ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية

المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية
---

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication :
MA 33744 B1

(51) Cl. internationale :
C01G 23/047

(43) Date de publication :
01.11.2012

(21) N° Dépôt :
34861

(22) Date de Dépôt :
11.05.2012

(30) Données de Priorité :
14.10.2009 IT MI2009A 001766

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/EP2010/006252 14.10.2010

(71) Demandeur(s) :
ITALCEMENTI S.P.A., Via G. Camozzi 124 I-24121 Bergamo (IT)

(72) Inventeur(s) :
GUERRINI, Gian, Luca

(74) Mandataire :
ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY (TMP AGENTS)

(54) Titre : **PRODUITS CIMENTAIRES ET ARTICLES MANUFACTURÉS CONTENANT DU DIOXYDE DE TITANE DOPÉ PAR DU CARBONE**

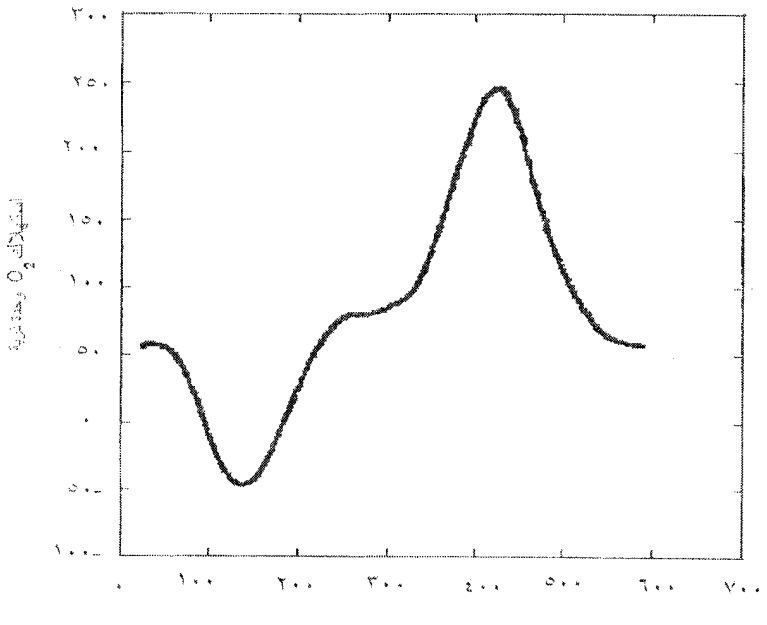
(57) Abrégé : L'invention porte sur des produits cimentaires et des articles manufacturés comprenant du dioxyde de titane dopé par du carbone, ayant une activité photocatalytique de longue durée. Le dioxyde de titane contenu dans ceux-ci peut être obtenu par irradiation de dioxyde de titane dans des conditions spécifiques de longueur d'onde, en présence d'une circulation de gaz comprenant un gaz inerte et un composé organique. Le dioxyde de titane ainsi traité acquiert une teneur en carbone élevée et stable, en conservant sa surface spécifique pratiquement inchangée. Les produits/articles cimentaires manufacturés le contenant ont un effet photocatalytique élevé et efficace.

(منتجات وأصناف مسمنتة للتصنيع تشتمل على ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون)

الملخـــــــص

يتعلق الاختراع الحالي بمنتجات وأصناف مسمنتة للتصنيع تشتمل على ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون، لها نشاط حفزي ضوئي طويل المدى. قد يتم الحصول على ثاني أكسيد التيتانيوم المتضمن بها بواسطة تسليط أشعة ثاني أكسيد التيتانيوم تحت ظروف محددة من حيث الطول الموجي، في وجود تدفق غاز يشتمل على غاز حامل ومركب عضوي. بالتالي يكتسب ثاني أكسيد التيتانيوم الخاضع للمعالجة محتوى كربوني عالٍ وثابت، الأمر الذي يؤدي إلى الحفاظ على مساحة سطح محددة منه دون تغيير إلى حد كبير . يكون للمنتجات/الأصناف المسمنتة للتصنيع التي تحتوي على ذلك نشاط حفزي ضوئي فعال وعالٍ.

شكل ١



(منتجات وأصناف مسمنتة للتصنيع تشتمل على ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون)

الوصف الكامل

المجال التقني:

يتعلق الاختراع الحالي بمنتجات وأصناف مسمنتة للتصنيع لها نشاط حفزي ضوئي.

الخلفية التقنية:

يكون ثاني أكسيد التيتانيوم، في صورة متبلرة زرقاء منه، معروف كعامل حفزي ضوئي. في وجود الضوء، يقوم بتحفيز أكسدة ملوثات مختلفة موجودة في الهواء الجوي، في هيدروكربونات عضوية معينة، مما يسهل عملية حمود منها (انظر على سبيل المثال Int. RILEM Seminar on Photocatalysis, Florence, 8-9 Oct 2007, Photocatalytic and Surface Abatement of Organic Hydrocarbons by Anatase).

يكمن عيب مميز للنشاط الحفزي الضوئي لثاني أكسيد التيتانيوم في أنه يستخدم فقط مكون الأشعة فوق البنفسجية من أشعة الشمس (حوالي 4% من الأشعة) وبالتالي يكون النشاط الحفزي الضوئي نادر وخاصةً في البيئات ذات أشعة الشمس الضعيفة.

للتغلب على هذا العيب، تم عمل محاولات لتعديل ثاني أكسيد التيتانيوم من خلال الاشابة بعناصر أخرى، مما يسمح له باستخدام الجزء الأكثر ثباتاً من أشعة الشمس أي الطيف الضوئي المرئي، بين 400 و700 نانومتر. لهذا الغرض، تم اشابة ثاني أكسيد التيتانيوم بأيونات فلز مثل

اللثانوم والحديد، أو بالنيتروجين (على سبيل المثال الوثيقة الأوروبية EP1178011 والوثيقة الأوروبية EP 1254863). ومع ذلك تكون المزايا المتحصل عليها نادرة.

يكمن حل آخر في اشابة ثاني أكسيد التيتانيوم بالكربون؛ ومع ذلك، تكون طرق الجرعات النسبية (انظر الوثيقة الأمريكية US 2005/0226761، Kronos Inc.) معقدة وغالية: على الأخص فإنها تتطلب الخلط الوثيق لثاني أكسيد التيتانيوم بمركبات تحتوي على الكربون، على سبيل المثال سكريات؛ ثم يتم تعريض الخليط لمعالجات حرارية غالية (بشكل عام بين 250 و400°م) في هواء جوي مؤكسد: تتسبب هذه المعالجات في فقد كبير لمادة الكربون في صورة CO_2 و/أو CO؛ تتطلب المعالجة أيضاً تلبيد المحفز الضوئي، مع انخفاض كبير لمساحة سطح محددة منه و، بالتالي، انخفاض في النشاط الحفزي الضوئي؛ في نهاية المعالجة يجب أن يتم تعريض المنتج للسحق ليتم استخدامه. أثبت الخلط الممكن بمساحة سطح كبيرة من الكربون النشط أنه غير كافي للحصول على منتجات نشطة بشكل كبير.

بالتالي، لا تزال هناك حاجة لمنتجات وأصناف مسمنتة للتصنيع تحتوي على ثاني أكسيد الكربون مشاب، بالتالي نشط في الطيف المرئي، له نشاط حفزي ضوئي فعال وعالي.

الكشف عن الاختراع:

يتم الآن ملاحظة أن تسليط أشعة ثاني أكسيد التيتانيوم عند طول موجي بين 300 و400 نانومتر، وتعريضه في وقت واحد إلى تدفق غاز يشتمل على غاز حامل ومركب عضوي، يؤدي إلى الحصول على ثاني أكسيد التيتانيوم بمحتوى اشابة عالين له نشاط حفزي ضوئي فعال وعالي. بالتالي يسمح المنتج المتحصل عليه، المضاف بشكل مناسب لمواد مسمنتة، بالحصول على منتجات/أصناف مسمنتة للتصنيع لها الخواص المفضلة عاليه.

وصف مختصر للأشكال والرسومات:

شكل 1: رسم بياني TPO (أكسدة درجة حرارة مبرمجة) لثاني أكسيد تيتانيوم مشاب وفقاً للاختراع.

الوصف التفصيلي للاختراع:

يكون موضوع الاختراع الحالي هو منتجات وأصناف مسمنتة للتصنيع لها نشاط حفزي ضوئي فعال وعالي، تحتوي على ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون وفقاً للطريقة الموصوفة هنا؛ تكون الطريقة نفسها وثاني أكسيد التيتانيوم المتحصل عليه من خلالها عرضة لطلب براءة لم يتم البت فيها بعد باسم مقدم الطلب.

يحدد المصطلح "ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون" ثاني أكسيد تيتانيوم يحتوي على كربون: قد يكون الأخير موجود في الحالة العنصرية و/أو في صورة مادة عضوية. يتم التعبير عن محتوى الكربون (محتوى الاشابة) كنسبة وزن الكربون العنصري فيما يتعلق بوزن ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب: قد يتم قياسه بطرق معروفة مثل أكسدة درجة حرارة مبرمجة، كما هو موضح في الجزء التجريبي. تكون العملية الحالية مناسبة بشكل خاص (وليس حصري) للحصول على محتوى اشابة يشتمل على ما بين 0.03% و5%، يفضل بين 0.3 و3%، ويفضل أكثر بين 1 و1.6%.

يعني المصطلح "نشاط حفزي ضوئي عالي" أن القدرة للحصول على، بقيم مطلقة، خمود مرتفع للملوثات تحت تسليط الأشعة المرئية (النشاط المذكور يقاس تقليدياً كـ % تحويل NO وفقاً للطريقة المحددة أدناه). يعتقد أن هذه القدرة تعتمد بشكل أساسي على كمية كربون الاشابة الموجود في Tio2 الخاص بالاختراع الحالي.

يعني المصطلح "نشاط حفزي ضوئي كفؤ" القدرة على الحصول، بشكل مقارن، على خمود أعلى للملوثات تحت تسليط أشعة مرئية (يقاس تقليدياً كـ % تحويل NO وفقاً للطريقة

المحددة أدناه). يعتقد أن هذه القدرة تعتمد بشكل أساسي على التعديلات الفيزيائية لـــ TiO2، التي تسببها عملية الاشابة بالكربون وفقاً للاختراع الحالي.

قد يكون ثاني أكسيد التيتانيوم المستخدم كمادة كاشفة أولية هو أي ثاني أكسيد تيتانيوم متاح في السوق، موجود جزئياً على الأقل في صورة أناتاز؛ يستخدم بشكل طبيعي في صورة مسحوق؛ تقليدياً، يكون له قيمة مساحة سطح محددة BET تقابل تلك المطلوبة في منتج الاشابة النهائي: قد يتم اختيار هذه القيمة، وفقاً للحاجات، في المدى بين 10 و450 م^2/جم، يفضل بين 50 و450 م^2/جم ، والأكثر تفضيلاً بين 300 و350 م^2/جم ، على سبيل المثال 330 م^2/جم .

وجد أن الطريقة مفيدة لانتاج ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون له مساحة سطح محددة BET تشتمل على ما بين 255 و400 م^2/جم ، يفضل بين 255 و400 م^2/جم.

قد يتم اختيار المركب العضوي المحتوى في التدفق الغازي (محدد هنا أيضاً كمركب كربون) من بين هؤلاء القابلين للتبخر بسهولة، ليتم نقلهم تقليدياً بواسطة تدفق غازي؛ لا توجد حدود أخرى فيما يتعلق بالبنية الكيميائية لهذا المركب: على سبيل المثال قد يتم استخدام هيدروكربونات أو مشتقات منها التي ربما توظف مع مجموعات مثل ألكيل، هيدروكسي، فورميل، أسيتيل، كربوكسي، ألكوكسي كربونيل، أريلوكسي كربونيل، أمينو، ألكيل أمينو، ثيو، ألكيل ثيو، إلخ: تكون أمثلة للمنتجات المفضلة عبارة عن تولوين، بترين، زيلين، نفثالين، مشتقات وخلائط منها؛ يكون مثال مفضل بشكل خاص هو إيثيل بترين.

تكون المادة الحاملة الغازية المستخدمة لنقل المركبات المذكورة عاليه هي غاز حامل، على سبيل المثال نيتروجين، هيليوم، آرجون، إلخ، أو خلائط منها، ربما يتم خلطه مع غازات اضافية؛ على سبيل المثال، من الممكن، من أجل الملائمة، استخدام الهواء: ومع ذلك، لا يكون وجود غازات متفاعلة (أكسجين أو غيره) كمكونات للمادة الحاملة الغازية أساسي بأي طريقة، في هذا لا

تتطلب العملية الحالية أكسدة المركب العضوي؛ في نموذج محدد للاختراع، تكون المادة الحاملة الغازية مصنوعة من واحد أو أكثر من الغازات الحاملة.

قد يتم اختيار سرعة التدفق الغازي بشكل مناسب بناءً على كمية ثاني أكسيد التيتانيوم الذي سيعالج، على سبيل المثال للكميات في الترتيب 100 – 200 ملليجم، يتم استخدام تدفقات تشتمل على ما بين 5 و30 سم^3/دقيقة؛ من الواضح، قد يتم زيادة أو تقليل التدفقات والتركيزات المستخدمة للمركب العضوي، مع معالجة كميات من ثاني أكسيد التيتانيوم على التوالي أكثر أو أقل. على سبيل المثال، في حالة العمليات على نطاق صناعي، قد تكون تركيزات المركبات العضوية تشتمل على ما بين 500 و10000 جزء في المليون.

قد يتم تأمين تدفق المادة الحاملة الغازية بأنظمة معروفة (مضخات، حاويات مكيفة الضغط، إلخ) متحكم بها بشكل مناسب ومصححة بشكل ممكن من خلال أنظمة معروفة. على الأخص، قد يتضمن نظام الاشابة محللين قادرين على تقييم كمية مركب الكربون الموجود في المادة الحاملة الغازية قبل وبعد التلامس مع ثاني أكسيد التيتانيوم. يوضح التغير بين التركيزين، على الأخص اختلاف هذه القيمة مع مرور الوقت، تقدم عملية الاشابة: يوضح الاختلاف المتغير مع مرور الوقت أن العملية مستمرة؛ يوضح ثابت التغير والمختلف عن الصفر أن الاشابة لا تتقدم.

لا يكون نسق التلامس بين الغاز وثاني أكسيد التيتانيوم بالغ الأهمية في حد ذاته وقد يختلف بشكل مناسب مع ترتيبات المفاعل المعروفة جيداً لهؤلاء الماهرين في الفن.

يكمن جانب هام من العملية الحالية في تسليط أشعة ثاني أكسيد التيتانيوم، التي يجب أن تحدث في نفس الوقت مع تدفق مركب الكربون. وجد أن تسليط الأشعة مهم للحصول على إشابة مناسبة لثاني أكسيد التيتانيومن الحصول على محتوى اشابة متسق وثابت. يتم تنفيذ تسليط الأشعة في نطاق محدد لضوء الأشعة فوق البنفسجية، التي تشتمل على ما بين طول موجي من

300 و400 نانومتر. يتم استخدام مصابيح بقوة مناسبة، موضوعة على مسافة مناسبة من ثاني أكسيد التيتانيوم، على سبيل المثال بين 5 و25سم أو حتى مغمورة فيه لهذا الغرض. يفضل أن تشتمل شدة تسليط الأشعة على ثاني أكسيد التيتانيوم على ما بين 10 و1000 وات/م^2.

لا تكون درجة حرارة المعالجة، أي تلك الخاصة ببيئة التفاعل وثاني أكسيد التيتانيوم، حرجة؛ فعلى سبيل المثال قد تكون أقل من 50°م، متضمنةً تقليدياً درجة الحرارة المحيطة. يكون مدى درجة الحرارة المفيدة على سبيل المثال من 10 – 50°م، أو 20–40 °م، إلخ. قد يتم التحكم في درجة حرارة التفاعل بواسطة توفير المفاعل الذي يحدث فيه التلامس بين ثاني أكسيد التيتانيوم والمادة الحاملة الغازية، مع ترموستات؛ يتم استخدام الخليط الغازي المعرض للتدفق في فاصل درجة حرارة بحيث يتم الحفاظ على درجة الحرارة في المفاعل في المدى المطلوب. يتم اجراء العملية في فترة زمنية مناسبة، على سبيل المثال بين 100 و400 دقيقة، حتى تصل إلى محتوى الاشابة المطلوب.

يكون ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب وفقاً للطريقة الموصوفة هنا مفيد على الأخص لعمل منتجات/أصناف مسمنتة للتصنيع لها نشاط حفزي ضوئي طويل المدى.

قد يتم الحصول على المنتجات المسمنتة المذكورة بواسطة اضافة ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب المذكور عاليه إلى تركيبة مسمنتة مناسبة؛ قد تكون التركيبة المسمنتة ملاط، حرسانة، جص، طلاء، طلاء مسمنت وما شابه ذلك؛ قد يتم استخدام ثاني أكسيد التيتانيوم بنسب مختلفة وفقاً للاحتياجات، على سبيل المثال بين 1 و10% بالوزن، فيما يتعلق بالتركيبة في الحالة الجافة. يتم الحصول على الأصناف المسمنتة من خلال صب مناسب وتصلب المنتجات المسمنتة الموصوفة عاليه. على سبيل المثال غير المحدد، قد يكون صنف التصنيع جدار، قبو نفق، أرضية،

أو عنصر منها (على سبيل المثال بلاطة، طوبة، إلخ)، عنصر معماري (على سبيل المثال سطح، عمود، واجهة مبنى، إلخ).

يتم توضيح الاختراع هنا بطريقة غير محددة عن طريق الأمثلة التالية.

الجزء التمثيلي

مثال 1

تحضير ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب

ظروف التشغيل:

ثاني أكسيد التيتانيوم: أناتاز، PC-500 (Millenium)

150 مللي جم (متوسط قطر 0.2-0.3 مم/ 50-70 مش).

تركيبة غاز: أكسجين-هيليوم 3: 1

تركيز إيثيل بنزين: 1000 جزء في المليون

سرعة التدفق: 16سم^3/دقيقة

الطول الموجي للأشعة: 315-400 نانومتر.

شدة الأشعة: 20-21 وات/م^2

درجة حرارة المفاعل: 45°م.

يتم صنع المفاعل من حامل عينة على شكل U (ارتفاع حوالي 15سم؛ متوسط قطر داخلي 2مم). يتم وضع مصباح أشعة فوق بنفسجية 125 وات مع بخار Hg (mod. GN 125, Helios Interquartz) يشعه في الأمام عند مسافة حوالي 15سم.

يتم وضع مسبار أشعة فوق بنفسجية لقياس شدة تسليط الأشعة (وات/م^2) ومزدوج حراري لقياس درجة الحرارة قرب العينة. يتم توفير المفاعل بتمرير جانبي لتحليل الخليط الغازي قبل

وبعد العينة، تسجيل التركيزات النسبية لإيثيل البنزين. يتم تحليل الخليط الغازي من خلال تحليل غاز كروماتوجرافي (عمود PORAPAK Q).

في البداية، يتم وضع المفاعل في وضع التمرير الجانبي: يتم فتح مشبع ويتم نقل خليط التفاعل (1000 جزء في المليون EB + O2 + He). بمجرد أن يتم تثبيت النظام (قيم EB ثابتة)، يتم ادخال المفاعل الذي ينقل الخليط إلى العينة المشعة. لم يتم اكتشاف هيدروكربون عند الخروج من المفاعل، بمعنى أن الإشابة في تقدم. بعد فترة زمنية معينة، يعود الهيدروكربون الموجود ليكون قابل للقياس، يزداد حتى يصل إلى قيمة ثابتة؛ يوضح هذا أن عملية الاشابة اكتملت.

مثال 2

تقييم درجة الاشابة

يتم اجراء تحليل أكسدة درجة الحرارة المبرمجة لتحديد كمية وجود الكربون في العينة المعالجة في مثال 1. يشتمل الاجراء على تسخين العينة تحت تدفق خليط مؤكسد (5% O2/He) وتحليل بشكل مستمر كمية الأكسجين المستهلك. بالتالي يتم تسجيل نطاق يقابل أكسدة مكونات مختلفة موجودة قابلة للأكسدة. يتم تدريج المنطقة أسفل النطاق، المقابلة للأكسجين المستهلك، بشكل مناسب باستخدام عينة معروفة.

يتم توفير النظام بمنظم تدفق متصل باسطوانة خليط مؤكسد 5% O2/ يصنع المفاعل من حامل عينة على شكل U مصنوع من الكوارتز المدخل في فرن متصل بمبرمج درجة حرارة (Eurotherm 808). يتم قياس درجة حرارة العينة بواسطة مزدوج حراري مدخل في العينة نفسها. يتم وضع جزء احتجاز ملئ بجير الصودا وأنهيدرون (الذي يسمح بتكتل CO2 وH2O المتكونين أثناء التفاعل) بعد حوامل العينة. يتم نقل الغاز الموجود إلى كاشف موصلية حرارية متصل بكمبيوتر.

ظروف التشغيل:

كمية العينة: 50 مللي جم (متوسط قطر 0.2 – 0.3 مم/ 50-70 مش)

سرعة التدفق: 40 سم^3/دقيقة

معدل التسخين: 10°م/دقيقة حتى 800°م

يكشف اختبار الأكسدة الذي يجرى على منتج العينة 1 وجود الكربون بكمية 1.3%.

مثال 3

تميز المنتج

تم تحديد مساحة سطح محددة BET لثاني أكسيد التيتانيوم بواسطة امتزاز النيتروجين، قبل وبعد اجراء عملية الاشابة في مثال 1. كانت قيمة كلا القياسين واحدة، تساوي 330 م^2/جم. بالتالي، لا تتسبب طريقة الاشابة المستخدمة في أي تقليل لمساحة سطح محددة من المحفز الضوئي.

يختلف التأثير المنتج على مساحة السطح المحددة بواسطة معالجة حرارية موصوفة في الوثيقة الأمريكية US 2005/0226761 في نفس الوقت. كانت مساحة السطح المحددة قبل وبعد المعالجة الحرارية تساوي على التوالي 330 م^2/جم و160 م^2/جم. بالتالي أدت الطريقة الموصوفة في الوثيقة الأمريكية US 2005/0226761 إلى تقليل مساحة السطح المحددة للمحفز الضوئي تساوي 170 م^2/جم.

مثال 4

تقييم النشاط الحفزي الضوئي لـ *Ti02* المشاب بالكربون

يتم توفير النظام بمنظمي تدفق متصلين على التوالي باسطوانة بـ 1000 جزء في البليون NO/هواء وباسطوانة هواء. بهذه الطريقة، من خلال تخفيف مناسب، يكون من الممكن نقل محلل NOx لخليط له تركيز معروف من NO/هواء (حوالي 100 جزء في البليون NO/هواء،

يتم الحصول عليه بتخفيف 10/1 الخليط الأولي). يصنع الجزء من النظام المتصل بالمفاعل من حامل عينة على شكل U 0ارتفاع حوالي 15 سم؛ قطر داخلي 2مم).

يتم وضع مصباح مرئي (استهلاك منخفض، 14 وات) الذي يشعه في الأمام على مسافة حوالي 15سم. يتم وضع مسبار مرئي (400-1050 نانومتر) لقياس شدة تسليط الأشعة (وات/م^2) ومزدوج حراري لقياس درجة الحرارة بالقرب من العينة. يتم توفير المفاعل بتمرير جانبي لتحليل الخليط الغازي قبل وبعد العينة، بتسجيل التركيزات الخاصة بـــ NO. يتم ابقاء المفاعل مغطى لمنع الضوء من الوصول إلى العينة قبل بدء التفاعل.

قبل التسخين المسبق للمحلل وقبل بدء القياس، يتم تنظيف الخط كله والعينة بتدفق هواء كروماتوجرافي (على الأقل 1000 مللي/دقيقة). ثم يتم نقل خليط التفاعل إلى تمرير جانبي.

بمجرد أن يتم تثبيت النظام، يتم نقل خليط NO/هواء إلى العينة. عند ثبات قراءة قيمة NO (initiaiNO)، يضئ المصباح المرئي، يتم كشف غطاء المفاعل ويتم تسليط الأشعة على العينة. يتم ملاحظة انخفاض سريع لـــ NO، يصل إلى قيمة دنيا (minimumNO) في دقائق قليلة. يتم حساب تحويل % NO وفقاً لقيم initial NO و minimum NO ، وفقاً للصيغة:

$$\%\ \text{تحويل NO} = [\ (\text{initiaiNO} - \text{minimumNO}) / \text{initiaiNO}\ ] \times 100$$

ظروف التشغيل

كمية العينة: 100 مللي جم (50-70 مش)

سرعة التدفق: 1000 مللي/دقيقة كلي

شدة تسليط الأشعة: 7 وات/م^2

درجة الحرارة: 23-25°م

كشف المنتج المشاب المتحصل عليه وفقاً لمثال 1، الخاضع لاختبار النشاط الحفزي الضوئي المذكور سابقاً عن 88% تحويل NO، بالتالي يوضح نشاط حفزي ضوئي عالي.

في نفس الوقت يتم تحضير منتج اضافي باستخدام نفس طرق ومكونات مثال 1، مع اختلاف واحد وهو أنه تم ابدال الخليط (O2 + He) بالنيتروجين. كشف هذا المنتج، المختبر تحت نفس ظروف التشغيل، عن 91% تحويل NO. توضح هذه النتيجة أيضاً، بجانب تأكيد النشاط الحفزي الضوئي العالي لـــ Tio2 وفقاً للاختراع، أن وجود الأكسجين في المادة الحاملة لا يساهم في الحصول على المنتج المشاب وفقاً للاختراع.

مثال 5

تقييم النشاط الحفزي الضوئي لـــ *Ti02* المشاب بالكربون (زيادة النطاق الصناعي)

بناءً على مثال 1، تم توفير مفاعل طبقة مميعة لتصعيد العملية وفقاً للاختراع الحالي. يتكون المفاعل من 11 دورق مجهز ببدال بولي إيثيلين قابل للدوران مرن وماسورة تفلون (4مم) لتدفق الغاز إلى Tio2؛ يتم تسليط الأشعة على المفاعل بواسطة مصدر للأشعة فوق البنفسجية (حوالي 45 وات/م^2).

يتم ادخال مسحوق Tio2 إلى المفاعل ويحفظ هناك تحت حركة مستمرة من خلال سرعة 30 دورة في الدقيقة. تم معالجة المسحوق كما هو موصوف في مثال 1، لمدة 5 ساعات، يتبع ذلك معالجة حرارية (140°م لمدة ساعتين) لطرد إيثيل البترين غير المتفاعل. يتم توليد أبخرة إيثيل بترين بواسطة منتج فقاقيع باستخدام هواء كروماتوجرافي أو نيتروجين كغاز مادة حاملة.

ظروف التشغيل:

ثاني أكسيد التيتانيوم:	(أناتاز PC-105، Millenium)
تركيبة غاز المادة الحاملة:	نيتروجين/ هواء كروماتوجرافي
تركيز إيثيل بترين:	بخار مشبع
الطول الموجي للأشعة:	315-400 نانومتر.

درجة حرارة المفاعل: 30°م.

مثال 6

تقييم النشاط الحفزي الضوئي لـ *Ti02* المشاب بالكربون (اختبار مقارن)

تم اجراء هذا الاختبار لمقارنة الكفاءة الحفزية الضوئية لمنتج وفقاً للاختراع مع ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب بالكربون التجاري المتاح في السوق (Kronos vlp 7000). للعمل على العينات القابلة للمقارنة، تم انتاج منتج الاختراع، له محتوى كربون قريب على قدر المستطاع من المنتج التجاري.

لهذا الغرض، تم أولاً اختبار محتوى الكربون في Kronos vlp 7000 في فرن حثي (ELTRA CS-800) في تيار o_2 عند 2000°م وفقاً للمستوى المعياري EN 13639. تم حساب فجوة النطاق باستخدام وظيفة Kubelka – Munch للأطياف الامتصاصية المتحصل عليها من فوتومتر طيفي من نوع Perkin Elmer UV/Vis (فوتومتر طيفي Lambda 2) مجهز بمجال متكامل. أوضحت النتيجة 0.22% مجموع محتوى الكربون العضوي.

بالتالي، باتباع الاجراء العام الموضح في مثال 5، مواءمة متغيرات تسليط الأشعة/معالجة الغاز (غاز المادة الحاملة = إيثيل بنزين + هواء)، تم انتاج ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون وفقاً للاختراع (عينة أ) الذي، يخضع لاجراء تقييم الكربون عاليه، أوضح محتوى عضوي كلي 0.19%.

ثم تم احتبار وقياس النشاط الحفزي الضوئي للعينتين على أساس المستوى المعياري UNI 11247، مع تطبيق التعديلات التالية:

تم صنع العينة بشكل حصري من مسحوق Tio2 (5جم)، يوزع بانتظام على سطح 61سم^2.

تم استخدام مصباح مرئي من النوع الومضي (Osram Dulux Superstar 24 وات ضوء بارد) مع شدة تسليط أشعة فوق بنفسجية 0.16 وات/م^2 و4000 لكس اضاءة.

تم حساب % تحويل NO وفقاً لقيم initial NO و minimum NO ، وفقاً للصيغة:

$$\%\ \text{تحويل NO} = [\ (\text{initialNO} - \text{minimumNO}) / \text{initialNO}\ ] \times 100$$

كانت النتائج المتحصل عليها كما يلي:

	TOC (محتوى عضوي كلي)	تحويل NO %
عينة أ	0.19	%32.0
Kronos 7000 vlp (مرجع)	0.22	%19.5

كما هو واضح، أظهرت العينة أ المنتجة وفقاً للاختراع الحالي تحويل NO % أعلى بكثير مقارنةً بالمنتج المرجعي. وبالتالي يتم وضيح نشاط حفزي ضوئي كفؤ.

مثال 7

تقييم النشاط الحفزي الضوئي لـــ *Ti02* المشاب بالكربون وفقاً للاختراع في عينات مسمنتة.

تم اجراء هذا الاختبار للتحقق ما إذا ولأي مدى يتم الحفاظ على الكفاءة الحفزية الضوئية للكربون لـــ Ti02 المشاب بالكربون وفقاً للاختراع عندما يتم خلط الأخير بمواد مسمنتة في منتجات/أصناف حفزية ضوئية للتصنيع.

بالتالي تم تحضير مادة رابطة حفزية ضوئية مسمنتة باستخدام CEM I 52 أسمنت Rezzato أبيض (وفقاً للمستوى المعياري UNI 197/1)، تحتوي على 3% من Ti02 المشاب بالكربون تم تحضيره وفقاً لمثال 5 (PC-105-إيثيل بترين-هواء). تم تحويل المادة الرابطة إلى ملاط، الذي منه يتم تشكيل عينات مسمنتة، موجهة إلى الوصف الحفزي الضوئي وفقاً لاختبار تحويل NO الموصوف عاليه. تم تحضير العينات وفقاً لطريقة الملاط القياسية (EN 196)، باستخدام الظروف التالية:

- محفز ضوئي يحتوي على مادة رابطة: 450جم
- رمل قياسي CEN: 1350جم
- ماء: 225جم
- شكل/أبعاد العينة: متوازية السطوح، 80×80×10 مم.

تم انتاج كل العينات ثم تجفيفها لمدة 28 يوم تحت ظروف درجة حرارة ورطوبة متحكم بهما (T 20°م، RH > 95%). بعد التجفيف، تم اختبار العينات في اختبار تحويل NO الموصوف عاليه. أوضحت عينات الاختراع 23% تحويل NO، مؤكدةً بذلك نشاط حفزي ضوئي عالي.

عناصر الحماية

1- منتج مسمنت بنشاط حفزي ضوئي، يشتمل على مادة مسمنتة وثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون، يتم الحصول على الأخير بواسطة تسليط أشعة على ثاني أكسيد التيتانيوم، تعريضه لتدفق غاز يشتمل على غاز خامل ومركب عضوي، عند طول موجي بين 300 و400 نانومتر.

2- منتج مسمنت وفقاً لعنصر الحماية 1ن حيث تكون شدة تسليط الأشعة على ثاني أكسيد التيتانيوم بين 10 و1000 وات/م^2.

3- منتج مسمنت وفقاً لعنصري الحماية 1-2، حيث يتم اختيار المركب العضوي من تولوين، بنزين، زيلين، نفثالين، مشتقات وخلائط منها.

4- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-3، حيث يكون المركب العضوي إيثيل بنزين.

5- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-4، حيث يتضمن تدفق الغاز المركب العضوي عند تركيز بين 500 و10000 جزء في المليون.

6- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-5، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب قيمة مساحة سطح محددة BET بين 10 و450م^2/جم.

7- منتج مسمنت وفقاً لعنصر الحماية 6، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب قيمة مساحة سطح محددة BET بين 300 و350م^2/جم.

8- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-7، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب محتوى كربون بين 0.03% و5% بالوزن.

9- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-8، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب محتوى كربون بين 0.3% و3% بالوزن.

10- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-9، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم

المشاب محتوى كربون بين 1% و1.6% بالوزن.

11- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-10، حيث يتميز ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب برسم بياني لدرجة حرارة التأكسد المتحكم بها موضحة في شكل 1.

12- منتج مسمنت وفقاً لعناصر الحماية 1-11ن يتكون من ملاط، جص، خرسانة، طلاء، طلاء مسمنت.

13- صنف مسمنت للتصنيع متحصل عليه من منتج وفقاً لعناصر الحماية 1-12.

14- صنف للتصنيع وفقاً لعنصر الحماية 13، يتكون من جدار، قبو نفق، أرضية أو عنصر منها، عنصر معماري.

15- استخدام منتج أو صنف مسمنت للتصنيع وفقاً لأي من عناصر الحماية السابقة، للاستخدامات الحفزية الضوئية.

16- عملية للحصول على ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون، يتميز بتسليط أشعة على ثاني أكسيد التيتانيوم، تعريضه لتدفق غاز يشتمل على غاز خامل ومركب عضوي، عند طول موجي بين 300 و400 نانومتر.

17- عملية وفقاً لعنصر الحماية 16، حيث تكون شدة تسليط الأشعة على ثاني أكسيد التيتانيوم بين 10 و1000 وات/م^2.

18- عملية وفقاً لعناصر الحماية 16-17، حيث يتم اختيار المركب العضوي من تولوين، بترين، زيلين، نفثالين، مشتقات وخلائط منها.

19- عملية وفقاً لعناصر الحماية 16-18، حيث يكون المركب العضوي إيثيل بترين.

20- عملية وفقاً لعناصر الحماية 16-19، حيث يتضمن تدفق الغاز المركب العضوي عند تركيز بين 500 و10000 جزء في المليون.

21- عملية وفقاً لعناصر الحماية من 16-20، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب

قيمة مساحة سطح محددة BET بين 10 و450م^2/جم.

22- عملية وفقاً لعنصر الحماية 21، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب قيمة مساحة سطح محددة BET بين 300 و350م^2/جم.

23- عملية وفقاً لعناصر الحماية من 16-22، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب محتوى كربون بين 0.03% و5% بالوزن.

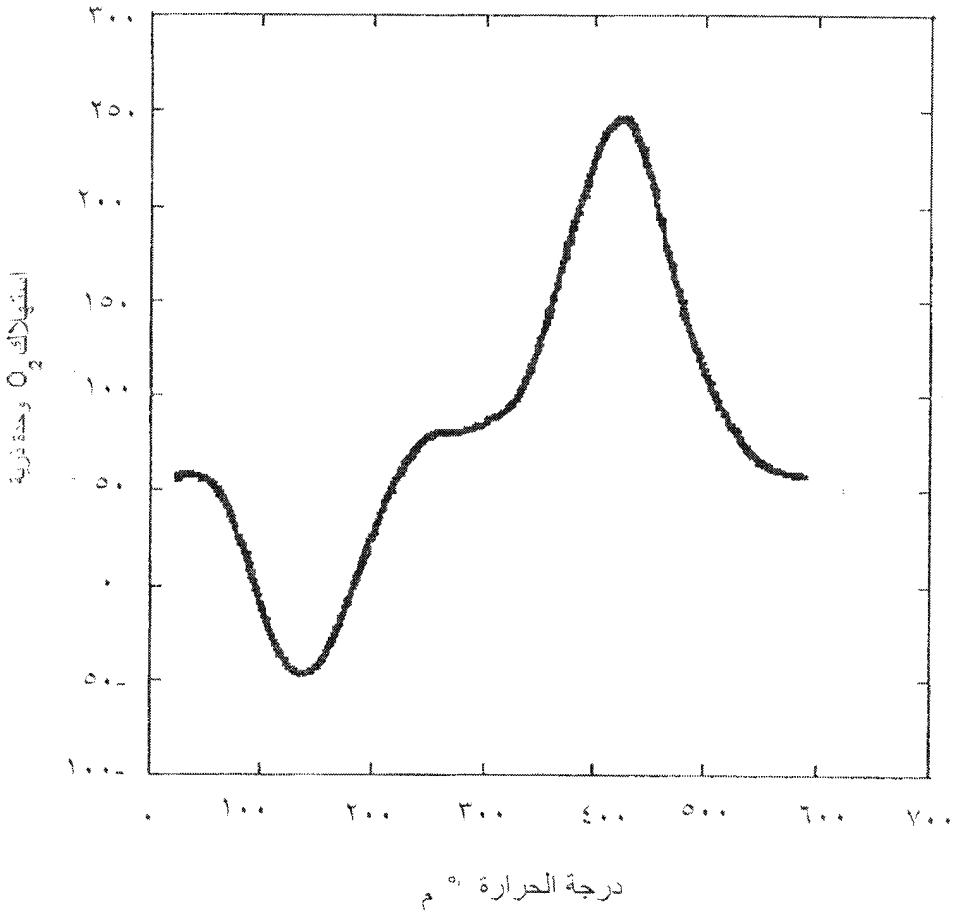
24- عملية وفقاً لعناصر الحماية 16-23، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب محتوى كربون بين 0.3% و3% بالوزن.

25- عملية وفقاً لعناصر الحماية 16-24، حيث يكون لثاني أكسيد التيتانيوم المشاب محتوى كربون بين 1% و1.6% بالوزن.

26- عملية وفقاً لعناصر الحماية 16-25، حيث يتميز ثاني أكسيد التيتانيوم المشاب برسم بياني لدرجة حرارة التأكسد المتحكم بها موضحة في شكل 1.

27- ثاني أكسيد تيتانيوم مشاب بالكربون، متحصل عليه بواسطة العملية الموصوفة في عناصر الحماية 16-26.

شكل ١



أصل			
اسم الطالب			
عدد اللوحات	١	رقم اللوحة	١
رقم الطلب/التاريخ/الساعة			
توقيع الوكيل / الطالب			