



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0026189

(51)⁷ B01J 35/02; B32B 9/00; C09D 7/12;
C09D 5/14; C09D 5/16; B01J 23/89;
C09D 201/00

(13) B

(21) 1-2009-00849

(22) 26/09/2007

(86) PCT/JP2007/068616 26/09/2007

(87) WO2008/038643A1 03/04/2008

(30) 2006-263652 28/09/2006 JP

(45) 25/11/2020 392

(43) 25/03/2010 264A

(73) TOTO LTD. (JP)

1-1, Nakashima 2-Chome, Kokura-Kita-Ku, Kita-Kyusyu-Shi, Fukuoka-Ken, Japan

(72) Taketoshi KURODA (JP); Hiroyuki IZUTSU (JP); Isamu YAMAGUCHI (JP);
Yoshiyuki NAKANISHI (JP).

(74) Công ty TNHH Ban Ca (BANCA)

(54) SOL TITAN OXIT QUANG XÚC TÁC VÀ CHẾ PHẨM BAO NGOÀI

(57) Mục đích của sáng chế là đề xuất sol titan oxit quang xúc tác mà thể hiện đặc tính kháng vi khuẩn ở nơi bóng tối và, cụ thể là, đề cập đến sol titan oxit quang xúc tác ổn định và không gây biến màu bởi ánh sáng mặc dù chứa bạc, và đề cập đến chế phẩm bao ngoài và thành phần sử dụng chúng. Sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế được đặc trưng bằng cách bao gồm bạc, đồng và amoni bậc bốn hydroxit. Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác có sol titan oxit quang xúc tác được phân tán trong chất gắn kết. Hơn nữa, thành phần này bao gồm bao ngoài bề mặt của nền bằng chế phẩm bao ngoài quang xúc tác. Sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế có thể chứa bạc kháng vi khuẩn ở mức độ cao bằng cách sử dụng một cách có kỹ năng đồng và amoni bậc bốn hydroxit, và do đó có thể thể hiện hiệu quả kháng vi khuẩn không chỉ ở bóng tối một cách dễ dàng do có bạc, mà cũng có hiệu quả kháng vi khuẩn ở mức độ cao hơn trong cách áp dụng thông thường sự tiết trùng bằng tia tử ngoại bằng cách sử dụng đồng thời sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế và thiết bị tiết trùng bằng tia tử ngoại.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến sol titan oxit quang xúc tác mà thể hiện các đặc tính kháng vi khuẩn ở nơi bóng tối, và cụ thể là, đề cập đến sol titan oxit quang xúc tác có tính ổn định và không gây biến màu bởi ánh sáng mặc dù chứa bạc, và còn đề cập đến chế phẩm bao ngoài.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Người ta đã phát hiện ra rằng titan oxit có hiệu ứng quang xúc tác đó là nó thể hiện chức năng oxy hoá khử để phân huỷ các vật chất có hại và thể hiện các đặc tính kháng vi khuẩn và hiện tượng siêu thấm nước khi được chiếu xạ bằng tia tử ngoại, và các sản phẩm công nghiệp bằng cách sử dụng hiệu ứng này đã được phát triển một cách tích cực. Phản ứng quang xúc tác xảy ra trong vùng lân cận bề mặt của titan oxit, đến nỗi mà trong nhiều trường hợp, các sản phẩm công nghiệp sử dụng titan oxit bằng cách biến nó thành một lớp màng mỏng. Do đó, sol titan oxit được tạo thành từ các hạt titan oxit mịn đã được sử dụng rộng rãi làm nguyên liệu tạo màng mỏng.

Titan oxit thể hiện hiệu quả quang xúc tác nhờ năng lượng ánh sáng như tên gọi của nó chỉ ra, và do đó nó chỉ thể hiện hiệu quả khi được chiếu xạ bằng ánh sáng như ánh sáng mặt trời và ánh sáng của đèn tử ngoại. Liên quan đến các đặc tính chống nhiễm bẩn có nguồn gốc từ các đặc tính siêu thấm nước trong số các hiệu ứng quang xúc tác, các vết bẩn bên ngoài tồn tại trên bề mặt màng mỏng có chức năng quang xúc tác có thể được loại bỏ bằng cách chiếu xạ không liên tục bằng tia tử ngoại mặc dù màng mỏng không được chiếu xạ liên tục bằng tia tử ngoại. Các vật chất gây hại cũng bị phân huỷ chậm bằng cách chiếu xạ bằng ánh sáng không liên tục, trừ phi các vật liệu này gia tăng trong tự nhiên. Tuy nhiên, titan oxit cần được chiếu xạ liên tục bằng tia tử ngoại để duy trì các đặc tính kháng vi khuẩn và hiệu quả khử mùi, bởi vì các vi khuẩn và mùi hôi gia tăng và lan rộng khi titan oxit không thể hiện hiệu quả quang xúc tác. Khi chất quang xúc tác được tích hợp trong sản phẩm mà có thể được chiếu xạ

bằng ánh sáng liên tục như thiết bị làm sạch không khí và dụng cụ làm sạch, sản phẩm này có thể được chiếu sáng thường xuyên. Tuy nhiên, các vật liệu xây dựng được sử dụng ở trong nhà hoặc ngoài trời hoặc các sản phẩm tiện nghi liên quan khác không có nguồn sáng của riêng chúng, đến nỗi chất quang xúc tác không hoạt động ở nơi bóng tối tức là nơi không có ánh sáng mặt trời hoặc ánh đèn. Thực tế này là rắc rối lớn đối với sản phẩm quang xúc tác mà được mong đợi là có các đặc tính kháng vi khuẩn cũng như hiệu quả phân huỷ các vật liệu có hại và ngăn ngừa vết bẩn nhờ chất quang xúc tác, và do đó, chất quang xúc tác rất được mong đợi là có các đặc tính kháng vi khuẩn và hiệu quả phân huỷ ở nơi bóng tối.

Mặt khác, để sản phẩm bộc lộ hiệu quả kháng vi khuẩn ở nơi bóng tối tức là không có ánh sáng ở đó, phương pháp đơn giản nhất và dễ dàng nhất là dùng chất quang xúc tác kết hợp với chất kháng vi khuẩn hơn là chỉ dùng chất quang xúc tác. Có nhiều loại hợp chất khác nhau trong chất kháng vi khuẩn, nhưng khi chất kháng vi khuẩn được sử dụng kết hợp với chất quang xúc tác, cần phải sử dụng chất kháng vi khuẩn được tạo ra từ chất vô cơ, bởi vì chất quang xúc tác phân huỷ các vật chất hữu cơ. Hợp phần kháng vi khuẩn vô cơ bao gồm kim loại như bạc, đồng và kẽm và nhiều sản phẩm công nghiệp đã được phát triển, trong đó hợp phần kháng vi khuẩn vô cơ tồn tại trên bề mặt chất nền thể hiện các đặc tính kháng vi khuẩn.

Tác dụng này của kim loại kháng vi khuẩn cũng có thể được dùng trong chất quang xúc tác. Đặc tính kháng vi khuẩn có thể được thể hiện cho dù có mặt hay không có mặt ánh sáng chiếu xạ, ví dụ bằng cách làm cho chất quang xúc tác và kim loại kháng vi khuẩn tồn tại trên cùng một màng mỏng bao ngoài. Ví dụ, một sản phẩm có thể thể hiện các đặc tính kháng vi khuẩn ở nơi bóng tối do các màng mỏng mà được tạo thành từ các bước bao gồm: tạo màng mỏng quang xúc tác chứa titan oxit trên bề mặt của sản phẩm, sử dụng tiếp dung dịch chứa nước của hợp chất chứa kim loại kháng vi khuẩn như các muối bạc hoặc đồng khác nhau lên bề mặt màng mỏng quang xúc tác, và xử lý nhiệt hoặc xử lý khử dung dịch chứa nước được sử dụng; và nhờ đó có hiệu quả quang xúc tác và đặc tính kháng vi khuẩn do ion kim loại. Tuy nhiên, phương pháp này cần các bước áp dụng dư và làm khô, và hiển nhiên làm gia tăng chi phí sản phẩm. Từ quan điểm công nghiệp, người ta ưu tiên tạo thành màng mỏng bao ngoài bằng cách sử dụng và làm khô một dung dịch hoá học chứa chất quang xúc tác và kim loại kháng vi khuẩn cùng một lúc. Do đó, có thể hiểu là cần trộn bạc và đồng, là các kim loại kháng vi khuẩn vào nguyên liệu tạo màng bao ngoài chứa chất quang xúc tác.

Là nguyên liệu tạo màng mỏng bao ngoài, sol titan oxit tốt hơn là được sử dụng như được mô tả ở trên, sao cho có thể hiểu là cần trộn bạc và đồng trong dung dịch

nitrat chứa nước tương ứng với nguyên liệu tạo màng mỏng bao ngoài. Khi thêm dung dịch bạc nitrat chứa nước vào sol titan oxit có tên thương mại STS- 01 (được sản xuất bởi Ishihara Sangyo Kaisha, Ltd.) được ổn định bởi axit nitric, dung dịch thu được rõ ràng là ổn định trong một thời gian sau khi thêm bạc nitrat vào. Tuy nhiên, sau một thời gian, hợp phần bạc bị khử, tạo ra sol màu từ vàng đến nâu, và cuối cùng thậm chí tạo ra kết tủa. Khi sol tạo ra kết tủa, màng mỏng bao ngoài không được tạo thành ổn định từ sol, cho thấy dạng bên ngoài khiếm khuyết sau khi sử dụng sol là do kết tủa, hoặc gây tác dụng kháng vi khuẩn không đồng đều. Sau đó, có thể hiểu là sự bổ sung hợp phần bạc vào sol ngay trước khi tạo màng mỏng bao ngoài là nhằm mục đích ngăn ngừa sự tạo màu và tạo kết tủa, nhưng nó không hợp lý. Vì lý do này, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu trên phạm vi rộng phương pháp sản xuất sol titan oxit mà bao gồm kim loại kháng vi khuẩn, có chức năng quang xúc tác và có tính ổn định bảo quản tốt.

Đối với sol titan oxit chứa đồng là một trong số kim loại kháng vi khuẩn, tác giả sáng chế đã mô tả công nghệ này. Theo công nghệ này, đồng được phân tán ổn định trong sol titan oxit ở trạng thái phức được hoà tan trong alkanolamin. (Xem tài liệu sáng chế 1).

Tuy nhiên, đối với sol titan oxit chứa bạc và có chức năng quang xúc tác, sol ổn định chứa bạc mà không làm biến màu và do đó phương pháp sản xuất này đã không được báo cáo. Điều này là vì bạc dễ bị khử hơn đồng.

Mặt khác, chất kháng vi khuẩn được tạo thành từ dung dịch keo của oxit vô cơ kháng vi khuẩn được mô tả như là chất kháng vi khuẩn được tạo thành chất keo vô cơ, mà chứa các hạt keo oxit vô cơ mang điện tích âm có một hoặc nhiều hợp phần kim loại kháng vi khuẩn được chọn từ nhóm bao gồm bạc, đồng, kẽm, thiếc, chì, bismut, cadimi, crôm và thủy ngân. (Xem tài liệu sáng chế 2).

Tài liệu sáng chế 2 mô tả TiO_2 , nhưng không trực tiếp đề cập đến chức năng quang xúc tác đối với vật phẩm, và mô tả ví dụ về sự trợ giúp chất kháng vi khuẩn. Tài liệu sáng chế 2 cũng mô tả rằng khi các hợp phần titan, ziricon và kẽm được sử dụng kết hợp, các hợp phần hoạt động như là các chất hấp thụ tia tử ngoại và cho thấy hiệu quả trong việc ngăn ngừa hợp phần bạc bị biến màu. Tuy nhiên, khi titan có chức năng quang xúc tác như trong trường hợp của sol titan oxit, titan hoạt động nghịch đảo hoàn toàn. Cụ thể là, sol titan oxit khử bạc nhanh hơn nhiều so với sol titan oxit vô định hình không có chức năng quang xúc tác do năng lượng oxy hoá khử mạnh của chất quang xúc tác, và gây biến màu ở đó.

Ví dụ, khi sol được điều chế theo các bước gồm: sử dụng sản phẩm có tên thương mại Tynoc A-6 (chứa 6% trọng lượng TiO_2 , có độ pH = 11 và được sản xuất bởi Taki Chemical Co., Ltd.) dưới dạng sol titan oxit kiểu anataza mang điện tích âm

và bổ sung bạc oxit được hoà tan trong amoniac vào sol, sol thu được là ổn định và không bị làm quánh hoặc gelatin hóa. Tuy nhiên, khi được chiếu xạ bằng ánh sáng của đèn huỳnh quang, sol gây biến màu trong thời gian cực kì ngắn và tạo kết tủa bạc đen bị khử sau đó một thời gian. Hiện tượng biến màu và kết tủa này làm giảm mạnh không chỉ chức năng của sản phẩm mà cả giá trị thương mại chẳng hạn như hình thức và tính thuận tiện khi sử dụng.

[Tài liệu sáng chế 1] Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2002-68915

[Tài liệu sáng chế 2] Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 6-80527

Vì lý do này, các tác giả sáng chế đã thực hiện nghiên cứu với quy mô lớn trên sol titan oxit quang xúc tác ổn định, là chất không làm biến màu hoặc tạo kết tủa nhờ sol titan oxit của chất quang xúc tác, mặc dù chứa bạc là kim loại kháng vi khuẩn, và kết quả là, đã thực hiện được sáng chế mà sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để giải quyết các vấn đề được mô tả ở trên, sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế được đặc trưng bởi chứa bạc, đồng và amoni bạc bốn hydroxit.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sol titan oxit quang xúc tác theo khía cạnh được ưu tiên của sáng chế được đặc trưng bởi có chỉ số ánh sáng ΔL có giá trị là 10 hoặc ít hơn khi được chiếu xạ bằng ánh sáng có bước sóng 365nm như được xác định theo điểm 2 yêu cầu bảo hộ.

Sol titan oxit quang xúc tác theo khía cạnh được ưu tiên của sáng chế được đặc trưng ở chỗ hàm lượng bạc là từ 0,1 đến 5% trọng lượng so với titan oxit xét theo tỉ lệ $\text{Ag}_2\text{O}/\text{TiO}_2$ và tỉ lệ đồng là từ 1 đến 30 so với bạc xét theo tỉ lệ $\text{CuO}/\text{Ag}_2\text{O}$ (tỷ lệ khối lượng).

Sol titan oxit quang xúc tác theo khía cạnh được ưu tiên của sáng chế sử dụng tetrametylamoni hydroxit làm amoni bạc bốn hydroxit.

Sol titan oxit quang xúc tác theo khía cạnh được ưu tiên của sáng chế được đặc trưng ở chỗ hàm lượng của amoni bạc bốn hydroxit là từ 0,01 đến 0,1mol so với 1mol titan oxit (TiO_2).

Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác theo khía cạnh được ưu tiên của sáng chế có sol titan oxit quang xúc tác được phân tán trong chất kết dính.

Hơn nữa, thành phần theo khía cạnh của sáng chế bao gồm việc bao ngoài bề mặt nền với chế phẩm bao ngoài quang xúc tác nêu trên.

Sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế được đặc trưng bởi ít gây ra sự biến màu khi chiếu xạ bằng ánh sáng và ít gây ra gelatin hóa và làm quánh, mặc dù chứa titan oxit của chất quang xúc tác và bạc là kim loại kháng vi khuẩn. Sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế có thể chứa bạc kháng vi khuẩn ở mức cao bằng cách sử dụng một cách có kỹ năng đồng và amoni bậc bốn hydroxit, và do đó có thể thể hiện hiệu quả kháng vi khuẩn không chỉ ở nơi bóng tối đơn thuần do bạc, mà còn thể hiện hiệu quả kháng vi khuẩn cao hơn trong ứng dụng sử dụng cách tiệt trùng bằng tia tử ngoại thông thường bằng cách sử dụng đồng thời sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế và thiết bị tiệt trùng bằng tia tử ngoại.

Phương án tốt nhất để thực hiện sáng chế

Tiếp theo, sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Titan oxit trong sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế bao gồm các tinh thể kiểu anatasa hoặc rutil có hiệu quả quang xúc tác và hỗn hợp của chúng. Bột sol thu được bằng cách làm khô hiển nhiên sẽ được xác định là kiểu anatasa hoặc kiểu rutil ít nhất khi được phân tích bởi sự nhiễu xạ tia X. Titan oxit kiểu anatasa hoặc kiểu rutil có chức năng quang xúc tác cao và do đó không thể thiếu dưới dạng titan oxit tạo thành sol theo sáng chế.

Nồng độ của sol titan oxit quang xúc tác có thể được điều chỉnh thông qua sự hoạt động như nồng độ thông thường, và tốt hơn là được kiểm soát nằm trong khoảng từ 3 đến 15% trọng lượng xét theo TiO_2 . Khi nồng độ thấp hơn giới hạn dưới, sơn chứa sol titan oxit quang xúc tác tạo thành lớp màng cực kỳ mỏng sau khi được phủ lên một nền, và có xu hướng thể hiện hiệu quả kém hơn sol titan oxit quang xúc tác. Do đó, trong một số trường hợp, sơn cần được phủ lên vài lần, mà không có hiệu quả. Trái lại, khi nồng độ cao hơn giới hạn trên, sol thể hiện tính nhớt cao và có xu hướng làm giảm khả năng hoạt động của nó.

Trong sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế, tốt hơn là không chứa bạc ở dạng ion hoá mà nên ở dạng oxit hoặc hydroxit. Hàm lượng bạc trong sol theo sáng chế được khuyến nghị nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% trọng lượng theo tỉ lệ của bạc với titan oxit xét theo $\text{Ag}_2\text{O}/\text{TiO}_2$, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 3% trọng lượng. Khi hàm lượng thấp hơn giới hạn dưới, hiệu quả kháng vi khuẩn của bạc không được mong đợi. Khi hàm lượng cao hơn giới hạn trên, rất khó để phân tán ổn định bạc oxit hoặc hydroxit trong sol.

Tiếp theo, amoni bậc bốn hydroxit được sử dụng theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết. Amoni bậc bốn hydroxit là một trong những hợp phần không thể thiếu để làm ổn định sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế. Tất cả các hợp chất kiềm như amoni

và amin từ bậc một đến bậc ba thường được biết đến như là các hợp phần để làm ổn định chính sol của titan oxit kiềm, nhưng mặt khác, các hợp chất kiềm này có xu hướng hoà tan kim loại kháng vi khuẩn như bạc. Nói chung, việc làm biến màu chế phẩm kim loại kháng vi khuẩn được xem là gây ra chủ yếu bởi sự ion hoá kim loại kháng vi khuẩn, đến mức mà các hợp chất kiềm hoà tan kim loại kháng vi khuẩn như vậy tốt hơn là không nên tồn tại trong sol. Trong các trường hợp này, các tác giả sáng chế đã thực hiện nghiên cứu trên quy mô lớn, và kết quả là, đã giải quyết được các rắc rối mô tả ở trên bằng cách sử dụng amoni bậc bốn hydroxit làm chất phân tán-ổn định đối với sol. Cụ thể là, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng amoni bậc bốn hydroxit có xu hướng ức chế sự biến màu của kim loại kháng vi khuẩn, đồng thời làm ổn định sol titan oxit bởi vì kim loại kháng vi khuẩn hầu hết không tan trong amoni bậc bốn hydroxit. Amoni bậc bốn hydroxit được sử dụng theo sáng chế bao gồm tetrametylamoni hydroxit, tetraetylamoni hydroxit và tetrabutylamoni hydroxit. Đặc biệt là, tetrametylamoni hydroxit có khả năng tự ổn định và sẵn có dễ dàng, đến nỗi nó được ưu tiên làm chất ổn định sol theo sáng chế.

Để làm ổn định sol, hàm lượng amoni bậc bốn hydroxit tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1mol so với 1mol titan oxit (TiO_2). Amoni bậc bốn hydroxit có thể làm ổn định sol titan oxit miễn là hàm lượng này lớn hơn hoặc bằng giới hạn dưới. Mặt khác, không ưu tiên sử dụng nó với lượng lớn, bởi vì amoni bậc bốn hydroxit hoà tan kim loại kháng vi khuẩn thậm chí chỉ một chút, mặc dù tính ổn định của sol không bị giảm mạnh thậm chí khi nó được bổ sung vào với lượng vượt quá giới hạn trên.

Theo sáng chế, điều ngạc nhiên là ngoài amoni bậc bốn hydroxit như được mô tả ở trên, đồng tồn tại trong sol titan oxit quang xúc tác cũng ngăn chặn sự biến màu bạc. Dạng đồng tồn tại trong sol vẫn chưa được làm sáng tỏ, nhưng tốt hơn nếu đồng được thêm vào ở dạng oxit, hydroxit hoặc tương tự, bởi vì các dạng này không chứa ion nitrat và ion clo gây mất ổn định sol. Điều quan trọng là hàm lượng đồng trong sol theo sáng chế nằm trong khoảng từ 1 đến 30 theo tỉ lệ (tỷ lệ khối lượng) đồng so với bạc xét theo $\text{CuO}/\text{Ag}_2\text{O}$, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 10. Nói cách khác, ít nhất một lượng đồng giống với bạc cần được bổ sung vào. Khi lượng này ít hơn giới hạn dưới, đồng thể hiện hiệu quả ức chế biến màu cực kì thấp. Mặt khác, khi bổ sung lượng đồng lớn hơn giới hạn trên, đồng không thể hiện hiệu quả ức chế sự biến màu tương xứng với lượng được bổ sung vào.

Như được mô tả ở trên, sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế bao gồm bạc, đồng và amoni bậc bốn hydroxit, và có thể ngăn chặn biến màu bạc nhiều hơn. Theo sáng chế, sự biến màu được xác định là 10 hoặc ít hơn theo giá trị của chỉ số ánh sáng ΔL khi sol được chiếu xạ bằng ánh sáng có bước sóng nằm trong khoảng từ 300 đến

400nm. Mặc dù giá trị của chỉ số ánh sáng ΔL sẽ được mô tả sau đây, giá trị ΔL lớn hơn 10 nghĩa là sự biến màu rất lớn và giá trị thương mại của sol sẽ giảm đáng kể.

Tiếp theo, phương pháp điều chế sol titan oxit theo sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Muối titan được sử dụng theo sáng chế bao gồm, ví dụ, titan clorua và titan sulfat. Sol theo sáng chế có thể dùng gel của axit titaníc làm nguyên liệu khởi đầu, gel này thu được bằng cách làm trung hoà và phân huỷ muối titan bằng nước amoniac. Chủ đơn đã bộc lộ ra rằng sol titan oxit chứa vi tinh thể kiểu anataza thu được bằng cách xử lý thủy nhiệt gel ở 100°C hoặc cao hơn. Phương pháp điều chế sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế bao gồm, ví dụ: (1) phương pháp bao gồm bổ sung oxit hoặc hydroxit bạc và đồng vào gel của axit titaníc, xử lý thủy nhiệt hỗn hợp này, và bổ sung amoni bậc bốn hydroxit vào sản phẩm; (2) phương pháp bao gồm chỉ bổ sung amoni bậc bốn hydroxit vào gel của axit titaníc, xử lý thủy nhiệt hỗn hợp này và bổ sung oxit hoặc hydroxit bạc và đồng vào sản phẩm; (3) phương pháp bao gồm bổ sung oxit hoặc hydroxit bạc và đồng, và amoni bậc bốn hydroxit đồng thời vào gel của axit titaníc, và sau đó xử lý thủy nhiệt hỗn hợp này; và (4) phương pháp bao gồm xử lý thủy nhiệt gel của axit titaníc, và sau đó bổ sung oxit hoặc hydroxit của bạc và đồng, và amoni bậc bốn hydroxit vào gel đã được xử lý thủy nhiệt. Phương pháp bao gồm xử lý thủy nhiệt gel của axit titaníc cùng với oxit hoặc hydroxit của đồng và bạc, như trong trường hợp (1) và (3), có thể ngăn chặn sự biến màu bạc tốt hơn các phương pháp khác. Nói chung, khi lượng chất phụ trợ gia tăng, titan oxit có xu hướng bị cản trở chuyển hoá thành tinh thể kiểu anataza, đến nỗi người ta mong muốn chọn được kiểu và lượng chất phụ trợ thích hợp theo sáng chế trước khi sản xuất. Khi oxit hoặc hydroxit bạc và đồng, và amoni bậc bốn hydroxit được bổ sung vào sau khi xử lý thủy nhiệt như trong trường hợp (4), sol có thể được làm ổn định bằng cách gia nhiệt thêm cho hỗn hợp nếu cần. Hỗn hợp này chỉ được gia nhiệt ở khoảng từ 60 đến 100°C trong từ 1 đến 3 giờ.

Sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế là sol được tạo thành từ titan oxit, làm cho sự biến màu của nó rất bị hạn chế, thể hiện hiệu quả tuyệt vời khi được sử dụng làm vật liệu tạo màng mỏng đối với vật liệu nội thất thiết kế có ý thức, và có thể được sử dụng trong nhiều lĩnh vực ứng dụng khác nhau mà hiệu quả quang xúc tác được mong đợi cũng như hiệu quả kháng vi khuẩn ở nơi bóng tối.

Thành phần quang xúc tác có thể được tạo ra bằng cách bao ngoài bề mặt của các nền khác nhau bằng sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế. Thành phần quang xúc tác cũng có thể được tạo ra bằng cách thêm tùy ý chất kết dính vào sol titan oxit

quang xúc tác để tạo thành chế phẩm bao ngoài quang xúc tác nếu cần, và phủ chế phẩm bao ngoài quang xúc tác lên bề mặt của các nền khác nhau.

Vật liệu cho chất kết dính để bổ sung vào sol titan oxit quang xúc tác theo sáng chế là không bị giới hạn cụ thể, nhưng có thể là chất kết dính hữu cơ hoặc chất kết dính vô cơ.

Chất kết dính hữu cơ bao gồm nhựa polyeste, nhựa PVA, nhựa polyme polyetylen PVA, nhựa vinyl axetat, nhựa uretan, nhựa acrylic, nhựa uretan acrylic, nhựa styren acrylic, nhựa silic acrylic và nhựa vinyl clorua.

Chất kết dính vô cơ bao gồm hợp chất ziricon, hợp chất silic và hợp chất nhôm. Đặc biệt là, hợp chất ziricon bao gồm: muối ziricon như ziricon tetraclorua, ziricon oxycloclorua, ziricon nitrat, ziricon sulphat, ziriconi axetat và ziricon carbonat; và ziricon alkoxit như tetraetoxi ziricon, tetra-i-propoxy ziricon, tetra-n-butoxy ziricon và tetra-t-butoxy ziricon. Hợp chất silic bao gồm: silicat kiềm như natri silicat, kali silicat, liti silicat, xesi silicat và rubidi silicat; alkoxysilan như metyl trimetoxysilan, metyl trietoxysilan, metyl triclosilan, metyl tribromosilan, metyl triisopropoxysilan, metyl tri-t-butoxysilan, etyl trimetoxysilan, etyl trietoxysilan, etyl triclosilan, etyl tribromosilan và etyl triisopropoxysilan; và silanol mà là sản phẩm thủy phân của alkoxysilan. Hợp chất nhôm bao gồm: muối nhôm như nhôm lactat, nhôm phosphat, nhôm clorua; và nhôm alkoxit như nhôm trietoxi, nhôm tri-i-propoxy, nhôm tri-n-butoxy và nhôm tri-t-butoxy.

Cũng có thể tạo ra chức năng bổ sung cho màng bao ngoài bằng cách thêm chất phụ trợ khác không phải là chất kết dính vào chế phẩm bao ngoài. Chất phụ trợ được thêm vào chế phẩm bao ngoài gồm: hợp phần sắc tố để tạo màu chế phẩm bao ngoài, hợp phần silic để tạo khả năng hút ẩm cho màng bọc; và chất làm quánh, chất chống tạo bọt và chất phân tán để giữ tính ổn định khi bảo quản và khả năng hoạt động của chế phẩm bao ngoài một cách thích hợp.

Nền được phủ bằng chế phẩm bao ngoài quang xúc tác không bị giới hạn cụ thể, nhưng khi nền là chất chịu nhiệt như kim loại và gốm, ví dụ gạch, nền có thể được gia nhiệt và làm khô sau khi phủ chế phẩm bao ngoài quang xúc tác lên bề mặt, và màng mỏng chứa chất quang xúc tác được tạo thành trên bề mặt nền dính chặt vào nền. Mặt khác, khi nền là vật liệu nhạy nhiệt hoặc là bề mặt tường đang tồn tại, tốt hơn là sử dụng chế phẩm bao ngoài quang xúc tác chứa chất kết dính mà có thể hong khô ở nhiệt độ trong phòng, lên bề mặt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tiếp theo, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn với việc tham chiếu đến các ví dụ, nhưng sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ được mô tả dưới đây. Trong phần mô tả sau, ký hiệu % nghĩa là % khối lượng trừ phi có quy định khác.

Phương pháp đo giá trị chỉ số ánh sáng ΔL theo sáng chế và phương pháp thử nghiệm hoạt tính kháng vi khuẩn được xác định trong phần mô tả sau đây.

(Phương pháp đo giá trị chỉ số ánh sáng ΔL)

Nồng độ của sol titan oxit quang xúc tác chứa bạc được điều chỉnh sao cho hàm lượng Ag_2O là 0,05%; và gel sau đó được phân tán với lượng 30g vào chai lấy mẫu bằng thủy tinh có dung tích 50ml. Giá trị chỉ số ánh sáng L1 của sol được đo trước khi chiếu xạ bằng ánh sáng đen. Chai lấy mẫu được cố định trong một máy lắc; cài đặt sao cho bề mặt thiết bị chứa có thể là $1\text{mW}/\text{cm}^2$ (365nm) khi được chiếu xạ bằng ánh sáng đen loại 20W; chai lấy mẫu được chiếu xạ bằng ánh sáng này trong 30 phút; và đo giá trị chỉ số ánh sáng L2 của sol đã được chiếu xạ.

Theo phương pháp trên, giá trị của chỉ số ánh sáng L được đo bằng cách sử dụng Z-1001DP được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd., và mẫu với lượng 5g được đặt vào ngăn có khu vực chiếu xạ là 30 mm ϕ . Sau đó, sự chênh lệch giữa L1 và L2 được xác định là giá trị chỉ số ánh sáng $\Delta L = |L1-L2|$.

(Phương pháp thử nghiệm hoạt tính kháng vi khuẩn)

Thử nghiệm này được tiến hành bằng phương pháp bám dính màng dựa trên: "Gốm mỹ nghệ: phương pháp thử nghiệm kháng vi khuẩn và hiệu quả kháng vi khuẩn của sản phẩm đã được xử lý kháng vi khuẩn-quang xúc tác trong điều kiện chiếu xạ bằng ánh sáng" được mô tả trong "Technical Regulations Development: Standardization of Photocatalytic Test Procedure" được bảo trợ bởi Bộ kinh tế, thương mại và công nghiệp, năm 2005 (tháng 3, 2006, Hiệp hội gốm sứ Nhật Bản). Sử dụng *Escherichia coli* NBRC3972 làm vi khuẩn trong thử nghiệm này. Ngoài ra, môi trường nuôi cấy sau đây và môi trường tương tự được sử dụng trong thử nghiệm này:

a) môi trường nuôi cấy là nước canh thịt thông thường có nồng độ 1/500 (sau đây được gọi là 1/500 NB): cho 1000ml nước tinh khiết vào bình thót cổ, cân lấy 3,0g nước cốt thịt, 10,0g pepton và 5,0g natri clorua, cho các thành phần này vào bình thót cổ, khuấy hỗn hợp để hòa tan đủ các thành phần này, thêm dung dịch natri hydroxit hoặc dung dịch axit clohydric vào dung dịch này để điều chỉnh độ pH đến $7,1 \pm 0,1$ (25°C), pha loãng dung dịch với nước tinh khiết 500 lần, điều chỉnh độ pH thành 6,7 đến 7,2 (25°C) bằng dung dịch natri hydroxit hoặc dung dịch axit clohydric, phân chia dung dịch này vào ống nghiệm hoặc bình thót cổ hình nón, nếu cần, đậy kín ống và bình thót cổ bằng bông, và tiệt trùng dung dịch bằng hơi nước áp suất cao;

b) môi trường thạch dinh dưỡng: cho 1000ml nước tinh khiết vào bình thót cổ, cân lấy 3,0g nước cốt thịt, 5,0g pepton và 15,0g thạch, cho các thành phần này vào bình thót cổ, khuấy hỗn hợp trong bể nước sôi để hòa tan đủ các thành phần này, thêm dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l vào dung dịch này để điều chỉnh độ pH thành $6,8 \pm 0,2$ (25°C), đậy kín bình thót cổ bằng bông, và tiệt trùng dung dịch này bằng hơi nước áp suất cao;

c) môi trường nuôi cấy SCDLP: cho 1000ml nước tinh khiết vào bình thót cổ, cân lấy 17,0g pepton caseinat, 3,0g pepton đậu tương, 5,0g natri clorua, 2,5g kali dihydro phosphat, 2,5g glucoza và 1,0g lexitin, cho các thành phần này vào bình thót cổ, khuấy hỗn hợp để hòa tan đủ các thành phần này, thêm tiếp 7,0g chất hoạt động bề mặt không chứa ion, hòa tan chất này, thêm dung dịch natri hydroxit hoặc dung dịch axit clohydric vào dung dịch này để điều chỉnh độ pH thành $7,0 \pm 0,2$ (25°C), phân chia dung dịch này vào ống nghiệm hoặc bình thót cổ hình nón nếu cần, đậy kín ống hoặc bình thót cổ này bằng bông, tiệt trùng dung dịch bằng hơi nước áp suất cao; và

d) dung dịch nước muối sinh lý: cho 1000ml nước tinh khiết vào bình thót cổ, cân lấy 8,5g natri clorua cho vào bình thót cổ để hòa tan đủ nó, phân chia dung dịch này vào ống nghiệm hoặc bình thót cổ hình nón nếu cần, và tiệt trùng dung dịch này bằng hơi nước áp suất cao.

Tiếp theo, phương pháp chiếu xạ mẫu bằng ánh sáng trong thử nghiệm sẽ được thể hiện. Xác định cường độ chiếu xạ của tia tử ngoại theo các bước: cố định phần nhận ánh sáng của đồng hồ đo độ rọi tia tử ngoại trên bề mặt sàn của thiết bị chiếu sáng; đặt màng mỏng và đĩa thủy tinh sẽ được sử dụng trong thử nghiệm lên phần nhận ánh sáng; và đọc giá trị được chỉ ra. Vị trí mà tại đó thu được độ rọi của tia tử ngoại đã xác định trước được xác định, và được quyết định là vị trí đặt mẫu thử nghiệm. Mẫu thử nghiệm được tiêm dung dịch vi khuẩn thử nghiệm được chiếu xạ bằng ánh sáng theo các bước: đặt mẫu thử nghiệm đã được tiêm dung dịch vi khuẩn thử nghiệm vào đĩa bảo quản; che đĩa này bằng nắp thủy tinh giữ ẩm hoặc đĩa bảo quản khác; và chiếu xạ mẫu thử nghiệm bằng ánh sáng ở trạng thái duy trì đĩa bảo quản ở nhiệt độ $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Bảo quản mẫu thử nghiệm đã được tiêm dung dịch vi khuẩn thử nghiệm trong điều kiện bóng tối theo các bước: đặt mẫu thử nghiệm đã được tiêm dung dịch vi khuẩn thử nghiệm vào đĩa bảo quản; che đĩa bảo quản này bằng nắp thủy tinh giữ ẩm hoặc đĩa bảo quản khác; và bảo quản đĩa bảo quản này sao cho mẫu thử nghiệm không tiếp xúc với ánh sáng, duy trì đĩa bảo quản ở trạng thái nhiệt độ $25 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Điều chế mẫu thử nghiệm được sử dụng bằng cách cắt phần mặt phẳng của một mẫu dạng bảng thành hình vuông kích thước $50 \pm 2\text{mm}$ /cạnh (có độ dày 10mm hoặc ít

hơn). (Nhóm chín mẫu thử nghiệm và sáu mẫu thử nghiệm được điều chế. Chín mẫu thử nghiệm không được xử lý bằng quy trình kháng vi khuẩn quang xúc tác và sáu mẫu thử nghiệm được xử lý bằng quy trình kháng vi khuẩn quang xúc tác). Mẫu thử nghiệm được làm sạch theo các bước: lau nhẹ nhàng toàn bộ bề mặt của mẫu thử nghiệm bằng gạc y tế hoặc bông thấm hấp thụ etanol hai lần hoặc ba lần; và sau đó làm khô đủ bề mặt.

Vi khuẩn thử nghiệm được nuôi cấy trước theo các bước: cấy một vòng platin chứa các vi khuẩn thử nghiệm từ chủng gốc vào môi trường thạch dinh dưỡng; nuôi cấy vi khuẩn ở $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ trong từ 16 đến 24 giờ; cấy thêm một vòng platin nữa chứa vi khuẩn đã nuôi cấy vào môi trường thạch dinh dưỡng mới; và nuôi vi khuẩn này ở $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ trong từ 16 đến 20 giờ.

Dung dịch vi khuẩn thử nghiệm được điều chế theo các bước: phân tán đồng đều một vòng platin chứa các tế bào vi khuẩn trong chủng thử nghiệm được nuôi cấy trước thành lượng nhỏ 1/500 NB; xác định số lượng vi khuẩn bằng cách quan sát trực tiếp nhờ một kính hiển vi; pha loãng dung dịch vi khuẩn thích hợp với 1/500 NB sao cho dung dịch đã pha loãng chứa vi khuẩn với lượng nằm trong khoảng từ $6,7\times 10^5$ đến khoảng $2,6\times 10^6/\text{ml}$; và sử dụng dung dịch này làm dung dịch vi khuẩn thử nghiệm.

Tiêm dung dịch vi khuẩn thử nghiệm lên mỗi mẫu thử nghiệm theo các bước: lấy cẩn thận dung dịch vi khuẩn thử nghiệm bằng pipet; nhỏ từng giọt dung dịch vi khuẩn thử nghiệm đã gom nêu trên lên từng mẫu thử nghiệm; che dung dịch vi khuẩn thử nghiệm nhỏ giọt này bằng một lớp màng mỏng bám dính; ấn nhẹ lớp màng mỏng bám dính này sao cho dung dịch vi khuẩn thử nghiệm có thể lan ra trên toàn bộ màng bám dính đồng thời chú ý đến dung dịch vi khuẩn thử nghiệm sao cho không một dung dịch vi khuẩn nào có thể tràn ra khỏi mép của màng bám dính; và sau đó đặt thủy tinh giữ ẩm lên màng mỏng.

Rửa trôi dung dịch vi khuẩn thử nghiệm đã tiêm theo các bước: dùng một đôi cặp vô trùng đưa màng mỏng bám dính và mẫu thử nghiệm vào bao vi sinh vô trùng, đồng thời chú ý đến dung dịch vi khuẩn sao cho dung dịch vi khuẩn này không thể tràn ra khỏi mép của màng bám dính; thêm 10ml môi trường nuôi cấy SCDLP vào bao bằng pipet; và chà xát toàn bộ mẫu thử nghiệm và màng bao ngoài bằng tay để rửa trôi hết vi khuẩn thử nghiệm. Dịch lỏng rửa ra ngay lập tức được đem đi xác định số lượng vi khuẩn như được mô tả dưới đây.

Số lượng vi khuẩn được xác định bằng phương pháp nuôi cấy đĩa chảy tràn theo phương pháp pha loãng 10 lần. Lấy 1ml dung dịch rửa ra bằng pipet vô trùng, đổ dung dịch đã được lấy này vào ống nghiệm đã chứa sẵn $9\pm 0,1\text{ml}$ dung dịch nước muối sinh lý, và khuấy đủ dung dịch đã trộn lẫn. Ngoài ra, lấy 1ml dung dịch đã trộn lẫn từ ống

nghiệm bằng một pipet mới, đổ dung dịch này vào một ống nghiệm khác đã chứa sẵn $9 \pm 0,1$ ml dung dịch nước muối sinh lý, và khuấy đủ dung dịch đã trộn lẫn này.

Tuần tự lặp lại các quá trình để điều chế một loạt dung dịch pha loãng theo phương pháp pha loãng 10 lần, lấy 1 ml dung dịch pha loãng tương ứng từ ống nghiệm chứa loạt dung dịch pha loãng bằng một pipet mới, chuyển các dung dịch tương ứng vào từng đĩa trong số hai đĩa khác nhau, cho vào mỗi đĩa 15 đến 20 ml môi trường thạch dinh dưỡng được giữ ở 45 đến 48°C , đẩy nắp lên các đĩa, và để các đĩa ở nhiệt độ trong phòng trong 15 phút. Sau khi môi trường nuôi cấy hóa rắn, lật ngược đĩa, và nuôi cấy vi khuẩn ở $37 \pm 1^\circ\text{C}$ trong từ 40 đến 48 giờ. Sau khi nuôi cấy, xác định số lượng khuẩn lạc trong các đĩa của loạt dung dịch pha loãng trong đó từ 30 đến 300 khuẩn lạc đã xuất hiện, và xác định nồng độ vi khuẩn của dung dịch rửa trôi đến hai con số có ý nghĩa bằng các biểu thức (Phương trình 1).

[Phương trình 1]

$$P = Z \times R$$

P: nồng độ vi khuẩn (mẫu/ml)

Z: giá trị trung bình (mẫu) của số khuẩn lạc trong hai đĩa

R: tỉ lệ pha loãng

Khi số lượng khuẩn lạc ít hơn một, nồng độ vi khuẩn được tính dựa trên giá trị trung bình là “1”.

Số lượng vi khuẩn sống có thể được xác định từ nồng độ vi khuẩn mà đã được xác định bằng biểu thức (Phương trình 1), bằng cách sử dụng biểu thức (Phương trình 2).

[Phương trình 2]

$$N = P \times V$$

N: số lượng vi khuẩn sống (mẫu)

P: nồng độ vi khuẩn được xác định bởi biểu thức (Phương trình 1)

V: thể tích dung dịch (ml) của môi trường nuôi cấy SCDLP được sử dụng để rửa vi khuẩn.

Khi số lượng khuẩn lạc là “<1”, số lượng vi khuẩn sống được biểu diễn là “<10” (khi V là 10 ml), và giá trị trung bình giả định là “10” được sử dụng để tính toán. Ngoài ra, khi số lượng khuẩn lạc ít hơn 30, số lượng vi khuẩn sống được tính toán bằng cách sử dụng số lượng khuẩn lạc đã xác định.

Giá trị hoạt tính kháng vi khuẩn R_L và R_D , và hiệu quả ΔR do chiếu xạ bằng ánh sáng có thể được tính toán bằng cách sử dụng biểu thức sau đây (Phương trình 3), biểu thức (Phương trình 4) và biểu thức (Phương trình 5), dựa vào số lượng vi khuẩn sống được xác định bởi biểu thức (Phương trình 2).

[Phương trình 3]

$$R_L = [\log (B_L/A) - \log (C_L/A)] = \log [B_L/C_L]$$

L : độ rọi tia tử ngoại (mW/cm^2) được sử dụng trong thử nghiệm

R_L : giá trị hoạt tính kháng vi khuẩn của sản phẩm được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn trong điều kiện chiếu xạ tia tử ngoại L

A : giá trị trung bình (mẫu) của số vi khuẩn sống trên mẫu thử nghiệm mà không được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn, và ngay sau khi được tiệt

B_L : giá trị trung bình (mẫu) của số vi khuẩn sống trên mẫu thử nghiệm mà không được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn và sau khi được chiếu xạ bằng ánh sáng trong điều kiện độ rọi tia tử ngoại (L) trong khoảng thời gian được xác định trước

C_L : giá trị trung bình (mẫu) của số vi khuẩn sống trên mẫu thử nghiệm mà đã được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn và được chiếu xạ bằng ánh sáng trong điều kiện độ rọi chiếu xạ tia tử ngoại (L) trong khoảng thời gian được xác định trước

[Phương trình 4]

$$R_D = [\log (B_D/A) - \log (C_D/A)] = \log [B_D/C_D]$$

R_D : giá trị hoạt tính kháng vi khuẩn của sản phẩm được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn trong điều kiện chiếu tia tử ngoại (L)

A : giá trị trung bình (mẫu) của số vi khuẩn sống trên mẫu thử nghiệm mà không được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn, và ngay sau khi được tiệt

B_D : giá trị trung bình (mẫu) của số vi khuẩn sống trên mẫu thử nghiệm mà không được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn và sau khi được bảo quản ở nơi bóng tối trong khoảng thời gian được xác định trước

C_D : giá trị trung bình (mẫu) của số vi khuẩn sống trên mẫu thử nghiệm mà đã được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn và sau khi được bảo quản ở nơi bóng tối trong khoảng thời gian được xác định trước

[Phương trình 5]

$$\Delta R = \log [C_D/C_L]$$

ΔR : hiệu quả của sản phẩm được xử lý quang xúc tác-kháng vi khuẩn khi được chiếu xạ bằng ánh sáng

[Ví dụ 1]

Điều chế gel titan bằng cách thêm nước amoniac ($\text{NH}_3 = 3,0\%$) vào dung dịch titan tetraclorua chứa nước ($\text{TiO}_2 = 0,5\%$) trong khi khuấy dung dịch này. Huyền phù đặc của gel titan chứa $6,2\% \text{TiO}_2$ thu được bằng cách lọc gel titan đã điều chế, và rửa gel bằng nước cho đến khi ion clo trong dịch lọc đạt 100ppm hoặc ít hơn so với gel titan (TiO_2). Ag_2O và CuO với tổng lượng là 5% theo trọng lượng so với titan oxit (TiO_2) được thêm vào 200g huyền phù đặc. Đặc biệt là, $0,1\text{g}$ bạc oxit (Ag_2O được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) và $0,6\text{g}$ đồng hydroxit ($\text{Cu}(\text{OH})_2$ được sản xuất bởi Kanto Chemical Co. Inc.) sao cho tỉ lệ của đồng so với bạc có thể thỏa mãn tỷ lệ $\text{CuO}/\text{Ag}_2\text{O}$ (tỉ lệ khối lượng) = 5 . Sol theo sáng chế ($\text{TiO}_2 = 6,10\%$, $\text{Ag}_2\text{O} = 0,05\%$, $\text{CuO} = 0,24\%$, và tetrametylamoni hydroxit = $0,2\%$) thu được theo các bước: thêm tiếp $1,7\text{g}$ dung dịch tetrametylamoni hydroxit chứa nước 25% (được sản xuất bởi Tama Chemicals Co., Ltd.) mà sẽ là $0,03\text{mol}$ so với 1mol titan oxit (TiO_2); khuấy đủ dịch lỏng được trộn này; và cho dịch lỏng này vào nồi hấp để xử lý thủy nhiệt ở 130°C trong 10 giờ. Kết quả của việc làm khô sol ở 100°C và phân tích bột thu được bằng phương pháp nhiễu xạ bột tia X là đã nhận biết được đỉnh titan oxit kiểu anataza. Ngoài ra, như là kết quả của việc xác định giá trị của chỉ số ánh sáng ΔL nhằm mục đích đánh giá mức độ biến màu của sol thu được theo sáng chế, giá trị này là $1,29$.

[Ví dụ so sánh 1]

Thử nghiệm này được thực hiện trong điều kiện giống như ví dụ 1, ngoại trừ việc không thêm $0,6\text{g}$ đồng hydroxit, và giá trị chỉ số ánh sáng ΔL của sol thu được được xác định. Giá trị này là $12,33$.

[Ví dụ 2]

Điều chế gel titan bằng cách bổ sung nước amoniac ($\text{NH}_3 = 3,0\%$) vào dung dịch titan sulfat chứa nước ($\text{TiO}_2 = 0,5\%$) trong khi khuấy dung dịch này. Huyền phù đặc của gel titan chứa $6,2\% \text{TiO}_2$ thu được bằng cách lọc gel titan đã điều chế, và rửa gel này bằng nước cho đến khi ion sulfat trong dịch lọc đạt 100ppm hoặc nhỏ hơn so với gel titan (TiO_2). Sol theo sáng chế ($\text{TiO}_2 = 6,1\%$, $\text{Ag}_2\text{O} = 0,05\%$, $\text{CuO} = 0,24\%$, và tetrametylamoni hydroxit = $0,2\%$) thu được theo các bước: thêm Ag_2O và CuO với tổng lượng là 5% theo trọng lượng so với titan oxit (TiO_2), đặc biệt là $0,1\text{g}$ bạc oxit và $0,6\text{g}$ đồng hydroxit sao cho tỉ lệ của đồng so với bạc có thể thỏa mãn tỷ lệ $\text{CuO}/\text{Ag}_2\text{O}$ (tỉ lệ khối lượng) = 5 , và $1,7\text{g}$ dung dịch tetrametylamoni hydroxit 25% chứa nước vào 200g huyền phù đặc; khuấy đủ dịch lỏng được trộn này; và cho dịch lỏng vào nồi hấp

để xử lý thủy nhiệt ở 130°C trong 10 giờ. Kết quả của việc làm khô sol ở 100°C và phân tích bột thu được bằng nhiễu xạ bột tia X là đã nhận biết được đỉnh của titan oxit kiểu anataza. Ngoài ra, như là kết quả của việc xác định giá trị của chỉ số ánh sáng ΔL nhằm mục đích đánh giá mức độ biến màu của sol thu được theo sáng chế, giá trị này là 2,24.

[Ví dụ 3]

Điều chế gel titan bằng cách thêm nước amoniac ($\text{NH}_3 = 3,0\%$) vào dung dịch titan tetraclorea chứa nước ($\text{TiO}_2 = 0,5\%$) trong khi khuấy dung dịch này. Lọc và rửa gel này bằng nước cho đến khi ion clo trong dịch lọc đạt 100ppm hoặc nhỏ hơn so với gel titan (TiO_2). Sol titan chứa 6,2% TiO_2 thu được bằng cách cho gel này vào nồi hấp và xử lý thủy nhiệt ở 120°C trong 24 giờ. Sol theo sáng chế thu được bằng cách thêm bạc oxit và đồng hydroxit theo các tỉ lệ được chỉ ra trong Bảng 1, và 1,7g dung dịch tetrametylamoni hydroxit 25% chứa nước vào 200g sol thu được trong bước trước đây, và khuấy đủ dịch lỏng được trộn này. Kết quả của việc làm khô sol ở 100°C và phân tích bột thu được bằng phương pháp nhiễu xạ bột tia X là đã nhận biết được đỉnh titan oxit kiểu anataza. Hơn nữa, đã xác định được giá trị của chỉ số ánh sáng ΔL nhằm mục đích đánh giá mức độ biến màu của sol thu được theo sáng chế.

Mỗi sol theo sáng chế được để ở nhiệt độ trong phòng trong một tháng và ngoại quan sát. Kết quả là, tất cả các sol đều ổn định mà không tạo kết tủa.

[Bảng 1]

Ag_2O (%)	CuO (%)	$\text{CuO}/\text{Ag}_2\text{O}$ (tỉ lệ khối lượng)	Giá trị chỉ số ánh sáng ΔL
2,00	1,00	0,5	22,23
1,00	2,00	2	8,55
0,5	2,50	5	0,43
0,34	2,66	8	0,06
4,66	2,34	0,5	13,27
2,34	4,66	2	9,12
1,16	5,84	5	1,69
0,77	6,23	8	0,27
Lưu ý: trong bảng này, Ag_2O (%) và CuO (%) biểu thị các tỉ lệ so với TiO_2 .			

[Ví dụ so sánh 2]

Điều chế gel titan bằng cách thêm nước amoniac ($\text{NH}_3 = 3,0\%$) vào dung dịch titan tetraclorea chứa nước ($\text{TiO}_2 = 0,5\%$) trong khi khuấy dung dịch này. Huyền phù đặc của gel titan chứa 6,2% TiO_2 thu được bằng cách lọc gel titan đã điều chế, và rửa gel này bằng nước cho đến khi ion clo trong dịch lọc đạt 100ppm hoặc nhỏ hơn so với gel titan (TiO_2). Thêm 0,1g bạc oxit và 0,6g đồng hydroxit vào 200g huyền phù đặc,

và khuấy đủ huyền phù đặc đã trộn này. Sau đó, cho huyền phù này vào nồi hấp, và xử lý thủy nhiệt ở 130°C trong 10 giờ. Kết quả là, huyền phù bị gelatin hóa và không thu được sol.

[Ví dụ so sánh 3]

Điều chế gel titan bằng cách thêm nước amoniac ($\text{NH}_3 = 3,0\%$) vào dung dịch titan tetraclorua chứa nước ($\text{TiO}_2 = 0,5\%$) trong khi khuấy dung dịch này. Huyền phù đặc của gel titan chứa 6,2% TiO_2 thu được bằng cách lọc gel titan đã điều chế, và rửa gel này bằng nước cho đến khi ion clo trong dịch lọc đạt 100ppm hoặc nhỏ hơn so với gel titan (TiO_2). Thêm 0,1g bạc oxit, 0,6g đồng hydroxit và 0,3g monoetanolamin vào 200g huyền phù đặc, và khuấy đủ huyền phù đã trộn này. Sau đó, cho huyền phù đặc vào nồi hấp, và xử lý thủy nhiệt ở 130°C trong 10 giờ. Kết quả là đã thu được sol. Kết quả của việc làm khô sol ở 100°C và phân tích bột thu được bằng phương pháp nhiễu xạ bột tia X là đã nhận biết được đỉnh titan oxit kiểu anataza. Ngoài ra, như là kết quả của việc xác định giá trị chỉ số ánh sáng ΔL nhằm mục đích đánh giá mức độ biến màu của sol thu được theo sáng chế, giá trị này là 4,82.

Tuy nhiên, sol thu được làm gia tăng đột ngột của nó sau 7 ngày bảo quản ở nhiệt độ trong phòng và bị gelatin hóa.

[Ví dụ 4]

Thêm silicat kiềm và nước vào sol titan oxit quang xúc tác thu được trong ví dụ 1, và khuấy hỗn hợp này. Do đó, thu được chế phẩm bao ngoài quang xúc tác. Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác có thành phần hoá học như sau:

Titan oxit quang xúc tác (chứa Ag_2O và CuO)	từ 13 đến 30%
SiO_2	từ 45 đến 70%
Na_2O	từ 0 đến 20%
Li_2O	từ 0 đến 20%
K_2O	từ 0 đến 20%.

Tỉ lệ của TiO_2 so với SiO_2 trong chế phẩm bao ngoài được kiểm soát từ 1 đến 3, và hàm lượng chất rắn trong chế phẩm bao ngoài được kiểm soát ở mức 0,5%. Chế phẩm bao ngoài được phun lên gạch men, được làm khô bằng cách gia nhiệt gạch ở 800°C trong một phút và cắt thành mẫu thử nghiệm có kích thước 50mm/cạnh. Sau đó, đem mẫu thử nghiệm đi làm thử nghiệm hoạt tính kháng vi khuẩn. Kết quả của việc thực hiện thử nghiệm hoạt tính kháng vi khuẩn theo các điều kiện được chỉ ra trong Bảng 2, các giá trị R_L và R_D của hoạt tính kháng vi khuẩn tương ứng được chỉ ra là 4,3 và 2,5.

[Ví dụ 5]

Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác thu được theo các bước: thêm nhũ tương của nhựa acrylic, chất tạo màu titan oxit, hoạt thạch, chất tạo màu dạng sợi, silic oxit dạng keo và nước vào sol titan oxit quang xúc tác thu được trong ví dụ 1; và khuấy hỗn hợp này. Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác có thành phần hoá học như sau:

Titan oxit quang xúc tác (chứa Ag_2O và CuO)	từ 0,05 đến 5%
Nhựa acrylic	từ 30 đến 50%
Thuốc nhuộm (trắng)	từ 30 đến 40%
Hoạt thạch	từ 5 đến 10%
Thuốc nhuộm dạng sợi	từ 5 đến 10%
SiO_2	từ 5 đến 20%

Tỉ lệ của TiO_2 so với nhựa acryl trong chế phẩm bao ngoài được kiểm soát từ 1 đến 200, và hàm lượng chất rắn trong chế phẩm bao ngoài được kiểm soát ở 50%. Chế phẩm bao ngoài được phủ lên trên nền nhôm bằng trục lăn, được làm khô ở nhiệt độ trong phòng trong bảy ngày, và được cắt thành mẫu thử nghiệm có kích thước 50mm/cạnh. Sau đó, đem mẫu thử nghiệm đi làm thử nghiệm hoạt tính kháng vi khuẩn. Kết quả của việc thực hiện thử nghiệm hoạt tính kháng vi khuẩn theo các điều kiện được chỉ ra trong bảng 2, các giá trị R_L và R_D của hoạt tính kháng vi khuẩn tương ứng được chỉ ra là 4,0 và 4,1.

[Bảng 2]

	Ví dụ 4	Ví dụ 5
Nền	Gạch men	Tấm nhôm
Loại nguồn sáng	Đèn huỳnh quang ánh sáng đen	Đèn (BLB 351 nm)
Thiết bị đo độ rọi tia tử ngoại	Thiết bị đo cường độ UV	
Loại màng mỏng bám dính	35x35 mm ²	140x40 mm ²
Điều kiện chiếu xạ ánh sáng	0,1 mW/cm ² trong 4 giờ	0,25 mW/cm ² trong 2 giờ
Loại vi khuẩn được sử dụng trong thử nghiệm	Escherichia coli; NBRC3972	
Huyền phù	1/500 NB	
Dung dịch loãng	SCDLP	BS
Chất lỏng gom được	SCDLP 10ml	
Nhiệt độ bảo quản	25±1°C	
Phương pháp gom	Rửa trôi	

Liều tiêm	0,12ml	0,1ml
Số lượng vi khuẩn sống trong dung dịch vi khuẩn thử nghiệm	$1,5 \times 10^6$ mẫu/ml	$1,8 \times 10^6$ mẫu/ml
A	$1,8 \times 10^5$ mẫu	$1,8 \times 10^5$ mẫu
B _L	$2,1 \times 10^5$ mẫu	$2,0 \times 10^5$ mẫu
C _L	< 10 mẫu	13 mẫu
R _L	4,3	4,0
B _D	$2,4 \times 10^5$ mẫu	$2,4 \times 10^5$ mẫu
C _D	$7,1 \times 10^2$ mẫu	< 10 mẫu
R _D	2,5	4,1

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Sol titan oxit quang xúc tác chứa titan oxit quang xúc tác, bạc, đồng và amoni bậc bốn hydroxit.
2. Sol titan oxit quang xúc tác theo điểm 1, có giá trị chỉ số ánh sáng ΔL là 10 hoặc nhỏ hơn, trong đó chỉ số ánh sáng ΔL được xác định bằng phương pháp bao gồm các bước:
 - điều chỉnh hàm lượng Ag_2O trong sol titan oxit quang xúc tác đến 0,05%;
 - cho 30g gel vào chai lấy mẫu bằng thủy tinh có dung tích 50ml;
 - đo chỉ số ánh sáng L_1 của sol trước khi chiếu xạ bằng ánh sáng đen;
 - cố định chai lấy mẫu trong máy lắc;
 - đặt chai lấy mẫu sao cho bề mặt thiết bị chứa có thể là $1\text{mW}/\text{cm}^2$ (365nm) khi chiếu xạ bằng ánh sáng đen loại 20W;
 - chiếu xạ chai lấy mẫu bằng ánh sáng trong 30 phút, bằng cách đó đo chỉ số ánh sáng L_2 của sol đã được chiếu xạ; và
 - xác định độ chênh lệch giữa L_1 và L_2 là giá trị của chỉ số ánh sáng $\Delta L = |L_1 - L_2|$;
 - trong đó chỉ số ánh sáng L được đo bằng cách sử dụng Z-1001 DP được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd. và trong đó mẫu với lượng 5g được cho vào ngăn có khu vực chiếu xạ 30mm Ø.
3. Sol titan oxit quang xúc tác theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hàm lượng bạc là từ 0,1 đến 5% theo trọng lượng so với titan oxit xét theo $\text{Ag}_2\text{O}/\text{TiO}_2$, và tỉ lệ của đồng là từ 1 đến 30 so với bạc xét theo $\text{CuO}/\text{Ag}_2\text{O}$ (tỉ lệ khối lượng).
4. Sol titan oxit quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1, 2 và 3, trong đó amoni bậc bốn hydroxit là tetrametylamoni hydroxit.
5. Sol titan oxit quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó hàm lượng amoni bậc bốn hydroxit là từ 0,01 đến 0,1mol so với 1mol titan oxit (TiO_2).
6. Sol titan oxit quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó titan oxit quang xúc tác chứa tinh thể kiểu rutil hoặc kiểu anataza có tác dụng quang xúc tác và hỗn hợp của chúng.
7. Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác có sol titan oxit quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 được phân tán trong chất kết dính.
8. Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác theo điểm 7, trong đó chất kết dính là chất kết dính hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm nhựa polyeste, nhựa PVA, nhựa polyme

polyetylen-PVA, nhựa vinyl axetat, nhựa uretan, nhựa acrylic, nhựa uretan acrylic, nhựa styren acrylic, nhựa silicon acrylic và nhựa vinyl clorua.

9. Chế phẩm bao ngoài quang xúc tác theo điểm 7, trong đó chất kết dính là chất kết dính vô cơ được chọn từ nhóm bao gồm hợp chất ziricon, hợp chất silic và hợp chất nhôm.

10. Thành phần quang xúc tác được sản xuất bằng cách bao ngoài bề mặt của nền bằng sol titan oxit quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6 hoặc chế phẩm bao ngoài quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 7 đến 9.

11. Thành phần quang xúc tác theo điểm 10, trong đó bề mặt của nền chịu nhiệt được bao bằng chế phẩm bao ngoài quang xúc tác theo điểm bất kỳ trong số các điểm 7 đến 9 và được gia nhiệt và làm khô trên nền.

12. Thành phần quang xúc tác theo điểm 10 hoặc 11, trong đó thành phần quang xúc tác này làm vật liệu nội thất được thiết kế có ý thức.