



(51) МПК
C01G 23/00 (2006.01)
C01G 1/12 (2006.01)
B01J 13/00 (2006.01)
A01P 1/00 (2006.01)
A01P 3/00 (2006.01)
C02F 1/50 (2006.01)
C09K 17/02 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C01G 23/00 (2019.05); *C01G 1/12* (2019.05); *B01J 13/0008* (2019.05); *C09K 17/02* (2019.05); *C02F 1/50* (2019.05); *B82Y 40/00* (2019.05); *C01P 2004/03* (2019.05); *C01P 2004/17* (2019.05)

(21)(22) Заявка: 2018144104, 13.12.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.12.2018
 Дата регистрации:
 04.02.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.12.2018

(45) Опубликовано: 04.02.2020 Бюл. № 4

Адрес для переписки:

392000, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33,
 Федеральное государственное бюджетное
 образовательное учреждение высшего
 образования "Тамбовский государственный
 университет имени Г.Р. Державина"

(72) Автор(ы):

Гусев Александр Анатольевич (RU),
 Захарова Ольга Владимировна (RU),
 Муратов Дмитрий Сергеевич (RU),
 Колесников Евгений Александрович (RU),
 Кузнецов Денис Валерьевич (RU),
 Протасов Артем Сергеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
 образовательное учреждение высшего
 образования "Тамбовский государственный
 университет имени Г.Р. Державина" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: RU 2552544 C2, 10.06.2015. RU
 2541065 C2, 10.02.2015. RU 2552451 C2,
 10.06.2015. US 4323480 A1, 06.04.1982. JP
 61295235 A, 26.12.1986.

(54) Способ получения коллоидного раствора трисульфида титана с противомикробными свойствами

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано при обработке почв, пористых структур и сточных вод с целью подавления активности патогенных микроорганизмов. Для получения коллоидных растворов трисульфида титана в деионизированной воде, обладающих противомикробной активностью, проводят синтез трисульфида титана из металлического титана и порошка элементарной серы, взятых в стехиометрическом соотношении в соответствии с реакцией $Ti+3S=TiS_3$. Металлический титан и порошок элементарной серы запаивают в кварцевые ампулы в вакууме не хуже 10^{-3} бар.

Синтез проводят в трубчатой печи в течение 24 или 48 часов при температурах от 450 до 500°C при градиенте температуры. Полученные кристаллы диспергируют в деионизированной воде в концентрации от 0,001 до 0,01 г/л при ультразвуковой обработке. Затем проводят центрифугирование и отделение верхней части дисперсии перед применением. Изобретение позволяет получить противомикробный раствор без использования антибиотиков широкого спектра действия, с возможностью длительного хранения порошкового компонента перед приготовлением дисперсии, уменьшить вред для окружающей среды. 2 ил., 1 пр.



(51) Int. Cl.
C01G 23/00 (2006.01)
C01G 1/12 (2006.01)
B01J 13/00 (2006.01)
A01P 1/00 (2006.01)
A01P 3/00 (2006.01)
C02F 1/50 (2006.01)
C09K 17/02 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC

C01G 23/00 (2019.05); *C01G 1/12* (2019.05); *B01J 13/0008* (2019.05); *C09K 17/02* (2019.05); *C02F 1/50* (2019.05); *B82Y 40/00* (2019.05); *C01P 2004/03* (2019.05); *C01P 2004/17* (2019.05)

(21)(22) Application: 2018144104, 13.12.2018

(24) Effective date for property rights:
13.12.2018Registration date:
04.02.2020

Priority:

(22) Date of filing: 13.12.2018

(45) Date of publication: 04.02.2020 Bull. № 4

Mail address:

392000, g. Tambov, ul. Internatsionalnaya, 33,
 Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethoe
 obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
 obrazovaniya "Tambovskij gosudarstvennyj
 universitet imeni G.R. Derzhavina"

(72) Inventor(s):

Gusev Aleksandr Anatolevich (RU),
 Zakharova Olga Vladimirovna (RU),
 Muratov Dmitrij Sergeevich (RU),
 Kolesnikov Evgenij Aleksandrovich (RU),
 Kuznetsov Denis Valerevich (RU),
 Protasov Artem Sergeevich (RU)

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethoe
 obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
 obrazovaniya "Tambovskij gosudarstvennyj
 universitet imeni G.R. Derzhavina" (RU)

(54) METHOD OF PRODUCING COLLOIDAL SOLUTION OF TITANIUM TRISULPHIDE WITH ANTIMICROBIAL PROPERTIES

(57) Abstract:

FIELD: manufacturing technology.

SUBSTANCE: invention can be used in treating soil, porous structures and waste water in order to suppress activity of pathogenic microorganisms. To obtain colloidal solutions of titanium trisulphide in deionised water, having antimicrobial activity, synthesis of titanium trisulphide from metallic titanium and powder of elemental sulfur, taken in stoichiometric ratio according to reaction $Ti+3S=TiS_3$. Metal titanium and elementary sulfur powder are sealed in quartz ampoules in vacuum of not less than 10^{-3} bar. Synthesis is carried

out in a tubular furnace for 24 or 48 hours at temperatures from 450 to 500 °C at temperature gradient. Resulting crystals are dispersed in deionised water in concentration from 0.001 to 0.01 g/l with ultrasound treatment. Then, before use dispersion top part is centrifuged and separated.

EFFECT: invention enables to obtain an antimicrobial solution without using wide-spectrum antibiotics, with the possibility of long-term storage of the powdered component before preparing the dispersion, and reduces harm to the environment.

1 cl, 2 dwg, 1 ex

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение может использоваться для обработки пористых систем с целью подавления активности патогенных микроорганизмов в том числе обработке различных видов почв.

5 Уровень техники

В качестве аналогов данного изобретения можно рассматривать патент [RU 2025470 C1] где описывается способ получения среды, улучшающей рост растений за счет обработки отходов отделения хлопковых волокон раствором или дисперсией гексахлорофена. При этом авторы в основном планируют применять данный момент
10 только для компостирования уже имеющихся отходов хлопкового производства, а описание не затрагивает непосредственное влияние основных действующих веществ на микроорганизмы и не предусматривает обработку почв или добавление к другим составам и композициям. Композиции с противомикробным действием, содержащие наночастицы неорганических соединений описаны в [RU2327459 C1]. Где авторы
15 рассматривают возможность использования композиций неорганических наночастиц и белковых агентов, позволяющих вводить препарат без значительных побочных эффектов. То есть изобретение подразумевает использование белка-носителя и противомикробного агента, который подавляет рост патогенных организмов и предотвращает контаминацию среды. Так как описываемое изобретение предполагает
20 применение трисульфида титана в качестве основного противомикробного агента, можно указать, что для его получения запатентован метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, где в качестве исходного вещества используется Ti_2S [RU 2552544 C2], в то время как авторы настоящей заявки предлагают применение альтернативного подхода с использованием чистого металла и элементарной серы.

25 Раскрытие изобретения

Сущность изобретения заключается в использовании методики газотранспортных реакций для получения кристаллов чистого трисульфида титана (TiS_3) в запаянных кварцевых ампулах. В качестве исходных веществ используется металлический титан
30 в виде порошка или фольги и порошок элементарной серы в неглубоком вакууме не хуже 10^{-3} бар. Синтез следует проводить при температуре не более $500^\circ C$ и не менее $450^\circ C$. Размер ампулы должен лежать в диапазоне от 10 до 25 см в длину. Для синтеза используется трубчатая печь с диаметром рабочей зоны 50 мм. Синтез ведется в течение 24 или 48 часов. Полученные в результате синтеза кристаллы используются для
35 приготовления коллоидных растворов в деионизированной воде в концентрации от 0,001 до 1 г/л в результате обработки ультразвуком в закрытых пробирках в течение 2 часов. Полученный коллоид затем декантируется и с осадка сливается стабильная дисперсия пригодная для исследований и дальнейшего применения. Так как материал обладает слоистой структурой в результате воздействия ультразвука происходит
40 расшелушивание кристаллитов поперек кристаллографического направления 'с', где отсутствуют прочные ковалентные связи, что приводит к еще более развитой поверхности и повышению активности данного материала.

Изобретение направлено в первую очередь на использование в качестве жидкого противомикробного средства для обработки почв, пористых структур и сточных вод.
45 Изобретение характеризуется возможностью длительного хранения порошкового компонента перед приготовлением дисперсии. Также, в процессе взаимодействия трисульфида титана с водой за счет высокоразвитой поверхности происходит сорбция различных примесей и микроорганизмов на поверхность твердой фазы, что может

приводить к флокуляции с возможностью отделения патогенных микроорганизмов методом в результате седиментации осадка.

В связи с тем, что при взаимодействии TiS_3 с водой может наблюдаться образование малых количеств H_2S подавляется активная жизнедеятельность множества различных патогенных микроорганизмов. Присутствие серы в активном веществе также способствует проявлению и фунгицидных свойств.

Основным отличием от аналогов является использование активных наночастиц твердой фазы в виде коллоидных растворов непосредственно обладающих противомикробной активностью без необходимости применять органические соединения класса антибиотиков широкого спектра действия. При этом в случае длительного нахождения под воздействием света и кислорода материал может переходить в безвредный оксид титана, что позволяет говорить о низком вреде для окружающей среды.

Пример 1.

На первом этапе для проведения синтеза соединения TiS_3 готовились навески порошка чистого титана (99,99%) и порошка элементарной серы марки ЧДА в стехиометрическом соотношении в соответствии с реакцией 1.



Полученный образец анализировался методами сканирующей электронной и оптической микроскопии, спектроскопии комбинационного рассеяния, рентгеноструктурного анализа и атомно-силовой микроскопии. Результаты сканирующей электронной микроскопии показаны на фигуре 1. Как видно из изображения в результате синтеза получены ленты, ширина которых варьируется от 1 до 10 мкм, а толщина при этом составляет менее 100 нм.

На втором этапе полученный материал промывается в изопропанолем и дистиллированной воде 2 раза, а затем либо подвергается сушке для дальнейшего хранения, либо диспергируется в необходимом буфере или деионизированной воде для получения коллоида с ультразвуковой обработкой в течение 10 минут.

Дальнейшая стабилизация достигается центрифугированием при 6000 об/мин в течение 15 минут полученного после обработки ультразвуком коллоида с последующим отделением осадка. В результате получается коллоидный раствор частиц TiS_3 в необходимом буфере. Стабильность данных коллоидов оценивается в соответствии с методикой оценки стабильности, которая построена на методе измерения электрокинетического потенциала (дзета-потенциала) и распределения частиц по размерам.

Исследование биоцидных свойств трисульфида титана (фиг. 2) показало интересные свойства наноматериала - проявление высокой антибактериальной активности при низких концентрациях (полная гибель микроорганизмов) и стимуляция люминесценции бактерий в высоких концентрациях. При этом время хранения дисперсий наночастиц не оказало влияния на проявляемые свойства, за исключением варианта 0,1 г/л, в котором отмечено противоположное влияние нанопрепарата на тест-объект - проявление высокого токсического эффекта свежего раствора и максимальная стимуляция свечения бактерий под действием образца, выдержанного 24 часа.

(57) Формула изобретения

Способ получения коллоидных растворов трисульфида титана в деионизированной воде, обладающих противомикробной активностью, включающий синтез трисульфида

титана из металлического титана и порошка элементарной серы, взятых в стехиометрическом соотношении в соответствии с реакцией $Ti+3S=TiS_3$, запаянных в кварцевые ампулы в вакууме не хуже 10^{-3} бар, при этом синтез проводят в трубчатой печи в течение 24 или 48 часов при температурах от 450 до 500°C при градиенте температуры, полученные в результате синтеза кристаллы диспергируют в деионизированной воде в концентрации от 0,001 до 0,01 г/л при ультразвуковой обработке, затем проводят центрифугирование и отделение верхней части дисперсии перед применением.

10

15

20

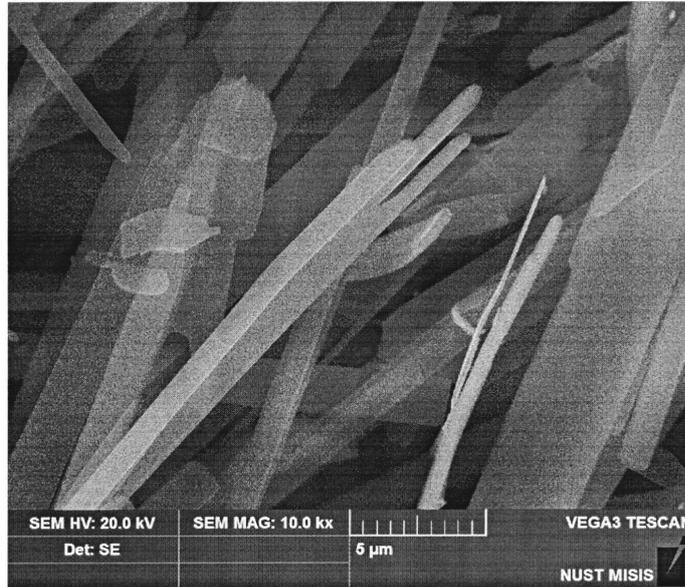
25

30

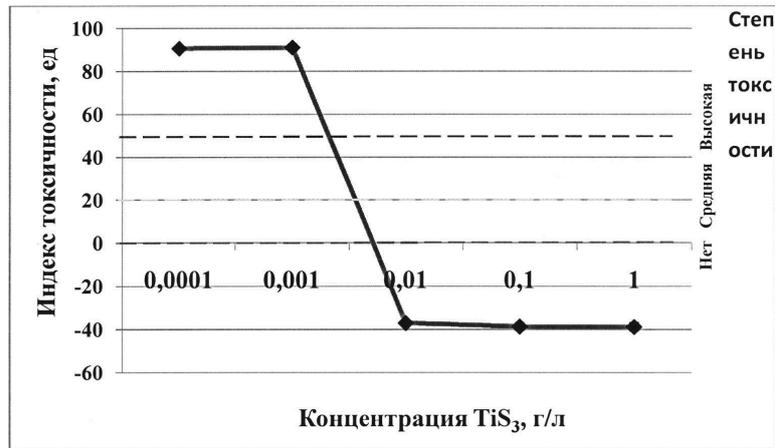
35

40

45



Фиг. 1 Микрофотография лент сульфида титана.



Фиг. 2 Влияние растворов TiS_3 на бактерии E. Coli.