



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

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



1-0033891

(51)⁷ C01B 31/02; B01D 69/12; B01D 71/02; (13) B
G03F 7/40; G03F 7/038; G03F 7/16;
G03F 7/20; B01D 67/00

(21) 1-2017-00431

(22) 05/08/2015

(86) PCT/JP2015/072206 05/08/2015

(87) WO 2016/024506 A1 18/02/2016

(30) 2014-163350 11/08/2014 JP

(45) 25/11/2022 416

(43) 25/05/2017 350A

(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

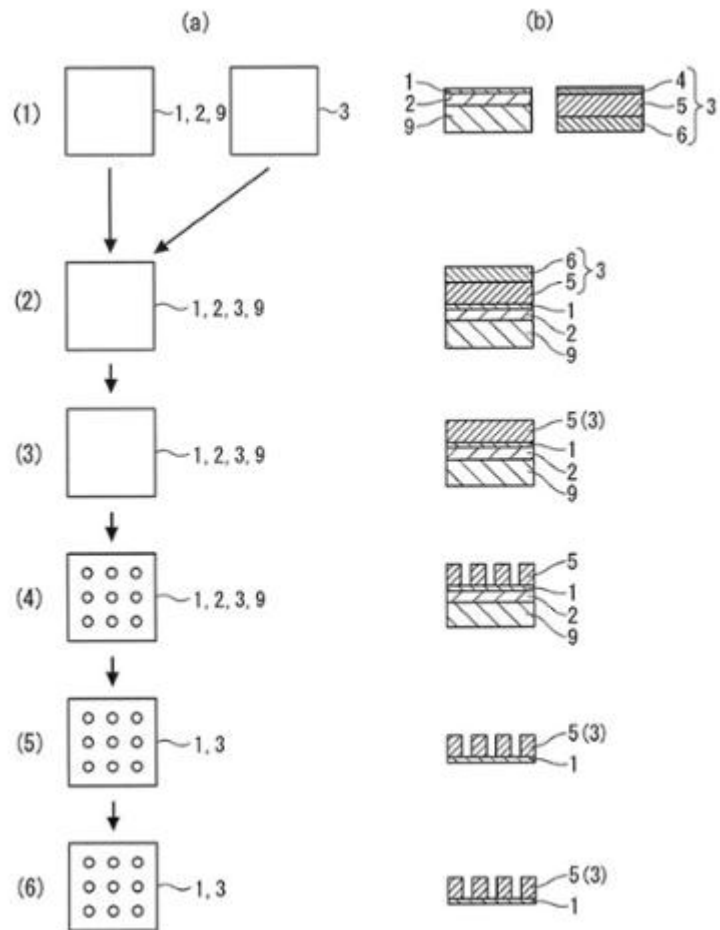
(72) KANEKO Katsumi (JP); TAKAGI Toshio (JP); MURATA Katsuyuki (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SẢN PHẨM KHUÔN LỌC

(57) Sáng chế đề cập đến sản phẩm khuôn lọc sử dụng graphen với các lỗ dẫn nước có kích cỡ mong muốn được sản xuất theo cách đơn giản.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc có lớp graphen là vật liệu lọc khác biệt ở chỗ bao gồm bước tạo lớp mang (3) trên bề mặt của lớp graphen (1) được tạo trên các lớp nền ban đầu dùng cho graphen (2) và (9), bước tạo các lỗ dẫn nước trong lớp mang (3), bước loại bỏ các lớp nền ban đầu dùng cho graphen (2) và (9), và bước tạo các lỗ dẫn nước bằng cách gia nhiệt và giữ lớp graphen (1) ở nhiệt độ thấp trong không khí chứa oxy có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 250°C trong thời gian định trước.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc, cụ thể là phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc có bộ lọc sử dụng graphen.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong những năm gần đây, để làm bộ lọc để loại bỏ các hạt nhỏ chẳng hạn như các ion khỏi nước, dung dịch, hoặc khí khác, sản phẩm khuôn lọc sử dụng graphen có các lỗ dẫn nước nhỏ được tạo ra đã được đưa vào sử dụng (Tài liệu sáng chế 1).

Thông thường, graphen được tạo trên bề mặt của lá đồng hoặc tương tự bằng phương pháp CVD (chemical vapor deposition - kết tủa từ pha hơi hóa học) (Tài liệu sáng chế 2). Vì vậy, thông thường, bước chuyển đổi graphen thành lớp mang mong muốn, được gọi là bước chuyển đổi, đã trở nên cần thiết khi graphen được sử dụng làm sản phẩm khuôn lọc (Tài liệu sáng chế 3).

Trong bước chuyển đổi này, mặt phơi sáng của graphen được tạo trên lá đồng được phủ quay bằng PMMA để tạo và sấy khô màng bọc mỏng. Sau đó, sản phẩm tạo thành được thả vào dung dịch ăn mòn đồng (Cu) mà được gia nhiệt đến nhiệt độ 50°C có lá đồng lật úp xuống để loại bỏ lá đồng.

Sau đó, màng mỏng mà được tạo ra từ PMMA và graphen được rửa bằng nước siêu sạch, và được vớt lên để được đặt trên lớp nền silic mà có bề mặt ưa nước.

Sau đó, màng mỏng nêu trên được vớt lên cùng lớp mang mong muốn mà được tạo ra từ nhựa hoặc các chất tương tự, và được sấy khô. Việc nhúng chìm trong axeton và việc nhúng chìm trong IPA được lặp lại lần lượt nhiều lần để loại bỏ màng bọc PMMA.

Cuối cùng, bằng cách sấy khô lớp mang và graphen, graphen có thể được chuyển thành lớp mang.

Trong bước biến đổi thông thường, hóa chất hoặc tương tự bị lãng phí, thời gian bị lãng phí, và năng suất thấp.

Trong bước tạo lớp phủ trên bề mặt của lớp graphen, loại bỏ lớp phủ ra khỏi đó, vớt lên lớp graphen cùng với lớp nền silic hoặc tương tự, hoặc loại bỏ lớp graphen ra khỏi đó, graphen cực mỏng có thể bị đứt gãy.

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

Tuy nhiên, theo phương pháp này, lớp cản màng mà đỡ graphen bị đứt gãy do nhiệt. Ngoài ra, khó kiểm soát phản ứng và kích cỡ của các lỗ dẫn nước mà được mở trong graphen là không đều do mở lỗ bằng phản ứng cháy của than chì. Vì vậy, phương pháp này không phù hợp đối với sản phẩm khuôn lọc mà yêu cầu các lỗ dẫn nước đồng đều.

Hơn nữa, xỉ của lớp mang mà được tạo ra từ nhựa hoặc tương tự được sinh ra trong phản ứng cháy có thể làm bẩn graphen khiến cho chất lượng sản phẩm khuôn lọc thấp.

Ngoài graphen, bộ lọc chọn lọc ion sử dụng các ống nano cacbon (Tài liệu sáng chế 4) hoặc các ống loe nano cacbon (Tài liệu sáng chế 5) đã được sử dụng (sau đây, ống loe nano cacbon đơn vách được viết tắt là SWNH - single walled carbon nanohorn).

Về phương pháp khác mà được dùng để tạo lỗ dẫn nước bằng các vật liệu nano cacbon, thì có phương pháp gắn các nitrat vào các vật liệu nano cacbon cũng như cách cấp oxy và gia nhiệt các vật liệu nano cacbon trong chân không hoặc khí trơ ở 300°C để tạo các lỗ (Tài liệu sáng chế 6).

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2013-536077 W

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 W

Tài liệu sáng chế 5: WO 2003/099717 A (công bố lại 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 đã được tạo ra để giải quyết các vấn đề nêu trên, và mục đích của sáng chế là đề xuất sản phẩm khuôn lọc sử dụng graphen có các lỗ dẫn nước có kích cỡ mong muốn theo cách đơn giản.

Giải pháp cho vấn đề

Theo sáng chế, các cách để giải quyết các vấn đề trên như sau.

Khía cạnh thứ nhất của sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc có lớp graphen là vật liệu lọc, phương pháp này khác biệt ở chỗ bao gồm bước tạo lớp mang trên bề mặt của lớp graphen mà được tạo trên lớp nền ban đầu dùng cho graphen, bước tạo các lỗ dẫn nước trên lớp mang, bước loại bỏ lớp nền ban đầu dùng cho graphen, và bước tạo các lỗ dẫn nước bằng cách gia nhiệt và giữ lớp graphen ở nhiệt độ thấp trong không khí chứa oxy có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 250°C trong thời gian định trước.

Khía cạnh thứ hai của sáng chế khác biệt ở chỗ lớp mang là lớp cản quang âm và bước tạo các lỗ dẫn nước trong lớp mang bao gồm bước phơi sáng các phần mà khác với các phần trong đó các lỗ dẫn nước của lớp cản quang nên được tạo ra.

Khía cạnh thứ ba của sáng chế khác biệt ở chỗ bước tạo các lỗ dẫn 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°C đến 250°C.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Theo khía cạnh thứ nhất của sáng chế, bằng cách tạo các lỗ dẫn nước nhờ gia nhiệt và giữ lớp graphen ở nhiệt độ thấp trong không khí chứa oxy có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 250°C trong thời gian định trước, phản ứng xảy ra nhẹ nhàng và có thể được kiểm soát một cách dễ dàng, và bằng cách kiểm soát độ dài khoảng thời gian gia nhiệt, các lỗ có kích cỡ mong muốn có thể được tạo một cách đồng đều trong graphen. Ngoài ra, bằng cách gia nhiệt graphen ở nhiệt độ thấp, sự đứt gãy của lớp mang có thể được ngăn ngừa. Vì vậy, sự nhiễm bẩn graphen cũng có thể được ngăn ngừa.

Theo khía cạnh thứ hai của sáng chế, lớp mang là lớp cản quang âm, và bước tạo các lỗ dẫn nước trong lớp mang bao gồm bước phơi sáng các phần khác với các phần trong đó các lỗ dẫn nước của lớp cản quang nên được tạo ra. Vì vậy, sản phẩm khuôn lọc có thể được tạo ra mà sẽ không qua bước biến đổi gây ra sự đứt gãy của graphen.

Ngoài ra, bằng cách sử dụng kỹ thuật quang khắc trong đó chỉ các phần trong đó các lỗ dẫn nước nên được tạo ra không được phơi ra dưới ánh sáng, kích cỡ và hình dạng của các lỗ dẫn nước được tạo trong lớp cản có thể được kiểm soát cụ thể. Điều này cho phép các lỗ dẫn nước được tạo trong lớp cản màng ở mức có ít ảnh hưởng đến tính năng của graphen dùng như bộ lọc trong khi tăng độ bền như lớp mang.

Theo khía cạnh thứ ba của sáng chế, bước tạo các lỗ dẫn 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°C đến 250°C . Vì vậy, các lỗ dẫn nước có thể được tạo một cách chắc chắn trong graphen trong thời gian tương đối ngắn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1(a) và Fig.1(b) là sơ đồ minh họa phương pháp (bước) sản xuất sản phẩm khuôn lọc theo phương án thứ nhất của sáng chế. Fig.1(a) là hình chiếu bằng.

Fig.1(b) là hình chiếu mặt cắt. Theo Fig.1(a) và Fig.1(b), (1) minh họa thời điểm bắt đầu, (2) minh họa thời điểm gắn graphen vào lớp cản màng, (3) minh họa thời điểm phơi sáng lớp cản màng, (4) minh họa thời điểm hiện lớp cản màng, (5) minh họa thời điểm loại bỏ lớp nền silic và lá đồng, và (6) minh họa thời điểm mở lỗ trong graphen.

Fig.2(a) và Fig.2(b) là sơ đồ minh họa phương pháp (bước) sản xuất sản phẩm khuôn lọc theo phương án thứ hai của sáng chế. Fig.2(a) là hình chiếu bằng. Fig.2(b) là hình chiếu mặt cắt. Theo Fig.2(a) và Fig.2(b), (1) minh họa thời điểm bắt đầu, (2) minh họa thời điểm phủ quay lớp cản lỏng, (3) minh họa thời điểm phơi sáng lớp cản, (4) minh họa thời điểm hiện lớp cản, (5) minh họa thời điểm loại bỏ lớp nền silic và lá đồng, và (6) minh họa thời điểm mở lỗ trong graphen.

Fig.3(a) và Fig.3(b) là các đồ thị chỉ ra các kết quả kiểm tra thu được bằng cách đo lượng hấp thụ nitơ của SWNH trong kết cấu graphen. Fig.3(a) sử dụng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C. Fig.3(b) sử dụng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C.

Fig.4 là đồ thị chỉ ra các kết quả kiểm tra thu được bằng cách đo lượng hấp thụ nitơ của SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 180°C.

Fig.5(a) và Fig.5(b) là các biểu đồ chỉ ra các kết quả kiểm tra thu được bằng cách đo lượng ion đi qua các lỗ được tạo trong SWNH. Fig.5(a) sử dụng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C. Fig.5(b) sử dụng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C.

Fig.6 là biểu đồ chỉ ra các kết quả kiểm tra thu được bằng cách đo lượng ion đi qua các lỗ được tạo trong SWNH trong khi sự so sánh được thực hiện với mỗi mức nhiệt độ tại đó SWNH đã được gia nhiệt.

Fig.7 là sơ đồ giải thích minh họa phương pháp sử dụng sản phẩm khuôn lọc theo phương án của sáng chế.

Fig.8 là biểu đồ chỉ ra các kết quả kiểm tra thu được bằng cách đo lượng

ion đi qua các lỗ được tạo trong graphen trong khi sự so sánh được thực hiện với mỗi mức nhiệt độ tại đó graphen đã được gia nhiệt.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc theo phương án thứ nhất của sáng chế sẽ được nêu ra.

Trong sản phẩm khuôn lọc này, graphen được sử dụng như bộ lọc.

Như được minh họa trên Fig.1(1), để làm graphen 1, graphen 1 mà thu được bằng cách tạo lá đồng 2 trên lớp nền silic 9 và tầng graphen trên lá đồng 2 được sử dụng. Ví dụ, màng 1 μm của lá đồng 2 được tạo trên lát silic 4 inso (lớp nền silic 9) có độ dày 300 μm bằng cách phun chế phẩm màng, và sản phẩm tạo thành được cắt thành mẫu có diện tích 1 cm^2 để tạo đế.

Graphen 1 có thể được tạo trên lá đồng 2 bằng phương pháp CVD ở 500 sccm (standard cubic centimeters per minute - $\text{cm}^3/\text{phút}$) có 50% hydro với lượng còn lại argon ở 1 sccm có metan ở nhiệt độ 1000°C trong thời gian 10 phút.

Graphen đơn lớp tốt hơn là được sử dụng như graphen 1, nhưng graphen đa lớp có thể được sử dụng. Chỉ graphen 1 và lá đồng 2 thu được bằng cách loại bỏ lớp nền Si với thuốc thử từ trước có thể được sử dụng. Graphen có thể được giữ trên lớp nền ban đầu dùng cho graphen, lớp nền này được tạo ra từ vật liệu khác với lá đồng 2.

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

Như được minh họa trên Fig.1(1), lớp cản màng 3 mà được tạo ra từ chất cản quang được sử dụng như lớp mang giữ graphen 1 trong sản phẩm khuôn lọc.

Các đặc điểm được yêu cầu đối với chất cản quang được sử dụng ở đây như sau. Đó là, chất cản quang cần đủ bền để sử dụng được như lớp mang, cần là chất cản quang âm để làm giảm độ hòa tan trong dung dịch tráng do có bước phơi sáng, và cần có nhựa có độ bền nhiệt cao, chẳng hạn như polyimide hoặc nhựa epoxy.

Theo phương án này, lớp cản màng “Raytec” do Hitachi Chemical Co., Ltd., sản xuất được dùng cho màng phân cách của lớp nền in hoặc tương tự như lớp cản hàn nhựa epoxy, được sử dụng.

Raytec là lớp cản màng mà có kết cấu ba lớp là lớp bảo vệ 4, lớp cản 5, và lớp mang 6. Lớp cản 5 là lớp được tạo ra từ lớp cản hàn nhựa epoxy. Lớp mang 6 được tạo trên một mặt của lớp cản 5 nhằm bảo vệ lớp cản 5. Lớp bảo vệ 4 được gắn vào mặt còn lại của lớp cản 5 nhằm bảo vệ lớp cản 5 cho đến khi lớp cản 5 được gắn vào graphen 1. Lớp bảo vệ 4 và lớp mang 6 có thể được tách ra từ lớp cản 5 bằng cách giữ lớp bảo vệ 4 và lớp mang 6 bằng tay.

Lớp cản màng 3 dày hơn được sử dụng một cách dễ dàng hơn làm bộ lọc. Vì vậy, tốt hơn là sử dụng lớp cản màng dày nhất có thể. Theo phương án này, Raytec có độ dày màng 30 μm (mẫu: FZ-2730GA) được sử dụng.

Như được minh họa trên Fig.1(2), để tạo sản phẩm khuôn lọc từ graphen 1 và lớp cản màng 3, đầu tiên, lớp cản màng 3 được gắn vào graphen 1.

Để liên kết theo kiểu ép lớp cản màng 3 với graphen 1 một cách vững chắc bằng cách loại bỏ không khí giữa lớp cản màng 3 và graphen 1, máy ép chân không được sử dụng để gắn. Ví dụ, máy ép dùng cho quy trình sản xuất chất bán dẫn chẳng hạn như MVLP-600 do Meiki Co., Ltd. sản xuất là phù hợp nhất. Tuy nhiên, máy ép dùng ở nhà hoặc máy ép đơn giản có thể được sử dụng.

Lớp bảo vệ 4 của lớp cản màng 3 được tách ra bằng tay, lớp cản màng 3 được đặt trên lớp graphen 1 mà được tạo trên lá đồng 2 sao cho lớp cản 5 được đưa vào gần tiếp xúc với lớp graphen 1, và sản phẩm tạo thành được đặt trong màng của máy ép với mục đích liên kết theo kiểu ép chân không ở áp suất -50 kPa trong thời gian 20 giây sử dụng máy ép chân không.

Bước này được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi sáng lớp cản màng 3.

Sau đó, graphen 1 và lớp cản màng 3 được lấy ra từ màng của máy ép, được

gia nhiệt trên tấm sưởi được gia nhiệt ở 80°C trong 60 giây và được nén ở 0,4 MPa, và được làm mát theo cách tự nhiên tới nhiệt độ phòng. Trong bước này, lớp cản 5 được liên kết với graphen 1.

Sau đó, sản phẩm tạo thành được giữ ở nhiệt độ 25°C trong 15 phút. Ở đây, bằng cách lắng đọng lớp cản màng 3 (lớp cản 5), bước phơi sáng được nêu bên dưới có thể được thực hiện một cách đồng đều.

Sau đó, lớp mang 6 của lớp cản màng 3 được tách ra bằng tay để phơi ra lớp cản 5.

Những bước này cũng được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi sáng lớp cản màng 3.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.1(3), lớp cản màng 3 được phơi ra ánh sáng. Lớp cản 5 của lớp cản màng 3 vì thế được ổn định để không bị hòa tan trong trong dung môi.

Trong bước phơi sáng, sự chiếu xạ được thực hiện ở mức 180 mJ/cm^2 với động cơ bước i-line sử dụng đèn thủy ngân áp suất cao. Ví dụ, EXP-2031 do Orc Manufacturing Co., Ltd. sản xuất có thể được sử dụng.

Vào thời điểm này, bằng cách chắn một phần bề mặt của lớp cản màng 3 bằng crom, phần được che bằng phần chắn không được phơi ra dưới ánh sáng, và được loại bỏ nhờ bước tráng được nêu bên dưới. Vì vậy, các lỗ dẫn nước có thể được tạo trong lớp cản màng 3.

Ví dụ, các mẫu tròn crom có đường kính 500 μm được sắp xếp theo các phương dọc và ngang sao cho khoảng cách giữa các tâm của nó là khoảng 1000 μm để tạo khe nhỏ nhất là 500 μm giữa các mẫu crom (theo Fig.1(a)(4)).

Sau bước phơi sáng, lớp cản màng 3 được giữ ở nhiệt độ 25°C trong khoảng 30 phút.

Những bước này cũng được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi sáng lớp cản màng 3 một cách không cần thiết.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.1(4), lớp cản màng 3 được tráng.

Lớp cản màng 3 được tráng trong 80 giây trong khi dung dịch natri cacbonat ngâm nước 1% ở 30°C được sử dụng như dung dịch tráng và áp suất phun là 0,16 MPa. Sau bước tráng, rửa sạch với nước siêu sạch ở áp suất phun 0,12 MPa trong 80 giây được lặp lại ba lần.

Trong bước tráng, ví dụ, cơ cấu tráng kiểu lát đơn tự động hoàn toàn do Tokyo Ohka Kogyo Co., Ltd. sản xuất có thể được sử dụng.

Phần được chắn trong lớp cản 5 của lớp cản màng 3 vì thế được rửa sạch ngay trong bước tráng, và các lỗ dẫn nước được tạo ra.

Những bước này cũng được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi sáng lớp cản màng 3.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.1(5), lớp nền silic 9 được loại bỏ do ăn mòn.

Trong bước ăn mòn, lớp nền silic 9 được nhúng vào dung dịch TMAH 25% mà được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C với bề mặt của nó lật úp xuống, và dung dịch được khuấy chậm theo cách liên tục trong 12 giờ bằng thiết bị khuấy (máy khuấy).

Tốc độ ăn mòn được giả định là 0,45 $\mu\text{m}/\text{phút}$, và thời gian ăn mòn được thiết đặt sao cho sự ăn mòn quá mức xuất hiện một chút thích hợp với độ dày lớp nền silic 9.

Sau khi kết thúc, được xác nhận bằng mắt liêu rằng lớp nền silic 9 còn lại hay không. Khi ăn mòn là không đủ, bước thực hiện ăn mòn và bước xác nhận lớp nền silic 9 bằng mắt được lặp lại.

Khi được xác nhận rằng lớp nền silic 9 đã được loại bỏ hoàn toàn, graphen 1 hoặc lớp tương tự được nhúng vào nước siêu sạch với bề mặt của lá đồng 2 lật úp xuống, và được rửa.

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

Khi lá đồng 2 được tách ra bằng cơ học, graphen 1 bị đứt gãy. Vì vậy, lá đồng 2 được hòa tan do ăn mòn được loại bỏ.

Graphen 1 và lớp cản màng 3 được thả vào dung dịch ngâm nước hỗn hợp của 0,5 mol/l axit hydrocloric và 0,5 mol/l sắt (III) clorua là dung dịch ăn mòn đồng (Cu) ở 50°C với bề mặt của lá đồng 2 lật úp xuống. Graphen 1 và lớp cản màng 3 được giữ trong một giờ. Được xác nhận bằng mắt liêu rằng lá đồng 2 còn lại hay không. Khi ăn mòn là không đủ, bước thực hiện ăn mòn thêm 10 phút và bước xác lá đồng 2 bằng mắt được lặp lại.

Khi được xác nhận rằng lá đồng 2 đã được loại bỏ một cách hoàn toàn, graphen 1 và lớp cản màng 3 được thả vào nước siêu sạch với bề mặt của graphen 1 lật úp xuống.

Sau đó, nước siêu sạch được thay, và rửa sạch tương tự được thực hiện hai lần để loại bỏ dung dịch ăn mòn.

Sau đó, graphen 1 và lớp cản màng 3 được rửa với IPA, và được gia nhiệt trong buồng sấy sạch đã được gia nhiệt đến nhiệt độ 160°C trước trong một giờ. Bước gia nhiệt tạo ra sự polyme hóa lớp cản 5 để xử lý, và hong khô và ổn định hóa học lớp cản màng 3.

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

Các lỗ của graphen 1 được mở sau khi lá đồng 2 được loại bỏ bởi vì lá đồng 2 còn lại có tác dụng như chất xúc tác để đốt graphen 1 trong khi gia nhiệt.

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

Ở đây, không khí không bị giới hạn ở hỗn hợp khí chứa khoảng 20% O₂ và khoảng 80% N₂. Miễn là không khí chứa 1% O₂ hoặc nhiều hơn, các khí còn lại được chứa không bị giới hạn. Hỗn hợp khí chứa khí trơ và khí khác có thể được

cho phép rộng rãi.

Thông thường, được cân nhắc rằng graphen không được đục lỗ ở nhiệt độ thấp hơn so với 300°C.

Tuy nhiên, lớp cản màng 3 không bị đứt gãy và các lỗ được mở chậm dần dần trong graphen 1 được mở rộng ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 160°C đến 250°C. Vì vậy, kích cỡ của các lỗ dẫn nước có thể được kiểm soát nhờ độ dài khoảng thời gian gia nhiệt. Khi các lỗ dẫn nước được mở trong không khí ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 250°C, xỉ không được sinh ra. Vì vậy, các lỗ dẫn nước có thể được mở trong khi giữ được bề mặt sạch.

Thậm chí khi việc gia nhiệt được thực hiện trong thời gian dài ở nhiệt độ thấp hơn 160°C, các lỗ có thể được tạo một cách khó khăn trong graphen. Ở nhiệt độ 250°C hoặc cao hơn, phản ứng xuất hiện nhanh chóng làm khó kiểm soát các lỗ để có kích cỡ mong muốn, và kích cỡ của các lỗ là không đều.

Nhiệt độ để xử lý gia nhiệt ở nhiệt độ thấp được thiết đặt cụ thể ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 250°C.

Ví dụ, khi các lỗ dẫn nước được tạo bằng cách để graphen trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 20 giờ, sản phẩm khuôn lọc mà được sản xuất theo cách này có thể loại bỏ muối khỏi nước biển để thay nước biển thành nước sạch.

Thời gian định trước là thời gian đem lại hiệu quả để tạo các lỗ trong graphen khi nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 250°C được duy trì.

Theo ví dụ trên, lớp cản màng 3 được sử dụng như lớp mang. Tuy nhiên, lớp mang chỉ cần là vật liệu không ảnh hưởng đến xử lý gia nhiệt ở nhiệt độ thấp của graphen 1 và có thể đỡ graphen 1 như bộ lọc. Ví dụ, nhựa hoặc vật liệu khác có sự kết dính với graphen 1 có thể được sử dụng như lớp mang, hoặc nhựa hoặc lớp mang khác có thể được sử dụng cùng với chất kết dính chịu nhiệt.

Như được minh họa trên Fig.7, sản phẩm khuôn lọc được sản xuất theo

cách này có thể được sử dụng giống như bộ lọc của thiết bị làm sạch nước sử dụng bộ lọc dạng màng.

Ví dụ, sản phẩm khuôn lọc được cắt thành hình tròn 1/2 inch dùng dụng cụ đục lỗ (do Carl Jimuki Co., Ltd. sản xuất). Sản phẩm khuôn lọc này được đặt xuôi với bộ lọc dạng màng 1/2 inch trong khi lớp cản 5 của nó lật ngược và lớp graphen 1 lật xuôi được thiết đặt trong giá bộ lọc dạng màng 7.

Với bộ lọc dạng màng, ví dụ, bộ lọc dạng màng polycacbonat “Isopore GTTP (đường kính lỗ rỗng 0,2 μm)” do Merck KGaA sản xuất có thể được sử dụng.

Với giá bộ lọc dạng màng 7, ví dụ, “Swinnex” do Merck KGaA sản xuất có thể được sử dụng.

Để lọc dung dịch bằng cách sử dụng thiết bị làm sạch nước này, dung dịch đã lọc (ví dụ, nước muối) được đặt vào ống bơm 8, ống bơm 8 được nối với giá bộ lọc dạng màng 7, ống bơm 8 được ép để lọc dung dịch, và nhờ đó nước mà có các tạp chất hoặc các ion đã được loại bỏ có thể thu được.

Theo phương án thứ nhất, bằng cách tạo các lỗ dẫn nước bằng cách gia nhiệt và giữ graphen 1 ở nhiệt độ thấp trong không khí chứa oxy có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 160°C đến 250°C trong thời gian định trước, phản ứng xảy ra nhẹ nhàng và có thể được kiểm soát một cách dễ dàng, và bằng cách kiểm soát độ dài khoảng thời gian gia nhiệt, các lỗ có kích cỡ đã biết có thể được tạo một cách đồng đều trong graphen. Ngoài ra, bằng cách gia nhiệt graphen ở nhiệt độ thấp, sự đứt gãy của lớp mang có thể được ngăn ngừa. Vì vậy, sự nhiễm bẩn graphen cũng có thể được ngăn ngừa.

Bằng cách gắn lớp cản màng 3 được tạo ra từ lớp cản quang âm như lớp mang vào graphen 1, sản phẩm khuôn lọc có thể được tạo mà sẽ không qua bước chuyển đổi gây ra sự đứt gãy của graphen 1.

Hơn nữa, bằng cách sử dụng kỹ thuật quang khắc trong đó các phần trong

đó các lỗ dẫn nước nên được tạo được chắn trong lớp cản màng 3 và các phần khác được phơi sáng, kích cỡ và hình dạng của các lỗ dẫn nước được tạo trong lớp cản màng 3 có thể được kiểm soát cụ thể. Điều này cho phép các lỗ dẫn nước được tạo trong lớp cản màng 3 ở mức có ít ảnh hưởng đến tính năng của graphen 1 dùng như bộ lọc trong khi tăng độ bền như lớp mang.

Phương án thứ hai

Phương án thứ hai khác biệt ở chỗ tạo lớp cản 5 bằng cách phủ quay lớp cản lỏng âm trên bề mặt của graphen thay vì sử dụng lớp cản màng 3 được tạo ra từ lớp cản quang âm theo phương án thứ nhất.

Cũng theo phương án thứ hai, như được minh họa trên Fig.2(1), graphen mà thu được bằng cách tạo lá đồng 2 trên lớp nền silic 9 và làm tăng graphen 1 trên lá đồng 2 được sử dụng.

Theo phương án thứ hai, đầu tiên, lớp cản 5 được tạo trên bề mặt của graphen 1, như được minh họa trên Fig.2(2).

Lớp cản tốt hơn là có chất lượng tương tự với lớp cản theo phương án thứ nhất ngoài ra còn là lớp cản lỏng.

Để làm lớp cản lỏng này, nhựa epoxy SU-8 3050 do Microchem Corporation sản xuất được sử dụng.

Lớp cản lỏng được phủ quay trên graphen ở vận tốc 3000 vòng/phút trong thời gian 20 giây sử dụng máy phủ quay để tạo lớp cản có độ dày 50 μm .

Sau bước phủ quay, lớp cản 5 được cho nung nhẹ ở nhiệt độ 95°C trong thời gian 20 phút sử dụng tấm sưởi để hong khô lớp cản 5.

Những bước này được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi sáng lớp cản màng 3.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.2(3), lớp cản 5 được phơi sáng để được ổn định.

Theo bước phơi sáng, sự chiếu xạ được thực hiện ở mức 200 mJ/cm^2 với

động cơ bước i-line sử dụng đèn thủy ngân áp suất cao (EXP-2031 do Orc Manufacturing Co., Ltd. sản xuất).

Như theo phương án thứ nhất, bằng cách chặn một phần bề mặt của lớp cản 5 bằng crom, các lỗ dẫn nước được tạo ra (theo Fig.2(a)(4)).

Sau bước phơi sáng, bước nung nhẹ được thực hiện ở 65°C trong năm phút. Vào thời điểm này, nhựa được polyme hóa, và phần được phơi sáng không được hòa tan thậm chí sau khi được tráng.

Những bước này cũng được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi ra một cách không cần thiết lớp cản màng 3 dưới ánh sáng.

Sau đó, như được minh họa trên Fig.2(4), lớp cản 5 được tráng.

Thuốc tráng SU-8 do Microchem Corporation sản xuất được sử dụng trong bước tráng.

Thuốc tráng SU-8 được đặt trong thùng chứa bao gồm lớp cản 5, và được lắc trong khoảng tám phút. Thuốc tráng SU-8 là dung môi hữu cơ, và vì vậy thao tác này được thực hiện trong góc trống của khuôn.

Sau bước tráng, lớp cản được nhúng chìm trong thuốc tráng SU-8 mới, được lắc trong khoảng 10 giây, sau đó được nhúng chìm trong IPA, và được lắc trong thời gian 10 giây. Sau đó, lớp cản 5 và graphen 1 được lấy ra và được sấy khô.

Phần được chặn trong lớp cản 5 vì thế được rửa sạch ngay trong bước tráng, và các lỗ dẫn nước được tạo ra.

Những bước này cũng được thực hiện trong phòng màu vàng để ngăn phơi sáng lớp cản màng 3.

Như được minh họa trên Fig.2(5) và 2(6), các bước từ bước loại bỏ lớp nền silic 9 và lá đồng 2 cho đến bước tạo các lỗ dẫn nước trong graphen 1 được thực hiện theo cách giống với phương án thứ nhất.

Cũng theo phương án thứ hai, bằng cách tạo lớp cản 5 bằng cách phủ quay

lớp cản lỏng được tạo ra từ lớp cản quang âm giống như lớp mang trên graphen 1, sản phẩm khuôn lọc có thể được tạo mà sẽ không qua bước chuyển đổi gây ra sự đứt gãy của graphen 1.

Hơn nữa, bằng cách sử dụng kỹ thuật quang khắc trong đó các phần trong đó các lỗ dẫn nước nên được tạo được chẵn trong lớp cản 5 và các phần khác được phơi sáng, kích cỡ và hình dạng của các lỗ dẫn nước được tạo trong lớp cản màng có thể được kiểm soát cụ thể.

Bước kiểm tra

Bước kiểm tra được thực hiện để chỉ ra hiệu quả của sáng chế.

Để kiểm tra đo lường, các ống loe nano cacbon đơn vách (SWNH) được sử dụng. SWNH về cơ bản có kết cấu giống với graphen, nhưng được tạo thành dạng hình nón.

Trong bước kiểm tra này, lượng hấp thụ nitơ ở nhiệt độ 77K (-196°C) đã đo được sử dụng thiết bị đo hấp thụ “Autosorb-iQ” được sản xuất bởi Quantachrome Instruments Japan G.K. Khí nitơ được cấp từ phía ngoài của SWNH, và lượng khí nitơ đã đo được sau khi thời gian định trước đã trôi qua. Khi các lỗ mà qua đó nitơ có thể đi qua có mặt ở trên bề mặt bên ngoài của SWNH, nitơ đi vào SWNH và được hấp thụ bởi vách trong của nó. Vì vậy, khác biệt giữa lượng nitơ được cấp và lượng nitơ phía ngoài SWNH sau khi kiểm tra chỉ ra lượng hấp thụ nitơ. Đường kính của các lỗ và kích cỡ của nó có thể được xác định.

Trên Fig.3(a), SWNH không được xử lý, SWNH được xử lý trong không khí ở 250°C trong thời gian 20 giờ, và SWNH được xử lý trong không khí ở 250°C trong thời gian 70 giờ đã được chuẩn bị, và lượng hấp thụ nitơ đã đo được đối với mỗi SWNH bằng cách cấp nitơ ở các áp suất khác nhau tương ứng.

Khi SWNH được xử lý trong thời gian 20 giờ, lượng hấp thụ nitơ được tăng đáng kể từ áp suất thấp đến áp suất cao được so sánh với SWNH không được xử lý. Xác định được rằng các lỗ qua đó nitơ đi qua đã được tạo ra.

Khi SWNH được xử lý trong thời gian 70 giờ, lượng hấp thụ được tăng lên được so sánh với SWNH được xử lý trong thời gian 20 giờ. Nghĩa là số lượng SWNH có các lỗ đã mở được tăng lên khi SWNH được xử lý trong thời gian 70 giờ. Nghĩa là, số lượng các lỗ được tạo ra được tăng lên, và do đó tỷ lệ các lỗ đã mở trong SWNH được tăng lên. Lượng hấp thụ vì thế tăng lên. Vì vậy, xác định được rằng số lượng các lỗ đã được tăng lên.

Trên Fig.3(b), SWNH không được xử lý, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 20 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 70 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 100 giờ, và SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 150 giờ đã được chuẩn bị, và lượng hấp thụ nitơ đã đo được đối với mỗi SWNH bằng cách cấp nitơ ở các áp suất khác nhau tương ứng.

Khi SWNH được xử lý ở nhiệt độ 200°C, lượng hấp thụ nitơ được tăng lên với thời gian xử lý dài hơn mặc dù lượng tăng không lớn như với SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C. Nghĩa là, xác định được rằng số lượng các lỗ đã được tăng lên với thời gian xử lý dài hơn.

Trên Fig.4, SWNH không được xử lý, SWNH được xử lý trong không khí ở 180°C trong 50 giờ, và SWNH được xử lý trong không khí ở 180°C trong thời gian 70 giờ đã được chuẩn bị, và lượng hấp thụ nitơ đã đo được đối với mỗi SWNH bằng cách cấp nitơ ở các áp suất khác nhau tương ứng.

Khi SWNH được xử lý trong 50 giờ, lượng hấp thụ nitơ được tăng lên từ áp suất thấp đến áp suất cao được so sánh với SWNH không được xử lý. Xác định được rằng các lỗ qua đó nitơ đi qua đã được tạo ra.

Mặt khác, trong SWNH được xử lý trong thời gian 70 giờ, lượng hấp thụ nitơ hầu như được tăng lên được so sánh với SWNH được xử lý trong 50 giờ. Vì vậy, xác định được rằng số lượng các lỗ hầu như được tăng lên ở 180°C thậm chí

khi thời gian xử lý dài hơn.

Tiếp đó, độ chọn lọc ion của graphen có các lỗ được tạo ra ở trong đã đo được.

Bán kính ion hydrat hóa của cation thỏa mãn $\text{Li}^+ > \text{Na}^+ > \text{K}^+ > \text{Rb}^+ > \text{Cs}^+$. Vì vậy, độ chọn lọc ion của bộ lọc sử dụng graphen đã đo được theo hệ số truyền ion của mỗi ion.

Trong bước kiểm tra, 24 mg SWNH được thêm vào 6 mL dung dịch hỗn hợp Li, Na, K, Rb, và Cs có nồng độ 20 $\mu\text{mol/L}$, và hỗn hợp tạo ra được giữ ở nhiệt độ 30°C trong 24 giờ. Sau đó, nồng độ ion của dung dịch đã đo được nhờ phép sắc ký ion. Khi các cation đi qua các lỗ đã mở trong SWNH và bám dính vào phía trong của SWNH, nồng độ ion đo được trở lên nhỏ hơn. Trên Fig.5(a) và 5(b), lượng các ion đã đi qua các lỗ đã đo được sử dụng thay đổi về nồng độ.

Trên Fig.5(a), SWNH được xử lý trong không khí ở 250°C trong thời gian 20 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở 250°C trong thời gian 70 giờ, và SWNH được xử lý trong không khí ở 250°C trong thời gian 100 giờ đã được chuẩn bị, và mỗi SWNH được đặt vào dung dịch hỗn hợp.

Kết quả là, xác định được rằng tất cả các cation đã đi qua bất chấp độ dài khoảng thời gian xử lý. Vì vậy, xác định được rằng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C trong thời gian 20 giờ hoặc nhiều hơn có các lỗ lớn được tạo ra ở trong và không có độ chọn lọc ion.

Trên Fig.5(b), SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 20 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong 50 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 70 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 100 giờ, và SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 150 giờ đã được chuẩn bị, và mỗi SWNH được đặt vào dung dịch hỗn hợp.

Kết quả là, xác định được rằng SWNH đã được xử lý trong thời gian 20 giờ

gần như không truyền dẫn được các ion có bán kính ion hydrat hóa lớn chẳng hạn như Li hoặc Na, nhưng truyền dẫn được các ion có bán kính ion hydrat hóa nhỏ chẳng hạn như K, Rb, hoặc Cs.

Mặt khác, xác định được rằng SWNH đã được xử lý trong 50 giờ hoặc nhiều hơn truyền dẫn được tất cả các ion do có các lỗ lớn.

Fig.6 minh họa sự so sánh độ chọn lọc ion ở mỗi nhiệt độ gia nhiệt trong khi thời gian xử lý được cố định với 20 giờ.

SWNH được xử lý trong không khí ở 140°C trong thời gian 20 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở 160°C trong thời gian 20 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở 180°C trong thời gian 20 giờ, SWNH được xử lý trong không khí ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 20 giờ, và SWNH được xử lý trong không khí ở 250°C trong thời gian 20 giờ đã được chuẩn bị, và mỗi SWNH được đặt vào dung dịch hỗn hợp.

Xác định được rằng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 140°C gần như không truyền dẫn được các ion bởi vì các lỗ gần như không được mở.

Xác định được rằng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 160°C và SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 180°C truyền dẫn được chỉ lượng nhỏ các ion do có các lỗ nhỏ. Ngoài ra, xác định được rằng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 160°C và SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 180°C có các lượng truyền dẫn nhỏ của K, Rb, và Cs và không có độ chọn lọc ion.

Xác định được rằng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C có độ chọn lọc ion do có các lượng truyền dẫn nhỏ của Li và Na và các lượng truyền dẫn lớn của K, Rb, và Cs.

Xác định được rằng SWNH đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C có các lượng truyền dẫn lớn của tất cả các ion.

Trên Fig.7 và Fig.8, như được nêu trên, graphen 1 được thiết đặt trong giá bộ lọc dạng màng 7, dung dịch hỗn hợp Li, Na, K, Rb, và Cs có nồng độ 20 $\mu\text{mol/L}$

được cho phép đi qua graphen 1 từ ống bơm 8, và nồng độ ion của dung dịch truyền dẫn đã đo được.

Graphen đã được xử lý ở nhiệt độ 160°C trong thời gian 20 giờ, graphen đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C trong thời gian 20 giờ, và graphen đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C trong thời gian 20 giờ đã được chuẩn bị.

Kết quả là, như được minh họa trên Fig.8, graphen đã được xử lý ở nhiệt độ 160°C gần như không truyền dẫn được các ion do có các lỗ nhỏ.

Xác định được rằng graphen đã được xử lý ở nhiệt độ 200°C gần như không truyền dẫn Li hoặc Na nhưng vẫn truyền dẫn K, Rb, và Cs.

Xác định được rằng graphen đã được xử lý ở nhiệt độ 250°C truyền dẫn tất cả các ion do có các lỗ lớn.

Danh mục các ký hiệu chỉ dẫn

- 1 graphen
- 2 lá đồng
- 3 lớp cản màng
- 4 lớp bảo vệ
- 5 lớp cản
- 6 lớp mang
- 7 giá bộ lọc dạng màng
- 8 ống bơm
- 9 lớp nền silic

YÊU CẦU BẢO HỘ

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

tạo lớp mang trên bề mặt của lớp graphen mà được tạo trên lớp nền ban đầu dùng cho graphen;

tạo các lỗ dẫn nước trong lớp mang;

loại bỏ lớp nền ban đầu dùng cho graphen; và

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

2. Phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc theo điểm 1, trong đó:

lớp mang là lớp cản quang âm, và

bước tạo các lỗ dẫn nước trong lớp mang bao gồm bước phơi sáng các phần khác với các phần mà trong đó các lỗ dẫn nước của lớp cản quang nên được tạo ra.

3. Phương pháp sản xuất sản phẩm khuôn lọc theo điểm 1, trong đó bước tạo các lỗ dẫn 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°C đến 250°C.

FIG. 1

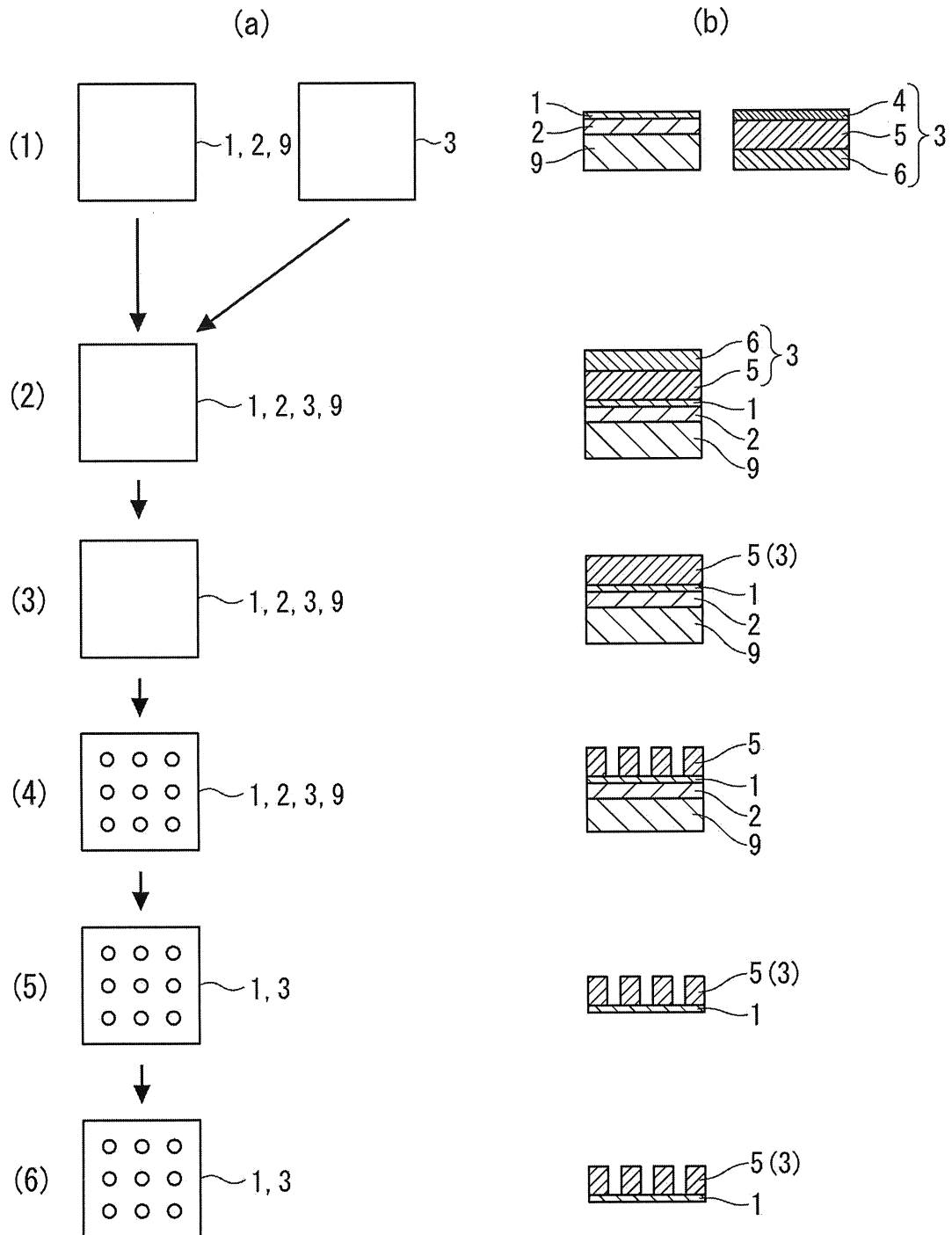


FIG. 2

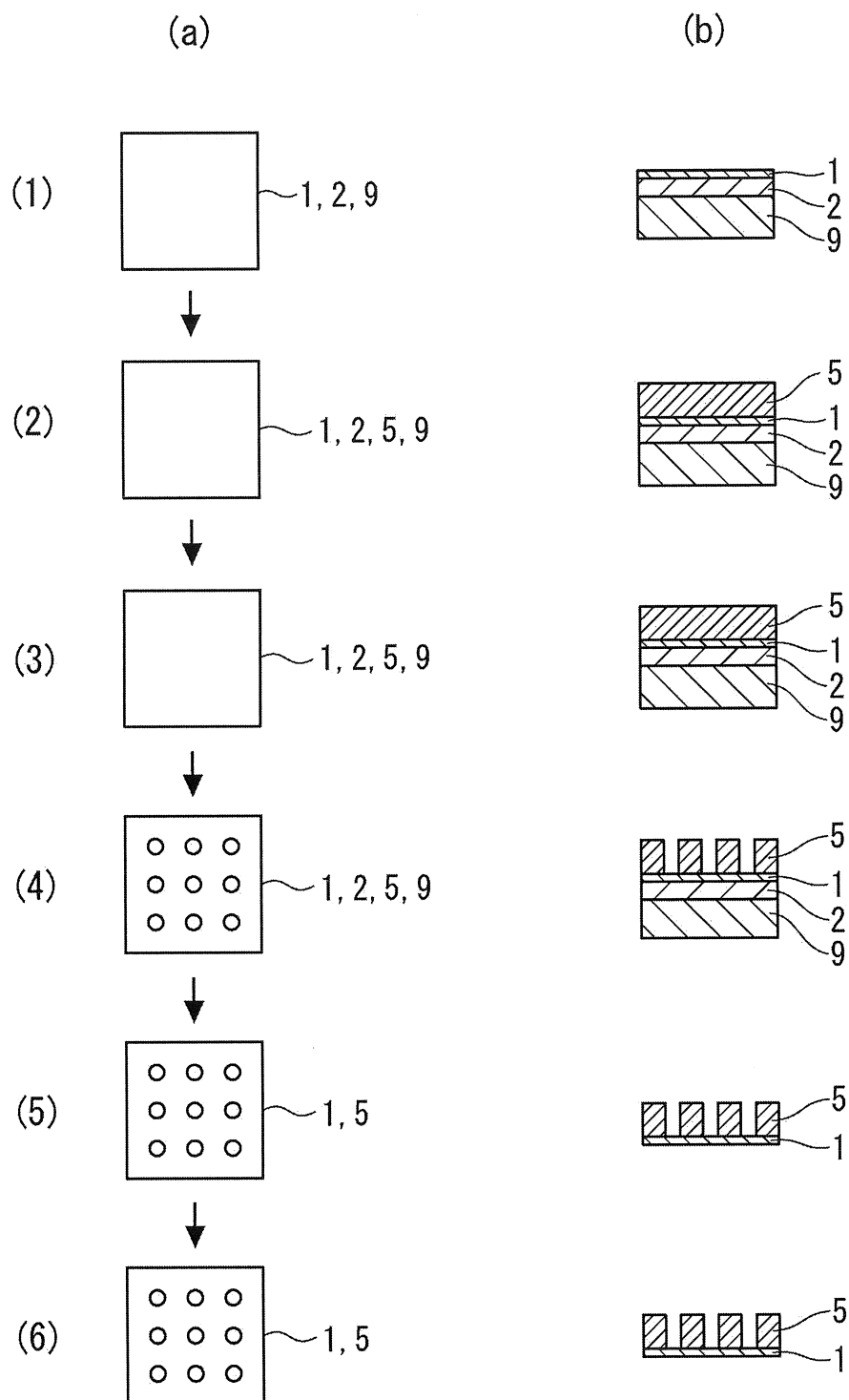


FIG. 3

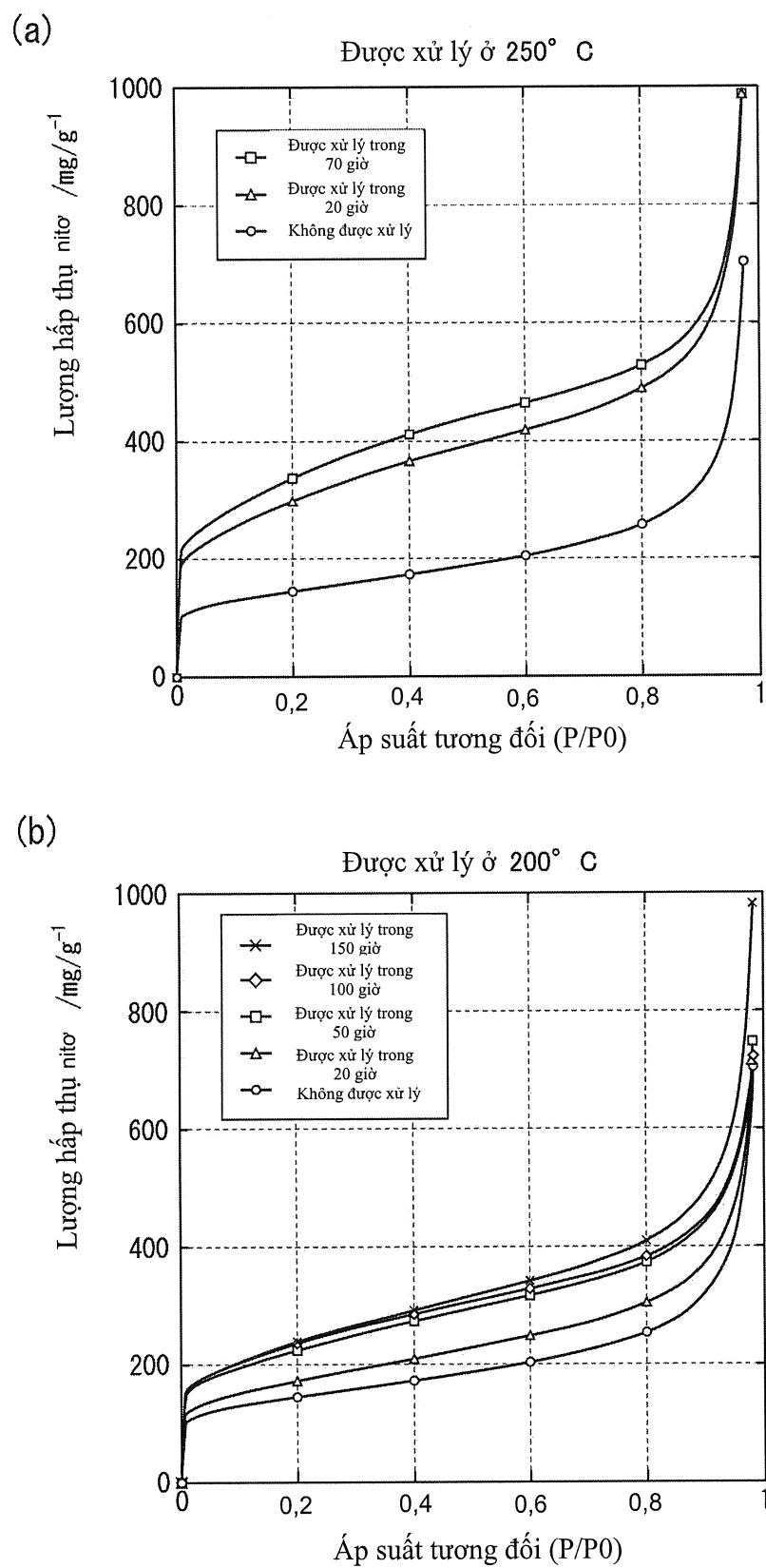


FIG. 4

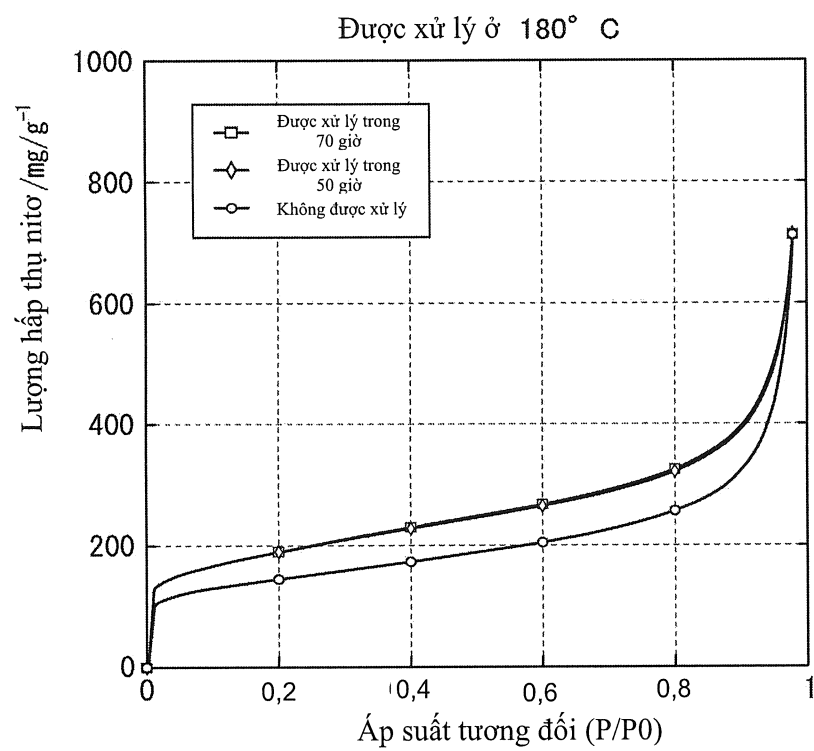


FIG. 5

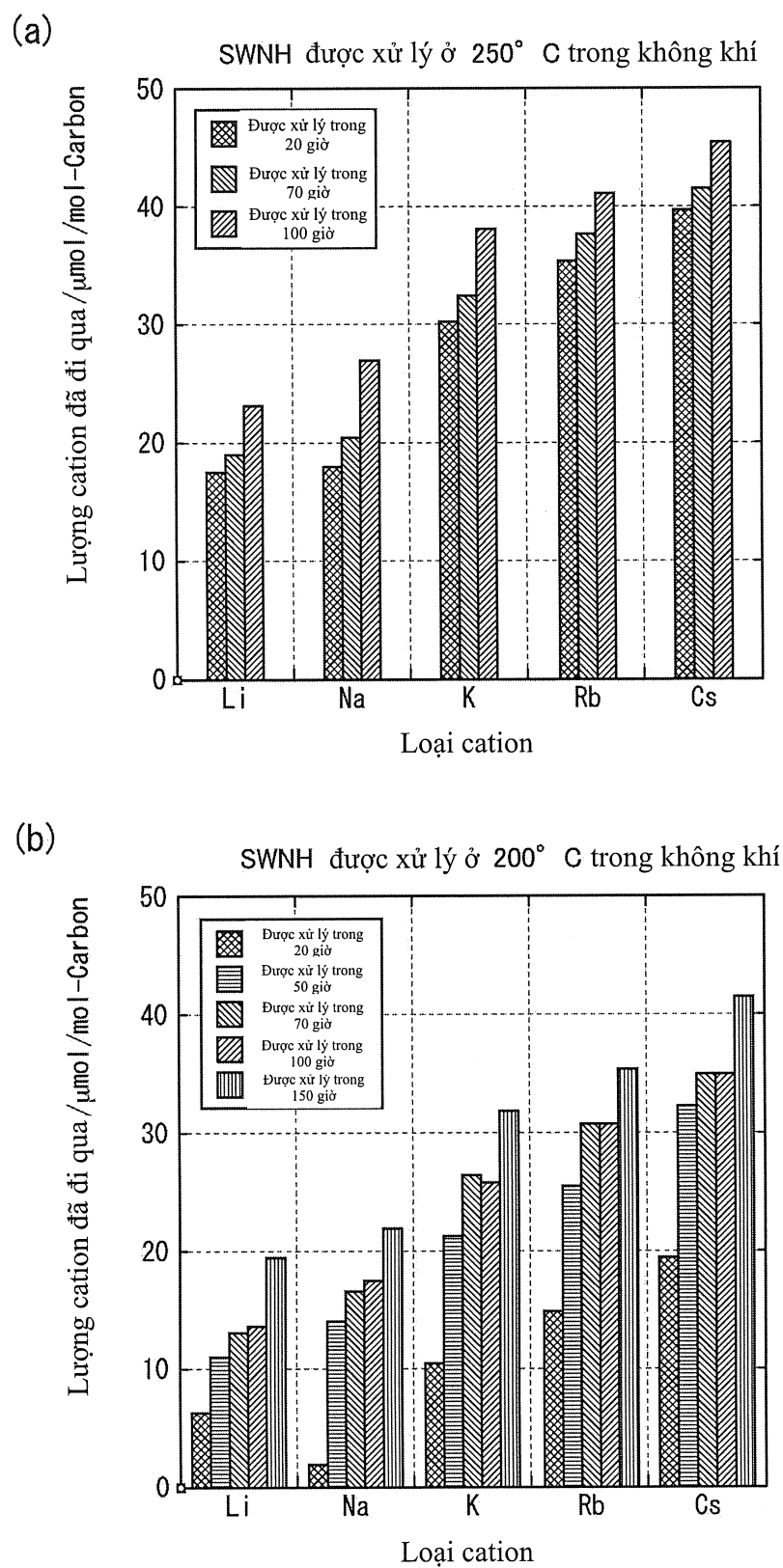


FIG. 6

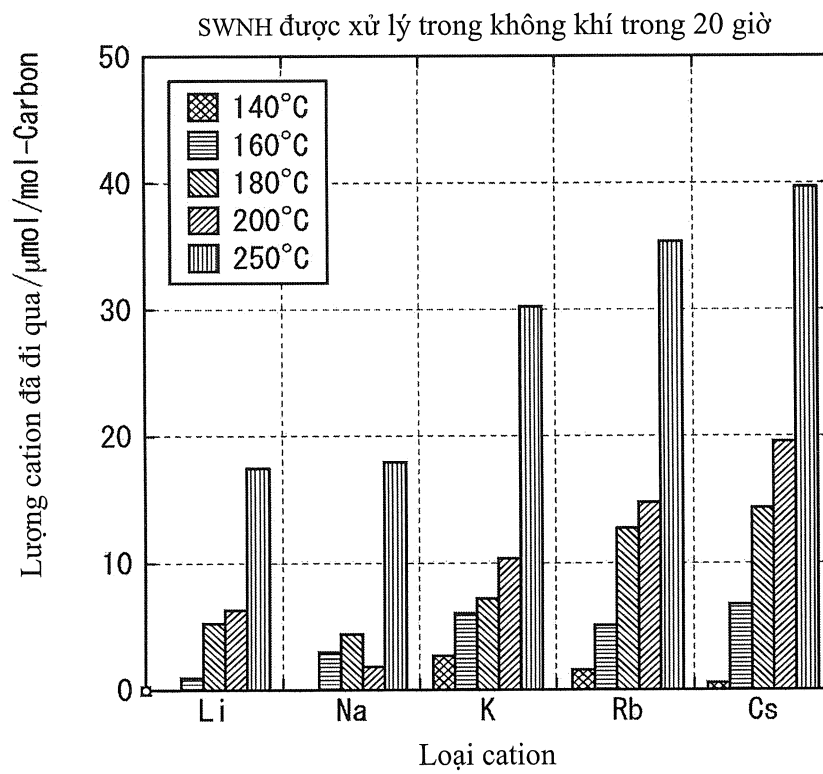


FIG. 7

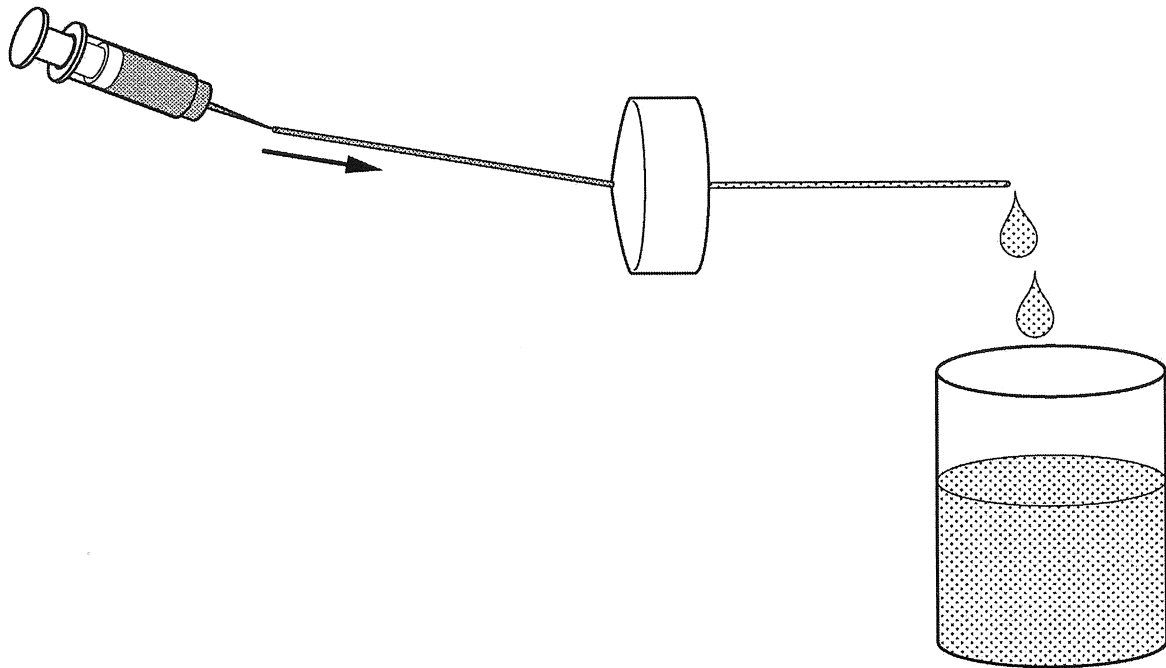


FIG. 8

