



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

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

(11)



1-0023366

(51)⁷ B01D 63/10; B01D 63/14; B01D 67/00; (13) B
C02F 1/50; B01D 69/14; B01D 71/34;
B01D 71/68; C02F 1/44; A61L 2/238;
B01D 69/02

(21) 1-2013-00732

(22) 12/08/2011

(86) PCT/EP2011/063939 12/08/2011

(87) WO2012/031853A1 15/03/2012

(30) 2483/MUM/2010 08/09/2010 IN; 10188448.4 22/10/2010 EP

(45) 27/04/2020 385

(43) 25/10/2013 307A

(73) UNILEVER N.V. (NL)

Weena 455, 3013 AL Rotterdam, the Netherlands.

(72) MAHAPATRA, Samiran (IN); SAMADDER, Satyajit (IN)

(74) Công ty TNHH Trần Hữu Nam và Đồng sự (TRAN H.N & ASS.)

(54) MÀNG LỌC KHÁNG VI SINH VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT MÀNG LỌC KHÁNG VI SINH NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến màng lọc kháng vi sinh và quy trình sản xuất màng lọc kháng vi sinh này. Đặc biệt là sáng chế liên quan đến màng lọc kháng vi sinh để lọc nước uống dưới tác động của trọng lực bằng cách loại bỏ vi sinh vật có hại tồn tại trong nguồn nước cung cấp. Một trong số các mục đích của sáng chế là đề xuất màng lọc kháng vi sinh có tuổi thọ tương đối cao. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất quy trình sản xuất màng lọc kháng vi sinh cho máy lọc nước mà không tạo ra bất kỳ sản phẩm phụ nào. Ngạc nhiên khi thấy rằng bộ lọc bằng vải được ngâm tẩm với polyme nhiệt dẻo và bạc halogenua có thể tạo ra màng lọc kháng khuẩn có các đặc tính siêu lọc, có tuổi thọ cao, yêu cầu ít tác động và không tạo ra bất kỳ sản phẩm phụ nào, tuy nhiên có khả năng cung cấp nước đảm bảo vệ sinh an toàn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến màng lọc kháng vi sinh. Đặc biệt hơn sáng chế liên quan đến màng lọc kháng vi sinh có đặc tính siêu lọc hữu ích cho việc lọc nước sử dụng trọng lực bằng cách loại bỏ vi sinh vật có hại tồn tại trong nguồn nước đầu vào.

Sáng chế được phát triển chủ yếu để ứng dụng trong việc lọc nước uống và sẽ được mô tả sau đây với tài liệu tham khảo cho ứng dụng này. Tuy nhiên, sáng chế sẽ được đánh giá cao vì nó không chỉ hạn chế cho lĩnh vực sử dụng cụ thể này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Bất cứ thảo luận nào về tình trạng kỹ thuật trong toàn bộ bản mô tả này không phải là sự công nhận rằng tình trạng kỹ thuật đó đã được biết đến rộng rãi hoặc là một phần của kiến thức chung trong lĩnh vực này.

Có rất nhiều các loại tạp chất đã được phát hiện trong nước mà cần phải loại bỏ để cung cấp nguồn nước an toàn cho người sử dụng. Những tạp chất này gồm các chất rắn không tan trong nước ở dạng hạt, muối hòa tan và các hợp chất hữu cơ như các chất hóa học công nghiệp, thuốc trừ sâu và dư lượng, các vi sinh vật có hại như bào xác, động vật nguyên sinh, vi khuẩn và vi rút.

Có nhiều phương pháp được sử dụng cho mục đích loại bỏ hiệu quả các hạt lơ lửng và các vi sinh vật như vi khuẩn, vi rút và bào xác như đun sôi, lọc nhằm loại bỏ các chất rắn lơ lửng dạng hạt bằng cách sử dụng các tầng cát, sự keo tụ và đông tụ để kết tủa các tạp chất lơ lửng, trao đổi ion để làm mềm nước và sử dụng bioxit, các halogen như iot, clo để diệt các vi sinh vật. Nhiều người không lọc nước và do vậy trở thành nạn nhân của nhiều loại bệnh tật.

Một trong những phương pháp được sử dụng với mục đích loại bỏ hiệu quả các hạt lơ lửng và các vi sinh vật như vi khuẩn, vi rút và bào xác ra khỏi

nước là sử dụng màng siêu lọc (UF). Màng siêu lọc này có thể loại bỏ hiệu quả các vi sinh vật ra khỏi nước. Hệ thống siêu lọc dựa trên trọng lực cũng được biết tới. Các hệ thống này sử dụng các màng siêu lọc để lọc nước phục vụ cho mục đích sinh hoạt, tuy nhiên hiệu quả tương đối thấp. Vấn đề khác là các hệ thống hiện nay không loại bỏ vi rút hiệu quả. Các hệ thống công nghiệp quy mô lớn dùng màng siêu lọc cũng được biết tới. Các hệ thống này quá phức tạp để khách hàng vận hành cho mục đích gia đình và tương đối đắt. Do vậy, cần thiết có biện pháp và thiết bị để loại bỏ các vi sinh vật bao gồm vi khuẩn, vi rút và bào xác, thuận tiện sử dụng với năng suất lọc hiệu quả cao.

Bẩn tích tụ trên màng siêu lọc là một trong số các vấn đề chủ yếu liên quan đến việc sử dụng công nghệ lọc nước này. Tích tụ bẩn làm giảm tốc độ dòng chảy qua màng lọc. Tích tụ bẩn của màng siêu lọc phần lớn là do các hạt lơ lửng và các chất hữu cơ hòa tan. Nếu bộ lọc trước không hiệu quả trong việc loại bỏ các hạt lơ lửng, sẽ có tích tụ bẩn ở màng siêu lọc, do đó số lần phải can thiệp xử lý màng lọc sẽ cao.

WO9818330 (Surfacine Consumer Products), bộc lộ vật liệu kháng vi sinh, có thể được sử dụng để phủ lên bề mặt và chất kháng vi sinh này có thể tiêu diệt các vi sinh vật qua tiếp xúc. Phương pháp được sử dụng để kết tủa chất kháng vi sinh vật là sử dụng công nghệ đồng trùng hợp liên kết ngang. Không có bộc lộ nào về màng siêu lọc được tạo thành nhờ phương pháp kết tủa tại chỗ đơn giản. Màng lọc được thể hiện trong WO9818330 chỉ có khả năng tiêu diệt khi tiếp xúc và không thích hợp sử dụng màng siêu lọc trong máy lọc nước để giảm 6 lần vi khuẩn, 4 lần vi rút và 3 lần bào xác.

JP2006 348966 (Toray Industries) thể hiện một hệ thống lọc nước có khả năng loại bỏ sự lây lan của vi khuẩn bằng cách cung cấp một chất chống vi khuẩn trong một ống và nguyên liệu làm ống là nguyên liệu polyme. Tài liệu này không bộc lộ màng lọc kháng vi sinh có các đặc tính siêu lọc để lọc nước.

US5102547 (Waite Warren A), bộc lộ một hệ thống màng bán thấm cho sự lọc cực nhỏ hoặc siêu lọc sử dụng các chất diệt sinh vật, có cấu trúc chức năng sinh vật có tác dụng với vi lượng cùng với bạc hoặc hợp kim bạc phân tán

trong màng. Vấn đề với màng lọc trên là tuổi thọ của màng lọc này sẽ ngắn hơn vì sự tách thoát cao không mong muốn của hạt bạc. Các tác giả sáng chế tìm thấy rằng các màng lọc theo sáng chế thích hợp như màng siêu lọc và có thể giảm thiểu 6 lần vi khuẩn, 4 lần vi rút và 3 lần bào xác và có tuổi thọ cao hơn.

Việc sử dụng hạt chứa bạc trong việc lọc nước để tiêu diệt các vi sinh vật cũng được biết đến. WO 2009/047154 (POLYMERS CRC LIMITED, 2009) bộc lộ việc chế tạo màng kháng vi sinh giải phóng hạt bạc được chọn từ nhóm bạc thủy tinh, bạc zeolit kết hợp với kẽm, và thành tố bạc có diện tích bề mặt lớn. Màng này có thể được làm như một loại hỗn hợp composit bằng cách đổ khuôn dung dịch polysulfon và chất kháng vi sinh như bạc thủy tinh, bạc zeolit kết hợp với kẽm vào hàng dệt được gia cường. Vấn đề liên quan đến WO 2009/047154 là tuổi thọ của màng ngắn hơn vì mức độ phóng ra các hạt bạc cao, và đây là điều không mong muốn.

Các tác giả sáng chế thấy rằng theo cách của sáng chế, nay có thể phát triển màng lọc kháng vi sinh để lọc nước có các đặc tính siêu lọc đòi hỏi ít sự can thiệp và có tuổi thọ cao hơn, không tạo ra bất cứ sản phẩm phụ nào, lại có thể mang lại nguồn nước an toàn. Các tác giả sáng chế cũng phát hiện ra rằng có thể chế tạo các màng kháng khuẩn như trên có các đặc tính siêu lọc bằng kỹ thuật kết tủa tại chỗ cùng sự phân tách pha đồng thời.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Một trong những mục đích của sáng chế này là nhằm khắc phục hoặc cải thiện ít nhất một trong những nhược điểm của tình trạng kỹ thuật, hoặc đề xuất một giải pháp thay thế hữu ích.

Mục đích khác của sáng chế là đề xuất màng lọc kháng vi sinh có tuổi thọ tương đối cao.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất quy trình chế tạo màng lọc kháng vi sinh có tuổi thọ cao.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất quy trình lọc nước mà không sản sinh ra bất kỳ sản phẩm phụ nào.

Mục đích khác nữa của sáng chế là đề xuất nước tinh khiết, căn bản không chứa vi khuẩn, vi rút và bào xác.

Thật ngạc nhiên khi phát hiện thấy rằng bộ lọc vải (lưới vải) được nhúng tẩm với một polyme nhiệt dẻo và bạc halogenua lại có thể làm màng lọc kháng vi sinh có đặc tính siêu lọc, tuổi thọ cao, cần ít sự can thiệp xử lý và không tạo ra bất kỳ sản phẩm phụ nào và tất nhiên có thể cung cấp nguồn nước an toàn.

Theo một khía cạnh của sáng chế, đề xuất màng lọc kháng vi sinh có các đặc tính siêu lọc gồm vật liệu dạng lưới được bao phủ bằng một hợp chất gồm polyme nhiệt dẻo và bạc halogenua.

Theo một khía cạnh khác của sáng chế, đề xuất quy trình chế tạo màng lọc kháng vi sinh có đặc tính siêu lọc gồm các bước:

a, điều chế dung dịch muối bạc trong dung môi thích hợp có thể tan lẫn trong nước với hàm lượng nước ít hơn 1%,

b, bổ sung polyme nhiệt dẻo vào dung dịch ở bước (a),

c, phủ dung dịch thu được tại bước (b) lên vải được chọn từ cotton, polyeste, polypropylen, polycotton, ni-lông hoặc bất kỳ loại vải dệt kim hoặc dệt hoặc không dệt, và

d, đưa vải đã được phủ polyme vào dung dịch halogenua của kim loại kiềm hoặc halogenua của kim loại kiềm thổ.

Các đặc tính, đặc điểm và ưu điểm này hoặc khác nữa sẽ là rõ ràng đối với chuyên gia có trình độ trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật khi đọc mô tả chi tiết và yêu cầu bảo hộ đi kèm dưới đây. Để tránh mọi hồ nghi, bất kỳ đặc điểm nào của một khía cạnh của sáng chế đều có thể được sử dụng trong khía cạnh khác của sáng chế. Từ “bao gồm” được dùng để chỉ “gồm cả” nhưng không nhất thiết là “có” hoặc “có thành phần là”. Cần lưu ý là những ví dụ được nêu trong mô tả dưới đây là nhằm làm rõ sáng chế và không dùng để giới hạn sáng chế ở các ví dụ. Cũng như đơn vị phần trăm đều là phần trăm trọng lượng trừ khi có quy định khác. Ngoại trừ trong các ví dụ so sánh và vận hành hoặc khi được chỉ ra rõ ràng, mọi con số trong phần mô tả và các điểm yêu cầu bảo hộ này thể hiện số lượng vật liệu hoặc điều kiện phản ứng, các đặc tính vật lý của các vật liệu,

và/hoặc việc áp dụng được hiểu là được thay đổi bởi từ “vào khoảng”. Khoảng biên độ trong “từ x tới y” được hiểu là bao gồm x và y. Đối với những đặc tính cụ thể được mô tả bằng nhiều khoảng biên độ ưu tiên dưới dạng “từ x tới y”, sẽ phải hiểu rằng tất cả các khoảng biên độ gồm cả các điểm biên đều được tính đến.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Hình 1 cho thấy quang phổ EDAX của mẫu màng chế phẩm được mô tả trong Ví dụ 6.

Mô tả chi tiết sáng chế

Do vậy, sáng chế đề xuất màng lọc kháng vi sinh có các đặc tính siêu lọc gồm vật liệu vải cùng một hợp chất gồm polyme nhiệt dẻo và bạc halogenua.

Vật liệu vải được chọn từ vải dệt, đan hoặc không dệt. Vải có thể được làm từ sợi hoặc chất liệu tự nhiên hoặc có thể có nguồn gốc tổng hợp. Tốt hơn là vải không dệt. Chất liệu vải tốt hơn là tổng hợp, tốt nhất là polyme. Chất liệu polyme thích hợp làm vải là cotton, polyester, polypropylen, polycotton hoặc nilông.

Để đạt được mục đích của sáng chế, bạc halogenua được chọn từ nhóm bạc bromua, bạc florua, bạc clorua và bạc iodua, tốt hơn là bạc bromua.

Theo một trong số các phương án được ưu tiên, sáng chế đề xuất một bộ lọc gồm màng lọc kháng vi sinh dưới dạng một lớp xoắn ốc của vải không được gấp nếp được phủ với lớp xoắn ốc của vải được gấp nếp, trong một vỏ hộp có đầu ra và đầu vào.

Kích thước lỗ trung bình của vải không được gấp nếp tốt hơn là trong khoảng từ 1 đến 400 micromet, tốt hơn cả là trong khoảng 10 đến 300 micromet, tốt nhất trong khoảng 25 đến 200 micromet. Vải tạo thành các lớp không được gấp nếp có độ dày tốt hơn là trong khoảng 1 đến 10 mm, tốt hơn nữa trong khoảng 2 đến 6 mm. Số lượng xoắn ốc của các lớp không được gấp nếp tốt hơn là trong khoảng 1 đến 10, tốt hơn nữa trong khoảng 1 đến 7. Tổng độ dày của

các lớp xoắn ốc của vải không được gấp nếp tốt hơn là từ 1 tới 30 mm, tốt hơn nữa từ 2 tới 20 mm. Tổng diện tích bề mặt của lớp không gấp nếp tốt hơn là từ 100 tới 2500 cm², tốt hơn nữa từ 200 tới 1500 cm².

Vải không được gấp nếp có thế điện động học cao hơn -40mV, tốt hơn là lớn hơn -30mV. Thế điện động học là thế điện tồn tại trên “mặt tinh thể trượt” của hạt, ở khoảng cách nhỏ từ bề mặt của nó. Thế điện động học được suy ra từ việc đánh giá sự phân bố tính lưu động của độ phân tán hạt tích điện khi chịu tác động của điện trường. Tính lưu động được định nghĩa là vận tốc của một hạt trên một đơn vị điện trường và được đo bằng việc tác động của điện trường tới sự phân bố các hạt và đo tốc độ trung bình của chúng.

Vải không được gấp nếp có tính thấm chất lỏng cụ thể tốt hơn là ít hơn 2×10^{-11} m², tốt hơn là ít hơn $1,75 \times 10^{-11}$ m². Độ thấm được định nghĩa là tốc độ dòng chảy tính theo thể tích của chất lỏng qua một đơn vị diện tích bề mặt của vải theo một đơn vị thời gian ở một đơn vị không đổi về chênh lệch áp suất của nước. Độ thấm nội tại cũng được coi là độ thấm cụ thể hoặc độ thấm tuyệt đối của vải là đặc tính đặc trưng của cấu trúc vải và thể hiện khoảng trống để dòng chất lỏng có thể chảy qua. Độ thấm chất lỏng cụ thể không được định nghĩa theo luật của Darcy như sau:

$$q = - \frac{k}{\mu} \frac{dp}{dx}$$

Trong đó, q là tốc độ dòng chảy theo thể tích của chất lỏng trong một đơn vị diện tích (m/s), k là độ thấm cụ thể (m²), dp là sự chênh lệch về áp suất nước (Pa), dx là độ dày của vải (m), μ là độ nhớt chất lỏng (Pa.s)

Vải không được gấp nếp có tính xốp bề mặt tốt hơn là ít hơn 20%, tốt hơn nữa là ít hơn 15% và tốt nhất là ít hơn 12%. Độ xốp bề mặt được định nghĩa là tỉ lệ giữa các khoảng trống có trong mặt cắt ngang vật liệu xốp và tổng diện tích mặt cắt ngang đó.

Không muốn bị hạn chế bởi lý thuyết, người ta cho rằng các lớp xoắn ốc của vải bị gấp nếp có độ xốp bề mặt và giá trị thấm chất lỏng trong phạm vi

được ưu tiên cho phép loại bỏ bào xác tương đối tốt hơn trong khi yêu cầu sự tác động tương đối ít hơn.

Sáng chế tốt hơn là yêu cầu các lớp xoắn ốc của vải bị gấp nếp bao phủ các lớp không được gấp nếp. Chất liệu tạo nên các lớp không được gấp nếp có thể khác hoặc giống với các lớp không được gấp nếp nhưng tốt hơn nên giống. Do vậy, các khía cạnh được ưu tiên của vải được sử dụng để tạo ra lớp gấp nếp tương tự với các khía cạnh được sử dụng để tạo ra lớp không được gấp nếp. Ví dụ như, vải có thể được làm từ các sợi tự nhiên hoặc các chất hoặc có thể có nguồn gốc tổng hợp. Vải được ưu tiên là vải không dệt. Chất liệu được ưu tiên của vải tốt hơn là polyme tổng hợp. Chất liệu polyme thích hợp tạo ra vải là polyeste, polypropylen hoặc ni-lông. Kích thước lỗ trung bình của vải bị gấp nếp tốt hơn là trong khoảng từ 1 tới 400 micromet, tốt hơn nữa là từ 10 tới 300 micromet, tốt nhất là từ 25 tới 200 micromet. Số lượng guồng xoắn ốc của lớp gấp nếp tốt hơn là từ 1 tới 10, tốt hơn nữa là từ 1 tới 5. Độ dày của lớp bị gấp nếp tốt hơn là từ 1 tới 10mm. Tổng diện tích bề mặt bên ngoài của lớp bị gấp nếp, lớp hình thành bề mặt xa nhất của bộ lọc, tốt hơn là từ 100 tới 2500 cm², tốt hơn nữa là từ 200 tới 1500 cm².

Vải của màng kháng khuẩn có các đặc tính siêu lọc theo sáng chế được tiếp xúc hoàn toàn hoặc được ngâm tẩm cùng một hợp chất gồm polyme nhiệt dẻo và bạc halogenua. Thuật ngữ “tiếp xúc toàn bộ” thường được sử dụng trong các tài liệu chuyên ngành để định nghĩa cho sự xếp chồng của các lớp, ví dụ như ngăn cản sự phân lớp.

Polyme nhiệt dẻo là những polyme trở nên mềm khi được tiếp xúc với nhiệt độ và trở về trạng thái ban đầu khi được làm mát bằng nhiệt độ phòng. Polyme nhiệt dẻo được ưu tiên được chọn từ polysulfon hoặc polyvinylidenflorua và tất cả các chất đạt chuẩn khác được sử dụng để làm màng siêu lọc.

Sự thấm thấu polyme nhiệt dẻo có thể diễn ra trên cả hai mặt của vải. Tốt hơn là sự thấm thấu polyme diễn ra trên một mặt. Ví dụ nếu màng lọc dạng xoắn ốc, dạng ống hoặc gấp nếp thì màng có thể được ứng dụng ví dụ như trong bộ

lọc dạng ống hoặc tương tự. Do vậy, sự thẩm thấu tốt hơn là tại bề mặt bên trong.

Tốt hơn là bộ lọc gồm nhiều lớp của màng lọc kháng vi sinh không gấp nếp của sáng chế.

Một trong số những phương án tốt nhất của sáng chế đề xuất một bộ lọc gồm một hộp than hoạt tính chứa các hạt than hoạt tính cùng chất liên kết polyme.

Màng lọc kháng vi sinh có thể thu được nhờ quá trình theo sáng chế để hình thành màng lọc kháng vi sinh như được mô tả dưới đây.

Tốt hơn là khối cacbon được đặt tại lõi và được bọc bởi lớp xoắn ốc của vải không gấp nếp và vải gấp nếp.

Khối cacbon tùy ý được sử dụng trong bộ lọc của sáng chế gồm các hạt than hoạt tính cùng chất liên kết polyme. Những hạt than hoạt tính này có thể được thay đổi với một giá trị điện thế zeta dương. Các hạt than hoạt tính tốt hơn là được chọn từ một hoặc nhiều hơn trong số than bitum, vỏ dừa, gỗ và nhựa đường. Diện tích bề mặt của các hạt than hoạt tính tốt hơn là hơn $500\text{m}^2/\text{g}$, tốt hơn nữa là trên 1000m^2 . Tốt hơn là cacbon hoạt tính có hệ số đồng đều về kích thước nhỏ hơn 2, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1,5. Hàm lượng cacbon tetrachlorua lớn hơn 50%, tốt hơn là lớn hơn 60%.

Các hạt than hoạt tính có kích thước lỗ sàng nằm trong khoảng từ 5 tới 10, tốt hơn là từ 16 tới 200 và tốt nhất là từ 30 tới 200.

Các hạt than hoạt tính trong khối cacbon được liên kết với nhau nhờ sử dụng chất liên kết polyme. Các chất liên kết polyme có tốc độ dòng chảy (MFR) nhỏ hơn 5g/10 phút được ưu tiên. Tốt hơn là chất liên kết có tốc độ MFR nhỏ hơn 2g/10 phút, tốt hơn nữa là nhỏ hơn 1g/10 phút. Tốc độ MFR tối ưu nhất là gần bằng 0. tốc độ dòng chảy MFR được tính bằng cách sử dụng thực nghiệm ASTM D 1238 (ISO), theo đó thực nghiệm được tiến hành với trọng tải 15kg ở 190°C .

Lượng polyme thu được sau một khoảng thời gian cụ thể được cân đong và chuẩn hóa với trọng lượng bị đẩy ra trong 10 phút: tốc độ dòng chảy được thể hiện qua trọng lượng trong một đơn vị thời gian quy chiếu.

Chất liên kết tốt hơn là một polyme. Các mẫu thích hợp gồm polyme có trọng lượng phân tử lớn, tốt hơn là polyetylen, polypropylen và hợp chất của chúng, các chất này có trị số MFR thấp. Trọng lượng phân tử tốt hơn nằm trong khoảng 106 tới 109 g/mol. Chất liên kết loại này có sẵn trong các nhãn hiệu HOSTALEN từ Tycona GMBH, GUR, Sunfine (từ Asahi, Nhật Bản), Hizex (từ Mitsubishi) và từ Brasken Corp (Brazil). Các chất liên kết thích hợp khác gồm LDPE được bán từ Lupolen (từ Basel Polyolefin) và LLDPE từ Qunos (Australia).

Mật độ khối của chất liên kết được sử dụng theo sáng chế tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng $0,6\text{g/cm}^3$, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng $0,5\text{g/cm}^3$, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng $0,25\text{g/cm}^3$. Lượng chất liên kết có thể được đo bằng bất kỳ phương pháp nào, tốt hơn là được đo bằng phân tích nhiệt trọng. Kích thước hạt của chất liên kết polyme tốt hơn trong khoảng 20 tới 200 micromet, tốt hơn nữa trong khoảng 40 tới 60 micromet.

Tỷ lệ trọng lượng của chất liên kết polyme so với các hạt cacbon hoạt tính tốt hơn nằm trong khoảng 1:1 tới 1:20, tốt hơn nữa trong khoảng 1:2 tới 1:10.

Khối cacbon tốt hơn là dưới dạng hình trụ vòng, hình vòm, bán cầu hoặc phễu. Hình trụ vòng được ưu tiên. Tốt hơn chiều dài đường qua khối cacbon ngắn nhất, ví dụ như khoảng cách ngắn nhất từ bề mặt đầu vào, nơi nước di chuyển vào khối cacbon tới bề mặt đầu ra, nơi nước thoát khỏi khối cacbon là từ 5 tới 50 mm, tốt hơn là 10 tới 30 mm.

Khối cacbon tốt hơn được điều chế theo quá trình gồm các bước sau:

- (a) các hạt cacbon hoạt tính được trộn với chất liên kết polyme cùng nước để điều chế một hỗn hợp ẩm;
- (b) sau đó cho hỗn hợp trên vào khuôn có kích thước mong muốn;
- (c) sau đó làm nóng khuôn ở nhiệt độ từ 150°C tới 350°C ; và
- (d) làm nguội khuôn và khối cacbon sau đó được dỡ khuôn.

Sự pha trộn các hạt cacbon hoạt tính, chất liên kết polyme và nước tốt hơn là được thực hiện trong bình chứa gồm máy khuấy, máy trộn của các hạt than hoạt tính, chất kết dính cao phân tử, và nước thì tốt hơn là nên thực hiện trong mạch đó bao gồm một máy khuấy, máy trộn với các lưỡi được làm cùn, bộ pha trộn bằng mực, máy trộn xichma hoặc bất kỳ máy trộn lưỡi cắt thấp khác mà không làm thay đổi phân bố kích thước hạt. Sự pha trộn được tiến hành để điều chế một hỗn hợp đồng nhất. Thời gian trộn tốt hơn từ 0,5 tới 30 phút. Lượng nước được sử dụng trong quá trình điều chế hỗn hợp ẩm tốt hơn không gấp 4 lần lượng hạt, tốt hơn là gấp 3 lần lượng hạt. Lượng nước tối ưu được sử dụng gấp 0,5 tới 1,5 lần trọng lượng các hạt cacbon. Sau đó, chất liên kết được thêm vào hỗn hợp trên và tiếp tục trộn. Máy trộn thích hợp nhất là máy trộn xichma.

Nguyên liệu trong khuôn trước khi làm nóng tốt hơn là được làm rắn lại. Áp suất nén chặt có thể trong khoảng từ 0 tới 15 kg/cm². Áp suất nén chặt thích hợp không lớn hơn 12kg/cm², tốt hơn từ 3 tới 10kg/cm² và tốt nhất từ 4 tới 8kg/cm². áp suất tốt hơn là được ứng dụng bằng cách sử dụng máy nén thủy lực hoặc máy nén hơi, tốt hơn là sử dụng máy nén thủy lực.

Khuôn thường được làm bằng nhôm, gang, thép hoặc bất kỳ vật liệu nào có khả năng chịu nhiệt độ trên 400°C. Chất tạo khuôn tốt hơn là được phủ trên mặt trong của khuôn. Chất phủ khuôn tốt hơn là chọn từ dầu silicon hoặc lá nhôm hoặc Teflon hoặc bất kỳ chất liệu sẵn có trên thị trường, không hấp thụ hoặc hấp thụ ít trong môi trường lọc.

Sau đó khuôn được đun nóng tới nhiệt độ từ 150°C đến 350°C, tốt hơn là trong khoảng 200°C tới 300°C. Khuôn được giữ nóng trong hơn 60 phút, tốt hơn là trong khoảng 90 tới 300 phút. Tốt hơn là khuôn được làm nóng trong lò bằng cách sử dụng lò đối lưu khí trơ hoặc lò đối lưu nhiệt.

Sau đó, khuôn được làm mát và bộ lọc được đúc khuôn được tách ra khỏi khuôn.

Sáng chế cũng đề xuất một quá trình tạo màng lọc kháng vi sinh có các đặc tính siêu lọc gồm các bước sau:

a) điều chế dung dịch muối bạc trong một dung môi có hàm lượng nước dưới 1%,

b) bổ sung polyme nhiệt dẻo vào dung dịch của bước (a),

c) phủ dung dịch thu được sau bước (b) lên vải được chọn từ chất liệu cotton, polyester, polypropylen, polycotton, ni-lông hoặc bất kỳ loại vải dệt, không dệt hoặc vải dệt kim và

d) phơi sáng vải đã được phủ polyme vào dung dịch nước của kim loại halogenua của kim loại kiềm hoặc halogenua của kim loại kiềm thổ.

Tốt hơn là điều kiện để thực hiện quá trình là nhiệt độ trong suốt quá trình không lớn hơn 70°C và trong điều kiện không có ánh sáng của tia cực tím hoặc ánh sáng nhìn thấy.

Muối bạc được sử dụng trong quá trình này tốt hơn được chọn từ muối bạc có khả năng hòa tan trong nước tốt hơn là bạc nitrat, bạc axetat. Muối được chọn trong trường hợp này nên có khả năng hòa tan trong dung môi được dùng để hòa tan polyme nhiệt dẻo.

Polyme nhiệt dẻo được ưu tiên được chọn từ polysulfon, polyvinylideneflorua và tất cả các chất liệu nhiệt dẻo khác thường được sử dụng để tạo màng siêu lọc nhờ công nghệ tách lớp.

Dung môi được sử dụng trong quá trình trên của sáng chế tốt hơn được chọn từ N-metylpyrrolidon (NMP), dimetylfocmamid, dimetyl sulfoxit, dimetylaxetamid, mocpholin và hỗn hợp của chúng, tốt hơn là chọn N-metylpyrrolidon, dimetylfocmamid và hỗn hợp của chúng. Dung môi tốt hơn là có thể thêm nước được. Tốt hơn là có thể sử dụng dung môi khô có hàm lượng nước thấp hơn 1%.

Vải chứa bạc halogenua được ngâm tẩm polyme được cho vào dung dịch nước của halogenua kim loại kiềm, tốt hơn là bằng phương pháp ngâm, phun, sơn hoặc bất kỳ phương pháp hữu hiệu khác, tốt hơn là bằng phương pháp sơn.

Halogenua kim loại kiềm có thể được chọn từ natri halogenua, kali halogenua hoặc halogenua của kim loại thuộc nhóm I trong bảng tuần hoàn, tốt

hơn là kali halogenua và halogenua của kim loại kiềm thổ được chọn từ halogenua của kim loại thuộc nhóm II trong bảng tuần hoàn.

Bây giờ, sáng chế sẽ được mô tả với nhiều ví dụ. Theo bất kỳ cách nào thì các ví dụ này chỉ phục vụ cho mô tả và không giới hạn phạm vi của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Tạo màng lọc kháng vi sinh theo sáng chế:

Cho 100 ml N-methylpyrrolidon (NMP) (Merck, 99,99%), 2g bạc nitrat (AgNO_3) và khuấy đều đến khi AgNO_3 tan hoàn toàn. Phủ dung dịch trên bằng lá nhôm để ngăn cản sự giảm quang phân của AgNO_3 . Thêm vào dung dịch này 15g polysulfon [PSF, Aldrich, trọng lượng phân tử = 26.000; Tg (nhiệt độ chuyển hóa thủy tinh) = 195°C] và tiếp tục khuấy nhờ sử dụng máy khuấy trên trong khi giữ nhiệt độ dung dịch ở khoảng 70°C cho đến khi thu được dung dịch trong suốt hơi vàng.

Vải polyeste gấp nếp được giữ theo chiều ngang tại đầu bàn và hai đầu được cắt phù hợp. Một trong số bề mặt của vải được phủ đều bởi dung dịch polyme [PSF: AgNO_3 : NMP=15:2:100] bằng phương pháp sơn chổi. Tương tự, vải xoắn ốc cũng được phủ. Sau đó cho vải được phủ vào 2% dung dịch nước của kali bromua tiếp xúc trực tiếp với ánh sáng mặt trời. Sau hai giờ, thu vải và tiếp tục ngâm qua đêm trong nước khử ion gồm khoảng 500mg/L kali bromua. Sau đó làm khô vải tổng hợp trong lò hơi ở $50-60^\circ\text{C}$.

Ví dụ 2: Tạo bộ lọc theo sáng chế:

Cả hai đầu của màng kháng khuẩn gấp nếp có 45 nếp gấp (mỗi cạnh của nếp gấp dày 10mm) có chiều rộng là 5,7 cm và độ dày khoảng 2 mm bịt kín với bằng keo hàn nhiệt chứa polyetylen (HMA), để tạo ra màng gấp nếp dạng ống. Quá trình tương tự được thực hiện đối với màng lọc kháng vi sinh dạng xoắn ốc có chiều rộng 5,7cm, độ dày khoảng 2 mm. Sau đó, vải xoắn ốc được cuộn lại theo ống nhựa đục lỗ có đường kính 3cm, chiều dài 5,7cm, tổng cộng có 6 lớp xoắn ốc được tạo thành với chiều dài là 106cm, sau đó điểm đầu và kết thúc của vải được bịt kín bằng HMA chứa polyetylen. Sau đó, phần này được phủ bởi

màng lọc kháng vi sinh gấp nếp được tạo ra bên trên, do vậy các màng lọc xoắn ốc và màng gấp nếp đều đồng tâm. Sau đó, trên một nếp gấp nhựa có đường kính 10cm, đổ HMA chứa polyetylen được đổ tới điểm răng cưa dày khoảng 2mm theo đường xoắn ốc và cố định chế phẩm cho HMA nguội trong khoảng 2-3 phút dưới áp lực 2kg. Tương tự, phần cuối của tổ hợp được cố định với phần nhựa tương tự. Sau khi làm mát, bộ lọc đã sẵn sàng.

Ví dụ 3: So sánh bộ lọc với bạc nano (tình trạng kỹ thuật) và bộ lọc theo sáng chế trong lĩnh vực ngâm chiết bạc:

Chiết lọc hạt bạc (tình trạng kỹ thuật) và bạc halogenua (sáng chế) đã được quan sát nhờ sử dụng Phép đo quang phổ học thể plasma được liên kết cảm ứng theo chuẩn (ICP-OES) được biết tới bởi những người có trình độ trong lĩnh vực kỹ thuật.

Bộ lọc của sáng chế được tạo thành bằng cách áp dụng quá trình được mô tả trong Ví dụ 1 và 2, sử dụng 15% polysulfon hòa tan trong 100mL NMP cùng với 2% bạc nitrat và bộ lọc bạc nano được tạo ra bằng cách dùng 15% polysulfon được hòa tan trong 100mL NMP cùng với bạc nano (tương đương 2% bạc nitrat) với quá trình tương tự như mô tả trong ví dụ 1.

Sau đó, trong chu kỳ đầu tiên, 6 L nước cất chảy qua cả hai bộ lọc và lấy nguồn nước đó để phân tích bạc bằng phương thức ICP-OES. Sau đó, trong chu kỳ thứ hai, 5 L nước cất chảy qua cả hai bộ lọc và nước được thu lại để phân tích bạc. Quá trình này được lặp lại trong chu kỳ 3 và 4, trong đó 5 L nước chảy qua trong mỗi chu kỳ và lại được thu lại sau đó để phân tích bạc. Trong chu kỳ 5, 3,25 L nước cất chảy qua và sau đó được đo hàm lượng bạc với cùng phương pháp.

Các kết quả phân tích bạc được đưa ra dưới đây trong Bảng 1

Bảng 1

Số chu kỳ	Nồng độ bạc (ppb)	
	Bộ lọc của sáng chế	Lọc với bạc nano
Chu kỳ 1	Dưới mức phát hiện	745,1

Chu kỳ 2	Dưới mức phát hiện	142,3
Chu kỳ 3	Dưới mức phát hiện	36,9
Chu kỳ 4	5,3	103,9
Chu kỳ 5	6,0	107,5

Bảng trên cho thấy bộ lọc của sáng chế đã lọc ít bạc hơn bộ lọc bạc nano. Điều này chỉ ra rằng bộ lọc của sáng chế có tuổi thọ cao hơn bộ lọc của tình trạng kỹ thuật.

Ví dụ 4: So sánh các bộ lọc nano-bạc (tình trạng kỹ thuật) và bộ lọc theo sáng chế trong quá trình chiết lọc bạc trong suốt sự phân tách lớp bởi phương pháp NIPS (Phân tách lớp tạo ra môi trường không chứa dung môi):

Ví dụ số A và B trong bảng 2 dưới đây được tạo ra bằng cách áp dụng bạc nano. Sau khi ứng dụng bạc nano gồm chất lỏng chất kích thích polysulfon (15% polysulfon được hòa tan trong 100 mL NMP với bạc nano tương đương với 2% bạc nitrat) trên bề mặt của vải không dệt, vải được ngâm trong nước cất. Sau 2 giờ, vải đã được phủ được lấy ra trong một buồng tối. 2 giờ sau, vải được lấy ra và tiếp tục ngâm qua đêm trong nước cất chứa khoảng 500 mg/L kali bromua. Sau đó vải tổng hợp được làm khô trong lò hơi ở nhiệt độ 50-60°C. Sau khi lấy màng lọc, hàm lượng bạc trong dung dịch được kiểm tra bằng phương pháp ICP-OES.

Ví dụ số C và D trong bảng 2 sau đây được thực hiện nhờ sử dụng quy trình của sáng chế. Sau khi áp dụng bạc nitrat chứa chất lỏng chất kích thích polysulfon (15% polysulfon được hòa tan trong 100mL NMP và 2% bạc nitrat) trên bề mặt vải không dệt, vải được ngâm trong dung dịch kali bromua (2% dung dịch nước của kali bromua). Vải được phủ được lấy ra sau hai giờ trong một buồng tối. Sau 2 giờ, vải được lấy ra và tiếp tục ngâm qua đêm trong nước cất chứa khoảng 500 mg/L kali bromua. Sau đó vải tổng hợp được làm khô trong lò hơi ở 50-60°C. Sau khi lấy màng bọc ra, hàm lượng bạc còn lại trong dung dịch được đo nhờ sử dụng phương pháp ICP-OES.

Bảng 2

Mã số ví dụ	Loại ngâm tẩm bạc	Bạc không được ngâm tẩm (ppm)
4A	Vải polyetylen có dạng xoắn ốc được ngâm với polysulfon và bạc nano	23
4B	Vải polyetylen gấp nếp được ngâm với polysulfon và bạc nano	33
4C	Vải polyetylen dạng xoắn ốc được ngâm với polysulfon và bạc halogenua theo sáng chế	<0,1
4D	Vải polyetylen gấp nếp được ngâm với polysulfon và bạc halogenua theo sáng chế	<0,2

Theo bảng trên, màng được tạo ra theo quá trình của sáng chế (ví dụ số 4C và 4D) vượt trội về khả năng giữ lại bạc so với ví dụ 4A và 4B.

Ví dụ 5: So sánh bộ lọc bạc nano (tình trạng kỹ thuật) và bộ lọc theo sáng chế để loại bỏ vi khuẩn E.coli:

Hiệu quả loại bỏ vi sinh vật được so sánh giữa bộ lọc bạc nano (tình trạng kỹ thuật) và bộ lọc theo sáng chế. Hai bộ lọc được tạo ra theo quy trình được giải thích trong các Ví dụ trên. Lượng nước thử nghiệm chứa vi khuẩn E.coli ATCC 10536 (1×10^7 cfu/100 mL) chảy qua cả hai bộ lọc như được chỉ ra trong Bảng 3 và sau đó kiểm tra lượng vi khuẩn E.coli còn lại trong nước sử dụng môi trường chứa chất làm đông aga tiêu chuẩn vô trùng của Mac'Conkey đối với khuẩn E.coli.

Bảng 3

Mẫu	Giá trị giảm theo Log	
	Bộ lọc của sáng chế	Bộ lọc bạc nano
Ngay sau khi 4L nước chảy qua	4,12	3,58
Ngay sau khi 7L nước chảy qua	5,51	3,56

Bảng trên chỉ ra sự loại bỏ vi sinh vật của bộ lọc theo sáng chế là hiệu quả hơn bộ lọc bạc nano hoặc việc hoạt động của nó là tốt hơn.

Ví dụ 6: Phân tích nguyên tố của màng kháng vi sinh:

Màng lọc kháng vi sinh tổ hợp polyeste – polysulfon – bạc bromua theo sáng chế được điều chế theo phương pháp được mô tả trong Ví dụ 1 được ứng dụng để thực hiện phân tích nguyên tố của màng. Phân tích được thực hiện bằng cách sử dụng Quang phổ học tia X phân tán năng lượng kết hợp với kính hiển vi điện tử (SEM-EDAX) từ Hitachi-EMAX.

Đầu tiên, màng chế phẩm được mạ vàng sau đó được đặt vào trong dụng cụ kết hợp với SEM-EDAX (Hitachi-EMAX). Tín hiệu tia X của mẫu được phân tích bởi nghiên cứu EDAX để suy ra sự tồn tại của bạc và brom trong mẫu màng lọc chế phẩm. Quang phổ được trình bày trong Hình 1.

Quang phổ EDAX xác nhận sự tồn tại của bạc (Ag, ở 3,3-3,8 keV, cường độ 0,869 tương đối) và Brom (Br, ở 1,2 -1,8 keV, cường độ 0,643 tương đối). Cường độ tương đối cho thấy tỉ lệ khối lượng Ag:Br là 1,35:1,0, tương ứng với tỉ lệ mol 1:1 của Ag:Br theo mong muốn. Điều này cho thấy sự phát sinh bạc halogenua trên màng lọc được điều chế theo sáng chế.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất màng lọc kháng vi sinh có các đặc tính siêu lọc bao gồm các bước:

- a) điều chế dung dịch muối bạc tan trong nước trong dung môi thích hợp có thể trộn lẫn với nước với hàm lượng nước ít hơn 1%;
- b) bổ sung polyme nhiệt dẻo vào dung dịch trong bước (a);
- c) phủ dung dịch thu được sau bước (b) lên vải được chọn từ vải cotton, polyester, polypropylen, polycotton, ni-lông hoặc bất kỳ loại vải không dệt, dệt hoặc dệt kim, và
- d) cho vải đã được phủ polyme vào dung dịch nước của halogenua của kim loại kiềm hoặc halogenua của kim loại kiềm thổ.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó dung môi được chọn từ N-methylpyrrolidon, dimetyl sulfoxit, dimetylaxetamid và hỗn hợp của chúng.

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó muối bạc được chọn từ bạc nitrat, bạc axetat.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó nhiệt độ trong suốt quy trình không vượt quá 70°C và trong trường hợp không có ánh sáng của tia cực tím và ánh sáng nhìn thấy.

5. Màng lọc kháng vi sinh có đặc tính siêu lọc chứa vật liệu vải được tiếp xúc bề mặt hoàn toàn với hỗn hợp gồm polyme nhiệt dẻo và bạc halogenua, đặc trưng ở chỗ, màng lọc kháng vi sinh này thu được bằng quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4.

6. Màng lọc kháng vi sinh có các đặc tính siêu lọc theo điểm 5, trong đó vải được chọn từ vải cotton, polyester, polypropylen, polycotton, ni-lông hoặc bất kỳ vải không dệt, dệt hoặc dệt kim.

7. Màng lọc kháng vi sinh có đặc tính siêu lọc theo điểm 5, trong đó polyme được chọn từ polysulfon hoặc polyvinylidenflorua.

8. Bộ lọc bao gồm màng lọc kháng vi sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 7 dưới dạng một lớp xoắn ốc của vải không gấp nếp được bọc với lớp xoắn ốc của vải gấp nếp, trong buồng chứa có đầu vào và đầu ra.

9. Bộ lọc theo điểm 8, trong đó bộ lọc này còn bao gồm khối cacbon hoạt tính chứa các hạt cacbon hoạt tính liên kết với nhau bằng chất liên kết polyme.
10. Bộ lọc theo điểm 9, trong đó khối cacbon được đặt tại lõi được bọc bởi lớp dạng xoắn ốc của vải không gấp nếp và lớp dạng xoắn ốc của vải gấp nếp.
11. Thiết bị lọc nước gồm màng lọc kháng vi sinh theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 7.

Hình 1