



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

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

(11)



1-0030149

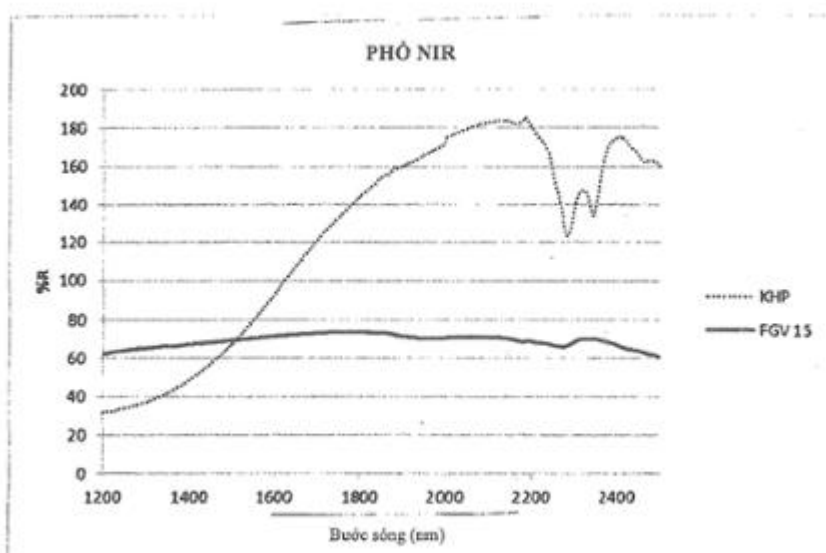
(51)⁷ C01G 3/00; C08K 3/32; C08J 5/18;
C01B 25/37

(13) B

- (21) 1-2016-02101 (22) 03/11/2014
(86) PCT/EP2014/073509 03/11/2014 (87) WO 2015/067545 A1 14/05/2015
(30) 10 2013 112 387.2 11/11/2013 DE
(45) 25/11/2021 404 (43) 25/08/2016 341A
(73) CHEMISCHE FABRIK BUDENHEIM KG (DE)
Rheinstraße 27, 55257 Budenheim, Germany
(72) WISSEMBORSKI, Rüdiger (DE); SAUER, Esther (DE); SCHNEE, Rainer (DE);
FICHTMÜLLER, Moritz (DE); VOGT, Robert (DE); KÜMMET, David (DE).
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) HỢP CHẤT PHOSPHAT KIM LOẠI HỖN HỢP VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HỢP CHẤT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp chứa đồng kim loại trong trạng thái oxy hóa hóa trị hai làm thành phần chính với tỷ lệ nhỏ nhất là 70,0% nguyên tử và một hoặc nhiều kim loại bổ sung trong tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nhỏ nhất là 0,01 đến lớn nhất là 30,0% nguyên tử, trong đó kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm các nguyên tố của nhóm chính thứ nhất và thứ hai và nhóm phụ thứ tám trong bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, Al, Sn, Si, Bi, Cr, Mo, Mn, các lantanoid và các actinid, trong đó các tỷ lệ kim loại đã biết có quan hệ với tổng lượng kim loại trong hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp và trong đó hợp chất kim loại hỗn hợp có hàm lượng phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 10 đến 60% trọng lượng. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp chứa đồng làm thành phần kim loại chính, phương pháp sản xuất và sử dụng hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Trong việc đúc khuôn thổi các chi tiết nhựa polyme dẻo nhiệt, cụ thể là các vật thể nhựa rỗng, ví dụ các bình PET, cũng được gọi là các phôi tạo hình trước chứa nguyên liệu polyme được gia nhiệt để dẻo hóa nguyên liệu polyme và tạo hình dạng mong muốn bằng cách phun khí được tăng áp trong khuôn. Một phương pháp mà được sử dụng thường xuyên trong số các phương pháp khả dụng để gia nhiệt phôi tạo hình trước là phương pháp bức xạ bằng tia hồng ngoại (IR). Trong trường hợp hiệu suất gia nhiệt và nhờ đó tính kinh tế của phương pháp càng lớn, mức độ bức xạ được hấp thụ bởi nguyên liệu polyme và tạo thành nhiệt càng lớn. Do đó, có thể có lợi khi bổ sung vào nguyên liệu polyme các chất hấp thụ bức xạ để nâng cao độ hấp thụ bức xạ của nguyên liệu.

Các nguyên liệu mà có vai trò làm các chất hấp thụ bức xạ trong các nguyên liệu polyme về cơ bản là đã biết. Tuy nhiên, các vấn đề mà có thể liên quan đến việc tạo ra nguyên liệu polyme chứa các chất hấp thụ bức xạ là, ví dụ, sự tương thích thực phẩm kém hoặc độc tính của nhiều nguyên liệu mà về cơ bản là thích hợp làm các chất hấp thụ bức xạ, các vấn đề này làm cho nguyên liệu này không thích hợp trong nhiều mục đích sử dụng, ví dụ đối với bao bì đóng gói thực phẩm như các bình PET. Ngoài ra các nguyên liệu mà về cơ bản là thích hợp làm các chất hấp thụ bức xạ có thể ảnh hưởng xấu đến các đặc tính của nguyên liệu polyme, ví dụ độ ổn định, độ bền và độ linh hoạt cũng như các đặc tính màng của nguyên liệu polyme.

Nhược điểm khác của các nguyên liệu đã biết mà có vai trò làm các chất hấp thụ bức xạ trong các nguyên liệu polyme là các nguyên liệu này có thể nâng

cao độ hấp thụ bức xạ ở khoảng bước sóng nhất định. Nhiều chất hấp thụ bức xạ hấp thụ chủ yếu ở khoảng IR có bước sóng ngắn hơn như, ví dụ, đồng hydroxit phosphat mà có độ hấp thụ tương đối tốt đối với bước sóng nằm trong khoảng từ 800 đến 1600 nm và có độ hấp thụ tốt nhất đối với bước sóng ở khoảng 1200 nm, nhưng độ hấp thụ không tốt khi khoảng bức xạ có bước sóng dài hơn. Các bộ bức xạ sử dụng bước sóng ngắn hơn được sử dụng khi sử dụng các chất hấp thụ bức xạ này, tuy nhiên, các bộ bức xạ sử dụng bước sóng ngắn hơn thường đắt hơn các bộ bức xạ sử dụng bước sóng dài hơn. Các chất hấp thụ bức xạ khác mà có độ hấp thụ tốt trong khoảng IR có bước sóng dài hơn là lớn hơn hoặc bằng 1600 nm như, ví dụ, silicat dạng vảy thường không có độ hấp thụ tốt ở khoảng IR có bước sóng ngắn hơn. Chất hấp thụ bức xạ có phổ bước sóng rộng hơn sẽ có lợi trong việc sử dụng tốt hơn năng lượng của các bộ bức xạ mà bức xạ trong khoảng bước sóng rộng này. Cụ thể là độ hấp thụ trong khoảng IR có bước sóng dài hơn là lớn hơn hoặc bằng 1600 nm sẽ có lợi do các bộ bức xạ sử dụng bước sóng dài hơn là sẵn có và tương đối rẻ.

Ngoài ra, nhiều chất hấp thụ bức xạ có có màu tự nhiên, nên khi chất hấp thụ bức xạ được đưa vào sẽ làm nguyên liệu polyme có màu và/hoặc làm vẩn đục nguyên liệu polyme. Ví dụ cacbon đen có độ hấp thụ rất tốt trên toàn bộ khoảng phổ IR, nhưng nó cũng có độ hấp thụ cao trong khoảng ánh sáng nhìn thấy của phổ và do có màu tự nhiên rất rõ, nên nó được sử dụng rất giới hạn.

WO-A-03/033582 mô tả tác nhân hấp thụ bức xạ UV trên nền xeri và titan phosphat hỗn hợp được đưa vào trong nguyên liệu polyme. US-A-7258923 mô tả các sản phẩm nhiều lớp có lớp bên trong cùng là polyme dẻo nhiệt mà chứa các chất bổ sung hấp thụ IR mà được chọn từ borua của các kim loại chuyển tiếp và các lantanoid. US-A-5830568 mô tả thủy tinh composit có lớp giữa là PVB hoặc etyl vinyl axetat copolyme với các hạt oxit kim loại siêu mịn chức năng được phân tán trong đó để hấp thụ ánh sáng.

Đồng(II)hydroxit phosphat trong tài liệu này cũng được gọi là đồng phosphat bazơ được sử dụng làm chất bổ sung vào nhựa dẻo cho nhiều mục

đích. Ví dụ, trong DE 3917294 và DE 4136994, hợp chất này được bổ sung vào nhựa dẻo để giúp chúng có thể ghi được bởi các chùm laze.

Phương pháp sản xuất đồng(II)hydroxit phosphat đã biết liên quan đến việc xử lý đồng cacbonat bazơ trong hệ phân tán trong nước với các lượng ít nhất theo hệ số tỷ lượng của axit phosphoric ở nhiệt độ dưới 70°C, sau đó làm chuyển động cơ học hỗn hợp phản ứng thu được trong cùng khoảng nhiệt độ, sau đó gia nhiệt nhanh hỗn hợp này tới nhiệt độ sôi và cuối cùng là tách đồng(II)hydroxit phosphat. Phương pháp này được mô tả trong DE 3342292. Tuy nhiên, phương pháp này có nhiều nhược điểm. Đó là thời gian phản ứng rất dài, lên đến 12 giờ, mà điều này hoàn toàn không được mong muốn xét về việc sản xuất trên quy mô lớn. Ngoài ra CO₂ sinh ra theo phương pháp này, và điều này dẫn đến việc tạo bọt không mong muốn và các vấn đề xét về an toàn lao động.

DE 10 2009 001 335 A1 mô tả nguyên liệu nền nhựa dẻo, hấp thụ bức xạ chứa chất nền polyme với nguyên liệu hấp thụ mà được chứa trong đó và được chọn từ phosphat, phosphat được ngưng tụ, phosphonat, phosphit và hydroxit-phosphat-oxoanion hỗn hợp của đồng (Cu), thiếc (Sn), canxi (Ca) và sắt (Fe) và được phân bố, được phân tán hoặc được hòa tan đồng đều trong chất nền polyme, trong đó nguyên liệu hấp thụ có thể cũng là hỗn hợp của các chất nêu trên. Các nguyên liệu hấp thụ được ưu tiên là thiếc(I) phosphat, đồng(I) phosphat, đồng diphosphat, đồng hydroxit phosphat và các hỗn hợp của chúng. Nguyên liệu được mô tả không kể những nguyên liệu phù hợp khác làm nguyên liệu đóng gói cho các sản phẩm thương mại, cụ thể là thực phẩm, hoặc mỹ phẩm, và được dùng để hấp thụ bức xạ UV hoặc IR và để ngăn ánh sáng trong khoảng nhìn thấy của phổ một cách không hoàn toàn hoặc chỉ ở mức độ nhẹ và ít khả năng nhất có thể trong việc gây ra sự nhuộm màu tự nhiên hoặc sự vẩn đục không mong muốn trong nguyên liệu polyme do sự tác động của nguyên liệu hấp thụ.

DE 10 2010 003 366 A1 mô tả nguyên liệu nền nhựa dẻo, tốt hơn là nguyên liệu dẻo nhiệt, hoặc sơn, mà chứa chất bổ sung mà có thể gây ra sự tạo

bột nguyên liệu nền bằng cách bức xạ bằng ánh sáng laze hoặc ánh sáng IR. Chất bổ sung bao gồm nguyên liệu hấp thụ mà được đưa vào hoặc được hòa tan trong các vật liệu nền hấp thụ ánh sáng laze hoặc ánh sáng IR và gây ra sự gia nhiệt cục bộ trong nguyên liệu nền ở các vị trí được chiếu xạ bằng ánh sáng laze hoặc ánh sáng IR, và chất tạo khí trong khi gia nhiệt nhờ sự tác động của sự chiếu xạ bằng ánh sáng laze hoặc ánh sáng IR tới nhiệt độ trên 50°C tạo khí mà tạo bột nguyên liệu nền bằng cách phân hủy, chuyển đổi hóa học hoặc phản ứng. Theo phương án của sáng chế, nguyên liệu hấp thụ có thể được chọn từ phosphat, phosphat được ngưng tụ, phosphonat, phosphit và hydroxit-phosphat-oxoanion hỗn hợp của nhiều kim loại, tốt hơn là từ phosphat của Cu, Sn, Fe, Ni, Mo, Co, Mn hoặc Sb. Đồng hydroxit phosphat được ưu tiên đặc biệt.

Bản chất của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất chất hấp thụ bức xạ mà được đưa vào nguyên liệu polyme hấp thụ trong khoảng bước sóng rộng hơn so với các chất hấp thụ bức xạ đã biết và/hoặc thích hợp hơn các bộ bức xạ đã biết, mà có ít khả năng nhất có thể trong việc gây ra sự nhuộm màu tự nhiên hoặc sự vẩn đục không mong muốn trong nguyên liệu polyme, mà ít có hại nhất có thể tới sức khỏe, có độ dễ gia công cao và/hoặc ảnh hưởng bất lợi không đáng kể tới các đặc tính nguyên liệu của nguyên liệu polyme.

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề cập đến hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp chứa đồng kim loại trong trạng thái oxi hóa hóa trị hai làm thành phần chính với tỷ lệ nhỏ nhất là 90,0% nguyên tử và một hoặc nhiều kim loại bổ sung trong tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nhỏ nhất là 0,01 đến lớn nhất là 10,0% nguyên tử, trong đó kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm các nguyên tố của nhóm chính thứ nhất và thứ hai và nhóm phụ thứ tám trong bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, Al, Sn, Si, Bi, Cr, Mo, Mn và các lantanoid, trong đó các tỷ lệ kim loại đã biết có quan hệ với tổng lượng kim loại trong hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp và trong đó hợp chất kim loại hỗn hợp có hàm lượng phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 10 đến 60% trọng lượng.

Sáng chế cũng đề cập đến hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp nêu trên, khác biệt ở chỗ trong phổ UV-VIS-IR ở ít nhất một bước sóng trong khoảng bước sóng từ 1400 đến 2200 nm, hợp chất này có độ hấp thụ ít nhất bằng 50% so với độ hấp thụ lớn nhất trong khoảng bước sóng từ 600 đến 1400 nm.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp nêu trên, trong đó hệ phân tán trong nước của đồng(II)hydroxit và các hợp chất của kim loại bổ sung được phản ứng với một lượng axit phosphoric trong khoảng thời gian từ 0,1 đến 10 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 150°C, trong đó lượng axit phosphoric được chọn sao cho tỷ lệ mol của axit phosphoric H_3PO_4 trên tổng lượng mol của đồng kim loại làm thành phần chính được sử dụng và kim loại bổ sung được sử dụng là lớn hơn 1:1, và sản phẩm rắn thu được từ hỗn hợp phản ứng.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là đồ thị thể hiện các kết quả đo nhiệt độ với hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo một phương án của sáng chế với đồng hydroxit phosphat nguyên chất (KHP).

Fig.2 thể hiện phổ NIR (near-infrared spectroscopy – phổ cận hồng ngoại) của hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo một phương án của sáng chế so với đồng hydroxit phosphat nguyên chất (KHP).

Mô tả chi tiết sáng chế

Các mục đích này đạt được bởi hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp mà chứa đồng kim loại trong trạng thái oxi hóa hóa trị hai làm thành phần chính với tỷ lệ nhỏ nhất là 70,0% nguyên tử và một hoặc nhiều kim loại bổ sung trong tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nhỏ nhất là 0,01 đến lớn nhất là 30,0% nguyên tử, trong đó kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm các nguyên tố của nhóm chính thứ nhất và thứ hai và nhóm phụ thứ tám trong bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, Al, Sn, Si, Bi, Cr, Mo, Mn, các lantanoit và các actinit, trong đó các tỷ lệ kim loại đã biết có quan hệ với tổng lượng kim loại trong hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp và trong đó hợp chất kim loại hỗn hợp có hàm lượng

phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 10 đến 60% trọng lượng.

Đã được nhận ra rằng, đồng(II)hydroxit phosphat pha tạp theo sáng chế hấp thụ trong khoảng bước sóng rộng hơn thích hợp hơn đối với các bộ bức xạ nhất định, so với các chất hấp thụ bức xạ đã biết, cụ thể là trong mối tương quan với đồng(II)hydroxit phosphat nguyên chất mà đã được biết như chất hấp thụ bức xạ và được sử dụng trong nhiều ứng dụng. Khi đồng(II)hydroxit phosphat pha tạp theo sáng chế được đưa vào nguyên liệu polyme, nó không gây ra sự nhuộm màu tự nhiên hoặc sự vẩn đục không mong muốn bất kỳ nào. Dựa trên kim loại bổ sung tương ứng được sử dụng, nó vô hại đối với sức khỏe, có độ dễ gia công cao và không ảnh hưởng xấu đáng kể tới các đặc tính nguyên liệu của nguyên liệu polyme, khi được sử dụng với lượng thông thường. Việc nâng cao độ hấp thụ của đồng(II)hydroxit phosphat nguyên chất đạt được bằng cách thêm chất bổ sung theo sáng chế, cụ thể là độ hấp thụ ở khoảng bước sóng lớn hơn 1400 nm, nhờ đó việc sử dụng làm chất hấp thụ cho các bộ bức xạ có thể được mở rộng trong khoảng bước sóng rộng hơn.

Trong phương án ưu tiên theo sáng chế, trong phổ UV-VIS-IR (ultra violet - visible spectrum - infrared radiation (phổ cực tím – phổ nhìn thấy – phổ hồng ngoại)) ở ít nhất một bước sóng nằm trong khoảng bước sóng từ trên 1400 đến 2200 nm, hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp có độ hấp thụ bằng ít nhất 50% so với độ hấp thụ lớn nhất trong khoảng bước sóng từ 600 đến 1400 nm.

Đặc tính hấp thụ nêu trên có thể được thiết đặt bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật theo sáng chế bằng cách chọn và định lượng kim loại bổ sung ở các khoảng theo sáng chế và có thể đạt được trong một số thử nghiệm. Các ví dụ được nêu trong bản mô tả này có thể có vai trò làm cơ sở cho các hợp phần thích hợp đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Độ hấp thụ lớn nhất của các hợp phần qua các ví dụ có thể được thay đổi thích hợp bằng cách thay đổi lượng kim loại bổ sung được xác định trong đó, và tuân theo các tiêu chuẩn tương ứng liên quan.

Trong phương án khác theo sáng chế, tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 25,0% nguyên tử, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 20,0% nguyên tử, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0% nguyên tử hoặc nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0% nguyên tử. Nếu tổng tỷ lệ kim loại bổ sung trong hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp là quá thấp, sự cải thiện đạt được đối với độ hấp thụ trong khoảng bước sóng lớn hơn 1400 nm là không nhiều. Nếu tổng tỷ lệ kim loại bổ sung trong hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp là quá cao, có thể có tác dụng bất lợi tới sự hấp thụ tổng thể. Lợi ích thực chất của việc bổ sung chất bổ sung để nâng cao độ hấp thụ có thể được đo, đặc biệt là trong khoảng bước sóng từ 1400 nm và do đó sự sử dụng làm chất hấp thụ cho các bộ bức xạ có bước sóng trung bình có thể được mở rộng.

Trong phương án khác theo sáng chế, hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp chứa đồng kim loại trong trạng thái oxi hóa hóa trị hai làm thành phần chính chiếm tỷ lệ ít nhất là 80,0% nguyên tử, tốt hơn là ít nhất 90,0% nguyên tử, tốt nhất là ít nhất 95,0% nguyên tử.

Trong phương án khác theo sáng chế, kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm Ca, Al, Fe, Sn và Zn. Sử dụng Ca, Al, Fe, Sn và/hoặc Zn làm kim loại bổ sung có lợi ích xét về mặt sinh lý học như các nguyên tố được sử dụng trong các phối chế khác, ví dụ trong lĩnh vực phụ gia thực phẩm, và gần như vô hại đối với sức khỏe, do đó việc sử dụng của kim loại bổ sung này là thích hợp, đặc biệt là làm các chất hấp thụ trong sản xuất bao bì đóng gói thực phẩm.

Trong phương án khác theo sáng chế, hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp có hàm lượng phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 15 đến 50% trọng lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng.

Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế như được mô tả trong bản mô tả này, trong đó hệ phân tán trong nước của đồng(II)hydroxit và các hợp chất của kim loại bổ sung được phản ứng với một lượng axit phosphoric trong khoảng thời gian từ 0,1 đến 10 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 150°C, trong đó lượng axit

phosphoric được chọn sao cho tỷ lệ mol của axit phosphoric H_3PO_4 trên tổng lượng mol của kim loại chính (đồng) được sử dụng và kim loại bổ sung được sử dụng là lớn hơn 1:1, và sản phẩm rắn thu được từ hỗn hợp phản ứng.

Được mong muốn trong phương pháp theo sáng chế là đồng(II)hydroxit và các hợp chất của một hoặc nhiều kim loại bổ sung được thể hiện ở các lượng mong muốn trong hệ phân tán trong nước. Axit phosphoric tốt hơn là được bổ sung với các lượng nhỏ đồng đều, ví dụ bằng cách nhỏ giọt, vào hệ phân tán trong nước đó. Về nguyên lý, axit phosphoric có thể được sử dụng với nồng độ bất kỳ. Sử dụng axit có nồng độ cao là có lợi hơn, như axit phosphoric 85% thông thường trên thị trường, để tránh việc phải sử dụng một thể tích lớn. Ngoài ra, kim loại bổ sung có thể cũng được đưa vào dung dịch axit phosphoric và được bổ sung vào hệ phân tán đồng(II)hydroxit.

Sau đó, hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt để làm sôi trong một khoảng thời gian, khoảng thời gian mong muốn nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 giờ. Đặc biệt có lợi nếu quá trình này được thực hiện trong hai giai đoạn nhiệt độ, đầu tiên là gia nhiệt hỗn hợp phản ứng trước khi làm sôi trong khoảng thời gian nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 giờ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20 đến 80°C, tốt hơn là đến nhiệt độ ở quanh 50°C, và sau đó, như được nêu trên, gia nhiệt hỗn hợp phản ứng, ví dụ, trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 giờ, ở nhiệt độ sôi. Trong giai đoạn đó có thể gia nhiệt hỗn hợp đến khoảng nhiệt độ từ 80 đến 100°C.

Sau phản ứng mà thời gian phản ứng thường lớn nhất là 2 giờ, đủ để hỗn hợp phản ứng được làm nguội như mong muốn đến nhiệt độ dưới 30°C, được đưa vào bộ lọc như bộ lọc màng ép, được rửa, được ép và được thổi khô. Sau đó sản phẩm có thể còn được làm khô một cách có lợi để lượng hao hụt khi làm khô là nhỏ hơn 6% và được tán.

Theo phương án ưu tiên của phương pháp theo sáng chế, các hợp chất của kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm các oxit, các hydroxit, các sulfat, các cacbonat và các hydro cacbonat của kim loại bổ sung bao gồm các hợp chất kim loại hỗn hợp nêu trên. Việc sử dụng các anion nêu trên trong các hợp chất

của kim loại bổ sung là có lợi xét về mặt sinh lý học cũng như khi chúng được sử dụng trong các phối chế khác, ví dụ trong lĩnh vực phụ gia thực phẩm, và gần như vô hại đối với sức khỏe, do đó việc sử dụng của chúng là thích hợp, đặc biệt là các chất hấp thụ trong sản xuất bao bì đóng gói thực phẩm.

Trong phương án ưu tiên khác của phương pháp theo sáng chế, phản ứng của hệ phân tán trong nước với axit phosphoric được thực hiện trong khoảng thời gian lớn nhất là 4 giờ, tốt hơn nữa là lớn nhất là 2 giờ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Các hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế được tạo ra tương ứng theo hệ thống phản ứng sau đây. Các lượng hợp chất khơi mào được sử dụng, các hợp chất của kim loại bổ sung, thời gian phản ứng và các nhiệt độ phản ứng được xác định trong bảng 1 trong bản mô tả này. Hiệu suất sản xuất và các lượng phospho và các kim loại trong các sản phẩm, được xác định bằng cách phân tích, và được xác định như các oxit tương ứng, được thể hiện lại trong bảng 2 trong bản mô tả này.

Hệ thống phản ứng

Đồng(II)oxit được phân tán trong nước cùng với các hợp chất của kim loại bổ sung (CaO , Al_2O_3 và/hoặc Fe_2O_3) và axit phosphoric 85%, được nêu trong bản mô tả này theo đơn vị gam là P_2O_5 , được bổ sung đồng đều vào hệ phân tán trong nước. Hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt đến nhiệt độ T trong khoảng thời gian t , sau đó được làm nguội xuống dưới 30°C và được đưa vào bộ lọc màng ép. Bã lọc sau đó được rửa nhanh một lần bằng nước, được ép, được thổi khô và sau đó được làm khô sao cho lượng hao hụt khi làm khô là nhỏ hơn 6% và được tán.

Bảng 1

Ví dụ Số	CuO [g]	CaO [g]	Al ₂ O ₃ [g]	Fe ₂ O ₃ [g]	H ₂ O [ml]	P ₂ O ₅ [g]	Thời gian t [h]	Nhiệt độ T [°C]
1	81,5	57,5	---	---	9000	87	1	95
2	147,0	11,5	---	---	8500	87	1	95
3	155,0	6,0	0,3	0,2	7000	87	1	98
4	161,5	1,0	---	---	5000	87	1	92
5	81,5	---	78,5	---	9000	87	1	95
6	130,5	---	---	16,5	8600	87	1	93
7	130,5	0,1	---	16,4	8600	87	1	93

Bảng 2

Ví dụ Số	Năng suất [%]	P ₂ O ₅ [% trọng lượng]	CuO [% trọng lượng]	CaO [% trọng lượng]	Al ₂ O ₃ [% trọng lượng]	Fe ₂ O ₃ [% trọng lượng]
1	96	38,5	36,0	25,5	---	---
2	95	35,4	59,9	4,7	---	---
3	96	35,0	62,4	2,4	0,1	0,1
4	97	34,9	64,7	0,4	---	---
5	96	35,2	33,0	---	31,8	---
6	98	37,1	55,8	---	---	7,1
7	98	37,1	55,8	0,04	---	7,1

Các thử nghiệm gia nhiệt và độ hấp thụ

Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế được tán nhỏ và sau đó được xử lý để tạo ra nguyên liệu dạng hạt bằng máy ép đùn với các hàm lượng là 2% trọng lượng và 6% trọng lượng polyetylen mật độ thấp (low density

polyethylene - LD-PE: sản phẩm Lupolen 1800S của Lyondell Basell, Netherlands). Các vật mẫu dạng đĩa (4 cm x 3 cm x 0,2 cm) được tạo ra từ các nguyên liệu dạng hạt bằng máy đúc phun tự động (kiểu Babyplast của Christmann Kunststofftechnik GmbH, Kierspe, Đức).

Để so sánh, các vật mẫu tương ứng được tạo ra từ LD-PE nguyên chất mà không có chất bổ sung để xác định giá trị phân tích mẫu trắng và các vật mẫu có 2% trọng lượng và 6% trọng lượng là đồng hydroxit phosphat nguyên chất ($\text{Cu}_2(\text{OH})\text{PO}_4$; KHP; Chemische Fabrik Budenheim KG) được tạo ra.

Các vật mẫu dạng đĩa được chiếu xạ vuông góc với mặt phẳng của đĩa bằng đèn hồng ngoại thông thường trên thị trường (công suất đầu ra danh định là 100 oát) ở khoảng cách 20 cm từ mặt phẳng đĩa và nhiệt độ của mặt được chiếu xạ được đo không tiếp xúc bằng nhiệt kế IR trong khoảng thời gian chiếu xạ là 15 phút.

Các kết quả đo nhiệt độ với hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế tương ứng với ví dụ 6 (FGV 15) và với đồng hydroxit phosphat nguyên chất (KHP) được thể hiện lại trên Fig.1.

Các vật mẫu có bổ sung các hợp chất phosphat, so với mẫu trắng mà không được bổ sung hợp chất này, thể hiện tốc độ gia nhiệt cao hơn đáng kể và các vật mẫu có bổ sung các hợp chất phosphat có nhiệt độ tổng thể cao hơn. Với cùng nồng độ của các hợp chất phosphat (lần lượt là 2% trọng lượng và 6% trọng lượng), các vật mẫu chứa hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế (FGV 15) cũng thể hiện tốc độ gia nhiệt cao hơn và nhiệt độ tổng thể cao hơn, so với các vật mẫu có đồng hydroxit phosphat nguyên chất (KHP).

Fig.2 thể hiện phổ NIR của hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế (FGV 15) được sử dụng trong các thử nghiệm gia nhiệt, so với đồng hydroxit phosphat nguyên chất (KHP) với bước sóng nằm trong khoảng từ 1200 đến 2500 nm. Phần trăm tỷ lệ (%R) được thể hiện trên trục tung. Phần trăm tỷ lệ càng thấp, độ hấp thụ càng lớn tương ứng. Có thể thấy rõ rằng hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp (FGV 15) theo sáng chế thể hiện độ hấp thụ cao trên hầu hết toàn bộ khoảng bước sóng trong khi đồng hydroxit phosphat nguyên

chất (KHP) có độ hấp thụ tốt chỉ với bước sóng lên tới khoảng 1600 nm, nhưng độ hấp thụ trong khoảng bức xạ có bước sóng dài hơn nằm trong khoảng từ 1600 nm đến 2500 nm giảm đáng kể.

Do đó hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo sáng chế, so với đồng hydroxit phosphat nguyên chất, có thể được sử dụng hiệu quả hơn đáng kể làm chất hấp thụ bức xạ nhờ sử dụng các bộ bức xạ dùng bước sóng dài hơn tương đối rẻ hoặc các bộ bức xạ mà có khoảng bước sóng rộng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp chứa đồng kim loại trong trạng thái oxi hóa hóa trị hai làm thành phần chính với tỷ lệ nhỏ nhất là 90,0% nguyên tử và một hoặc nhiều kim loại bổ sung trong tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nhỏ nhất là 0,01 đến lớn nhất là 10,0% nguyên tử, trong đó kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm các nguyên tố của nhóm chính thứ nhất và thứ hai và nhóm phụ thứ tám trong bảng tuần hoàn các nguyên tố hóa học, Al, Sn, Si, Bi, Cr, Mo, Mn và các lantanoit, trong đó các tỷ lệ kim loại đã nêu có quan hệ với tổng lượng kim loại trong hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp và trong đó hợp chất kim loại hỗn hợp có hàm lượng phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 10 đến 60% trọng lượng.
2. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ trong phổ UV-VIS-IR ở ít nhất một bước sóng trong khoảng bước sóng từ 1400 đến 2200 nm, hợp chất này có độ hấp thụ ít nhất bằng 50% so với độ hấp thụ lớn nhất trong khoảng bước sóng từ 600 đến 1400 nm.
3. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm 1 hoặc 2, khác biệt ở chỗ tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10,0% nguyên tử.
4. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm 3, khác biệt ở chỗ tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10,0% nguyên tử.
5. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm 3, khác biệt ở chỗ tổng tỷ lệ kim loại bổ sung nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0% nguyên tử hoặc nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0% nguyên tử.
6. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ hợp chất này chứa đồng kim loại trong trạng thái oxi hóa hóa trị hai làm thành phần chính chiếm tỷ lệ ít nhất là 95,0% nguyên tử.
7. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, khác biệt ở chỗ kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm Ca, Al, Fe, Sn và Zn.

8. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, khác biệt ở chỗ hợp chất này có hàm lượng phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 15 đến 50% trọng lượng.

9. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm 8, khác biệt ở chỗ hợp chất này có hàm lượng phosphat được thể hiện dưới dạng P_2O_5 nằm trong khoảng từ 20 đến 40% trọng lượng.

10. Phương pháp sản xuất hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9,

trong đó hệ phân tán trong nước của đồng(II)hydroxit và các hợp chất của kim loại bổ sung được phản ứng với một lượng axit phosphoric trong khoảng thời gian từ 0,1 đến 10 giờ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 15 đến 150°C, trong đó lượng axit phosphoric được chọn sao cho tỷ lệ mol của axit phosphoric H_3PO_4 trên tổng lượng mol của đồng kim loại làm thành phần chính được sử dụng và kim loại bổ sung được sử dụng là lớn hơn 1:1, và

sản phẩm rắn thu được từ hỗn hợp phản ứng.

11. Phương pháp theo điểm 10, khác biệt ở chỗ các hợp chất của kim loại bổ sung được chọn từ nhóm bao gồm các oxit, các hydroxit, các sulfat, các cacbonat và các hydro cacbonat của kim loại bổ sung bao gồm các hợp chất kim loại hỗn hợp nêu trên.

12. Phương pháp theo điểm 10 hoặc 11, khác biệt ở chỗ phản ứng của hệ phân tán trong nước với axit phosphoric được thực hiện trong khoảng thời gian lớn nhất là 4 giờ.

13. Phương pháp theo điểm 12, khác biệt ở chỗ axit phosphoric được thực hiện trong khoảng thời gian lớn nhất là 2 giờ.

14. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 để sản xuất các phôi tạo hình trước được làm từ polyme dẻo nhiệt mà có thể được sử dụng trong các phương pháp đúc khuôn thổi để tạo ra các vật thể polyme rỗng bằng cách gia nhiệt phôi tạo hình trước dưới tác dụng của bức xạ, trong đó hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp hoặc hỗn hợp của các hợp chất

phosphat kim loại hỗn hợp được phân bố, được phân tán hoặc được hòa tan đồng đều với lượng nằm trong khoảng từ 0,0005 đến 10% trọng lượng trong polyme dẻo nhiệt.

15. Hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9 làm chất hấp thụ bức xạ trong việc hàn laze các sản phẩm nhựa dẻo được làm từ polyme dẻo nhiệt, trong đó hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp hoặc hỗn hợp của các hợp chất phosphat kim loại hỗn hợp được phân bố, được phân tán hoặc được hòa tan đồng đều với lượng nằm trong khoảng từ 0,01 đến 5% trọng lượng trong polyme dẻo nhiệt.

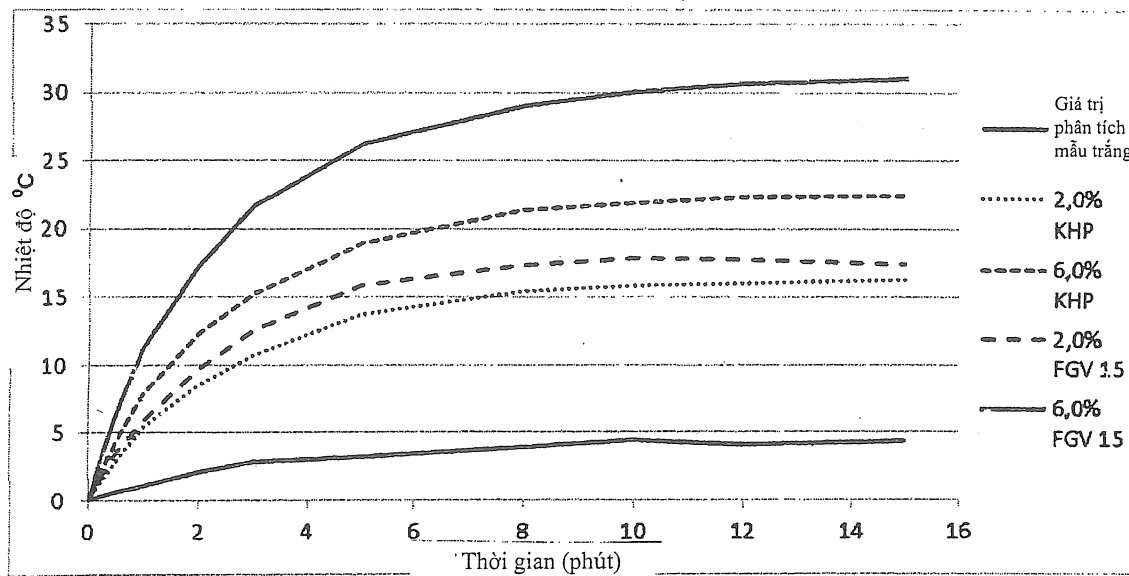


FIG. 1

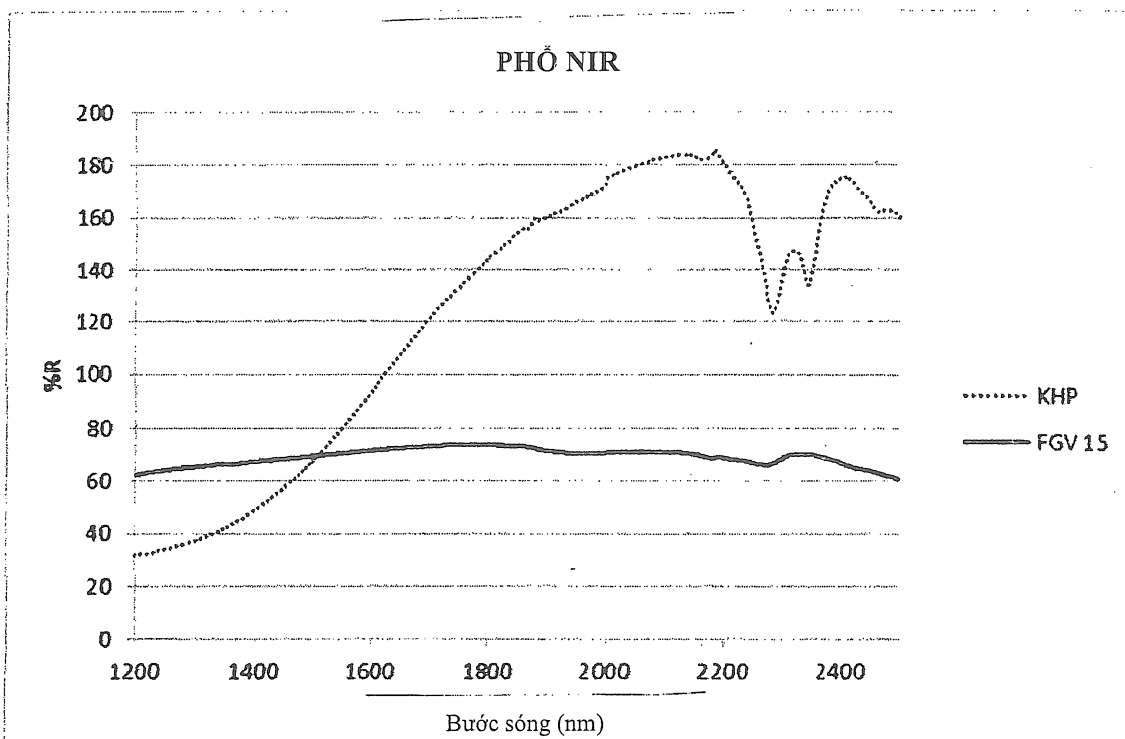


FIG. 2