



(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)



1-0043919

(51)^{2020.01} C01B 33/12

(13) B

(21) 1-2021-01143

(22) 26/08/2019

(86) PCT/US2019/048108 26/08/2019

(87) WO 2020/051010 12/03/2020

(30) 62/727,183 05/09/2018 US; 62/830,054 05/04/2019 US; 16/549,667 23/08/2019 US

(45) 25/03/2025 444

(43) 26/07/2021 400A

(73) KILT, LLC (US)

3312 Windover Garden Circle, Jonesboro, Arkansas 72401, United States of America

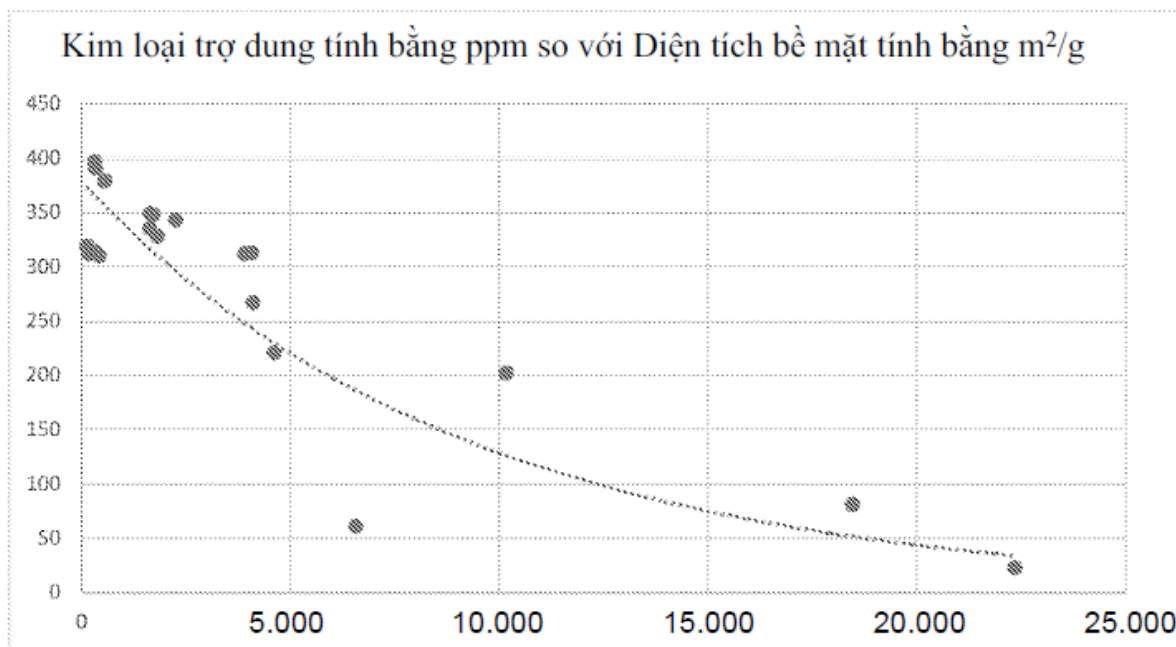
(72) RIBEIRO, Flavio Ernesto (US); SHIPLEY, Larry W. (US); GINGRAS, Leo (US).

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

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT SILIC OXIT VÔ ĐỊNH HÌNH XỐP CÓ DIỆN TÍCH BỀ MẶT CÓ KIỂM SOÁT

(21) 1-2021-01143

(57) Silic oxit vô định hình xốp có thể thu được từ nguyên liệu silic thực vật chứa chất vô cơ phi silic. Nguyên liệu silic thực vật được ngâm trong dung dịch nước chứa chất tạo chelat. Chất tạo chelat có mặt với lượng giúp chiết ít nhất một số chất vô cơ phi silic. Tiếp theo, dung dịch nước được tách khỏi nguyên liệu silic thực vật. Các đặc tính có lợi được truyền cho nguyên liệu silic thực vật bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất vô cơ phi silic chọn trước trong nguyên liệu silic thực vật. Vào cuối quy trình, nguyên liệu silic thực vật được xử lý nhiệt với sự có mặt của oxy ở nhiệt độ tạo ra silic oxit vô định hình thu được có các đặc tính có lợi.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp kiểm soát các đặc tính của silic oxit có nguồn gốc sinh vật. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp tăng cường một cách chọn lọc các đặc tính mong muốn của silic oxit vô định hình thu hồi từ các nguồn tái tạo được của thực vật chứa silic, bao gồm vỏ trấu, thân và lá.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Silic oxit vô định hình hiện được sản xuất, bán và sử dụng cho nhiều mục đích. Patent Mỹ các số 6,406,678; 7,270,794 và 8,057,771 cấp cho Shipley, mỗi tài liệu này được đưa vào trong bản mô tả này theo cách viện dẫn, bộc lộ quy trình thu hồi silic oxit vô định hình từ các nguồn sinh vật như vỏ trấu. Silic oxit vô định hình tồn tại trong nguyên liệu silic thực vật trong cấu trúc kiểu mạng, kết hợp chặt chẽ với các hợp chất hữu cơ, như xenluloza, lignin, hemixenluloza và các chất vô cơ bao gồm phosphat, muối, gel, hydrat và oxit. Các chất vô cơ điển hình trong thành phần vỏ trấu là các thành phần hoặc các hợp chất chứa phospho, kali, canxi, magie, mangan, natri, sắt, kẽm và nhôm. Việc loại bỏ các chất hữu cơ và vô cơ này bằng cách rửa hoặc tạo chelat tiếp theo là xử lý nhiệt để lại silic oxit vô định hình căn bản tinh khiết có độ xốp cao (do nó tồn tại trong nguyên liệu thực vật) là một vấn đề. Việc loại bỏ cacbon và tạp chất hữu cơ thường là không hoàn toàn nếu nguyên liệu thực vật được xử lý nhiệt ở nhiệt độ thấp. Xử lý nhiệt ở nhiệt độ bất kỳ thường không loại bỏ hoàn toàn cacbon. Xử lý nhiệt ở nhiệt độ bất kỳ có tác dụng không đáng kể trên tạp chất vô cơ. Xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao hơn làm nóng chảy cấu trúc kiểu mạng của silic oxit, làm giảm độ xốp của nó (diện tích bề mặt hữu hiệu trên đơn vị trọng lượng), thể tích lỗ, và đường kính lỗ, trong khi giữ lại các tạp chất bên trong cấu trúc đã nêu. Xử lý nhiệt ở các nhiệt độ thậm chí cao hơn gây kết tinh không mong muốn silic oxit. Xử lý nhiệt đơn thuần ít có khả năng loại bỏ tạp chất vô cơ. Việc loại bỏ tạp chất vô cơ sau xử lý nhiệt ra khỏi silic oxit là vấn đề nếu silic oxit bị nóng chảy trong quá trình xử lý nhiệt.

Patent Mỹ các số 6,406,678; 7,270,794 và 8,057,771 bộc lộ các phương pháp nhờ đó silic oxit vô định hình có các đặc tính đã chọn (bao gồm lượng cacbon, tạp chất vô cơ và độ xốp), có thể được chiết xuất; lignin, hemixenluloza, xenluloza và năng lượng khả dụng (năng lượng tái tạo chu trình mở) cũng có thể được chiết xuất, từ nguyên liệu silic thực vật, như vỏ trấu, rơm và lá, bằng các phương pháp thân thiện với môi trường (không cacbon hóa không khí, có lượng phát thải nitơ oxit và lưu huỳnh giảm và không sử dụng hóa chất độc hại hoặc ô nhiễm).

Nguyên liệu silic thực vật, theo tính chất và chất lượng của sản phẩm cuối mong muốn, có thể được ngâm trong nước, tách nước ngâm và xử lý chất rắn để khử hydrocacbon và/hoặc loại bỏ các hợp chất vô cơ trước khi xử lý nhiệt. Lignin, hemixenluloza và các đường có nguồn gốc từ xenluloza có thể được thu hồi từ nước được sử dụng để nhúng và/hoặc ngâm nguyên liệu silic thực vật. Xử lý nhiệt chất rắn với sự có mặt của oxy thu được tro silic. Bằng cách thay đổi các bước trước khi xử lý nhiệt và nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt, tro silic thu được có thể không có hàm lượng tinh thể phát hiện được hoặc chứa một cách chọn lọc ít nhiều silic oxit vô định hình hoặc kết tinh, ít nhiều cacbon, ít nhiều gốc vô cơ và có độ xốp mong muốn.

Các bước xử lý trước khi xử lý nhiệt có thể bao gồm một cách chọn lọc: ngâm trong nước; loại bỏ nước ngâm; khử các hợp chất hữu cơ của chất rắn bằng cách ngâm trong dung dịch nước chứa chất tan oxy hóa; chiết các hợp chất vô cơ của chất rắn bằng cách ngâm trong dung dịch nước chứa chất tạo chelat, các axit vô cơ và/hoặc hữu cơ; và rửa và làm khô chất rắn đã nêu. Tiếp theo, chất rắn còn lại được xử lý nhiệt bằng ngoại nhiệt với sự có mặt của oxy, thường là ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ gây kết tinh silic oxit. Việc loại bỏ tạp chất làm tăng đáng kể nhiệt độ mà tại đó các cấu trúc tinh thể hình thành. Năng lượng từ xử lý nhiệt có thể được giữ lại vì lợi ích của nó, bao gồm tạo điện năng. Sau khi xử lý nhiệt, tro silic thu được, (bao gồm silic oxit vô định hình) có thể được rửa bằng nước và/hoặc qua nhiều bước rửa bằng chelat và/hoặc hóa chất để loại bỏ thêm tạp chất. Lignin, hemixenluloza và các đường có nguồn gốc từ xenluloza có thể được thu hồi từ nước ngâm. Bằng cách loại bỏ lignin, hemixenluloza, và các đường có nguồn gốc từ xenluloza trước khi xử lý nhiệt, lượng phát thải nitơ oxit và lưu huỳnh do xử lý nhiệt được làm giảm.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Đã phát hiện ra rằng các đặc tính mong muốn của silic oxit vô định hình được tạo ra từ các nguồn sinh vật như vỏ trấu có thể thu được bằng cách kiểm soát lượng và tính chất của tạp chất trong nguyên liệu thực vật trước khi xử lý nhiệt. Bằng cách chọn lượng và loại chất trợ dung giữ lại trong nguyên liệu thực vật, silic oxit vô định hình có thể được tạo ra có các đặc tính mong muốn về diện tích bề mặt, thể tích lỗ, kích thước lỗ, độ mài mòn và độ phân tán.

Silic oxit vô định hình xốp có thể được tạo ra từ nguyên liệu silic thực vật chứa chất vô cơ phi silic bằng cách trước hết ngâm nguyên liệu silic thực vật trong dung dịch nước bao gồm chất tạo chelat có mặt với lượng đủ để chiết xuất ít nhất một số chất vô cơ phi silic. Dung dịch nước được tách khỏi nguyên liệu silic thực vật và lượng chất vô cơ phi silic đã chọn trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu được kiểm soát nhằm mang lại các đặc tính có lợi cho nguyên liệu silic thực vật. Cuối cùng, nguyên liệu silic thực vật được xử lý nhiệt với sự có mặt của oxy ở nhiệt độ trong đó tạo ra silic oxit ở dạng vô định hình xốp.

Quy trình được mô tả trong bản mô tả này đề cập đến lợi ích của nguyên liệu silic thực vật, như vỏ trấu, rơm và lá, để tạo ra nhiều sản phẩm, như silic oxit, lignin, và hemixenluloza, các đường có nguồn gốc từ xenluloza và năng lượng khả dụng, bằng các phương pháp không cacbon hóa không khí, làm giảm phát thải nitơ oxit và lưu huỳnh và không sử dụng các hóa chất độc hại, ô nhiễm.

Trong quy trình sản xuất silic oxit vô định hình từ nguyên liệu silic thực vật chứa các hợp chất vô cơ và hữu cơ, nguyên liệu silic thực vật được ngâm trong dung dịch nước axit xitric, chất tạo chelat khác và/hoặc axit vô cơ. Chất tạo chelat và/hoặc axit vô cơ có mặt với lượng mà chiết ít nhất một số các hợp chất vô cơ và hữu cơ đã nêu. Dung dịch nước được tách khỏi nguyên liệu silic thực vật. Nguyên liệu silic thực vật tiếp theo được xử lý nhiệt với sự có mặt của oxy để cho silic oxit thu được là ở dạng vô định hình. Việc loại bỏ các hợp chất vô cơ đã nêu có thể được kiểm soát bằng lượng chất tạo chelat, axit vô cơ và các biến khác như nhiệt độ, thời gian và quá trình loại bỏ bằng nước. Đối với các chất vô cơ nhất định hàm lượng cuối trong chất nền silic oxit nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt có thể được kiểm soát để có diện tích bề mặt riêng, đặc tính lỗ và độ phân tán của silic oxit.

Sáng chế tạo ra các ưu điểm so với các phương pháp đã biết để sản xuất silic oxit có nguồn gốc sinh vật. Bằng cách đánh giá lượng chất vô cơ phi silic có trong nguyên

liệu nhất định, lượng chất tạo chelat cần để đạt được nồng độ tạp chất cụ thể có thể được định trước. Sáng chế việc làm giảm chất vô cơ phi silic hữu hiệu hơn và lớn hơn trong bước tạo chelat. Sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra nhiều sản phẩm silic oxit vô định hình có diện tích bề mặt riêng có kiểm soát, thể tích lỗ, kích thước lỗ, độ mài mòn và độ phân tán bằng cách kiểm soát mức chất vô cơ phi silic (mà đóng vai trò chất trợ dung trong quá trình xử lý nhiệt và dẫn đến phá vỡ chất nền silic oxit) trong nguồn sinh vật đối với giá trị nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt cố định. Sáng chế có thể được sử dụng để tạo ra nhiều sản phẩm silic oxit có các diện tích bề mặt riêng, thể tích lỗ, kích thước lỗ, độ mài mòn và độ phân tán bằng cách kiểm soát nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt với sự có mặt của oxy. Sáng chế cho phép hậu xử lý silic oxit để làm giảm hơn nữa hàm lượng chất vô cơ.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

FIG. 1 là đồ thị thể hiện các kết quả của thí nghiệm để xác định khả năng kiểm soát diện tích bề mặt của silic oxit có nguồn gốc sinh vật bằng cách kiểm soát tổng hàm lượng chất vô cơ phi silic (chất trợ dung) giữ lại trong thành phần vỏ trấu.

FIG. 2 là đồ thị thể hiện các kết quả của thí nghiệm để xác định khả năng kiểm soát đặc tính lỗ của silic oxit có nguồn gốc sinh vật bằng cách kiểm soát chất vô cơ phi silic (chất trợ dung) giữ lại trong thành phần vỏ trấu.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mặc dù sáng chế sẽ được mô tả có tham chiếu đến các phương án ưu tiên, người có trình độ trung bình trong lĩnh vực này hiểu rằng các thay đổi có thể được tạo ra và các dạng tương đương có thể được thay thế cho các thành phần của chúng mà không vượt ra khỏi phạm vi của sáng chế. Ngoài ra, nhiều cải biến có thể được tạo ra nhằm làm cho tình huống hoặc vật liệu cụ thể phù hợp với các chỉ dẫn của sáng chế mà không vượt ra khỏi phạm vi căn bản của nó. Do đó dự tính rằng sáng chế không bị giới hạn ở các phương án cụ thể được bộc lộ theo cách tốt nhất được bao hàm để thực hiện sáng chế, mà sáng chế sẽ bao gồm tất cả các phương án và các dạng tương đương hợp lệ của chúng mà nằm trong phạm vi của yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Silic oxit vô định hình xốp có thể thu được từ nguyên liệu silic thực vật chứa chất vô cơ phi silic. Trên thực tế đã biết, chất vô cơ phi silic có thể được loại bỏ trong bước ngâm và tạo chelat. Đã phát hiện ra rằng nếu chất vô cơ phi silic nhất định là ưu

tiên giữ lại trong nguyên liệu thực vật trước khi xử lý nhiệt, các đặc tính ưu tiên có thể được truyền cho silic oxit vô định hình thu được.

Trong phương pháp ưu tiên theo sáng chế, nguyên liệu silic thực vật được ngâm trong dung dịch nước bao gồm chất tạo chelat. Chất tạo chelat là có mặt với lượng mà chiết ít nhất một số chất vô cơ phi silic. Tiếp theo, dung dịch nước được tách khỏi nguyên liệu silic thực vật. Các đặc tính có lợi được truyền cho nguyên liệu silic thực vật bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất vô cơ phi silic chọn trước trong nguyên liệu silic thực vật. Vào cuối quy trình, nguyên liệu silic thực vật được xử lý nhiệt với sự có mặt của oxy ở nhiệt độ trong đó silic oxit thu được bao gồm silic oxit dạng vô định hình xốp.

Chất vô cơ phi silic đã chọn có thể bao gồm bất kỳ hoặc tất cả các nguyên liệu sau: các nguyên tố hoặc hợp chất của kim loại kiềm (tốt nhất là từ lithi, natri, và kali), các kim loại kiềm thổ (tốt nhất là magie và canxi), nhôm, bo, sắt, mangan, titan, hoặc phospho.

Một phương pháp kiểm soát lượng chất vô cơ phi silic chọn trước là kiểm soát lượng chất tạo chelat trong nguyên liệu silic. Chất tạo chelat thích hợp bao gồm axit xitric, axit axetic, etylendiamin, axit etylendiamintetraaxetic, axit dimercaptosuxinic, axit trimetylamintricarboxylic, axit alphalipoic, và axit dietylntriaminpentaaxetic. Tốt hơn nếu lượng chất tạo chelat được duy trì nằm trong khoảng từ 0,001 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật đến 1 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật. Trong trường hợp của chất tạo chelat axit xitric, lượng axit xitric tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật đến 0,1 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật. Bằng cách kiểm soát lượng chất tạo chelat có trong nguyên liệu thực vật, lượng chất vô cơ phi silic giữ lại trong nguyên liệu thực vật có thể được thiết lập với lượng chọn trước đủ để mang lại các đặc tính mong muốn cho silic oxit do việc xử lý nhiệt nguyên liệu thực vật.

Phương pháp khác kiểm soát lượng chất vô cơ phi silic chọn trước là đưa vào axit vô cơ tiếp diện với nguyên liệu silic thực vật. Axit vô cơ thích hợp bao gồm axit sulfuric, axit nitric, axit clohydric, axit phosphoric, axit boric, và axit percloric. Axit vô cơ sẽ hỗ trợ chiết một số chất vô cơ phi silic, với một phần giữ lại trong nguyên liệu thực vật. Chất vô cơ phi silic giữ lại được chọn để mang lại các đặc tính mong muốn cho silic oxit do việc xử lý nhiệt nguyên liệu thực vật.

Phương pháp khác kiểm soát lượng chất vô cơ phi silic chọn trước là kiểm soát lượng chất tạo chelat được thêm vào dung dịch nước khi ngâm nguyên liệu thực vật. Đã phát hiện ra rằng lượng các chất vô cơ phi silic chọn trước có thể được kiểm soát nằm trong khoảng từ 20 ppm đến 25.000 ppm, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 300 ppm đến 15.000 ppm, bằng cách kiểm soát lượng chất tạo chelat được thêm vào dung dịch nước.

Phương pháp khác kiểm soát lượng chất vô cơ phi silic chọn trước là thêm trở lại nguyên liệu thực vật lượng mong muốn của chất vô cơ phi silic chọn trước với lượng đủ để mang lại các đặc tính mong muốn cho silic oxit khi nguyên liệu thực vật được xử lý nhiệt.

Phương pháp khác kiểm soát lượng chất vô cơ phi silic chọn trước là thêm trở lại nguyên liệu thực vật lượng mong muốn của chất vô cơ phi silic chọn trước với lượng đủ để mang lại các đặc tính mong muốn cho silic oxit khi nguyên liệu thực vật được xử lý nhiệt. Đã phát hiện ra rằng các kim loại kiềm này (cụ thể hơn là lithi, natri, và kali) có ảnh hưởng mạnh đến các đặc tính của silic oxit; sự gia tăng lượng của các kim loại kiềm này dẫn đến sự giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ, so với đối chứng. Cũng phát hiện ra rằng các kim loại kiềm thổ (cụ thể hơn là magie và canxi) sẽ có ảnh hưởng vừa phải đến các đặc tính của silic oxit; sự gia tăng lượng của các thành phần này cũng sẽ dẫn đến sự giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ. Cuối cùng, đã phát hiện ra rằng tạp chất vô cơ thông thường khác sẽ không ảnh hưởng đến các đặc tính của silic oxit (cụ thể hơn là bo, kẽm, nhôm, mangan, phospho, và sắt).

Một trong số các đặc tính của silic oxit vô định hình mà có thể được kiểm soát sử dụng phương pháp theo sáng chế là diện tích bề mặt của silic oxit. Đã phát hiện ra rằng diện tích bề mặt của silic oxit vô định hình có thể được kiểm soát trong giới hạn hẹp nằm trong giới hạn rộng hơn từ 10 m²/g đến 450 m²/g, và tốt hơn nữa là, trong giới hạn hẹp nằm trong giới hạn rộng hơn từ 30 m²/g đến 400 m²/g.

Đặc tính khác của silic oxit vô định hình mà có thể được kiểm soát sử dụng phương pháp theo sáng chế là thể tích lỗ của silic oxit. Đã phát hiện ra rằng thể tích lỗ của silic oxit vô định hình có thể được kiểm soát trong giới hạn hẹp nằm trong giới hạn rộng hơn từ 0,50 cc/g đến 0,05 cc/g, và tốt hơn nữa là, trong giới hạn hẹp nằm trong giới hạn rộng hơn từ 0,40 cc/g đến 0,10 cc/g.

Đặc tính khác của silic oxit vô định hình mà có thể được kiểm soát sử dụng phương pháp theo sáng chế là đường kính lỗ của silic oxit. Đã phát hiện ra rằng đường kính lỗ của silic oxit vô định hình có thể được kiểm soát trong giới hạn hẹp nằm trong giới hạn rộng hơn từ 10 Angstrom đến 200 Angstrom, và tốt hơn nữa là, trong giới hạn hẹp nằm trong giới hạn rộng hơn từ 30 Angstrom đến 100 Angstrom.

Đã phát hiện ra rằng hàm lượng của chất vô cơ phi silic trong silic oxit đã xử lý nhiệt có thể được kiểm soát nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1.000 ppm, và tốt hơn nữa là, nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 500 ppm, bằng cách rửa cột silic oxit bằng ít nhất một trong số nước, axit vô cơ, chất tạo chelat, và các hóa chất điều chỉnh độ pH.

Nhiệt độ ưu tiên dùng cho xử lý nhiệt là nằm trong khoảng từ 200° C đến 1.000° C.

Một số khía cạnh của sáng chế được thể hiện trong các thí nghiệm sau.

Thí nghiệm 1

Một số thử nghiệm được thực hiện sử dụng các hệ thống trộn giống nhau bao gồm máy trộn cơ nạp liệu từ trên xuống, bếp điện (tốt hơn là có phản hồi nhiệt độ) và cốc mở dung tích 2 lít. Một thử nghiệm là đối chứng và các thử nghiệm còn lại sử dụng các nồng độ khác nhau của chất tạo chelat axit xitric. Quy trình thử nghiệm là như sau:

1. Mỗi cốc mở được nạp 1.800 ml nước cất 160 °F (71 °C).
2. 100 gam vỏ trấu nghiền cỡ 60 mesh (từ cùng mẻ mẫu) được thêm vào mỗi cốc mở và các máy trộn được hoạt động ở tốc độ giống nhau. Các bếp điện được đặt ở cùng mức gia nhiệt (thấp) hoặc nếu chúng có cơ chế phản hồi được đặt ở 160 °F.
3. Mẻ đối chứng được lọc bỏ nước, được sấy cột ở 50 °C, và được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng thành phần vô cơ.
4. Các mẻ còn lại được xử lý bằng các lượng gia tăng của dung dịch axit xitric 10% để trong một thời gian nhằm tạo chelat hợp lý, tiếp theo là loại các chu kỳ ngâm nước cất và tháo cạn. Dung dịch hydro peroxit 30% được thêm vào chu kỳ trước đó cho bước rửa cuối. Nguyên liệu từ các thử nghiệm được lọc bỏ nước, được sấy cột ở 50 °C và được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng thành phần vô cơ.

Khi các mẫu vỏ đã xử lý được phân tích về thành phần vô cơ còn lại thông qua ICP, tỷ lệ loại bỏ tương đối của mỗi bước xử lý được so sánh. Các kết quả của phép so sánh này được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây:

Bảng 1

ppm ICP OES	+60 Mesh Đôi chứng	5g xitric 10%/ 100g vỏ trấu	10g xitric 10%/ 100g vỏ trấu	20g xitric 10%/ 100g vỏ trấu	30g xitric 10%/ 100g vỏ trấu	40g xitric 10%/ 100g vỏ trấu	50g xitric 10%/ 100g vỏ trấu	60g xitric 10%/ 100g vỏ trấu
Li	3	3	3	2	2	3	4	4
Al	19	10	24	17	11	14	9	17
B	29	19	22	16	15	10	19	15
Fe	87	65	63	69	58	60	59	56
P	726	193	205	230	247	331	305	269
Ca	3.305	1.860	1.444	812	452	335	223	203
K	6.367	51	44	27	17	23	47	37
Mg	985	312	199	119	69	69	53	49
Na	193	29	18	77	39	27	7	20
Chất trợ dung (K, Na, Ca, Mg)	10.850	2.252	1.705	1.035	577	454	330	309

Như được thể hiện trong Bảng 1, các lượng gia tăng của axit xitric sẽ cải thiện việc loại bỏ các chất vô cơ. Việc loại bỏ có thể được làm mẫu giả định 1 mol axit xitric

sẽ chelat hóa 1 mol thành phần. Do đó nồng độ các thành phần vô cơ cụ thể, cụ thể là các thành phần trợ dung (như K, Na, Ca, Mg) mà sẽ ảnh hưởng đến các đặc tính của sản phẩm silic oxit cuối như diện tích bề mặt, thể tích lỗ, đường kính lỗ và độ phân tán có thể đạt được với lượng cụ thể của nồng độ axit xitric, đối với nguyên liệu nhất định.

Thí nghiệm 2

Một thí nghiệm được thực hiện để xác định các cách khác để làm giảm hơn nữa các chất vô cơ trong bước tạo chelat. Bốn thử nghiệm được thực hiện sử dụng các hệ thống trộn giống nhau bao gồm máy trộn cơ nạp liệu từ trên xuống, bếp điện (tốt hơn là có phản hồi nhiệt độ) và cốc mở dung tích 2 lít. Một thử nghiệm là đối chứng và các thử nghiệm còn lại sử dụng chất tạo chelat axit xitric đối với các nồng độ giống nhau. Một thử nghiệm có đưa vào axit vô cơ trong quá trình tạo chelat và thử nghiệm còn lại có đưa vào axit vô cơ đối với bước ngâm trước bước tạo chelat để làm giảm hơn nữa độ pH của dung dịch. Quy trình thử nghiệm là như sau:

1. Mỗi cốc mở được nạp 1.800 ml nước cất 160 °F.
2. 100 gam + vỏ trấu nghiền cỡ 60 mesh (từ cùng mẻ mẫu) được thêm vào mỗi cốc mở và các máy trộn được hoạt động ở tốc độ giống nhau. Các bếp điện được đặt ở cùng mức gia nhiệt (thấp) hoặc nếu chúng có cơ chế phản hồi được đặt ở 160 °F.
3. Mẻ đối chứng được lọc bỏ nước, được sấy cột ở 50 °C và được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng thành phần vô cơ.
4. Mẻ thứ hai được xử lý bằng dung dịch xitric 10% để trong một thời gian nhằm tạo chelat hợp lý, tiếp theo là loạt các chu kỳ ngâm nước cất và tháo cạn. Dung dịch hydro peroxit 30% được thêm vào chu kỳ trước đó cho bước rửa cuối. Nguyên liệu từ các thử nghiệm được lọc bỏ nước, được sấy cột ở 50 °C và được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng thành phần vô cơ.
5. Mẻ thứ ba được xử lý bằng dung dịch axit nitric 10%, 50% của tổng hydro peroxit 30% và dung dịch xitric 10% để trong một thời gian nhằm tạo chelat hợp lý, tiếp theo là loạt các chu kỳ ngâm nước cất và tháo cạn. 50% còn lại của dung dịch hydro peroxit 30% được thêm vào chu kỳ

trước đó cho bước rửa cuối. Nguyên liệu từ các thử nghiệm được lọc bỏ nước, được sấy cột ở 50 °C và được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng thành phần vô cơ.

6. Mẻ thứ tư được xử lý bằng dung dịch nitric 10% và 50% của tổng hydro peroxit đối với bước ngâm sơ bộ. Bước ngâm này được thực hiện trước khi tạo chelat. Tiếp theo bước ngâm này là bước tạo chelat với dung dịch axit xitric 10% và loạt các chu kỳ ngâm nước cất và tháo cạn. 50% còn lại của dung dịch hydro peroxit 30% được thêm vào chu kỳ trước đó cho bước rửa cuối. Nguyên liệu từ các thử nghiệm được lọc bỏ nước, được sấy cột ở 50 °C và được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng thành phần vô cơ.

Khi các mẫu vỏ đã xử lý được phân tích về tạp chất thành phần vô cơ còn lại thông qua ICP, tỷ lệ loại bỏ tương đối của mỗi bước xử lý được so sánh. Các kết quả của phép so sánh này được thể hiện trong Bảng 2 dưới đây:

Bảng 2

ppm ICP OES	+60 Mesh Đối chứng	10g dung dịch tạo chelate xitric 10%/ 100g vỏ trấu	10g dung dịch nitric 10% +10g dung dịch tạo chelate xitric 10%/ 100g vỏ trấu	10g dung dịch ngâm nitric 10% tiếp theo là 10g dung dịch tạo chelate xitric/ 100g vỏ trấu
Li	3	3	2	2
Al	19	24	10	15
B	29	22	15	5
Fe	87	63	47	53
P	726	205	220	274
Ca	3.305	1.444	86	144

ppm ICP OES	+60 Mesh Đối chứng	10g dung dịch tạo chelate xitric 10%/ 100g vỏ trấu	10g dung dịch nitric 10% +10g dung dịch tạo chelate xitric 10%/ 100g vỏ trấu	10g dung dịch ngâm nitric 10% tiếp theo là 10g dung dịch tạo chelate xitric/ 100g vỏ trấu
K	6.367	44	10	6
Mg	985	199	32	42
Na	193	18	8	4
Chất trợ dung (K, Na, Ca, Mg)	10.850	1.705	136	196

Như được thể hiện trong Bảng 2, việc thêm axit vô cơ để thúc đẩy thay đổi độ pH trong quá trình tạo chelat hoặc trong quá trình ngâm sơ bộ trước khi tạo chelat làm tăng lượng chất vô cơ được loại khỏi vỏ trấu. Lưu ý rằng axit xitric làm đệm pH dung dịch đến 3 và axit vô cơ sẽ thúc đẩy việc giảm tiếp đến pH 2 trong ví dụ này. Với các kết quả thử nghiệm này, có thể thấy rằng việc tinh chế tiếp silic oxit có thể đạt được bằng các phương pháp rửa, có hoặc không có hóa chất và ở các giới hạn nhiệt độ.

Thí nghiệm 3

Một thí nghiệm được thực hiện để xác định khả năng kiểm soát diện tích bề mặt, đặc tính lỗ và độ phân tán bằng cách kiểm soát mức chất trợ dung đối với thành phần vỏ trấu. Trên thực tế hiện nay, mục đích là loại bỏ các chất vô cơ mà có thể đóng vai trò chất trợ dung càng hoàn toàn càng tốt trước khi đốt cháy để thu được diện tích bề mặt lớn và độ phân tán tốt. Kiểm soát mức các chất vô cơ giữ lại trong vỏ trấu sẽ làm

giảm diện tích bề mặt và làm tăng mức độ mài mòn. Do chất lượng silic oxit có thể cũng chịu ảnh hưởng bởi nhiệt độ đốt cháy, nhiệt độ đốt cháy 600 °C được sử dụng cho tất cả các đánh giá.

Một số mẫu của các mẻ khác nhau có các nồng độ tạp chất thành phần vô cơ khác nhau, mà có thể đóng vai trò chất trợ dung (được thể hiện bằng tổng lượng Na, K, Ca và Mg) được xử lý nhiệt ở 600 °C. Silic oxit được phân tích về chất trợ dung (Na, K, Ca và Mg), diện tích bề mặt và thể tích lỗ. Các kết quả được dựng đồ thị được thể hiện trên các Fig. 1 và 2:

Với các kết quả thử nghiệm này, có thể thấy rằng các đặc tính của silic oxit như diện tích bề mặt, thể tích lỗ và đường kính lỗ, dẫn đến các đặc tính quan trọng khác như độ phân tán và độ mài mòn có thể thu được với nồng độ thành phần chất trợ dung cụ thể ở nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt nhất định.

Thí nghiệm 4

Một thí nghiệm được thực hiện để đánh giá các thay đổi về diện tích bề mặt, thể tích lỗ, và đường kính lỗ của mẻ nhất định của vỏ trấu đã xử lý, với hàm lượng chất trợ dung cụ thể (được thể hiện bằng tổng lượng Na, K, Ca và Mg). Mẻ vỏ trấu đã xử lý được xử lý nhiệt ở bốn nhiệt độ khác nhau và kết quả được thể hiện trong Bảng 3 dưới đây:

Bảng 3

Mẫu	Nhiệt độ (C)	Chất trợ dung (ppm)	SA (m ² /g)	PV (m ³ /g)	Chiều rộng lỗ (Å)
41118 #3	600	238	326	0,34	42,19
41118 #3	700	238	301	0,32	43,28
41118 #3	800	238	264	0,29	44,72
41118 #3	900	238	196	0,24	48,20

Với các kết quả thử nghiệm này, có thể thấy rằng vỏ trấu đã xử lý nhất định sẽ cho các kết quả khác nhau về thể tích lỗ, diện tích bề mặt và đường kính lỗ đối với các nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt khác nhau, tiếp theo có thể được kiểm soát để có đặc tính mong muốn cụ thể của sản phẩm cuối.

Thí nghiệm 5

Một thí nghiệm được thực hiện để đánh giá tác dụng rửa cột silic oxit để tiếp tục loại bỏ các kim loại và để đạt độ tinh sạch cao hơn.

Một số thử nghiệm được thực hiện sử dụng các hệ thống trộn giống nhau bao gồm nam châm, bếp điện (tốt hơn là có phản hồi nhiệt độ) và cốc mở dung tích 500 ml. Một thử nghiệm là đối chứng và các thử nghiệm còn lại sử dụng các nồng độ tạo chelat axit xitric khác nhau. Quy trình thử nghiệm là như sau:

1. Mỗi cốc mở được nạp 300 ml nước cất 160 °F.
2. 30 gam silic oxit (từ cùng mẻ mẫu) được thêm vào mỗi cốc mở và các máy trộn được hoạt động ở tốc độ giống nhau. Các bếp điện được đặt ở cùng mức gia nhiệt (thấp) hoặc nếu chúng có cơ chế phản hồi được đặt ở 160 °F.
3. Silic oxit đối chứng được phân tích về hàm lượng kim loại.
4. Các mẻ còn lại được xử lý bằng các lượng gia tăng của dung dịch xitric 10%, tiếp theo là một trong số các chu kỳ ngâm nước cất và tháo cạn. Nguyên liệu từ các thử nghiệm được lọc bỏ nước và được sấy cột ở 50 °C. Silic oxit được phân tích về hàm lượng tạp chất thành phần vô cơ.

Các kết quả của phép so sánh này được thể hiện trong Bảng 4 dưới đây:

Bảng 4

ppm ICP OES	Silic oxit đối chứng	1g dung dịch xitric 10%	2g dung dịch xitric 10%	4g dung dịch xitric 10%	8g dung dịch xitric 10%	10g dung dịch xitric 10%
Li	10	5	5	5	5	5
Al	136	38	39	37	38	35

ppm ICP OES	Silic oxit đối chứng	1g dung dịch xitric 10%	2g dung dịch xitric 10%	4g dung dịch xitric 10%	8g dung dịch xitric 10%	10g dung dịch xitric 10%
B	22	3	4	4	3	2
Ca	87	38	38	31	30	30
Fe	130	50	47	46	40	36
K	34	12	13	11	12	11
Mg	27	20	20	19	19	18
Na	5	4	4	3	4	4
P	47	40	47	45	42	41
Tổng cộng	498	210	217	201	193	182

Các kết quả thử nghiệm này cho thấy rằng có thể làm giảm hơn nữa các chất vô cơ còn lại trong silic oxit, do đó tạo ra mức tạp chất cho mỗi yêu cầu ứng dụng trên thị trường.

Thí nghiệm 6

Một số thử nghiệm được thực hiện sử dụng quy trình đưa thành phần vô cơ mong muốn trở lại mẫu vỏ trấu xử lý sơ bộ đối chứng mà trong đó hầu hết tạp chất vô cơ đã được loại bỏ. Tạp chất vô cơ, thường từ dung dịch muối có nồng độ xác định, được phun lên mẫu vỏ trấu khô có khuấy mạnh để kết hợp và làm ướt hoàn toàn vỏ trấu. Nồng độ của tạp chất mong muốn được tính trên cơ sở lượng thành phần đối với mỗi dung dịch và lượng silic oxit đối với mỗi mẫu vỏ trấu. Việc làm ướt được tính theo cách sao cho vỏ trấu có khả năng hấp thu toàn bộ nước dư để cho sự phân bố tạp chất thành phần được đồng đều.

Các mẫu ướ́t đượ́c sấy cộ́t trong lò và tiế́p theo đượ́c nung ở các nhiệt độ khác nhau để đánh giá diện tích bề mặt và thể tích lỗ. Kết quả của các thí nghiệm đượ́c thể hiện dưới đây:

Dung dịch lithi hydroxit đượ́c kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đ́́ch nồng độ khác nhau đượ́c đo trên mẫu silic oxit nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm, và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này đượ́c thể hiện trong Bảng 5 dưới đây:

Bảng 5

Kim loại ppm ICP OES	Đối chứng	1.000ppm Li	2.000ppm Li	3.000ppm Li
Li (lithi hydroxit) % so với đ́́ch	4	752 (75%)	1.558 (78%)	2.491 (80%)
B	9	10	10	10
Mg	30	28	27	33
Zn	4	21	5	4
P	276	283	279	306
Al	7	3	4	4
Ca	74	68	71	75
Fe	49	42	48	48
K	9	8	9	12
Mn	49	46	47	50
Na	3	3	5	9
Tổng cộng	514	1.264	2.063	3.042
SA (m ² /g) 600°C	391	280	247	221

Kim loại ppm	Đối chứng	1.000ppm	2.000ppm	3.000ppm
ICP OES		Li	Li	Li
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,31	0,29	0,27

Kết quả trong Bảng 5 cho thấy rằng việc gia tăng lượng lithi trong vỏ trấu có tác dụng đáng kể trong việc làm giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ của mẫu silic oxit nung.

Dung dịch kali hydroxit được kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đích nồng độ khác nhau được đo trên mẫu silic oxit nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm, và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này được thể hiện trong Bảng 6 dưới đây:

Bảng 6

Kim loại ppm	Đối chứng	1.000ppm	2.000ppm	3.000ppm
ICP OES		K	K	K
K (kali hydroxit)	12	679	1.398	1.871
% so với đích		(68%)	(70%)	(62%)
Al	14	9	47	18
Ca	81	85	87	85
Mn	52	52	53	52
P	231	248	253	248
Li	4	4	4	4
B	17	17	14	14
Fe	53	81	47	46
Mg	30	32	32	30

Kim loại ppm ICP OES	Đối chứng	1.000ppm K	2.000ppm K	3.000ppm K
Na	4	7	5	4
Zn	6	6	6	6
Tổng cộng	504	1.220	1.946	2.378
SA (m ² /g) 600°C	387	330	300	286
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,34	0,32	0,31

Kết quả trong Bảng 6 cho thấy rằng việc gia tăng lượng kali trong vỏ trấu có tác dụng đáng kể trong việc làm giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ của mẫu silic oxit nung.

Các dung dịch natri hydroxit và natri sulfat được kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đích nồng độ khác nhau được đo trên mẫu silic oxit nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm, và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này được thể hiện trong Bảng 7 dưới đây:

Bảng 7

Kim loại ppm ICP OES	Đối chứng	1.000pp m Na	2.000pp m Na	3.000pp m Na	1.000pp m Na	2.000pp mNa	3.000pp m Na
Na (natri sulfat) % so với đích	0	935 (93%)	2.072 (104%)	3.041 (101%)			
Na (natri hydroxit) % so với đích	0				1.007 (100%)	2.329 (116%)	3.479 (116%)
Al	12	23	55	22	11	143	109

Kim loại ppm ICP OES	Đối chứng	1.000pp m Na	2.000pp m Na	3.000pp m Na	1.000pp m Na	2.000pp mNa	3.000pp m Na
Ca	109	113	129	118	113	116	111
K	9	8	12	12	9	12	11
Mn	80	73	78	78	76	75	75
P	298	305	346	353	318	332	347
Li	4	4	4	4	4	4	4
B	17	14	12	13	7	13	11
Fe	80	188	128	84	83	84	84
Mg	40	37	43	42	39	38	38
Zn	4	4	5	4	4	6	5
Tổng cộng	653	1.704	2.887	3.771	1.671	3.152	4.274
SA (m ² /g) 600°C	387	318	298	285	298	276	251
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,35	0,32	0,31	0,32	0,30	0,28

Kết quả trong Bảng 7 cho thấy rằng việc gia tăng lượng natri trong vỏ trấu có tác dụng đáng kể trong việc làm giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ của mẫu silic oxit nung.

Dung dịch canxi oxit được kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đích nồng độ khác nhau được đo trên mẫu silic oxit nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này được thể hiện trong Bảng 8 dưới đây:

Bảng 8

Kim loại ppm ICP OES	Đối chứng	1.000ppm Ca	2.000ppm Ca	3.000ppm Ca
Ca (canxi oxit) % so với đích	81	802 (80%)	1.549 (77%)	2.096 (70%)
Al	14	10	13	16
K	12	14	13	12
Mn	52	53	53	51
P	231	232	247	250
Li	4	4	4	4
B	17	11	12	9
Fe	53	46	49	47
Mg	30	37	38	42
Na	4	3	4	3
Zn	6	5	4	4
Tổng cộng	504	1.217	1.986	2.534
SA (m ² /g) 600°C	387	385	375	370
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,40	0,39	0,39
SA (m ² /g) 900°C	230	232	215	202
PV (cc /g) 900°C	0,26	0,26	0,24	0,22

Kết quả trong Bảng 8 cho thấy rằng việc gia tăng lượng canxi trong vỏ trấu có tác dụng vừa phải trong việc làm giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ của mẫu silic oxit nung.

Dung dịch magie sulfat được kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đích nồng độ khác nhau được đo trên mẫu nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm, và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này được thể hiện trong Bảng 9 dưới đây:

Bảng 9

Kim loại ppm ICP OES	Đối chứng	1.000ppm Mg	2.000ppm Mg	3.000ppm Mg
Mg (magie sulfat) % so với đích	40	976 (98%)	2.054 (102%)	2.950 (98%)
Al	12	11	22	17
Ca	109	112	121	123
K	9	21	38	59
Mn	80	79	81	77
P	298	305	329	340
Li	4	4	4	4
B	17	10	10	8
Fe	80	82	84	85
Na	0	44	0	0
Zn	4	3	2	3
Tổng cộng	653	1.647	2.745	3.666
SA (m ² /g) 600°C	387	369	364	352

Kim loại ppm	Đối chứng	1.000ppm	2.000ppm	3.000ppm
ICP OES		Mg	Mg	Mg
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,39	0,38	0,38
SA (m ² /g) 900°C	214	222	195	197
PV (cc /g) 900°C	0,27	0,26	0,23	0,24

Kết quả trong Bảng 9 cho thấy rằng việc gia tăng lượng magie trong vỏ trấu có tác dụng vừa phải trong việc làm giảm diện tích bề mặt và thể tích lỗ của mẫu silic oxit nung.

Các dung dịch axit boric và kẽm sulfat được kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đích nồng độ khác nhau được đo trên mẫu nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm, và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này được thể hiện trong Bảng 10 dưới đây:

Bảng 10

Kim loại ppm	100818	1.000ppm	2.000ppm	3.000ppm	1.000ppm	2.000ppm	3.000ppm
ICP OES	Đối chứng	B	B	B	Zn	Zn	Zn
B (axit boric)	9	941	1945	3228	8	0	0
% so với đích		(94%)	(97%)	(108%)			
Zn (kẽm sulfat)	4	7	5	5	910	1969	2570
% so với đích					(91%)	(98%)	(86%)
Li	4	4	4	4	4	4	4
Mg	30	31	28	36	91	35	30
P	276	268	270	307	277	273	275
Al	7	8	4	6	7	17	7

Kim loại ppm ICP OES	100818 Đối chứng	1.000ppm B	2.000ppm B	3.000ppm B	1.000ppm Zn	2.000ppm Zn	3.000ppm Zn
Ca	74	95	76	82	70	71	68
Fe	49	60	52	53	47	47	46
K	9	12	8	17	8	9	8
Mn	49	49	49	51	47	47	46
Na	3	17	3	3	2	8	3
Chất trợ dung	116	155	115	138	171	123	109
Tổng cộng	514	1492	2444	3792	1471	2480	3057
SA (m ² /g) 600°C	391	369	367	366	366	359	360
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,38	0,38	0,39	0,38	0,37	0,37
SA (m ² /g) 900°C	209	204	202	185	201	210	205
PV (cc /g) 900°C	0,24	0,24	0,23	0,21	0,24	0,25	0,24

Kết quả trong Bảng 10 cho thấy rằng việc gia tăng lượng bo và kẽm trong vỏ trấu có tác dụng nhất định trên diện tích bề mặt và thể tích lỗ, mặc dù các kết quả này không chỉ ra xu hướng bất kỳ.

Các dung dịch nhôm sulfat và mangan sulfat được kết hợp vào mẫu vỏ trấu đối chứng với ba đích nồng độ khác nhau được đo trên mẫu nung: 1.000 ppm, 2.000 ppm, và 3.000 ppm. Các kết quả của thí nghiệm này được thể hiện trong Bảng 11 dưới đây:

Bảng 11

Kim loại ppm ICP OES	110718 Đối chứng	1.000ppm Mn	2.000ppm Mn	3.000ppm Mn	1.000ppm Al	2.000ppm Al	3.000ppm Al
Al (nhôm sulfat) % so với đích	14	7	14	14	709 (71%)	1399 (70%)	1977 (66%)
Mn (mangan sulfat) % so với đích	52	881 (88%)	1790 (89%)	2488 (83%)	63	51	73
K	12	13	15	12	12	19	22
Ca	81	81	83	84	84	79	87
P	231	239	238	245	272	263	331
Li	4	4	4	4	4	4	4
B	17	11	13	12	13	12	10
Fe	53	44	47	44	49	48	48
Mg	30	25	25	19	32	35	39
Na	4	3	3	3	4	3	5
Zn	6	3	1	0	4	4	5

Kim loại ppm ICP OES	110718 Đối chứng	1.000ppm Mn	2.000ppm Mn	3.000ppm Mn	1.000ppm Al	2.000ppm Al	3.000ppm Al
Chất trợ dung	127	122	126	118	132	136	153
Tổng cộng	504	1311	2233	2925	1246	1917	2601
SA (m ² /g) 600°C	387	381	375	379	379	379	380
PV (cc /g) 600°C	0,40	0,39	0,39	0,39	0,39	0,39	0,40
SA (m ² /g) 900°C	230	222	236	221	255	249	252
PV (cc /g) 900°C	0,26	0,25	0,27	0,25	0,28	0,27	0,28

Kết quả trong Bảng 11 cho thấy rằng nhôm và mangan không ảnh hưởng đến các đặc tính của silic oxit nung.

Mặc dù phân mô tả trên đây chứa các đặc trưng nhất định, các đặc trưng này không được coi là làm giới hạn phạm vi của sáng chế, mà đúng hơn là lấy ví dụ minh họa cho một phương án ưu tiên của sáng chế. Do đó, phạm vi của sáng chế cần được xác định không phải bằng (các) phương án được minh họa, mà bằng yêu cầu bảo hộ kèm theo và các dạng tương đương hợp lệ của chúng.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình sản xuất silic oxit vô định hình xốp có diện tích bề mặt có kiểm soát, silic oxit vô định hình xốp đã nêu có nguồn gốc từ nguyên liệu silic thực vật, nguyên liệu silic thực vật đã nêu chứa ít nhất một chất trợ dung, quy trình bao gồm các bước:

- a) xử lý nhiệt nguyên liệu silic thực vật đã nêu với sự có mặt của oxy ở nhiệt độ trong đó silic oxit thu được bao gồm silic oxit dạng vô định hình xốp mà không có cấu trúc tinh thể phát hiện được,

trong đó, lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt được kiểm soát, nhờ đó tạo ra silic oxit vô định hình có diện tích bề mặt có kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 10 m²/g đến 450 m²/g,

và trong đó lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật được kiểm soát bằng cách trộn lượng mong muốn của ít nhất một chất trợ dung đã nêu vào nguyên liệu silic thực vật.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó lượng đã nêu của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu được kiểm soát bằng cách kiểm soát các lượng chất tạo chelat trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu.

3. Quy trình theo điểm 2, trong đó chất tạo chelat được chọn từ nhóm gồm axit xitric, axit axetic, etylendiamin, axit etylendiamintetraaxetic, axit di mercapto suxinic, axit trimetylamintricarboxylic, axit alphasalicylic, và axit diethylentriaminpentaaxetic.

4. Quy trình theo điểm 3, trong đó lượng chất tạo chelat nằm trong khoảng từ 0,001 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật đến 1 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật.

5. Quy trình theo điểm 4, trong đó chất tạo chelat là axit xitric và lượng axit xitric nằm trong khoảng từ 0,01 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật đến 0,1 kg trên mỗi kg nguyên liệu thực vật.

6. Quy trình theo điểm 1, trong đó lượng ít nhất một chất trợ dung trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu được kiểm soát bằng cách đưa ít nhất một axit vô cơ vào nguyên liệu silic thực vật đã nêu.

7. Quy trình theo điểm 6, trong đó ít nhất một axit vô cơ đã nêu được chọn từ nhóm gồm axit sulfuric, axit nitric, axit clohydric, axit phosphoric, axit boric, và axit perchloric.

8. Quy trình theo điểm 1, trong đó lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu có thể được kiểm soát nằm trong khoảng từ 20 ppm đến 25.000 ppm.
9. Quy trình theo điểm 1, trong đó diện tích bề mặt của silic oxit vô định hình đã nêu được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 30 m²/g đến 400 m²/g bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt.
10. Quy trình theo điểm 1, trong đó thể tích lỗ của silic oxit vô định hình đã nêu được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 0,50 cc/g đến 0,05 cc/g bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt.
11. Quy trình theo điểm 10, trong đó thể tích lỗ của silic oxit vô định hình đã nêu được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 0,40 cc/g đến 0,10 cc/g bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt.
12. Quy trình theo điểm 1, trong đó đường kính lỗ của silic oxit vô định hình đã nêu được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 10 Angstrom đến 200 Angstrom bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt.
13. Quy trình theo điểm 12, trong đó đường kính lỗ của silic oxit vô định hình đã nêu được kiểm soát trong giới hạn 20 Angstrom nằm trong khoảng từ 30 Angstrom đến 100 Angstrom bằng cách kiểm soát lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt.
14. Quy trình theo điểm 1 trong đó lượng của ít nhất một chất trợ dung trong nguyên liệu silic thực vật được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 300 ppm đến 15.000 ppm.
15. Quy trình theo điểm 1, trong đó hàm lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong silic oxit đã xử lý nhiệt được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 10 ppm đến 1.000 ppm bằng cách rửa cột silic oxit bằng ít nhất một trong số nước, axit vô cơ, chất tạo chelat, và các hóa chất điều chỉnh độ pH và sau đó tái gia nhiệt silic oxit.

16. Quy trình theo điểm 15, trong đó hàm lượng của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong silic oxit đã xử lý nhiệt được kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ 100 ppm đến 500 ppm bằng cách rửa cột silic oxit bằng ít nhất một trong số nước, axit vô cơ, chất tạo chelat, và các hóa chất điều chỉnh độ pH và sau đó tái gia nhiệt silic oxit.
17. Quy trình theo điểm 1, trong đó nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt đã nêu là nằm trong khoảng từ 200° C đến 1.000° C.
18. Quy trình theo điểm 1, trong đó ít nhất một chất trợ dung trong nguyên liệu silic thực vật bao gồm ít nhất một trong số lithi, natri, kali, magie, canxi, nhôm, bo, sắt, mangan, titan hoặc phospho.
19. Quy trình theo điểm 1, trong đó lượng đã nêu của ít nhất một chất trợ dung đã nêu trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu được kiểm soát hóa học.
20. Quy trình theo điểm 1, trong đó lượng đã nêu của ít nhất một chất trợ dung và nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt được kiểm soát để ngăn ngừa sự tạo thành cấu trúc tinh thể trong silic oxit vô định hình đã nêu.
21. Quy trình sản xuất silic oxit vô định hình xốp từ nguyên liệu silic thực vật chứa chất vô cơ phi silic, bao gồm các bước:
- a) ngâm nguyên liệu silic thực vật đã nêu trong dung dịch nước bao gồm chất tạo chelat trong đó chất tạo chelat đã nêu có mặt với lượng mà chiết ít nhất một số chất vô cơ phi silic đã nêu;
 - b) tách dung dịch nước ra khỏi nguyên liệu silic thực vật đã nêu;
 - c) kiểm soát lượng của ít nhất một chất vô cơ phi silic chọn trước trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu bằng cách trộn lượng mong muốn của chất vô cơ phi silic chọn trước vào nguyên liệu silic thực vật, ít nhất một chất vô cơ phi silic chọn trước đã nêu được chọn để truyền các đặc tính có lợi cho nguyên liệu silic thực vật, và
 - d) xử lý nhiệt nguyên liệu silic thực vật đã nêu với sự có mặt của oxy ở nhiệt độ trong đó silic oxit thu được bao gồm silic oxit dạng vô định hình xốp.

22. Quy trình sản xuất silic oxit vô định hình xốp có diện tích bề mặt có kiểm soát, silic oxit vô định hình xốp đã nêu có nguồn gốc từ nguyên liệu silic thực vật, nguyên liệu silic thực vật đã nêu chứa ít nhất một chất trợ dung, quy trình bao gồm các bước:

a) xử lý nhiệt nguyên liệu silic thực vật đã nêu với sự có mặt của oxy ở nhiệt độ trong đó silic oxit thu được bao gồm silic oxit dạng vô định hình xốp mà không có cấu trúc tinh thể phát hiện được,

trong đó, lượng của ít nhất một chất trợ dung trong nguyên liệu silic thực vật đã nêu và/hoặc nhiệt độ dùng cho xử lý nhiệt được kiểm soát, nhờ đó tạo ra silic oxit vô định hình có diện tích bề mặt có kiểm soát trong dải hẹp cụ thể nằm trong khoảng từ $10 \text{ m}^2/\text{g}$ đến $450 \text{ m}^2/\text{g}$,

và trong đó ít nhất một chất trợ dung được thêm vào silic oxit vô định hình đã nêu trước khi xử lý nhiệt nguyên liệu silic thực vật đã nêu ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200°C đến 1.000°C , nhờ đó kiểm soát ít nhất một trong số diện tích bề mặt, thể tích lỗ, và đường kính lỗ của silic oxit vô định hình đã nêu nằm trong tiêu chuẩn đích.

1/2

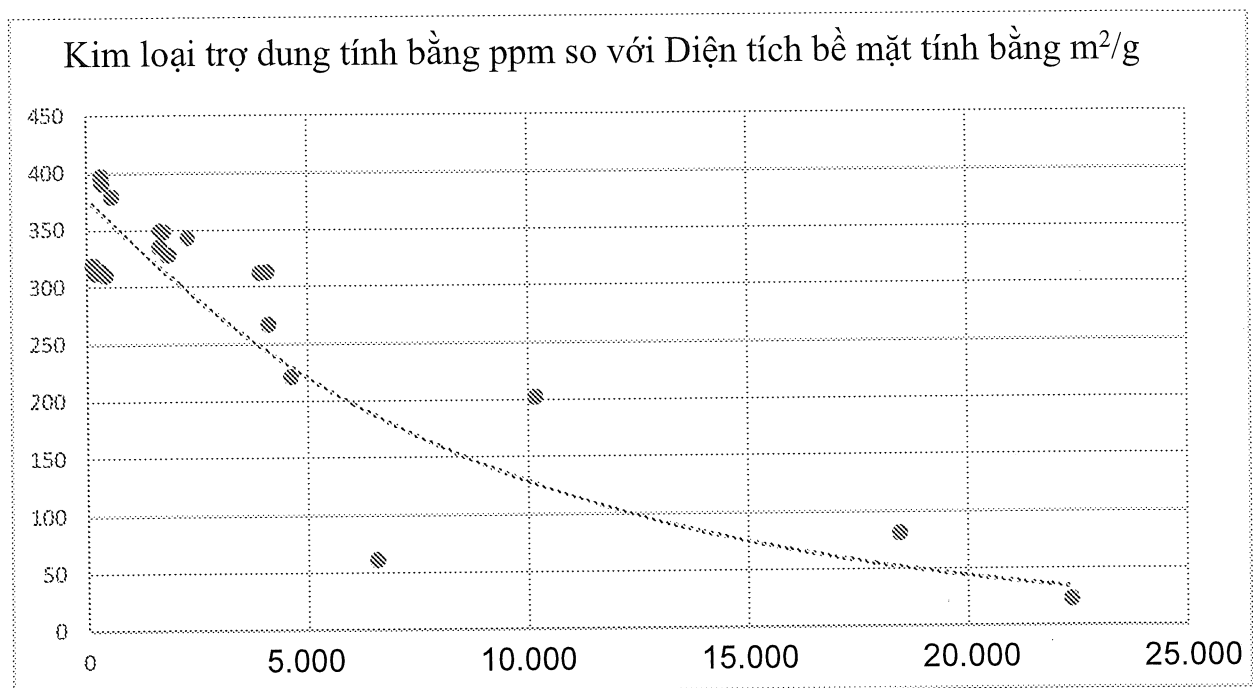


FIG. 1

2/2

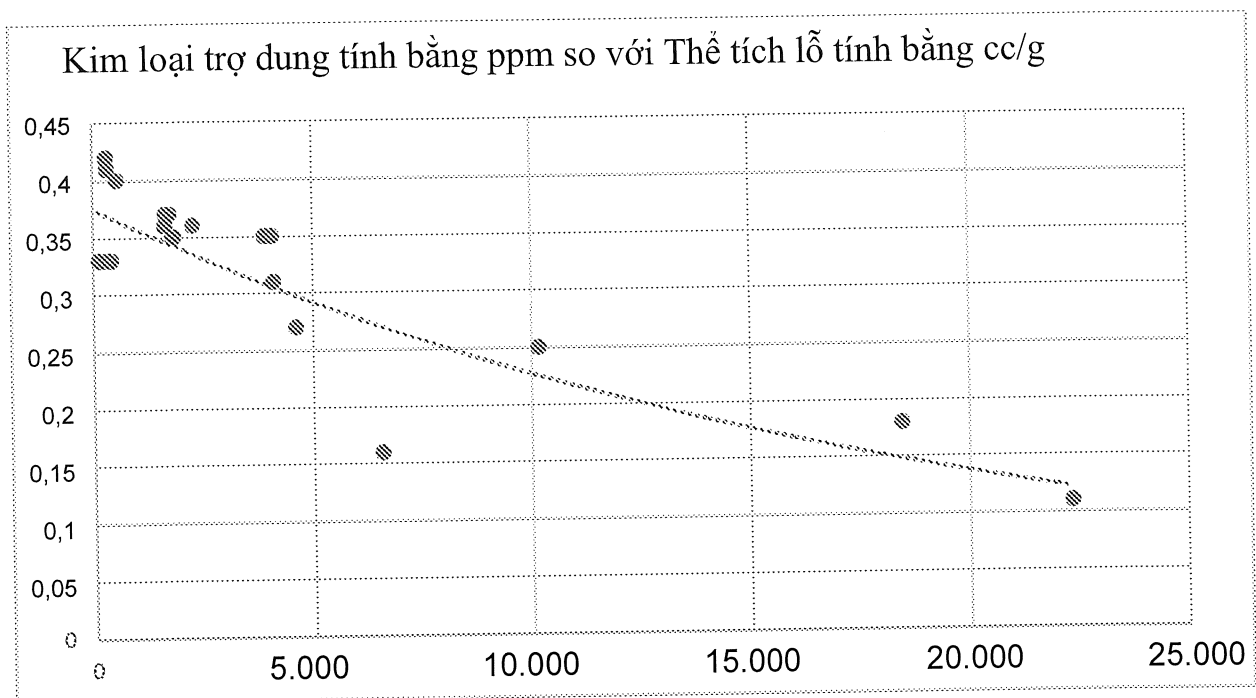


FIG. 2