



(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)



1-0033664

(51)⁷ C01B 33/12; B82Y 99/00

(13) B

(21) 1-2018-01005

(22) 09/03/2018

(30) 2017107856 10/03/2017 RU

(45) 25/10/2022 415

(43) 25/09/2018 366A

(73) SINGALL CORP LTD (GB)

UNIT 111450, SECOND FLOOR, 6 MARKET PLACE, LONDON, FITZROVIA,
UNITED KINGDOM W1W 8AF

(72) Savilov Sergej Vyacheslavovich (RU).

(74) Công ty TNHH Đại Tín và Liên Danh (DAITIN AND ASSOCIATES CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SILIC DIOXIT VÔ ĐỊNH HÌNH TỪ TRO VỎ
TRÁU VÀ SẢN PHẨM SILIC DIOXIT VÔ ĐỊNH HÌNH THU ĐƯỢC THEO
PHƯƠNG PHÁP NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất silic đioxit vô định hình từ tro vỏ trấu bao gồm việc xử lý nguyên liệu thô ẩm tự nhiên trong lò phản ứng hỗn hợp nước - khí hoặc oxy cùng với việc thu nhận nhiên liệu khí hóa, và loại trừ các đỉnh nhiễu xạ silic tinh thể khỏi tro vỏ trấu trên mô hình nhiễu xạ rồi loại bỏ tạp chất và các hạt kết tụ lớn trong thiết bị tách phun khí, sản phẩm đi qua thiết bị xử lý axit và được rửa lại bằng nước tinh khiết. Sản phẩm vô định hình thu được bằng phương pháp theo sáng chế là silic đioxit vô định hình có màu trắng tuyệt ở dạng lá mỏng kích thước cỡ nanomet được kết hợp theo nhiều cách khác nhau bởi một trong nhiều mặt của chúng, với kích thước của hạt nằm trong khoảng từ 2 μm - 12 μm với khả năng tiếp tục tích tụ tính điện được đặc trưng bởi sự thoát ẩm từ 2% - 8% trọng lượng ở 105 °C, và hao hụt trọng lượng từ 4% -14% ở 1000 °C, pH của huyền phù bằng 5,5 - 8 và thành phần SiO₂ trong sản phẩm đốt cháy trên 99,99% trọng lượng, và thành phần kim loại nặng và clorua ở dưới giới hạn phát hiện trên diện tích bề mặt 180-360 m²/g.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp xử lý chất thải trong sản xuất lúa gạo bằng hệ thống tự động để thu được sản phẩm vô định hình độ tinh khiết cao làm nguyên liệu cho các sản phẩm cao su và ngành công nghiệp lốp xe.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện nay, các nguyên liệu tự nhiên tái chế an toàn cho môi trường đang ngày càng được quan tâm để xử lý tiếp theo và thu nhận các sản phẩm quan trọng cho các ứng dụng công nghiệp.

Vỏ trấu (RH) cũng như sản phẩm xử lý nhiệt oxy hóa của nó - tro vỏ trấu (RHA) - có nhu cầu cao trong công nghiệp do thành phần của chúng có chứa một lượng lớn silic đioxit ở dạng vô định hình. Cụ thể hơn là nhu cầu của ngành công nghiệp luyện kim và xây dựng đối với silic đioxit vô định hình. Silic đioxit vô định hình thích hợp làm nguồn cung cấp silic cho ngành luyện kim cũng như một số chất hữu cơ quan trọng khác như fufuran, xylit, dầu gạo, phytin, v.v..

Bản thân silic đioxit (SD) độ tinh khiết cao là sản phẩm có nguồn gốc từ RHA được sử dụng rộng rãi làm thành phần của nguyên liệu cao su công nghiệp, chất hấp hiệu quả cho các sản phẩm được và chất độn cho các sản phẩm sơn và vecni, sản phẩm hóa học, xử lý nước, hoặc phụ gia cho ngành công nghiệp mỹ phẩm.

Trong kỹ thuật hiện nay, phương pháp đã được biết đến để sản xuất silic đioxit vô định hình từ vỏ trấu là phương pháp cacbon hóa và khử oxy hóa vỏ trấu, hơn nữa, trước khi cacbon hóa, vỏ trấu được rửa sạch bằng nước và/hoặc axit vô cơ sau đó quá trình cacbon hóa được thực hiện ở 120 °C - 500 °C, sau đó tro được nghiền và được đưa vào bước khử oxy hóa dưới điều kiện tăng sôi ở 500 °C - 800 °C (xem sáng chế Nga RU2061656, chỉ số phân loại C01B33/12, ngày công bố 10/06/1996). Hạn chế của phương pháp này là sản phẩm không đạt được mức độ tinh khiết mong muốn, thiếu

phương tiện tự động độc lập để thực hiện phương pháp, do đó hạn chế khả năng ứng dụng trong công nghiệp một cách hiệu quả.

Giải pháp kỹ thuật gần giống với sáng chế là phương pháp sản xuất silic đioxit vô định hình từ tro vỏ trấu (xem sáng chế Nga RU2592533, chỉ số phân loại C01B33/12, ngày công bố 20/07/2016) bao gồm việc xử lý nguyên liệu thô ẩm tự nhiên trong thùng phản ứng oxy hoặc hỗn hợp khí-nước cùng với việc thu nhận nhiên liệu khí hóa, và loại trừ các đỉnh nhiễu xạ silic tinh thể khỏi RHA trên mô hình nhiễu xạ rồi loại bỏ tạp chất và các hạt kết tụ lớn trong thiết bị tách phun khí, sản phẩm đi qua thiết bị xử lý axit và được rửa lại bằng nước tinh khiết. Phương pháp này không phải là công nghệ ít chất thải phổ dụng để tách tạp chất, thành phần cacbon, muối khoáng, oxit và hydroxit của chúng, dẫn đến việc không thể thay đổi được tính chất bề mặt của sản phẩm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục tiêu của sáng chế là khắc phục những hạn chế kỹ thuật nêu trên đồng thời mở rộng phạm vi của các phương tiện kỹ thuật. Kỹ thuật theo sáng chế đảm bảo phương pháp sản xuất linh hoạt và loại bỏ sự phụ thuộc vào khu vực trồng lúa gạo và phương pháp sản xuất RHA. Phương pháp đã được kiểm tra đối với RH thu được từ lúa gạo được trồng ở khu vực Krasnodar, Adygea, Ấn Độ và Trung Quốc.

Để đạt được mục tiêu trên, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất silic đioxit vô định hình từ vỏ trấu bao gồm việc xử lý nguyên liệu thô ẩm tự nhiên trong lò phản ứng hỗn hợp nước - khí hoặc oxy cùng với việc thu nhận nhiên liệu khí hóa, và loại trừ các đỉnh nhiễu xạ silic tinh thể khỏi RHA trên mô hình nhiễu xạ rồi loại bỏ tạp chất và các hạt kết tụ lớn trong thiết bị tách phun khí, sản phẩm đi qua thiết bị xử lý axit và được rửa lại bằng nước tinh khiết, thiết bị xử lý axit được tạo thành cùng với các bộ khởi động cơ học và được vận hành ở chế độ bán tự động trong khi thực hiện nhiều chu kỳ rửa sản phẩm khô, hơn nữa, sau khi rửa bằng nước đến pH trung tính ở cùng thiết bị, sản phẩm được đưa vào mô-đun xử lý kiềm, dung dịch KOH có nồng độ thích hợp được bổ sung vào RHA được làm ẩm và xử lý rồi được đưa vào xử lý nhiệt cùng với tác động cơ học và siêu âm cho đến khi hòa tan hoàn toàn phần có chứa silic của RHA, hơn nữa, cacbon còn lại được hoạt hóa bằng cách cho hấp thụ một lượng dư kim loại và dung dịch kiềm thu được trong mô-đun thủy phân, axit vô cơ được bổ sung ở nhiệt độ phòng dưới điều

kiện hoạt hóa mạnh, hỗn hợp phản ứng được làm nóng và được làm giảm pH đến mức trung tính từ đó làm xuất hiện kết tủa dạng xốp hoặc dạng thạch màu trắng, rồi được giã hóa ở điều kiện độ ẩm và nhiệt độ có kiểm soát trong ít nhất 10 giờ, tiếp đó được ly tâm, được tách khỏi dung dịch và được rửa bằng nước cất đến giá trị pH trung tính, cặn được tạo huyền phù được sấy khô ở 130 °C trong vòng từ 10 giờ -15 giờ. Cặn có thể được tạo thành dạng huyền phù trong etanol. Sản phẩm vô định hình thu được theo phương pháp của sáng chế là silic vô định hình có màu trắng tuyết ở dạng lá mỏng kích thước cỡ nanomet được kết hợp theo nhiều cách khác nhau bởi một trong nhiều mặt của chúng, với kích thước của loại hạt như vậy nằm trong khoảng từ 2 μm -12 μm với khả năng tiếp tục tích tụ tĩnh điện được đặc trưng bởi sự thoát ẩm từ 2% - 8% trọng lượng ở 105 °C, và hao hụt trọng lượng từ 4% - 14% ở 1000 °C, pH của huyền phù bằng 5,5 - 8 và thành phần SiO_2 trong sản phẩm đốt cháy trên 99,99% trọng lượng, và thành phần kim loại nặng và clorua ở dưới giới hạn phát hiện trên diện tích bề mặt từ 180 - 360 m^2/g .

Mô tả chi tiết sáng chế

Nguyên liệu thô là RHA ẩm tự nhiên thu được thông qua quá trình xử lý RH trong lò phản ứng hỗn hợp nước - khí hoặc oxy để thu được nhiên liệu khí hóa. Tiêu chuẩn RHA phù hợp để sản xuất silic đioxit là không xuất hiện cực đại nhiễu xạ silic tinh thể mạnh trên mô hình nhiễu xạ RHA.

Để thu được silic đioxit, RHA được chế biến thành sản phẩm thương mại hóa ở hệ thống mô-đun bao gồm kết nạp, bộ tách khí, thiết bị xử lý axit và rửa, bộ phận xử lý kiềm, thiết bị thủy phân, máy ly tâm, thiết bị sấy, và kết tiếp nhận.

Ở giai đoạn đầu tiên, RHA được loại bỏ tạp chất và các chất kết tụ kích thước lớn trong bộ tách bơm khí theo tiêu chuẩn thương mại.

Ở giai đoạn tiếp theo, sản phẩm được tự động nạp vào thiết bị xử lý axit, được đưa vào bình làm bằng vật liệu trơ với axit hữu cơ, tối thiểu hai cặp bình được sử dụng tương ứng để nạp và nạp lại axit và nước. Cặp bình còn lại đóng vai trò là bình phản ứng xử lý RHA kín. Các bình được nối kín với ống trơ để dẫn axit, pha lỏng được bơm bởi bơm chịu hóa chất. Hiệu suất của máy bơm, chiều cao hút của bơm, đường kính ống, thể tích sản phẩm lỏng, kích thước bình và thiết bị tương quan với nhau. Hệ thống được

trang bị các bộ khởi động và vận hành cơ khí ở chế độ bán tự động trong khi thực hiện quy trình rửa sản phẩm khô ít nhất ba lần.

Sau khi rửa về giá trị pH trung tính bằng nước, sản phẩm đưa vào mô-đun xử lý kiềm trong cùng hệ thống, có thiết kế tương tự như thiết bị xử lý axit, nhưng được làm bằng vật liệu chịu kiềm và có nhiều hoạt chất siêu âm trong các bình. Hơn nữa, dung dịch KOH có nồng độ phù hợp được bổ sung vào RHA đã được làm ẩm và xử lý rồi tiếp đó được đưa vào xử lý nhiệt cùng với hoạt hóa siêu âm và cơ học trong thời gian đã được tính toán. Trong khi đó, phần chứa silic RHA được hòa tan hoàn toàn, và cacbon còn lại được hoạt hóa trong khi hấp thụ cặn kim loại. Sản phẩm sau xử lý nhiệt được rửa bằng nước để thu được sản phẩm thương mại có giá trị. Để kết tủa silic đioxit có đặc tính bề mặt thay đổi với dung dịch kiềm thu được trong cùng mô-đun thủy phân, axit vô cơ được bổ sung ở nhiệt độ phòng và nhiều tác động khác nhau. Hỗn hợp phản ứng được làm nóng đồng thời giảm từ từ pH, quá trình cần được giám sát và thay đổi tốc độ liên tục. Khi pH gần trung tính, kết tủa trắng dạng xốp và dạng thạch xuất hiện. Đặc tính bề mặt silic đioxit được thay đổi thông qua sự thay đổi pH thủy phân và thời gian làm già hóa gel. Tùy thuộc vào diện tích bề mặt cần thiết và số lượng các nhóm silanol/siloxan bề mặt mà axit được bổ sung từng đợt cho đến khi đạt được giá trị pH cần thiết, và hỗn hợp phản ứng tiếp tục được làm nóng bằng tác động siêu âm trong dung dịch hoặc bằng cách dẫn sóng chìm (tùy thuộc vào đặc tính cần thiết) cho đến khi hoàn thành quy trình. Kết tủa được làm già hóa ở điều kiện độ ẩm và nhiệt độ được kiểm soát và có thể sử dụng siêu âm trong ít nhất 10 giờ, sau đó sản phẩm được ly tâm, được tách khỏi dung dịch và được rửa bằng nước cất đến pH trung tính. Cặn được tạo huyền phù, cụ thể là trong etanol và được sấy khô ở 130 °C trong vòng từ 10 giờ -15 giờ, được đóng gói trong hộp hàn kín.

Sản phẩm có màu trắng tuyết; hình thái dạng hạt là các lá mỏng kích thước nanomet được kết hợp với nhau theo nhiều cách khác nhau bởi một trong nhiều mặt của chúng, với kích thước hạt nằm trong khoảng từ 2 μm - 12 μm và có thể tích tụ tĩnh điện. Độ ẩm thất thoát ở 105 °C từ 2% - 8% trọng lượng, và hao hụt trọng lượng từ 4% - 14% ở 1000 °C, pH của huyền phù bằng 5,5 - 8 và thành phần SiO_2 trong sản phẩm đốt cháy trên 99,99% trọng lượng, thành phần kim loại nặng và clorua ở dưới giới hạn phát hiện trên diện tích bề mặt từ 180 - 360 m^2/g .

Do đó, tùy thuộc vào chế độ vận hành thiết bị xử lý kiềm, sản phẩm bề mặt hoạt tính có thể thu được có kích thước hạt, hình thái và mật độ thay đổi. Các thông số quyết định hoạt tính hóa học, độ phân tán, khả năng phân tán, độ ẩm và khả năng hấp thụ dầu cũng như tính chất ma sát của silic đioxit.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất silic đioxit vô định hình từ tro vỏ trấu (RHA) bao gồm việc xử lý nguyên liệu thô ẩm tự nhiên trong lò phản ứng hỗn hợp nước – khí hoặc oxy cùng với việc thu nhận nhiên liệu khí hóa, và loại trừ các đỉnh nhiễu xạ silic tinh thể khỏi RHA trên mô hình nhiễu xạ rồi tách ra khỏi tạp chất và các hạt kết tụ lớn trong thiết bị tách phun khí, sản phẩm đi qua thiết bị xử lý axit và được rửa lại bằng nước tinh khiết, đặc trưng ở chỗ, thiết bị xử lý axit được tạo thành cùng với các bộ khởi động cơ học và được vận hành ở chế độ bán tự động trong khi thực hiện nhiều chu kỳ rửa sản phẩm, hơn nữa, sau khi rửa bằng nước đến pH trung tính ở cùng thiết bị, sản phẩm được đưa vào mô-đun xử lý kiềm, dung dịch KOH có nồng độ thích hợp được bổ sung vào RHA được làm ẩm và xử lý rồi được đưa vào xử lý nhiệt cùng với tác động cơ học và siêu âm cho đến khi hòa tan hoàn toàn phần có chứa silic của RHA, hơn nữa, lượng cacbon còn lại được hoạt hóa bằng cách cho hấp phụ một lượng dư kim loại và dung dịch kiềm thu được trong mô-đun thủy phân, axit vô cơ được bổ sung ở nhiệt độ phòng dưới điều kiện hoạt hóa mạnh, hỗn hợp phản ứng được làm nóng và được làm giảm dần pH đến mức trung tính từ đó làm xuất hiện kết tủa dạng xốp hoặc dạng thạch màu trắng, rồi được già hóa ở điều kiện độ ẩm và nhiệt độ có kiểm soát trong ít nhất 10 giờ, tiếp đó kết tủa được ly tâm, được tách khỏi dung dịch và được rửa bằng nước cất đến giá trị pH trung tính, cần được tạo huyền phù được sấy khô ở 130 °C trong vòng từ 10 giờ - 15 giờ.

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, cần được tạo huyền phù trong etanol.

3. Sản phẩm vô định hình thu được bằng phương pháp theo điểm 1, trong đó sản phẩm này là silic đioxit vô định hình có màu trắng tuyết ở dạng lá mỏng kích thước cỡ nanomet được kết hợp theo nhiều cách khác nhau bởi một trong nhiều mặt của chúng, với kích thước của hạt nằm trong khoảng từ 2 μm - 12 μm với khả năng tiếp tục tích tụ tĩnh điện được đặc trưng bởi sự thoát ẩm từ 2% - 8% trọng lượng ở 105 °C, và hao hụt trọng lượng từ 4% - 14% ở 1000 °C, pH của huyền phù bằng 5,5 - 8 và thành phần SiO_2 trong sản phẩm đốt cháy trên 99,99% trọng lượng, và thành phần kim loại nặng và clorua ở dưới giới hạn phát hiện trên diện tích bề mặt 180 - 360 m^2/g .