



## بررسی اثر ناخالصی بر ویژگی‌های ساختاری و ضدباکتری نانوذرات اکسیدمس

### تهیه شده به روش سل-ژل

آسیه سادات حسینی مشهدطرقی<sup>۱،۲\*</sup> - ناصر شاه طهماسبی<sup>۱،۲</sup> - محمود رضایی رکن آبادی<sup>۱</sup> - منصور مشرقی<sup>۳</sup> - محمد مهدی باقری محقق<sup>۴</sup> - الهه آژیر<sup>۱،۲</sup> - پری سادات مداحی<sup>۱،۲</sup>

۱- گروه فیزیک، دانشکده علوم پایه، دانشگاه فردوسی مشهد

۲- مرکز پژوهشی علوم فناوری نانو، دانشگاه فردوسی مشهد

۳- گروه زیست شناسی، دانشکده علوم پایه، دانشگاه فردوسی مشهد

۴- دانشکده فیزیک، دانشگاه علوم پایه دامغان

\* A\_hoseini@yahoo.com

### چکیده

نانوذرات اکسیدمس با درصد‌های مختلفی از آهن به عنوان ناخالصی (۰.۰۰، ۰.۰۵، ۰.۱۰، ۰.۱۵) توسط روش شیمیایی سل-ژل در دمای ۴۰۰ °C تهیه شدند. تاثیر افزودن ناخالصی بر خواص ساختاری و ضدباکتری نمونه‌ها بررسی شد. مشخصه یابی نانوذرات به دست آمده توسط طیف پراش اشعه X و میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM) انجام شد. اندازه متوسط نانوذرات ۳۷ نانومتر به دست آمد. بررسی‌های انجام شده در طیف پراش اشعه X، حضور فاز اکسیدمس (II) را تایید می‌کند. خواص ضدباکتری نمونه‌ها، روی باکتری *Escherichia coli (E. Coli)* آزمایش شد و نتایج حاکی از آن است که با افزودن ناخالصی آهن تا میزان ۱۵٪، خواص ضدباکتری نمونه‌ها، افزایش قابل ملاحظه‌ای را نشان می‌دهد.

**کلمات کلیدی:** نانوذرات اکسیدمس، روش سل-ژل، خواص ضدباکتری

### مقدمه و هدف

در سال‌های اخیر مواد آلی حاوی یون‌های فلزاتی چون مس، نقره، آهن، روی و تیتانیوم به عنوان مواد دارای خاصیت ضدباکتری بسیار مورد توجه بوده‌اند. اکسیدمس به دو شکل معمول کوپروس اکساید (Cu<sub>2</sub>O) و کوپریک اکساید (CuO) می‌باشد که کوپریک اکساید یک نیم رسانای نوع P با ساختار شبکه تک میلی (monoclinic) دارای باند انرژی ۱/۷-۱/۲ eV در دمای اتاق و با پارامترهای شبکه  $a = 4.7837 \text{ \AA}$ ،  $b = 3.7226 \text{ \AA}$ ،  $c = 1.1288 \text{ \AA}$  و  $\beta = 99.54^\circ$  است در حالی که کوپروس اکساید یک نیم رسانای نوع p با ساختار شبکه مکعبی با گاف انرژی مستقیم ۲/۰ eV است [۱، ۲].

نانومواد اکسید فلزی همچون (CuO, Cu<sub>2</sub>O)، اکسید آهن (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeO, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) دارای ویژگی‌های فیزیکی-شیمیایی منحصربفردی هستند که ناشی از تاثیر اندازه‌ی کوانتومی و سطح موثر وسیع می‌باشد به طوری که با حالت توده (Bulk) آنها متفاوت است [۳]. تاثیر ضدباکتری نانوذرات فلزی به دلیل اندازه بسیار کوچک و نسبت بالای سطح به حجم آنها است و این امکان را می‌دهد که مستقیماً با غشاء میکروبی تماس داشته باشند و یون فلزی آزاد کنند [۴]. تاکنون گزارشی مبنی بر تاثیر افزودن اکسید آهن (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) در اکسید مس به عنوان ناخالصی و به منظور بررسی خاصیت ضد باکتری مشاهده نشده است. طبق گزارشات، نانوذرات اکسیدمس توسط روش‌های فیزیکی و شیمیایی متفاوتی تهیه شده‌اند که در این تحقیق نانوذرات با استفاده از روش سل-ژل در دمای ۴۰۰ °C تهیه شدند و علاوه بر ویژگی‌های ساختاری، فعالیت‌های ضدباکتری نانوذرات نیز بررسی شد.

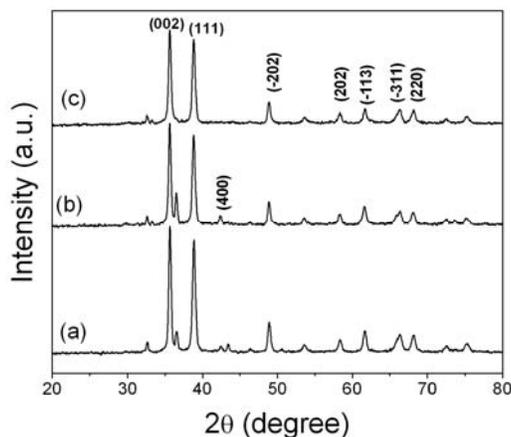
## روش کار

برای سنتز نانوذرات اکسید مس با ناخالصی آهن توسط روش سل-ژل، از آب دیونیزه و اتانول ( $C_2H_5OH$ , Merck,  $>99.9\%$ ) به نسبت مولی ۱:۱ به عنوان حلال، نیترات مس  $[Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O]$  و نیترات آهن  $[Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O]$  به عنوان مواد شروع کننده و اسید سیتریک و اتیلن گلیکول به ترتیب به عنوان عامل کمپلکس ساز و پلیمرساز استفاده شد. محلول در دمای اتاق به مدت ۱ ساعت توسط هم زن مغناطیسی همزده شد. رنگ محلول بدون اضافه کردن نیترات آهن آبی می باشد که با افزودن تدریجی نیترات آهن، محلول شفاف به رنگ سبز به دست می آید. از حمام روغن برای گرمادهی یکنواخت و غیرمستقیم استفاده شد. بعد از رفلکس در محدوده دمایی  $90-110^\circ C$  به مدت ۴ ساعت، محلول همگنی حاصل شد که در نهایت بعد از حرارت دهی مستقیم در دمای  $120^\circ C$  به مدت ۷ ساعت و تبخیر افزودنی ها از ژل سبز رنگ در حضور لامپ IR، ژل خشک شده ای بدست می آید که با قرار دادن آن به مدت ۱ ساعت داخل کوره در دمای  $160^\circ C$  پودر نهایی حاوی نانوذرات، بعد از آسیاب شدن به دست آمد.

## نتایج

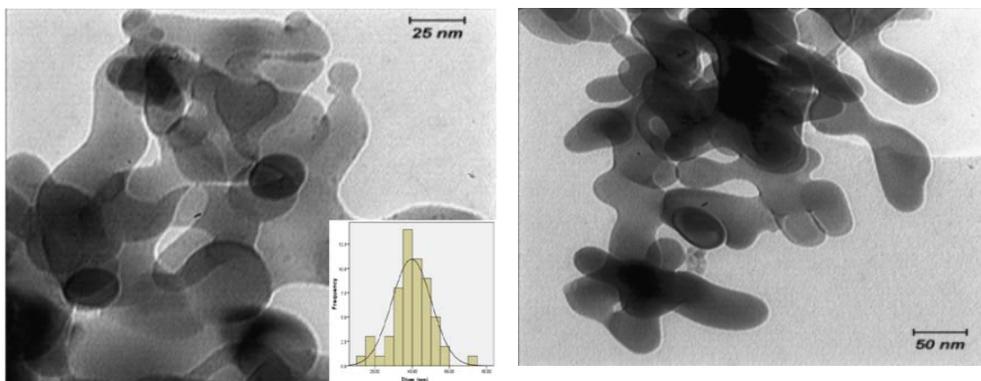
مشخصه یابی ساختاری نمونه ها توسط طیف سنخ پراش اشعه X مدل ( $D^8$  Advance Bruker) در طول موج  $0.154 \text{ nm}$  ( $CuK\alpha$ ) و در محدوده  $2\theta \leq 80^\circ$  با گام  $0.04^\circ$  انجام شد. با استفاده از فرمول شرر [۵]، اندازه متوسط بلورک ها  $4.0$  نانومتر تخمین زده شد. از میکروپ الکترونی عبوری (TEM) مدل (LEO ۹۱۲ AB) برای مشخص نمودن مورفولوژی و تعیین اندازه نانو ذرات استفاده شد. تست ضدباکتری نمونه ها اندازه گیری منحنی رشد باکتری گرم منفی ( $E. coli$  (HB۱۰۱) در حضور نانوذرات انجام شد که بیشتر باکتری موردنظر در محیط کشت LB به مدت ۲۴ ساعت قرار داده شد و تغییرات چگالی اپتیکی (Optical Density) برحسب زمان، هر یک ساعت و با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر مدل (WPA LightWave S۲۰۰۰ UV/VIS) در طول موج  $600 \text{ nm}$  ارزیابی شد.

شکل ۱. طیف XRD نمونه های تهیه شده در دمای  $400^\circ C$  را نشان می دهد. دو پیک ارجح به ترتیب در  $2\theta = 35/6$  مربوط به صفحه [۰۰۲] و  $2\theta = 38/8$  در صفحه [۱۱۱] مشاهده می شوند که حاکی از حضور فاز اکسید مس (ساختار تک میلی) با گروه فضایی C۲/c می باشد. در نمونه ی با ۱۵٪ آهن، یون  $Fe^{+3}$  کاملاً در شبکه  $CuO$  قرار گرفته است و علت این امر را می توان مربوط به نزدیکی شعاع های یونی آنها دانست ( $0.73 \text{ nm}$  برای اتم مس و  $0.64 \text{ nm}$  برای اتم آهن).



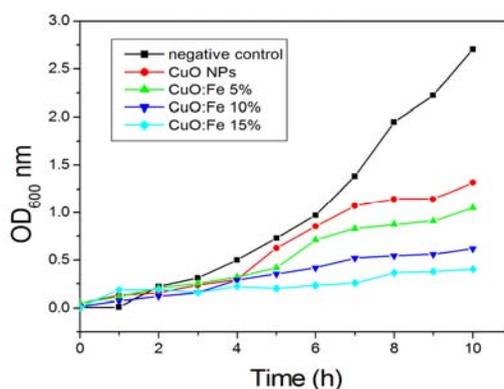
شکل ۱. طیف XRD نانوذرات اکسید مس با ۵٪ (a)، ۱۰٪ (b) و ۱۵٪ (c) ناخالصی آهن

شکل ۲. تصویر TEM نمونه تهیه شده با ۱۰٪ ناخالصی را نشان می‌دهد. یک انباشتگی از نانوذرات قابل مشاهده است که تشکیل نانوذرات اکسید مس را مطابق با نتایج طیف XRD نشان می‌دهد. گستره اندازه نانو ذرات ۶۰-۲۰ nm می‌باشد.



شکل ۲. تصاویر TEM نانو ذرات ۱۰٪ CuO:Fe

شکل ۳. منحنی رشد باکتری گرم منفی (*E. Coli* (HB ۱۰۱)) را در حضور نانوذرات طی ۱۰ ساعت نشان می‌دهد که با افزودن درصد ناخالصی آهن تا ۱۵٪، رشد باکتری تا حد قابل توجهی کند شده است.



شکل ۳. منحنی رشد باکتری *E. Coli* در حضور نانوذرات اکسید مس با درصدهای مختلفی از ناخالصی آهن

### بحث و نتیجه گیری

طبق تحقیق انجام شده، نانوذرات CuO:Fe با گستره اندازه (۶۰-۲۰ nm) مطابق با هیستوگرام ارایه شده در تصویر TEM، با موفقیت توسط روش سل-ژل در دمای ۴۰۰ °C تهیه شدند. طیف XRD تشکیل ساختار تک‌میلی اکسید مس را نشان می‌دهد. از تصویربرداری به روش TEM برای مطالعه مورفولوژی و اندازه نانوذرات استفاده شد که در توافق با نتایج XRD می‌باشد. بررسی آزمایشات انجام شده نشان می‌دهد که با افزایش ناخالصی در نمونه‌ها، فعالیت ضد باکتری نانوذرات بیشتر می‌شود.

### منابع

- 1- lidia Armelao et al, *Thin Solid Films* ۴۴۲ (۲۰۰۳) ۴۸-۵۲.
- 2- F. Marabelli, G.B. Parraviciny, F.S. Drioli, *Phys. Rev. B* ۵۲ (۱۹۹۵) ۱۴۳۳.
- 3- Zhanhu Guo et al, *Composites Science and Technology* ۶۷ (۲۰۰۷)
- 4- Morones JR, et al. *Nanotechnology*, ۱۶: ۲۳ ۲۰۰۵; ۴۶-۲۰۳۶-۲۰۴۴.
- 5- Cullity BD. *Elements of X-ray Diffraction*. Reading MA: Addison- Wesley; ۱۹۷۸