

## Optimizacija parametara sinteze nanokompozita na bazi bakterijske nanoceluloze/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

ALEKSANDRA A. JANIĆIJEVIĆ, Beogradska politehnika, Beograd

ALEKSANDRA A. SKNEPNEK, Univerzitet u Beogradu,

Poljoprivredni fakultet, Beograd

MILJANA M. MIRKOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Institut za nuklearne nauke „VINČA“,

Laboratorija za materijale, Beograd

VLADIMIR B. PAVLOVIĆ, Univerzitet u Beogradu,

Poljoprivredni fakultet, Beograd

SUZANA Ž. FILIPOVIĆ, Institut tehničkih nauka SANU, Beograd

Originalni naučni rad

UDC: 66.018.9

DOI: 10.5937/tehnika2103273J

*Napredak u mnogim oblastima tehnike i tehnologije je blisko povezan sa razvojem novih ili unapređenjem postojećih materijala. Imajući u vidu široku primenu bakterijske nanoceluloze (BNC) u raznim oblastima svakodnevnog života, od biomedicine, ekologije do elektronike, kompoziti na bazi BNC su sve rasprostranjeniji i privlače pažnju naučne zajednice. Posebno je značajno detaljno ispitati parametre sinteze koji utiču na promene u kristalnoj strukturi i morfologiji dobijenih kompozita, imajući u vidu da ove promene imaju značajan uticaj na krajnja funkcionalna svojstva. U ovom radu je proučavan kompozitni materijal zasnovan na bakterijskoj nanocelulozi BNC (kao početnoj komponenti) i feromagnetnom Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. BNC je dobijena aktivnošću bakterija sirćetnog vrenja nakon 7 dana rasta u odgovarajućem medijumu. Istraživanje je usmereno na optimizaciju uslova precipitacije Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, koji se odnose na promenu intervala stajanja BNC filmova u rastvoru soli gvožđa. Uticaj različitih uslova sinteze je analiziran metodama SEM-EDS, FTIR i XRD.*

**Ključne reči:** bakterijska nanoceluloza, magnetit, precipitacija, nanokompozit

### 1. UVOD

Celuloza predstavlja najzastupljeniji biopolimer na Zemlji [1]. Dosadašnjim istraživanjima ustanovljeno je da pored svojstava poput biokompatibilnosti, hidrofилности, poroznosti, dobrih mehaničkih svojstava, biodegradabilnosti, netoksičnosti, polifunkcionalnosti, celuloza se pokazala i kao dobar piezoelektrik [2]. Izvor celuloznih vlakana može biti biljnog i bakterijskog porekla, uz napomenu da je bakterijska celuloza najčistija u pogledu sadržaja sekundarnih komponenti. Bakterijska nanoceluloza (BNC) važi za jedan od vodećih materijala današnjice, u sferi biomedicine kao i biotehnologije [3]. Kvalitet BNC se pored, pomenutih, svojstava ogleda i u ekonomsko-ekološkom as-

pektu (za razliku od svih ostalih vrsta dobijanja celuloznih vlakana). Na osnovu svega toga može se zaključiti da kao takva bakterijska celuloza ima raznovrsna svojstva, koja je čine izuzetno atraktivnom za dalju modifikaciju. Obzirom na nedostatak u pogledu antibakterijskih, elektroprovodnih i feromagnetnih svojstava pribegava se funkcionalizaciji BNC u cilju dobijanja kompozitnih/nanokompozitnih materijala.

Poslednjih godina jedan od značajnih problema i zagađivača životne sredine predstavljaju industrijske i otpadne vode iz domaćinstava, koje sadrže teške metale [4]. Dosadašnja istraživanja su pokazala da Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/BNC nanokompozit pokazuje afinitet prema uklanjanju teških metala, pa nalazi primenu i kao njihov odličan adsorbent [5]. Takođe kompoziti na bazi BNC nalaze široku primenu u oblasti inženjerstva tkiva, za regrutaciju i stimulaciju ćelija kao i za njihovo obnavljanje [6]. A kada je reč o postizanju antibakterijskog dejstva i tu se BNC/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pokazao kao delotvoran u kombinaciji sa nano česticama Ag [7].

---

Adresa autora: Aleksandra Janićijević, Beogradska politehnika, Beograd, Katarine Ambrozić 3

e-mail: ajanicijevic@politehnika.edu.rs

Rad primljen: 28.05.2021.

Rad prihvaćen: 10.06.2021.

Magnetit je feromagneti materijal, i njegove čestice ugradnjom u celulozni matriks rezultovao pojačavanjem magnetnih karakteristika nastalog kompozita. Step interakcija i morfologija čestica svakako zavisi od polaznih parametara sinteze i zadatih uslova. BNC sa nagrađenim magnetnim osobinama proširuje znatno svoju oblast primene u smeru elektro-magnetne oblasti, primeni u baterijama, različitim senzorima kao i električnim uređajima [8, 9].

U literaturi postoje brojne metode sinteze BNC/ $Fe_3O_4$  nanokompozita poput: hidrotermalne [10], solvotermalne [11], termičkog razlaganja pomoću mikrotalasa [12], kao i uvođenjem gasa amonijaka [13]. Problemi i nedostaci u svim pomenutim metodama se ogledaju u: pojavi aglomerata (neravnomernog nakupljanja nanočestica), stvaranja neželjenih faza (paramagnetnih) kao i široka raspodela veličine čestice, koji direktno imaju uticaj na svojstva dobijenog materijala.

U ovom istraživanju, taloženje  $Fe_3O_4$  u ultrazvučnom kupatilu je odabrano kao relativno najjednostavnije i najčešće korišćeno u radovima. Uprkos tome zbog osetljivosti i složenosti procesa postoje parametri sinteze koji još nisu dovoljno ispitani [14,15,16]. Jedan od faktora je dužina trajanja procesa precipitacije i /ili ugradnje magnetne komponente.

U ovom radu je prikazana modifikacija BNC magnetitom, precipitacijom koja predstavlja najučinkovitiji metod. Posebno je ispitana efekat vremenskog intervala stajanja BNC filma u rastvoru soli gvožđa pre same precipitacije na kristalnu strukturu i promene u morfologiji nastalog kompozita. Ove promene su proučene metodama XRD, FTIR i SEM/EDS.

## 2. MATERIJAL

Kao radna kultura korišćena je čajna gljiva *Kombu* [17]. Iz kulture su izolovane i identifikovane određene vrste i rodovi kvasaca, poput: *Saccharomyces ludwigii* i *Saccharomyces cerevisiae*. Pored kvasaca identifikovan je i soj bakterija sirćetnog vrenja kao *Acetobacter* sp. Za pripremu inokuluma korišćena je YPM (yeastextract-peptone-mannitol) podloga (medijum) po proceduri prikazanoj u prethodnom istraživanju [18]. Formiranje inokuluma podrazumevalo je zasejavanje bakterija sirćetnog vrenja iz štoka u sterilnim bujonima, zapremine 50 ml. Proizvodnja celuloze vršena je u dva erlenmajera. Period rasta BNC filma je trajao 7 dana na sobnoj temperaturi. Dobijeni su beličasto-žuti vlažni celulozni filmovi, gde poreklo žutog obojenja potiče od ostataka bakterija kao i od same podloge. Uzorci su tretirani sa 100 ml 0.1 M NaOH u trajanju od 2 h na 90°C radi prečišćavanja celuloznih filmova od pomenutih ostataka. Nakon tretiranja u natrijum hidroksidu, usledilo je ispiranje destilovanom vodom do postizanja pH oko 6. Dobijena

su dva celulozna filma. Uzorci su dalje podvrgnuti procesu funkcionalizacije magnetitom  $Fe_3O_4$ . Vlažni bakterijski nanocelulozni filmovi BNC su uronjeni u rastvor soli gvožđa  $FeSO_4 \times 7H_2O + FeCl_3 \times 6H_2O$ . Omerene su njihove pojedinačne mase, tako da odnos fero i feri jona bude 2:1. Prvi uzorak nakon stajanja u ultrazvučnom kupatilu sa rastvorom soli gvožđa u vremenskom intervalu od 30 minuta ostavljen je 24 h u istom rastvoru na sobnoj temperaturi. Nakon toga je u reakcionu smešu dodat amonijum hidroksid do postizanja bazne sredine pH~12 i sve zajedno tretirano UZ dodatnih 45 minuta. Kao potvrda uspešne precipitacije smeša naglo menja boju iz narandžaste u crnu po dodatku  $NH_4OH$ .

Uzorak je ispiran destilovanom vodom do postizanja neutralne pH. Nakon ispiranja usledilo je sušenje na 40°C u sušnici u trajanju od 24 h. Ovako dobijeni kompozit označen je kao BNCFe1. Drugi uzorak nakon stajanja u ultrazvučnom kupatilu sa rastvorom soli gvožđa u vremenskom intervalu od 30 minuta je precipitiran dodatkom amonijum hidroksida do postizanja bazne sredine pH~12 i sve zajedno je tretirano UZ dodatnih 45 minuta. Film je ispran destilovanom vodom do postizanja neutralne pH. Sušen je na 40 °C u sušnici u trajanju od 24 h. Ovako dobijeni kompozit označen je kao BNCFe2.

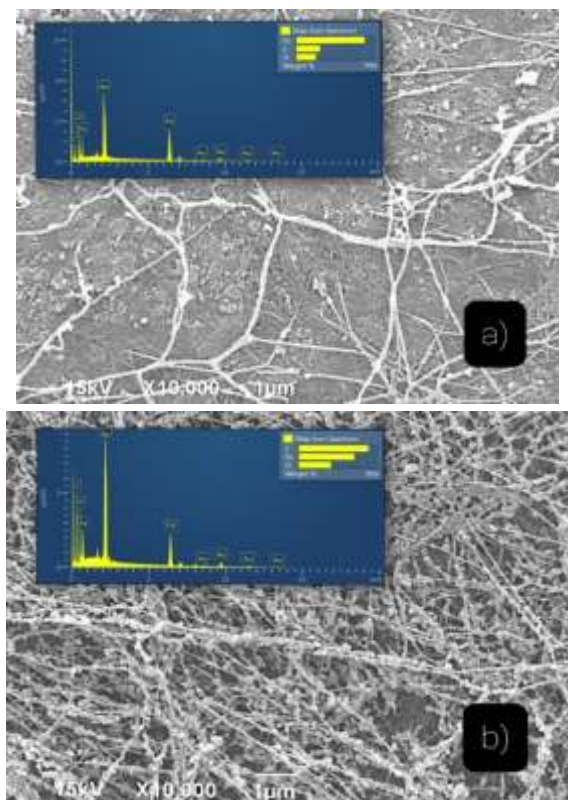
## 3. METODE KARAKTERIZACIJE

Morfologija kompozitnih uzoraka BNCFe1 i BNCFe2, analizirana je tehnikama SEM i EDS. Uzorci, u formi filma, su najpre naparavani zlatom u vremenskom interval od 100 sek na 30 mA, na uređaju Baltec SCD 005 Sputter coater. Nakon pripreme, uzorci su snimani na uređaju JEOL JSM-6390LV. Dok je EDS analizom utvrđen elementarni sastav uzoraka.

XRD karakterizacija je izvršena snimanjem filma na rendgenskom difraktometru Ultima IV Rigaku, koji je opremljen rendgenskom cevi bakarne (Cu) anode -  $CuK\alpha_{1,2}$  zračenja. Snimanje je vršeno pod naponom od 40.0 kV i jačinom struje 40.0 mA, u opsegu od 5 do 60° 2 $\theta$ , sa korakom 0,02° i brzinom snimanja 5°min<sup>-1</sup> pomoću D/TeX Ultra brzog detektora. Merenje je vršeno na sobnoj temperaturi. Uzorci su isečeni u obliku kvadrata dimenzija 1×1 cm i kao takvi stavljeni na monokristalni silikonski nosač. Infracrvena spektroskopija sa Furijeovom transformacijom je snimljena u transmisionom modu u opsegu od 400 do 4000 cm<sup>-1</sup>. Korišćen je uređaj Thermo Scientific Nicolet iS1, čija je rezolucija 4 cm<sup>-1</sup>. Snimanja su vršena na sobnoj temperaturi.

## 4. REZULTATI I DISKUSIJA

Mikrostruktura uzoraka BNCFe1 i BNCFe2 prikazana je na slici 1.



Slika 1 – Morfološki prikaz uzoraka a) BNCFe1 i b) BNCFe2 SEM-EDS analizom

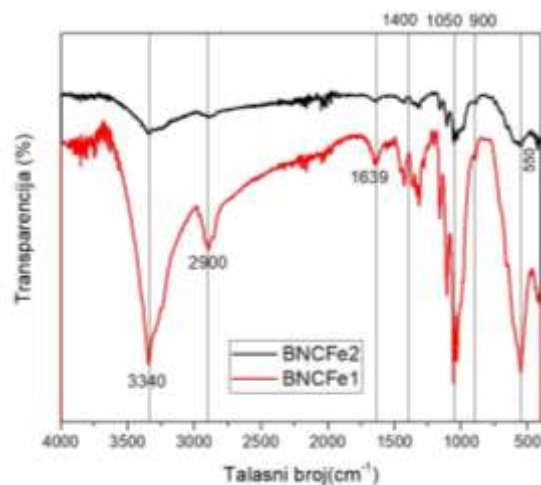
Na slici 1a. predstavljen je morfološki izgled strukture BNCFe1 koji karakterišu uniformno nakupljene čestice  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  rasporedjene u celuloznoj mreži, gde se na neki način može uočiti njihova upregnutost kroz vlakna. Kod uzorka BNCFe2 (slika 1b) uočavaju se „grozdovi“ ili aglomerati nakupljenih čestica  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Manje uniformna mikrostruktura karakteriše uzorak BNCFe2. Prečnik i čestica gvožđe oksida i vlakana celuloze iznosi približno 0,1  $\mu\text{m}$ .

Tokom procesa modifikacije,  $\text{Fe}^{2+}$  i  $\text{Fe}^{3+}$  joni difunduju od spolja ka unutrašnjosti BNC. Dolazi do interakcije elektron bogatim atomima polarnih hidroksilnih i etarskih grupa BNC-a sa elektropozitivnim metalnim katjonom. Nakon dodatka  $\text{NH}_4\text{OH}$  u ultrazvučnom okruženju katalizuje se konverzija  $\text{Fe}^{2+}$  i  $\text{Fe}^{3+}$  jona u  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [19]. Produženim stajanjem BNC u rastvoru soli omogućava se jonima gvožđa da uniformnije difunduju u zapreminu filma i nakon precipitacije, rezultat je uniformnija struktura.

EDS analizom određen je elementarni sastav uzoraka. BNCFe1 ima procentualno najveću elementarnu zastupljenost Fe, pa tek onda C, što nije slučaj za uzorak BNCFe2 prikazanim pod b). Kod ovog uzorka je na prvom mestu po zastupljenosti C, pa tek onda Fe, što je u saglasnosti sa rezultatima dobijenim SEM analizom.

Uzorci su ispitani FTIR spektroskopijom kao posebno pogodnom tehnikom za analizu filmova na bazi

organskih polimera. Na slici 2. prikazani su spektri ispitivanih uzoraka BNCFe1 i BNCFe2.



Slika 2 - FTIR spektri uzoraka BNCFe1 i BNCFe2

Analizom spektara se najpre uočava da pikovi uzorka BNCFe2 imaju znatno manji intenzitet od BNCFe1, ali uz napomenu da prate identične karakteristične položaje. Na talasnom broju  $\sim 3340 \text{ cm}^{-1}$  detektovan je mod istežuće vibracije O–H grupe, dok je na talasnom broju  $\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$  detektovana istežuća vibracija C–H grupe, što može da ukazuje na pristustvo amorfne nanoceluloze [19, 20].

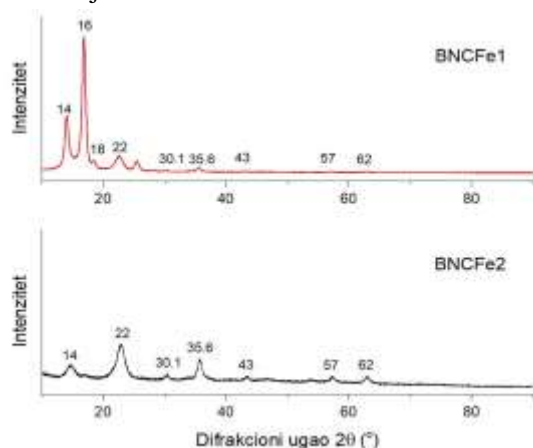
Pik na  $\sim 1639 \text{ cm}^{-1}$  ukazuje na prisustvo O–H grupe vode koju je celuloza apsorbovala, zatim pik na talasnom broju  $1400 \text{ cm}^{-1}$  ukazuje na simetričnu vibraciju COO grupe, dok su istežuće vibracije C–O–C i C–O–H grupe (vibracije skeleta piranoznog prstena) na  $\sim 1050 \text{ cm}^{-1}$  [20].

Pik na  $\sim 898 \text{ cm}^{-1}$  potiče od glikozidne veze između molekula glukoze u strukturi bakterijske nanoceluloze [21]. Mod detektovan na talasnom broju  $\sim 1410 \text{ cm}^{-1}$  karakterističan je za vibraciju  $\text{NH}_4^+$  grupe. Pojava ovog moda se može povezati sa zaostalim  $\text{NH}_4\text{OH}$  nakon ispiranja [22]. Ranija istraživanja bakterijske nanoceluloze [18] ukazuju da skup pikova koji se nalazi u opsegu od oko 1000 do oko  $1500 \text{ cm}^{-1}$  potvrđuje prisustvo celulozne komponente, kompozitnih uzoraka BNCFe1 i BNCFe2.

Kod nemodifikovanih uzoraka bakterijske celuloze maksimalna apsorpcija istežuće O–H grupe je na višem talasnom broju (sa talasnog broja kod nemodifikovane BCN od  $3360 \text{ cm}^{-1}$  pomeranje je izvršeno na  $3340 \text{ cm}^{-1}$ ) [18], što ukazuje da je do pomeranje vrednosti pika došlo usled vezivanja nove komponente tj.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Usled vezivanja nanočestica celuloze sa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  stvara se manje vodoničnih veza i na račun toga pik je pomeren i detektovan na  $1639 \text{ cm}^{-1}$  (dok je kod nemodifikovane BCN detektovan na  $1660 \text{ cm}^{-1}$ ) [23]. Takođe, u oba uzorka potvrđeno je postojanje veze Fe–O na položaju  $\sim 550 \text{ cm}^{-1}$  [24, 25].

Odsustvo pikova na  $3480\text{ cm}^{-1}$  i  $3440\text{ cm}^{-1}$  koji su karakteristični za polimorf celuloze II [23] ukazuje da je u ovim uzorcima jedino prisutna celuloza I.

Da bi se potvrdile neke od iznetih činjenica i dobile dodatne informacije, ispitivani uzorci su podvrgnuti XRD analizi. Rendgenskom difrakcionom analizom dobijeni su rezultati prikazani na slici 3. Baza podataka međunarodnog centra za difrakciju-ICDD korišćena je za detekciju kristalnih faza.



Slika 3 - Rendgenski difraktogrami uzoraka BNCFe1 i BNCFe2

Na slici 3 prikazani su difraktogrami kompozitnih materijala označenih kao BNCFe1 i BNCFe2. Kod uzorka BNCFe1 refleksije su znatno oštrije i intenzivnije. To ukazuje na činjenicu da je povećana kristaliničnost uzorka BNCFe1 u odnosu na uzorak BNCFe2. Kod kompozita BNCFe1 javlja se precizno definisan dublet refleksija na  $14^\circ$  i  $16^\circ$  kao i na  $18^\circ$  i  $22^\circ$ . Ovi dubleti ukazuju na prisustvo celuloze I [27].

Niz signala, kod oba uzorka, se javlja na istim položajima i to na  $30.1^\circ$ ,  $35.6^\circ$ ,  $43^\circ$ ,  $57^\circ$  i  $62^\circ$  što ukazuje na prisustvo čistog gvožđe oksida sa spinelnom strukturom. Nizak intenzitet refleksija kod BNCFe2 može biti posledica manje koncentracije, manjeg stepena kristaliničnosti ili nanometarskih dimenzija kristalita nastalog  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  [28].

Ni u jednom od difraktograma nije uočena refleksija polimorfa celuloze II, što potvrđuje rezultate dobijene FTIR analizom i činjenicu da taloženje  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  čestica favorizuje kristalizaciju polimorfa celuloze I [23].

## 5. ZAKLJUČAK

U ovom radu ispitan je uticaj vremena zadržavanja BNC filma u rastvoru soli gvožđa na strukturu i morfologiju BNC/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  kompozita. Istraživanje je dalo zadovoljavajuće rezultate modifikacije BNC filma. Morfološki, nagrađen je kompozit vlaknaste stukture sa delimično uniformnim sfernim česticama magnetita. BNCFe1 pokazao je uniformniju strukturu i bolju

pokrivenost i zastupljenost čestica  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , dok se uzorak BNCFe2 pokazao kao manje uniforman. Na osnovu SEM-EDS analize se može zaključiti da je BNCFe1 zbog dužeg stajanja u rastvoru soli gvožđa, u svojoj strukturi vezao više magnetita.

XRD analizom ustanovljeno je prisustvo spinelnog  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Promenama u dinamici rešetke utvrđeno je postojanje interakcije između komponenti kompozita. Takođe je ustanovljena dominantno kristalna struktura BNC, kao i prisustvo polimorfa celuloze I. Uticaj ovakve modifikacije BNC-a ogleda se u formiranju adekvatne strukture pogodne za dalju upotrebu materijala za razvoj komponenta za elektrotehniku, ekologiju, itd.

## 6. ZAHVALNICA

Istraživanja su finansirana od strane MPNTR Republike Srbije brojevi ugovora: 451-03-9/2021-14/200116; 451-03-9/2021-14/200175; 451-03-9/2021-14/200017.

## LITERATURA

- [1] A. Gama, P. Gatenholm, D. Klemm (ur.), *Bacterial NanoCellulose: A Sophisticated Multifunctional Material* CRC Press, Taylor & Francis Group, 2013.
- [2] Satu Rajala, Tuomo Siponkoski, Essi Sarlinš, Marja Mettänen, Maija Vuoriluoto, Arno Pammo, Jari Juti, Orlando J. Rojas, Sami Franssila, and Sampo Tuukkanen *Cellulose Nanofibril Film as a Piezoelectric Sensor Material*. ACS Appl. Mater. Interfaces 8, 24, 15607–15614, 2016,
- [3] Siró I, Plackett, D. Microfibrillated cellulose and new nanocomposite, materials: a review. *Cellulose* 17, 459–494, 2010.
- [4] Matsuto T, Jung C. H, & Tanaka N, Material and heavy metal balance in a recycling facility for home electrical appliances. *Waste Management*, 24(5), 425–436, 2004.
- [5] Huixia Zhu, Shiru Jia \*, Tong Wan, Yuanyuan Jia, Hongjiang Yang, Jing Li, Lin Yan, Cheng Zhong *Biosynthesis of spherical Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/bacterial cellulose nanocomposites as adsorbents for heavy metal ions*, Carbohydrate Polymers 86, 1558–1564, 2011.
- [6] Forbes Z. G, Yellen B. B, Halverson D. S, Fridman, G, Barbee K. A, & Friedman G, Validation of high gradient magnetic field based drug delivery to magnetizable implants under flow. *IEEE Transactions on Bio-medical Engineering*, 55 (2), 643–649, 2008.
- [7] Sureshkumar M, Siswanto D. Y, & Lee C. K, Magnetic antimicrobial nanocomposite based on

- bacterial cellulose and silver nanoparticles. *Journal of Materials Chemistry*, 20(33), 6948–6955, 2010.
- [8] N. Eslahi, A. Mahmoodi, N. Mahmoudi, N. Zandi, A. Simchi, Processing and properties of Nanofibrous bacterial cellulose-containing polymer composites: a review of recent advances for biomedical applications, *Polym. Rev.* 60, 144-170, 2020
- [9] LaroussiChaabane, HassibaChahdoura, RahmaMehdaoui, MejdSnoussi, EmmanuelBeyouMohammed, LahciniMohamed HassenV Baouab. Functionalization of developed bacterial cellulose with magnetite nanoparticles for nanobiotechnology and nanomedicine applications. *Carbohydrate Polymers*, Volume 247, 116707, 1 November 2020.
- [10] Wan Y. Z, Yang Z W, Xiong G. Y, Guo R. S, Liu Z, & Luo, H. L, Anchoring Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles on three-dimensional carbon nanofibers toward flexible highperformance anodes for lithium-ion batteries. *Journal of Power Sources*, 294, 414–419, 2015.
- [11] Nata, I. F, Sureshkumar, M., & Lee, C. K. One-pot preparation of amine-rich magnetite/bacterial cellulose nanocomposite and its application for arsenate removal. *Rsc Advances*, 1(4), 625–631, 2011
- [12] Zeng M. L, Laromaine A, Feng W. Q, Levkin P. A, & Roig A, Origami magnetic cellulose: Controlled magnetic fraction and patterning of flexible bacterial cellulose. *Journal of Materials Chemistry C*, 2(31), 6312–6318, 2014.
- [13] Katetch C, & Rujiravanit, R, Synthesis of magnetic nanoparticle into bacterial cellulose matrix by ammonia gas-enhancing in situ co-precipitation method. *Carbohydrate Polymers*, 86(1), 162–170, 2011.
- [14] M. Park, J. Cheng, J. Choi, J. Kim, J. Hyun, Electro-magnetic nanocomposite of bacterial cellulose using magnetite nanoclusters and polyaniline, *Colloids Surf. B* 102, 238-242, 2013.
- [15] Y. Zheng, J. X. Yang, W. L. Zheng, X. Wang, C. Xiang, L Tang, W. Zhang, S. Y. Chen, H. P. Wang, Synthesis of flexible magnetic nanohybrid based on bacterial cellulose under ultrasonic irradiation, *Mater. Sci. Eng. C* 33, 2407-2412, 2013.
- [16] M. Mashkour, Z. Moradabadi, A. Khazaeian, Physical and tensile properties of epoxy laminated magnetic bacterial cellulose nanocomposite films, *J. Appl. Polym. Sci.* 134, 45118, 2017.
- [17] Salvatore La China, Luciana De Vero, Kavitha Anguluri, Marcello Brugnoli, Dhouha Mamlouk and Maria Gullo. *Kombucha Tea as a Reservoir of Cellulose Producing Bacteria: Assessing Diversity among Komagataeibacter Isolates*. Department of Life Sciences, University of Modena and Reggio Emilia, 42122 Reggio Emilia, Italy
- [18] Aleksandra Janićijević, Suzana Filipović, Vladimir B. Pavlović, Aleksandra Sknepnek, Danijela Kovačević, Nenad Đorđević, Miljana Mirković, Predrag Živković, *Sinteza i struktura bakterijske celuloze primenom bakterija sirćetnog vrenja, Savetovanje o biotehnologiji sa međunarodnim učesćem*, str. 281-289, Čačak, 2021.
- [19] Naiyasit Yingkamhaeng, Ittinet Intapan, and Prakt Sukyai Fabrication and Characterisation of Functionalised Superparamagnetic Bacterial Nanocellulose Using Ultrasonic-Assisted in Situ Synthesis. *Fibers and Polymers*, Vol.19, No.3, 489-497, 2018.
- [20] Pritam Kumar Dikshit, Beom Soo Kim, Bacterial cellulose production from biodiesel-derived crude glycerol, magnetic functionalization, and its application as carrier for lipase immobilization, *International Journal of Biological Macromolecules* Volume 153, Pages 902-911, 15 June 2020.
- [21] Naiyasit Yingkamhaeng, Ittinet Intapan, and Prakt Sukyai Fabrication and Characterisation of Functionalised Superparamagnetic Bacterial Nanocellulose Using Ultrasonic-Assisted In Situ Synthesis, *Fibers and Polymers* volume 19, pages489–497, 2018.
- [22] J. A. Marins, B. G. Soares, H. S. Barud, and S. J. L. Ribeiro, *Mater. Sci. Eng. C-Mater. Biol. Appl.*, 33, 3994, 2013.
- [23] Yu Y, Wang Y, Deng P, Zhang T, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> @rGO hybrids intercalated nanocellulose-based aerogels for enhanced ferromagnetic and mechanical properties. *Journal of Applied Polymer Science*, 137, 48564, 2020.
- [24] Honglin Luo, Yang Zhang, Zhiwei Yang, Guangyao Xiong, Yizao Wan, Constructing superior carbon-nanofiber-based composite microwave absorbers by engineering dispersion and loading of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles on three-dimensional carbon nanofibers derived from bacterial cellulose, *Materials Chemistry and Physics* Volume 201, Pages 130-138, 1 November 2017.
- [25] Liming Cao, Zhenzhen Cheng, Mengwen Yan, Yukun Chen Anisotropic rubber nanocomposites via magnetic-induced alignment of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/cellulose nanocrystals hybrids obtained by templated assembly *Chemical Engineering Journal*, Volume 363, Pages 203-212, 1 May 2019.
- [26] Mark E. Fuller, Christina Andaya, Kevin McClay Evaluation of ATR-FTIR for analysis of bacterial cellulose impurities *Journal of Microbiological Methods*, Volume 144 Pages 145-151, January 2018,

- [27] Y. Peng, D. J. Gardner, Y. Han, A. Kiziltas, Z. Cai, and M. a. Tshabalala, Influence of drying method on the material properties of nanocellulose I: Thermostability and crystallinity, *Cellulose*, vol. 20, no. 5, pp. 2379–2392, Oct. 2013.
- [28] T. S. Anirudhan and S. R. Rejeena, Poly(methacrylic acid-co-vinyl sulfonic acid) - grafted-magnetite/ nanocellulose superabsorbent composite for the selective recovery and separation of immunoglobulin from aqueous solutions," *Sep. Purif. Technol*, vol. 119, pp. 82–93, 2013.

## SUMMARY

### OPTIMIZATION OF THE SYNTHESIS PARAMETERS OF NANOCOMPOSITES BASED ON BACTERIAL NANOCELLULOSE/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

*Development in many areas of engineering and technology are closely linked to the development of new or improvement of existing materials. Having in mind wide use of bacterial nanocellulose (BNC) in various areas of everyday life, from biomedicine, ecology to electronics, BNC-based composites are becoming widely used and attracting the attention of the scientific community. It is especially important to examine in detail the synthesis parameters that affect the changes in the crystal structure and morphology of the obtained composites, having in mind that these changes have a crucial influence on their final functional properties. In this paper, a composite material based on bacterial nanocellulose BNC (as the matrix) and ferromagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> was studied. BNC was obtained by the activity of acetic fermentation bacteria after 7 days of growth in a suitable medium. The research is aimed to optimization of the Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> precipitation conditions. It's especially considering the time interval of BNC films spend in the iron salt solution. The influence of the performed synthesis conditions was considered by the SEM-EDS, FTIR and XRD methods.*

**Key words:** bacterial nanocellulose, magnets, precipitation, nanocomposite

TEHNIKA

# NAŠE GRAĐEVINARSTVO

Our Civil Engineering - Notre génie civil  
- Unser Bauwesen – Наше строительство

GODINA 75 - 2021.

BROJ 3

---

## ODGOVORNI UREDNIK

Prof. dr **Branko B o ž i ć**, Univerzitet u Beogradu,  
Građevinski fakultet, Beograd

## ZAMENICI ODGOVORNOG UREDNIKA

Doc. dr **Luka L a z a r e v i ć**, Univerzitet u Beogradu,  
Građevinski fakultet, Beograd

Doc. dr **Miroslav M a r j a n o v i ć**, Univerzitet u  
Beogradu, Građevinski fakultet, Beograd

## REDAKCIONI ODBOR

V. prof. dr sc. **Ivana Š t i m a c G r a n d i ć**, Univerzitet u  
Rijeci, Građevinski fakultet, Rijeka, Hrvatska

V. prof. **Srđa A l e k s i ć**, Univerzitet Crne Gore,  
Građevinski fakultet, Podgorica, Crna Gora

Prof. dr **Radomir F o l i ć**, Univerzitet u Novom Sadu,  
Fakultet tehničkih nauka, Novi Sad

V. prof. dr **Saša B a k r a č**, Vojnogeografski institut,  
Beograd

Doc. dr sc. **Rinaldo P a a r**, Sveučilište u Zagrebu,  
Geodetski fakultet, Zagreb, Hrvatska

Doc. dr **Milan K i l i b a r d a**, Univerzitet u Beogradu,  
Građevinski fakultet, Beograd

Doc. dr. **Budimir S u d i m a c**, Univerzitet u Beogradu,  
Arhitektonski fakultet, Beograd

---

**REDAKCIJA I ADMINISTRACIJA:** Savez inženjera i  
tehničara Srbije, 11000 Beograd, Kneza Miloša 7a/I, Telefon  
(011) 32 35 891, Fax (011) 32 30 067

---