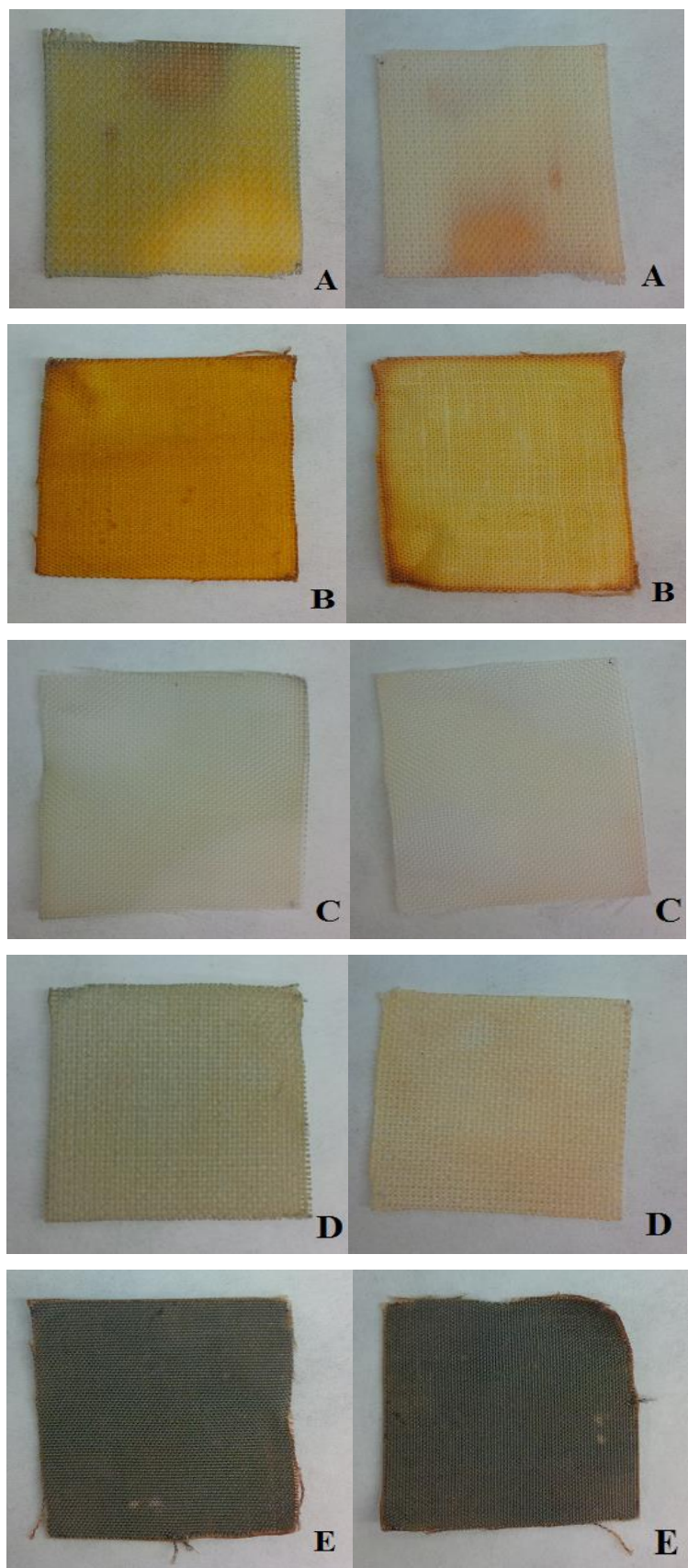
**Obr. 17:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200 + oleát sodný (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.



**Obr. 18:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 + oleát sodný (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

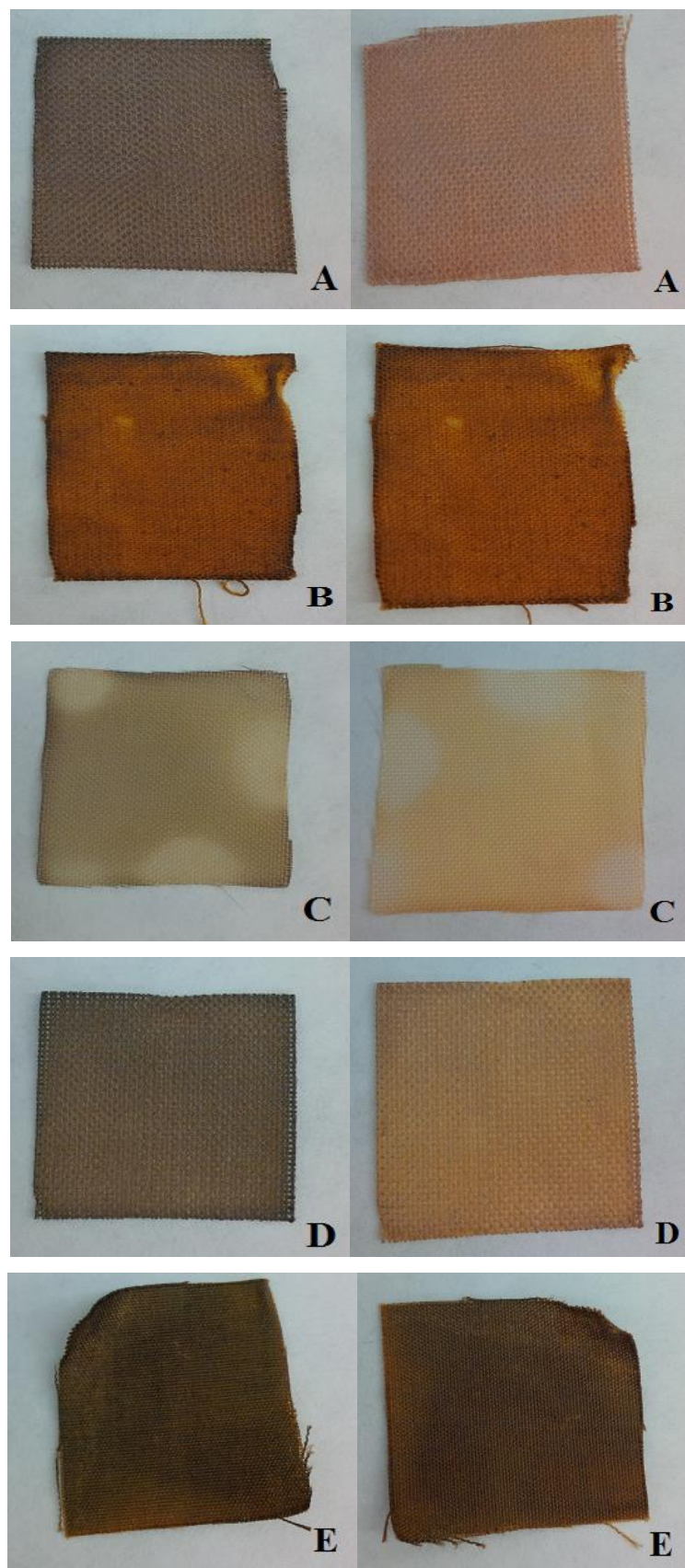
V následujícím experimentu byl dodržen stejný postup a byly využity stejné typy tkanin. Poměr oleátu sodného, přidaného do disperze, zůstal rovněž stejný. Ke změnám došlo pouze v hodnotách jednotlivých časových intervalů pro jednotlivé procesy. Impregnace probíhala celkově 5 minut, doba sušení na filtračním papíře činila 30 minut a konečný proces vypírání probíhal 5 minut. I při tomto postupu byly využity obě připravené koloidní disperze stříbra a výsledky vizuálně porovnány s ostatními postupy. Po změně časových intervalů u jednotlivých procesů byly pozorovány opět odlišné výsledky.

V případě experimentu s nejdelšími časovými intervaly, byly výsledky pozitivnější pro koloidní disperzi nanočástic stříbra s NaPA 1 200 s přídavkem oleátu sodného, ale zde, po zkrácení časů, tomu bylo naopak. U postupu s první disperzí (1 200), byl výsledek pro vzorek polypropylenu lepší, než v případě experimentů bez přídavku oleátu. Látku se podařilo naimpregnovat, ale povrch byl skvrnitý a z větší části došlo k viditelnému vyprání naimpregnované disperze. Podobný výsledek byl pozorován také u bavlny, zde byl sice povrch tkaniny po impregnaci celistvý, ale oproti ostatním experimentům došlo k výraznému zesvětlení barvy tkaniny po vypírání. U vzorku polyamidu nebyly pozorovány žádné viditelné změny, výsledek byl vizuálně negativní. Polyester vykazoval výsledky podobné jako dříve, barva po impregnaci byla světlá, ale i přesto došlo k celistvému pokrytí povrchu. Po procesu vypírání nebyly pozorovány výrazné rozdíly v porovnání s již aplikovanými postupy. Výsledek kationizované bavlny, byl téměř stejný jako ve většině použitých postupů, byly pozorovány pouze mírně rezavé okraje tkaniny. Nejlepší výsledky po impregnaci koloidní disperzí stříbra s NaPA 15 000, s přídavkem oleátu sodného, jevíly vzorky polypropylenu a polyesteru. Došlo zde ke kompaktní impregnaci a tato vrstva impregnace se na látkách viditelně udržela i po procesu vypírání. Bavlna, jako ve všech ostatních případech, byla pokryta také celistvou vrstvou impregnované disperze a její zbarvení se výrazně neodlišovalo od výsledků ostatních postupů. U polyamidu došlo také k naimpregnování, ale povrch tkaniny byl zde skvrnitý. Vzorek kationizované bavlny po impregnaci prokázal podobné výsledky ve srovnání s již použitými postupy, ale barva byla tentokrát spíše v odstínu hnědé, a ne zelené jako doposud u většiny výsledků. (Obr. 19,20)



**Obr. 19:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 1 200 + oleát sodný (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.





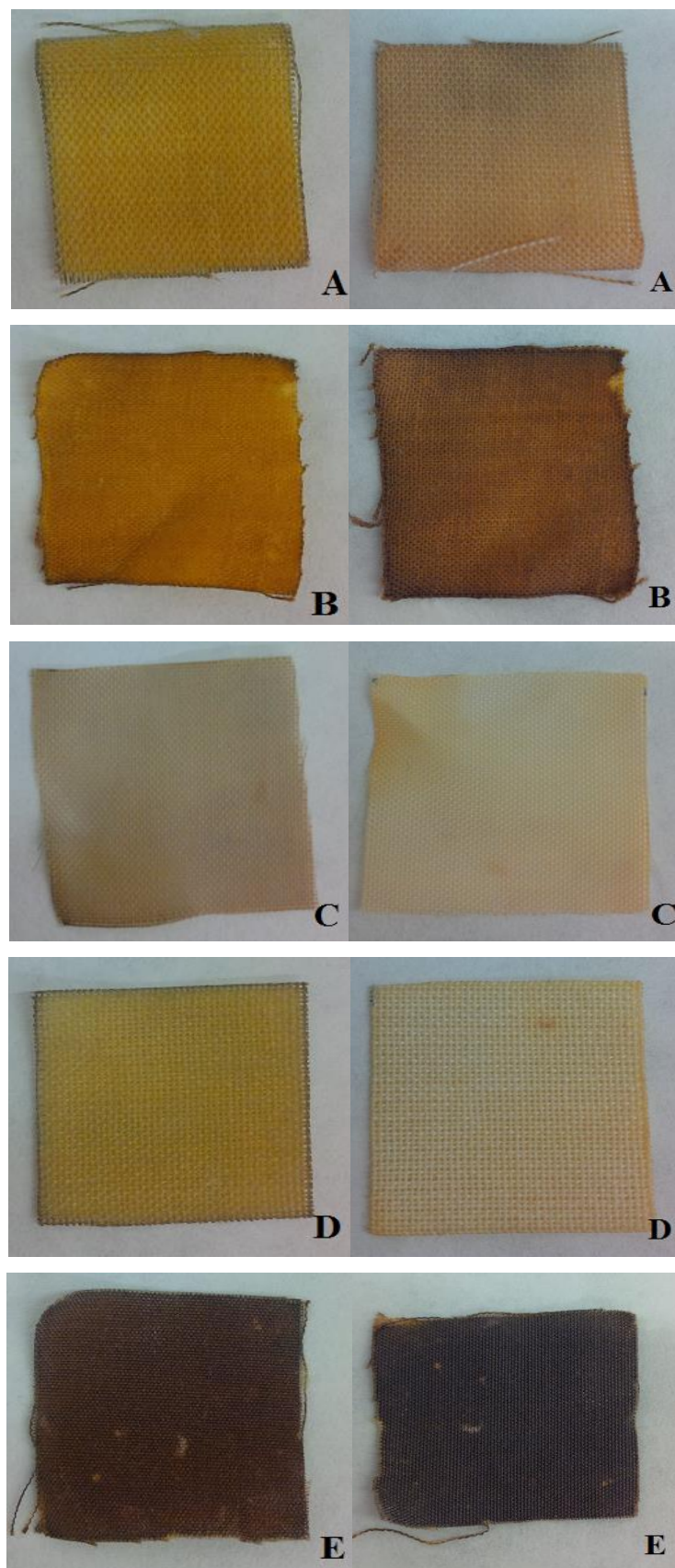
**Obr. 20:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 + oleát sodný (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

Pro další postupy byla využita jen disperze nanočástic stříbra s NaPA 15 000. Opět zde byla provedena změna v časových intervalech. Tato koloidní disperze byla vybrána ze stejných důvodů, jako tomu bylo v experimentech impregnace s neupravenou koloidní disperzí. Vykazovala lepší výsledky, kromě experimentu s 24 hodinovými intervaly jednotlivých procesů, kdy došlo k určitému sražení disperze. Tkaniny byly impregnovány po dobu 30 sekund v této koloidní disperzi s oleátem sodným, ve stejném poměru oleát/disperze jako v předchozích postupech. Následný proces sušení na vzduchu na filtračním papíře trval 30 minut a proces vypírání probíhal 30 sekund.

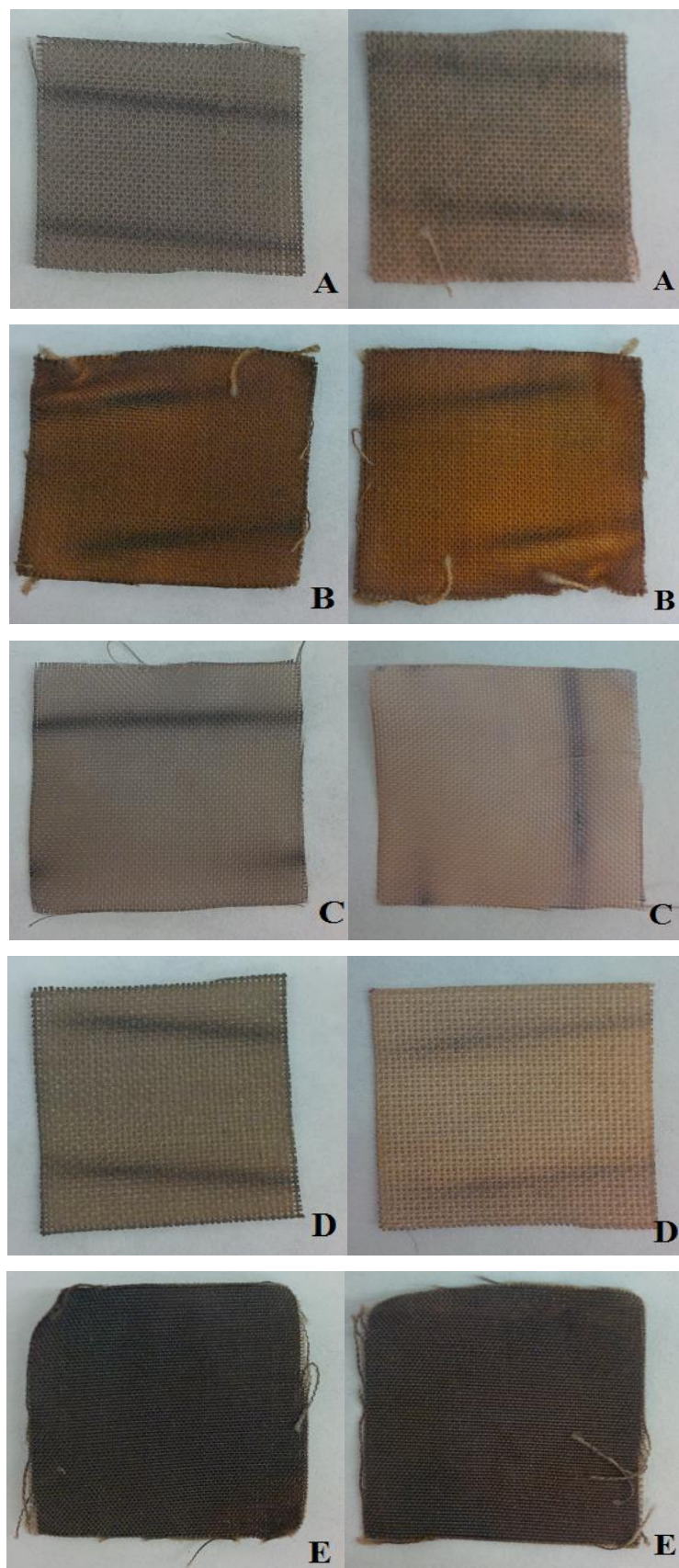
V tomto případě lze říci, že došlo k celistvému pokrytí povrchu tkanin ve všech případech. Nebyly pozorovány žádné skvrny a ani výsledky po vypírání se výrazně nelišily od výsledků vzorků po impregnaci. Jediný vzorek tkaniny, který vykazoval viditelně světlejší odstín barvy po vypírání, byl polyester. U polyesteru došlo procesem vypírání pravděpodobně k odstranění většího množství naimpregnované disperze. (Obr. 21)

Následujícím realizovaným experimentem byla impregnace disperzí nanočástic stříbra s NaPA 15 000 s oleátem sodným, která probíhala po dobu 30 minut. Doba vysoušení tkanin na vzduchu, na filtračním papíře, trvala 1-2 minuty a byla zde využita i elektrická sušárna, kde se vzorky tkanin sušily po dobu 5 minut při 100°C. Následný proces vypírání probíhal 30 sekund za stejných podmínek jako u předchozích postupů.

Výsledky tohoto experimentu dopadly vizuálně opět příznivě. Povrchy tkanin byly viditelně kompaktní, nebyly skvrnité a po vypírání nedošlo k vymizení naimpregnované disperze. Žádné výrazné rozdíly v celkovém porovnání výsledků nebyly pozorovány. (Obr. 22)



**Obr. 21:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 + oleát sodný (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

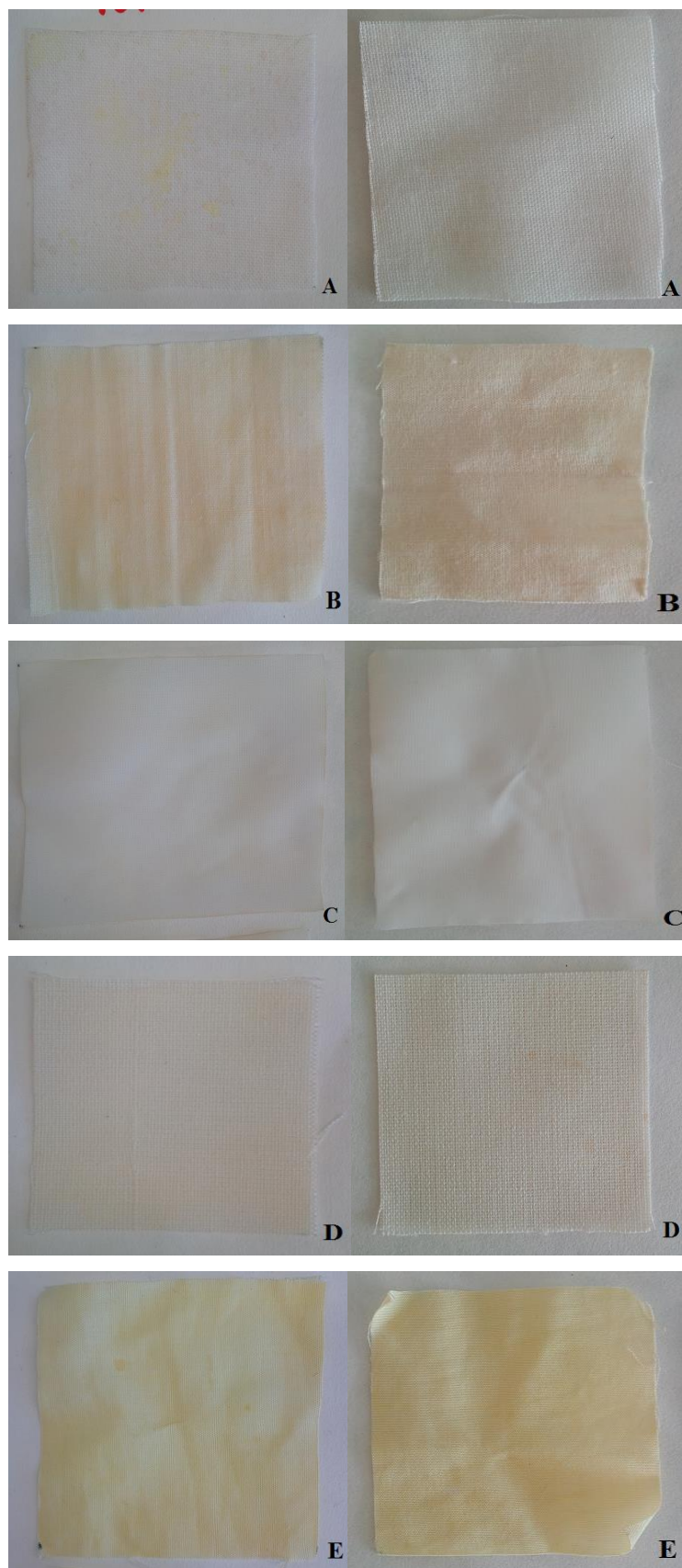


**Obr. 22:** Tkaniny po impregnaci koloidní disperzí stříbra s polyakrylátém sodným s molekulovou hmotností 15 000 + oleát sodný (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

### 4.2.3 Impregnace koncentrovanější koloidní disperzí stříbra

Po experimentech se změnou časových intervalů byla pro impregnaci vyzkoušena koloidní disperze s nižší koncentrací stříbra. Pracovalo se pouze s koloidní disperzí obsahující NaPA 15 000. Výběr této koloidní disperze byl podmíněn porovnáním zatím výsledků všech dosavadních pokusů, ve kterých tato disperze dosáhla pozitivnějších a často podobných výsledků. Nebyla připravena nová disperze, pouze došlo k naředění již připravené disperze, která byla využívána ve všech ostatních experimentech. K ředění byla použita deionizovaná voda. I při tomto postupu byly impregnovány všechny typy tkanin. Nejdříve byl postup vyzkoušen na menších vzorcích tkanin, aby bylo zjištěno, zda se postup osvědčí a zda tedy dojde k určitému uchycení impregnované koloidní disperze na povrch tkanin. Byl vyzkoušen jak postup s čistou koncentrovanější disperzí nanočástic stříbra, tak také postup s koncentrovanější disperzí s přídavkem oleátu sodného. Pro větší vzorky tkanin byl po zjištěných vizuálních výsledcích uplatněn pouze postup s čistou koncentrovanější koloidní disperzí. Výsledky u malých vzorků tkanin, které byly vyzkoušeny před použitím zvážených tkanin připravených pro případné odeslání na test antimikrobiální aktivity, byly téměř totožné jak pro koloidní disperzi s oleátem sodným, tak bez jeho přídavku. Parametry postupu byly tyto: doba impregnace s koncentrovanější koloidní disperzí, o koncentraci stříbra 100 mg/l, probíhala 30 sekund. Tkaniny se následně sušily na vzduchu do druhého dne, tedy 24 hodin. Po uplynutí této doby byly vypírány opět dalších 24 hodin. Po skončení procesu vypírání byly tkaniny vyjmuty z kádinek s vodou a umístěny na filtrační papír.

Porovnáním pouhým okem byl výsledek příznivý pouze u bavlny a kationizované bavlny, které dosahovaly stabilních výsledků téměř ve všech realizovaných experimentech. Ostatní typy tkanin nejevily výraznou změnu zbarvení už po impregnaci, tedy pokud vůbec došlo k určitému uchycení disperze na jejich povrchu, vizuálně to nelze prokázat. Tyto vzorky ošetřených tkanin se příliš nelišily od neupravených vzorků. Přesto byl tento postup vybrán ze všech provedených postupů a vzorky tkanin, upravené právě podle uvedeného postupu, odeslány na testování antimikrobiální aktivity. Cílem bylo zjistit, zda budou jevit určitou rezistenci vůči bakteriím, i když vizuálně vypadají téměř negativně. Ve většině ostatních postupů došlo k jistému naimpregnování disperze a vizuální výsledky uchycení impregnované koloidní disperze stříbra zde byly výrazně prokazatelné. (Obr. 23)



**Obr. 23:** Tkaniny po impregnaci koncentrovanější koloidní disperzí stříbra s polyakrylátem sodným s molekulovou hmotností 15 000 (vlevo), po vypírání (vpravo). A – polypropylen, B – bavlna, C – polyamid, D – polyester, E – kationizovaná bavlna.

#### 4.2.4 Test antimikrobiální aktivity

Testu byly podrobeny všechny typy tkanin a uplatněn postup s koncentrovanější disperzí nanočástic stříbra. Výsledná koncentrace stříbra v této disperzi byla 100 mg/l. Vizuálním porovnáním sice všechny látky nejevily impregnovaný povrch, ale výsledky testu antimikrobiální aktivity byly pozitivní pro všechny vzorky tkanin kromě polypropylenu. Všechny testované vzorky tkanin byly před úpravou zváženy a jejich hmotnost byla přibližně 400 mg. Testování bylo provedeno podle modifikace JIS1902/ISO20743 Textiles - Determination of antibacterial activity of antibacterial finished products. Test byl prováděn pro dva kmeny bakterií: *Staphylococcus Aureus* CCM 3953 a *Escherichia Coli* CCM 3954. Postup modifikace probíhal následovně:

- vzorek cca 0,4g, sterilizace autokláv 120°C/15min
- Inokulace 0,2 ml bakteriální suspenze - hustota inokula  $10^5$  cfu/ml v MH bujónu ředěném 1/20
- Inkubace 24h/35°C
- Přidat 5 ml fyziologického roztoku, důkladně promíchat na vortexu
- Ředit ve fyziologickém roztoku, z každého ředění vyočkovat na MH 0,1 ml - roztěr
- Inkubace 24h/35°C
- Odečíst narostlé kolonie a přepočítat na cfu/vzorek
- Výpočet antibakteriální aktivity R podle ISO20743 (Tabulka 2,3)

**Tabulka 2:** Výsledky antimikrobiální aktivity tkanin vůči bakterii *Escherichia Coli*.

<b>E. coli 3954</b>	počet cfu /1	počet cfu /10	počet cfu /100	počet cfu /1000	Cfu/Cm2
t = 0	>	>	110	11	34375
bavlna	>	>	2192		685000
bavlna Ag	0	0	0		0
polyamid	>	>	2456		767500
polyamid Ag	0	0	0		0
polypropylen	>	>	2528		790000
polypropylen Ag	>	>	1300		406250
polyester	>	>	1288		402500
polyester Ag	0	0	0		0
kationizovaná bavlna	>	23	2		625
kationizovaná bavlna Ag	0	0	0		0

**Tabulka 3:** Výsledky antimikrobiální aktivity tkanin vůči bakterii *Staphylococcus Aureus*.

<b>S.aureus 3953</b>	počet cfu /1	počet cfu /10	počet cfu /100	počet cfu /1000	Cfu/cm <sup>2</sup>
t = 0	>	>	58	4	18125
bavlna	>	>	724		226250
bavlna Ag	0	0	0		0
polyamid	>	>	1464		457500
polyamid Ag	5	0	0		0
polypropylen	>	>	1060		331250
polypropylen Ag	>	>	213		66562,5
polyester	>	>	680		212500
polyester Ag	>	128	13		4062,5
kationizovaná bavlna	31	11	1		312,5
kationizovaná bavlna Ag	0	0	0		0

Test se provádí ze suspenze obsahující kolonie bakterií, do které je ponořen vzorek tkaniny a zde je určitou dobu inkubován. Pro každý vzorek tkaniny je připravena samostatná suspenze. Po inkubaci je vzorek tkaniny ze suspenze vyjmut a z této suspenze je následně odebráno určité množství pro testování antimikrobiální aktivity. Jestliže vzorek naimpregnované tkaniny jeví antimikrobiální aktivitu, výsledná hodnota těchto kolonií na cm<sup>2</sup> bude nízká nebo rovna 0.

Hodnota t nám udává počet kolonií v suspenzi na cm<sup>2</sup> před začátkem testu, tedy před vložením vzorků tkanin. Výsledky jsou interpretovány na základě rozdílů v populacích jak u vzorků vystavených impregnaci, tak bez ošetření. Z výsledků v tabulkách je patrné, že všechny testované vzorky tkanin, kromě polypropylenu, jeví vysokou antibakteriální aktivitu vůči oběma testovaným bakteriím. U neupravených vzorků tkanin, se pro bakterii *E. Coli* pohybují výsledky těchto kolonií na cm<sup>2</sup> v několika stovkách tisíců, kromě vzorku kationizované bavlny, zde je tato hodnota tisíckrát nižší. U neupravených vzorků tkanin, testovaných vůči bakterii *S. Aureus*, jsou tyto hodnoty řádově podobné. Rozdílem u obou testovaných bakterií je pouze tkanina polyester. Zatímco vůči bakterii *E. Coli*, jevíla vysokou antibakteriální aktivitu s nulovou hodnotou, pro bakterii *S. Aureus* tato hodnota již nulová nebyla.



## 5. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

ZnO – oxid zinečnatý

CuO – oxid měďnatý

AgI – jodid stříbrný

AgNO<sub>3</sub> – dusičnan stříbrný

KI – jodid draselný

NaBH<sub>4</sub> – tetrahydridoboritan sodný

Ag<sub>2</sub>O – oxid stříbrný

MgO – oxid hořečnatý

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – oxid hlinitý

NH<sub>3</sub> – amoniak

TTCL – tetracyklin

BSA – bovinní sérový albumin

NaPA – sodná sůl kyseliny polyakrylové

## 6. ZÁVĚR

Bakalářská práce se zabývala antibakteriální impregnací různých typů tkanin za pomoci disperzí obsahujících nanočástice stříbra. Byly použity dvě koloidní disperze stříbra, které byly připraveny redukcí roztoku  $\text{AgNO}_3$ . Redukčním činidlem byl tetrahydridoboritan sodný. Připravené koloidní disperze se lišily molekulovými hmotnostmi použitého stabilizátoru, kterým zde byla sodná sůl kyseliny polyakrylové. Hodnoty molekulových hmotností použitého polyakrylátu sodného byly 1 200 a 15 000. Bylo realizováno několik postupů, v prvních postupech byly upravovány časy pro jednotlivé procesy – impregnace, sušení a také vypírání. Dosažené výsledky prokázaly fakt, že dojde k naimpregnování disperze na povrch tkanin i v nejkratších použitých časových intervalech, což je pozitivní výsledek v souvislosti s případným praktickým využitím těchto postupů v budoucí aplikaci. V dalších experimentech byly využity stejné postupy se stejnou úpravou časových intervalů, rozdílem byl ale přídavek oleátu sodného k připraveným disperzím nanočástic stříbra. Důvodem přidání této látky byl zjištěný fakt, že kyselina olejová a její soli pokrývají povrch připravených nanočástic a činí je tak hydrofobními. Rozdíl ve výsledcích nebyl ale tak razantní, jak bylo očekáváno. Při porovnání zatím dosažených výsledků, vykazovala lepší vlastnosti disperze nanočástic stříbra s polyakrylátem sodným o molekulové hmotnosti 15 000. Proto byl poslední experiment proveden už pouze s touto koloidní disperzí stříbra a to tak, že disperze z původní koncentrace 5 g/l byla zředěna deionizovanou vodou na koncentraci 100 mg/l. Vizuální výsledek sice neprokázal pozitivní výsledek pro všechny tkaniny, ale i přesto byl tento postup využit pro impregnaci látek, které byly odeslány a podrobeny testu antimikrobiální aktivity. Tento test ukázal, že všechny typy tkanin kromě polypropylenu jeví vysokou antibakteriální aktivitu vůči testovaným bakteriím, i když vizuálně nejsou změny prokazatelné. Testovanými kmeny bakterií byly *Staphylococcus Aureus* CCM 3953 a *Escherichia Coli* CCM 3954.

## 7. SUMMARY

This bachelor thesis focused on antibacterial impregnation of different types of fabrics with the help of dispersions containing silver nanoparticles. Two colloidal dispersion of silver were used that had been prepared by a reduction of a solution of  $\text{AgNO}_3$ . The reducing agent was sodium borohydride. The prepared colloidal dispersions varied in molecular weight of the used stabilizer which was a sodium salt of polyacrylic acid. The values of the molecular weight of sodium polyacrylate were 1 200 and 15 000. Several approaches have been implemented, during the first procedure, the times for individual processes were modified - for impregnation, drying and washing. Achieved results showed, that the surface of the fabric is impregnated by the dispersion in the shortest time intervals, which is a positive result in relation to a possible practical use of these procedures in future application. In other experiments the same procedures were used with the same adjustment of time intervals, but the difference was in the addition of sodium oleate to the prepared dispersions of silver nanoparticles. The reason for the addition of this substance was an established fact that oleic acid and its salts cover the surface of the prepared nanoparticles and render them hydrophobic. The difference in the results was not as substantial as was expected. When comparing the results obtained so far, the dispersion of silver nanoparticles with sodium polyacrylate with molecular mass of 15 000 showed better properties. Therefore, the last experiment was carried out only with this colloidal dispersion of silver in a way that the dispersion of the initial concentration of 5 g/l was diluted with deionized water to a concentration of 100 mg/l. The visual result hasn't shown any positive results for all fabrics, but nevertheless this procedure was used to impregnate materials which were shipped and tested for antimicrobial activity. This test showed that all types of fabrics, except for polypropylene, show high antibacterial activity against the tested bacteria, even though these changes are not visually detectable. The tested strains of bacteria were *Staphylococcus Aureus* CCM 3953 and *Escherichia Coli* CCM 3954.

## 8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Král, V.; Šotola, J.; et al. *Chemické listy* 100, 4-9, Praha 2006.
- [2] Beddow, J.; Singh, G.; Blanes, M.; Molla, K.; Perelshtein, I.; et. al. *AIP Conf. Proc.* 1433, 400, 2012.
- [3] Perelshtein, I.; Applerot, G.; Perkas, N.; Wehrschetz-Sigl, E.; Hasmann, A.; Guebitz, G. M.; Gedanken, A. *Surface and Coatings Technology* 204, 54-57, 2009.
- [4] Wang, J. H.; Cai, Z. S. *Preparation of a novel anti-bacterial wool fabrics*, China 2010.
- [5] Kvítek, L.; Panáček A. *Základy koloidní chemie*, 1. vyd., Olomouc 2007, ISBN 978-80-244-1669-4.
- [6] Bartovská, L.; Šišková, M. *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav*, 5. vyd., VŠCHT, Praha 2005, ISBN 80-7080-579-X.
- [7] Pouchlý, J. *Fyzikální chemie makromolekulárních a koloidních soustav*, 3rd ed., VŠCHT, Praha 2008, ISBN 978-80-7080-674-6.
- [8] Everett, D. H. *Basic principles of colloid science*, Royal Society of chemistry, London 1988.
- [9] Ščukin, E. D.; Percov, A.; Amelinová, E. A. *Koloidní chemie*, 1. vyd., ACADEMIA, Praha 1990, ISBN 80-200-0259-6.
- [10] Shaw, D. J. *Introduction to colloid and surface chemistry*, 4th ed., Butterworth-Heinemann, Oxford 1992, ISBN 0-7506-1182-0.
- [11] Kratochvíl, B. *Chemie a fyzika pevných látek I.*, 2. vyd., VŠCHT, Praha 1994.
- [12] Ghosh, P. *Colloidal and Interface Science*, Learning Private Limited, New Delhi PHI 2009, ISBN 978-81-203-3857-9.
- [13] Heimenz, P. C.; Rajagopalan, R. *Principles of colloid and surface chemistry*, 3rd ed., Revised and Expanded, NY 1997.
- [14] *Modely elektrické dvojvrstvy*, (staženo 15. 1. 2015),  
[http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/hesla/modely\\_elektricke\\_dvojvrstvy.html](http://vydavatelstvi.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/modely_elektricke_dvojvrstvy.html)
- [15] Novák, J.; a kol. *Fyzikální chemie – bakalářský a magisterský kurz*, 1. vyd., VŠCHT, Praha 2008, ISBN 978-80-7080-675-3.
- [16] Šimek, L.; Hrnčířik, J. *Fyzikální chemie II*, UTB Academia centrum, Zlín 2005, ISBN 80-7318-325-0.
- [17] Fojtík, A.; a kol. *NANO – fascinující fenomén současnosti*, 1. vyd., Praha 2014, ISBN 978-80-260-7135-8.

- [18] Atkins, P.; Paula, de J. *Fyzikální chemie*, 1. vyd., VŠCHT, Praha 2013, ISBN 978-80-080-830-6.
- [19] Vold, R. D.; Vold, M. J. *Colloid and interface chemistry*, Canada 1983.
- [20] Řezanka, V.; Záruba, K.; Král, V. *Chemické listy* 101, 881-885, 2007.
- [21] Kvítek, L. *Habilitační práce*, PřF UP, Olomouc 2008.
- [22] Prucek, R.; Kilianová, M. *Cvičení ze základů nanomateriálové chemie*, Olomouc 2013.
- [23] Kapoor, S. *Preparation, characterization and surface modification of silver particles*, *Langmuir* 14, 1998.
- [24] Filipová, Z.; Kukutschová, J.; Mášláň, M. *Rizika nanomateriálů*, UP, Olomouc 2012, ISBN 978-80-244-3201-4.
- [25] Strauch, B.; Vlčková, B.; Němec, I. *Chemické listy* 104, 1210-1219, Praha 2010.
- [26] Vavřínová, D.; Matějka, P. *Chemické listy* 107, 245-249, Praha 2013.
- [27] Dendisová, M.; Žvátora, P.; Matějka, P. *Ramanova spektrometrie*, (staženo 8. 2. 2015), <http://old.vscht.cz/anl/lach2/RAMAN.pdf>
- [28] Martinez-Gutierrez, F.; Olive, P. L.; et al. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine* 6, 681-688, 2010.
- [29] Ruparelia, J. P.; Chatterje, A. K.; Duttagupta, S. P.; Mukherji, S. *Acta Biomaterialia* 4, 707-716, 2008.
- [30] Rai, M.; Yadav, A.; Gade, A. *Biotechnology Advances* 27, 76-83, 2009.
- [31] Mackevica, A.; Skjolding, L. M.; Gergs, A.; Palmqvist, A.; Baun, A. *Aquatic Toxicology* 161, 10-16, 2015.
- [32] Novotný, G. *Diplomová práce*, MU, Brno.
- [33] Militký, J. *Textilní vlákna klasická a speciální*, Liberec 2002, ISBN 80-7083-644-X.
- [34] Reichlová, V. *Sonochemická příprava koloidních materiálů*, Diplomová práce, MU, Brno 2006.
- [35] Perkas, N.; et. al. *Journal of applied polymer science*, 1423-1430, 2007.
- [36] Abramov, O. V.; Gedanken, A.; Koltypin, Y.; Perkas, N.; Perelshtein, I.; Joyce, E.; Mason, T. J. *Surface and Coatings Technology* 204, 718-722, 2009.
- [37] Shimanovich, O.; Gedanken, A. *Chemistry a European journal* 18, 365-369, 2012.