

NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO BỘT NANO KHÁNG KHUẨN AGZRP BẰNG PHƯƠNG PHÁP THỦY NHIỆT

Lương Thị Kim Phụng¹, Cao Xuân Thắng², Lê Thị Giang³, Lê Việt Báo⁴, Nguyễn Lê Thi³,
Trịnh Thị Huyền⁵, Vũ Văn Tùng⁶

TÓM TẮT

Vật liệu nano kháng khuẩn Silver Zirconium phosphate (AgZrP) đã được tổng hợp thành công bằng phương pháp thủy nhiệt. Kết quả cho thấy các mẫu bột đã bắt đầu hình thành pha tinh thể AgZrP ở nhiệt độ 180°. Hình thái và thành phần hóa học đã được kiểm tra bằng kính hiển vi điện tử quét phát xạ trường (FESEM) và phổ tán năng lượng (EDS). Mode dao động liên kết bề mặt của mẫu đã được phân tích thông qua phổ hồng ngoại (FT-IR). Các thông số công nghệ đã được xác định để tổng hợp bột nano kháng khuẩn AgZrP, bao gồm nhiệt độ, nồng độ tiền chất và thời gian nung. Bột thu được có kích thước trung bình khoảng 50nm với khả năng kháng khuẩn E.coli rất cao > 99,99% sau 8 giờ tiếp xúc.

Từ khóa: Kháng khuẩn, AgZrP, thủy nhiệt, Ecoli, bột nano.

DOI: <https://doi.org/10.70117/hdujs.74.03.2025.790>

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Bạc từ lâu đã được biết tới là một chất diệt khuẩn hiệu quả và được sử dụng để làm các dụng cụ sinh hoạt. Sở dĩ nano bạc được nghiên cứu ứng dụng vào việc kháng khuẩn vì bạc là kháng sinh tự nhiên và không gây tác dụng phụ. Từ khi công nghệ Nano ra đời thì ứng dụng của bạc mới phát triển lên một tầm cao mới. Nano bạc không gây phản ứng phụ, không gây độc cho người và vật nuôi khi nhiễm lượng nano bạc bằng nồng độ diệt khuẩn (khoảng nồng độ < 100ppm). dạng phân tán với kích thước nanomet thì khả năng diệt khuẩn của bạc được tăng lên gấp bội nhờ diện tích bề mặt riêng (m^2/g) tăng nhanh. Nghiên cứu đã chỉ ra rằng khi ở kích thước nano (từ 1 - 100 nm), hoạt tính sát khuẩn của bạc tăng lên khoảng 50000 lần so với bạc dạng khối, như vậy 1 g bạc Nano có thể sát khuẩn cho hàng trăm m^2 chất nền. Điều này sẽ giúp cho khối lượng bạc sử dụng trong các sản phẩm sẽ giảm rất mạnh nên tỷ trọng của bạc trong giá thành trở nên không đáng kể [1-6].

Với khả năng kháng khuẩn tuyệt vời nano bạc sẽ giữ cho bề mặt không bị nhiễm khuẩn cũng như tiêu diệt nấm mốc làm tăng tính thẩm mỹ và tuổi thọ công trình. Đối với các loại sản phẩm sử dụng dân dụng thì bột nano kháng khuẩn được trộn với men và phun phủ ra ngoài bề mặt tạo sản phẩm sứ kháng khuẩn [7-9].

¹ Phòng QLKH, CN&HTQT, Trường Đại học Hồng Đức; Email: luongthikimphuong@hdu.edu.vn

² Trường Vật liệu, Đại học Bách khoa Hà Nội

³ Khoa Kỹ thuật, Công nghệ và Truyền thông, Trường Đại học Hồng Đức

⁴ Trường Đại học Hồng Đức

⁵ Phòng Quản lý Đào tạo, Trường Đại học Hồng Đức

⁶ Trường TH, THCS&THPT Hồng Đức

Với sản phẩm bột nano AgZrP (silver zirconium phosphate) trên nền tinh thể zirconium phosphate có mang các hạt nano bạc có khả năng kháng khuẩn cao với các loại khuẩn E.coli, chủng S.typhi (gây bệnh thương hàn) và chủng vi khuẩn B.cereus (gây ra bệnh tiêu chảy, ngộ độc thực phẩm) (khả năng kháng khuẩn >99%). Bột nano kháng khuẩn là sản phẩm thương mại trên thị trường thế giới với hầu hết các ứng dụng trong các sản phẩm như nhựa, sứ, máy lọc không khí... [10-13].

Các vật liệu chứa bạc được sử dụng trong các ngành công nghiệp khác nhau và trong các hoạt động hàng ngày của con người vì tác dụng kháng khuẩn mạnh của chúng đối với các loại vi khuẩn khác nhau. Trong các nghiên cứu về vật liệu kháng khuẩn chứa bạc, nhiều chất mang là các hợp chất vô cơ, chẳng hạn như zeolite, zirconium photphate, silica huyền phù, titanium dioxide và hydroxyapatite, đã được phát triển nhờ những ưu điểm về tính ổn định hóa học, tính tương thích sinh học và tác dụng lâu dài của chúng. So với các vật liệu kháng khuẩn hữu cơ truyền thống, cơ chế diệt khuẩn của các vật liệu chứa bạc của các hợp chất vô cơ này đối với vi sinh vật đã được nghiên cứu một phần. Các nghiên cứu đã chỉ ra rằng, sự tương tác mạnh mẽ giữa các ion bạc và nhóm thiol của các enzym quan trọng, làm cho vi sinh vật không hoạt động [14]. Một cơ chế khác liên quan đến việc tạo ra các loại oxy phản ứng bởi các tế bào [15], gây ra quá trình oxy hóa các ion bạc trong môi trường nước dẫn đến phá vỡ các tế bào. Những trường hợp như vậy đã tập trung vào quá trình giải phóng các ion bạc từ các hợp chất vật liệu vô cơ chứa bạc trong dung dịch nước về hiệu quả kháng khuẩn [16-18]. Tuy nhiên, hiệu quả kháng khuẩn không phụ thuộc với lượng ion bạc được giải phóng, theo báo cáo của Ahemd et al. [19]. Do đó, tác dụng kháng khuẩn của các ion bạc liên quan đến các vật liệu nền vô cơ chứa bạc cần được nghiên cứu thêm một cách kỹ lưỡng.

2. PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU

2.1. Hóa chất

Bột nano AgZrP được tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt có sử dụng các hoá chất đầu vào với độ tinh khiết cao (Sigma- Aldrich Co.) như Zirconyl chloride octahydrate ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), Diammonium phosphate ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$), Silver nitrate (AgNO_3), Amonia solution 25% (NH_3) được cân theo tỉ lệ công thức tổng quát là $\text{Ag}_x\text{H}_{1-x}\text{Zr}(\text{PO}_4)_3$ hay AgZrP.

2.2. Quy trình tổng hợp

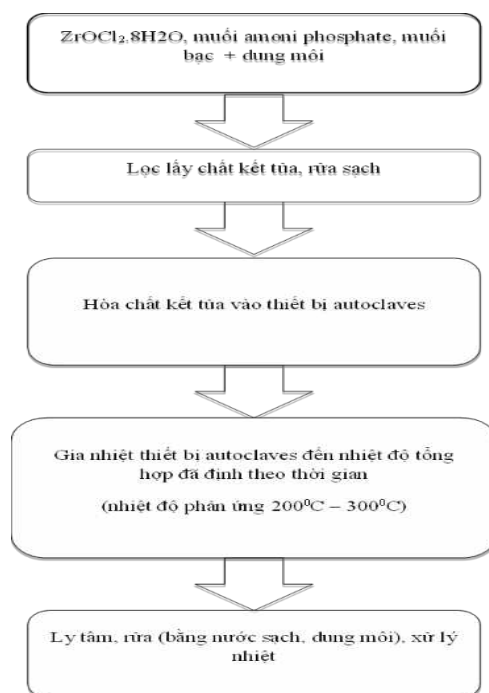
Quy trình tổng hợp vật liệu nano AgZrP bằng phương pháp thủy nhiệt được thực hiện theo trình tự các bước ở hình 1. Các công đoạn chính bao gồm:

Hoà tan riêng rẽ các muối $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ và AgNO_3 vào nước cất theo tỉ lệ khảo sát;

Khuấy trộn đều các dung dịch $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, AgNO_3 cho vào bình thủy nhiệt;

Kết thúc mỗi quá trình thủy nhiệt lọc hút lấy sản phẩm, sấy khô cho kiệt nước sản phẩm ở nhiệt độ 80 - 100°C trong vòng 24 giờ;

Nghiền mịn sản phẩm AgZrP sau khi đã được làm nguội.



Hình 1. Quy trình chế tạo bột nano AgZrP bằng phương pháp thủy nhiệt

Cụ thể trong nội dung nghiên cứu này, chúng tôi đã khảo sát các yếu tố nồng độ tiền chất [Zr], [P] và $[Ag^+]$ có ảnh hưởng như thế nào đến cấu trúc pha tinh thể, hình thái, khả năng kháng khuẩn của vật liệu được tổng thay đổi tỷ lệ các tiền chất $ZrOCl_2.8H_2O/(NH_4)_2HPO_4/AgNO_3$

[Zr]: nồng độ mol hợp chất $ZrOCl_2.8H_2O$ sử dụng

[P]: nồng độ mol hợp chất $(NH_4)_2HPO_4$ sử dụng

$[Ag^+]$: nồng độ mol hợp chất $AgNO_3$ sử dụng

2.3. Các phương pháp phân tích

Độ tinh khiết pha của các mẫu mạng nền AgZrP đã được phân tích bằng máy đo nhiễu xạ tia X (BRUCKER D8 Advance XRD) và bức xạ $CuK\alpha$ (Brucker D8 Advance) trong khoảng $2\theta=10\div50^\circ$. Hình thái bề mặt, kích thước trung bình và thành phần nguyên tố của vật liệu được xác định bằng cách sử dụng kính hiển vi điện tử quét môi trường (FE-SEM, JEOL, JSM-7600F) được trang bị phổ phân tán năng lượng. Các liên kết hoá học bề mặt được phân tích trên thiết bị IR-Prestige-21 (Shimadzu). Kiểm tra khả năng ức chế vi khuẩn của nano AgZrP bằng phương pháp đếm khuẩn lạc *Escherichia coli* (ATCC25922)

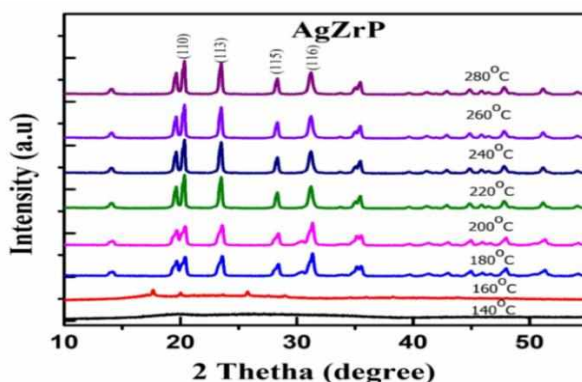
3. KẾT QUẢ NGHIÊN CỨU VÀ THẢO LUẬN

3.1. Đặc tính cấu trúc

Ảnh hưởng của nhiệt độ đến cấu trúc pha của vật liệu

Chất lượng của pha tinh thể của vật liệu AgZrP phụ thuộc rất rõ vào yếu tố nồng độ của các tiền chất ban đầu trong quá trình tổng hợp. Kết quả khảo sát pha tinh thể của các mẫu được

tổng hợp với các điều kiện thành phần hợp chất ban đầu ($[Zr]/[P]$ là 3:4 và $[Ag^+] = 5\%$ mol được tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt ở các nhiệt độ khác nhau: $140^\circ\text{C} - 280^\circ\text{C}$ thể hiện dưới hình 2.

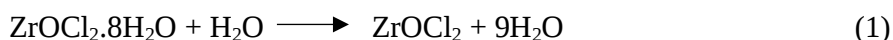


Hình 2. Phổ XRD các mẫu AgZrP (5%mol $[Ag^+]$ được tổng hợp ở các tỷ lệ $[Zr]/[P]$ 3:4 được nung ở nhiệt độ tương ứng ($140^\circ\text{C} - 280^\circ\text{C}$)

Qua phổ XRD của các mẫu được tổng hợp cho thấy tại các nhiệt độ 140°C và 160°C chưa hình thành pha tinh thể AgZrP (hay có thể nói cấu trúc tinh thể ở dạng vô định hình) và từ điều kiện nhiệt độ tổng hợp 180°C cho cấu trúc đơn pha AgZrP (silver zirconium phosphate) ứng với góc nhiễu xạ cực đại tại $2\theta = 20,24^\circ; 23,47^\circ; 28,16^\circ; 31,10^\circ$ tương ứng với các mặt tinh thể (110); (113); (115); (116) dạng đặc trưng cấu trúc khung lập phương theo thẻ chuẩn JCPDS số 38-0004 [20].

Quá trình hình thành đơn pha AgZrP có thể được giải thích qua các phản ứng sau:

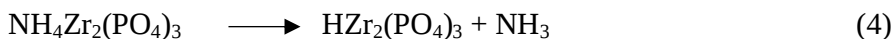
Giai đoạn 1: Hoà tan hai muối thành dạng dung dịch diễn ra theo phản ứng (1), (2)



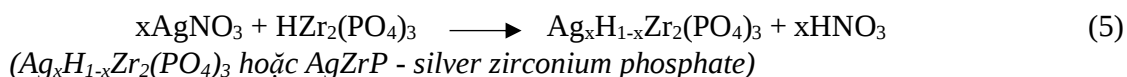
Giai đoạn 2: phản ứng tạo thành muối của hợp chất Zirconium phosphate theo phản ứng (3)



Giai đoạn 3: hình thành tinh thể Zirconium phosphate dưới tác dụng của nhiệt độ theo các phản ứng (4)



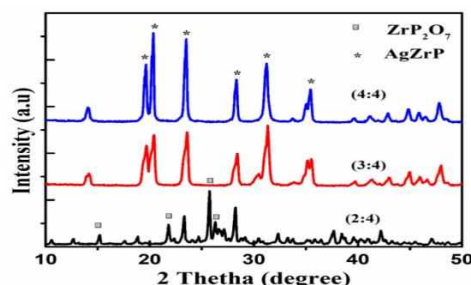
Giai đoạn 4: hình thành tinh thể AgZrP (Silver zirconium phosphate hoặc silver load zirconium phosphate) thông qua phản ứng trao đổi ion theo phương trình (5)



Ảnh hưởng của nồng độ tiền chất đến cấu trúc pha của vật liệu

Chất lượng của pha tinh thể của vật liệu AgZrP phụ thuộc rất rõ vào yếu tố nồng độ của các tiền chất ban đầu trong quá trình tổng hợp. Kết quả khảo sát pha tinh thể của các mẫu được tổng hợp với các điều kiện tỷ lệ mol các thành phần hợp chất ban đầu ($[Zr]/[P]$ là 2:4; 3:4; 4:4) và $[Ag^+] = 5\%$ mol được tổng hợp ở nhiệt độ 200°C thể hiện dưới hình 2.

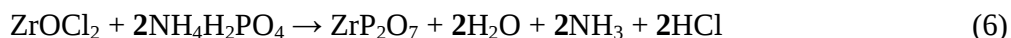
Qua phổ XRD của các mẫu được tổng hợp ở các cấu tử khác nhau cho thấy với tỷ lệ $[Zr]/[P]$ ở các tỷ lệ là 3:4 và 1:1 cho cấu trúc đơn pha $AgZrP$ (silver zirconium phosphate) ứng với góc nhiễu xạ cực đại tại $2\theta = 20,24^\circ; 23,47^\circ; 28,16^\circ; 31,10^\circ$ tương ứng với các mặt tinh thể (110); (113); (115); (116) dạng đặc trưng cấu trúc khung lập phương theo thể chuẩn JCPDS số 38-0004.



Hình 3. Phổ XRD các mẫu $AgZrP$ (5%mol $[Ag^+]$ được tổng hợp ở các tỷ lệ $[Zr]/[P]$ là 2:4; 3:4; 4:4 ở nhiệt độ $200^\circ C$

Quá trình hình thành đơn pha $AgZrP$ có thể được giải thích qua các phản ứng từ (1) đến (5) để tạo thành hợp chất đơn pha ($Ag_xH_{1-x}Zr_2(PO_4)_3$ hoặc $AgZrP$ - silver zirconium phosphate) như đã trình bày ở trên.

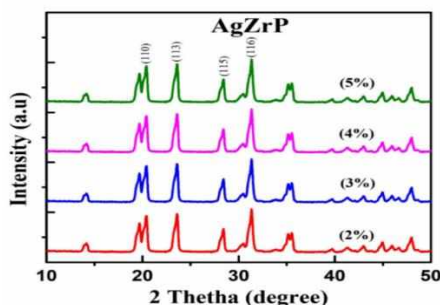
Với các tỷ lệ còn lại, các mẫu cho thấy còn xuất hiện pha ZrP_2O_7 theo thể chuẩn JCPDS 85-0896 (Zirconium pyrophosphate) [21] ở cùng các điều kiện chế tạo về $[Ag^+]$ và nhiệt độ nung điều này có thể giải thích thông qua phản ứng hoá học (6).



Qua khảo sát trên, tỷ lệ nồng độ tiền chất đã được xác định có ảnh hưởng đến cấu trúc hình thành pha của vật liệu. Với tỷ lệ tiền chất $[Zr]/[P]$ là 3:4 và 4:4 sẽ hình thành sản phẩm đơn pha $AgZrP$. Do đó chúng tôi lựa chọn tỷ lệ tiền chất $[Zr]/[P]$ là 3:4 cho các nghiên cứu về ảnh hưởng $[Ag^+]$ có ảnh hưởng như thế nào đến cấu trúc tinh thể của vật liệu hay không.

Ảnh hưởng của nồng độ $[Ag^+]$ đến cấu trúc pha của vật liệu

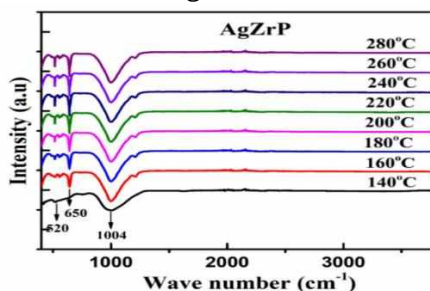
Hình 4 trình bày kết quả nhiễu xạ tia X của các mẫu $AgZrP$ được tổng hợp ở nhiệt độ $200^\circ C$ và $[Zr]/[P]$ là 3:4 với các tỷ lệ $[Ag^+]$ khác nhau. Kết quả cho thấy, tất cả các mẫu đều đơn pha $AgZrP$ và nồng độ của $[Ag^+]$ không làm ảnh hưởng đến cấu trúc hình thành pha. Đây cũng chính là yếu tố công nghệ để lựa chọn giải pháp hợp lý cho ứng dụng làm vật liệu kháng khuẩn.



Hình 4. Phổ XRD các mẫu $AgZrP$ được tổng hợp ở các tỷ lệ $[Zr]/[P]$ là 3:4 với các $[Ag^+]$ (2% - 5% mol) ở nhiệt độ $200^\circ C$

3.2. Đặc tính bề mặt và liên kết hóa học

Với các phép phân tích FTIR cho phép biết được các liên kết hoá học của các nguyên tử, phân tử trong vật liệu đồng thời cũng hỗ trợ các phép phân tích khác để khẳng định chính xác các tính chất của vật liệu AgZrP.

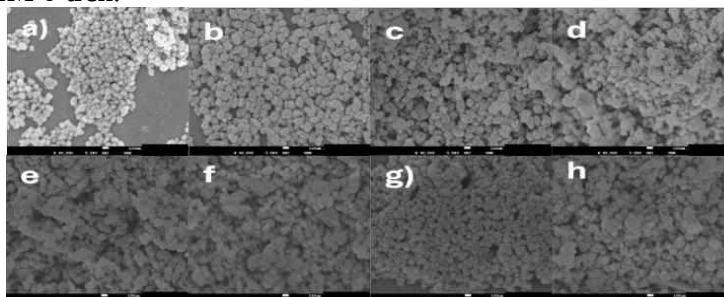


Hình 5. Phổ FTIR các mẫu AgZrP (5%mol $[Ag^+]$ được tổng hợp ở các tỷ lệ $[Zr]/[P]$ 3:4 được tổng hợp ở nhiệt độ tương ứng (140°C - 280°C)

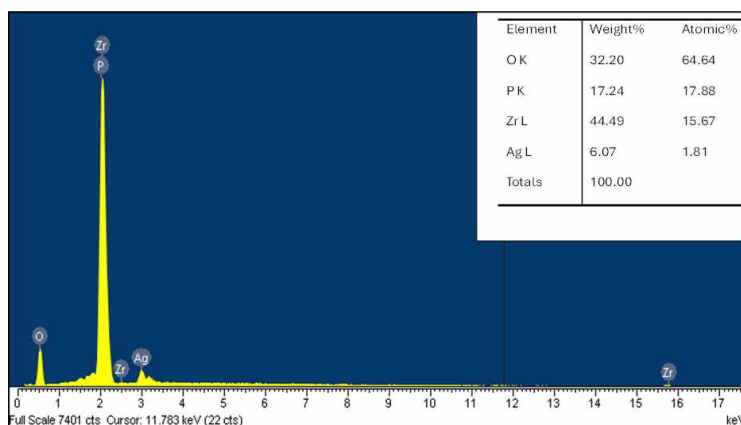
Ngoài các kiểm tra đánh giá cấu trúc thể vật liệu thì kết quả phân tích phổ FTIR cũng bổ sung cho các khẳng định các mẫu bột có đúng thuộc dạng vật liệu zirconium phosphate hay không thông qua các liên kết phân tử trong phổ FTIR. Trên hình 5 thể hiện phổ FTIR các mẫu AgZrP được tổng hợp ở các điều kiện nhiệt độ khác nhau và nồng độ $[Ag^+]$ là 5% với $[Zr]/[P]$ là 3:4 đều cho thấy có kết quả tương đối giống nhau. Tất cả các mẫu đều cho thấy sự tồn tại của các mode dao động P-O tại số sóng 1004 nm và mode dao động O-P-O tại số sóng 650 nm điều này chứng tỏ sự tồn tại của nhóm phosphate có trong mẫu. Cộng thêm vào đó tại số sóng 520 nm được cho là có liên quan đến mode dao động của liên kết Zr-O [22]. Kết quả phân tích các mẫu phổ FTIR cho thấy hoàn toàn phù hợp với các kết quả phân tích X-ray, qua đây có thể nhận định thêm rằng các điều kiện chế tạo mẫu là phù hợp và nồng độ của $[Ag^+]$ không làm ảnh hưởng đến cấu trúc tinh thể cũng như liên kết hoá học trong vật liệu zirconium phosphate.

3.3. Hình thái và thành phần nguyên tố của vật liệu

Hình 6 cho biết kết quả ảnh FESEM cho thấy tất cả các mẫu được tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt ở các nhiệt độ khác nhau có kích thước tương đối đều nhau, kích thước hạt trung bình của các mẫu khoảng 50 nm, biên hạt rõ ràng và dạng hình cầu. Kết quả kích thước hạt này cho thấy khá trùng hợp với kết quả tính toán bằng phân tích X-ray, phân tích FESEM ở trên.



Hình 6. Ảnh FESEM các mẫu AgZrP (5%mol $[Ag^+]$ được tổng hợp ở các tỷ lệ $[Zr]/[P]$ 3:4 (a-h) được tổng hợp ở nhiệt độ tương ứng (140°C ; 160°C; 180°C; 200°C; 220°C; 240°C; 260°C; 280°C)



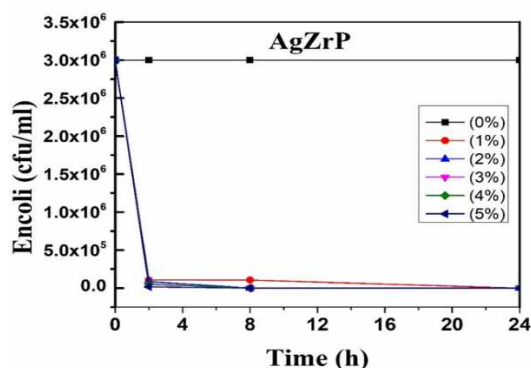
Hình 7. EDS mẫu AgZrP với [Zr]/[P] là 3:4 và 5% mol $[Ag^+]$ được tổng hợp ở 200°C

Để kiểm tra khả năng ion Ag^+ có mặt trong vật liệu Zirconium phosphate và thành phần các hoá học trong có trong các mẫu tổng hợp dựa trên phân tích EDS. Trên hình 7 thể hiện AgZrP được tổng hợp ở 200°C với $[Ag^+]$ là 5% mol và $[Zr]/[P]$ là 3:4 cho thấy các mẫu tổng hợp chỉ xuất hiện các nguyên tố Ag, Zr, P và không xuất hiện nguyên tố nào lạ khác. Điều này đã minh chứng rằng các mẫu vật liệu cho độ tinh khiết cao và kết quả này tương đối phù hợp với các phép

3.4. Đặc tính kháng khuẩn của vật liệu

Dựa vào các kết quả phân tích XRD, FESEM, EDS, FTIR chúng tôi đã lựa chọn mẫu sản phẩm nano AgZrP với các điều kiện $[Zr]/[P]$ là 3:4 và được tổng hợp bằng phương pháp thủy nhiệt ở 200°C và ở các nồng độ $[Ag^+]$ khác nhau để nghiên cứu khả năng kháng khuẩn encoli của vật liệu.

Để xác định khả năng diệt khuẩn của dung dịch nano AgZrP với các khuẩn encoli (loại khuẩn điển hình) [23], tiến hành cho dịch nano AgZrP các nồng độ tổng hợp của $[Ag^+]$ khác nhau khuẩn tiếp xúc khuẩn encoli ở các thời gian khác nhau 0h, 2h, 8h và 24h và quan sát sự phát triển của khuẩn encoli trên đĩa thạch.



Hình 8. Khả năng kháng khuẩn encoli các mẫu AgZrP được tổng hợp ở các tỷ lệ $[Zr]/[P]$ 3:4 ở các nồng độ $[Ag^+]$ ở nhiệt độ 200°C

Hiệu suất diệt khuẩn của dung dịch nano AgZrP đối với vi khuẩn *E. coli* từ nồng độ $[Ag^+]$ từ 1-5% mol trong 2h tiếp xúc lần lượt là 96,43%; 97,79%; 98,44%; 96,26%; 99,44% (hình 8). Với thời gian tiếp xúc dài từ 8h hiệu suất diệt khuẩn *E. coli* > 99,99% và 24h là gần như 100%. Hình 8 thể hiện khả năng diệt khuẩn *encoli* của vật liệu AgZrP với các nồng độ $[Ag^+]$ khác nhau.

4. KẾT LUẬN

Đã chế tạo thành công bột nano kháng khuẩn AgZrP bằng phương pháp thủy nhiệt với các thông số công nghệ như: $[Zr]/[P]=3/4$, $[Ag]$ là 5% mol và nhiệt độ tổng hợp là 200°C. Sản phẩm bột có độ tinh khiết cao với cấu trúc đơn pha hexagol đặc trưng của tinh thể với kích thước hạt trung bình từ 50-100nm. Hiệu suất diệt khuẩn của dung dịch nano AgZrP đối với khuẩn *E. coli* từ nồng độ $[Ag^+]$ từ 1-5% mol trong 2h tiếp xúc lần lượt là 96,43%; 97,79%; 98,44%; 96,26%; 99,44%. Với thời gia tiếp xúc dài từ 8h hiệu suất diệt khuẩn *E. coli* > 99,99% và 24h là gần như 100%. Các kết quả trên cho thấy tiềm năng ứng dụng của vật liệu nano AgZrP làm vật liệu kháng khuẩn trong thời gian tới có tính khả thi cao.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Mritunjai Singh, Shinjini Singh, S.Prasad, I.S.Gambhir (2015), *Single-step novel biosynthesis of silver nanoparticles using cucumis sativus fruit extract and study of its photocatalytic and antibacterial activity*, Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures 3(3), 115-122.
- [2] Ahmad A., Senapati S., Khan M. I., Kumar R., and Sastry M. (2005), *Extra /Intracellular Biosynthesis of Gold Nanoparticles by an Alkalotolerant Fungus, Trichothecium sp*, Journal of Biomedical Nanotechnology, 1(1), 47-53.
- [3] Bhainsa K. C. and D'souza S. (2006), *Extracellular biosynthesis of silver nanoparticles using the fungus Aspergillus fumigatus*, Colloids and surfaces B: Biointerfaces, 47(2), 160-164.
- [4] Shareefraza J. Ukkund, Momin Ashraf, Apoorva B. Udupa, Mayur Gangadharan, Aswanth Pattiyeri, Yashawanth K. Marigowda, Ravika Patil, Prasad Puthiyllam (2019), *Synthesis and Characterization of Silver Nanoparticles from Fuzarium Oxysporum and Investigation of Their Antibacterial Activity*, Materials Today: Proceedings 9, 506-514.
- [5] Rimsha Abbas, Rimsha Abbas, Jingjing Luo, Xue Qi, Adeela Naz, Imtiaz Ahmad Khan, Haipeng Liu, Suzhu Yu, and Jun Wei (2024), *Silver Nanoparticles: Synthesis, Structure, Properties and Applications*, Nanomaterials, 14(17), 1425.
- [6] Aati, S., Aneja, S., Kassar, M., Leung, R., Nguyen, A., Tran, S., et al. (2022), *Silver-loaded mesoporous silica nanoparticles enhanced the mechanical and antimicrobial properties of 3D printed denture base resin*, J. Mech. Behav. BioMed. Mater 134, 105421.
- [7] Singh. M, et al (2008), *Nanotechnology in medicine and antibacterial effect of silver nanoparticles*, Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures 3(3), 115-122.
- [8] Taneja. B, Ayyub. B, Chandra. R (2002), *Size dependence of the optical spectrum in nanocrystalline silver*. Physical Review B, vol. 65, 245412.
- [9] Tiwari. DK, Behary. J, Sen. P (2008), *Time and dose-dependent antimicrobial potential of Ag nanoparticles synthesized by top-down approach*, Current Science, 95(5), 647-655.

- [10] Sirikamon Saengmee-anupharb, Toemsak Sriksirin, Boonyanit Thaweboon, Sroisiri Thaweboon, Taweethai Amornsakchai, Surachai Dechkunakorn, Theeralaksna Suddhasthira (2013), *Antimicrobial effects of silver zeolite, silver zirconium phosphate silicate and silver zirconium phosphate against oral microorganisms*, Asian Pac J Trop Biomed, 3(1): 47-52.
- [11] Xingjian Chen, Tongtong Yan, Shiqun Sun, Aoke Li and Xiaorong Wang (2023), *The effects of nano-silver loaded zirconium phosphate on antibacterial properties, mechanical properties and biosafety of room temperature curing PMMA materials*, Front. Cell. Infect. Microbiol. 13:1325103.
- [12] Wenbo Liao, Shaona Zheng, Shenggui Chen, Lili Zhao, Xiangxuan Huang, Lele Huang, Shimin Kang. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials (2020), *Surface silanization and grafting reaction of nano-silver loaded zirconium phosphate and properties strengthen in 3D-printable dental base composites*, Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials 110, 103864.
- [13] Anna Donnadio, Monica Pica, Morena Nocchetti and Oriana Piermatti (2024), *Zirconium Phosphates and Phosphonates: Applications in Catalysis*, Catalysts, 14, 733.
- [14] P. Lalueza, M. Monzón, M. Arruebo and J. Santamaría (2011), *Bactericidal effects of different silver-containing materials*, Mater. Res. Bull., 46, 2070.
- [15] R. Kumar and H. Münsterdt (2005), *Polyamide/silver antimicrobials: Effect of crystallinity on the silver ion release*, Polym. Int., 54, 1180.
- [16] C. N. Lok, C. M. Ho, R. Chen, Q. Y. He, W. Y. Yu, H. H. Sun, P. K. H. Tam, J. F. Chiu and C. M. Che, J (2007), *Silver nanoparticles: partial oxidation and antibacterial activities*, Biol. Inorg. Chem., 12, 527.
- [17] J. R. Morones, J. L. Elechigueerra, A. Camacho, K. Holt, J. B. Kouri, J. T. Ramírez and M. J. Yacaman (2005), *The bactericidal effect of silver nanoparticles*, Nanotechnology, 16, 2346.
- [18] I. Ahmed, D. Ready, M. Wilson and J. C. Knowles (2006), *Antimicrobial effect of silver-doped phosphate-based glasses*, J. Biomed. Mater. Res., 79(3), 618.
- [19] J. Jain, S. Arora, J. M. Rajwade, P. Omray, S. Khandelwal and K. M. Paknikar (2009), *Silver nanoparticles in therapeutics: development of an antimicrobial gel formulation for topical use*, Mol. Pharm., 6(5), 1388.
- [20] Shaozao Tan, Yousheng Ouyang, Liling Zhang, Yiben Chen, Yingliang Liu (2008), *Study on the structure and antibacterial activity of silver-carried zirconium phosphate*, Materials Letters 62, 2122-2124.
- [21] Himani Kalita, B.N. Prashanth Kumar, Suraj Konar, Sangeeta Tantubay, Madhusudan Kr. Mahto, Mahitosh Mandal, Amita Pathak (2016), *Sonochemically synthesized biocompatible zirconium phosphate nanoparticles for pH sensitive drug delivery application*, Materials Science and Engineering C 60, 84-91.
- [22] Jiu-Yang Yang, Chun-Ming Zheng, Yan-Qing Wang and Ming-Lin Guo (2014), *Phosphate-assisted one-pot synthesis of zirconium phosphate-containing mesoporous silica with unique photodegradation ability for rhodamine*, B. RSC Adv., 4, 42971-42976.
- [23] Escherichia coli (ATCC25922)

INVESTIGATION AND FABRICATION OF ANTIBACTERIAL NANO POWDER AGZRP USING HYDROTHERMAL METHOD

Luong Thi Kim Phuong, Cao Xuan Thang, Le Thi Giang, Le Viet Bau, Nguyen Le Thi, Trinh Thi Huyen, Vu Van Tung

ABSTRACT

Antibacterial nanomaterial silver zirconium phosphate (AgZrP) has been successfully synthesized by hydrothermal method. The results show that the powder samples began to form the AgZrP crystal phase at a temperature of 180°C. The morphological properties and chemical composition were comprehensively examined by a field emission scanning electron microscope (FESEM) and energy-dispersive spectroscopy (EDS). The surface bond vibration mode of the sample was analyzed through Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR). Technological parameters were determined to synthesize AgZrP antibacterial nano powder, including temperature, precursor concentration and annealing time. The resulting powder has an average size of about 50 nm with very high antibacterial ability against E.coli bacteria >99.99% after 8 hours of contact.

Keywords: Antibacterial, AgZrP, hydrothermal method, Ecoli, nanopowder.

* Ngày nộp bài: 26/02/2025; Ngày gửi phản biện: 04/03/2025; Ngày duyệt đăng: 10/03/2025