

公告本

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號： 95130134

※申請日期： 95.8.16

※IPC 分類： G14F/00 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

於多孔洞擔體製備奈米銀之製程

二、申請人：(共1人)

姓名或名稱：(中文/英文)

善竹股份有限公司

代表人：(中文/英文)

王建順

住居所或營業所地址：(中文/英文)

73441 台南縣六甲鄉二甲村中山路505巷99號

國籍：(中文/英文)

中華民國

三、發明人：(共1人)

姓名：(中文/英文)

蔡禎祥/Jeng-Shiang Tsaih

國籍：(中文/英文)

中華民國/R.O.C.

四、聲明事項：

主張專利法第九十四條第二項 第一款或 第二款規定之事實，
其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第一百零八條準用第二十七條第一項國際優先權：

無主張專利法第一百零八條準用第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第一百零八條準用第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

八、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，尤指一種利用鍛燒步驟而使奈米銀充份結合於擔體中之製程，其可使含奈米銀之擔體應用之各物品具備有極佳之殺菌效果。

【先前技術】

為使人們生活於無憂的環境中，業者一直致力於各種殺菌產品之研發，而根據研究實驗報告，“銀”早被發現為一種強效的殺菌劑，在 1938 年就已發現將銀器放入於牛奶中即可延長牛奶的存放期間，目前已知銀可殺死至少 650 種以上的細菌，且對於人體而言，銀為一無毒性之殺菌劑。

奈米銀可在很低的濃度下自由進入細菌的細胞膜中，並與細菌體中蛋白質的硫氧基結合，使含硫氧基之酵素失去活性，進而阻礙細菌的新陳代謝，使細菌死亡。銀在殺死細菌後並未失去活性，可持續進行殺菌，因此它也是一種長效的殺菌劑，且可快速殺死細菌，細菌無法產生具有抗藥性之下一代。

因此即有業者針對銀再進一步研發，即有各種如何形成“奈米銀”或是如何將奈米銀製備於各種材質上之製程，如公開 200604258「奈米銀抗菌聚酯母粒及其纖維之製備方法」、公開 200617080「具抗菌活化披覆層之組成物製法」等，均屬針對如何使物品表面附著奈米銀之製法。

另藉由下述之實施例，可進一步證明本發明之製程可實際應用之範圍，但不意欲以任何形式限制本發明之範圍：

實施例一：

取 30g 活性碳（孔隙體積 1.15 cc/g）置於圓底燒瓶中，在 200°C 下抽真空 1 小時。取 0.49g 硝酸銀溶於 34.5g 的去離子水中，置入超音波震盪器中震盪 3 小時，使硝酸銀與去離子水充份混合。再將此硝酸銀水溶液均勻注入置有已處理之活性碳之圓底燒瓶中，並置於超音波震盪器中震盪 3 小時，以利硝酸銀擴散進入活性碳中。將此活性碳於氮氣環境下於 200°C 鍛燒 1 小時，再於空氣環境下鍛燒 1 小時，得到含有奈米銀之活性碳。

將此含有奈米銀之活性碳稱為成品 A，其電子顯微鏡 (TEM) 影像如第一圖，顯示在擔體上之銀顆粒小於 50nm。

將成品 A 進行 AATCC100 抗菌測試，採用鬚髮癬菌（香港腳黴菌）作為測試對象，並以不含奈米銀之活性碳作為對照組，測試結果如下表所示：

表一 AATCC100 鬚髮癬菌抗菌測試

	接觸 0 小時之菌數 (CFU/g)	接觸 24 小時之菌數 (CFU/g)	滅菌率 (%)
對照組	1.2×10^5	4.5×10^6	
成品 A	6.5×10^4	$<1.0 \times 10^2$	99.9

將成品 A 進行 AATCC100 抗菌測試，採用金黃色葡萄球菌作為測試對象，並以不含奈米銀之活性碳作為對照組，測試結果如下表所示：

表二 AATCC100 金黃色葡萄球菌抗菌測試

	接觸 0 小時之菌數 (CFU/g)	接觸 24 小時之菌數 (CFU/g)	滅菌率 (%)
對照組	1.6×10^5	8.1×10^6	
成品 A	1.3×10^5	$<1.0 \times 10^2$	99.9

將成品 A 進行 AATCC100 抗菌測試，採用肺炎桿菌作為測試對象，並以不含奈米銀之活性碳作為對照組，測試結果如下表所示：

表三 AATCC100 肺炎桿菌抗菌測試

	接觸 0 小時之菌數 (CFU/g)	接觸 24 小時之菌數 (CFU/g)	滅菌率 (%)
對照組	1.5×10^5	1.3×10^7	
成品 A	1.5×10^5	$<1.0 \times 10^2$	99.9

將成品 A 進行 AATCC100 抗菌測試，採用大腸桿菌作為測試對象，並以不含奈米銀之活性碳作為對照組，測試結果如下表所示：

表一 AATCC100 大腸桿菌抗菌測試

	接觸 0 小時之菌數 (CFU/g)	接觸 24 小時之菌數 (CFU/g)	滅菌率 (%)
對照組	1.1×10^5	7.0×10^7	
成品 A	1.2×10^5	$<1.0 \times 10^2$	99.9

由測試結果可知成品 A 對於多種細菌均具有殺菌效果，其滅菌率均可達 99.9%，相較於不含奈米銀之活性碳其菌數不減反增，證明含有奈米銀之活性碳成品 A 確實具有極佳的殺菌功效，顯示本發明可使多孔性擔體具有抗菌之功能。

將成品 A 於 450°C 之氬氣環境下還原 2 小時，製得成品 B。

實施例二：

取 30g 氧化矽（孔隙體積 0.3 cc/g）置於圓底燒瓶中，在 250°C 下抽真空 1 小時。取 0.24g 硝酸銀溶於 9g 的去離子水中，置入超音波震盪器中震盪 2 小時，使硝酸銀與去離子水充份混合。再將此硝酸銀水溶液均勻注入置有已處理之氧化矽之圓底燒瓶中，並置於超音波震盪器中震盪 3 小時，以利硝酸銀擴散進入氧化矽之表面與孔洞中。將此氧化矽於空氣環境下於 250°C 鍛燒 1 小時，再於氬氣環境下鍛燒 1 小時，得到含有奈米銀之氧化矽成品 C。

由以上的 TEM 影像與抗菌測試顯示，本發明之製程確實可以於多孔洞擔體中製備 50nm 以下大小之奈米銀顆粒，

並且其殺菌效果非常顯著。

【圖式簡單說明】

第一圖係為本發明實施例成品 A 之 TEM 影像。

【主要元件符號說明】

無



第一圖

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(一)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：無



100年1月21日修正

100年1月21日修正替換頁

唯上述之製程，大多藉由混合、浸泡、披覆等方式將奈米銀附著於材料之表面，奈米銀於使用後易因脫落而造成殺菌效果逐漸衰退。

再者，目前之製程須藉由繁瑣的加工程序，因此工業成本相當高，而無法廣泛應用於各種物品上，經濟效益即打了折扣。

【發明內容】

為此，本發明人乃思及，應將奈米銀長時間附著於物品之表面，而非僅藉由樹脂或黏著劑而附著於物品表面，以期獲得極佳且長效的殺菌效果，因此即以改善製程作起，若藉由一套完善的製程，形成奈米銀並得以附著於多孔性材料上，即可發揮極佳的殺菌功效，並使工業加工成本大幅降低。

因此本發明設計之主要目的，在於提供一種「於多孔洞擔體製備奈米銀之製程」，該製程係先使具多孔洞之擔體含浸於含銀之鹽類前驅物溶液中，使擔體表面與孔洞充滿含銀之鹽類前驅物溶液，並藉由乾燥程序，使擔體之溶劑去除，並使鹽類均佈分散於擔體之表面或孔洞中，之後再經過鍛燒程序，使銀成份充份結合於擔體之表面或孔洞中，而後再經氧化還原程序，即於擔體之表面或孔洞中形成氧化銀及銀型態之奈米銀粒子，而可製備 50nm 以下之奈米級銀顆粒於多孔洞擔體中。

而因奈米銀分散於擔體間且為奈米大小，因此與細菌接觸面積廣且有效活性中心多，故當含有奈米銀之多孔洞

100年1月21日修正

100年1月21日修正替換頁

擔體應用於製成各種物品時，即可發揮獨特的抗菌機理，迅速殺死細菌，並使其喪失繁殖能力，同時本發明之製程步驟相當精簡，可降低製造成本，有助於將抗菌物品推廣至一般消費大眾，改善居家生活環境。

【實施方式】

本發明主要是提供「於多孔洞擔體製備奈米銀之製程」，該製程主要是針對多孔洞擔體而設計，該多孔洞擔體包含了活性碳、沸石、氧化鎂、白土、氧化鋁、氧化矽、滑石粉、氧化鈦或氧化鋯等多種材質，而上述多孔洞擔體之孔隙體積從 $0.01 \text{ cc/g} \sim 1.5 \text{ cc/g}$ ，表面積則從 $0.01 \text{ m}^2/\text{g} \sim 1500 \text{ m}^2/\text{g}$ 之間，而本發明之製程包含以下步驟：

前處理多孔洞擔體：將上述之多孔洞擔體於 $70^\circ\text{C} \sim 450^\circ\text{C}$ 之間進行真空處理，除去孔洞內雜質以使其更容易吸附銀成份；

前處理含銀之鹽類前驅物溶液：將含銀之鹽類前驅物溶於溶劑中，此溶劑包括水、酒精、異丙醇等，並以超音波震盪器震盪以促進含銀之鹽類前驅物溶解，該含銀之鹽類前驅物可為硝酸銀、氯化銀、草酸銀或醋酸銀等，該含銀之鹽類前驅物溶液之含銀濃度可為 $0.001\text{wt}\% \sim 10\text{wt}\%$ ；

含浸多孔洞擔體於含銀之鹽類前驅物溶液中：將上述之多孔洞擔體含浸於含銀之鹽類前驅物溶液中，含浸時可以超音波震盪器震盪多孔洞擔體與含銀之鹽類前驅物溶液，以利含銀之鹽類前驅物擴散進入多孔洞擔體之孔洞中，使多孔洞擔體之表面與孔洞充滿含銀之鹽類溶液；

乾燥多孔洞擔體：將上述已含浸於含銀之鹽類前驅物溶液中之多孔洞擔體進行乾燥處理，其可為熱乾燥（ 50°C ～ 300°C 之間）、自然乾燥或真空乾燥，使多孔洞擔體中之溶劑成份得以去除，並使含銀之鹽類成分均勻分散於多孔洞擔體之孔隙及表面；

鍛燒多孔洞擔體：將多孔洞擔體進行鍛燒，此鍛燒係在氮氣的環境中進行，鍛燒溫度為 50°C ～ 600°C 之間，進行時間為0.5小時～48小時之間，藉由氮氣中的鍛燒程序可使銀成份以奈米銀的形式充份結合於多孔洞擔體中；而後於空氣中再進行二次鍛燒，鍛燒溫度為 50°C ～ 500°C 之間，進行時間為0.5小時～48小時之間，藉由空氣中的鍛燒程序可使銀氧化成氧化銀而準備進行還原程序；多孔洞擔體之鍛燒亦可先於空氣環境中進行，而後於氮氣中進行二次鍛燒；

還原奈米銀：之後將奈米銀還原，其為將鍛燒後之多孔洞擔體置於 100°C ～ 500°C 間之氮氣環境中還原，藉此還原步驟即可於擔體之表面與孔洞中形成銀型態之奈米銀粒子。

而藉由上述之製程，主要是使銀成份微細化至奈米銀之微粒型態，並使奈米銀得以充份分散於多孔洞擔體之表面或孔洞中，而當含有奈米銀之多孔洞擔體應用於製造各式物品時，如口罩、濾水器濾材、化粧品、紡織品、嬰幼兒用品、冰箱與電器之濾材等等，即可發揮極佳的殺菌效果。

100年1月21日修正替換頁

(100年1月21日)修正

五、中文發明摘要：

一種於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其係將多孔洞擔體含浸於含銀之鹽類前驅物溶液中，之後再經乾燥、鍛燒、氧化還原等步驟，使奈米銀顆粒極佳地充份結合於多孔洞擔體之表面與孔洞中，因奈米銀可使細菌的酵素失去活性，而使多孔洞擔體具有極佳的殺菌效果，且於殺菌過程中，奈米銀不易脫落，當藉由該含奈米銀之擔體可應用於口罩、濾水器濾材、化粧品、嬰幼兒用品等時，可發揮其殺菌之實質效益。

六、英文發明摘要：

This invention is a newly developed process for preparing nano-silver on a porous support. The silver was well distributed around the pore of the support by the impregnation method. It was calcined, dried and reduced after impregnation. The 50 nm size silver was formed around the pore of the support. The nano-silver is a bactericide and anti-microbial. It could be applied to mask, filter for water treatment, filter for air-conditional, medical device, cosmetics and infant goods.

九、申請專利範圍：

1. 一種於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其係包括以下的步驟：

令多孔洞擔體於 $70^{\circ}\text{C} \sim 450^{\circ}\text{C}$ 之間進行真空處理；

含浸多孔洞擔體於含銀之鹽類前驅物溶液中，其中該含銀之鹽類前驅物溶液之含銀濃度為 $0.001\text{wt}\% \sim 10\text{wt}\%$ ；

乾燥多孔洞擔體；

分別於氮氣與空氣環境下鍛燒多孔洞擔體，鍛燒溫度為 $50^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$ 之間，進行時間為 0.5 小時 \sim 48 小時之間；以及

於鍛燒步驟後，將多孔洞擔體置於氫氣中還原，還原溫度為 $100^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$ 之間。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其中的多孔洞擔體係選自於以下之群組：活性碳、沸石、氧化鎂、白土、氧化鋁、氧化矽、滑石粉、氧化鈦或氧化鋯；多孔洞擔體之孔隙體積從 $0.01 \text{ cc/g} \sim 1.5 \text{ cc/g}$ ，表面積則從 $0.01 \text{ m}^2/\text{g} \sim 1500 \text{ m}^2/\text{g}$ 之間。

3. 如申請專利範圍第 1 或 2 項所述之於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其中的含銀之鹽類前驅物係選自於以下之群組：硝酸銀、氯化銀、草酸銀及醋酸銀。

4. 如申請專利範圍第 3 項所述之於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其中於含浸步驟時，以超音波震盪器震盪多孔洞擔體與含銀之鹽類前驅物溶液。

100 | 2 | 修正
年 月 日

5. 如申請專利範圍第4項所述之於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其中的乾燥步驟為 50°C ～ 300°C 之間的熱乾燥。

6. 如申請專利範圍第5項所述於多孔洞擔體製備奈米銀之製程，其中的含銀之鹽類前驅物在含浸步驟前，以超音波震盪器震盪以促進銀之前驅物的溶解。

十、圖式：

如次頁