

Ян Сун (Китай)

Томский политехнический университет, г. Томск

Научный руководитель: Илела Алфа Эдисон, к.т.н., доцент

СИНТЕЗ И АНАЛИЗ НАНОКОМПОЗИТОВ MgO-ZnO, ПОЛУЧЕННЫХ РАЗНЫМИ МЕТОДАМИ

Аннотация: Целью работы является сравнение характеристик нанокomпозитов MgO-ZnO, полученных методами распылительной сушки, фильтрации, микроволнового и гидротермальной синтеза. Была проведена систематическая характеристика их фазового состава. Результаты показали, что порошки, полученные разными методами, имеют размер областей когерентного рассеяния от 8 до 24 нм. Представлены результаты рентгенофазового анализа, доказывающие, что использование разных методов синтеза приводит к формированию разных соотношений компонентов и степени кристаллизации порошков.

Ключевые слова: нанокomпозит, MgO-ZnO, распылительная сушка, фильтрация, микроволновый синтез, гидротермальный синтез.

Введение

Неорганические оксиды металлов, такие как оксид магния (MgO) и оксид цинка (ZnO), используются в качестве антимикробных средств благодаря уникальному сочетанию антибактериальных свойств и низкой токсичности [1].

ZnO обладает превосходными поверхностными и элементарными свойствами и является многофункциональным биосовместимым материалом. Было показано, что ZnO является лучшим антимикробным агентом и широко используется в производстве ранозаживляющих, противовоспалительных и противозудных препаратов [2]. Наночастицы MgO также обладают рядом важных свойств, сходных с свойствами ZnO: химической и термической стабильностью с высокой антимикробной активностью [3]. Наночастицы MgO также нетоксичны, что отличает их от других наночастиц оксидов металлов, используемых в биомедицинских целях. Предполагается, что сочетание этих двух материалов будет иметь преимущества при использовании в качестве антибактериального материала.

В данном исследовании рассматривался процесс синтеза этих двух материалов (ZnO-MgO) с использованием следующих методов: фильтрации (Ф), микроволновой сушки (СВЧ), гидротермального синтеза (Гт) и нанораспылительной сушки (НРС).

Целью работы является сравнение характеристик нанокomпозитов MgO-ZnO, полученных различными способами.

Экспериментальная часть

Для приготовления прекурсора готовили 0,5 М раствор $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, смешивали их в нужной пропорции $\text{MgO}:\text{ZnO} = 80:20$ мл, а затем медленно добавляли 100 мл раствора NaOH к смешанному раствору до образования осадка, после чего формирование суспензии было завершено. Осадок в полученной суспензии непрерывно промывали дистиллированной водой до установления нейтральной среды ($\text{pH} = 7$).

По методу фильтрации полученный осадок высушивали в сушильном шкафу при 80°C в течение 2 часов в воздушной атмосфере для удаления влаги. Твердую фазу из суспензии выделяли методами нанораспылительной сушки, сверхвысокочастотной сушки, фильтрации и гидротермального синтеза. Все полученные порошки отжигали 5 минут при 350°C (высокотемпературная атмосферная печь LAC VP20/17), весь процесс отжига длился не более 2 часов. Отжиг проводили для удаления побочных продуктов и кристаллизации порошков.

Распылительную сушку производили с помощью Nano Spray Dryer B-90 (Buchi). СВЧ-синтез проводили с помощью бытовой микроволновой печи. Гидротермальный синтез проводили с помощью стального автоклава с тетрафторэтиленовым реактором объемом 45 мл в сушильном шкафу при 80°C в течение 2 часов. Рентгенофазовый анализ проводили с помощью рентгенофазового дифрактометра Shimadzu XRD – 7000.

Результаты и обсуждение

На рисунке 1 показаны дифрактограммы порошков после отжига 350°C .

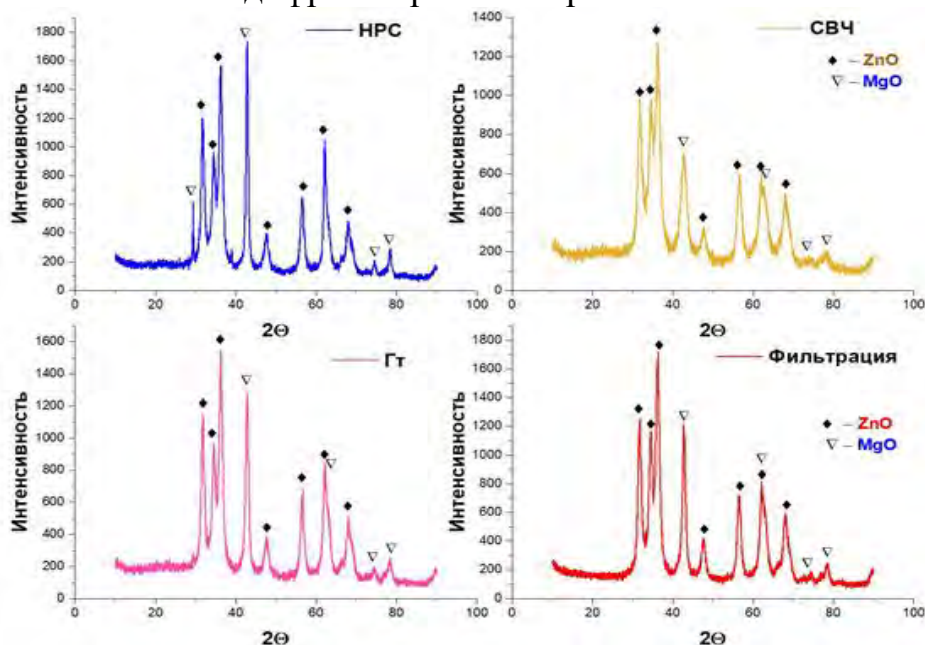


Рис. 1. Дифрактограммы порошков MgO-ZnO после отжига при 350°C

Результаты РФА продемонстрировали, что порошки, полученные методом НРС, имеют наибольший уровень интенсивности фазы MgO. По результатам РФА порошков, полученных методом фильтрации, был зарегистрирован наибольший уровень интенсивности фазы ZnO. В таблице 1 представлены результаты расчетов фазовых составов и ОКР.

Примечательно, что большинство полученных порошков имеют средний фазовый состав порядка 60 % для оксида магния и 30 % для оксида цинка, тогда как соотношение компонентов в исходном растворе составляло 8 к 2 соответственно. По данным литературы, изменение фазового состава при использовании метода фильтрации с высоким содержанием оксида цинка обусловлено морфологией порошка (высокая скорость агломерации), а также стабильностью фазы ZnO при температуре 350 °C [4].

Таблица 1

Результаты РФА анализа ZnO

Метод	T, °C	Фазовый состав, %	ОКР, нм
Ф	350	MgO – 47,7 ZnO – 52,3	24,02 9,94
НРС		MgO – 68,1 ZnO – 31,9	8,65 8,93
СВЧ		MgO – 66,8 ZnO – 33,2	19,08 11,04
ГТ		MgO – 62,5 ZnO – 37,5	13,58 10,92

Заключение

Рассчитанные размеры ОКР, порошки MgO-ZnO_Ф, MgO-ZnO_{НРС}, MgO-ZnO_{СВЧ}, MgO-ZnO_{ГТ} составляют: 27,01 и 9,94 нм, 8,65 и 8,93 нм, 19,08 и 11,04 нм, 13,58 и 10,92 нм соответственно.

Наноккомпозит MgO/ZnO, полученный методом нанораспылительной сушки, имеет самые мелкие размеры кристаллитов. Самые крупные размеры ОКР наблюдаются у порошков, выделенных фильтрацией.

Результаты получены с применением оборудования ЦКП НОИЦ НМНТ ТПУ.

Список литературы

1. Ali F., Sajjad B. Comparison studies of adsorption properties of MgO nanoparticles and ZnO–MgO nanocomposites for linezolid antibiotic removal from aqueous solution using response surface methodology // Process Safety and Environmental Protection. – 2015. – Vol. 94. – P. 37–43.

2. Tamizh S.K., Alamelu Mangai, M.P., Suresh S. Investigation of the dielectric and impedance properties of ZnO/MgO nanocomposite // *Physica B: Condensed Matter*. – 2020. – Vol. 594. – P. 34–36.
3. Vidic J., Stankic S., Haque F. et al. Selective antibacterial effects of mixed ZnMgO nanoparticles // *J Nanopart Res.* – 2013. – Vol. 64. – P. 12–15.
4. Ли С., Илела А.Э., Шевченко И.Н. Морфология порошков оксида цинка, выделенного из суспензий различными способами // *Перспективные материалы конструкционного и функционального назначения: сборник научных трудов Международной научно-технической молодежной конференции, Томск, 11–15 декабря 2023 г. – Томск, 2023. – С. 189–192.*