

【11】證書號數：I816127

【45】公告日：中華民國 112 (2023) 年 09 月 21 日

【51】Int. Cl. : C01B25/32 (2006.01) D21H13/46 (2006.01)
B82Y40/00 (2011.01)

發明

全 11 頁

【54】名稱：氫氧基磷灰石奈米線製備方法與其應用

【21】申請案號：110118826 【22】申請日：中華民國 110 (2021) 年 05 月 25 日

【11】公開編號：202246173 【43】公開日期：中華民國 111 (2022) 年 12 月 01 日

【72】發明人：林凱隆 (TW) LIN, KEA-LONG；蘇瑪婕 (TW) SU, YU-JIE

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

【74】代理人：郭雨嵐；林發立

【56】參考文獻：

CN 103626144B

期刊 Jingdi Chen et al., "Synthesis of hydroxyapatite nanorods from abalone shells via hydrothermal solid state conversion", Materials & Design, Vol.87, Materials & Design 15 December, 2015, pages 445-449. 第 446 頁左欄 2.2 樣品準備段

期刊 Gill Sang Han et al., "A Simple Method To Control Morphology of Hydroxyapatite Nano- and Microcrystals by Altering Phase Transition Route" Crystal Growth & Design, Vol.13 Crystal Growth & Design, 3 July, 2013 pages 3414-3418.

審查人員：葉獻全

【57】申請專利範圍

1. 一種氫氧基磷灰石奈米線製備方法，包含：提取鈣源，係將包含主成份為氧化鈣的石灰質細料與硝酸溶液混合，其中該石灰質細料與該硝酸溶液之固液體積比為 3：5，經攪拌萃取，得到含鈣溶液；製備磷酸氫二鉍溶液，係根據該含鈣溶液之鈣含量，以鈣磷莫耳比 5：3 至 7：3，製備磷酸氫二鉍溶液；製備欲進行水熱合成步驟之反應物混合溶液，係將該含鈣溶液逐滴加入該磷酸氫二鉍溶液，再以逐滴滴入方式加入尿素，接著以硝酸溶液調整該含鈣溶液、該磷酸氫二鉍溶液與尿素的混合溶液的 pH 值為 4，成為所述反應物混合溶液；進行水熱合成步驟，將所述反應物混合溶液置入高溫高壓反應釜中，在水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，進行水熱合成反應，得到水熱產物；及過濾並洗滌該水熱產物，得到合成的氫氧基磷灰石奈米線。
2. 如請求項 1 所述之氫氧基磷灰石奈米線製備方法，其中所述製備磷酸氫二鉍溶液之步驟中，係以火焰式原子吸收光譜儀測定該含鈣溶液之鈣濃度。
3. 如請求項 1 所述之氫氧基磷灰石奈米線製備方法，其中所述提取鈣源之步驟，係將石灰質細料與 3M 硝酸溶液混合。
4. 如請求項 1 所述之氫氧基磷灰石奈米線製備方法，其中所述製備欲進行水熱合成步驟之反應物混合溶液的步驟中，係以 10M 硝酸來調整所述反應物混合溶液之 pH 值。
5. 如請求項 1 所述之氫氧基磷灰石奈米線製備方法，其中所述製備欲進行水熱合成步驟之反應物混合溶液的步驟中，係將該含鈣溶液逐滴加入該磷酸氫二鉍溶液並攪拌 3 小時。

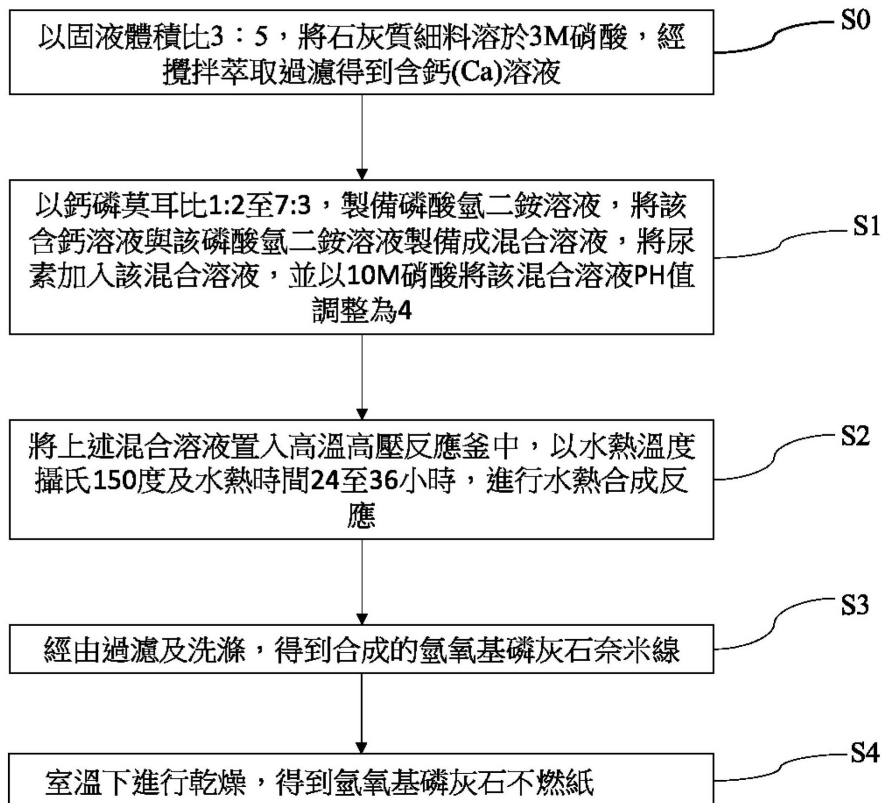
(2)

6. 如請求項 1 所述之氫氧基磷灰石奈米線製備方法，其中所述製備欲進行水熱合成步驟之反應物混合溶液的步驟中，係進一步將 pH 值為 4 的所述反應物混合溶液再攪拌 120 分鐘。
7. 一種氫氧基磷灰石不燃紙製備方法，係將如請求項 1 所述製備出來的氫氧基磷灰石奈米線於室溫下進行乾燥，得到所述氫氧基磷灰石不燃紙。
8. 如請求項 7 所述之氫氧基磷灰石不燃紙製備方法，其中所述氫氧基磷灰石奈米線在室溫下乾燥時間為 24-48 小時。
9. 如請求項 7 所述之氫氧基磷灰石不燃紙製備方法，其使用之材料包含石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素。

圖式簡單說明

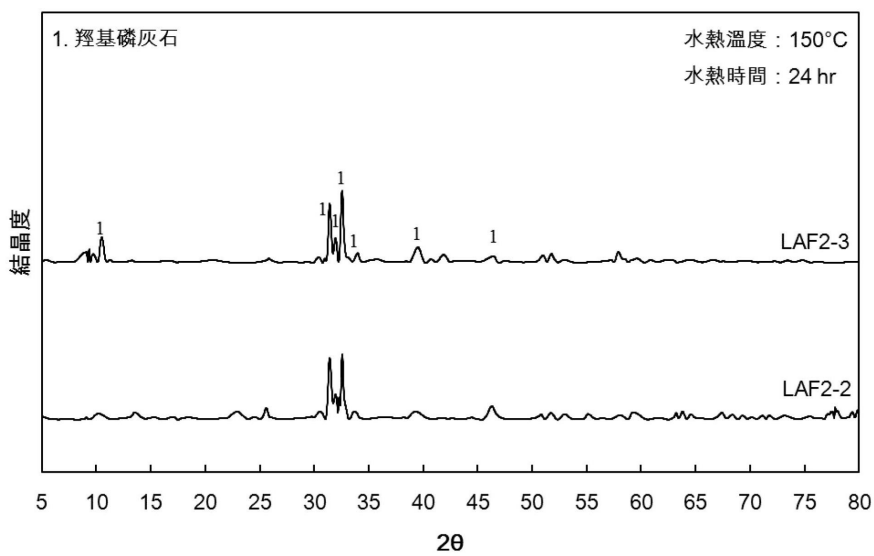
圖 1 係本發明氫氧基磷灰石不燃紙製備方法的流程示意圖；圖 2 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 7：3，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石 XRD 圖；圖 3 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 7：3，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石 FTIR 圖譜；圖 4 係本發明使用鈣磷莫耳比 1.67，在水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時合成的氫氧基磷灰石奈米線的熱重熱差的曲線圖；圖 5 係本發明使用鈣磷莫耳比 1.67，在水熱溫度 150 及水熱時間 36 小時合成的氫氧基磷灰石奈米線的熱重熱差的曲線圖；圖 6 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 1：2，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石照片；圖 7 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 1：2，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石不燃紙照片；圖 8 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 7：3，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石照片；圖 9 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 7：3，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石不燃紙照片；圖 10 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 1：2，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石 SEM 圖；圖 11 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 7：3，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備氫氧基磷灰石 SEM 圖；及圖 12 係本發明石灰質細料、磷酸氫二銨及尿素製備氫氧基磷灰石奈米線，使用鈣磷莫耳比 7：3，水熱溫度 150 及水熱時間 24 小時，所製備之氫氧基磷灰石不燃紙進行火焰燃燒之照片。

(3)

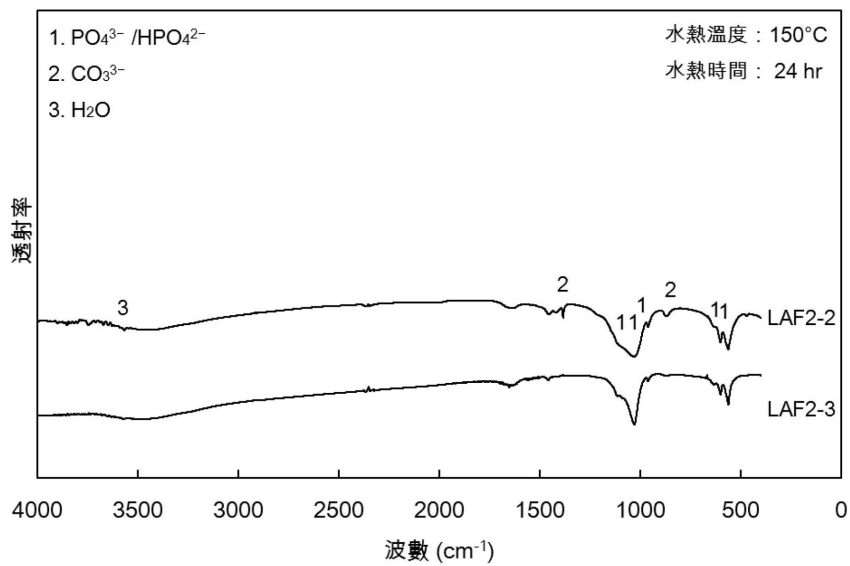


【圖1】

(4)

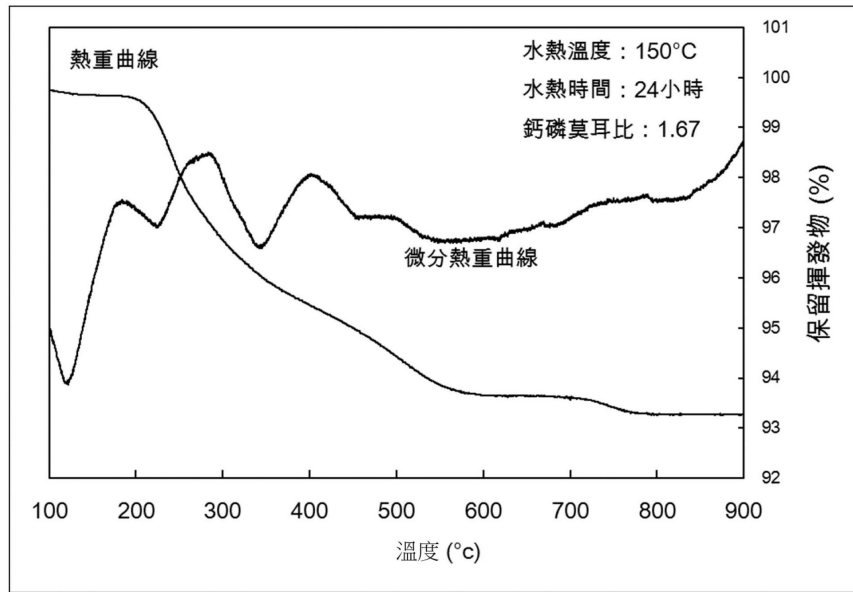


【圖2】

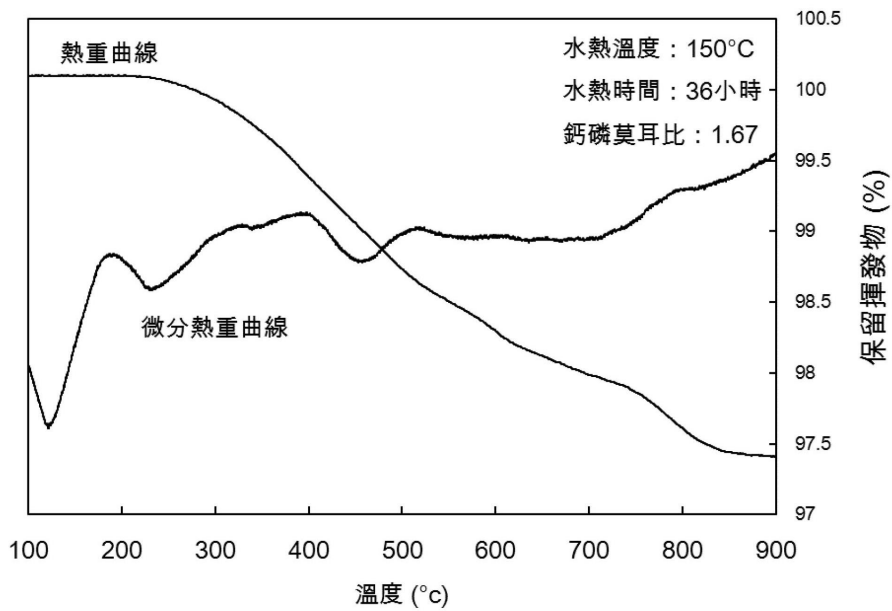


【圖3】

(5)



【圖4】



【圖5】

(6)



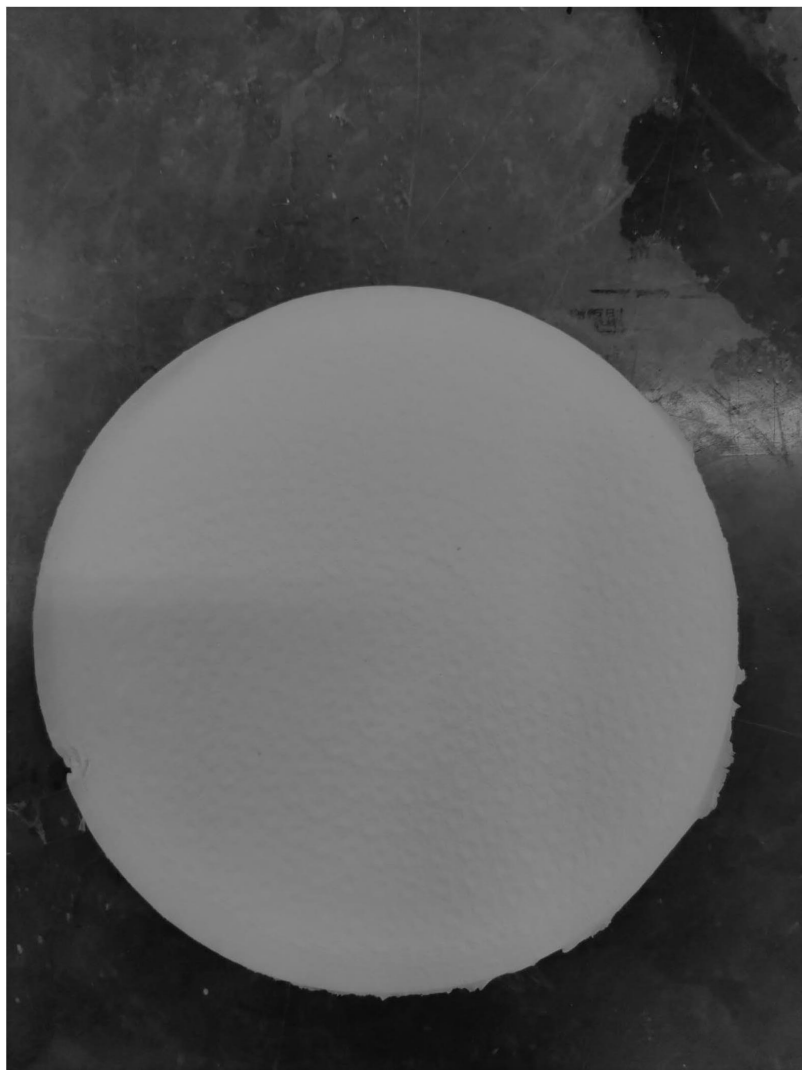
【圖6】

(7)



【圖7】

(8)



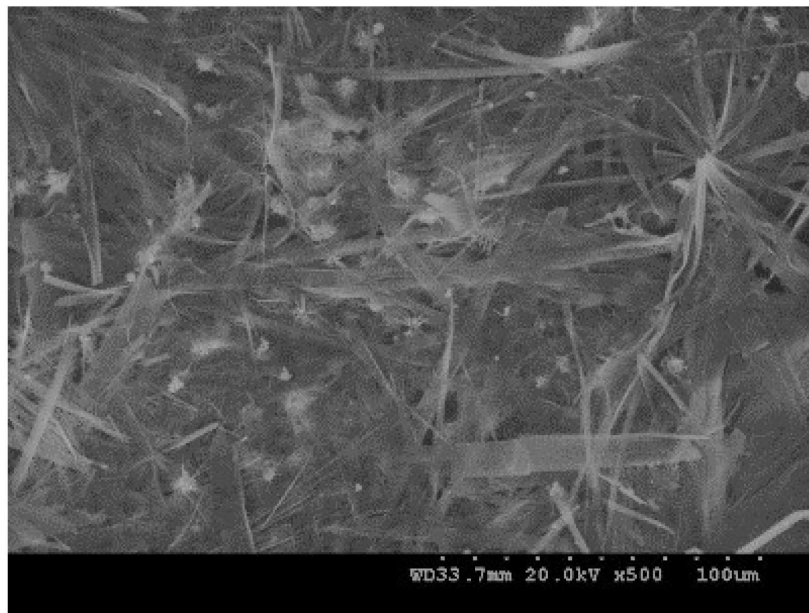
【圖8】

(9)



【圖9】

(10)

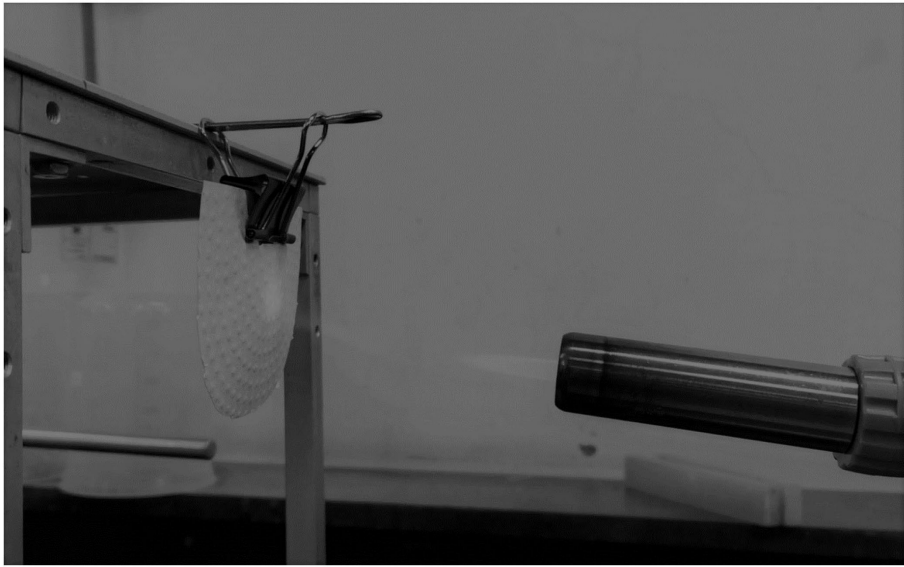


【圖10】



【圖11】

(11)



【圖12】