



(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)



1-0033662

(51)^{2019.01} B29B 15/00; C04B 18/08; B29C 53/00

(13) B

(21) 1-2020-00412

(22) 20/01/2020

(45) 25/10/2022 415

(43) 25/05/2020 386ASC

(73) Công ty TNHH CAPIWORLD (VN)

57/29 Phạm Thái Bường, khu phố Nam Thiên 1, phường Tân Phong, quận 7, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Nguyễn Võ Tuấn Huy (VN).

(54) QUY TRÌNH CHẾ TẠO VẬT LIỆU AEROGEL TỪ TRO BAY

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo vật liệu aerogel tận dụng nguồn chất thải tro bay từ quá trình đốt nhiên liệu của nhà máy nhiệt điện, bằng phương pháp phối trộn vật lý sol-gel với rượu polyvinyllic làm chất tạo liên kết và nước làm môi trường phân tán hạt.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế thuộc lĩnh vực công nghệ hóa học, công nghệ vật liệu, cụ thể là sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo vật liệu aerogel tận dụng nguồn chất thải tro bay từ quá trình đốt nhiên liệu của nhà máy nhiệt điện, bằng phương pháp phối trộn vật lý sol-gel với rượu polyvinyllic làm chất tạo liên kết và nước làm môi trường phân tán hạt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Aerogel là vật liệu siêu nhẹ và xốp, được chế tạo bằng cách thay thế chất lỏng trong hệ gel thành chất khí. Aerogel sở hữu độ rỗng lên đến 99% với mật độ chất rắn cực thấp và độ dẫn nhiệt thấp ($0,018 - 0,075 \text{ W/mK}$). Vì vậy, aerogel được ứng dụng làm chất cách nhiệt trong công trình xây dựng. Mặc dù rất nhẹ nhưng aerogel có thể chịu vật nặng với tải trọng gấp 500 đến 4.000 lần trọng lượng của nó. Aerogel có thể được chế tạo từ nhiều nguồn nguyên liệu khác nhau như silic dioxit, resorcinol-formandehit, oxit kim loại, v.v. Tuy nhiên, aerogel được chế tạo từ nguồn nguyên liệu tự nhiên hiện đang được các nhà khoa học và chính phủ quan tâm.

Tro bay là phế thải sinh ra khi đốt các nguyên liệu hóa thạch như than đá, than nâu, v.v., trong các nhà máy nhiệt điện. Tổng khối lượng tro xỉ của các nhà máy nhiệt điện than của EVN phát sinh trung bình năm là 8,1 triệu tấn. Tính đến năm 2018, khối lượng tro, xỉ đang còn lưu giữ tại các nhà máy nhiệt điện than là gần 15 triệu tấn. Thành phần chính của tro bay gồm silic dioxit (SiO_2) và nhôm ôxit (Al_2O_3). Ngoài ra, tro bay còn chứa một lượng ít các ôxit như sắt (III) ôxit (Fe_2O_3), natri ôxit (Na_2O), magie ôxit (MgO) và các nguyên tố khác. Sự phân bố kích thước của hạt tro bay tuân theo phân bố chuẩn Gaussian với yếu vị trong khoảng $10 - 30 \mu\text{m}$.

Theo nghiên cứu trước đây, tro bay được trộn với quặng trona và tiền xử lý ở nhiệt độ cao ($750 - 950^\circ\text{C}$) trong thời gian từ 1 đến 5 giờ. Hỗn hợp sau nung được xử lý bằng axit H_2SO_4 để tạo thành dung dịch silic dioxit. Dung dịch này được gel hóa bằng trong tủ sấy khoảng 12 giờ ở nhiệt độ 60°C và tiếp tục được già hóa thêm khoảng 24 giờ. Sau khi được rửa sạch lượng axit còn dư, gel được trao đổi dung môi trong các lồng xốp lần lượt với etanol và hexan. Tiếp tục, gel được biến tính bề mặt bằng cách

ngâm gel ướt trong hỗn hợp hexan, trimethylclosilan và etanol trong vòng 24 giờ ở 40°C. Cuối cùng, gel được sấy khô ở nhiệt độ 25°C trong 3 - 5 giờ và được nung nóng ở 100°C trong 3 giờ cho đến khi thu được sản phẩm aerogel.

Với cách tiếp cận giải quyết hạn chế còn tồn đọng trong phương pháp và đơn giản hóa quy trình chế tạo, trong giải pháp này, tro bay phát thải từ nhà máy nhiệt điện được sử dụng làm nguyên liệu chế tạo aerogel tính năng cao. Trong thành phần vật liệu chỉ gồm tro bay, rượu polyvinyllic (PVA) làm chất tạo liên kết trong mạng lưới 3D và nước làm môi trường phân tán hạt. Tro bay được chuyển hóa hoàn toàn thành aerogel mà không trải qua bước tiền xử lý nào. Rượu polyvinyllic được sử dụng rộng rãi nhờ vào khả năng tự phân hủy sinh học, độ bền kéo lớn và là một chất kết dính tốt. Hiện nay, chưa có công bố nào về chế tạo vật liệu aerogel từ tro bay bằng phương pháp phối trộn vật lý với chi phí năng lượng thấp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình chế tạo vật liệu aerogel tận dụng nguồn chất thải tro bay từ quá trình đốt nhiên liệu của nhà máy nhiệt điện, bằng phương pháp phối trộn vật lý sol-gel với rượu polyvinyllic làm chất tạo liên kết và nước làm môi trường phân tán hạt.

Quy trình chế tạo vật liệu aerogel từ tro bay theo một phương án của sáng chế bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị dung dịch phản ứng chứa rượu polyvinyllic bằng cách hòa tan bột rượu polyvinyllic vào nước khử ion bằng máy khuấy từ có gia nhiệt với nhiệt độ lên đến 80°C;

(ii) phân tán tro bay mà không cần xử lý trước vào dung dịch phản ứng thu được ở bước (i) với ở điều kiện nhiệt độ 25°C để thu được dịch phân tán chứa tro bay;

(iii) khuấy trộn dịch phân tán thu được ở bước (ii) bằng máy khuấy trong thời gian nằm trong khoảng từ 3 đến 5 giờ ở nhiệt độ lên đến 80°C;

(iv) làm đông lạnh hỗn hợp thu được ở bước (iii) trong tủ cấp đông ở nhiệt độ - 22°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 18 đến 24 giờ;

(v) rã đông hỗn hợp đông lạnh thu được ở bước (iv) thành gel ở nhiệt độ đến 70°C trong thời gian 30 phút;

(vi) làm đông khô gel thu được ở bước (v) và sấy đông khô ở nhiệt độ -70°C , điều kiện áp suất là 10 Pa trong thời gian 48 giờ.

Theo phương án được ưu tiên, nồng độ của rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng nằm trong khoảng từ 1% đến 5%.

Theo phương án được ưu tiên, nồng độ của tro bay trong dịch phân tán chứa tro bay là nằm trong khoảng từ 1% đến 5%.

Theo phương án được ưu tiên, tỉ lệ trọng lượng tro bay so với trọng lượng rượu polyvinyllic ở bước (ii) là nằm trong khoảng từ 2,5:4 đến 2,5:1.

Theo phương án được ưu tiên, kích cỡ hạt tro bay được sử dụng là nằm trong khoảng từ 12 đến 25 micromet.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là hình ảnh hình thái học của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với các tỷ lệ phần trăm thành phần trong dung dịch phản ứng và dịch phân tán chứa tro bay khác nhau, cụ thể tỷ lệ phần trăm của tro bay và rượu polyvinyllic lần lượt là 1,25% và 2% trong hình 1(a); 2,5% và 2% trong hình 1(b); 5% và 2% trong hình 1(c); 2,5% và 1% trong hình 1(d); 2,5% và 4% trong hình 1(e); 1(f) vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay.

Hình 2(a) là đồ thị thể hiện tính chất cơ học của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với nồng độ tro bay khác nhau trong dịch phân tán chứa tro bay trong khi giữ nguyên nồng độ rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng ở 2%.

Hình 2(b) là đồ thị thể hiện tính chất cơ học của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với nồng độ tro bay trong dịch phân tán chứa tro bay giữ nguyên ở 2,5% trong khi nồng độ rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng thay đổi khác nhau.

Hình 3(a) là đồ thị thể hiện độ bền nhiệt của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với nồng độ tro bay khác nhau trong dịch phân tán chứa tro bay trong khi giữ nguyên nồng độ rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng ở 2%.

Hình 3(b) là đồ thị thể hiện độ bền nhiệt của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với nồng độ tro bay trong dịch phân tán chứa tro bay giữ nguyên ở 2,5% trong khi nồng độ rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng thay đổi khác nhau.

Hình 4 là đồ thị thể hiện hiệu suất cách âm của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay so với Basmel thương mại ở độ dày 10 mm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết liên quan đến khía cạnh và phương án được ưu tiên. Tuy nhiên, cần phải hiểu rằng các cải biến và thay đổi tương tự sẽ không nằm ngoài phạm vi của sáng chế này.

Dung dịch phản ứng chứa rượu polyvinyllic được chuẩn bị bằng cách hòa tan bột rượu polyvinyllic vào nước khử ion bằng máy khuấy từ có gia nhiệt với nhiệt độ lên đến 80°C. Các nồng độ của rượu polyvinyllic mong muốn trong dung dịch phản ứng này có thể được chuẩn bị một cách chính xác mà không có khó khăn đối với người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật.

Theo phương án được ưu tiên, nồng độ của rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng nằm trong khoảng từ 1% đến 5%.

Sau khi chuẩn bị các dung dịch phản ứng chứa rượu polyvinyllic với nồng độ mong muốn, lượng chính xác của tro bay được phân tán vào trong các dung dịch phản ứng này ở điều kiện nhiệt độ 25°C có khuấy để thu được dịch phân tán chứa tro bay với nồng độ phần trăm trọng lượng của tro bay mong muốn.

Theo phương án được ưu tiên, nồng độ của tro bay trong dịch phân tán chứa tro bay là nằm trong khoảng từ 1% đến 5%.

Theo phương án được ưu tiên, tỉ lệ trọng lượng tro bay so với trọng lượng rượu polyvinyllic là nằm trong khoảng từ 2,5:4 đến 2,5:1.

Tro bay có thể được lựa chọn theo kích cỡ hạt bằng cách phương pháp thông thường đã biết, ví dụ bằng rây. Kích cỡ hạt tro bay ưu tiên được sử dụng theo sáng chế là nằm trong khoảng từ 12 đến 25 micromet.

Dịch phân tán của tro bay trong dung dịch phản ứng được khuấy bằng máy khuấy trong thời gian nằm trong khoảng từ 3 đến 5 giờ ở nhiệt độ lên đến 80°C để tăng tốc độ phản ứng tạo liên kết ngang.

Sau giai đoạn tăng tốc độ phản ứng liên kết ngang, hỗn hợp thu được được làm đông lạnh sử dụng máy cấp đông ở nhiệt độ -22°C và trong thời gian nằm trong

khoảng từ 18 đến 24 giờ trước khi được rã đông thành gel ở nhiệt độ đến 70°C trong thời gian 30 phút.

Trong trường hợp không tạo thành gel, dịch phân tán của tro bay sẽ được lặp lại bước khuấy để tăng tốc độ tạo liên kết ngang và bước cấp đông cũng như rã đông.

Gel tiếp tục được làm đông thành khối rắn và được sấy đông khô nhằm loại bỏ toàn bộ chất lỏng trong mẫu bằng sự thăng hoa, giúp đảm bảo cấu trúc rỗng 3D của rượu polyvinyllic và tro bay. Quá trình sấy đông khô được thực hiện ở -70°C, điều kiện chân không 10 Pa và trong 48 giờ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1. Chế tạo các vật liệu aerogel từ tro bay

Hòa tan 200g bột rượu polyvinyllic vào 9800g nước khử ion bằng máy khuấy từ có gia nhiệt với nhiệt độ lên đến 80°C. Sau quá trình này, bổ sung nước khử ion để trọng lượng dung dịch phản ứng thu được đạt 9875g.

Phân tán 125g tro bay có kích cỡ hạt nằm trong khoảng từ 12 đến 25 micromet vào trong các dung dịch phản ứng thu được ở trên ở điều kiện nhiệt độ 25°C có khuấy để thu được dịch phân tán chứa tro bay với nồng độ tro bay là 1,25%.

Dịch phân tán của tro bay được khuấy bằng máy khuấy trong thời gian 4,5 giờ ở nhiệt độ lên đến 80°C để tăng tốc độ phản ứng tạo liên kết ngang.

Sau giai đoạn tăng tốc độ phản ứng liên kết ngang, hỗn hợp thu được được làm đông lạnh sử dụng máy cấp đông với nhiệt độ - 22°C trong thời gian 20 giờ trước khi được rã đông thành gel ở nhiệt độ đến 70°C trong thời gian 30 phút;

Gel tiếp tục được làm đông thành khối rắn và được sấy đông khô nhằm loại bỏ toàn bộ chất lỏng trong mẫu bằng sự thăng hoa, giúp đảm bảo cấu trúc rỗng 3D của rượu polyvinyllic và tro bay. Quá trình sấy đông khô được thực hiện ở -70°C, điều kiện chân không 10 Pa và trong 48 giờ.

Quy trình nêu trên được lặp lại với lượng rượu polyvinyllic và tro bay khác nhau để thu được các vật liệu aerogel khác nhau như được thể hiện trên bảng 1 dưới đây.

Bảng 1. Các vật liệu aerogel được khảo sát

Số TN	Nồng độ tro bay (% trọng lượng)	Nồng độ rượu polyvinyl (% trọng lượng)
1	1,25	2
2	2,5	2
3	5	2
4	2,5	1
5	2,5	4

Ví dụ 2. Thử nghiệm các tính chất của vật liệu aerogel theo sáng chế

Hình thái của vật liệu aerogel

Qua hình 2 có thể thấy rằng vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay có cấu trúc xốp ba chiều với kích thước lỗ rỗng trên 50 nm. Các hạt tro bay phân phối đồng đều trong mạng lưới rượu polyvinyl. Với hàm lượng tro bay tăng dần, kích thước lỗ xốp ngày càng nhỏ dẫn đến độ rỗng của vật liệu giảm dần (Hình 1(a), (b), và (c)). Sự gia tăng hàm lượng rượu polyvinyl cũng khiến cấu trúc lỗ xốp của vật liệu aerogel giảm, điều này được thấy qua độ rỗng giảm từ 90,4 đến 82,4% như trong bảng 2 và các hình 1(b), (d), và (e)).

Bảng 2. Thông số vật lý của vật liệu

Hàm lượng tro bay (% trọng lượng)	Hàm lượng rượu polyvinyl (% trọng lượng)	Khối lượng riêng (g/cm ³)	Độ rỗng (%)
1,25	2	0,103 ± 0,002	87,5 ± 0,5
2,5	2	0,118 ± 0,003	85,5 ± 0,7

5	2	$0,188 \pm 0,003$	$76,7 \pm 0,8$
2,5	1	$0,100 \pm 0,002$	$90,4 \pm 0,5$
2,5	4	$0,145 \pm 0,003$	$82,4 \pm 05$

Từ bảng 2, có thể thấy rằng vật liệu aerogel được chế tạo từ tro bay có khối lượng riêng thấp từ 0,100 đến 0,188 g/cm³ với độ rỗng khoảng 90,4%. Với khối lượng tro bay tăng dần từ 1,25 đến 5%, khối lượng riêng của aerogel tăng dần do sự hiện diện dày đặc của tro bay trong hỗn hợp. Xu hướng tương tự được thể hiện khi tăng hàm lượng chất kết dính từ 1 đến 4%.

Khả năng cách nhiệt của vật liệu

Bảng 3. Độ dẫn nhiệt và mô đun Young của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay

Nồng độ tro bay (% trọng lượng)	Nồng độ rượu polyvinyllic (% trọng lượng)	Độ dẫn nhiệt (mW/m.K)			Mô đun Young (kPa)
		Mặt trên cùng	Mặt đáy	Trung bình	
1,25	2	33 ± 1	39 ± 1	36 ± 1	$49,5 \pm 1,7$
2,5	2	34 ± 1	36 ± 1	35 ± 1	$88,7 \pm 4,5$
5	2	34 ± 1	38 ± 2	36 ± 1	$152,7 \pm 5,5$
2,5	1	33 ± 1	35 ± 1	34 ± 1	$22,1 \pm 3,1$
2,5	4	34 ± 1	34 ± 1	34 ± 1	$153,5 \pm 4,9$

Như được thể hiện trên bảng 3, độ dẫn nhiệt của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay thể hiện trong khoảng 33 – 39 mW/m.K. Kết quả cũng cho thấy sự khác biệt về độ dẫn nhiệt ở mặt trên cùng và mặt đáy của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay. Khi hàm lượng rượu polyvinyllic được giữ không đổi ở 2% trọng lượng và hàm lượng tro bay thay đổi từ 1,25 đến 5%, độ dẫn nhiệt của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay giảm xuống ở nồng độ tro bay 2,5% và tăng lên ở 5% trọng lượng tro bay. Điều này được giải thích bằng sự phân phối các hạt tro bay ở hình 1(a), (b), và (c). Kết

qua này cho thấy, vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với hàm lượng tro bay 2,5% và rượu polyvinyllic 2% có khả năng cách nhiệt tốt hơn với độ dẫn nhiệt 35 mW/m.K. Ảnh hưởng của hàm lượng rượu polyvinyllic đến độ dẫn nhiệt của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay không lớn với độ dẫn nhiệt từ 34 đến 36 mW/m.K khi nồng độ rượu polyvinyllic thay đổi từ 1 đến 4%. Độ dẫn nhiệt của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay tương đương với các vật liệu cách nhiệt thương mại khác như bông khoáng (34 – 45 mW/m.K), bông thủy tinh (31 – 43 mW/m.K), bọt thủy tinh (38 – 50 mW/m.K), polystyren (29 – 55 mW/m.K).

Độ bền cơ học của vật liệu

Tính chất nén của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay được thể hiện ở hình 2(a) và (b) và bảng 3. Sự gia tăng nồng độ tro bay và rượu polyvinyllic dẫn đến tăng độ cứng của vật liệu aerogel. Mô đun Young nén của vật liệu aerogel tăng từ 49,5 đến 152,7 kPa với mức tăng lượng tro bay từ 1,25 đến 5% trọng lượng và tăng từ 22,1 đến 153,5 kPa khi hàm lượng rượu polyvinyllic thay đổi từ 1 đến 4% trọng lượng.

Độ bền nhiệt của vật liệu

Đồ thị ở hình 3(a) chỉ ra rằng sự gia tăng hàm lượng tro bay trong vật liệu aerogel dẫn đến tăng nhiệt độ phân hủy vật liệu. Vật liệu aerogel với 5% trọng lượng tro bay và 2% trọng lượng rượu polyvinyllic cho thấy mức giảm khối lượng thấp nhất khoảng 35% ở sau 1000°C. Ở nhiệt độ dưới 200°C, khối lượng vật liệu giảm 3% do sự hóa hơi ẩm. Quá trình phân hủy diễn ra trong khoảng 200 đến 400°C, đó là sự phân hủy rượu polyvinyllic trong vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay. Từ 500°C trở lên, mức giảm khối lượng từ 4 đến 6% trọng lượng mẫu, chứng tỏ sự giải phóng của các chất dễ bay hơi và phản ứng oxy hóa các thành phần trong mẫu. Với sự gia tăng hàm lượng rượu polyvinyllic trong vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay, tổng tổn thất tăng lên do sự phân hủy của polyme này như được thấy trong hình 3(b).

Khả năng cách âm của vật liệu

Hiệu suất cách âm của vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay với hàm lượng tro bay khác nhau ở cùng bề dày 10mm được thể hiện trong hình 4. Ở tần số thấp (50 – 1500 Hz), việc tăng hàm lượng tro bay dẫn đến tăng hiệu suất hấp thụ âm thanh do tăng mật độ vật chất. Với tần số cao 1600 – 6100 Hz, khả năng hấp thụ âm thanh giảm

khi tăng mật độ hạt tro bay. Mẫu có 1,25% trọng lượng tro bay và 2% trọng lượng rượu polyvinyllic cho thấy mức độ hấp thụ âm thanh cao nhất ở tần số 2900 – 3500 Hz với hệ số hấp thụ là 0,9. So với vật liệu cách âm thương mại Basmel, vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay cho thấy hiệu suất cách âm tốt hơn với cùng độ dày 10mm.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Quy trình theo sáng chế giúp tận dùng nguồn chất thải tro bay từ nhà máy nhiệt điện để chế tạo vật liệu có giá trị cao, giúp giảm thiểu tác hại đến môi trường của tro bay.

Việc tái chế phụ phẩm công nghiệp thành sản phẩm hữu ích đáp ứng xu hướng phát triển bền vững của Việt Nam hiện nay.

Lần đầu tiên vật liệu aerogel từ tro bay được chế tạo với các ứng dụng cách nhiệt với độ dẫn nhiệt cực thấp và giải quyết ô nhiễm tiếng ồn thông qua cơ chế hấp thụ âm thanh.

Vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay được chế tạo theo tiêu chí không phát thải chất hóa học trong quy trình chế tạo với chất tạo liên kết có khả năng phân hủy sinh học là rượu polyvinyllic và môi trường phân tán hạt là nước. Bên cạnh đó, nguyên liệu của quá trình chế tạo là hạt tro bay không trải qua giai đoạn tiền xử lý bằng cơ học hay hóa học. Vì vậy, quy trình chế tạo được đơn giản hóa so với các quy trình trước đây.

Vật liệu aerogel chế tạo được từ tro bay được ứng dụng làm vật liệu cách nhiệt – cách âm chuyên dụng trong công trình xây dựng, giao thông, công trình công nghiệp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình chế tạo vật liệu aerogel từ tro bay, trong đó quy trình này bao gồm các bước:

(i) chuẩn bị dung dịch phản ứng chứa rượu polyvinyllic bằng cách hòa tan bột rượu polyvinyllic vào nước khử ion bằng máy khuấy từ có gia nhiệt với nhiệt độ lên đến 80°C;

(ii) phân tán tro bay mà không cần xử lý trước vào dung dịch phản ứng thu được ở bước (i) với ở điều kiện nhiệt độ 25°C để thu được dịch phân tán chứa tro bay;

(iii) khuấy trộn dịch phân tán thu được ở bước (ii) bằng máy khuấy trong thời gian nằm trong khoảng từ 3 đến 5 giờ ở nhiệt độ lên đến 80°C;

(iv) làm đông lạnh hỗn hợp thu được ở bước (iii) trong tủ cấp đông ở nhiệt độ -22°C trong thời gian nằm trong khoảng từ 18 đến 24 giờ;

(v) rã đông hỗn hợp đông lạnh thu được ở bước (iv) thành gel ở nhiệt độ đến 70°C trong thời gian 30 phút;

(vi) làm đông khô gel thu được ở bước (v) và sấy đông khô ở nhiệt độ -70°C, điều kiện áp suất là 10 Pa trong thời gian 48 giờ.

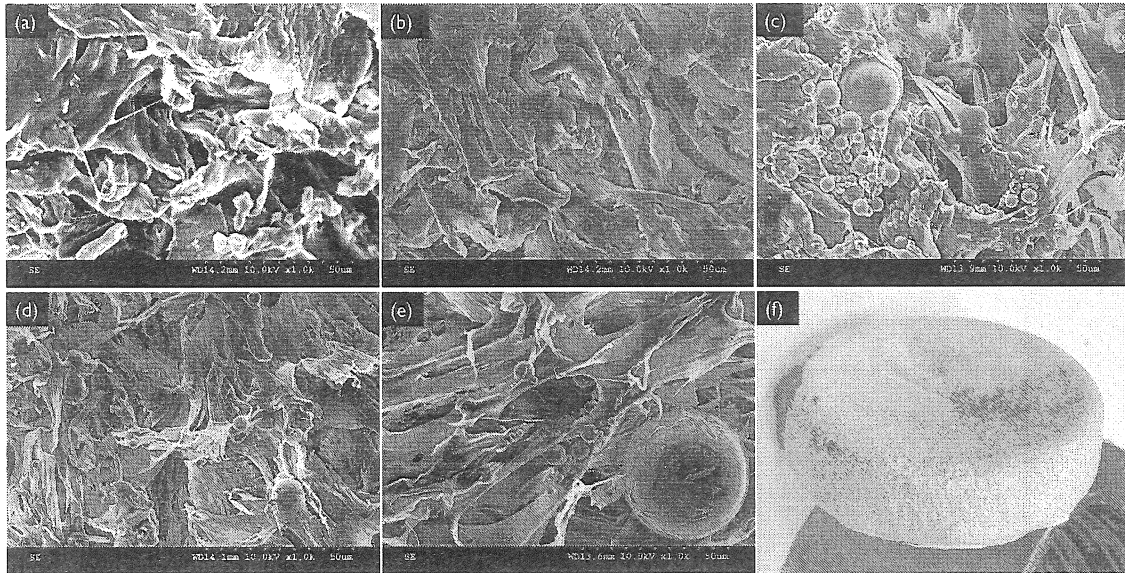
2. Quy trình theo điểm 1, trong đó nồng độ của rượu polyvinyllic trong dung dịch phản ứng nằm trong khoảng từ 1% đến 5%.

3. Quy trình theo điểm 1, trong đó nồng độ của tro bay trong dịch phân tán chứa tro bay là nằm trong khoảng từ 1% đến 5%.

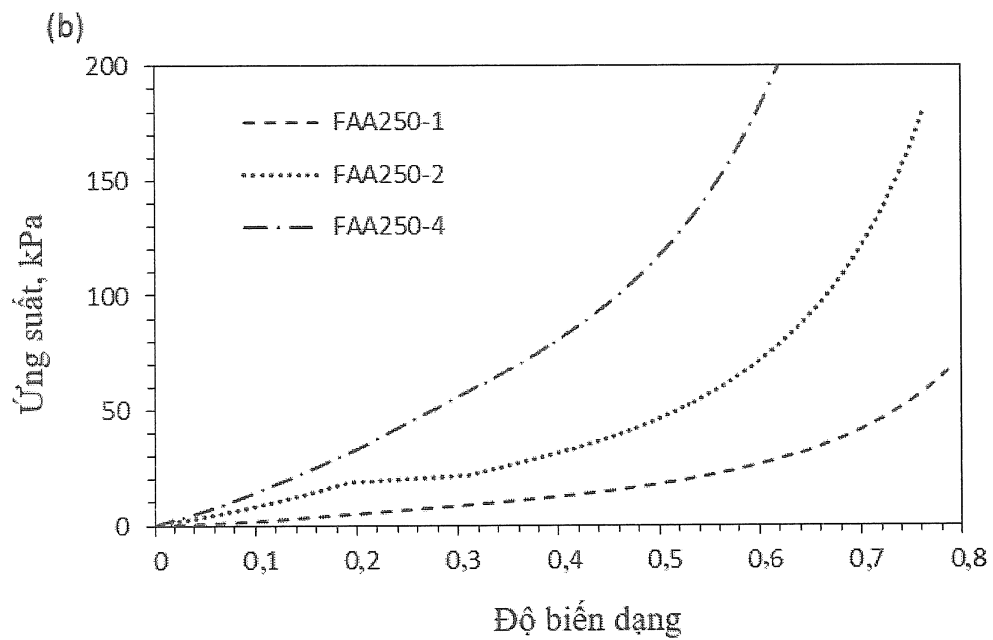
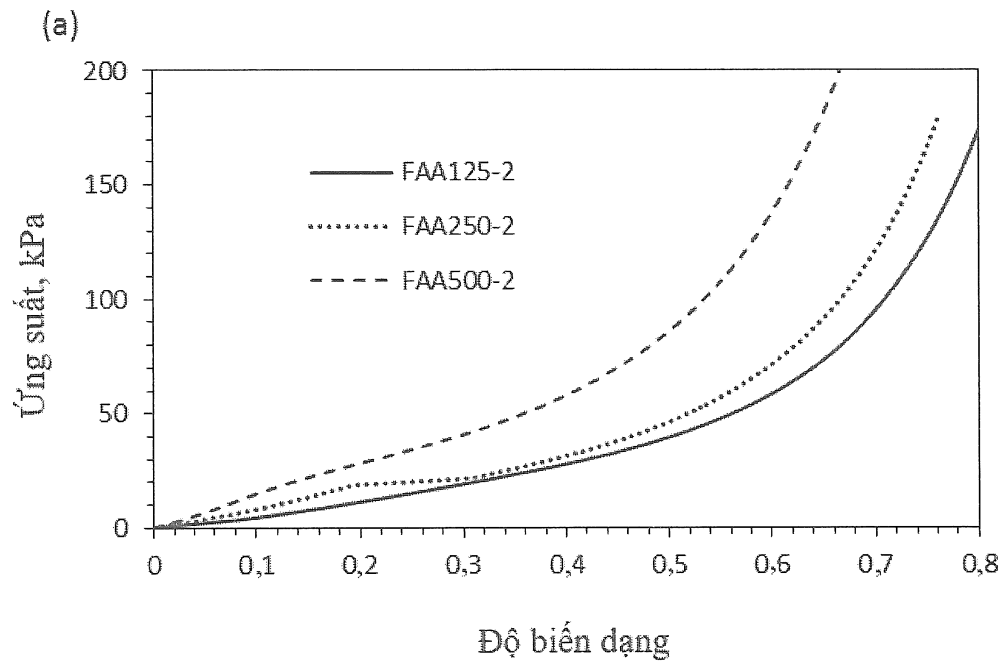
4. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỉ lệ trọng lượng tro bay so với trọng lượng rượu polyvinyllic ở bước (ii) là nằm trong khoảng từ 2,5:4 đến 2,5:1.

5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó kích cỡ hạt tro bay được sử dụng là nằm trong khoảng từ 12 đến 25 micromet.

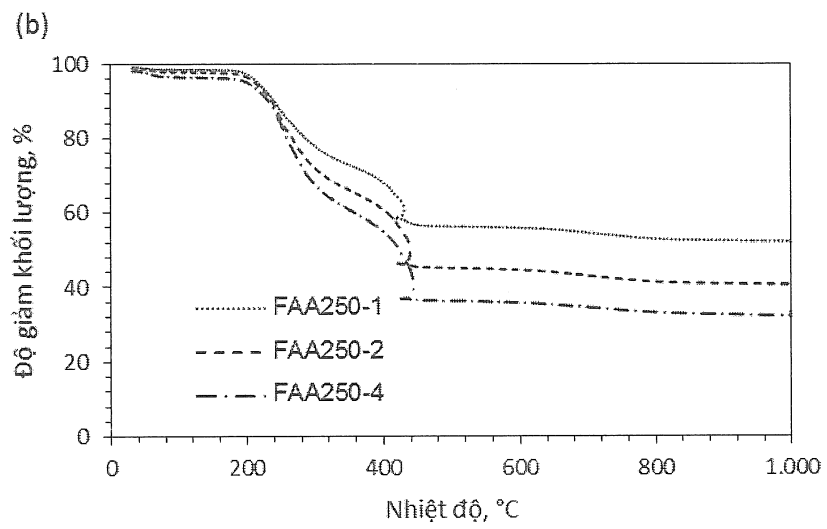
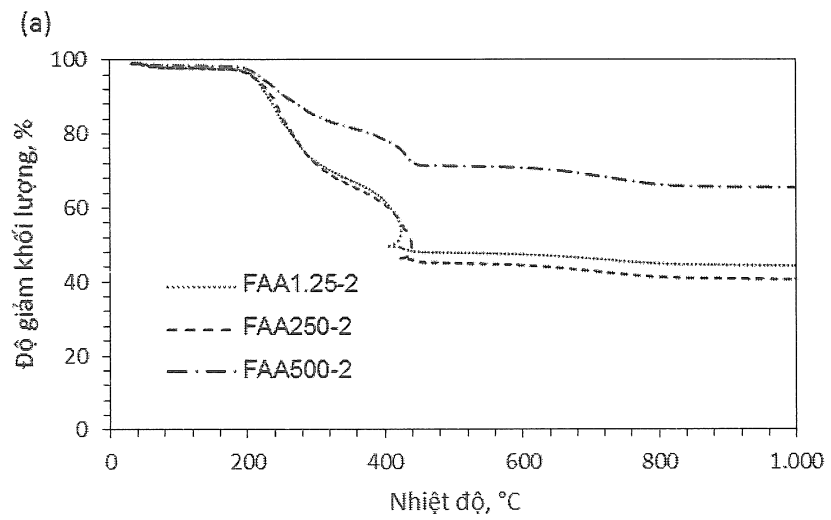
Hình 1



Hình 2



Hình 3



Hình 4

