



(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)



1-0053446

(51)^{2020.01} C01B 6/21; C01B 3/00; C01B 3/06

(13) B

(21) 1-2022-00604

(22) 05/08/2020

(86) PCT/JP2020/030035 05/08/2020

(87) WO2021/025069 A1 11/02/2021

(30) 2019-144884 06/08/2019 JP; 2020-114418 01/07/2020 JP

(45) 25/11/2025 452

(43) 25/04/2022 409A

(73) NIPPON LIGHT METAL COMPANY, LTD. (JP)

1-1-13, Shimbashi, Minato-ku, Tokyo 105-8681 Japan

(72) Kaoru SUGITA (JP); Yuji OOTA (JP); Rene Yo ABE (JP); Takuma HACHISU (JP);
Takehiro MATSUNAGA (JP).

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

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT NÁTRI BOHYDRUA

(21) 1-2022-00604

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất natri bohydrua, trong đó phương pháp này bao gồm bước cho natri borat và bột nhôm phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong bình kín được nạp khí hydro trong lúc thực hiện bước khuấy trộn để tạo ra natri bohydrua với tỷ lệ mol của natri được chứa trong natri borat lớn hơn 0,5 so với bo được chứa trong natri borat.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất natri bohydrua và cụ thể hơn là phương pháp sản xuất natri bohydrua từ natri metaborat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiên liệu hydro đã thu hút sự chú ý dưới dạng năng lượng thay thế cho các nhiên liệu dầu mỏ. Natri bohydrua (sodium borohydride, SBH) là chất mang hydro hứa hẹn đối với sự bảo quản và vận chuyển hydro và còn là nguồn hydro. Sự gia tăng có tính chất xã hội về natri bohydrua dưới dạng chất mang hydro đòi hỏi việc thiết lập phương pháp tối ưu để sản xuất natri bohydrua với lưu ý đến kỹ thuật sản xuất hàng loạt.

Các quy trình sản xuất natri bohydrua đã được nghiên cứu thông thường. Chẳng hạn, tài liệu sáng chế 1 bộc lộ phương pháp sản xuất natri bohydrua bằng cách cho trialkyl borat phản ứng với natri nhôm hydrua.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp sản xuất natri bohydrua bao gồm bước cho natri metaborat và hạt nhôm phản ứng trong môi trường khí hydro, trong lúc xoay tròn đảo trộn và nghiền natri metaborat và hạt nhôm bằng cách sử dụng môi trường nghiền, để thu được natri bohydrua.

Hơn nữa, tài liệu phi sáng chế 1 bộc lộ phương pháp sản xuất natri bohydrua trong đó hỗn hợp gồm natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) và natri metaborat được phản ứng với nhôm và hydro ở nhiệt độ cao (855K (581°C), tốt hơn là 873K (599°C)) với natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) ở trạng thái nóng chảy để tạo ra natri bohydrua.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Paten Mỹ số 3,471,268

Tài liệu sáng chế 2: WO 2015/190403

Tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: Bin Hong LIU, et al., “Sodium Borohydride Synthesis by Reaction of Na_2O contained Sodium Borate with Al and Hydrogen”, Energy & Fuels,

2007, Vol. 21, No. 3, pp. 1707-1711

Tài liệu phi sáng chế 2: The Journal of Physical Chemistry C 114(15)7173-7177 march 2010

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Kỹ thuật được đề xuất trong tài liệu sáng chế 1 tổng hợp natri bohydrua bằng cách khử borax khan trong môi trường khí hydro và do đó liên quan đến việc sử dụng natri hydrua hoặc kim loại natri trước dưới dạng chất khử. Kim loại natri là hợp chất đắt tiền.

Theo kỹ thuật được đề xuất trong tài liệu sáng chế 2, một phần phản ứng được bố trí quay trong bình phản ứng dạng hình trụ được nạp natri metaborat (NaBO_2) khan đã được làm khô và các hạt nhôm có đường kính khoảng 3mm; môi trường nghiền (bể thép có đường kính khoảng 30mm) được đặt trong bình phản ứng; và các nguyên liệu được cho phản ứng trong lúc được xoay tròn đảo trộn và nghiền để tạo ra natri bohydrua. Với việc kéo dài thời gian xoay tròn đảo trộn và nghiền, các hạt nhôm được nghiền đến chiều dày hoặc kích thước cực nhỏ như vậy nên việc nghiền tiếp trở nên khó khăn và phản ứng dừng lại.

Theo kỹ thuật được đề xuất trong tài liệu phi sáng chế 1, natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) cần được đưa đến trạng thái nóng chảy. Do đó, kỹ thuật này đòi hỏi thiết bị có khả năng chịu được nhiệt độ cao (855K (581°C), tốt hơn là 873K (599°C)) và áp suất hydro cao bằng 2,3MPa, và yêu cầu này làm tăng quy mô của bình và tăng thêm chi phí sản xuất. Ở 1atm (101,3KPa), natri bohydrua bị phân hủy ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 534°C (xem tài liệu phi sáng chế 2). Nhiệt độ đạt được trong kỹ thuật nêu trên (599°C) cao hơn nhiệt độ này và sẽ gây ra sự phân hủy một phần ngay cả khi môi trường khí là hydro cao áp.

Sáng chế đã được thực hiện dựa trên các vấn đề trong lĩnh vực kỹ thuật đã được thảo luận ở trên. Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất natri bohydrua có khả năng tổng hợp natri bohydrua với cấu hình đơn giản sử dụng nhôm rẻ tiền làm chất khử.

Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo khía cạnh thứ nhất có dấu hiệu bao gồm bước cho natri borat và bột nhôm phản ứng trong môi trường khí hydro trong lúc

thực hiện bước khuấy trộn ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C, tỷ lệ mol của natri được chứa trong natri borat lớn hơn 0,5 so với bo được chứa trong natri borat.

Theo khía cạnh thứ nhất, phương pháp sản xuất natri bohydrua có thể còn bao gồm bước bổ sung oxit kim loại kiềm hoặc oxit kim loại kiềm thổ, trong đó tỷ lệ mol của các mol kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ bất kỳ cộng kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ bất kỳ được chứa trong natri borat có thể lớn hơn 0,5 và không lớn hơn 3 so với các mol bo được chứa trong natri borat.

Theo khía cạnh thứ nhất, phương pháp sản xuất natri bohydrua có thể còn bao gồm bước bổ sung hydroxit kim loại kiềm, trong đó tỷ lệ mol của các mol kim loại kiềm bất kỳ được chứa trong hydroxit kim loại kiềm và natri borat có thể lớn hơn 0,5 và không lớn hơn 3 so với các mol bo được chứa trong natri borat.

Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo khía cạnh thứ hai có dấu hiệu bao gồm: bước loại nước hỗn hợp bao gồm hydroxit kim loại kiềm, natri borat và bột nhôm trong điều kiện tĩnh ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C trong môi trường khí hydro; oxy hóa bột nhôm bằng phản ứng với nước để tạo ra lớp natri nhôm oxit kéo dài từ bề mặt về phía bên trong của các hạt nhôm, lớp natri nhôm oxit được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) dưới đây; và cho hỗn hợp này phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong lúc thực hiện bước khuấy trộn,



trong đó $0 < x < 1$.

Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo khía cạnh thứ ba có dấu hiệu bao gồm: bước loại nước hỗn hợp bao gồm hydroxit kim loại kiềm, natri borat và bột nhôm trong điều kiện tĩnh trong bình trong lúc gia nhiệt bình này ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C dưới áp suất giảm; oxy hóa bột nhôm bằng phản ứng với nước để tạo ra lớp natri nhôm oxit kéo dài từ bề mặt về phía bên trong của các hạt nhôm, lớp natri nhôm oxit được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) dưới đây; và cho hỗn hợp này phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong môi trường khí hydro trong lúc thực hiện bước khuấy trộn,



trong đó $0 < x < 1$.

Theo khía cạnh thứ nhất, thứ hai và thứ ba, tỷ lệ mol của nhôm với bo trong natri borat có thể không nhỏ hơn 1,33.

Khía cạnh thứ nhất hoặc thứ hai có thể tạo ra phương pháp sản xuất natri bohydrua mà không yêu cầu bất kỳ nhà máy quy mô lớn hoặc phức tạp.

Hơn nữa, khía cạnh thứ ba có thể tạo ra phương pháp sản xuất natri bohydrua mà không yêu cầu bất kỳ nhà máy quy mô lớn hoặc phức tạp ngay cả trong trường hợp trong đó các thành phần chứa nhiều nước.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri borat dưới dạng thành phần;

Fig.2 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri metaborat từ borax dưới dạng thành phần và quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri metaborat dưới dạng thành phần;

Fig.3 là hình vẽ mặt cắt một phần minh họa một ví dụ về các bình kín được sử dụng theo một phương án;

Fig.4 là hình vẽ mặt cắt một phần minh họa một ví dụ khác về các bình kín được sử dụng theo một phương án;

Fig.5A là hình vẽ mặt cắt một phần minh họa một ví dụ khác về các bình kín được sử dụng theo một phương án;

Fig.5B là hình vẽ mặt cắt một phần minh họa một ví dụ khác về các bình kín được sử dụng theo một phương án;

Fig.6 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri metaborat dưới dạng thành phần liên quan đến việc loại bỏ nước trong môi trường khí hydro;

Fig.7 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri metaborat dưới dạng thành phần liên quan đến việc loại bỏ nước bằng cách làm khô

dưới áp suất giảm mà không đưa hydro vào, tiếp theo là phản ứng trong môi trường khí hydro;

Fig.8A là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.8B là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.8C là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.8D là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.8E là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.8F là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.8G là hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa một bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH);

Fig.9A là hình ảnh minh họa kết quả của phép phân tích vẽ bản đồ sử dụng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope, SEM) của hạt được điều chế bằng cách trộn natri metaborat và nhôm;

Fig.9B là hình ảnh điện tử tán xạ ngược chụp được trong quá trình phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 liên quan đến việc bổ sung natri hydroxit, cùng với kết quả của phép phân tích vẽ bản đồ SEM;

Fig.9C là hình ảnh điện tử tán xạ ngược minh họa trạng thái khi hoàn thành phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 liên quan đến việc bổ sung natri hydroxit;

Fig.10A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược chụp được trong quá trình phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 trước khi phân tích vẽ bản đồ SEM;

Fig.10B là hình ảnh sau khi phân tích vẽ bản đồ SEM minh họa các vị trí của phép phân tích điểm và các kết quả ước lượng của các chất hóa học;

Fig.10C là bảng minh họa các kết quả (các tỷ lệ nguyên tử (%)) của phép phân tích điểm SEM, được thực hiện sau khi phân tích vẽ bản đồ, ở các vị trí tương ứng với các số trên Fig.10A;

Fig.11A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược khi hoàn thành phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 trước khi phân tích vẽ bản đồ;

Fig.11B là hình ảnh SEM sau khi phân tích vẽ bản đồ;

Fig.11C là bảng minh họa các kết quả (các tỷ lệ nguyên tử (%)) của phép phân tích điểm SEM trước khi phân tích vẽ bản đồ; và

Fig.12 là đồ thị minh họa quy trình sản xuất theo phương pháp sản xuất natri bohydrua trong ví dụ thử nghiệm 11.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương án thứ nhất

Fig.1 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri borat dưới dạng thành phần.

Theo phương pháp sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ nhất, natri borat và bột nhôm được trộn với nhau trong bình kín được nạp khí hydro, và hỗn hợp được phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C . Mỗi loại trong số bột natri borat và bột nhôm tham gia vào phản ứng ở trạng thái rắn. Như được minh họa trên Fig.1, phương pháp sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ nhất bao gồm bước thứ nhất (S-11) đến bước thứ ba (S-13).

Natri borat 51 dưới dạng natri borat ở bước thứ nhất là oxit kép thu được từ borax dưới dạng chất ban đầu bằng cách bổ sung natri hydroxit. Cụ thể, natri borat là oxit kép như vậy bao gồm dibor trioxit (B_2O_3) và natri oxit (Na_2O) với tỷ lệ Na/B nằm trong khoảng từ 0,5 đến 3,0. Các ví dụ cụ thể về các natri borat bao gồm borax (natri tetraborat: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), natri metaborat (NaBO_2 ($= \text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$)) và natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$), nhưng không bị giới hạn ở đó như sẽ được mô tả dưới đây.

Bảng 1 liệt kê các cấu tạo trong đó dibor trioxit (B_2O_3) và natri oxit (Na_2O) có mặt. Như được liệt kê trong bảng 1, các thành phần natri borat từ A đến F (sau đây, còn được gọi là “các thành phần từ A đến F”) mỗi thành phần bao gồm natri borat gồm dibor trioxit

(B_2O_3) và natri oxit (Na_2O) xuất hiện theo cấu hình xác định khi natri oxit (Na_2O) được phát triển thành borax (natri tetraborat: $Na_2B_4O_7$) dưới dạng chất ban đầu.

Bảng 1						
Các thành phần	A	B	C	D	E	F
Natri borat	Borax $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$		Natri metaborat (NaBO_2)		Natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$)	
Na/B	$\text{Na/B} = 0,5$	$0,5 < \text{Na/B} < 1$	$\text{Na/B} = 1$	$1 < \text{Na/B} < 2$	$\text{Na/B} = 2$	$2 < \text{Na/B}$
Các cấu hình	$\text{B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3$	Hỗn hợp gồm $\text{B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3$ và N_2O	$\text{B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$	Hỗn hợp gồm $\text{Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$ và $\text{B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$	Hỗn hợp gồm $\text{Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3\text{-Na}_2\text{O}$ và Na_2O

Trong bảng 1, thành phần A là borax. Borax tồn tại ở dạng natri tetraborat (khan), natri tetraborat (pentahydrat) và natri tetraborat (decahydrat). Borax decahydrat xuất hiện trong tự nhiên dưới dạng tinh thể. Do đó, thành phần A có thể được tách riêng dưới dạng tinh thể bằng cách kết tinh hydrat từ dung dịch, và tách và làm khô hydrat.

Thành phần C là natri metaborat (NaBO_2 ($= \text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_4$)), là natri borat với Na/B (theo mol) = 1,0 thu được bằng cách bổ sung natri hydroxit ($\text{NaOH}(\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O})$) vào borax. Natri metaborat là thành phần C có thể được tách riêng dưới dạng tinh thể bằng cách kết tinh hydrat từ dung dịch, và tách và làm khô hydrat.

Ở đây, Na/B (theo mol) là tỷ lệ mol của tổng kim loại kiềm bất kỳ cộng natri trong natri borat, so với bo (sau đây, còn được gọi là “ Na/B ”).

[0026] Thành phần E là natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) là natri borat với $\text{Na/B} = 2,0$ thu được bằng cách bổ sung natri hydroxit ($\text{NaOH}(\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{H}_2\text{O})$) vào natri metaborat. Natri diborat là thành phần E không thể được kết tinh ra khỏi dung dịch hydrat và do đó không thể được tách riêng dưới dạng tinh thể ra khỏi dung dịch nước.

Hơn nữa, thành phần B là natri borat với $0,5 < \text{Na/B} < 1,0$. Ban đầu, borat này chủ yếu gồm borax, và dần dần chứa natri oxit (Na_2O) với tỷ lệ tăng dần. Thành phần B là hỗn hợp gồm borax ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) và natri oxit (Na_2O).

Thành phần D là natri borat với $1,0 < \text{Na/B} < 2,0$. Ban đầu, borat này chủ yếu gồm natri metaborat, và dần dần chứa natri oxit (Na_2O) với tỷ lệ tăng dần để thành hỗn hợp gồm natri metaborat (NaBO_2) và natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$). Thành phần D là chất lỏng chứa hydrat, nhưng hydrat không thể được kết tinh và do đó không thể được tách riêng dưới dạng tinh thể.

Thành phần F là natri borat với $2,0 < \text{Na/B}$. Ban đầu, borat này chủ yếu gồm natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$), và dần dần chứa natri oxit (Na_2O) với tỷ lệ tăng dần để thành hỗn hợp gồm natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) và natri oxit (Na_2O). Natri diborat là tinh thể chính của thành phần F này, nhưng không thể được kết tinh ra khỏi dung dịch nước và do đó không thể được tách riêng dưới dạng tinh thể natri diborat. Ở giá trị Na/B cao, natri oxit (Na_2O) dư xuất hiện. Khi Na/B lớn hơn hoặc bằng 2, thành phần F tồn tại ở trạng thái tự do.

Từ các điểm nêu trên, natri borat là oxit kép chứa dibo trioxit (B_2O_3) và natri oxit (Na_2O) theo một tỷ lệ xác định. Như được mô tả ở trên, chẳng hạn, natri metaborat (NaBO_2) là thành phần C (Na/B (theo mol) = 1,0; $\text{Na}_2\text{O}:\text{B}_2\text{O}_3 = 1:1$), và natri diborat

($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) là thành phần E (Na/B (theo mol) = 2,0; $\text{Na}_2\text{O}:\text{B}_2\text{O}_3 = 2:1$). Tuy nhiên, các hỗn hợp khác của Na_2O và B_2O_3 theo một tỷ lệ thích hợp mà không có các tên xác định có thể cũng được sử dụng làm các thành phần trong quá trình sản xuất natri bohydrua (SBH).

Na/B (theo mol) trong natri borat tốt hơn là nằm trong khoảng từ lớn hơn 0,5 và không lớn hơn 6, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ lớn hơn 1,0 và không lớn hơn 3.

Các bước sẽ được mô tả chi tiết dưới đây. Natri borat được sử dụng ở các bước dưới đây là các tinh thể phân tách được của natri metaborat.

Bước thứ nhất

Như được minh họa trên Fig.1, ở bước thứ nhất (S-11), natri borat 51 là natri metaborat và bột nhôm 52 được nạp vào bình kín, và sau đó khí không oxy hóa 53 được đưa vào trong bình kín để điền đầy phần bên trong bằng môi trường khí không oxy hóa. Bình kín có thể đã được nạp khí không oxy hóa trước khi nạp các thành phần.

Bước thứ nhất chủ yếu cung cấp các thành phần và nạp chúng. Ở bước thứ nhất, phần bên trong của bình kín được nạp khí không oxy hóa để ngăn chặn sự gỉ của nước trong không khí vào natri metaborat và vào màng oxit trên bề mặt của nhôm. Bình kín có thể được nạp khí không oxy hóa trước hoặc sau khi các thành phần được nạp vào bình kín.

Ở đây, khí không oxy hóa 53 có thể là, chẳng hạn, khí hydro hoặc khí hiếm (như, chẳng hạn, khí heli hoặc khí argon). Theo cách khác, bước thứ nhất có thể là bước trong đó natri metaborat và nhôm được nạp vào bình kín, và bình kín được hút chân không sau khi nạp các thành phần.

Bình kín được sử dụng là bình có tính chịu nhiệt và tính chịu áp đủ để chịu được các nhiệt độ cao (chẳng hạn, 560°C) và các áp suất cao (chẳng hạn, 10MPa) và có không gian kín để được nạp khí. Có thể sử dụng bình ít nhất được trang bị thiết bị khuấy trộn.

Các chi tiết về bình kín sẽ được mô tả sau đây.

Bột natri metaborat mềm và phần lớn các hạt bị vỡ thành các hạt mịn hơn do sự va chạm trong bước khuấy trộn. Khi kích thước hạt nhỏ hơn hoặc bằng $100\mu\text{m}$, tần số tiếp xúc với bột nhôm trong quá trình trộn được tăng lên và do đó hiệu suất phản ứng

cũng được tăng lên. Do đó được ưu tiên là kích thước hạt của bột natri metaborat không lớn hơn $100\mu\text{m}$. Bột natri metaborat có xu hướng hấp thụ nước trong quá trình bảo quản, và việc sử dụng trực tiếp chúng dẫn đến sự giảm hiệu suất phản ứng. Do đó, độ ẩm trong quá trình bảo quản natri metaborat tốt hơn là không lớn hơn 10%, và lượng nước được hấp thụ trong quá trình bảo quản ngắn trong các điều kiện như vậy sẽ nằm trong khoảng từ 2 đến 3% trọng lượng (sau đây, được gọi là “%”). Bất ngờ là, natri diborat sẽ hấp thụ nước với lượng lớn hơn hoặc bằng 5% trong cùng các điều kiện.

Trong phương án theo sáng chế, bột natri metaborat là thành phần thu được bằng cách nghiền natri metaborat đến một độ mịn nhất định, rây các hạt qua rây có các lỗ $100\mu\text{m}$, và thu hồi các hạt đã đi qua rây. Để bảo đảm sự tiếp xúc tốt của natri metaborat với nhôm, ưu tiên sử dụng bột natri metaborat có kích thước hạt nhỏ hơn. Bột natri metaborat như vậy có thể thu được bằng cách, chẳng hạn, nghiền natri metaborat bằng môi trường khuấy trộn trong bình kín, hoặc rây bột natri metaborat qua rây có kích thước lỗ nhỏ hơn $100\mu\text{m}$ (chẳng hạn, rây có kích thước lỗ nhỏ hơn hoặc bằng $50\mu\text{m}$).

Ở bước thứ nhất, bột natri metaborat có thể được nạp với khối lượng được xác định một cách thích hợp phù hợp với lượng natri bohydrua mong muốn được tổng hợp. Bất ngờ là, khối lượng lớn hơn ước tính cần được bổ sung dựa trên sự thực tế là natri metaborat đã nghiền và làm khô có khả năng hấp thụ nước và khối lượng nước đã hấp thụ sẽ bị mất đi.

Nhôm được sử dụng làm thành phần có thể là, chẳng hạn, các mẫu nhỏ như bột hoặc mảnh vụn. Chẳng hạn, các mẫu nhỏ như vậy của nhôm có thể là các mảnh vụn như phoi mảnh vụn và phế phẩm. Nếu có thể, được ưu tiên là chọn nhôm chỉ chứa các lượng nhỏ của các kim loại tạp chất quý hơn nhôm.

Tốt hơn là, nhôm được nạp có kích thước hạt trung bình, chẳng hạn, không nhỏ hơn $1\mu\text{m}$, và kích thước hạt tối đa không lớn hơn 10mm . Nếu kích thước hạt trung bình của nhôm nhỏ hơn $1\mu\text{m}$, các hạt khó xử lý do sự nổ bụi được tạo điều kiện thuận lợi, và còn dính bám với nhau dễ dàng để tạo ra các chất kết tụ trong một số trường hợp. Nếu kích thước hạt trung bình lớn hơn 10mm , diện tích bề mặt riêng trên khối lượng bị giảm đến mức diện tích phản ứng bị giảm xuống có thể gây ra sự giảm đáng kể tốc độ phản ứng ở giai đoạn ban đầu của phản ứng. Kích thước hạt trung bình tốt hơn nữa là không

nhỏ hơn 10µm và không lớn hơn 5mm.

Kích thước hạt trung bình thu được dưới dạng đường kính tương đương hình tròn được xác định bằng thiết bị phân tích phân bố kích thước hạt nhiễu xạ laze.

Ở bước thứ nhất, nhiệt độ trong bình kín ở thời điểm bổ sung các thành phần không bị giới hạn đặc biệt. Đặc biệt không cần gia nhiệt trong bình kín, và do đó nhiệt độ có thể là nhiệt độ môi trường xung quanh. Để ngăn chặn phản ứng của natri metaborat với nước trong không khí, mong muốn là các thành phần được nạp trong môi trường khí không có nước. Cần thiết là bình được đậy chặt ngay sau khi các thành phần được nạp.

Bước thứ hai (bước loại nước)

Như được minh họa trên Fig.1, bước thứ hai (S-12) là bước trong đó phần bên trong của bình kín được gia nhiệt đến nhiệt độ không nhỏ hơn 280°C và không lớn hơn 560°C, và natri metaborat và nhôm được làm khô bằng cách loại bỏ nước dư được chứa trong đó.

Bước làm khô để loại bỏ nước dư này có thể được thực hiện bằng cách sử dụng quy trình bất kỳ trong số hai quy trình loại nước.

Quy trình loại nước thứ nhất làm cho nước từ các thành phần được gia nhiệt trong bình kín phản ứng với nhôm, bằng cách đó chuyển hóa nước thành khí hydro và nhôm oxit.

Cụ thể, quy trình loại nước thứ nhất loại bỏ nước ra khỏi hệ phản ứng bằng cách làm bay hơi nước dư trong bình kín và làm cho hơi này phản ứng với nhôm.

Phản ứng của nước với nhôm được thể hiện bởi công thức phản ứng (1) dưới đây.



Quy trình loại nước thứ hai là quy trình làm khô gia nhiệt trong chân không trong đó phần bên trong của bình kín được gia nhiệt trong chân không, và nước được hút để loại nước các thành phần. Quy trình làm khô gia nhiệt trong chân không này có thể xả nhiều nước ra khỏi hệ thống và có thể làm giảm sự tiêu thụ nhôm, và do đó phù hợp khi các thành phần chứa các lượng lớn của nước, mặc dù bước làm khô trong chân không mất nhiều thời gian.

Các điều kiện gia nhiệt ở bước loại nước dưới dạng bước thứ hai có thể lớn hơn hoặc bằng 280°C để bảo đảm rằng natri metaborat hydrat sẽ giải phóng nước, và có thể tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 400°C dựa trên sự thực tế là sự tách nước ra khỏi natri borat dạng bột tiếp diễn ở các nhiệt độ cao.

Bước loại nước này có thể hạn chế sự ảnh hưởng của nước có mặt trong natri metaborat lên quá trình tổng hợp natri bohydrua, do đó làm cho có thể ngăn chặn sự giảm hiệu suất trong quá trình tổng hợp natri bohydrua.

Ở đây, thuật ngữ “nước” có nghĩa là nước của quá trình hydrat hóa, nước bám vào bề mặt, và nước được đưa vào bởi phản ứng của bột natri metaborat khan với nước. Chẳng hạn, natri metaborat có thể thu được bằng cách hydro hóa natri bohydrua. Natri metaborat thường là tetrahydrat, nhưng có thể là hydrat chứa nước của quá trình hydrat hóa theo tỷ lệ khác. Trong phương án theo sáng chế, natri metaborat có thể được sử dụng bất kể nước có bám dính vào bề mặt của natri metaborat hay không.

Nước bám dính này có mặt không chỉ trên natri metaborat mà, mặc dù ở lượng vết, còn trên nhôm che phủ màng oxit. Nước này có thể được làm bay hơi ở bước loại nước. Theo phép phân tích nhiệt trọng, natri metaborat ở 1atm (101,33kPa) giải phóng nước của quá trình hydrat hóa ở nhiệt độ 280°C. Do đó, như nêu trên, các điều kiện gia nhiệt để giải phóng nước của quá trình hydrat hóa ra khỏi natri metaborat tốt hơn là không nhỏ hơn 280°C. Khoảng thời gian giữ tốt hơn là không nhỏ hơn 10 phút. Sự giải phóng nước của quá trình hydrat hóa có thể được tăng tốc và khoảng thời gian giữ có thể được giảm xuống bằng cách kiểm soát nhiệt độ gia nhiệt đến khoảng không nhỏ hơn 300°C và không lớn hơn 560°C.

Bước thứ ba

Trong phương án theo sáng chế, như được minh họa trên Fig.1, bước thứ hai (S-12) được mô tả ở trên được tiếp theo bởi bước thứ ba (S-13) được mô tả dưới đây trong đó natri bohydrua (SBH) được tổng hợp. Khi việc loại bỏ nước không được thực hiện, bước thứ hai (S-12) có thể được bỏ qua và bước thứ ba (S-13) có thể trực tiếp sau bước thứ nhất (S-11).

Việc khuấy trộn để giúp phản ứng tổng hợp natri bohydrua có thể được thực hiện bằng chỉ một mình máy khuấy, nhưng tốt hơn là bao gồm môi trường khuấy trộn để thúc

đẩy sự tiếp xúc cần thiết của nhôm và natri borat và sự trộn đồng đều cần thiết của các thành phần rắn với các sản phẩm trong quá trình phản ứng tổng hợp.

Các ví dụ về môi trường khuấy trộn được sử dụng ở đây bao gồm các dạng như các viên bi và các que, với bi là được ưu tiên. Đường kính của bi tốt hơn là lớn hơn kích thước hạt của nhôm được nạp. Các vật liệu của môi trường nghiền có thể được chọn thích hợp từ các vật liệu hiện có như gốm và thép không gỉ. Cụ thể, bi gốm, nhẹ và không bị nhiễm kim loại, tốt hơn là được sử dụng làm môi trường này. Cụ thể, bi gốm tốt hơn là bi nhôm oxit hoặc bi mulit. Nhôm oxit là sản phẩm được tạo ra trong quá trình các phản ứng tổng hợp, nhưng nhôm oxit hoặc gốm chứa nhôm oxit đã được nung ở nhiệt độ cao bền và không gây ảnh hưởng bất lợi đến các phản ứng tổng hợp.

Ở đây, đường kính của môi trường khuấy trộn có thể khoảng nhỏ hơn 30mm, tốt hơn là không nhỏ hơn 2mm và không lớn hơn 20mm, và tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 3mm và không lớn hơn 10mm.

Khi việc khuấy trộn được thực hiện bằng cách sử dụng môi trường khuấy trộn, tốc độ khuấy trộn chấp nhận được có thể nằm trong khoảng từ tốc độ quay thấp trong đó vận tốc chu vi của máy khuấy khoảng từ 13cm/giây đến tốc độ quay cao trong đó máy khuấy có vận tốc chu vi lớn hơn hoặc bằng 90cm/giây và môi trường nhận năng lượng va chạm có thể biến dạng, và xoay tròn đảo trộn và nghiền nhôm. Tuy nhiên, nếu vận tốc chu vi lớn hơn hoặc bằng 90cm/giây, nhôm được xoay tròn đảo trộn và được nghiền thành các hình dạng mỏng và kéo dài mà có xu hướng dính vào các thành bình cùng với các thành phần và các sản phẩm. Kết quả là, ít vật liệu được trộn và hiệu suất phản ứng bị giảm xuống. Do đó, tốc độ khuấy trộn tốt hơn là ở mức sao cho vận tốc chu vi của máy khuấy không lớn hơn 70cm/giây mà không gây ra sự biến dạng của nhôm. Dưới đây, việc khuấy trộn trong các điều kiện tốc độ thấp trong đó vận tốc chu vi không lớn hơn 70cm/giây sẽ được gọi là “khuấy trộn nhẹ”.

Trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua trong phương án theo sáng chế, bề mặt của hạt nhôm nằm ngoài khoảng cách khuếch tán trong vùng lân cận của bề mặt nhôm có thể được coi là bờ. Trong quá trình trộn bằng cách khuấy trộn, các thành phần ở cách xa bờ hoặc xa bờ (ở vùng cách xa bề mặt của hạt nhôm, sau đây gọi là, “xa bờ”) khuếch tán qua màng nhôm oxit và lớp sản phẩm phản ứng và đi đến bề mặt nhôm là vị trí phản

ứng, và phản ứng xảy ra giữa nhôm, hydro và natri borat để tạo ra natri hydrua. Các sản phẩm, nghĩa là, natri bohydrua và nhôm oxit, và thành phần natri borat có các gradien nồng độ trong khoảng cách khuếch tán gần bề mặt, và phản ứng tổng hợp diễn ra trong lúc mỗi trong số các chất này di chuyển nhờ sự khuếch tán trong khoảng cách khuếch tán gần bề mặt để đạt được nồng độ trung bình. Tốc độ phản ứng phụ thuộc vào khoảng cách và các tốc độ khuếch tán của các ion natri, bo, nhôm, oxy và hydro. Khí hydro ít ảnh hưởng đến tốc độ phản ứng vì nó có kích thước phân tử nhỏ và có thể di chuyển nhanh qua các hợp chất đến bề mặt phản ứng.

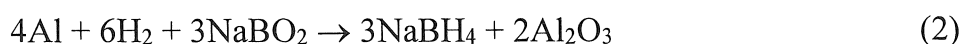
Ở bước thứ ba (S-13), phản ứng được khơi mào theo hai cơ chế trong bình kín bằng môi trường khí hydro.

Theo cơ chế thứ nhất khơi mào phản ứng, nhôm bị xước ở giai đoạn đầu tiên của quá trình khuấy trộn trong lúc và chạm với và bị kẹt giữa các viên bi của môi trường khuấy trộn hoặc giữa viên bi của môi trường khuấy trộn và máy khuấy, và màng oxit che phủ bề mặt bị vỡ để lộ ra bề mặt nhôm mới, mà sau đó được tiếp xúc với natri metaborat đã loại nước và phản ứng với nó trong môi trường khí hydro.

Một khi màng oxit bề mặt trên nhôm bị vỡ và các sản phẩm phản ứng vi mô xảy ra, bề mặt của nhôm được che phủ bằng sản phẩm và nhôm oxit chứa natri oxit.

Theo cơ chế thứ hai để khơi mào phản ứng, thành phần natri borat bao gồm natri oxit dư. Trong trường hợp này, natri oxit liên kết với màng nhôm oxit trên bề mặt nhôm, và màng oxit này có các tác dụng rào chắn ion kim loại được chuyển thành natri nhôm dioxit (NaAlO_2) cho các ion kim loại đi qua đó, do đó cho phép phản ứng bắt đầu.

Lượng của hydro trong bình kín giảm xuống với tiến triển của quá trình tổng hợp natri bohydrua. Tốc độ phản ứng có thể được tăng lên bằng cách gia tăng áp suất khí hydro. Khi thành phần là natri metaborat, phản ứng ở đây được thể hiện bởi công thức phản ứng (2) dưới đây.



Ở bước thứ ba (S-13), bình kín có thể là bình kín được sử dụng ở bước thứ nhất (S-11) và bước thứ hai (S-12), hoặc có thể là một bình kín khác. Nghĩa là, bước thứ nhất (S-11) đến bước thứ ba (S-13) có thể được thực hiện trong một bình kín duy nhất hoặc

trong các bình kín riêng biệt.

Ở bước thứ ba (S-13), áp suất khí hydro tốt hơn là được duy trì nằm trong khoảng từ không nhỏ hơn 0,3MPa và không lớn hơn 10MPa, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ không nhỏ hơn 1MPa và không lớn hơn 10MPa. Bằng cách duy trì áp suất khí hydro ở không nhỏ hơn 0,3MPa và không lớn hơn 10MPa, natri bohydrua có thể được tổng hợp với hiệu suất vượt trội, và các chi phí về cơ sở vật chất có thể được giảm xuống nhờ việc không cần đến các bình phản ứng, các dụng cụ chịu siêu áp suất và tương tự.

Để bảo đảm rằng các phản ứng ở bước thứ ba (S-13) sẽ diễn ra đến một mức độ đủ, nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C. Các nhiệt độ gia nhiệt không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C tạo ra tốc độ phản ứng đủ, mang lại hiệu suất vượt trội trong quá trình tổng hợp natri bohydrua, và bảo đảm rằng natri bohydrua được tổng hợp sẽ không bị phân hủy và sẽ được thu hồi với tỷ lệ đủ

Natri bohydrua (SBH) có thể được tổng hợp nhờ bước thứ nhất (S-11) đến bước thứ ba (S-13) được mô tả ở trên.

Trong phương án theo sáng chế đã mô tả ở trên, natri metaborat và nhôm có thể được nạp một cách riêng rẽ vào trong bình kín theo cách lần lượt, hoặc có thể được nạp vào trong bình kín dưới dạng hỗn hợp của chúng.

Khi các thành phần này được nạp dưới dạng hỗn hợp, bước thứ nhất (S-11) tốt hơn là trước bước trong đó natri metaborat và nhôm được trộn với nhau để tạo ra hỗn hợp, và hỗn hợp gồm natri metaborat và nhôm tốt hơn là được nạp vào trong bình kín ở bước thứ nhất (S-11).

Bằng cách trộn nhôm và natri metaborat trước và sử dụng các thành phần này dưới dạng hỗn hợp, tần suất tiếp xúc giữa nhôm và natri borat có thể được tăng lên và tốc độ phản ứng có thể được gia tăng.

Khi nhôm và natri metaborat được sử dụng làm hỗn hợp, chúng có thể được phân tán và trộn với nhau trước và được nén để tạo ra hạt. Các hạt mang lại các lợi thế như độ hút ẩm thấp hơn dạng bột và dễ xử lý. Các hạt bị vỡ thành các hạt mịn trong quá trình khuấy trộn và sau đó hoạt động tương tự như bột.

Trong lúc phân mô tả nêu trên đã minh họa quá trình tổng hợp natri bohydrua

(SBH) sử dụng natri metaborat dạng bột làm natri borat, natri bohydrua (SBH) có thể được tổng hợp bằng cách, như đã được mô tả ở trên, bổ sung natri hydroxit vào borax dưới dạng thành phần natri borat để tạo ra natri metaborat, mà sau đó tạo thành natri bohydrua (SBH).

Fig.2 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri metaborat từ borax dưới dạng thành phần và quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri metaborat dưới dạng thành phần.

Trong quá trình này, như được minh họa trên Fig.2, bước thứ nhất (S-11) bao gồm hai bước, cụ thể, bước nung bằng nhiệt (S-11A) trong đó natri hydroxit được bổ sung vào borax để tạo ra tinh thể (oxit kép) dibor trioxit (B_2O_3) và natri oxit (Na_2O), và trộn và bước tiếp xúc (S-11B) trong đó sản phẩm thu được được cho tiếp xúc với nhôm bằng cách trộn. Qua hai bước này, oxit kép của dibor trioxit (B_2O_3) và natri oxit (Na_2O) có thể được tạo ra với tỷ lệ Na/B mong muốn nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,0 bằng cách thay đổi tỷ lệ của natri hydroxit.

Như được liệt kê trong bảng 1 ở trên, natri borat với $Na/B = 1$ là natri metaborat ($NaBO_2 (= Na_2B_2O_4)$), và natri borat với $Na/B = 2$ là natri diborat ($Na_4B_2O_5$).

Ở bước nung bằng nhiệt (S-11A) trong bước thứ nhất (S-11), nhiệt độ gia nhiệt tốt hơn là không lớn hơn $400^\circ C$. Natri borat thu được bằng cách nung bằng nhiệt này được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng và sau đó được nghiền. Ở bước trộn và tiếp xúc (S-11B), nhôm được đưa vào và được tiếp xúc với natri borat bằng cách trộn ở nhiệt độ trong phòng.

Sau các bước này, nước được loại bỏ ở bước thứ hai (S-12) theo cách tương tự như được mô tả ở trên, và natri bohydrua (SBH) được tổng hợp ở bước thứ ba (S-13) theo cách tương tự như được mô tả ở trên.

Các sản phẩm tạo ra bao gồm natri bohydrua (SBH), và natri oxit (Na_2O), nhôm oxit (Al_2O_3) và natri hydrua.

Tiếp theo, một số ví dụ về các bình kín có thể được sử dụng trong phương án theo sáng chế sẽ được mô tả, nhưng các bình kín trong phương án theo sáng chế không bị giới hạn ở đó.

Fig.3 là hình vẽ mặt cắt một phần minh họa một ví dụ về các bình kín được sử dụng trong phương án theo sáng chế.

Như được minh họa trên Fig.3, bình kín 10A có thân bình chính hình trụ đáy tròn 12, và nắp dạng đĩa tháo ra được 14 đóng kín chặt thân bình chính 12. Thiết bị gia nhiệt có thể điều chỉnh nhiệt độ 16 được bố trí ở phần bên ngoài phía dưới của thân bình chính 12, và lượng chứa trong thân bình chính 12 được gia nhiệt bằng thiết bị gia nhiệt 16. Hơn nữa, vòng hình chữ O 18 được bố trí ở mặt đầu trên của thân bình chính 12, và bảo đảm tính kín khí bên trong bình bằng cách được đặt để tiếp xúc chặt với nắp 14. Khi nắp 14 được đóng, nắp 14 tiếp xúc chặt với thân bình chính 12 nhờ vòng hình chữ O 18.

Nắp 14 có lỗ trung tâm và phần hình trụ kéo dài dọc theo lỗ. Động cơ 20 được bố trí ở trên phần hình trụ. Thiết bị khuấy trộn gồm động cơ 20, thanh khuấy 22 nối với trục quay của động cơ 20, và nhiều phần khuấy 22A kéo dài theo hướng vuông góc với trục của thanh khuấy 22. Khi nắp 14 được gắn vào thân bình chính 12, đầu mút của thanh khuấy 22 đi đến vùng thấp hơn trong không gian bên trong thân bình chính 12. Nghĩa là, động cơ 20 được dẫn động để quay thanh khuấy 22 cùng với các phần khuấy 22A để khuấy trộn lượng chứa trong thân bình chính 12.

Nắp 14 được trang bị thêm ống thứ nhất 24 và ống thứ hai 30 liên tục vào phần bên trong của thân bình chính 12. Ống thứ nhất 24 được nối với nguồn cung cấp khí hydro (không thể hiện) qua van cung cấp khí hydro 26, và với bơm chân không (không thể hiện) qua van xả 28. Nghĩa là, khí hydro được cung cấp vào trong thân bình chính 12 khi van cung cấp khí hydro 26 được mở, và thân bình chính 12 được hút chân không khi van xả 28 được mở. Hơn nữa, ống thứ hai 30 được nối với áp kế 32, và áp suất bên trong thân bình chính 12 được thể hiện trên áp kế 32.

Fig.4 là các hình vẽ mặt cắt một phần minh họa các ví dụ khác về các bình kín có thể được sử dụng trong phương án theo sáng chế.

Bình kín 10B khác với bình kín trên Fig.3 ở chỗ, như được minh họa trên Fig.4, bình kín 10B chứa một lượng lớn môi trường khuấy trộn 40 bên trong thân bình chính 12. Khi các thành phần được nạp vào thân bình chính 12 và thanh khuấy 22 được quay, môi trường khuấy trộn 40 được khuấy để thúc đẩy sự di chuyển của thành phần natri borat và chất trung gian natri hydrua. Lượng môi trường khuấy trộn 40 có thể được tăng

hoặc được giảm một cách thích hợp để tốc độ phản ứng sẽ được tăng lên.

Ở đây, tỷ lệ trọng lượng của môi trường khuấy trộn 40 với các thành phần tốt hơn là không nhỏ hơn 1 và nhỏ hơn 110.

Fig.5A là hình vẽ mặt cắt một phần minh họa một ví dụ khác về các bình kín có thể được sử dụng trong phương án theo sáng chế.

Bình kín 10C khác với bình kín trên Fig.3 ở chỗ, như được minh họa trên Fig.5A, bình kín 10C có phần khuấy dạng chữ J 22B ở đầu dưới của thanh khuấy 22 quay bên trong thân bình chính 12. Phần khuấy dạng chữ J 22B được uốn cong theo mặt chu vi bên trong của đáy 12a của thân bình chính 12. Khi các thành phần được nạp vào thân bình chính 12 và thanh khuấy 22 được quay, các thành phần có cơ hội nhỏ hơn khi bám vào các thành bình bên trong trong quá trình khuấy trộn do phần khuấy 22B được làm cong hình chữ J theo mặt chu vi bên trong của đáy 12a. Môi trường khuấy trộn 40 như môi trường được minh họa trên Fig.4 có thể được bổ sung một cách thích hợp. Trong bình kín 10C như được minh họa trên Fig.5B, hai môi trường khuấy trộn 40 được bổ sung bên trong thân bình chính 12.

Phương án thứ hai

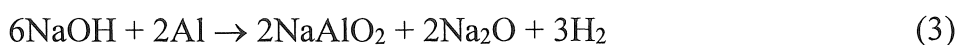
Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ hai bao gồm bước thứ nhất đến bước thứ ba được mô tả theo phương pháp sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ nhất. Phần mô tả các dấu hiệu của các bước mà giống như theo phương án thứ nhất sẽ được bỏ qua, và các dấu hiệu khác biệt với phương án thứ nhất sẽ được mô tả.

Ở bước thứ nhất theo phương pháp sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ hai, hydroxit kim loại kiềm hoặc oxit kim loại kiềm được nạp thêm vào trong bình kín. Ở bước thứ hai, hỗn hợp gồm bột natri borat, bột nhôm và hydroxit kim loại kiềm được loại nước bằng phản ứng trong bình kín được nạp khí hydro ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C. Theo cách khác, các thành phần được loại nước bằng cách gia nhiệt trong điều kiện hút chân không, và sau đó ở bước thứ ba, bột natri metaborat, bột nhôm và oxit kim loại kiềm được trộn với nhau trong bình kín được nạp khí hydro và hỗn hợp được phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C.

Các ví dụ về các hydroxit kim loại kiềm bao gồm natri hydroxit (NaOH), kali hydroxit (KOH) và lithi hydroxit (LiOH).

Các ví dụ về các oxit kim loại kiềm bao gồm natri oxit (Na_2O), lithi oxit (Li_2O), natri nhôm dioxit (NaAlO_2), canxi oxit (CaO) và stronti oxit (SrO). Canxi oxit có thể được bổ sung để tăng tính kiềm.

Khi natri hydroxit (NaOH) được sử dụng làm hydroxit kim loại kiềm, natri hydroxit tiêu thụ nhôm và cung cấp hydro trong bình kín như được thể hiện trong công thức phản ứng (3) dưới đây. Do đó, được ưu tiên là lượng nhôm bổ sung được tăng lên để bù vào lượng nhôm mất đi do sự tiêu thụ này.



Phương pháp sản xuất natri bohydrua của phương án thứ hai bao gồm việc đưa vào hydroxit kim loại (chẳng hạn, NaOH) có thể tạo ra natri bohydrua phần lớn theo hai cách. Khi sử dụng oxit kim loại (chẳng hạn, CaO), phương pháp này tốt hơn là được thực hiện theo cách thứ nhất vì hàm lượng nước của nó nhỏ.

Dưới đây, phương pháp sản xuất natri bohydrua bằng cách đưa vào hydroxit kim loại (chẳng hạn, NaOH) sẽ được mô tả dựa vào Fig.6 và Fig.7.

Fig.6 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri metaborat dưới dạng thành phần liên quan đến việc loại bỏ nước trong môi trường khí hydro.

Fig.7 là sơ đồ công nghệ của quá trình tổng hợp natri bohydrua (SBH) từ natri metaborat dưới dạng thành phần liên quan đến việc loại bỏ nước bằng cách làm khô dưới áp suất giảm mà không đưa hydro vào, tiếp theo là phản ứng trong môi trường khí hydro.

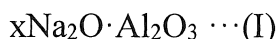
Như được minh họa trên Fig.6, phương pháp thứ nhất để sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ hai bao gồm bước làm khô (S-21) trong đó natri metaborat được làm khô ở nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng 280°C , bước trộn và tiếp xúc (S-22) trong đó hydroxit kim loại kiềm, natri borat và nhôm được cho tiếp xúc và trộn với borat đã được làm khô ở nhiệt độ trong phòng, bước loại nước (S-23) trong đó hỗn hợp đã tiếp xúc được phản ứng trong lúc được loại nước trong điều kiện tĩnh ở nhiệt độ không nhỏ hơn

400°C trong môi trường khí hydro, bằng cách đó loại bỏ nước, và bước tạo ra SBH (S-24) trong đó các hạt nhôm được tham gia phản ứng oxy hóa với nước đã được tạo ra ở bước loại nước (S-23) để tạo ra lớp natri nhôm oxit được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) dưới đây mà kéo dài từ bề mặt về phía bên trong của các hạt nhôm, và sau đó hỗn hợp được phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong lúc thực hiện bước khuấy trộn để tạo ra natri bohydrua (SBH).



Ở đây, $0 < x < 1$.

Hơn nữa, như được minh họa trên Fig.7, phương pháp thứ hai để sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ hai bao gồm bước làm khô (S-31) trong đó natri metaborat được làm khô ở nhiệt độ lớn hơn hoặc bằng 280°C, bước trộn và tiếp xúc (S-32) trong đó hydroxit kim loại kiềm, natri borat và nhôm được cho tiếp xúc và trộn với borat đã được làm khô ở nhiệt độ trong phòng, bước loại nước (S-33) bằng cách làm khô dưới áp suất giảm trong đó hỗn hợp được gia nhiệt ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C dưới áp suất giảm và được phản ứng trong lúc được loại nước trong điều kiện tĩnh, bằng cách đó loại bỏ nước, và bước tạo ra SBH (S-34) trong đó các hạt nhôm được tham gia phản ứng oxy hóa với nước đã được tạo ra ở bước loại nước (S-33) để tạo ra lớp natri nhôm oxit được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) dưới đây mà kéo dài từ bề mặt về phía bên trong của các hạt nhôm, và sau đó hỗn hợp được phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong lúc thực hiện bước khuấy trộn trong môi trường khí hydro để tạo ra natri bohydrua (SBH).



Ở đây, $0 < x < 1$.

Trong phương pháp thứ hai để sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ hai được minh họa trên Fig.7, đầu tiên nước được thải ra khỏi hệ thống bằng cách làm khô dưới áp suất giảm. Do đó, phương pháp thứ hai này phù hợp khi các thành phần chứa nhiều nước (chẳng hạn, lớn hơn hoặc bằng 2%). Khi quá trình loại nước chỉ dựa vào nhôm kim loại như là trường hợp trong phương pháp thứ nhất để sản xuất natri bohydrua của phương án thứ hai được minh họa trên Fig.6, các thành phần không được loại nước hoàn toàn khi lượng nước lớn (chẳng hạn, lớn hơn hoặc bằng 10%). Trong trường hợp

này, phương pháp thứ hai được ưu tiên.

Ở đây, phương pháp thứ nhất để sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ hai được minh họa trên Fig.6 sẽ được mô tả thêm. Nước từ hydroxit kim loại kiềm được gia nhiệt đến nhiệt độ phản ứng và được loại bỏ bằng cách được phản ứng với nhôm trong ít nhất 10 phút trong điều kiện không có sự va chạm với môi trường trong lúc duy trì nhiệt độ phản ứng. Sau đây, quá trình loại nước này sẽ được gọi là “quá trình loại nước phản ứng”.

Dưới đây, quá trình loại nước sẽ được mô tả lấy natri hydroxit (NaOH) làm ví dụ điển hình của các hydroxit kim loại kiềm. Khi nước được tạo ra từ natri hydroxit được giữ ở nhiệt độ cao trong điều kiện không va chạm với môi trường khuấy trộn, nó phản ứng với nhôm để tạo ra hydro. Nhôm oxit xuất hiện ở đây được phối trí với natri oxit (Na_2O) là oxit kim loại được tạo ra ở cùng thời điểm và trung hòa natri oxit để tạo ra natri nhôm dioxit ($\text{NaAlO}_2 = \text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$). Khi được giữ ở nhiệt độ cao trong điều kiện tĩnh, dioxit này giải phóng natri oxit (Na_2O) để thành β' -nhôm oxit ($0,17\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) hoặc β -nhôm oxit ($0,09\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) bền, tạo ra $x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ($0,09 < x < 1$). Nhờ quá trình kết tinh, $x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ có cấu trúc bền hơn natri nhôm dioxit và đạt được độ bền cao nhờ các liên kết Al_2O_3 mạnh. Sau đây, lớp $x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ này với độ bền gia tăng sẽ được gọi là “lớp vỏ cứng”.

Ở đây, các lớp natri nhôm oxit ($x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$; $0 < x < 1$) gồm β' -nhôm oxit ($0,17\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) hoặc β -nhôm oxit ($0,09\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) được gọi là các chất điện phân rắn beta-nhôm oxit. Các chất điện phân rắn beta-nhôm oxit là các chất dẫn ion cực kỳ tốt có các ion natri được phân bố giữa các lớp hai chiều được làm từ các khối nhôm oxit, và các ion natri chuyển động ở tốc độ cao giữa các lớp này.

Lớp natri nhôm dioxit ngay sau khi được tạo ra ở trạng thái mềm. Lớp natri nhôm dioxit mềm này sẽ được gọi là “lớp vỏ mềm”. Khi bước khuấy trộn môi trường được thực hiện, lớp vỏ mềm được tách ra khỏi các hạt nhôm ngay cả trong các điều kiện khuấy trộn nhẹ.

Natri nhôm dioxit tách ra khỏi các hạt nhôm là nhỏ và được đặt ở nơi có động năng cao, và do đó ít có thiên hướng bị kết tinh β -nhôm oxit, giải phóng ít natri oxit. Ngay cả nếu được giải phóng, natri oxit ở cách xa bề mặt nhôm và không thể hưởng lợi

từ tác dụng khử của nhôm.

Mục đích của bước bổ sung hydroxit kiềm là gia tăng lượng oxit kim loại (natri oxit (Na_2O)) trên bề mặt nhôm, và do đó được ưu tiên là hỗn hợp được giữ ở nhiệt độ gia nhiệt mà không cần khuấy trộn cho đến khi quá trình loại nước hoàn thành.

Lớp vỏ cứng thu được bằng cách quá trình loại nước phản ứng bảo vệ vị trí phản ứng của bề mặt nhôm khỏi sự khuấy trộn nhẹ. Hơn nữa, lớp vỏ cứng β'' -nhôm oxit ($x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) có tính thấm ion tốt và cho phép các ion natri, bo, nhôm, oxy và hydro chuyển động trong lớp vỏ cứng nhờ sự khuếch tán. Cụ thể, các ion natri có thể chuyển động ở tốc độ di chuyển cao. Ở mặt phân cách nhôm trong đó phản ứng khử xảy ra, natri oxit (Na_2O) được giải phóng ra khỏi natri nhôm dioxit nhờ tiến trình hình thành β'' -nhôm oxit và hình thành β -nhôm oxit được khử bởi nhôm thành kim loại natri. Kim loại natri tạo ra trong nhôm có độ hòa tan rắn thấp và tích lũy ở bề mặt và các sai hỏng như các biên hạt tinh thể.

Kim loại natri có mặt trên bề mặt nhôm khử khí hydro, và kim loại natri được tích lũy ở các sai hỏng nhôm khử các nguyên tử hydro, do đó tạo ra natri hydrua (NaH). Natri hydrua dễ dàng đi qua lớp vỏ cứng và được khuếch tán vào trong và ra khỏi lớp vỏ cứng. Khi bo oxit (B_2O_3) được khuếch tán vào vùng lân cận của natri hydrua (NaH), natri hydrua bị làm nghèo hydro (hydrua) bởi bo oxit để tạo ra natri bohhydrua (SBH) như được thể hiện trong công thức phản ứng (4) dưới đây.



Phản ứng khử này tạo ra natri bohhydrua, và một phần trở thành natri oxit. Sự di chuyển trong lớp vỏ cứng chủ yếu của các ion natri, nhưng một lượng nhỏ các ion bo chuyển động vào trong lớp vỏ cứng để tạo phản ứng hình thành natri bohhydrua cũng trong lớp vỏ cứng. Natri oxit cần thiết cho phản ứng được cung cấp từ phía bên ngoài qua lớp vỏ cứng, và phản ứng diễn ra theo cách liên tục.

Phản ứng khử xảy ra ở các vùng trong nhôm giàu kim loại natri, và do đó diễn ra trên bề mặt nhôm và ở các sai hỏng tinh thể trong nhôm. Trong lúc đó, phản ứng thể diễn ra trong một khoảng rộng của các vùng nhờ sự di chuyển của natri hydrua.

Ở đây, các phản ứng sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các hình vẽ phản ứng sơ lược

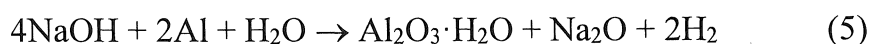
(Fig.8A đến Fig.8G) minh họa các bước trong các phản ứng để tạo ra natri bohydrua (SBH) bằng cách sử dụng natri hydroxit (NaOH) dưới dạng hydroxit kiềm để tạo ra lượng gia tăng của oxit kim loại (natri oxit (Na_2O)).

Fig.8A đến Fig.8G là các hình vẽ phản ứng sơ lược minh họa các bước trong phản ứng tổng hợp natri bohydrua (SBH).

Trên bề mặt của hạt nhôm (Al) 101, như được minh họa trên Fig.8A, có màng oxit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 102 được tạo ra bởi quá trình oxy hóa tự nhiên. Màng oxit 102 này tạo ra từ quá trình oxy hóa tự nhiên là màng dày với chiều dày bằng khoảng $0,01\mu\text{m}$.

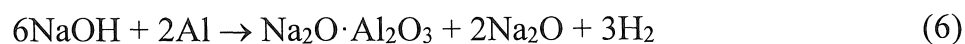
Như được minh họa trên Fig.8B, màng oxit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 102 trên bề mặt của hạt nhôm 101 được hòa tan bằng nước đã được tạo ra từ natri hydroxit (NaOH) 103 và bằng natri hydroxit (NaOH) 103. Nhờ quá trình hòa tan này, natri hydroxit (NaOH) phản ứng trực tiếp với bề mặt (bề mặt mới lộ ra) của hạt nhôm 101.

Khi hạt nhôm 101 được gia nhiệt và nhiệt độ nằm trong khoảng nhiệt độ thấp là 300°C và thấp hơn, quá trình oxy hóa xảy ra bởi nước được tạo ra từ natri hydroxit (NaOH) 103, và nhôm phản ứng với natri hydroxit như được thể hiện trong công thức phản ứng (5) dưới đây để tạo ra lớp boehmit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) mềm 104, natri oxit (Na_2O) 105 và hydro (H_2) 106.



Lớp boehmit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 104 giải phóng phần lớn nước của nó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 230°C đến 300°C hoặc khoảng 500°C . Bất ngờ là, natri hydroxit (NaOH) nóng chảy ở khoảng 320°C và phản ứng trực tiếp với nhôm (Al) để tạo ra Na_2O , Al_2O_3 và H_2 .

Như được minh họa trên Fig.8C, natri oxit (Na_2O) 105 và nhôm oxit (Al_2O_3) liên kết với nhau như được thể hiện trong các công thức phản ứng (6) đến (9) dưới đây để tạo ra lớp vỏ mềm 107 gồm natri nhôm dioxit ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$).





Như được minh họa trên Fig.8D, lớp vỏ mềm lớp 107 gồm natri nhôm dioxit ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$) dần dần chuyển thành beta''- nhôm oxit (β'' -nhôm oxit) $0,17\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ bằng cách được gia nhiệt ở nhiệt độ cao không nhỏ hơn 400°C theo thời gian. Trong quá trình hình thành beta-nhôm oxit này, lớp vỏ mềm giải phóng một phần Na_2O ($0,8\text{Na}_2\text{O}$) 105 và tạo ra lớp vỏ cứng 108 gồm β'' -nhôm oxit. Lớp vỏ cứng 108 tạo ra từ sự hình thành β'' -nhôm oxit là chất điện phân rắn dẫn ion cực kỳ tốt có thể thấm vào các ion như, chẳng hạn, H^+ , Na^+ , O^{2-} , B^{3+} và Al^{3+} .

Như được minh họa trên Fig.8E, phần natri oxit (Na_2O) được giải phóng 105 được cho tiếp xúc với nhôm và được khử một phần bằng nhôm để tạo ra natri kim loại (Na) 109 và nhôm oxit (Al_2O_3). Nhôm oxit liên kết với natri oxit để tạo ra natri nhôm dioxit, mà sau đó được tạo thành β'' -nhôm oxit. Natri kim loại (Na) 109 có độ hòa tan rắn thấp trong nhôm và tích lũy ở bề mặt nhôm và các sai hỏng tinh thể.

Như được minh họa trên Fig.8F, khí hydro (H_2) đi qua lớp vỏ cứng β'' -nhôm oxit 108 và được phân ly thành các nguyên tử hydro, sau đó tiến đến phần bên trong của hạt nhôm 101. Các nguyên tử hydro phản ứng với natri kim loại (Na) 109 có nhiều ở gần bề mặt nhôm và ở các sai hỏng tinh thể nhôm, do đó tạo ra natri hydrua (NaH) 110. Natri hydrua (NaH) 110 tạo ra để lại hạt nhôm 101 vào trong pha sản phẩm, và được khuếch tán qua pha sản phẩm. Hơn nữa, natri hydrua (NaH) 110 tích lũy và còn lại cũng ở các sai hỏng tinh thể trong hạt nhôm (Al) 101.

Như được minh họa trên Fig.8G, natri hydrua (NaH) 110 phản ứng với dibor trioxit (B_2O_3) 111 để tạo ra natri bohhydrua (SBH) 112 và natri oxit (Na_2O) 105. Hơn nữa, natri hydrua (NaH) được tích lũy ở các sai hỏng tinh thể trong hạt nhôm 101 phản ứng với dibor trioxit (B_2O_3) 111 khuếch tán vào đó, do đó tạo ra natri bohhydrua (SBH) 112 và natri oxit (Na_2O) 105.

Hơn nữa, natri hydrua (NaH) 110 được khuếch tán trong lớp vỏ cứng β'' -nhôm oxit 108 gặp dibor trioxit (B_2O_3) 111 và phản ứng với nó để tạo ra natri bohhydrua (SBH) 112 và natri oxit (Na_2O) 105.

Như được mô tả ở trên, natri hydrua (NaH) 110 trải qua phản ứng ở bề mặt và trong phần bên trong của hạt nhôm (Al) 101, và còn trong pha sản phẩm. Sản phẩm phản

ứng tập trung ở các biên hạt tinh thể và các sai hỏng trong hạt nhôm (Al) 101 trong đó natri hydrua (NaH) được làm giàu. Cấu trúc vi mô của hạt nhôm (Al) 101 đôi khi được chia thành các đoạn nhỏ bởi sản phẩm phản ứng được tạo ra trong lớp vỏ cứng β'' -nhôm oxit 108.

Natri hydrua (NaH) có kích thước phân tử nhỏ và có thể được khuếch tán dễ dàng hơn đi bo trioxit (B_2O_3). Do đó, natri hydrua, mặc dù đang ở trạng thái rắn, có thể chuyển động ra ngoài hạt nhôm (Al) 101 và xa bờ (vùng cách xa bề mặt của hạt nhôm) để tìm kiếm các vị trí phản ứng mà thành phần vẫn còn. Kết quả là, tốc độ phản ứng và hiệu suất phản ứng được tăng lên.

Fig.9A là hình ảnh minh họa kết quả của phép phân tích vẽ bản đồ SEM của hạt được điều chế bằng cách trộn natri metaborat và nhôm. Ở đây, hạt natri metaborat và nhôm có $Na/B = 1$ và kích thước hạt Al bằng $30\mu m$. Như được minh họa trên Fig.9A, các hạt nhôm 101 là các hạt hơi dẹt, và natri metaborat tạo ra cấu trúc đồng nhất.

Fig.9B là hình ảnh điện tử tán xạ ngược chụp được trong một phần cho thấy quá trình phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 được mô tả sau đây liên quan đến việc bổ sung natri hydroxit, cùng với kết quả của phép phân tích vẽ bản đồ SEM. Độ phóng đại khoảng 3 lần kích thước của Fig.9A.

Trên Fig.9B, Na, B chắc chắn là $NaBH_4$ (SBH); O, B, Na chắc chắn là natri metaborat ($NaBO_2$); Na, Al, B, O chắc chắn là $NaBH_4$ (SBH) + natri oxit (Na_2O) + đi bo trioxit (B_2O_3) + nhôm oxit (Al_2O_3); O, Al, Na, B chắc chắn là nhôm oxit (Al_2O_3) + natri oxit (Na_2O) + đi bo trioxit (B_2O_3) + $NaBH_4$ (SBH); và Na, O chắc chắn là natri oxit (Na_2O).

Như được minh họa trên Fig.9B, lớp vỏ cứng 108 được tạo ra trong hạt nhôm 101 được minh họa trên Fig.8D ở trên, và phản ứng tổng hợp natri bohhydrua (SBH) diễn ra trong lớp vỏ cứng 108. Hình ảnh này cho thấy rằng trong phần bên trong của lớp vỏ cứng 108, một phần natri oxit (Na_2O) (0,8 Na_2O) 105 đã được giải phóng và tạo ra natri bohhydrua (SBH) 112.

Hơn nữa, natri bohhydrua (SBH) 112 bị nóng chảy ở nhiệt độ phản ứng (gần $500^\circ C$), và các chất nóng chảy kết hợp với nhau. Natri bohhydrua (SBH) 112 này là tập hợp của các chất nóng chảy tụ lại trong một vết nứt trong hạt nhôm 101. Hơn nữa, phản

ứng diễn ra dọc theo vết nứt này, và hiệu suất phản ứng của sản phẩm được tăng lên.

Fig.9C là hình ảnh điện tử tán xạ ngược minh họa trạng thái khi hoàn thành phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 được mô tả sau đây liên quan đến việc bổ sung natri hydroxit. Độ phóng đại bằng 6 lần kích thước của Fig.9A.

Như được minh họa trên Fig.9C, cấu trúc của lớp vỏ cứng β'' -nhôm oxit 108 được chứng minh là chứa natri bohydrua (SBH). Lớp vỏ cứng bị vỡ thành các mảnh nhỏ.

Fig.10A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược chụp được trong quá trình phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 được mô tả sau đây trước khi phân tích vẽ bản đồ SEM. Fig.10B là hình ảnh sau khi phân tích vẽ bản đồ SEM minh họa các vị trí của phép phân tích điểm và các kết quả ước lượng của các chất hóa học. Độ phóng đại của Fig.10B bằng 2 lần kích thước của Fig.10A. Fig.10C là bảng minh họa các kết quả (các tỷ lệ nguyên tử (%)) của phép phân tích điểm SEM, được thực hiện sau khi phân tích vẽ bản đồ, ở các vị trí tương ứng với các số trên Fig.10A. Các phần tiết ra được quan sát thấy trong hình ảnh điện tử tán xạ ngược sau khi phân tích vẽ bản đồ được minh họa trên Fig.10B sẽ được thảo luận. Chẳng hạn, khu vực 6 trên Fig.10B tương ứng với phép phân tích điểm số 6 trên Fig.10C và được ước tính là natri hydrua (NaH). Natri hydrua (NaH) nóng chảy khi được chiếu xạ mạnh bằng các chùm điện tử, và do đó chắc chắn được tiết ra ở đây. Giả định rằng các phần tiết ra là natri hydrua, nhiều natri hydrua (NaH) được phát hiện ở các biên của các cấu trúc $x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$. Natri hydrua (NaH) còn được phát hiện với các lượng nhỏ trong các lớp của các cấu trúc $x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$. Bất ngờ là, không phát hiện được natri hydrua (NaH) trong các vùng bên ngoài các lớp vỏ cứng trong đó natri metaborat (NaBO_2) vẫn có mặt.

Fig.11A là hình ảnh điện tử tán xạ ngược khi hoàn thành phản ứng trong ví dụ thử nghiệm 12 được mô tả sau đây trước khi phân tích vẽ bản đồ. Fig.11B là hình ảnh SEM sau khi phân tích vẽ bản đồ. Fig.11C là bảng minh họa các kết quả (các tỷ lệ nguyên tử (%)) của phép phân tích điểm SEM trước khi phân tích vẽ bản đồ. Từ các hình vẽ này, đã chứng minh rằng natri hydrua (NaH) được tạo ra trong đó $x\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ có mặt. Hơn nữa, natri metaborat (NaBO_2) có mặt ở khu vực 13 được minh họa trên Fig.11B, và khu vực này không có phần tiết ra, cho thấy rằng không có natri hydrua (NaH).

Phương án thứ ba

Phương pháp sản xuất natri bohydrua trong phương án thứ ba bao gồm bước thứ nhất đến bước thứ ba được mô tả theo phương pháp sản xuất natri bohydrua theo phương án thứ nhất. Phần mô tả các dấu hiệu của các bước mà giống như theo phương án thứ nhất sẽ được bỏ qua, và các dấu hiệu khác biệt với phương án thứ nhất sẽ được mô tả. Phương án thứ ba khác với phương án thứ nhất ở chỗ natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) được sử dụng làm thành phần natri borat ở bước thứ nhất.

Trong phương án theo sáng chế, natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) được điều chế trước bằng cách bổ sung natri hydroxit vào natri borat. Na/B (theo mol) trong natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) bằng 2.

Natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) được điều chế theo cách dưới đây. Natri tetraborat (hydrat) hoặc natri metaborat (hydrat), và natri hydroxit được cân để tỷ lệ Na/B sẽ bằng 2, và được bổ sung vào bình chịu kiềm như bình niken. Sau đó, chúng được gia nhiệt để tạo ra natri borat hydrat nóng chảy, và chất nóng chảy được giữ ở trạng thái nóng chảy bằng cách gia nhiệt trong lúc tránh va chạm để làm bay hơi nước, bằng cách đó làm giảm hàm lượng nước. Chất nóng chảy sau đó được hóa rắn. Chất rắn chứa hydrat được gia nhiệt đến 400°C và được giữ ở nhiệt độ này trong từ 1 đến 4 giờ để tạo ra hỗn hợp rắn gồm natri oxit và natri diborat. Khi $\text{Na/B} = 2$ hoặc nhỏ hơn, sản phẩm là hỗn hợp gồm natri diborat và natri metaborat. Ở tỷ lệ cao hơn, sản phẩm là hỗn hợp gồm natri diborat và natri oxit. Chất rắn thu được hút ẩm mạnh, và cần thiết được bảo quản trong bình không chứa hoặc chứa rất ít nước và cần nghiền thành bột trong môi trường khí không có nước ngay trước khi sử dụng.

Theo phương pháp của phương án thứ ba, hệ phản ứng gồm bột nhôm (rắn), natri diborat (rắn) và hydro (khí). Để bảo đảm rằng các phản ứng sẽ diễn ra thuận lợi trong hệ phản ứng này, quan trọng là nước được hấp thụ ở bước thứ hai được làm sạch ra khỏi bình kín bằng cách xử lý nhiệt chân không dựa trên sự thực tế là bột natri diborat có thiên hướng hấp thụ nước trong quá trình xử lý nó.

Khi các thành phần không chứa nước, bước khuấy trộn có thể được bắt đầu ngay sau khi đạt được nhiệt độ phản ứng. Tuy nhiên, nếu các thành phần chứa nước dư, bước khuấy trộn được bắt đầu sau phản ứng oxy hóa của nhôm. Bước khuấy trộn tạo ra các

khe nứt trong màng oxit trên bề mặt nhôm để lộ ra bề mặt mới, trong đó các thành phần được tiếp xúc với nhôm để trải qua phản ứng tổng hợp natri bohydrua.

Khi nước đã được loại bỏ hoàn toàn và phản ứng bắt đầu chỉ là phản ứng natri bohydrua, các oxit bao gồm các oxit của nhôm xuất hiện nhưng chúng không tạo ra màng oxit trên bề mặt nhôm vì natri bohydrua (SBH) là sản phẩm xuất hiện ở cùng thời điểm. Cùng với việc không có màng oxit được tạo ra, các phản ứng diễn ra phù hợp với các tốc độ khuếch tán của các thành phần qua chất rắn. Khi natri diborat được sử dụng làm thành phần, lượng của natri oxit được tạo ra đủ lớn để tránh thiếu hụt natri oxit ở mặt phân cách phản ứng, do đó cho phép các phản ứng diễn ra liên tục.

Trong phương án thứ ba liên quan đến bột natri diborat, nhôm được tiêu thụ bởi nước trong bột natri diborat. Theo quan điểm này, nhôm được nạp vào trong bình kín ở bước thứ nhất với tỷ lệ mol của nhôm với bo trong natri diborat không nhỏ hơn $4/3$. Cụ thể, được ưu tiên là nhôm được bổ sung với lượng mà tỷ lệ mol của nhôm ngoại trừ lượng của nhôm sẽ được tiêu thụ bởi nước không nhỏ hơn $4/3$ so với bo trong natri diborat.

Được ưu tiên là lượng của thành phần bột nhôm được bổ sung là lớn hơn 20% trọng lượng khi xem xét lượng nhôm mất đi bởi phản ứng với nước và sự hình thành của nhôm oxit.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phương án của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây bằng cách thể hiện các ví dụ thử nghiệm minh họa các tác dụng có lợi của phương án theo sáng chế. Tuy nhiên, nên hiểu rằng phương án của sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

Trong phần dưới đây, ví dụ thử nghiệm 1 đến ví dụ thử nghiệm 3 sử dụng natri metaborat (NaBO_2).

Ví dụ thử nghiệm 4 đến ví dụ thử nghiệm 7 sử dụng natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$).

Ví dụ thử nghiệm 8 sử dụng natri metaborat (NaBO_2) và natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$).

Ví dụ thử nghiệm 9 sử dụng natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$) và borax (natri tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)).

Ví dụ thử nghiệm 10 đến ví dụ thử nghiệm 12 sử dụng bột natri metaborat, và bao

gồm hydroxit kiềm (NaOH) dưới dạng chất phụ gia.

Ví dụ thử nghiệm 13 sử dụng natri metaborat (NaBO_2) và borax (natri tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$)), và bao gồm hydroxit kiềm (NaOH) dưới dạng chất phụ gia.

Ví dụ thử nghiệm 14 đến ví dụ thử nghiệm 16 sử dụng bột natri metaborat, và bao gồm hydroxit kiềm (NaOH) dưới dạng chất phụ gia. Trong ví dụ thử nghiệm 14 đến ví dụ thử nghiệm 16, bước gia nhiệt chân không (làm khô dưới áp suất giảm) được thực hiện trước khi bổ sung hydro.

Ví dụ thử nghiệm 17 sử dụng bột natri metaborat, và bao gồm oxit kiềm (CaO) dưới dạng chất phụ gia.

Ví dụ so sánh 1 chấp nhận các điều kiện giống như trong ví dụ thử nghiệm 1, nhưng nhiệt độ ở bước thứ ba được tăng lên (583°C).

Ví dụ so sánh 2 mô phỏng lại ví dụ thử nghiệm 1 ở nhiệt độ cao hơn (510°C) và áp suất tối đa thấp hơn ($0,53\text{MPa}$) ở bước thứ ba.

Ví dụ so sánh 3 mô phỏng lại ví dụ thử nghiệm 1 ở nhiệt độ thấp hơn (230°C) ở bước thứ ba.

Ví dụ so sánh 4 mô phỏng lại ví dụ thử nghiệm 1 ở nhiệt độ cao hơn (673°C) ở bước thứ ba mà không thực hiện bước khuấy trộn.

Ví dụ so sánh 5 mô phỏng lại ví dụ thử nghiệm 1 trong lúc thay đổi natri borat thành borax ($\text{Na/B} = 0,5$).

Ví dụ so sánh 6 đến ví dụ so sánh 9 mô phỏng lại ví dụ thử nghiệm 11 trong lúc thực hiện bước loại nước thứ hai bằng cách đưa vào hydro và kết hợp khuấy trộn môi trường trong quá trình gia nhiệt.

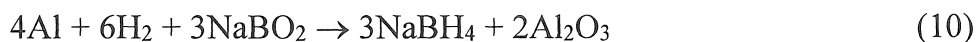
Ví dụ thử nghiệm 1

Thành phần natri borat được sử dụng trong ví dụ thử nghiệm 1 là bột natri metaborat.

(a) Bước thứ nhất

Hỗn hợp được tạo ra bằng trộn 1,94g natri metaborat đã được nghiền và rây qua rây có lỗ $100\mu\text{m}$, và 1,06g bột nhôm (kích thước hạt trung bình: $30\mu\text{m}$) sẽ phản ứng với

khối lượng nêu trên của natri metaborat theo tỷ lệ mol bằng 4/3 như được thể hiện trong công thức phản ứng (10) dưới đây. Ở nhiệt độ trong phòng, hỗn hợp được nạp vào trong bình kín 10B được minh họa trên Fig.4. Tiếp theo, bình kín được nối với bơm chân không và được hút chân không, và sau đó được nạp khí hydro (khí không oxy hóa).



(b) Bước thứ hai

Sau bước thứ nhất, các thành phần đã được loại nước ở bước thứ hai (bước loại nước) trong đó phần bên trong của bình kín được gia nhiệt đến 300°C trong lúc hút chân không bình kín qua bơm chân không nối vào đó để giải phóng nước bám vào natri metaborat và bột nhôm, và nước của quá trình hydrat hóa trong natri metaborat.

(c) Bước thứ ba

Khí hydro (khí không oxy hóa) được đưa vào trong bình kín đến 0,5MPa ở nhiệt độ trong phòng, và sau đó phần bên trong của bình kín được gia nhiệt đến 512°C. Ngay sau đó, bộ phận khuấy trộn trong bình kín được hoạt động để quay các phần khuấy 22A, và hỗn hợp được khuấy trộn ở vận tốc chu vi của máy khuấy bằng 40cm/giây trong 4 giờ trong lúc giữ nhiệt độ gia nhiệt ở 512°C. Ở cuối bước thứ ba, việc khuấy trộn được dừng lại khi sự tăng áp suất trong bình kín dừng lại, và lượng chứa được làm nguội. Áp suất khí hydro ban đầu trong quy trình nêu trên bằng 0,93MPa, và áp suất khí hydro cuối cùng bằng 0,48MPa. Môi trường khuấy trộn 40 được sử dụng ở đây là bi nhôm oxit (đường kính 5mm), và tỷ lệ trọng lượng của bi với các thành phần là 55.

Theo cách được mô tả ở trên, thu được natri bohydrua (SBH).

Sau khi hoàn thành bước thứ ba, hiệu suất phản ứng được tính từ lượng giảm áp suất khí hydro. Lượng giảm này được xác định bằng cách lấy áp suất tối đa trừ đi áp suất tối thiểu trong các điều kiện phản ứng, và chuyển hóa mức chênh lệch thành thể tích (lượng mol) của khí hydro. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 33,6%.

Hơn nữa, hàm lượng của natri bohydrua trong các sản phẩm phản ứng được xác định là bằng 12,0% bằng phương pháp chuẩn độ iot được mô tả dưới đây. Hiệu suất phản ứng được chuyển hóa từ hàm lượng này là 33,7%.

Phương pháp chuẩn độ iot

- (1) Mẫu (các sản phẩm phản ứng) được cân với lượng 50mg trong bình cân, và trọng lượng được đọc đến chữ số thập phân đầu tiên (đến 0,1mg).
- (2) Mẫu đã được cân ở bước (1) được cho vào bình nón có nút dung tích 200ml. 40ml dung dịch NaOH 20g/l được bổ sung vào bình nón có nút này, và hỗn hợp được làm ấm trên chậu nước để phân hủy hoàn toàn bột nhôm chưa phản ứng.
- (3) Sản phẩm phân hủy từ bước (2) được làm nguội đến nhiệt độ trong phòng, và 20,0ml dung dịch iot 0,05M được bổ sung bằng cách sử dụng pipet đo thể tích. Bình này được đậy nút và được để yên ở chỗ tối trong 15 phút.
- (4) 3ml axit clohydric được bổ sung vào bình ở bước (3), và bình này được lắc kỹ. Hỗn hợp được chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1M.
- (5) Việc chuẩn độ được dừng lại khi màu tím của iot chuyển thành không màu.
- (6) Một thử nghiệm trống được thực hiện mà không có mẫu. Hàm lượng natri bohydrua được tính bằng cách sử dụng công thức sau đây.

Công thức để tính hàm lượng natri bohydrua

$$\text{NaBH}_4 (\% \text{ khối lượng}) = \{(A - B) \times 0,1 \times f \times 37,83/8\} / C \times 100$$

Các biến số và các hằng số trong công thức là như được mô tả dưới đây.

A: Thể tích (ml) của dung dịch natri thiosulfat 0,1M được chuẩn độ trong mẫu trống

B: Thể tích (ml) của dung dịch natri thiosulfat 0,1M được chuẩn độ cho dung dịch mẫu

f: Hệ số của dung dịch natri thiosulfat 0,1M

C: Lượng (mg) mẫu được cân

37,83: Khối lượng mol (g/mol) của natri bohydrua

8: Nồng độ đương lượng (N) của dung dịch natri bohydrua 1mol/l

Ví dụ thử nghiệm 2

Trong ví dụ thử nghiệm 2, thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các

quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng ở bước thứ ba trong ví dụ thử nghiệm 1, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 520°C, và bước khuấy trộn được thực hiện ở tốc độ thấp (vận tốc chu vi của máy khuấy: 13cm/giây) trong 1,9 giờ. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 26,3%.

Ví dụ thử nghiệm 3

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng thành phần natri borat trong ví dụ thử nghiệm 1 được thay thế bằng 0,7g natri metaborat và 1,48g borax, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 516°C, và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 2,9 giờ. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 21,6%.

Bảng 2 dưới đây liệt kê các kết quả của ví dụ thử nghiệm 1 đến ví dụ thử nghiệm 3.

Bảng 2											
	Thành phần (g)	Các thành phần borat (g)			Chất phụ gia (g)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất khí hydro [MPa]	Tỷ lệ chuyển hóa SBH (%) tính được từ mức giảm hydro	Na/B (theo mol)	Loại nước (% nước)	Vận tốc chu vi của máy khuấy (cm/giây)
		NaBO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	Na ₄ B ₂ O ₅							
Ví dụ thử nghiệm 1	1,06	1,94	-	-	-	512	0,93-0,48	33,6	1,00	Có (2%)	40
Ví dụ thử nghiệm 2	1,07	1,95	-	-	-	520	0,99-0,70	26,3	1,00	Có (3%)	13
Ví dụ thử nghiệm 3	1,05	0,7	1,48	-	-	516	1,02-0,82	21,6	0,63	Không (2%)	40

Ví dụ so sánh 1

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng ở bước thứ ba trong ví dụ thử nghiệm 1, nhiệt độ gia nhiệt được tăng lên (583°C), và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 3,0 giờ. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 7,2%.

Ví dụ so sánh 2

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng ở bước thứ ba trong ví dụ thử nghiệm 1, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 510°C , áp suất tối đa thấp hơn ($0,53\text{MPa}$), và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 4,1 giờ. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 18,2%.

Ví dụ so sánh 3

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng ở bước thứ ba trong ví dụ thử nghiệm 1, nhiệt độ gia nhiệt được giảm xuống (230°C), và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 10,6 giờ. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 8,7%.

Ví dụ so sánh 4

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng các lượng của các thành phần được giảm còn một nửa so với ví dụ thử nghiệm 1, và bước thứ ba được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 673°C mà không cần khuấy trộn. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 2,1%.

Ví dụ so sánh 5

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng thành phần natri borat trong ví dụ thử nghiệm 1 được thay đổi từ natri metaborat thành 1,98g borax, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 514°C , và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 2,5 giờ. Bất ngờ là, Na/B trong ví dụ so sánh 5 bằng 0,5. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 4,8%.

Bảng 3 dưới đây liệt kê các kết quả của ví dụ so sánh 1 đến ví dụ so sánh 5.

Bảng 3											
	Thành phần (g)	Các thành phần borat (g)			Chất phụ gia (g)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất khí hydro [MPa]	Tỷ lệ chuyển hóa SBH (%) tính được từ mức giảm hydro	Na/B (theo mol)	Loại nước (% nước)	Vận tốc chu vi của máy khuyết (cm/giây)
		NaBO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	Na ₄ B ₂ O ₅							
Ví dụ so sánh 1	1,06	1,95	-	-	-	583	0,97-0,90	7,2	1,00	Không (2%)	40
Ví dụ so sánh 2	1,06	1,95	-	-	-	510	0,53-0,33	18,2	1,00	Không (3%)	40
Ví dụ so sánh 3	1,06	1,98	-	-	-	230	0,74-0,68	8,7	1,00	Không (3%)	40
Ví dụ so sánh 4	0,56	0,97	-	-	-	673	0,84-0,80	2,1	1,00	Không (2%)	0
Ví dụ so sánh 5	1,06	-	1,98	-	-	514	0,86-0,82	4,8	0,5	Không (2%)	40

Như được liệt kê trong bảng 2, ví dụ thử nghiệm 1 đến ví dụ thử nghiệm 3 liên quan đến các nhiệt độ gia nhiệt nằm trong khoảng từ 512°C đến 520°C đạt được các tỷ lệ chuyển hóa SBH tốt là 33,6%, 26,3% và 21,6%. Hơn nữa, như được thể hiện trong ví dụ thử nghiệm 3, natri bohydrua được tổng hợp với hiệu suất tốt ngay cả khi thành phần là hỗn hợp gồm natri metaborat và borax.

Ngược lại, như được liệt kê trong bảng 3, trong ví dụ so sánh 1 liên quan đến nhiệt độ gia nhiệt cao bằng 583°C, phản ứng dừng lại ở áp suất hydro cao do sự phân hủy của natri bohydrua, và dẫn đến tỷ lệ chuyển hóa SBH thấp là 7,2%. Ví dụ so sánh 2 liên quan đến nhiệt độ cao (510°C) và áp suất tối đa thấp (0,53MPa) ở bước thứ ba, và do đó không đạt được sự tổng hợp natri bohydrua gia tăng, dẫn đến tỷ lệ chuyển hóa SBH thấp là 18,2%. Ví dụ so sánh 3 liên quan đến nhiệt độ thấp (230°C) ở bước thứ ba, và do đó không đạt được sự tổng hợp natri bohydrua gia tăng, dẫn đến tỷ lệ chuyển hóa SBH thấp là 8,7%. Trong ví dụ so sánh 4, nhiệt độ bằng 673°C và bước khuấy trộn không được thực hiện, và do đó quá trình tổng hợp natri bohydrua không được tăng cường và tỷ lệ chuyển hóa SBH thấp là 2,1%. Ví dụ so sánh 5 liên quan đến borax (Na/B = 0,5) làm natri borat, và do đó không đạt được sự tổng hợp natri bohydrua gia tăng, dẫn đến tỷ lệ chuyển hóa SBH thấp là 4,8%.

Ví dụ thử nghiệm 4

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng thành phần natri borat ở bước thứ nhất trong ví dụ thử nghiệm 1 được thay thế bằng 2,94g natri diborat ($\text{Na}_4\text{B}_2\text{O}_5$), và bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 416°C trong 7,0 giờ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn trong điều kiện xoay tròn đảo trộn và nghiền (vận tốc chu vi của máy khuấy: 140cm/giây). Trong ví dụ thử nghiệm 4, Na/B (theo mol) là 2,00.

Trong ví dụ thử nghiệm 4, nước được loại bỏ bằng bước làm khô gia nhiệt chân không. Natri diborat đã được tổng hợp trong dung dịch nước và nước được làm bay hơi đến khô. Chất rắn tạo ra được nghiền và được làm khô ở 400°C. Tuy nhiên, bột đã được hấp thụ nước trong quá trình bảo quản trong bình hút ẩm, và chứa khoảng 5% nước. Để tránh giảm hiệu suất phản ứng bởi 5% nước này, bước làm khô gia nhiệt chân không được thực hiện trong bình kín trước quá trình khuấy trộn (hoạt động tương tự được áp

dụng cho ví dụ thử nghiệm 5 và ví dụ thử nghiệm 6).

Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 32,6%.

Ví dụ thử nghiệm 5

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 4 ngoại trừ rằng ở bước thứ ba trong ví dụ thử nghiệm 4, bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 509°C trong 7,1 giờ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Trong ví dụ thử nghiệm 5, Na/B (theo mol) là 2,00. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 60,4%.

Ví dụ thử nghiệm 6

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 4 ngoại trừ rằng ở bước thứ ba trong ví dụ thử nghiệm 4, bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 560°C trong 4 giờ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Trong ví dụ thử nghiệm 6, Na/B (theo mol) là 2,00.

Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 57,6%.

Ví dụ thử nghiệm 7

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 4 ngoại trừ rằng lượng của thành phần bột nhôm trong ví dụ thử nghiệm 4 được tăng lên bởi 20% trọng lượng đến 1,27g, và ở bước thứ ba việc gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 495°C trong 7,1 giờ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Trong ví dụ thử nghiệm 7, Na/B (theo mol) là 2,00. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 73,2%.

Ví dụ thử nghiệm 8

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 4 ngoại trừ rằng thành phần natri borat trong ví dụ thử nghiệm 4 được thay thế bằng 0,82g natri metaborat và 1,31g natri diborat, và bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 496°C trong 12,8 giờ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 40,7%.

Ví dụ thử nghiệm 9

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 4 ngoại trừ rằng thành phần natri borat trong ví dụ thử nghiệm 4 được thay thế bằng 0,98g borax và 1,0g natri diborat, và bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 495°C trong 7,6 giờ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 37,5%.

Bảng 4 dưới đây liệt kê các kết quả của ví dụ thử nghiệm 4 đến ví dụ thử nghiệm 9.

Bảng 4											
	Thành phần (g)	Các thành phần borat (g)			Chất phụ gia (g)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất khí hydro	Tỷ lệ chuyển hóa SBH (%) tính được từ mức giảm hydro	Na/B (theo mol)	Loại nước (% nước)	Vận tốc chu vi của máy khuyến (cm/giây)
		NaBO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	Na ₄ B ₂ O ₅			[MPa]				
Ví dụ thử thử nghiệm 4	1,06	-	-	2,94	-	416	0,83-0,55	32,6	2,00	Có (5%)	140
Ví dụ thử thử nghiệm 5	1,06	-	-	2,94	-	509	0,89-0,65	60,4	2,00	Có (5%)	40
Ví dụ thử thử nghiệm 6	1,06	-	-	2,94	-	560	0,93-0,48	57,6	2,00	Có (5%)	40
Ví dụ thử thử nghiệm 7	1,27	-	-	2,85	-	495	0,89-0,75	73,2	2,00	Có (5%)	40
Ví dụ thử thử nghiệm 8	1,28	0,82	-	1,31	-	496	0,89-0,73	40,7	1,52	Có (4%)	40
Ví dụ thử thử nghiệm 9	1,06	-	0,98	1,00	-	495	0,90-0,76	37,5	1,02	Có (3%)	40

Như được liệt kê trong bảng 4, ví dụ thử nghiệm 4 đến ví dụ thử nghiệm 7 dẫn đến các tỷ lệ chuyển hóa SBH tốt là 32,6%, 60,4%, 57,6% và 73,2%. Cụ thể, ví dụ thử nghiệm 7 đạt được tỷ lệ chuyển hóa SBH cao là 73,2% nhờ dự tăng 20% trọng lượng của lượng của bột nhôm bù vào lượng nhôm mất đi bởi phản ứng oxy hóa. Tỷ lệ chuyển hóa SBH cũng cao là 40,7% và 37,5% trong ví dụ thử nghiệm 8 liên quan đến natri metaborat và natri diborat dưới dạng các natri borat, và trong ví dụ thử nghiệm 9 liên quan đến borax và natri diborat dưới dạng các natri borat.

Ví dụ thử nghiệm 10

Ở bước thứ nhất trong ví dụ thử nghiệm 1, bột nhôm được bổ sung với lượng 1,33g, và bột natri hydroxit được bổ sung với lượng 1,18g. Thu được natri bohydrua (SBH). Trong ví dụ thử nghiệm 10, Na/B (theo mol) là 2,00. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 40,7%.

Ví dụ thử nghiệm 11

Trong ví dụ thử nghiệm 11, hệ thống trước khi khuấy trộn được giữ ở một nhiệt độ đã xác định trước để loại bỏ nước bằng phản ứng với nhôm.

Fig.12 là đồ thị minh họa quy trình sản xuất theo phương pháp sản xuất natri bohydrua trong ví dụ thử nghiệm 11.

Ở bước thứ nhất, hỗn hợp được tạo ra bằng cách trộn 1,94g natri metaborat đã được rây qua rây có lỗ 100 μ m, 2,36g bột natri hydroxit, và 1,59g bột nhôm (kích thước hạt trung bình: 30 μ m) bao gồm 1,06g tương ứng với 4/3 lần các mol bo trong natri metaborat và 0,53g tương ứng với lượng nhôm sẽ được tiêu thụ bởi phản ứng với nước được chứa trong 2,36g natri hydroxit. Hỗn hợp được nạp vào trong bình kín, và bình kín được hút chân không ở nhiệt độ trong phòng, sau đó được nạp khí hydro đến 0,25MPa, và đóng chặt lại.

Ở bước thứ hai, phần bên trong của bình kín được gia nhiệt đến 515°C và được giữ ở nhiệt độ này trong 15 phút để làm bay hơi nước được chứa trong bột natri metaborat, bột natri hydroxit và bột nhôm. Nước sau đó được loại bỏ bằng phản ứng với nhôm. Áp suất bên trong bình kín được tăng đến 0,88MPa nhờ nhiệt độ được tăng lên và sự tạo ra khí hydro bởi phản ứng của nước. Trong quá trình này, bộ phận khuấy trộn

không hoạt động, nghĩa là, phản ứng tạo khí hydro được thực hiện mà không cần khuấy trộn.

Ở bước thứ ba, phần bên trong của bình kín được gia nhiệt đến 520°C , và bộ phận khuấy trộn được hoạt động để bắt đầu khuấy trộn ở tốc độ quay bằng 300 vòng/phút (round per minute, rpm) (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Áp suất bên trong bình kín được tăng đến 0,88MPa. Áp suất khí hydro bắt đầu giảm mạnh 0,5 giờ sau khi bắt đầu quá trình khuấy trộn, và giảm đến 0,43MPa sau 0,95 giờ khuấy trộn. Ở thời điểm này, khí hydro được đưa vào để tăng áp suất bên trong bình kín đến 0,5MPa.

Sau đó, bước khuấy trộn được thực hiện trong 0,3 giờ nhưng không có sự giảm áp suất khí hydro. Việc khuấy trộn và gia nhiệt sau đó được dừng lại. Thu được natri bohydrua (SBH). Trong ví dụ thử nghiệm 11, Na/B (theo mol) là 3,00. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (tỷ lệ chuyển hóa SBH) tính được từ lượng giảm khí hydro là 49,8%. Môi trường khuấy trộn được sử dụng ở đây là bi nhôm oxit (đường kính 5mm), và tỷ lệ trọng lượng của bi với các thành phần là 55 tương tự như ví dụ thử nghiệm 1.

Ví dụ thử nghiệm 12

Ở bước thứ nhất trong ví dụ thử nghiệm 11, bột natri hydroxit được bổ sung với lượng 2,35g; ở bước thứ hai, các điều kiện được thanh đổi thành 515°C và 95 phút; và ở bước thứ ba, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 515°C . Bình kín được thay thế bằng bình kín 10C bao gồm máy khuấy được minh họa trên Fig.5B (phần khuấy dạng chữ J 22B) và chứa hai bi mulit dạng hình trụ làm môi trường khuấy trộn 40 ($3,1\text{g} \times 2$, tỷ lệ trọng lượng với các thành phần: 1,16). Tốc độ quay là tốc độ sao cho vận tốc chu vi của máy khuấy bằng 130cm/giây, và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 4,0 giờ. Các quy trình còn lại là giống như trong ví dụ thử nghiệm 11. Thu được natri bohydrua (SBH). Trong ví dụ thử nghiệm 12, Na/B (theo mol) là 2,95. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 64,2%.

Ví dụ thử nghiệm 13

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 10 ngoại trừ rằng thành phần natri borat trong ví dụ thử nghiệm 10 được thay thế bằng 0,95g natri metaborat và 1,56g borax, bột nhôm được bổ sung với lượng 1,60g, bột natri hydroxit được bổ sung với lượng 2,35g, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành

495°C, và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 8,5 giờ. Trong ví dụ thử nghiệm 13, Na/B (theo mol) là 1,95. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 59,8%.

Ví dụ thử nghiệm 14

Ở bước thứ hai trong ví dụ thử nghiệm 10, nước được loại bỏ ra khỏi hệ thống bằng cách làm khô ở 400°C dưới áp suất giảm trong 4 giờ. Ở bước thứ ba, hydro được đưa vào, bước gia nhiệt được thực hiện bên trong bình kín ngay tiếp theo là bắt đầu vận hành bộ phận khuấy trộn trong bình kín để quay máy khuấy ở vận tốc chu vi bằng 40cm/giây, và bước khuấy trộn được thực hiện trong 6,8 giờ trong lúc duy trì nhiệt độ gia nhiệt ở 501°C. Trong quá trình này, lượng bột natri hydroxit được bổ sung là 2,34g. Thu được natri bohydrua (SBH). Trong ví dụ thử nghiệm 14, Na/B (theo mol) là 2,97. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 53,2%.

Ví dụ thử nghiệm 15

Trong ví dụ thử nghiệm 14, bước khuấy trộn được thực hiện trong 6,1 giờ trong lúc duy trì nhiệt độ gia nhiệt ở 522°C. Lượng bột natri hydroxit được bổ sung là 2,36g. Thu được natri bohydrua (SBH). Trong ví dụ thử nghiệm 15, Na/B (theo mol) là 2,98. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 58,6%.

Ví dụ thử nghiệm 16

Trong ví dụ thử nghiệm 14, bước khuấy trộn được thực hiện trong 7,6 giờ trong lúc duy trì nhiệt độ gia nhiệt ở 505°C. Lượng bột natri hydroxit được bổ sung là 1,17g. Thu được natri bohydrua (SBH). Trong ví dụ thử nghiệm 16, Na/B (theo mol) là 1,99. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 60,8%.

Ví dụ thử nghiệm 17

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 1 ngoại trừ rằng ở bước thứ nhất trong ví dụ thử nghiệm 1, natri hydroxit được thay thế bằng 0,55g bột canxi oxit, và bước gia nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ gia nhiệt bằng 495°C trong 18,0 giờ. Trong ví dụ thử nghiệm 17, Na (bao gồm Ca)/B (theo mol) là 1,33. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 42,7%.

Bảng 5 dưới đây liệt kê các kết quả của ví dụ thử nghiệm 10 đến ví dụ thử nghiệm 17.

Bảng 5											
	Thành phần (g)	Các thành phần borat (g)			Chất phụ gia (g)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất khí hydro [MPa]	Tỷ lệ chuyển hóa SBH (%) tính được từ mức giảm hydro	Na/B (theo mol)	Loại nước (%) nước)	Vận tốc chu vi của máy khuyến (cm/giây)
		NaBO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	Na ₄ B ₂ O ₅							
Ví dụ thử nghiệm 10	1,33	1,94	-	-	NaOH (1,18)	520	1,13-0,71	40,7	2,00	Không (12%)	40
Ví dụ thử nghiệm 11	1,59	1,94	-	-	NaOH (2,36)	515	0,88-0,50	49,8	3,00	Có (13%)	40
Ví dụ thử nghiệm 12	1,63	1,98	-	-	NaOH (2,35)	515	0,91-0,63	64,2	2,95	Có (13%)	130
Ví dụ thử nghiệm 13	1,60	0,95	1,56	-	NaOH (2,35)	495	0,88-0,62	59,8	1,95	Có (11%)	40
Ví dụ thử nghiệm 14	1,44	1,95	-	-	NaOH (2,34)	501	0,91-0,53	53,2	2,97	Có (13%)	40
Ví dụ thử nghiệm 15	1,43	1,96	-	-	NaOH (2,36)	522	0,87-0,48	58,6	2,98	Có (13%)	40
Ví dụ thử nghiệm 16	1,28	1,94	-	-	NaOH (1,17)	505	0,88-0,51	60,8	1,99	Có (12%)	40
Ví dụ thử nghiệm 17	1,06	1,94	-	-	CaO (0,55)	495	0,89-0,83	42,7	1,33	Không (2%)	40

Như được liệt kê trong bảng 5, ví dụ thử nghiệm 10 liên quan đến việc bổ sung natri hydroxit dẫn đến tỷ lệ chuyển hóa SBH bằng 40,7% và đạt được sự gia tăng rõ rệt so với tỷ lệ chuyển hóa SBH bằng 26,3% trong ví dụ thử nghiệm 2 mà không liên quan đến việc bổ sung natri hydroxit.

Trong ví dụ thử nghiệm 11 đến ví dụ thử nghiệm 13, lượng lớn nước được dẫn xuất từ natri hydroxit được loại bỏ thành công bằng quá trình loại nước phản ứng trước khi khuấy trộn, và do đó thu được các tỷ lệ chuyển hóa SBH tốt là 49,8%, 64,2% và 59,8%.

Như đã nêu ở trên, phép phân tích SEM được thực hiện trong ví dụ thử nghiệm 12. Phép phân tích vẽ bản đồ SEM được minh họa trên Fig.9A đến Fig.11B sẽ được thảo luận. Các điều kiện khuấy trộn là máy khuấy hình chữ J, hai bi gốm với tỷ lệ trọng lượng bằng 1,16 so với các thành phần, và vận tốc chu vi bằng 130cm/giây. Trong các điều kiện trong đó thể tích của các thành phần lớn hơn môi trường, các viên bi của môi trường có cơ hội va chạm thấp và sẽ gặp một lượng lớn các thành phần ở thời điểm va chạm của chúng. Do đó, việc khuấy trộn là khuấy trộn nhẹ để lại các lớp vỏ cứng như vậy. Hình dạng của nhôm còn lại đã thay đổi từ hình ovan ban đầu thành dạng kỳ lạ do quá trình phản ứng theo các sai hỏng. Phản ứng cũng đã xảy ra bên ngoài các lớp vỏ cứng nhờ sự khuếch tán của natri hydrua, và điều này có thể góp phần nâng cao hiệu suất phản ứng. Trong ví dụ thử nghiệm 14 đến ví dụ thử nghiệm 16, lượng lớn nước tạo ra từ natri hydroxit được loại bỏ thành công bằng cách làm khô dưới áp suất giảm. Trong ví dụ thử nghiệm 14 đến ví dụ thử nghiệm 16, SBH được tổng hợp bằng cách đưa vào hydro sau khi loại bỏ nước. Nhờ việc loại bỏ nước này trước phản ứng tổng hợp, natri bohydrua được tổng hợp hiệu quả với các tỷ lệ chuyển hóa SBH tốt là 53,2%, 58,6% và 60,8%. Ví dụ thử nghiệm 17 liên quan đến canxi oxit thay vì natri hydroxit tương tự đạt được hiệu quả tổng hợp natri bohydrua với tỷ lệ chuyển hóa SBH bằng 42,7%.

Ví dụ so sánh 6

Ở bước thứ hai trong ví dụ thử nghiệm 11, bộ phận khuấy trộn được hoạt động để bắt đầu khuấy trộn trong môi trường khí hydro ở tốc độ quay bằng 90rpm (vận tốc chu vi của máy khuấy: 12cm/giây), và nước được loại bỏ trong lúc thực hiện khuấy trộn nhẹ.

Môi trường khuấy trộn 40 được sử dụng ở đây là bi thép không gỉ (đường kính

5mm), và tỷ lệ trọng lượng của bi với các thành phần là 110. Bình kín được thay thế bằng bình kín 10C bao gồm máy khuấy được minh họa trên Fig.5A (phần khuấy dạng chữ J 22B), và bước khuấy trộn được thực hiện ở tốc độ quay bằng 300rpm (vận tốc chu vi của máy khuấy: 40cm/giây). Nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 515°C, và khoảng thời gian khuấy trộn là 1,3 giờ. Các quy trình còn lại là giống như trong ví dụ thử nghiệm 11. Thu được natri bohydrua (SBH). Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 12,5%.

Ví dụ so sánh 7

Thu được natri bohydrua (SBH) phù hợp với các quy trình trong ví dụ thử nghiệm 11 trong lúc thay đổi nhiệt độ gia nhiệt đến 321°C và khoảng thời gian khuấy trộn đến 5,0 giờ. Ở bước thứ hai trong quá trình này, bước khuấy trộn được bắt đầu trong môi trường khí hydro ở tốc độ quay bằng 1150rpm (vận tốc chu vi của máy khuấy: 140cm/giây), và nước được loại bỏ trong lúc thực hiện bước khuấy trộn. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 22,5%.

Ví dụ so sánh 8

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ so sánh 6 ngoại trừ rằng ở bước thứ nhất trong ví dụ so sánh 6, bột natri hydroxit được bổ sung với lượng 5,89g, và ở bước thứ ba nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 520°C và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 5 giờ. Trong ví dụ thử nghiệm 8, Na/B (theo mol) là 6,00. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 16,7%.

Ví dụ so sánh 9

Thu được natri bohydrua (SBH) bằng cách lặp lại các quy trình trong ví dụ so sánh 6 ngoại trừ rằng thành phần natri borat trong ví dụ so sánh 6 được thay thế bằng 1,97g natri metaborat và 1,50g borax, nhiệt độ gia nhiệt được thay đổi thành 519°C, và khoảng thời gian khuấy trộn được thay đổi thành 3,6 giờ. Môi trường khuấy trộn 40 được sử dụng ở đây là bi nhôm oxit (đường kính 5mm), và tỷ lệ trọng lượng của bi với các thành phần là 55. Kết quả là, hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) bằng 13,3%.

Bảng 6 dưới đây liệt kê các kết quả của các ví dụ so sánh 6 đến 9.

Bảng 6											
	Thành phần (g)	Các thành phần borat (g)			Chất phụ gia (g)	Nhiệt độ (°C)	Áp suất khí hydro [MPa]	Tỷ lệ chuyển hóa SBH (%) tính được từ mức giảm hydro	Na/B (theo mol)	Nước removal	Vận tốc chu vi của máy khuấy (cm/giây)
		NaBO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	Na ₄ B ₂ O ₅			Tối đa-cuối cùng				
Ví dụ so sánh 6	1,61	1,99	-	-	NaOH (2,36)	515	0,88-0,62	12,5	2,95	Có (13%)	40
Ví dụ so sánh 7	1,61	1,96	-	-	NaOH (2,36)	321	0,73-0,56	22,5	2,97	Có (13%)	140
Ví dụ so sánh 8	2,34	1,94	-	-	NaOH (5,89)	520	1,17-1,01	16,7	6,00	Có (17%)	40
Ví dụ so sánh 9	1,07	1,97	1,50	-	NaOH (0,54)	519	0,94-0,77	13,3	0,98	Có (6%)	40

Như được thể hiện trong Ví dụ so sánh 6 đến ví dụ so sánh 9 trong bảng 6, tỷ lệ chuyển hóa natri bohydrua (SBH) (%) bị giảm xuống vì bước khuấy trộn môi trường được thực hiện sớm ngay trong khi gia nhiệt để loại bỏ nước ở bước thứ hai.

Cụ thể, mặc dù việc khuấy trộn là khuấy trộn nhẹ, việc khuấy trộn sớm khi bắt đầu gia nhiệt và việc sử dụng natri metaborat mềm đã nghiền nhỏ bằng môi trường khuấy trộn. Nước được tạo ra từ natri hydroxit được hấp thụ vào các mảnh natri metaborat mịn, và vẫn còn trên các mảnh natri metaborat mịn ngay cả khi được giữ ở nhiệt độ 321°C đến 520°C và được tách ra từ từ qua một khoảng thời gian dài. Kết quả là, phản ứng oxy hóa của nhôm được kéo dài theo thời gian và các lớp vỏ mềm được tạo ra liên tục. Hơn nữa, việc khuấy trộn nhẹ đồng thời với sự tạo nước đã phá hủy lớp vỏ mềm đã được hình thành, và các lớp vỏ mềm bị phá hủy vẫn còn lại ở trạng thái hỗn hợp ở vùng xa bờ của các hạt nhôm (ở các vùng cách xa bề mặt của các hạt nhôm). Do đó, ít natri oxit (Na_2O) được giải phóng ra khỏi các lớp vỏ mềm có mặt trong vùng lân cận của nhôm, và chu trình phản ứng bắt đầu từ natri oxit qua natri, natri hydrua, natri bohydrua (SBH) và quay trở lại natri oxit không được thiết lập để tạo ra hiệu suất phản ứng thấp.

Các ví dụ so sánh 6, 8 và 9, liên quan đến việc khuấy trộn nhẹ, dẫn đến hiệu suất phản ứng (hiệu suất SBH) thấp hơn so với các ví dụ thử nghiệm. Ví dụ so sánh 7, trong đó các thành phần được khuấy trộn thích hợp và được xoay tròn đảo trộn và được nghiền, dẫn đến sự biến dạng lớn của nhôm, và các mặt phân cách mới lộ ra mang lại cơ hội tiếp xúc gia tăng đối với các thành phần có mặt ở vùng xa bờ. Do đó, hiệu suất phản ứng cao hơn một chút so với các ví dụ so sánh khác.

Danh sách các ký hiệu tham chiếu

10A, 10B, 10C BÌNH KÍN

12 THÂN BÌNH CHÍNH

14 LỚP BẢO VỆ

16 THIẾT BỊ GIA NHIỆT

18 VÒNG HÌNH CHỮ O

20 ĐỘNG CƠ

- 22 THANH KHUẤY
- 22A PHẦN KHUẤY
- 22B PHẦN KHUẤY DẠNG CHỮ J
- 24 ỐNG THỨ NHẤT
- 26 VAN CUNG CẤP KHÍ HYDRO
- 28 VAN XẢ
- 30 ỐNG THỨ HAI
- 32 ÁP KẾ
- 40 MÔI TRƯỜNG KHUẤY TRỘN
- 51 NATRI BORAT
- 52 BỘT NHÔM
- 53 KHÍ KHÔNG OXY HÓA
- 54 FLORUA
- 101 HẠT NHÔM
- 102 MÀNG OXIT DÀY
- 103 NATRI HYDROXIT (NaOH)
- 104 LỚP BOEHMIT ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)
- 105 NATRI OXIT (Na_2O)
- 106 HYDRO (H_2)
- 107 LỚP VỎ MỀM
- 108 LỚP VỎ CỨNG
- 109 NATRI KIM LOẠI (Na)
- 110 NATRI HYDRUA (NaH)
- 111 DIBO TRIOXIT (B_2O_3)
- 112 NATRI BOHYDRUA (SBH)

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất natri bohydrua, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

loại nước hỗn hợp chứa nước và bao gồm hydroxit kim loại kiềm, natri borat và bột nhôm trong điều kiện tĩnh ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C trong môi trường khí hydro;

oxy hóa bột nhôm bằng phản ứng với nước để tạo ra lớp natri nhôm oxit kéo dài từ bề mặt về phía bên trong của các hạt nhôm, lớp natri nhôm oxit được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) dưới đây; và

cho hỗn hợp này phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong lúc thực hiện bước khuấy trộn,



trong đó $0 < x < 1$.

2. Phương pháp sản xuất natri bohydrua, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

loại nước hỗn hợp chứa nước và bao gồm hydroxit kim loại kiềm, natri borat và bột nhôm trong điều kiện tĩnh trong bình trong lúc gia nhiệt bình này ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C dưới áp suất giảm;

oxy hóa bột nhôm bằng phản ứng với nước để tạo ra lớp natri nhôm oxit kéo dài từ bề mặt về phía bên trong của các hạt nhôm, lớp natri nhôm oxit được biểu diễn bởi công thức hóa học (I) dưới đây; và

cho hỗn hợp này phản ứng ở nhiệt độ không nhỏ hơn 400°C và không lớn hơn 560°C trong môi trường khí hydro trong lúc thực hiện bước khuấy trộn,



trong đó $0 < x < 1$.

3. Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tỷ lệ mol của các mol kim loại kiềm bất kỳ được chứa trong hydroxit kim loại kiềm và natri borat với các mol bo trong natri borat không nhỏ hơn 1,33 và không lớn hơn 3.

4. Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo điểm 1 hoặc 2, trong đó:

tỷ lệ mol của natri được chứa trong natri borat lớn hơn 0,5 so với bo được chứa trong natri borat.

5. Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo điểm 1 hoặc 2, trong đó phương pháp sản xuất natri bohydrua này còn bao gồm bước bổ sung oxit kim loại kiềm hoặc oxit kim loại kiềm thổ, trong đó:

tỷ lệ mol của các mol kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ bất kỳ cộng kim loại kiềm và kim loại kiềm thổ bất kỳ được chứa trong natri borat lớn hơn 0,5 và không lớn hơn 3 so với các mol bo được chứa trong natri borat.

6. Phương pháp sản xuất natri bohydrua theo điểm 1 hoặc 2, trong đó phương pháp sản xuất natri bohydrua này còn bao gồm bước bổ sung hydroxit kim loại kiềm, trong đó:

tỷ lệ mol của các mol kim loại kiềm bất kỳ được chứa trong hydroxit kim loại kiềm và natri borat lớn hơn 0,5 và không lớn hơn 3 so với các mol bo được chứa trong natri borat.

FIG.1

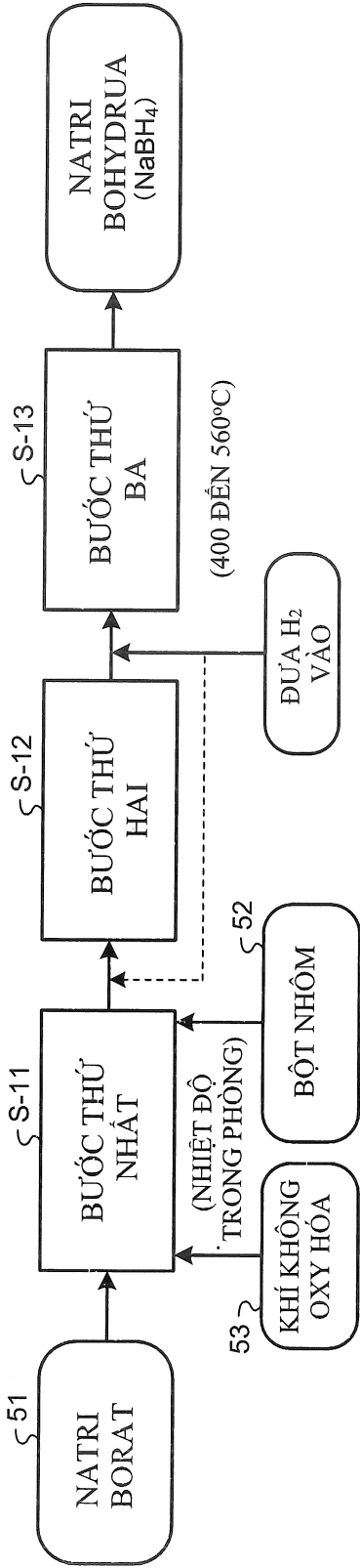
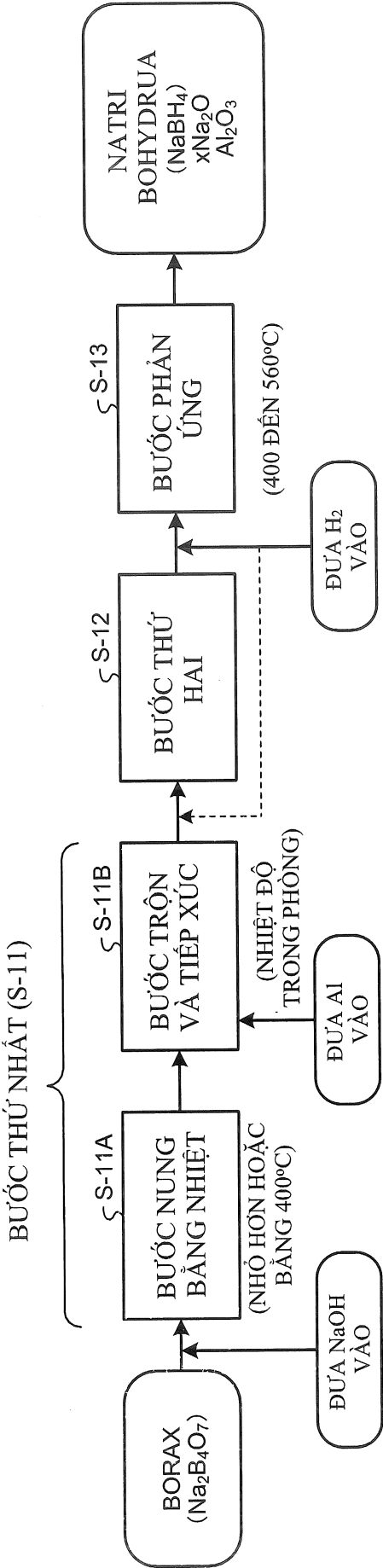
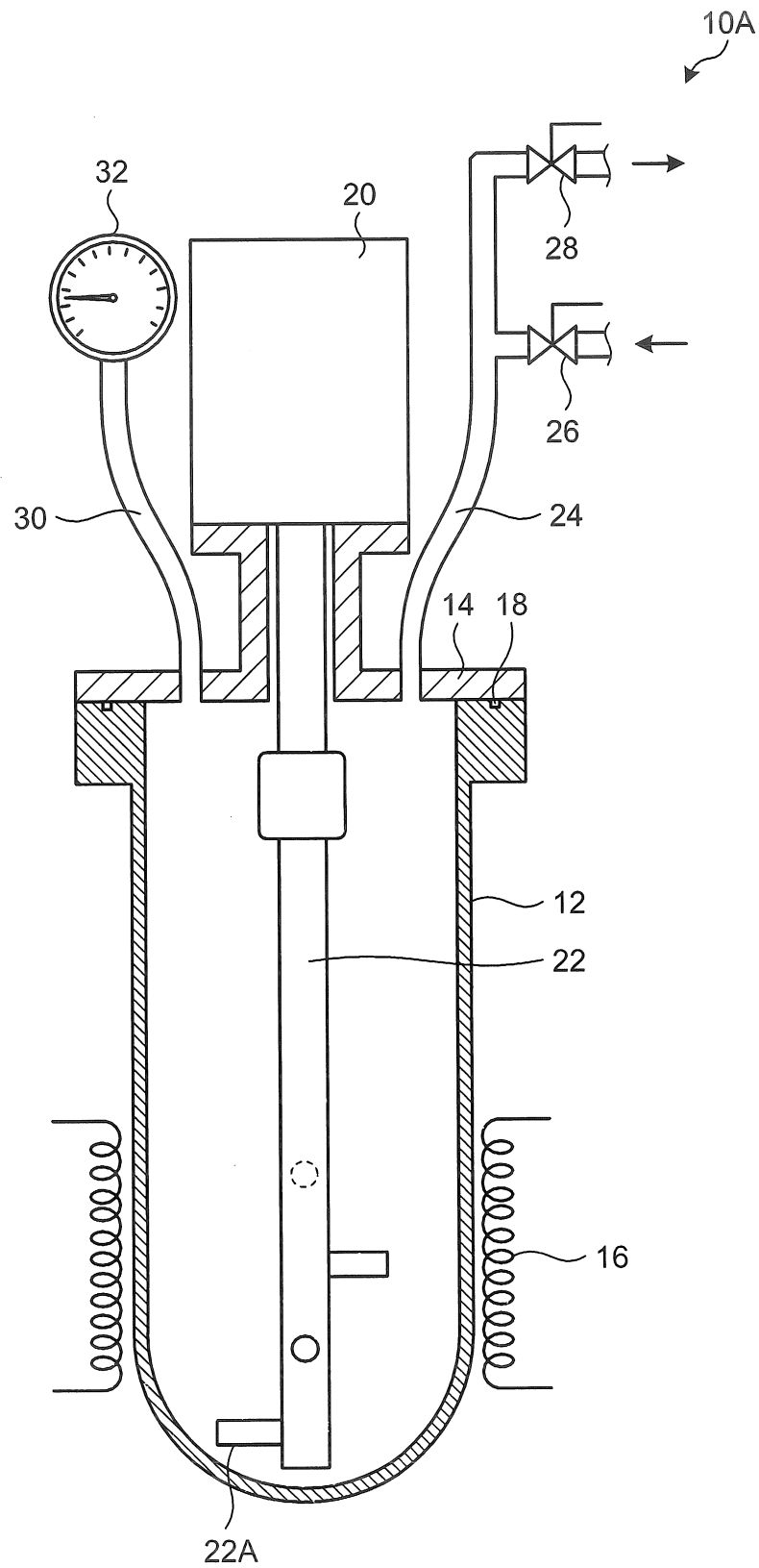


FIG.2



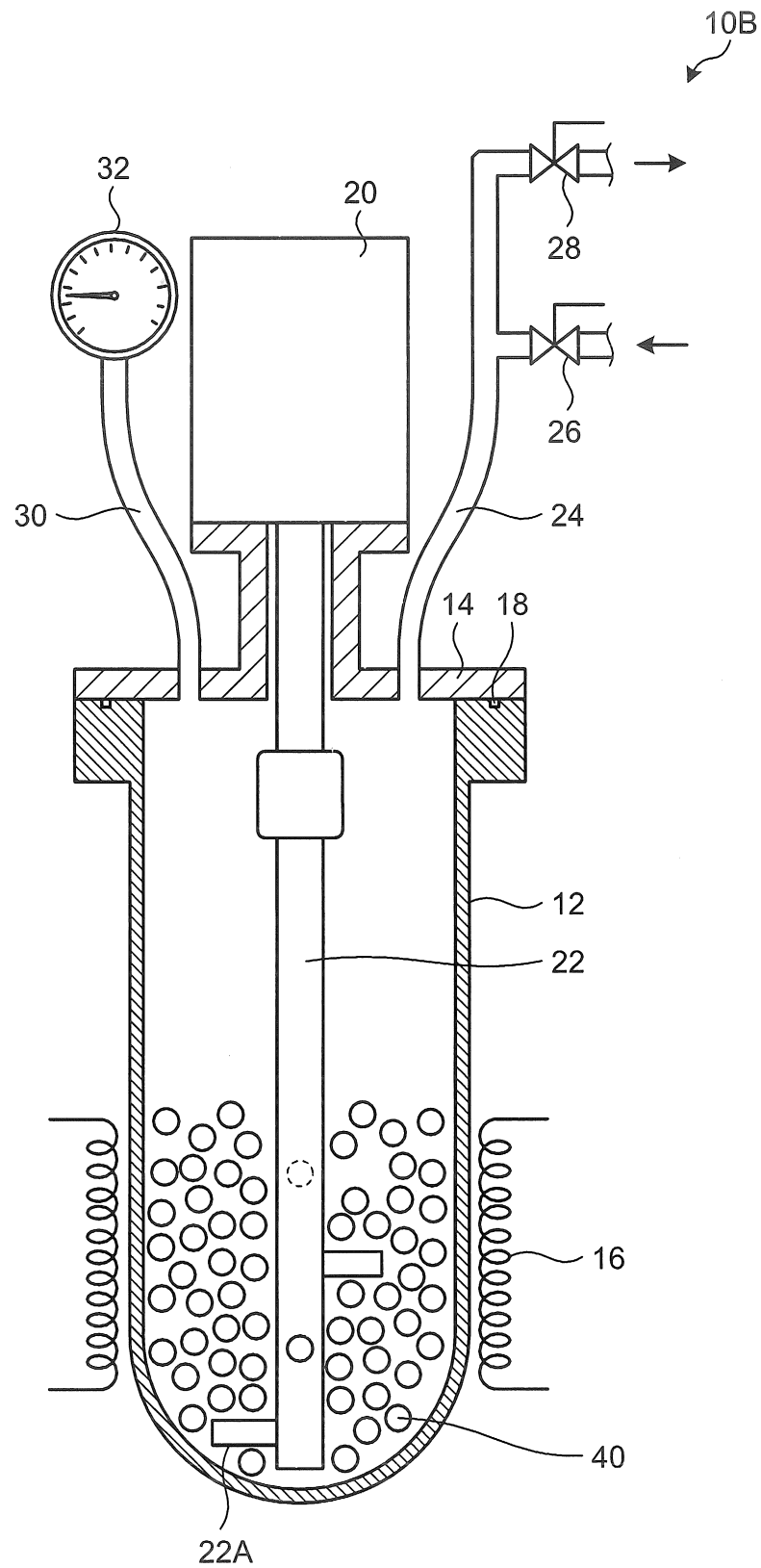
3/19

FIG.3



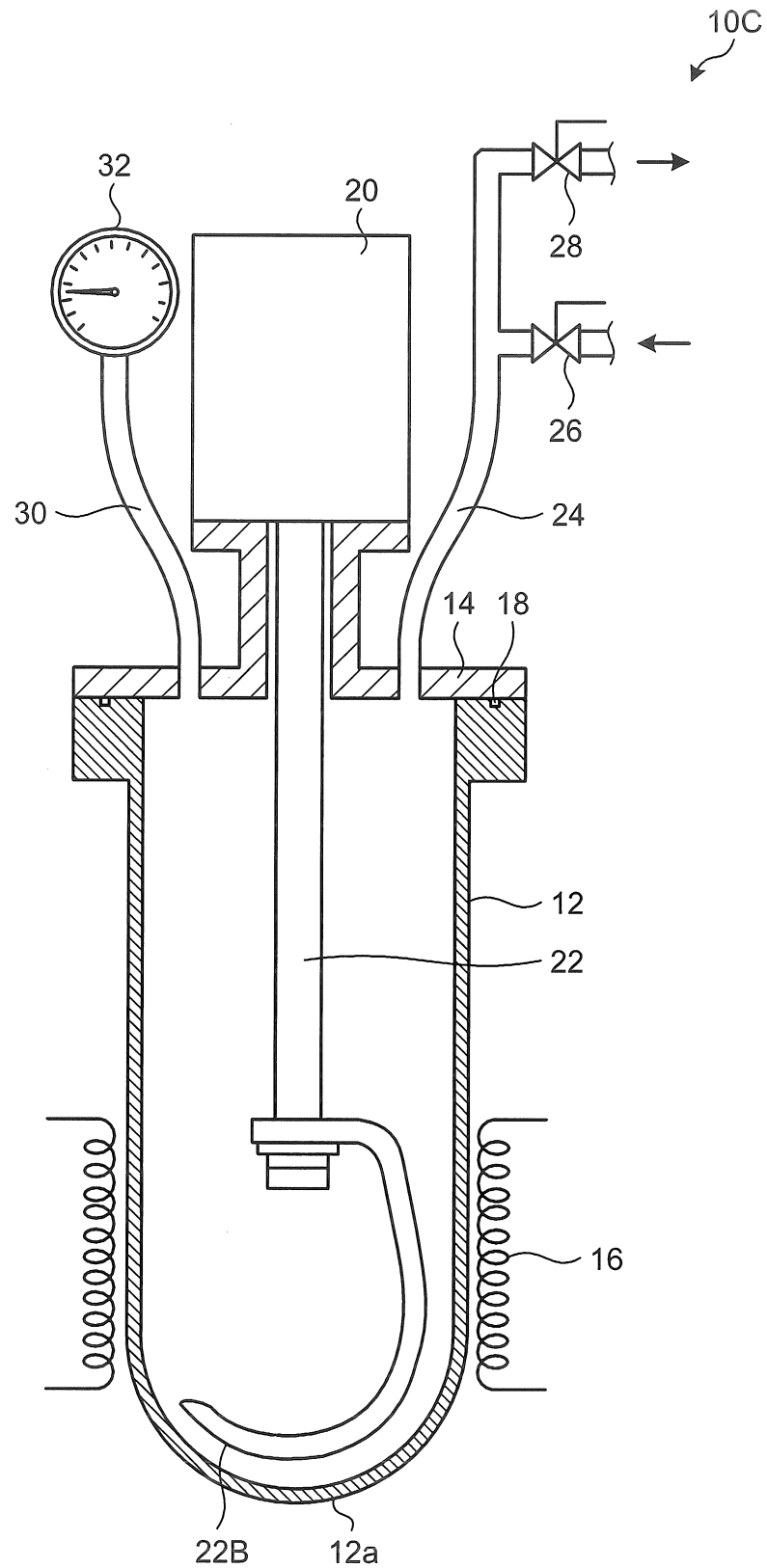
4/19

FIG. 4



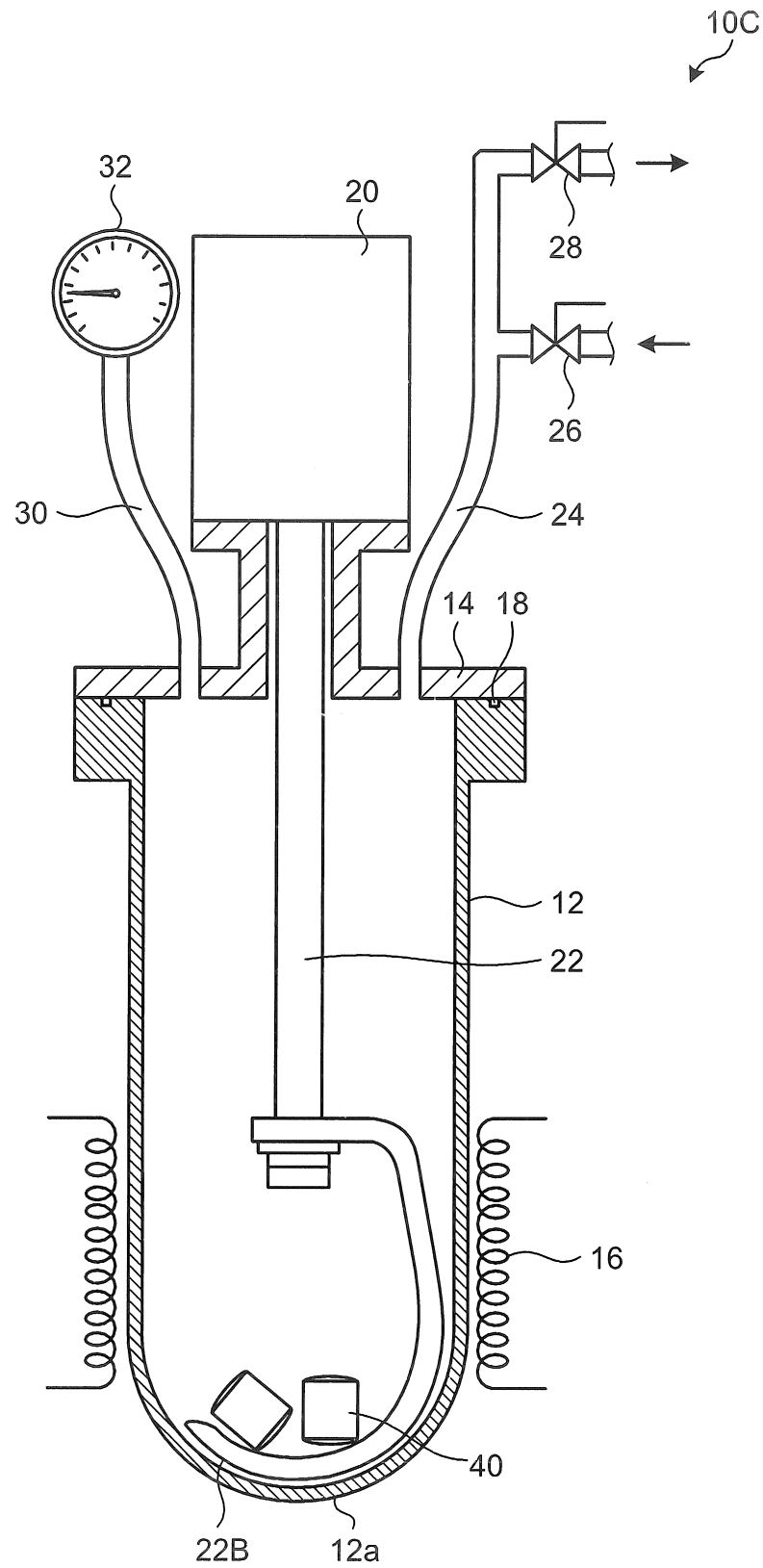
5/19

FIG.5A



6/19

FIG. 5B



7/19

FIG.6

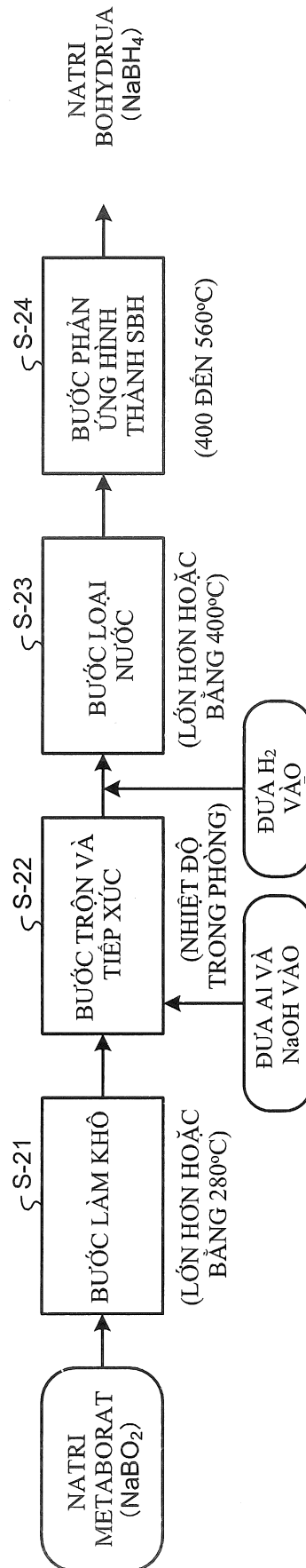
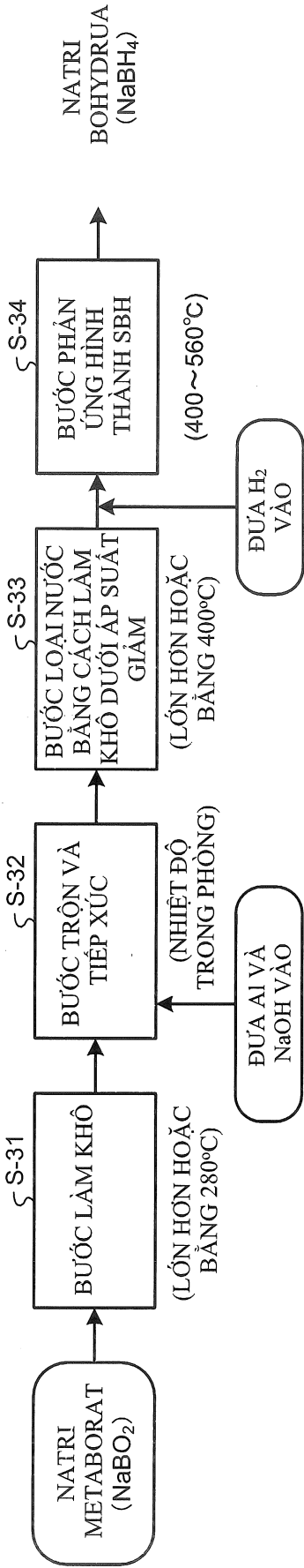


FIG.7



9/19

FIG.8A

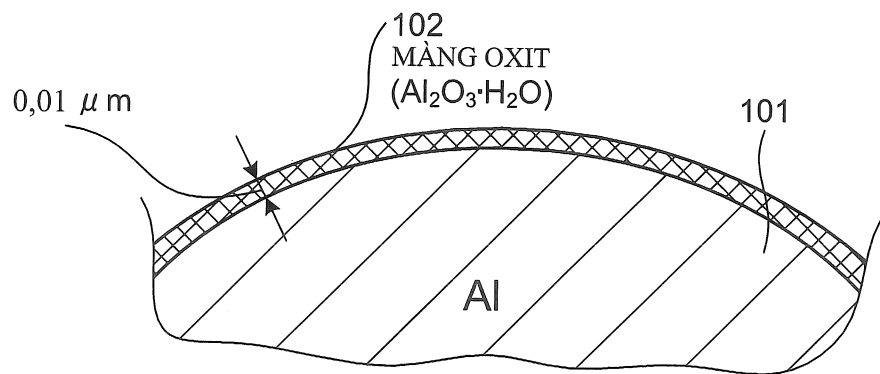
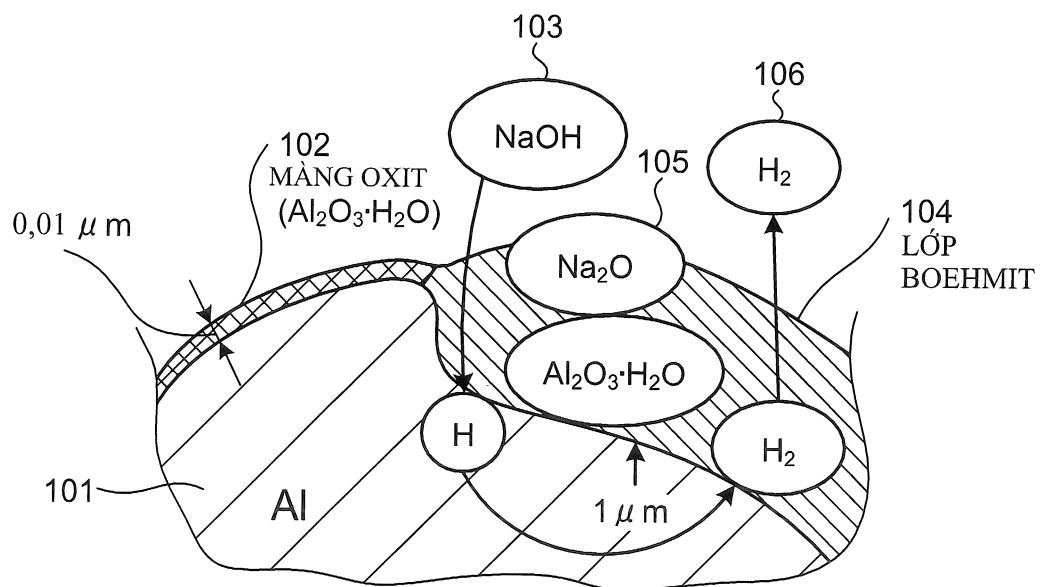


FIG.8B



10/19

FIG.8C

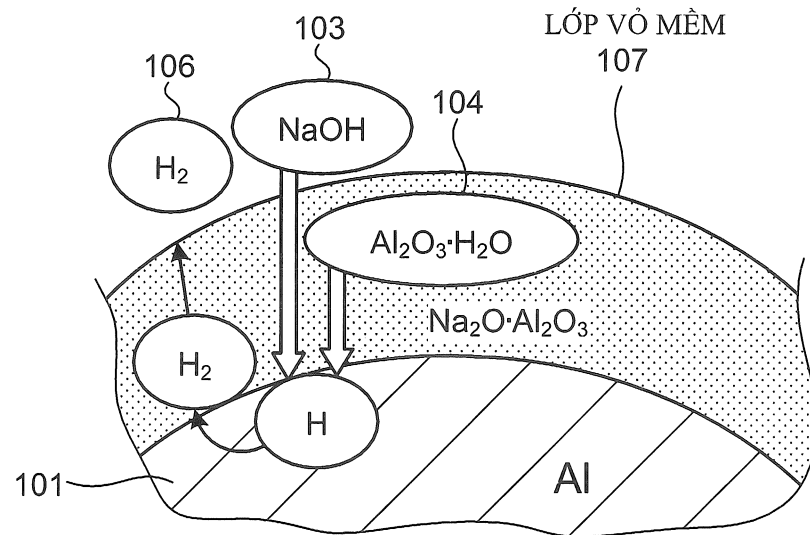
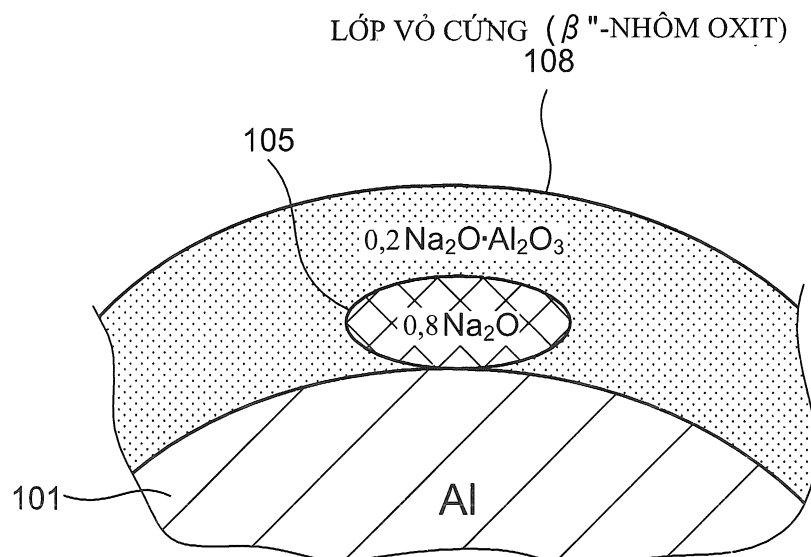


FIG.8D



11/19

FIG.8E

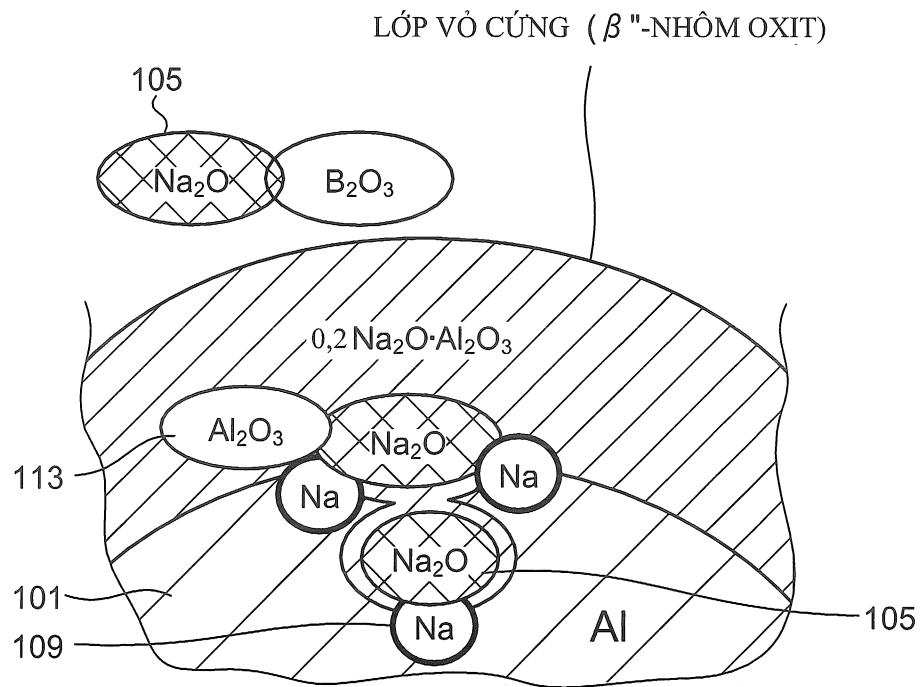
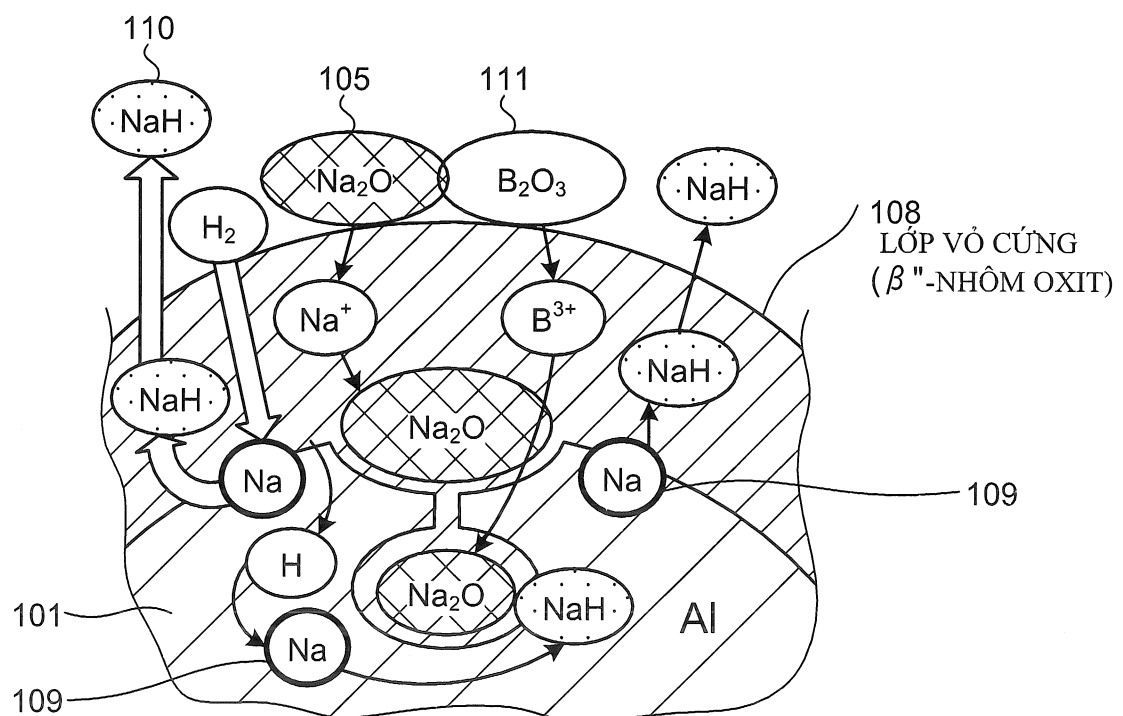
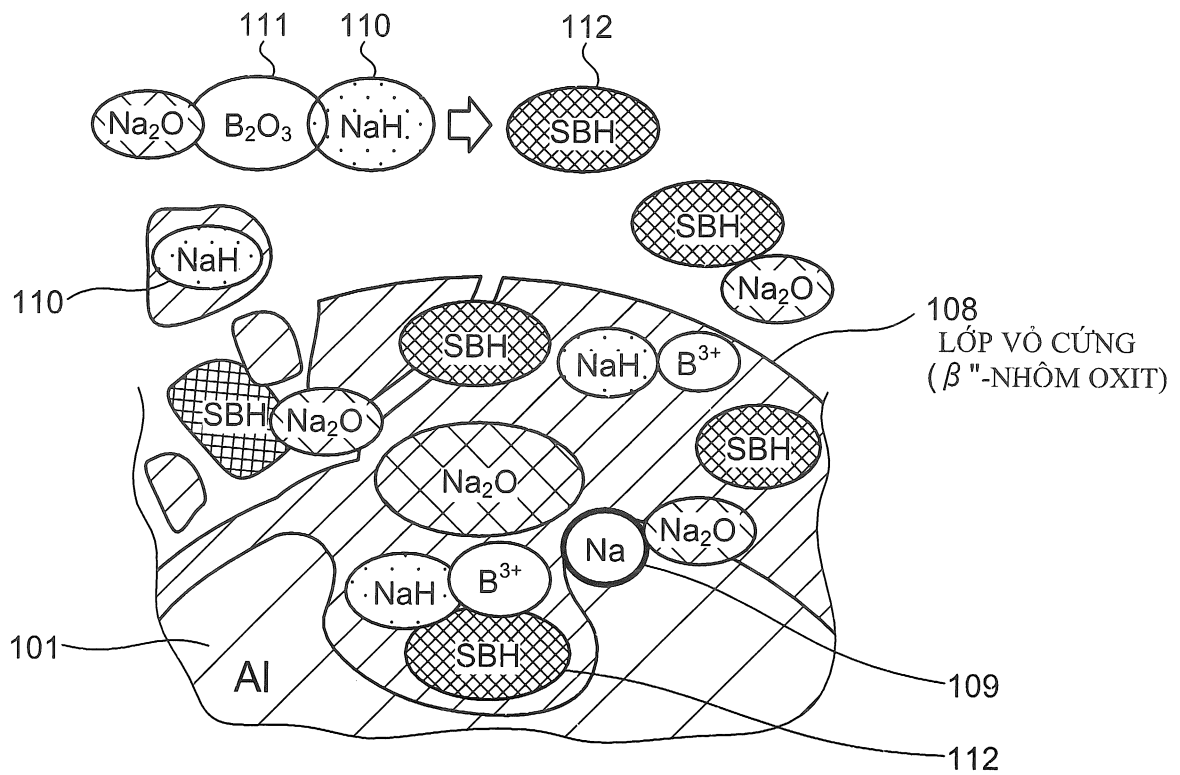


FIG.8F



12/19

FIG.8G



13/19

FIG.9A

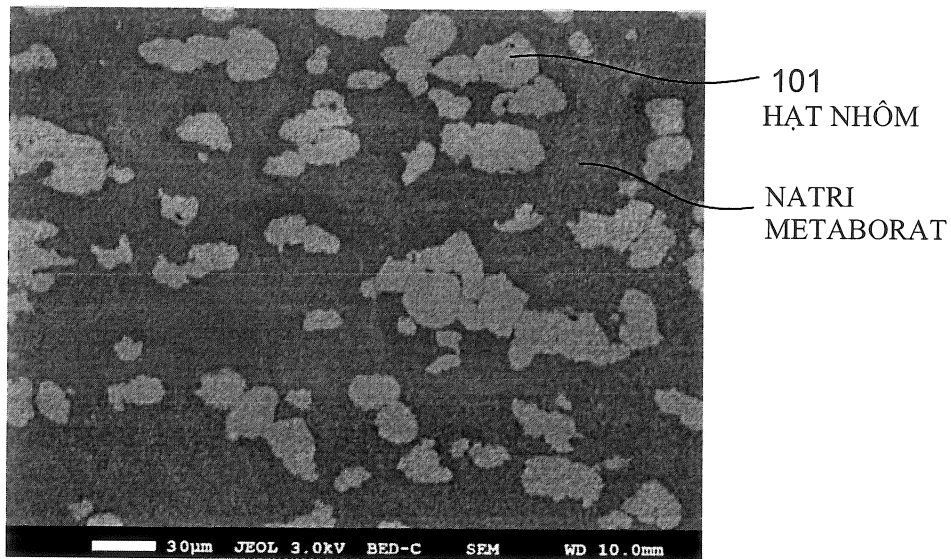
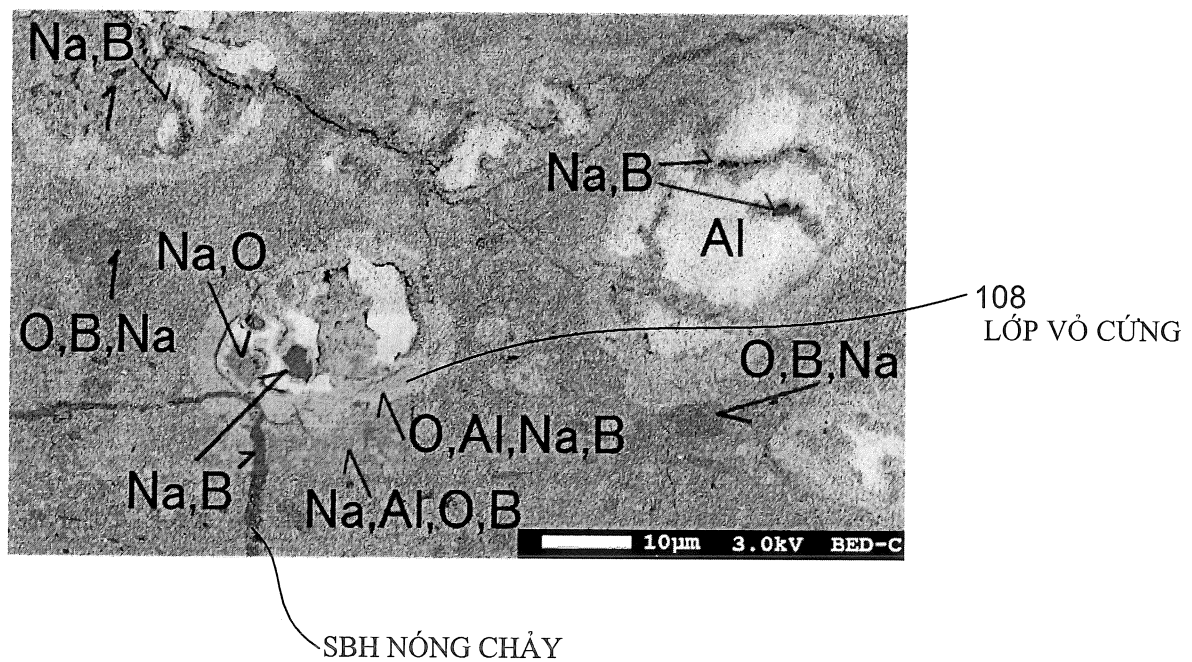
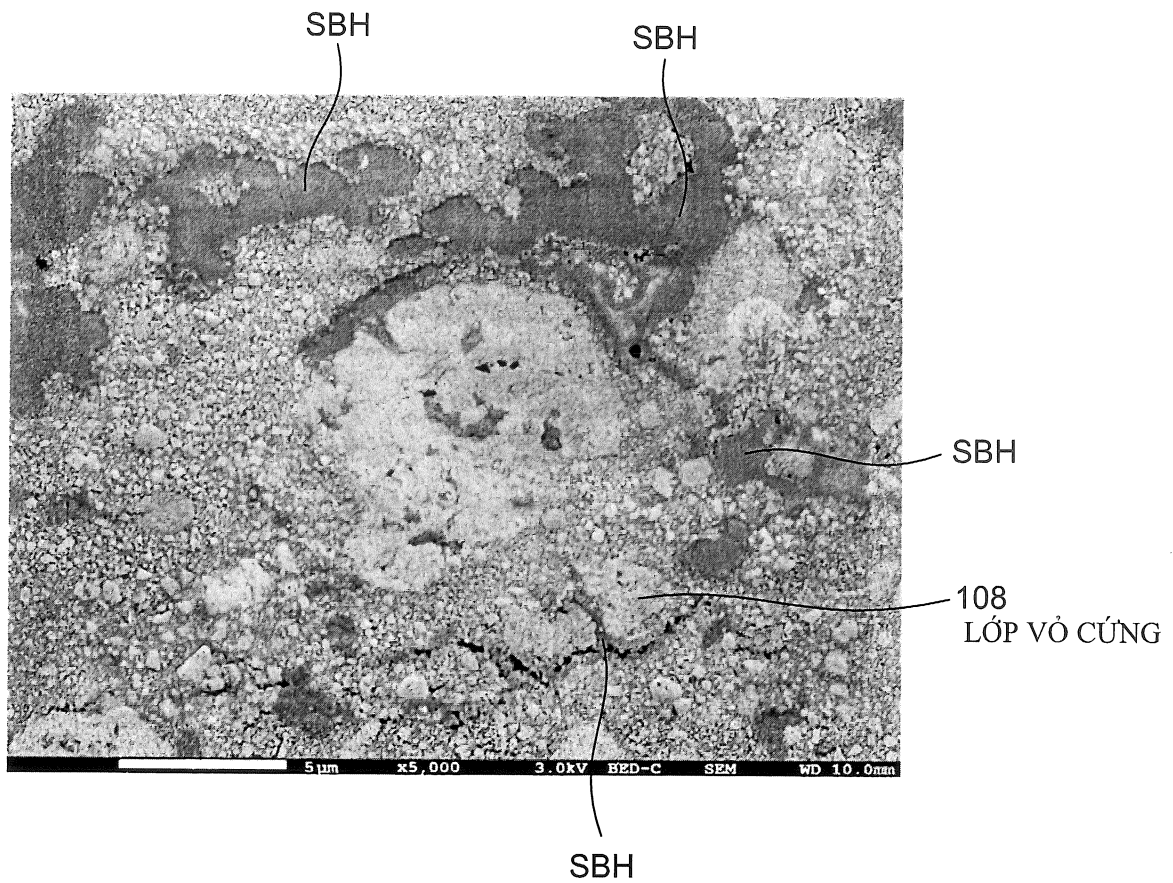


FIG.9B



14/19

FIG.9C



15/19

FIG.10A

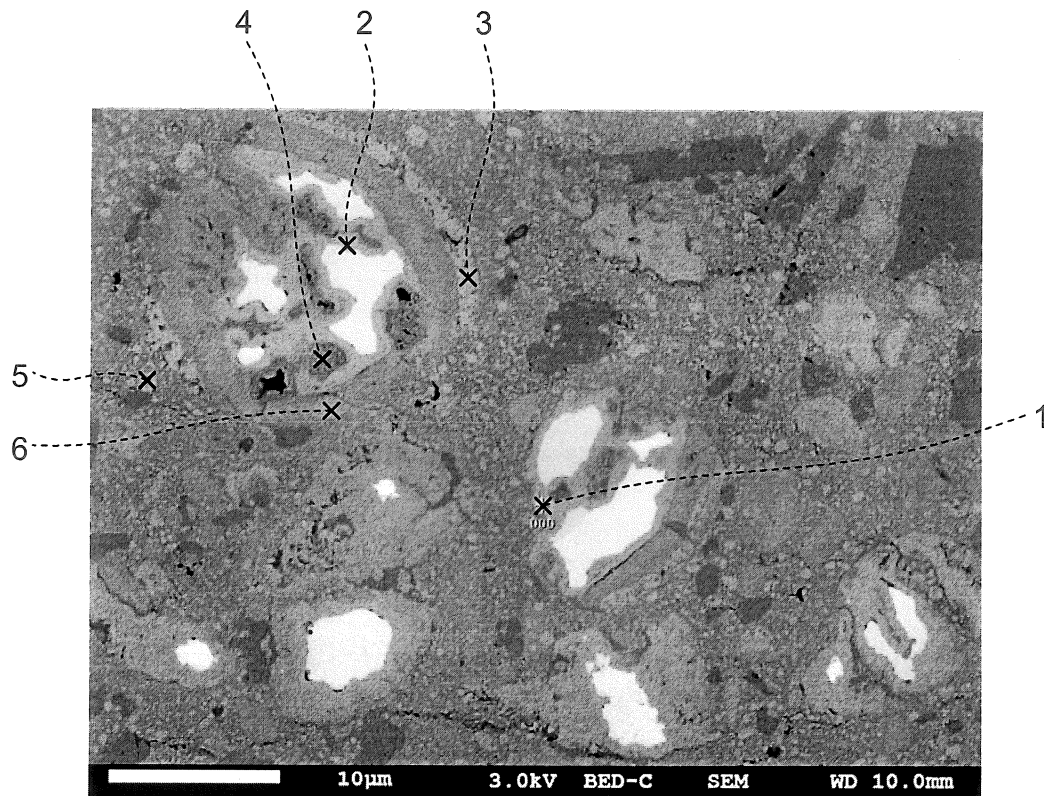


FIG.10B

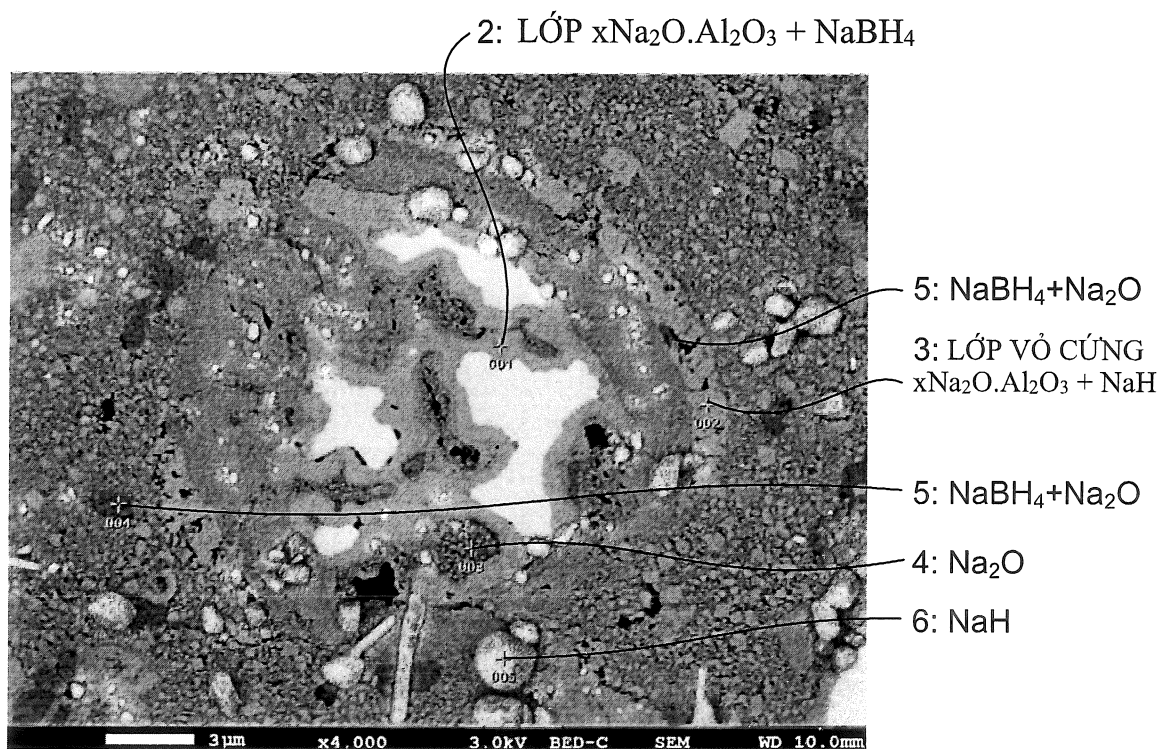


FIG.10C

số	Na	B	Al	O	CÁC HỢP CHẤT DỰ ĐOÁN
1	15	0	37	48	$0,2\text{Na}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NaH}$
2	29	4	24	42	$0,9\text{Na}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NaBH}_4$
3	26	0	28	46	$0,6\text{Na}_2\text{O}.\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NaH}$
4	65	1	3	28	Na_2O
5	71	9	0	19	$\text{Na}_2\text{O} + \text{NaBH}_4$
6	92	0	0	8	NaH

17/19

FIG.11A

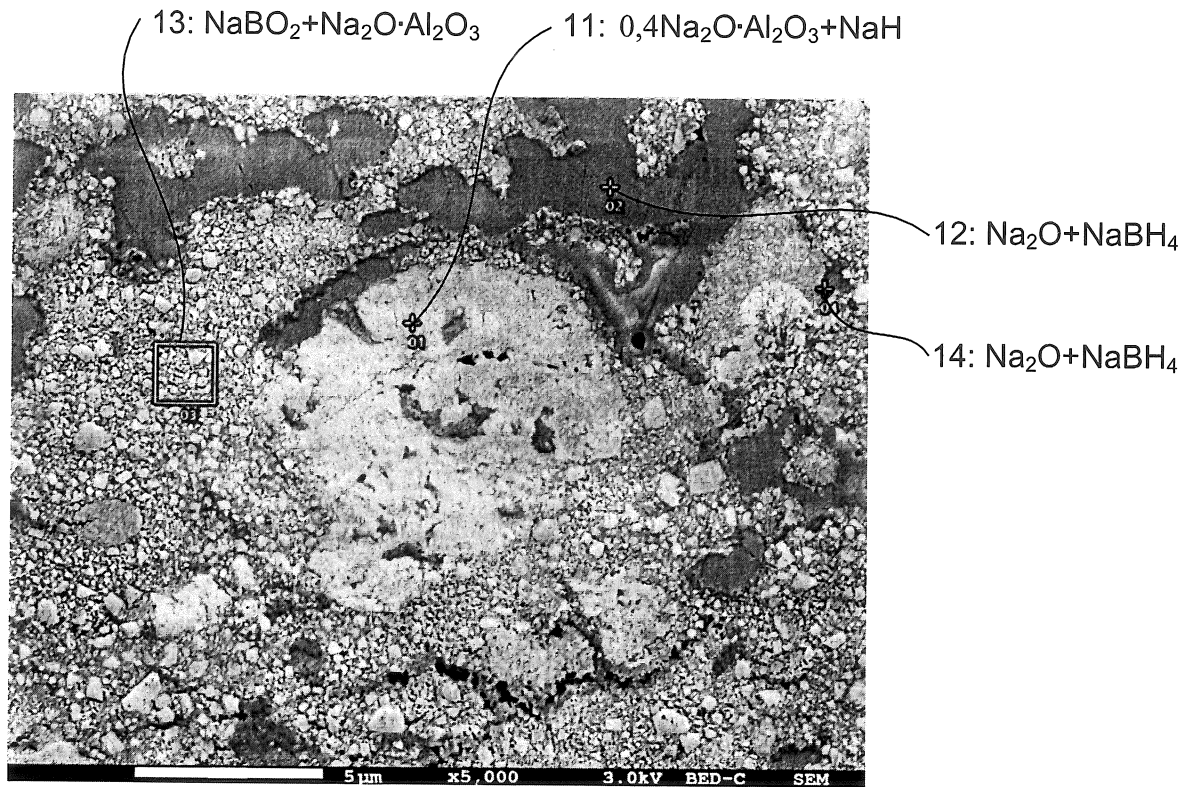
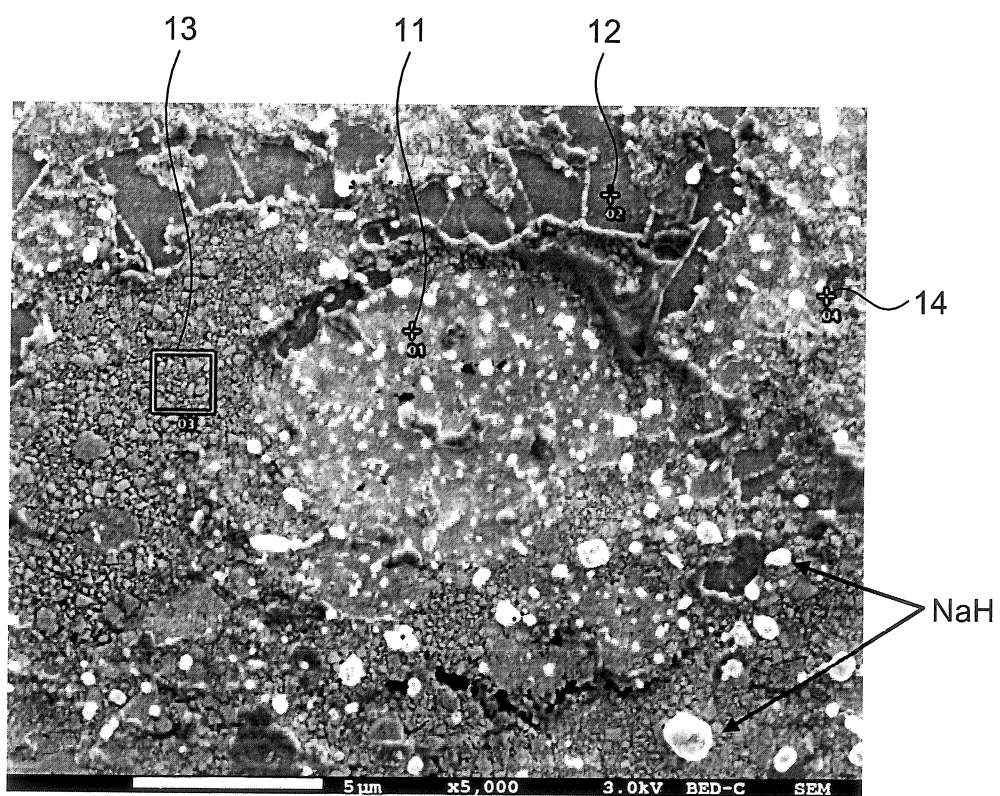


FIG.11B



18/19

FIG.11C

số	Na	B	Al	O	CÁC HỢP CHẤT DỰ ĐOÁN
11	44	0	20	36	$0,4\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NaH}$
12	79	5	0	16	$\text{Na}_2\text{O} + \text{NaBH}_4$ NỒNG ĐỘ B THẤP ĐƯỢC PHÁT HIỆN
13	49	5	13	34	$\text{NaBO}_2 + \text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$
14	70	14	1	15	$\text{Na}_2\text{O} + \text{NaBH}_4$ NỒNG ĐỘ B THẤP ĐƯỢC PHÁT HIỆN

19/19

FIG.12

