



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11)



2-0002319

(51)⁷ **B01J 20/06; C02F 1/30; C01G 23/04; B01J 27/24; C01B 25/32** (13) **Y**

(21) 2-2019-00364

(22) 30/12/2016

(67) 1-2016-05196

(45) 25/06/2020 387

(43) 26/04/2018 361A

(73) NGUYỄN THỊ HUỆ (VN)

Tổ 6 tập thể Đồng Xa, phường Mai Dịch, quận Cầu Giấy, thành phố Hà Nội

(72) Nguyễn Thị Huệ (VN); Mã Thị Anh Thư (VN)

(74) Công ty Cổ phần Đỉnh Cao và cộng sự Quốc tế (TOP & PARTNERS CO.,LTD)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT VẬT LIỆU NANO TITAN ĐIOXIT PHA TẠP NITƠ ĐƯỢC PHỦ HYDROXYL APATIT

(57) Giải pháp hữu ích đề cập tới quy trình chế tạo vật liệu nano titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit (tên viết tắt là HA/N-TiO₂), ứng dụng để khử các hóa chất độc hại (NO_x, CO, VOCs) và diệt khuẩn, nấm mốc trong không khí với nguồn sáng thông thường tại các công sở, bệnh viện và cơ sở sản xuất có chứa hóa chất. Trong giai đoạn 1, bột TiO₂ thương mại được phân tán bằng siêu âm, thủy nhiệt, nung ở nhiệt độ cao, và pha tạp với nitơ. Trong giai đoạn 2, bột N-TiO₂ được ngâm trong dung dịch tạo hydroxyl apatit (dung dịch A₁ bao gồm MgCl₂.6H₂O, CaCl₂.2H₂O và dung dịch A₂ bao gồm NaCl, KCl, KH₂PO₄, Na₂HPO₄.12H₂O, NaHCO₃).

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích thuộc lĩnh vực xử lý môi trường, cụ thể là đề cập tới quy trình sản xuất vật liệu nano titan dioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit (tên viết tắt là HA/N-TiO₂) sử dụng để khử các hóa chất độc hại (NO_x, CO, VOCs) và diệt khuẩn, nấm mốc trong không khí với nguồn sáng thông thường.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Trong việc xử lý ô nhiễm môi trường không khí, đặc biệt ô nhiễm không khí do phát thải hóa chất từ hoạt động sản xuất và nhiễm khuẩn không khí bệnh viện, có nhiều biện pháp công nghệ như hóa học hấp phụ, hệ thống bẫy lọc, hóa lý, oxy hóa tiên tiến, ozon hóa v.v.. Công nghệ quang xúc tác dùng vật liệu nano TiO₂ có hoạt tính quang xúc tác cao đang được ứng dụng mạnh ở các quốc gia tiên tiến, đặc biệt ở Việt Nam trong vài thập kỷ nay. TiO₂ có khả năng oxy hóa khử tốt nhưng có nhược điểm là khả năng hấp phụ các phân tử ô nhiễm trong không khí trên bề mặt TiO₂ thấp, do đó giải pháp cho vấn đề này là tạo ra vật liệu tổ hợp đa chức năng bằng cách “cấy” lên bề mặt TiO₂ các hạt vật liệu nhỏ mà có khả năng hấp phụ để bắt giữ các phân tử ô nhiễm trong không khí và vi khuẩn để tạo ra vật liệu tổ hợp vừa có khả năng hấp phụ cao lại vừa có khả năng phân hủy chất ô nhiễm tốt. Một trong những chất được chọn để làm vật liệu tổ hợp với nano TiO₂ là apatit. Apatit có khả năng hấp phụ mạnh các phân tử độc hại như khí thải, vi khuẩn, virus v.v., nhưng apatit lại không thể phân hủy được chúng. Tổ hợp của nano TiO₂ và apatit có thể tạo ra loại vật liệu mới, mà có khả năng phân hủy chất ô nhiễm và diệt vi khuẩn trong không khí cho hiệu quả cao hơn vật liệu nano TiO₂ đơn thuần. Ưu điểm chính của nano compozit apatit/TiO₂ so với các loại vật liệu TiO₂ thông thường nằm ở lớp apatit phủ bên ngoài TiO₂ nano. Lớp apatit bao phủ TiO₂ này giúp tăng khả năng hấp phụ vì TiO₂ đơn thuần chỉ có tính quang xúc tác mà không có khả năng hấp phụ, trong khi đó apatit lại là một chất hấp phụ mạnh. Lớp apatit bao phủ TiO₂ giúp ngăn cản sự phá hủy dung môi hữu cơ (nếu pha trộn thành dạng dung dịch). Tuy nhiên, nguồn TiO₂ ban đầu thường dùng là

P25 - Degusa có giá thành đắt. Vật liệu tổ hợp nano compozit HA/TiO₂ chưa pha tạp chỉ dùng được ánh sáng cực tím UV, chưa mở rộng sang vùng ánh sáng nhìn thấy nên ứng dụng trong thực tế còn nhiều hạn chế.

Ở Việt Nam, Viện Vật liệu xây dựng (VIBM) hợp tác với Viện Hàn lâm Khoa học Vật liệu xây dựng Trung Quốc (CBMA) đã nghiên cứu ứng dụng công nghệ nano xúc tác TiO₂ quang hóa cho sơn xây dựng trong nghiên cứu thử nghiệm các tính chất diệt khuẩn, tự làm sạch và lọc không khí. Tuy nhiên, việc sử dụng công nghệ sol-gel để làm vật liệu trong xây dựng có chi phí rất cao, nên các thử nghiệm này vẫn chưa có sản phẩm đưa ra thị trường.

Nghiên cứu và ứng dụng vật liệu quang xúc tác HA/TiO₂ đã được các nhà khoa học tại Viện Công nghệ môi trường - Viện HLKH&CNVN quan tâm nghiên cứu, ứng dụng rất tốt trong xử lý các khí CO, NO, v.v., (Nguyễn Thị Huệ, đề tài cấp nhà nước KC08.26/06-10). Tuy nhiên nghiên cứu mới dừng lại ở chế tạo vật liệu nano TiO₂ phủ trên sợi nhôm oxit và HA/TiO₂ chưa có pha tạp. Vì thế tính ứng dụng còn hạn chế. Đề tài KC.08.26/06-10 “Xử lý ô nhiễm không khí bằng vật liệu TiO₂/SiO₂, TiO₂/Al₂O₃, sơn nano apatit/TiO₂” đã rất thành công trong việc chế tạo các vật liệu dạng màng lọc để xử lý các hóa chất độc hại, sử dụng hydroxyl apatit (HA) phủ trên hạt nano TiO₂ dưới dạng sơn. Tuy nhiên, đề tài này mới dừng lại ở giai đoạn thử nghiệm trong phòng thí nghiệm, hơn nữa nguồn nguyên liệu sử dụng là hóa chất nhập ngoại. Điều bất cập của đề tài là, sản phẩm được tạo ra vẫn phải sử dụng nguồn sáng tia cực tím (UV) để kích hoạt xúc tác quang của vật liệu TiO₂ để diệt khuẩn. Để tạo lớp HA trên bề mặt TiO₂ thường mất khoảng từ 1-2 tuần, trong khi đó chất lượng lớp HA không ổn định do chưa khống chế được thành phần tối ưu trong HA. Hơn nữa, HA phủ trên TiO₂ dưới dạng sơn thường dễ sa lắng theo thời gian nên chưa đảm bảo về chất lượng.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là khắc phục được các nhược điểm của các giải pháp đã biết, nâng cao hiệu suất khử, tăng cường hoạt tính quang xúc tác, mở rộng vùng hoạt động sang môi trường ánh sáng thường, trong việc chế tạo vật liệu nano apatit phủ trên titan dioxit.

Để đạt được mục đích nêu trên, giải pháp hữu ích đề xuất quy trình sản xuất vật liệu nano titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit HA/N-TiO₂ tăng cường hoạt tính quang mạnh, dịch chuyển vùng hấp phụ ánh sáng của vật liệu sang vùng ánh sáng nhìn thấy, tăng tính hấp phụ, khử các hóa chất độc hại (NO_x, CO, VOCs) và diệt khuẩn, nấm mốc trong không khí.

Hướng đề xuất của giải pháp hữu ích là dùng bột TiO₂ được xử lý pha tạp nitơ để dịch chuyển vùng hấp phụ ánh sáng của vật liệu sang vùng ánh sáng nhìn thấy, sau đó kết tủa các tinh thể hydroxyl apatit HA lên bề mặt TiO₂ đã pha tạp nitơ trong môi trường có bổ sung chất đệm nhằm đảm bảo điều kiện tối ưu cho quá trình tạo hydroxyl apatit trên TiO₂ đã pha tạp nitơ.

Quy trình sản xuất vật liệu nano titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit theo giải pháp hữu ích gồm hai giai đoạn chính như sau:

Giai đoạn 1: chế tạo vật liệu TiO₂ pha tạp nitơ N-TiO₂;

Giai đoạn 2: chế tạo vật liệu TiO₂ pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit HA/N-TiO₂.

Trong giai đoạn 1, bột titan đioxit TiO₂ được phân tán trong dung dịch NaOH 10M, theo tỷ lệ 20g TiO₂/1lít dung dịch, bằng sóng siêu âm tần số 35kHz, công suất 250/450W trong thời gian 30 phút, tiếp theo thủy nhiệt ở 180°C trong 14 giờ. Hỗn hợp thu được sau thủy nhiệt được rửa nhiều lần bằng nước cất để loại bỏ các ion Na⁺, Cl⁻, tiếp theo ngâm hỗn hợp này trong dung dịch HCl 0,1M để đạt môi trường pH=7, sau đó lọc thu được hỗn hợp rắn. Hỗn hợp rắn này được sấy khô ở nhiệt độ 105°C trong 4 giờ và nung ở nhiệt độ trong khoảng 800-810°C trong khoảng 1-2 giờ để thu được bột TiO₂. Bột TiO₂ này sau khi được làm khô được nghiền với urê trong 1 giờ với lượng urê theo tỷ lệ trọng lượng TiO₂/urê là 1:1, sau đó nung ở 400°C trong không khí trong 2 giờ, thu được bột titan đioxit pha tạp nitơ N-TiO₂.

Trong giai đoạn 2, bột N-TiO₂ thu được từ giai đoạn 1 được phân tán bằng sóng siêu âm ở tần số 35 kHz trong 30 phút trong dung dịch A₂ chứa NaCl, KCl, KH₂PO₄, Na₂HPO₄.12H₂O, và NaHCO₃, sau đó được trộn tiếp với dung dịch A₁ chứa MgCl₂.6H₂O, CaCl₂.2H₂O có khuấy đều trong khoảng 3 giờ, ở nhiệt độ ở 37°C, pH trong khoảng 7 – 8, sau đó lọc, rửa nhiều lần bằng nước cất cho đến khi giá trị pH của dung dịch bằng 7. Lọc

lấy phần rắn, sau đó, làm khô vật liệu ở nhiệt độ 60°C trong 24 giờ thu được vật liệu nano titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit HA/N-TiO₂.

Các dấu hiệu kỹ thuật và hiệu quả của giải pháp hữu ích nêu trên sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua phần mô tả chi tiết các phương án thực hiện ưu tiên của giải pháp hữu ích.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ tổng hợp bột N-TiO₂.

Hình 2 là sơ đồ tổng hợp bột HA/N-TiO₂.

Hình 3 là ảnh SEM của các mẫu bột TiO₂ trước (ảnh trái) và sau (ảnh phải) siêu âm-thủy nhiệt.

Hình 4 là giản đồ XRD của bột N-TiO₂ (a) và mẫu bột HA/N-TiO₂ (b) được tổng hợp trong thời gian 3 giờ.

Hình 5 là ảnh SEM của TiO₂ - P25 thương mại (a), bột N-TiO₂ (b) và bột HA/N-TiO₂ tạo trong 3 giờ (c) và bột HA/N-TiO₂ tạo trong 6 giờ (d).

Hình 6 là phổ UV-Vis của TiO₂ - P25 thương mại (a) và bột HA/N-TiO₂ (b).

Hình 7 là phổ FTIR của bột N-TiO₂ trước và sau khi phủ HA.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Sử dụng bột titan đioxit thương mại xuất xứ từ Trung Quốc, chứa 100% hàm lượng anataza, tinh thể anataza kích thước 100-200nm. Quy trình sản xuất vật liệu nano titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit được tiến hành qua các giai đoạn sau:

Giai đoạn 1: tổng hợp bột N-TiO₂ (xem Hình 1)

- phân tán bột TiO₂ trong dung dịch NaOH 10M, theo tỷ lệ 20g TiO₂ /1lít dung dịch NaOH, bằng sóng siêu âm tần số 35kHz, công suất 250/450W trong thời gian 30 phút,
- thủy nhiệt dung dịch sau khi siêu âm ở nhiệt độ 180°C trong 14 giờ,
- rửa nhiều lần bằng nước cất hỗn hợp thu được sau thủy nhiệt để loại bỏ các ion Na⁺, Cl⁻, tiếp theo ngâm hỗn hợp trong dung dịch HCl 0,1M để đạt môi trường trung tính pH = 7, sau đó lọc thu được hỗn hợp rắn,

- sấy khô hỗn hợp rắn thu được ở nhiệt độ 105°C trong 4 giờ và tiếp theo nung ở nhiệt độ trong khoảng 800-810°C trong khoảng 1 -2 giờ,

- bổ sung urê vào bột TiO₂ đã sấy khô nêu trên theo tỷ lệ trọng lượng TiO₂ /urê trong khoảng 1:1, nghiền trong 1 giờ, tiếp theo nung ở nhiệt độ 400°C trong 2 giờ, thu được bột N-TiO₂ có màu vàng.

Giai đoạn 2: tổng hợp bột HA/N-TiO₂ (xem Hình 2):

- chuẩn bị dung dịch A₁ và A₂ từ các hóa chất vô cơ và nước cất hai lần với tỉ lệ nồng độ mol như trong Bảng 1

Bảng 1: Tỉ lệ mol khi chuẩn bị dung dịch tạo hydroxyl apatit

Tên dung dịch	Hoá chất	Nồng độ (mmol/L)
A ₁	MgCl ₂ .6H ₂ O	8
	CaCl ₂ .2H ₂ O	125
A ₂	NaCl	119
	KCl	4
	KH ₂ PO ₄	2
	Na ₂ HPO ₄ .12H ₂ O	13
	NaHCO ₃	34

- cho 20g bột N-TiO₂ vào 4 lít A₂, phân tán bằng sóng siêu âm ở tần số 35kHz trong 30 phút, thu được hỗn hợp dung dịch 1,

- hỗn hợp dung dịch 1 trộn với 1 lít A₁, khuấy đều ở nhiệt độ ở 37°C, có điều chỉnh độ pH trong khoảng 7 – 8, tốt nhất pH = 7,4, sau đó để yên trong 3 giờ, thu được hỗn hợp dung dịch 2,

- lọc, rửa nhiều lần hỗn hợp dung dịch 2 bằng nước cất đến khi nước lọc đạt pH bằng 7, làm khô hỗn hợp này ở nhiệt độ 60°C trong 24 giờ để thu được bột HA/N-TiO₂.

Phương pháp chế tạo vật liệu tổ hợp giữa titan đioxit pha tạp nitơ N-TiO₂ và hydroxyl apatit HA xuất phát từ ý tưởng về sự hình thành của những nhóm canxi phosphat (Ca₉(PO₄)₆) trong môi trường dịch thể giả có chứa các thành phần ion Na⁺, K⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Cl⁻, HPO₄²⁻, PO₄³⁻ với nồng độ tương tự như trong huyết tương người.

Hydroxyl apatit sẽ được tổng hợp theo phương trình sau:



Giải pháp hữu ích đề xuất hai dung dịch tạo hydroxyl apatit A_1 và A_2 làm môi trường thể giả. TiO_2 được ngâm trong dung dịch A_1 và A_2 với những điều kiện thích hợp như pH, nhiệt độ, thành phần ion, tỷ lệ Ca/P, sau một thời gian, hydroxyl apatit sẽ được hình thành.

Quá trình hình thành các mầm kết tinh trên bề mặt TiO_2 là do tương tác tĩnh điện giữa bề mặt tích điện âm của TiO_2 và các pha tích điện dương của apatit. Trong đó, octacanxi phosphat $Ca_8(HPO_4)_2(PO_4)_4 \cdot 5H_2O$ (viết tắt OCP) là pha động học ưa thích để kết tủa trong dung dịch giả sinh học hơn so với hydroxyl apatit, tỷ lệ mầm OCP cao hơn nhiều so với hydroxyl apatit, nhưng hydroxyl apatit ổn định hơn về mặt nhiệt động học. Thời gian ngâm 1 giờ có thể là lúc tinh thể hydroxyl apatit đang trong quá trình hình thành nên chưa chiếm được phần lớn trong số các vị trí tạo mầm trên bề mặt TiO_2 , kết tủa trên bề mặt TiO_2 lúc này chủ yếu là OCP. Nhưng do tính chất không ổn định, OCP sau khi kết tủa sẽ tan trở lại dung dịch, còn hydroxyl apatit vẫn tiếp tục được gắn kết trên bề mặt TiO_2 với số lượng tăng rất nhanh và đột ngột đạt cực đại, người ta thường gọi thời điểm này là “kết tủa bùng phát”. Sau đó toàn bộ kết tủa hydroxyl apatit lắng đọng trên bề mặt TiO_2 . Tuy nhiên, kết tủa hydroxyl apatit ổn định trong một hệ động, nên chúng chịu ảnh hưởng bởi các yếu tố động học. Quá trình tạo thành hydroxyl apatit đã làm giảm một lượng OH^- trong dung dịch, vì vậy các kết tủa hydroxyl apatit luôn luôn có xu hướng tan ra trở lại dung dịch để cân bằng cho môi trường. Trên bề mặt của TiO_2 , khi điện tích bề mặt TiO_2 thay đổi thì liên kết giữa hydroxyl apatit và TiO_2 có thể bị phá vỡ.

Theo phương án được ưu tiên của giải pháp điều kiện tối ưu cho quá trình tạo hydroxyl apatit trên bề mặt TiO_2 được tạo bởi thành phần và nồng độ nhất định của các chất vô cơ trong dung dịch A_1 và A_2 , giải pháp hữu ích đề xuất bổ sung lượng đã được tính toán chất đệm $NaHCO_3$ vào dung dịch A_2 để có tác dụng bổ sung dần dần Ca^{2+} , PO_4^{3-} và ổn định độ pH khi trộn với dung dịch A_1 trong quá trình kết tủa hydroxyl apatit.

Thứ tự đưa các dung dịch A_1 và A_2 là yếu tố quan trọng ảnh hưởng tới quá trình tạo hydroxyl apatit. Trong công nghệ đã biết hai dung dịch A_1 và A_2 được đổ vào với nhau, khi đó xuất hiện các mầm kết tinh của hydroxyl apatit. Khi đưa bột TiO_2 vào cần có thời gian chờ mầm hydroxyl apatit kết tinh trên bề mặt của TiO_2 , thời gian chờ

mầm kết tinh khoảng 1-2 tuần. Muốn có lượng hydroxyl apatit bám trên bề mặt TiO_2 , cần bổ sung một lượng Ca^{2+} , PO_4^{3-} nhất định vào. Do môi trường không ổn định (pH có thể giảm xuống dưới giá trị 7) nên tinh thể hydroxyl apatit không đồng đều, khả năng bám dính trên bề mặt của TiO_2 không tốt (do hydroxyl apatit có thể tan ra trong dung dịch do sự thay đổi pH). Theo phương án được ưu tiên của giải pháp hữu ích, bột N- TiO_2 được đưa vào và phân tán đều trong dung dịch A₂. Trong bước tiếp theo dung dịch A₁ được bổ sung từ từ vào, khi đó xuất hiện các mầm kết tinh của hydroxyl apatit trên bề mặt của TiO_2 , các lớp hydroxyl apatit được hình thành. Do không phải bổ sung thêm hóa chất trong quá trình hình thành hydroxyl apatit nữa, nên môi trường rất ổn định, nhờ đó mà tránh được việc hydroxyl apatit tan ra trong dung dịch như xảy ra trong giải pháp đã biết. Thời gian tối ưu theo giải pháp hữu ích để hydroxyl apatit hình thành trên bề mặt TiO_2 là 3 giờ, rút ngắn đáng kể so với giải pháp đã biết.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Lấy 20g vật liệu titan đioxit TiO_2 thương mại, xuất xứ Trung quốc, có 100% hàm lượng anataza, tinh thể anataza kích thước 100-200nm đem phân tán trong 1lít dung dịch NaOH 10M bằng sóng siêu âm tần số 35kHz, công suất 250/450W trong thời gian 30 phút. Tiếp theo, dung dịch sau khi siêu âm được đưa vào bình teflon thủy nhiệt ở nhiệt độ 180°C trong 14 giờ. Hỗn hợp thu được sau thủy nhiệt được rửa nhiều lần bằng nước cất để loại bỏ các ion Na^+ , Cl^- , tiếp theo ngâm trong dung dịch HCl 0,1M để đạt môi trường trung tính pH bằng 7, sau đó lọc hỗn hợp rắn. Hỗn hợp rắn này được sấy khô ở nhiệt độ 105°C trong 4 giờ và nung ở nhiệt độ trong khoảng 800-810°C trong khoảng 1-2 giờ. Lấy 10g bột TiO_2 sau khi làm khô và bổ sung 10g urê theo tỷ lệ trọng lượng TiO_2 : urê = 1:1, kèm nghiền khô trong 1 giờ, sau đó nung ở nhiệt độ 400°C trong không khí trong 2 giờ, thu được bột titan đioxit pha tạp nitơ N- TiO_2 có màu vàng.

Chuẩn bị hai dung dịch để tạo hydroxyl apatit (dung dịch A₁ và A₂) từ các chất vô cơ và nước cất hai lần.

Dung dịch A₁ gồm 0,31g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ và 3,68g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ được hòa tan hoàn toàn trong 200ml nước cất.

Dung dịch A₂ gồm 5,38g NaCl; 0,26g KCl; 0,20g KH₂PO₄; 3,58g Na₂HPO₄.12H₂O và 2,5g NaHCO₃ được hòa tan hoàn toàn trong 800ml nước cất.

Cho 5g bột titan đioxit pha tạp nito N-TiO₂ vào dung dịch A₂, phân tán bằng siêu âm trong 30 phút bằng máy siêu âm ở tần số 35kHz để bột N-TiO₂ phân tán đều trong dung dịch thu được hỗn hợp dung dịch 1. Tiếp theo, khuấy đều hỗn hợp 1 này bằng máy khuấy từ và gia nhiệt đến 37°C, đồng thời trộn dung dịch A₁ vào hỗn hợp 1, sau đó chuyển hỗn hợp 1 này sang tủ điều nhiệt ở 37°C trong thời gian 3 giờ thu được hỗn hợp dung dịch 2. Tiến hành lọc, rửa nhiều lần hỗn hợp 2 này bằng nước cất đến khi nước lọc đạt pH bằng 7, làm khô hỗn hợp này bằng tủ sấy ở nhiệt độ 60°C trong 24 giờ thu được bột HA/N-TiO₂.

Đặc trưng, tính chất của vật liệu HA/N-TiO₂

Vật liệu HA/N-TiO₂ theo giải pháp hữu ích có cấu trúc tinh thể anataza có dạng thanh (dài x rộng = 10nm x 10nm, cao khoảng 200nm) và dạng hạt (đường kính rất nhỏ cỡ dưới 10nm), có bề mặt bông mịn, hydroxyl apatit phủ lên bề mặt N-TiO₂ rất đều đặn, trên giản đồ XRD có đỉnh ở góc 2θ ~ 31,6°. Bột HA/N-TiO₂ có bờ hấp thụ chuyển về vùng ánh sáng nhìn thấy. Trên phổ UV-Vis bước sóng hấp thụ của mẫu HA/N-TiO₂ trong khoảng 424nm, ứng với bề rộng vùng cấm là 2,93 eV, HA/N-TiO₂ có sự hấp thụ ánh sáng vùng nhìn thấy và tốt hơn của mẫu TiO₂ - P25.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Như được thể hiện trong các hình vẽ từ Hình 4 đến Hình 6, vật liệu HA/N-TiO₂ theo giải pháp hữu ích xử lý các hóa chất độc hại (NO_x, CO, VOCs) và diệt khuẩn, nấm mốc trong không khí với nguồn sáng thông thường đạt hiệu quả tới 98-100%.

Quy trình chế tạo vật liệu HA/N-TiO₂ theo giải pháp hữu ích rút ngắn thời gian tạo lớp phủ hydroxyl apatit HA trên bề mặt TiO₂ xuống còn 3 giờ, công nghệ đơn giản, sử dụng nguồn vật liệu TiO₂ thương mại giá rẻ, giảm chi phí, nâng cao hiệu quả sản xuất vật liệu HA/N-TiO₂.

YÊU CẦU BẢO HỘ

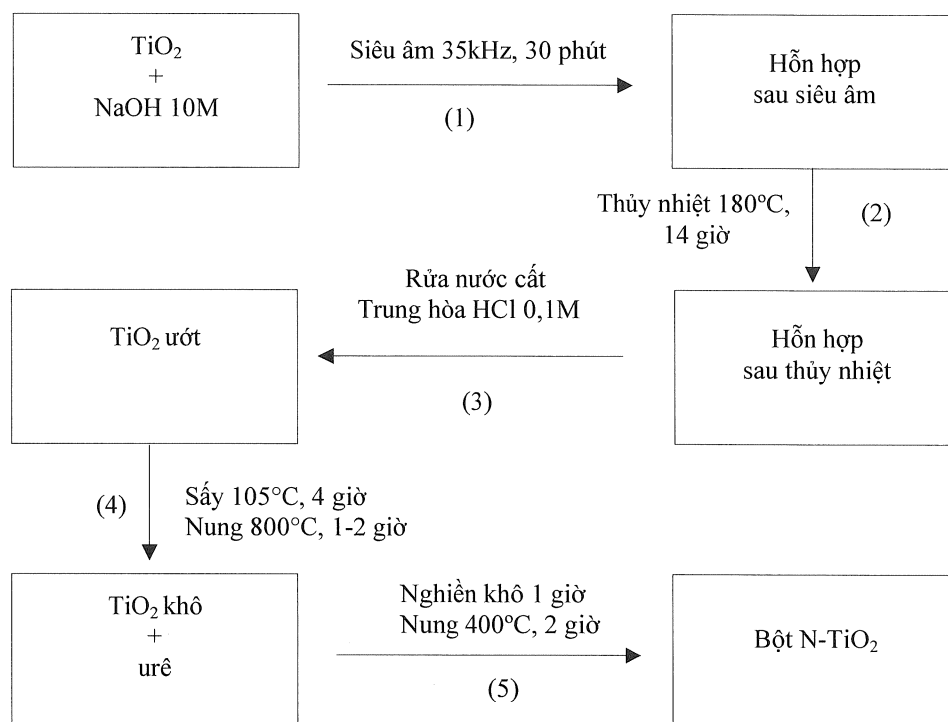
1. Quy trình sản xuất vật liệu nano titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit (HA/N-TiO₂) bao gồm các giai đoạn sau:

giai đoạn 1: chế tạo vật liệu titan đioxit pha tạp nitơ (N-TiO₂) bằng cách:

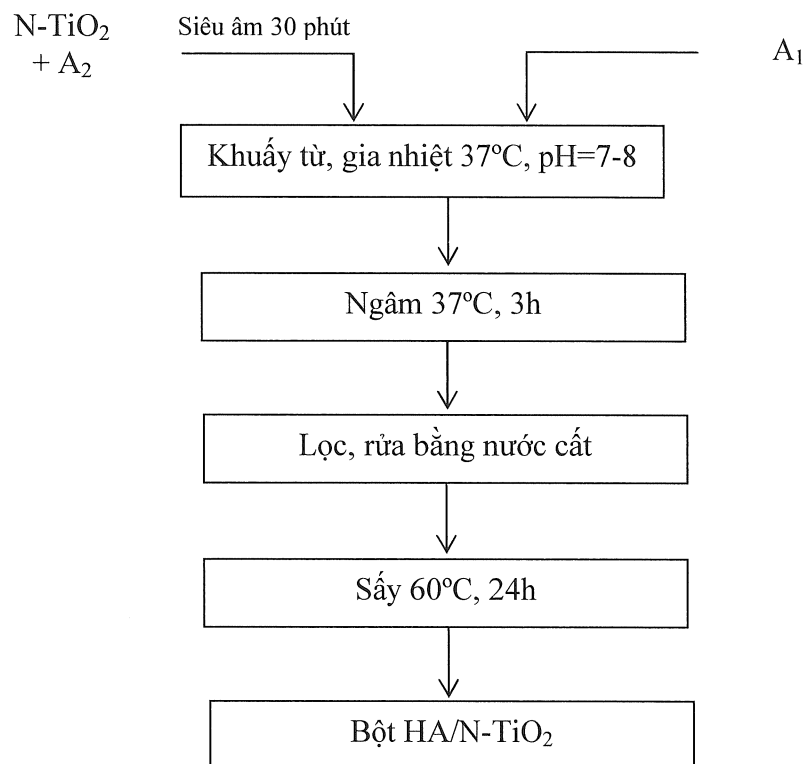
- phân tán bột TiO₂ vào dung dịch NaOH 10M, theo tỷ lệ 20g TiO₂/1lít dung dịch bằng sóng siêu âm tần số 35 kHz, công suất 250/450 W trong thời gian 30 phút,
- thủy nhiệt ở 180°C trong thời gian 14 giờ,
- rửa hỗn hợp thu được sau thủy nhiệt nhiều lần bằng nước cất để loại bỏ các ion Na⁺, Cl⁻, tiếp theo ngâm hỗn hợp này trong dung dịch HCl 0,1M để trung hòa cho đến khi môi trường đạt trung tính (pH bằng 7), sau đó lọc thu được hỗn hợp rắn,
- sấy khô hỗn hợp rắn này ở nhiệt độ 105°C trong thời gian 4 giờ, tiếp theo nung ở nhiệt độ 800-810°C trong thời gian 1 - 2 giờ, thu được bột TiO₂ đã được làm khô,
- bổ sung urê vào bột TiO₂ đã được làm khô nêu trên theo tỷ lệ trọng lượng TiO₂ /urê là 1:1, nghiền khô hỗn hợp này trong thời gian 1 giờ, tiếp theo nung ở 400°C trong 2 giờ, thu được bột TiO₂ đã pha tạp nitơ (N-TiO₂) có màu vàng;

giai đoạn 2: chế tạo vật liệu titan đioxit pha tạp nitơ được phủ hydroxyl apatit (HA/N-TiO₂) bằng cách:

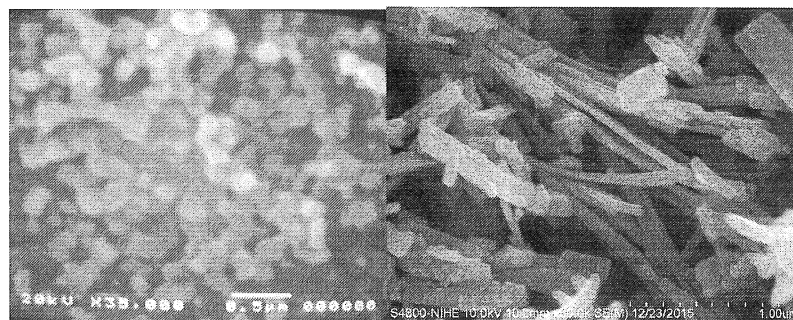
- chuẩn bị dung dịch A₁ bao gồm: MgCl₂.6H₂O nồng độ 8mmol/lít và CaCl₂.2H₂O nồng độ 125mmol/lít, và dung dịch A₂ bao gồm NaCl nồng độ 119 mmol/lít, KCl nồng độ 4mmol/lít, KH₂PO₄ nồng độ 2mmol/lít, Na₂HPO₄.12H₂O nồng độ 13mmol/lít, NaHCO₃ nồng độ 34mmol/lít
- phân tán 20g bột N-TiO₂ thu được ở giai đoạn 1 vào 4 lít dung dịch A₂ bằng cách siêu âm ở tần số 35 kHz trong 30 phút, thu được hỗn hợp dung dịch 1,
- trộn hỗn hợp dung dịch 1 với 1 lít dung dịch A₁, khuấy đều, có điều chỉnh độ pH 7 – 8, ở nhiệt độ ở 37°C, sau đó để yên trong thời gian 3 giờ, thu được hỗn hợp dung dịch 2,
- lọc, rửa nhiều lần hỗn hợp dung dịch 2 bằng nước cất cho đến khi nước lọc đạt giá trị pH bằng 7, sấy khô hỗn hợp này ở nhiệt độ 60°C trong 24 giờ để thu được bột HA/N-TiO₂ thành phẩm.



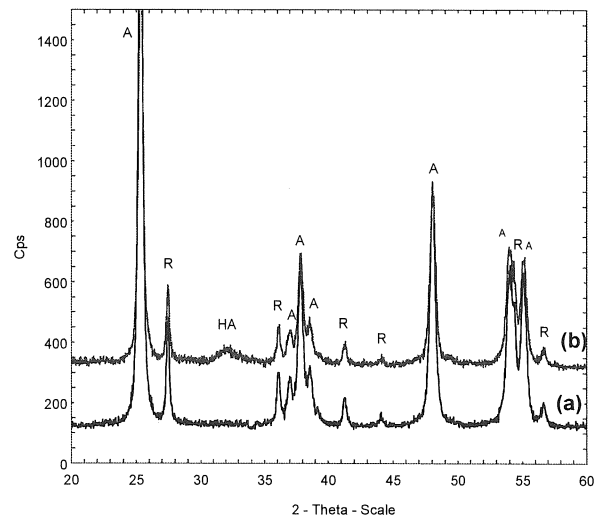
Hình 1



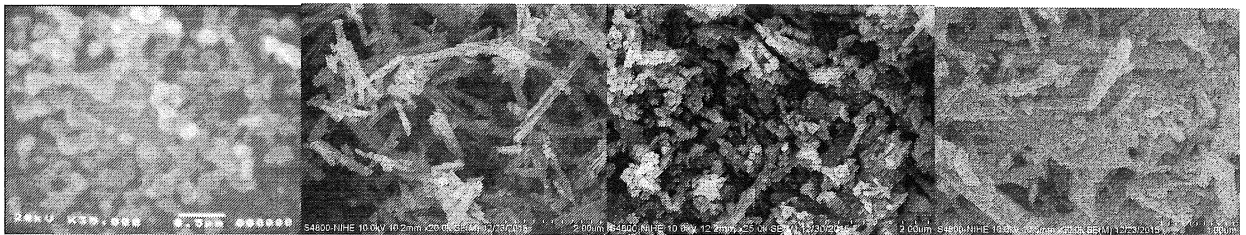
Hình 2



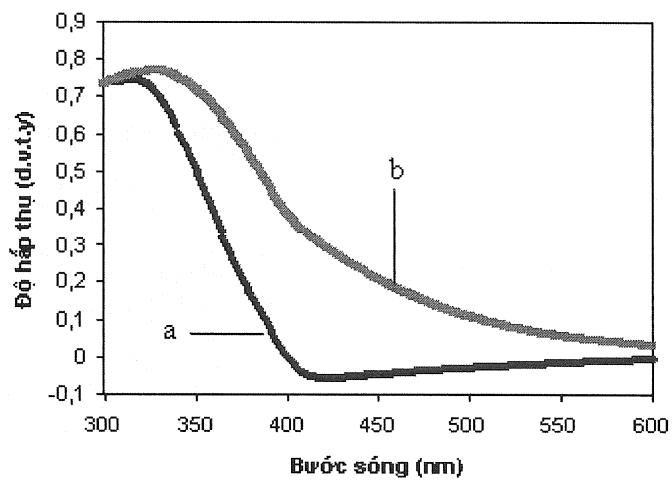
Hình 3



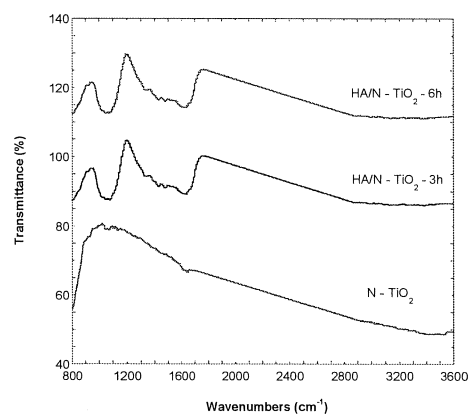
Hình 4



Hình 5



Hình 6



Hình 7