



(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)



1-0052831

(51)^{2021.01} C01B 25/26; C08K 3/32; C01B 25/37

(13) B

(21) 1-2022-06812

(22) 19/04/2021

(86) PCT/EP2021/060027 19/04/2021

(87) WO 2021/213956 28/10/2021

(30) 10 2020 111 158.4 23/04/2020 DE

(45) 27/10/2025 451

(43) 27/01/2023 418A

(73) CHEMISCHE FABRIK BUDENHEIM KG (DE)

Rheinstraße 27 55257 Budenheim, Germany

(72) GARCIA MARTINEZ, David (ES); LITTERSCHEID, Christian (DE); WELSCH-PAPENBREER, Franziska (DE); WISSEMBORSKI, Rüdiger (DE).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ ĐỒNG (II) HYDROXIT PHOSPHAT VÀ ĐỒNG (II) HYDROXIT PHOSPHAT THU ĐƯỢC BẰNG PHƯƠNG PHÁP NÀY

(21) 1-2022-06812

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế đồng (II) hydroxit phosphat từ hợp chất đồng (II) và axit phosphoric, và đề cập đến đồng (II) hydroxit phosphat thu được bằng phương pháp này.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế đồng (II) hydroxit phosphat bằng cách bổ sung chất tạo chelat, vào đồng (II) hydroxit phosphat thu được bằng phương pháp này và sử dụng chất tạo chelat để điều chế đồng (II) hydroxit phosphat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đồng (II) hydroxit phosphat, còn được gọi trong tài liệu chuyên ngành là đồng phosphat bazơ, được sử dụng, trong số các mục đích khác, làm chất phụ gia cho chất dẻo nhằm các mục đích khác nhau. Theo các đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Đức chưa thẩm định số 3 917 294 A1 và 4 136 994 A1, ví dụ, nó được trộn với chất dẻo để làm cho chúng có thể khắc được bằng chùm laze.

Từ giải pháp đã biết, về cơ bản hai phương pháp được biết để điều chế đồng (II) hydroxit phosphat, đó là chuyển hóa thể phân tán trong nước của hợp chất tiền chất đồng bằng axit phosphoric ở áp suất thường, và tổng hợp thủy nhiệt, trong đó quá trình chuyển hóa này được thực hiện ở áp suất cao bằng cách bắt đầu từ hợp chất tiền chất đồng và muối phosphat.

Thuật ngữ “tổng hợp thủy nhiệt” để chỉ phản ứng phần lớn là dị thể trong môi trường nước trên 100°C và 1 ba (100 KPa) trong bình phản ứng kín. Trong các điều kiện này, các chất mà nếu không sẽ có độ tan thấp hòa tan dưới dạng phức chất. Trong ngữ cảnh này, điều đã biết là bổ sung chất phụ gia vào hỗn hợp phản ứng trong nước để ảnh hưởng đến cấu trúc của sản phẩm phản ứng đồng (II) hydroxit phosphat.

Ví dụ, Zhao et al., *Int. J. Electrochem. Sci.* 8 (2013) 490-593, mô tả quá trình tổng hợp thủy nhiệt đồng (II) hydroxit phosphat bắt đầu từ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ và $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$. Phương pháp điều chế này được thực hiện trong 24 giờ ở nhiệt độ 160-200°C và với việc bổ sung chất phụ gia natri dodecylbenzen sulfonat. Các siêu cấu trúc $\text{Cu}_2(\text{OH})\text{PO}_4$ có cấu trúc hình quả óc chó và kích thước 3-4 μm đã thu được.

Han et al., *Materials Letters* 166 (2016) 71-74, mô tả phương pháp tổng hợp thủy nhiệt đồng (II) hydroxit phosphat bắt đầu từ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ và Na_2HPO_4 . Phương pháp điều chế

này được thực hiện ở nhiệt độ 120°C và với việc bổ sung natri dodexylbenzen sulfonat và polyvinylpyrrolidon. Các tinh thể $\text{Cu}_2(\text{OH})\text{PO}_4$ dạng hình elip đã thu được.

Hu et al., *Journal of Alloys and Compounds* 695 (2017) 561-566, đề cập đến phương pháp tổng hợp thủy nhiệt đồng (II) hydroxit phosphat bắt đầu từ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ và diamoni hydro phosphat. Phương pháp điều chế này được thực hiện trong 6 giờ ở nhiệt độ 120°C và với việc bổ sung polyetylen glycol. Các tinh thể $\text{Cu}_2(\text{OH})\text{PO}_4$ hình hoa hồng, hình que hoặc hình viên gạch đã thu được.

Tuy nhiên, như đã giải thích, các phương pháp điều chế đồng (II) hydroxit phosphat mà không yêu cầu thực hiện dưới áp suất, tức là xảy ra theo cách không gia áp, cũng là đã biết từ giải pháp đã biết. Các phương pháp này có ưu điểm là công tác chuẩn bị ít hơn do nổi bật là không cần đến để vận hành. Ngoài ra, các phương pháp này thường nhanh hơn nhiều và/hoặc có thể được thực hiện ở nhiệt độ phản ứng thấp hơn.

Ví dụ, đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Đức chưa thẩm định số 3 342 292 mô tả phương pháp trong đó đồng cacbonat bazơ trong thể phân tán trong nước được xử lý bằng lượng ít nhất là theo hệ số tỷ lệ của axit phosphoric ở nhiệt độ thấp hơn 70°C, hỗn hợp phản ứng tạo ra tiếp tục được khuấy cơ học trong khoảng nhiệt độ này, sau đó được gia nhiệt trong thời gian ngắn đến điểm sôi, và cuối cùng đồng (II) hydroxit phosphat tạo ra được tách ra. Tuy nhiên, phương pháp này không chỉ có thời gian phản ứng rất dài > 10 giờ, mà phụ thuộc vào chất lượng của nguyên liệu mà các sản phẩm có sự khác nhau đáng kể về sắc thái màu đã thu được. Tuy nhiên, cần có sản phẩm gần như không màu có sắc màu đồng nhất, cụ thể là đối với các lĩnh vực ứng dụng của chất phụ gia cho chất dẻo.

DE 19 543 803 mô tả phương pháp trong đó axit phosphoric 85% được bổ sung vào thể phân tán trong nước của đồng (II) hydroxit, hỗn hợp phản ứng được để yên trong khoảng 1 giờ ở 50°C và sau đó được gia nhiệt đến điểm sôi trong 1 giờ. Khi đã nguội, sản phẩm tạo ra được lọc và làm khô. Phương pháp này có thể điều chế đồng (II) hydroxit phosphat theo quy trình tương đối đơn giản và hiệu quả về chi phí. Tuy nhiên, hình thái của đồng (II) hydroxit phosphat không thể bị ảnh hưởng khi sử dụng phương pháp này. Ngoài ra, mặc dù màu của sản phẩm thu được là tương đối nhạt, đồng (II) hydroxit phosphat (sau đây được viết tắt là: CHP) vẫn có sắc xanh lá cây nhạt.

Tuy nhiên, đối với một số lĩnh vực áp dụng của đồng (II) hydroxit phosphat, có thể có lợi nếu kiểm soát hình thái và diện tích bề mặt riêng của nó theo cách hướng mục tiêu.

Ví dụ, các đặc tính sinh học và/hoặc xúc tác của hợp chất thường phụ thuộc vào cấu trúc và/hoặc diện tích bề mặt riêng của nó. Cũng cần thu được đồng (II) hydroxit phosphat có các giá trị màu cụ thể, cụ thể là màu nội tại thấp và độ nhạt màu cao. Điều này là đặc biệt có lợi nếu đồng (II) hydroxit phosphat được bổ sung vào chế phẩm, cụ thể là chế phẩm chất dẻo, để làm chất phụ gia.

Mặc dù, như được mô tả ở trên, các hình thái cụ thể của đồng (II) hydroxit phosphat có thể thu được thông qua việc điều chế bằng cách tổng hợp thủy nhiệt, quá trình này cần vận hành trong bình chịu áp (nồi hấp) và ở nhiệt độ $> 100^{\circ}\text{C}$, trong phần lớn các trường hợp thậm chí là cao hơn điểm tới hạn của nước.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, trong hoàn cảnh này, mục đích sáng chế là đề xuất phương pháp không gia áp để điều chế đồng (II) hydroxit phosphat nhờ đó hình thái và/hoặc diện tích bề mặt riêng của sản phẩm có thể bị ảnh hưởng và làm cho có thể điều chế đồng (II) hydroxit phosphat có độ nhạt màu cao hơn và/hoặc màu nội tại thấp hơn so với các phương pháp đã biết từ giải pháp đã biết.

Theo sáng chế, mục đích này đạt được bằng phương pháp điều chế đồng (II) hydroxit phosphat có các bước sau đây:

a) điều chế hỗn hợp phản ứng từ dung dịch nước hoặc thể phân tán trong nước của hợp chất đồng (II) và tốt hơn là ít nhất lượng theo hệ số tỷ lệ của axit phosphoric, trong đó “ít nhất theo hệ số tỷ lệ” có nghĩa là lượng ion đồng (II) của hợp chất đồng (II) so với lượng axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng nhiều nhất là 2,

b) chuyển hóa hợp chất đồng (II) bằng axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng và

c) tách đồng (II) hydroxit phosphat ra khỏi hỗn hợp phản ứng,

trong đó quá trình chuyển hóa trong bước b) được thực hiện theo cách không gia áp, và phương pháp này khác biệt ở chỗ,

chất tạo chelat được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng trong bước a) và/hoặc b).

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, tỷ lệ của lượng ion đồng (II) của hợp chất đồng (II) với lượng axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng nhiều nhất là 5, tốt hơn là

nhiều nhất là 3, còn tốt hơn nữa là nhiều nhất là 2,5 và tốt nhất là nhiều nhất là 2. Tỷ lệ bằng 2 tương ứng với lượng theo hệ số tỷ lượng của axit phosphoric, điều này có nghĩa là tỷ lệ của các ion phosphat với các ion đồng (II) trong hỗn hợp phản ứng là giống như trong sản phẩm CHP ($\text{Cu}_2(\text{OH})\text{PO}_4$). Với tỷ lệ này, sản phẩm có thể tạo ra đặc biệt nhanh và hiệu quả. Do axit phosphoric là hiệu quả hơn về chi phí so với hợp chất đồng (II), theo một phương án có lợi, tỷ lệ của lượng ion đồng (II) của hợp chất đồng (II) với lượng axit phosphoric nhiều nhất là 2, tốt hơn là nhiều nhất là 1,8, tốt hơn nữa là nhiều nhất là 1,5, còn tốt hơn nữa là nhiều nhất là 1 và tốt nhất là nhiều nhất là 0,5. Các tác giả sáng chế đã quan sát được rằng tỷ lệ tạo ra CHP có thể tăng lên thậm chí hơn nữa do lượng dư của axit phosphoric hiệu quả về chi phí.

Theo sáng chế, thuật ngữ “chất tạo chelat” để chỉ các chất mà có khả năng tạo chelat. Chelat là các hợp chất phối trí mạch vòng mà có ít nhất một nguyên tử hoặc ion kim loại trung tâm và phối tử nhiều càng, “phối tử chelat”. Phối tử là ion hoặc phân tử mà có thể liên kết, tức là phối trí, với nguyên tử hoặc ion kim loại trung tâm bằng liên kết phối trí. Sự khác biệt giữa liên kết phối trí và liên kết cộng hóa trị kinh điển là phối tử trong liên kết phối trí cung cấp cả hai electron liên kết và do đó là chất được gọi là “bazơ Lewis”. Trong ngữ cảnh này, “đa càng” có nghĩa là phối tử có hai hoặc nhiều vị trí phối trí nhờ đó nó phối trí với nguyên tử hoặc ion kim loại. Nói cách khác, phối tử chelat phải có hai hoặc nhiều nhóm nguyên tử có thể tác dụng như nhóm cho electron.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, phối tử chelat có ba hoặc nhiều, tốt hơn nữa là bốn hoặc nhiều, đặc biệt tốt hơn là năm hoặc nhiều và tốt nhất là sáu hoặc nhiều vị trí phối trí.

Khi được hòa tan hoặc phân tán trong dung môi hoặc môi trường phân tán hệ nước, chất tạo chelat tạo ra phối tử chelat ít nhất một phần. Phối tử chelat này có thể mang điện tích hoặc không mang điện tích.

Nguyên tử hoặc ion kim loại trung tâm có các lỗ electron mà các phối tử có thể phối trí bằng các cặp electron tự do của chúng; do đó nó là chất được biết là “axit Lewis”. Trong ngữ cảnh của sáng chế, nguyên tử hoặc ion trung tâm là đồng, nó được cung cấp trong bước a) của phản ứng trong dung dịch hoặc thể phân tán trong nước bằng cách bổ sung hợp chất đồng (II).

Không bị ràng buộc bởi lý thuyết này, các tác giả sáng chế cho rằng thông qua việc bổ sung chất tạo chelat trong bước a) của phản ứng, đồng (II) của hợp chất đồng (II) được

ổn định tốt hơn trong dung dịch hoặc thể phân tán này. Phụ thuộc vào độ bền liên kết của các chất tạo chelat khác nhau, độ ổn định của đồng (II) bị ảnh hưởng ở mức độ khác nhau. Kết quả là, sự chuyển hóa của đồng (II) trong bước b) của phản ứng bị ảnh hưởng, và do đó sự kết tinh của sản phẩm cũng bị ảnh hưởng. Điều này làm cho có thể điều chế các tinh thể có hình thái và/hoặc diện tích bề mặt riêng cụ thể.

Độ bền liên kết của chất tạo chelat phụ thuộc đáng kể vào số vị trí phối trí và “độ cứng” của nó.

Về cơ bản, độ bền liên kết tăng lên khi số vị trí phối trí tăng lên. Phức chất chelat là ổn định hơn so với phức chất tương tự có các phối tử một càng mà không được liên kết với nhau. Về thực chất có hai nguyên nhân của “hiệu ứng chelat” này. Thứ nhất là, sự tạo ra phức chất chelat là có lợi về entropy do số phân tử tăng lên trong quá trình tạo ra phức chất chelat, hoặc ít nhất giảm ở mức độ thấp hơn so với trong quá trình tạo ra phức chất tương tự có các phối tử một càng. Do đó, số bậc tự do của hệ thống trong quá trình tạo ra phức chất chelat là cao hơn.

Thứ hai là phối tử chelat không thể được loại bỏ cho đến sau khi toàn bộ các liên kết đã cắt đứt khỏi nguyên tử trung tâm, có nghĩa là khó hơn đáng kể để phối tử chelat phân ly khỏi nguyên tử hoặc ion kim loại. Ngoài ra, khả năng tái tổ hợp ngay sau khi tách ra cũng tăng lên. Do đó, phức chất chelat là ổn định hơn so với phức chất tương tự có các phối tử một càng không chỉ về mặt nhiệt động lực học, mà còn về mặt động học. Các hiệu quả nêu trên thậm chí còn lớn hơn, khi có nhiều vị trí phối trí mà phối tử chelat có thể liên kết với tâm đồng (II) hơn.

Tuy nhiên, độ bền liên kết còn phụ thuộc vào “độ cứng” của phối tử chelat. Theo nguyên tắc HSAB (nguyên tắc về các axit và bazơ cứng và mềm, R.G. Pearson), độ bền liên kết của phức chất axit–bazơ Lewis phụ thuộc vào khả năng phân cực của nguyên tử trung tâm và của nguyên tử cho của phối tử. Về cơ bản, tổ hợp của axit “cứng” với bazơ “cứng”, tức là của các hợp chất có các phân tử hoặc các ion có khả năng phân cực kém, có các hằng số tạo phức cao hơn so với các tổ hợp của axit hoặc bazơ “cứng” với axit hoặc bazơ “mềm”. Điều này là do các liên kết “cứng”-“cứng” này có đặc tính liên kết ion cao.

Tổ hợp “mềm”-“mềm”, tức là tổ hợp của các phân tử hoặc ion dễ phân cực có mật độ điện tích thấp, nói chung cũng ổn định hơn so với các tổ hợp “hỗn hợp”, do các liên kết này có bản chất cộng hóa trị cao.

Các axit Lewis có thể được phân loại một cách có hệ thống theo độ cứng của chúng, điều này được quyết định về cơ bản từ mật độ điện tích, tức là điện tích (riêng phần) chia cho đơn vị thể tích của ion/phân tử. Các axit mềm là, ví dụ, các nguyên tố nhóm phụ chu kỳ cao hơn mang điện tích đơn, như Au^+ hoặc Ag^+ .

Độ cứng của các bazơ Lewis về cơ bản là do độ cứng của nguyên tử cho. Nguyên tử cho càng nhỏ, điện tích âm càng lớn và được oxy hóa càng cao, độ cứng càng cao. Trên cơ sở này, bazơ Lewis cứng là F^- chẳng hạn.

Các kim loại chuyển tiếp thấp mang điện tích kép, như Fe^{2+} hoặc Cu^{2+} , được phân loại là các trường hợp biên giữa các axit Lewis cứng kinh điển (ví dụ, Ti^{4+} , Al^{3+}) và các axit Lewis mềm (ví dụ, Ag^+ , Hg^{2+}).

Từ thực tế nêu trên là các liên kết giữa phân tử/ion có khả năng phân cực giống nhau là được ưu tiên, do đó đồng (II) tốt hơn là tạo thành phức chất với các bazơ Lewis có các nguyên tử cho bán cứng (N, Cl).

Bằng cách làm ổn định đồng (II) của hợp chất đồng (II), hợp chất này có thể được phân tán tốt hơn trong dung môi hoặc môi trường phân tán. Các tạp chất bám vào hợp chất đồng (II) cũng tương tự như vậy được tạo huyền phù hoặc hòa tan trong quá trình này. Do đó, trong quá trình chuyển hóa trong bước b), các tạp chất này được đồng kết tủa ở mức độ ít hơn so với nếu không chất tạo phức nào được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng. Vì lý do này, các sản phẩm có độ tinh khiết cao hơn đã thu được. Do đó, đồng (II) hydroxit phosphat của phương pháp theo sáng chế có màu nội tại thấp hơn và độ nhạt màu cao hơn.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, ít nhất hai, tốt hơn là ba hoặc nhiều, đặc biệt tốt hơn là năm chất tạo chelat được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng. Các tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng tổ hợp của chất tạo chelat thuộc các nhóm chất khác nhau dẫn tới tác dụng hiệp đồng. Tổ hợp của axit carboxylic và axit phosphoric hoặc các dẫn xuất của nó là đặc biệt có lợi.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, “không gia áp” có nghĩa là áp suất trong bình phản ứng trong bước b) không vượt quá đáng kể áp suất thường 1 ba (100Kpa), tức là không lớn hơn 0,5 ba, hoặc chỉ vượt quá trong nhiều nhất là 50% của thời gian chuyển hóa của hợp chất đồng (II) bằng axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng, tốt hơn là trong nhiều nhất là 30% của thời gian chuyển hóa, còn tốt hơn nữa là trong nhiều nhất là 20% của thời gian chuyển hóa và tốt nhất là trong nhiều nhất là 10% của thời gian chuyển hóa. Thuật ngữ “thời gian

chuyển hóa” để chỉ thời gian cho đến khi đồng (II) hydroxit phosphat tách ra khỏi hỗn hợp phản ứng trong bước c) đã thu được. Ngoài ra, nhiệt độ chuyển hóa trong bước b) không vượt ra ngoài đáng kể, tức là vượt quá không lớn hơn 10°C , so với điểm sôi của dung môi hoặc môi trường phân tán. Do đó, trái ngược với tổng hợp công đoạn không cần được thực hiện trong bình chịu áp.

Bước a)

Trong bước a) của phương pháp này, hỗn hợp phản ứng bao gồm dung dịch hoặc thể phân tán trong nước của hợp chất đồng (II) và tốt hơn là ít nhất lượng theo hệ số tỷ lệ của axit phosphoric được điều chế. Điều này có thể được thực hiện bằng cách trước hết phân tán hợp chất đồng (II) trong dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước. Dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước này chứa, so với tổng trọng lượng của nó, ít nhất 20% nước, tốt hơn là ít nhất 40%, đặc biệt tốt hơn là ít nhất 50%, còn tốt hơn nữa là ít nhất 70% và tốt nhất là ít nhất 90%. Theo một phương án khác, dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước bao gồm nước. Để làm thành phần khác, dung môi hoặc môi trường phân tán có thể chứa dung môi hữu cơ phân cực như rượu hoặc amin (đa hóa trị). Các rượu đa hóa trị là được đặc biệt ưu tiên làm các thành phần khác.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, hợp chất đồng (II) trước hết được hòa tan hoặc tạo huyền phù trong dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước và chỉ khi đó tốt hơn là ít nhất lượng theo hệ số tỷ lệ của axit phosphoric được bổ sung, theo cách để tạo ra hỗn hợp phản ứng.

Trong ngữ cảnh này, đặc biệt ưu tiên là chất tạo chelat được bổ sung vào dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước trước khi axit phosphoric được bổ sung. Điều này đảm bảo rằng hợp chất đồng (II) được ổn định hoàn toàn trước khi quá trình chuyển hóa bằng axit phosphoric xảy ra trong bước b). Các hiệu quả có lợi liên quan đến sự ổn định bằng cách đó có thể đạt được tối đa.

Theo cách khác, tốt hơn là ít nhất lượng theo hệ số tỷ lệ của axit phosphoric có thể được hòa tan hoặc tạo huyền phù trong dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước và hợp chất đồng (II) có thể được bổ sung vào đó sau đó.

Theo một phương án khác của sáng chế, axit phosphoric và hợp chất đồng (II) được bổ sung vào dung môi hoặc môi trường phân tán đồng thời để thu được hỗn hợp phản ứng.

Theo một phương án khác của sáng chế, axit phosphoric và hợp chất đồng (II) được bổ sung xen kẽ vào dung môi hoặc môi trường phân tán với các lượng từng phần theo cách định kỳ hoặc không định kỳ để thu được hỗn hợp phản ứng.

Bước b)

Trong bước b), hợp chất đồng (II) phản ứng với axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng. Các bước a) và b) không nhất thiết phải tách biệt về thời gian, mà đúng hơn là có thể chồng nhau. Tức là, quá trình chuyển hóa hợp chất đồng (II) bằng axit phosphoric có thể bắt đầu ngay khi lượng một phần của hợp chất đồng (II) và/hoặc của axit phosphoric được bổ sung.

Tuy nhiên, theo một phương án có lợi của sáng chế, các bước a) và b) được tách biệt về thời gian, sao cho bước b), tức là chuyển hóa hợp chất đồng (II) bằng axit phosphoric, chỉ được thực hiện khi hợp chất đồng (II) và axit phosphoric được hòa tan hoặc phân tán hoàn toàn trong dung môi hoặc môi trường phân tán. Điều này có thể đạt được cụ thể là bằng cách duy trì hỗn hợp phản ứng thấp hơn nhiệt độ cần thiết để khơi mào phản ứng của hợp chất đồng (II) và axit phosphoric.

Việc tách biệt các bước a) và b) có ưu điểm là quá trình chuyển hóa có thể được theo dõi và kiểm soát tốt hơn.

Bước c)

Trong bước cuối cùng này, đồng (II) hydroxit phosphat được tách ra khỏi hỗn hợp phản ứng. Điều này có thể được thực hiện bằng các phương pháp tách thông thường. Đặc biệt tốt hơn nếu, phương pháp tách được chọn từ nhóm bao gồm lọc, làm bay hơi, ly tâm, sa lắng và tuyển nổi.

Tốt nhất nếu, phương pháp tách là lọc. Theo cách này, các tạp chất bất kỳ mà có mặt trong dung môi hoặc môi trường phân tán ở dạng hòa tan hoặc phân tán mịn có thể được loại bỏ đặc biệt hiệu quả.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm các axit amin, carboxylic, phosphoric, sulfuric và sulfonic và các muối, este và amit của chúng; các rượu đa hóa trị; nitril; bipyridin; phenantrolin; phenol đa hóa trị; amin đa hóa trị; ete đa hóa trị; lactam; oxim; dẫn xuất ure; keton và aldehyt đa hóa trị như

axetylaxetonat (acac); thiol như axit dimercaptosuccinic (DMSA); và các hỗn hợp của chúng.

Do đồng (II) đặc biệt tốt hơn là tạo thành phức chất ổn định với các bazơ Lewis có các nguyên tử cho bán cứng như N hoặc Cl, chất tạo chelat tốt hơn là các chất chứa nitơ làm một hoặc nhiều nguyên tử cho. Do đó, tốt hơn nếu chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm các axit amin, các amit của axit carboxylic, nitril, bipyridin, phenantrolin, amin đa hóa trị, dẫn xuất ure, lactam và oxim.

Đặc biệt tốt hơn nếu chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm etylendiamin (en), 2-(2-aminoethylamino)etanol (AEEA), diethylentriamin (dien), iminodixetat (ida), triethylentetramin (trien, TETA), triaminotriethylamin (tren), nitrilotriaxetat (nta), bis(salixyliden)etylendiamin (salen), etylendiamintriaxetat (ted), etylendiamintetraaxetat (EDTA), diethylentriaminpentaaxetat (DTPA), 1,4,7,10-tetraazaxycloclodecan-1,4,7,10-tetraaxetat (DOTA), dimethylglyoxim (dmg), 8-hydroxyquinolin (oxin), 2,2'-bipyridin (bpy), 1,10-phenantrolin (phen), tetranatri iminodisuccinat (IDHA), axit metylglyxindixetic và các hỗn hợp của chúng.

Bằng cách bổ sung các bazơ Lewis có các nguyên tử cho bán cứng như N, đồng (II) của hợp chất đồng (II) được ổn định đặc biệt tốt trong dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước.

Kết quả là, các tạp chất có thể được tách ra đặc biệt hiệu quả do sự ổn định đặc biệt mạnh của đồng (II) có nghĩa là hợp chất đồng (II) tốt hơn là được phân tán trong dung môi hoặc môi trường phân tán và các tạp chất được đồng kết tủa trong bước b) ở mức độ ít hơn.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, hợp chất đồng (II) được chọn từ nhóm bao gồm đồng (II) hydroxit, đồng (II) sulfat, đồng (II) cacbonat, đồng (II) cacbonat bazơ, đồng (II) halogenua và các hỗn hợp của chúng. Đặc biệt tốt hơn nếu hợp chất đồng (II) được chọn từ đồng (II) florua, đồng (II) clorua, đồng (II) bromua, đồng (II) hydroxit hoặc đồng (II) iodua và các hỗn hợp của chúng. Tốt nhất nếu hợp chất đồng (II) là đồng (II) clorua hoặc đồng (II) hydroxit.

Đồng (II) hydroxit và đồng (II) halogenua, cụ thể là đồng (II) clorua, có ưu điểm là rất dễ kiếm trong khi có giá mua tương đối thấp.

Mặc dù hợp chất đồng (II) có thành phần, cụ thể là anion, mà thuộc định nghĩa của phối tử chelat, việc cung cấp hợp chất đồng (II) thuộc loại này trong bước a) không nên được coi là việc bổ sung chất tạo chelat theo sáng chế. Nói cách khác, điều này có nghĩa là chất tạo chelat là thành phần bổ sung của hỗn hợp phản ứng mà cần được tách biệt với hợp chất đồng (II).

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, chất tạo chelat là axit amin hoặc este, amit hoặc muối của nó. Đặc biệt tốt hơn nếu chất tạo chelat là muối Na của axit amin. Điều này là có lợi do các muối Na của các axit amin thường đặc biệt dễ tan trong dung môi hoặc môi trường phân tán trong nước. Các axit amin có ưu điểm là chúng có thể làm ổn định đồng (II) của hợp chất đồng (II) bằng cả nhóm axit carboxylic và nhóm amino. Do tác dụng ổn định đặc biệt mạnh, đồng (II) hydroxit phosphat rất nhạt có màu nội tại thấp có thể thu được.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, axit amin được bổ sung trước khi bổ sung axit phosphoric, trong đó độ pH của hỗn hợp phản ứng trước khi bổ sung axit phosphoric là nhỏ hơn 7, tốt hơn là nhỏ hơn 5, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn 4 và tốt nhất là nhỏ hơn 3. Điều này ngăn ngừa nhóm amino của axit amin có mặt ở dạng proton hóa và do đó ngăn ngừa sự phối trí bởi nhóm amino không thể xảy ra.

Theo một phương án được đặc biệt ưu tiên của sáng chế, axit amin là axit amin tạo protein. Các axit amin tạo protein là các axit amin được sử dụng trong sinh vật sống để làm các khối xây dựng protein trong quá trình dịch mã phụ thuộc vào đặc điểm của thông tin di truyền. Đặc biệt tốt hơn nếu các axit amin tạo protein được chọn từ nhóm bao gồm alanin, asparagin, xystein, glutamin, glyxin, histidin, leuxin, lysin, methionin, prolin, serin, valin và các hỗn hợp của chúng.

Các axit amin tạo protein là có bán trên thị trường ở độ tinh khiết đặc biệt cao. Do đó, sự nhiễm đồng (II) hydroxit phosphat do chất lạ bám vào chất tạo chelat có thể được duy trì ở mức thấp. Đồng (II) hydroxit phosphat đặc biệt tinh khiết và nhạt màu có màu nội tại thấp đã thu được theo cách này.

Bằng cách sử dụng các axit amin làm chất tạo chelat, các tinh thể đồng (II) hydroxit phosphat có dạng hình lăng trụ kéo dài đã thu được. Các tinh thể này kết lại với nhau để tạo thành các cấu trúc kéo dài lớn hơn.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, chất tạo chelat được chọn từ nhóm gồm axit aminosulfonic, tốt hơn là từ nhóm bao gồm taurin và axit sulfanilic và các muối và các este của nó.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, chất tạo chelat là axit carboxylic hoặc este, amit hoặc muối của nó. Theo một phương được ưu tiên, axit carboxylic là axit carboxylic đa hóa trị, tức là axit carboxylic có nhiều nhóm axit carboxylic. Đặc biệt tốt hơn nếu axit carboxylic là axit hydroxycarboxylic, cụ thể là axit trái cây. Đặc biệt tốt hơn nếu axit carboxylic, axit hydroxycarboxylic hoặc muối của nó được chọn từ nhóm bao gồm axit formic, axit axetic, axit glycolic, axit lactic, axit benzoic, axit oxalic, axit tartric, axit malic, axit xitric, xitrat kim loại kiềm, cụ thể là mononatri xitrat, axit isoxitric và axit trimesic.

Các axit hydroxycarboxylic có ưu điểm là chúng có thể làm ổn định hợp chất đồng (II) trong dung môi hoặc môi trường phân tán bằng cả nhóm axit carboxylic và nhóm hydroxyl. Do đó, các ưu điểm liên quan đến sự ổn định này là đặc biệt rõ.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, chất tạo chelat được chọn từ nhóm gồm các sacarit, cụ thể là từ nhóm gồm mono-, oligo- và polysacarit, bao gồm các xyclodextrin.

Tốt hơn nếu, sacarit được chọn từ nhóm bao gồm hexoza như glucoza, fructoza, mannoza, galactoza, pentoza như riboza, xyloza, lactoza, maltoza, sacaroza, oligosacarit, bao gồm oligosacarit vòng như α -, β -, γ - hoặc δ -cyclodextrin, hoặc polysacarit như alginat.

Đặc biệt tốt hơn nếu chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm sacaroza, fructoza và galactoza; tốt nhất là chất tạo chelat là sacaroza.

Sacarit phối trí với đồng (II) bằng cặp electron tự do của các nhóm OH. Do sacarit chứa nhiều nhóm OH và do đó nhiều vị trí phối trí, chúng có thể làm ổn định đồng (II) của hợp chất đồng (II) đặc biệt tốt.

Ngoài ra, sacarit thường không chứa các thành phần phân tử thơm hoặc các nguyên tử khác loại như S và P. Do đó, màu nội tại của sacarit là cực kỳ thấp. Do đó, cặn sacarit còn lại trong sản phẩm sau khi phản ứng không dẫn tới sự biến màu đáng kể của sản phẩm, có nghĩa là đồng (II) hydroxit phosphat đặc biệt nhạt màu có màu nội tại thấp đã thu được.

Theo một phương án khác của sáng chế, chất tạo chelat là polyol, cụ thể là alditol, tức là dạng khử của sacarit như manitol, lactitol, sorbitol, xylitol, threitol, erythritol hoặc arabitol chẳng hạn.

Bằng cách sử dụng sacarit làm chất tạo chelat, các tinh thể đồng (II) hydroxit phosphat ở dạng que đã thu được.

Các tác giả sáng chế lưu ý rằng bằng cách bổ sung chất tạo chelat có nhiều vị trí phối trí, tức là nhiều hơn 15 vị trí phối trí, cấu trúc tinh thể giống “bông cải xanh” đã thu được. Chất tạo chelat thuộc loại này là, ví dụ, polyphosphat, polyete như polyetylen glycol, polyetylen oxit và polypropylen glycol, polyvinylpyrrolidon và alginat.

Theo một phương án được ưu tiên khác, chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm di- hoặc polyaxit phosphoric hoặc các muối của nó. Tốt hơn nếu chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm phosphat kiềm, metaphosphat kiềm và polyphosphat kiềm, đặc biệt tốt hơn là $K_5P_3O_{10}$.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, chất tạo chelat là axit ascorbic. Các tác giả sáng chế đã phát hiện được rằng bằng cách bổ sung axit ascorbic, đồng (II) hydroxit phosphat có diện tích bề mặt riêng đặc biệt cao có thể được điều chế. Chúng có diện tích bề mặt riêng $> 10 \text{ m}^2/\text{g}$, tốt hơn là $> 15 \text{ m}^2/\text{g}$, đặc biệt tốt hơn là $> 20 \text{ m}^2/\text{g}$, còn tốt hơn nữa là $> 30 \text{ m}^2/\text{g}$ và tốt nhất là $> 40 \text{ m}^2/\text{g}$.

Không bị ràng buộc bởi lý thuyết này, các tác giả sáng chế cho rằng điều này là do thực tế là axit ascorbic có thể được oxy hóa dễ dàng, và vì vậy phức chất bán ổn định của axit ascorbic và đồng (II) được tạo ra trong các bước a) và/hoặc b), điều này dẫn tới các sản phẩm cuối có độ xốp cao. Các kết quả tương tự cũng thu được với axit xitric và/hoặc các muối của nó, cụ thể là kết hợp với phosphat để làm chất tạo chelat bổ sung.

Tuy nhiên, về mặt này, cần nhớ rằng lượng bổ sung của axit ascorbic và/hoặc axit xitric hoặc các muối của nó cần không lớn hơn 3% trọng lượng, tốt hơn là không lớn hơn 2% trọng lượng, đặc biệt tốt hơn là không lớn hơn 1,5% trọng lượng và tốt nhất là không lớn hơn 1% trọng lượng so với lượng hợp chất đồng (II). Nếu không, độ tinh khiết pha của đồng (II) hydroxit phosphat có thể thấp hơn đáng kể so với 100%.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế, chất tạo chelat là chất hoạt động bề mặt, tức là chất có hoạt tính bề mặt mà chứa cả phần phân tử kỵ nước, bao gồm gốc hữu cơ, và phần phân tử ưa nước, chứa nhóm phân cực, trong đó nhóm này tốt hơn là mang điện tích.

Theo một phương được ưu tiên, chất hoạt động bề mặt là chất hoạt động bề mặt không ion hoặc chất hoạt động bề mặt anion. Đặc biệt tốt hơn nếu phần phân tử ưa nước chứa nhóm carboxylat, sulfonat, hydroxyl, ete hoặc etoxylat.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, chất hoạt động bề mặt được chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt cation như các muối tetraalkylamoni như xetyltrimetylamoni bromua hoặc xetyltrimetylamoni clorua, chất hoạt động bề mặt anion như alkyl carboxylat và chất hoạt động bề mặt lưỡng tính như betain.

Bằng cách sử dụng các axit amin làm chất tạo chelat, các tinh thể đồng (II) hydroxit phosphat có dạng hình lăng trụ kéo dài đã thu được. Các tinh thể này kết lại với nhau để tạo thành cầu trúc hình sao.

Chất tạo chelat này được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng để làm ổn định hợp chất đồng (II). Nhằm mục đích này, thường chỉ cần chỉ nồng độ thấp của chất tạo chelat.

Nói chung, do ít nhất một phần của chất tạo chelat còn lại trong sản phẩm sau khi phản ứng, điều này có thể dẫn tới sự biến màu của sản phẩm. Ngoài ra, lượng dư của chất tạo chelat cũng cần tránh vì lý do chi phí. Do đó, tốt hơn nếu tổng lượng chất tạo chelat được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng trong bước a) và/hoặc b) là không lớn hơn 5,0% trọng lượng.

Tuy nhiên, quá ít chất tạo chelat có nhược điểm là tác dụng làm ổn định chỉ là nhẹ.

Do đó, theo phương án được ưu tiên của sáng chế, chất tạo chelat với lượng 0,1 đến 5,0% trọng lượng được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng trong bước a) và/hoặc b) so với lượng hợp chất đồng (II).

Đặc biệt tốt hơn nếu chất tạo chelat được bổ sung với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0% trọng lượng, tốt hơn nữa là với lượng từ 1 đến 3,0% trọng lượng và tốt nhất là với lượng từ 1 đến 2,0% trọng lượng.

Bằng phương pháp theo sáng chế, đồng (II) hydroxit phosphat đặc biệt tinh khiết có thể thu được. Điều này có nghĩa là đồng (II) hydroxit phosphat có độ tinh khiết pha > 90%, tốt hơn là > 95%, tốt hơn nữa là > 98%, đặc biệt tốt hơn là > 99% và tốt nhất là > 99,5%.

Độ tinh khiết pha có thể được xác định bằng cách sử dụng phương pháp phân tích cấu trúc tia X theo cách sau đây.

Việc xác định định lượng pha được thực hiện bằng phương pháp Rietveld như được mô tả chi tiết trong tài liệu: “Quantitative phase analysis using the Rietveld method”, D.L. Bish and S.A. Howard, J. Appl. Cryst. (1988) 21, 86-91, hoặc tài liệu “The Rietveld Method”, chương 1, “Introduction to the Rietveld method”, R.A. Young, ed., Oxford University Press (1995). Tốt hơn nếu việc phân tích này được thực hiện bằng chương trình phần mềm phân tích mẫu như chương trình Topas của công ty Bruker.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, đồng (II) hydroxit phosphat thu được trong bước c) có giá trị L trong không gian màu $L^*a^*b^*$ (CIELAB) > 78 , tốt hơn là > 80 , đặc biệt tốt hơn là > 82 , còn tốt hơn nữa là > 85 và tốt nhất là > 87 .

Không gian màu $L^*a^*b^*$ theo DIN EN ISO 11664-4 được sử dụng để xác định tất cả các màu có thể nhận biết được. Trong không gian màu $L^*a^*b^*$ ba chiều, giá trị độ nhạt màu L^* được bố trí theo chiều dọc trên mặt phẳng màu phẳng (a^* , b^*).

Trên trục a^* , các màu xanh lá cây và đỏ là đối diện nhau, trong khi trục b^* chia tách màu xanh da trời và màu vàng. Do đó, các màu bổ sung là đối diện nhau 180° . Trục L^* xác định độ nhạt màu của màu và bao gồm các giá trị từ 0 đến 100, trong đó 100 biểu diễn độ nhạt màu cao nhất.

Một số đặc tính quan trọng nhất của mô hình màu $L^*a^*b^*$ là nó không phụ thuộc vào thiết bị và dựa trên sự cảm nhận. Nói cách khác, màu sắc được xác định khi chúng được cảm nhận bởi người quan sát bình thường trong điều kiện chiếu sáng chuẩn, bất kể cách mà chúng được sản xuất hoặc công nghệ được sử dụng để hiển thị chúng.

Trong ngữ cảnh của sáng chế, các giá trị $L^*a^*b^*$ được xác định như sau.

Các giá trị $L^*a^*b^*$ được xác định bằng quang phổ kế UltraScan VIS của công ty HunterLab. Để làm điều này, các mẫu được rót vào cuvet thủy tinh và bề mặt đồng nhất được tạo ra ở phía cuvet so với miệng đo bằng cách gõ vào cuvet hoặc nén mẫu.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, đồng (II) hydroxit phosphat thu được trong bước c) bao gồm các hạt có cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 2 đến $10\mu\text{m}$, tốt hơn là từ 2 đến $8\mu\text{m}$, đặc biệt tốt hơn là từ 2 đến $7\mu\text{m}$, còn tốt hơn nữa là từ 2

đến 6µm và tốt nhất là từ 2 đến 5µm, sau khi xác định bằng cách sử dụng phân tích nhiễu xạ laze theo DIN-ISO 13320-1.

Theo ngữ cảnh của sáng chế, cỡ hạt được xác định theo DIN-ISO 13320-1 hiện đang có hiệu lực. Để làm điều này, mẫu sản phẩm điều chế được phân tán trong môi trường phân tán (2-propanol hoặc dung dịch chứa tetranatri pyrophosphat trong nước đã loại khoáng, 14 mmol/l) và được đo ở trạng thái ướt bằng cách sử dụng Horiba LA-950V trong phạm vi đo từ 0,01µm đến 3000µm.

Theo một phương án được ưu tiên hơn nữa của sáng chế, đồng (II) hydroxit phosphat thu được trong bước c) bao gồm các hạt có dạng que, trong đó tỷ lệ cạnh nằm trong khoảng từ 1:3 đến 1:10.

Theo sáng chế, thuật ngữ “tỷ lệ cạnh” để chỉ tỷ lệ của kích thước dài lớn nhất của hạt với kích thước nhỏ nhất của nó.

Sáng chế còn đề cập đến đồng (II) hydroxit phosphat mà có thể thu được bằng phương pháp theo sáng chế, trong đó đồng (II) hydroxit phosphat này có giá trị L trong không gian màu $L^*a^*b^*$ (CIELAB) > 78, tốt hơn là > 80, đặc biệt tốt hơn là > 82, còn tốt hơn nữa là > 85 và tốt nhất là > 87.

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng chất tạo chelat để điều chế đồng (II) hydroxit phosphat bằng cách chuyển hóa hợp chất đồng (II) bằng axit phosphoric để làm thay đổi các đặc tính tinh thể của đồng (II) hydroxit phosphat tạo ra.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được giải thích dựa vào các phương án cụ thể của các ví dụ điều chế theo sáng chế.

Nguyên liệu đầu:

Tên	Nhà sản xuất	Độ tinh khiết/ M_n	CAS
Đồng (II) hydroxit	VWR	> 98%	20427-59-2
Axit phosphoric	Chemische Fabrik Budenheim	≥ 75% trọng lượng	7664-38-2

Các phương pháp đo:

Xác định cỡ hạt trung bình, D10, D90

Phân bố cỡ hạt được xác định về cả thể tích và cỡ hạt bằng nhiễu xạ ánh sáng động trên Horiba Partica LA-950V (Horiba, Ltd.; Kyoto; Nhật Bản). Để làm điều này, mẫu sản phẩm điều chế được phân tán trong môi trường phân tán (2-propanol hoặc dung dịch chứa tetranatri pyrophosphat trong nước đã loại khoáng, 14 mmol/l) và được đo ở trạng thái ướt bằng cách sử dụng Horiba LA-950V trong phạm vi đo từ 0,01 μ m đến 3000 μ m.

Độ tinh khiết pha

Độ tinh khiết pha được xác định bằng cách sử dụng phân tích cấu trúc tia X. Sản phẩm được điều chế theo các ví dụ sau đây được đo nhiễu xạ tia X (XRD) trên nhiễu xạ kế, model D8 Advance A25 (Bruker) bằng cách sử dụng bức xạ CuK α . Việc xác định định lượng pha được thực hiện bằng phương pháp Rietveld (xem tài liệu: “Quantitative phase analysis using the Rietveld method”, D.L. Bish and S.A. Howard, J. Appl. Cryst. (1988) 21, 86-91, hoặc tài liệu “The Rietveld Method”, chương 1, “Introduction to the Rietveld method”, R.A. Young, ed., Oxford University Press (1995)) bằng chương trình phân tích mẫu Topas 4.2 của công ty Bruker.

Các giá trị L*a*b*

Các giá trị L*a*b* được xác định bằng quang phổ kế UltraScan VIS-2 lắp với cảm biến Ultra Sensor VIS của công ty HunterLab. Để làm điều này, các mẫu được rót vào cuvet thủy tinh và bề mặt đồng nhất được tạo ra ở phía cuvet so với miệng đo bằng cách gõ cuvet hoặc ép mẫu. Chương trình phần mềm đi kèm Easy Match QC 4.64 sử dụng các thiết đặt bộ cảm biến “USVIS 1145” và “chế độ RSIN” và tính các giá trị LAB.

Phương pháp này được thực hiện theo phiên bản có hiệu lực hiện nay của EN ISO 11664-4.

Diện tích bề mặt riêng

Diện tích bề mặt riêng được xác định theo phương pháp BET bằng cách sử dụng mức độ hấp thụ N₂ (DIN ISO 9277) trên máy BELSORP-mini của công ty BEL. Nitơ có độ tinh khiết 99,999% được sử dụng.

Soi kính hiển vi điện tử quét

Đối với kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope, SEM), phổ kế Sigma EVO SEM của công ty Zeiss được sử dụng kết hợp với bộ phát hiện INCA Energy 350 EDX của công ty Oxford.

Mô tả chung thử nghiệm

150g $\text{Cu}(\text{OH})_2$ (1,54mol) được tạo huyền phù trong 2250ml nước cất để tạo ra huyền phù có màu xanh da trời. Huyền phù này được gia nhiệt tới 90°C , 120g axit phosphoric (75% trọng lượng, 0,92 mol) và lượng của một hoặc nhiều chất phụ gia theo bảng 1 được bổ sung, và hỗn hợp phản ứng được gia nhiệt tới điểm sôi. Sau 15 phút, sản phẩm thô được lọc, tạo huyền phù lại trong 1000ml nước, lọc lại và làm khô qua đêm ở 105°C trong lò sấy.

Bảng 1:

#	Chất phụ gia	Trọng lượng [%]	L^*	a^*	b^*	$\Delta a-b$	SA [m^2/g]	D10 [μm]	D50 [μm]	D90 [μm]	Độ tinh khiết [%]	Hình dạng
0	-	-	75,8	-4,1	10,6	14,7	n.d.	3,1	5,8	9,7	100	EP ^[3]
1	$\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$	1	82,9	-10,2	9,3	19,5	0,6	3,8	6,1	9,6	100	EP ^[3]
2	Glyxin	0,5	86,8	-7,7	5,2	12,9	3,3	1,1	3,1	5,8	100	EP ^[3]
3	Glyxin	1	87,3	-7,49	4,78	12,3	3,9	0,8	2,6	5,4	100	EP ^[3]
4	Taurin	1	86,7	-6,6	6,6	13,2	2,2	1,4	3,7	6,7	100	ST ^[4]
5	CTAB ^[1]	1	87	-6,1	6,9	13,0	1,4	1,7	4,4	8,2	100	ST ^[4]
6	Sacaroza	0,2	84,7	-4,7	7,7	12,4	n.d.	1,6	3,8	6,9	100	n.d. ^[5]
7	Sacaroza	1	85,7	-5,7	6,4	12,1	n.d.	1,6	4,4	8,1	100	EP ^[3]
8	PEG-400	1	84,8	-6,0	8,0	14	1,5	3,4	6,4	10,9	100	EP ^[3]
9	PEG-6000	1	85,9	-6,7	7,4	14,4	1,7	2,9	6,7	12,1	100	EP ^[3]
10	$\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$	1	83,3	-6,6	7,9	14,5	n.d.	2,8	4,7	7,2	100	EFP ^[2]
11	$\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$ + Na xitrat	1 0,5	91,9	-5,0	2,6	7,5	5,53	0,3	2,4	5,5	100	EP ^[3]

^[1] Xetyltrimetylamoni bromua

^[2] EFP = hình lăng trụ kéo dài, phân mảnh cao (bao gồm nhiều tinh thể kết lại với nhau theo chiều dài), được kết lại một phần

^[3] EP = hình lăng trụ kéo dài, được kết lại một phần

^[4] ST = hình sao từ các tinh thể kết lại với nhau theo chiều dài

^[5] n.d. = không được xác định

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp điều chế đồng (II) hydroxit phosphat có các bước sau đây:

a) điều chế hỗn hợp phản ứng từ dung dịch hoặc thể phân tán trong nước của hợp chất đồng (II) và tốt hơn là ít nhất lượng theo hệ số tỷ lượng của axit phosphoric, trong đó “ít nhất theo hệ số tỷ lượng” có nghĩa là lượng ion đồng (II) của hợp chất đồng (II) so với lượng axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng nhiều nhất là 2,

b) chuyển hóa hợp chất đồng (II) bằng axit phosphoric trong hỗn hợp phản ứng và

c) tách đồng (II) hydroxit phosphat ra khỏi hỗn hợp phản ứng,

trong đó quá trình chuyển hóa trong bước b) được thực hiện theo cách không gia áp, khác biệt ở chỗ,

ít nhất một chất tạo chelat được bổ sung vào hỗn hợp phản ứng trong bước a) và/hoặc b).

2. Phương pháp theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat được chọn từ nhóm bao gồm các axit amin, carboxylic, phosphoric, sulfuric và sulfonic và các muối, este và amit của chúng; các rượu đa hóa trị; nitril; bipyridin; phenantrolin; phenol đa hóa trị; amin đa hóa trị; ete đa hóa trị; lactam; oxim; dẫn xuất ure; keton và aldehyt đa hóa trị như axetylaxetonat; thiol; và các hỗn hợp của chúng.

3. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, hợp chất đồng (II) được chọn từ nhóm bao gồm đồng (II) hydroxit, đồng (II) sulfat, đồng (II) cacbonat, đồng (II) cacbonat bazơ, đồng (II) halogenua, tốt hơn là đồng (II) clorua và đồng (II) bromua, và các hỗn hợp của các chất này.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat là axit amin hoặc muối của nó, tốt hơn là muối Na của nó, trong đó axit amin được chọn từ nhóm gồm các axit amin tạo protein.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat là axit carboxylic, axit hydroxycarboxylic hoặc muối của nó, trong đó axit carboxylic hoặc axit hydroxycarboxylic được chọn từ nhóm bao gồm axit formic, axit axetic, axit glycolic, axit lactic, axit benzoic, axit oxalic, axit tartric, axit malic, axit xitric, axit isoxitric, axit trimesic và các hỗn hợp của các chất này.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat là sacarit được chọn từ nhóm bao gồm mono- và oligosacarit.
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat là axit ascorbic.
8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat là chất hoạt động bề mặt, tốt hơn là được chọn từ nhóm bao gồm chất hoạt động bề mặt anion và chất hoạt động bề mặt không ion.
9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, khác biệt ở chỗ, ít nhất một chất tạo chelat được bổ sung với tổng lượng của các chất tạo chelat nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5,0% trọng lượng so với lượng hợp chất đồng (II).
10. Đồng (II) hydroxit phosphat có thể thu được bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, khác biệt ở chỗ, đồng (II) hydroxit phosphat có giá trị L trong không gian màu $L^*a^*b^* > 78$.