

Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Katedra fyzikální chemie



PŘÍPRAVA NANOKOMPOZITU

Ag@SiO₂

Vypracovala: Nela Rotterová

Vedoucí práce: doc. RNDr. Libor Kvítek, CSc.

Studijní obor: Aplikovaná chemie

Rok a místo odevzdání: 2015 Olomouc

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci zpracovala samostatně pod vedením doc. RNDr. Libora Kvítka, CSc. s použitím seznamu literatury, ve kterém jsem uvedla všechny použité zdroje.

V Olomouci dne

Nela Rotterová.....

Chtěla bych poděkovat doc. RNDr. Liboru Kvítkovi CSc. za pomoc při vedení bakalářské práce. Mé poděkování patří také doc. RNDr. Aleši Panáčkovi, Ph.D. za spolupráci při získávání snímků z transmisního elektronového mikroskopu. Dále bych chtěla poděkovat Mgr. Renátě Večeřové za analýzu antibakteriální účinnosti vzorků a Mgr. Janu Kolaříkovi za stanovení stříbra atomovou absorpční spektroskopií. Také bych chtěla poděkovat paní laborantce Karle Slavičkové za ochotu a mé rodině za podporu při studiu.

Bibliografická identifikace

Jméno a příjmení autora: Nela Rotterová

Název práce: Příprava nanokompozitu Ag@SiO₂

Typ práce: Bakalářská práce

Pracoviště: Katedra fyzikální chemie

Vedoucí práce: doc. RNDr. Libor Kvítek, Csc.

Rok obhajoby práce: 2015

Abstrakt: Tato bakalářská práce se zabývá přípravou koloidních částic oxidu křemičitého hydrolýzou křemičitanu sodného. Byl studován vliv pH a složení disperzního prostředí na velikost a morfologii vznikajících mikročástic oxidu křemičitého. Získané mikročástice byly využity pro následnou přípravu kompozitu s nanočásticemi stříbra jednoduchou redukční metodou s použitím redukujícího cukru. Připravený nanokompozit byl charakterizován elektronovou mikroskopií a obsah stříbra byl stanoven pomocí AAS. U připraveného nanokompozitu byla prokázána antibakteriální aktivita vůči řadě patogenních bakteriálních kmenů.

Klíčová slova: Oxid křemičitý, nanočástice stříbra, kompozit, koloidní částice, hydrolýza, redukce, antibakteriální aktivita

Počet stran: 38

Počet příloh: 0

Jazyk: český

Bibliographical Identification

Author's First name and Surname: Nela Rotterová

Title: Preparation of nanocomposite Ag@SiO₂

Type of thesis: Bachelor

Department: Department of physical chemistry, UP Olomouc

Supervisor: doc. RNDr. Libor Kvítek, Csc.

The year of presentation: 2015

Abstract: This bachelor thesis deals with the preparation of colloidal particles of silicon dioxide via hydrolysis of sodium silicate. The effects of pH and the dispersive environment's composition on the size and morphology of emerging particles of silicon dioxide were subject to study. The resulting microparticles were then used for the preparation of a composite with silver nanoparticles by a simple reduction method using reducing sugar. The prepared nanocomposite was characterised by electron microscopy and the amount of silver contained was determined by AAS. Antibacterial activity against a number of pathogenic bacterial strains was proven in the prepared nanocomposite.

Keywords: silica, silver nanoparticles, composite, colloidal particles, hydrolysis, reduction, antibacterial activity

Number of page: 38

Number of appendices: 0

Language: Czech

Obsah

ÚVOD	7
TEORETICKÁ ČÁST.....	9
1. KOLOIDNÍ DISPERZNÍ SOUSTAVY	9
1.1. Dělení disperzních systémů	10
1.1.1. Dělení podle velikosti disperzních částic	10
1.1.2. Dělení podle fázového rozhraní	10
1.1.3. Dělení podle tvaru disperzních částic	11
1.2 Vznik koloidně disperzních systémů	12
1.2.1. Dispergační metody	12
1.2.2. Kondenzační metody	12
1.3. Kinetické vlastnosti koloidních soustav	12
1.3.1. Brownův pohyb	12
1.3.2. Difúze	13
1.3.3. Osmóza	14
1.3.4. Sedimentace	15
1.4. Optické vlastnosti koloidních soustav	16
1.4.1. Rozptyl světla	16
1.5. Elektrické vlastnosti koloidních soustav	16
1.6. Stabilita koloidních částic	18
2. OXID KŘEMIČITÝ	18
2.1. Chemické vlastnosti	19
2.2. Příprava	19
2.2.1. Stöberova metoda	19
2.2.2. Metoda hydrolýzy křemičitanu sodného	20
2.2.3. Metoda Sol-Gel	20
2.3. Toxicita nanočástic a koloidů oxidu křemičitého	20
2.4. Využití	21
3. NANOČÁSTICE STŘÍBRA	21
3.1. Chemické vlastnosti	21
3.2. Příprava	22

3.3. Využití	22
4. NANOKOMPOZITNÍ MATERIÁL	22
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	23
5. METODY A VYBAVENÍ	23
5.1. Chemikálie	23
5.2. Přístroje a zařízení	23
5.3. Příprava koloidních částic oxidu křemičitého	24
5.4. Příprava kompozitu oxidu křemičitého a stříbra	24
5.5. Studium antibakteriální aktivity kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem	25
6. VÝSLEDKY A DISKUZE	26
6.1. Koloidní částice oxidu křemičitého připravené jednorázovou úpravou pH	26
6.2 Kompozit oxidu křemičitého se stříbrem	28
6.2.1. Vyhodnocení obsahu stříbra v kompozitu	32
6.3. Antibakteriální aktivita kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem	32
7. ZÁVĚR	34
SUMMARY	35
SEZNAM LITERATURY	36

ÚVOD

Nanotechnologie díky rychlému vývoji v posledních letech zasahují i do mnoha oblastí všedního života jako je zdravotnictví, chemický průmysl, optika, elektronika, automobilový průmysl, vojenský průmysl apod. Předpona „nano-“ označuje měřítko jedné miliardtiny základní jednotky, je to tedy vyjádření rozměrů struktur na úrovni nanometrů. V okruhu struktur a částic s intervalem rozměrů v rozmezí od 1 do 100 nm se nacházejí tzv. nanostruktury, které jsou považovány za základní stavební jednotky nanomateriálů. Díky těmto malým rozměrům mají nanomateriály zajímavé aplikační vlastnosti a mimo jiné přispívají k vývoji nových materiálů. Za předchůdce nanotechnologií je považován obor koloidní chemie, se kterými mají nanotechnologie mnoho společných rysů. [1] [2] [3]

I když se o nanotechnologiích mluví jen několik málo desítek let, jejich historie spadá do velice vzdálené minulosti. První využití nanotechnologií lidmi lze datovat do 4. století našeho letopočtu, ze kterého je zachován římský pohár zhotovený ze sodnovápenatého skla, který obsahuje i stříbrné a zlaté nanočástice. Tyto nanočástice mají za příčinu estetické zbarvení od barvy zelené po tmavě červenou. Odraz barvy záleží na směru osvětlení poháru. Dalším příkladem „nano“ objevů z minulosti je Brownův pohyb, což je náhodný pohyb částic v kapalném či plynném prostředí, kde se molekuly neustále srážejí působením tepelného pohybu a uvádějí v pohyb i větší částice rozptýlené v tomto prostředí. Během 19. a 20. století přichází značný rozvoj nanomateriálů v optice, chemii, fyzice i obecně v technice. Avšak zásadní zlom ve vývoji nanotechnologií nastal až s objevem skenovacího (rastrovacího) tunelového mikroskopu a mikroskopu atomových sil, které dokáží studovat nanočástice s rozlišením na úrovni atomů. [1]

Jeden z důležitých materiálů studovaných v rámci koloidní chemie jsou částice oxidu křemičitého, který má rozsáhlé použití v různých oborech zahrnujících optiku, sklářství, metalurgii, výrobu papíru a keramiky, elektronický průmysl a spoustu jiných odvětví. [4] Oxid křemičitý vyniká pórovitou vnitřní strukturou a vykazuje poutavé vlastnosti, jako jsou regulovatelné vnitřní póry a velká povrchová plocha. [5]

Dalším materiálem z oblasti koloidů či spíše oblasti nanosvěta jsou stříbrné nanočástice, které jsou významné zejména svými antibakteriálními účinky. Tyto účinky lze využít například ve farmaceutickém, medicínském a textilním průmyslu.

Kombinace obou materiálů – částic oxidu křemičitého a nanočástic stříbra do jednoho kompozitu, spojujícího vysoké užité vlastnosti obou materiálů se tak stala objektem zájmu pro tuto bakalářskou práci, zaměřenou přípravu částic oxidu křemičitého hydrolytickou metodou, což je metoda levná a jednoduchá, ovšem její výsledky jsou špatně reprodukovatelné. Proto byl studován vliv disperzního prostředí a pH na vlastnosti vznikajících částic oxidu křemičitého. Tyto částice jsou pak využity pro přípravu kompozitu sestříbrnými nanočásticemi redukcí roztoku stříbrné soli vhodným redukujícím cukrem. Připravený kompozit byl na závěr otestován z hlediska jeho biologické aktivity.

TEORETICKÁ ČÁST

1. KOLOIDNĚ DISPERZNÍ SOUSTAVY

Disperzní soustavy jsou vícesložkové systémy tvořené z disperzní fáze a disperzního prostředí. Disperzní fáze je pravidelně rozptýlena v disperzním prostředí, které představuje kontinuitní část disperzní soustavy. Disperzní soustava může obsahovat dvě fáze, kde jedna představuje disperzní fázi a další disperzní prostředí, takovéto soustavě říkáme heterogenní neboli nestejnorodá. Existuje zde fázové rozhraní mezi disperzní fází a obklopujícím disperzním prostředím. Disperzní soustava může být také sestavena ze dvou složek a jedné fáze, kde jedna složka představuje disperzní fázi a další disperzní prostředí. Tuto soustavu označujeme jako homogenní neboli stejnorodou. V homogenní soustavě neexistuje fázové rozhraní, protože v disperzním prostředí jsou rozptýleny tak malé částice jako jsou molekuly, atomy nebo i ionty. [6]

Disperzní soustavy můžeme dělit dle různých vlastností jako je například tvar a velikost disperzních částic. Různá velikost částic disperzní fáze je formulována tzv. stupněm disperzity, který udává převrácenou hodnotu průměru částice neboli poměr povrchu částic k jejich objemu. Čím větší je stupeň disperzity, tím větší je jemnost rozptýlení (menší částice) disperzní fáze. [6] [7]

Má-li disperzní soustava stejně velké částice disperzní fáze, pak takové soustavě říkáme monodisperzní. Na druhé straně, jsou-li částice disperzní fáze různě velké, pak mluvíme o soustavě polydisperzní. Dalším typem jsou soustavy heterodisperzní, které mají částice odlišných tvarů a posledním druhem jsou homodisperzní soustavy s částicemi stejného tvaru. [6] [7]

Na charakter disperzního systému má vliv sled faktorů. Ty hlavně zahrnují množství fází v systému a rozměr disperzních částic, potom tvar částic, velikost plochy fázového rozhraní a velikost vzájemných interakcí mezi disperzní fází a disperzním prostředím, skupenské stavy složek a elektrické vlastnosti částic. [6] [7] [8]

1.1 Dělení disperzních systémů

1.1.1. Dělení podle velikosti disperzních částic

Disperzní systémy můžeme dělit dle velikosti disperzních částic na analytické, koloidní a hrubé disperze. Analytické disperzní systémy mají částice menší jak 1 nm a proto nejsou viditelné ani elektronovým mikroskopem. Koloidně disperzní systémy mají velikost v intervalu od cca 1 nm do cca 1000 nm a můžeme je pozorovat v elektronovém mikroskopu či v ultramikroskopu. Posledním typem jsou systémy hrubě disperzní, které se dále rozdělují na makrodisperzní a mikrodisperzní na základě velikosti částic. [6][7][9] Přehled uvádí tabulka 1:

Tabulka 1: Rozdělení disperzních systémů podle velikosti disperzních částic [6][7]

Analytické disperze	Koloidní disperze	Hrubé disperze
$d < 10^{-9}$ m	$10^{-9} < d < 10^{-6}$	$d > 10^{-6}$ m
homogenní - tvoří jednu fázi	mikroheterogenní	makroheterogenní
nepozorovatelné	pozorovatelné elektronovým mikroskopem či ultramikroskopem	pozorovatelné okem či mikroskopem
vznikají pravé roztoky nízkomolekulárních látek	vznikají pravé roztoky vysokomolekulárních i nano látek	vznikají z pravých roztoků srážením na částice potřebné velikosti
vysoký osmotický tlak	nízký osmotický tlak	není osmotický tlak
rychlá difúze	pomalá difúze	není difúze
nevytváří gely	vytváří gely	vytváří gely vyjíměčně

1.1.2. Dělení koloidně disperzních soustav

Koloidně disperzní systémy lze dělit podle fázového složení disperzní fáze a disperzního prostředí (viz Tab. 2). Dále je dělíme podle interakcí mezi disperzní fází a disperzním prostředím následovně. [6] [10]

První systémy jsou lyofobní, jejichž disperzní prostředí a disperzní fáze jsou odděleny fázovým rozhraním, které ovlivňuje jejich vlastnosti. Mohou být připraveny buď dispergací z velkých částic nebo kondenzací z pravých roztoků. Nevznikají samovolně, jsou termodynamicky nestálé a svým složením a vznikem připomínají hrubé disperze. [6] [7] [10]

Lyofilní systémy jsou systémy koloidně homogenní, na rozdíl od lyofobních systémů, které jsou heterogenní. U lyofilních systému disperzní prostředí s disperzní fází tvoří jednu fázi, jsou termodynamicky stálé a vznikají samovolným rozpouštěním podmíněným afinitou vysokomolekulárních látek k disperznímu prostředí. [6] [7] [10]

Další jsou asociativní neboli micelární koloidy, které obsahují kapalnou disperzní prostředí spojené s micelami tvořenými malými amfifilními molekulami povrchově aktivních látek. [6] [7] [10]

Koloidní systémy jsou charakteristické také tvorbou gelů. Gely jsou systémy, které mají spojitou disperzní prostředí i disperzní fázi a tvoří tak pevnou trojrozměrnou síť prostupující disperzním prostředím. [6] [7]

Tabulka 2: Rozdělení koloidně disperzních systémů podle skupenství disperzní fáze a disperzního prostředí [6] [8]

Disperzní prostředí	Disperzní fáze	Disperze	Příklady disperzí
plynné	plynná	netvoří koloid	-
	kapalná	kapalný aerosol	mlha, sprej
	pevná	tuhý aerosol	kouř, prach
kapalné	plynná	pěna	pěna
	kapalná	emulze	mléko
	pevná	lyosol nebo koloidní roztok	zubní pasta
pevné	plynná	tuhá pěna	pěnový polystyren
	pevná	tuhá emulze	perleť
	pevná	tuhý sol	pigmentové plasty

1.1.3. Dělení podle tvaru disperzních částic

Dále můžeme dělit koloidně disperzní systémy podle tvaru disperzních částic na korpuskulárně, laminárně a fibrilárně disperzní. Korpuskulárně disperzní částice jsou izometrické, což znamená, že jsou ve všech třech prostorových rozměrech stejné. Zato laminárně disperzní částice jsou ve formě lamel či destiček, jejichž dva rozměry převažují nad třetím. A fibrilárně disperzní částice jsou ve formě vláken nebo tyčinek a vlastní jeden převažující rozměr. [6] [11]

1.2. Vznik koloidně disperzních systémů

1.2.1. Dispergační metody

Dispergace většinou neprobíhá samovolně, proto vznik disperze požaduje vynaložit určitou práci. Dispergační metody používají především mechanické práce jako je mletí či ultrazvuk. Tyto metody jsou vhodné pro výrobu většího kvanta koloidních částic v průmyslu, ale většinou neumí připravit přijatelně malé částice pod 100 nm. Je potřeba zde používat stabilizátory na připravující se koloid i na rozředění výchozí látky. Mezi tyto stabilizátory patří například polyethylenglykol, nebo také povrchově aktivní látky. [6] [15]

V tomto oboru je nejmladší dispergační metoda založená na působení vysoce fokusovaného paprsku elektromagnetického záření na makroskopický materiál – laserová ablace, kdy vlivem laserového paprsku na žádoucí materiál dochází k produkci koloidního systému. [6]

1.2.2. Kondenzační metody

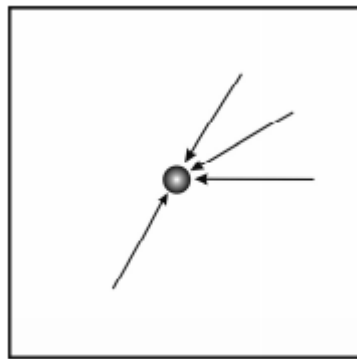
Kondenzační metody užívají buď fyzikálních postupů nebo chemických reakcí. Výchozími látkami jsou roztoky popřípadě plynné sloučeniny, tedy jednofázové systémy. Touto cestou lze z pravých roztoků vyrobit monodisperzní částice koloidních rozměrů s tím, že nejjednodušší prostředek je iniciace tvorby koloidní částice z homogenního systému za snížení rozpustnosti většinou snížením teploty či změnou prostředí. Nejčastějším užívaným způsobem přípravy koloidních částic jsou chemické reakce. [6] [15]

1.3. Kinetické vlastnosti koloidních soustav

1.3.1. Brownův pohyb

Brownův pohyb byl poprvé popsán Robertem Brownem v roce 1827, kdy pozoroval chování pylového zrnka ve vodě. Je to neuspořádaný tepelný pohyb molekuly disperzního prostředí, která naráží do koloidních částic různými směry a různou rychlostí v kapalině nebo plynu. Částice vykonávají jak pohyb translační, tak i rotační a u částic s průměrem větším jak 4 μm není tepelný pohyb pozorovatelný. Tento jev je intenzivnější, když je teplota vyšší a částice jsou menší, je pozorovatelný na ultramikroskopu. [6] [7] [12]

Brownův pohyb má souvislost s difúzí, protože při stoupajícím čase jsou molekuly rozptylovány neuspořádaným náhodným pohybem z té pozice, kde je nejvyšší koncentrace. [12] Brownův pohyb je spojen také se sedimentací a s membránovými jevy jako je osmóza. [6] [7]



Obr. 1: Nárazy molekul disperzního prostředí do koloidní částice [6]

1.3.2. Difúze

Difúze je přecházení částic jedné látky do druhé s tím, že částice mají snahu se rozprostřít po celém objemu. Je to projev Brownova pohybu. Tento jev nastává z příčiny tepelného pohybu a translačního pohybu, díky kterému dochází v soustavách k samovolnému vykompenzování koncentrací pomocí difúze. Částice vždy přecházejí z prostředí s vyšší koncentrací do prostředí s nižší koncentrací, tedy ve směru koncentračního gradientu. [6] [7] [13] Tento směr s jednorozměrnou stacionární difúzí je popsán I. Fickovým zákonem (rovnice č. 1).

$$J_i = -D_i \cdot \frac{d c_i}{d x} \quad (1)$$

Kde J_i je difúzní tok, D_i je difúzní koeficient a $\frac{d c_i}{d x}$ je koncentrační gradient, který se s časem nemění.

Vztah mezi koeficientem tření, teplotou a difúzním koeficientem odvodil A. Einstein v roce 1908 a dostal označení Einsteinova rovnice:

$$D_i = \frac{k_B T}{B} \quad (2)$$

Kde D_i je difúzní koeficient, k_B je Boltzmannova konstanta, T je absolutní teplota a B je koeficient tření. Pro pohyb kulovitých částic o průměru r v disperzním prostředí o viskozitě η je určena Stokesova rovnice, což je vztah pro koeficient tření:

$$B = 6\pi\eta r \quad (3)$$

Dosazením vzorce (3) do vzorce (2) je možné vypočítat difúzní koeficient tzv. Einsteinovo-Stokesovou rovnicí:

$$D_i = \frac{k_B T}{6\pi\eta r} \quad (4)$$

1.3.3. Osmóza

Když se odlišné koncentrace dvou roztoků vyrovnávají přes polopropustnou (semipermeabilní) membránu, tak se tento děj nazývá osmóza. Proces je založen na pronikání menších částic, tedy částic rozpouštědla přes membránu do koncentrovanějšího roztoku. Osmóza probíhá tak dlouho, dokud koncentrace obou roztoků nebude stejná. Hnací síla tohoto procesu, který popisuje pohyb molekul, je osmotický tlak označován řeckým písmenem π a je měřen v Pa. V případě ideálního chování je osmotický tlak zředěných roztoků závislý na koncentraci a teplotě a tento proces je popsán van't Hoffovou rovnicí:

$$\pi = cRT \quad (5)$$

kde c je molární koncentrace složky, která neprochází membránou, R je univerzální plynová konstanta a T je termodynamická teplota. Existují i další obdobné rovnice, které formulují míru osmotického tlaku v koloidních systémech. [6] [7] [14]

1.3.4. Sedimentace

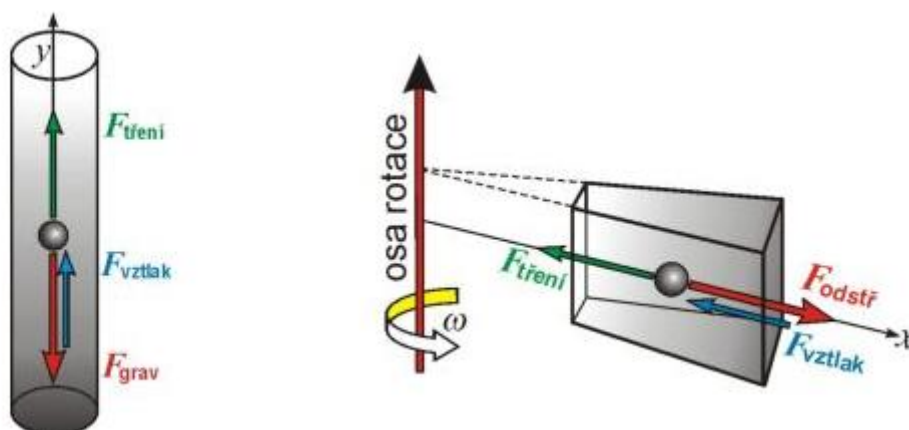
Působením gravitační síly se hrubě a koloidně disperzní systémy pohybují směrem ke dnu, tedy sedimentují a díky Brownova pohybu zůstávají nejmenší částice rovnoměrně rozptýleny po celém objemu nádoby, jsou tedy kineticky stálé. Sedimentace postupuje určitou rychlostí a za stanovený čas se ustaví sedimentační rovnováha a tento proces závisí na charakteru prostředí, hmotnosti, tvaru a hustotě částic. Rychlost sedimentační rovnováhy je identická rychlosti difúze v opačném směru. Proti každé kulové částici pohybující se v kapalině pod vlivem gravitační síly F_g působí v protisměru vztlaková síla F_{vztl} i viskozitní odpor F_{vis} , kde můžeme odvodit vzorec mezi těmito hodnotami nazývaný Stokesův vztah [6] [7] [11] [14]:

$$F_g = F_{vztl} + F_{vis} \quad (6)$$

Sedimentace v odstředivém poli může být až 10^6 krát vyšší než je gravitace na Zemi, tudíž je zde sedimentace daleko rychlejší. V centrifuze ovlivňuje částice odstředivá síla $F_{odstř}$ místo síly gravitační F_g [6][7]:

$$F_{odstř} = m\omega x \quad (7)$$

kde m je hmotnost částice, ω je úhlová rychlost a x je vzdálenost od osy otáčení. [6]



Obrázek 2: Pohyb částic v gravitačním a odstředivém poli [7]

1.4. Optické vlastnosti koloidních soustav

K zvláště významným vlastnostem koloidních soustav spadají jejich charakteristické optické vlastnosti, které jsou pro disperzní soustavy netypičtější a nejsou zrovna jednoduchou záležitostí. Když proniká světelný paprsek elektromagnetického záření disperzním systémem, tak se intenzita světelných paprsků zmenšuje a dochází zároveň k pravé absorpci a rozptylu světla dopadajícího záření. Tyto dva jevy závisí na vlnové délce světla i na velikosti částic v koloidní soustavě.

1.4.1. Rozptyl světla

Rozptyl světla můžeme pozorovat u soustav s odlišnými indexy lomu koloidních částic a koloidního prostředí a nedochází při pohlcení kvanta světelné energie k přeměně energetických stavů vazebných elektronů na rozdíl od absorpce. Kvantum přijaté energie se vyzáří nahodilými směry, aniž by došlo ke změně vlnové délky. Dá se popsat jako elastický odraz fotonu od částice. Rozptyl světla není jednoduchý jev, do kterého se řadí odraz, lom, ohyb a interference světla. [6] [7] [14]

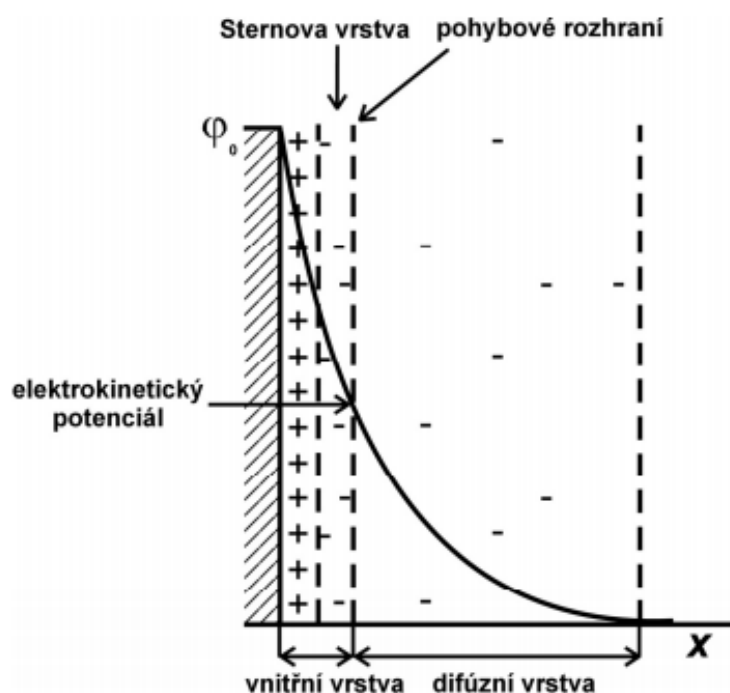
První, kdo popsal rozptyl světla v 17. století, byl John Tyndall. Po tomto muži byl nazván efekt světelného paprsku pronikajícího disperzním prostředím do rozšiřujícího se kuželovitého tvaru. Tento efekt se nazývá Tyndallův jev. [6]

Rozptyl světla můžeme nalézt v řadě významných oborů jako je astronomie, meteorologie, fyzika a fyzikální chemie nízkomolekulárních látek a samozřejmě koloidní a makromolekulární chemie, které se věnují koncentraci, rozměry a molárními hmotnostmi částic koloidních systémů. [7]

1.5. Elektrické vlastnosti koloidních soustav

Existence koloidních částic disperzní fáze, které se pohybují v disperzním prostředí obsahujícím ionty, rozhodují o elektrických vlastnostech koloidních soustav a vznikají tak tzv. elektrokinetické jevy. Koloidní částice okolo sebe shromažďují opačně nabitě ionty, tudíž se na povrchu vytvoří dvě nabitě vrstvy nazývané se elektrická dvojvrstva. [6] [15]

Základní model elektrické dvojvrstvy popsal Helmholtz podle obdoby se systémem deskového kondenzátoru. V roce 1924 Helmholtzův model vylepšil Stern, který bral v úvahu tloušťku adsorbované vrstvy a ta se zhruba shoduje s poloměry iontů. Tento jev je založen na přítomnosti elektrického náboje na fázovém rozhraní mezi disperzní fází a disperzním prostředím, vzhledem k tomu nastává uspořádání protikladně nabitých iontů v blízkosti tohoto rozhraní. Mezi roztokem a povrchem koloidní částice je přítomen rozdíl potenciálů. První je elektrochemický potenciál zabývající se rozdílem mezi objemem kapaliny a povrchem částice a druhý je elektrokinetický (zeta) potenciál, kterým se udává rozdíl mezi objemem kapaliny a rozhraním protiiontů. [6] [15]



Obr. 3: Sternovo schéma uspořádání elektrické dvojvrstvy [6]

V disperzním prostředí se pohybují elektricky nabitě částice a označujeme je elektrokinetické jevy. Mezi tyto jevy se řadí elektroosmóza, elektroforéza, sedimentační potenciál a potenciál proudění. [6]

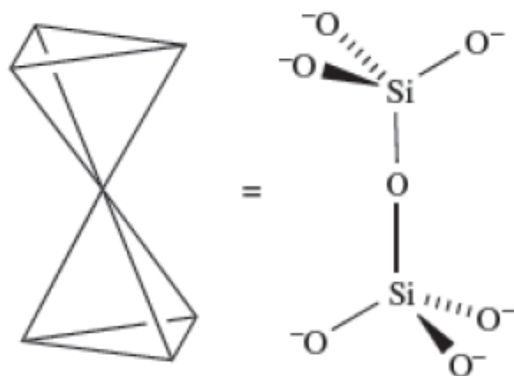
1.6. Stabilita koloidních částic

Koloidní částice disperzní fáze mají velký povrch a důsledkem toho má koloidní soustava nadbytek povrchové energie. Hlavně u lyofobních koloidů jsou interakce mezi molekulami disperzní fáze a disperzního prostředí slabé. Stabilita koloidních soustav je schopnost odolat nutkání soustavy spojit částice disperzní fáze do větších agregátů a ty potom sedimentují. Tedy dvě částice se k sobě přiblíží a tím rozptýlí dvojrstvu, která je nevýhodně omezena a stlačena. To je původ odpudivosti dvou částic, které nedovolí bližší přiblížování, než po určitou hranici. [6] [16]

Koloidní systémy jsou v tzv. metastabilním stavu, které mají přebytek povrchové energie, existuje zde fázové rozhraní. Soustavy se můžou dostat také do stavu, kde je méně povrchové energie, ale musí přemoci jistou energetickou bariéru. Soustava potřebuje aktivační energii ke zdolání energetické bariéry, aby se částice mohly propojit. Ke stabilitě je potřebná dostatečná bariéra, aby zabránila propojování částic a úbytku povrchové energie. [6]

2. OXID KŘEMIČITÝ

Oxid křemičitý je pevná netěkavá sloučenina vyskytující se v trojrozměrných modifikacích, které jsou sestaveny se spojitých tetraedrů SiO_4 . Tyto struktury jsou spojeny společným vrcholem a každá jednotka je sjednocena s atomem kyslíku, kde vzniká můstek Si-O-Si. Přenos elektronů ke kyslíkatým atomům vzbudí elektronový deficit na atomu křemíku. Křemík deficit vyvažuje nabráním nevazebných elektronových párů od atomů kyslíku z vedlejších molekul. [17] [18]



Obr. 4: Schéma zobrazení tetraedrů v modifikaci oxidu křemičitého [18]

2.1. Chemické vlastnosti

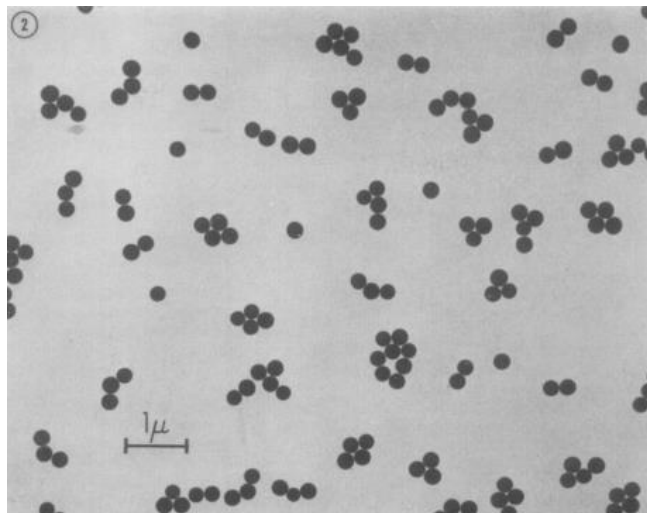
Oxid křemičitý je velmi odolný vůči povětrnostním vlivům, teplotním podmínkám a chemickým činidlům. Nejpevnější vazbu má křemík k fluoru, tudíž se SiO_2 rozpouští v kyselině fluorovodíkové a tvoří produkt kyseliny hexafluorkřemičitou. Jelikož má kyselý charakter, tak reaguje i s oxidy kovů, hydroxidy či ostatními sloučeninami mající ve své struktuře kyslík při vysokých teplotách. Dle podmínek reakce se tvoří křemičitany buď s krystalickou strukturou nebo skelné. [17] [19]

2.2. Příprava

Oxid křemičitý se připravuje především v pevném stavu nebo rozpuštěný v organickém rozpouštědle, které je vhodné k přípravě základního koloidního polymeru. V důsledku hydrofilních vlastností nanočástic SiO_2 je není snadné rozpustit ve vodě. Využívá se tedy metoda iontové výměny, která je levná, jednoduchá a řeší problém stability nanočástic ve vodě. [19]

2.2.1. Stöberova metoda

Stöberova metoda je založena na chemických reakcích umožňujících tvorbu oxidu křemičitého kulovitého tvaru. Tento děj probíhá za hydrolýzy alkylsilikátu, kde se následně vysráží kyselina křemičitá rozpuštěná v alkoholu. Jako katalyzátor se využívá amoniak, hydroxid amonný či nasycený amoniakální roztok v alkoholu. Pomocí této metody můžeme vytvořit částice oxidu křemičitého v rozsahu o velikosti od 0,05 do 2 μm . [20]



Obr. 5: Částice oxidu křemičitého získané ve směsi ethanol-ethylester hydrolýzou alkylsilikátu [20]

2.2.2. Metoda hydrolýzy křemičitanu sodného

Tato metoda je založena na přidávání vhodného alkoholu do vodného roztoku křemičitanu sodného, který se v něm vysráží v podobě hydratované kyseliny křemičité (oxid křemičitý), která je následně pomocí ultracentrifugace odseparována. Na dně sedimentovaný oxid křemičitý se několikrát promyje a jsou získány částice o velikosti v rozsahu od 50 do 100 nm. Velikost závisí na době míchání roztoku, na teplotě a druhu přidávaného alkoholu.

2.2.3. Metoda Sol-Gel

Také metodou Sol-Gel lze připravit oxid křemičitý v nanoměřítku. Spočívá v hydrolýze vhodné sloučeniny, kde jako produkt vychází hydroxylová skupina. Díky následné kondenzaci vzniká pevná látka, tedy sol tvořený pevnými částicemi v rozměrech stovek nm. Tato metoda se využívá hlavně při výrobě keramických či skleněných materiálů. [21] [22]

2.3. Toxicita nanočástic a koloidů oxidu křemičitého

V poslední době se čím dál více člověk vystavuje působením nanočástic oxidu křemičitého inhalační cestou. Příslušné toxikologické výzkumy se provádějí na zvířatech, které jsou vystaveny inhalačně nanočásticím oxidu křemičitého a studují se změny dýchacích parametrů jako je zvýšení hmotnosti plic, celková bronchoalveolární laváž proteinů a buněk, poškozené tkáně a akutní záněty. [23]

V jednom z výzkumů byly nanočástice oxidu křemičitého testovány na hepatotoxické účinky, tedy jaterní škodlivost na myších. Zkoumal se zde vztah mezi toxicitou a velikostí částic o průměru 70, 300 a 1000 nm. Nanočástice byly podány intravenózně a zjistilo se, že při podání 30 mg/kg tělesné hmotnosti částic o průměru 70 nm, bylo vyvoláno poškození jater. Naopak při podání až 100 mg/kg částic o velikosti 300 nm nebo 1000 nm nebyl zjištěn žádný účinek. Škodlivé byly tedy jen nanočástice o průměru 70 nm, které při dlouhodobějším působení zapříčinily fibrózu jater. To svědčí o tom, že nanočástice SiO₂ jsou pro játra velmi toxické. [24]

2.4. Využití koloidních částic oxidu křemičitého

Nanočástice či nanokompozity oxidu křemičitého můžeme použít v širokém spektru oborů. Dají se přidat při výrobě textilií, do latexu pro zvýšení pevnosti materiálů nebo jako prostředek pro ochranu dřeva v podobě nanokompozitů oxidu křemičitého. Dále se dá použít k výrobě katalyzátorů, nanoreaktorů i v sorbentech. [25] [26]

3. NANOČÁSTICE STŘÍBRA

Nanočástice stříbra mají velký význam a využití v dnešní době díky jejich skvělým biologickým, optickým a katalytickým vlastnostem. Už v historii se stříbro používalo pro barvení keramiky a skla díky svým optickým vlastnostem a staří Římané používali stříbro pro jeho baktericidní účinky. První nanotechnologie z vyspělejšího období byla fotografie a povrchem zesílený Ramanův rozptyl, kde v obou dvou případech se stříbro podílelo na citlivosti techniky. [2] [27]

3.1. Chemické vlastnosti

Asi nejvýznamnější aplikační vlastností nanočástic stříbra jsou jejich antibakteriální účinky. Nanočástice stříbra také napomáhají k obnovení antibakteriálního účinku antibiotik, protože za dlouhou dobu používání antibiotik jsou již některé bakterie vůči antibiotikům velmi odolné. Vlastnosti nanočástic stříbra závisí hlavně na jejich velikosti, která se v důsledku způsobu přípravy a díky různým koncentracím přidaných látek může měnit. Velkou výhodou u nanočástic stříbra je, že v nízkých koncentracích nejsou toxické. [2] [28] Je také nutno

podotknout, že nanočástice stříbra snadno pronikají do organismu na rozdíl od částic větších rozměrů (mikročastic).

3.2. Příprava

Nejčastější příprava stříbrných nanočástic je redukce roztoku stříbrné soli patřičným redukčním činidlem například redukujícím cukrem jako je maltóza, galaktóza, glukóza, fruktóza či laktóza v případě Tollensovy metody. Je zapotřebí také vybrat správné komplexotvorné činidlo jako je amoniak, který spolu s redukujícím cukrem a vhodným pH ovlivňuje velikost částic, které vznikají chemickou reakcí, v rozsahu od 25 asi po 75 nm. Takové nanočástice stříbra vykazují zajímavou biologickou aktivitu, která je dána velkou antibakteriální účinností při velmi nízké cytotoxicitě. Mimo to jsou nanočástice stříbra i katalyticky aktivní, například při katalytické redukci toxických látek v životním prostředí. [2]

3.3. Využití

Jedním z nejběžnějších účinků stříbrných nanočástic je jejich antibakteriální aktivita, která se dá využít v širokém spektru odvětví. Prvním odvětvím je medicína, kde se koloidní stříbro přidává do léků, jako jsou například antibiotika, kde usmrcuje výhradně jednobuněčné organismy, kterých je pro nás více jak 97% patogenních. Stříbrné nanočástice zabíjí houby, viry, bakterie a plísňe, které cirkulují v krevním oběhu stejně jako koloidní stříbro. [29] Dále se antibakteriální účinky stříbra využívají v textilním průmyslu. Použitelné jsou ale i v senzorech, například v senzorech používaných při diagnostice nádorových onemocnění mozku. [3]

4. NANOKOMPOZITNÍ MATERIÁLY

Jako nanokompozity se označují látky pevného skupenství, které obsahují dvě nebo i více složek. Podmínkou je, aby alespoň jedna z těchto složek nepřesahovala rozměr 100 nm. Tyto kompozitní materiály v měřítku nanometrů se rozšířeně objevují v přírodě, kde je můžeme najít třeba ve schránkách korýšů či v kostech. Také je ale můžeme připravit synteticky a to většinou v podobě kovových nanočástic navázaných na polymeru nebo keramické matici. Nynější rozvoj výroby nanokompozitů se uskutečňuje v důsledku lepších fyzikálně-chemických vlastností původní látky s použitím vlastností přidaného materiálu. [1]

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

5. METODY A VYBAVENÍ

5.1. Chemikálie

Pro přípravu koloidního oxidu křemičitého v disperzním prostředí byly použity následující chemikálie: uhličitan sodný (p.a., Penta), chlorid vápenatý (p.a., Lachema), ethylenglykol (p.a., Lach-Ner), křemičitan sodný (p.a., Sigma-Aldrich), ethanol (p.a., Lach-Ner), kyselina dusičná (p.a., Lach-Ner). Roli disperzního prostředí představovala demineralizovaná voda z přístroje AQUAL od firmy MERCI s vodivostí 0,05 S/cm.

Pro přípravu stříbrných nanočástic a následné kompozity oxidu křemičitého a nanočástic stříbra redukční metodou bylo využito následujících chemikálií: dusičnan stříbrný (p.a., Fargon), vodný roztok amoniaku 28-30% (p.a., Sigma-Aldrich), hydroxid sodný (p.a., Lach-Ner) a jako redukční činidlo byla použita maltóza (p.a., Sigma-Aldrich).

5.2. Přístroje a zařízení

Při přípravě koloidních částic oxidu křemičitého byla použita elektromagnetická míchačka MAG HS 7 (Yellow Line), na které byly částice stále míchány a za kontroly pH pomocí pH-metru pH 2700 (Eutech). Velikost nanočástic stříbra a koloidu oxidu křemičitého připravených syntézou byla měřena na zařízení Nano Zeta Sizer (Malvern Instruments), který funguje na principu dynamického rozptylu světla. Skutečná velikost kompozitu nanočástic stříbra a oxidu křemičitého byla určena prostřednictvím transmisního elektronového mikroskopu JEM 2010 (Jeol).

Veškeré snímky z transmisního elektronového mikroskopu uvedené v této práci byly nasnímkovány doc. RNDr. Alešem Panáčkem, Ph.D. Vzorky pro toto snímkovány byly připraveny následujícím způsobem: za použití centrifugy (Eppendorf Centrifuge 5702) byl kompozit oxidu křemičitého a stříbra oddělen od vodného prostředí. Oddělený kompozit byl vysušen v sušárně UN 30 (Memmert) při 95 ° C po dobu dvou hodin. Ve vysušeném kompozitu byl stanoven rovněž obsah stříbra po rozpuštění ve zředěné kyselině dusičné prostřednictvím

atomového absorpčního spektrofotometru ContrAA (Analytic Jena) s pomocí Mgr. Jana Kolaříka.

5.3. Příprava koloidních částic oxidu křemičitého

Nejprve byl připraven roztok uhličitanu vápenatého a to rozpuštěním uhličitanu sodného o koncentraci 0,165 mol/l v disperzním prostředí, které tvořila demineralizovaná voda a ethylenglykol v poměru 1:1 a chloridu vápenatého o koncentraci 0,165 mol/l opět v demineralizované vodě a ethylenglykolu v poměru 1:1. Za stálého míchání se vše smíchalo na elektromagnetické míchačce po dobu 30 minut. Poté se provedla dekantace a zbylé pevné částice byly naředěny demineralizovanou vodou na určitý objem. Vzniklá disperze uhličitanu vápenatého o koncentraci 0,83 mol/l byla uložena v uzavřené plastové nádobě a ponechána k dalšímu použití.

Příprava koloidních částic oxidu křemičitého byla provedena odebráním definovaného objemu předem připravené disperze uhličitanu vápenatého (provedeny byly dva experimenty o různých výchozích koncentracích CaCO_3 a to 0,02 mol/l a dvojnásobná 0,04 mol/l). Disperze se naředila demineralizovanou vodou na určitý objem a byl přidán křemičitan sodný o koncentraci 0,14 mol/l a za stálého míchání na elektromagnetické míchačce se přidal ethanol (směs ethanol-voda v poměru 3:1). Po hydrolyze se čisté koloidní částice oxidu křemičitého připravily rozpuštěním uhličitanu po přidavku 10% kyseliny chlorovodíkové, v druhém případě přidavkem 25% kyseliny dusičné, které se přidávaly až do požadované hodnoty pH. Na závěr bylo pH disperze koloidních částic oxidu křemičitého upraveno na hodnotu 7.

5.4. Příprava kompozitu oxidu křemičitého a stříbra

Příprava kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem byla provedena na základě vyredukování nanočástic stříbra přímo v koloidní disperzi oxidu křemičitého. Kompozit vznikl adsorpcí nanočástic stříbra na povrch koloidu oxidu křemičitého.

Experiment byl připraven na elektromagnetických míchačkách za stálého míchání, kde byly umístěny dvě kádinky s objemem 290 ml demineralizované vody a byly do ní

přidávány jednotlivé látky v daném pořadí. Nejprve bylo přidáno 20 ml předem připraveného oxidu křemičitého ve dvou různých koncentracích. Dále bylo přidáno 20 ml dusičnanu stříbrného o koncentraci 10^{-3} mol/l, dalším přídatkem bylo 50 ml amoniaku o koncentraci 10^{-2} mol/l, dále se přidalo 20 ml hydroxidu sodného o koncentraci 10^{-2} mol/l a nakonec se přidalo 100 ml redukujícího cukru maltózy o koncentraci $5 \cdot 10^{-3}$ mol/l. Celkový objem směsi byl 500 ml. Reakce se uskutečnila v průběhu několika minut za stálého míchání na elektromagnetické míchačce a za laboratorní teploty, což bylo vizuálně znatelné na změně zbarvení roztoku na žlutohnědou barvu.

Připravený kompozit oxidu křemičitého se stříbrem byl centrifugován dvacet minut při 6000 otáčkách za minutu. Po ukončení centrifugace byl supernatan slit a usazené koloidní částice byly promyty demineralizovanou vodou a byly znovu centrifugovány 10 minut při 6000 otáčkách za minutu. Po ukončení této operace proběhlo ještě jedno promytí za stejných podmínek. Na závěr po vysušení sedimentu bylo uskutečněno stanovení stříbra v kompozitu pomocí atomové absorpční spektroskopie (AAS).

5.5. Studium antibakteriální aktivity kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem

V této části byly zkoumány antibakteriální účinky kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem vůči vybraným druhům bakterií. Tato antibakteriální aktivita byla zkoumána standardní diluční mikrometodou, která umožňuje určit minimální inhibiční koncentraci (MIC) připraveného kompozitu.

Určení minimální inhibiční koncentrace bylo realizováno na jednotlivých mikrotitračních destičkách. 0,1 g vzorku kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem bylo dispergováno ve 3 ml demineralizované vody a výsledná disperze byla postupně naředěna 2krát, 4krát, 8krát, 16krát, 32krát, 64krát a 128krát Mueller-Hintonovým kultivačním bujónem. Bakterie byly očkované v koncentracích 10^5 až 10^6 CFU/ml (CFU – colony forming units – jednotka tvořící kolonii bakterií) ve standardním množství do destiček. Minimální inhibiční koncentrace je nejnižší koncentrace testované látky, která inhibuje růst bakterií a u kompozitu byla odečtena po 24 hodinové inkubaci při 37° C.

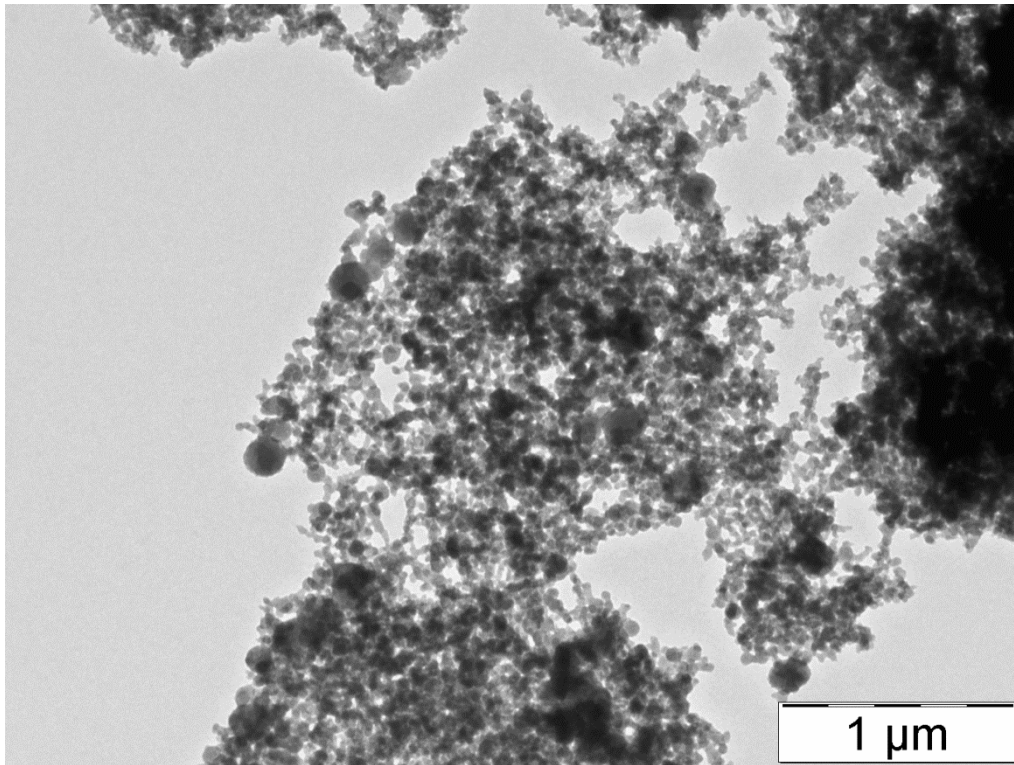
Testování antimikrobiální účinnosti vzorků bylo testováno v laboratoři na Ústavu mikrobiologie LF UP s pomocí Mgr. Renaty Večeřové.

6. VÝSLEDKY A DISKUZE

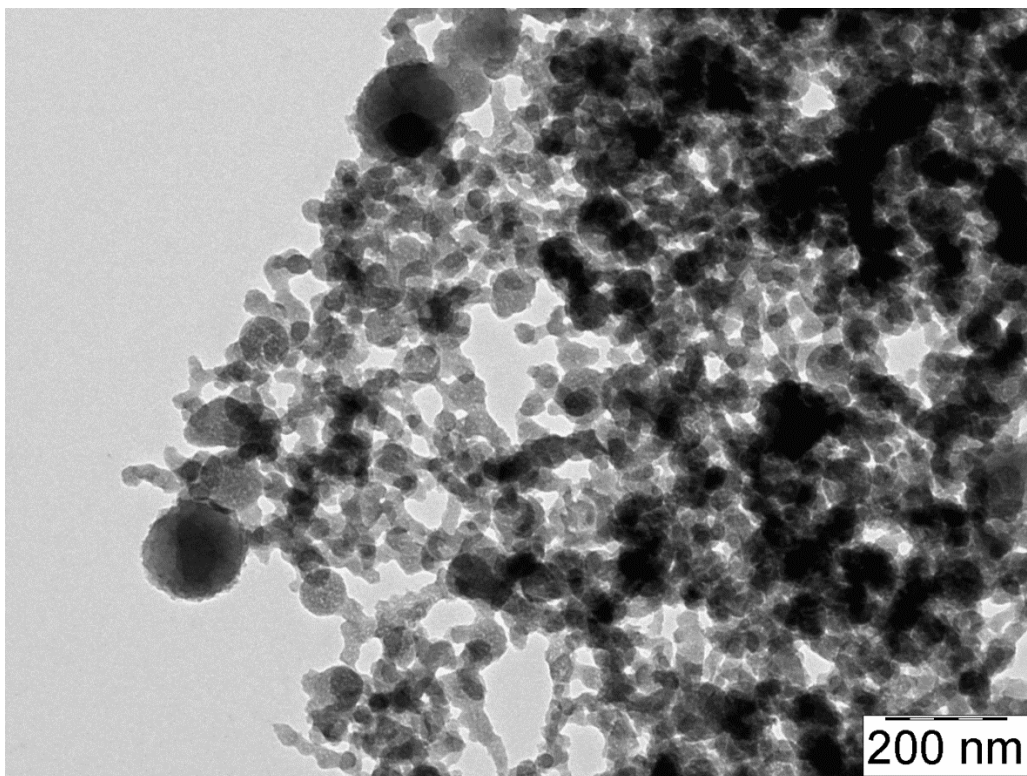
V této bakalářské práci byly koloidní částice oxidu křemičitého připraveny hydrolytickou metodou a to znamená, že ve skutečnosti vzniká hydrát koloidních částic oxidu křemičitého $\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$. Ovšem zanecháme název koloidní částice oxidu křemičitého místo přesného označení, kvůli jednoduššímu čtení v textu. Nejprve byly tyto částice připraveny hydrolýzou křemičitanu sodného a dále použity pro přípravu kompozitu se stříbrem redukční metodou.

6.1. Koloidní částice oxidu křemičitého připravené jednorázovou úpravou pH

Koloidní částice oxidu křemičitého byly připraveny jednorázovou úpravou pH nejprve s pomocí 10% kyseliny chlorovodíkové. Ovšem u experimentu s kyselinou chlorovodíkovou se nepodařilo díky přítomnosti zbytkových chloridových iontů připravit kompozit s nanočásticemi stříbra. Proto byla použita místo HCl 25% kyselina dusičná jako vhodnější varianta. Velikost připravených koloidních částic oxidu křemičitého byla měřena na přístroji Nano Zeta Sizer (Malvern Instruments), ale částice velmi rychle sedimentovaly a proto nebylo možné touto metodou vyhodnotit správnou velikost částic. Ta byla určena na základě elektronové mikroskopie. Snímky z elektronového mikroskopu jsou uvedeny na následujících obrázcích.



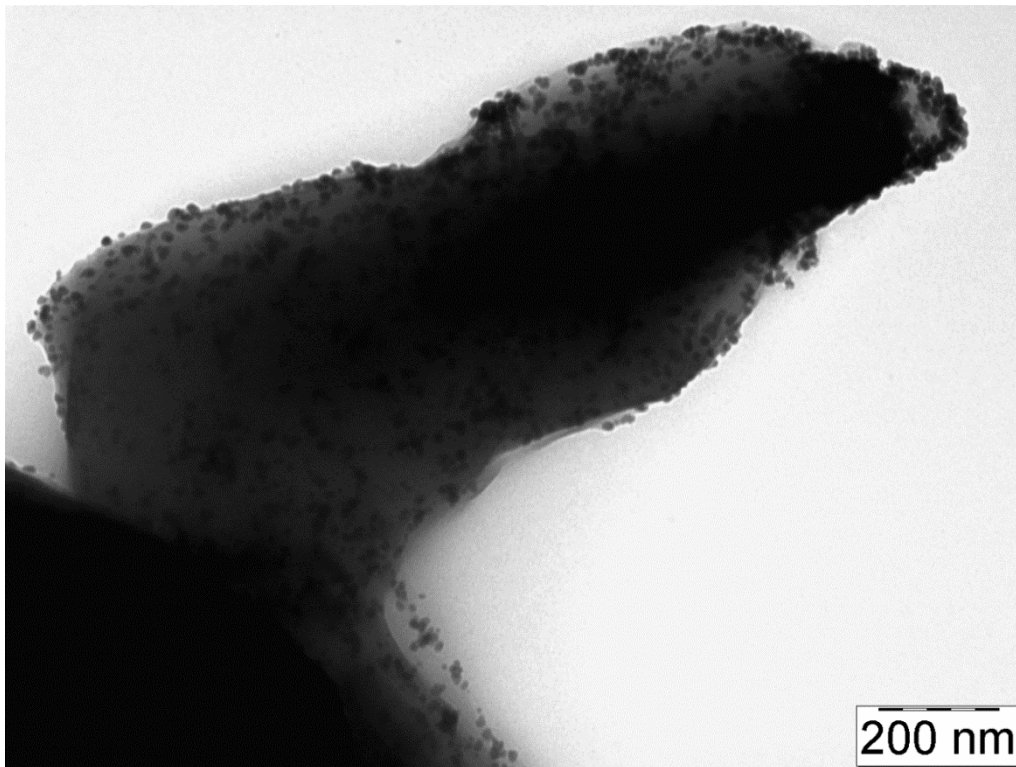
Obr. 6a: Snímek koloidních částic oxidu křemičitého z TEM



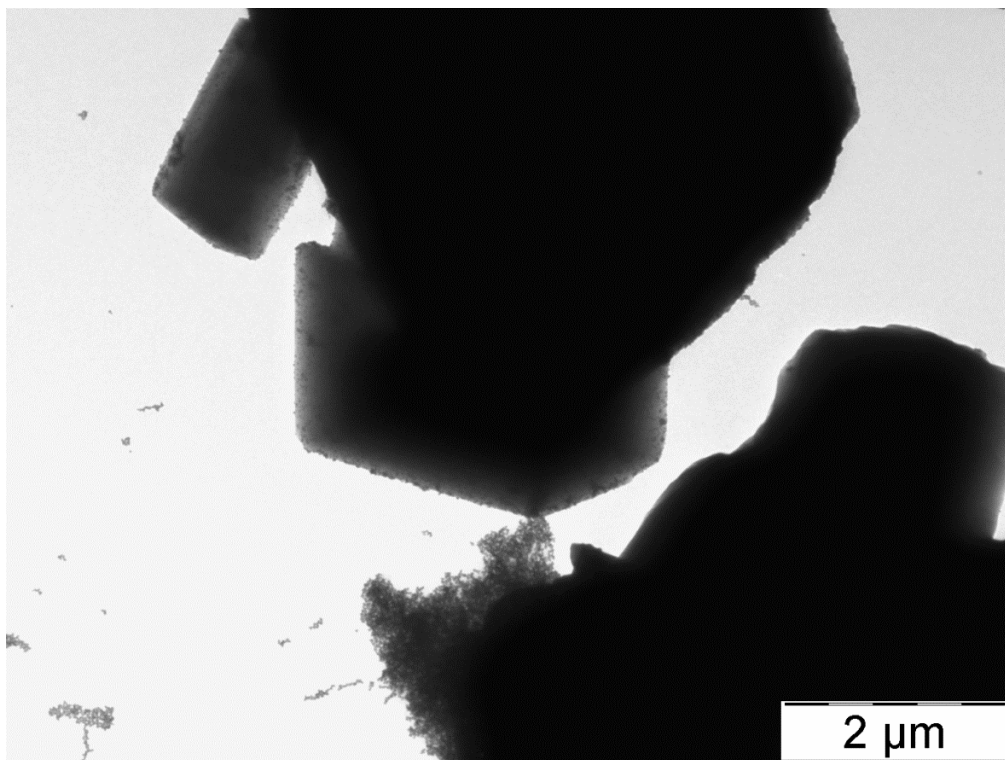
Obr. 6b: Snímek koloidních částic oxidu křemičitého z TEM

6.2 Kompozit oxidu křemičitého se stříbrem

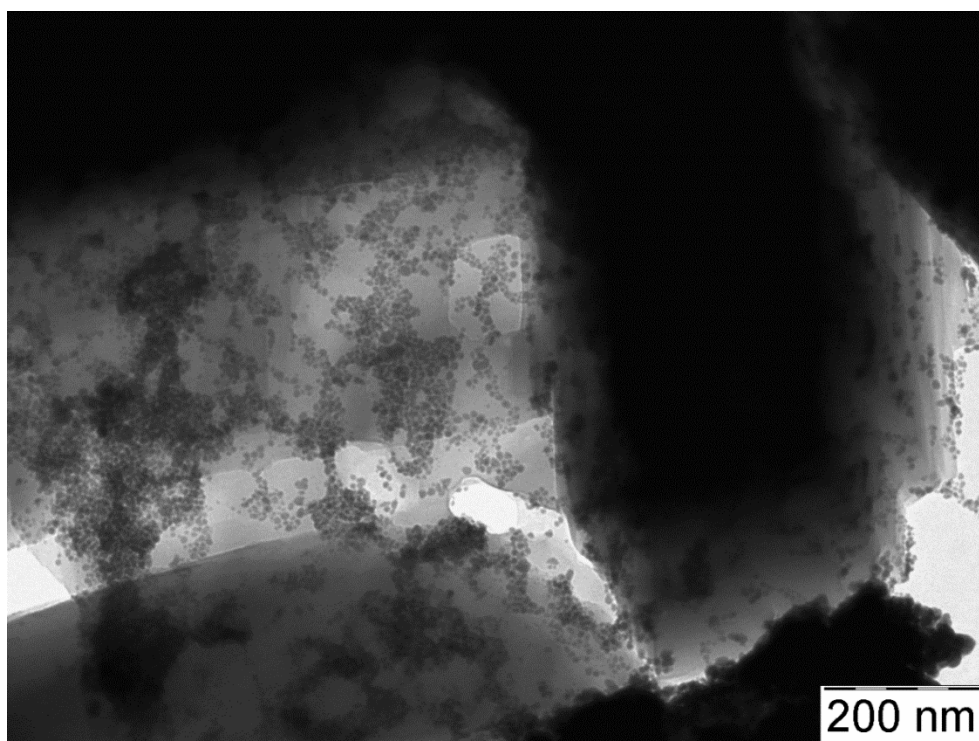
Kompozit oxidu křemičitého se stříbrem byl připraven přímým vyredukováním stříbra v koloidní disperzi oxidu křemičitého. Nanočástice stříbra se adsorbovaly na povrch koloidních částic oxidu křemičitého. Obsah stříbra byl následně stanoven pomocí atomové absorpční spektrofotometrie.



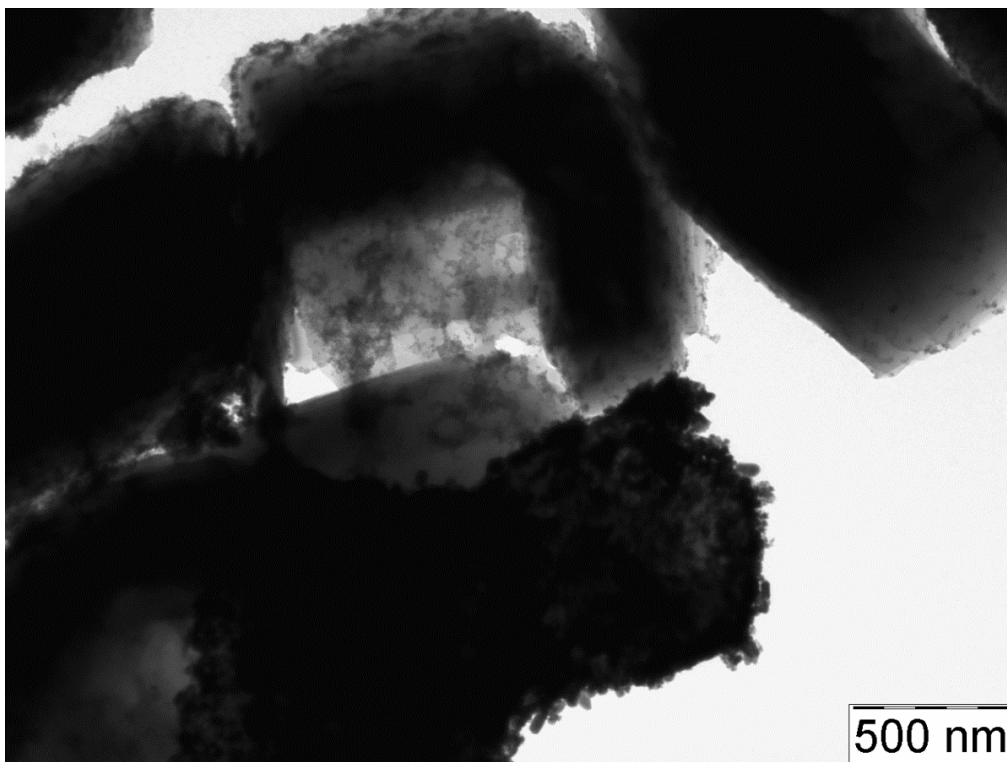
Obr. 7a: Snímek z TEM kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem při koncentraci 93,8 mg Ag/l kompozitu



Obr. 7b: Snímek z TEM kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem při koncentraci 93,8 mg Ag/l kompozitu

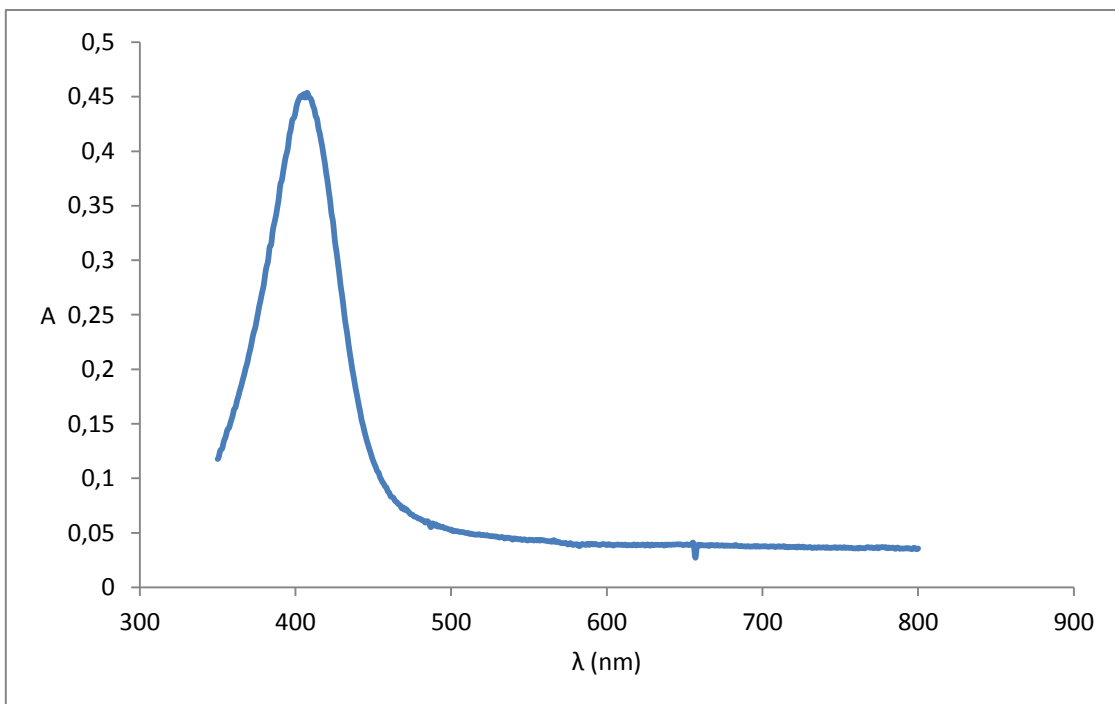


Obr. 8a: Snímek z TEM kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem při koncentraci 184,9 mg Ag/l kompozitu

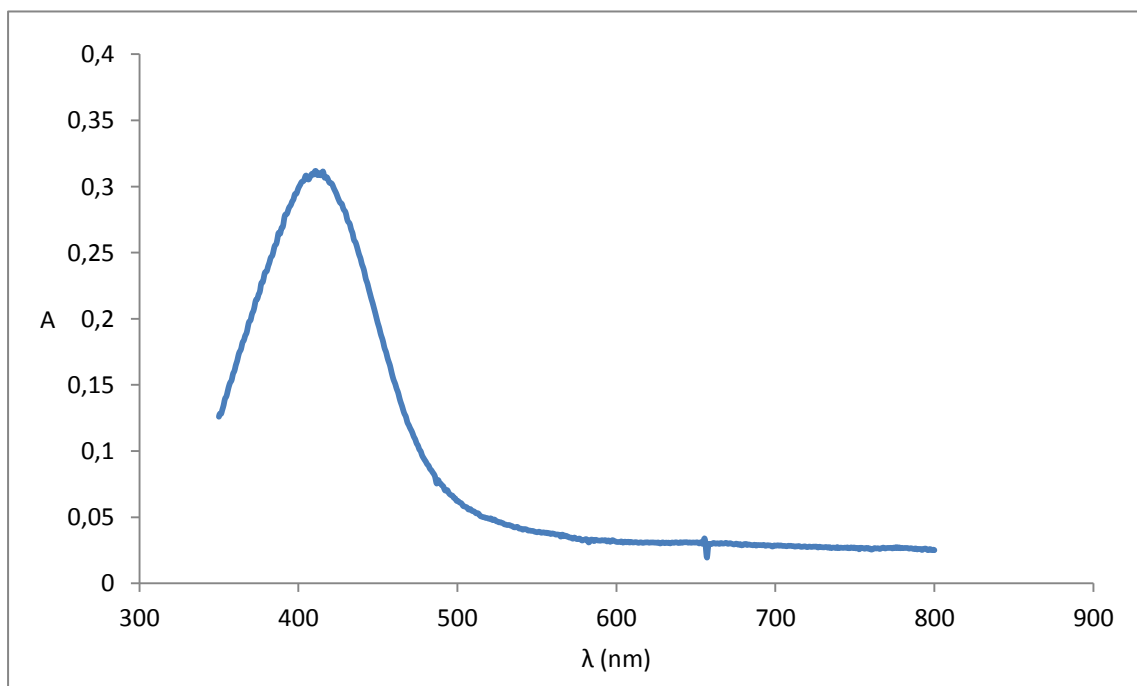


Obr. 8b: Snímek z TEM kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem při koncentraci 184,9 mg Ag/l kompozitu

Jelikož nebylo možné vyhodnotit správnou velikost kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem na základě metody DLS na přístroji Nano Zeta Sizer (Malvern Instruments) v důsledku velmi rychlé sedimentace pevných částic v disperzní soustavě, tak byla velikost částic vyhodnocena přibližně pomocí snímků z transmisního elektronového mikroskopu (TEM). Vzorové snímky jsou uvedeny na obrázcích 7 a 8. Existence nanočástic stříbra v kompozitu byla potvrzena rovněž UV-vis spektroskopií, kdy se ve spektru disperze objevilo absorpční maximum povrchového plasmonu nanočástic stříbra s maximem u vlnové délky cca 410 nm.



Obr. 9: Spektrum závislosti absorpance na vlnové délce při koncentraci 93,8 mg Ag/ l kompozitu



Obr. 10: Spektrum závislosti absorpance na vlnové délce při koncentraci 184,9 mg Ag/ l kompozitu

6.2.1. Vyhodnocení obsahu stříbra v kompozitu

Obsah stříbra v kompozitu byl stanoven pomocí atomové absorpční spektrofotometrie podle postupu uvedeného v kapitole 5.2. Výsledné koncentrace stříbra v kompozitu určené na přístroji AAS byly přepočteny na obsah stříbra v mg na gram kompozitu. Tyto hodnoty jsou uvedeny v tabulce 3.:

Tabulka 3: Hmotnosti kompozitů vzatých na analýzu a vypočtený obsah stříbra v kompozitu

	Celková hmotnost kompozitu	Obsah Ag v kompozitu	Obsah Ag v 1 g kompozitu
Postup 1	2,1 g/l	93,8 mg/l	44,7 mg
Postup 2	7,7 g/l	184,9 mg/l	24,01 mg

6.3. Antibakteriální aktivita kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem

Kompozit oxidu křemičitého se stříbrem byl také testován na antibakteriální účinnost na pracovišti Ústavu mikrobiologie LF UP Olomouc. K testům byly použity oba připravené kompozity o dvou různých koncentracích kompozitu (a tedy i nanočástic stříbra) v disperzi. U studia této biologické aktivity byla sledována minimální inhibiční koncentrace (MIC) kompozitního materiálu oxidu křemičitého se stříbrem.

Tabulka 4: Minimální inhibiční koncentrace (MIC) kompozitního materiálu oxidu křemičitého se stříbrem vyjádřené v počtech ředění výchozí disperze kompozitu. Hodnoty MIC jsou v tabulce uvedeny pro koncentraci kompozitu v jednotkách g/l.

Bakterie	Vzorek 1: 0,094 mg/ml kompozitu	Vzorek 1: 0,185 mg/ml kompozitu
<i>Enterococcus faecalis</i> CCM 4224	0,525	0,060
<i>Staphylococcus aureus</i> CCM 3953	0,033	0,060
<i>Escherichia coli</i> CCM 3954	0,131	0,120
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> CCM 3955	0,033	0,060
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	0,033	0,060
<i>Staphylococcus epidermidis</i> 1	0,131	0,120
<i>Staphylococcus epidermidis</i> 2	N	N
<i>Staphylococcus aureus</i> (MRSA)	0,263	0,120
<i>Enterococcus faecium</i> (VRE)	0,525	0,060
<i>Klebsiella pneumoniae</i> (ESBL)	0,066	0,060

Nejnižší hodnotu minimální inhibiční koncentrace, tím pádem nejvyšší antibakteriální aktivitu vykazoval Vzorek 1 kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem vůči bakteriím *Staphylococcus aureus* CCM 3953, *Pseudomonas aeruginosa* CCM 3955 a *Pseudomonas aeruginosa*. Oproti tomu nejvyšší hodnotu minimální inhibiční koncentrace a zároveň nejnižší antibakteriální aktivitu vykazoval Vzorek 1 kompozitu vůči *Enterococcus faecalis* CCM 4224 a *Enterococcus faecium* (VRE).

Ve Vzorku 2 s dvojnásobnou koncentrací koloidních částic oxidu křemičitého měly nejvyšší hodnotu minimální inhibiční koncentrace bakterie *Escherichia coli* CCM 3954, *Staphylococcus epidermidis* 1 a *Staphylococcus aureus* (MRSA). Tyto tři bakterie mají tedy nejnižší citlivost vůči kompozitu. Hodnoty MIC připravených kompozitů vůči ostatním bakteriím jsou velmi nízké a kompozity tak vykazují vysokou antibakteriální aktivitu srovnatelnou s obdobnými typy kompozitů s nanočásticemi stříbra. U obou vzorků bakterií *Staphylococcus epidermidis* 2 nebylo možno vyhodnotit hodnoty MIC kvůli vzniku zákalu.

7. ZÁVĚR

Cílem této bakalářské práce byla příprava koloidních částic oxidu křemičitého hydrolytickou metodou z křemičitanu sodného. Dalším cílem byla příprava kompozitu s nanočásticemi stříbra za využití metody přímé redukce v disperzním systému obsahujícím předem připravené koloidní částice oxidu křemičitého.

Velikost částic oxidu křemičitého byla primárně měřena na přístroji Nano Zeta Sizer (Malvern Instruments), ale v důsledku rychlé sedimentace pevných částic nebylo možné vyhodnotit správnou velikost částic. Z tohoto důvodu se velikost koloidních částic oxidu křemičitého i kompozitu oxidu křemičitého se stříbrem vyhodnotila pouze vizuálně na základě snímků z transmisního elektronového mikroskopu (TEM).

Obsah stříbra v kompozitu byl stanoven pomocí atomové absorpční spektrofotometrie (AAS) a činí 44,7 mg/g kompozitu pro kompozit připravený se sníženou koncentrací koloidních částic oxidu křemičitého v disperzi a 24,01 mg/g kompozitu pro případ dvojnásobné koncentrace koloidních částic oxidu křemičitého v disperzi na počátku redukce stříbrné soli.

Dále byla studována antibakteriální aktivita obou typů připravených kompozitů vůči vybraným bakteriím. Určena byla minimální inhibiční koncentrace (MIC). Nejnižší MIC vyšla u Vzorku 1 s nižší koncentrací koloidních částic oxidu křemičitého a to vůči bakteriím *Staphylococcus aureus* CCM 3953, *Pseudomonas aeruginosa* CCM 3955 a *Pseudomonas aeruginosa*. Naopak nejvyšší MIC vyšla také u Vzorku 1 vůči bakteriím *Enterococcus faecalis* CCM 4224 a *Enterococcus faecium* (VRE).

SUMMARY

The goal of this bachelor thesis was the preparation of colloidal particles of silicon dioxide via hydrolysis of sodium silicate. The next goal was to prepare a composite with silver nanoparticles using direct reduction in a disperse system containing previously prepared colloidal particles of silicon dioxide.

The size of silicon dioxide particles was primarily measured with a Nano Zeta Sizer machine (Malvern Instruments), but due to quick sedimentation of solid particles it wasn't possible to determine the size of the particles correctly. For this reason the size of the colloidal particles of both silicon dioxide and the composite of silicon dioxide with silver was only determined visually based on the images from a transmission electron microscope (TEM).

The content of silver in the composite was determined via atomic absorption spectrophotometry (AAS) and equals 44.7 mg per gram of the composite for a composite prepared with lower concentration of colloidal particles of silicon dioxide in dispersion and 24.01 mg per gram of the composite for double the concentration of colloidal particles of silicon dioxide in dispersion at the beginning of the reduction of the silver salt.

The antibacterial activity of both types of prepared composites against selected bacteria was then studied. The minimal inhibitory concentration (MIC) was determined. It was the lowest in Sample 1 with a lower concentration of colloidal particles of silicon dioxide with the following bacteria: *Staphylococcus aureus* CCM 3953, *Pseudomonas aeruginosa* CCM 3955, and *Pseudomonas aeruginosa*. The highest MIC was also in Sample 1, with the following bacteria: *Enterococcus faecalis* CCM 4224, and *Enterococcus faecium* (VRE).

SEZNAM LITERATURY

- [1] J. HOŠEK. *Úvod do nanotechnologie*. Praha: ČVUT, 2011. ISBN 978-80-01-04555-8.
- [2] L. KVÍTEK, R. PRUCEK, A. PANÁČEK a J. SOUKUPOVÁ. Nanočástice stříbra - příprava, vlastnosti a aplikace. 2009.
- [3] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Nanotechnologie> (citováno 26. 2. 2015)
- [4] I. A. RAHMAN, V. PADAVETTAN, J. Nanometer., vol. 2012, 1–15, 2012.
- [5] CH. JUNG, J. KIM et al. One-Step Synthesis of Structurally Controlled Silicate Particles from Sodium Silicates using a Simple Precipitation Process. *Langmuir* [online]. 2010, vol. 26, issue 8, p. 5456-5461 [cit. 2015-03-04]. DOI: 10.1021/la904572y.
- [6] L. KVÍTEK, A. PANÁČEK. *Základy koloidní chemie*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2007.
- [7] L. BARTOVSKÁ, M. ŠIŠKOVÁ. *Fyzikální chemie povrchů a koloidních soustav*. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2012.
- [8] R. PASHLEY, M. KARAMAN. *Applied colloid and surface chemistry*. Hoboken, N.J.: J. Wiley, c2004, ix, 188 p. ISBN 04-708-6883-X.
- [9] http://fzp.ujep.cz/ktv/uc_texty/obec_chem/obecna_chemie_skripta_9.doc. (citováno 6. 3. 2015)
- [10] <http://cs.wikipedia.org/wiki/Koloid> (citováno 9.3.2015)
- [11] K. KOMERS. *Základy koloidní chemie*. 1. vyd. Pardubice: Univerzita Pardubice, 1996, 64 p. ISBN 80-719-4045-3.
- [12] http://cs.wikipedia.org/wiki/Brown%C5%AFv_pohyb (citováno 12. 3. 2015)
- [13] <http://www.wikiskripta.eu/index.php/Difuze> (citováno 13. 3. 2015)
- [14] J. NOVÁK. *Fyzikální chemie: bakalářský a magisterský kurz*. Vyd. 1. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2008, p. 264-506. ISBN 978-80-7080-675-3.
- [15] L. KVÍTEK. *Metody studia koloidních soustav: Prozatímní učební text*. Olomouc, 2006.
- [16] P. GHOSH. *Colloid and interface science*. New Delhi, 2009. ISBN 978-81-203-3857-9.
- [17] F. JURŠÍK. *Anorganická chemie nekovů*. 1. vyd. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická, 2001, 228 s. ISBN 978-80-7080-417-9.
- [18] C. HOUSECROFT, E. A. SHARPE. *Anorganická chemie*. Vyd. 1. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2014, xxx, 1119 p. ISBN 978-807-0808-726.

- [19] H. KE-ZHI, Y. XIONG, Y. GONG a Ch. ZHANG. Preparation of SiO₂ nanoparticles by ion exchanging and study on their dispersion stability. *Wuhan Univ. Technol.*, 19 (2), 7–10, 2004.
- [20] W. STÖBER, A. FINK a E. BOHN. Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range. *Journal of Colloid and Interface Science*. 26(1), p. 62-69 (1968). DOI: 10.1016/0021-9797(68)90272-5.
- [21] http://cs.wikipedia.org/wiki/Sol_gel (citováno 8. 4. 2015)
- [22] https://cheminf.ncbr.muni.cz/vibuch/documents/2/vibuch_studmat_B1.pdf (citováno 8. 4. 2015)
- [23] Y. L. YANG et al. Acute Toxicity of Amorphous Silica Nanoparticles in Intravenously Exposed ICR Mice. 2013.
- [24] H. NISHIMORI, M. KONDOH, K. ISODA, S. TSUNODA, Y. TSUTSUMI a K. YAGI. Silica nanoparticles as hepatotoxicants. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*. 2009, 72(1), issue 3, p. 496-501. DOI: 10.1016/j.ejpb.2009.02.005.
- [25] H. BERGNA, W. O ROBERTS. *Colloidal silica: fundamentals and applications*. Boca Raton, FL: CRC Taylor, 2006, 912 p. ISBN 978-082-4709-679.
- [26] CH. Y. JUNG, J. S. KIM, T. S. CHANG. One-Step Synthesis of Structurally Controlled Silicate Particles from Sodium Silicates using a Simple Precipitation Process. *Langmuir*. 2010, vol. 26, issue 8, p. 5456-5461. DOI: 10.1021/la904572y.
- [27] <http://www.nanostribro.cz/clanek/nanotechnologie-dneska-koloidni-stribro/> (citováno 17. 4. 2015)
- [28] A. PANÁČEK, L. KVÍTEK. Silver Colloid Nanoparticles: Synthesis, Characterization, and Their Antibacterial Activity. 2006.
- [29] <http://www.nanostribro.cz/clanek/koloidni-stribro-na-co-vse-se-da-pouzit-k-leceni/> (citováno 18. 4. 2015)