



(21) Numer zgłoszenia: **425091**

(22) Data zgłoszenia: **30.03.2018**

(51) Int.Cl.

B22F 1/00 (2006.01)

B22F 9/30 (2006.01)

A01N 59/20 (2006.01)

A01P 1/00 (2006.01)

(54)

**Sposób wytwarzania proszku dla powłok tytanowo – miedzianych
o właściwościach bakteriobójczych**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

07.10.2019 BUP 21/19

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

30.11.2020 WUP 19/20

(73) Uprawniony z patentu:

**SIEĆ BADAWCZA ŁUKASIEWICZ – INSTYTUT
METALI NIEŻELAZNYCH, Gliwice, PL
CERTECH SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ, Wilamowice, PL
ALVO SPÓŁKA Z OGRANICZONĄ
ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ
SPÓŁKA KOMANDYTOWA, Śmigiel, PL
KAMYSZ WOJCIECH LIPOPHARM.PL, Zblewo, PL
INSTYTUT FIZYKI JĄDROWEJ
IM. HENRYKA NIEWODNICZAŃSKIEGO
POLSKIEJ AKADEMII NAUK, Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**ADRIANA WRONA, Gliwice, PL
MARCIN LIS, Gliwice, PL
MARIAN CZEPELAK, Gliwice, PL
MAŁGORZATA OSADNIK, Gliwice, PL
MAŁGORZATA KAMIŃSKA, Gliwice, PL
KATARZYNA BILEWSKA, Gliwice, PL
PIOTR TOMCZYK, Gliwice, PL
JACEK MAZUR, Gliwice, PL
KINGA CZECHOWSKA, Gliwice, PL
ALICJA HRYNISZYN-KULA, Gliwice, PL
MAŁGORZATA LEKKA, Bibice, PL
JOANNA PABIJAN, Zielonki, PL
GRZEGORZ WIĘCŁAW, Bielsko-Biała, PL
TADEUSZ JÓZEF OLSZEWSKI, Poznań, PL
WOJCIECH KAMYSZ, Gdańsk, PL
MACIEJ JAŚKIEWICZ, Gdańsk, PL
MARTA BAUER, Łabędnik, PL
PAWEŁ PAJZDERSKI, Poznań, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Justyna Duda

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania proszku dla powłok tytanowo – miedzianych o właściwościach bakteriobójczych.

Rozwiązanie będące przedmiotem wynalazku przeznaczone jest na newralgiczne powierzchnie elementów mebli i akcesoriów stosowanych w placówkach medycznych oraz elementy wyposażenie innych miejsc użyteczności publicznej.

Znane jest rozwiązanie pt.: „Antimicrobial powder coating” (JPH10168346; A01N25/10; A01N59/16; A01N59/20; C09D5/03; C09D5/14; C09D7/12) dotyczące termoutwardzalnych powłok przeciwdrobnoustrojowych zawierających drobne cząstki, o średniej wielkości cząstek składnika przeciwbakteryjnego metalu, na przykład srebra lub miedzi, mniejszej bądź równej 500 nm utwardzonych z dodatkiem żywicy akrylowej lub poliestrowej.

Znane jest rozwiązanie pt.: „Antimicrobial coating composition and coating film” (JPH07150075, C09D201/00; C09D5/14; C09D5/16; C09D7/12), dotyczące mieszanek lub związków chemicznych powstających z metalicznych cząstek o właściwościach przeciwdrobnoustrojowych i tlenków nieorganicznych przeznaczonych do zastosowań w środkach błonotwórczych.

Znane jest również rozwiązanie pt.: „Antimicrobial powders and method for making same” (EP0333118, A01N25/12; A01N59/16; A01N59/20; C01G23/00; C03C14/00; C08K9/12; C09D5/14) dotyczące proszków otrzymywanych z połączenia przeciwdrobnoustrojowego metalu takiego jak miedź, cynk i ich stopy z uwodnionym tleniem tytanu lub tlenkiem tytanu w procesie bezprądowego osadzania, naporowywania plazmowego oraz mieszania i redukcji termicznej.

Istotą wynalazku jest sposób wytwarzania proszku dla powłok tytanowo – miedzianych o właściwościach bakteriobójczych, charakteryzujący się tym, że mieszaninę proszku wodoru tytanu i 20–30% wagowych proszku miedzi zalewa się acetonem do całkowitego przykrycia mieszaniny i poddaje się ucieraniu w czasie 10 minut, następnie suszy, po czym do tak wysuszonej mieszaniny dodaje się pozostałe 70–80% wagowych proszku miedzi, miesza się całość w mieszalniku w typu Y w czasie 1–4 godziny, a następnie poddaje się rozkładowi termicznemu w przepłukanym trzykrotnie argonem piecu rurowym, w którym to rozkład prowadzi się w przepływie argonu w temperaturze od 400°C do 700°C w czasie od 30 do 120 minut.

Rozkład termiczny prowadzi się w przepływie argonu w ilości 1–4 l/min i korzystnie w temperaturze 600°C. Rozkład termiczny prowadzi się korzystnie w czasie 60 minut.

W wyniku wynalazku powstaje proszek o morfologii ziaren umożliwiającej zastosowanie go do wytworzenia powłok tytanowo – miedzianych o właściwościach bakteriobójczych.

Istotnym elementem wpływającym na efektywność połączenia ziaren obu proszków jest wstępne przygotowanie proszku miedzi, mianowicie zredukowanie warstwy tlenowej obecnej na powierzchni ziaren proszku w procesie rozkładu termicznego.

Sumaryczna zawartość obu metali, wynika z ilości proszku miedzi i zastosowanego wodoru tytanu.

Tak wytworzony proszek stanowi materiał powłokotwórczy używany do wytworzenia powłok o właściwościach przeciwdrobnoustrojowych. Powłoka wykazuje przeciwbakteryjne działanie względem szczepów bakterii takich jak: *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* czy *Pseudomonas aeruginosa*.

Według sposobu uzyskano proszek Cu-Ti pokryty warstwą tytanu i poddano obserwacjom mikroskopowym i analizie składu chemicznego w mikroobszarach, co obrazuje Fig. 1 przedstawiająca mikrostrukturę proszku Cu₁₅Ti wytworzonego według sposobu i Fig. 2 przedstawia analizę chemiczną w mikroobszarach zaznaczonych na Fig. 1.

Sposób przedstawiono w przykładzie realizacji.

Proszek uzyskiwany jest z połączenia sferycznego proszku miedzi o wielkości ziaren 45–100 μm, korzystnie 47–75 μm z proszkiem wodoru tytanu TiH₂ o uziarnieniu poniżej 45 μm.

Sferyczny proszek miedzi o wielkości ziaren od 45–100 μm, w ilości 850 g poddano procesowi redukcji w piecu rurowym. Proszek nagrzewano piecem, z szybkością nagrzewania 20°/min. do temperatury 350°C. Następnie w temperaturze 350°C przetrzymywano proszek w czasie 1 godziny. W czasie nagrzewania i przetrzymywania stosowano przepływ wodoru w ilości 2 l/min. Proszek studzono w atmosferze argonu. Z wystudzonego proszku miedzi w ilości 250 g i 156 g proszku wodoru tytanu o uziarnieniu poniżej 45 μm przygotowano zaprawę. Zaprawa przygotowywana została z całego proszku wodoru tytanu i z 20–30% wagowych proszku miedzi. Mieszaninę proszków zalano acetonem w ilości

do całkowitego przykrycia proszku i poddano ucieraniu w czasie 10 minut. Następnie mieszanina suszona jest na powietrzu. Podczas suszenia zaprawa jest mieszana mieszadłem mechanicznym. Po wysuszeniu mieszanka przesiewana jest przez sito o rozmiarze oczek mniejszym bądź równym 100 μm .

Następnie wysuszoną zaprawę miesza się z pozostałym proszkiem miedzi i poddaje procesowi mieszania w mieszalniku typu Y w czasie 1–4 godziny.

Mieszalnię proszku i zaprawy umieszcza się w piecu rurowym i nagrzewa do temperatury 600°C w czasie 1 godziny. Następnie mieszanina przetrzymywana jest w temperaturze 800°C w czasie 1 godziny. Następnie wsad przesuwany jest do chłodnicy pieca gdzie jest studzony. Okres chłodzenia od temperatury rozkładu 600°C do temperatury otoczenia wynosił 45–80 minut. Etap nagrzewania, przetrzymywania i studzenia prowadzony był w atmosferze ochronnej w argonie.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania proszku dla powłok tytanowo – miedzianych o właściwościach bakterio-bójczych, **znamienny tym**, że mieszaninę proszku wodoru tytanu i 20–30% wagowych proszku miedzi zalewa się acetonem do całkowitego przykrycia mieszaniny i poddaje się ucieraniu w czasie 10 minut, następnie suszy, po czym do tak wysuszonej mieszaniny dodaje się pozostałe 70–80% wagowych proszku miedzi, miesza się całość w mieszalniku typu Y w czasie 1–4 godziny, a następnie poddaje się rozkładowi termicznemu w przepłukanym trzykrotnie argonem piecu rurowym, w którym to rozkład prowadzi się w przepływie argonu w temperaturze od 400°C do 700°C w czasie od 30 do 120 minut.
2. Sposób wytwarzania proszku miedzi według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozkład termiczny prowadzi się w przepływie argonu w ilości 1–4 l/min.
3. Sposób wytwarzania proszku miedzi według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozkład termiczny prowadzi się korzystnie w temperaturze 600°C.
4. Sposób wytwarzania proszku miedzi według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozkład termiczny prowadzi się korzystnie w czasie 60 minut.

Rysunki

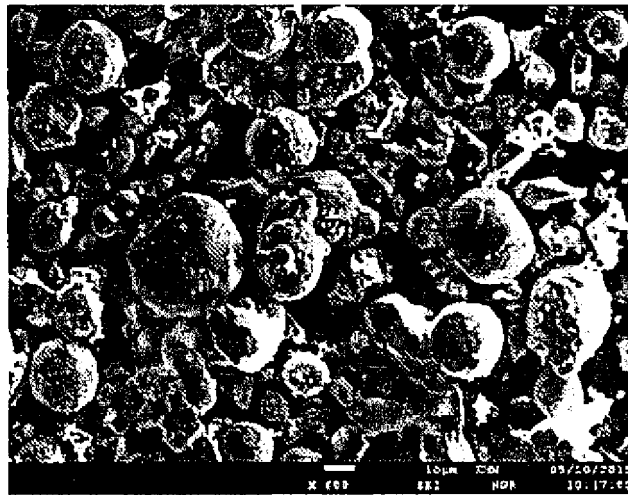


Fig. 1

Obszar	Cu, % wag	Ti, % wag
Punkt 1	99.5	0.5
Punkt 2	83.1	16.9
Punkt 3	95.1	4.9
Punkt 4	98.8	1.2

Fig. 2