



(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)



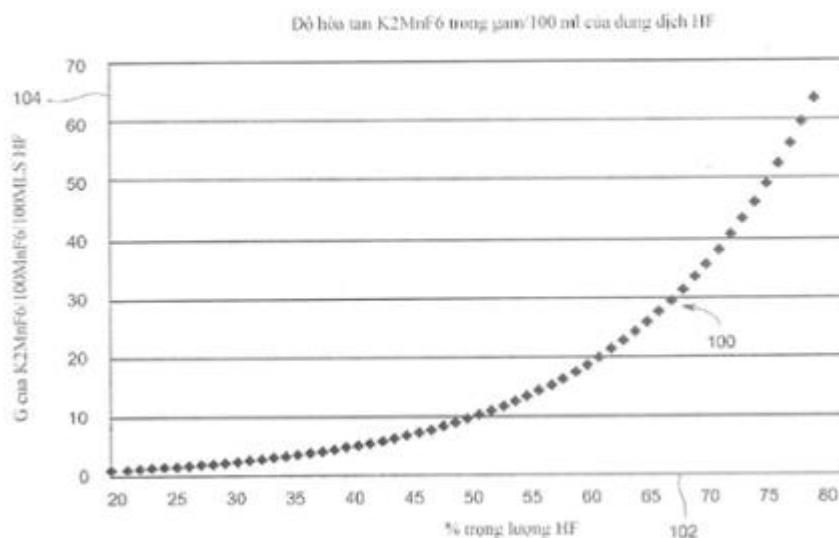
1-0041800

(51)⁷ C01G 45/00; F21V 8/00; G02F 1/13357; (13) B
C09K 11/61

- (21) 1-2019-01116 (22) 19/07/2017
(86) PCT/US2017/042721 19/07/2017 (87) WO 2018/034774 22/02/2018
(30) 15/241,758 19/08/2016 US
(45) 25/11/2024 440 (43) 27/05/2019 374A
(73) GENERAL ELECTRIC COMPANY (US)
1 River Road, Schenectady, New York 12345, United States of America
(72) BEERS, William Winder (US); MURPHY, James E. (US); ROOT, John Matthew (US).
(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) KALI HEXAFLOMANGANAT ĐƯỢC TINH SẠCH VÀ PHƯƠNG PHÁP LÀM TINH SẠCH KALI HEXAFLOMANGANAT

(57) Sáng chế đề cập đến chế phẩm kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi. Phương pháp tạo ra chế phẩm này, cũng như các thiết bị ánh sáng (500), các thiết bị đèn nền (604), và các thiết bị điện tử (600) chứa photpho (506) được tạo ra từ chế phẩm cũng được đề xuất.



Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) có thể được sử dụng để tạo ra các nguyên liệu phospho chẳng hạn như kali hexaflomanganat được pha mangan ($K_2SiF_6:Mn$). Kali hexaflomanganat có thể được tổng hợp theo một vài cách khác nhau, nhưng các quá trình tổng hợp này có thể thu được các chất gây ô nhiễm và các tạp chất trong nguyên liệu cuối cùng.

Các chất gây ô nhiễm hoặc các tạp chất trong kali hexaflomanganat được tổng hợp có thể làm giảm hiệu suất và độ chắc chắn của phospho mà bao gồm kali hexaflorosilicat pha mangan được tạo ra bằng cách sử dụng kali hexaflomanganat. Ví dụ, sự có mặt của nhôm, canxi, crom, đồng, sắt, natri, niken, và/hoặc zirconi có thể làm giảm sự phát huỳnh quang của phospho mà bao gồm kali hexaflorosilicat được pha mangan được tạo ra bằng cách sử dụng kali hexaflomanganat. Trong khi một số phương pháp xử lý hiện nay có thể lọc một số tạp chất ra khỏi kali hexaflomanganat, các phương pháp này không loại bỏ tất cả hoặc hầu như tất cả các tạp chất.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một phương án, chế phẩm kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) được đề xuất. Chế phẩm chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi. Theo cách tùy ý, chế phẩm chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 260 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 7 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 20 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, thiết bị ánh sáng được cung cấp có phospho được tạo ra từ chế phẩm kali hexaflomanganat mà chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, thiết bị đèn nền được cung cấp mà chứa phospho được tạo ra từ chế phẩm kali hexaflomanganat chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, thiết bị điện tử được cung cấp mà bao gồm thiết bị đèn nền chứa phospho được tạo ra từ chế phẩm kali hexaflomanganat mà bao gồm không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, phương pháp bao gồm bước thu dung dịch thứ nhất chứa kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) và một hoặc nhiều tạp chất, bước lọc dung dịch thứ nhất của kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất để tạo ra dịch lọc, và bước tách kali hexaflomanganat từ một hoặc nhiều tạp chất bằng cách kết tinh dịch lọc.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Đối tượng bảo hộ được mô tả ở đây sẽ được hiểu rõ hơn từ việc đọc các mô tả sau của các phương án không giới hạn, với sự tham khảo đến các hình vẽ kèm theo dưới đây:

Fig.1 minh họa độ hòa tan của kali hexaflomanganat trong axit hydrocloric theo ví dụ;

Fig.2 minh họa sơ đồ khối của một phương án của phương pháp tinh sạch kali hexaflomanganat;

Fig.3 minh họa việc trộn lượng kali hexaflomanganat mà được tinh sạch trong axit hydrocloric để tạo ra dung dịch cô đặc;

Fig.4 minh họa sự tạo ra dung dịch của kali biflorua trong axit hydrocloric theo một phương án;

Fig.5 minh họa một ví dụ về thiết bị ánh sáng; và

Fig.6 minh họa một ví dụ về thiết bị điện tử.

Mô tả chi tiết sáng chế

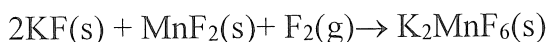
Đối tượng sáng chế được mô tả ở đây cung cấp các quá trình để tinh sạch các tiền chất phospho bằng cách làm giảm hoặc loại bỏ các tạp chất khỏi các tiền chất. Điều này

có thể thu các phospho chất lượng cao được tạo ra từ các tiền chất. Các phospho được tạo ra từ các tiền chất có thể được thể hiện bởi công thức:

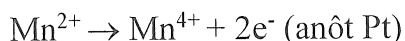


trong đó A là Li, Na, K, Rb, Cs, hoặc hỗn hợp của chúng; M là Si, Ge, Sn, Ti, Zr, Al, Ga, In, Sc, Hf, Y, La, Nb, Ta, Bi, Gd hoặc hỗn hợp của chúng; x là giá trị tuyệt đối của điện tích của ion $[MF_y]$; và y là 5, 6 hoặc 7.

Tiền chất phospho có thể là K_2MnF_6 (còn được gọi là PFM), mà có thể được tổng hợp bằng cách sử dụng phản ứng ở trạng thái rắn mà sử dụng lò và dòng chảy flo. Khí flo là chất oxy hóa mạnh. Khí flo (F_2) có thể được sử dụng ở nhiệt độ cao để oxy hóa Mn^{2+} hoặc Mn^{3+} thành Mn^{4+} trong sự có mặt của KF hoặc KHF_2 để tổng hợp phospho. Theo cách tùy ý, khí flo được tạo ra tại chỗ có thể được sử dụng trong thiết lập điện phân bằng cách sử dụng dung dịch axit HF chứa Mn^{2+} hoặc Mn^{3+} với KF hoặc KHF_2 để tổng hợp phospho. Theo phương án khác, khí flo được tạo bọt vào trong huyền phù chứa Mn^{2+} hoặc Mn^{3+} với KF hoặc KHF_2 trong dung dịch axit HF. Khí flo oxy hóa các ion MN thành Mn^{4+} và tạo kết tủa như tiền chất phospho (ví dụ, PFM) do sự có mặt của các muối kali. Phản ứng này có thể được thể hiện dưới dạng:



Theo cách tùy ý, phản ứng kết tủa điện phân để tổng hợp tiền chất (ví dụ, kali hexaflomanganat) có thể được thực hiện bằng cách sử dụng các phản ứng sau:



Quá trình tổng hợp điện phân bao gồm việc điện phân dung dịch phản ứng bao gồm nguồn mangan, nguồn M và nguồn A, trong đó A là Li, Na, K, Rb, Cs, hoặc hỗn hợp của chúng; và M là Si, Ge, Sn, Ti, Zr, Al, Ga, In, Sc, Hf, Y, La, Nb, Ta, Bi, Gd hoặc hỗn hợp của chúng. Dung dịch phản ứng có thể được điều chế bằng cách trộn các thành phần (ví dụ, nguồn mangan, nguồn M, và nguồn A) trong dung dịch axit hydrocloric. Sự điện phân được thực hiện trong pin điện phân bằng cách truyền dòng điện qua dung dịch phản ứng.

Nguồn mangan thích hợp là hợp chất mà cung cấp trực tiếp mangan hóa trị bốn (Mn^{4+}) hoặc có thể được chuyển thành hợp chất khác để cung cấp mangan hóa trị bốn (Mn^{4+}) trong dung dịch với dung dịch axit hydrocloric. Theo một số phương án, nguồn mangan là hợp chất mà cung cấp mangan ở trạng thái hóa trị hai (Mn^{2+}), trạng thái hóa

trị ba (Mn^{3+}), trạng thái hóa trị bốn (Mn^{4+}), trạng thái hóa trị năm (Mn^{5+}), trạng thái hóa trị sáu (Mn^{6+}) hoặc các hỗn hợp của chúng. Trong một số trường hợp, hợp chất có mangan trong tình trạng viên được trộn. Các ví dụ về các nguồn thích hợp của mangan bao gồm mangan (II) florua (MnF_2), mangan (III) florua (MnF_3), mangan (III) clorua (MnCl_3), mangan (II) clorua (MnCl_2) hydrat hóa, mangan oxit (MnO_2) và hỗn hợp của chúng. Theo các phương án cụ thể, nguồn mangan là MnO_2 , MnF_2 hoặc MnF_3 . Các ví dụ khác là mangan axetat, mangan cacbonat và mangan nitrat.

Quá trình tổng hợp này cho phép sử dụng hợp chất mà có mangan ở trạng thái oxy hóa khác hơn so với trạng thái hóa trị bốn. Hợp chất cung cấp mangan ở trạng thái hóa trị hai, trạng thái hóa trị ba, trạng thái hóa trị năm, trạng thái hóa trị sáu hoặc trạng thái hóa trị hỗn hợp có thể được sử dụng làm chất ban đầu cho việc điều chế phospho có công thức I. Hầu hết các hợp chất là có sẵn và dễ dàng để xử lý bởi vì các hợp chất này tro ở điều kiện môi trường xung quanh. Theo một số phương án, mangan ở dạng nguyên tố, tức là, kim loại mangan có thể được sử dụng. Theo một số phương án, chất ban đầu có thể là hợp chất mà cung cấp mangan ở trạng thái hóa trị bốn.

Nguồn A có thể là muối, trong đó anion tương ứng cho A^+ là florua, clorua, axetat, clorua, oxalat, dihydrogen phosphat, hoặc hỗn hợp của chúng. Cụ thể, anion là florua. Ví dụ chất thích hợp bao gồm KF , KHF_2 , KCl , KBr , NaF , NaHF_2 , RbF , RbHF_2 , CsF , CsHF_2 , và hỗn hợp của chúng. Theo các phương án cụ thể, anion là florua, và A bao gồm K.

Nguồn M có thể là hợp chất mà hòa tan trong axit hydrofloric. Như được mô tả ở trên, theo một số phương án, nguyên tố M là Si, Ti hoặc hỗn hợp của chúng. Theo các phương án cụ thể, M là Si. Các ví dụ thích hợp về Si bao gồm H_2SiF_6 , A_2SiF_6 , SiO_2 , SiCl_4 , $\text{Si}(\text{OAc})_4$, tetraetyl orthosilicat ($\text{Si}(\text{OEt})_4$) và các hỗn hợp của chúng. Một ví dụ cụ thể của nguồn Si là H_2SiF_6 . Các ví dụ của các nguồn thích hợp Ge bao gồm GeCl_4 , $\text{Ge}(\text{OEt})_4$, $\text{Ge}(\text{OPr})_4$, $\text{Ge}(\text{OMe})_4$, GeO_2 và hỗn hợp của chúng. Các ví dụ thích hợp về Ti bao gồm H_2TiF_6 , A_2TiF_6 , TiO_2 , TiCl_4 , $\text{Ti}(\text{OAc})_4$, $\text{Ti}(\text{OEt})_4$ và các hỗn hợp của chúng. Một ví dụ cụ thể của nguồn Ti là H_2TiF_6 .

Theo một số phương án, nguồn M và nguồn A được bổ sung đồng thời với nguồn mangan vào dung dịch axit hydrocloric để tạo ra dung dịch phản ứng. Sau đó, dung dịch phản ứng được điện phân như được mô tả ở đây.

Sự điện phân có thể được thực hiện trong pin điện phân có điện cực dương và

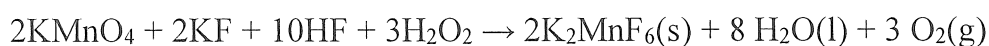
điện cực âm. nguyên liệu dẫn điện thích hợp bất kỳ mà có tính chất hóa học ổn định trong axit hydrocloric có thể được sử dụng cho các điện cực. Một số các kim loại thích hợp cho các điện cực là bạch kim (Pt), rodi (Rh), vàng (Au), hoặc hỗn hợp của chúng. Theo một phương án, các điện cực bạch kim được sử dụng. Một số các phương án khác bao gồm Pt-10% Rh. Một ví dụ của các điện cực phi kim loại là graphite. Theo một phương án, nguồn cấp điện được kết nối với các điện cực để truyền dòng điện khoảng 0,75 ampe ở điện áp khoảng 3 volt để thực hiện quá trình điện phân. Dung dịch phản ứng có thể được khuấy liên tục trong suốt quá trình điện phân. Sau khi hoàn thành quá trình điện phân, huyền phù được thực hiện, được lọc và sau đó được rửa sạch sau được sấy khô để thu sản phẩm ở dạng bột.

Tuy nhiên, các tỷ lệ bổ sung các thành phần, thời gian bổ sung của chúng và các thứ tự bổ sung, các nhiệt độ và các nồng độ chất phản ứng là không quan trọng, và có thể được điều chỉnh để cải thiện hiệu suất phospho được pha Mn^{4+} thu được cho các ứng dụng cụ thể.

Theo một số phương án, dung dịch được tạo ra đầu tiên bằng cách hòa tan nguồn mangan trong dung dịch axit hydrocloric. Dung dịch mangan được điện phân đầu tiên trong suốt thời gian bằng cách truyền dòng điện qua dung dịch để tạo ra một dung dịch mangan được điện phân. Trong một số trường hợp, sự điện phân dung dịch mangan được thực hiện cho tới khi mangan thu được ở trạng thái hóa trị ba (các ion Mn^{3+}) mà thường được xác định bằng cách quan sát dung dịch màu đỏ nâu. Sau đó, các lượng thích hợp của nguồn M và nguồn A được kết hợp với các dung dịch mangan được điện phân để tạo ra dung dịch hỗn hợp. Dung dịch hỗn hợp còn được điện phân bằng cách truyền dòng điện qua dung dịch, như được mô tả trước đó.

Nồng độ của axit hydrocloric trong các dung dịch chứa nước được sử dụng trong quá trình của sáng chế thường nằm trong khoảng từ 20% trọng lượng đến khoảng 70 % trọng lượng, cụ thể là từ khoảng 40 % trọng lượng đến khoảng 55 % trọng lượng. Các axit khác có thể được có trong dung dịch nếu muốn, chẳng hạn như axit hexafluorophosphoric (H_2SiF_6).

Theo cách tùy ý, tiền chất phospho có thể thu được từ phương pháp Bode, mà bao gồm phản ứng kết tủa được dựa trên dung dịch sau:



Quá trình tổng hợp này có thể bao gồm bước bổ sung từ từ dung dịch thứ nhất

chứa Dung dịch HF và nguồn M và dung dịch thứ hai chứa nguồn Mn vào trong lò phản ứng với sự có mặt của nguồn A. Khối lượng của dung dịch sản phẩm trong lò phản ứng được duy trì ở mức cân bằng bằng cách giải phóng dung dịch sản phẩm ở tỷ lệ tương tự mà các dung dịch nguyên liệu được bổ sung vào lò phản ứng. Dung dịch nguyên liệu bao gồm ít nhất các dung dịch thứ nhất và thứ hai, cùng với các dung dịch khác mà có thể được bổ sung vào lò phản ứng trước và trong quá trình giải phóng. Theo một số phương án, các dung dịch nguyên liệu có thể được bổ sung vào lò phản ứng trong khoảng thời gian ban đầu khi lò phản ứng được làm đầy đến khối lượng cân bằng mà không giải phóng dung dịch sản phẩm. Khối lượng cân bằng là khối lượng không đổi trong dung dịch sản phẩm được thoát ra, và xấp xỉ bằng lượng của dung dịch nguyên liệu mà được bổ sung vào lò phản ứng trong năm phút, cụ thể là trong ba phút, cụ thể hơn nữa là trong hai phút, thậm chí cụ thể hơn nữa là trong 1 phút. Khối lượng cân bằng có thể nhỏ hơn 35% tổng khối lượng của tất cả các dung dịch nguyên liệu, cụ thể là nhỏ hơn 25% tổng khối lượng của tất cả các dung dịch nguyên liệu, và cụ thể hơn nữa là nhỏ hơn 15% tổng khối lượng của tất cả các dung dịch nguyên liệu. Theo các phương án nơi mà tổng lượng dung dịch nguyên liệu là khoảng 1000 ml, khối lượng cân bằng có thể nằm trong khoảng từ 70 đến 200 ml, cụ thể là khoảng từ 100 đến 150 ml. Khối lượng của dung dịch sản phẩm vẫn không đổi từ thời gian để giải phóng của dung dịch sản phẩm bắt đầu cho đến khi việc giải phóng được ngừng, hoặc cho đến khi bổ sung tất cả các nguyên liệu đã hoàn thành hoặc được ngừng. Sau khi việc giải phóng được bắt đầu, tỷ lệ của việc giải phóng gần giống với tổng tỷ lệ bổ sung của tất cả các nguyên liệu vào trong lò phản ứng sao cho khối lượng của dung dịch sản phẩm vẫn không đổi trong suốt thời gian giải phóng. Trong bối cảnh của sáng chế, “vẫn hầu như không đổi” nghĩa là khối lượng của dung dịch sản phẩm thay đổi nhỏ hơn khoảng 50% trong khoảng thời gian khi dung dịch sản phẩm được giải phóng, cụ thể là khoảng 20% và cụ thể hơn nữa là khoảng 10%.

Thời gian phản ứng (ví dụ, độ dài của thời gian bổ sung và giải phóng) là không quan trọng. Theo một số phương án, nó có thể nằm trong khoảng từ 1 giờ đến khoảng 2 giờ. Theo một số phương án, tốc độ nạp có thể được thiết lập để sản xuất 10g sản phẩm trên phút. Tốc độ nạp, tốc độ giải phóng, và khối lượng cân bằng có thể được chọn sao cho thời gian lưu lại của sản phẩm phospho trong lò phản ứng nằm trong khoảng từ 5 giây đến 10 phút, cụ thể là từ 30 giây đến khoảng 5 phút, cụ thể hơn nữa là khoảng 30 giây đến 2 phút, thậm chí tốt hơn nữa là khoảng 1 phút.

Theo một số phương án, lò phản ứng có thể được giải phóng trước với nguyên liệu được chọn từ HF, nguồn A, các hạt được tạo sẵn của phospho được pha Mn^{+4} , hoặc hỗn hợp của chúng. Chất phi dung môi hoặc chất chống dung môi cho các sản phẩm phospho cũng có thể được bao gồm trong việc giải phóng trước. Các nguyên liệu thích hợp cho chất chống dung môi là axeton, axit axetic, isopropanol, etanol, metanol, axetonitril, dimetyl formamit, hoặc hỗn hợp của chúng. Ngoài ra, chất chống dung môi có thể được có trong bất kỳ các dung dịch nguyên liệu, hoặc dung dịch nguyên liệu riêng mà không phải nguồn M hoặc Mn, cụ thể là trong dung dịch nguyên liệu có nguồn A mà không có nguồn M hoặc Mn.

Quá trình tổng hợp có thể làm giảm lượng của các nguyên liệu thô được sử dụng để điều chế các phospho có công thức I liên quan đến một hoặc nhiều, hoặc tất cả các quá trình tổng hợp khác để tạo ra phospho. Cụ thể là, lượng các chất độc chẳng hạn HF được sử dụng có thể được giảm đáng kể so với quá trình sản xuất theo đợt. Trong khi lượng của HF được giảm, dung dịch sản phẩm có thể chứa mức cao hơn các nguyên liệu thô so với quá trình sản xuất theo đợt. Theo nhiều phương án, dung dịch sản phẩm chứa ít nhất 10% các chất rắn hòa tan, cụ thể là ít nhất 19% các chất rắn hòa tan, sau khi bắt đầu giải phóng. Ngoài ra, các sản lượng sản phẩm có thể cao hơn so với các quá trình sản xuất theo đợt. Ví dụ, sản lượng sản phẩm từ các quá trình theo sáng chế có thể cao như từ 85 đến 95%, trong khi các sản lượng từ các quá trình sản xuất theo đợt thường nằm trong khoảng từ 60 đến 75%.

Dung dịch thứ nhất bao gồm dung dịch HF và nguồn M. Nguồn M có thể là hợp chất chứa Si, có độ hòa tan tốt trong dung dịch, ví dụ, H_2SiF_6 , Na_2SiF_6 , $(NH_4)_2SiF_6$, Rb_2SiF_6 , Cs_2SiF_6 , SiO_2 hoặc hỗn hợp của chúng, cụ thể là H_2SiF_6 . Việc sử dụng H_2SiF_6 là tốt hơn bởi vì nó có độ hòa tan trong nước rất cao, và nó không chứa phần tử kim loại kiềm dưới dạng tạp chất. Nguồn M có thể là một hợp chất hoặc tổ hợp của hai hoặc nhiều hợp chất. Nồng độ NF trong dung dịch thứ nhất có thể ít nhất là 25% trọng lượng, cụ thể là ít nhất 30% trọng lượng, cụ thể hơn nữa là ít nhất 35% trọng lượng. Nước có thể được bổ sung vào dung dịch thứ nhất, làm giảm nồng độ của HF, để làm giảm kích thước hạt và cải thiện sản lượng sản phẩm. Nồng độ của nguyên liệu được sử dụng như nguồn M có thể là nhỏ hơn hoặc bằng 25% trọng lượng, cụ thể là nhỏ hơn hoặc bằng 15% trọng lượng.

Dung dịch thứ hai bao gồm nguồn Mn, và cũng có thể bao gồm dung dịch HF

như một dung môi. Các nguyên liệu thích hợp được sử dụng làm nguồn Mn bao gồm, ví dụ, K_2MnF_6 , $KMnO_4$, K_2MnCl_6 , MnF_4 , MnF_3 , MnF_2 , MnO_2 , và tổ hợp của chúng và cụ thể là K_2MnF_6 . Nồng độ của hợp chất hoặc các hợp chất được sử dụng như nguồn M là không quan trọng; và thông thường được giới hạn bởi độ hòa tan của nó trong dung dịch. Nồng độ HF trong dung dịch thứ hai có thể ít nhất là 20% trọng lượng, cụ thể là ít nhất 40% trọng lượng.

Các dung dịch thứ nhất và thứ hai được bổ sung vào lò phản ứng với sự có mặt của nguồn A trong khi khuấy dung dịch sản phẩm. Hàm lượng vật liệu thô thường được sử dụng phù hợp với hợp chất mong muốn, ngoại trừ có thể có mặt quá nhiều nguồn A. Tốc độ dòng có thể được điều chỉnh sao cho các nguồn M và Mn được bổ sung vào với tỷ lệ xấp xỉ cân bằng hóa học trong khi nguồn A là vượt quá số lượng cân bằng hóa học. Theo nhiều phương án, nguồn A được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 150% đến 300% số mol vượt quá, cụ thể từ khoảng 175% đến 300% số mol vượt quá. Ví dụ, trong K_2SiF_6 được pha Mn, lượng cân bằng của K được yêu cầu là 2 mol trên một mol của K_2SiF_6 được pha Mn, và lượng của KF hoặc KHF_2 được sử dụng nằm trong khoảng từ 3,5 mol đến khoảng 6 mol của dung dịch sản phẩm.

Nguồn A có thể là một hợp chất hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều hợp chất. Các nguyên liệu thích hợp bao gồm KF, KHF_2 , KOH, KCl, KBr, KI, $KOCH_3$ hoặc K_2CO_3 , cụ thể là KF và KHF_2 , cụ thể hơn nữa là KHF_2 . Nguồn Mn chứa K, chẳng hạn như K_2MnF_6 , có thể là nguồn K, cụ thể là kết hợp với KF hoặc KHF_2 . Nguồn A có thể có mặt trong một hoặc cả hai dung dịch thứ nhất và thứ hai, trong dung dịch thứ ba được bổ sung riêng, vào trong lò phản ứng, hoặc kết hợp một trong số nhiều cách bổ sung này.

Tuy nhiên, các quá trình tổng hợp này tạo ra kali hexaflomanganat tiền chất phospho với mức chấp nhận được của các tạp chất mà dẫn đến giảm chất lượng của phospho được tổng hợp bằng cách sử dụng tiền chất. Các mức này của tạp chất có thể làm giảm hiệu quả của các phospho được tạo ra từ tiền chất phospho. Một hoặc nhiều phương án của đối tượng sáng chế được mô tả ở đây loại bỏ các tạp chất không mong muốn để cung cấp kali hexaflomanganat được tinh sạch bằng cách kết tinh lại kali hexaflomanganat. Mô tả ở đây cung cấp nhiều phương pháp khác nhau cho sự tái kết tinh, trong đó bao gồm việc tạo ra dung dịch bão hòa cao của kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric. Dung dịch bão hòa/dung dịch gần như bão hòa được lọc để loại bỏ các

tạp chất không hòa tan trước khi giảm đáng kể độ hòa tan của dung dịch và việc trăn kali hexaflomanganat được tinh sạch ra khỏi dung dịch. Sự kết tủa tách kali hexaflomanganat từ phần còn lại của dung dịch, bao gồm các tạp chất hòa tan trước khi bao gồm trong kali hexaflomanganat trước khi tái kết tinh.

Sự tái kết tinh có thể được thực hiện theo các cạnh khác nhau. Như một ví dụ, sự tái kết tinh có thể đạt được bằng cách bổ sung lượng dư thừa lớn của kali florua (KF) trong axit hydrofloric (HF) vào dung dịch kali hexaflomanganat để làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat. Ví dụ khác của sự tái kết tinh bao gồm bước bão hòa kali hexaflomanganat trong dung dịch ở nhiệt độ cao và sau đó làm mát nhanh dung dịch để làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat (tương đối so với các tạp chất). Theo các ví dụ khác, chất chống dung môi chẳng hạn như axit cacboxylic, rượu hoặc xeton có thể được bổ sung vào dung dịch bão hòa để làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat. Thêm vào đó hoặc theo cách khác, nồng độ cao của axit hydrofloric (ví dụ, 70%) có thể được bổ sung vào dung dịch kali hexaflomanganat và độ hòa tan của kali hexaflomanganat trong dung dịch này có thể được làm giảm bằng cách bổ sung nước và/hoặc chất chống dung môi vào dung dịch. Theo cách tùy ý, sự kết hợp của hai hoặc nhiều phương pháp tái kết tinh này có thể được sử dụng.

Trong khi sự mô tả ở đây tập trung vào việc tinh sạch kali hexaflomanganat, các nguyên liệu khác có thể được tinh sạch sử dụng một hoặc nhiều phương án của đối tượng sáng chế được mô tả ở đây. Ví dụ, nguyên liệu được dựa trên kali florua được thể hiện bởi công thức $K_2[M_{1-a}Mn^{4+}_aF_6]$, Trong đó M là ít nhất được chọn từ các nguyên tố nhóm IV bao gồm titan (Ti), zirconi (Zr), và hafni (Hf) và các nguyên tố nhóm IVB là silicon (Si), germani (Ge), và thiếc (Sn), và trong đó a có giá trị lớn hơn 0 và nhỏ hơn 0,2, các tạp chất có thể được tinh sạch bằng cách sử dụng một hoặc nhiều phương án được mô tả ở đây.

Fig.1 minh họa độ hòa tan 100 của kali hexaflomanganat trong axit hydrocloric theo một ví dụ. Độ hòa tan 100 của kali hexaflomanganat được thể hiện cùng với trục hoành 102 là phần trăm trọng lượng của axit hydrofloric và trục tung 104 là số gam của kali hexaflomanganat được trộn trong 100 ml axit hydrofloric. Như được thể hiện trên Fig.1, độ hòa tan 100 kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric làm tăng đáng kể với việc làm tăng phần trăm trọng lượng của axit hydrofloric trong dung dịch. Một hoặc nhiều ví dụ của các phương pháp tái kết tinh được mô tả ở đây phụ thuộc vào độ hòa tan

100 của kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric. Bằng cách dung dịch kali hexaflomanganat/axit hydrofloric hầu như được hòa tan, chất gây ô nhiễm (bao gồm mangan florua không được phản ứng) có độ hòa tan thấp trong axit hydrofloric có thể được loại bỏ. Sau đó bằng cách làm giảm độ hòa tan dung dịch kali hexaflomanganat/axit hydrofloric, việc trộn kali hexaflomanganat, và việc tách kali hexaflomanganat ra khỏi dung dịch còn lại, chất gây ô nhiễm không mong muốn mà hòa tan trong axit hydrofloric nhưng không kết tủa ra khỏi dung dịch khi độ hòa tan 100 của kali hexaflomanganat được giảm có thể được loại bỏ ra khỏi kali hexaflomanganat.

Fig.2 minh họa sơ đồ khối của một phương án của phương pháp 200 để tinh sạch kali hexaflomanganat. Ở bước 202, dung dịch kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric thu được. Dung dịch có thể là dung dịch cô đặc của kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric. Kali hexaflomanganat bao gồm một hoặc nhiều tạp chất, chẳng hạn như một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13 (ví dụ, bo, nhôm, gali, indi, hoặc titan), một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp (ví dụ như, sắt, đồng, crom, zirconi, niken, vanadi, platin, coban, hoặc titan), hoặc tạp chất khác (ví dụ, vanadi, lithi, magiê, hoặc các nguyên tố có độ hòa tan khác nhau đáng kể trong dung dịch axit hydrofloric hơn kali hexaflomanganat). Dung dịch này có thể được thu bằng cách trộn lượng kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric mà được sử dụng để tạo ra một hoặc nhiều phospho.

Kali hexaflomanganat mà được trộn vào trong axit hydrofloric có thể thu được và được tạo ra bằng cách sử dụng một hoặc nhiều quá trình khác nhau. Theo một phương án, kali hexaflomanganat có thể được tạo ra bằng cách sử dụng phương pháp Bode để tạo ra kali hexaflomanganat, mà bao gồm phản ứng kali permanganat (KMnO_4), kali florua (KF) và/hoặc kali biflorua (KHF_2), axit hydrofloric (HF), và peroxit (H_2O_2), và làm kết tủa kali hexaflomanganat từ phản ứng này. Như ví dụ khác, kali hexaflomanganat có thể thu được bằng cách phản ứng kết hợp của một hoặc nhiều của kali florua (KF) hoặc kali biflorua (KHF_2), mangan florua (MnF_2 , MnF_3 , và/hoặc MnF_4), và tác nhân flo hóa chẳng hạn flo. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat có thể thu được bằng cách làm kết tủa kali hexaflomanganat bằng cách sử dụng điện phân.

Fig.3 minh họa việc trộn lượng kali hexaflomanganat 300 mà được tinh sạch trong axit hydrocloric 302 để tạo ra dung dịch cô đặc 304. Theo một phương án, khối lượng của axit hydrofloric 302 trong đó kali hexaflomanganat 300 được trộn để tạo ra

dung dịch 304 là 4 lần (tính bằng mililit) trọng lượng của kali hexaflomanganat (tính gam). Ngoài ra, lượng khác của axit hydrofloric và/hoặc kali hexaflomanganat có thể được sử dụng. Theo một phương án, 10 gam của kali hexaflomanganat được hòa tan trong 40ml của 70% axit hydrofloric (nơi mà axit hydrofloric có 70% trọng lượng của nước trong đó axit hydrofloric được trộn).

Ở bước 204, mangan florua không hòa tan trong dung dịch cô đặc được loại bỏ. Ví dụ, dung dịch cô đặc 304 có thể được lọc chân không thông qua bộ lọc giấy hoặc bộ lọc khác để thu được dịch lọc. Việc lọc này có thể loại bỏ mangan florua không hòa tan, chẳng hạn như mangan diflorua (MnF_2), ra khỏi dung dịch cô đặc. Ở bước 206, dung dịch chứa kali thu được. Dung dịch cô đặc này có thể là dung dịch của kali florua (KF) trong axit hydrofloric, chẳng hạn như dung dịch kali biflorua (KHF_2). Fig.4 minh họa sự tạo ra của dung dịch 400 của kali biflorua 402 trong axit hydrocloric 404 theo một phương án. Axit hydrofloric 404 có thể có 48% trọng lượng axit hydrofloric. Ngoài ra, lượng khác của axit hydrofloric có thể được sử dụng. Khối lượng của kali biflorua 402 (tính bằng milimit) được trộn với axit hydrofloric 404 (tính bằng gam) có thể có tỷ lệ là một. Ví dụ, 10 gam kali biflorua 402 có thể được trộn trong 10 milimit của 48% trọng lượng axit hydrofloric 404. Ngoài ra, tỷ lệ khác nhau của lượng kali biflorua 402 và hoặc axit hydrofloric 404 có thể được sử dụng, chẳng hạn như tỷ lệ nhỏ hơn 1, tỷ lệ ít nhất là 0,5 và không lớn hơn 1,5, hoặc tỷ lệ khác.

Ở bước 208, dung dịch kali biflorua được trộn vào trong dung dịch của kali hexaflomanganat. Ví dụ, dung dịch kali hexaflomanganat được điều chế ở bước 202 (và sau khi magiê florua không hòa tan được loại bỏ) có thể được khuấy trong khi dung dịch kali biflorua thu được ở bước 206) được bổ sung vào dung dịch kali hexaflomanganat thu được ở bước 206.

Bổ sung dung dịch kali biflorua vào trong dung dịch kali hexaflomanganat làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat trong dung dịch. Việc giảm này của độ hòa tan kết tinh hoặc tái kết tinh dịch lọc kali hexaflomanganat mà không có các tạp chất có mặt trước đó trong kali hexaflomanganat. Sự tái kết tinh cho phép kali hexaflomanganat được loại bỏ khỏi dung dịch trong khi nhiều tạp chất hòa tan vẫn còn trong dung dịch. Kết quả là, kali hexaflomanganat được tinh sạch của tạp chất mà hòa tan nhiều hơn trong dung dịch.

Ở bước 210, dung dịch hỗn hợp của kali biflorua và dung dịch kali

hexaflomanganat được lọc, chẳng hạn bằng cách lọc chân không dung dịch hỗn hợp qua bộ lọc giấy hoặc bộ lọc khác. Dịch lọc được lấy từ dung dịch hỗn hợp được tinh sạch kali hexaflomanganat. Dịch lọc không có hoặc có với lượng giảm đáng kể các tạp chất so với kali hexaflomanganat được dùng để tạo ra dung dịch ở bước 202. Ở bước 212, dịch lọc được rửa sạch, chẳng hạn bằng cách ngâm hoặc nhấn chìm dịch lọc vào trong dung môi như axeton. Theo một phương án, dịch lọc được rửa sạch với bốn phần, hoặc bốn lần riêng, đủ axeton để ngâm dịch lọc.

Ở bước 214, dịch lọc rửa sạch được làm khô. Ví dụ, dịch lọc có thể được đặt trong máy sấy chân không và được làm khô. Dịch lọc được làm khô tạo thành kali hexaflomanganat được tinh sạch. Kali hexaflomanganat được tinh sạch không có các tạp chất, hầu như không có các tạp chất hơn kali hexaflomanganat được dùng để tạo ra dung dịch ở bước 202. Ví dụ, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể có nhiều hơn 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, chẳng hạn như nhôm, trong khi kali hexaflomanganat được dùng để tạo ra dung dịch ở bước 202 có thể có nhiều hơn lượng này của các nguyên tố nhóm 13, chẳng hạn như ít nhất 13, ít nhất là 17, hoặc ít nhất 36 phần triệu nhôm. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 3 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, chẳng hạn như nhôm.

Thêm vào đó hoặc theo cách khác, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, chẳng hạn như canxi, trong khi kali hexaflomanganat được sử dụng để tạo ra dung dịch ở bước 202 có thể có nhiều hơn lượng này của các kim loại kiềm thổ. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 260 phần triệu một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, chẳng hạn như canxi.

Thêm vào đó hoặc theo cách khác, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 14 phần triệu một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, chẳng hạn như sắt, đồng, crom, bạch kim zircon, niken, vanadi, coban, và/hoặc titan, trong khi kali hexaflomanganat được sử dụng để tạo ra dung dịch ở bước 202 có thể có nhiều hơn lượng này của các kim loại chuyển tiếp. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 7 phần triệu của một hoặc nhiều các kim loại chuyển tiếp này.

Ví dụ, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 10 phần triệu crom trong khi kali hexaflomanganat trước khi tinh sạch có thể có lượng crom lớn hơn.

Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 5 phần triệu crom. Như ví dụ khác, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 4 phần triệu đồng trong khi kali hexaflomanganat trước khi tinh sạch có thể có ít nhất 14, ít nhất 547, hoặc ít nhất 680 phần triệu của đồng. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể chứa không quá 2 phần triệu của đồng.

Phương pháp 200 được mô tả ở trên bao gồm việc tái kết tinh kali hexaflomanganat. Một hoặc nhiều kỹ thuật thay thế hoặc bổ sung có thể được sử dụng để kết tinh hoặc tái kết tinh kali hexaflomanganat từ dung dịch trong khi các tạp chất vẫn trong dung dịch để tinh sạch kali hexaflomanganat. Các kỹ thuật được mô tả ở đây có thể được sử dụng kết hợp với nhau.

Theo một phương án, phương pháp 200 tái kết tinh kali hexaflomanganat để loại bỏ các tạp chất ra khỏi kali hexaflomanganat bằng cách trộn kali hexaflomanganat trong axit hydrofloric (ví dụ, ở bước 202) ở nhiệt độ cao. Nhiệt độ cao này có nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ phòng, chẳng hạn xấp xỉ 70°C. Nhiệt độ cao này có thể nằm trong khoảng từ 68 đến 72°C, nằm trong khoảng từ 65 đến 75°C, hoặc các khoảng nhiệt độ khác. Sau đó, việc bổ sung vào hoặc thay vì bổ sung dung dịch chứa kali vào dung dịch kali hexaflomanganat, dung dịch kali hexaflomanganat có thể được làm mát. Dung dịch kali hexaflomanganat có thể được làm mát bằng cách đặt thùng giữ dung dịch trong bồn tắm có nước và đá (ví dụ, bồn nước đá) hoặc bằng cách khác đó là cho dung dịch tiếp xúc ở nhiệt độ gần 0°C (ví dụ, trong khoảng từ -20°C đến 20°C, trong khoảng từ -10°C đến 10°C, trong khoảng -5°C đến 5°C, hoặc ở nhiệt độ khác lạnh hơn nhiệt độ cao mà tại đó kali hexaflomanganat được trộn vào axit hydrofloric. Việc giảm nhiệt độ này có thể làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat trong dung dịch (so với các tạp chất được loại bỏ) chẳng hạn, khi dung dịch được lọc (ví dụ, ở bước 208), các tạp chất hoặc hầu hết các tạp chất có thể vẫn còn trong dung dịch trong khi kali hexaflomanganat được loại bỏ khỏi dung dịch.

Thêm vào đó hoặc theo cách khác, phương pháp 200 tái kết tinh kali hexaflomanganat để loại bỏ các tạp chất ra khỏi kali hexaflomanganat bằng cách bổ sung chất chống dung môi vào dung dịch kali hexaflomanganat. Chất chống dung môi có thể được bổ sung vào dung dịch được điều chế ở bước 202 sao cho làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat trong dung dịch sao cho kali hexaflomanganat, và không có tạp chất, được lọc ra khỏi dung dịch (ví dụ, ở bước 208). Chất chống dung môi được

bổ sung có thể bao gồm axit cacboxylic, xeton, hoặc rượu, hoặc nguyên liệu khác mà làm giảm độ hòa tan của kali hexaflomanganat trong dung dịch.

Sau đó, kali hexaflomanganat được tinh sạch có thể được sử dụng để tạo ra một hoặc nhiều nguyên liệu phospho, chẳng hạn như kali hexaflosilicat. Theo một phương án, tiền chất phospho có thể được xử lý như được mô tả trong patent Mỹ số 8252613 hoặc công bố đơn patent Mỹ số 2015/0054400 với dung dịch cô đặc của hợp chất có công thức II trong dung dịch axit hydrofloric.



trong đó A^I là Li, Na, K, Rb, Cs, hoặc hỗn hợp của chúng; M là Si, Ge, Sn, Ti, Zr, Al, Ga, In, Sc, Y, La, Nb, Ta, Bi, Gd hoặc hỗn hợp của chúng. x là giá trị tuyệt đối của điện tích của ion $[MF_y]$; và y có giá trị là 5,6 hoặc 7.

Hợp chất có công thức II có ít nhất anion MF_y của hợp chất chủ cho sản phẩm phospho, và cũng có thể bao gồm cation A^+ của hợp chất có công thức I. Đối với sản phẩm phospho có công thức K_2SiF_6 được pha Mn, các nguyên liệu thích hợp cho hợp chất có công thức có công thức II bao gồm H_2SiF_6 , Na_2SiF_6 , $(NH_4)_2SiF_6$, Rb_2SiF_6 , Cs_2SiF_6 , hoặc hỗn hợp của chúng, cụ thể là H_2SiF_6 , K_2SiF_6 và các hỗn hợp của chúng, cụ thể hơn nữa là K_2SiF_6 . Dung dịch xử lý được bão hòa hoặc gần bão hòa của hợp chất có công thức II trong axit hydrofloric. Dung dịch gần bão hòa chứa khoảng 1 đến 5% vượt quá dung dịch HF được bổ sung vào dung dịch bão hòa. Nồng độ của HF trong dung dịch nằm trong khoảng từ 25% (trọng lượng/thể tích) đến khoảng 70% (trọng lượng/thể tích), cụ thể là từ khoảng 40% (trọng lượng/thể tích) đến khoảng 50% (trọng lượng/thể tích). Các dung dịch ít cô đặc có thể dẫn đến hiệu suất giảm của phospho. Lượng dung dịch xử lý được sử dụng nằm trong khoảng từ 2 đến 30 ml/g sản phẩm, cụ thể là nằm trong khoảng từ 5 đến 20 ml/g sản phẩm, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 15 ml/g sản phẩm.

Theo một phương án, phospho có thể được tiếp xúc với tác nhân oxy hóa chứa flo ở nhiệt độ cao nằm trong khoảng từ 200°C đến khoảng 700°C, cụ thể là từ khoảng 350°C đến khoảng 600°C trong khi tiếp xúc, và theo một số phương án từ khoảng 200°C đến khoảng 700°C. Tùy ý, nhiệt độ ít nhất là 100°C, cụ thể là ít nhất 225°C, cụ thể hơn nữa là ít nhất 350°C. Tiền chất phospho được tiếp xúc với tác nhân oxy hóa trong khoảng thời gian đủ để chuyển nó thành phospho ổn định màu. Thời gian và nhiệt độ có tương quan với nhau, và có thể được điều chỉnh cùng nhau, ví dụ, tăng thời gian trong khi giảm

nhệt độ, hoặc tăng nhiệt độ trong khi giảm thời gian. Theo các phương án cụ thể, thời gian ít nhất là một giờ, tốt hơn là ít nhất bốn giờ, tốt hơn nữa là ít nhất sáu giờ, và tốt nhất là ít nhất tám giờ. Theo phương án cụ thể, tiền chất được tiếp xúc với tác nhân oxy hóa trong khoảng thời gian ít nhất là vài giờ và nhiệt độ ít nhất là 250°C, ví dụ, ở khoảng 250°C trong khoảng 4 giờ và sau đó ở nhiệt độ 350°C trong khoảng 4 giờ.

Các chất oxy hóa chứa flo có thể là F_2 , HF, SF_6 , BrF_5 , NH_4HF_2 , NH_4F , KF, AlF_3 , SbF_5 , ClF_3 , BrF_3 , KrF , XeF_2 , XeF_4 , NF_3 , SiF_4 , PbF_2 , ZnF_2 , SnF_2 , CdF_2 , hoặc hỗn hợp của chúng. Theo các phương án cụ thể, chất oxy hóa chứa flo là F_2 . Hàm lượng chất oxy hóa trong không khí có thể thay đổi để thu được phospho ổn định màu, đặc biệt là là kết hợp với việc thay đổi thời gian và nhiệt độ. Trong khi chất oxy hóa chứa flo là F_2 , không khí có thể chứa ít nhất 0.5% F_2 , mặc dù theo một số phương án hàm lượng thấp hơn có thể có hiệu quả. Cụ thể là, không khí có thể chứa ít nhất 5% F_2 và tốt hơn nếu chứa ít nhất 2% F_2 . Không khí còn có thể có bổ sung nitơ, heli, neon, argon, krypton, xenon, kết hợp bất kỳ với chất oxy hóa chứa flo. Theo các phương án cụ thể, không khí là phức hợp chứa khoảng 20% F_2 và khoảng 80% nitơ.

Cách cho tiền chất tiếp xúc với tác nhân oxy hóa chứa flo là không quan trọng và có thể được thực hiện theo cách bất kỳ đủ để chuyển tiền chất thành phospho ổn định màu có các đặc tính mong muốn. Theo một số phương án, buồng chứa tiền chất có thể được định lượng và sau đó được bịt kín sao cho việc quá áp phát triển như buồng được đun nóng, và các chất khác, hỗn hợp flo và nitơ được chảy trong suốt quá trình ủ để đảm bảo áp suất đồng đều hơn. Theo một số phương án, liều lượng bổ sung của tác nhân oxy hóa flo có thể được đưa vào sau khoảng thời gian.

Phospho có thể được rửa sạch bằng một hoặc nhiều dung môi để loại bỏ HF và các nguyên liệu thô không phản ứng. Các nguyên liệu thích hợp để rửa dung môi bao gồm axit axetic và axeton, và các hỗn hợp của chúng.

Các nguyên liệu phospho được sử dụng để tạo ra phospho có trong một hoặc nhiều thiết bị ánh sáng hoặc dụng cụ ánh sáng. Các phospho được tạo ra dựa trên hoặc bằng cách sử dụng kali hexaflomanganat có thể có hiệu quả lượng tử lớn hơn và/hoặc hoạt động lâu hơn do sự vắng mặt của các tạp chất như được mô tả ở đây. Các tạp chất này có thể làm giảm hiệu quả lượng tử và/hoặc làm giảm thời gian hữu hiệu của phospho được tạo ra bằng cách sử dụng kali hexaflomanganat tinh sạch ít hơn.

Ví dụ, phospho có thể bao gồm hoặc được tạo ra từ kali hexaflosilicat mà được

tạo ra bằng cách sử dụng hoặc được dựa trên kali hexaflomanganat được tinh sạch như được mô tả ở đây. Fig.5 minh họa một ví dụ của thiết bị ánh sáng 500. Thiết bị ánh sáng 500 bao gồm chất nền 502, chẳng hạn như bảng mạch, mà thiết bị ánh sáng để bán dẫn được ghép. Thiết bị ánh sáng để bán dẫn bao gồm nguồn sáng 504 được gắn hướng tâm với phospho 506. Nguồn sáng 504 có thể là diốt phát quang hoặc loại khác của nguồn sáng. Phospho 506 có thể bao gồm hoặc được tạo ra từ nguyên liệu được lấy hoặc được tạo ra từ kali hexaflomanganat được tinh sạch, chẳng hạn như kali hexaflosilicat được tạo ra từ kali hexaflomanganat được tinh sạch bằng cách sử dụng một hoặc nhiều phương án của đối tượng sáng chế được mô tả ở đây. Fig.6 minh họa một ví dụ của thiết bị điện tử 600. Thiết bị điện tử 600 có thể là màn hình điện tử, chẳng hạn như màn hình tinh thể lỏng (LCD) có màn hình LCD 602 và thiết bị đèn nền LED 604. Thiết bị đèn nền 604 bao gồm một vài nguồn sáng 606, chẳng hạn một vài LED được gắn hướng tâm với các phospho 506 được mô tả ở trên.

Đối tượng sáng chế được mô tả ở đây cung cấp nguyên liệu tinh sạch hơn cho quá trình tổng hợp phospho được dựa trên kali hexaflomanganat. Quá trình loại bỏ các tạp chất vẫn còn trong kali hexaflomanganat từ quá trình tổng hợp của kali hexaflomanganat, bao gồm nhưng không giới hạn để vượt quá kali florua (KF) từ quá trình tổng hợp trạng thái rắn, các hợp chất không mong muốn ở tình trạng oxy hóa mangan khác (ví dụ, K_2MnF_5 , K_2MnF_7 , MnF_2 , MnF_3 , v.v), chất gây ô nhiễm kim loại (bạch kim, đồng, hoặc các kim loại khác) từ lò hoặc các khay lò (ví dụ, được sử dụng trong trạng thái quá trình tổng hợp rắn của kali hexaflomanganat) hoặc các điện cực (ví dụ, được sử dụng trong phương pháp điện phân của việc tổng hợp kali hexaflomanganat), và các chất gây ô nhiễm hoặc các tạp chất bên ngoài trong nguyên liệu đầu vào. Sự tinh sạch của kali hexaflomanganat dẫn đến việc thực hiện tốt hơn phospho, như việc loại bỏ của các tạp chất giúp cải thiện hiệu quả lượng tử và độ chắc chắn của các phospho bằng cách làm giảm các khiếm khuyết hoặc sự không hoàn hảo trong nguyên liệu được sử dụng để tạo ra phospho và làm giảm khả năng các tổn thất năng lượng không phát xạ và dập tắt nồng độ.

Theo một phương án, chế phẩm kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) được đề xuất. Chế phẩm chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13 là nhôm.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là một hoặc nhiều sắt, đồng, crom, zirconi, niken, bạch kim, vanadi, coban, và/hoặc titan.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là sắt.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là bạch kim.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là đồng và kali hexaflomanganat chứa không quá 4 phần triệu của đồng. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat chứa không quá 2 phần triệu của đồng.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là crom và kali hexaflomanganat bao gồm không quá 10 phần triệu của crom. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat chứa không quá 5 phần triệu của crom.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là niken và kali hexaflomanganat chứa không quá 10 phần triệu của niken. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat bao gồm không quá 5 phần triệu của niken.

Theo một ví dụ, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là zirconi và kali hexaflomanganat bao gồm không quá 6 phần triệu của zirconi. Theo cách tùy ý, kali hexaflomanganat chứa không quá 3 phần triệu của zirconi.

Theo một ví dụ, chế phẩm kali hexaflomanganat không có vanadi, coban, titan, lithi, và magiê.

Theo một phương án, thiết bị ánh sáng được cung cấp có phospho được tạo ra từ chế phẩm kali hexaflomanganat mà chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, thiết bị đèn nền được cung cấp mà chứa phospho được tạo ra từ chế phẩm kali hexaflomanganat chứa không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, thiết bị điện tử được cung cấp mà bao gồm thiết bị đèn nền chứa phospho được tạo ra từ chế phẩm kali hexaflomanganat mà bao gồm không quá 6 phần triệu của một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13, không quá 520 phần triệu của một

hoặc nhiều kim loại kiềm thổ, không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và/hoặc không quá 40 phần triệu của canxi.

Theo một phương án, phương pháp bao gồm bước thu dung dịch thứ nhất chứa kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) và một hoặc nhiều tạp chất, bước lọc dung dịch thứ nhất của kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất để tạo ra dịch lọc, và bước tách kali hexaflomanganat từ một hoặc nhiều tạp chất bằng cách kết tinh dịch lọc.

Theo một ví dụ, bước lọc dung dịch thứ nhất của kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất bao gồm bước lọc chân không dung dịch thứ nhất thông qua một hoặc nhiều thân bộ lọc để tạo ra dịch lọc.

Theo một ví dụ, bước tách kali hexaflomanganat khỏi một hoặc nhiều tạp chất bao gồm bước làm mát dịch lọc.

Theo một ví dụ, bước tách kali hexaflomanganat ra khỏi một hoặc nhiều tạp chất bao gồm bước bão hòa dịch lọc ở nhiệt độ cao và sau đó làm mát dịch lọc.

Theo một ví dụ, bước tách kali hexaflomanganat ra khỏi một hoặc nhiều tạp chất bao gồm bước bổ sung dung dịch thứ hai của một hoặc nhiều kali florua (KF) hoặc kali biflorua (KHF_2) trong axit hydrocloric (HF) vào dịch lọc, và bước lọc chân không dịch lọc trong dung dịch thứ hai qua một hoặc nhiều thân bộ lọc.

Theo một ví dụ, bước tách kali hexaflomanganat ra khỏi một hoặc nhiều tạp chất bao gồm bước bổ sung chất chống dung môi vào dịch lọc.

Theo một ví dụ, chất chống dung môi là một hoặc nhiều axit axetic hoặc axeton.

Theo một ví dụ, bước thu dung dịch thứ nhất bao gồm bước hòa tan kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất vào trong axit hydrofloric.

Theo một ví dụ, lấy dung dịch thứ nhất của kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất bao gồm bước kết tủa kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất từ dung dịch thứ ba được tạo ra từ kali hexaflomanganat ($KMnO_4$), một hoặc nhiều kali florua (KF) hoặc kali biflorua (KHF_2), axit hydrofloric (HF), và peroxit (H_2O_2).

Theo một ví dụ, bước thu dung dịch thứ nhất của kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất bao gồm việc phản ứng hỗn hợp của một hoặc nhiều kali florua (KF) hoặc kali biflorua (KHF_2), mangan (II) florua (MnF_2), và flo.

Theo một ví dụ, bước thu dung dịch thứ nhất của kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất bao gồm việc làm kết tủa kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất bằng điện phân.

Trừ khi có chỉ dẫn khác, tất cả các thuật ngữ khoa học và kỹ thuật được sử dụng ở đây có nghĩa như được hiểu thông thường bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực của sáng chế. Thuật ngữ “thứ nhất”, “thứ hai”, và tương tự, như được sử dụng ở đây, không biểu thị thứ tự, số lượng, hoặc tầm quan trọng, nhưng được dùng để phân biệt nguyên tố này với nguyên tố khác. Ngoài ra, các thuật ngữ “a” và “an” không biểu thị sự giới hạn của số lượng, nhưng biểu thị sự có mặt của ít nhất một trong số các mục tham khảo. Việc sử dụng “bao gồm”, “chứa”, hoặc “có” và các biến thể của nó ở đây có nghĩa là bao gồm các mục được liệt kê sau đó và các đương lượng của chúng, cũng như các mục bổ sung. Các thuật ngữ “được nối” và “được ghép” không bị giới hạn các kết nối hoặc các mối ghép cơ khí hoặc vật lý, có thể bao gồm sự kết nối hoặc các mối ghép điện và quang học trực tiếp hoặc gián tiếp.

Hơn nữa, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này sẽ nhận biết sự hoán đổi của các đặc tính khác nhau từ các phương án khác nhau. Các đặc tính khác nhau được mô tả, cũng như các đương lượng đã biết khác cho mỗi đặc tính, có thể được trộn hoặc làm phù hợp bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này, để xây dựng các hệ thống và các kỹ thuật bổ sung phù hợp với các nguyên tắc của sáng chế này.

Trong việc mô tả các phương án khác của thiết bị được bảo hộ, thuật ngữ cụ thể được dùng để giải thích rõ ràng. Tuy nhiên, sáng chế không có ý định giới hạn với các thuật ngữ cụ thể được chọn. Do đó, cần phải hiểu rằng các nguyên tố cụ thể bao gồm tất cả các đương lượng kỹ thuật mà hoạt động theo cách tương tự để thực hiện các chức năng tương tự.

Cần lưu ý rằng các phương án không giới hạn, được mô tả và được bảo hộ ở đây, có thể được sử dụng riêng biệt, kết hợp hoặc kết hợp có chọn lọc cho các ứng dụng cụ thể.

Hơn nữa, một số các đặc tính khác nhau của các phương án không giới hạn được sử dụng để tạo ưu điểm mà không sử dụng tương ứng của các đặc tính đã mô tả khác. Do đó, việc mô tả ở trên nên được xem là chỉ minh họa các nguyên tắc, các hướng dẫn và các phương án mẫu của sáng chế, và không có giới hạn.

Những giới hạn của các điểm yêu cầu bảo hộ dưới đây không được viết ở dạng cách thức-cộng-chức năng và không có dự định để giải thích được dựa trên 35 U.S.C. § 112(f), trừ phi và cho đến khi các giới hạn yêu cầu bảo hộ được sử dụng cụm từ “có

nghĩa là” được theo sau các tuyên bố về khoảng trống chức năng trong cấu trúc bổ sung.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp bao gồm:

bước thu dung dịch thứ nhất chứa kali hexaflomanganat (K_2MnF_6) và một hoặc nhiều tạp chất;

bước lọc dung dịch thứ nhất chứa kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất để tạo ra dịch lọc; và

bước tách kali hexaflomanganat ra khỏi một hoặc nhiều tạp chất bằng cách kết tinh dịch lọc;

trong đó bước tách kali hexaflomanganat ra khỏi một hoặc nhiều tạp chất bao gồm một hoặc nhiều bước được chọn từ nhóm bao gồm: làm mát dịch lọc; bão hòa dịch lọc ở nhiệt độ cao và sau đó làm mát dịch lọc; và bổ sung chất chống dung môi vào dịch lọc.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước lọc dung dịch thứ nhất chứa kali hexaflomanganat và một hoặc nhiều tạp chất bao gồm việc lọc chân không dung dịch thứ nhất thông qua một hoặc nhiều thân bộ lọc để tạo ra dịch lọc.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó kali hexaflomanganat được tách bao gồm một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm:

không quá 6 phần triệu của mỗi một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13,

không quá 520 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại kiềm thổ,

không quá 14 phần triệu của một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp, và

không quá 40 phần triệu của canxi.

4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều nguyên tố nhóm 13 là nhôm.

5. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là một hoặc nhiều chất được chọn từ nhóm bao gồm sắt, đồng, crom, bạch kim, zirconi, niken,

vanadi, coban, hoặc titan.

6. Phương pháp theo điểm 3, một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là sắt.
7. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là bạch kim.
8. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là đồng và kali hexaflomanganat được tách chứa không quá 4 phần triệu của đồng.
9. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là crom và kali hexaflomanganat được tách chứa không quá 10 phần triệu của crom.
10. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là niken và kali hexaflomanganat được tách chứa không quá 10 phần triệu của niken.
11. Phương pháp theo điểm 3, trong đó một hoặc nhiều kim loại chuyển tiếp là ziriconi và kali hexaflomanganat được tách chứa không quá 6 phần triệu của ziriconi.

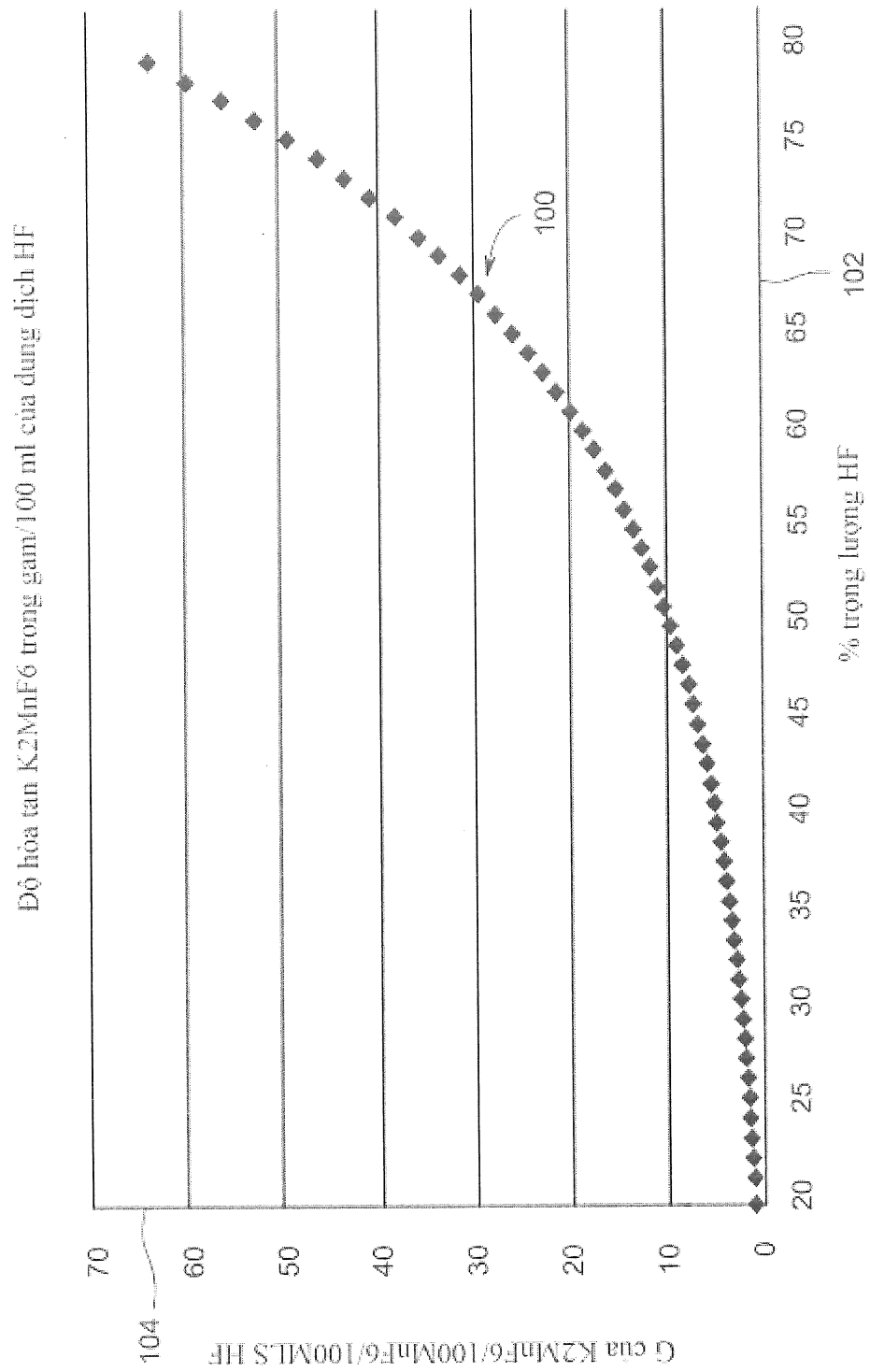


FIG. 1

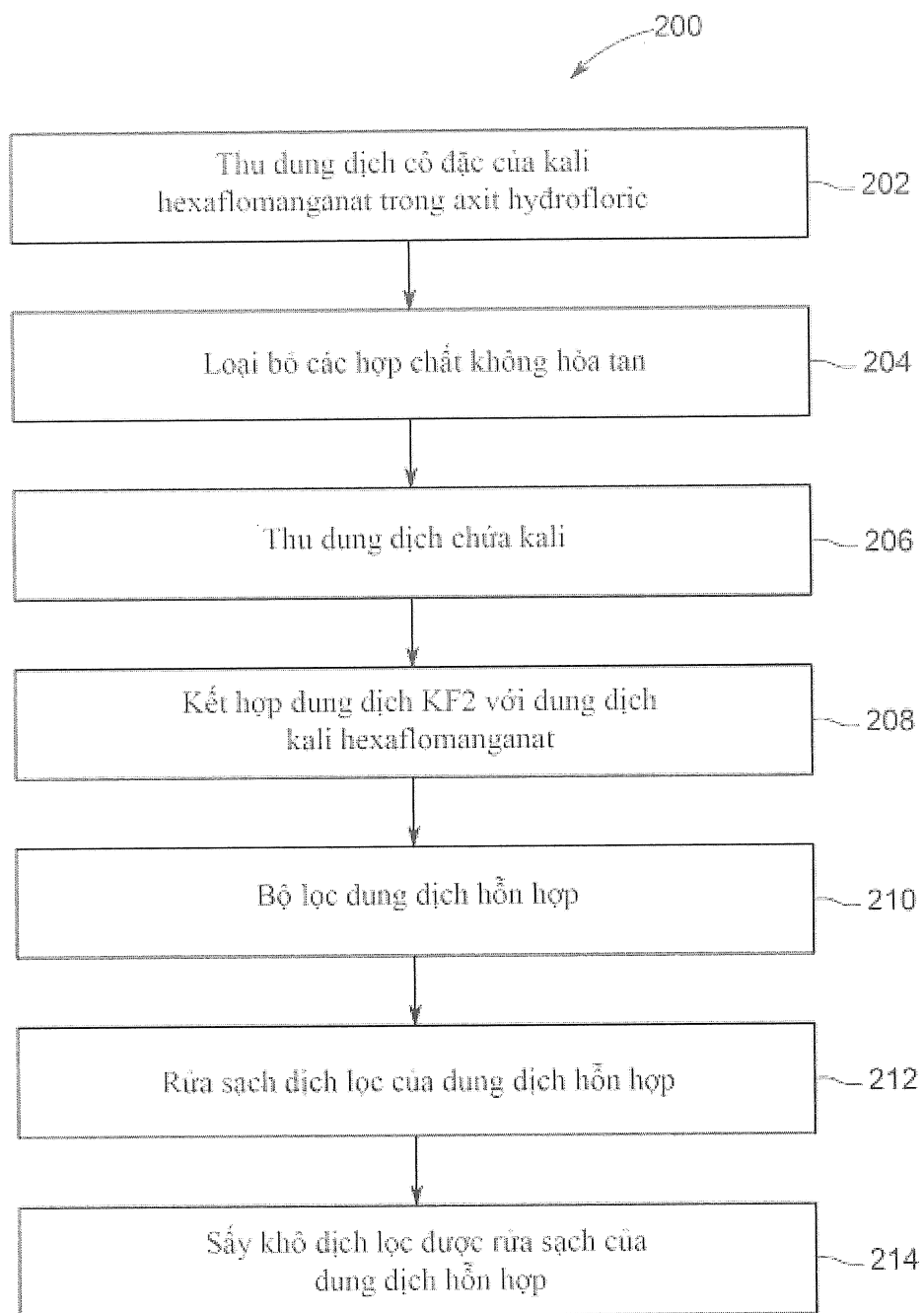


FIG. 2

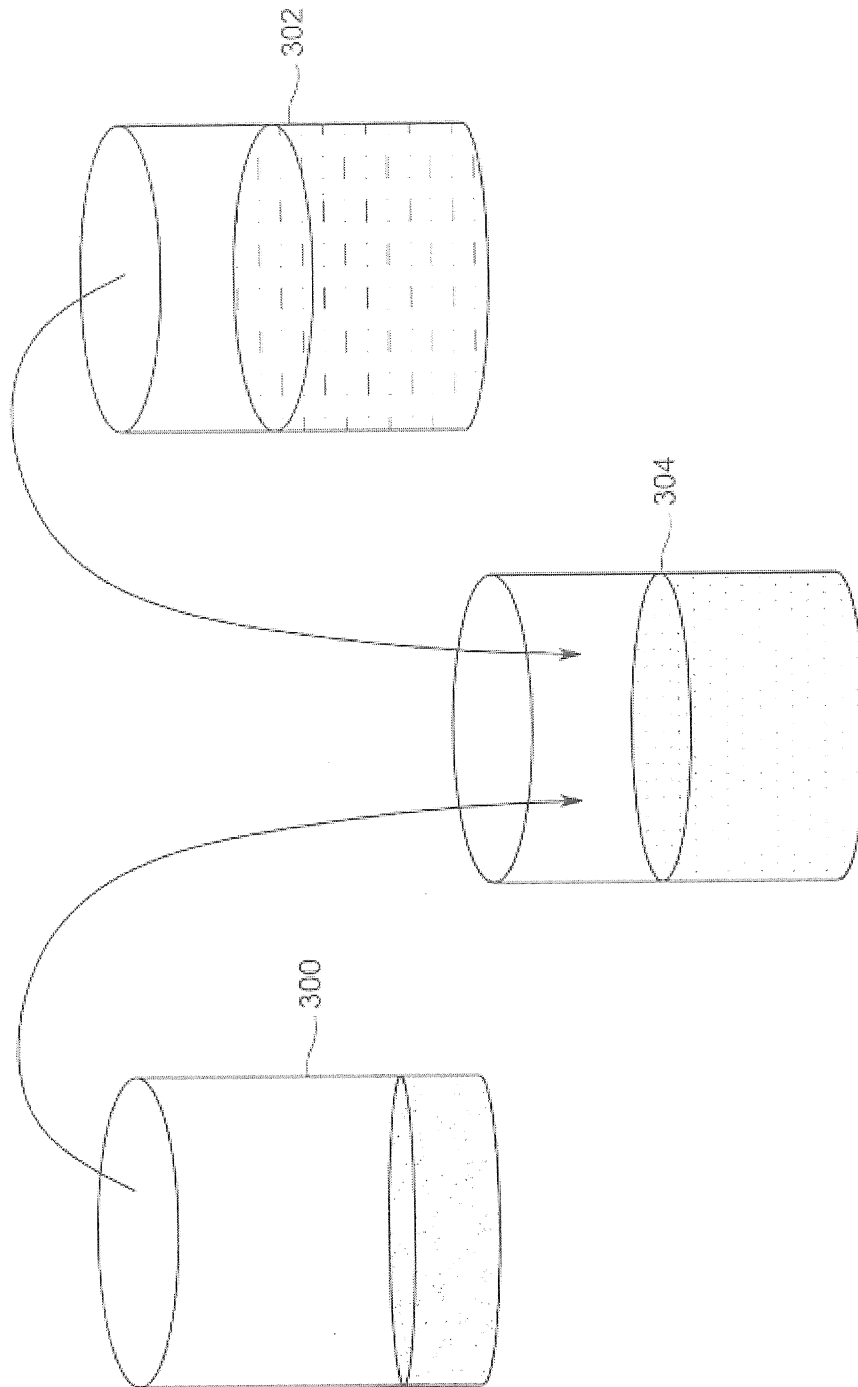


FIG. 3

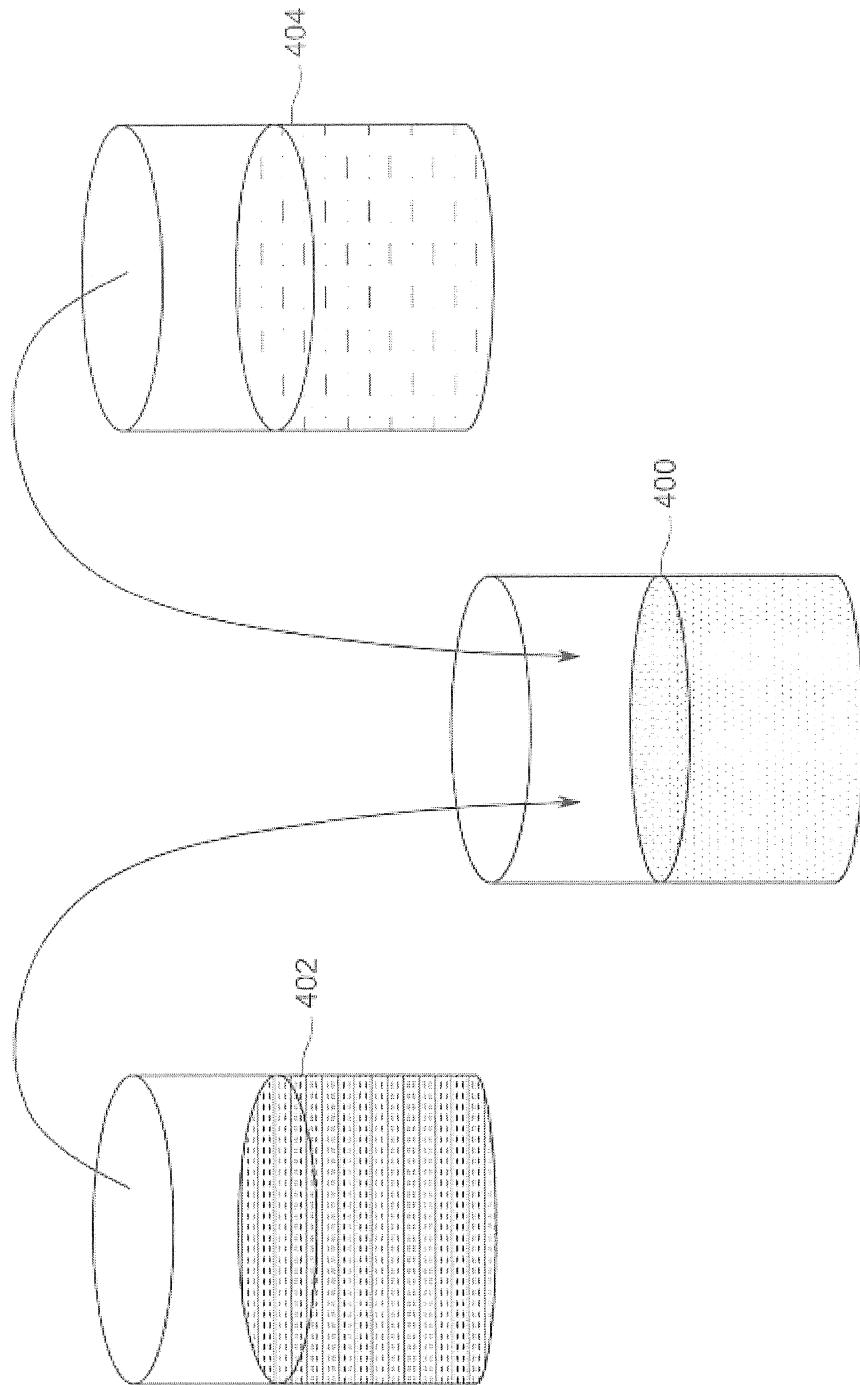


FIG. 4

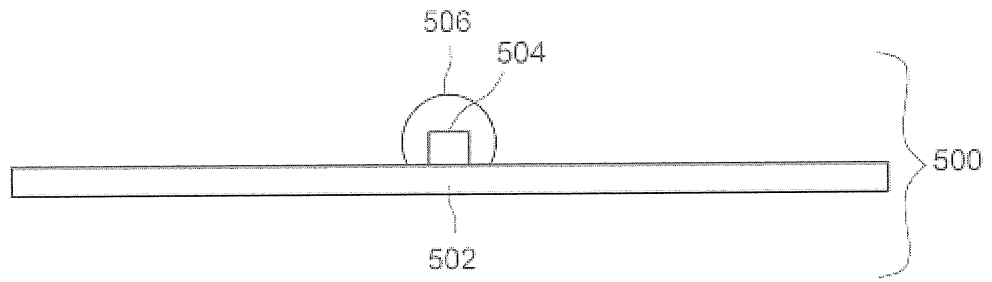


FIG. 5

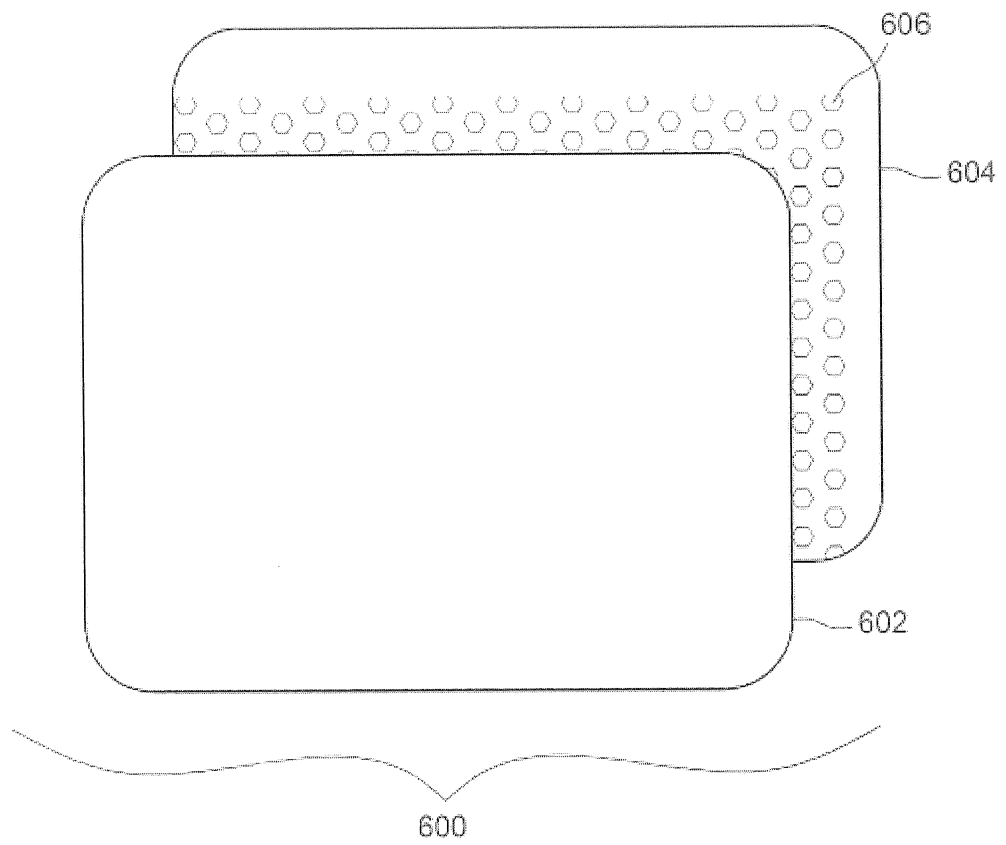


FIG. 6