



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0031620

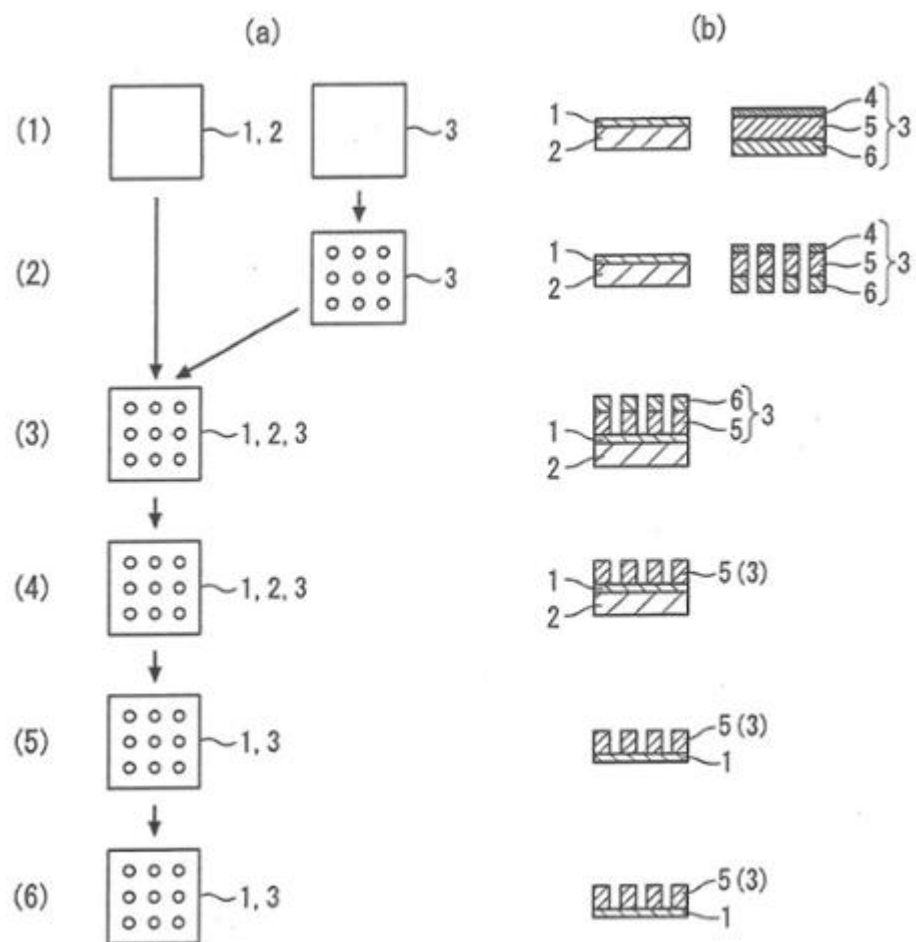
(51)^{2017.01} **B01D 71/02**; B01D 69/12; C01B 32/194; (13) **B**
C01B 32/182; B01D 69/10

-
- (21) 1-2016-05051 (22) 17/06/2015
(86) PCT/JP2015/067400 17/06/2015 (87) WO 2016/002509 A1 07/01/2016
(30) 2014-134449 30/06/2014 JP
(45) 25/04/2022 409 (43) 25/04/2017 349A
(73) 1. Shinshu University (JP)
1-1, Asahi 3-chome, Matsumoto-shi, Nagano 390-8621 Japan
2. Kotobuki Holdings Co., Ltd. (JP)
4-1, Ishidaminami 2-chome, Kokuraminami-ku, Kitakyushu-shi, Fukuoka 802-0836 Japan
(72) KANEKO Katsumi (JP); TAKAGI Toshio (JP); MURATA Katsuyuki (JP).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)
-

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT ĐÚC LỌC CÓ LỚP GRAPHEN LÀM VẬT LIỆU LỌC

(57) Mục đích của sáng chế là tạo lỗ có kích cỡ mong muốn một cách chính xác và đồng đều ở vật liệu nano cacbon được sử dụng cho bộ lọc hoặc tương tự, như graphen, ống nano cacbon, hoặc vật liệu nano cacbon cấu trúc dạng sừng.

Sáng chế đề cập đến phương pháp đục lỗ vật liệu nano cacbon để tạo lỗ có kích cỡ mong muốn ở vật liệu nano cacbon, khác biệt ở chỗ, vật liệu nano cacbon được gia nhiệt và được duy trì ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C trong không khí chứa oxy trong thời gian định trước và lỗ có kích cỡ mong muốn được tạo ra đồng đều trên vật liệu nano cacbon nhờ sự điều chỉnh khoảng thời gian gia nhiệt.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp đục lỗ để tạo ra lỗ có kích cỡ mong muốn ở vật liệu nano cacbon như graphen dạng màng mỏng, ống nano cacbon hình trụ, hoặc vật liệu nano cacbon có cấu trúc dạng sừng có hình nón.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật đúc lọc, cụ thể là phương pháp sản xuất vật đúc lọc có kết cấu lọc sử dụng graphen.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, vì bộ lọc để loại bỏ hạt nhỏ như ion khỏi nước, dung dịch, hoặc khí, vật đúc lọc sử dụng graphen có lỗ thấm nước nhỏ đang trở nên cần thiết (tài liệu sáng chế 1).

Nói chung, graphen được tạo ra trên bề mặt của lá đồng hoặc vật liệu tương tự bằng phương pháp lắng đọng pha hơi hóa học (chemical vapor deposition-CVD) (tài liệu sáng chế 2). Do vậy, thông thường, bước vận chuyển graphen đến nền mong muốn, còn được gọi là sự truyền, là cần thiết khi graphen được sử dụng làm vật đúc lọc (tài liệu sáng chế 3).

Trong bước vận chuyển, bề mặt lộ ra ngoài của graphen được tạo ra trên lá đồng được phủ quay với PMMA để tạo ra và làm khô màng mỏng bảo vệ. Sau đó, sản phẩm thu được được làm nổi lên trên trong dung dịch khắc ăn mòn Cu được gia nhiệt đến 50°C với lá đồng quay xuống dưới để loại bỏ lá đồng.

Tiếp theo, màng mỏng được tạo ra từ PMMA và graphen được rửa bằng nước siêu tinh khiết, và được đặt lên trên nền silic có bề mặt hút nước.

Sau đó, màng mỏng nêu trên được đưa lên nền mong muốn được tạo ra từ nhựa hoặc vật liệu tương tự, và được sấy khô. Quá trình nhúng trong axeton và nhúng trong IPA được lặp lại vài lần để loại bỏ màng bảo vệ PMMA.

Sau cùng, bằng cách sấy khô nền và graphen, graphen có thể được chuyển lên nền nêu trên.

Ở bước vận chuyển thông thường, hóa chất hoặc các chất tương tự được sử dụng nhiều, tốn thời gian, và năng suất thấp.

Trong bước tạo ra lớp phủ trên bề mặt của lớp graphen, bước loại bỏ lớp phủ, bước đưa lớp graphen lên nền silic hoặc nền tương tự, hoặc bước tách lớp graphen ra khỏi nền, lớp graphen cực mỏng có thể bị rách.

Thông thường, để tạo ra lỗ thấm nước trên graphen, graphen đã được gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ cao nằm trong khoảng từ 300 đến 500°C hoặc trong hỗn hợp khí chứa oxy và khí trơ (nitơ, argon, heli, hoặc các khí tương tự) (tài liệu sáng chế 1).

Tuy nhiên, trong phương pháp này, lớp bảo vệ màng mang graphen bị rách do nhiệt. Ngoài ra, khó kiểm soát được phản ứng và kích cỡ lỗ thấm nước được tạo ra trên graphen là không đồng đều do sự tạo lỗ bằng phản ứng đốt cháy graphit. Do vậy, phương pháp này không thích hợp cho vật đúc lọc mà cần có lỗ thấm nước đồng đều.

Hơn nữa, vảy của nền được tạo ra từ nhựa hoặc vật liệu tương tự được tạo ra trong khi cháy có thể làm nhiễm bẩn graphen dẫn đến làm giảm hiệu suất của vật đúc lọc.

Ngoài ra, có thể kể đến bộ lọc chọn lọc ion sử dụng ống nano cacbon (tài liệu sáng chế 4) hoặc vật liệu nano cacbon cấu trúc dạng sừng (tài liệu sáng chế 5), ngoài graphen.

Về các phương pháp khác để tạo ra lỗ thấm nước ở vật liệu nano cacbon, còn có phương pháp đánh nitrat vào vật liệu nano cacbon làm phương tiện cấp oxy và gia nhiệt vật liệu nano cacbon trong chân không hoặc khí trơ ở 300°C để tạo ra lỗ (tài liệu sáng chế 6).

Danh mục tài liệu đối chứng

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2013-536077 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 2013-144621 A

Tài liệu sáng chế 3: JP 2013-107789 A

Tài liệu sáng chế 4: JP 2011-526834 A

Tài liệu sáng chế 5: WO 2003/099717 A (công bố nội bộ)

Tài liệu sáng chế 6: JP 2009-073727 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần được giải quyết bởi sáng chế

Sáng chế được tạo ra để giải quyết các vấn đề nêu trên, và mục đích của sáng chế là tạo ra lỗ có kích cỡ mong muốn đồng đều trên vật liệu nano cacbon.

Mục đích khác của sáng chế là sản xuất vật đúc lọc sử dụng graphen có lỗ thấm nước có kích cỡ mong muốn theo cách đơn giản.

Giải pháp giải quyết vấn đề

Theo sáng chế, cách thức giải quyết các vấn đề nêu trên là như sau.

Theo khía cạnh thứ nhất, sáng chế đề xuất phương pháp đục lỗ vật liệu nano cacbon để tạo ra lỗ có kích cỡ mong muốn ở vật liệu nano cacbon, khác biệt ở chỗ vật liệu nano cacbon này được gia nhiệt và được duy trì ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C trong không khí chứa oxy trong thời gian định trước.

Theo khía cạnh thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất vật đúc lọc có lớp graphen làm vật liệu lọc, khác biệt ở chỗ có bước dính lớp nền có lỗ thấm nước được đục lỗ trước vào lớp graphen được tạo ra trên nền ban đầu cho graphen và bước tạo ra lỗ thấm nước bằng cách gia nhiệt và giữ lớp graphen ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C trong không khí chứa oxy trong thời gian định trước.

Theo khía cạnh thứ ba, sáng chế khác biệt ở chỗ nền là lớp bảo vệ màng và bao gồm bước cho lớp bảo vệ màng tiếp xúc với ánh sáng và làm ổn định lớp bảo vệ màng.

Theo khía cạnh thứ tư, sáng chế khác biệt ở chỗ bước tạo ra lỗ thấm nước bằng cách gia nhiệt và giữ lớp graphen ở nhiệt độ thấp được thực hiện

trong không khí chứa oxy có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 250°C.

Hiệu quả của sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất và thứ hai của sáng chế, lỗ được tạo ra bằng cách gia nhiệt và giữ lớp vật liệu nano cacbon như graphen ở nhiệt độ thấp trong không khí chứa oxy nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C trong thời gian định trước. Nhờ đó, phản ứng diễn ra một cách nhẹ nhàng và có thể được điều chỉnh một cách dễ dàng. Bằng cách điều chỉnh khoảng thời gian gia nhiệt, lỗ có kích cỡ mong muốn có thể được tạo ra một cách đồng đều trong vật liệu nano cacbon. Ngoài ra, bằng cách gia nhiệt vật liệu nano cacbon ở nhiệt độ thấp, có thể ngăn chặn được sự làm rách nền. Do vậy, cũng có thể ngăn chặn được sự nhiễm bẩn vật liệu nano cacbon.

Theo khía cạnh thứ hai của sáng chế, nhờ sử dụng nền có lỗ thấm nước được đục sẵn trước, vật đúc lọc có thể được tạo ra mà không cần tiến hành bước vận chuyển mà dễ làm rách graphen.

Trong graphen, phần mà ở đó lỗ thấm nước được tạo ra ở nền hoạt động như là bộ lọc. Bằng cách tạo ra lỗ thấm nước trong nền trước, lớp graphen không bị tiếp xúc với nền ở phần này, và do vậy không có nguy cơ graphen bị nhiễm bẩn bởi cạnh của nền.

Theo khía cạnh thứ ba của sáng chế, nền là lớp bảo vệ màng, và có bước cho lớp bảo vệ màng tiếp xúc với ánh sáng và làm ổn định lớp bảo vệ màng. Do vậy, lớp bảo vệ màng được đính vào để bảo vệ graphen có thể được sử dụng như nền, và vật đúc lọc có thể được tạo ra dễ dàng.

Theo khía cạnh thứ tư của sáng chế, bước tạo ra lỗ thấm nước bằng cách gia nhiệt và giữ lớp graphen ở nhiệt độ thấp được thực hiện trong không khí chứa oxy nằm trong khoảng từ 200 đến 250°C. Do vậy, lỗ thấm nước có thể được tạo ra trong graphen trong thời gian tương đối ngắn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các Fig.1(a) và 1(b) là sơ đồ giải thích phương pháp sản xuất vật đúc lọc theo phương án của sáng chế. Fig.1(a) là hình chiếu bằng. Fig.1(b) là hình chiếu

mặt cắt ngang. Trên các Fig.1(a) và 1(b), (1) là thời gian khởi động, (2) là thời gian mở lỗ ở lớp bảo vệ màng, (3) là thời gian dính graphen vào lớp bảo vệ màng, (4) là thời gian từ khi kết dính bằng cách gia nhiệt đến khi tiếp xúc với ánh sáng, (5) là thời gian loại bỏ lớp đồng, và (6) là thời gian mở lỗ trên graphen.

Các Fig.2(a) và 2(b) là đồ thị thể hiện các kết quả thử nghiệm thu được bằng cách đo mức hấp phụ nitơ của SWNH. Fig.2(a) sử dụng SWNH mà đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C. Fig.2(b) sử dụng SWNH mà đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C.

Fig.3 là đồ thị thể hiện các kết quả thử nghiệm thu được bằng cách đo mức hấp phụ nitơ của SWNH mà đã được xử lý ở nhiệt độ 180°C.

Các Fig.4(a) và 4(b) là biểu đồ thể hiện các kết quả thử nghiệm thu được bằng cách đo các lượng ion đi qua lỗ được tạo ra ở SWNH. Fig.4(a) sử dụng SWNH mà đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C. Fig.4(b) sử dụng SWNH mà đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C.

Fig.5 là biểu đồ thể hiện các kết quả thử nghiệm thu được bằng cách đo lượng ion đi qua lỗ được tạo ra ở SWNH, đồng thời tiến hành so sánh ở từng nhiệt độ mà SWNH được xử lý.

Fig.6 là hình vẽ minh họa phương pháp sử dụng vật đúc lọc theo phương án của sáng chế.

Fig.7 là biểu đồ thể hiện các kết quả thử nghiệm thu được bằng cách đo lượng ion đi qua lỗ được tạo ra ở graphen, đồng thời tiến hành so sánh ở từng nhiệt độ mà graphen được xử lý.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, phương pháp sản xuất vật đúc lọc theo phương án của sáng chế được mô tả.

Trong vật đúc lọc này, graphen được sử dụng làm bộ lọc.

Như được minh họa trên Fig.1(1), graphen 1 mà đã được xử lý trên lá đồng 2 làm nền được sử dụng làm graphen.

Graphen đơn lớp được ưu tiên sử dụng làm graphen 1, nhưng graphen đa lớp cũng có thể được sử dụng. Nền Si có thể được bố trí dưới lá đồng 2. Trong trường hợp này, nền Si có thể được loại bỏ bằng chất phản ứng được sử dụng. Graphen có thể được đặt trên nền ban đầu dành cho graphen, được tạo ra từ vật liệu không phải là lá đồng 2.

Graphen 1 là graphen đơn lớp được tạo ra từ đơn tinh thể có kích cỡ tinh thể lớn.

Theo phương án này, graphen đơn lớp được tạo ra trên lá đồng do Graphen Platform Corporation sản xuất được sử dụng.

Như được minh họa trên Fig.1(1), lớp bảo vệ màng 3 được tạo ra từ lớp cản quang được sử dụng làm nền mang graphen 1 ở vật đúc lọc.

Các tính chất cần thiết cho lớp cản quang được sử dụng ở đây là như sau. Lớp cản quang phải đủ bền để được sử dụng làm nền, phải là lớp cản quang âm tính để làm giảm độ hòa tan trong dung dịch hiện màu do tiếp xúc với ánh sáng, và phải là nhựa có tính chịu nhiệt cao, như nhựa polyimide hoặc nhựa epoxy.

Theo phương án này, lớp bảo vệ màng “Raytec” do Hitachi Chemical Co., Ltd. sản xuất, được sử dụng để tạo ra màng cách nhiệt của nền in hoặc tương tự làm lớp cản màu gắn kết nhựa epoxy, được sử dụng.

Raytec là lớp bảo vệ màng có cấu trúc ba lớp bao gồm lớp bảo vệ 4, lớp cản màu 5, và lớp nền 6. Lớp cản màu 5 là lớp được tạo ra từ lớp cản màu gắn kết nhựa epoxy. Lớp nền 6 được tạo ra trên một bề mặt của lớp cản màu 5 để bảo vệ lớp cản màu 5. Lớp bảo vệ 4 được dính vào bề mặt còn lại của lớp cản màu 5 để bảo vệ lớp cản màu 5 cho đến khi lớp cản màu 5 được gắn vào graphen 1. Lớp bảo vệ 4 và lớp nền 6 có thể được bóc ra khỏi lớp cản màu 5 bằng cách giữ lấy lớp bảo vệ 4 và lớp nền 6 bằng tay.

Lớp bảo vệ màng 3 dày hơn để được sử dụng làm kết cấu lọc. Do vậy, tốt hơn là sử dụng lớp bảo vệ màng càng dày càng tốt. Theo phương án này, Raytec có độ dày màng 30 μ m (model: FZ-2730GA) được sử dụng.

Như được minh họa trên Fig.1(2), lỗ thấm nước để cho nước đi qua được

tạo ra trước trên lớp bảo vệ màng 3 trước khi lớp bảo vệ màng 3 được gắn vào graphen 1.

Khoan sinh thiết được sử dụng làm thiết bị đục lỗ để mở lỗ.

Ví dụ, lỗ thấm nước được mở trên lớp bảo vệ màng 3 bằng cách sử dụng khoan sinh thiết có đường kính 1mm. Ví dụ, các lỗ có thể có dạng mạng tinh thể có khoảng cách 3mm.

Công đoạn này được thực hiện trong phòng được sơn màu vàng để không cho lớp bảo vệ màng 3 tiếp xúc với ánh sáng.

Như được minh họa trên Fig.1(3), để tạo ra vật đúc lọc từ graphen 1 và lớp bảo vệ màng 3, trước tiên, lớp bảo vệ màng 3 được gắn vào graphen 1.

Để ép dính lớp bảo vệ màng 3 vào graphen 1 bằng cách hút hết không khí giữa lớp bảo vệ màng 3 và graphen 1, máy cán chân không được sử dụng cho công đoạn kết dính. Ví dụ, máy cán mỏng cho quy trình bán dẫn như MVLP-600 do Meiki Co., Ltd. sản xuất là thích hợp nhất. Tuy nhiên, máy cán gia dụng hoặc máy cán đơn giản thể được sử dụng.

Lớp bảo vệ 4 của lớp bảo vệ màng 3 được bóc ra bằng tay, lớp bảo vệ màng 3 được đặt lên lớp graphen 1 được tạo ra trên lá đồng 2 sao cho lớp cản màu 5 tiếp xúc với lớp graphen 1, và sản phẩm thu được được đưa vào màng ép mỏng được đem đi ép dính chân không ở áp suất -50kPa trong 20 giây bằng cách sử dụng máy cán chân không.

Công đoạn này cũng được thực hiện trong phòng được sơn màu vàng để không cho lớp bảo vệ màng 3 tiếp xúc với ánh sáng.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.1(4), graphen 1 và lớp bảo vệ màng 3 được lấy ra khỏi màng mỏng, được gia nhiệt trên tấm nóng được gia nhiệt ở nhiệt độ 80°C trong 60 giây, và sau đó để nguội đến nhiệt độ trong phòng. Ở bước này, lớp cản màu 5 được kết dính với graphen 1.

Sau đó, sản phẩm thu được được để ở 25°C trong 15 phút. Ở đây, nhờ để lại lớp bảo vệ màng 3 (lớp cản màu 5), nên sự tiếp xúc với ánh sáng như được đề cập dưới đây có thể được thực hiện một cách đồng đều.

Sau đó, lớp nền của lớp bảo vệ màng 3 được bóc ra bằng tay để lộ ra lớp cản màu 5.

Các bước này cũng được thực hiện trong phòng được sơn màu vàng để không cho lớp bảo vệ màng 3 tiếp xúc với ánh sáng.

Tiếp theo, lớp bảo vệ màng 3 được cho tiếp xúc với ánh sáng. Lớp cản màu 5 của lớp bảo vệ màng 3 nhờ đó được làm ổn định để không bị hòa tan trong dung môi.

Trong bước tiếp xúc với ánh sáng, sự chiếu sáng với dòng-i được thực hiện ở cường độ $180\text{mJ}/\text{cm}^2$ sử dụng đèn thủy ngân cao áp.

Ví dụ, sự chiếu sáng có thể được thực hiện trong khi màn chắn không được đặt lên bộ chỉnh màn chắn hoặc tấm thạch anh được đặt như màn chắn giả.

Sau khi để lộ ra ngoài ánh sáng, lớp bảo vệ màng 3 được để ở 25°C trong khoảng 30 phút.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.1(5), lá đồng 2 trên graphen 1 được loại bỏ.

Khi lá đồng 2 được bóc ra, graphen 1 bị rách. Do vậy, lá đồng 2 được hòa tan bằng cách khắc ăn mòn cần được loại bỏ.

Graphen 1 và lớp bảo vệ màng 3 nổi trong dung dịch hỗn hợp chứa axit clohydric $0,5\text{mol}/\text{l}$ và sắt (III) clorua $0,5\text{mol}/\text{l}$ làm dung dịch khắc ăn mòn Cu ở 50°C với bề mặt của lá đồng 2 hướng xuống dưới. Graphen 1 và lớp bảo vệ màng 3 được để trong một giờ. Xác nhận bằng mắt xem lá đồng 2 vẫn còn hay đã hết. Nếu sự khắc ăn mòn là chưa đủ, công đoạn khắc ăn mòn tiếp tục được tiến hành thêm 10 phút nữa và xác nhận lại tình trạng của lá đồng 2.

Khi xác nhận rằng lá đồng 2 đã được loại bỏ hoàn toàn, graphen 1 và lớp bảo vệ màng 3 được làm nổi trong nước siêu tinh khiết với bề mặt của graphen 1 hướng xuống dưới.

Sau đó, nước siêu tinh khiết được trao đổi, và quy trình rửa được thực hiện hai lần để loại bỏ dung dịch khắc ăn mòn.

Tiếp theo, graphen 1 và lớp bảo vệ màng 3 được rửa với IPA, và được gia nhiệt trong lò sấy sạch mà đã được xử lý đến nhiệt độ 160°C trước đó trong một giờ. Bước gia nhiệt dẫn đến sự polyme hóa lớp cản màu 5, và hóa cứng lớp bảo vệ màng 3.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.1(6), lỗ thấm nước để cho nước đi qua được tạo ra trên graphen 1. Lỗ thấm nước này cần phải có kích cỡ sao cho nước có thể đi qua đó nhưng tạp chất hoặc ion không thể đi qua được.

Lỗ của graphen 1 được mở sau khi lá đồng 2 được loại bỏ bởi vì lá đồng 2 còn dư sẽ hoạt động như một chất xúc tác đốt cháy graphen 1 trong khi gia nhiệt.

Lỗ được mở bằng cách gia nhiệt graphen 1 trong không khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C trong thời gian định trước.

Ở đây, không khí không chỉ giới hạn ở hỗn hợp khí chứa khoảng 20% O_2 và khoảng 80% N_2 . Với điều kiện là không khí chứa O_2 với lượng bằng hoặc lớn hơn 1%, các khí khác được chứa không bị giới hạn. Hỗn hợp khí chứa khí trơ và các khí khác là được cho phép.

Thông thường, người ta cho rằng graphen không đục lỗ được ở nhiệt độ thấp hơn 300°C .

Tuy nhiên, lớp bảo vệ màng 3 không bị rách và lỗ được mở từ từ trong graphen 1 cần được nói rộng ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C . Do vậy, kích cỡ lỗ thấm nước có thể được điều chỉnh bởi khoảng thời gian gia nhiệt. Khi lỗ thấm nước được mở trong không khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 250°C , không tạo ra xỉ. Do vậy, lỗ thấm nước có thể được mở trong khi vẫn giữ được bề mặt sạch.

Khi quá trình gia nhiệt được thực hiện trong thời gian dài ở nhiệt độ thấp hơn 160°C , khó có thể tạo ra lỗ trên graphen. Ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn 250°C , phản ứng diễn ra nhanh, nên khó tạo ra lỗ có kích cỡ mong muốn, và kích cỡ lỗ được tạo ra không đồng đều.

Nhiệt độ của quá trình gia nhiệt ở nhiệt độ thấp tốt nhất là nằm trong

khoảng từ 200 đến 250°C.

Ví dụ, khi lỗ thấm nước được tạo ra bằng cách để graphen trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong 20 giờ, vật đúc lọc được tạo ra theo cách này có thể loại bỏ muối khỏi nước biển để chuyển hóa nước biển thành nước ngọt.

Thời gian định trước có nghĩa là thời gian đem lại hiệu quả tạo lỗ trên graphen trong khi vẫn duy trì được môi trường có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C.

Theo phương án trên, lớp bảo vệ màng được sử dụng làm nền. Tuy nhiên, nền này phải là vật liệu mà không ảnh hưởng đến quá trình gia nhiệt ở nhiệt độ thấp của graphen 1 và có thể mang graphen dưới dạng bộ lọc. Ví dụ, nhựa hoặc vật liệu khác có khả năng dính vào graphen 1 có thể được sử dụng làm nền, hoặc nhựa hoặc nền khác có thể được sử dụng cùng với chất dính kết chịu nhiệt.

Như được minh họa trên Fig.6, vật đúc lọc được tạo ra theo cách này có thể được sử dụng làm bộ lọc cho thiết bị tinh lọc nước sử dụng màng lọc.

Ví dụ, vật đúc lọc được cắt thành hình tròn có kích thước 1/2 inơ sử dụng máy dập thủ công (do Carl Jimuki Co., Ltd. sản xuất). Vật đúc lọc này được bố trí theo hướng chảy xuống của màng lọc có kích cỡ 1/2 inơ trong khi lớp cảm màu 5 của nó hướng lên phía trên và lớp graphen 1 hướng xuống phía dưới được đặt ở giá đỡ màng lọc 7.

Để làm màng lọc, ví dụ, màng lọc polycarbonat “Isopore GTTP (đường kính lỗ 0,2µm)” do Merck KGaA sản xuất có thể được sử dụng.

Để làm giá đỡ màng lọc 7, ví dụ, “Swinnex” do Merck KGaA sản xuất có thể được sử dụng.

Để lọc dung dịch bằng cách sử dụng thiết bị tinh lọc nước nêu trên, dung dịch cần được lọc (ví dụ, nước biển) được đưa vào trong bình 8, bình 8 được nối với giá đỡ bộ lọc, bình 8 được nén để lọc dung dịch, và nhờ đó có thể thu được nước được loại bỏ tạp chất hoặc ion.

Thử nghiệm

Thử nghiệm được thực hiện để xác định hiệu quả của sáng chế.

Đối với thử nghiệm đo, vật liệu nano cacbon cấu trúc dạng sừng đơn vách (single-walled carbon nanohorn-SWNH) được sử dụng. SWNH về cơ bản có cấu trúc giống như graphen, nhưng được tạo thành dạng hình nón.

Trong thử nghiệm này, mức hấp phụ nitơ ở 77K được đo bằng cách sử dụng thiết bị đo mức hấp phụ “Autosorb-iQ” do Quantachrome Instruments Japan G.K sản xuất. Khí nitơ được cấp đến phía bên ngoài của SWNH, và lượng khí nitơ được đo sau một thời gian định trước. Khi lỗ mà nitơ đi qua có thể được tạo ra trên bề mặt ngoài của SWNH, nitơ đi vào SWNH và được hấp phụ bởi vách trong của nó. Do vậy, sự chênh lệch giữa lượng nitơ cấp vào và lượng nitơ bên ngoài SWNH sau thử nghiệm chỉ báo mức hấp phụ nitơ. Đường kính lỗ và kích cỡ của nó có thể được xác định.

Trên Fig.2(a), mẫu SWNH không được xử lý, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 250°C trong 20 giờ, và mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 250°C trong 70 giờ được chuẩn bị, và mức hấp phụ nitơ được đo cho từng mẫu SWNH bằng cách cấp nitơ ở các áp suất tương đối khác nhau.

Ở mẫu SWNH đã được xử lý trong 20 giờ, mức hấp phụ nitơ được gia tăng nhiều từ áp suất thấp đến áp suất cao so với mẫu SWNH không được xử lý. Đã nhận thấy rằng lỗ để mà nitơ đi qua đã được tạo ra.

Ở mẫu SWNH được xử lý trong 70 giờ, mức hấp phụ được gia tăng so với mẫu SWNH được xử lý trong 20 giờ. Điều này có nghĩa là số lượng SWNH có các lỗ được mở đã gia tăng khi được xử lý trong 70 giờ. Nghĩa là, số lượng các lỗ được tạo ra đã gia tăng, và nhờ đó tỷ lệ của SWNH có các lỗ được mở cũng gia tăng. Mức hấp phụ theo đó cũng gia tăng. Do vậy, đã thấy rằng số lượng lỗ đã được gia tăng.

Trên Fig.2(b), mẫu SWNH không được xử lý, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 20 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 70 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 100 giờ, và mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 150 giờ được điều chế, và mức hấp phụ nitơ được đo cho từng mẫu SWNH bằng cách cấp nitơ ở các mức áp suất tương đối khác nhau.

Khi mẫu SWNH được xử lý ở 200°C, mức hấp phụ nitơ được gia tăng vì thời gian xử lý lâu hơn mặc dù mức gia tăng không lớn như ở mẫu SWNH được xử lý ở 250°C. Nghĩa là, số lượng các lỗ được gia tăng vì thời gian xử lý lâu hơn.

Trên Fig.3, mẫu SWNH không được xử lý, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 180°C trong 50 giờ, và mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 180°C trong 70 giờ được điều chế, và mức hấp phụ nitơ được đo cho từng mẫu SWNH bằng cách cung cấp nitơ ở các mức áp suất tương đối khác nhau.

Trên mẫu SWNH đã được xử lý trong 50 giờ, mức hấp phụ nitơ được gia tăng từ mức áp suất thấp đến mức áp suất cao so với mẫu SWNH không được xử lý. Đã thấy rằng lỗ để cho nitơ đi qua đã được tạo ra.

Mặt khác, ở mẫu SWNH đã được xử lý trong 70 giờ, mức hấp phụ nitơ hầu như không gia tăng so với mẫu SWNH đã được xử lý trong 50 giờ. Do vậy, đã thấy rằng số lượng lỗ hầu như không gia tăng ở nhiệt độ 180°C ngay cả khi thời gian xử lý lâu hơn.

Tiếp theo, tính chọn lọc ion của graphen có lỗ được tạo ra trên đó được đo.

Bán kính các ion hydrat hóa của cation thỏa mãn điều kiện $\text{Li}^+ > \text{Na}^+ > \text{K}^+ > \text{Rb}^+ > \text{Cs}^+$. Do vậy, tính chọn lọc ion của bộ lọc được sử dụng được đo theo hệ số truyền ion của từng ion.

Trong thử nghiệm, 24mg SWNH được bổ sung vào 6ml dung dịch hỗn hợp của Li, Na, K, Rb, và Cs ở nồng độ 20 $\mu\text{mol/l}$, và hỗn hợp thu được được để lắng ở 30°C trong 24 giờ. Sau đó, nồng độ ion của dung dịch được đo bằng cách sắc kí ion. Khi cation đi qua lỗ được mở trên SWNH và bám vào phần bên trong của SWNH, nồng độ ion đo được trở nên nhỏ hơn. Trên các Fig.4(a) và 4(b), lượng ion mà đã đi qua lỗ được đo nhờ sự thay đổi nồng độ.

Trên Fig.4(a), mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 250°C trong 20 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 250°C trong 70 giờ, và

mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 250°C trong 100 giờ được điều chế, và mỗi mẫu SWNH nêu trên được cho vào trong dung dịch hỗn hợp.

Kết quả là, đã thấy rằng tất cả các cation đều đi qua không phụ thuộc vào khoảng thời gian xử lý. Do vậy, thấy rằng mẫu SWNH đã được xử lý ở 250°C trong 20 giờ hoặc lâu hơn có lẽ được tạo ra trên đó lớn hơn và không có tính chọn lọc ion.

Trên Fig.4(b), mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 20 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 50 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 70 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 100 giờ, và mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 150 giờ được điều chế, và mỗi mẫu SWNH này được cho vào trong dung dịch hỗn hợp.

Kết quả là, thấy rằng mẫu SWNH mà đã được xử lý trong 20 giờ hầu như không truyền ion có bán kính ion hydrat hóa lớn như Li hoặc Na, nhưng lại truyền ion có bán kính ion hydrat hóa nhỏ như K, Rb, hoặc Cs.

Mặt khác, đã thấy rằng SWNH mà đã được xử lý trong 50 giờ hoặc lâu hơn truyền được tất cả các ion vì có lỗ lớn hơn.

Fig.5 thể hiện sự so sánh tính chọn lọc ion ở từng nhiệt độ gia nhiệt trong khi thời gian xử lý được xác định là 20 giờ.

Mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 140°C trong 20 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 160°C trong 20 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 180°C trong 20 giờ, mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 200°C trong 20 giờ, và mẫu SWNH đã được xử lý trong không khí ở 250°C trong 20 giờ được điều chế, và mỗi mẫu SWNH này được cho vào trong dung dịch hỗn hợp.

Đã thấy rằng mẫu SWNH mà đã được xử lý ở 140°C hầu như không truyền ion bởi vì không mở được lỗ trên đó.

Cũng nhận thấy rằng mẫu SWNH đã được xử lý ở 160°C và mẫu SWNH đã được xử lý ở 180°C chỉ truyền một lượng nhỏ ion vì có lỗ nhỏ. Ngoài ra, thấy

rằng mẫu SWNH đã được xử lý ở 160°C và mẫu SWNH đã được xử lý ở 180°C có lượng K, Rb, và Cs được truyền qua là nhỏ và không có tính chọn lọc ion.

Đã thấy rằng mẫu SWNH mà đã được xử lý ở 200°C có tính chọn lọc ion do có lượng truyền Li và Na là nhỏ và lượng truyền K, Rb, và Cs là lớn.

Đã thấy rằng mẫu SWNH mà đã được xử lý ở 250°C truyền tất cả các ion với lượng lớn.

Trên Fig.7, giống như Fig.6 ở trên, graphen 1 được đặt vào giá đỡ màng lọc 7, dung dịch hỗn hợp chứa Li, Na, K, Rb, và Cs ở nồng độ 20 μ mol/l được cho đi qua graphen 1 từ bình 8, và nồng độ ion của dung dịch truyền được đo.

Graphen đã được xử lý ở 160°C trong 20 giờ, graphen đã được xử lý ở 200°C trong 20 giờ, và graphen đã được xử lý ở 250°C trong 20 giờ được điều chế.

Kết quả là, như được minh họa trên Fig.7, graphen được xử lý ở 160°C hầu như không truyền ion do lỗ nhỏ.

Đã thấy rằng graphen được xử lý ở 200°C hầu như không truyền Li hoặc Na, nhưng lại truyền K, Rb, và Cs.

Đã thấy rằng graphen được xử lý ở 250°C truyền được tất cả các ion do có lỗ lớn.

Danh mục các số chỉ dẫn

- 1 graphen
- 2 lá đồng
- 3 lớp bảo vệ màng
- 4 lớp bảo vệ
- 5 lớp cản màu
- 6 lớp nền
- 7 giá đỡ màng lọc
- 8 bình

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất vật đúc lọc có lớp graphen làm vật liệu lọc, phương pháp này bao gồm các bước:

dính lớp nền có lỗ thấm nước được đục trước vào lớp graphen được tạo ra trên nền ban đầu cho graphen; và

tạo lỗ thấm nước ở lớp graphen bằng cách gia nhiệt và giữ lớp graphen trong không khí chứa oxy ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 160 đến 250°C trong thời gian định trước.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó lớp nền là lớp cản quang, và

trong đó phương pháp này bao gồm bước cho lớp cản quang lộ ra ngoài ánh sáng và làm ổn định lớp cản quang này.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó bước cho lớp cản quang lộ ra ngoài ánh sáng và làm ổn định lớp cản quang được thực hiện trước bước tạo lỗ thấm nước ở lớp graphen sau bước dính lớp nền vào lớp graphen.

4. Phương pháp theo điểm 2 hoặc 3, trong đó lớp nền là lớp cản quang kiểu âm tính.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, trong đó lớp nền là lớp cản quang kiểu màng mỏng.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó bước tạo lỗ thấm nước ở lớp graphen bằng cách gia nhiệt và giữ cho lớp graphen ở nhiệt độ thấp được thực hiện trong không khí chứa oxy ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 250°C.

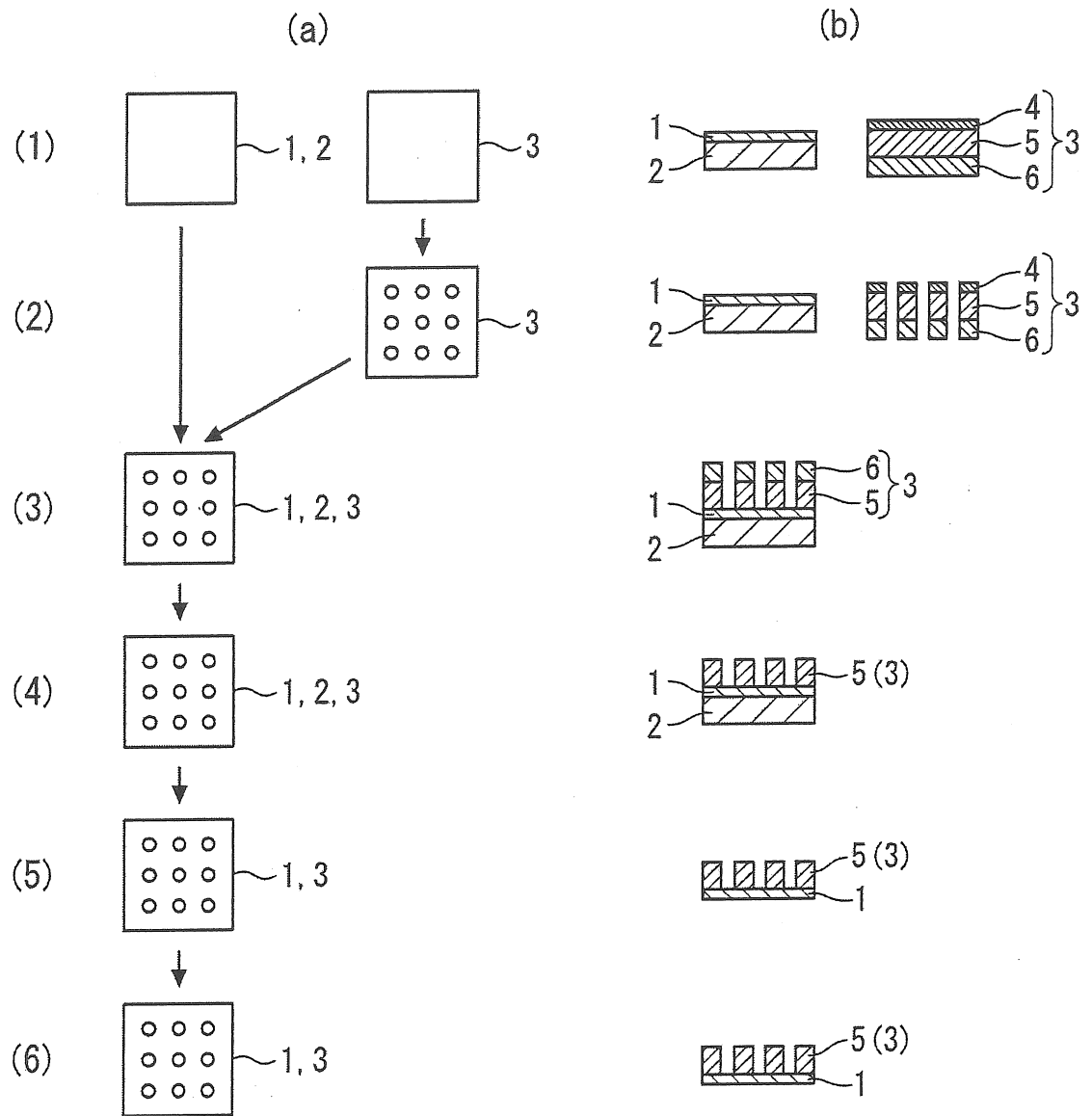


FIG. 1

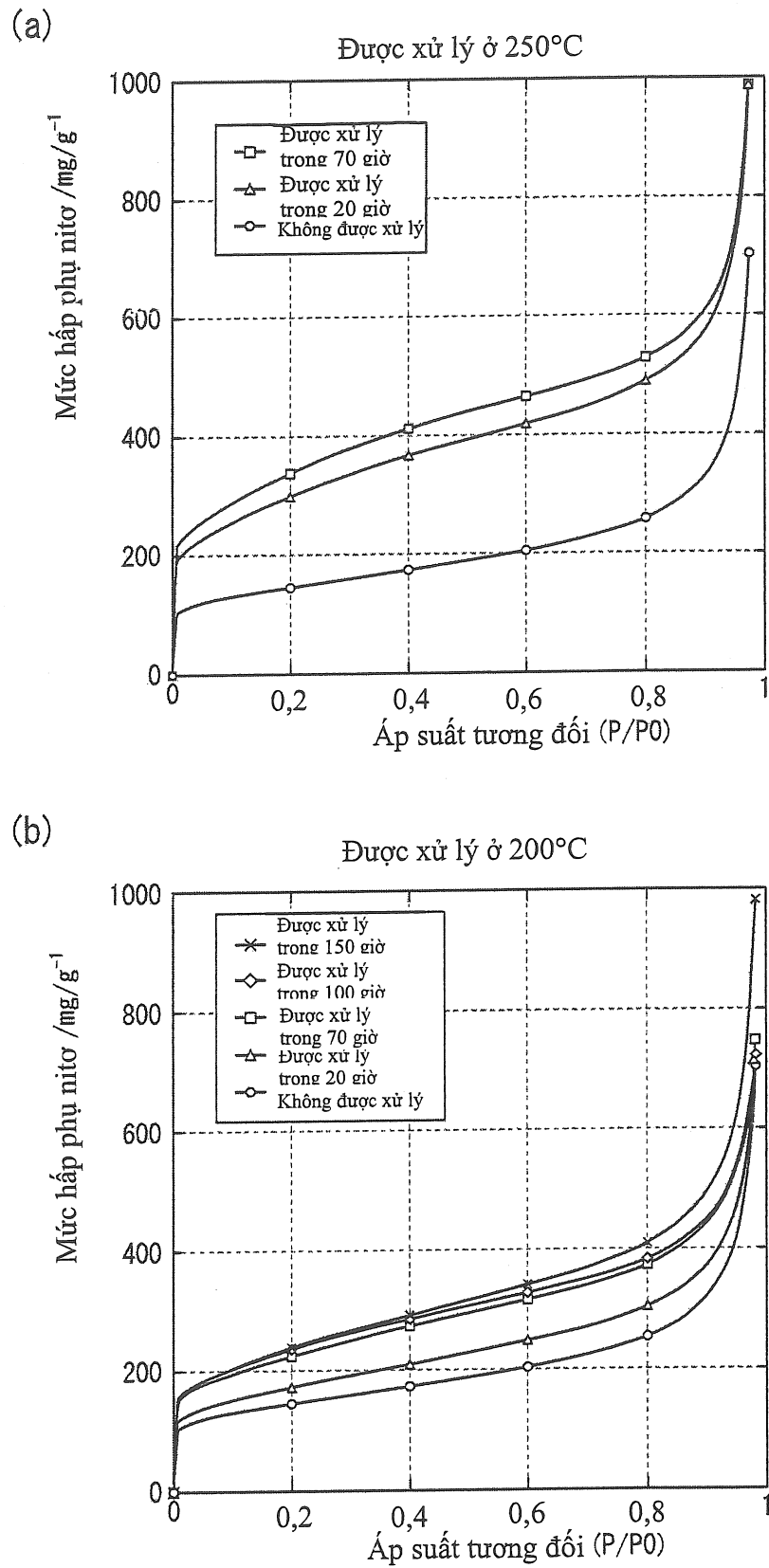


FIG. 2

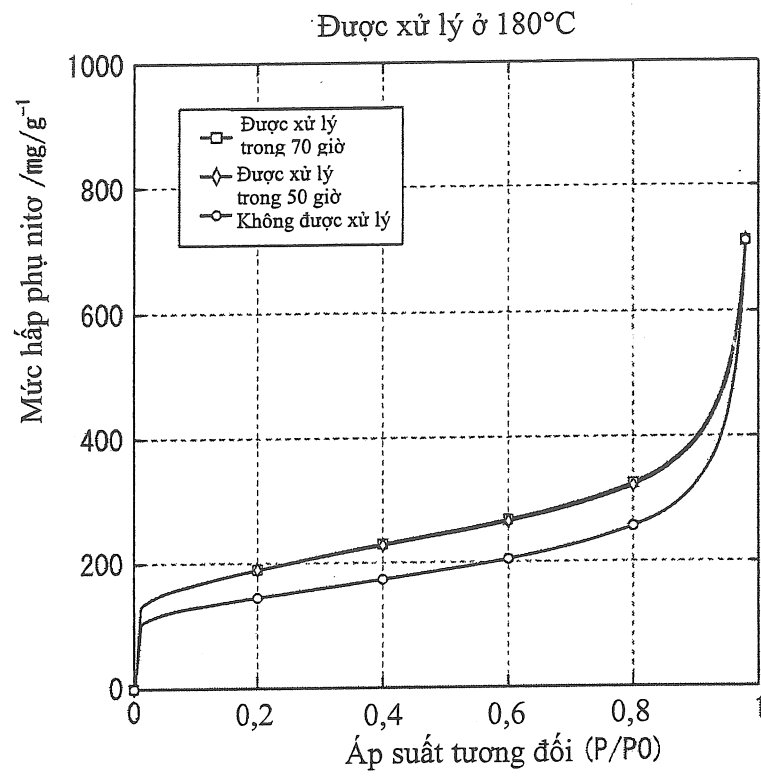


FIG. 3

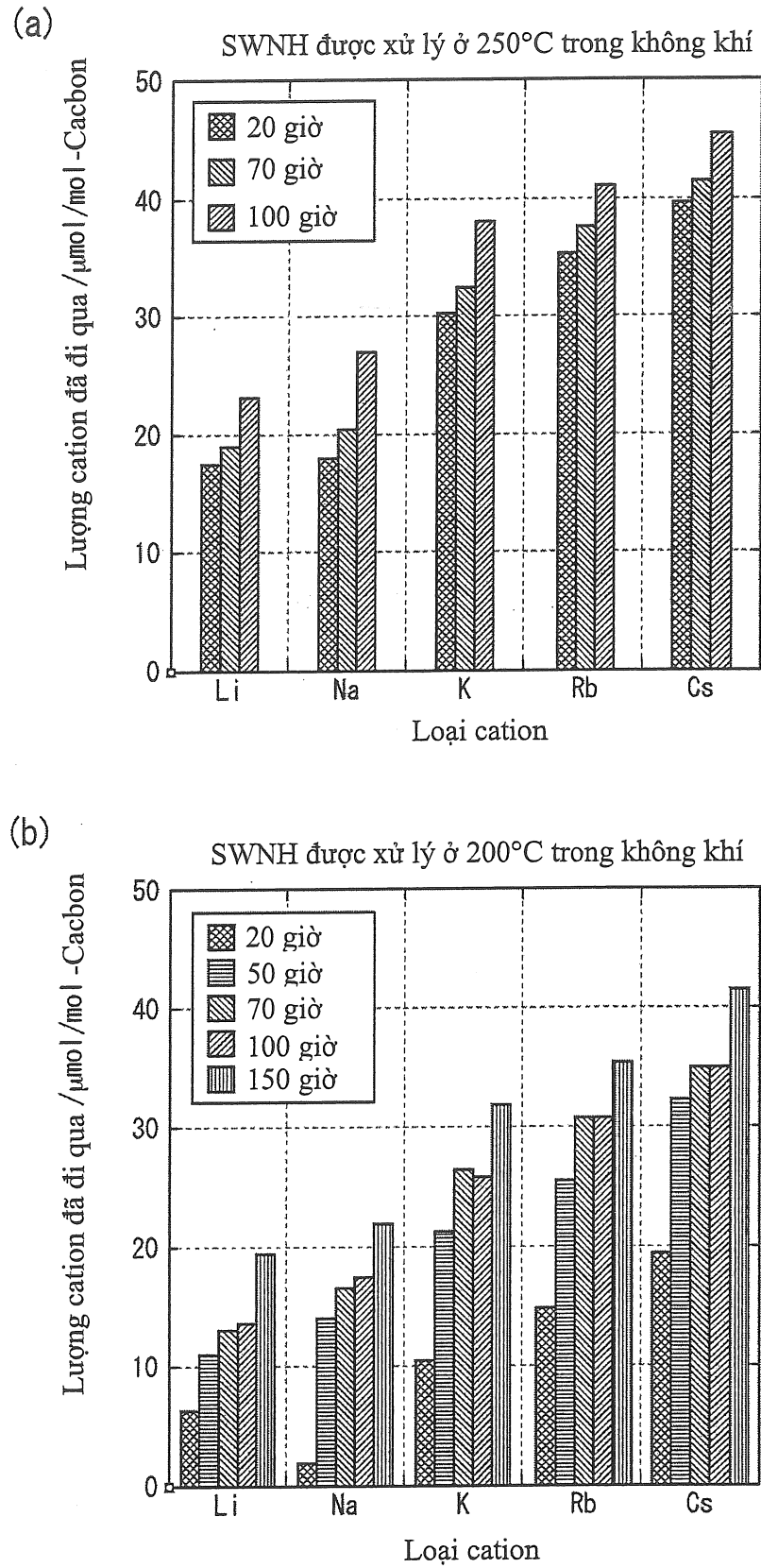


FIG. 4

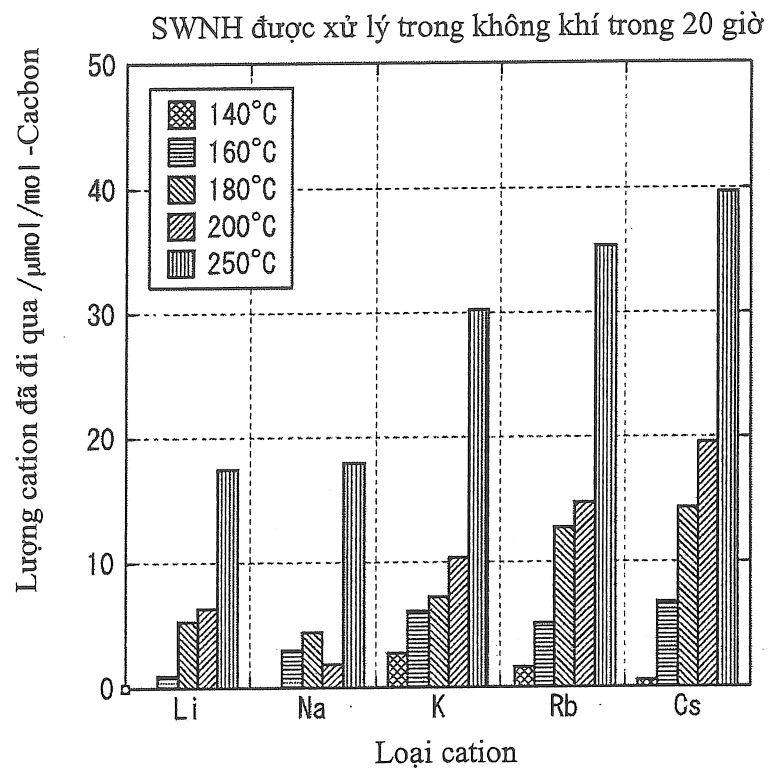


FIG. 5

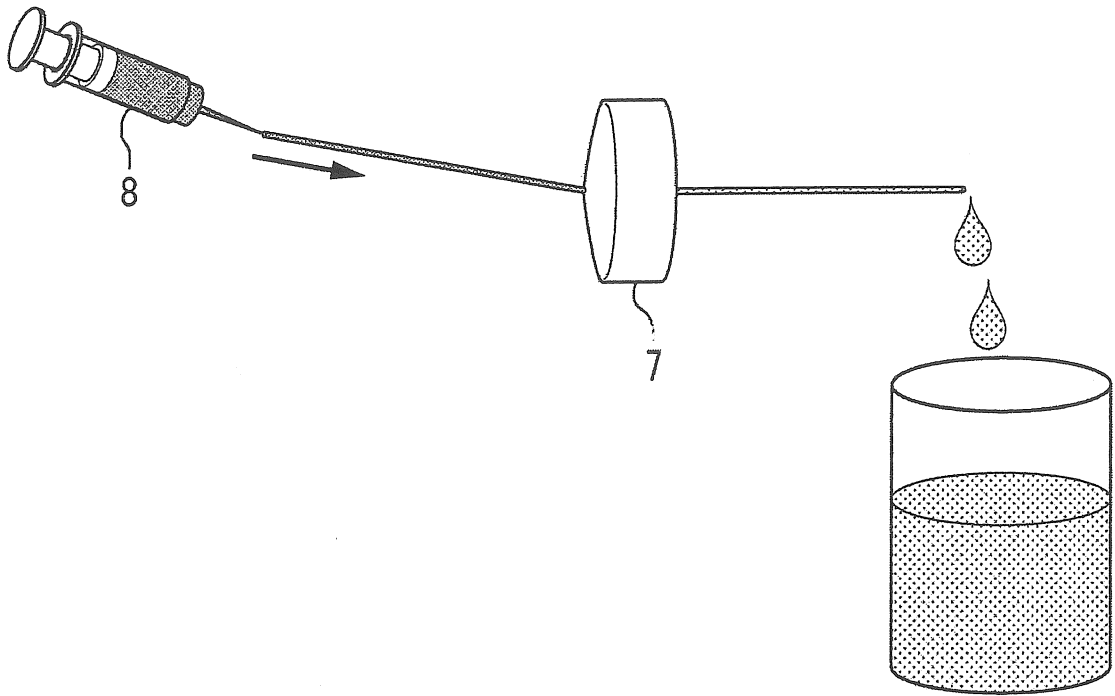


FIG. 6

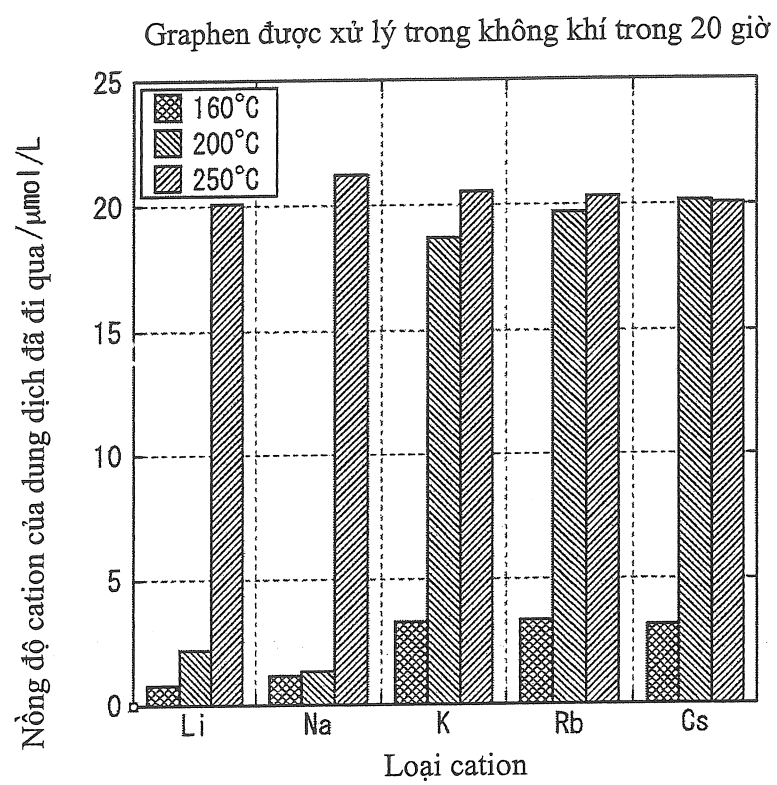


FIG. 7