

【11】證書號數：I625306

【45】公告日：中華民國 107 (2018) 年 06 月 01 日

【51】Int. Cl. : C01G5/00 (2006.01) B82B3/00 (2006.01)

發明

全 8 頁

【54】名稱：以酸鹼處理法製備稻殼萃取物生物合成高安定性且分散可逆性奈米銀懸浮液之方法

METHOD FOR BIOSYNTHESIS OF HIGHLY STABLE AND DISPERSION REVERSIBLE COLLOIDAL NANOSILVER USING RICE HUSK EXTRACTS BY ACID AND ALKALI

【21】申請案號：105105366

【22】申請日：中華民國 105 (2016) 年 02 月 24 日

【11】公開編號：201730111

【43】公開日期：中華民國 106 (2017) 年 09 月 01 日

【72】發明人：陳輝煌(TW) CHEN, HUI HUANG；張永鍾(TW) ZHANG, YONG ZHONG；劉 苡杏(MY) LIU, YI XING

【71】申請人：國立宜蘭大學 NATIONAL ILAN UNIVERSITY
宜蘭縣宜蘭市神農路一段 1 號

【74】代理人：陳天賜

【56】參考文獻：

CN 103319328A

Eric C. Njagi 等撰寫，「Biosynthesis of Iron and Silver Nanoparticles at Room Temperature Using Aqueous Sorghum Bran Extracts」, Langmuir, Vol. 27(1), 2010 年 12 月 6 日出版, p.264~271
Zhongkai Zhou 等撰寫，「The distribution of phenolic acids in rice」, Food Chemistry, Vol. 87(3), 2004 年 9 月出版, p.401~406

審查人員：馮俊璋

【57】申請專利範圍

1. 一種提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式，包括以下步驟：步驟一：稻殼經 60 熱風乾燥 1~24 小時，按 1：8(w/v)比例加入硫酸液，以 100~150 高溫加熱 10~100 分鐘，分離固形物以得一稻殼之酸水解物，並將其反覆清洗至中性；步驟二：經 60 熱風乾燥乾燥該稻殼之酸水解物，再按 1：10~1：50(w/v)比例加入濃度 8.7% NaOH 鹼液，以 132 高溫加熱 118 分鐘以得一鹼處理液，將該鹼處理液以 6M 鹽酸調整至酸性，再加入乙醚：乙酸乙酯=1：1(v/v)之溶劑萃取 30 分鐘；步驟三：收集上層液並進行去除該萃取溶劑程序，再以一極性溶劑回溶並去除雜質，製得具高濃度有效成分之稻殼萃取物。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之一種提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式，其中該步驟一之該酸液濃度係為每公克該稻殼得添加 100~500mg 之該酸液。
3. 如申請專利範圍第 1 項所述之提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式，其中該步驟一之高溫加熱程序的溫度範圍為 115 ，且加熱時間為 40 分鐘。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式，其中該步驟二的稻殼之該酸水解物與該 NaOH 鹼液之比例為 1：30(w/v)。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述之提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式，其中該步驟二的鹼酸處理萃取液與該萃取溶劑的比例為 5：1~1：5(v/v)。

(2)

6. 如申請專利範圍第 1 項所述之提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式，其中該步驟三的去萃取溶劑程序係選自由常壓蒸餾法、減壓濃縮法以及吹氮濃縮法所組成之群組中的至少一種。
7. 如申請專利範圍第 1 項所述之提高農業副產物萃取物之有效成分的製備方式，其中該步驟三的極性溶劑係選自由水、甲醇、乙醇、甲酸、乙酸、乙腈、丙酮、二甲基甲醯胺(DMF)以及二甲基亞砜(DMSO)所組成之群組中的至少一種。
8. 一種以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，包括下列步驟：先製備一稻殼萃取物以及一銀離子前驅物，該稻殼萃取物係由如申請專利範圍第 1 至 7 項所述之提高稻殼萃取物之有效成分的製備方式製得；步驟一：稀釋該稻殼萃取物至 10 倍，並調整 pH 至範圍 10；步驟二：將硝酸銀稀釋至銀離子濃度 0.0001~0.001mol/L 步驟三：按照稀釋萃取液與稀釋硝酸銀體積比例 1：3，於 25 的溫度下反應 1 小時，製得一奈米銀懸浮液。
9. 如申請專利範圍第 8 項所述之以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，其中該稻殼萃取物係作為還原劑。
10. 如申請專利範圍第 8 項所述之以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，其中該稻殼萃取物係作為分散劑。
11. 如申請專利範圍第 8 項所述之以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，其中該稻殼萃取物係同時作為還原劑兼分散劑。
12. 如申請專利範圍第 8 項所述之以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，其中該銀離子前驅物之該預定濃度範圍係 0.001mol/L。
13. 如申請專利範圍第 8 項所述之以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，其中該奈米銀懸浮液中奈米銀粒子之粒徑範圍為 1~100nm。
14. 如申請專利範圍第 8 項所述之以稻殼萃取物製備高安定奈米銀懸浮液之方法，其中該奈米銀懸浮液具高度安定性及分散可逆性，即當該奈米銀懸浮液中之奈米銀顆粒因聚集而沉澱，亦可經由稀釋而恢復高安定性。

圖式簡單說明

圖 1 係本發明中稻殼萃取物之製備流程圖。

圖 2 係本發明實施例 1 製備所得的奈米銀懸浮液之全波長掃描圖譜。

圖 3 本發明實施例 1 製備所得的奈米銀懸浮液鑲嵌於鍍碳銅網上之穿透式顯微鏡下觀察的圖像。

圖 4 本發明實施例 2 製備所得的奈米銀懸浮液鑲嵌於鍍碳銅網上之穿透式顯微鏡下觀察的圖像。

圖 5 本發明實施例 1 製備所得的奈米銀懸浮液乾燥於蓋玻片上，粉碎後與粉末態銀標準品比較之 XRD 繞射圖譜。

圖 6 依照本發明之該稻殼萃取物之製備方法，萃取所得的該稻殼萃取物之 HPLC 分析測定圖譜：(a)AAPE 經濃縮回溶至水相；(b)BWE。

圖 7 係本發明實施例 3 製備所得分散於 AAPE 中的奈米銀懸浮液在不同反應時間下之全波長掃描圖譜。

圖 8 係本發明實施例 4 製備所得的奈米銀懸浮液之全波長掃描圖譜：(a)離心前；(b)離心後上層液；(c)離心後下層沉澱物回溶於甲醇中。

(3)

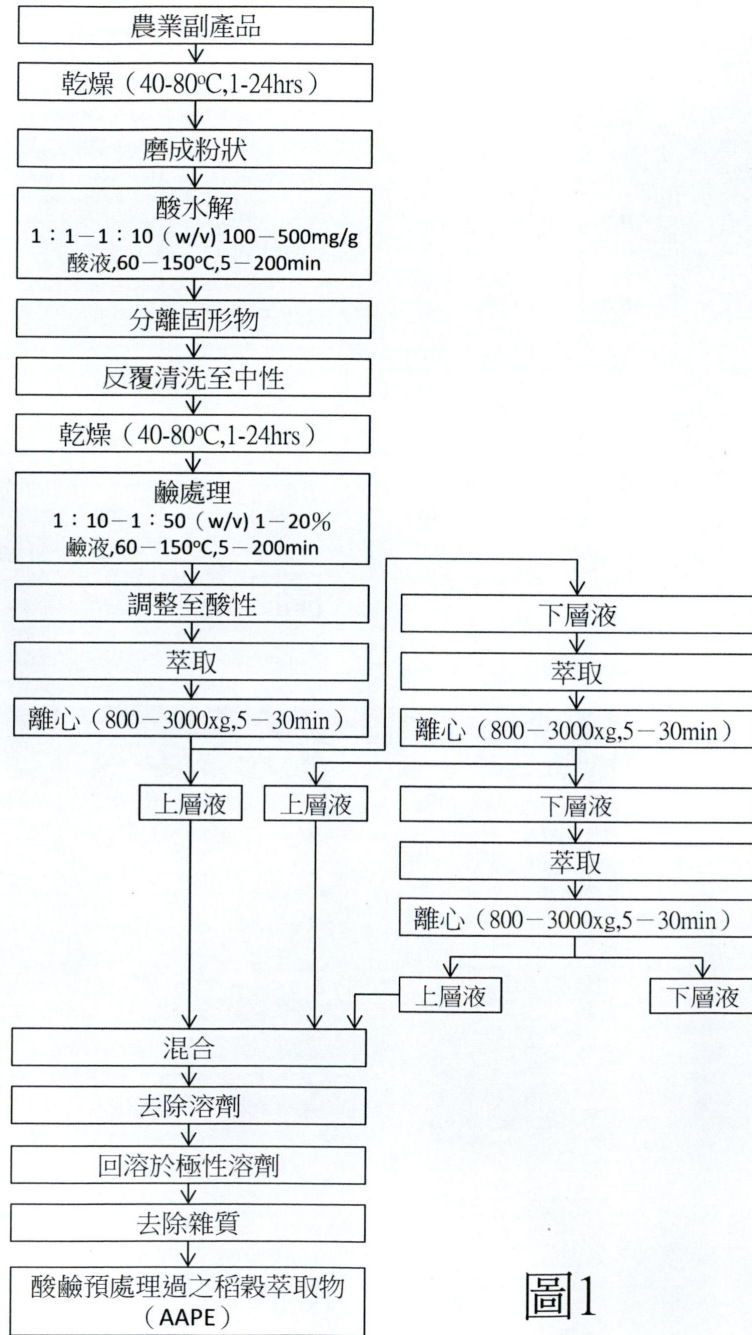


圖1

(4)

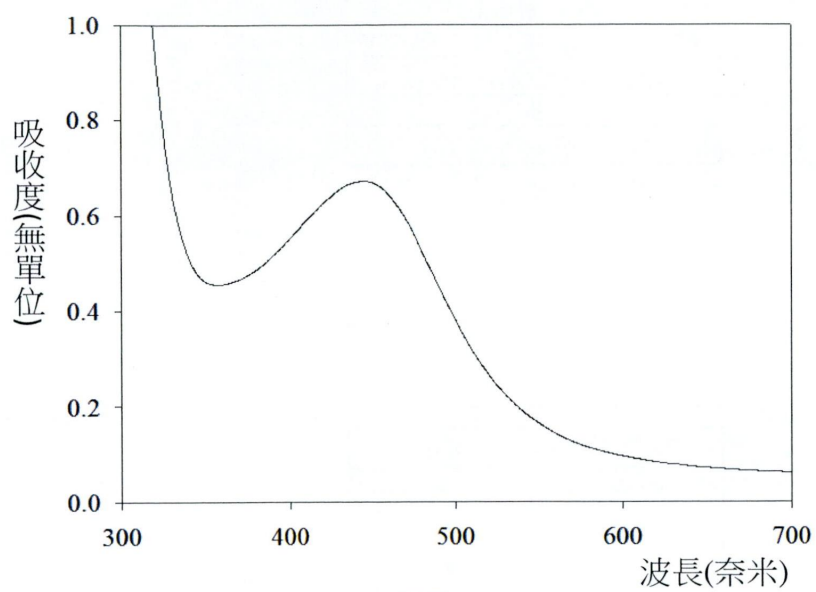


圖2

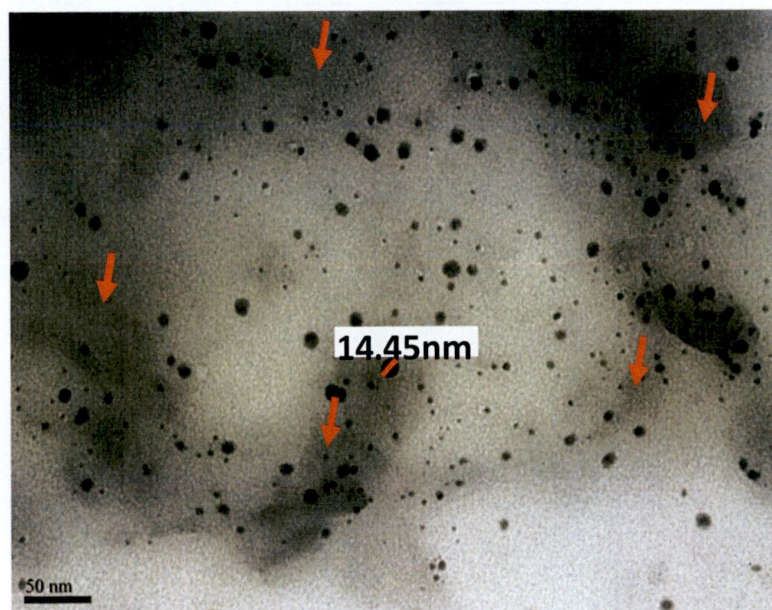


圖3

(5)

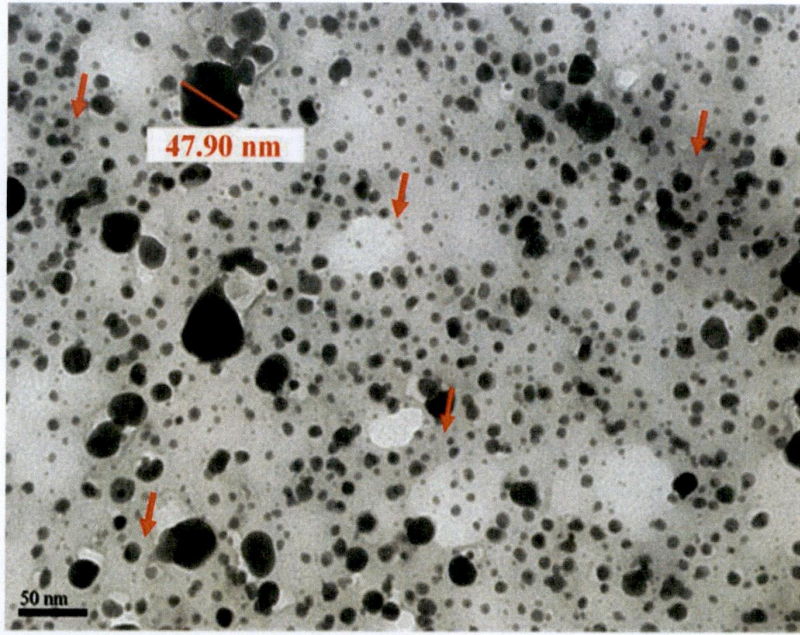


圖4

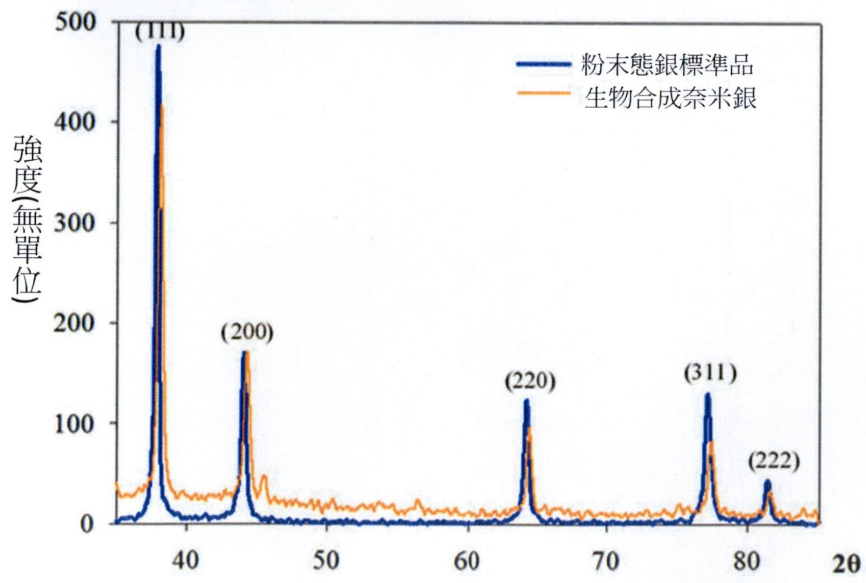


圖5

(6)

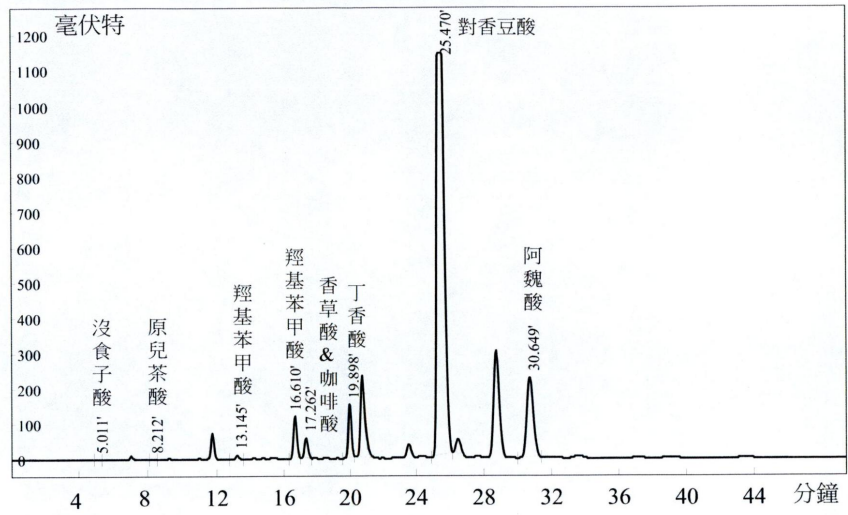


圖6a

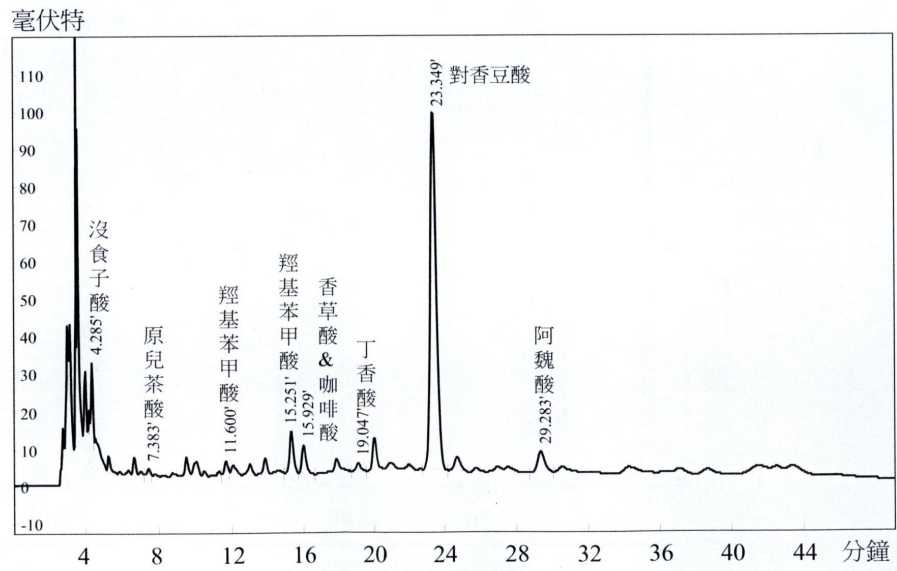


圖6b

(7)

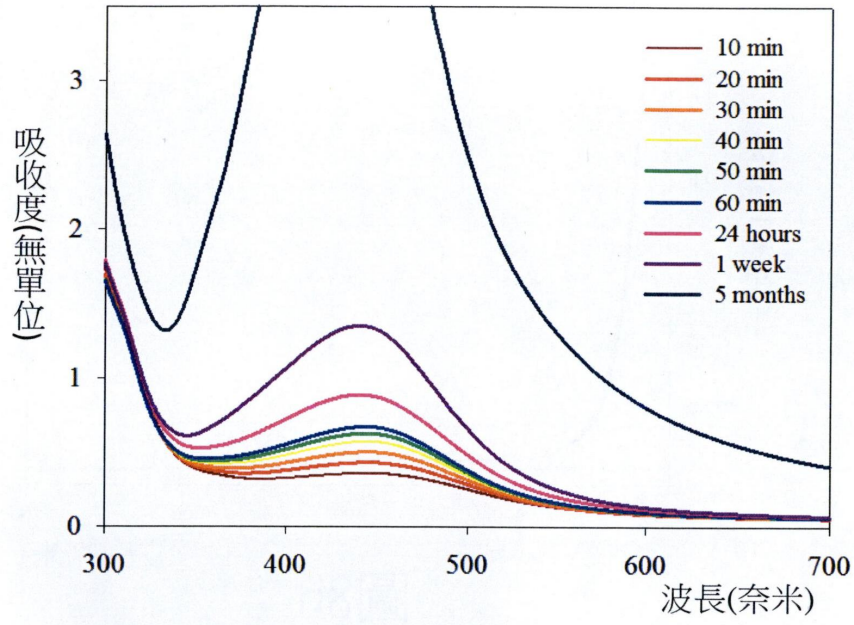


圖7

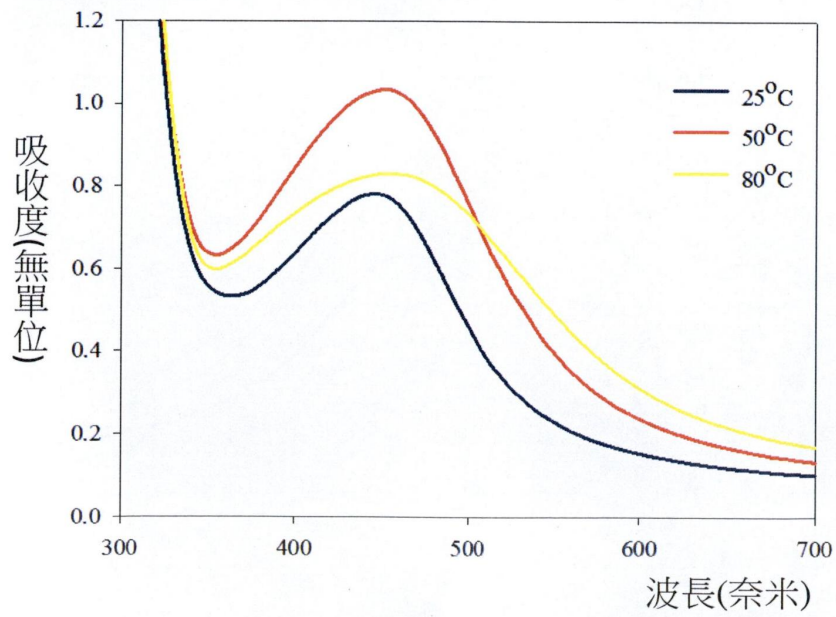


圖8a

(8)

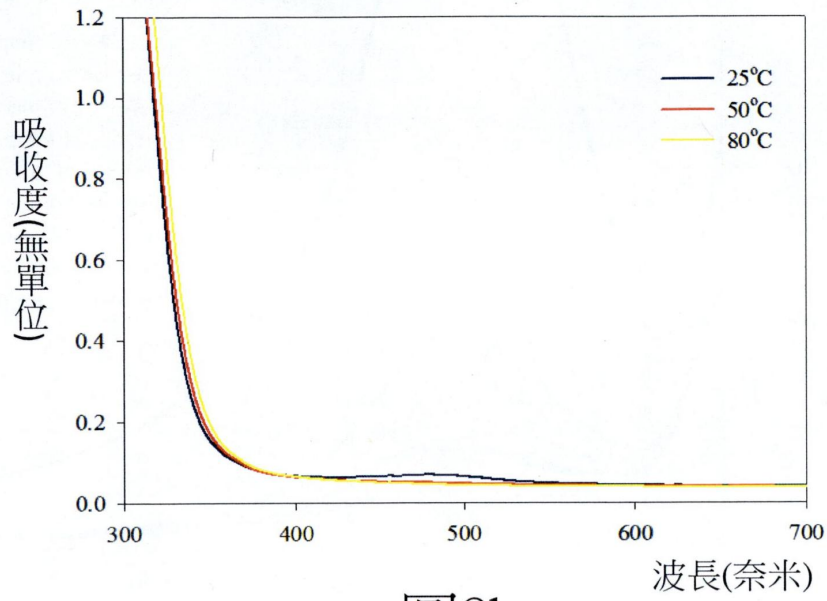


圖8b

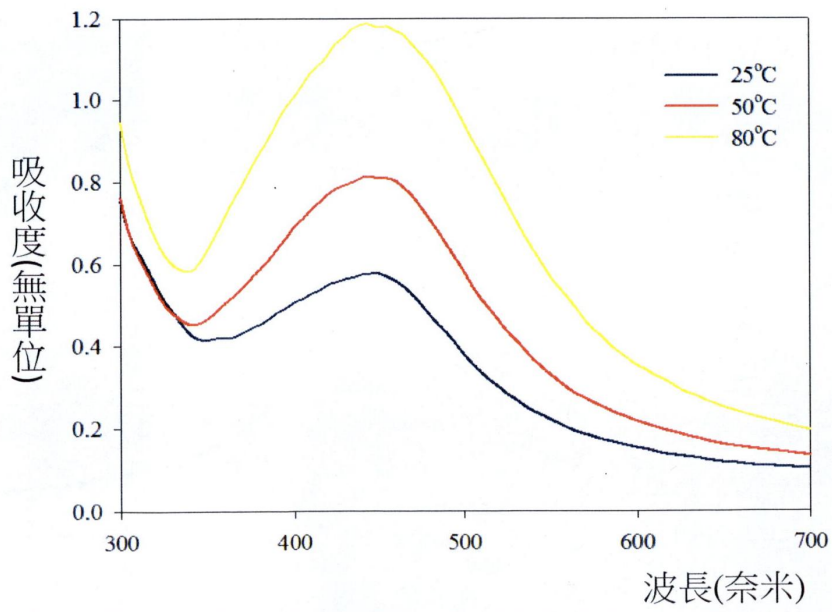


圖8c