



(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)



1-0030659

(51)⁷ C01F 7/00

(13) B

(21) 1-2014-01834

(22) 08/11/2012

(86) PCT/JP2012/079016 08/11/2012

(87) WO/2013/069742 16/05/2013

(30) 2011-247938 11/11/2011 JP

(45) 25/01/2022 406

(43) 25/08/2014 317A

(73) Sakai Chemical Industry Co., Ltd. (JP)

5-2, Ebisujima-cho, Sakai-ku, Sakai-shi, Osaka 5908502, Japan

(72) SHIGI Nobukatsu (JP); TSUDA Koichi (JP); ONISHI Naomi (JP).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐỂ SẢN XUẤT HYĐROTANXIT

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp để sản xuất hydrotanxit có hàm lượng zirconi thấp và, khi được trộn vào trong nhựa như polyvinyli clorua, tạo ra độ trong được cải thiện cho nhựa. Phương pháp theo sáng chế là phương pháp để sản xuất hydrotanxit từ các nguyên liệu là hợp chất nhôm và hợp chất magie và/hoặc hợp chất kẽm, phương pháp này bao gồm: bước điều chế huyền phù đặc để điều chế huyền phù đặc mà chứa ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của nhôm, magie, hoặc kẽm; bước nghiền ướt huyền phù đặc để nghiền ướt với hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic oxit dưới điều kiện được xác định trước; và bước xử lý thủy nhiệt bằng cách bổ sung phần nguyên liệu còn lại vào huyền phù đặc và xử lý thủy nhiệt huyền phù đặc thu được để tổng hợp hydrotanxit có giá trị BET và hàm lượng Zr trong các phạm vi được xác định trước tương ứng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hydrotanxit và phương pháp để sản xuất hydrotanxit này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hydrotanxit là một trong các hợp chất được biểu thị bằng công thức $[M^{2+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)_2][A^{n-}_{x/n} \cdot mH_2O]$ (trong đó M^{2+} là ion kim loại hóa trị hai, M^{3+} là ion kim loại hóa trị ba, $A^{n-}_{x/n}$ là anion lớp trung gian, x thỏa mãn bất phương trình $0 < x < 1$, n là hóa trị của A , và m thỏa mãn bất phương trình $0 \leq m < 1$), và là chất được dùng làm, ví dụ, chất xúc tác, dược phẩm, hoặc chất phụ gia cho nhựa.

Hydrotanxit có trong tự nhiên, nhưng với lượng nhỏ. Do đó, hydrotanxit tổng hợp thường được sử dụng. Mặc dù các phương pháp tổng hợp hydrotanxit khác nhau đã được biết, các hydrotanxit tổng hợp thông thường đôi khi không phù hợp về chất lượng phụ thuộc vào mục đích sử dụng. Ví dụ, hydrotanxit được sử dụng làm chất phụ gia cho nhựa được mong muốn có cỡ hạt tương đối lớn. Ví dụ, muối kim loại hóa trị hai (ví dụ, hợp chất magie, hợp chất kẽm) và muối kim loại hóa trị ba (ví dụ, hợp chất nhôm) được sử dụng làm nguyên liệu của hydrotanxit. Để phát triển một cách thích hợp các hạt để sản xuất hydrotanxit với cỡ hạt lớn, cần phải tăng khả năng phản ứng của các hợp chất kim loại này cho nguyên liệu được sử dụng để sản xuất hydrotanxit. Các phương pháp để sản xuất vì thế đã được cải thiện từ các khía cạnh của, ví dụ, loại nguyên liệu và điều kiện phản ứng.

Nguyên liệu hợp chất kim loại cần được nghiền mịn thành bột nên có cỡ hạt nhỏ thích hợp cho phản ứng, để làm tăng khả năng phản ứng của hợp chất kim loại. Vì thế, các phương pháp khác nhau đã được thử để nghiền.

Một phương pháp thích hợp để thu được bột mịn là nghiền ướt bằng máy

nghiền hạt sử dụng hạt chứa zircon (ví dụ, hạt zircon) (tài liệu sáng chế 1, tài liệu sáng chế 2).

Danh sách trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2006-017828 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 2004-269317 A.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Phương pháp trong tài liệu sáng chế 1 và tài liệu sáng chế 2, tuy nhiên, không phải là phương pháp để sản xuất hydroxit. Do đó, chưa biết được chi tiết là bao nhiêu zircon có thể thu được trong hydroxit dưới điều kiện nào nếu máy nghiền hạt chứa zircon thực sự được sử dụng làm máy nghiền hạt trong sản xuất hydroxit. Đồng thời, cũng chưa biết chi tiết là loại ảnh hưởng nào của hydroxit sẽ có trên nhựa nếu hydroxit chứa zircon và được sử dụng làm chất phụ gia cho nhựa.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng nếu hydroxit tạo thành chứa lượng zircon này hoặc nhiều hơn, và hydroxit được trộn vào trong nhựa như nhựa polyvinyl clorua, sau đó độ trong suốt của nhựa không may bị giảm nhanh chóng.

Giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế vì thế đã tiến hành các nghiên cứu chuyên sâu để kiểm soát hàm lượng zircon trong hydroxit. Kết quả là, họ đã phát hiện ra rằng việc kiểm soát nhiệt độ tăng có liên quan đến nhiệt được sinh ra bởi huyền phù đặc khi nghiền đến 50°C hoặc thấp hơn ức chế sự mài mòn hạt khi nghiền ướt, và kiểm soát hàm lượng Zr trong hydroxit đến 50 ppm hoặc thấp hơn. Các tác giả sáng chế cũng đã phát hiện ra rằng việc trộn hydroxit có hàm

lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn vào trong nhựa như nhựa polyvinyl clorua đã cải thiện đáng kể độ trong cho nhựa. Nhờ đó, sáng chế được hoàn thành.

Như vậy, khía cạnh thứ nhất theo sáng chế là phương pháp để sản xuất hydrotanxit từ các nguyên liệu là hợp chất nhôm và hợp chất magie và/hoặc hợp chất kẽm, phương pháp này bao gồm:

bước điều chế huyền phù đặc để điều chế huyền phù đặc mà chứa ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của nhôm, magie, hoặc kẽm;

bước nghiền ướt huyền phù đặc để nghiền ướt với hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic oxit trong khi duy trì nhiệt độ của huyền phù đặc ở 50°C hoặc thấp hơn, sao cho tạo ra các hạt trong huyền phù đặc có cỡ hạt thứ cấp trung bình D50 bằng 1,5 μm hoặc nhỏ hơn và D90 bằng 10 μm hoặc nhỏ hơn; và

bước xử lý thủy nhiệt bằng cách bổ sung phần nguyên liệu còn lại vào huyền phù đặc và xử lý thủy nhiệt huyền phù đặc thu được để tổng hợp hydrotanxit có giá trị BET bằng 1 m^2/g đến 30 m^2/g và hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn.

Hàm lượng Zr trong phương pháp trên để sản xuất hydrotanxit là giá trị thu được bằng cách chuyển hóa lượng hợp chất zirconi bất kỳ (ví dụ, zirconi) có trong hydrotanxit thu được vào trong lượng Zr.

Theo một phương án được ưu tiên, bước điều chế huyền phù đặc còn bao gồm việc bổ sung hợp chất chứa nhóm axit carboxylic vào huyền phù đặc mà chứa ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của nhôm, magie, hoặc kẽm sao cho tạo ra hàm lượng chất rắn bằng 25% khối lượng hoặc cao hơn so với huyền phù đặc.

Theo một phương án được ưu tiên, việc nghiền ướt trong bước nghiền ướt được thực hiện trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được duy trì ở 40°C

hoặc thấp hơn, và hydrotanxit có hàm lượng Zr bằng 10 ppm hoặc thấp hơn được tổng hợp trong bước xử lý thủy nhiệt.

Theo một phương án được ưu tiên, phương pháp này còn bao gồm bước lọc huyền phù đặc sau bước xử lý thủy nhiệt để thu được hydrotanxit và phân lọc, và đem phân lọc tiếp xúc với khí cacbon đioxit để thu gom cacbonat.

Theo một phương án được ưu tiên, hợp chất chứa nhóm axit carboxylic là ít nhất một hợp chất chứa nhóm axit carboxylic được chọn từ axit béo no, axit hydroxycarboxylic, axit carboxylic thơm, axit dicarboxylic, và axit oxocarboxylic.

Hợp chất magie tốt hơn là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm magie hydroxit, magie oxit, và magie cacbonat bazơ. Hợp chất kẽm tốt hơn là kẽm hydroxit, kẽm oxit, hoặc kẽm bazơ cacbonat. Hợp chất nhôm tốt hơn là nhôm hydroxit hoặc nhôm oxit.

Khía cạnh thứ hai theo sáng chế là hydrotanxit có thể thu được bằng phương pháp trên, hydrotanxit có diện tích bề mặt riêng BET bằng $1 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $30 \text{ m}^2/\text{g}$, và hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn.

Ưu điểm của sáng chế

Sáng chế có thể sản xuất hydrotanxit có hàm lượng Zr được kiểm soát đến hàm lượng 50ppm hoặc thấp hơn bằng cách cho huyền phù đặc nghiền ướt bằng, ví dụ, hạt zirconi, trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được duy trì ở 50°C hoặc thấp hơn. Hydrotanxit thu được có hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn, khi được trộn vào trong nhựa như nhựa polyvinyl clorua, khiến cho độ trong của nhựa được cải thiện đáng kể.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 1.

Fig. 2 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 2.

Fig. 3 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 3.

Fig. 4 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 4.

Fig. 5 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 5.

Fig. 6 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 6.

Fig. 7 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 1.

Fig. 8 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 2.

Fig. 9 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 3.

Fig. 10 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 4,

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết như sau.

Phương pháp để sản xuất theo sáng chế là phương pháp để sản xuất hydroxit từ các nguyên liệu là hợp chất nhôm và hợp chất magie và/hoặc hợp chất kẽm.

Phương pháp để sản xuất theo sáng chế ít nhất bao gồm các bước điều chế huyền phù đặc (dưới đây, cũng được gọi là bước điều chế huyền phù đặc), bước nghiền ướt các hạt trong huyền phù đặc (dưới đây, cũng được gọi là bước nghiền ướt), và bước xử lý thủy nhiệt. Phương pháp để sản xuất có thể bao gồm các bước khác ngoài các bước này nếu cần.

Bước điều chế huyền phù đặc

Bước điều chế huyền phù đặc là bước điều chế huyền phù đặc để sử dụng trong nghiền ướt, như bước nghiền ướt trước đó. Huyền phù đặc trên chứa ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của

nhôm, magie, hoặc kẽm. Nguyên liệu hydrotanxit có thể ở dạng bất kỳ như rắn hoặc dung dịch. Thực tế, nhiều nguyên liệu được ưu tiên của hydroxit, oxit, và cacbonat kém tan trong nước hoặc dung môi, và vì thế được sử dụng ở dạng rắn. Nếu ít nhất một nguyên liệu, cụ thể hợp chất magie, hợp chất kẽm, và hợp chất nhôm, không tan trong dung môi nước, huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt sau đó được điều chế bằng cách trộn các nguyên liệu này và các chất phụ gia khi cần. Nếu có nhiều nguyên liệu không tan trong dung môi nước (ví dụ, rắn, bột), một, một vài, hoặc toàn bộ nguyên liệu có thể được trộn để tạo ra huyền phù đặc. Phần nguyên liệu còn lại được bổ sung vào huyền phù đặc ở thời điểm giữa nghiền ướt và xử lý thủy nhiệt.

Hàm lượng chất rắn của huyền phù đặc không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn nếu từ 1% đến 70% khối lượng.

Trong phạm vi trên, đặc biệt là trong trường hợp mà hàm lượng chất rắn của huyền phù đặc nằm trong khoảng từ 1% khối lượng đến nhỏ hơn 25% khối lượng, độ nhớt của huyền phù đặc không tăng quá cao sau khi nghiền, và vì thế chất phụ gia đặc biệt hoặc tương tự không cần cho các mục đích như làm giảm độ nhớt. Do đó, trong trường hợp bên trên, huyền phù đặc chứa một, một vài hoặc toàn bộ các nguyên liệu trên có thể được điều chế để sử dụng trong bước nghiền ướt sau đó.

Để sản xuất hiệu quả, hàm lượng chất rắn trong trường hợp bên trên tốt hơn nữa là từ 10% khối lượng đến nhỏ hơn 25% khối lượng.

Ngược lại, hàm lượng chất rắn của huyền phù đặc bằng 25% khối lượng hoặc cao hơn làm tăng độ nhớt bằng huyền phù đặc khi nghiền và, với độ nhớt như vậy, hiệu quả của việc nghiền giảm xuống. Để khắc phục tình trạng này, hợp chất chứa nhóm axit carboxylic được bổ sung vào huyền phù đặc. Trong trường hợp này, huyền phù đặc có hàm lượng chất rắn bằng 25% khối lượng hoặc cao

hơn có thể được tiến hành nghiên cứu mà không gặp phải các vấn đề do độ nhớt tăng.

Việc nghiền huyền phù rất đậm đặc mà hợp chất chứa nhóm axit carboxylic được bổ sung thuận lợi trong việc sản xuất hiệu quả và làm mòn môi trường nghiền. Hàm lượng chất rắn trên tốt hơn nữa là 30% khối lượng hoặc cao hơn.

Giới hạn trên của hàm lượng chất rắn không bị giới hạn cụ thể nếu việc nghiền ướt có thể được thực hiện một cách hài lòng. Thậm chí hàm lượng chất rắn thường tốt hơn nếu 70% khối lượng hoặc thấp hơn như được mô tả ở trên, và tốt hơn nữa là 60% khối lượng hoặc thấp hơn.

Các ví dụ cụ thể về các axit béo no bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit formic, axit axetic, axit propionic, axit butyric, axit valeric, axit caproic, axit enanthic, axit caprylic, axit pelargonic, axit capric, axit lauric, axit myristic, axit palmitic, axit stearic, và axit behenic. Các ví dụ cụ thể của axit hydroxycarboxylic bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit lactic, axit malic, axit citric, axit o-hydroxybenzoic, axit m-hydroxybenzoic, axit p-hydroxybenzoic, và axit salicylic. Các ví dụ cụ thể về axit carboxylic thơm bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit benzoic, axit phthalic, axit isophthalic, axit terephthalic, axit salicylic, axit gallic, axit melitic, và axit xianic. Các ví dụ cụ thể của axit dicarboxylic bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit oxalic, axit malonic, axit succinic, axit glutaric, axit adipic, axit fumaric, và axit maleic. Các ví dụ cụ thể của axit oxocarboxylic bao gồm, nhưng không giới hạn ở, axit pyruvic, axit phthalaldehydic, axit isophthalaldehydic, axit terephthalaldehydic, axit 6-formyl-2,3-dimethoxybenzoic, axit o-acetylbenzoic, axit m-acetylbenzoic, axit p-acetylbenzoic, axit o-benzoylbenzoic, axit m-benzoylbenzoic, axit p-benzoylbenzoic, và axit benzophenon-4,4'-dicarboxylic.

Cụ thể là, hợp chất chứa nhóm axit carboxylic tốt hơn nếu axit béo no có

từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và tốt hơn nữa là axit axetic và axit béo no có từ 1 đến 5 nguyên tử cacbon.

Môi trường huyền phù của huyền phù đặc không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn nếu là nước. Môi trường huyền phù có thể bao gồm môi trường lỏng /môi trường khác nước miễn là không xảy ra tác dụng phụ.

Nồng độ (hoặc khối lượng) của hợp chất chứa nhóm axit carboxylic tốt hơn nếu là 5 g hoặc ít hơn, tốt hơn nữa là 3 g hoặc ít hơn, và còn tốt hơn nữa là 1 g hoặc ít hơn, trong mỗi 100 g hàm lượng chất rắn.

Thiết bị khuấy được sử dụng để điều chế huyền phù đặc không bị giới hạn cụ thể, và có thể là, ví dụ, que khuấy hoặc máy trộn thường được sử dụng.

Bước nghiền ướt

Sau khi huyền phù đặc được điều chế theo phần mô tả bên trên, hàm lượng chất rắn trong huyền phù đặc được nghiền ướt, sao cho kích thước của các hợp chất kim loại được giảm xuống. Khi sử dụng cụ thể như sử dụng làm chất phụ gia cho nhựa, hydrotanxit với các hạt đã lớn lên đủ để có cỡ hạt tương đối lớn được mong muốn. Với các nguyên liệu nêu trên ở trạng thái thô, rất khó để thu được hydrotanxit có cỡ hạt lớn, và dạng và cỡ hạt của hydrotanxit thu được có thể biến đổi. Nếu việc nghiền ướt không được thực hiện, khả năng phản ứng của hợp chất nhôm giảm xuống, mà có thể tạo ra sản phẩm phụ như bomit ($\text{AlO}(\text{OH})$) và dawsonit ($\text{NaAl}(\text{OH})_2\text{CO}_3$). Vì lý do này, huyền phù đặc chứa nguyên liệu cần được nghiền ướt để tạo ra các mẫu nhỏ nguyên liệu và nhờ đó tăng khả năng phản ứng.

Như được mô tả ở trên, độ nhớt của huyền phù đặc không bị tăng cao quá nếu hàm lượng chất rắn của huyền phù đặc là từ 1% khối lượng đến nhỏ hơn 25% khối lượng. Huyền phù đặc, không chứa chất phụ gia bất kỳ, vì thế được nạp vào trong máy nghiền hạt bằng cách sử dụng hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic

oxit được mô tả dưới đây, và sau đó được nghiền ướt trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được duy trì ở 50°C hoặc thấp hơn.

Hàm lượng chất rắn bằng 25% khối lượng hoặc cao hơn có thể làm tăng độ nhớt bằng huyền phù đặc một cách đáng kể khi thực hiện việc nghiền ướt. Do đó, hợp chất chứa nhóm axit carboxylic được bổ sung vào huyền phù đặc, sao cho việc bất ngờ tăng độ nhớt bị ức chế khi huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt. Cũng trong trường hợp này, việc nghiền ướt được thực hiện trong máy nghiền hạt bằng cách sử dụng hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic oxit trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hợp chất chứa nhóm axit carboxylic được duy trì ở 50°C hoặc thấp hơn.

Theo cách này, huyền phù đặc có hàm lượng chất rắn bằng 25% khối lượng hoặc cao hơn có thể tiến hành việc nghiền mà không gặp phải các vấn đề do độ nhớt tăng nếu huyền phù đặc chứa hợp chất chứa nhóm axit carboxylic.

Trong bước nghiền ướt, các hạt trong huyền phù đặc được nghiền, sao cho tạo ra các hạt có cỡ hạt thứ cấp trung bình D50 bằng 1,5 μm hoặc nhỏ hơn và D90 bằng 10 μm hoặc nhỏ hơn, không liên quan đến nồng độ huyền phù đặc là bằng từ 1% khối lượng đến nhỏ hơn 25% khối lượng hoặc bằng 25% khối lượng hoặc cao hơn. Thuật ngữ D50 đề cập đến cỡ hạt ở thể tích tích lũy của các hạt nhỏ hơn bao gồm 50% tổng thể tích hạt trong sự phân bố cỡ hạt. Thuật ngữ D90 đề cập đến cỡ hạt mà ở đó thể tích tích lũy của các hạt nhỏ hơn bao gồm 90% tổng thể tích hạt trong sự phân bố cỡ hạt. Các giá trị D50 và D90 có thể được xác định một cách dễ dàng bằng, ví dụ, máy đo phân bố cỡ hạt có bán sẵn trên thị trường.

Việc nghiền ướt được thực hiện bằng máy nghiền hạt bằng cách sử dụng hạt. Để nghiền ướt, huyền phù đặc nêu trên được cung cấp vào trong máy nghiền hạt. Máy nghiền hạt là thiết bị mà tạo ra phần trượt hạt (môi trường nghiền) với

nhau trong buồng nghiền để nghiền mịn và phân tán các hạt trong huyền phù đặc. Sáng chế sử dụng hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic oxit làm hạt.

Hạt zirconi có các đặc tính độ bền cao, độ dẻo cao tạo ra xu hướng rạn nứt giảm, và trọng lượng riêng cao. Về mặt lý thuyết, trọng lượng riêng cao hơn thu được hiệu quả nghiền và phân tán cao hơn trong bước nghiền ướt. Sáng chế vì thế sử dụng hạt zirconi có trọng lượng riêng tương đối cao so với các hạt xeramic.

Máy nghiền hạt đôi khi gây ra vấn đề về tạp chất (trộn các chất lạ) do việc mòn hạt. Mặc dù hạt zirconi có khả năng ít bị mòn, rất khó để loại bỏ hoàn toàn tạp chất. Hạt zirconi silic oxit có thể dễ bị mòn hơn. Đã phát hiện ra rằng, kết quả của các nghiên cứu, nếu nhiệt độ của huyền phù đặc không được kiểm soát trong khi nghiền và vì thế mảnh vụn mòn zirconi được trộn vào trong hydrotanxit thu được và, nếu hydrotanxit được trộn vào trong nhựa như nhựa polyvinyl clorua, hydrotanxit khiến cho độ trong của nhựa bị giảm đáng kể. Do đó, theo sáng chế, nhiệt độ của huyền phù đặc được kiểm soát đến 50°C hoặc thấp hơn, và hàm lượng Zr trong hydrotanxit được kiểm soát đến 50 ppm hoặc thấp hơn.

Hàm lượng Zr trong hydrotanxit tốt hơn nữa là 10 ppm hoặc thấp hơn. Để kiểm soát hàm lượng Zr trong hydrotanxit đến 10 ppm hoặc thấp hơn, nhiệt độ của huyền phù đặc trong khi nghiền tốt hơn nếu được kiểm soát đến 40°C hoặc thấp hơn.

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng việc kiểm soát nhiệt độ của huyền phù đặc khi nghiền đến 50°C hoặc thấp hơn ức chế sự ăn mòn hạt khi nghiền ướt, và kiểm soát hàm lượng Zr trong hydrotanxit đến 50 ppm hoặc thấp hơn. Nhiệt độ của huyền phù đặc có thể được kiểm soát đến 50°C hoặc thấp hơn, ví dụ, làm mát thiết bị nghiền ướt bằng cách sử dụng hạt zirconi hoặc hạt zirconi

silic oxit trong bước nghiền ướt. Do đó, hàm lượng Zr trong hydrotanxit làm sản phẩm cuối có thể được kiểm soát đến 50 ppm hoặc thấp hơn.

Thời gian nghiền trong bước nghiền ướt không bị giới hạn cụ thể, và có thể thường được chọn một cách thích hợp từ vài phút đến vài giờ sao cho các hạt phân tán có trong huyền phù đặc có cỡ hạt thứ cấp trung bình D50 bằng 1,5 μm hoặc nhỏ hơn D90 bằng 10 μm hoặc nhỏ hơn.

Nếu môi trường huyền phù chứa nhiều nguyên liệu tan kém, tất cả các nguyên liệu này được trộn, và sau đó nguyên liệu được trộn có thể được nghiền ướt cùng nhau trong một bước, hoặc nguyên liệu bất kỳ có thể được nghiền ướt, và sau đó (các) nguyên liệu khác có thể được nghiền từng bước. Nguyên liệu có thể được nghiền ướt riêng rẽ, và các nguyên liệu đã nghiền có thể được trộn. Cũng không cần phải nghiền ướt tất cả nguyên liệu kém tan trong môi trường huyền phù, và chỉ có một phần của nguyên liệu kém tan được nghiền ướt.

Các anion lớp trung gian thu được trong hydrotanxit không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn nếu các ion cacbonat. Các ion cacbonat có thể được cung cấp vào trong huyền phù đặc ở dạng khí cacbon đioxit hoặc muối như hydrocacbonat hoặc cacbonat. Thời điểm mà khí cacbon đioxit, hydrocacbonat, hoặc cacbonat được bổ sung vào hỗn hợp không bị giới hạn cụ thể, và có thể là trước và sau khi nghiền ướt. Đặc biệt ưu tiên trộn khí cacbon đioxit, hydrocacbonat, hoặc cacbonat vào trong hỗn hợp thu được thông qua việc nghiền ướt.

Xử lý thủy nhiệt

Sau khi nghiền ướt, phần nguyên liệu còn lại không cần nghiền được bổ sung vào huyền phù đặc, và sau đó huyền phù đặc được xử lý thủy nhiệt. Việc xử lý thủy nhiệt có thể thúc đẩy sự phát triển của các hạt để tổng hợp hydrotanxit có giá trị BET từ 1 m^2/g đến 30 m^2/g và hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn.

Xử lý thủy nhiệt không bị giới hạn cụ thể, nhưng thường được thực hiện trong bình chịu nhiệt như nồi hấp. Ở đây, nhiệt độ xử lý không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn nếu 120°C đến 250°C, tốt hơn nữa là 130°C đến 230°C, và còn tốt hơn nữa là 140°C đến 230°C. Áp suất bên trong của bình phản ứng trong khi xử lý không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn nếu 0,1 đến 10 MPa, và tốt hơn nữa là 0,2 đến 4 MPa. Thời gian xử lý không bị giới hạn cụ thể, nhưng từ 1 đến 6 giờ, ví dụ, và tốt hơn là từ 1 đến 4 giờ.

Các bước khác

Phương pháp để sản xuất theo sáng chế có thể bao gồm (các) bước khác ngoài bước điều chế huyền phù đặc, bước nghiền ướt, và bước xử lý thủy nhiệt nêu trên. Ví dụ, phương pháp để sản xuất theo sáng chế có thể bao gồm bước (bước xử lý bề mặt) xử lý bề mặt của các hạt bằng chất xử lý bề mặt khi cần sau bước xử lý thủy nhiệt. Các ví dụ về chất xử lý bề mặt bao gồm axit béo cao hơn, muối kim loại của axit béo cao hơn (xà phòng kim loại), chất hoạt động bề mặt anion, phosphat este, và chất ghép cặp như chất ghép cặp silan, chất ghép cặp titan, và chất ghép cặp nhôm.

Các ví dụ cụ thể hơn về chất xử lý bề mặt bao gồm axit béo cao hơn như axit stearic, axit oleic, axit erucic, axit palmitic, và axit lauric; muối kim loại như muối lithi, muối natri, và muối kali của các axit béo cao hơn này; chất hoạt động bề mặt anion như sulfat của rượu cao hơn (ví dụ, rượu stearyl, rượu oleyl), sulfat của polyetylen glycol ete, sulfat được liên kết amit, sulfonat được liên kết ete, sulfonat được liên kết este, alkyl aryl sulfonat được liên kết amit, và alkyl aryl sulfonat được liên kết ete; phosphat este như mono- hoặc di-este của axit orthophosphoric và rượu (ví dụ, rượu oleyl, rượu stearyl), và hỗn hợp của các este này mà ở dạng axit, hoặc muối kim loại kiềm hoặc muối amin; chất ghép cặp silan như vinyltoxysilan, γ -methacryloxypropyl trimetoxysilan, vinyltris(2-

metoxyetoxy)silan, và γ -aminopropyl trimetoxysilan; chất ghép cặp titan như isopropyltriisostearoyl titanat, isopropyltris(đioctylpyrophosphat)titanat, và isopropyltridexyl benzenesulfonyl titanat; và chất ghép cặp kiềm như axetoalkoxy nhôm diisopropylat.

Nếu việc xử lý bề mặt được thực hiện, hydrotanxit tốt hơn nếu bề mặt được xử lý bằng chất xử lý bề mặt được bổ sung vào đó với lượng bằng 0,1% đến 15% khối lượng của hydrotanxit, và tốt hơn nếu 0,5% đến 5% khối lượng hydrotanxit.

Phương pháp xử lý bề mặt không bị giới hạn cụ thể, và có thể là phương pháp thích hợp bất kỳ như phương pháp làm ướt hoặc phương pháp làm khô đã biết thông thường. Trong trường hợp của phương pháp làm ướt, xử lý bề mặt có thể được thực hiện bằng cách bổ sung chất xử lý bề mặt ở dạng dung dịch hoặc nhũ tương vào huyền phù đặc chứa hydrotanxit, đủ để trộn hỗn hợp tạo thành trong khi khuấy đồng thời làm nóng hỗn hợp đến 100°C khi cần, lọc sạch hydrotanxit, và rửa và làm khô hydrotanxit.

Sau khi xử lý thủy nhiệt, các bước như bước lọc huyền phù đặc để thu được hydrotanxit, và bước rửa và làm khô có thể được thực hiện khi cần.

Ví dụ, tốt hơn nếu, huyền phù đặc được xử lý thủy nhiệt được lọc để tách chất rắn (bánh) chứa hydrotanxit ra khỏi phần lọc, và sau đó chất rắn được thu gom được rửa với nước khi cần. Số lần rửa với nước không bị giới hạn cụ thể. Sau đó, chất rắn được lọc sạch được thu gom và sau đó được làm khô, ví dụ, trong lò, và chất rắn đã làm khô được nghiền khô khi cần. Nhờ đó, hydrotanxit mong muốn có thể thu được.

Theo một phương án được ưu tiên, phương pháp để sản xuất trên có thể còn bao gồm bước đem phần lọc tiếp xúc với khí cacbon đioxit. Trong phương pháp để sản xuất theo sáng chế, cacbonat được tạo ra sản phẩm phụ sau phản ứng.

Cacbonat được chuyển hóa thành hydrocacbonat khi cho tiếp xúc với và được phản ứng với khí cacbon đioxit (CO_2) (ví dụ, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \rightarrow \text{NaHCO}_3$). Hydrocacbonat tạo thành có thể tái sử dụng, và có thể được sử dụng làm nguyên liệu của hydrotanxit khác. Do đó, vấn đề loại bỏ sản phẩm phụ, mà là vấn đề của các phương pháp thông thường, có thể được giải quyết. Sáng chế vì thế có ưu điểm từ các khía cạnh môi trường và kinh tế.

Hydrotanxit

Hydrotanxit được sản xuất bằng phương pháp trên để sản xuất hydrotanxit có diện tích bề mặt riêng BET bằng $1 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $30 \text{ m}^2/\text{g}$, tốt hơn nếu $3 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $30 \text{ m}^2/\text{g}$, và tốt hơn nữa là $5 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $25 \text{ m}^2/\text{g}$. Diện tích bề mặt riêng BET có thể được đo bằng cách sử dụng thiết bị đo sự phân bố lỗ/điện tích bề mặt cụ thể có bán trên thị trường theo, ví dụ, JIS Z8830.

Hàm lượng Zr trong hydrotanxit có thể được đo bằng phương pháp sau sử dụng phổ phát xạ nguyên tử plasma cao tần cảm ứng (ICP).

Sau đây là phương pháp phân tích cụ thể.

Việc đo được thực hiện bằng ICP1700HVR từ Seiko Instruments Inc. dưới các điều kiện sau đây.

Mẫu thử (khoảng 2,5 g) được cân chính xác trong cốc mỏ, và axit nitric (trọng lượng riêng: 1,38, khoảng 5 ml) được bổ sung vào đó, sao cho mẫu thử được hòa tan. Dung dịch tạo thành được nạp vào trong bình cầu định mức thể tích 100ml, và bình cầu được đổ đầy nước trao đổi ion. Dung dịch tạo thành được lấy làm dung dịch thử nghiệm, và dung dịch này được tiến hành đo dưới các điều kiện sau đây. Bằng cách sử dụng số liệu thô thu được, hàm lượng Zr được tính dưới các điều kiện tính toán sau đây.

Các điều kiện đo được mô tả dưới đây.

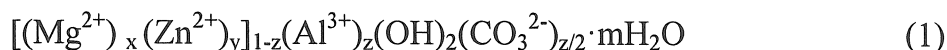
Đường cong hiệu chuẩn được tạo ra ở chiều dài bước sóng bằng

339,295nm với kính quang phổ trên, và mẫu thử được tiến hành đo. Đường cong hiệu chuẩn được tạo ra bằng cách sử dụng ba mẫu thử đối với đường cong hiệu chuẩn chứa Zr ở các nồng độ bằng 0, 0,5 và 1,0 ppm, tương ứng, ví dụ.

Các điều kiện tính toán như sau.

$$\text{Zr (ppm)} = \text{số liệu thô} \times 100/\text{mẫu (g)}$$

Các ví dụ cụ thể về hydrotanxit thu được bằng phương pháp trên bao gồm hydrotanxit được thể hiện bằng công thức sau (1):



trong đó x, y, z, và m là các giá trị thỏa mãn bất đẳng thức $0,5 \leq x \leq 1$, $0 \leq y \leq 0,5$, $x+y=1$, $0,1 \leq z \leq 0,5$, và $0 \leq m < 1$.

Các hydrotanxit cũng thỏa mãn các điều kiện (1) đến (8) sau đây trong nhiễu xạ tia X:

(1) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=39$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=60,7$ (deg) bằng 0,3 hoặc lớn hơn,

(2) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=39$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=62$ (deg) bằng 0,3 hoặc lớn hơn,

(3) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=46.5$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=60,7$ (deg) là 0,25 hoặc lớn hơn,

(4) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=46.5$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=62$ (deg) là 0,25 hoặc lớn hơn,

(5) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=53$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=60,7$ (deg) là 0,05 hoặc lớn hơn,

(6) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=53$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=62$ (deg) là 0,05 hoặc lớn hơn,

(7) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=56.4$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=60,7$ (deg) là 0,03 hoặc lớn hơn, và

(8) tỷ lệ cường độ của pic bằng $2\theta=56.4$ (deg) đối với pic bằng $2\theta=62$ (deg) là 0,03 hoặc lớn hơn.

Hyđrotanxit thu được thông qua các bước trên có thể thích hợp được sử dụng làm, ví dụ, chất phụ gia cho nhựa, và nhựa mà hyđrotanxit thu được được bổ sung biểu hiện các đặc tính tuyệt vời về tính kháng nhiệt, độ cản nhiệt nén, và độ trong.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế còn được mô tả chi tiết theo cách ví dụ. Các ví dụ này không nên được hiểu là giới hạn phạm vi của không nên được hiểu là giới hạn phạm vi của sáng chế. Trong các ví dụ này, “phần” và “%” tương ứng để chỉ “(các) phần khối lượng” và “% khối lượng”, trừ khi được quy định khác.

Phương pháp đo D50 và D90

Trong các ví dụ và ví dụ so sánh sau, D50 và D90 trong huyền phù đặc được đo bằng máy đo phân phối cỡ hạt (Microtrac MT3300EX từ Nikkiso Co., Ltd.). Cụ thể là, 0,025% khối lượng dung dịch nước (180ml) chứa natri hexametaphosphat được chuẩn bị trong buồng lấy mẫu trong thiết bị đo (máy đo sự phân bố cỡ hạt). Trong dung dịch, mẫu thử (khoảng 0,1 g) được nhỏ giọt. Hỗn hợp tạo thành được tiến hành đo bao gồm bước làm tuần hoàn hỗn hợp bằng chức năng phân tán siêu âm của thiết bị đo ở lưu lượng siêu âm bằng 50% và đầu ra bằng 30 W trong 120 giây. Việc đo được thực hiện hai lần, và trung bình của giá trị được đo được lấy làm giá trị đo.

Phương pháp đo độ dẫn điện

Độ dẫn điện của nước để rửa được đo bằng cách sử dụng máy đo độ dẫn điện (máy đo độ dẫn điện CM-40S) từ DKK-TOA Corporation. Nhiệt độ đo mẫu thử là 25°C.

Phương pháp đo diện tích bề mặt riêng BET

Diện tích bề mặt riêng BET được đo theo JIS Z8830.

Phương pháp đo XRD

XRD được đo bằng cách sử dụng RINT-TTR III từ Rigaku Corporation dưới các điều kiện sau đây.

Mẫu thử (khoảng 3 g) được nạp vào dụng cụ chứa, và tiến hành đo dưới điều kiện đo A. Số liệu thô thu được được xử lý dưới điều kiện xử lý số liệu B, sao cho XRD được xác định dưới điều kiện tìm kiếm pic C.

Điều kiện đo A

Góc 2θ : 37 đến 70 (deg)

Chiều rộng lấy mẫu: $0,01^\circ$

Vận tốc quét: $1^\circ/\text{phút}$

Điện áp: 50 kV

Dòng điện: 300 mA

Điều kiện xử lý số liệu B

Nền: điều chỉnh đường thẳng, ngưỡng = 3,0, độ lệch BG = 0,3

Loại bỏ pic $K\alpha_2$: được loại bỏ

Sự làm nhẵn: làm nhẵn sóng con 2,1

Điều kiện tìm kiếm pic C

Loại máy lọc: máy lọc parabol 31

Xác định giá trị pic: Đỉnh pic

Pic $K\alpha_2$: lấy ra khỏi danh sách

Ngưỡng và khoảng: ngưỡng = 0,5, ngắt cường độ pic = 0,5, khoảng xác định BG = 5

Điểm ổn định BG = 15

Ví dụ 1: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit ($D_{50} = 4,0 \mu\text{m}$, 447,3

g), nhôm hydroxit ($D_{50} = 8,0 \mu\text{m}$, 299,2 g), và nước với lượng tạo ra tổng lượng hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D_{50} bằng $10 \mu\text{m}$, và D_{90} bằng $75 \mu\text{m}$. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 40°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có D_{50} bằng $1,0 \mu\text{m}$, D_{90} bằng $3,5 \mu\text{m}$, và độ nhớt bằng $5000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Natri hydrocacbonat được bổ sung với lượng bằng $1/2$ mol trong mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (2l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng của huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc thu được chứa hydrotanxit được giữ ở 95°C , axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C , 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng $50 \mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc thu được được rửa bằng nước được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 1 là đồ thị hiển thị kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 1. Đồ thị trong Fig. 1 hiển thị các pic nhiễu xạ được cho là hydrotanxit có các pic chính xung quanh 2θ (deg) = 12. Nhờ đó, sản phẩm được xác định là hydrotanxit. Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng $11,5 \text{ m}^2/\text{g}$ và hàm lượng Zr bằng 5 ppm. Diện tích bề mặt riêng BET của hydrotanxit trước khi xử lý bằng axit stearic là

14,0 m²/g.

Ví dụ 2: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit (D50 = 4,0 μ m, 447,3 g), nhôm hydroxit (D50 = 8,0 μ m, 299,2 g), và nước với lượng thu được tổng lượng hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D50 bằng 10 μ m, và D90 bằng 75 μ m. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 50°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có D50 bằng 1,0 μ m, D90 bằng 3,5 μ m, và độ nhớt bằng 4800 mPa.s. Natri hydrocacbonat được bổ sung với lượng bằng 1/2 mol trong mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (2l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc thu được chứa hydrotanxit được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 50 μ S/cm (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 2 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 2. Từ các pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 2, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hyđrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng 11,5 m²/g và hàm lượng Zr bằng 45 ppm.

Ví dụ so sánh 1: Sản xuất hyđrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hyđroxit (D50 = 4,0 μm, 447,3 g), nhôm hyđroxit (D50 = 8,0 μm, 299,2 g), và nước với lượng để thu được tổng lượng hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D50 bằng 10 μm, và D90 bằng 75 μm. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được đưa vào nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 55°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có D50 bằng 1,0 μm, D90 bằng 3,5 μm, và độ nhớt bằng 4400 mPa.s. Natri hyđrocacbonat được bổ sung với lượng bằng 1/2 mol trong mỗi mol magie hyđroxit vào huyền phù đặc (2l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc thu được chứa hyđrotanxit được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 50μS/cm (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 7 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 1. Từ các pic nhiễu xạ

trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 7, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng $11,5 \text{ m}^2/\text{g}$ và hàm lượng Zr bằng 55 ppm.

Ví dụ so sánh 2: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit ($D_{50} = 4,0 \text{ }\mu\text{m}$, 447,3 g), nhôm hydroxit ($D_{50} = 8,0 \text{ }\mu\text{m}$, 299,2 g), và nước với lượng thu được tổng lượng hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D_{50} bằng $10 \text{ }\mu\text{m}$, và D_{90} bằng $75 \mu\text{m}$. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu). Huyền phù đặc thu được có D_{50} bằng $1,0 \text{ }\mu\text{m}$, D_{90} bằng $4 \text{ }\mu\text{m}$, và độ nhớt bằng $4000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Nhiệt độ cuối cùng của huyền phù đặc bằng 65°C . Huyền phù đặc được tiến hành nghiền được làm lạnh xuống nhiệt độ trong phòng. Natri hydrocacbonat được bổ sung với lượng bằng $1/2 \text{ mol}$ mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (2l). Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng của huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit tạo thành được giữ ở 95°C , axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C , 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng $60 \text{ }\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 8 là đồ thị thể

hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 2. Từ các pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 8, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng 12,0 m²/g và hàm lượng Zr bằng 100 ppm.

Ví dụ 3: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit (D50 = 4,0 μ m, 447,3 g), nhôm hydroxit (D50 = 8,0 μ m, 299,2 g), và nước với lượng thu được tổng lượng của hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D50 bằng 10 μ m, và D90 bằng 75 μ m. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 40°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có D50 bằng 1,0 μ m, D90 bằng 3,5 μ m, và độ nhớt bằng 5000 mPa.s. Natri cacbonat được bổ sung với lượng bằng 1/2 mol trong mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (2l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit thu được được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 60 μ S/cm (25°C). Bánh lọc

thu được được rửa bằng nước được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 3 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 3. Từ các pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 3, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng 12,5 m²/g và hàm lượng Zr bằng 5 ppm.

Ví dụ 4: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit (D50 = 4,0 µm, 391,4 g), kẽm oxit (D50 = 7,5 µm, 78,1 g), nhôm hydroxit (D50 = 8,0 µm, 299,2 g) và nước với lượng thu được tổng lượng của hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D50 bằng 10 µm, và D90 bằng 75 µm. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 40°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có D50 bằng 1,0 µm, D90 bằng 3,5 µm, và độ nhớt bằng 5000 mPa·s. Natri hydrocacbonat được bổ sung với lượng bằng 1/2 mol trong mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (2l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng của huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc thu được chứa hydrotanxit được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của

nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng $50 \mu\text{S/cm}$ (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 4 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 4. Từ các pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 4, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng $9,1 \text{ m}^2/\text{g}$ và hàm lượng Zr bằng 5 ppm.

Ví dụ 5: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit ($D50 = 4,0 \mu\text{m}$, 894,7 g), nhôm hydroxit ($D50 = 8,0 \mu\text{m}$, 598,3 g), và nước với lượng thu được tổng lượng hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp còn được trộn với axit axetic (chất phản ứng, 9,0 g). Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có $D50$ bằng $10 \mu\text{m}$, và $D90$ bằng $75 \mu\text{m}$. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 40°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có $D50$ bằng $1,0 \mu\text{m}$, $D90$ bằng $3,5 \mu\text{m}$, và độ nhớt bằng $1500 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Huyền phù đặc sau đó được lấy ra khỏi thiết bị nghiền ướt. Natri hydrocacbonat được bổ sung với lượng bằng $1/2$ mol trong mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (1l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng của huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit tạo thành được giữ ở 95°C , axit

stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn được lọc qua thiết bị lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 5 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ 5. Từ các pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 5, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng 11,5 m^2/g và hàm lượng Zr bằng 5 ppm.

Ví dụ so sánh 3: Sản xuất của hydrotanxit

Huyền phù đặc được chuẩn bị theo cách tương tự như trong ví dụ 5 ngoại trừ việc nghiền ướt không được thực hiện. Huyền phù đặc được điều chế được xử lý thủy nhiệt trong nồi hấp ở nhiệt độ 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit tạo thành được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc. Bánh lọc thu được được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml). Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 90 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 9 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 3. Như được hiển thị trong đồ thị trong Fig. 9, các pic nhiễu xạ được cho là của bomit ($\text{AlO}(\text{OH})$), sản phẩm phụ, được phát hiện cũng như các pic nhiễu xạ được cho là của hydrotanxit.

Sản phẩm tạo thành có diện tích bề mặt riêng BET bằng 15,0 m^2/g và có

hàm lượng Zr bằng 0 ppm.

Ví dụ so sánh 4: Sản xuất hydrotanxit

Bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit ($D_{50} = 4,0 \mu\text{m}$, 894,7 g), nhôm hydroxit ($D_{50} = 8,0 \mu\text{m}$, 598,3 g), và nước với lượng thu được tổng lượng của hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được điều chế. Huyền phù đặc có D_{50} bằng $10 \mu\text{m}$, và D_{90} bằng $75 \mu\text{m}$. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 40°C hoặc thấp hơn, nhưng độ nhớt bất ngờ tăng ngay sau khi bắt đầu nghiền. Sau khoảng 5 phút (thời gian lưu), động cơ dẫn động được ngừng lại do lượng quá tải thêm vài đó. Huyền phù đặc thu được có D_{50} bằng $4,0 \mu\text{m}$, D_{90} bằng $8,0 \mu\text{m}$, và độ nhớt bằng $9000 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Natri hydrocacbonat được bổ sung với lượng bằng $1/2$ mol trong mỗi mol magie hydroxit vào huyền phù đặc (1l) được tiến hành nghiền. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit tạo thành được giữ ở 95°C , axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C , 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng $90 \mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc được rửa bằng nước thu được được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 10 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRD của sản phẩm thu được trong ví dụ so sánh 4. Từ các

pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 10, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET của 13,5 m²/g và hàm lượng Zr của 3 ppm.

Ví dụ 6: Sản xuất hydrotanxit

Huyền phù đặc chứa hydrotanxit thu được bằng phương pháp để sản xuất trong ví dụ 5 được lọc để tạo ra bánh lọc và phần lọc. Phần lọc được ngâm khí với khí cacbon đioxit cho đến khi độ pH được giảm từ 10,0 xuống 8,0. Dung dịch phản ứng thu được được lọc. Phần lọc được chuyển hóa từ natri cacbonat dung dịch vào trong natri hydrocacbonat dung dịch. Một cách riêng rẽ, bình phản ứng 5l được nạp bằng magie hydroxit (D50 = 4,0 µm, 894,7 g), nhôm hydroxit (D50 = 8,0 µm, 598,3 g), và nước với lượng thu được tổng lượng của hỗn hợp bằng 3l. Hỗn hợp còn được trộn với axit axetic (chất phản ứng, 9,0 g). Hỗn hợp được khuấy trong 10 phút, sao cho huyền phù đặc được chuẩn bị. Huyền phù đặc có D50 bằng 10 µm, và D90 bằng 75 µm. Huyền phù đặc được cung cấp vào trong thiết bị nghiền ướt có bộ phận làm mát (DYNO-MILL MULTILAB từ SHINMARU ENTERPRISES CORPORATION, được đổ đầy hạt zirconi). Huyền phù đặc được tiến hành nghiền ướt trong 18 phút (thời gian lưu) trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được giữ ở 40°C hoặc thấp hơn trong khi nghiền. Huyền phù đặc thu được có D50 bằng 1,0 µm, D90 bằng 4 µm, và độ nhớt bằng 1500 mPa·s. Huyền phù đặc sau đó được lấy ra khỏi thiết bị nghiền ướt. Phần lọc thu được ở trên được cân và được bổ sung vào huyền phù đặc (1l) được tiến hành nghiền, sao cho lượng natri hydrocacbonat bằng 1/2 mol trong mỗi mol magie hydroxit. Nước được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho tổng lượng của huyền phù đặc bằng 8l. Huyền phù đặc được khuấy trong 10 phút. Huyền phù đặc (3l) được chuyển vào trong nồi hấp, và sau đó được phản ứng thủy nhiệt ở 170°C

trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit tạo thành được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100 ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 50 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc tạo thành được rửa bằng nước được làm khô ở 100°C trong 24 giờ và sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Fig. 6 là đồ thị thể hiện kết quả đo XRDs of sản phẩm thu được trong ví dụ 6. Từ các pic nhiễu xạ trong đồ thị được hiển thị trong Fig. 6, sản phẩm được xác định là hydrotanxit.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng 11,5 m^2/g và hàm lượng Zr bằng 5 ppm.

Ví dụ tham khảo: Sản xuất hydrotanxit từ nguyên liệu lỏng

Dung dịch nước (750 ml) của magie sulfat với nồng độ Mg bằng 2,6 mol/L được trộn với dung dịch nước (475 ml) của nhôm sulfat sử dụng công nghiệp với nồng độ Al bằng 2,1 mol/L. Nước được bổ sung vào hỗn hợp này, sao cho 1,5L dung dịch muối kim loại được chuẩn bị. Một cách riêng rẽ, dung dịch 18N (277,5 ml) của NaOH được trộn với sử dụng công nghiệp Na_2CO_3 (158,66 g). Nước được bổ sung vào hỗn hợp này, sao cho 1,5l dung dịch kiềm được chuẩn bị. Dung dịch muối kim loại nêu trên và dung dịch kiềm được trộn trong khi khuấy, và dung dịch tạo thành được khuấy trong khoảng 30 phút. Tiếp theo, huyền phù thu được chứa chất đồng kết tủa được xử lý thủy nhiệt ở 170°C trong 2 giờ. Trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc chứa hydrotanxit tạo thành được giữ ở 95°C, axit stearic (9 g) được bổ sung vào huyền phù đặc sao cho các hạt được xử lý bề mặt. Sau đó, chất rắn thu được bằng cách lọc, và bánh lọc được rửa bằng nước trao đổi ion (35°C, 9l). Bánh lọc còn được rửa bằng nước trao đổi ion (100

ml), và độ dẫn điện của nước được sử dụng để rửa được đo. Độ dẫn điện đo được của nước được sử dụng để rửa bằng 1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C). Bánh lọc thu được được rửa bằng nước được làm khô ở 100°C trong 24 giờ sau đó được nghiền, nhờ đó thu được sản phẩm rắn. Đồ thị thu được từ nhiễu xạ tia X của sản phẩm đã thể hiện rằng sản phẩm là hydrotanxit, nhưng đồ thị cũng đã thể hiện rằng dawsonit xuất hiện làm sản phẩm phụ đồng thời.

Hydrotanxit thu được có diện tích bề mặt riêng BET bằng 12,0 m^2/g và hàm lượng Zr bằng 0 ppm.

Bảng 1 sau đây thể hiện rằng dù cho axit axetic được bổ sung hay không, nhiệt độ trong khi nghiền, độ nhớt của huyền phù đặc, giá trị D50 và D90 của huyền phù đặc, diện tích bề mặt riêng BET và hàm lượng Zr của hydrotanxit, và dù cho sản phẩm phụ có xuất hiện trong các ví dụ và ví dụ so sánh nêu trên hay không.

Đánh giá

Bổ sung dioctyl phtalat (50 phần khối lượng), kẽm stearat (0,5 phần khối lượng), và hydrotanxit (2,1 phần khối lượng) vào nhựa polyvinyl clorua (mức độ polyme hóa: 1000, 100 phần khối lượng), sao cho chế phẩm nhựa được tạo ra. Chế phẩm được nhào trộn ở nhiệt độ 160°C trong 5 phút và được tạo thành dạng tấm bằng cách sử dụng máy nghiền cuốn, sao cho tấm được tạo ra. Tấm được sản xuất được tiến hành thử nghiệm lò bánh răng (được mô tả dưới đây) ở 180°C, và sự kháng nhiệt lò được đánh giá. Đồng thời, tấm nén được tạo ra, và sự biến màu của tấm sau khi phơi ra ở nhiệt độ 170°C trong 20 phút được đánh giá.

Với độ trong, tấm nén được quan sát bằng mắt để đánh giá. Bảng 1 sau đây thể hiện kết quả.

Phương pháp đánh giá và tiêu chuẩn đánh giá được mô tả dưới đây.

Sự kháng nhiệt lò bằng thử nghiệm lò bánh răng

Tấm được phơi ra ở nhiệt độ 180°C trong lò bánh răng trong 60 phút, và sự biến màu của tấm sau khi tiếp xúc được đánh giá bằng cách đánh giá cảm quan theo tiêu chuẩn sau.

Tốt: Tấm không bị biến màu.

Khá tốt: Tấm bị biến màu nhẹ.

Kém: Tấm bị biến màu.

Độ cản nhiệt nén

Tấm bị ép bằng máy ép 170°C trong 20 phút, và sự biến màu của tấm thu được được đánh giá bằng cách quan sát bằng mắt theo tiêu chuẩn sau.

Tiêu chuẩn đánh giá

Tốt: Tấm không bị biến màu.

Khá tốt: Tấm bị biến màu nhẹ.

Kém: Tấm bị biến màu.

Độ trong

Tấm trên bị ép bằng máy nén 170°C trong 5 phút, và độ trong suốt của tấm thu được được đánh giá bằng cách quan sát bằng mắt theo tiêu chuẩn sau.

Tiêu chuẩn đánh giá

Tuyệt vời: Tấm không bị mờ.

Tốt: Tấm bị mờ nhẹ.

Khá tốt: Tấm bị mờ.

Kém: Tấm bị mờ đáng kể.

Rất kém: Tấm bị mờ rất đáng kể.

Bảng 1

	Axit axetic (g)	Nhiệt độ khí nghiền	Độ nhớt của huyền phù đặc sau khi nghiền (mPa.s)	D50 của huyền phù đặc sau khi nghiền	D90 của huyền phù đặc sau khi nghiền	Hydrotanxit				Đặc điểm của nhựa chứa hydrotanxit		
						Diện tích bề mặt riêng BET (m ² /g)	Hàm lượng Zr (ppm)	Sản phẩm phụ	Khả năng kháng nhiệt lò	Khả năng kháng nhiệt áp suất	Độ trong	
Ví dụ 1	Không bổ sung	≤ 40°C	5000	1,0	3,5	11,5	5	Không	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	
Ví dụ 2	Không bổ sung	≤ 50°C	4800	1,0	3,5	11,5	45	Không	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	
Ví dụ 3	Không bổ sung	≤ 40°C	5000	1,0	3,5	12,5	5	Không	Tốt	Khá Tốt	Tốt	
Ví dụ 4	Không bổ sung	≤ 40°C	5000	1,0	3,5	9,1	5	Không	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	
Ví dụ 5	9,0	≤ 40°C	1500	1,0	3,5	11,5	5	Không	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	
Ví dụ 6	9,0	≤ 40°C	1500	1,0	4,0	11,5	5	Không	Tốt	Tốt	Tuyệt vời	
Ví dụ so sánh 1	Không bổ sung	≤ 55°C	4400	1,0	3,5	11,5	55	Không	Tốt	Tốt	Khá Tốt	
Ví dụ so sánh 2	Không bổ sung	≤ 65°C	4000	1,0	4,0	12	100	Không	Khá Tốt	Khá Tốt	Kém	
Ví dụ so sánh 3	9,0	Không nghiền	N/A	N/A	N/A	15	0	Xuất hiện	Kém	Kém	Rất kém	
Ví dụ so sánh 4	Không bổ sung	Không có khả năng nghiền	9000	4,0	8,0	13,5	3	Không	Kém	Kém	Kém	

Như được hiển thị trong bảng 1, hydrotanxit có giá trị BET bằng $1\text{m}^2/\text{g}$ đến $30\text{m}^2/\text{g}$ và hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn có thể được tổng hợp bằng cách điều chế huyền phù đặc mà chứa ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của nhôm, magie, hoặc kẽm, hoặc huyền phù đặc mà chứa hợp chất chứa nhóm axit carboxylic cũng như ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của nhôm, magie, hoặc kẽm; huyền phù đặc để nghiền ướt với hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic oxit trong khi duy trì nhiệt độ của huyền phù đặc ở 50°C hoặc thấp hơn, sao cho thu được các hạt trong huyền phù đặc có cỡ hạt thứ cấp trung bình D50 bằng $1,5\text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn và D90 bằng $10\text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn; và bổ sung phần nguyên liệu còn lại vào huyền phù đặc và xử lý thủy nhiệt huyền phù đặc thu được.

Đồng thời do hydrotanxit thu được có hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn, hydrotanxit tuyệt vời làm chất phụ gia cho nhựa. Hydrotanxit, khi được bổ sung vào nhựa polyvinyl clorua, tạo ra các đặc tính tuyệt vời bao gồm sự kháng nhiệt, độ cản nhiệt nén, và độ trong, đặc biệt độ trong tuyệt vời, cho nhựa.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit từ các nguyên liệu là hợp chất nhôm và hợp chất magie và/hoặc hợp chất kẽm, phương pháp này bao gồm các bước:

bước điều chế huyền phù đặc để điều chế huyền phù đặc mà chứa ít nhất một nguyên liệu được chọn từ nhóm bao gồm hydroxit, oxit, và cacbonat của nhôm, magie, hoặc kẽm;

bước nghiền ướt huyền phù đặc để nghiền ướt với hạt zirconi hoặc hạt zirconi silic oxit trong khi duy trì nhiệt độ của huyền phù đặc ở 50°C hoặc thấp hơn, sao cho tạo ra các hạt trong huyền phù đặc có cỡ hạt thứ cấp trung bình D50 bằng 1,5 μm hoặc nhỏ hơn và D90 bằng 10 μm hoặc nhỏ hơn; và

bước xử lý thủy nhiệt bằng cách bổ sung phần còn lại của nguyên liệu vào huyền phù đặc và xử lý thủy nhiệt huyền phù đặc thu được để tổng hợp hydrotanxit có giá trị BET bằng 1 m^2/g đến 30 m^2/g và hàm lượng Zr bằng 50 ppm hoặc thấp hơn.

2. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm 1, trong đó bước điều chế huyền phù đặc còn bao gồm bước bổ sung hợp chất chứa nhóm axit carboxylic vào huyền phù đặc sao cho tạo ra hàm lượng chất rắn bằng 25% khối lượng hoặc cao hơn.

3. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm 1 hoặc 2, trong đó việc nghiền ướt trong bước nghiền ướt được thực hiện trong khi nhiệt độ của huyền phù đặc được duy trì ở 40°C hoặc thấp hơn, và hydrotanxit có hàm lượng Zr bằng 10 ppm hoặc thấp hơn được tổng hợp trong bước xử lý thủy nhiệt.

4. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, phương pháp này còn bao gồm bước lọc huyền phù đặc sau bước xử lý thủy nhiệt để thu được hydrotanxit và phần lọc, và đem phần lọc tiếp xúc với khí cacbon đioxit để thu gom cacbonat.

5. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, trong đó hợp chất chứa nhóm axit carboxylic là ít nhất một hợp chất chứa nhóm axit

carboxylic được chọn từ axit béo no, axit hydroxycarboxylic, axit carboxylic thơm, axit dicarboxylic, và axit oxocarboxylic.

6. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó hợp chất magie là ít nhất một hợp chất được chọn từ nhóm bao gồm magie hydroxit, magie oxit, và magie cacbonat bazơ.

7. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó hợp chất kẽm là kẽm hydroxit, kẽm oxit, hoặc kẽm cacbonat bazơ.

8. Phương pháp để sản xuất hydrotanxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó hợp chất nhôm là nhôm hydroxit hoặc nhôm oxit.

FIG.1

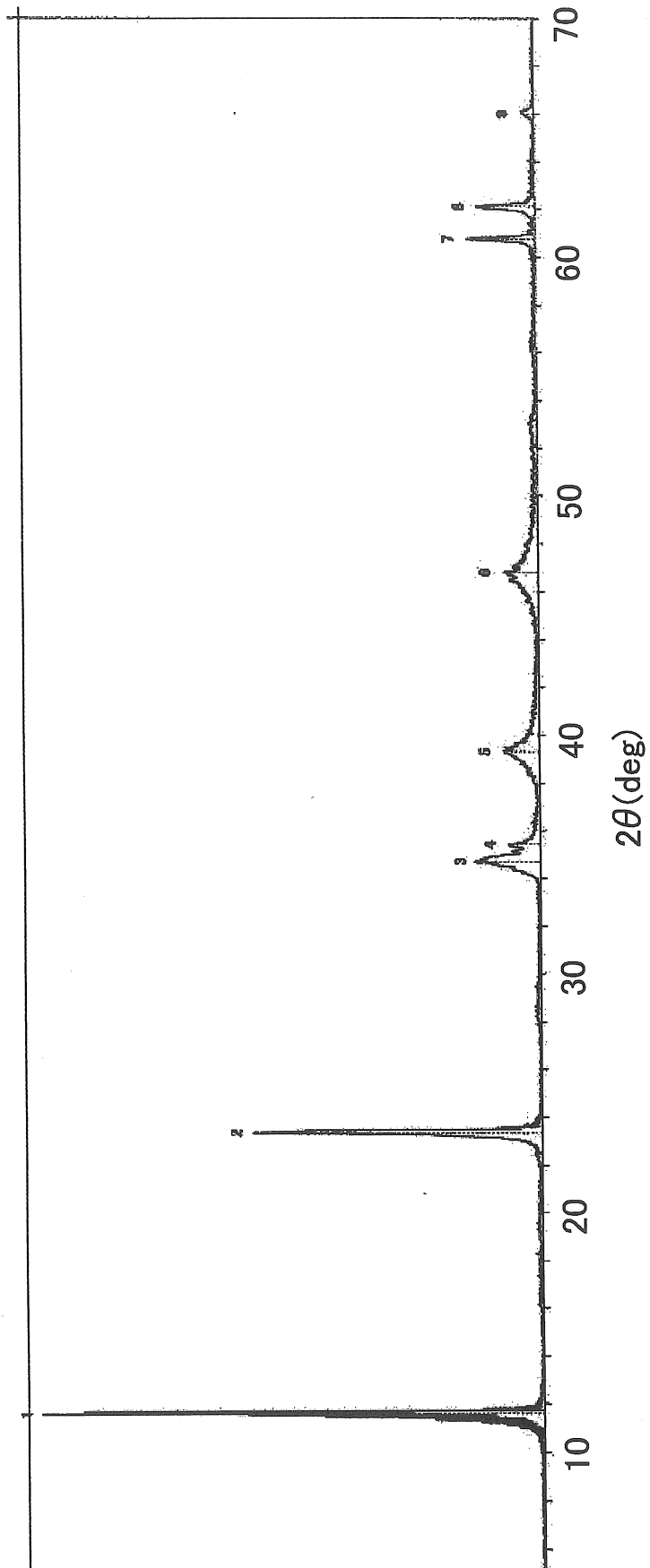


FIG.2

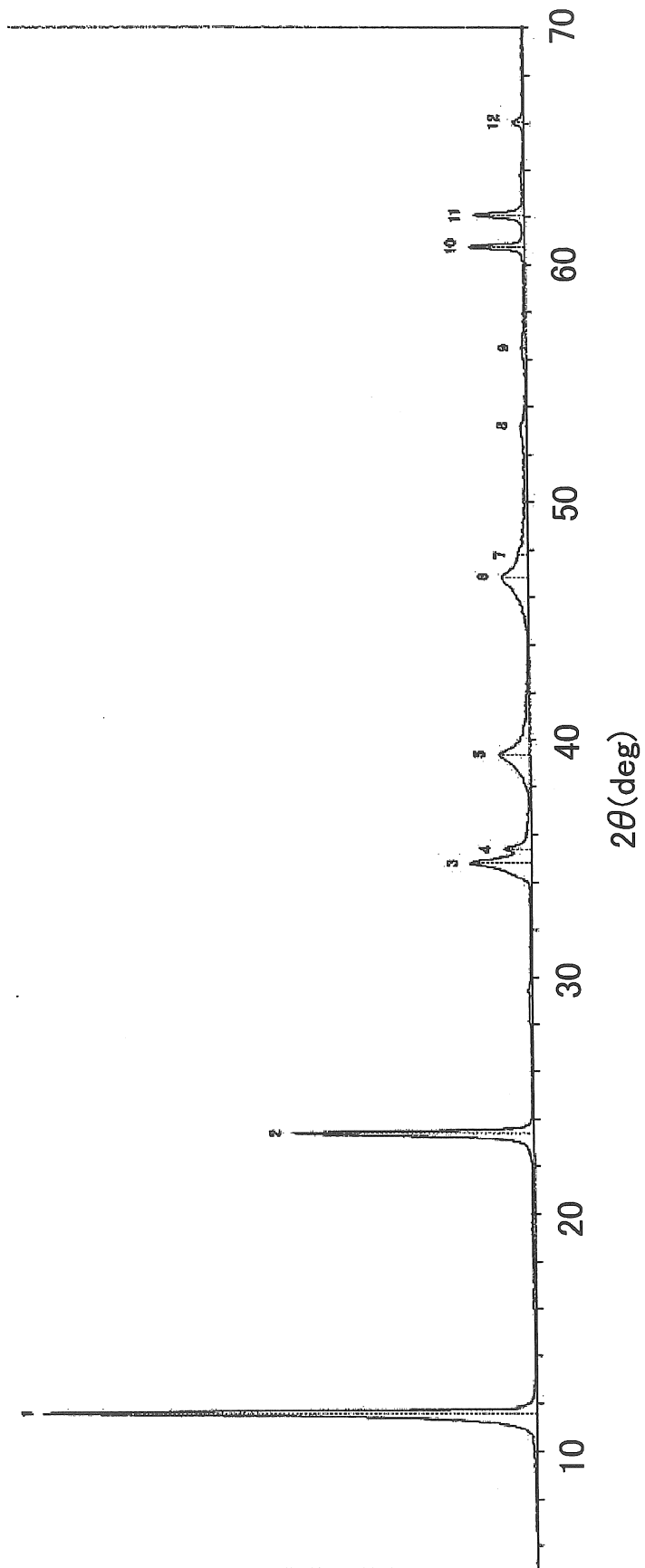


FIG.3

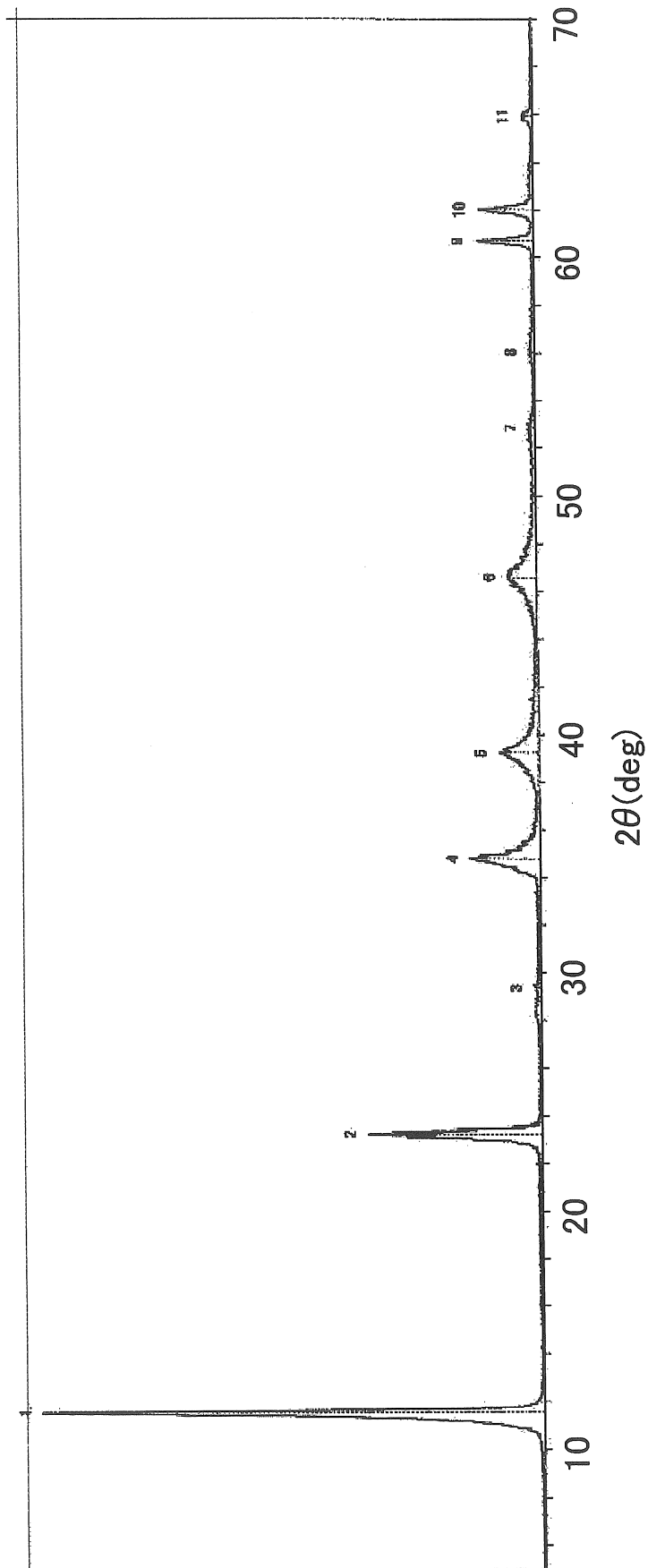


FIG.4

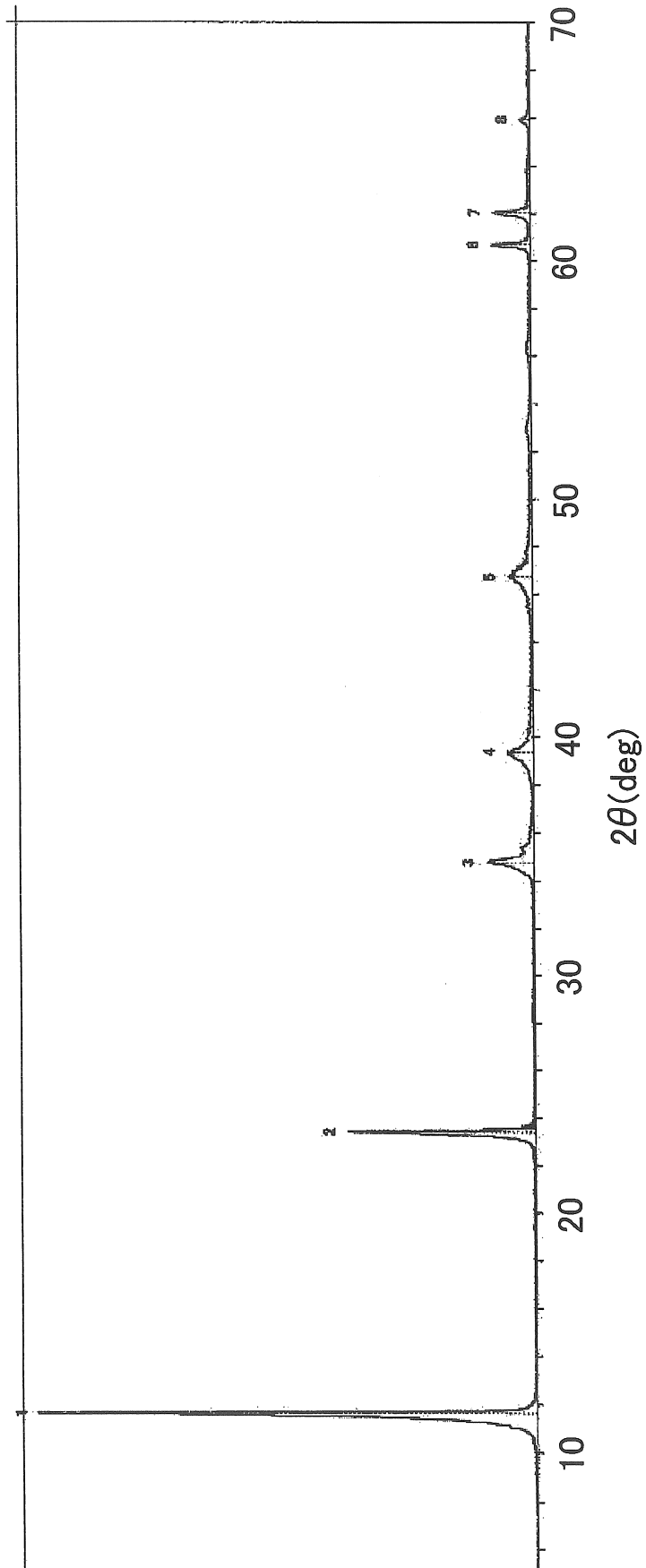


FIG.5

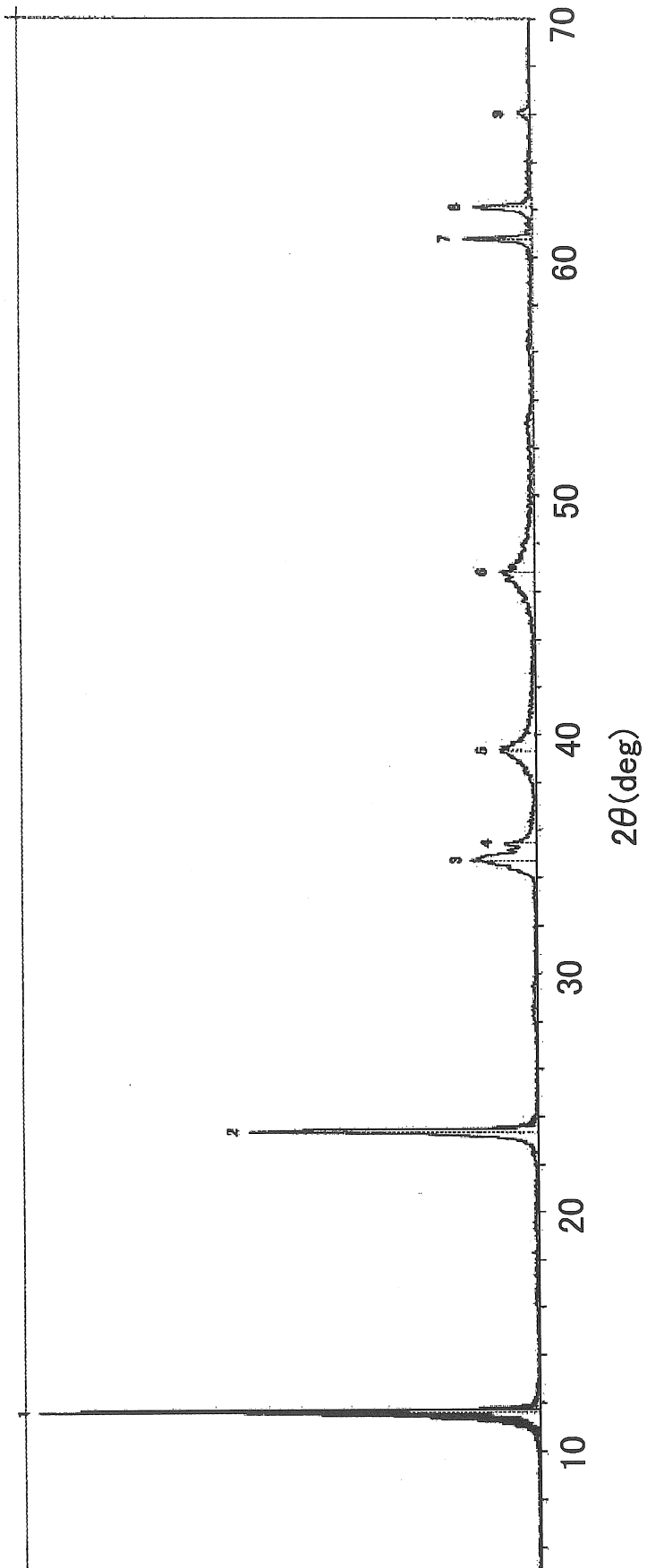


FIG.6

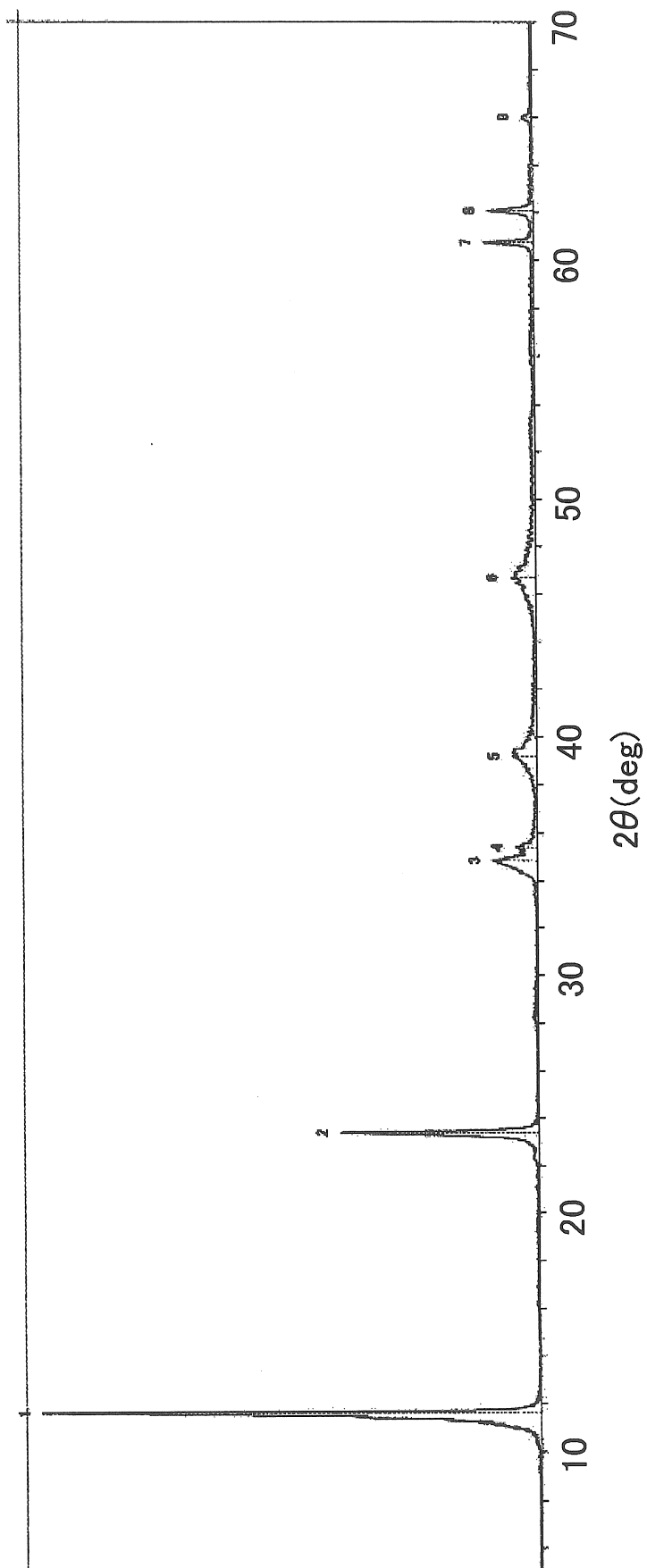


FIG.7

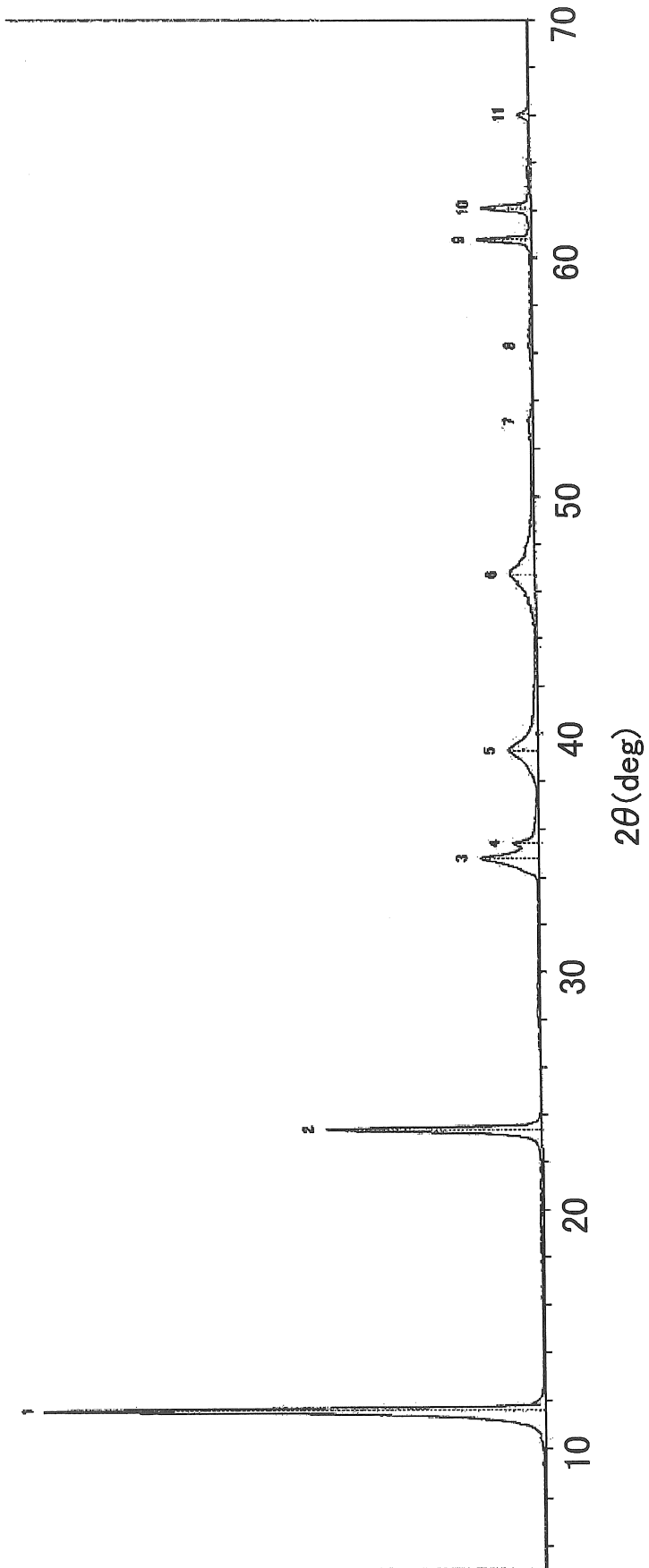


FIG.8

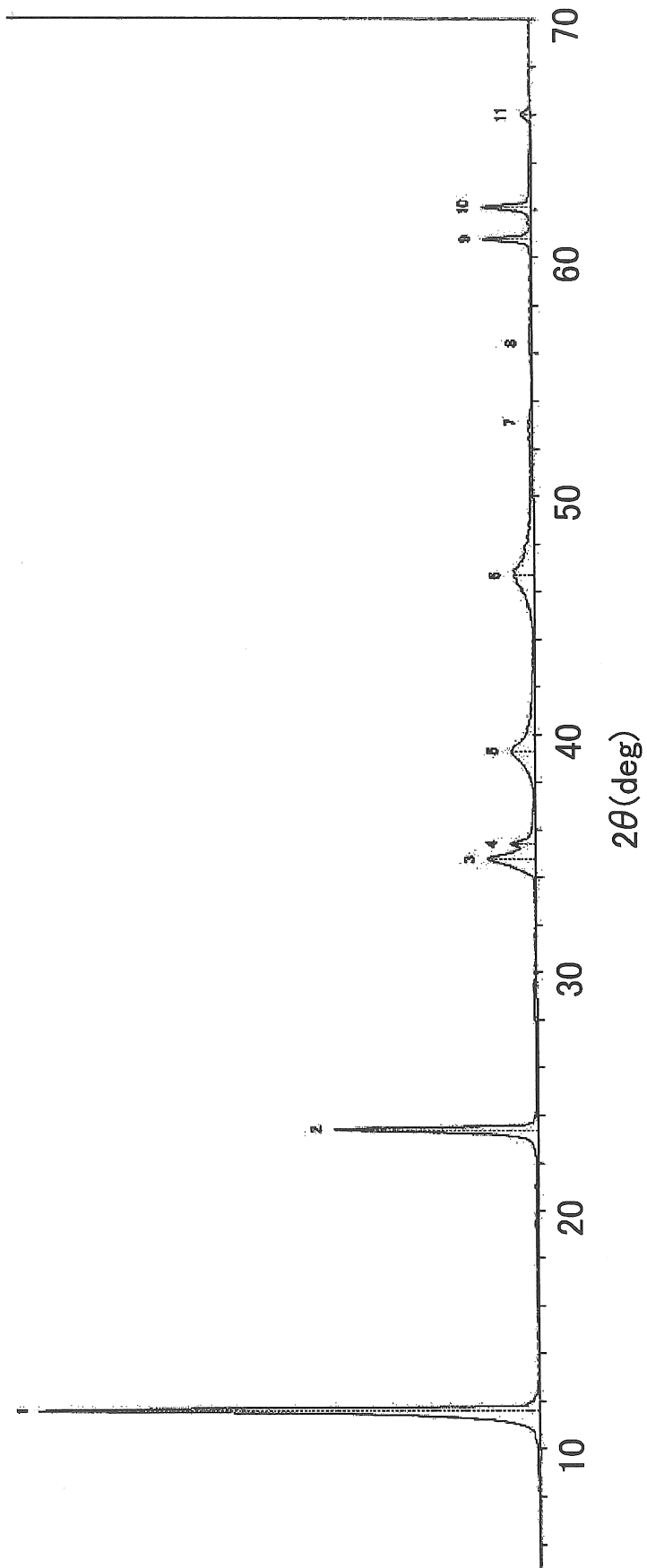


FIG.9

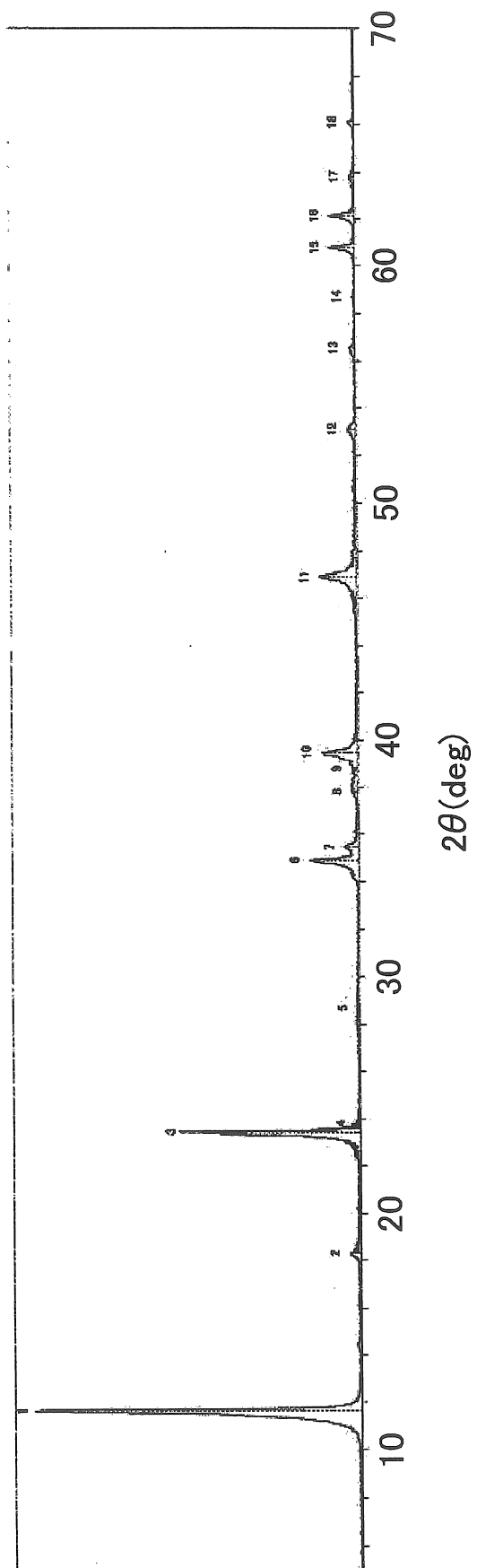


FIG.10

