



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

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

(11) 
1-0019606

(51)⁷ **C01G 9/00, C04B 41/85, A01P 3/00**

(13) **B**

(21) 1-2011-00645

(22) 10.03.2011

(30) 2010-059421 16.03.2010 JP

(45) 27.08.2018 365

(43) 25.09.2011 282

(73) LIXIL Corporation (JP)

2-1-1 Ojima, Koto-ku, Tokyo 136-8535, Japan

(72) Keisuke YAMAMOTO (JP), Michihiro TAKEDA (JP), Teruo ICHINO (JP), Yuuki KAWAMURA (JP), Tetuji OHASHI (JP), Yoshihiro KATOU (JP)

(74) Công ty Luật TNHH AMBYS Hà Nội (AMBYS HANOI)

(54) **VẬT LIỆU KHÁNG KHUẨN**

(57) Sáng chế đề cập đến vật liệu kháng khuẩn, trong đó hoạt tính kháng khuẩn bởi kẽm oxit dẫn điện được đưa vào. Vật liệu kháng khuẩn bao gồm chất gắn vô cơ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc Ga được nung trên bề mặt chất nền. Thủy tinh lỏng ưu tiên làm chất gắn vô cơ. Ưu tiên, kẽm oxit pha Ga được phân tán trong nước, sự phân tán được thêm vào dung dịch nước thủy tinh lỏng, sau đó trộn lên để điều chế ra chất lỏng phun, và chất lỏng phun được phun trên chất nền, sau đó làm khô và gia nhiệt nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150°C đến 700°C.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến vật liệu kháng khuẩn thu được bằng cách đưa bề mặt của chất nền, như thủy tinh, đồ gốm hoặc nền đá lát vào xử lý kháng khuẩn. Cụ thể, sáng chế đề cập đến vật liệu kháng khuẩn sử dụng kẽm oxit dẫn điện như là một tác nhân kháng khuẩn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thực tế rằng kẽm oxit dẫn điện có đặc tính kháng khuẩn đã được biết đến rộng rãi như được bộc lộ trong JP-A-2002-104823 hoặc tương tự. Kẽm oxit được pha với nhôm, indi và thiếc được bộc lộ làm kẽm oxit dẫn điện trong đoạn 0023 của JP-A-2002-104823. Các đoạn từ 0041 đến 0043 của đơn JP-A-2002-104823 bộc lộ sự gắn kẽm oxit dẫn điện vào vật liệu có sợi, hoặc kết hợp nó vào trong nhựa tổng hợp hoặc vật liệu phủ.

Tài liệu patent

Tài liệu patent 1: JP-A-2002-104823.

Việc cố định kẽm oxit dẫn điện vào bề mặt chất nền, các hạt kẽm oxit dẫn điện chỉ có mặt trong trạng thái phân tán trên bề mặt chất nền nên đặc tính kháng khuẩn là kém. Hơn nữa, các hạt kẽm oxit dẫn điện có thể dễ dàng rời ra khỏi bề mặt chất nền. Việc phun bi tác nhân kháng khuẩn như kẽm oxit dẫn điện trên bề mặt đá lát được biết đến; tuy nhiên, chi phí thu hồi bụi là cao và do đó lượng tiêu thụ tác nhân kháng khuẩn là cao, nên nó không được ưa thích khi xem xét theo khía cạnh chi phí kinh tế.

Khi kẽm oxit dẫn điện được kết hợp vào trong nhựa tổng hợp hoặc vật liệu phủ, thì sự có mặt của kẽm oxit dẫn điện bên trong chất nền khiến chúng không hoặc về cơ bản không tạo ra hoạt tính kháng khuẩn. Mặc dù cần thêm một lượng lớn kẽm oxit dẫn điện để tăng cường hoạt tính kháng khuẩn, nhưng việc bổ sung một lượng lớn kẽm oxit dẫn điện có thể dẫn đến việc làm mất đi các đặc tính của chất nền.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất vật liệu kháng khuẩn, trong đó hoạt tính kháng khuẩn bởi kẽm oxit dẫn điện được sử dụng một cách thích đáng.

Vật liệu kháng khuẩn (điểm 1) bao gồm chất gắn vô cơ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga, kích thước hạt trung bình của nó nằm trong khoảng từ 5nm đến 100nm, trong đó một phần hoặc tất cả các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga được ion hóa bằng việc nung ở nhiệt độ từ 300°C đến 800°C sau khi chất gắn vô cơ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga được gắn trên bề mặt chất nền.

Vật liệu kháng khuẩn (điểm 2) bao gồm chất gắn vô cơ chỉ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga, trong đó một phần hoặc tất cả các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga được ion hóa bằng việc nung trên bề mặt chất nền.

Vật liệu kháng khuẩn của điểm 3, khác biệt ở chỗ, theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, kẽm oxit được ion hóa và được khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ.

Vật liệu kháng khuẩn của điểm 4, khác biệt ở chỗ, theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, kẽm oxit được ion hóa và được khuếch tán vào bên trong bề mặt chất nền.

Vật liệu kháng khuẩn của điểm 5, khác biệt ở chỗ, theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, chất gắn vô cơ là thủy tinh lỏng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn.

Kẽm oxit dẫn điện

Kẽm oxit dẫn điện được sử dụng trong sáng chế là kẽm oxit pha Al và/hoặc pha Ga, và kẽm oxit được pha với chỉ một trong số Al hoặc Ga thường được sử dụng khi tính toán về mặt chi phí. Lượng pha Al ưu tiên nằm trong khoảng từ 1mg đến 200mg

và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ 10mg đến 70mg, trên 1g kẽm oxit. Lượng pha Ga ưu tiên nằm trong khoảng từ 1mg đến 200mg và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng 10mg đến 70mg, trên 1g kẽm oxit.

Đường kính hạt trung bình của kẽm oxit trước khi nung ưu tiên nằm trong khoảng từ 5nm đến 100nm và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ 10nm đến 50nm. Đường kính hạt trung bình này là giá trị được đo bằng cách chụp ảnh dưới kính hiển vi điện tử.

Chất gắn vô cơ

Để làm chất gắn vô cơ, thủy tinh lỏng được ưu tiên và thủy tinh lỏng natri silicat số 3 và số 4 được đặc biệt ưu tiên.

Chất nền

Để làm chất nền, các vật liệu gốm được ưu tiên như đồ thủy tinh (tấm thủy tinh, đồ mỹ nghệ bằng thủy tinh, hoặc tương tự), các nền đá lát nung (tráng men hoặc không được tráng men) và các nền đá lát không được nung không được tráng men.

Trộn và nung kẽm oxit dẫn điện và chất gắn vô cơ

Tỷ lệ kẽm oxit dẫn điện trên hàm lượng rắn của thủy tinh lỏng trong chất gắn vô cơ là, tính theo tỷ lệ trọng lượng, ưu tiên nằm trong khoảng từ 10/100 đến 150/100 và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ 25/100 đến 75/100.

Thủy tinh lỏng ưu tiên với lượng nằm trong khoảng từ 0,5% theo khối lượng đến 10% theo khối lượng dung dịch nước và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ 1% theo khối lượng đến 7% theo khối lượng dung dịch nước. Theo một phương án ưu tiên, kẽm oxit dẫn điện được phân tán trong nước và sau đó được thêm vào dung dịch nước. Dung dịch nước thủy tinh lỏng trong đó có kẽm oxit dẫn điện được phân tán trước đó được ưu tiên gắn với bề mặt chất nền bằng phương pháp phun, phương pháp nhúng ngâm, phương pháp phủ, phương pháp kết tủa hơi, phương pháp phun xạ hoặc tương tự, đặc biệt ưu tiên phương pháp phun. Lúc này, kẽm oxit dẫn điện được ưu tiên gắn với lượng nằm trong khoảng từ 0,0001mg đến 1,0mg trên diện tích 100cm² (10cm x 10cm) của bề mặt chất nền, và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ 0,05mg đến

0,2mg.

Sau đó, làm khô được thực hiện không bắt buộc, và ưu tiên xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150°C đến 800°C và đặc biệt ưu tiên nằm trong khoảng từ 300°C đến 500°C trong khoảng thời gian từ 1 phút đến 200 phút, đặc biệt trong khoảng từ 5 phút đến 60 phút, sao cho chất gắn vô cơ chứa kẽm oxit dẫn điện được nung trên bề mặt chất nền.

Khi chất gắn vô cơ là thủy tinh lỏng, kẽm oxit dẫn điện được ion hóa và được khuếch tán vào bên trong mạng lưới của thủy tinh, dẫn đến hiệu quả kháng khuẩn cao kết hợp với làm kiên cố mạng lưới của thủy tinh.

Do không có chất màu nào được thêm vào thủy tinh lỏng, nên lớp nung thu được không có màu và trong suốt, và bề mặt chất nền không hoặc cơ bản là không có sự thay đổi nào về diện mạo bên ngoài của nó. Trái lại, lớp nung có thể được nhuộm màu bằng cách thêm chất màu vào thủy tinh lỏng.

Khi bề mặt chất nền là gốm như thủy tinh, đồ gốm hoặc nền đá lát, một phần kẽm oxit cũng có thể được khuếch tán vào bên trong bề mặt chất nền.

Như được mô tả ở trên, trong vật liệu kháng khuẩn thu được bằng cách nung kẽm oxit dẫn điện vào bề mặt chất nền sử dụng chất gắn vô cơ, kẽm oxit dẫn điện có mặt cơ bản chỉ trên bề mặt phía ngoài cùng của vật liệu kháng khuẩn, và tất cả hoặc hầu như tất cả kẽm oxit dẫn điện đã sử dụng đều tham gia vào hoạt tính kháng khuẩn. Hơn nữa, kẽm oxit dẫn điện được khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ và có mặt đều nhau trên khắp bề mặt chất nền, và do đó hoạt tính kháng khuẩn là tốt. Đặc biệt, khi thủy tinh lỏng được sử dụng làm chất gắn vô cơ, kẽm oxit dẫn điện được ion hóa và được khuếch tán vào bên trong lớp thủy tinh lấy từ thủy tinh lỏng, và do đó có thể thu được hoạt tính kháng khuẩn thích đáng với lượng nhỏ kẽm oxit dẫn điện. Hơn nữa, do sự kết dính của lớp thủy tinh với bề mặt chất nền là cao và kẽm oxit cũng có hoạt tính làm kiên cố mạng lưới của thủy tinh, do đó hoạt tính kháng khuẩn được sử dụng trong thời gian dài.

Hơn nữa, do kẽm oxit pha Al và/hoặc pha Ga được sử dụng trong sáng chế có sự hao hụt dẫn điện do sự nung ở nhiệt độ 150°C hoặc cao hơn, do đó kẽm oxit pha Al

hoặc Ga thường ở dạng kẽm oxit không dẫn điện trong trạng thái mà ở đó nó có mặt trên bề mặt của vật liệu kháng khuẩn.

Để nâng cao hơn nữa hoạt tính kháng khuẩn của sáng chế, các vật liệu kháng khuẩn khác như bạc có thể được thêm vào và được nung.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Kẽm oxit pha Ga (hàm lượng Ga là 50mg/g, đường kính hạt trung bình là 30nm) được sử dụng làm kẽm oxit dẫn điện và thủy tinh số 3 được sử dụng làm chất gắn vô cơ. Kẽm oxit pha Ga được phân tán trong nước và sự phân tán được thêm vào dung dịch nước thủy tinh lỏng, sau đó trộn lên để điều chế ra chất lỏng phun. Chất lỏng phun được phun trên bề mặt của đá lát bằng gốm được tráng men (kích thước 100 x 100 x 5mm) ở nhiệt độ phòng. Sau khi làm khô, nung bằng nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ 150°C, 200°C, 300°C, 400°C hoặc 700°C trong thời gian 30 phút dưới áp suất khí quyển.

Các điều kiện cơ bản khác như sau:

Chế phẩm chất lỏng phun

Natri silicat: hàm lượng chất rắn bằng 2,0% theo khối lượng

Kẽm oxit dẫn điện: 1% theo khối lượng

Cân bằng: chất lỏng

Lượng đi kèm bởi phun: 10mg/100cm² kẽm oxit

Hoạt tính kháng khuẩn của bề mặt đá lát kháng khuẩn thu được được đánh giá theo JIS Z 2801. Các kết quả được thể hiện trong các Bảng 1 và 2.

Ngoài ra, bề mặt của đá lát kháng khuẩn thu được được đưa vào nhiễu xạ tia X, và chiều cao của đỉnh chính ZnO (CuK α , 2 θ =36,159°) được đo đạc. Bảng 3 thể hiện dữ liệu thu được khi chiều cao đỉnh nung sơ bộ (sau khi phủ) của Ví dụ so sánh 1 được mô tả ở đây là 100%.

Ví dụ 2

Quy trình được thực hiện theo cách thức tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ kẽm oxit pha Al (hàm lượng Al là 50mg/g, đường kính hạt trung bình là 30nm) được sử dụng làm kẽm oxit dẫn điện. Các kết quả được thể hiện trong các Bảng từ Bảng 1 đến Bảng 3.

Ví dụ so sánh 1

Quy trình được thực hiện theo cách thức tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ kẽm oxit pha In (hàm lượng In là 50mg/g, đường kính hạt trung bình là 30nm) được sử dụng làm kẽm oxit dẫn điện. Các kết quả được thể hiện trong các Bảng từ Bảng 1 đến 3.

Ví dụ so sánh 2

Quy trình được thực hiện theo cách thức tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ kẽm oxit pha Sn (hàm lượng Sn là 50mg/g, đường kính hạt trung bình là 30nm) được sử dụng làm kẽm oxit dẫn điện. Các kết quả được thể hiện trong các Bảng từ Bảng 1 đến Bảng 3.

Ví dụ so sánh 3

Quy trình được thực hiện theo cách thức tương tự như trong Ví dụ 1, ngoại trừ rằng kẽm oxit không pha gì (đường kính hạt trung bình là 30nm) được sử dụng làm kẽm oxit dẫn điện. Các kết quả được thể hiện trong các Bảng từ Bảng 1 đến 3.

Bảng 1: Giá trị hoạt động kháng khuẩn trên vi khuẩn *Escherichia coli*

Nhiệt độ nung (°C)	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
150	3,8	1,5	1,3	1,3	1,2
200	3,8	1,7	1,7	1,5	1,5
300	4,1	2,5	1,9	1,9	1,6
400	4,3	3,4	3,4	3,4	2,5
700	4,3	4,3	4,3	4,3	4,1
Chú ý	Pha Ga	Pha Al	Pha In	Pha Sn	Không pha gì

Bảng 2: Giá trị hoạt tính kháng khuẩn trên tụ cầu khuẩn vàng (*Staphylococcus aureus*)

Nhiệt độ nung (°C)	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
150	3,1	1,2	1,2	1,0	0,9
200	3	1,7	1,3	1,4	1,0
300	4,1	2,3	1,8	1,8	1,4
400	4,0	3,2	2,7	2,8	2,9
700	4,0	4,0	4,0	4,0	4,2
Chú ý	Pha Ga	Pha Al	Pha In	Pha Sn	Không pha gì

Bảng 3: Cường độ nhiễu xạ tia X đối với ZnO (%)

Nhiệt độ nung (°C)	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
150	70	100	100	100	100
200	50	100	100	100	100
300	30	80	100	100	100
400	20	50	70	70	80
700	0	10	20	20	20
Chú ý	Pha Ga	Pha Al	Pha In	Pha Sn	Không pha gì

Như được thể hiện trong các Bảng 1 và 2, theo sáng chế thì thu được hoạt tính kháng khuẩn cao hơn, khi được so sánh với các Ví dụ từ 1 đến 3. Đặc biệt, hoạt tính

kháng khuẩn cao thu được bằng cách pha với Ga.

Hơn nữa, để nghiên cứu độ kháng chất lỏng của lớp thủy tinh chứa kẽm oxit được nung, các đá lát của Ví dụ 1 và Ví dụ so sánh 1 được nhúng trong nước nóng ở nhiệt độ 90°C trong thời gian 16 giờ, và hoạt tính kháng khuẩn của nó được đo theo cùng cách thức như ở trên. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4: Giá trị hoạt tính kháng khuẩn sau khi nhúng trong nước nóng

Nhiệt độ nung (°C)	Giá trị hoạt tính kháng khuẩn trên vi khuẩn <i>Escherichia coli</i>		Giá trị hoạt tính kháng khuẩn trên tụ cầu khuẩn vàng (<i>Staphylococcus aureus</i>)	
	Ví dụ 1	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ 1	Ví dụ so sánh 1
150	2,4	-0,2	2,2	-0,1
200	2,9	0,2	4,2	0,2
300	3,4	0,7	5,3	0,0
400	4,3	1,8	5,6	1,2
700	5,6	2,1	6,0	1,5
Chú ý	Pha Ga	Không pha gì	Pha Ga	Không pha gì

Như được thể hiện trong bảng 4, đã chứng tỏ được rằng đá lát của Ví dụ 1 có hoạt động kháng khuẩn cao thậm chí sau khi được nhúng trong nước nóng.

Hiệu quả có thể đạt được

Vật liệu kháng khuẩn theo sáng chế là vật liệu mà trong đó kẽm oxit dẫn điện được nung trên bề mặt chất nền bằng chất gắn vô cơ. Trong vật liệu kháng khuẩn này, kẽm oxit dẫn điện được khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ và kẽm oxit dẫn điện xuất hiện đều nhau trên khắp bề mặt chất nền, do đó cung cấp hoạt tính kháng khuẩn được ưa chuộng.

Theo sáng chế, vì lớp chất gắn vô cơ chứa kẽm oxit dẫn điện được nung trên bề mặt chất nền, nên không có sự tróc mảnh của kẽm oxit dẫn điện hoặc tương tự và độ bền tốt. Hơn nữa, sự hao hụt tác nhân kháng khuẩn trong khi sản xuất cũng là thấp.

Sáng chế sử dụng kẽm oxit pha Al và/hoặc Ga làm kẽm oxit dẫn điện. Theo kết quả nghiên cứu được thực hiện bởi sáng chế, đã chứng minh được rằng kẽm oxit pha

Al và/hoặc Ga cụ thể là kẽm oxit pha Ga tỏ ra có hoạt tính kháng khuẩn vượt trội, khi được so sánh với kẽm oxit được pha In hoặc Sn.

Hơn nữa, khi kẽm oxit dẫn điện được ion hóa và được khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ hoặc bề mặt chất nền, hoạt tính kháng khuẩn là tốt. Khi sử dụng thủy tinh lỏng làm chất gắn vô cơ, kẽm oxit dẫn điện được ion hóa và được khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ bằng cách nung ở nhiệt độ thấp nằm trong khoảng từ 150°C đến 800°C. Nhờ sự khuếch tán của kẽm oxit vào bên trong mạng lưới của thủy tinh, hiệu quả làm kiên cố mạng lưới của thủy tinh có thể được mong đợi.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Vật liệu kháng khuẩn, trong đó vật liệu này bao gồm chất gắn vô cơ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga, đường kính hạt trung bình của hạt kẽm oxit này nằm trong khoảng từ 5nm đến 100nm, trong đó một phần hoặc toàn bộ các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga được ion hóa bằng cách nung ở nhiệt độ từ 300°C đến 800°C sau khi chất gắn vô cơ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga được gắn vào bề mặt chất nền.
2. Vật liệu kháng khuẩn theo điểm 1, trong đó hạt kẽm oxit được ion hóa và khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ.
3. Vật liệu kháng khuẩn theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 2, trong đó hạt kẽm oxit được ion hóa và khuếch tán vào bên trong bề mặt chất nền.
4. Vật liệu kháng khuẩn theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó chất gắn vô cơ là thủy tinh lỏng.
5. Vật liệu kháng khuẩn, trong đó vật liệu này bao gồm chất gắn vô cơ chỉ chứa các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga, trong đó một phần hoặc toàn bộ các hạt kẽm oxit được pha Al và/hoặc được pha Ga được ion hóa bằng cách nung trên bề mặt chất nền.
6. Vật liệu kháng khuẩn theo điểm 5, trong đó kẽm oxit được ion hóa và khuếch tán vào bên trong chất gắn vô cơ.
7. Vật liệu kháng khuẩn theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 6, trong đó kẽm oxit được ion hóa và khuếch tán vào bên trong bề mặt chất nền.
8. Vật liệu kháng khuẩn theo một điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 7, trong đó chất gắn vô cơ là thủy tinh lỏng.