



(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)



1-0047748

(51)^{2022.01} B22F 9/20; B22F 1/00; B22F 1/102

(13) B

(21) 1-2022-07353

(22) 02/03/2022

(86) PCT/JP2022/008830 02/03/2022

(87) WO2022/264541 22/12/2022

(30) 2021-100762 17/06/2021 JP

(45) 25/06/2025 447

(43) 25/07/2023 424A

(73) FURUKAWA CHEMICALS CO., LTD. (JP)

3-7-196, Ohno, Nishiyodogawa-ku, Osaka-shi, Osaka 5550043 Japan

(72) MINAMI Yusuke (JP); ABE Kenji (JP); UESUGI Naoya (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HẠT ĐỒNG MỊN

(21) 1-2022-07353

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt đồng mịn bao gồm bước cho bột đồng chứa halogen phản ứng với chất khử, trong dung môi thứ nhất bao gồm nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó, để loại halogen khỏi bột đồng, bước làm phân tán đều muối của axit béo và bột đồng trong dung môi thứ nhất, và bước làm trung hòa dung môi thứ nhất bằng axit yếu để tạo ra màng phủ axit béo từ axit béo của muối của axit béo, trên bề mặt của bột đồng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt đồng mịn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Theo tài liệu có liên quan, đồng (I) oxit được sử dụng chủ yếu làm chất bảo quản để sơn đáy tàu, và là hợp chất hữu ích được sử dụng trong các lĩnh vực khác nhau làm chất diệt khuẩn, sản phẩm nông hóa học, phẩm nhuộm liên quan đến công nghiệp gốm, và nguyên liệu dung cho vật liệu điện tử. Tuy nhiên, do đồng (I) oxit có độ tinh khiết tương đối thấp cũng được phân phối trên thị trường, nên nếu thu được bột đồng bằng phản ứng dị ly sử dụng đồng (I) oxit có độ tinh khiết thấp như vậy làm nguyên liệu, thì xảy ra vấn đề là nồng độ của clo còn lại trong bột đồng cao.

Mặt khác, chẳng hạn, có kỹ thuật được mô tả ở tài liệu sáng chế 1 là kỹ thuật thu được bột đồng có kích thước hạt mịn và độ tinh khiết cao. Tài liệu sáng chế 1 mô tả phương pháp sử dụng bột đồng (I) oxit là hợp chất đồng hóa trị một ổn định trong môi trường không khí ở điều kiện nhiệt độ thường và áp suất thường làm nguyên liệu bắt đầu, có bước trộn huyền phù đặc của bột đồng (I) oxit với axit của axit hydroxycarboxylic và axit sulfuric, trong đó thời gian trộn huyền phù đặc của bột đồng oxit với axit hỗn hợp là dưới 5 phút.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

[Tài liệu sáng chế 1] Đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản

số 2008-31491

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Tuy nhiên, theo kỹ thuật ở tài liệu có liên quan như được mô tả trong tài liệu sáng chế 1, bắt buộc phải sử dụng bột đồng (I) oxit không chứa nguyên tố kim loại kiềm, nguyên tố kim loại kiềm thổ, và nguyên tố halogen để ngăn xảy ra sự di chuyển làm bột đồng (I) oxit. Kết quả là, bột đồng cần sử dụng làm nguyên liệu bị hạn chế.

Do đó, các tác giả sáng chế đã tiến hành các nghiên cứu chuyên sâu theo quan điểm mở rộng phạm vi lựa chọn bột đồng cần sử dụng làm nguyên liệu. Kết quả là nhận thấy ngay cả trong trường hợp bột đồng chứa halogen được sử dụng làm nguyên liệu, có thể ngăn sinh ra các hạt kết tụ trong khi làm giảm halogen dư ở mức cao hơn nhờ bước tạo màng phủ axit béo được xác định trước trong khi loại halogen ở các điều kiện đặc biệt, bằng cách đó sáng chế được hoàn thành.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Theo sáng chế,

phương pháp sản xuất hạt đồng mịn được đề xuất, bao gồm;

bước cho bột đồng chứa halogen phản ứng với chất khử, trong dung môi thứ nhất bao gồm nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó, để loại halogen khỏi bột đồng,

bước làm phân tán đều muối của axit béo và bột đồng trong dung môi thứ nhất, và

bước làm trung hòa dung môi thứ nhất được điều chỉnh ở pH bằng hoặc lớn hơn 8,0 bằng axit yếu để tạo màng phủ axit béo từ axit béo của muối của axit béo, trên bề mặt của bột đồng.

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất hạt đồng mịn, mà bằng phương pháp này halogen dư được khử và giảm sự sinh ra các hạt kết tụ.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là ảnh chụp SEM của các hạt kết tụ chứa trong hạt đồng mịn thu được ở ví dụ so sánh 2.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong bản mô tả này, thuật ngữ "về thực chất" có nghĩa là bao gồm phạm vi có tính đến dung hạn sản xuất, các thay đổi về kết cấu, và tương tự, trừ khi có quy định cụ thể khác.

Trong bản mô tả này, sự mô tả "a đến b" trong phần mô tả phạm vi bằng số là a hoặc lớn hơn a và là b hoặc nhỏ hơn b trừ khi có quy định cụ thể khác. Chẳng hạn, "1% đến 5% khối lượng" có nghĩa là "bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 5% khối lượng".

Ngoài ra, trong bản mô tả này, "các hạt kết tụ" là các hạt đồng mịn mà bị kết tụ đến một mức mà không tách ra được ngay cả bằng xử lý siêu âm, và chúng được mong muốn là các hạt còn lại trên sàng có lỗ kích thước 25 μm .

Hơn nữa, trong bản mô tả này, "độ pH của dung môi thứ nhất" được mong muốn là độ pH trong trường hợp nhiệt độ chất lỏng của dung môi thứ nhất là 60°C.

<Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn>

Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo phương án này bao gồm ít nhất các bước sau, theo trình tự sau đây;

bước cho bột đồng chứa halogen phản ứng với chất khử, trong dung môi thứ nhất bao gồm nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó, để loại halogen khỏi bột đồng (bước loại halogen),

bước làm phân tán đều muối của axit béo và bột đồng trong dung môi thứ nhất (bước phân tán), và

bước làm trung hòa dung môi thứ nhất được điều chỉnh pH bằng hoặc lớn hơn 8,0 bằng axit yếu để tạo ra màng phủ axit béo từ axit béo của muối của axit béo, trên bề mặt của bột đồng (bước tạo ra màng phủ).

Quá trình này làm cho có thể loại halogen khỏi bột đồng chứa halogen và thu được hạt đồng mịn trong đó halogen dư bị khử.

Chi tiết từng bước sẽ được mô tả dưới đây.

[Bước loại halogen]

Trước hết, bột đồng chứa halogen được phản ứng với chất khử, trong dung môi thứ nhất bao gồm nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó, và halogen được loại khỏi bột đồng.

Tức là, bột đồng chứa halogen và chất khử được bổ sung vào dung môi thứ nhất và được khuấy, và chúng được phân tán đều để tạo ra huyền phù đặc. Phương pháp khuấy không bị giới hạn cụ thể, và các ví dụ của nó bao gồm phương pháp sử dụng phương tiện khuấy như máy khuấy từ và phương pháp khuấy vì mục đích

chung như phương pháp khuấy bằng tay.

Nồng độ của huyền phù đặc không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, tốt hơn là 5% đến 20% khối lượng theo quan điểm khả năng phân tán tốt và tiến hành phản ứng khử.

Bằng cách đặt bột đồng vào trạng thái khử, có thể loại halogen và màng phủ bị oxy hóa cùng lúc, và ngoài ra, có thể ngăn sinh ra màng phủ bị oxy hóa giữa các màng phủ axit béo sau khi halogen và màng phủ bị oxy hóa được loại.

Theo phương án này, trong trường hợp bột đồng chứa halogen được phản ứng với chất khử, dung môi thứ nhất tốt hơn được gia nhiệt đến 50°C đến 80°C và tốt hơn nữa được gia nhiệt đến 55°C đến 70°C. Kết quả là, sự khử được xúc tiến, và khả năng phân tán của bột đồng và chất khử có thể được cải thiện.

Phương pháp gia nhiệt không bị giới hạn cụ thể, và phương pháp đã biết có thể được sử dụng.

Theo phương án này, bazơ yếu có thể được bổ sung thêm vào dung môi thứ nhất làm chất điều chỉnh độ pH. Kết quả là, có thể loại halogen một cách hiệu quả trong khi làm giảm lượng sử dụng của chất khử. Hơn nữa, có thể ngăn làm giảm độ pH của dung môi thứ nhất bằng việc gia nhiệt ở trên và điều chỉnh ổn định độ pH của dung môi thứ nhất. Vì lý do này, tốt hơn là bổ sung bazơ yếu sau khi nhiệt độ chất lỏng của dung môi thứ nhất trở nên ổn định sau khi gia nhiệt như trên; tuy nhiên, chất khử và bazơ yếu có thể được bổ sung đồng thời.

Độ pH (60°C) của dung môi thứ nhất tốt hơn là độ pH bằng hoặc lớn hơn 8,0, tốt hơn nữa là độ pH bằng hoặc lớn hơn 9,0, và vẫn tốt hơn nữa là độ pH bằng hoặc lớn hơn 9,5, và tốt hơn là độ pH bằng hoặc nhỏ hơn 12,0, tốt hơn nữa là độ

pH bằng hoặc nhỏ hơn 11,5, và vẫn tốt hơn nữa là độ pH bằng hoặc nhỏ hơn 11,0.

Bazơ yếu bao gồm natri cacbonat, canxi cacbonat, và amoniac.

Lưu ý là việc sử dụng bazơ mạnh không được ưu tiên bởi vì gây ra sự kết tụ trong huyền phù đặc và khiến cho việc khuấy trở nên khó.

Theo phương án này, tốt hơn là bột đồng chứa halogen và chất khử được phân tán trong dung môi thứ nhất bao gồm nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó và bị hóa già sau bước gia nhiệt bất kỳ và bổ sung bazơ yếu. Việc hóa già được mong muốn duy trì ở trạng thái như nhiệt độ và khuấy. Thời gian hóa già tốt hơn là 15 đến 90 phút.

Bột đồng chứa halogen nói trên không bị giới hạn cụ thể, và bột đồng chứa halogen hoặc tương tự có thể được sử dụng. Các ví dụ của nó bao gồm các hợp chất đồng hóa trị một như đồng (I) oxit có độ tinh khiết thấp, đồng (I) clorua, và đồng (I) bromua. Tuy nhiên, trong số đó, đồng (I) oxit có độ tinh khiết thấp tương đối dễ dàng có được, và do đó phạm vi lựa chọn các nguyên liệu có thể được mở rộng.

Các ví dụ về halogen bao gồm flo, clo, brom, và iot. Phương pháp sản xuất theo phương án này có thể khử một cách hiệu quả clo mà được biết là dễ dàng hấp phụ đặc biệt là đối với đồng trong số các halogen.

Chất khử nói trên tốt hơn là một loại hoặc hai hoặc nhiều loại được chọn từ hydrazin và natri bohydrua.

Lượng bổ sung chất khử được thiết lập một cách thích hợp tùy thuộc vào tổng lượng bột đồng chứa halogen; tuy nhiên, tốt hơn là 1% đến 10% khối lượng.

Làm dung môi ưa nước mô tả ở trên, các ví dụ về dung môi ưa nước bao

gồm các rượu polyhydric như alkandiol như etylen glycol và propylen glycol, và glyxerin; các rượu đường; các rượu thấp như etanol, metanol, butanol, propanol, và isopropanol; các ete glycol như etylen glycol monometyl ete, etylen glycol monoetyl ete, etylen glycol monobutyl ete, etylen glycol monometyl ete axetat, dietylen glycol monometyl ete, dietylen glycol monoetyl ete, dietylen glycol mono-n-propyl ete, etylen glycol mono-iso-propyl ete, dietylen glycol-mono-iso-propyl ete, etylen glycol mono-n-butyl ete, etylen glycol mono-t-butyl ete, dietylen glycol mono-t-butyl ete, trietylen glycol monoetyl ete, 1-metyl-1-metoxibutanol, propylen glycol monometyl ete, propylen glycol monoetyl ete, propylen glycol mono-t-butyl ete, propylen glycol mono-n-propyl ete, propylen glycol mono-iso-propyl ete, dipropylen glycol, dipropylen glycol monometyl ete, dipropylen glycol monoetyl ete, dipropylen glycol mono-n-propyl ete, dipropylen glycol mono-iso-propyl ete, và tripropylen glycol monometyl ete; và các alkanolamin như etanolamin, dietanolamin, và trietanolamin.

Theo phương án này, tốt hơn là sử dụng nước làm dung môi thứ nhất.

[Bước phân tán]

Tiếp theo, muối của axit béo và bột đồng được phân tán đều trong dung môi thứ nhất. Tức là, bằng cách hòa tan muối của axit béo trong dung môi thứ nhất, muối của axit béo dễ dàng hấp phụ lên bề mặt của bột đồng.

Theo quan điểm hòa tan muối của axit béo, độ pH (60°C) của dung môi thứ nhất tốt hơn là độ pH bằng hoặc lớn hơn 9,0, tốt hơn nữa là độ pH bằng hoặc lớn hơn 9,5, và vẫn tốt hơn nữa là độ pH bằng hoặc lớn hơn 10,0, và tốt hơn là độ pH bằng hoặc nhỏ hơn 12,0, tốt hơn nữa là độ pH bằng hoặc nhỏ hơn 11,0, và vẫn tốt

hơn nữa là độ pH bằng hoặc nhỏ hơn 10,5.

Vì lý do này, tốt hơn là điều chỉnh độ pH của dung môi thứ nhất sử dụng chất điều chỉnh độ pH trước khi bổ sung muối của axit béo. Nói cách khác, trong trường hợp độ pH là pH axit, khó hòa tan muối của axit béo.

Theo phương án này, các ví dụ về muối của axit béo bao gồm muối kim loại kiềm của axit béo có 8 đến 20 nguyên tử cacbon. Các ví dụ cụ thể hơn của nó bao gồm các axit béo mạch thẳng hoặc mạch nhánh có 8 đến 20 nguyên tử cacbon, mà bao gồm các muối kim loại kiềm của các axit béo mạch thẳng như axit octanoic có 8 nguyên tử cacbon, axit nonanoic có 9 nguyên tử cacbon, axit decanoic có 10 nguyên tử cacbon, axit dodecanoic có 12 nguyên tử cacbon, axit tetradecanoic có 14 nguyên tử cacbon, axit pentadecanoic có 15 nguyên tử cacbon, axit hexadecanoic (axit palmitic) có 16 nguyên tử cacbon, axit heptadecanoic có 17 nguyên tử cacbon, axit octadecanoic (axit stearic) có 18 nguyên tử cacbon, và axit eicosanoic có 20 nguyên tử cacbon, và các axit béo mạch nhánh như axit oleic, axit linoleic, và axit linolenic, mà có 18 nguyên tử cacbon.

Theo phương án này, lượng bổ sung của muối của axit béo tốt hơn 0,05% đến 5% khối lượng so với tổng lượng của bột đồng.

Theo phương án này, tốt hơn là hòa tan muối của axit béo trong dung môi thứ nhất và sau đó hóa già. Thời gian hóa già tốt hơn 5 đến 60 phút.

Bước phân tán có thể được tiến hành ở nhiệt độ trong phòng, hoặc trạng thái được gia nhiệt trong đó bước loại halogen được tiến hành có thể được duy trì. Tuy nhiên, tốt hơn là duy trì trạng thái được gia nhiệt trong đó bước loại halogen được tiến hành theo quan điểm cải thiện hiệu quả sản xuất mà không đòi hỏi bước

làm nguội.

[Bước tạo ra màng phủ]

Tiếp theo, dung môi thứ nhất được điều chỉnh độ pH bằng hoặc lớn hơn 8,0 được trung hòa bằng axit yếu để tạo ra màng phủ axit béo từ axit béo trên bề mặt của bột đồng.

Tức là, do độ pH của dung môi thứ nhất được điều chỉnh bằng hoặc lớn hơn 8,0 trong lúc quá trình đạt đến bước tạo ra màng phủ, tốt hơn là trung hòa dung môi thứ nhất trước khi bổ sung muối của axit béo.

Kết quả là, muối của axit béo được phân tán đều cùng với bột đồng bị kết tủa dưới dạng axit béo để tạo ra màng phủ axit béo mà bao phủ bề mặt của bột đồng. Mặc dù màng phủ axit béo là màng phủ mà bao phủ bề mặt của bột đồng, nhưng không giới hạn ở màng liên tục, và một phần của màng phủ axit béo có thể có vùng gián đoạn.

Axit yếu được bổ sung vào dung môi thứ nhất để trung hòa nó. Kết quả là, muối của axit béo được phân tán đều cùng với bột đồng bị kết tủa dưới dạng axit béo để tạo ra màng phủ axit béo. Hơn nữa, bằng cách sử dụng axit yếu, có thể tạo ra màng phủ axit béo một cách đều hơn và ngăn các hạt đồng mịn cần thu được bị kết tụ.

Ngoài ra, màng phủ axit béo làm tăng tính kỵ nước của các hạt đồng mịn cần thu được, và tỷ lệ lắng của các hạt đồng mịn có thể tăng lên ở bước rửa được mô tả dưới đây, bằng cách đó năng suất có thể được cải thiện.

Hơn nữa, do màng phủ axit béo có thể được tạo ra đều trên bột đồng, các hạt đồng mịn ít khi nào kết tụ với nhau, và có thể thu được các hạt đồng mịn có ít

hạt kết tụ. Việc có hay không có kết tụ có thể được xác nhận, chẳng hạn, bằng cách quan sát các hạt còn lại trên sàng bằng ảnh SEM. Hơn nữa, mong muốn là mật độ vôi càng cao, số lượng các hạt kết tụ càng nhỏ.

Axit yếu không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, các ví dụ của nó bao gồm một loại hoặc hai hoặc nhiều loại được chọn từ axit xitric, axit ascorbic, axit axetic, axit cacbonic, axit phosphoric, axit oxalic, và hydro florua. Kết quả là, màng phủ axit béo có thể được tạo ra đều hơn, có thể ngăn các hạt đồng mịn cần thu được kết tụ, và làm giảm các hạt kết tụ sinh ra.

Theo phương án này, tốt hơn là trung hòa dung môi thứ nhất và sau đó hóa già nó. Thời gian hóa già tốt hơn 5 đến 60 phút.

Điều này làm cho có thể thu được các hạt đồng mịn trong đó halogen dư bị khử và màng phủ axit béo được tạo ra đều.

Bước tạo ra màng phủ có thể được tiến hành ở nhiệt độ trong phòng, hoặc trạng thái được gia nhiệt trong đó bước loại halogen được tiến hành có thể được duy trì. Tuy nhiên, tốt hơn là duy trì trạng thái được gia nhiệt như vậy trong đó bước loại halogen được tiến hành theo quan điểm cải thiện hiệu quả sản xuất mà không đòi hỏi bước làm nguội.

Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo phương án này có thể còn bao gồm bước (bước rửa) bổ sung tiếp nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó vào dung môi thứ nhất để rửa bột đồng sau bước tạo ra màng phủ mô tả ở trên.

[Bước rửa]

Ở bước trên, để loại chất khử, bazơ yếu, axit yếu, và tương tự đã bổ sung,

nước được bổ sung để làm lắng các hạt đồng mịn trong dung môi, và chất lỏng phía trên được rút để rửa các hạt đồng mịn. Bước rửa có thể được tiến hành nhiều lần, chẳng hạn, 2 đến 5 lần.

Với phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo phương án này, do các hạt đồng mịn được bao phủ bởi màng phủ axit béo kỵ nước, chúng có thể bị lắng nhanh chóng trong nước, và do đó bước rửa ở trên có thể được tiến hành một cách hiệu quả.

Hơn nữa, theo phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo phương án này, mỗi bước có thể được tiến hành trong môi trường không khí. Điều này khiến cho có thể làm giảm chi phí sản xuất các hạt đồng mịn.

Các phương án của sáng chế đã được mô tả ở trên; tuy nhiên, đây là các ví dụ của sáng chế, và do đó cũng có thể theo các phương án khác các phương án ở trên.

Lưu ý là sáng chế không bị giới hạn ở các phương án được mô tả ở trên, và sáng chế bao gồm cả các cải biến, các cải tiến, và tương tự ở phạm vi mà có thể đạt được mục đích của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, sáng chế được mô tả với sự tham khảo các ví dụ và các ví dụ so sánh; tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

<Nguyên liệu>

· Bột đồng chứa halogen: Bột đồng do FURUKAWA CHEMICALS Co., Ltd. sản xuất.

Tiếp theo, các hạt đồng mịn được tạo ra như dưới đây sử dụng bột đồng chứa halogen.

<Ví dụ 1>

Trước tiên, 180 g nước tinh khiết được cho vào trong cốc có thể tích 500 ml, 20 g bột đồng chứa halogen và 2 g chất khử (hydrazin: do FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation sản xuất, số mẫu: hydrazin monohydrat) được bổ sung vào đó, và bắt đầu khuấy bằng máy khuấy nóng (do AS ONE CORPORATION sản xuất, số mẫu: CHS-180) để thu được huyền phù đặc (nồng độ thành phần rắn: 10% khối lượng) (pH: 9,0).

Sau đó, huyền phù đặc được gia nhiệt đến 60°C bằng máy khuấy nóng trong khi duy trì tình trạng khuấy.

Tiếp đó, nhiệt độ được duy trì ở 60°C, và 3 g natri cacbonat làm chất điều chỉnh độ pH (bazơ yếu) được bổ sung vào huyền phù đặc (pH 10) trong khi duy trì trạng thái khuấy.

Tiếp theo, ở nhiệt độ trong phòng (không gia nhiệt hoặc làm nguội), muối của axit béo (natri stearat) được bổ sung vào huyền phù đặc trong khi duy trì trạng thái khuấy, và tiếp tục khuấy trong 15 phút như vậy.

Tiếp đó, 6 g axit ascorbic làm chất trung hòa được bổ sung vào huyền phù đặc trong khi duy trì trạng thái khuấy, và tiếp tục khuấy trong 15 phút như vậy để thu được các hạt đồng mịn mà clo được loại khỏi đó và được bao phủ bởi axit béo (pH 7).

Sau đó, quá trình khuấy được dừng lại, lượng nước quá mức được bổ sung vào huyền phù đặc, huyền phù đặc được khuấy nhẹ và sau đó được giữ yên để làm

lắng các hạt đồng mịn, và dung dịch nổi trên bề mặt được loại để rửa các hạt đồng mịn. Việc rửa này được lặp lại 3 lần. Sau đó, tiến hành sấy khô để thu được các hạt đồng mịn.

<Ví dụ 2>

Các hạt đồng mịn thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ 6 g axit xitric được sử dụng làm chất trung hòa.

<Ví dụ 3>

Các hạt đồng mịn thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ 6 g axit axetic được sử dụng làm chất trung hòa.

<Ví dụ so sánh 1>

Bột đồng và axit béo (axit stearic) được hòa tan trong etanol được nhào trong cối mã não để tiến hành xử lý bề mặt đối với bột đồng.

<Ví dụ so sánh 2>

Các hạt đồng mịn thu được theo cách giống như trong ví dụ 1 ngoại trừ 3 g axit sulfuric được sử dụng làm chất trung hòa.

<Ví dụ so sánh 3>

180 g nước tinh khiết được cho vào cốc thể tích 500 ml, 20 g bột đồng chứa halogen, 0,8 g chất khử (axit ascorbic: do FUSO CHEMICAL Co., Ltd. sản xuất), và 5,3 g chất điều chỉnh độ pH (axit axetic: do FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation sản xuất) được bổ sung vào, và bắt đầu khuấy bằng máy khuấy nóng (do AS ONE CORPORATION sản xuất, số mẫu: CHS-180) để thu được huyền phù đặc (nồng độ thành phần rắn: 10% khối lượng) (pH: 2,7).

Sau đó, huyền phù đặc được gia nhiệt đến 60°C bằng máy khuấy nóng trong khi duy trì trạng thái khuấy.

Tiếp theo, ở nhiệt độ trong phòng (không gia nhiệt hoặc làm nguội), muối của axit béo (natri stearat) được bổ sung vào huyền phù đặc trong khi duy trì trạng thái khuấy, và tiếp tục khuấy trong 15 phút như vậy.

Sau đó, quá trình khuấy được dừng lại, lượng nước quá mức được bổ sung vào huyền phù đặc, huyền phù đặc được khuấy nhẹ và sau đó được giữ yên để làm lắng các hạt đồng mịn, và dung dịch nổi trên bề mặt được loại để rửa các hạt đồng mịn. Việc rửa được lặp lại 3 lần. Sau đó, tiến hành sấy khô để thu được các hạt đồng mịn.

Các phép đánh giá và các phép đo sau được tiến hành đối với mỗi hạt đồng mịn thu được. Các kết quả được thể hiện ở bảng 1.

[Định lượng clo dư]

Tiến hành định lượng bằng phương pháp phân tích hóa học.

[Mật độ vôi]

Phép đo được tiến hành theo phương pháp đo mật độ vôi bột kim loại được xác định trong JIS Z2512: 2012.

[Lượng còn lại trên sàng]

Trước tiên, sóng siêu âm (do SHARP CORPORATION sản xuất, số mẫu UT-607) được sử dụng cho huyền phù đặc đồng etanol thu được bằng cách bổ sung các hạt đồng mịn vào etanol 99%, và huyền phù đặc được phân tán hoàn toàn.

Tiếp đó, huyền phù đặc chứa đồng thu được được đi qua sàng có lỗ 25 μm .

Sau đó, các khối kết tụ còn lại trên sàng được lấy ra, được làm khô, và trọng lượng của nó được cân để tính toán tỷ lệ (% trọng lượng) của các khối kết tụ còn lại (còn lại trên sàng) so với tổng lượng của các hạt đồng mịn. Hơn nữa, kết quả của việc quan sát các khối kết tụ thu được sử dụng kính hiển vi điện tử quét (FE-SEM S-4700 do Hitachi, Ltd. sản xuất), xác nhận là các khối kết tụ chứa trong ví dụ so sánh 2 là các hạt kết tụ. Ảnh quan sát SEM của Ví dụ so sánh 2 được thể hiện ở Fig. 1. Mặt khác, ở các ví dụ 1 đến 3, quan sát SEM không được tiến hành bởi vì phần còn lại trên sàng là $< 0,01$.

[Bảng 1]

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
Mật độ vôi (g/cm ³)	3,6	3,6	3,3	2,6	2,8	3
Còn lại trên sàng (% trọng lượng)	$< 0,01$	$< 0,01$	$< 0,01$	-	0,07	$< 0,01$
Clo dư (ppm)	< 10	< 10	< 10	1577	< 10	453

Đơn này yêu cầu quyền ưu tiên dựa trên đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền Nhật Bản số 2021-100762 nộp ngày 17 tháng 6 năm 2021, và tất cả nội dung được bộc lộ được kết hợp trong tài liệu này.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn, phương pháp này bao gồm:

bước cho bột đồng chứa halogen phản ứng với chất khử, trong dung môi thứ nhất bao gồm nước, dung môi ưa nước, hoặc dung môi hỗn hợp của nó, để loại halogen khỏi bột đồng;

bước làm phân tán đều muối của axit béo và bột đồng trong dung môi thứ nhất được điều chỉnh đến độ pH trong khoảng từ 9 đến 11 ở 60°C; và

bước làm trung hòa dung môi thứ nhất bằng axit yếu để tạo ra màng phủ axit béo từ axit béo của muối của axit béo, trên bề mặt của bột đồng.

2. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm 1,

trong đó chất khử là một loại hoặc hai hoặc nhiều loại được chọn từ hydrazin và natri bohydrua.

3. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm 1 hoặc 2,

trong đó halogen là clo.

4. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 3,

trong đó bột đồng chứa halogen bao gồm bột đồng được tạo ra bằng cách cho đồng (I) oxit phản ứng dị ly.

5. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 4,

trong đó muối của axit béo là muối kim loại kiềm của axit béo có 8 đến 20 nguyên tử cacbon.

6. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 5,

trong đó ở bước tạo ra màng phủ axit béo, axit yếu là một loại hoặc hai hoặc nhiều loại được chọn từ axit xitric, axit ascorbic và axit axetic.

7. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 6,

trong đó ở bước loại halogen, bazơ yếu được bổ sung vào dung môi thứ nhất.

8. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 7,

trong đó ở bước loại halogen, dung môi thứ nhất được gia nhiệt đến 50°C đến 80°C.

9. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 8,

trong đó ở bước loại halogen, độ pH của dung môi thứ nhất là 8 đến 12.

10. Phương pháp sản xuất hạt đồng mịn theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 9, phương pháp này còn bao gồm:

bước bổ sung nước vào dung môi thứ nhất để rửa bột đồng, sau bước tạo ra màng phủ axit béo.

Fig.1

