



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0052437

(51)^{2020.01} B82B 3/00; C01B 32/00; B82Y 30/00

(13) B

(21) 1-2021-06209

(22) 05/10/2021

(45) 27/10/2025 451

(43) 25/04/2023 421A

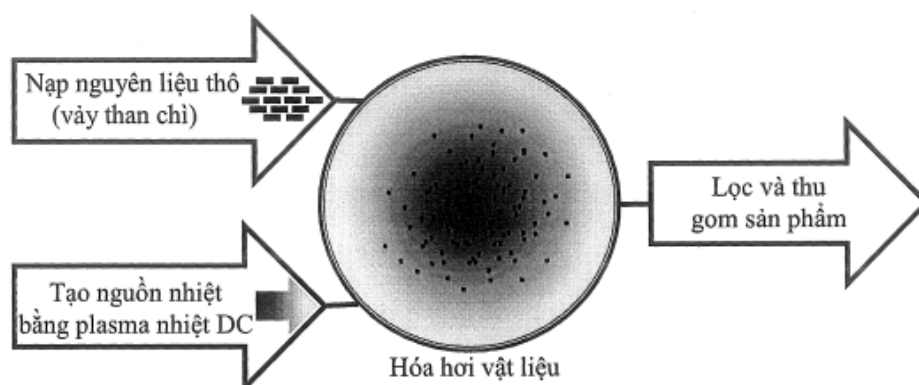
(73) Viện Khoa học Vật liệu, Viện Hàn Lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam (VN)
18 Hoàng Quốc Việt, Cầu Giấy, Hà Nội

(72) Nguyễn Thanh Tùng (VN); Lê Đức Bảo Phúc (VN); Bùi Hùng Thắng (VN); Trần Văn Huỳnh (VN); Lê Thị Hồng Hiệp (VN); Lê Đức Dương (VN).

(54) QUY TRÌNH CHẾ TẠO VẬT LIỆU NANO CÁC BON HÌNH CẦU KÍCH THUỐC DƯỚI 100 NM TỪ VỎY THAN CHÌ BẰNG PHƯƠNG PHÁP PLASMA NHIỆT MỘT CHIỀU

(21) 1-2021-06209

(57) Sáng chế đề xuất quy trình chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì bằng phương pháp plasma nhiệt một chiều (DC) bao gồm bốn bước sau: i) cung cấp nguyên liệu thô cho quá trình chế tạo: nguyên liệu thô là bột vảy than chì với kích thước nhỏ hơn 1 mm; lưu lượng cung cấp trong khoảng từ 2 g/phút đến 5 g/phút; (ii) tạo nguồn nhiệt bằng công nghệ plasma một chiều (DC): plasma nhiệt được tạo từ bộ ba đầu phát plasma nhiệt một chiều, công suất từ 12 kW đến ~100 kW; sử dụng khí ni tơ để tạo môi trường ion hóa; hệ thống được làm mát bởi nước làm mát tuần hoàn có nhiệt độ ổn định 15 độ C đến 20 độ C; iii) hóa hơi vật liệu vảy than chì trong lò phản ứng; iv) lọc và thu gom sản phẩm nano các bon. Quy trình này giúp chế tạo được vật liệu nano các bon hình cầu có kích thước nhỏ hơn 100 nm với độ đồng đều cao, sản lượng lớn, hiệu suất cao, tiết kiệm thời gian, chi phí, đặc biệt không sử dụng hóa chất, thân thiện với môi trường.



Hình 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì (graphite) bằng phương pháp plasma nhiệt một chiều (direct current - DC), nhằm hạn chế sử dụng hóa chất, đồng thời có thể chế tạo được vật liệu nano các bon với số lượng lớn, chất lượng đồng đều.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Hiện nay, các vật liệu các bon cấu trúc nano (fuloren, graphen, ống nano các bon, bột nano các bon) đang đóng vai trò quan trọng trong khoa học và kỹ thuật do chúng sở hữu những tính chất đặc biệt như: độ dẫn điện cao, độ cứng lớn, khối lượng riêng thấp, độ bền cơ học cao, độ dẻo cao... Fuloren C₆₀ là cấu trúc nano các bon không chiều (0D), thường có dạng hình cầu, đã được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực như: chế tạo thiết bị quang điện, cảm quang, pin mặt trời, chế tạo thuốc kháng sinh để diệt khuẩn, phá hủy một số tế bào ung thư ... Ống nano các bon (carbon nanotubes) là một dạng thù hình của các bon với cấu trúc tinh thể một chiều (1D), được dùng để chế tạo pin mặt trời, siêu tụ điện, transistor, ... Graphen là một mặt phẳng đơn lớp bao gồm nguyên tử các bon được sắp xếp chặt chẽ trong mạng tinh thể hai chiều (2D), với nhiều tính chất thú vị (cơ, nhiệt, điện), được ứng dụng nhiều trong y sinh. Đặc biệt, bột nano các bon (carbon nanopowder) gồm những hạt các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm là một loại vật liệu tiên tiến có nhiều tính chất đặc biệt như độ dẫn cao, khối lượng riêng thấp, độ bền cơ học cao, độ dẻo cao và có giá trị kinh tế cao (khoảng 380 USD cho 25g bột nano các bon, Sigma Aldrich) do khả năng ứng dụng của bột nano các bon rộng khắp trong nhiều lĩnh vực từ công nghiệp vật liệu, điện tử, y tế, nông nghiệp, năng lượng và quân sự.

Bột nano các bon đã và đang được tổng hợp bằng những phương pháp hóa lý truyền thống như: hóa hơi lắng đọng, các bon hóa thủy nhiệt, oxy hóa muối nén, điện hóa hỗ trợ kiềm, nghiền bi, đốt chất than chì bằng laser, nhiệt phân dựa trên vi sóng, Các phương pháp này hoặc sử dụng nhiều hóa chất, hoặc quy mô sản xuất nhỏ lẻ, giá thành cao nên nhiều ứng dụng thực tiễn bị hạn chế. Cụ thể: các phương pháp thủy nhiệt, sol-gel và đông kết tủa (gọi chung là phương pháp hóa ướt), sử dụng các dung dịch chứa ion khác nhau, trộn với nhau

theo một tỉ lệ thích hợp. Do tác động của nhiệt độ, áp suất, môi trường pH, ... các vật liệu nano các bon được kết tủa từ dung dịch. Bằng các quá trình lọc, sấy khô, thu được vật liệu nano các bon. Ưu điểm của các phương pháp hóa ướt là chi phí không cao nhưng nhược điểm là phải sử dụng các hóa chất, hiệu suất không cao và sản phẩm không đồng nhất. Phương pháp nghiền bi cơ học, vật liệu các bon ở dạng bột được nghiền đến kích thước nhỏ bằng các máy nghiền quay hay máy nghiền kiểu hành tinh. Phương pháp nghiền bi cơ học có ưu điểm là dụng cụ chế tạo đơn giản, chi phí thấp và có thể tạo một lượng lớn vật liệu. Tuy nhiên nhược điểm của phương pháp này là các hạt bị kết tụ với nhau, kích thước các hạt không đồng nhất, sản phẩm dễ bị nhiễm bẩn từ các dụng cụ chế tạo và khó có thể đạt được các hạt có kích thước nhỏ. Phương pháp đốt laser là một phương pháp hình thành vật liệu nano các bon từ pha khí có ưu điểm là phương pháp đơn giản nhưng có nhược điểm là hiệu suất thấp nên chỉ giới hạn quy mô trong phòng thí nghiệm.

Gần đây, tại các nước phát triển (Anh, Mỹ, Đức, Hàn Quốc, Nhật Bản, Úc, ...), công nghệ plasma (nhiệt và lạnh) đã và đang được tập trung nghiên cứu và ứng dụng trong nhiều lĩnh vực của đời sống như: công nghệ vật liệu, y tế, chế biến thực phẩm, xử lý ô nhiễm môi trường, năng lượng nhiệt hạch và các ứng dụng trong quốc phòng. Trong đó, công nghệ plasma nhiệt có khả năng ứng dụng trong việc tổng hợp các vật liệu hạt nano kim loại và phi kim. Tuy nhiên, các nghiên cứu trong nước hiện nay mới chủ yếu tập trung vào công nghệ plasma lạnh, còn lĩnh vực ứng dụng plasma nhiệt để chế tạo vật liệu nano vẫn chưa được khai thác tương xứng với tiềm năng và tầm quan trọng của công nghệ này. Phương pháp chế tạo vật liệu nano bằng plasma nhiệt là một trong những phương pháp tổ hợp vật liệu nano từ pha khí, vật liệu được đốt cháy và hóa hơi ở nhiệt độ rất cao, sau đó được lắng đọng và thu được các hạt kích thước nano mét. Đây là phương pháp đơn giản, không sử dụng hóa chất, có thể tạo được các hạt nano với kích thước nhỏ, độ đồng đều cao. Phương pháp này phù hợp với chế tạo vật liệu nano vô cơ trong đó có các bon. Sử dụng công nghệ plasma nhiệt có thể chế tạo bột nano các bon với số lượng lớn, đồng thời vẫn đảm bảo độ đồng đều, chất lượng cao. Do đó chế tạo vật liệu bột nano các bon bằng phương pháp plasma nhiệt một chiều sẽ tiết kiệm thời gian và chi phí sản xuất, hạ giá thành sản phẩm, mang lại lợi ích kinh tế, đặc biệt là không sử dụng hóa chất gây ô nhiễm môi trường như các phương pháp hóa lí truyền thống.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Bản chất kỹ thuật của sáng chế là sử dụng công nghệ plasma nhiệt một chiều (DC) tạo ra nguồn nhiệt lớn (~3.400 độ C, là nhiệt độ hóa hơi của than chì) làm hóa hơi nguyên liệu thô đầu vào (vảy than chì) thành các nguyên tử, phân tử các bon dạng khí và điều khiển quá trình lắng đọng, lọc lựa để thu được các hạt nano các bon kích thước dưới 100 nm. Sơ đồ quy trình chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì được thể hiện trên Hình 1. Quy trình này bao gồm bốn bước chính như sau:

(i) Cung cấp nguyên liệu thô cho quá trình chế tạo:

Để chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm bằng phương pháp plasma nhiệt DC, nguyên liệu đầu vào được lựa chọn phù hợp là than chì ở dạng các mảnh vảy kích thước nhỏ hơn 1 mm (được gọi là nguyên liệu thô). Nguyên liệu thô này được đưa vào lò phản ứng một cách liên tục với tốc độ không đổi thông qua một phễu gắn với một máy rung. Nhờ quá trình rung kết hợp với sử dụng dòng khí mang, nguyên liệu thô đi theo một đường ống, được vận chuyển tới lò phản ứng, nơi có vùng plasma nhiệt độ cao. Tốc độ lượng nguyên liệu thô cung cấp phụ thuộc vào các yếu tố sau: công suất của nguồn plasma, kích thước và độ đồng đều của các hạt nano các bon mong muốn. Tốc độ lượng nguyên liệu thô cung cấp được điều khiển thông qua tần số rung và cường độ rung. Để chế tạo hạt nano các bon với kích thước nhỏ hơn 100 nm, công suất từ 12 kW đến ~100 kW thì tốc độ cung cấp lượng nguyên liệu thô tương ứng từ 2 g/phút đến 5 g/phút.

(ii) Tạo nguồn nhiệt bằng công nghệ plasma nhiệt DC:

Để có thể hóa hơi được than chì, nguồn nhiệt được tạo bằng công nghệ plasma nhiệt DC với ba đầu phát plasma DC hoạt động độc lập. Nhiệt độ của nguồn nhiệt tạo được có thể đạt đến 3.400 độ C (nhiệt độ có thể hóa hơi được than chì). Để ba đầu phát plasma DC hoạt động đồng thời cần cung cấp nguồn điện với công suất lớn, do đó nguồn điện sử dụng là nguồn điện ba pha có điện áp đầu vào 380 V và tần số 50/60 Hz. Các đầu phát plasma nhiệt là plasma DC nên không thể sử dụng trực tiếp nguồn điện ba pha xoay chiều mà cần có bộ nguồn chuyển đổi thành dòng điện một chiều. Từ đầu vào là dòng điện xoay chiều ba pha, thông qua bộ nguồn, đầu ra là dòng điện một chiều với hiệu điện thế có thể tùy chỉnh từ 100 V đến 210 V và dòng điện từ 40 A đến 150 A. Dòng điện đầu ra này được cấp vào các cực của đầu phát plasma DC. Do đó công suất tổng cộng của ba đầu phát plasma DC có thể đạt được từ 12 kW đến ~ 100 kW, công suất này được điều khiển thông qua điện áp và dòng điện

đặt vào đầu phát plasma. Khi nguồn điện được cấp vào các cực của đầu phát plasma kết hợp với dòng khí ni tơ (N_2), xuất hiện hiện tượng phóng điện làm ion hóa khí ni tơ, sản sinh ra nguồn nhiệt lớn, hình thành nên môi trường plasma với nhiệt độ cao. Do công suất hoạt động lớn nên bộ nguồn điện và các đầu phát plasma cần được làm mát liên tục bằng nước làm mát thông qua hệ thống làm mát hoạt động tuần hoàn.

(iii) Hóa hơi vật liệu vảy than chì trong lò phản ứng:

Lò phản ứng là nơi tập trung plasma nhiệt độ cao, được kết nối với phần dưới của ba đầu phát plasma. Dưới tác dụng của nhiệt độ cao, các hạt nguyên liệu thô than chì bị phân hủy nhiệt và hóa hơi, từ đó tạo ra hỗn hợp nguyên tử và phân tử các bon. Các nguyên tử và phân tử này sau khi hình thành tiếp tục rơi xuống dưới do tác dụng của bơm tạo áp suất, các nguyên tử, phân tử bị mất nhiệt dần và kết tụ với nhau thành các hạt cầu kích thước từ một vài nano mét đến vài chục nano mét. Lò phản ứng được cấu tạo từ các ống thép không gỉ kết hợp với lớp lót than chì dày 5 mm bên trong để giữ nhiệt độ plasma đồng đều. Do môi trường plasma có nhiệt độ rất cao, nên thành của lò phản ứng cần được làm mát liên tục bằng nước làm mát. Vì vậy, mặt ngoài ống thép gồm hai lớp, tạo vùng không gian ở giữa để nước làm mát vận chuyển tuần hoàn liên tục qua đây.

(iv) Lọc và thu gom sản phẩm nano các bon:

Các hạt nano được tổng hợp ở lò phản ứng plasma được tách ra: hạt lớn với kích thước hơn 100 nm và các tạp chất rơi xuống đáy lò phản ứng bởi trọng lực, hạt nhỏ nhẹ hơn sẽ bay tiếp dưới tác dụng của bơm tạo áp suất. Các hạt này sẽ được phân lập bằng buồng xoáy ốc (Cyclone) để tiếp tục loại bỏ các hạt nano kích thước lớn. Quãng đường bay trong buồng xoáy ốc càng dài thì hiệu quả lọc càng cao. Sau đó, dưới sức hút của bơm tạo áp suất, các hạt nano các bon nhỏ và đồng đều bay đến buồng thu. Tại đây, các hạt tiếp tục được hấp thụ trên bề mặt của lưới lọc lỗ xốp đường kính 500 nm bên trong buồng lọc, một phần trong số đó va chạm với thành bên trong của buồng lọc khiến chúng mất động năng và rơi xuống buồng thu. Với ba nguồn plasma DC hoạt động ổn định có công suất hóa hơi tổng cộng 60 kW, tốc độ nạp nguyên liệu thô đầu vào khoảng 4-5 g/phút thì thu được khoảng 100 g vật liệu nano các bon kích thước dưới 100 nm sau thời gian 30-40 phút hoạt động.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1. Sơ đồ quy trình chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì.

Hình 2. Đường đi từ nguyên liệu thô đầu vào đến vật liệu nano các bon thu được ở đầu ra.

Hình 3. Ảnh SEM của vật liệu vảy than chì đầu vào.

Hình 4. Ảnh SEM của nano các bon hình cầu được chế tạo bằng phương pháp plasma nhiệt DC.

Mô tả chi tiết sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì bằng phương pháp plasma nhiệt DC. Quy trình này bao gồm bốn bước chính với các thiết bị được chỉ ra ở Hình 2, cụ thể như sau:

Bước 1: Cung cấp nguyên liệu thô cho quá trình chế tạo. Đây là bước đưa nguyên liệu thô dưới dạng các vảy than chì kích thước đường kính nhỏ hơn 1 mm vào lò phản ứng (4) để hóa hơi bằng plasma nhiệt. Bước này được thực hiện thông qua một phễu (1) gắn liền với bộ nạp máy rung (2) kết hợp với dòng khí mang, bột nguyên liệu thô than chì được vận chuyển liên tục với lưu lượng ổn định tới vùng plasma nhiệt độ cao thông qua đường ống dẫn. Lưu lượng nguyên liệu thô cung cấp được điều khiển thông qua tần số rung và lưu lượng dòng khí mang. Để chế tạo hạt nano các bon với kích thước nhỏ hơn 100 nm, công suất từ 12 kW đến ~100 kW thì tốc độ cung cấp lượng nguyên liệu thô tương ứng từ 2 g/phút đến 5 g/phút.

Bước 2: Tạo nguồn nhiệt bằng công nghệ plasma nhiệt DC. Đây là bước tạo ra nguồn nhiệt có nhiệt độ cao, lên tới trên 3.400 độ C (nhiệt độ hóa hơi của than chì) bằng ba đầu phát plasma DC (3) hoạt động độc lập. Ba đầu phát này được cung cấp dòng điện thông qua một bộ nguồn. Đầu vào của bộ nguồn là dòng điện xoay chiều ba pha với điện áp 380V, tần số 50/60 Hz, đầu ra của bộ nguồn là dòng điện một chiều với điện áp từ 100 V đến 210 V, cường độ dòng điện từ 40 A đến 150 A. Công suất tổng cộng của ba đầu phát plasma DC có thể đạt được từ 12 kW đến ~100 kW. Tùy thuộc vào yêu cầu kích thước hạt nano các bon cần chế tạo và công suất vật liệu nano các bon cần chế tạo, công suất của nguồn điện được điều khiển thông qua điện áp và dòng điện đặt vào đầu phát plasma. Để chế tạo được hạt nano các bon có kích thước nhỏ hơn 100 nm, công suất tối thiểu của dòng điện cần cung cấp cho ba đầu phát plasma là 60 kW. Để các đầu phát plasma hoạt động, ngoài cung cấp dòng điện đồng thời cung cấp khí trơ tạo môi trường ion hóa và cấp nước làm mát tuần hoàn. Quy trình này sử dụng khí ni tơ, khi nguồn điện được cấp vào các cực của đầu phát plasma kết hợp với dòng khí ni tơ, xuất hiện hiện tượng phóng điện làm ion hóa khí ni tơ, sản sinh ra nguồn nhiệt lớn hình thành nên môi trường plasma với nhiệt độ cao.

Bước 3: Hóa hơi vật liệu vảy than chì trong lò phản ứng. Lò phản ứng (4) là nơi tập trung plasma nhiệt độ cao, được kết nối với phần dưới của ba đầu phát plasma DC (3). Dưới tác dụng của plasma nhiệt độ cao, các hạt nguyên liệu thô được hóa hơi thành dạng hỗn hợp hơi nguyên tử và phân tử các bon. Các nguyên tử và phân tử này sau khi hình thành tiếp tục rơi xuống do chênh lệch áp suất dưới tác dụng của bơm tạo ra. Hỗn hợp hơi khí nguội dần, các nguyên tử, phân tử kết đám với nhau thành các hạt cầu cỡ từ vài nano mét đến vài chục nano mét. Trong quá trình hoạt động thành lò phản ứng liên tục được làm mát bởi nước làm mát.

Bước 4: Lọc và thu gom sản phẩm nano các bon. Sản phẩm từ lò phản ứng (4) được đưa vào bộ lọc và thu gom sản phẩm, dưới tác dụng của trọng lực và sự chênh lệch áp suất, sản phẩm được phân loại thành hai dạng: các hạt lớn và các tạp chất rơi xuống đáy lò phản ứng (5) bởi trọng lực, các hạt nhỏ nhẹ hơn sẽ tiếp tục di chuyển đến buồng xoáy ốc (6) và buồng lọc (7). Trong buồng xoáy ốc, các hạt nhẹ này sẽ tiếp tục được phân lập để loại bỏ các hạt nano có kích thước lớn (hơn 100 nm). Quãng đường bay trong đường xoáy ốc càng dài thì hiệu quả lọc càng cao. Sau khi qua buồng xoáy ốc, do sự chênh lệch áp suất được tạo ra bởi bơm tạo áp, các hạt nano các bon nhỏ và đồng đều bay đến buồng thu. Trước khi đến buồng thu (8), các hạt tiếp tục được hấp thụ trên bề mặt của lưới lọc lỗ xốp đường kính 500 nm bên trong buồng lọc (7), một phần trong số đó va chạm với thành bên trong của buồng lọc (7) khiến chúng mất động năng và rơi xuống buồng thu (8). Với ba nguồn plasma DC hoạt động ổn định có công suất hóa hơi tổng cộng 60 kW, tốc độ nạp của vật liệu đầu vào khoảng 4-5 g/phút thì thu được khoảng 200 g vật liệu nano các bon kích thước dưới 100 nm sau khoảng 1 giờ hoạt động.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ: Quy trình chế tạo khoảng 100 g bột nano các bon hình cầu kích thước từ 50 nm đến 70 nm từ bột vảy than chì bằng kỹ thuật plasma nhiệt DC.

Quy trình chế tạo bột nano các bon hình cầu kích thước từ 50 nm đến 70 nm từ bột vảy than chì bằng nguồn plasma nhiệt DC được lắp đặt tại Phòng Công nghệ Plasma, Viện Khoa học vật liệu với các bước thực hiện như sau:

Bước 1: Cung cấp nguyên liệu thô cho quá trình chế tạo. Nguyên liệu thô đầu vào là 150 g bột vảy than chì kích thước nhỏ hơn 1 mm. Ảnh SEM (hình ảnh thu được bởi kính hiển vi điện tử quét) của nguyên liệu thô được trình bày trong Hình 3. Bột vảy than chì cần được bảo

quản ở độ ẩm < 40% để có độ toi, xốp, không bị vón cục. Bột vảy than chì được đưa vào phễu gắn liền với bộ nạp máy rung. Nguyên liệu thô kết hợp với dòng khí mang được vận chuyển vào vùng plasma nhiệt độ cao thông qua đường ống dẫn. Để đạt được mục đích chế tạo nano các bon kích thước hạt từ 50 nm đến 75 nm với độ đồng đều cao và hiệu suất hóa hơi đạt trên 90%, nguyên liệu thô được đưa vào lò phản ứng với tốc độ 2 g/phút; lưu lượng nguyên liệu thô 2 g/phút; tần số rung và cường độ rung tương ứng là 60 Hz và 75; lưu lượng dòng khí mang ni tơ được thiết lập 1.2 atm.

Bước 2: Tạo nguồn nhiệt bằng công nghệ plasma DC. Đây là bước tạo ra nguồn nhiệt với nhiệt độ cao, lên tới trên 3.400 độ C bằng ba đầu phát plasma nhiệt DC hoạt động độc lập. Khởi động hệ thống nước làm mát tuần hoàn ở nhiệt độ 15 độ C để làm mát cho bộ nguồn, các đầu phát, toàn bộ lò phản ứng, buồng lọc, buồng thu. Khởi động hệ thống bơm tạo áp suất cho dòng khí di chuyển trong hệ thống lò phản ứng, buồng lọc, buồng thu. Để đạt được mục đích đề ra, cấu hình hoạt động của ba đầu phát plasma được thiết lập đồng nhất như sau: 210 V x 95 A, công suất phát của mỗi đầu khoảng 20 kW. Áp suất khí ni tơ ở đầu phát được thiết lập tối ưu ở 5 bar để đảm bảo duy trì vùng plasma nhiệt đủ dài và ổn định trong lò phản ứng.

Bước 3: Hóa hơi vật liệu vảy than chì trong lò phản ứng. Sau khi hệ phát plasma ổn định (xác định bằng dòng điện ổn định), tiến hành mở chốt chặn để vật liệu thô vảy than chì rơi vào lò phản ứng. Các đầu phát plasma nhiệt DC được phối hợp với các hệ cấp khí và nước làm mát ở tốc độ phù hợp. Lò phản ứng là nơi tập trung plasma nhiệt độ cao, được kết nối với phần dưới của ba đầu phát plasma gây ra sự hóa hơi của các vảy than chì thành các nguyên tử và phân tử các bon. Các nguyên tử và phân tử này sau khi hình thành tiếp tục rơi xuống dưới vùng nhiệt thấp hơn bởi tác dụng của trọng lực và chênh lệch áp suất do bơm gây ra. Các nguyên tử, phân tử nguội dần và kết đám với nhau thành các hạt cầu theo nguyên lý cực tiểu năng lượng bề mặt với kích thước từ vài nano mét đến vài chục nano mét, trong đó phân bố tập trung trong vùng kích thước từ 50 nm đến 75 nm.

Bước 4: Lọc và thu gom sản phẩm nano các bon. Các hạt nano được tổng hợp ở lò phản ứng được đưa vào bộ lọc và thu gom sản phẩm để tách thành hai dòng: hạt lớn và các tạp chất nặng rơi xuống đáy lò phản ứng bởi trọng lực, hạt nhỏ và nhẹ hơn sẽ tiếp tục di chuyển đến buồng xoáy ốc và buồng lọc. Trong buồng xoáy ốc, các hạt nhẹ này sẽ tiếp tục được phân lập để loại bỏ các hạt có kích thước lớn. Sau khi qua buồng xoáy ốc, do sự chênh lệch áp suất được tạo ra bởi bơm tạo áp, các hạt nano các bon nhỏ và đồng đều bay đến buồng

thu. Trước khi đến buồng thu, các hạt tiếp tục được hấp thụ trên bề mặt của lưới lọc lỗ xốp đường kính 500 nm bên trong buồng lọc, một phần trong số đó va chạm với thành bên trong của buồng lọc khiến chúng mất động năng và rơi xuống buồng thu. Với ba nguồn plasma DC hoạt động ổn định có công suất hóa hơi tổng cộng 60 kW, tốc độ nạp của vật liệu đầu vào khoảng 2 g/phút, sau thời gian 1 giờ thu được khoảng 100 g vật liệu nano các bon với kích thước hạt phân bố chủ yếu trong khoảng từ 50 nm đến 75 nm. Ảnh SEM (hình ảnh ghi bởi kính hiển vi điện tử quét) của vật liệu thu được trình bày trong Hình 4 cho thấy các hạt nano các bon thu được với kích thước khá đồng đều, tập trung trong khoảng từ 50 nm đến 75 nm. Bằng quy trình này, vật liệu nano các bon được sản xuất với số lượng lớn, tiết kiệm thời gian và chi phí, đặc biệt là không sử dụng hóa chất gây ô nhiễm môi trường như các phương pháp hóa lý truyền thống.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Việc sử dụng quy trình chế tạo vật liệu nano các bon dạng hạt cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì bằng phương pháp plasma nhiệt DC thu được sản phẩm với hiệu suất cao, sản lượng lớn, độ đồng đều cao, tiết kiệm thời gian và chi phí, dẫn đến giá thành hạ, mang lại lợi ích kinh tế cao. Đặc biệt quy trình này không sử dụng hóa chất độc hại trong quá trình chế tạo, không phải xử lý hóa chất dư thừa như các phương pháp hóa lý truyền thống, do đó quy trình này an toàn và thân thiện với môi trường.

YÊU CẦU BẢO HỘ

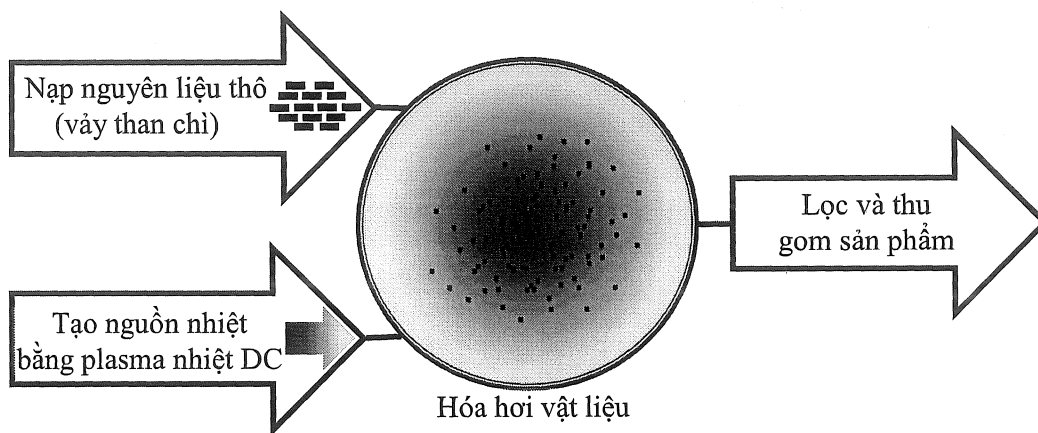
1. Quy trình chế tạo vật liệu nano các bon hình cầu kích thước dưới 100 nm từ vảy than chì bằng phương pháp plasma nhiệt một chiều (DC), bao gồm bốn bước chính như sau:

i) cung cấp nguyên liệu thô cho quá trình chế tạo: nguyên liệu thô là bột than chì dưới dạng các vảy than chì kích thước nhỏ hơn 1 mm được đưa vào lò phản ứng (4) thông qua một phễu (1) gắn trên bộ nạp máy rung (2); bột than chì, kết hợp với dòng khí mang ni tơ được bộ nạp máy rung vận chuyển đến lò phản ứng thông qua đường ống dẫn; lưu lượng bột than chì được vận chuyển đến lò phản ứng với tốc độ trong khoảng từ 2 g/phút đến 5 g/phút;

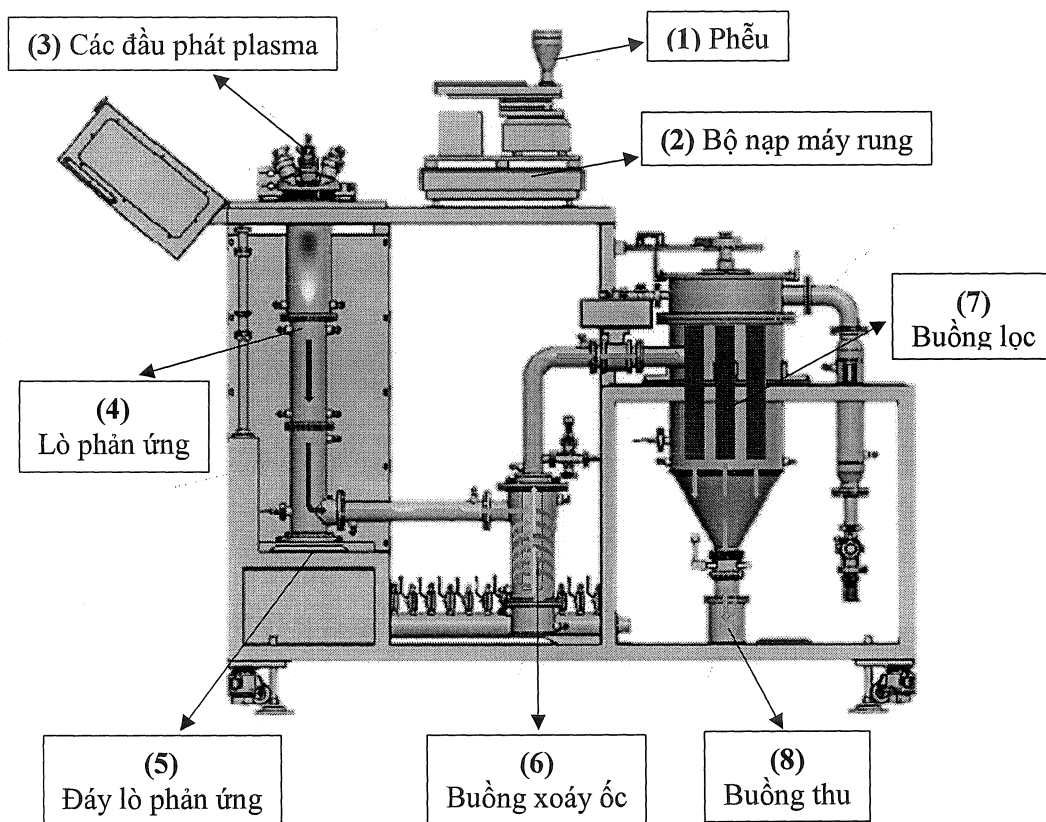
ii) tạo nguồn nhiệt bằng công nghệ plasma nhiệt DC: nguồn nhiệt có nhiệt độ cao, lên đến 3.400 độ C được tạo bởi ba đầu phát plasma nhiệt DC (3) hoạt động độc lập; ba đầu phát này được cung cấp dòng điện thông qua một bộ nguồn; đầu vào của bộ nguồn là dòng điện xoay chiều ba pha với điện áp 380V, tần số 50/60 Hz, đầu ra của bộ nguồn là dòng điện một chiều với điện áp từ 100 V đến 210 V, cường độ dòng điện từ 40 A đến 150 A; công suất của bộ phát plasma được điều khiển trong khoảng từ 12 kW đến ~100 kW; khí ni tơ được cung cấp để tạo môi trường ion hóa; hệ thống được làm mát bởi nước làm mát tuần hoàn;

iii) hóa hơi vật liệu vảy than chì trong lò phản ứng: lò phản ứng (4) là nơi tập trung plasma nhiệt độ cao, được kết nối với phần dưới của ba đầu phát plasma DC (3); dưới tác dụng của plasma nhiệt độ cao, các hạt nguyên liệu thô được hóa hơi thành dạng hỗn hợp hơi nguyên tử và phân tử các bon; trong quá trình hoạt động, thành lò phản ứng liên tục được làm mát bởi nước làm mát duy trì ở nhiệt độ ổn định khoảng 15 độ C đến 20 độ C;

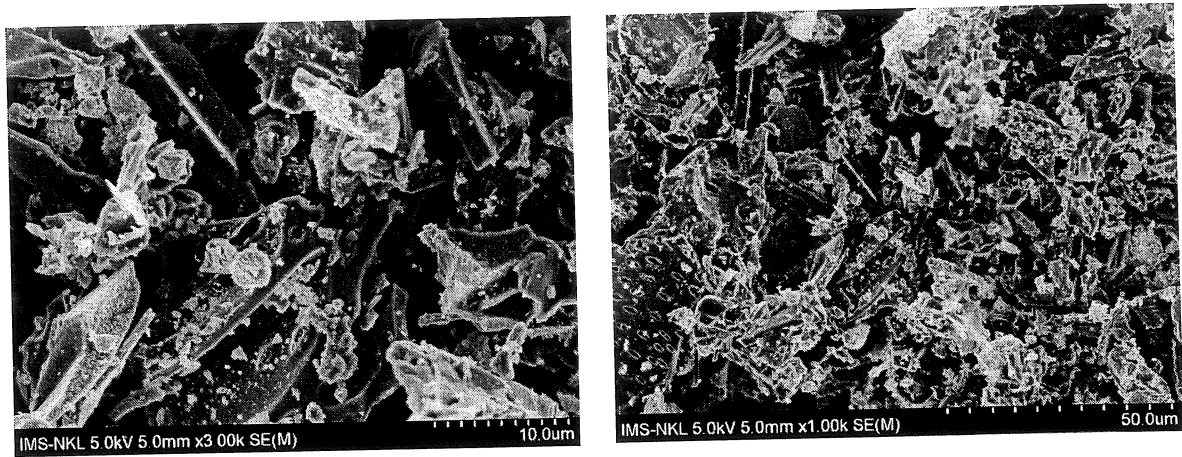
iv) lọc và thu gom sản phẩm nano các bon: từ lò phản ứng (4), sản phẩm được phân loại thành hai dạng: các hạt lớn và các tạp chất rơi xuống đáy lò phản ứng (5), các hạt nhỏ nhẹ hơn sẽ tiếp tục di chuyển đến buồng xoáy ốc (6) và buồng lọc (7); trong buồng xoáy ốc, các hạt nhẹ này sẽ tiếp tục được phân lập để loại bỏ các hạt nano có kích thước lớn (hơn 100 nm); sau khi qua buồng xoáy ốc, các hạt nano các bon nhỏ và đồng đều bay đến buồng thu (8); trên đường đến buồng thu các hạt tiếp tục được hấp thụ trên bề mặt của lưới lọc lỗ xốp đường kính 500 nm bên trong buồng lọc, cuối cùng rơi xuống buồng thu.



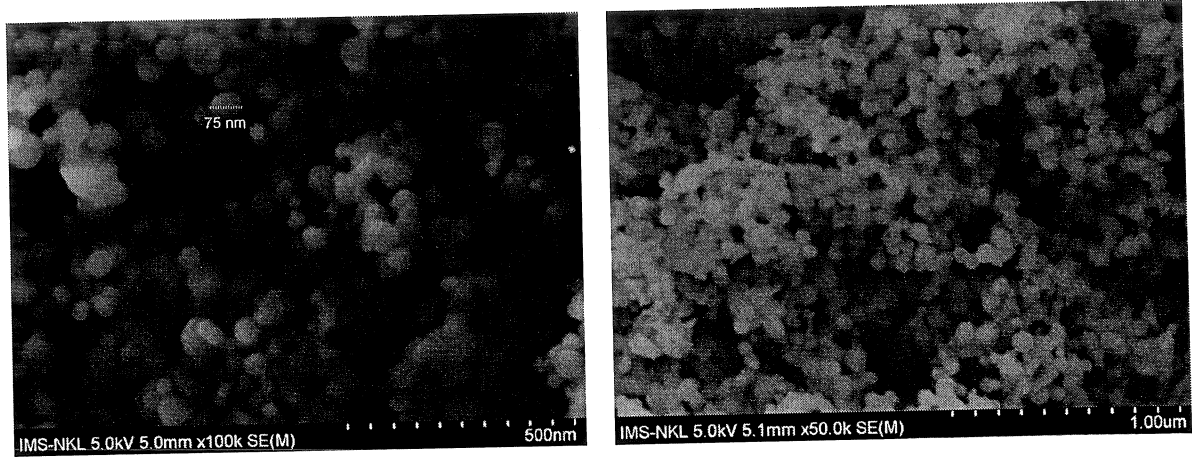
Hình 1



Hình 2



Hình 3



Hình 4