

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

305 968

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C01B 33/12 (2006.01)
C01B 13/32 (2006.01)
B09B 3/00 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2015-210**
(22) Přihlášeno: **26.03.2015**
(40) Zveřejněno: **25.05.2016**
(Věstník č. 21/2016)
(47) Uděleno: **13.04.2016**
(24) Oznámení o udělení ve věstníku: **25.05.2016**
(Věstník č. 21/2016)

(56) Relevantní dokumenty:

RU 2191159 C; US 4214920 A; CN 1063087 A; WO 0158808 A; WO 2012148561 A.

- (73) Majitel patentu:
Technická univerzita v Liberci, Liberec 1, CZ
- (72) Původce:
doc. Ing. Dora Kroisová, Ph.D., Liberec 1, CZ
Ing. Mateusz Fijalkowski, Ph.D., 25-553 Kielce, PL
Ing. Kinga Adach, Ph.D., 99-400 Lowicz, PL
Ing. Janusz Skolimowski, Ph.D., 94-120 Łódź, PL
- (74) Zástupce:
STRNAD Patentová a známková kancelář, Ing.
Václav Strnad, Rychtářská 375/31, 460 14 Liberec
14

pH 7 a následně osuší. Takto získané nanočástice biomorfního oxidu křemičitého z rozkladného procesu se nadále uchovávají buď ve vodném roztoku, nebo se vysuší na prášek.

(54) Název vynálezu:

Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého z rostlinných částí charakteristických jeho vysokým obsahem

(57) Anotace:

Podstata metody získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého z rostlinných částí spočívá v tom, že rostlinné části se bez jakékoliv předchozí úpravy vloží do nádoby mikrovlnného reaktoru o mikrovlnném výkonu maximálně 1500 W s obsahem 65% kyseliny dusičné nebo s obsahem lučavky královské tvořené směsí tří dílů 65% kyseliny dusičné a jednoho dílu 38% kyseliny chlorovodíkové po dobu 50 minut až 70 minut. Následná rozkladná reakce vložených rostlinných částí probíhá ve třech časových kontinuálních úsecích, kdy v prvním časovém úseku 15 minut se realizuje náběh teploty v mikrovlnném reaktoru na hodnotu 190 °C až 230 °C, růst tlaku na hodnotu 5,5 MPa při maximálním výkonu mikrovlnného reaktoru 1500 W, načež následuje vlastní rozklad rostlinného materiálu probíhající po dobu 20 minut až 40 minut při teplotě 230 °C, tlaku 5,5 MPa a mikrovlnném výkonu reaktoru v rozmezí 600 W až 750 W. Po vypnutí mikrovlnného zdroje se ve zbývajícím třetím časovém úseku ponechá klesnout teplota na hodnotu cca 75 °C a tlak na hodnotu cca 0,5 MPa a získané aglomeráty nanočástic biomorfního oxidu křemičitého se promyjí destilovanou vodou do hodnoty

CZ 305968 B6

Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého z rostlinných částí charakteristických jeho vysokým obsahem

5 Oblast techniky

Vynález se týká způsobu rozkladu rostlinných částí a získání nanočástic oxidu křemičitého, které jsou v těchto rostlinných částech obsažené. Určité druhy rostlin například *Equisetophyta* nebo *Oryza sativa* a zejména některé jejich části jako stonky nebo obaly zrn obsahují značné množství oxidu křemičitého. Tento oxid ve formě částic nanometrových rozměrů vytváří mikroskopicky pozorovatelné prostorové struktury charakteristické pro jednotlivé druhy rostlin, které zůstávají zachovány i po odstranění organické fáze. Oxid křemičitý je současně doprovázen dalšími ionty, jako jsou draslík, sodík, vápník, hliník, hořčík. Ty jsou důležité pro růst rostlin a rostlina je schopna je absorbovat svým kořenovým systémem z půdních roztoků. Odstraněním organické fáze, která je s nanočásticemi oxidu křemičitého pevně spojena a odstraněním shora uvedených doprovodných iontů, pro konečný produkt nežádoucích iontů, jsou získány nanočástice oxidu křemičitého – siliky charakteristických rozměrů, čistoty, měrného povrchu a struktury.

20 Dosavadní stav techniky

Tvorba oxidu křemičitého – siliky živými organismy, rostlinami i živočichy, je podmíněna existencí vodného prostředí a probíhá z nenasyceného roztoku kyseliny křemičité, při atmosférickém tlaku a v teplotním intervalu od 4 °C do 40 °C. Tato biologická produkce dosahuje ročně gigatun a převyšuje tak současnou průmyslovou výrobu siliky. Procesy, kterými ke vzniku siliky v rostlinách dochází, jsou předmětem rozsáhlých výzkumů. Je zřejmé, že organické prostředí s obrovským spektrem bílkovin, uhlovodíků, tuků, iontů kovů a fenolických sloučenin, ve kterém tyto procesy probíhají je natolik komplikované, že jeho napodobení dosud nebylo úspěšné.

Nejjednodušší forma siliky je monomer kyseliny orthokřemičité, vytvořené z křemíku, který je obklopen čtyřmi hydroxylovými skupinami ve formě tetraedru. Jedná se o všudypřítomnou sloučeninu nacházející se v půdě v nízké koncentraci jen několika mg/kg. Právě v této formě jsou rostliny schopné křemík získávat z půdního roztoku a akumulovat jej. V případě, že jeho koncentrace v rostlině přesáhne hodnotu 100 až 200 mg/kg dochází k procesu polykondenzace. Polykondenzační reakce vedou k polymerizaci monomeru a tvorbě stabilních zárodků s kritickou velikostí. Dále dochází k narůstání zárodků do tvaru sférických částic, agregaci částic do formy rozvětvených řetězců nebo strukturních motivů. Jakmile částice dosáhnou velikosti 1 až 3 nm, (takto jsou v přírodě nacházeny), dojde k vytvoření záporného náboje. Nabité částice pak interagují s prostředím, které je obklopuje. Tímto prostředím je stěna rostlinné buňky, ke které jsou částice vázány. Proces kondenzace siliky je ovlivňován mnoha různými faktory jako je koncentrace kyseliny křemičité, teplota, pH, přítomnost doprovodných iontů. Ve všech případech materiál, který je rostlinou utvářen, je tvořen tetraedry SiO_4 s variabilními vazebnými úhly O–Si–O a délkami vazeb Si–O. Materiál je v rozměru 1 nm amorfní. Obsahuje hydroxylové skupiny a podle reakčního prostředí a typu organismu, ve kterém se silika formuje, se liší různými parametry.

Mezi strukturami vytvářenými z nanočástic siliky jsou velké rozdíly v závislosti na druzích rostlin. Silika prostupuje celou strukturou rostliny nebo vytváří povrchové a podpovrchové vrstvy, které mají typickou ochrannou funkci, jak bylo identifikováno například při studiu rýžových slupek. Tloušťka takových vrstev se pohybuje řádově v jednotkách mikrometrů. Vrstvy jsou vytvářeny nanostrukturovanými částicovými útvary o rozměrech v rozmezí 10 až 60 nm. Vrstev může být nad sebou několik a jsou jasně rozlišitelné.

Z hlediska chemického složení je silika v rostlinách většinou doprovázena dalšími ionty v různých koncentracích – sodíkem, draslíkem, vápníkem, hořčíkem, hliníkem. Tyto ionty jsou důležité pro růst rostliny, ale jsou nevhodné z hlediska získávání nanočástic oxidu křemičitého jako

produktu rozkladného procesu neboť snižují jeho čistotu, zvětšují velikost částic a snižují měrný povrch. Částice siliky jsou velmi pevně svázány s organickou fází, která je obklopuje a která je tvořena v největší míře celulózu, hemicelulózu a ligninem.

- 5 Pro získání nanočástic přírodní tedy biomorfní siliky požadovaných parametrů je zapotřebí odstranit jak nežádoucí doprovodné ionty, tak organickou fází a uvolnit nanočástice siliky z přírodního kompozitního systému, ve kterém zastávají z mechanického hlediska funkci výztuže.

Mezi nejběžnější způsoby zpracování rostlinných zbytků za účelem získání biomorfního oxidu křemičitého s vysokou čistotou, malou velikostí částic a přiměřenou porozitou patří tepelné úpravy následované úpravami chemickými nebo chemické úpravy následované úpravami tepelnými, dále hydrotermální úpravy a biochemické úpravy opět následované tepelnými úpravami. Tepelné úpravy – teploty spalování se pohybují v rozmezích 400 °C až 900 °C, při teplotách nad 1100 °C dochází k přeměně amorfnní siliky v krystalickou. Silika získaná všemi dosud známými způsoby je analogická silice vyráběné průmyslovými procesy při teplotách cca 1700 °C. Všechny metody využívající proces spalování popsán v řadě článků a patentů, např. KR 20130060297–A „Method of preparation high-purity silica derived from rice husk“, RU 2003125691–A „Method of production of silicon dioxide from wastes of rice production and device for realization of this method“, WO 02/092507 A1 „Proces for production of high purity amorphous silica from biogenic materiál“, zahrnují víceetapový postup sestávající z promytí suroviny vodou, její vysušení, dále chemickou úpravu mletých nebo nemletých částí rostlin nutnou k odstranění doprovodných iontů a poté jejich spálení, kterým se zajistí odstranění organické fáze. Pálení rostlinných částí stojí podle navržených technologií na počátku nebo na konci technologického procesu. Chemická předúprava, která je zásadní pro získání výsledného produktu, to je nanostrukturovaného biomorfního oxidu křemičitého s vysokou čistotou, respektive s velmi malým obsahem sloučenin sodíku, draslíku, vápníku, hořčíku a hliníku, je prováděna obvykle kyselinou chlorovodíkovou, dalšími alternativními činidly jsou kyselina sírová, dusičná a octová. Rostlinné části namleté nebo celistvé jsou vloženy do kyselin a jsou vařeny po dobu několika hodin při teplotě vyšší než 100 °C. Odstranění výše zmíněných doprovodných iontů je velmi důležité, neboť způsobují na jedné straně snížení teploty destrukce rostlinných zbytků – chovají se jako tavidla, což by bylo ekonomicky výhodné, na druhé straně způsobují spékání rostlinných zbytků a mají negativní vliv na velikost získaných částic a velikost jejich pórů. Termogravimetrickými analýzami byly identifikovány teploty, při kterých dochází k degradaci celulózy, hemicelulózy a ligninu, složek, které jsou hlavní součástí rostlinných zbytků. Teploty se pohybují v rozmezí 300 °C až 600 °C. Kompletní degradace organické fáze nastává při teplotách cca 650 °C, zůstává popel, který je více nebo méně znečištěn sodíkem, draslíkem, vápníkem, hořčíkem, hliníkem a fosforem a to podle způsobu provedené předúpravy. Procesy předúpravy a pálení slupek jsou ověřeny a zdokumentovány v řadě odborných publikací. Podle literární rešerše byly tyto způsoby získávání siliky popsány pro různé druhy rostlin obsahujících ve svých rostlinných částech vyšší množství oxidu křemičitého jako přesličky, rýžové slupky a stonky, stonky cukrové třtiny. Analytické metody běžně využívané k popisu velikosti částic, chemického složení, měrného povrchu, porozity, určení typu vazeb na povrchu oxidu křemičitého jsou SEM, EDX, TGA, FT-IR, BET, TEM, RTG.

45

Podstata vynálezu

Podstatou řešení podle vynálezu je přidání anorganické kyseliny nebo směsi kyselin o vhodné koncentraci k neupraveným rostlinným částem jako jsou rýžové slupky, rýžové stonky, různé druhy přesličky, osiny ječmene charakteristické vysokým obsahem oxidu křemičitého o hmotnosti adekvátní množství kyseliny a zajištění průběhu reakce při vhodné teplotě, tlaku a mikrovlnném působení. Následkem působení kyseliny nebo směsi kyselin při vhodné teplotě, tlaku a působení mikrovln dochází v průběhu času k rozkladu organické fáze – celulózy, hemicelulózy, ligninu a dalších. Současně s rozkladem organické fáze jsou odstraňovány nežádoucí doprovodné ionty draslík, sodík, vápník, hliník, hořčík. Produktem rozkladného procesu jsou nanočástice bio-

55

5 morfního oxidu křemičitého, které jsou promyty a převedeny do vodného roztoku, následně mohou být vysušeny do formy prášku. Fyzikálně–chemická podstata rozkladného procesu je pro provedení způsobu podle vynálezu zásadní. Při procesu dochází k současnému rozkladu organické fáze a také k odstranění doprovodných iontů nežádoucích prvků během jednoho kroku bez nutnosti předchozí mechanické, fyzikální nebo chemické předúpravy vstupní suroviny.

10 Podstatou rozkladu organické fáze jsou oxidačně–redukční reakce, které jsou dosaženy působením koncentrované kyseliny dusičné nebo lučavky královské. Při působení kyselin dochází současně k odstraňování nežádoucích doprovodných iontů, které jsou vylučovány v roztoku ve formě solí. Podle vynálezu se rostlinné části vloží do nádoby mikrovlnného reaktoru o mikrovlnném výkonu maximálně 1500 W s obsahem 65% kyseliny dusičné nebo s obsahem lučavky královské tvořené směsí tří dílů kyseliny dusičné 65% a jednoho dílu kyseliny chlorovodíkové 38% po dobu 50 minut až 70 minut, přičemž rozkladná reakce vložených rostlinných částí probíhá ve třech časových kontinuálních úsecích. V prvním časovém úseku 15 minut práce mikrovlnného reaktoru se realizuje náběh teploty v mikrovlnném reaktoru na hodnotu 190 °C až 230 °C, růst tlaku na hodnotu 5,5 MPa při maximálním výkonu mikrovlnného reaktoru 1500 W. Následuje vlastní rozklad rostlinného materiálu probíhající po dobu 20 minut až 40 minut při teplotě 230 °C, tlaku 5,5 MPa a mikrovlnném výkonu reaktoru v rozmezí 600 W až 750 W. Třetí kontinuální fázi je vypnutí mikrovlnného zdroje a ve zbývajícím časovém úseku se ponechá klesnout teplota v reaktoru na hodnotu cca 75 °C a tlak na hodnotu cca 0,5 MPa a získané aglomeráty nanočástic biomorfního oxidu křemičitého se promyjí destilovanou vodou do hodnoty pH 7 a následně osuší. V průběhu tohoto rozkladného procesu s použitím kyseliny dusičné nebo lučavky královské se současně odstraní nežádoucí ionty draslíku, hořčíku, sodíku, vápníku a hliníku a také organická fáze rostlinných částí.

25 Vstupní surovina, která má být podrobena fyzikálně–chemickému rozkladu, nemusí být předem zpracována mletím, nemusí být promývána vodou ani jinými rozpouštědly a nemusí být dodatečně sušena. Bylo zjištěno, že díky prostoru mezi volně nasypnými slupkami např. rýže dochází k rozkladné reakci snáze a získaný prášek ve formě nanočástic biomorfního oxidu křemičitého se 30 jeví jako jemnější.

Vlastní rozkladný proces spolu s procesem na odstranění nežádoucích doprovodných iontů prvků probíhá v přítomnosti výše zmíněných kyselin za podmínek, které jsou dosaženy v mikrovlnném reaktoru při jeho výkonu minimálně 600 W až 750 W, při teplotě 190 °C až 230 °C a tlaku maximálně 5,5 MPa.

40 Produktem uvedených procesů jsou aglomeráty nanočástic biomorfního oxidu křemičitého o velikosti desítek nanometrů. Částice jsou uchovávány pro následující zpracování ve vodném roztoku nebo mohou být vysušeny do formy prášku.

45 Odzkoušeny byly hmotnostní poměry rostlinných částí s užitým množstvím kyselin. V případě užití kyseliny dusičné o koncentraci 65 % bylo použito na 0,8 g až 1,2 g rostlinných částí 10 ml až 14 ml kyseliny dusičné o koncentraci 65 %. Také na shodné množství rostlinných částí bylo použito 10 ml až 14 ml lučavky královské.

50 Nanočástice biomorfního oxidu křemičitého získané postupem podle vynálezu byly charakterizovány z hlediska velikosti částic a jejich čistoty a dále také porovnány s komerčně dodávaným produktem. Pro charakterizaci byly použity uvedené analytické metody a to rastrovací elektronová mikroskopie, FT–IR, EDX analýza.

Objasnění výkresů

55 Postup získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého podle vynálezu je blíže objasněn na připojených výkresech, na nichž značí obr. 1 grafické znázornění rozkladného procesu probíhající-

cího v nádobě mikrovlnného reaktoru, přičemž vlastní rozkladný proces sestává ze tří kontinuálních úseků charakterizovaných průběhem mikrovlnného výkonu reaktoru v závislosti na průběhu teplot a tlaků v reaktoru, obr. 2 snímek z rastrovací elektronové mikroskopie s biomorfním oxidem křemičitým získaným rozkladem rostlinného materiálu, znázorněny jednotlivé částice a shluky biomorfního oxidu křemičitého, obr. 3 pomocí EDX analýzy chemické složení biomorfního oxidu křemičitého získaného rozkladem rostlinného materiálu s obsahem prvků C, O a Si a obr. 4 porovnání jednotlivých chemických vazeb charakteristických pro SiO_2 získaných pomocí FT-IR analýzy, kde průběh označený (A) platí pro synteticky vyrobený oxid křemičitý Cab-O-Sil, průběh označený (B) se týká nanočástic biomorfního oxidu křemičitého získaných rozkladem celých rýžových slupek v HNO_3 65 % a průběh označený (C) se týká nanočástic biomorfního oxidu křemičitého získaných rozkladem celých rýžových slupek v lučavce královské tvořené směsí 3 díly HNO_3 65 % + 1 díl HCl 38 %.

15 Příklady uskutečnění vynálezu

Příklad 1

20 Nanočástice biomorfního oxidu křemičitého byly připraveny přidáním 12 ml kyseliny dusičné o koncentraci 65 % do 1 g rýžových slupek. Slupky ponořené v kyselině byly vloženy do nádoby mikrovlnného reaktoru, ve kterém probíhala rozkladná reakce po dobu 1 hod. při teplotě v rozmezí 190 °C až 230 °C, maximálním tlaku 5,5 MPa (55 bar) a mikrovlnném výkonu maximálně 1500 W – viz obr. 1, kde průběh označený písmenem (A) představuje mikrovlnný výkon reaktoru
25 při rozkladném procesu, průběh označený písmenem (B) představuje tlak při rozkladném procesu a průběh označený písmenem (C) představuje teplotu při rozkladném procesu. Proces probíhající v nádobě mikrovlnného reaktoru sestával ze tří kontinuálních úseků. Prvním úsekem realizovaným v časovém intervalu 15 minut je náběh teploty na hodnotu 230 °C, růst tlaku na hodnotu 5,5 MPa (55 bar) při maximálním výkonu mikrovlnného reaktoru 1500 W. Druhým úsekem je
30 vlastní rozklad rostlinného materiálu probíhající po dobu 30 minut při teplotě 230 °C, tlaku 5,5 MPa (55 bar) a mikrovlnném výkonu 600 W až 750 W. Třetím úsekem probíhajícím po dobu 15 minut po vypnutí mikrovlnného zdroje je pokles teploty na hodnotu 75 °C a pokles tlaku na hodnotu 0,5 MPa (5 bar). Aglomeráty nanočástic biomorfního oxidu křemičitého získané výše popsaným rozkladným procesem jsou zbaveny nežádoucích doprovodných iontů draslíku, sodíku, vápníku, hliníku, hořčíku a neobsahují žádné zbytky organické fáze. Produkt rozkladu byl
35 promyt destilovanou vodou do hodnoty pH 7 a následně vysušen. Získané částice biomorfního oxidu křemičitého byly charakterizované pomocí FT-IR, SEM, EDX analýzy – viz obr. 2 s jednotlivými částicemi biomorfního oxidu křemičitého a s jejich shluky, obr. 3 s údaji o chemickém složení získaného biomorfního oxidu křemičitého, kde jeho chemické složení je udáno jednak
40 v hmotnostních procentech a jednak v atomových procentech, přičemž přítomnost uhlíku je způsobena pouze fixací prášku při EDX analýze. Obsah kyslíku a křemíku v hmotnostních procentech a v atomových procentech udává tabulka pod obr. 3. V provedení podle obr. 4 jsou mezi sebou porovnány chemické vazby charakteristické pro oxid křemičitý, kde na horizontální osu jsou vyneseny údaje o vlnočtech a na osu svislou údaje o normalizované absorpenci. Průběh
45 označený písmenem (A) udává údaje o synteticky vyrobeném oxidu křemičitém, zatímco průběh označený písmenem (B) se týká nanočástic biomorfního oxidu křemičitého získaných rozkladem celých rýžových slupek v HNO_3 65 %. Porovnáním obou průběhů byla dokázána shodnost obou získaných vzorků. Získané částice biomorfního oxidu křemičitého byly charakterizované pomocí FT-IR, SEM, EDX analýzy – viz obr. 2, 3, 4.

50

Příklad 2

55 Nanočástice biomorfního oxidu křemičitého byly připraveny přidáním 12 ml lučavky královské (směs 3 díly kyseliny dusičné 65 % + 1 díl kyseliny chlorovodíkové 38 %) do 1 g rýžových

slupek. Slupky ponořené v kyselině byly vloženy do nádoby mikrovlnného reaktoru, ve kterém probíhala rozkladná reakce po dobu 1 hod. při teplotě v rozmezí 190 °C až 230 °C, maximálním tlaku 5,5 MPa (55 bar) a mikrovlnném výkonu maximálně 1500 W – viz obr. 1, kde průběh označený písmenem (A) představuje mikrovlnný výkon reaktoru při rozkladném procesu, průběh označený písmenem (B) představuje tlak při rozkladném procesu a průběh označený písmenem (C) představuje teplotu při rozkladném procesu. Vlastní proces probíhající v nádobě mikrovlnného reaktoru sestával ze tří kontinuálních úseků. Prvním úsekem realizovaným v časovém intervalu 15 minut je náběh teploty v mikrovlnném reaktoru na hodnotu 230 °C, růst tlaku na hodnotu 5,5 MPa (55 bar) a to při maximálním výkonu mikrovlnného reaktoru 1500 W. Druhým úsekem je vlastní rozklad rostlinného materiálu probíhající po dobu cca 30 minut při teplotě 230 °C a tlaku 5,5 MPa (55 bar) a mikrovlnném výkonu 600 W až 750 W. Třetím kontinuálním úsekem probíhajícím po dobu 15 minut po vypnutí mikrovlnného zdroje je pokles teploty na hodnotu 75 °C a pokles tlaku na hodnotu 0,5 MPa (5 bar). Aglomeráty nanočástic biomorfního oxidu křemičitého získané výše popsaným rozkladným procesem byly zbaveny nežádoucích doprovodných iontů draslíku, sodíku, vápníku, hliníku, hořčíku a neobsahují také žádné zbytky organické fáze původních slupek. Produkt rozkladu byl promyt destilovanou vodou do hodnoty pH 7 a následně vysušen. Získané částice biomorfního oxidu křemičitého byly charakterizované pomocí FT-IR, SEM, EDX analýzy – viz obr. 2 s jednotlivými částicemi biomorfního oxidu křemičitého a s jejich shluky, obr. 3 s údaji o chemickém složení získaného biomorfního oxidu křemičitého, kde jeho chemické složení je udáno jednak v hmotnostních procentech a jednak v atomových procentech, přičemž přítomnost uhlíku je způsobena pouze fixací prášku při EDX analýze. Obsah kyslíku a křemíku v hmotnostních procentech a v atomových procentech udává tabulka pod obr. 3. V provedení podle obr. 4 jsou mezi sebou porovnány chemické vazby charakteristické pro oxid křemičitý, kde na horizontální osu jsou vyneseny údaje o vlnočtech a na osu svislou údaje o normalizované absorbanci. Průběh označený písmenem (A) udává údaje o synteticky vyrobeném oxidu křemičitém, zatímco průběh označený písmenem (C) se týká nanočástic biomorfního oxidu křemičitého získaných rozkladem celých rýžových slupek v lučavce královské tvořené směsí 3 díly HNO₃ 65 % a 1 díl HCl 38 %. Z porovnání obou průběhů byla doložena shodnost obou získaných vzorků. Získané částice biomorfního oxidu křemičitého byly charakterizované pomocí FT-IR, SEM, EDX analýzy – viz obr. 2, 3, 4.

35

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého z rostlinných částí charakteristických jeho vysokým obsahem, **vyznačená tím**, že rostlinné části se bez jakékoliv předchozí úpravy vloží do nádoby mikrovlnného reaktoru o mikrovlnném výkonu maximálně 1500 W s obsahem 65% kyseliny dusičné nebo s obsahem lučavky královské tvořené směsí tří dílů 65% kyseliny dusičné a jednoho dílu 38% kyseliny chlorovodíkové po dobu 50 minut až 70 minut, přičemž rozkladná reakce vložených rostlinných částí probíhá ve třech časových kontinuálních úsecích, kdy v prvním časovém úseku 15 minut se realizuje náběh teploty v mikrovlnném reaktoru na hodnotu 190 °C až 230 °C, růst tlaku na hodnotu 5,5 MPa při maximálním výkonu mikrovlnného reaktoru 1500 W, načež následuje vlastní rozklad rostlinného materiálu probíhající po dobu 20 minut až 40 minut při teplotě 230 °C, tlaku 5,5 MPa a mikrovlnném výkonu reaktoru v rozmezí 600 W až 750 W, následuje vypnutí mikrovlnného zdroje a ve zbývajícím časovém úseku se ponechá klesnout teplota na hodnotu cca 75 °C a tlak na hodnotu cca 0,5 MPa a získané aglomeráty nanočástic biomorfního oxidu křemičitého se promyjí destilovanou vodou do hodnoty pH 7 a následně osuší.

2. Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého podle nároku 1, **vyznačená tím**, že rostlinné části se smíchají s kyselinou dusičnou o koncentraci 65 % v poměru 0,8 g až 1,2 g rostlinných částí na 10 ml až 14 ml kyseliny dusičné o koncentraci 65 %.

3. Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého podle nároku 1, **v y z n a - č e n á t í m**, že rostlinné části se smíchají s lučavkou královskou v poměru 0,8 g až 1,2 g rostlinných částí na 10 ml až 14 ml lučavky královské.
- 5
4. Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého podle nároku 1, **v y z n a - č e n á t í m**, že v průběhu rozkladného procesu s použitím kyseliny dusičné nebo lučavky královské se současně odstraní nežádoucí ionty draslíku, hořčíku, sodíku, vápníku a hliníku a také organická fáze rostlinných částí.
- 10
5. Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého podle nároku 1, **v y z n a - č e n á t í m**, že nanočástice biomorfního oxidu křemičitého získané z rozkladného procesu se uchovávají buď ve vodném roztoku, nebo se vysuší na prášek.
- 15
6. Metoda získávání nanočástic biomorfního oxidu křemičitého podle nároku 1, **v y z n a - č e n á t í m**, že se použijí rostlinné části charakterizované vysokým obsahem oxidu křemičitého, jako jsou rýžové slupky, rýžové stonky, různé druhy přesličky, osiny ječmene.

20

3 výkresy

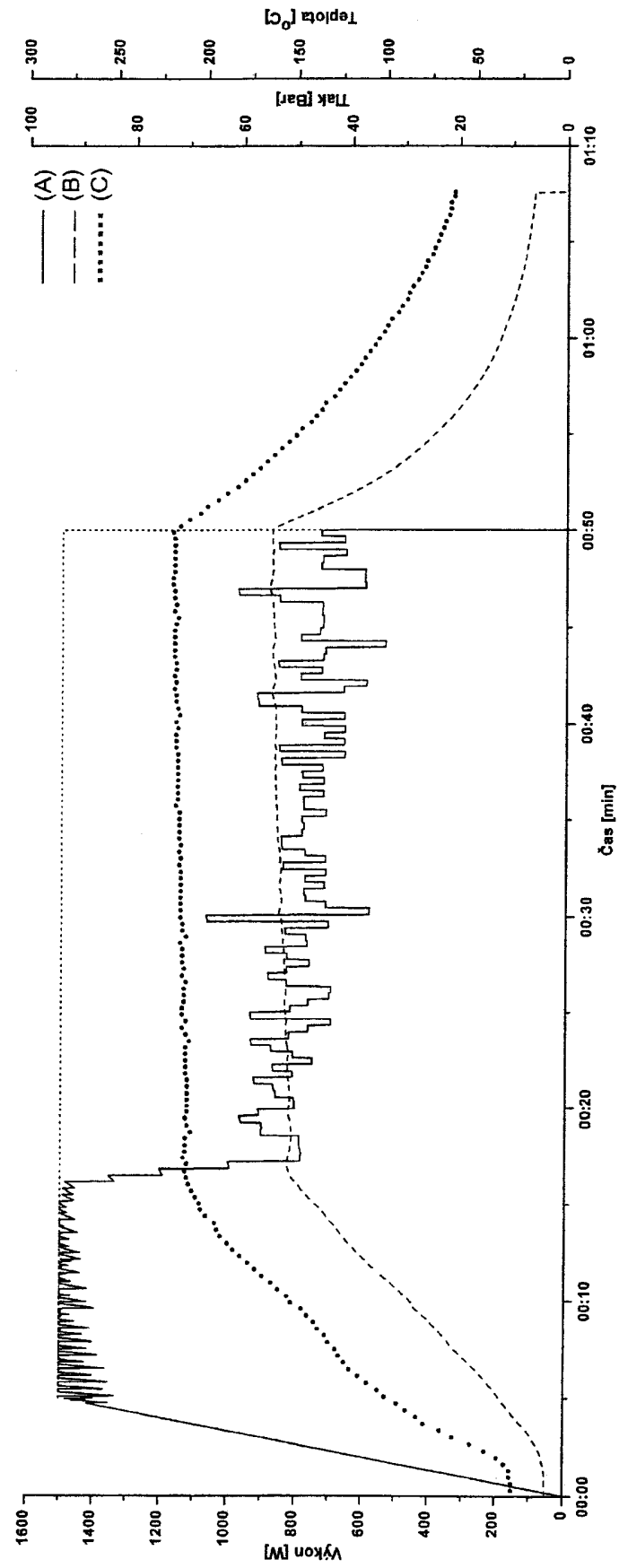


FIG. 1

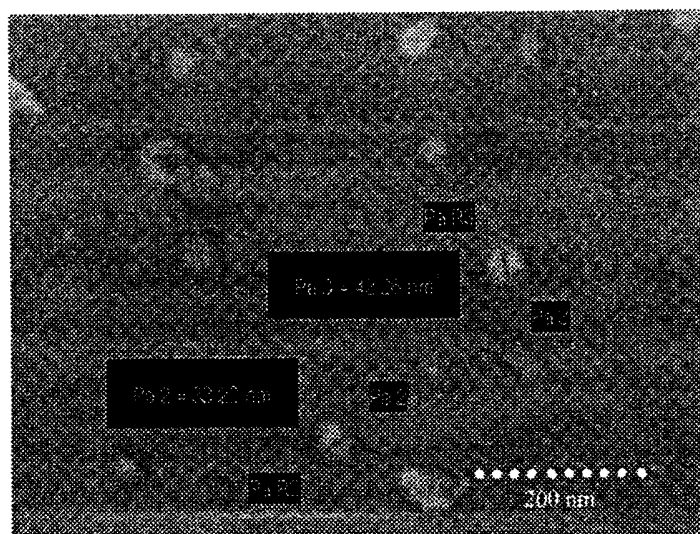
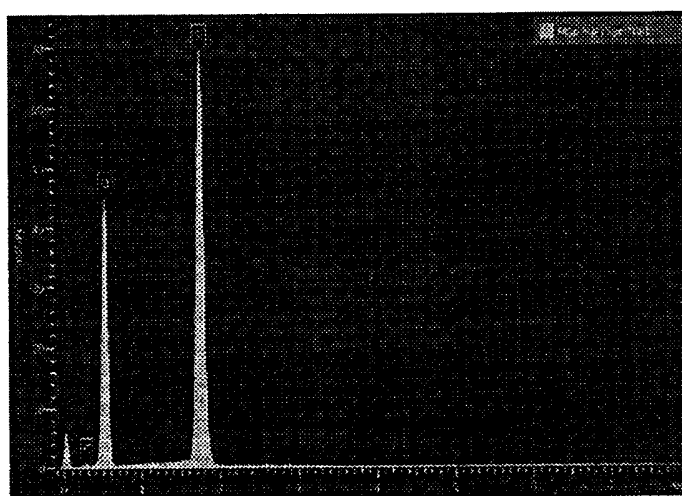


FIG. 2



Prvek	C	O	Si
Obsah prvku v hmotnostních %	3,93	52,17	43,90
Obsah prvku v atomových %	6,34	63,31	30,35

FIG. 3

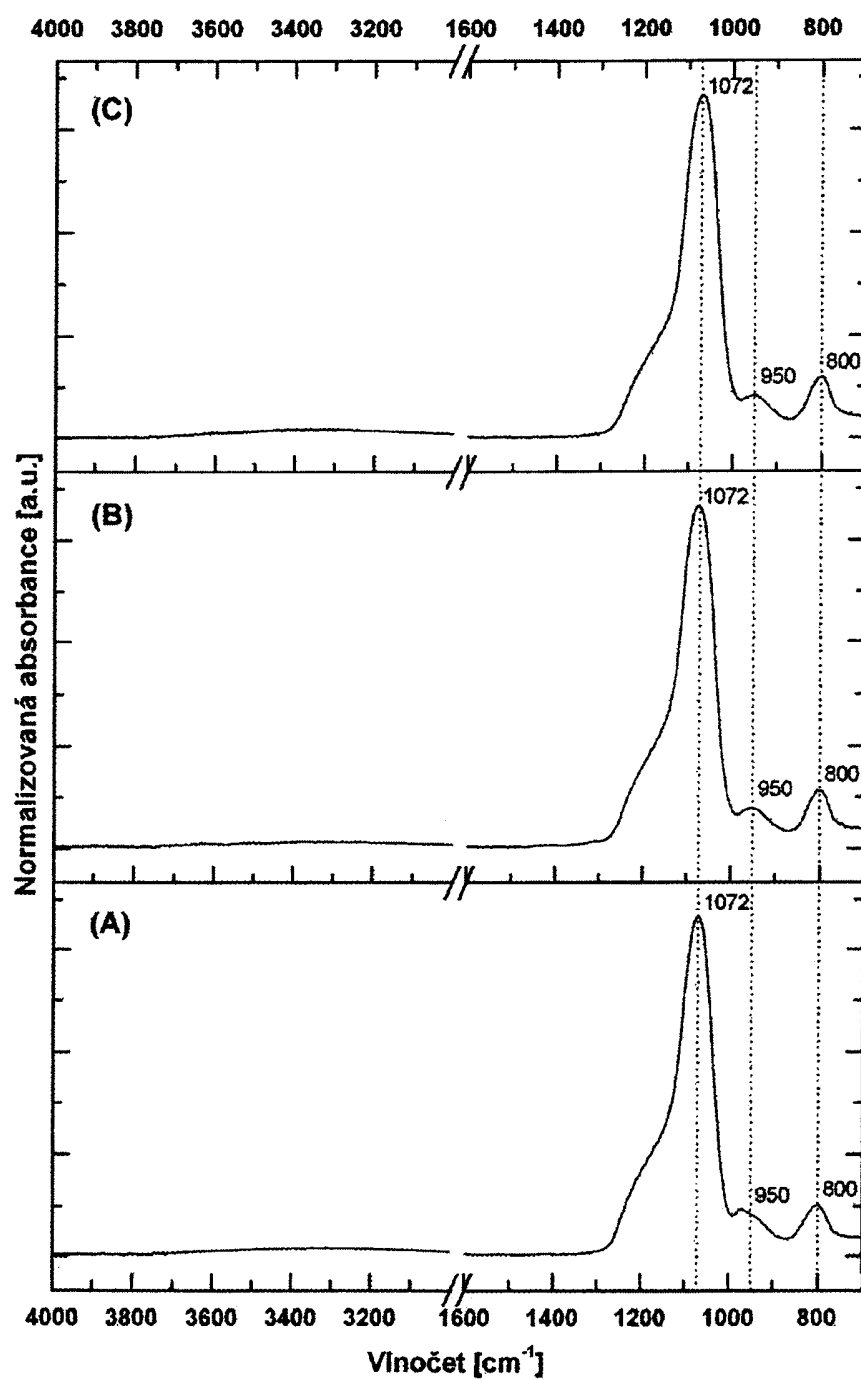


FIG. 4

Konec dokumentu
