



(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)



1-0048360

(51)^{2020.01} C04B 12/04; C01B 33/32

(13) B

(21) 1-2022-00830

(22) 09/07/2020

(86) PCT/KR2020/009052 09/07/2020

(87) WO2021/010662 21/01/2021

(30) 10-2019-0085365 15/07/2019 KR

(45) 25/07/2025 448

(43) 25/04/2022 409A

(73) 1. AM NANOTECH (KR)

702-2, 7F, 3-13, Seongnam-daero, 331beon-gil, Bundang-gu, Seongnam-si,
Gyeonggi-do, 13558, Republic of Korea

2. KIM, Joo Yeon (KR)

107-404, 18, Saeromnam-ro, Sejong-si, 30126, Republic of Korea

(72) KIM, Joo Yeon (KR); KIM, Jong Kil (KR).

(74) Công ty TNHH Trà và cộng sự (TRA & ASSOCIATES CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT THỦY TINH LÒNG SỬ DỤNG VỎ TRÁU HOẶC
TRO TRÁU

(21) 1-2022-00830

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng bằng cách cho vỏ trấu hoặc tro trấu phản ứng với natri cacbonat, thủy tinh lỏng có hàm lượng thành phần silic đioxit vô định hình cao. Thủy tinh lỏng được sản xuất theo phương pháp của sáng chế bằng cách sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu chính, đây là một loại phụ phẩm nông nghiệp, bằng phản ứng ở nhiệt độ thấp, và do đó, chi phí sản xuất có thể được giảm do chi phí nguyên liệu thô thấp và mức tiêu thụ năng lượng thấp hơn so với phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng truyền thống sử dụng cát làm nguyên liệu thô. Ngoài ra, thủy tinh lỏng được sản xuất có hàm lượng silic đioxit cao hơn so với hàm lượng natri oxit, do đó thể hiện chất lượng tuyệt vời và có hàm lượng vô định hình cao, và do đó, có ưu điểm về phạm vi ứng dụng rộng rãi.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng có hàm lượng cao thành phần silic đioxit vô định hình bằng cách cho vỏ trấu hoặc tro trấu phản ứng với natri cacbonat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Khi silic đioxit phản ứng với một chất kiềm như natri cacbonat thì natri silicat được tạo ra. Natri silicat là một loại silicat hòa tan tốt trong nước giống như muối và do đó được gọi là thủy tinh lỏng, và có nhiều công dụng bao gồm chất liên kết cho lò đúc, chất kết dính, chất độn, chất phủ bề mặt, chất pha trộn cho xà phòng và chất tẩy rửa, chất hỗ trợ làm sạch mài mòn, chất cầm màu, chất phủ điện cực, chất làm cứng đất, chất khử mực hoặc chất tẩy trắng bột giấy, chất xử lý nước, chất cố định cho vật liệu xây dựng làm chậm cháy, sơn làm chậm cháy hoặc nguyên liệu ban đầu cho các vật liệu bột silica khác nhau.

Thủy tinh lỏng là dung dịch nước có nồng độ cao được điều chế sử dụng silicat kiềm thu được bằng cách làm nóng chảy silic đioxit và một chất kiềm không màu hoặc hơi có màu, có độ nhớt cao và có thành phần gồm $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ và thường chứa từ hai đến bốn mol SiO_2 trên một mol Na_2O .

Về mặt thương mại, thủy tinh lỏng thường được sản xuất theo hai phương pháp. Một phương pháp là phương pháp khô trong đó natri silicat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) được tổng hợp bằng cách trộn silic đioxit tinh khiết (SiO_2) hoặc cát đã nghiền với natri cacbonat (Na_2CO_3), natri sunfat (Na_2SO_4), hoặc natri hydroxit (NaOH) theo một tỷ lệ nhất định và làm nóng chảy nó ở nhiệt độ cao nằm trong khoảng từ 1300°C đến 1500°C , được làm nguội và nạp vào nồi hấp cùng với nước, và được hòa tan dưới áp suất (trong khoảng từ 5 kgf/cm^2 đến 7 kgf/cm^2) ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 160°C , và một phương pháp là phương pháp ướt trong đó thủy tinh lỏng thu được bằng cách hòa tan cát trong natri hydroxit dưới áp suất ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110°C đến 250°C và sau đó lọc chất tạo ra.

Các phương pháp truyền thống đã mô tả trên đây có nhược điểm là thời gian sản xuất lâu và độ tinh khiết thấp, đặc biệt trong trường hợp tỷ lệ mol cao. Ngoài ra, trong phương pháp khô, silic đioxit và natri cacbonat được làm nóng chảy ở nhiệt độ cao để tổng hợp natri silicat và tiêu tốn rất nhiều năng lượng, và vì natri cacbonat và natri hiđroxit nóng chảy, chúng là những thành phần kiềm, có đặc tính ăn mòn mạnh trong quy trình nóng chảy ở nhiệt độ cao, thành trong của lò nung bị hư hỏng nghiêm trọng, và phương pháp ướt có chi phí sản xuất thấp hơn so với phương pháp khô nhưng có nhược điểm là khó sản xuất thủy tinh lỏng có tỷ lệ silic đioxit/natri oxit cao.

Để giải quyết các nhược điểm trên đây, đơn đã công bố của Hàn Quốc số 0275348 bộc lộ phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng bằng cách hoạt hóa serpentinit với axit sulfuric hoặc axit clohydric và sau đó hòa tan chất này trong natri hiđroxit ở nhiệt độ phòng.

Việc xử lý hoạt hóa đã mô tả trên đây được thực hiện sử dụng dung dịch axit sulfuric có nồng độ nằm trong khoảng từ 5% đến 30% hoặc dung dịch axit clohydric có nồng độ nằm trong khoảng từ 5% đến 20% ở nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 25°C đến 110°C và tỷ trọng bột giấy là nằm trong khoảng từ 5 g/l đến 500 g/l, trong đó sự hòa tan được thực hiện ở nồng độ natri hiđroxit nằm trong khoảng từ 5% đến 30%, thời gian hòa tan nằm trong khoảng từ 5 phút đến 60 phút và tỷ trọng bột giấy nằm trong khoảng từ 5 g/l đến 80 g/l. Sáng chế đã mô tả trên đây có ưu điểm là có thể giảm sự tiêu thụ năng lượng do hòa tan serpentinit đã xử lý hoạt hóa trong natri hiđroxit ở nhiệt độ phòng và sản xuất thủy tinh lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit cao nằm trong khoảng từ 3,1 đến 3,8 nhưng có nhược điểm sản xuất thủy tinh lỏng có độ tinh khiết thấp.

Theo đó, đơn đã công bố của Hàn Quốc số 0087416 bộc lộ phương pháp bổ sung natri hiđroxit vào natri silicat lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit nằm trong khoảng từ 2,0 đến 4,0 để điều chế dung dịch thủy tinh lỏng, bổ sung dung môi hữu cơ có thể hòa tan trong nước vào để tạo ra kết tủa natri silicat vô định hình, và sấy khô kết tủa ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 100°C đến 300°C và nung ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 600°C đến 850°C để tạo ra natri silicat tinh thể, và đơn đã công bố của Hàn Quốc số 0197778 bộc lộ phương pháp sấy khô dung dịch thủy tinh lỏng để tạo thành natri silicat vô định hình dạng bột và xử lý đồng thời bằng khí thải ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 500°C đến 850°C để tạo ra natri silicat tinh thể.

Các sáng chế đã mô tả trên đây chuyển đổi natri silicat vô định hình thành natri silicat tinh thể bằng cách xử lý sau, do đó, quy trình xử lý sau xử lý đòi hỏi quy trình nung, việc này làm tăng chi phí năng lượng và mất nhiều thời gian sản xuất để tạo thành tinh thể và do tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit thấp nằm trong khoảng từ 1,9 đến 2,1, độ kiềm cao, vì vậy cần phải xử lý riêng để bù đắp cho độ kiềm cao khi sử dụng natri silicat.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế hướng đề xuất phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu chính, phương pháp này có khả năng làm tăng tỷ lệ silic đioxit/natri oxit của thủy tinh lỏng được sản xuất và giảm tỷ lệ thành phần tinh thể.

Một khía cạnh của sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng sử dụng vỏ trấu hoặc tro trấu, phương pháp bao gồm các bước: chuẩn bị hỗn hợp bằng cách trộn natri cacbonat và vỏ trấu theo tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 1:8 đến 15 hoặc bằng cách trộn natri cacbonat và tro trấu sao cho tỷ lệ mol quy đổi về natri oxit và silic đioxit là nằm trong khoảng từ 1:3 đến 4; sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn bằng cách phản ứng hỗn hợp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C trong khoảng thời gian từ 0,5 giờ đến 3,0 giờ; và sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng bằng cách trộn 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha rắn với khoảng từ 120 phần đến 500 phần khối lượng nước và phản ứng thủy nhiệt giống nhau ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C và áp suất nằm trong khoảng từ 5 bar đến 25 bar trong khoảng thời gian từ 50 phút đến 100 phút.

Trong trường hợp này, trong bước sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn, tốt hơn là tăng nhiệt độ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 450°C đến 600°C trong khi cho phép không khí bên ngoài đi qua hỗn hợp và sau đó tăng nhiệt độ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C trong khi vẫn giữ hỗn hợp cách ly với bên ngoài.

Ngoài ra, trong bước sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng, tốt hơn là làm nguội thủy tinh lỏng pha rắn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C bằng cách bổ sung nước và sau đó, khi thủy tinh lỏng pha rắn đã được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C, thực hiện phản ứng thủy nhiệt dưới áp suất, và tốt hơn là thực hiện phản ứng thủy nhiệt bằng cách bổ sung thêm trong khoảng từ 1 phần đến 5 phần khối lượng natri hydroxit và trong khoảng từ 5 phần đến 10 phần khối lượng metanol hoặc etanol dựa trên 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha rắn.

Ngoài ra, tốt hơn là bổ sung trong khoảng từ 1 phần đến 5 phần khối lượng natri hydroxit và trong khoảng từ 5 phần đến 10 phần khối lượng metanol hoặc etanol vào 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha lỏng được sản xuất trên đây và gia nhiệt đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C trong khoảng thời gian từ 10 phút đến 30 phút.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Vì thủy tinh lỏng sản xuất theo phương pháp của sáng chế được sản xuất bằng cách phản ứng vỏ trấu, đây là một phụ phẩm nông nghiệp, làm nguyên liệu chính ở nhiệt độ thấp, chi phí nguyên liệu thô và sự tiêu thụ năng lượng thấp hơn so với các quy trình sản xuất thủy tinh lỏng truyền thống sử dụng cát làm nguyên liệu thô, do đó chi phí sản xuất có thể được giảm xuống.

Ngoài ra, thủy tinh lỏng đã sản xuất có chất lượng tuyệt vời và hàm lượng thành phần vô định hình cao do có hàm lượng silic đioxit cao hơn so với hàm lượng natri oxit và do đó có ưu điểm là có phạm vi ứng dụng rộng rãi.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế bao gồm quy trình sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn bằng cách phản ứng natri cacbonat với vỏ trấu hoặc tro trấu ở nhiệt độ đốt vỏ trấu và quy trình sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng bằng phản ứng thủy nhiệt thủy tinh lỏng pha rắn.

Nói chung, khi sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn, natri silicat được tổng hợp bằng cách làm nóng chảy hỗn hợp cát đã nghiền và natri cacbonat/natri hydroxit, vì việc làm nóng chảy cát đòi hỏi phải nung nóng ở nhiệt độ cao nằm trong khoảng từ 1300°C đến 1500°C, tiêu thụ rất nhiều năng lượng, tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit (tỷ lệ mol của silic đioxit so với natri oxit) được giảm xuống, và tỷ lệ thành phần tinh thể trong natri silicat tổng hợp được tăng lên.

Khi giảm tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit, độ kiềm của natri silicat tăng lên. Do đó, khi sử dụng natri silicat làm nguyên liệu thô cho các sản phẩm, vì nó thường yêu cầu quy trình trung hòa bằng dung dịch axit nên nó có nhược điểm là sử dụng nhiều dung dịch axit, và vì natri silicat tinh thể có sự liên kết ổn định và mạnh nên một vấn đề ở chỗ một phần của phần kết tinh vẫn là thành phần không phân hủy khi nó được hóa lỏng thành dung dịch nước. Do đó, khi xử lý natri silicat làm nguyên liệu thô, natri silicat có

hàm lượng thành phần vô định hình cao sẽ có lợi hơn so với natri silicat có hàm lượng thành phần tinh thể cao về khả năng xử lý.

Do đó, theo sáng chế này, thủy tinh lỏng vô định hình có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit cao được sản xuất để tạo ra thủy tinh lỏng có thể ứng dụng rộng rãi cho các lĩnh vực khác nhau.

Theo sáng chế này, thủy tinh lỏng được sản xuất bằng cách sử dụng silic đioxit có trong vỏ trấu thay vì cát được sử dụng theo truyền thống, và đầu tiên, hỗn hợp vỏ trấu hoặc tro trấu và natri cacbonat được đốt cháy ở nhiệt độ tương đối thấp so với phương pháp truyền thống để sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn.

Vỏ trấu là một phụ phẩm của quy trình xay xát gạo, thường chiếm khoảng 20% khối lượng gạo, mặc dù tỷ lệ này có thể thay đổi tùy thuộc vào loại gạo, vùng canh tác, khí hậu, phương pháp canh tác và những yếu tố tương tự. Vỏ trấu có chứa silicon dioxide, và như kết quả của việc đo hàm lượng silic đioxit trong vỏ trấu bằng phương pháp phân tích công cụ như phương pháp nhiễu xạ tia X (XRD), phương pháp huỳnh quang tia X (XRF) hoặc phương pháp quang phổ tia X phân tán năng lượng (EDS) và phương pháp phân tích ướt như phương pháp chiết xuất kiềm, vỏ trấu thường chứa trong khoảng từ 15% đến 20% khối lượng silic đioxit so với tổng khối lượng nó, và tro trấu thu được bằng cách đốt vỏ trấu chứa trong khoảng từ 65% đến 90% khối lượng silic đioxit.

Theo sáng chế, vỏ trấu có thể được phản ứng với natri cacbonat để sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn, hoặc tro trấu được điều chế bằng cách đốt vỏ trấu có thể được phản ứng với natri cacbonat để sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn, và khi vật liệu có thể cháy trong vỏ trấu được đốt ở nhiệt độ khoảng 650°C, đây là nhiệt độ đốt vỏ trấu, silic đioxit và natri cacbonat còn lại phản ứng để tạo ra thủy tinh lỏng pha rắn.

Khi sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu ban đầu, natri cacbonat và trấu được trộn theo tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 1:8 đến 15 (natri cacbonat:vỏ trấu), và khi sử dụng tro trấu làm nguyên liệu ban đầu, natri cacbonat và tro trấu được trộn sao cho tỷ lệ mol quy đổi theo natri oxit và silic đioxit nằm trong khoảng từ 1:3 đến 4 (natri oxit:silic đioxit), và hỗn hợp natri cacbonat và trấu hoặc hỗn hợp natri cacbonat và tro trấu được phản ứng ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C trong khoảng thời gian từ 0,5 giờ đến 3,0 giờ.

Tro trấu thu được bằng cách đốt vỏ trấu là vật liệu xốp, có tỷ trọng thấp và diện tích bề mặt riêng lớn. Silic đioxit chứa trong tro trấu có cấu trúc mạng lưới vì vậy khả năng phản ứng tương đối cao, và do đó, silic đioxit có trong tro vỏ trấu hoặc tro trấu phản ứng với natri cacbonat ở nhiệt độ phản ứng đã mô tả trên đây để tạo ra thủy tinh lỏng pha rắn.

Natri cacbonat bắt đầu phân hủy và giải phóng khí cacbon đioxit ở nhiệt độ 400°C và phản ứng với silic đioxit trong vỏ trấu hoặc tro trấu ở nhiệt độ khoảng 650°C , đây là nhiệt độ đốt vỏ trấu để tạo thành thủy tinh lỏng pha rắn có công thức phân tử $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$. Ở nhiệt độ dưới 650°C có thể có vấn đề là phản ứng tiến hành không đủ, và ở nhiệt độ hơn 800°C có thể có vấn đề là silic đioxit kết tinh được tạo thành.

Natri cacbonat có mặt như là vật liệu khan và hydrat. Vật liệu khan là bột hút ẩm cao, vì vậy khi được duy trì trong không khí, nó sẽ hấp thụ hơi ẩm trong không khí và có mặt như là hydrat, và khi natri cacbonat hydrat được nung nóng, tất cả nước được chứa dưới dạng nước tinh thể được bay hơi và loại bỏ ở nhiệt độ 100°C .

Khi nhiệt độ được tăng liên tục, khí cacbon đioxit được thải ra ở nhiệt độ khoảng 400°C , để lại natri oxit. Vì natri oxit có đặc tính liên kết với nước để tạo ra natri hiđroxit, khi nước bốc hơi từ natri cacbonat hydrat không được loại bỏ một cách đủ ra khỏi thiết bị gia nhiệt, natri hiđroxit có thể được tạo ra trong phản ứng thủy tinh lỏng pha rắn.

Phản ứng phụ này ảnh hưởng xấu đến phản ứng đồng nhất giữa natri cacbonat và vỏ (tro) trấu và làm giảm độ tinh khiết của silic đioxit vô định hình và tỷ lệ mol silic đioxit/natri ôxít trong thủy tinh lỏng pha rắn, vì vậy cần thiết loại bỏ đủ nước được tạo ra trong phản ứng tạo thủy tinh lỏng pha rắn.

Vì vậy, khi sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn tốt hơn là trộn natri cacbonat và vỏ (tro) trấu và tăng nhiệt độ nằm trong khoảng từ 450°C đến 600°C với thiết bị gia nhiệt mở ra bên ngoài và sau đó đóng thiết bị làm nóng từ bên ngoài và tăng nhiệt độ đến nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C .

Khi nhiệt độ được tăng lên nằm trong khoảng từ 450°C đến 600°C với thiết bị gia nhiệt mở ra bên ngoài, đầu tiên, hơi ẩm trong natri cacbonat được bay hơi ở nhiệt độ khoảng 100°C và được xả/loại bỏ ra khỏi hệ thống và sau đó khí cacbon đioxit được thải ra/loại bỏ khỏi hệ thống ở nhiệt độ khoảng 400°C . Sau đó, nhiệt độ được tăng lên với thiết bị gia nhiệt được đóng lại, do đó tổn thất nhiệt được giảm.

Như một phương pháp khác, nhiệt độ có thể được tăng lên đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 450°C đến 600°C trong khi việc thông gió nitơ với thiết bị gia nhiệt được đóng lại, và sau đó việc thông gió nitơ có thể được chặn cho đến nhiệt độ phản ứng để có thể ngăn chặn sự mất nhiệt. Natri oxit có hại cho cơ thể con người và có nguy cơ gây cháy hoặc nổ, nhưng vì nitơ được nạp đầy trong hệ thống kín nên có thể ngăn ngừa được rủi ro.

Vì thủy tinh lỏng pha rắn đã mô tả trên đây chứa cacbon không phản ứng được tạo ra do quy trình cacbon hóa các vật liệu hữu cơ chứa trong vỏ trấu nên thủy tinh lỏng pha rắn được phản ứng thủy nhiệt để giảm hàm lượng cacbon chưa phản ứng để tạo ra thủy tinh lỏng pha lỏng với độ tinh khiết tăng lên. Trộn trong khoảng từ 120 phần đến 500 phần khối lượng nước với 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha rắn, và phản ứng thủy nhiệt được thực hiện trong khoảng thời gian từ 50 phút đến 100 phút ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C và áp suất nằm trong khoảng từ 5 bar đến 25 bar.

Phản ứng thủy nhiệt có thể được thực hiện bằng cách làm nguội thủy tinh lỏng pha rắn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C về nhiệt độ phòng, trộn với nước và phản ứng dưới áp suất bằng cách tăng nhiệt độ đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C, hoặc có thể được thực hiện bằng cách bổ sung thủy tinh lỏng pha rắn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C vào nước ở nhiệt độ phòng và, khi thủy tinh lỏng pha rắn được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C, phản ứng dưới áp suất.

Theo sáng chế này, vì phản ứng tạo thủy tinh lỏng pha rắn được thực hiện ở nhiệt độ 800°C trở xuống nên sự hình thành pha tinh thể bị triệt tiêu và do đó có thể thu được hầu hết silic đioxit vô định hình, nhưng silic đioxit tinh thể có thể hình thành một phần.

Khi thủy tinh lỏng pha rắn được làm nguội tự nhiên xuống nhiệt độ phòng, vì nhiệt độ của thủy tinh lỏng pha rắn dần dần được hạ xuống, các nguyên tử cấu thành của nó được sắp xếp đều đặn dẫn đến sự tăng lên về hàm lượng tinh thể. Để ngăn chặn điều này, thủy tinh lỏng pha rắn có thể được làm nguội một cách nhanh chóng, nhưng trong trường hợp này, mặc dù sự hình thành của pha tinh thể bị ngăn chặn do các nguyên tử cấu thành được sắp xếp không đều, năng lượng sẽ bị tiêu thụ do việc làm nguội nhanh và yêu cầu tăng nhiệt độ thủy tinh lỏng pha rắn ở nhiệt độ phòng trở lại nhiệt độ phản ứng thủy nhiệt.

Vì vậy, trong bước chuẩn bị cho phản ứng thủy nhiệt, tốt nhất là làm nguội thủy tinh lỏng pha rắn ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C bằng cách cho thủy tinh lỏng này vào nước. Khi thủy tinh lỏng pha rắn nóng được trộn với nước ở nhiệt độ phòng, vì nhiệt độ của thủy tinh lỏng pha rắn được hạ xuống một cách nhanh chóng, tính ổn định tuần hoàn của trạng thái sắp xếp nguyên tử bị mất, và do đó, tính không ổn định tăng lên, sự hình thành pha tinh thể bị triệt tiêu, năng lượng riêng cho phản ứng thủy nhiệt là không cần thiết, và thời gian chuẩn bị cho phản ứng thủy nhiệt có thể được rút ngắn.

Thủy tinh lỏng pha lỏng đã tạo ra như mô tả trên đây ở trạng thái đặc giống như cháo đặc và khi nước bay hơi trong phản ứng thủy nhiệt, tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit của thủy tinh lỏng, độ tinh khiết của thủy tinh lỏng, nồng độ của dung dịch, và các yếu tố tương tự thay đổi dần dần, và theo đó, cấu trúc của natri silicat được tạo ra ở giai đoạn ban đầu và ở giai đoạn sau có thể khác nhau, và kết quả là, có khả năng thành phần của thủy tinh lỏng không đồng nhất và thủy tinh lỏng thể được hình thành một phần.

Do đó, tốt hơn là loại bỏ các thành phần tinh thể trong thủy tinh lỏng pha lỏng hoặc chuyển đổi chúng thành các thành phần vô định hình, và vì vậy, thủy tinh lỏng pha lỏng đã sản xuất được trộn với natri hydroxit và rượu để tạo ra tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit đồng nhất trong toàn bộ thủy tinh lỏng pha lỏng và sau đó được nung nóng để loại bỏ cồn.

Phương pháp đã mô tả trên đây áp dụng phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng ướt và phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng theo sáng chế áp dụng phương pháp khô. Vì thủy tinh lỏng pha lỏng được sản xuất bằng cách áp dụng phương pháp khô và sau đó độ tinh khiết vô định hình của thủy tinh lỏng pha lỏng được cải thiện bằng cách áp dụng phương pháp ướt nên khả năng xử lý và khả năng ứng dụng của thủy tinh lỏng pha lỏng có thể được cải thiện.

Lượng trộn của natri hydroxit và etanol đã mô tả trên đây không giới hạn cụ thể, nhưng vì phương pháp ướt có xu hướng làm giảm tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit, để duy trì tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit cao của thủy tinh lỏng pha lỏng, tốt hơn là giảm thiểu lượng trộn natri hydroxit, và thích hợp để bổ sung trong khoảng từ 1 phần đến 5 phần khối lượng natri hydroxit vào 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha lỏng.

Vì lượng natri hydroxit bổ sung được dựa trên độ tinh khiết 100%, khi độ tinh

khiết thấp hơn, cần thiết phải tăng lượng bổ sung để bù cho độ tinh khiết thấp, và khi độ tinh khiết thấp, hàm lượng nước tăng lên, điều này ảnh hưởng đến nồng độ của thủy tinh lỏng pha lỏng, vì vậy tốt hơn là sử dụng natri hydroxit có độ tinh khiết cao nằm trong khoảng từ 90% đến 98%.

Vì thành phần của thủy tinh lỏng pha lỏng có thể được duy trì không đổi chỉ khi hàm lượng nước ban đầu của thủy tinh lỏng pha lỏng được duy trì ngay cả khi rượu được loại bỏ bằng cách đun nóng, tốt hơn là sử dụng metanol hoặc etanol sôi ở nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ sôi của nước như rượu và thực hiện đun đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C, nhiệt độ thấp hơn nhiệt độ sôi của nước (100°C) và cao hơn nhiệt độ sôi của metanol hoặc etanol, và tốt hơn là bổ sung trong khoảng từ 5 phần đến 10 phần khối lượng rượu vào 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha lỏng và đun trong khoảng thời gian từ 10 phút đến 30 phút để tất cả rượu có thể được loại bỏ bằng cách đun nóng.

Tuy nhiên, sẽ hiệu quả để thực hiện phương pháp ướm ở nhiệt độ 100°C trở lên dưới áp suất, vì vậy thay vì việc xử lý sau thủy tinh lỏng pha lỏng được sản xuất như mô tả trên đây bằng natri hydroxit và etanol, thủy tinh lỏng pha lỏng có thể được sản xuất bằng cách bổ sung natri hydroxit và etanol trong khi phản ứng thủy nhiệt, và sự chuyển pha tinh thể thành pha vô định hình được xúc tiến ở các điều kiện nhiệt độ và áp suất của phản ứng thủy nhiệt.

Đó là, phương pháp xử lý sau thủy tinh lỏng pha lỏng được sản xuất chỉ chuyển đổi một cách ổn định thành phần tinh thể của thủy tinh lỏng thành thành phần vô định hình và do đó có ưu điểm cải thiện độ tinh khiết vô định hình của thủy tinh lỏng pha lỏng, nhưng phương pháp này có nhược điểm là đòi hỏi thêm chi phí và thời gian cho việc xử lý sau, và phương pháp bổ sung natri hydroxit và etanol trong khi phản ứng thủy nhiệt có ưu điểm cải thiện độ tinh khiết vô định hình của thủy tinh lỏng pha lỏng mà không cần thêm thời gian, nhưng vì các điều kiện phản ứng thủy nhiệt là khác nhau nên có nhược điểm là tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit của thủy tinh lỏng pha lỏng được sản xuất ít nhất là thấp hơn một chút.

Thủy tinh lỏng được sản xuất như mô tả trên đây thường phải trải qua các quy trình xử lý sau bao gồm quy trình tách chất lỏng-rắn sử dụng máy ép lọc hoặc máy tương tự và quy trình rửa tiếp theo để loại bỏ các thành phần cacbon ra khỏi chất lỏng.

Vì phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng theo sáng chế sản xuất thủy tinh lỏng sử

dụng vỏ trấu, một phụ phẩm nông nghiệp, làm nguyên liệu ban đầu, so với quy trình sản xuất thủy tinh lỏng dựa trên phương pháp khô truyền thống sử dụng cát làm nguyên liệu thô, chi phí nguyên liệu thô thấp, và vì vỏ trấu/tro trấu và natri cacbonat được phản ứng ở nhiệt độ thấp nên tiêu thụ năng lượng thấp và quy trình đơn giản, do đó chi phí sản xuất thủy tinh lỏng có thể được giảm.

Ngoài ra, thủy tinh lỏng được sản xuất ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) chứa trong khoảng từ 2,5 mol đến 4,0 mol silic đioxit (SiO_2) trên một mol natri oxit (Na_2O) và do đó có tỷ lệ hàm lượng silic đioxit/natri oxit cao và độ ổn định tuyệt vời, và do đó, có ưu điểm là có chất lượng tuyệt vời và phạm vi ứng dụng rộng rãi so với thủy tinh lỏng được sản xuất theo quy trình dựa trên phương pháp ướt truyền thống.

Mặc dù thủy tinh lỏng được sản xuất sử dụng vỏ trấu, đây là lớp vỏ bên ngoài của gạo, làm nguyên liệu chính theo sáng chế, nhưng cũng có thể sản xuất thủy tinh lỏng theo cách tương tự như trên sử dụng vỏ ngoài của các loại cây ngũ cốc như lúa mạch, lúa mì, kê, yến mạch thay cho vỏ trấu.

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn thông qua các Ví dụ sau.

Tuy nhiên, các Ví dụ sau đây chỉ là minh họa cho sáng chế và sáng chế này không giới hạn ở các Ví dụ sau và nó sẽ rõ ràng đối với những người có hiểu biết trung bình về lĩnh vực kỹ thuật tương ứng mà sáng chế đề cập rằng các ví dụ có thể được thay thế và được thay đổi thành các phương án thực hiện tương đương khác mà không tách rời khỏi tinh thần kỹ thuật của sáng chế.

<Ví dụ 1>

Vỏ trấu, đây là một phụ phẩm của quá trình xay xát gạo, được tạo ra với lượng lớn ở vùng đồng bằng sông Cửu Long của Việt Nam được thu gom và sấy khô, 4500 g vỏ trấu khô và 460 g natri cacbonat được trộn và được phản ứng ở nhiệt độ 650°C trong 150 phút để thu được 1230 g thủy tinh lỏng pha rắn, và thủy tinh lỏng pha rắn được cho vào nồi hấp cùng với 2000 g nước tinh khiết và được phản ứng thủy nhiệt trong một giờ ở nhiệt độ 150°C và áp suất 15 bar, và theo cách đó thu được thủy tinh lỏng pha lỏng có tỉ lệ mol silic đioxit/natri oxit là 2,78.

<Ví dụ 2>

4800 g vỏ trấu khô của Ví dụ 1 và 400 g natri cacbonat được trộn và được phản

ứng trong 150 phút ở nhiệt độ 750°C để thu được 1220 g thủy tinh lỏng pha rắn, và sau đó thủy tinh lỏng pha rắn được đưa vào nồi hấp cùng với 2000 g nước tinh khiết và được phản ứng thủy nhiệt trong một giờ ở nhiệt độ 150°C và áp suất 15 bar, và theo cách đó thu được thủy tinh lỏng pha lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit là 3,35.

<Ví dụ 3>

4650 g vỏ trấu khô của ví dụ 1 và 440 g natri cacbonat được trộn và được phản ứng trong 90 phút ở nhiệt độ 700°C để thu được 1230 g thủy tinh lỏng pha rắn, và sau đó thủy tinh lỏng pha rắn được đưa vào nồi hấp cùng với 2000 g nước tinh khiết và được phản ứng thủy nhiệt trong một giờ ở nhiệt độ 150°C và áp suất 15 bar, và theo cách đó thu được thủy tinh lỏng pha lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit là 3,00.

<Ví dụ 4>

Vỏ trấu khô của Ví dụ 1 được đốt đồng đều mà không tăng nhiệt độ nhanh để thu được tro trấu có hàm lượng silic đioxit là 85% khối lượng. 900 g tro trấu được trộn với 440 g natri cacbonat và được phản ứng ở nhiệt độ 650°C trong 90 phút để thu được 1200 g thủy tinh lỏng pha rắn. Thủy tinh lỏng pha rắn được đưa vào nồi hấp cùng với 2000 g nước tinh khiết và được phản ứng thủy nhiệt ở nhiệt độ 150°C và áp suất 15 bar trong một giờ, và theo cách đó thu được thủy tinh lỏng pha lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit là 3,39.

<Ví dụ 5>

Vỏ trấu khô của Ví dụ 1 được đốt cháy đồng đều mà không tăng nhiệt độ nhanh để thu được tro trấu có hàm lượng silic đioxit là 80% khối lượng. 930 g tro trấu được trộn với 440 g natri cacbonat và được phản ứng ở nhiệt độ 700°C trong 60 phút để thu được 1180 g thủy tinh lỏng pha rắn. Thủy tinh lỏng pha rắn được đưa vào nồi hấp cùng với 2000 g nước tinh khiết và được phản ứng thủy nhiệt ở nhiệt độ 150°C và áp suất 15 bar trong một giờ, và do đó thu được thủy tinh lỏng pha lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit là 2,90.

<Ví dụ 6>

Vỏ trấu khô của ví dụ 1 được đốt cháy đồng đều trong suốt mà không cần tăng nhiệt độ nhanh để thu được tro trấu có hàm lượng silic đioxit là 90% khối lượng. 820 g tro trấu được trộn với 460 g natri cacbonat và được phản ứng ở nhiệt độ 700°C trong 90

phút để thu được 1200 g thủy tinh lỏng pha rắn. Thủy tinh lỏng pha rắn được đưa vào nồi hấp cùng với 2000 g nước tinh khiết và được phản ứng thủy nhiệt ở nhiệt độ 150°C và áp suất 15 bar trong một giờ, và theo cách đó thu được thủy tinh lỏng pha lỏng có tỷ lệ mol silic đioxit/natri oxit là 2,80.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp sản xuất thủy tinh lỏng sử dụng vỏ trấu hoặc tro trấu, phương pháp bao gồm các bước:

chuẩn bị hỗn hợp bằng cách trộn natri cacbonat rắn và vỏ trấu theo tỷ lệ khối lượng nằm trong khoảng từ 1:8 đến 15 hoặc bằng cách trộn natri cacbonat rắn và tro trấu để tỷ lệ mol quy đổi về natri oxit và silic đioxit nằm trong khoảng từ 1:3 đến 4;

sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn nhờ phản ứng đốt cháy hỗn hợp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C trong khoảng thời gian từ 0,5 giờ đến 3,0 giờ; và

sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng bằng cách trộn 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha rắn với khoảng từ 120 phần khối lượng đến 500 phần khối lượng nước và phản ứng thủy nhiệt nó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C và áp suất nằm trong khoảng từ 5 bar đến 25 bar trong khoảng thời gian từ 50 phút đến 100 phút.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó, trong bước sản xuất thủy tinh lỏng pha rắn, nhiệt độ được tăng lên nằm trong khoảng từ 450°C đến 600°C trong khi cho phép không khí bên ngoài đi qua hỗn hợp và sau đó nhiệt độ được tăng lên đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C trong khi vẫn giữ hỗn hợp cách ly với bên ngoài.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó, trong bước sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng, thủy tinh lỏng pha rắn có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 650°C đến 800°C được bổ sung vào nước, và sau đó, khi thủy tinh lỏng pha rắn được làm nguội xuống nhiệt độ nằm trong khoảng từ 120°C đến 250°C, phản ứng thủy nhiệt được thực hiện dưới áp suất.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó trong khoảng từ 1 phần khối lượng đến 5 phần khối lượng natri hydroxit và trong khoảng từ 5 phần khối lượng đến 10 phần khối lượng metanol hoặc etanol được bổ sung vào 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha lỏng đã sản xuất và đun nóng đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80°C đến 90°C trong khoảng thời gian từ 10 phút đến 30 phút.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó, trong bước sản xuất thủy tinh lỏng pha lỏng, phản ứng thủy nhiệt được thực hiện bằng cách bổ sung thêm trong khoảng từ 1 phần khối lượng đến 5 phần khối lượng natri hydroxit và trong khoảng từ 5 phần khối lượng đến 10 phần khối lượng metanol hoặc etanol dựa trên 100 phần khối lượng thủy tinh lỏng pha rắn.