

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **228456**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **404955**

(22) Data zgłoszenia: **02.08.2013**

(51) Int.Cl.

**C01G 5/00 (2006.01)**

**B82Y 40/00 (2011.01)**

**B82B 3/00 (2006.01)**

(54)

**Sposób wytwarzania nanocząstek srebra o średnicy 10 nm - 30 nm**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**01.09.2014 BUP 18/14**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**30.03.2018 WUP 03/18**

(73) Uprawniony z patentu:

**POLITECHNIKA WROCŁAWSKA, Wrocław, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**MACIEJ BEŁCIK, Wrocław, PL**

(74) Pełnomocnik:

**recz. pat. Katarzyna Paprzycka**

**PL 228456 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania kulistych nanocząstek srebra o średnicy 10 nm – 30 nm, znajdujących zastosowanie antybakteryjne w przemyśle kosmetycznym, odzieżowym oraz jako środki czyszczące.

Z międzynarodowego zgłoszenia patentowego nr WO2013105531 znany jest sposób wytwarzania nanocząstek srebra z aminy oraz węglowodoru alifatycznego oraz poddaniu ogrzewaniu.

W zgłoszeniu patentowym nr WO2007001453 opisano metodę wytwarzania nanocząstek srebra z wykorzystaniem gliceryny oraz PDDA.

Natomiast w kolejnym międzynarodowym zgłoszeniu patentowym nr WO2011059215 przedstawiono metodę otrzymywania przy pomocy mieszaniny soli srebra i polimeru poddanych mieszaniu przy pomocy drgań o wysokiej prędkości.

Z polskiego opisu patentowego nr PL210388 znany jest sposób wytwarzania nanocząstek srebra na modyfikowanej chemicznie chitynie, o efektywnym działaniu bakteriobójczym i grzybobójczym, przydatnym w przemyśle spożywczym, kosmetycznym oraz farmakologicznym, który polega na tym, że 0,5–20% wagowych wodnego roztworu modyfikowanej chityny miesza się z roztworem azotanu srebra o stężeniu 0,1–10% wagowych, przy czym proces prowadzi się w temperaturze 50–80°C, w czasie 1–20 minut, po czym zawartość studzi się do temperatury otoczenia i mieszając dodaje się 0,01% roztwór kwasu organicznego o właściwościach redukcyjnych, do uzyskania nanocząstek srebra o wielkości ziaren do 100 nm.

Z publikacji R. Patakfalvi and I. Dékány, *Nucleation and growth of silver nanoparticles monitored by titration microcalorimetry*, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 79 (2005) 587–594 znany jest sposób wytwarzania nanocząstek srebra przy użyciu termostatu, bez zastosowania generatora mikrofal.

Natomiast w publikacji Asta Šileikaitė, Igoris Prosyćevaš, Judita Puišo, Algimantas Juraitis, Asta Guobiene, *Analysis of Silver Nanoparticles Produced by Chemical Reduction of Silver Salt Solution*, ISSN 1392–1320 Materials science (medžiagotyra). Vol. 12, No. 4. 2006 ujawniono sposób otrzymywania nanocząstek srebra, gdzie roztwór ogrzewa się do wrzenia i otrzymuje się nanocząstki srebra średnicy 100 nm.

Istotą wynalazku jest sposób wytwarzania nanocząstek srebra o średnicy 10 nm – 30 nm, który polega na tym, że do roztworu azotanu srebra o stężeniu jonów srebra od 5 µg/ml do 500 µg/ml dodaje się 1% roztwór cytrynianu sodu w ilości 0,05% wagowych, następnie tak przygotowany roztwór poddaje się ogrzewaniu w czasie od 20 do 80 min za pomocą generatora mikrofalowego o mocy od 250 W do 450 W przy częstotliwości mikrofal od 2200 do 2700 MHz.

Zaletą wynalazku jest to, że wytworzenie nanocząstek o kulistym kształcie i rozmiarach rzędu 10 nm – 30 nm pozwala na bardziej efektywne ich wykorzystanie poprzez dużą powierzchnię kontaktu nanocząstki w stosunku do jej powierzchni. Zastosowanie do syntezy cytrynianu sodu oraz generatora mikrofal pozwala na zmniejszenie kosztów wytwarzania nanocząstek srebra poprzez wykorzystanie tańszych i łatwiej dostępnych substratów oraz zmniejszenie poboru energii potrzebnej do prowadzenia reakcji.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest bliżej w przykładach realizacji.

### Przykład 1

Do kolby wprowadza się 95 ml roztworu azotanu srebra o całkowitej zawartości jonów srebra 0,5 mg. Następnie do roztworu wprowadza się 5 ml 1% cytrynianu sodu. Roztwór poddaje się ogrzewaniu w generatorze mikrofalowym w czasie 20 minut przy mocy urządzenia 250 W przy częstotliwości mikrofal 2200 MHz, następnie pozostawia do ostygnięcia. Produktem tak przeprowadzonej reakcji są nanocząstki kuliste o rozmiarach około 10 nm.

### Przykład 2

Do kolby wprowadza się 95 ml roztworu azotanu srebra o całkowitej zawartości jonów srebra 5 mg. Następnie do roztworu wprowadza się 5 ml 1% cytrynianu sodu. Roztwór poddaje się ogrzewaniu w generatorze mikrofalowym w czasie 20 minut przy mocy urządzenia 350 W przy częstotliwości mikrofal 2450 MHz, następnie pozostawia do ostygnięcia. Produktem tak przeprowadzonej reakcji są nanocząstki kuliste o rozmiarach około 14 nm.

### Przykład 3

Do kolby wprowadza się 95 ml roztworu azotanu srebra o całkowitej zawartości jonów srebra 5 mg. Następnie do roztworu wprowadza się 5 ml 1% cytrynianu sodu. Roztwór poddaje się ogrzewaniu

w generatorze mikrofalowym w czasie 40 minut przy mocy urządzenia 350 W przy częstotliwości mikrofal 2450 MHz, następnie pozostawia do ostygnięcia. Produktem tak przeprowadzonej reakcji są nanocząstki kuliste o rozmiarach około 20 nm.

**P r z y k ł a d 4**

Do kolby wprowadza się 95 ml roztworu azotanu srebra o całkowitej zawartości jonów srebra 5 mg. Następnie do roztworu wprowadza się 5 ml 1% cytrynianu sodu. Roztwór poddaje się ogrzewaniu w generatorze mikrofalowym w czasie 60 minut przy mocy urządzenia 350 W przy częstotliwości mikrofal 2450 MHz, następnie pozostawia do ostygnięcia. Produktem tak przeprowadzonej reakcji są nanocząstki kuliste o rozmiarach około 24 nm.

**P r z y k ł a d 5**

Do kolby wprowadza się 95 ml roztworu azotanu srebra o całkowitej zawartości jonów srebra 40 mg. Następnie do roztworu wprowadza się 5 ml 1% cytrynianu sodu. Roztwór poddaje się ogrzewaniu w generatorze mikrofalowym w czasie 60 minut przy mocy urządzenia 450 W przy częstotliwości mikrofal 2700 MHz, następnie pozostawia do ostygnięcia. Produktem tak przeprowadzonej reakcji są nanocząstki kuliste o rozmiarach około 28 nm.

**P r z y k ł a d 6**

Do kolby wprowadza się 95 ml roztworu azotanu srebra o całkowitej zawartości jonów srebra 5 mg. Następnie do roztworu wprowadza się 5 ml 1% cytrynianu sodu. Roztwór poddaje się ogrzewaniu w generatorze mikrofalowym w czasie 80 minut przy mocy urządzenia 450 W przy częstotliwości mikrofal 2700 MHz, następnie pozostawia do ostygnięcia. Produktem tak przeprowadzonej reakcji są nanocząstki kuliste o rozmiarach około 30 nm.

### **Zastrzeżenie patentowe**

1. Sposób wytwarzania nanocząstek srebra o średnicy 10 nm – 30 nm, **znamienny tym**, że do roztworu azotanu srebra o stężeniu jonów srebra od 5 µg/ml do 500 µg/ml dodaje się 1% roztwór cytrynianu sodu w ilości 0,05% wagowych, następnie tak przygotowany roztwór poddaje się ogrzewaniu w czasie od 20 do 80 min za pomocą generatora mikrofalowego o mocy od 250 W do 450 W przy częstotliwości mikrofal od 2200 do 2700 MHz.

