



(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
1-0048332
(51)^{2022.01} C01F 7/02; C01F 7/44; A01N 59/06; (13) B
A01N 59/20

(21) 1-2023-01134 (22) 16/06/2021
(86) PCT/KR2021/007561 16/06/2021 (87) WO 2022/039361 24/02/2022
(30) 10-2020-0104171 19/08/2020 KR; 10-2021-0006880 18/01/2021 KR
(45) 25/07/2025 448 (43) 25/05/2023 422A
(73) OSANGJAIEL CO., LTD (KR)
36, Yukdong-ro Bupyeong-gu Incheon 21406, Republic of Korea
(72) LEE, Kug Rae (KR); KIM, Sung Yup (KR); PARK, Eui Su (KR); LEE, Myoung Jae
(KR); PARK, Sang Gil (KR).
(74) Công ty TNHH Trường Xuân (AGELESS CO.,LTD.)

(54) VẬT LIỆU TỔNG HỢP KHÁNG KHUẨN, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT
LIỆU NÀY VÀ CHẾ PHẨM KHÁNG KHUẨN

(21) 1-2023-01134

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn, có hình dạng, trong đó nhôm hydroxit được ghép đôi ở dạng đảo với bề mặt của hợp chất đồng; và phương pháp điều chế nó, và vì vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thể hiện nhanh hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức chống lại vi khuẩn hoặc virus trong thời gian ngắn năm phút hoặc ít hơn và hiệu quả diệt khuẩn được duy trì trong thời gian dài, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có thể sử dụng trong nhiều lĩnh vực cần có tác dụng kháng khuẩn, và do đó có thể đạt được chức năng kháng khuẩn và kháng virus. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến chế phẩm kháng khuẩn.

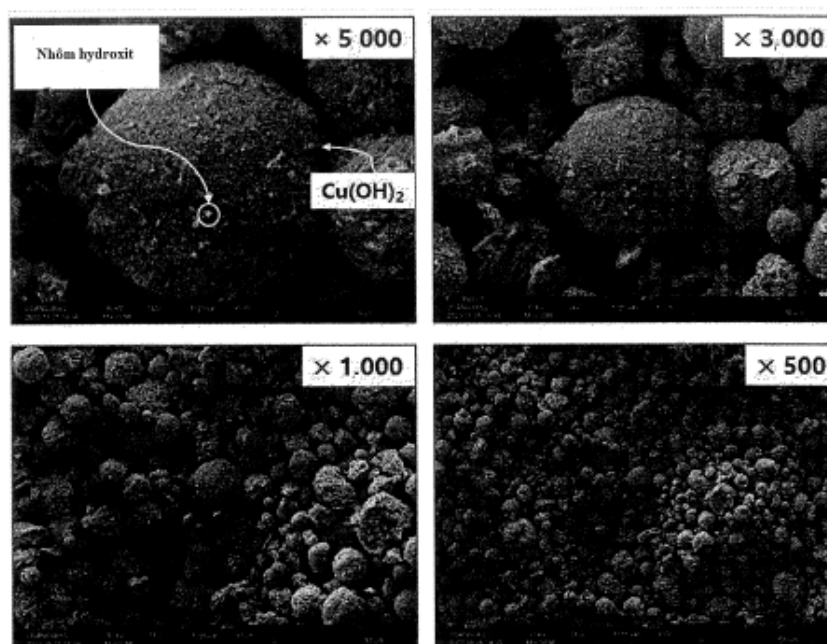


Fig. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức và phương pháp sản xuất vật liệu này. Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến vật liệu tổng hợp kháng khuẩn mà là hỗn hợp của hợp chất đồng và nhôm hydroxit. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn của sáng chế không chỉ thể hiện hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức chống lại vi khuẩn hoặc virus, mà còn giữ được hiệu quả diệt khuẩn như vậy trong một thời gian dài. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có thể được sử dụng trong nhiều lĩnh vực khác nhau cần hoạt tính kháng khuẩn để cung cấp chức năng kháng khuẩn và kháng virus. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến chế phẩm kháng khuẩn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Chất kháng khuẩn hoặc chất kháng virus là những chất có chức năng kháng khuẩn ức chế và ngăn chặn sự phát triển của vi khuẩn hoặc virus và có chức năng diệt khuẩn là tiêu diệt vi khuẩn hoặc virus.

Các chất kháng khuẩn hoặc kháng virus như vậy được sử dụng để phủ lên bề mặt của một sản phẩm hiện có hoặc được trộn với các nguyên liệu trong quá trình tạo ra sản phẩm, do đó tạo ra tác dụng kháng khuẩn, kháng virus và diệt khuẩn cho sản phẩm.

Các chất kháng khuẩn phần lớn được chia thành các chất kháng khuẩn hữu cơ và các chất kháng khuẩn vô cơ.

Chất kháng khuẩn hữu cơ bao gồm hợp chất hữu cơ và kim loại hữu cơ có chức năng kháng khuẩn. Chất kháng khuẩn hữu cơ có tác dụng gần với kháng khuẩn hơn là diệt khuẩn. Chất kháng khuẩn hữu cơ thể hiện ngay tác dụng ngăn chặn sự sinh sôi nảy nở của vi khuẩn, virus khi bề mặt kháng khuẩn tiếp xúc với vi khuẩn, virus và có giá thành rẻ. Vì những lý do đó, chất kháng khuẩn hữu cơ được sử dụng rộng rãi.

Tuy nhiên, chất kháng khuẩn hữu cơ không bền, không thích hợp sử dụng trong môi trường có nhiệt độ cao, nguy hiểm cho cơ thể con người và môi trường.

Đối với các chất kháng khuẩn vô cơ, chúng không gây nguy hiểm cho cơ thể con người và môi trường, không tạo ra vi khuẩn kháng thuốc và giữ được tính năng kháng khuẩn trong thời gian dài hơn so với các chất kháng khuẩn hữu cơ. Vì những lý do này, các chất kháng khuẩn vô cơ đang dần mở rộng ứng dụng của chúng.

Gần đây, đồng đã trở nên phổ biến như một chất kháng khuẩn vô cơ. Đồng là kim loại có độ bền và tính dẻo, dẫn nhiệt và dẫn điện rất tốt, được sử dụng rộng rãi để làm vật liệu xây dựng, dụng cụ nhà bếp và các phụ kiện, cũng như làm linh kiện cho các thiết bị điện và điện tử. Ngoài ra, đồng là một nguyên tố thiết yếu trong các cơ thể sống khác nhau, bao gồm cả con người, vì nó liên kết với protein để cung cấp điện tử hoặc đóng vai trò quan trọng trong quá trình oxy hóa, khử, v.v.

Đồng như vậy được đặc trưng bởi tác dụng kháng khuẩn và đã được sử dụng rộng rãi trong thực tế từ lâu, chẳng hạn như để khử trùng vết thương hoặc làm bình chứa nước uống. Gần đây, việc sử dụng đồng có tác dụng kháng khuẩn đã tăng lên khi tình trạng nhiễm virus corona-19 (COVID-19) trở nên phổ biến hơn trên toàn thế giới.

Đồng nguyên chất có khả năng khử trùng tốt nhất nhưng hợp kim đồng chứa 55% đến 70% đồng cũng có hiệu quả khử trùng. Đặc biệt, đồng có khả năng diệt khuẩn tuyệt vời đối với các loại nấm và vi khuẩn thông thường, cũng như khả năng kháng khuẩn tuyệt vời đối với các siêu vi khuẩn như Tụ cầu khuẩn aureus kháng methicillin (MRSA). Để có những kết quả này, năm 2008, Cơ quan Quản lý Sức khỏe Môi trường Hoa Kỳ (EPA) đã đăng ký khoảng 300 hợp kim đồng là vật liệu kháng khuẩn hữu ích cho sức khỏe cộng đồng.

Tác dụng kháng khuẩn của đồng xuất hiện khi các ion kim loại vi lượng làm gián đoạn hoạt động trao đổi chất của vi sinh vật và tiêu diệt vi sinh vật, được gọi là “hiệu ứng độc quyền”. Hiệu ứng độc quyền được thể hiện bằng đồng, vàng, bạc, bạch kim,

nhôm, thủy ngân, niken, chì, coban và kẽm. Trong số đó, đồng và bạc, không gây hại cho cơ thể con người và có tác dụng khử trùng tương đối nhanh, được sử dụng rộng rãi trong cuộc sống thực.

Các vật liệu kháng khuẩn sử dụng đồng, bạc, v.v. thông thường cần ít nhất 24 giờ trước khi đạt hiệu quả 99,9% (tức là khi 99% vi khuẩn hoặc virus bị tiêu diệt). Do đó, có một vấn đề là không chỉ vi khuẩn hoặc virus tiếp tục sinh sôi nảy nở trong quá trình sinh tồn cho đến khi chúng chết gần hết mà còn không ngừng lây lan sang những nơi khác thông qua nhiều lần tiếp xúc. Thời gian lưu giữ của vi khuẩn hoặc virus đã biết thay đổi từ vài giờ đến vài ngày tùy thuộc vào loại chất hoặc sản phẩm kháng khuẩn.

Ví dụ: vi khuẩn hoặc virus tồn tại tới 2 giờ khi ở trạng thái sol khí, có thể tồn tại từ 2 đến 8 giờ khi có mặt trên bề mặt của găng tay cao su và lon nhôm, và tồn tại tới 5 ngày khi ở trên bề mặt của tay nắm kim loại, cửa sổ kính, chậu thủy tinh và gốm sứ.

Vì vi khuẩn và virus lây lan nhanh nên điều quan trọng là phải tiêu diệt chúng càng sớm càng tốt để ngăn chặn chúng, nhưng vì các vật liệu kháng khuẩn hiện có thực hiện chức năng kháng khuẩn sau ít nhất 24 giờ, nên việc phát triển các vật liệu kháng khuẩn có hiệu suất diệt khuẩn ngay lập tức là cần thiết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thể hiện hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức lâu dài chống lại vi khuẩn hoặc virus, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có chức năng kháng khuẩn, kháng virus hiệu quả nên được sử dụng trong nhiều ứng dụng cần có chức năng kháng khuẩn.

Một phương án của sáng chế để đạt được mục đích này đề xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được tạo cấu hình sao cho nhôm hydroxit ở dạng đảo được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng.

Nhôm hydroxit là hạt vật liệu tổng hợp bomit kết tinh cao bao gồm bomit thứ nhất

ở pha gama (γ -phase) và bomit thứ hai thu được bởi sự khử nước của nhôm hydroxit, trong đó bomit thứ nhất và bomit thứ hai được gắn kết với nhau bởi liên kết hydro.

Phương án khác của sáng chế đề xuất phương pháp điều chế vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức, phương pháp này bao gồm: bước trộn hỗn hợp chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng để sản xuất hỗn hợp vật liệu thô; bước sấy phun để sấy phun hỗn hợp vật liệu thô để tạo ra vật liệu tổng hợp kháng khuẩn; và bước làm mát để làm mát vật liệu tổng hợp kháng khuẩn.

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được tạo thành sao cho dạng đảo của nhôm hydroxit được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng.

Trong hỗn hợp vật liệu thô, chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng có thể được trộn theo tỷ lệ trọng lượng từ 1:0,7 đến 1,2.

Chế phẩm nhôm hydroxit có thể thu được bằng cách trộn chế phẩm nhôm hydroxit với nước siêu tinh khiết ở nồng độ trong phạm vi từ 5% đến 15% trọng lượng và sau đó xay mịn hỗn hợp thu được.

Hợp chất đồng có thể có kích thước hạt trung bình trong phạm vi từ 6 μm đến 20 μm , và nhôm hydroxit có thể có kích thước hạt trong phạm vi 10 nm đến 500 nm.

Nhôm hydroxit có thể là hạt vật liệu tổng hợp bomit kết tinh cao được làm từ bomit thứ nhất ở pha gama (γ -phase) và bomit thứ hai thu được bởi sự khử nước của nhôm hydroxit, trong đó bomit thứ nhất và bomit thứ hai có thể được gắn kết với nhau bằng liên kết hydro.

Bước sấy phun có thể là bước sấy phun hỗn hợp vật liệu thô ở nhiệt độ trong phạm vi từ 180°C đến 220°C.

Bước làm mát có thể là bước làm mát hạt vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thu được thông qua bước sấy phun đến nhiệt độ từ 90°C đến 120°C.

Phương án khác của sáng chế đề xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả

diệt khuẩn ngay lập tức, vật liệu tổng hợp này được sản xuất bằng phương pháp đã nêu.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn của sáng chế thể hiện hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức lâu dài chống lại vi khuẩn hoặc virus, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có chức năng kháng khuẩn và kháng virus hiệu quả nên được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau để có chức năng kháng khuẩn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG. 1 là hình ảnh SEM của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế theo một ví dụ của sáng chế.

FIG. 2 là kết quả XRD của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế theo một ví dụ của sáng chế.

FIG. 3A và 3B là các hình ảnh SEM của sợi bông được phủ bằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế theo một ví dụ của sáng chế.

FIG. 4A và 4B là các hình ảnh SEM của các ví dụ được sử dụng trong ví dụ thử nghiệm 2.

FIG. 5 là ảnh chụp minh họa kết quả thử nghiệm của ví dụ thử nghiệm 4.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trước khi mô tả các phương án ưu tiên của sáng chế hiện tại, cần lưu ý rằng các thuật ngữ và từ được sử dụng trong sáng chế và các yêu cầu bảo hộ đi kèm không nên được hiểu là giới hạn ở nghĩa thông thường hoặc từ điển mà nên được hiểu là nghĩa và khái niệm nhất quán với ý tưởng kỹ thuật của sáng chế hiện tại.

Sẽ hiểu rằng các thuật ngữ "gồm có" và/hoặc "bao gồm", hoặc "gồm" và/hoặc "có", khi được sử dụng trong sáng chế này, chỉ định sự hiện diện của các tính năng, vùng, số nguyên, bước, thao tác, phần tử và/hoặc thành phần đã nêu, nhưng không loại

trừ sự hiện diện hoặc bổ sung của một hoặc nhiều tính năng, vùng, số nguyên, bước, thao tác khác, phần tử và/hoặc thành phần.

Trong toàn bộ phần mô tả trong đó, “%” được sử dụng để biểu thị nồng độ của một vật liệu cụ thể có nghĩa là, trừ khi có quy định khác, % theo trọng lượng của chất rắn/chất rắn, % theo trọng lượng của chất rắn/chất lỏng và % theo thể tích của chất lỏng/chất lỏng.

Cần hiểu rằng, mặc dù các ký hiệu nhận dạng có thể được sử dụng ở đây để mô tả các bước khác nhau, các thuật ngữ chỉ được sử dụng để phân biệt một bước thành phần này với bước khác và bản chất, trình tự hoặc thứ tự của các bước không bị giới hạn bởi các thuật ngữ. Do đó, trừ khi được nêu rõ ràng về thứ tự của từng bước, các bước có thể được thực hiện theo thứ tự khác với thứ tự mà các bước được mô tả hoặc đặt tên. Nghĩa là, mỗi bước có thể được thực hiện theo cùng thứ tự như được mô tả ở đây, về cơ bản đồng thời hoặc theo thứ tự ngược lại.

Trong mô tả của sáng chế, thuật ngữ “kháng khuẩn” có nghĩa là chức năng ức chế và ngăn chặn sự phát triển của nấm hoặc virus, và thuật ngữ “diệt khuẩn” có nghĩa là chức năng tiêu diệt nấm hoặc virus đồng thời thực hiện chức năng kháng khuẩn.

Sau đây, các phương án của sáng chế hiện tại sẽ được mô tả. Tuy nhiên, phạm vi của sáng chế hiện tại không giới hạn ở các phương án ưu tiên được mô tả dưới đây và những người có kỹ năng trong lĩnh vực này có thể thực hiện các hình thức sửa đổi khác nhau của nội dung được mô tả ở đây mà không lệch khỏi phạm vi của sáng chế hiện tại.

Sáng chế đề xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức và phương pháp điều chế vật liệu này. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế có thể tiêu diệt vi khuẩn hoặc virus mà tiếp xúc với vật liệu tổng hợp kháng khuẩn trong vài phút, ví dụ, trong giai đoạn thời gian ngắn từ 5 đến 10 phút, nhờ đó có hiệu quả kháng khuẩn và diệt khuẩn ngay lập tức.

Ngoài ra, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn duy trì hiệu quả diệt khuẩn trong giai đoạn thời gian dài hơn so với các chất kháng khuẩn hiện có.

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức, theo một phương án của sáng chế, có hình dạng, trong đó dạng đảo của nhôm hydroxit được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng. Đặc biệt là, các hạt nhôm hydroxit được gắn kết ở dạng đảo, trên bề mặt của hợp chất đồng, trong đó các hạt nhôm hydroxit có kích thước hạt nhỏ hơn so với hợp chất đồng, và hợp chất đồng có kích thước hạt trung bình trong phạm vi từ 6 μm đến 20. Trên bề mặt của hợp chất đồng, nhiều hạt nhôm hydroxit có thể được gắn kết. Kích thước hạt trung bình của các hạt nhôm hydroxit có thể trong phạm vi từ 10 nm đến 500 nm.

Nhôm hydroxit là hạt vật liệu tổng hợp bomit kết tinh cao được làm từ bomit thứ nhất trong pha gamma (γ -phase) và bomit thứ hai thu được bởi sự khử nước của nhôm hydroxit, trong đó bomit thứ nhất và bomit thứ hai được gắn kết với nhau bằng liên kết hydro.

Phương án khác của sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế bởi sáng chế có thể là vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức, theo một phương án của sáng chế.

Phương pháp theo sáng chế này bao gồm các bước: bước trộn để trộn chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng để tạo ra hỗn hợp vật liệu thô; bước sấy phun để sấy phun hỗn hợp vật liệu thô để tạo ra vật liệu tổng hợp kháng khuẩn; và bước làm mát để làm mát vật liệu tổng hợp kháng khuẩn.

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hình dạng, trong đó dạng đảo của nhôm hydroxit được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng.

Trước tiên, bước trộn là bước trộn chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng để

tạo ra hỗn hợp vật liệu thô.

Trong bước này, chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng có thể được trộn theo tỷ lệ trọng lượng từ 1:0,7 đến 1,2. Chế phẩm nhôm hydroxit để chỉ dung dịch nước, trong đó nhôm hydroxit có mặt ở nồng độ 5% đến 15% theo trọng lượng trong nước siêu tinh khiết. Chế phẩm nhôm hydroxit có dạng sol, trong đó các hạt nhôm hydroxit được phân tán trong nước siêu tinh khiết dưới dạng dung môi, giống như chất keo.

Hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức và hiệu quả diệt khuẩn kéo dài của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế là các hiệu quả được thể hiện khi chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng có trong đó theo phạm vi tỷ lệ trọng lượng được mô tả ở trên. Khi tỷ lệ trọng lượng của chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng trong hỗn hợp vật liệu thô nằm ngoài phạm vi tỷ lệ trọng lượng đã mô tả ở trên, chỉ có thể thu được hiệu quả diệt khuẩn chung, và không thể thu được hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức. Ở đây, hiệu quả diệt khuẩn chung có nghĩa là khả năng tiêu diệt vi khuẩn được thể hiện trong vài giờ sau khi tiếp xúc vi khuẩn, và hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức có nghĩa là khả năng tiêu diệt vi khuẩn được thể hiện trong vài phút. Khi tỷ lệ trộn nằm ngoài phạm vi này, hiệu quả kháng khuẩn và hiệu quả diệt khuẩn có thể không kéo dài. Do đó, tốt hơn là trộn chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng theo phạm vi tỷ lệ trọng lượng đã được mô tả ở trên.

Chế phẩm nhôm hydroxit có thể chứa 85% đến 95% theo trọng lượng của nước siêu tinh khiết và 5% đến 15% theo trọng lượng của nhôm hydroxit.

Nhôm hydroxit chứa trong chế phẩm nhôm hydroxit là bột của hạt nhôm hydroxit kích thước nano. Để thu được hạt nhôm hydroxit kích thước nano, sau khi trộn nước siêu tinh khiết và nhôm hydroxit theo tỷ lệ trọng lượng đã mô tả ở trên, nghiền hỗn hợp thu được bằng cách xay.

Quy trình xay có thể được thực hiện bằng cách trộn nước siêu tinh khiết với nhôm hydroxit và bổ sung hạt có kích thước từ 1 đến 5 mm vào khoang nghiền ở tỷ lệ nạp là

từ 50% đến 70% thể tích. Việc xay có thể được thực hiện ở tốc độ quay từ 2000 đến 4000 vòng/phút và lưu lượng từ 80 đến 140 l/giờ.

Khi thực hiện quy trình xay dưới các điều kiện này, các hạt nhôm hydroxit được xay thành hạt có kích thước nano đồng nhất từ hạt có kích thước micro, sao cho lực gắn kết với hợp chất đồng tăng lên. Do đó, hiệu quả diệt khuẩn của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có thể được duy trì trong thời gian dài.

Trong bước này, chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng có thể được trộn ở tỷ lệ trọng lượng được mô tả ở trên và sau đó được khuấy đều. Việc khuấy này có thể được thực hiện ở tốc độ từ 100 đến 500 vòng/phút trong 5 đến 10 giờ. Khi tốc độ khuấy quá chậm hoặc thời gian khuấy không phù hợp, khó để đạt được độ phân tán đồng nhất. Khi tốc độ khuấy quá nhanh, xuất hiện bọt và năng suất của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được làm từ hợp chất đồng và nhôm hydroxit trong bước tiếp theo là bước sấy phun bị giảm. Do đó, tốt hơn là việc khuấy được thực hiện ở các điều kiện xử lý như được mô tả ở trên.

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế có hình dạng, trong đó các hạt nhôm hydroxit được gắn kết, ở dạng đảo, với bề mặt của các hạt hợp chất đồng được mô tả ở trên. Đặc biệt, các hạt nhôm hydroxit có kích thước hạt nhỏ hơn so với kích thước của các hạt hợp chất đồng được gắn kết với bề mặt của các hạt hợp chất đồng có kích thước hạt từ 6 μm đến 20 μm . Nhiều hạt nhôm hydroxit có thể được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng. Kích thước hạt trung bình của các hạt nhôm hydroxit có thể là trong phạm vi từ 10 nm đến 500 nm.

Như được mô tả ở trên, vì nhiều hạt nhôm hydroxit có kích thước nhỏ hơn đáng kể so với hợp chất đồng được gắn kết với bề mặt của các hạt hợp chất đồng, hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức có thể đạt được.

Khi kích thước hạt trung bình của các hạt hợp chất đồng nhỏ hơn so với phạm vi đã mô tả ở trên, khó để tạo ra hạt hỗn hợp có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức bởi vì

khó gắn nhiều hạt nhôm hydroxit lên trên bề mặt của hạt hợp chất đồng. Khi kích thước hạt trung bình các hạt đồng lớn hơn so với phạm vi đã mô tả ở trên, hiệu quả diệt khuẩn bị giảm vì diện tích bề mặt riêng của hợp chất đồng giảm, hoặc có thể có trường hợp mà vật liệu tổng hợp kháng khuẩn không thể được áp dụng phụ thuộc vào loại sản phẩm.

Ngoài ra, khi kích thước hạt trung bình của các hạt nhôm hydroxit nhỏ hơn so với phạm vi được mô tả ở trên, ảnh hưởng của các hạt hydroxit bị giảm. Do đó, hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được giảm. Khi kích thước hạt vượt quá phạm vi này, vì nó khó cho các hạt nhôm hydroxit gắn kết được với các hạt đồng, các hạt tổng hợp có thể không được tạo ra. Khi thực hiện sấy phun, việc tạo các chỉ hạt nhôm hydroxit thay vì tạo ra các hạt tổng hợp có thể được tăng lên. Do đó, năng suất của vật liệu tổng hợp bị giảm.

Do đó, tốt hơn là sử dụng các hạt hợp chất đồng có kích thước hạt trung bình được mô tả ở trên và các hạt nhôm hydroxit có kích thước hạt được mô tả ở trên.

Mặc dù, ít nhất một trong số đồng hydroxit, đồng sulfat, đồng clorua, và đồng hydrat có thể được sử dụng, tốt hơn là đồng hydroxit ($\text{Cu}(\text{OH})_2$) được sử dụng. Điều này là bởi vì đồng hydroxit có tính an toàn tuyệt vời với môi trường và con người, và liên kết hydro với nhôm hydroxit thông qua nhóm hydroxit ($-\text{OH}$) có thể dễ dàng được tạo ra.

Các hạt nhôm hydroxit có thể là các hạt nhôm hydroxit được sử dụng thông thường nhưng các hạt bomit có thể được sử dụng.

Khi các hạt bomit được sử dụng, các hạt bomit thông thường như γ -bomit, α -bomit, và giả bomit có thể được sử dụng. Ở đây, tốt hơn là, hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có thể được sử dụng. Chất tổng hợp bomit được làm từ bomit thứ nhất có pha gamma (γ) và bomit thứ hai được phát triển thông qua sự khử nước của nhôm hydroxit trong lò phản ứng.

Bomit thứ nhất và bomit thứ hai của hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có thể có các cấu trúc gắn kết vật lý hoặc hóa học. Tốt hơn là, bomit thứ nhất và bomit thứ hai có thể được gắn kết bởi liên kết hydro với nhóm hydroxyl ($-OH$) trên bề mặt của nó. Sự ghép đôi này với bomit thứ hai làm thay đổi cấu trúc hoặc hình dạng của các vi lỗ được tạo ra trên hoặc bên trong bomit thứ nhất.

Hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có thể có dạng cụ thể, trong đó các hạt bomit thứ hai được gắn kết bằng liên kết hydro với bề mặt của các hạt bomit thứ nhất là mầm kết tinh hoặc có thể được tạo ra bằng cách nghiền dạng cụ thể để có kích thước hạt kiểm soát được. Vì hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có diện tích bề mặt riêng thấp và hàm lượng độ ẩm hoặc tạp chất chứa trong hạt này thấp, và do đó các hạt có chất lượng và độ ổn định cao.

Hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có thể được điều chế bằng phương pháp dưới đây.

Thứ nhất, vật liệu thô được điều chế bằng cách nghiền riêng γ -bomit được sử dụng như hạt mầm và nhôm hydroxit. Trong trường hợp này gibsit hoặc bayerit có thể được sử dụng làm nhôm hydroxit.

Trong trường hợp này, việc nghiền được thực hiện thông qua quy trình nghiền thông thường (máy nghiền bi, máy nghiền động lực, v.v.). Trong trường hợp γ -bomit được sử dụng làm bomit thứ nhất, quá trình nghiền được thực hiện qua nghiền khô hoặc nghiền đồng thời và nghiền phân tán trong nước.

Tốt nhất là mỗi nguyên liệu thô được nghiền bằng quy trình tiền xử lý được trộn với nước trước khi đưa vào lò phản ứng và sau đó được đưa vào lò phản ứng ở trạng thái bột nhão. Trong trường hợp này, nguyên liệu thô ở trạng thái bột nhão có thể được cung cấp cho lò phản ứng bởi phương pháp phun áp suất. Việc phun áp suất gây ra phản ứng khử nước của gibsit hoặc bayerit, do đó gibsit hoặc bayerit có thể nhanh chóng được liên kết với nhóm hydroxyl ($-OH$) của bề mặt của γ -bomit, mà là hạt mầm, nhờ đó giảm đáng kể thời gian cần cho việc kết tinh.

Quá trình phun tăng áp tốt nhất nên thực hiện ở áp suất từ 50 đến 100 atm và tốc độ dòng từ 6 đến 200 ml/giây. Trong hỗn hợp phun điều áp, lượng bomit thứ nhất tốt nhất là trong khoảng từ 1% đến 50% tính theo trọng lượng. Tốt hơn là tỷ lệ thành phần của các nguyên liệu thô như vậy được kiểm soát chính xác vì nó tác dụng lên đặc tính vật lý của sản phẩm cuối cùng có nghĩa là hạt tổng hợp bomit kết tinh cao.

Hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có thể được điều chế bằng phương pháp khác khi cần.

Đặc biệt là, γ -bomit, mà là bomit thứ nhất, được trộn với nước để được điều chế ở trạng thái bột nhão (khoảng 10% đến 35% trọng lượng), và bột nhão được trộn với nhôm hydroxit đã được nghiền. Cung cấp hỗn hợp thu được cho lò phản ứng bằng phun áp lực.

Hàm lượng γ -bomit chứa trong hỗn hợp này có mặt cùng với nhôm hydroxit ở dạng bột nhão có thể trong phạm vi từ 1% đến 50% trọng lượng. Ngoài ra có thể thực hiện sự phân tán sao cho γ -bomit và nhôm hydroxit có thể được trộn đồng nhất khi cần.

Hỗn hợp vật liệu thô đã điều chế được phun ở áp lực từ 50 đến 100 atm vào lò phản ứng (ví dụ, nồi hấp) được duy trì ở nhiệt độ cao và áp suất cao (từ 10 đến 100 bar). Tốc độ dòng phun tốt nhất là trong phạm vi từ 6 đến 200 ml/giây. Sau khi toàn bộ hỗn hợp vật liệu thô được đặt vào lò phản ứng, lò phản ứng được ủ trong một giai đoạn thời gian để kết tinh.

Thời gian phản ứng kết tinh khác nhau từ 5 phút đến 2 giờ phụ thuộc vào chế phẩm của hỗn hợp vật liệu thô, và tốt hơn là thời gian phản ứng kết tinh là 1 giờ hoặc ngắn hơn.

Trong suốt phản ứng kết tinh, nhôm hydroxit được cấp ở dạng bột nhão là đối tượng cho phản ứng khử nước dưới điều kiện nhiệt độ và áp suất cao. Tại cùng thời điểm này, γ -bomit (bomit thứ nhất), mà là hạt mầm, và giả bomit được tạo ra thông qua sự

khử nước của nhôm hydroxit được gắn kết vật lý và hóa học bởi nhóm OH có mặt trên bề mặt giả bomit.

Giả bomit được tạo ra xung quanh bomit thứ nhất được gắn kết với bề mặt của bomit thứ nhất. Trong trường hợp này, áp suất bên trong của lò phản ứng tốt hơn là được duy trì trong phạm vi từ 10 bar đến 100 bar.

Tốt hơn là hạt tổng hợp bomit kết tinh cao được sản xuất thông qua phương pháp này được xả ra bên ngoài từ lò phản ứng, sau đó được làm khô ở nhiệt độ khoảng từ 90°C đến 150°C. Theo cách khác, hạt tổng hợp bomit tinh thể được rửa trước khi làm khô.

Quy trình rửa có thể loại bỏ tạp chất có trong hạt tổng hợp bomit kết tinh cao mà là sản phẩm phản ứng và trung hòa độ pH đến vùng trung tính vì bột nhão chứa chất phản ứng được xả ra từ lò phản ứng là bazơ.

Sau đó, bước nghiền để điều chỉnh kích thước hạt của hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có thể còn được thực hiện. Tuy nhiên, vì kích thước hạt có thể được điều chỉnh theo điều kiện xử lý của quy trình phun áp lực, mong muốn là bước này được thực hiện chỉ khi sự điều chỉnh kích thước hạt bổ sung được yêu cầu.

Hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có tạo ra gắn kết mạnh hơn với hợp chất đồng so với hạt bomit thông thường, có khả năng dẫn nhiệt và hấp thụ dầu tuyệt vời, đồng thời có tác dụng làm dịu da. Do đó, khi được áp dụng cho sợi hoặc sản phẩm mà tiếp xúc trực tiếp với cơ thể người, có hiệu quả làm giảm kích ứng da.

Trong khi đó, bước sấy phun là bước sấy phun hỗn hợp vật liệu thô được sản xuất thông qua bước trộn. Nhiệt độ sấy phun có thể trong phạm vi từ 180°C đến 220°C.

Bước làm mát là bước làm mát vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế thông qua bước sấy phun, và nhiệt độ làm mát trong bước này có thể là trong phạm vi từ 90°C đến 120°C.

Trong bước sấy phun và bước làm mát, điều kiện nhiệt độ là điều kiện nhiệt độ để cải thiện hiệu quả gắn kết của nhôm hydroxit và hợp chất đồng, và do đó tối đa hóa năng suất của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn mà là chế phẩm tổng hợp của nhôm hydroxit và hợp chất đồng. Ngoài ra, điều kiện nhiệt độ cho phép các hạt vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có kích thước đồng nhất. Do đó, tốt hơn là nhiệt độ được thiết lập trong phạm vi được mô tả ở trên.

Kích thước hạt trung bình của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thu được từ bước làm mát có thể trong phạm vi từ 5 μm đến 15 μm . Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thu được từ phương pháp đã mô tả ở trên có thể được sử dụng trong nhiều ứng dụng.

Ví dụ, có thể được áp dụng cho màng polyme, vải không dệt, sợi, tấm trang trí, sơn, sản phẩm cao su, sản phẩm ABS, mỹ phẩm và sản phẩm gốm như gốm sứ, bồn cầu, gạch ốp lát và chậu rửa để tạo chức năng kháng khuẩn cho sản phẩm.

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế được áp dụng cho các sản phẩm khi nó ở trạng thái hạt, có thể được áp dụng trong hỗn hợp với nước hoặc dung môi hữu cơ, có thể được trộn với hợp chất vật liệu thô khi sản xuất sản phẩm polyme hoặc sản phẩm cao su, hoặc có thể được sử dụng làm hỗn hợp với chất gắn kết để tạo ra lớp phủ trên bề mặt của sản phẩm. Tuy nhiên, sạng mà trong đó vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được sử dụng có thể không giới hạn ở đó.

Phương án khác theo sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế sợi kháng khuẩn sử dụng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế bằng phương pháp đã mô tả ở trên.

Phương pháp sản xuất sợi kháng khuẩn bao gồm bước làm nở sợi ngâm trong chất lỏng ngâm trong một thời gian định trước; bước phun chất kháng khuẩn để phun vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế vào chất lỏng ngâm; bước gia nhiệt để gia nhiệt chất lỏng ngâm, trong đó vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được ngâm để sản xuất ra sợi kháng khuẩn; và bước rửa để rửa sợi kháng khuẩn đã trải qua bước gia nhiệt.

Bước làm nở là bước làm nở sợi để tạo ra không gian giữa các sợi sao cho vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được gắn dễ dàng với các sợi.

Nước hoặc dung dịch etanol trong nước có thể được sử dụng làm chất lỏng ngâm trong bước này. Dung dịch etanol nước có thể được ưu tiên sử dụng để mang lại hiệu ứng trương nở hiệu quả hơn và tăng khả năng thâm thấu và bám dính vào các sợi của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn.

Trong trường hợp này, tốt hơn là ngâm sợi trong chất lỏng ngâm và sau đó gia nhiệt sợi trong 1 đến 3 giờ ở nhiệt độ trong phạm vi từ 30°C đến 80°C. Điều này là do, khi ngâm trong chất lỏng ngâm ở nhiệt độ trong phòng hoặc nhiệt độ thấp, có một vấn đề là độ nở của sợi không đủ và thời gian cần thiết để đủ độ nở tăng lên, dẫn đến thời gian làm nở quá mức. Khi quá trình trương nở được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn phạm vi nhiệt độ được mô tả ở trên hoặc trong thời gian dài hơn phạm vi mô tả ở trên, hư hại sợi sẽ xảy ra. Do đó, tốt nhất là bước trương nở được thực hiện trong phạm vi nhiệt độ và thời gian nêu trên.

Bước bổ sung chất kháng khuẩn là bước bơm và khuấy vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức được điều chế theo phương án của sáng chế trong chất lỏng ngâm mà sợi được ngâm trong đó.

Trong bước này, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có thể có với lượng từ 1 đến 10 phần theo trọng lượng căn cứ vào 100 phần theo trọng lượng của dung dịch ngâm. Khi hàm lượng của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn ít hơn 1 phần trọng lượng, hiệu quả kháng khuẩn không đáng kể. Khi hàm lượng vượt quá 10 phần theo trọng lượng, việc tăng lượng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thâm nhập vào các sợi là tối thiểu mặc dù số lượng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được bổ sung vào chất lỏng ngâm tăng. Do đó, không có hiệu quả kinh tế. Do đó, tốt hơn là hàm lượng của vật liệu chế phẩm kháng khuẩn trong chất lỏng ngâm nằm trong phạm vi đã mô tả ở trên.

Trong bước bơm chất kháng khuẩn, tốt hơn là khuấy vật liệu tổng hợp kháng khuẩn

trong 1 đến 5 giờ sau khi vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được bơm.

Tiếp theo, bước gia nhiệt là bước gắn kết vật liệu tổng hợp kháng khuẩn với sợi. Trong bước gia nhiệt này, chất lỏng ngâm được gia nhiệt đến nhiệt độ trong phạm vi từ 30°C đến 80°C, và phạm vi nhiệt độ được duy trì trong 3 đến 10 giờ.

Khi bước gia nhiệt được thực hiện dưới phạm vi nhiệt độ này trong thời gian ngắn hơn so với giới hạn dưới của phạm vi thời gian, hiệu quả gắn kết được làm giảm so với lượng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được sử dụng, do sự gắn kết không thích hợp. Khi bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ trên phạm vi nhiệt độ trong thời gian dài hơn so với phạm vi thời gian này, có thể xuất hiện hư hại sợi. Do đó, bước gia nhiệt tốt hơn là được tiến hành phù hợp với phạm vi nhiệt độ và phạm vi thời gian đã được mô tả ở trên.

Bước rửa là bước rửa sợi kháng khuẩn mà đã trải qua bước gia nhiệt, nhờ đó rửa bỏ vật liệu tổng hợp kháng khuẩn còn dư mà không gắn với sợi kháng khuẩn, và loại bỏ nhiều chất lạ khác. Việc rửa có thể được thực hiện một lần hoặc nhiều lần sử dụng nước làm sạch hoặc nước chứa chất tẩy rửa.

Sau đây, các hoạt động cụ thể là hiệu quả của sáng chế sẽ được mô tả với sự tham khảo các ví dụ. Tuy nhiên, các ví dụ được thể hiện chỉ nhằm mục đích minh họa, phạm vi theo sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ được mô tả dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ điều chế

Điều chế nhôm hydroxit

Khi bomit thứ nhất được sử dụng làm mầm kết tinh, bomit pha gama (γ -phase) (AOH, Osangjaiei Co., Ltd.) được phân tán trong nước để được điều chế ở dạng bột nhão. Gibsit đã được sử dụng làm nhôm hydroxit mà được chuyển hóa thành bomit thứ hai thông qua sự khử nước, và nó được nghiền để trở thành hạt thứ cấp có kích thước

trong phạm vi 0,8 μm đến 11,5 μm sử dụng quy trình nghiền. Hạt thứ cấp và bomit pha gamma tồn tại dưới dạng bột nhão được trộn và điều áp và phun vào nồi hấp, mà đó là bình áp suất có nhiệt độ cao và áp suất cao. Quá trình phun tăng áp được thực hiện ở áp suất 70 atm và lưu lượng 100 ml/giây. Sau đó, bước kết tinh của quá trình ngưng kết được thực hiện trong 50 phút để quá trình kết tinh tạo ra hạt tổng hợp bomit kết tinh cao.

Sau đó, trộn 10% trọng lượng của hạt tổng hợp bomit kết tinh cao và 90% trọng lượng của nước siêu tinh khiết, và nghiền hỗn hợp sử dụng thiết bị nghiền hạt (Wab dynamill ecm-ap2) để điều chế ra dung dịch nano thể sol chứa hạt tổng hợp bomit kết tinh cao có kích thước hạt trung bình từ 80 đến 200 nm. Trong trường hợp này, máy nghiền hạt có đường kính hạt là 3 mm đã được nạp 65% thể tích, tốc độ quay được thiết lập là 2380 vòng/phút, và lưu lượng được thiết lập là 108 L/giờ.

Điều chế vật liệu tổng hợp kháng khuẩn

Chế phẩm nhôm hydroxit và bột $\text{Cu}(\text{OH})_2$ được điều chế nêu trên có kích thước hạt trung bình từ 6 μm đến 15 μm được trộn theo tỷ lệ trọng lượng 1:1 và được khuấy ở tốc độ 200 vòng/phút trong 7 giờ để điều chế dung dịch keo đồng nhất. Sau đó, dung dịch được phun và sấy khô bằng máy phun sương ở áp suất 3 bar, nhiệt độ đầu vào từ 180°C đến 220°C, và nhiệt độ đầu ra từ 90°C đến 120°C để sản xuất bột vật liệu tổng hợp kháng khuẩn.

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thu được đã được phát hiện có đặc tính vật lý: độ pH từ 6 đến 7, EC là từ 100 μS đến 200 μS , kích thước hạt D_{10} là 3,24 μm , kích thước hạt D_{50} là 7,80 μm , và kích thước hạt D_{95} là 16,27 μm .

Các hình ảnh SEM (độ phóng đại 5.000 lần, 3.000 lần, 1.000 lần, và 500 lần) về vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thu được được thể hiện trong FIG. 1, và kết quả XRD được thể hiện trong FIG 2.

Ví dụ thử nghiệm 1

Thứ nhất, sợi bông (cotton) được ngâm trong dung dịch nước 20% etanol và được gia nhiệt ở 50°C trong 2 giờ để làm nở sợi bông. Sau đó, sự tăng nhiệt độ đã dừng lại, và 8 phần theo trọng lượng của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được bổ sung trên mỗi 100 phần theo trọng lượng của dung dịch, và khuấy hỗn hợp trong 3 giờ. Sau đó, Hỗn hợp được gia nhiệt 65°C trong 6 giờ sao cho sợi bông được phủ bằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn, và sau đó được rửa hai lần để tạo ra sợi bông được phủ bằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn (ví dụ 1). Sau đây, hình ảnh SEM của sợi của ví dụ 1 được chụp và được minh họa trong FIG. 3A và 3B. Bên trái của các FIG. 3A và 3B thể hiện các sợi bông mà chưa được phủ bằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn, và bên phải là các sợi bông được phủ bằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn.

Ngoài ra, sợi bông được phủ đồng hydroxit (Ví dụ so sánh 1) được sản xuất bằng cách sử dụng cùng một phương pháp như trong ví dụ 1, ngoại trừ chỉ sử dụng duy nhất đồng hydroxit ($\text{Cu}(\text{OH})_2$) thay vì vật liệu tổng hợp kháng khuẩn.

Tiếp theo, thử nghiệm hiệu suất kháng khuẩn (AATCC-TM2019) đã được thực hiện cho ví dụ 1 và ví dụ so sánh 1, và kết quả được thể hiện trong bảng 1. Đối chứng là sợi bông không được xử lý kháng khuẩn đã được sử dụng.

Đặc biệt là, mẫu sợi được cắt có đường kính $4,8 \pm 0,1$ cm và trọng lượng $1,0 \pm 0,1$ g, được tiệt trùng trong nồi hấp ở nhiệt độ ở $121^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ trong 15 phút, được pha loãng bằng dung dịch hỗn hợp canh dinh dưỡng 5% trọng lượng và Triton X-100 0,05% trọng lượng, được trung hòa bằng chế phẩm canh Dey Engley, được cấy truyền với tុ cầu vàng ATCC 6538 và vi khuẩn *Klebsiella* viêm phổi ATCC 4352 ở nồng độ $1,8 \times 10^5$ tế bào/mL, và sau đó nuôi cấy. Sau khi nuôi cấy, hoạt tính kháng khuẩn được đo bằng cách đếm vi khuẩn sống theo thời gian.

Trong trường hợp này, sau 5 phút cấy truyền, môi trường nuôi cấy được phết lên môi trường rắn sử dụng trao đổi chéo, sau đó thực hiện nuôi cấy thứ cấp, đếm số lượng vi khuẩn sống, và hoạt tính kháng khuẩn được đo sau 5 phút cấy truyền. Khi hết 24 giờ

sau khi cấy, số lượng vi khuẩn trong môi trường nuôi cấy được đếm để xác định hoạt tính kháng khuẩn.

Bảng 1

(Tế bào/mL)		Đối chứng	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ 1
Tụ cầu khuẩn	Sau 5 phút	$1,8 \times 10^5$	$1,8 \times 10^5$	$7,2 \times 10^3$
	Sau 24 giờ	$7,0 \times 10^6$	< 100	< 100
Viêm phổi	Sau 5 phút	$1,8 \times 10^5$	$1,8 \times 10^5$	< 100
	Sau 24 giờ	$3,9 \times 10^7$	< 100	< 100

Tham khảo kết quả của bảng 1, đã xác nhận rằng trong ví dụ so sánh 1, hiệu quả kháng khuẩn được thể hiện 24 giờ sau khi cấy truyền nhưng không có hiệu quả kháng khuẩn được thể hiện 5 phút sau khi cấy truyền. Theo cách khác, trong trường hợp ví dụ 1, hiệu quả kháng khuẩn được thể hiện ngay lập tức sau khi cấy truyền và hiệu quả kháng khuẩn chống lại viêm phổi đặc biệt tuyệt vời.

Theo đó, khi vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế, mà là chế phẩm hỗn hợp của nhôm hydroxit và hợp chất đồng, được áp dụng cho sợi, đã xác nhận rằng hiệu quả diệt khuẩn đã đạt được ngay lập tức sau khi chủng vi khuẩn đi đến tiếp xúc với sợi kháng khuẩn.

Ví dụ thử nghiệm 2

Phân tích EDS và phân tích ICP về mẫu sợi của ví dụ 1 được sản xuất theo ví dụ thử nghiệm 1 đã được tiến hành.

Phân tích EDS đã được tiến hành sử dụng hai vùng sợi khác nhau của ví dụ một làm các mẫu. Hình ảnh SEM của hai mẫu được thể hiện trong FIG. 4A và 4B. Đã thể hiện rằng nhôm hydroxit ở dạng đảo đã có mặt trên bề mặt sợi. Các kết quả phân tích đối với mỗi mẫu được thể hiện trong bảng 2.

Thử nghiệm ICP đã được thực hiện sử dụng ba vùng sợi khác nhau của ví dụ 1 làm các mẫu. Đối với phân tích ICP, 5100 ICP-OES (Agilent Technologies) đã được sử dụng. Các kết quả được thể hiện trong bảng 3.

Bảng 2

	Nguyên tố	Độ bền (c/s)	Lỗi (2-sigma)	Nồng độ(% trọng lượng)
Ví dụ 1-1	C	30,73	2,12	39,50
	O	30,39	2,06	51,68
	Al	19,17	1,88	7,01
	Cu	1,51	0,73	1,81
	Tổng			100,00
Ví dụ 1-2	C	6,88	1,06	41,44
	O	6,00	0,90	45,95
	Al	5,35	0,98	8,40
	Cu	0,82	0,59	4,20
	Tổng			100,00

Bảng 3

	Al (ppm)	Cu (ppm)
Ví dụ 1-3	44,973,5	7,680,4
Ví dụ 1-4	40,607,3	8,002,6
Ví dụ 1-5	39,078,5	8,425,3
Trung bình	41,553,1	8,036,1

Như được thể hiện trong bảng 2 và bảng 3 ở trên, đồng và nhôm được phát hiện trong sợi kháng khuẩn của ví dụ 1. Điều này là đã xác nhận rằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế đã được gắn kết tốt với sợi để tạo ra sợi kháng khuẩn của ví dụ 1.

Ví dụ thử nghiệm 3

Một loại vải không dệt làm từ polypropylen đã được chuẩn bị. Vải không dệt được ngâm trong dung dịch nước có chứa hỗn hợp kháng khuẩn trong một khoảng thời gian xác định trước và sau đó sấy khô. Hỗn hợp kháng khuẩn được áp dụng ở nồng độ 1,0 g/m², 1,5 g/m², và 3,0 g/m², lên các mẫu sợi tương ứng. Mẫu phủ đã được ký hiệu bởi ví dụ 2, ví dụ 3 và ví dụ 4 tương ứng. Trong trường hợp này, nồng độ của vật liệu tổng hợp kháng khuẩn đề cập đến số gram (g) trên đơn vị diện tích của vải không dệt.

Sau đó, đối với từng mẫu vải không dệt, tiến hành thử nghiệm kháng khuẩn với tụ cầu và viêm phổi tương tự như ở ví dụ thử nghiệm 1. Kết quả được thể hiện trong bảng 4. Chủng trước khi chủng ngừa được cấy truyền ở nồng độ $1,5 \times 10^5$ tế bào/mL, và nồng độ tế bào được đo 24 giờ sau khi cấy truyền xác định khả năng kháng khuẩn thông qua kết quả.

Ngoài ra, thử nghiệm hiệu quả ít biến động đã được thực hiện theo phương pháp thử nghiệm “AATCC 30:2017, TEST III”. Kết quả được thể hiện trong bảng 4. Một loại nấm men (*Aspergillus niger* ATCC 6275) đã được sử dụng làm chủng tại thời điểm thử nghiệm hiệu ứng độc lập và sự phát triển của chủng được quan sát thấy sau 2 tuần ủ. Khi không quan sát thấy sự tăng sinh, trường hợp này được đánh dấu bằng X. Khi quan sát thấy sự tăng sinh bằng kính hiển vi 50 lần, trường hợp này được đánh dấu bằng Δ . Khi quan sát thấy sự tăng sinh bằng mắt thường, trường hợp này được đánh dấu bằng O.

Bảng 4

	Loại nấm	Đối chứng	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4
Thử nghiệm hiệu suất kháng khuẩn (tế bào/mL)	Tụ cầu khuẩn	$1,5 \times 10^7$	< 100	< 100	< 100
	Viêm phổi	$8,4 \times 10^7$	< 100	< 100	< 100
Kiểm tra hoạt tính kháng nấm	Nấm men	-	Δ	X	X

Tham khảo kết quả của bảng 4, đã xác nhận rằng vải không dệt được phủ bằng vật

liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế có đặc tính kháng khuẩn chống lại tụ cầu khuẩn và viêm phổi và đặc tính kháng nấm chống lại nấm men. Cụ thể là, đã xác nhận rằng hiệu quả kháng khuẩn đã được thể hiện khi hỗn hợp kháng khuẩn được áp dụng ở nồng độ 1,0 g/m² và hiệu quả kháng nấm đã thể hiện khi hỗn hợp kháng khuẩn đã được áp dụng ở nồng độ 1,5 g/m² hoặc cao hơn.

Ví dụ thử nghiệm 4

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế trong ví dụ điều chế được trộn với etanol và sau đó được khuấy đều để sản xuất chế phẩm kháng khuẩn có nồng độ 10% trọng lượng.

Tiếp theo, sơn phủ cứng trong suốt (DO-444, Haedong Polymer Industry Co., Ltd.) đã được sản xuất trên thị trường. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn đã được trộn với sơn phủ cứng ở nồng độ 5% trọng lượng. Sau đó, hỗn hợp được sử dụng để tạo ra lớp phủ lên màng polycarbonat (PC) và màng PET và được làm khô để tạo ra màng PC được phủ và màng PET được phủ (ví dụ 5).

Sau đó, màng PET được cắt để có kích thước là 5 × 5 cm. Thử nghiệm kháng khuẩn được thực hiện chống lại *Escherichia coli* ATCC 8739 và Tụ cầu khuẩn aureus ATCC 6538P (KCL-FIR-1003: 2018). Các kết quả thử nghiệm được thể hiện trong bảng 5.

Escherichia coli được cấy truyền ở nồng độ $1,6 \times 10^5$ CFU/mL, và *Staphulococcus aureus* được cấy truyền ở nồng độ $3,6 \times 10^5$ CFU/mL. Nồng độ tế bào được đo ở 24 giờ sau đó. Các kết quả được thể hiện trong bảng 5.

Màng stomarker vô trùng đã được sử dụng làm đối chứng.

Bảng 5

(CFU/ml)	Đối chứng	Ví dụ 5
<i>Escherichia Coli</i>	$9,1 \times 10^6$	< 10
<i>Staphulococcus aureus</i>	$9,3 \times 10^6$	< 10

Thứ nhất, quan sát trực quan về màng PC được phủ và màng PET được phủ đã được thực hiện và xác nhận rằng độ trong suốt của màng được duy trì. Bảng 5 cũng cho thấy vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế có khả năng kháng khuẩn tuyệt vời đối với *E. coli* và *Staphylococcus aureus* khi được sử dụng để trộn trong sơn.

Ví dụ thử nghiệm 5

Thứ nhất, dung dịch phủ kháng khuẩn đã được điều chế bằng cách trộn 1% đến 4% theo trọng lượng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn, 2% theo trọng lượng styren acrylic copolyme (Fine chem tech), 0,5 % trọng lượng propylen glycol (SK Chemical) làm chất bề mặt không ion, 0,2% trọng lượng natri dioctyl sulfosuccinat (Hannong Chemical) làm chất bề mặt anion, 0,05% trọng lượng chất chống tạo bọt gốc silicon (AFE-3150, Dow chemical), và một phần còn lại là nước tinh khiết.

Sau đó, vải không dệt polypropylen được ngâm trong dung dịch phủ kháng khuẩn và sau đó sấy khô trong tủ sấy có nhiệt độ 50°C trong 2 giờ để sản xuất ra vải không dệt phủ hỗn hợp kháng khuẩn.

Sau đó, thử nghiệm kháng khuẩn tương tự đối với tụ cầu khuẩn aureus như trong ví dụ thử nghiệm 3 đã được thực hiện. Các kết quả được hiển thị trong FIG. 5. Nồng độ pha loãng trong hình. 5 đề cập đến nồng độ pha loãng khi môi trường nuôi cấy lỏng được phết lên môi trường rắn.

Tham khảo FIG. 5, đã xác nhận rằng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có với lượng 1% trọng lượng, thu được hiệu quả kháng khuẩn chống lại Tụ cầu khuẩn aureus.

Ví dụ thử nghiệm 6

Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được điều chế sử dụng cùng phương pháp như trong ví dụ điều chế, ngoại trừ rằng hàm lượng chế phẩm nhôm hydroxit và hàm lượng bột Cu (OH)₂ được điều chỉnh như được thể hiện trong bảng 6. Do đó, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn ký hiệu là mẫu 2 đến 6 được sản xuất.

Mỗi trong số các mẫu được sản xuất ở trên đã được sử dụng để tạo ra sợi kháng khuẩn được ký hiệu là mẫu 1 đến 7 theo cùng một cách như trong ví dụ thử nghiệm 1. Ở đây, mẫu 1 và mẫu 7 không sử dụng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế, và mẫu 1 sử dụng chế phẩm nhôm hydroxit được điều chế theo sự điều chế của chỉ chất kháng khuẩn duy nhất. Mẫu 7 đã sử dụng chỉ bột $\text{Cu}(\text{OH})_2$.

Bảng 6

	Nhôm hydroxit (phần theo trọng lượng)	$\text{Cu}(\text{OH})_2$ (phần theo trọng lượng)
Mẫu 1	1,0	0,0
Mẫu 2	1,0	0,5
Mẫu 3	1,0	0,7
Mẫu 4	1,0	1,0
Mẫu 5	1,0	1,2
Mẫu 6	1,0	1,4
Mẫu 7	0,0	1,0

Sau đây, thử nghiệm kháng khuẩn được thực hiện theo cách giống với trong ví dụ thử nghiệm 1. Các kết quả được thể hiện trong bảng 7. Tụ cầu khuẩn được cấy truyền ở nồng độ 2.1×10^5 tế bào/mL, và viêm phổi được cấy truyền ở nồng độ $1,3 \times 10^5$ tế bào/mL.

Bảng 7

	Tụ cầu khuẩn (tế bào/mL)		Viêm phổi (tế bào/mL)	
	Sau 5 phút	Sau 24 giờ	Sau 5 phút	Sau 24 giờ
Mẫu 1	$2,1 \times 10^5$	< 100	$1,3 \times 10^5$	< 100
Mẫu 2	$2,1 \times 10^5$		$5,2 \times 10^3$	
Mẫu 3	$9,7 \times 10^3$		< 100	
Mẫu 4	$6,9 \times 10^3$		< 100	

Mẫu 5	$8,1 \times 10^3$		< 100	
Mẫu 6	$2,1 \times 10^5$		$1,3 \times 10^5$	
Mẫu 7	$2,1 \times 10^5$		$1,3 \times 10^5$	

Kết quả của bảng 7 trên thể hiện rằng cả mẫu 1 và mẫu 7 có hiệu quả kháng khuẩn tuyệt vời sau 24 giờ. Cụ thể là, trong trường hợp mẫu 3 và mẫu 5, đã phát hiện ra rằng hiệu quả diệt khuẩn ở cả hai chủng đã thể hiện 5 phút ngay lập tức sau khi cấy truyền chủng. Cụ thể là, hiệu quả diệt khuẩn lên viêm phổi đã được phát hiện là rất tuyệt vời.

Ngoài ra, đã xác nhận rằng mẫu 2 đã thể hiện hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức lên viêm phổi.

Từ các kết quả trên, đã xác nhận rằng chế phẩm tổng hợp kết hợp hợp chất đồng và chế phẩm nhôm hydroxit chứa các hạt nhôm hydroxit thể hiện hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức một cách tuyệt vời.

Cụ thể là, khi sản xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn để thu được hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức trong khi sử dụng vật liệu tổng hợp kháng khuẩn theo sáng chế, đã xác nhận rằng tỷ lệ trọng lượng được ưu tiên của chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng là 1 phần tính theo trọng lượng đến 1,2 phần tính theo trọng lượng hoặc ít hơn. Tốt hơn là, tỷ lệ trọng lượng của chế phẩm nhôm hydroxit với hợp chất đồng là 1:0,7 đến 1,2.

Ví dụ thử nghiệm 7

Mỗi mẫu sợi kháng khuẩn trong ví dụ thử nghiệm 7 được đặt trong không gian bên trong có nhiệt độ trong phạm vi từ 20°C đến 25°C và độ ẩm tương đối trong phạm vi từ 45% đến 55%. Thử nghiệm kháng khuẩn đối với tụ cầu khuẩn được thực hiện sau một tháng, ba tháng và năm tháng. Các kết quả được thể hiện trong bảng 8. Thử nghiệm kháng khuẩn được tiến hành theo cách giống với trong ví dụ thử nghiệm 7. Tụ cầu khuẩn

được cấy truyền ở nồng độ $2,0 \times 10^5$ tế bào/mL.

Bảng 8

Loại chủng	Tự cầu khuẩn (tế bào/mL)		
	1 tháng	3 tháng	5 tháng
Mẫu 1	< 100	< 100	$1,2 \times 10^6$
Mẫu 2	< 100	< 100	$1,4 \times 10^5$
Mẫu 3	< 100	< 100	< 100
Mẫu 4	< 100	< 100	< 100
Mẫu 5	< 100	< 100	< 100
Mẫu 6	< 100	< 100	$8,1 \times 10^3$
Mẫu 7	< 100	< 100	$5,4 \times 10^4$

Tham khảo các kết quả của bảng 8 ở trên, đã phát hiện ra rằng mỗi mẫu đã thể hiện đặc tính kháng khuẩn tuyệt vời lên đến 3 tháng sau khi tiếp xúc không khí. Tuy nhiên, sau 5 tháng, đã phát hiện rằng trong trường hợp mẫu 1, đặc tính kháng khuẩn bị biến mất. Trong trường hợp mẫu 2, 6 và 7, đặc tính kháng khuẩn thể hiện rất yếu.

Trái lại, trong trường hợp mẫu 3 đến 5, đặc tính kháng khuẩn duy trì tuyệt vời sau 5 tháng.

[164] Do đó, từ các kết quả của thử nghiệm, đã xác nhận rằng chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng tốt hơn là nằm trong hỗn hợp kháng khuẩn theo sáng chế theo tỷ lệ trọng lượng từ 1:0,7 đến 1,2.

Sáng chế không bị giới hạn ở các phương án và phần mô tả trên và những thay đổi và cải tiến khác của nó có thể được tạo ra bởi người có hiểu biết trong lĩnh vực này mà không lệch khỏi phạm vi của sáng chế như được nêu rõ trong các yêu cầu bảo hộ đi kèm. Ngoài ra, các biến thể này nằm trong phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Sáng chế đề xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có khả năng thể hiện hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức chống lại vi khuẩn hoặc virus trong thời gian dài. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có thể cung cấp chức năng kháng khuẩn và kháng virus khi được áp dụng cho nhiều vùng mà cần chức năng kháng khuẩn. Nhôm hydroxit được gắn kết ở dạng đảo với bề mặt của hợp chất đồng thể hiện ngay lập tức hiệu quả diệt khuẩn trong thời gian dài. Do đó, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có thể được áp dụng cho nhiều vùng cần chức năng kháng khuẩn, nhờ đó cung cấp hiệu quả kháng khuẩn và kháng virus. Do đó, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có khả năng áp dụng công nghiệp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu tổng hợp kháng khuẩn với hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức, vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được tạo cấu hình sao cho:

dạng đảo của nhôm hydroxit được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng,

nhôm hydroxit là hạt tổng hợp bomit kết tinh cao bao gồm bomit thứ nhất trong pha γ và bomit thứ hai thu được bởi sự khử nước của nhôm hydroxit,

bomit thứ nhất và bomit thứ hai được gắn kết bởi liên kết hydro, và

chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng được trộn theo tỷ lệ trọng lượng từ 1:0,7 đến 1,2.

2. Phương pháp sản xuất vật liệu tổng hợp kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức, phương pháp này bao gồm:

bước trộn để điều chế hỗn hợp vật liệu thô bằng cách trộn chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng;

bước sấy phun để sấy phun hỗn hợp vật liệu thô để tạo ra hỗn hợp kháng khuẩn;
và

bước làm mát để làm mát hỗn hợp kháng khuẩn,

trong đó hỗn hợp kháng khuẩn được tạo cấu hình sao cho dạng đảo của nhôm hydroxit được gắn kết với bề mặt của hợp chất đồng,

nhôm hydroxit là hạt tổng hợp bomit kết tinh cao bao gồm bomit thứ nhất trong pha γ và bomit thứ hai được tạo ra bởi sự khử nước của nhôm hydroxit,

bomit thứ nhất và bomit thứ hai được gắn kết bởi liên kết hydro, và

chế phẩm nhôm hydroxit và hợp chất đồng được trộn theo tỷ lệ trọng lượng từ 1:0,7 đến 1,2.

3. Phương pháp theo điểm 2, trong đó các hạt hợp chất đồng có kích thước hạt trung

bình trong phạm vi từ 6 μm đến 20 μm , và nhôm hydroxit có kích thước hạt trung bình trong phạm vi từ 10 nm đến 500 nm.

4. Phương pháp theo điểm 2, trong đó bước sấy phun là bước sấy phun hỗn hợp vật liệu thô ở nhiệt độ trong phạm vi từ 180°C đến 220°C.

5. Phương pháp theo điểm 2, trong đó bước làm mát là bước làm mát các hạt vật liệu tổng hợp kháng khuẩn thu được thông qua bước sấy phun đến nhiệt độ trong phạm vi từ 90°C đến 120°C.

6. Chế phẩm kháng khuẩn có hiệu quả diệt khuẩn ngay lập tức, chế phẩm kháng khuẩn bao gồm vật liệu tổng hợp kháng khuẩn được sản xuất bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 5.

1/4

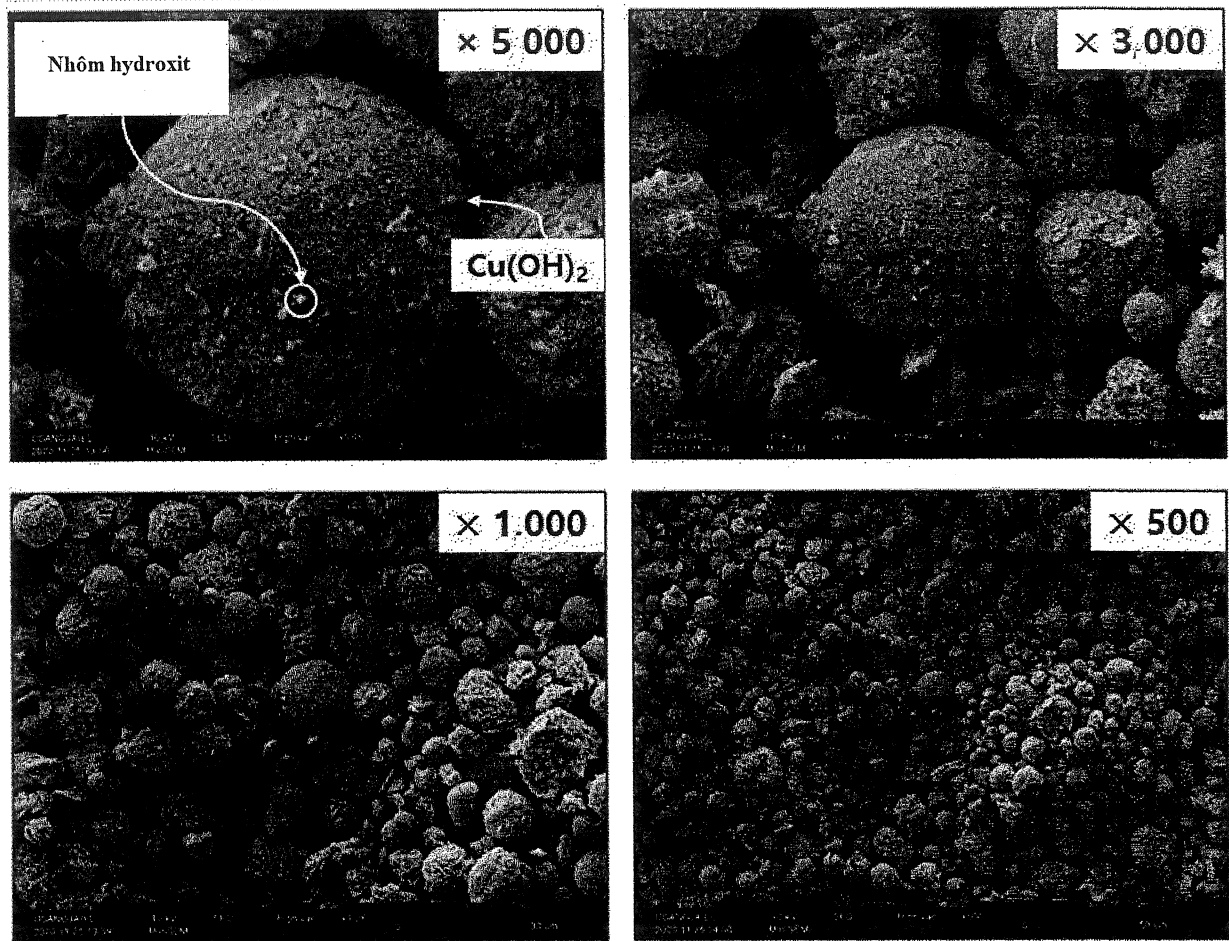


Fig. 1

2/4

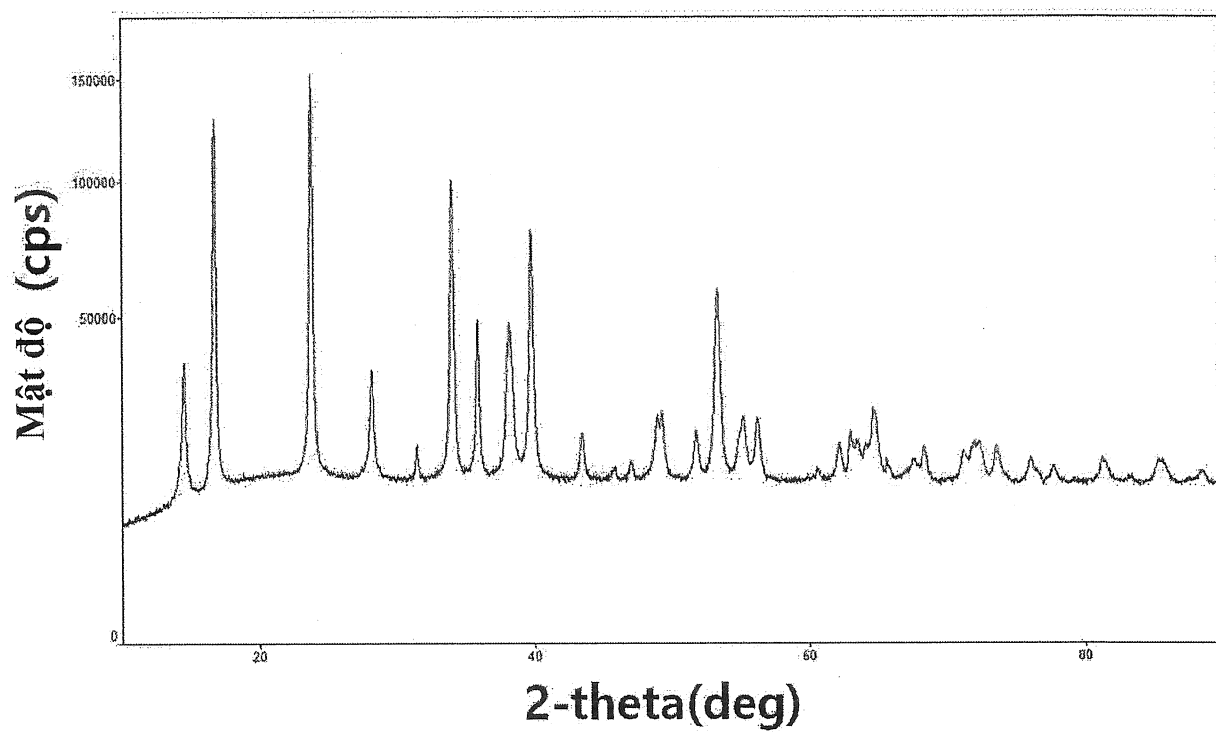


Fig. 2

Figure 10 shows two SEM images of the surface of the polyimide film. The left image shows a relatively smooth surface with some fine texture. The right image shows a more textured surface with some larger features. Both images are at 5000x magnification.

(A)

(B)

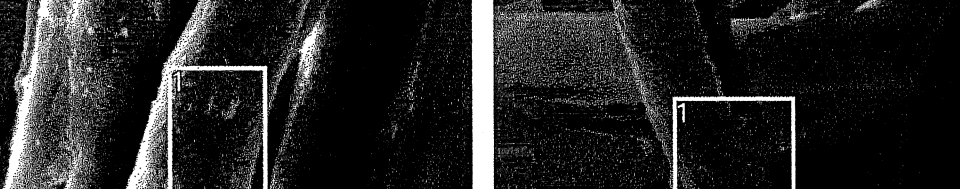


Figure 1 consists of two scanning electron micrographs (SEM) of a polyimide film surface. Image (A) is a lower magnification view showing a textured surface with some larger features. A white square in the center of (A) indicates the area that is magnified in image (B). Image (B) is a higher magnification view of the area marked in (A), showing a more detailed view of the surface texture, which appears to be composed of many small, irregular features.

Fig. 4

4/4

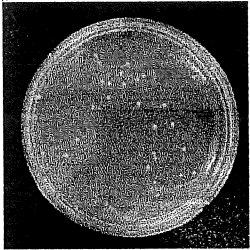
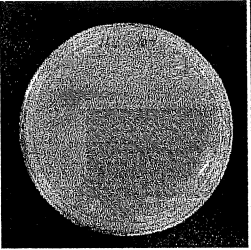
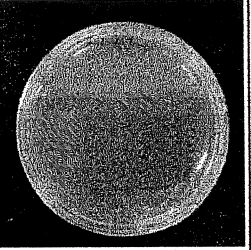
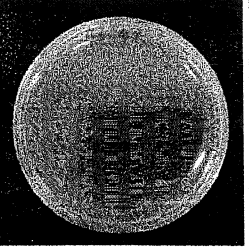
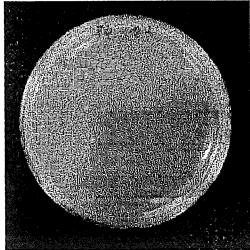
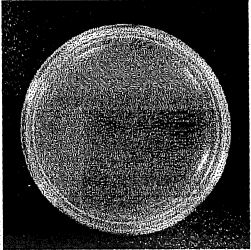
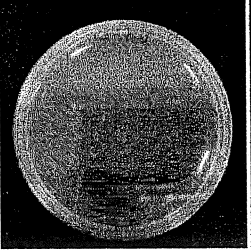
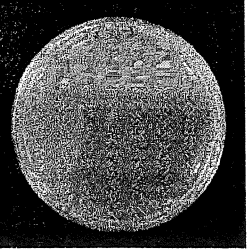
Nồng độ pha loãng	Đối chứng	1 % trọng lượng	2 % trọng lượng	4 % trọng lượng
10^{-1}				
10^{-2}				

Fig. 5