



(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)



1-0027242

(51)⁷ C01F 5/02; C01F 11/18; C22B 1/24;
C01F 5/14; C01F 5/24; C01F 11/02

(13) B

(21) 1-2015-04579

(22) 11/07/2014

(86) PCT/EP2014/064982 11/07/2014

(87) WO 2015/007661 22/01/2015

(30) 2013/0485 15/07/2013 BE; 2014/0280 22/04/2014 BE

(45) 25/01/2021 394

(43) 25/04/2016 337A

(73) S.A. Lhoist Recherche Et Developpement (BE)

Rue Charles Dubois, 28, B-1342 Ottignies-Louvain-la-Neuve, Belgium

(72) Guillaume CRINIERE (FR); Thierry CHOPIN (FR).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) CHẾ PHẨM DẠNG VIÊN NÉN CHỨA HỢP CHẤT CANXI-MAGIE

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm dùng trong gia công thép chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie có công thức $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3.x\text{CaO}.y\text{MgO}.z\text{Ca}(\text{OH})_2.t\text{Mg}(\text{OH})_2.u\text{I}$, trong đó I là tạp chất, mỗi a, b, z, t và u là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 50\%$, mỗi x và y là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 100\%$, với $x + y \geq 50\%$ khối lượng tính theo tổng khối lượng của ít nhất một hợp chất canxi-magie ở dạng hạt, chế phẩm này có hàm lượng canxi và magie tích tụ ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 20% khối lượng, và chế phẩm này ở dạng viên nén được tạo ra từ các hạt chứa hợp chất canxi-magie và tạo hình, chế phẩm dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ (Shatter Test Index) nhỏ hơn 10%, do đó, có đặc tính chống rơi vỡ rất tốt và đặc tính chống lại sự lão hóa tốt. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm nêu trên, vật liệu composit và phương pháp sản xuất vật liệu composit này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie có công thức $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3.x\text{CaO.yMgO.zCa(OH)}_2.t\text{Mg(OH)}_2.u\text{I}$, trong đó I là tạp chất, mỗi a, b, z, t và u là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 50\%$, mỗi x và y là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 100\%$, với $x + y \geq 50\%$ khối lượng tính theo tổng khối lượng của ít nhất một hợp chất canxi-magie, chế phẩm này có hàm lượng canxi và magie tích tụ ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 20% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các hợp chất canxi-magie được sử dụng trong nhiều ngành công nghiệp, ví dụ, công nghiệp sản xuất thép, xử lý khí, xử lý nước và cặn, nông nghiệp, công nghiệp xây dựng, kỹ thuật gia dụng, v.v.. Các hợp chất này có thể được sử dụng dưới dạng đá hoặc đá nghiền mịn (kích thước thường nhỏ hơn 7mm). Tuy nhiên, hình dạng của đá này lại được ưu tiên trong một số ngành công nghiệp cụ thể. Ví dụ, đối với công nghiệp sản xuất thép, hợp chất canxi-magie dùng trong quá trình bổ sung vào thiết bị chuyển hóa oxy hoặc lò hồ quang điện.

Các nhà sản xuất vôi luôn luôn duy trì sự cân bằng vật chất giữa các hợp chất canxi-magie dưới dạng đá và các hạt mịn được tạo ra trước và trong suốt quá trình nung cũng như các quá trình xử lý và vận hành sau đó. Tuy nhiên, trong một số trường hợp cụ thể, lượng các hạt mịn được tạo ra ở mức dư thừa. Sau đó, các hạt mịn này có thể được tích tụ lại với nhau ở dạng bánh hoặc dạng tương tự để không chỉ có thể giúp loại bỏ các hạt mịn dư thừa này mà còn có thể giúp làm tăng sự tạo ra các hợp chất canxi-magie dưới dạng đá bằng cách bổ sung các hạt mịn dạng bánh hoặc dạng tương tự này.

Dạng đóng bánh (bánh) hoặc dạng tương tự này thường có độ bền cơ học thấp hơn độ bền cơ học của các hợp chất canxi-magie dưới dạng đá. Ngoài ra, chúng thường có độ bền chống lại sự lão hóa trong quá trình bảo quản hoặc xử lý khác thấp hơn nhiều so với các hợp chất canxi-magie dưới dạng đá. Dạng đóng bánh hoặc dạng tương tự này còn thường tạo ra các khiếm khuyết lớn (macrodefect) với các đặc tính kém hơn cũng như làm mất các liên kết hóa học bền vững tại mặt phân cách giữa các hạt. Do đó, hiện nay trên thực tế, quá trình đóng bánh các hạt mịn của các hợp chất canxi-magie không được sử dụng ở quy mô công nghiệp. Hơn nữa, nếu xét đến chất lượng thấp của các sản

phẩm dạng viên nén được tạo ra theo phương pháp này, thì quá trình đóng bánh được cho là có hiệu suất nhỏ hơn 50% so với có nhiều viên nén không sử dụng được thu được bằng phương pháp có bước tái chế.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “khiếm khuyết lớn” được dùng để chỉ các đường nứt, vết rạn nứt, mặt nứt chẻ và các khiếm khuyết tương tự, có thể quan sát bằng mắt thường, bằng kính hiển vi quang học hoặc bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM, Scanning Electron Microscope).

Trong những năm gần đây, một số chất phụ gia, ví dụ như canxi stearat hoặc sợi giấy, được sử dụng để làm tăng độ bền và tuổi thọ của các hợp chất canxi-magie dạng bánh và dạng tương tự, tuy nhiên không cải thiện được hiệu quả. Ngoài ra, trong rất nhiều trường hợp, việc sử dụng các chất phụ gia hiện đang được sử dụng cho các sản phẩm công nghiệp được tạo hình khác còn hạn chế, đặc biệt đáng chú ý là quá trình sản xuất các hợp chất canxi-magie dạng bánh do hợp chất canxi-magie phản ứng rất mạnh với nước, hoặc do tác động bất lợi của các chất phụ gia này đến việc sử dụng cuối cùng của hợp chất canxi-magie dạng bánh.

Patent Mỹ số US 7,105,114 đề cập đến phương pháp đóng bánh các hạt vôi mịn đã tôi (dạng dolomit) bằng cách sử dụng từ 0,5% đến 5% khối lượng chất kết dính chứa mạch cacbon giả dẻo mà nâng cao một cách đáng kể đặc tính cơ học của bánh tạo ra và phương pháp này không gặp phải các bất lợi trên đây. Tuy nhiên, phương pháp này chỉ tạo ra các bánh mà một nửa trong số chúng bị vỡ khi rơi từ độ cao nằm trong khoảng từ 0,9m đến 1,8m (độ cao nằm trong khoảng từ 3 đến 6 feet), do đó, các bánh này có độ bền cơ học không đảm bảo hiệu quả.

Dạng đóng bánh hoặc dạng tương tự trên cơ sở hợp chất canxi-magie cũng có thể được làm tăng độ cứng bằng cách xử lý nhiệt ở nhiệt độ rất cao để xảy ra sự thiêu kết dạng đóng bánh hoặc dạng tương tự này. Ví dụ, đối với trường hợp các bánh dolomit đã nung, quá trình xử lý nhiệt trong khoảng thời gian từ một đến vài giờ ở nhiệt độ lớn hơn 1200°C, và thậm chí tốt hơn là lớn hơn 1300°C, được biết là làm tăng đặc tính cơ học của các bánh này. Tuy nhiên, quá trình xử lý nhiệt ở nhiệt độ rất cao này dẫn đến sự nở ra trong đặc tính cấu trúc của các bánh này, đặc biệt là việc xử lý này làm giảm diện tích bề mặt riêng và thể tích lỗ. Điều này còn làm giảm mạnh hoạt tính với nước như được mô tả trong tiêu chuẩn EN 459-2:2010 E (EN 459-2:2010 E Standard), mà tạo ra nhiều vấn đề đối với một số ứng dụng nhất định.

Vì thế, có nhu cầu thực sự trong việc phát triển sản phẩm nén chứa hợp chất canxi-magie khác biệt so với các sản phẩm ở dạng đóng bánh đã biết gần đây ở việc nâng cao một cách rõ ràng về đặc tính chống lại sự rơi vỡ cũng như ở đặc tính chống lại sự lão hóa tốt hơn trong không khí ẩm, đồng thời vẫn giữ lại được các đặc tính nội tại (các đặc tính về cấu trúc) của hợp chất canxi-magie trước khi tạo hình, cụ thể là diện tích bề mặt riêng và/hoặc thể tích lỗ của nó.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là khắc phục các nhược điểm của giải pháp kỹ thuật đã biết trong lĩnh vực này, và do đó, sáng chế đề xuất chế phẩm dạng viên nén chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie có công thức $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3.x\text{CaO}.y\text{MgO}.z\text{Ca}(\text{OH})_2.t\text{Mg}(\text{OH})_2.u\text{I}$, trong đó I là tạp chất, mỗi a, b, z, t và u là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 50\%$, mỗi x và y là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 100\%$, với $x + y \geq 50\%$, chế phẩm này có hàm lượng canxi và magie tích tụ ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 20% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, chế phẩm dạng viên nén này khác biệt so với các sản phẩm đã biết hiện nay ở đặc tính chống rơi vỡ cũng như đặc tính tốt chống lại sự lão hóa trong không khí ẩm, đồng thời có đặc tính cấu trúc có lợi, cụ thể là diện tích bề mặt riêng và/hoặc thể tích lỗ lớn.

Tốt hơn nếu chế phẩm dạng viên nén là chế phẩm dạng viên nén trên cơ sở canxi và/hoặc magie oxit chứa, ví dụ, canxi, magie hoặc vôi tôi dolomit hoặc dolomit tôi. Trong sản phẩm này, a, b, z, t và u có thể có giá trị bất kỳ nằm trong khoảng từ 0 đến 50%.

Chế phẩm theo sáng chế có thể được tạo ra từ sản phẩm tự nhiên, dù được nung ít hay nhiều, được hydrat hóa ít hay nhiều hoặc không được hydrat hóa, thì chế phẩm luôn chứa ít nhất là 50% khối lượng sản phẩm đã tôi (vôi tôi), cụ thể là, trên cơ sở canxi và/hoặc magie oxit. Chế phẩm này còn có thể được tạo ra từ hỗn hợp của một hoặc nhiều hợp chất canxi hoặc magie. Chế phẩm này có thể chứa nhiều hơn một hợp chất canxi-magie như được mô tả trên đây hoặc sản phẩm hữu cơ hoặc vô cơ bổ sung khác.

Hàm lượng CaCO_3 , MgCO_3 , CaO , MgO , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ và $\text{Mg}(\text{OH})_2$ trong hợp chất canxi-magie có thể được xác định một cách dễ dàng bằng phương pháp thông dụng. Ví dụ, các hàm lượng này có thể được xác định bằng phân tích huỳnh quang tia X, quá trình phân tích này được mô tả trong tiêu chuẩn EN 15309, kết hợp với phương pháp xác định lượng tổn thất khi bốc cháy và phương pháp xác định thể tích CO_2 theo tiêu chuẩn

EN 459-2:2010 E.

Hàm lượng của canxi và magie ở dạng oxit trong chế phẩm, trong hầu hết các trường hợp đơn giản, còn có thể được xác định bằng phương pháp tương tự. Trong các trường hợp phức tạp hơn, ví dụ như chế phẩm chứa các chất phụ gia vô cơ và hữu cơ khác nhau, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này có thể thay đổi các kỹ thuật xác định đặc tính này để xác định hàm lượng tương ứng của canxi và magie ở dạng oxit. Ví dụ, có thể sử dụng, nhưng không chỉ giới hạn ở, phân tích nhiệt-trọng (TGA, thermogravimetric analysis) và/hoặc phân tích nhiệt vi sai (TDA, thermodifferential analysis), tùy ý được thực hiện dưới điều kiện môi trường khí trơ, hoặc có thể sử dụng phân tích nhiễu xạ bột tia X (XRD, X-ray diffraction analysis) kết hợp với phương pháp phân tích bán định lượng Rietvelt.

Cụ thể hơn, để giải quyết vấn đề nêu trên, sáng chế đề xuất chế phẩm như được mô tả trên đây, đặc trưng ở chỗ, chế phẩm này chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie ở dạng hạt, chế phẩm này ở dạng viên nén được tạo ra từ ít nhất một hợp chất canxi-magie dạng hạt được nén và tạo hình, chế phẩm dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ (Shatter Test Index) nhỏ hơn 10%.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là ảnh kính hiển vi điện tử quét SEM (SEM, Scanning Electron Microscopy) ở độ khuếch đại 100 lần, minh họa vôi tôi dạng viên nén được tạo ra theo sáng chế.

Fig.2 là ảnh SEM ở độ khuếch đại 100 lần, minh họa dolomit tôi dạng viên nén được tạo ra theo sáng chế.

Fig.3 là ảnh SEM ở độ khuếch đại 100 lần, minh họa bánh dolomit tôi được tạo ra theo phương pháp đã biết trong lĩnh vực kỹ thuật này.

Fig.4 là ảnh SEM ở độ khuếch đại 100 lần, minh họa đá vôi nung quá nhiệt được tạo ra bởi lò quay.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “viên nén” được dùng để chỉ các hạt mịn hoặc hỗn hợp của các hạt mịn (thường có kích cỡ nhỏ hơn 7mm) mà được nén hoặc được nén ép. Các dạng viên nén này thường có mặt ở dạng viên nén hoặc bánh.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “viên tròn” được dùng để chỉ vật thể được tạo

hình bằng kỹ thuật để nén hoặc nén ép các hạt mịn bằng cách kết hợp vận hành hai pittông (một pittông ở vị trí cao, pittông còn lại ở vị trí thấp) đối với các hạt mịn này được đặt trong khoang. Do đó, thuật ngữ viên nén bao gồm toàn bộ các vật thể được tạo hình thuộc cùng họ bao gồm các viên nén, viên tròn nhỏ hoặc viên nén được nén ép, và các vật thể thường có kích thước ba chiều khác nhau như, ví dụ, hình trụ, bát giác, khối hoặc hình chữ nhật. Kỹ thuật này thường sử dụng thiết bị ép kiểu quay hoặc thiết bị ép thủy lực.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “bánh” được dùng để chỉ vật thể được tạo hình bằng kỹ thuật để nén hoặc nén ép các hạt mịn tạo thành từ bằng cách kết hợp vận hành hai trục tiếp tuyến (thường là các trục hình trụ có khoang để tạo ra khuôn về cơ bản tương ứng với hình dạng và kích thước mong muốn đối với bánh) đối với các hạt mịn này mà các hạt cấp vào sẽ được ép bằng lực được tạo ra từ trục vít. Do đó, thuật ngữ bánh bao gồm toàn bộ các vật thể được tạo hình thuộc cùng họ bao gồm các bánh, viên dạng đá cuội, viên nhỏ hoặc các tấm mỏng nhỏ. Kỹ thuật này thường sử dụng thiết bị ép nén với trục tiếp tuyến.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “chỉ số tỷ lệ vỡ” được dùng để chỉ phần trăm khối lượng của các hạt mịn với kích cỡ nhỏ hơn 10mm được tạo ra sau 4 lần rơi từ độ cao 2m với khối lượng ban đầu của sản phẩm 0,5 kg với kích cỡ lớn hơn 10mm. 4 lần rơi được thực hiện bằng cách sử dụng ống có chiều dài 2 m và đường kính 40 cm với đáy tháo được (vật chứa). Đế của vật chứa là tấm polypropylen với độ dày 3mm. Vật chứa nằm trên nền bê tông.

Chúng ta có thể dễ dàng phân biệt sản phẩm dạng viên nén hoặc dạng bánh theo sáng chế với các sản phẩm dạng đá thu được từ quá trình nung đá vôi hoặc đá dolomit bằng cách xem xét cấu trúc bên trong. Việc quan sát đơn giản bằng mắt thường, bằng kính hiển vi quang học hoặc bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM), các hạt cấu thành sản phẩm dạng viên nén theo sáng chế có thể được quan sát một cách dễ dàng không giống như các sản phẩm dạng đá thu được từ quá trình nung mà có bề mặt đồng nhất trong đó các hạt cấu thành không thể quan sát hoặc phân biệt một cách rõ ràng.

Ngoài ra sản phẩm dạng viên nén theo sáng chế ở dạng viên nén hoặc bánh được phân biệt với các sản phẩm ở dạng bánh và dạng tương tự đã biết hiện nay, cũng bằng cách xem xét cấu trúc bên trong. Sản phẩm dạng viên nén theo sáng chế không có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường hoặc khiếm khuyết lớn, như nứt hoặc rạn

nứt, mà có ảnh hưởng bất lợi đến đặc tính chống rơi vỡ, không giống như các sản phẩm ở dạng bánh và dạng tương tự đã biết ngày nay, mà có các vết rạn nứt với chiều dài từ vài trăm micromet đến vài milimet và chiều rộng từ vài micromet đến vài trăm micromet mà có thể dễ dàng phát hiện bằng cách quan sát đơn giản bằng mắt thường, dưới kính hiển vi quang học hoặc dưới kính hiển vi điện tử quét (SEM).

Chế phẩm theo sáng chế ở dạng sản phẩm nén với đặc tính chống rơi vỡ và đặc tính chống lão hóa cao trong không khí ẩm, mà đặc biệt quan trọng đối với việc sử dụng tiếp theo mà không thể sử dụng được các hạt mịn. Vì thế, chế phẩm theo sáng chế cho phép sử dụng các hạt hợp chất canxi-magie mịn có d_{100} nhỏ hơn hoặc bằng 7mm trong các ứng dụng của hợp chất canxi-magie, mà đã bị cấm sử dụng cho đến nay.

Do đó, ít nhất một hợp chất canxi-magie theo sáng chế được tạo ra từ ít nhất một nguyên liệu là vôi (đã) tôi, vôi dolomit tôi, vôi magie tôi hoặc dolime thu được từ quá trình nung đá vôi tự nhiên hoặc dolomit.

Tạp chất chứa tất cả các chất mà có thể có trong đá vôi tự nhiên và dolomit, như đất sét loại silico-aluminat, silica, tạp chất trên cơ sở sắt hoặc mangan, v.v.

Do đó, chế phẩm theo sáng chế cũng có thể chứa canxi hoặc magie cacbonat như nguyên liệu chưa được nung từ quá trình nung đá vôi tự nhiên hoặc dolomit hoặc các sản phẩm khác từ quá trình tái cấu trúc hóa hợp chất canxi-magie. Sau cùng, chế phẩm này còn có thể chứa canxi hoặc magie hydroxit từ quá trình hydrat hóa (quá trình tôi) hợp chất canxi-magie.

Theo một phương án khác của chế phẩm theo sáng chế, hợp chất canxi-magie được tạo ra một phần hoặc toàn bộ từ quá trình tái chế các sản phẩm phụ, đặc biệt là xỉ có trong công nghiệp sản xuất thép từ thiết bị chuyển hóa. Xỉ này thường có hàm lượng theo khối lượng từ 40 đến 70% của CaO và từ 3 đến 15% của MgO.

Theo một phương án có lợi khác theo sáng chế, ít nhất một hợp chất canxi-magie có tỷ lệ khối lượng sao cho $x + y \geq 60\%$, tốt hơn là $\geq 75\%$, tốt hơn nữa là $\geq 80\%$, và thậm chí tốt hơn nữa là $\geq 90\%$, cụ thể hơn là $\geq 93\%$, hoặc thậm chí là $\geq 95\%$ khối lượng, dựa tính theo tổng khối lượng của ít nhất một hợp chất canxi-magie.

Theo phương án này, ít nhất một hợp chất canxi-magie chứa lượng lớn hợp chất trên cơ sở canxi và/hoặc magie oxit và do đó là hợp chất canxi-magie hoạt hóa.

Theo một phương án có lợi khác, chế phẩm theo sáng chế có hàm lượng tích tụ của canxi và magie ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 40% khối lượng, có lợi nếu $\geq 60\%$

khối lượng, tốt hơn là $\geq 80\%$ khối lượng, cụ thể là $\geq 90\%$ khối lượng, tốt hơn nữa là $\geq 93\%$ khối lượng, hoặc thậm chí bằng 95% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng chế phẩm.

Có lợi nếu chế phẩm dạng viên nén (sau đây, còn gọi là dạng viên nén) có chỉ số tỷ lệ vỡ trong thử nghiệm (Shatter Test Index) nhỏ hơn 8% . Cụ thể hơn, theo sáng chế, dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 6% . Có lợi hơn nếu dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 4% , và thậm chí có lợi hơn nếu dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 3% .

Có lợi nếu chế phẩm theo sáng chế có diện tích bề mặt riêng được xác định bằng phương pháp đo áp suất bằng quá trình hấp phụ nitơ sau khi khử khí trong chân không ở 190°C trong ít nhất là 2 giờ và được tính theo phương pháp BET đa điểm như được mô tả trong tiêu chuẩn ISO 9277:2010E (ISO 9277:2010E Standard), bằng hoặc lớn hơn $0,4\text{ m}^2/\text{g}$, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn $0,6\text{ m}^2/\text{g}$, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn $0,8\text{ m}^2/\text{g}$ và thậm chí tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn $1,0\text{ m}^2/\text{g}$ và cụ thể là bằng hoặc lớn hơn $1,2\text{ m}^2/\text{g}$, mà lớn hơn diện tích bề mặt của các sản phẩm nung kết mà thường có diện tích bề mặt riêng nhỏ hơn hoặc bằng $0,1\text{ m}^2/\text{g}$.

Theo cách này, chế phẩm theo sáng chế có diện tích bề mặt tương đối cao khi so với dạng bánh nung kết trên đây đặc biệt là việc giữ lại các đặc tính về cấu trúc/đặc tính nội tại của hợp chất canxi-magie trước quá trình tạo hình của nó.

Chế phẩm này còn đặc trưng ở chỗ, tổng thể tích lỗ của nó (được xác định bằng phương pháp xác định lưu lượng mao mạch bằng thiết bị Mercury theo Phần 1 của tiêu chuẩn ISO 15901-1:2005E (ISO 15901-1:2005E Standard) mà bao gồm bước phân chia sự khác nhau giữa mật độ khung được xác định ở 30000 psia (207 Mpa , trong đó $1\text{ psia} = 6,895\text{ Kpa}$), và mật độ biểu kiến, được xác định ở $0,51\text{ psia}$ ($3,5\text{ kPa}$), theo mật độ khung) bằng hoặc lớn hơn 20% , tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 25% và thậm chí tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 30% , mà lớn hơn diện tích bề mặt của các sản phẩm nung kết mà thường có tổng thể tích lỗ nhỏ hơn hoặc bằng 10% .

Có lợi nếu, chế phẩm theo sáng chế có tổng thể tích lỗ tương đối cao khi so với chế phẩm dạng bánh nung kết trên đây, đặc biệt là việc giữ lại các đặc tính về cấu trúc/đặc tính nội tại của hợp chất canxi-magie trước khi tạo hình.

Có lợi nếu, chế phẩm này có sự phân bố mật độ đồng nhất trong toàn bộ dạng viên nén. Thực vậy, phương pháp nén theo sáng chế bằng cách sử dụng thiết bị ép đơn

trục sẽ tạo ra dạng viên nén trong đó mật độ về cơ bản là giống nhau theo hướng dọc (cụ thể là, theo hướng dọc trục chuyển dời của mũi đột dập) và dọc theo hướng nằm ngang (cụ thể là, vuông góc với hướng trục chuyển dời của mũi đột dập).

Gradient mật độ thấp có thể xuất hiện theo hướng dọc đặc biệt là khi chỉ một trong số các mũi đột dập trong chuyển động tương đối so với mũi đột dập khác, mật độ cao nhất được xác định là trên mặt bên của trục đột hoạt động, và mật độ thấp nhất được xác định là trên mặt đối diện trong đó mũi đột dập không hoạt động.

Theo sáng chế, dạng viên nén này còn có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20%, tốt hơn là nhỏ hơn 10% sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 1 ở 30°C dưới độ ẩm tương đối 75% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 22,8 g/m³) trong 2 giờ.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “thử nghiệm lão hóa nhanh” được dùng để chỉ sự lão hóa trong 2 giờ được thực hiện trong buồng Weather bắt đầu với 0,5 kg sản phẩm với kích thước bằng hoặc lớn hơn 10mm được bố trí ở dạng lớp đơn trên lưới của nó được bố trí ở vị trí cao hơn chỗ chứa, sao cho sự tiếp xúc giữa sản phẩm và môi trường ẩm là tối ưu, cụ thể là, mỗi trong số các dạng viên nén thành phần của sản phẩm được ngăn cách với dạng viên nén khác ít nhất là 1 cm. Sự tăng về khối lượng trong suốt quá trình lão hóa xác định quá trình hấp thụ nước và do đó, cả quá trình hydrat hóa của chế phẩm.

Chỉ số tỷ lệ vỡ được xác định sau sự lão hóa thu được bắt đầu với tổng lượng sản phẩm, cụ thể thậm chí nếu thử nghiệm lão hóa nhanh được thực hiện với chính các hạt mịn, chúng được đếm (xác định) một cách chính xác trong kết quả cuối cùng. Thử nghiệm lão hóa nhanh có thể được thực hiện dưới các điều kiện về độ ẩm tương đối và nhiệt độ khác nhau – và do đó đối với cả độ ẩm tuyệt đối – để điều chỉnh mật độ của nó. Bốn khoảng cấp độ mật độ từ 1 (thử nghiệm ở chế độ làm việc nhẹ hơn) đến 4 (thử nghiệm ở chế độ làm việc nặng nhất) được sử dụng:

- Cấp độ 1: 30°C và độ ẩm tương đối 75% tương ứng với độ ẩm tuyệt đối 22,8 g/m³;
- Cấp độ 2: 40°C và độ ẩm tương đối 50% tương ứng với độ ẩm tuyệt đối 25,6 g/m³;
- Cấp độ 3: 40°C và độ ẩm tương đối 60% tương ứng với độ ẩm tuyệt đối 30,7 g/m³;
- Cấp độ 4: 40°C và độ ẩm tương đối 70% tương ứng với độ ẩm tuyệt đối 35,8 g/m³.

Có lợi nếu dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20%, tốt hơn là nhỏ hơn 10%, sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 2 ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 50% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 25,6 g/m³) trong 2 giờ.

Có lợi hơn nếu dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20%, tốt hơn là nhỏ hơn 10%, sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 3 ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 60% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 30,7 g/m³) trong 2 giờ.

Thậm chí có lợi hơn nếu dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20%, cụ thể là nhỏ hơn 10%, cụ thể hơn, nhỏ hơn 5% và thậm chí cụ thể nhất nhỏ hơn 3%, sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 4 ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 70% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 35,8 g/m³) trong 2 giờ.

Theo sáng chế, chế phẩm dạng viên nén có thể chứa các chất phụ gia hữu cơ như, ví dụ, chất kết dính hoặc các chất làm trơn khác nhưng nó còn có thể không chứa các chất phụ gia hữu cơ này.

Phần trăm cacbon hữu cơ có mặt trong chế phẩm theo sáng chế có thể được tính bằng sự khác nhau giữa tổng phần trăm cacbon và phần trăm cacbon từ nguồn vô cơ. Phần trăm tổng lượng cacbon, ví dụ, được xác định bằng phân tích carbon/lưu huỳnh (C/S) theo tiêu chuẩn ASTM C25 (1999) (ASTM C25 (1999) Standard) và phần trăm lượng cacbon từ nguồn vô cơ được xác định ví dụ bằng cách định lượng thể tích CO₂ theo tiêu chuẩn EN 459-2:2010 E (EN 459-2:2010 E Standard).

Theo một phương án cụ thể của chế phẩm theo sáng chế, các hạt có cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 7mm, có thể quan sát được bằng kỹ thuật soi kính hiển vi quang học hoặc kỹ thuật soi kính hiển vi điện tử quét và trước khi nén có cỡ hạt d₁₀₀ nhỏ hơn hoặc bằng 7mm, cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 5mm, như ví dụ được xác định bằng cách sàng.

Do đó, chế phẩm theo sáng chế ở dạng viên nén mà đầu tiên thu được từ hỗn hợp mịn của các hạt của hợp chất canxi-magie có d₁₀₀ nhỏ hơn hoặc bằng 7mm và ở giai đoạn cuối chúng có đặc tính chống rơi vỡ và đặc tính chống lão hóa cao trong không khí ẩm, mà đặc biệt quan trọng cho các ứng dụng tiếp theo trong mà không thể sử dụng được các hạt mịn. Do đó, chế phẩm theo sáng chế, như được mô tả trên đây, cho phép, nhưng không chỉ giới hạn ở, việc tận dụng các hạt mịn của hợp chất canxi-magie có d₁₀₀ nhỏ hơn hoặc bằng 7mm, trong các ứng dụng của hợp chất canxi-magie mà bị cấm sử dụng cho đến nay.

Ký hiệu d_x là đường kính theo đơn vịmm, tương ứng với X % theo khối lượng

của các hạt được xác định là nhỏ hơn hoặc bằng.

Theo phương án cụ thể có lợi của sáng chế, các hạt của hợp chất canxi-magie trước khi nén có d_{90} nhỏ hơn hoặc bằng 3mm, cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 2mm.

Cụ thể hơn, các hạt của hợp chất canxi-magie trước khi nén có d_{50} nhỏ hơn hoặc bằng 1mm, cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 500 μ m, và d_{50} bằng hoặc lớn hơn 0,1 μ m, cụ thể là bằng hoặc lớn hơn 0,5 μ m, cụ thể là bằng hoặc lớn hơn 1 μ m.

Theo phương án cụ thể có lợi khác của sáng chế, chế phẩm dạng viên nén thường có hình dạng đồng nhất và chính xác, đặc tính của các sản phẩm từ phương pháp tạo hình các hạt mịn có làm khô, ví dụ được chọn từ nhóm các viên nén hoặc bánh, và có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 và 100mm, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 15mm, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 20mm, và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 70mm, cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 50mm.

Trong bản mô tả này, thuật ngữ “cỡ hạt” của dạng viên nén được dùng để chỉ cỡ hạt mà đi qua sàng hoặc lưới sàng, ví dụ với lỗ sàng vuông.

Trong bản mô tả này, dạng viên nén này có khối lượng trung bình cho mỗi dạng viên nén ít nhất là 1g, tốt hơn nếu ít nhất là 5g, tốt hơn nữa nếu ít nhất là 10g và cụ thể ít nhất là 15g.

Theo một phương án được ưu tiên hơn theo sáng chế, dạng viên nén này có khối lượng trung bình cho mỗi dạng viên nén nhỏ hơn hoặc bằng 200g, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 150g, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 100g và cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 50g.

Có lợi nếu dạng viên nén này có mật độ biểu kiến nằm trong khoảng từ 1,5 và 3, có lợi hơn nếu nằm trong khoảng từ 1,5 và 2,8 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,7 và 2,6.

Theo một phương án có lợi của sáng chế, dạng viên nén này có lỗ xuyên qua.

Theo một phương án có lợi khác, chế phẩm theo sáng chế còn chứa một hoặc một vài oxit trên cơ sở nhôm, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% và tốt hơn là từ 5 đến 20% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, tính theo đương lượng Al_2O_3 như, ví dụ, corundum, boehmit, hoặc nhôm oxit vô định hình.

Theo một phương án có lợi khác, chế phẩm theo sáng chế còn chứa một hoặc một vài hydroxit trên cơ sở nhôm, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% và tốt hơn là từ 5 đến 20% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm tính

theo đương lượng Al_2O_3 , như, ví dụ, boehmit, gibsit hoặc diaspor.

Theo một phương án có lợi, chế phẩm này có thể chứa một hoặc nhiều oxit trên cơ sở silicon, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% và tốt hơn là từ 5 đến 20% khối lượng, dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, tính theo đương lượng SiO_2 , như, ví dụ, silic oxit được xử lý nhiệt hoặc silic oxit kết tủa.

Theo một phương án có lợi, chế phẩm này còn có thể chứa một hoặc nhiều hydroxit trên cơ sở silicon, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30%, và tốt hơn là từ 5 đến 20% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, tính theo đương lượng SiO_2 . Theo phương án khác, chế phẩm theo sáng chế còn chứa một hoặc nhiều oxit trên cơ sở sắt, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% và tốt hơn là từ 5 đến 20% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, tính theo đương lượng Fe_2O_3 , như, ví dụ, hematit, manhetit (oxi sắt từ), hoặc vustit.

Theo phương án khác, chế phẩm theo sáng chế còn chứa một hoặc nhiều hydroxit trên cơ sở sắt, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 30% và tốt hơn là từ 5 đến 20% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, tính theo đương lượng Fe_2O_3 , như, ví dụ, goetit hoặc limonit khác. Theo một phương án khác, chế phẩm theo sáng chế chứa một hoặc nhiều oxit trên cơ sở mangan, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 10% và tốt hơn là từ 1 đến 5% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, tính theo đương lượng MnO , như, ví dụ, pyrolusit hoặc mangan monoxit MnO .

Theo phương án khác nữa, chế phẩm theo sáng chế chứa một hoặc nhiều hydroxit trên cơ sở mangan, cụ thể là với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 10% và tốt hơn là từ 1 đến 5% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của chế phẩm tính theo đương lượng MnO .

Theo một phương án được ưu tiên, dạng viên nén ở dạng viên nén.

Hình dạng sản phẩm dạng viên nén này dễ dàng phân biệt với hình dạng của hợp chất canxi-magie ở dạng đá thu được theo cách thông thường sau khi nung đá vôi hoặc vôi dolomit.

Theo phương án khác, chế phẩm theo sáng chế là như được mô tả trong yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế còn đề cập đến vật liệu composít chứa một số lớp liên tiếp để tạo ra cấu trúc đa lớp trong đó ít nhất một lớp được tạo ra bằng sản phẩm dạng viên nén với thành

phần theo sáng chế.

Theo phương án khác, vật liệu compozit theo sáng chế là như được mô tả trong yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất chế phẩm ở dạng viên nén bao gồm các bước liên tiếp theo thứ tự sau:

a) tạo ra chế phẩm hạt chứa ít nhất là các hạt của ít nhất một hợp chất canxi-magie có công thức $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3.x\text{CaO}.y\text{MgO}.z\text{Ca}(\text{OH})_2.t\text{Mg}(\text{OH})_2.u\text{I}$, trong đó I là tạp chất, mỗi a, b, z, t và u là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 50\%$, mỗi x và y là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 100\%$, với $x + y \geq 50\%$ khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của hợp chất canxi-magie trong không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập có thiết diện nằm trong khoảng từ 1 và 40 cm^2 , có lợi nếu nằm trong khoảng từ 1 và 20 cm^2 , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 và 10 cm^2 , cụ thể là nằm trong khoảng từ 2 và 10 cm^2 ,

b) nén các hạt này để tạo ra sản phẩm dạng viên nén có hình dạng ba chiều, bằng cách sử dụng áp lực nén nằm trong khoảng từ 200 MPa và 700 MPa, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 250 MPa và 500 MPa, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 300 và 500 MPa, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 375 và 490 MPa,

c) giải phóng áp lực nén, và

d) thu hồi sản phẩm dạng viên nén này.

Có lợi nếu trước bước cấp, phương pháp này bao gồm bước trộn các hạt để tạo ra chế phẩm hạt đồng nhất trong đó các hạt được phân bố đồng nhất trong chế phẩm hạt này để đảm bảo độ ổn định cao cho phương pháp và do đó chất lượng tốt cho dạng viên nén.

Chế phẩm hạt theo sáng chế có thể chứa, tuy nhiên thành phần này có thể không nhất thiết phải có mặt, các chất phụ gia có bản chất hữu cơ (chất phụ gia hữu cơ) như, ví dụ, chất kết dính thông dụng hoặc chất làm trơn, hoặc có bản chất vô cơ như, ví dụ, oxit hoặc hydroxit trên cơ sở nhôm, cụ thể là với lượng từ 1 đến 30% và tốt hơn là từ 5 đến 20% tính theo đương lượng Al_2O_3 , trên cơ sở silic, cụ thể là với lượng từ 1 đến 30% và tốt hơn là 5 đến 20% tính theo đương lượng SiO_2 , trên cơ sở sắt, cụ thể là với lượng từ 1 đến 30% và tốt hơn là 5 đến 20% tính theo đương lượng Fe_2O_3 , trên cơ sở mangan cụ thể là với lượng từ 1 đến 10% và tốt hơn là 1 đến 5% tính theo đương lượng MnO, hoặc các chất phụ gia vô cơ khác với độ cứng bằng hoặc lớn hơn 5 trên thang độ cứng Mohs, đặc trưng ở chỗ, các hạt của chúng có cỡ hạt d_{100} nhỏ hơn hoặc bằng 200 μm , tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 150 μm và tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 100 μm .

Có lợi nếu bước tạo ra chế phẩm hạt này được kiểm soát và xảy ra theo cách mà luôn có một lượng giống nhau của chế phẩm được đặt trong không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập.

Theo phương án khác của sáng chế, không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập được bôi trơn trước bằng bước bôi trơn trong đó chất bôi trơn ở dạng bột, như, ví dụ, canxi hoặc magie stearat, được tích tụ trên bề mặt của không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập, chất bôi trơn ở dạng bột này được nén với các hạt của chế phẩm hạt và có lợi nếu nằm trong khoảng từ 0,01 và 0,3% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,02 và 0,1% khối lượng dựa tính theo tổng khối lượng của sản phẩm dạng viên nén. Do đó, phương án này có thể sử dụng quá trình bôi trơn bên ngoài, cụ thể là, quá trình bôi trơn mũi đột dập và khuôn, mà kinh tế hơn so với quá trình bôi trơn bên trong, mà bao gồm bổ sung chất bôi trơn một cách trực tiếp vào trong chế phẩm cần được nén và mà thường cần dùng đến 0,25% đến 1% khối lượng chất bôi trơn. Ngoài ra, điều này giúp tránh việc bổ sung các hợp chất khác vào trong chế phẩm cần được nén, nhờ đó ngăn ngừa được sự biến chất.

Phương pháp này cho phép tạo ra dạng viên nén trên cơ sở một hoặc nhiều hợp chất canxi-magie có đặc tính chống rơi vỡ rất tốt và đặc tính chống lại sự lão hóa tốt.

Tuy nhiên, bằng cách xem xét cấu trúc bên trong, dạng viên nén này thu được từ phương pháp theo sáng chế được phân biệt với các sản phẩm đã biết hiện nay như, ví dụ, dạng đóng bánh mà được tạo ra từ phương pháp tạo hình bằng cách sử dụng thiết bị nén có trục. Dạng viên nén theo sáng chế không có khiếm khuyết lớn như nứt, rạn nứt hoặc mặt nứt chẻ không giống như các sản phẩm ở dạng bánh và dạng khác đã biết hiện nay mà chứa vết rạn nứt có chiều dài từ vài trăm micromet đến vài milimet và chiều rộng từ vài micromet đến vài trăm micromet mà có thể dễ dàng phát hiện bằng cách quan sát đơn thuần bằng mắt thường, bằng kính hiển vi quang học hoặc bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM).

Theo một phương án, thiết bị nén ép kiểu quay được sử dụng để thực hiện quá trình nén ép, nhưng thường, thiết bị nén ép này có thể là thiết bị nén ép bất kỳ, ví dụ, thiết bị nén ép thủy lực còn có thể được sử dụng. Về nguyên tắc, thiết bị nén ép này chứa khuôn bên trong mà có thể đi qua một hoặc hai mũi đột dập, các chi tiết này tạo ra không gian hạn chế trên đây trong đó chế phẩm được đặt trong đó để nén.

Sự hoạt động của mũi đột dập sẽ tạo ra lực nén ép cần thiết để tạo ra dạng viên

nén. Lực nén ép này có thể bao gồm bước tạo ra cho chế phẩm áp lực nén xác định, mà tương ứng với thể tích nhất định của không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập và do đó tương ứng với vị trí nhất định của mũi đột dập, và tùy ý duy trì vị trí của mũi đột dập này trong khoảng thời gian xác định mà có thể nằm trong khoảng lên đến năm mươi mili giây (mili giây), đồng thời lưu ý rằng việc duy trì vị trí này trong khoảng thời gian dài hơn không gây bất lợi, nhưng cũng không tạo ra bất kỳ lợi ích bổ sung nào khác.

Thiết bị nén ép kiểu quay bằng mũi đột dập vận hành ở áp lực nén cao. Về nguyên tắc, thiết bị nén ép này chứa bộ xoay có khoang tạo ra khuôn mà có thể đi qua một hoặc hai mũi đột dập, các chi tiết này tạo ra không gian hạn chế trong đó chế phẩm được đặt trong đó để nén.

Hình dạng và quá trình vận hành của thiết bị nén ép kiểu quay giúp truyền lực tốt hơn đến sản phẩm cần được nén, mà tạo ra sự đồng nhất tốt hơn về sự phân bố mật độ trong dạng viên nén và do đó tạo ra độ bền cơ học tốt hơn và ít gây khiếm khuyết về cấu trúc.

Ngoài ra, việc sử dụng mép nén ép kiểu quay để tạo ra các sản phẩm được nén trên cơ sở canxi-magie oxit còn giúp kiểm soát tốt hơn động học và chuyển động học của quá trình nén với khả năng đóng gói lại và/hoặc nén lại mà giúp nén chặt bột hơn và loại bỏ không khí, nhờ đó ngăn ngừa sự tạo ra các khiếm khuyết như bị phủ bởi đất đá hoặc rạn nứt.

Có lợi nếu trong phương pháp theo sáng chế, sản phẩm dạng viên nén thu hồi sau đó được xử lý nhiệt nằm trong khoảng từ 700°C và 1200°C trong khoảng thời gian xác định trước nằm trong khoảng từ 1 và 90 phút, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 5 phút và nhỏ hơn hoặc bằng 60 phút, cụ thể hơn bằng hoặc lớn hơn 10 phút và nhỏ hơn hoặc bằng 30 phút.

Có lợi nếu quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ lớn hơn 800°C, có lợi nếu lớn hơn 900°C, và thấp hơn 1100°C, tốt hơn là thấp hơn 1000°C.

Theo một phương án cụ thể, quá trình xử lý nhiệt còn bao gồm bước tăng nhiệt độ và giảm đều ngắn nhất có thể sao cho năng suất của quá trình xử lý nhiệt là tối ưu.

Phương pháp này cho phép tạo ra dạng viên nén trên cơ sở một hoặc nhiều hợp chất canxi-magie có đặc tính chống rơi vỡ và đặc tính chống lại sự lão hóa rất tốt.

Theo một phương án, lò sấy nằm ngang như, ví dụ, hầm sấy, lò sấy với ống dẫn, lò sấy kiểu trục lăn hoặc lò sấy kiểu lưới khác được sử dụng để thực hiện quá trình xử lý

nhệt. Ngoài ra, thiết bị sấy thông dụng bất kỳ, nhưng không làm thay đổi tính nguyên vẹn của dạng viên nén, ví dụ do sự mài mòn quá lớn, có thể được sử dụng.

Theo phương án khác nữa, phương pháp theo sáng chế còn bao gồm bước xử lý bề mặt sản phẩm dạng viên nén thu hồi này, tùy ý sau quá trình xử lý nhiệt nếu được thực hiện, ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 50°C , tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 100°C , tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 150°C và nhỏ hơn hoặc bằng 700°C , có lợi nếu nhỏ hơn hoặc bằng 500°C , tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 400°C , cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 300°C , có lợi nếu nhỏ hơn hoặc bằng 250°C , trong khoảng thời gian nằm trong khoảng bằng hoặc lớn hơn 5 phút, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 10 phút, và nhỏ hơn hoặc bằng 60 phút, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 30 phút dưới dòng khí chứa CO_2 và hơi nước.

Có lợi nếu dòng khí chứa nồng độ hơi nước bằng hoặc lớn hơn 5% thể tích và nhỏ hơn hoặc bằng 25% thể tích, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 15% thể tích.

Tốt hơn là dòng khí chứa nồng độ CO_2 trong dòng khí này bằng hoặc lớn hơn 5% thể tích, tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 10% thể tích, và nhỏ hơn hoặc bằng 40% thể tích, tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 25% thể tích.

Cụ thể hơn, dòng khí được sử dụng được tạo ra từ khí từ quá trình đốt cháy, ví dụ từ lò nung vôi truyền thống.

Bằng cách sử dụng phương pháp này có thể tạo ra dạng viên nén trên cơ sở một hoặc nhiều hợp chất canxi-magie có đặc tính chống rơi vỡ và đặc tính chống lại sự lão hóa rất tốt.

Theo một phương án, bình phản ứng kiểu dòng ngược chiều thẳng đứng được nạp bằng nguyên liệu dạng viên nén thông qua đỉnh và bằng khí thông qua đáy được sử dụng để thực hiện quá trình xử lý bề mặt trên đây.

Có lợi nếu việc tăng nhiệt độ của dạng viên nén có thể một cách trực tiếp được thực hiện bằng cách phun cấp khí có nhiệt độ cao hoặc được gia nhiệt trước, đặc biệt đối với trường hợp, ví dụ, khí thu được từ quá trình đốt cháy.

Mặc dù có thể không cần thiết, tuy nhiên các lợi ích về mặt kinh tế, môi trường và hoạt tính kéo dài là lý do để thực hiện việc xử lý bề mặt này bằng khí từ quá trình đốt cháy hơn là bằng khí tổng hợp chứa cacbon dioxit và hơi nước.

Theo một phương án khác, sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu composit chứa một số lớp liên tiếp theo lớp để tạo ra cấu trúc đa lớp trong đó ít nhất một lớp được tạo ra bằng sản phẩm dạng viên nén từ chế phẩm bằng phương pháp theo sáng

chế và còn bao gồm bước nén bổ sung khác để nén ít nhất một lớp của sản phẩm dạng viên nén và lớp nén khác.

Theo phương án khác, phương pháp theo sáng chế được mô tả trong yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế còn mô tả việc sử dụng vật liệu composit theo sáng chế hoặc được tạo ra phương pháp theo sáng chế trong gia công thép, cụ thể là trong thiết bị chuyển hóa oxy hoặc trong lò hồ quang điện, trong xử lý của khí thải, trong xử lý nước, trong xử lý nước và bùn cặn thải, trong nông nghiệp, công nghiệp xây dựng và gia dụng như, ví dụ, trong gia cố đất.

Dạng sử dụng khác theo sáng chế được mô tả trong yêu cầu bảo hộ.

Các dấu hiệu, chi tiết và lợi ích của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng với phần mô tả các ví dụ minh họa sau đây, tuy nhiên sáng chế không bị coi là giới hạn chỉ ở các ví dụ này.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 - Viên tòi dạng viên nén

Thiết bị nén ép kiểu quay Eurotab loại Mercury được sử dụng. Bắt đầu với khoảng 30 kg của các hạt viên tòi mịn có kích cỡ 0-3mm, 9g của các hạt mịn này lần lượt được đổ vào trong mỗi khuôn của thiết bị có dạng hình trụ và với đường kính 20mm. Quá trình nén ép được thực hiện dưới lực nén ép 400 MPa, với tốc độ đóng của mũi đột dập 105mm/s và thời gian duy trì là 136mili giây.

Vài kg của mỗi dạng viên nén hình trụ có khối lượng 9g và kích thước (đường kính) là 20,4mm được tạo ra. Chiều cao là 13,0mm và mật độ là 2,1. Các dạng viên nén này có chất lượng đồng đều và không có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường, như được mô tả trong Fig.1 minh họa cho ảnh thu được bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM). Chúng bao gồm các hạt được sắp xếp gần nhau cạnh mỗi hạt khác.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET (như được xác định bằng phương pháp đo áp suất quá trình hấp phụ nitơ sau khi khử khí trong chân không ở 190°C trong ít nhất là 2 giờ và được tính theo phương pháp BET đa điểm như được mô tả trong tiêu chuẩn ISO 9277:2010E (ISO 9277:2010E standard)) đến 1,6 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân là 35% (như được xác định bằng phương pháp xác định lưu lượng mao mạch bằng cách bổ sung thủy ngân theo phần 1 của tiêu chuẩn ISO 15901-1:2005E (ISO 15901-1:2005E standard) mà bao gồm

bước phân chia sự khác nhau giữa mật độ khung, được xác định ở 30,000 psia, và mật độ biểu kiến, được xác định ở 0,51 psia, theo mật độ khung).

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm, được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 2,0% được xác định.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ còn được thực hiện bắt đầu với 10 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 3,2% được xác định. Ngoài ra 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 1 trong 2 giờ ở 30°C dưới độ ẩm tương đối 75% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 22,8 g/m³). Điều này làm tăng 1,9% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 10,2% được xác định mà còn bao gồm cả các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra bằng thử nghiệm lão hóa.

Ví dụ 2 - Dạng viên nén của vôi dolomit đã tôi hoặc nung

Thiết bị nén ép kiểu quay Eurotab loại Mercury được sử dụng. Bắt đầu với khoảng 30 kg của các hạt mịn của vôi dolomit đã tôi có kích cỡ 0-3mm, 9g của các hạt mịn này lần lượt được đổ vào trong mỗi khuôn của thiết bị có dạng hình trụ và đường kính 20mm. Quá trình nén ép được thực hiện dưới áp lực (lực ép) 400 MPa, với tốc độ đóng của mũi đột dập 105mm/s và thời gian duy trì là 136mili giây.

Vài kg của mỗi dạng viên nén có khối lượng 9g và kích thước (đường kính) 20,4mm được tạo ra. Chiều cao là 13,0mm và mật độ là 2,1. Các dạng viên nén này có chất lượng đồng nhất và không có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường, như được mô tả trong Fig.2 minh họa cho ảnh thu được bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM). Chúng bao gồm các hạt được sắp xếp gần nhau.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 3,6 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 36%.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn

10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 2,2% được xác định.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ còn được thực hiện bắt đầu với 10 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 3,0% được xác định. Ngoài ra 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 4 trong 2 giờ ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 70% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 35,8 g/m³). Điều này làm tăng 2,1% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 17,9% được xác định.

Ngoài ra, 10kg của các dạng viên nén này được phân bố trên bề mặt 0,2m² được cho qua thử nghiệm lão hóa trong 7h ở 25°C dưới độ ẩm tương đối 94% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 21,6g/m³). Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 10kg của dạng viên nén được lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 18,5% được xác định.

Ví dụ 3- Dạng viên nén của vôi tôi và vôi dolomit

Thiết bị nén ép kiểu quay Eurotab loại Mercury được sử dụng. Bắt đầu với khoảng 30 kg của hỗn hợp bao gồm 50% của các hạt vôi tôi mịn có kích cỡ 0-3mm và 50% của các hạt mịn của vôi dolomit đã tôi có kích cỡ 0-3mm, 9g của hỗn hợp này lần lượt được đổ vào trong mỗi khuôn của thiết bị có dạng hình trụ và đường kính 20mm. Quá trình nén ép được thực hiện dưới áp lực 400 MPa, với tốc độ đóng của mũi đột đập 105mm/s và thời gian duy trì là 136mili giây.

Vài kg của mỗi dạng viên nén có khối lượng 9g và kích thước (đường kính) 20,4mm được tạo ra. Chiều cao là 13,0mm và mật độ 2,1. Các dạng viên nén này có chất lượng đồng nhất và không có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 2,4 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 36%.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn

10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 1,9% được xác định.

Ngoài ra, 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 2 trong 2 giờ ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 50% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 26,6 g/m³). Điều này làm tăng 2,3% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 18,6% được xác định.

Ví dụ 4 - Vôi tôi dạng viên nén

Thiết bị nén ép kiểu quay Eurotab loại Titan được sử dụng. Bắt đầu với khoảng 30 kg của các hạt vôi tôi mịn có kích cỡ 0-3mm, 23g của các hạt mịn này lần lượt được đổ vào trong mỗi khuôn của thiết bị có dạng hình trụ và đường kính 26mm. Quá trình nén ép được thực hiện dưới áp lực 400 Mpa, với tốc độ đóng của mũi đột dập 128mm/s và thời gian duy trì là 80mili giây.

Vài kg của dạng viên nén được tạo ra, mỗi dạng viên nén thu được có khối lượng 23g và kích thước (đường kính) 26,2mm. Chiều cao là 23,3mm và mật độ 2,1.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 1,6 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 34%.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 2,3% được xác định.

Ngoài ra, 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 1 trong 2 giờ ở 30°C dưới độ ẩm tương đối 75% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 22,8 g/m³). Điều này làm tăng 1,9% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 8,7% được tạo ra, mà còn bao gồm cả các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra bằng thử nghiệm lão hóa.

Ví dụ 5 -Vôi tôi dạng viên nén chứa 10% Fe₂O₃

Thiết bị khuấy trộn bột Gericke GCM450 được sử dụng có dung tích 10 dm³, được lắp bộ cánh khuấy tiêu chuẩn có bán kính 7 cm, được sử dụng để khuấy ở 350 vòng quay mỗi phút (cụ thể là, 2,6 m/s). Thiết bị khuấy trộn này được sử dụng ở chế độ liên tục để điều chế hỗn hợp bao gồm 90% khối lượng các hạt vôi tôi mịn có kích cỡ 0-3mm và 10% khối lượng bột quặng sắt được làm khô trước Northland có kích cỡ 0-50µm (hàm lượng nước 0,5% khối lượng). Tổng tốc độ dòng bột là 300 kg/h và thời gian lưu giữ là 3,5 s. Hỗn hợp được tạo ra là rất đồng đều. Điều này có nghĩa là hàm lượng Fe₂O₃ trong các mẫu khác nhau có cùng khối lượng 10g thu được từ hỗn hợp cuối luôn nằm trong khoảng từ 9 và 11% (một cách tương đối, +/- 10%).

Thiết bị nén ép kiểu quay Eurotab loại Titan được sử dụng mà ngoài ra còn được lắp bằng hệ bôi trơn bên ngoài, sau bước nạp liệu, 0,02% khối lượng bột canxi stearat trên cơ sở khối lượng mỗi dạng viên nén tích tụ trên bề mặt mỗi khoang. Bắt đầu với khoảng 30 kg của hỗn hợp, 9,4g của hỗn hợp này lần lượt được đổ vào trong mỗi khuôn của thiết bị có dạng hình trụ và đường kính 20mm. Quá trình nén ép được thực hiện dưới áp lực 450 MPa, với tốc độ đóng của mũi đột dập 204mm/s và thời gian duy trì là 70 mili giây.

Vài kg của mỗi dạng viên nén có khối lượng 9,4g và kích thước (đường kính) 20,2mm được tạo ra. Chiều cao là 13,0mm và mật độ 2,2. Các dạng viên nén này có chất lượng đồng nhất và không có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 1,4 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 34%.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 2,9% được xác định.

Ví dụ 6 - Vôi tôi dạng viên nén chứa 10% Fe₂O₃

Bắt đầu với hỗn hợp tương tự như hỗn hợp được điều chế trong Ví dụ 5, thiết bị nén ép kiểu quay Eurotab loại Titan được sử dụng. 24g của hỗn hợp lần lượt được đổ vào trong mỗi khuôn của thiết bị có dạng hình trụ và đường kính 26mm. Quá trình nén ép được thực hiện dưới áp lực 450 MPa, với tốc độ đóng của mũi đột dập 128mm/s và thời gian duy trì là 80 mili giây.

Vài kg của mỗi dạng viên nén hình trụ có khối lượng 24g và kích thước (đường

kính) 26,2mm được tạo ra. Chiều cao là 20,2mm và mật độ 2,2.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến $1,6 \text{ m}^2/\text{g}$ và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 36%.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 2,7% được xác định.

Ngoài ra, 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 1 trong 2 giờ ở 30°C dưới độ ẩm tương đối 75% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối $22,8 \text{ g/m}^3$). Điều này làm tăng 1,9% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 8,1% được xác định mà còn bao gồm cả các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra bằng thử nghiệm lão hóa.

Ví dụ 7 - Vôi tôi dạng viên nén (có xử lý nhiệt)

Bắt đầu với vôi tôi dạng viên nén của Ví dụ 1, 1 kg của các dạng viên nén này được đặt vào trong lò điện đốt nóng và quá trình xử lý nhiệt ở 900°C được thực hiện trong 20 phút.

Sau khi làm mát dạng viên nén, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 0,9% được xác định.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến $1,2 \text{ m}^2/\text{g}$ và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 39%.

Ngoài ra, 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 4 trong 2 giờ ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 70% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối $35,8 \text{ g/m}^3$). Điều này làm tăng 4,2% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 2,5% được xác định.

Ví dụ 8 - Vôi dolomit đã tôi dạng viên nén (có xử lý nhiệt)

Bắt đầu với vôi dolomit đã tôi dạng viên nén của Ví dụ 2, 1 kg của các dạng viên nén này được đặt vào trong lò điện đốt nóng và quá trình xử lý nhiệt ở 900°C được thực hiện trong 20 phút.

Sau khi làm mát dạng viên nén, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 1,0% được xác định.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 2,8 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 40%.

Ngoài ra, 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 4 trong 2h ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 70% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 35,8 g/m³). Điều này làm tăng 1,7% khối lượng của các dạng viên nén này. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 1,7% được xác định.

Ví dụ 9 - Vôi tôi dạng viên nén (có xử lý bề mặt)

Bắt đầu với dạng viên nén của vôi tôi của Ví dụ 1, 1kg của các dạng viên nén này được đặt vào trong lò điện đốt nóng và quá trình xử lý bề mặt được thực hiện trong 30 phút ở 200°C dưới tốc độ dòng 20 dm³/phút của khí chứa 70% thể tích của không khí, 20% thể tích của CO₂ và 10% thể tích của hơi nước.

Sau khi làm mát dạng viên nén, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các dạng viên nén này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 1,2% được xác định.

Các dạng viên nén này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 1,6 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 35%.

Ngoài ra, 0,5 kg của các dạng viên nén này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 4 trong 2h ở 40°C dưới độ ẩm tương đối 70% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 35,8 g/m³). Điều này làm tăng khối lượng của các dạng viên nén này lên 1,2%. Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của dạng viên nén đã lão hóa

này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 1,5% được xác định.

Ví dụ so sánh 1 - Bánh vôi dolomit đã tôi

Thiết bị nén ép công nghiệp với trục ép loại Sahut-Conreur được sử dụng. Bắt đầu với vài tấn vôi dolomit các hạt mịn có kích cỡ 0-3mm mà được bổ sung 0,25% canxi stearat, các hạt mịn này được nén ép thông qua vít cấp liệu trong khoảng không giữa 2 trục ép. Bánh được sản xuất có kích cỡ khoảng 20 cm³ được tạo ra dưới áp lực tuyến tính khoảng 100kN/cm. Mỗi dạng đóng bánh có khối lượng khoảng 40-45g và mật độ là 2,2. Các bánh này có chất lượng rất không đồng đều và chúng có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường như nứt và rạn nứt như được mô tả bằng Fig.3 minh họa cho ảnh thu được bằng SEM. Chúng có mặt nứt chẻ mà có thể quan sát bằng mắt thường và đôi khi bị vỡ thành các mảnh nhỏ.

Các bánh này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 3,6 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 34%.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các bánh này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 13,9% được xác định.

Thử nghiệm tỷ lệ vỡ còn được thực hiện bắt đầu với 10 kg của các bánh này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 13,2% được xác định. Ngoài ra 0,5 kg của các bánh này được cho qua thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 1 trong 2 giờ ở 30°C dưới độ ẩm tương đối 75% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 22,8 g/m³). Điều này làm tăng 1,8% khối lượng của các bánh này.

Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của bánh đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 50% được xác định.

Ngoài ra 10 kg của các bánh này được phân bố trên bề mặt 0,2 m² được cho qua thử nghiệm lão hóa trong 7h ở 25°C dưới độ ẩm tương đối 94% (cụ thể là, độ ẩm tuyệt đối 21,6 g/m³). Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 10 kg của bánh đã lão hóa này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn

nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 60% được xác định.

Ví dụ so sánh 2 - Bánh vôi dolomit đã tôi

Bắt đầu với bánh vôi dolomit đã tôi từ Ví dụ so sánh 1, 1 kg của các bánh này được đặt vào trong lò điện đốt nóng và quá trình xử lý nhiệt ở 1000°C được thực hiện trong 20 phút.

Sau khi làm mát dạng đóng bánh, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các bánh này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 10,6% được xác định.

Các bánh này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 2,6 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 35%.

Ví dụ so sánh 3 - Bánh vôi dolomit đã tôi

Bắt đầu với bánh vôi dolomit đã tôi từ Ví dụ so sánh 1, 1 kg của các bánh này được đặt vào trong lò điện đốt nóng và quá trình xử lý nhiệt trong 2 giờ ở 1300°C được thực hiện.

Sau khi làm mát dạng đóng bánh, Sau đó, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5kg của các bánh này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 6% được xác định.

Các bánh này phát triển diện tích bề mặt riêng BET đến 0,3 m²/g và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 18%.

Ví dụ so sánh 4 - Đá vôi nung quá nhiệt từ lò quay

Đá vôi nung quá nhiệt từ lò quay được sử dụng, thu được từ nguyên liệu ban đầu đá vôi có kích thước 10-40mm. Sau đó, đá vôi được tạo ra ở nhiệt độ khoảng 1200-1300°C với thời gian lưu giữ là của 5-6 giờ.

Đá vôi này có chất lượng đồng đều và không có khiếm khuyết thấy được bằng mắt thường như được mô tả trong Fig.4 minh họa cho ảnh thu được bằng kỹ thuật soi kính hiển vi điện tử quét (SEM). Trong ảnh này, bề mặt đồng nhất được quan sát trong đó không thể phân biệt các hạt cấu thành của đá vôi nung quá nhiệt.

Ví dụ so sánh 5 - Bánh vôi dolomit đã tôi

Bắt đầu với bánh vôi dolomit đã tôi từ Ví dụ so sánh 1, 1 kg của các bánh này

được đặt vào trong lò điện đốt nóng và quá trình xử lý nhiệt ở 1400°C được thực hiện trong 4 giờ.

Sau khi làm mát dạng đóng bánh, thử nghiệm tỷ lệ vỡ được thực hiện bắt đầu với 0,5 kg của các bánh này bằng cách lần lượt thực hiện 4 lần rơi từ độ cao 2m. Lượng các hạt mịn nhỏ hơn 10mm được tạo ra ở thời điểm cuối của 4 lần rơi được cân. Chỉ số tỷ lệ vỡ 3,6% được xác định.

Các bánh này phát triển diện tích bề mặt riêng BET nhỏ hơn $0,2\text{m}^2/\text{g}$ và có tổng thể tích lỗ rỗng được lấp đầy thủy ngân 13%.

Rõ ràng là sáng chế không bị giới hạn chỉ ở các phương án đã được mô tả trên đây và có thể thực hiện các biến đổi đối với các phương án này mà không nằm ngoài phạm vi của yêu cầu bảo hộ sau đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dùng trong gia công thép chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie có công thức $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3.x\text{CaO}.y\text{MgO}.z\text{Ca}(\text{OH})_2.t\text{Mg}(\text{OH})_2.u\text{I}$, trong đó I là tạp chất, mỗi a, b, z, t và u là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 50\%$, mỗi x và y là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 100\%$, với $x + y \geq 60\%$ khối lượng tính theo tổng khối lượng của ít nhất một hợp chất canxi-magie, ít nhất một hợp chất canxi-magie này ở dạng hạt; chế phẩm này có hàm lượng canxi và magie tích tụ ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 60% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm, và chế phẩm này ở dạng viên nén, mỗi viên nén này được tạo ra từ các hợp chất canxi-magie dạng hạt được nén và tạo hình, khác biệt ở chỗ, chế phẩm này chỉ chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie và một hoặc một vài oxit hoặc hydroxit được chọn từ nhóm chỉ bao gồm các oxit và hydroxit trên cơ sở nhôm, sắt và mangan, chế phẩm này chứa oxit hoặc hydroxit của nhôm với lượng từ 1% đến 30% khối lượng tính theo đương lượng Al_2O_3 , oxit hoặc hydroxit của sắt với lượng từ 1% đến 30% khối lượng tính theo đương lượng Fe_2O_3 , hoặc oxit hoặc hydroxit của mangan với lượng từ 1% đến 10% khối lượng tính theo đương lượng MnO , và trong đó các viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ (Shatter Test Index) nhỏ hơn 10%.
2. Chế phẩm theo điểm 1, trong đó ít nhất một hợp chất canxi-magie có tỷ lệ khối lượng sao cho $x + y \geq 75\%$ khối lượng, tính theo tổng khối lượng của ít nhất một hợp chất canxi-magie.
3. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 8%.
4. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó hàm lượng canxi và magie tích tụ ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 80% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm.
5. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này có diện tích bề mặt riêng, được xác định bằng phương pháp đo áp suất quá trình hấp phụ nitơ sau khi khử khí trong điều kiện chân không ở 190°C trong ít nhất là 2 giờ và được tính theo phương pháp BET đa điểm như được mô tả trong tiêu chuẩn ISO 9277:2010E, bằng hoặc lớn hơn $0,4 \text{ m}^2/\text{g}$.
6. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này có tổng thể tích lỗ rỗng, được xác định bởi độ xốp theo phương pháp xâm nhập thủy ngân nêu trong Phần 1 của tiêu chuẩn ISO 15901-1:2005E, bằng hoặc lớn hơn 20%.

7. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20% sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 1 ở 30°C dưới điều kiện độ ẩm tương đối 75% trong 2 giờ.
8. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20% sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 2 ở 40°C dưới điều kiện độ ẩm tương đối 50% trong 2 giờ.
9. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20% sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 3 ở 40°C dưới điều kiện độ ẩm tương đối 60% trong 2 giờ.
10. Chế phẩm điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này có chỉ số tỷ lệ vỡ nhỏ hơn 20% sau thử nghiệm lão hóa nhanh cấp độ 4 ở 40°C dưới điều kiện độ ẩm tương đối 70% trong 2 giờ.
11. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này còn chứa chất phụ gia hữu cơ.
12. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó các hạt có cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 7mm quan sát được bằng kỹ thuật soi kính hiển vi quang học hoặc bằng kỹ thuật soi kính hiển vi điện tử quét, và trước khi nén có cỡ hạt d_{100} nhỏ hơn hoặc bằng 7mm.
13. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó các hạt của ít nhất một hợp chất canxi-magie trước khi nén có d_{90} nhỏ hơn hoặc bằng 3mm.
14. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó các hạt của ít nhất một hợp chất canxi-magie trước khi nén có d_{50} nhỏ hơn hoặc bằng 1mm.
15. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén có hình dạng đồng nhất và đồng đều, có đặc tính của sản phẩm thu được từ phương pháp tạo hình các hạt mịn bằng cách sấy khô, và có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10mm và 100mm.
16. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén có khối lượng trung bình đối với mỗi viên nén ít nhất là 1g.
17. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén có khối lượng trung bình cho mỗi viên nén nhỏ hơn hoặc bằng 200g.
18. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén có mặt

độ biểu kiến nằm trong khoảng từ 1,5 đến 3.

19. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén có lỗ xuyên qua.

20. Chế phẩm theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chế phẩm này ở dạng viên nén không có khiếm khuyết lớn trên cơ sở của việc quan sát đơn giản bằng mắt thường, quan sát dưới kính hiển vi quang học hoặc quan sát bằng kính hiển vi điện tử quét.

21. Chế phẩm theo điểm 11, trong đó chất phụ gia hữu cơ là chất kết dính hoặc chất bôi trơn.

22. Chế phẩm theo điểm 15, trong đó hình dạng đồng nhất và đồng đều được chọn từ nhóm bao gồm viên nhỏ dạng trụ tròn, viên tròn, viên ép, bánh, tấm nhỏ, viên hình đá cuội hoặc có dạng “bánh xà phòng nhỏ”.

23. Vật liệu composit chứa nhiều lớp liên tiếp để tạo ra cấu trúc đa lớp, trong đó ít nhất một lớp được tạo ra từ chế phẩm dạng viên nén theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên.

24. Phương pháp sản xuất chế phẩm dạng viên nén bao gồm các bước:

a) tạo ra chế phẩm dạng hạt chỉ chứa ít nhất là các hạt chứa ít nhất một hợp chất canxi-magie có công thức $a\text{CaCO}_3.b\text{MgCO}_3.x\text{CaO}.y\text{MgO}.z\text{Ca}(\text{OH})_2.t\text{Mg}(\text{OH})_2.u\text{I}$, trong đó I là tạp chất, mỗi a, b, z, t và u là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 50\%$, mỗi x và y là tỷ lệ khối lượng có giá trị ≥ 0 và $\leq 100\%$, với $x + y \geq 60\%$ khối lượng tính theo tổng khối lượng của hợp chất canxi-magie và một hoặc một vài oxit hoặc hydroxit được chọn từ nhóm chỉ gồm các oxit và hydroxit trên cơ sở nhôm, sắt và mangan, chế phẩm này chứa oxit hoặc hydroxit của nhôm với lượng từ 1% đến 30% khối lượng tính theo đương lượng Al_2O_3 , oxit hoặc hydroxit của sắt với lượng từ 1% đến 30% khối lượng tính theo đương lượng Fe_2O_3 , hoặc oxit hoặc hydroxit của mangan với lượng từ 1% đến 10% khối lượng tính theo đương lượng MnO , chế phẩm này có hàm lượng canxi và magie tích tụ ở dạng oxit bằng hoặc lớn hơn 60% khối lượng tính theo tổng khối lượng của chế phẩm trong không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập có tiết diện nằm trong khoảng từ 1cm^2 và 40cm^2 ,

b) nén các hạt để tạo ra chế phẩm dạng viên nén có hình dạng ba chiều bằng cách sử dụng áp lực nén nằm trong khoảng từ 200MPa đến 700MPa,

c) giải phóng áp lực nén, và

d) đẩy chế phẩm dạng viên nén ra khỏi không gian hạn chế, sản phẩm dạng viên nén này có chỉ số tỷ lệ vỡ (Shatter Test Index) nhỏ hơn 10%.

25. Phương pháp theo điểm 24, trong đó phương pháp này bao gồm, trước bước tạo ra chế phẩm, bước trộn các hạt để tạo ra chế phẩm dạng hạt đồng nhất, trong đó các hạt được phân bố đồng đều trong chế phẩm dạng hạt này.

26. Phương pháp theo điểm 24 hoặc điểm 25, trong đó chế phẩm dạng hạt được tạo ra chứa chất kết dính hoặc chất bôi trơn thông thường, hoặc còn chứa các chất phụ gia có độ cứng bằng hoặc lớn hơn 5 theo thang độ cứng Mohs, các chất phụ gia này có cỡ hạt d_{100} nhỏ hơn hoặc bằng $200\mu\text{m}$.

27. Phương pháp theo điểm 24 hoặc điểm 25, trong đó không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập được bôi trơn trước nhờ bước bôi trơn, trong đó chất bôi trơn ở dạng bột được tích tụ trên bề mặt không gian hạn chế giữa hai mũi đột dập này, chất bôi trơn ở dạng bột được nén với chế phẩm dạng hạt và có mặt với lượng nằm trong khoảng từ 0,01% đến 0,3% khối lượng tính theo tổng khối lượng của sản phẩm dạng viên nén.

28. Phương pháp theo điểm 24 hoặc điểm 25, trong đó chế phẩm dạng viên nén thu được được xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 700°C đến 1200°C trong khoảng thời gian định trước nằm trong khoảng từ 1 đến 90 phút.

29. Phương pháp theo điểm 28, trong đó chế phẩm dạng viên nén thu được được xử lý nhiệt ở nhiệt độ lớn hơn 800°C và nhỏ hơn 1100°C .

30. Phương pháp theo điểm 24 hoặc điểm 25, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước xử lý bề mặt chế phẩm dạng viên nén thu được ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 50°C hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 700°C trong khoảng thời gian bằng hoặc lớn hơn 5 phút và nhỏ hơn hoặc bằng 60 phút, dưới dòng khí chứa CO_2 và hơi nước.

31. Phương pháp theo điểm 28, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước xử lý bề mặt chế phẩm dạng viên nén thu được, sau khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 50°C hoặc nhỏ hơn hoặc bằng 700°C trong khoảng thời gian bằng hoặc lớn hơn 5 phút, và nhỏ hơn hoặc bằng 60 phút, dưới dòng khí chứa CO_2 và hơi nước.

32. Phương pháp theo điểm 30, trong đó dòng khí có nồng độ CO_2 trong dòng khí này bằng hoặc lớn hơn 5% thể tích và nhỏ hơn hoặc bằng 25% thể tích.

33. Phương pháp theo điểm 30, trong đó dòng khí có nồng độ bằng hoặc lớn hơn 5% thể tích và nhỏ hơn hoặc bằng 40% thể tích.
34. Phương pháp theo điểm 31, trong đó dòng khí có nồng độ hơi nước bằng hoặc lớn hơn 5% thể tích và nhỏ hơn hoặc bằng 25% thể tích.
35. Phương pháp theo điểm 31, trong đó dòng khí có nồng độ CO₂ trong dòng khí này bằng hoặc lớn hơn 5% thể tích và nhỏ hơn hoặc bằng 40% thể tích.
36. Phương pháp theo điểm 27, trong đó chất bôi trơn là canxi stearat hoặc mangan stearat.
37. Phương pháp sản xuất vật liệu composit chứa nhiều lớp liên tiếp để tạo ra cấu trúc đa lớp, trong đó ít nhất một lớp được tạo ra từ chế phẩm dạng viên nén được tạo ra bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm 24 đến 36, và còn bao gồm bước nén bổ sung đối với ít nhất một lớp chứa chế phẩm dạng viên nén và lớp nén khác trước bước đẩy sản phẩm ra khỏi không gian hạn chế.

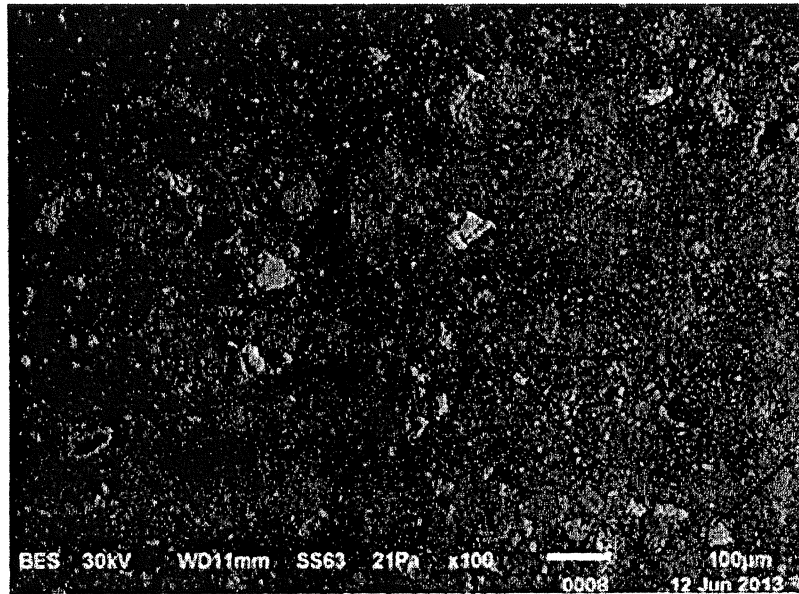


Fig. 1

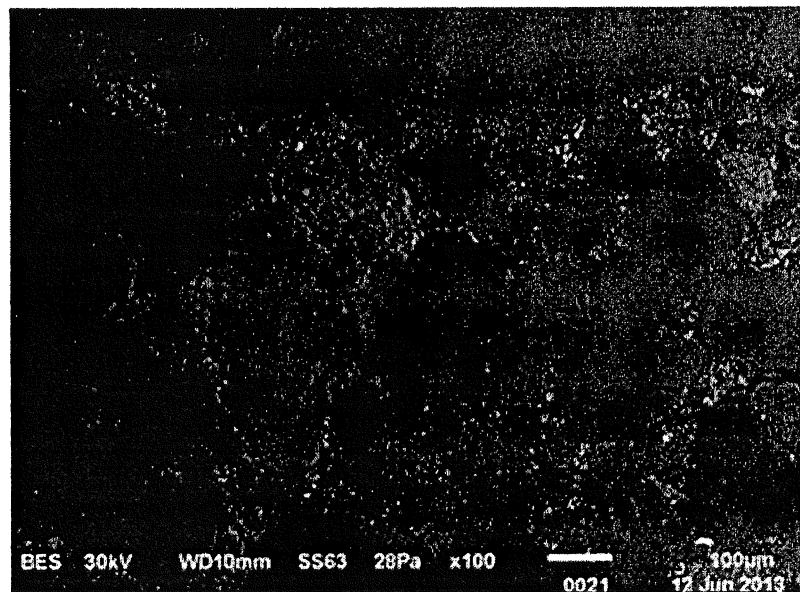


Fig. 2

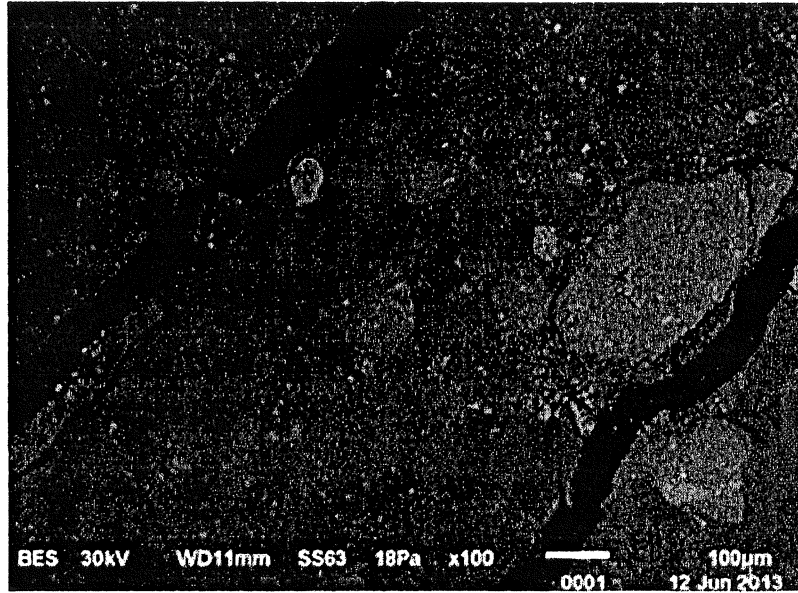


Fig. 3

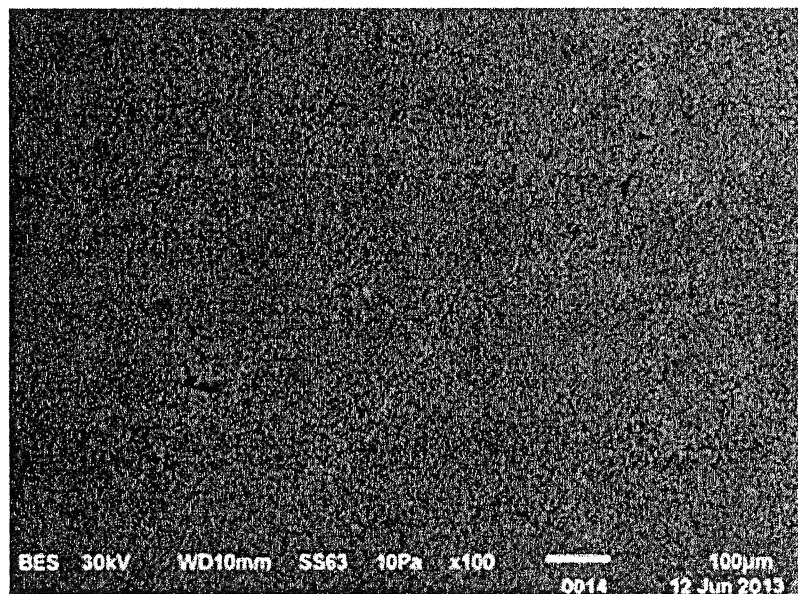


Fig. 4