

[补充信息]

ZnO纳米棒/多孔锌泡沫的制备及其压缩和抗菌性能

赵立臣, 谢宇, 张喆, 王铁宝, 王新, 崔春翔✉

河北工业大学材料科学与工程学院, 河北省新型功能材料重点实验室, 天津 300130

[Supplementary Information]

Fabrication of ZnO Nano-rods/Porous Zn Foam and Its Compressive and Antibacterial Properties

ZHAO Lichen, XIE Yu, ZHANG Zhe, WANG Tiebao, WANG Xin, CUI Chunxiang✉

School of Materials Science and Engineering, Key lab. For New Type of Functional Materials of Hebei Province, Hebei University of Technology, Tianjin 300130

多孔锌泡沫的制备

使用商业铸态纯锌(99.995%)和40~50目的NaCl颗粒为原料制备多孔锌泡沫。商业铸态纯锌的化学成分如表S1所示, NaCl颗粒的形貌如图S1所示。多孔锌泡沫使用空气压缩渗流法制备, 其实验装置如图S2所示。首先, 将一定数量的锌锭在高纯石墨坩埚中加热至480 °C熔化并保温30 min。同时, 将NaCl颗粒倒入模具中预热至320 °C。接着将锌熔体浇入模具中并通入压缩空气(2~4 MPa)保压几分钟。待模具冷至室温后将试样从模具中取出, 在室温水超声处理除盐。利用0.1 mol/L AgNO₃溶液检验NaCl是否除净。待试样中的NaCl彻底除净后将试样干燥即得到多孔锌泡沫材料。

表 S1 商业纯锌的化学成分

Table S1 Chemical composition of commercial pure zinc

Elements	Zn	Pb	Cd	Fe	Cu	Sn	Al
Content (wt%)	Bal.	0.001 2	0.002 0	0.000 8	0.000 1	0.000 3	0.000 4

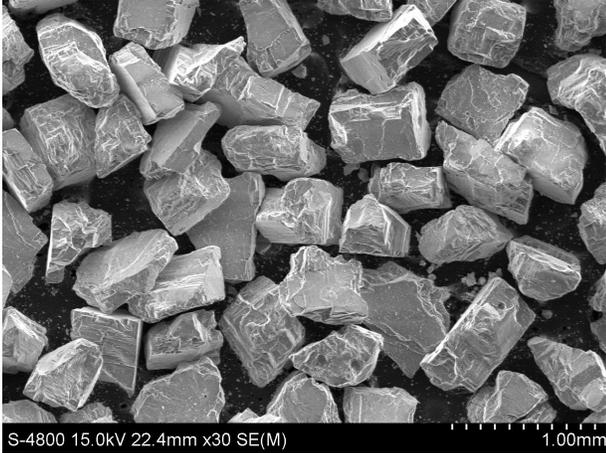


图 S1 制备多孔锌泡沫所用 NaCl 颗粒的扫描电镜照片

Fig. S1 SEM image of NaCl particles used for preparing porous Zn foam

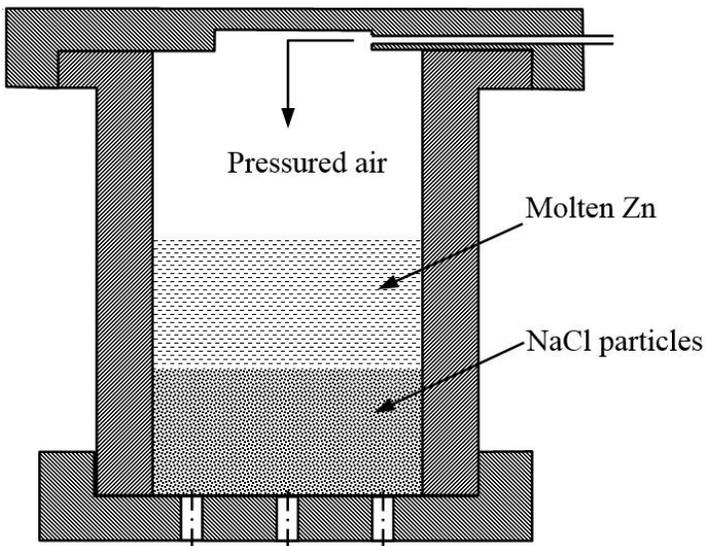


图 S2 空气压缩渗流法实验装置示意图

Fig. S2 Schematic illustration of the setup for air pressure infiltration method

多孔锌泡沫的形貌和结构表征

多孔锌泡沫的形貌分别使用数码相机和扫描电子显微镜(SEM, Hitachi S-4800)进行表征。多孔锌泡沫的孔隙率 P 使用公式 (S1) 计算。

$$P = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \quad (S1)$$

式中, ρ_a 和 ρ_s 分别为多孔锌泡沫的表观密度和纯锌的密度 (7.14 g/cm^3)。多孔锌泡沫的表观密度可通过测量试样的质量和体积得到。

ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的制备

利用线切割机床将多孔锌泡沫切割成 $\phi 10\text{ mm}\times 3\text{ mm}$ 和 $\phi 10\text{ mm}\times 15\text{ mm}$ 圆柱试样。这些试样分别经丙酮、去离子水超声清洗后,置于 200 g/L NaCl 水溶液中 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 2 h 。保温结束后,将试样取出。使用去离子水超声清洗试样除盐,并利用 0.1 mol/L AgNO_3 溶液检验 Cl^- 是否除净。待 Cl^- 彻底除净后将试样干燥即得到 ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫材料。

ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的表征

利用扫描电子显微镜(SEM, Hitachi S-4800)观察 ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的表面形貌,并利用扫描电子显微镜配备的 EDAX 能谱仪分析试样表面的元素种类与相对含量。利用 X 射线衍射仪(XRD, Bruker D8 FOCUS)对 ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的相结构进行鉴定。

ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的压缩力学性能

使用 WDW-200D 微机控制电子万能试验机对 ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的压缩力学性能进行测定。压缩测试所用试样为 $\phi 10\text{ mm}\times 15\text{ mm}$ 的圆柱,压缩应变速率为 $1\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ 。压缩过程中记录压缩载荷-位移曲线,曲线数据经处理后得到试样的应力-应变曲线。为进行比较,将未在 NaCl 溶液中处理的多孔锌试样也进行了压缩力学性能测定。

ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的抗菌杀菌性能测定

通过溶解 33.0 g 营养琼脂(青岛希望生物技术有限公司)至 1000 mL 高纯水中配制实验中使用的营养液。配制好的营养液中含 10.0 g/L 蛋白胨, 3.0 g/L 牛肉粉, 5.0 g/L 氯化钠和 15.0 g/L 琼脂。通过溶解 $2.83\text{ g Na}_2\text{HPO}_4$, $1.36\text{ g KH}_2\text{PO}_4$,和 1.0 g Tween-80 至 1000 mL 高纯水中配制实验中使用的磷酸盐缓冲液(PBS)。营养液、PBS和实验中用到的所有器皿均在压力蒸汽消毒器中 $121\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 20 min 杀菌消毒。

使用大肠杆菌(ATCC25922)评价 ZnO 纳米棒/多孔锌泡沫的抗菌杀菌性能。首先,将一定数量的新鲜细菌挑至 50 mL PBS 中。随后将该溶液在 $37\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下培养 24 h 制备菌悬液。抗菌测试前,将试样($\phi 10\text{ mm}\times 3\text{ mm}$)浸泡在 75% 乙醇溶液中进行消毒。消毒后,将试样放入 24 孔板中。随后吸取 0.1 mL 菌悬液滴加在每一试样表面。另外,在一没有放置试样的孔板中也滴入 0.1 mL 菌悬液作为空白试样。然后,将已滴加菌悬液的孔板使用 PBS 冲稀 10 倍后于 $37\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下培养 24 h 。培养结束后,从孔板中吸取 0.1 mL 溶液滴加在不同的营养琼脂平板上于 $37\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下培养 24 h 。培养结束后对营养琼脂培养基表面的菌落进行计数,并根据菌落数量使用公式(S2)计算试样的抗菌率 R 。

$$R = \frac{N_{\text{空白}} - N_{\text{试样}}}{N_{\text{空白}}} \times 100\% \quad (\text{S2})$$

式中, $N_{\text{空白}}$ 和 $N_{\text{试样}}$ 分别为空白试样和测试试样的菌落数量。