



(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) 
1-0019910

(51)⁷ **C04B 35/66, 35/10, C01F 7/02**

(13) **B**

(21) 1-2016-02053

(22) 07.06.2016

(45) 25.10.2018 367

(43) 26.09.2016 342

(73) **TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI (VN)**
Số 1 Đại Cồ Việt, quận Hai Bà Trưng, thành phố Hà Nội

(72) **Vũ Hoàng Tùng (VN)**

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU XỐP CÁCH NHIỆT DẠNG TẤM**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm bao gồm các bước:

a) nghiền mịn nhôm hydroxit ở dạng khoáng gibsit bằng máy nghiền bi đến cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 45 μ m trong điều kiện độ ẩm khi nghiền là 50%, sau đó sấy khô để thu được nhôm hydroxit dạng bột mịn,

b) trộn đều nhôm hydroxit dạng bột mịn thu được ở bước a) với keo polyvinyl axetat (PVA) và nước để tạo ra hỗn hợp phối liệu,

c) tạo hình hỗn hợp phối liệu thu được ở bước b) bằng cách ép bán khô trong khuôn để tạo ra sản phẩm mộc dạng tấm,

d) sấy sản phẩm mộc thu được ở bước c) cho đến khi độ ẩm của sản phẩm mộc này nhỏ hơn 1%, và

e) nung sản phẩm mộc thu được ở bước d) ở 1250°C trong 4 giờ, sau đó duy trì nhiệt độ của sản phẩm mộc này nằm trong khoảng từ 1250°C đến 1550°C trong 5 giờ, cuối cùng để nguội tự nhiên để tạo ra vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm.

Vật liệu xốp cách nhiệt thu được bằng phương pháp nêu trên chứa α -Al₂O₃ với lượng bằng hoặc lớn hơn 99% khối lượng. Vật liệu này có hệ thống lỗ xốp nhỏ phân bố đồng đều, khối lượng riêng là 1,3g/cm³ và làm việc ổn định trong thời gian dài ở nhiệt độ lên đến 1750°C.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm chứa $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ với lượng bằng hoặc lớn hơn 99% khối lượng từ nhôm hydroxit ở dạng khoáng gibsit tinh khiết.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã biết các phương pháp sản xuất vật liệu xốp cách nhiệt chứa $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ với lượng bằng hoặc lớn hơn 99% khối lượng thường sử dụng các nguyên liệu là nhôm oxit tinh khiết và các chất phụ gia tạo xốp. Tuy nhiên, vật liệu sản xuất được bằng các phương pháp này vẫn còn nhiều nhược điểm như phân bố lỗ xốp không đồng đều, kích thước lỗ xốp to và không đều, bị kết khối và co ngót khi sử dụng ở nhiệt độ cao. Trên thực tế, phương pháp sản xuất vật liệu chứa $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ sét đặc phổ biến hơn vì dễ thực hiện và ổn định thể tích trong thời gian dài khi làm việc ở nhiệt độ cao, tuy nhiên vật liệu thu được bằng phương pháp này không có đặc tính xốp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Để khắc phục nhược điểm của các phương pháp sản xuất vật liệu xốp cách nhiệt đã biết, tác giả sáng chế đã dùng nhôm hydroxit ở dạng khoáng gibsit làm nguyên liệu ban đầu.

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu xốp cách nhiệt bao gồm các bước:

a) nghiền mịn nhôm hydroxit ở dạng khoáng gibsit bằng máy nghiền bi đến cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng $45\mu\text{m}$ trong điều kiện độ ẩm khi nghiền là 50%, sau đó sấy khô để thu được nhôm hydroxit dạng bột mịn,

b) trộn đều nhôm hydroxit dạng bột mịn thu được ở bước a) với keo polyvinyl axetat (PVA) và nước để tạo ra hỗn hợp phối liệu, trong đó keo PVA chiếm 1% khối lượng hỗn hợp phối liệu và nước chiếm 7% khối lượng hỗn hợp phối liệu,

c) tạo hình hỗn hợp phối liệu thu được ở bước b) bằng cách ép bán khô trong khuôn với áp lực ép nằm trong khoảng từ 60kgf/cm² (6.10⁶Pa) đến 100kgf/cm² (10⁷Pa) để tạo ra sản phẩm mộc dạng tấm,

d) sấy sản phẩm mộc thu được ở bước c) cho đến khi độ ẩm của sản phẩm mộc này nhỏ hơn 1%, và

e) nung sản phẩm mộc thu được ở bước d) ở 1250°C trong 4 giờ, sau đó duy trì nhiệt độ của sản phẩm mộc này nằm trong khoảng từ 1250°C đến 1550°C trong 5 giờ, cuối cùng để nguội tự nhiên để tạo ra vật liệu xếp cách nhiệt dạng tấm.

Ngoài ra, sáng chế còn đề xuất vật liệu xếp cách nhiệt dạng tấm sản xuất được bằng phương pháp nêu trên. Vật liệu này có kích thước lỗ xốp nhỏ, phân bố lỗ xốp đồng đều trong cấu trúc vật liệu và có thể làm việc trong thời gian dài ở nhiệt độ cao (khoảng 1750°C), và chứa α -Al₂O₃ với lượng bằng hoặc lớn hơn 99% khối lượng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Phương pháp sản xuất vật liệu xếp cách nhiệt dạng tấm từ nhôm hydroxit ở dạng khoáng gipsit bao gồm các bước được mô tả dưới đây.

Nhôm hydroxit ở dạng khoáng gipsit được nghiền bằng máy nghiền bi đến cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 45µm trong điều kiện độ ẩm khi nghiền là 50%. Nhôm hydroxit đã nghiền được sấy khô để thu được nhôm hydroxit dạng bột mịn. Việc nghiền nhôm hydroxit đến cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 45µm để đảm bảo việc tiếp xúc của các hạt vật liệu khi tạo hình hỗn hợp phối liệu bằng cách ép, nhờ đó vật liệu thu được có các lỗ xốp nhỏ và đều đặn. Hơn nữa, nhôm hydroxit có cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng 45µm giúp đảm bảo cường độ cơ học của vật liệu thu được sau khi nung. Độ ẩm trong máy nghiền bi khi nghiền là 50%

giúp mang lại hiệu quả tối ưu về thời gian nghiền. Nếu độ ẩm này lớn hơn 50% thì năng suất nghiền sẽ giảm do các hạt nhôm oxit bị kết dính lại với nhau. Trong trường hợp nếu độ ẩm này nhỏ hơn 50% thì thời gian để đạt được độ đồng đều về cỡ hạt tăng lên do môi trường nghiền quá khô thì các hạt có cỡ hạt lớn hơn sẽ có xu hướng nằm dưới đáy của lớp gồm các hạt có cỡ hạt nhỏ hơn.

Sau đó, nhôm hydroxit dạng bột mịn thu được được đánh tơi, sau đó được trộn với chất phụ gia kết dính là keo polyvinyl axetat (PVA) và nước để tạo ra hỗn hợp phối liệu đồng nhất. Keo PVA này được dùng với lượng là 1% khối lượng hỗn hợp phối liệu được tạo ra, nước được dùng với lượng là 7% khối lượng hỗn hợp phối liệu được tạo ra và lượng còn lại là nhôm hydroxit. Keo PVA được dùng với lượng là 1% khối lượng và nước được dùng với lượng là 7% khối lượng để đảm bảo mức độ liên kết và cường độ cơ học ban đầu của sản phẩm mộc sau khi ép.

Tiếp theo, hỗn hợp phối liệu thu được nêu trên được ép bán khô trong khuôn ép dạng tấm với áp lực ép nằm trong khoảng từ 60kgf/cm^2 (6.10^6Pa) đến 100kgf/cm^2 (10^7Pa) để tạo ra sản phẩm mộc dạng tấm. Áp lực ép này để đảm bảo mẫu đạt được độ sít đặc tối đa trước khi xảy ra hiện tượng nén quá mức làm phá vỡ cấu trúc lỗ xốp trong vật liệu. Nếu áp lực ép nhỏ hơn 60kgf/cm^2 (6.10^6Pa) thì áp lực ép này không đủ để tạo ra độ sít đặc cho sản phẩm mộc thu được, điều này dẫn đến làm giảm độ bền vững của hệ thống lỗ xốp của vật liệu xốp thu được sau khi nung.

Sau đó, sản phẩm mộc dạng tấm thu được được sấy khô đến độ ẩm nhỏ hơn 1%. Độ ẩm của sản phẩm mộc sau khi sấy là 1% để đảm bảo khối vật liệu không bị nứt vỡ trong quá trình nung ở nhiệt độ cao.

Cuối cùng, sản phẩm mộc thu được sau khi sấy được nung ở 1250°C trong 4 giờ (giai đoạn nung thứ nhất), sau đó duy trì nhiệt độ của sản phẩm mộc này nằm trong khoảng từ 1250°C đến 1550°C trong 5 giờ (giai đoạn nung thứ hai), và sau đó để nguội tự nhiên để tạo ra vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm. Việc nung sản phẩm mộc qua hai giai đoạn nung ở hai mức nhiệt độ và thời gian nung khác nhau nêu trên sẽ tạo ra độ xốp cho vật liệu đồng thời làm ổn định hình

dạng và kích thước của lỗ xốp được tạo ra. Trong quá trình nung, nhôm hydroxit mất 3 phân tử H_2O để hình thành $\alpha-Al_2O_3$ đồng thời biến đổi cấu trúc để tạo ra độ xốp cho vật liệu, sau đó gia công nhiệt để ổn định hình dạng và kích thước của lỗ xốp cũng như hoàn thiện cấu trúc của tinh thể $\alpha-Al_2O_3$, nhờ đó vật liệu xốp thu được có thể làm việc trong thời gian dài ở nhiệt độ lên đến $1750^\circ C$. Ở giai đoạn nung thứ nhất, nhôm hydroxit ở dạng khoáng gibsit sẽ phân hủy hoàn toàn để tạo ra vật liệu có khung cấu trúc là $\alpha-Al_2O_3$ và lỗ xốp để lại do nước bay đi. Nếu nhiệt độ nung ở giai đoạn thứ nhất này nhỏ hơn $1250^\circ C$ thì quá trình phân hủy nhôm hydroxit sẽ không tạo ra khung cấu trúc $\alpha-Al_2O_3$. Ở giai đoạn nung thứ hai, $\alpha-Al_2O_3$ sẽ được cung cấp năng lượng để phát triển liên kết, hoàn thiện cấu trúc và kích thước tinh thể cơ bản. Nếu nhiệt độ nung ở giai đoạn này lớn hơn $1550^\circ C$ hoặc thời gian nung lớn hơn 5 giờ thì hệ thống lỗ xốp của vật liệu sẽ bị phá hủy, do đó vật liệu không còn đặc tính xốp.

Vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm sản xuất được bằng phương pháp nêu trên có hàm lượng $\alpha-Al_2O_3$ bằng hoặc lớn hơn 99% khối lượng, khối lượng riêng là $1,3g/cm^3$, có cường độ chịu nén khoảng $20kgf/cm^2$ (2.10^6Pa) có khả năng chịu được nhiệt độ cao, cách nhiệt tốt và làm việc ổn định trong thời gian dài ở nhiệt độ lên đến $1750^\circ C$.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Sản xuất 62kg vật liệu xốp cách nhiệt từ nguyên liệu nhôm hydroxit ở dạng khoáng gibsit.

92kg nhôm hydroxit được nghiền mịn bằng cách nghiền bi đến cỡ hạt khoảng $45\mu m$ trong điều kiện độ ẩm khi nghiền là 50%. Sau đó, nhôm hydroxit đã nghiền được sấy khô để thu được 92kg nhôm hydroxit dạng bột mịn.

Sau đó, 92kg bột mịn nhôm hydroxit thu được được đánh tơi và trộn đều cùng với 1kg keo polyvinyl axetat (PVA) và 7kg nước để thu được hỗn hợp phối liệu đồng nhất.

Hỗn hợp phối liệu thu được được tạo hình bằng cách ép bán khô trong khuôn ép dạng tấm với áp lực ép 100kgf/cm^2 (10^7Pa) để tạo ra sản phẩm mộc dạng tấm.

Sau đó, sản phẩm mộc được sấy khô ở 105°C trong 6 giờ để thu được sản phẩm mộc có độ ẩm là 0,5%.

Cuối cùng, sản phẩm mộc thu được được nung trong lò nung ở nhiệt độ 1250°C trong 4 giờ, sau đó duy trì nhiệt độ của sản phẩm mộc này ở 1550°C trong 5 giờ, và sau đó để nguội tự nhiên để tạo ra 62kg vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm.

Vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm thu được bằng phương pháp nêu trên có hàm lượng $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ là 99,5% khối lượng, khối lượng riêng là $1,3\text{g/cm}^3$, có cường độ chịu nén là 20kgf/cm^2 ($2 \cdot 10^6\text{Pa}$) và ổn định trong thời gian dài ở nhiệt độ lên đến 1750°C .

Ví dụ 2

Sản xuất 62kg vật liệu xốp cách nhiệt từ nguyên liệu nhôm hydroxit ở dạng khoáng gipsit.

92kg nhôm hydroxit được nghiền mịn bằng cách nghiền bi đến cỡ hạt khoảng $45\mu\text{m}$ trong điều kiện độ ẩm khi nghiền là 50%. Sau đó, nhôm hydroxit đã nghiền được sấy khô để thu được 92kg nhôm hydroxit dạng bột mịn.

Sau đó, 92kg bột mịn nhôm hydroxit thu được được đánh tơi và trộn đều cùng với 1kg keo polyvinyl axetat (PVA) và 7kg nước để thu được hỗn hợp phối liệu đồng nhất.

Hỗn hợp phối liệu thu được được tạo hình bằng cách ép bán khô trong khuôn ép dạng tấm với áp lực ép 100kgf/cm^2 (10^7Pa) để tạo ra sản phẩm mộc dạng tấm.

Sau đó, sản phẩm mộc được sấy khô ở 105°C trong 6 giờ để thu được sản phẩm mộc có độ ẩm là 0,5%.

Cuối cùng, sản phẩm mộc thu được được nung trong lò nung ở nhiệt độ 1250°C trong 4 giờ, sau đó duy trì nhiệt độ của sản phẩm mộc này ở 1250°C trong 5 giờ, và sau đó để nguội tự nhiên để tạo ra 62kg vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm.

Vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm thu được bằng phương pháp nêu trên có hàm lượng $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ là 99,5% khối lượng, khối lượng riêng là 1,2g/cm³, có cường độ chịu nén là 18kgf/cm² (1,8.10⁶Pa) và ổn định trong thời gian dài ở nhiệt độ lên đến 1750°C.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Việc nung sản phẩm mộc được tạo ra từ hỗn hợp phối liệu gồm nhôm hydroxit ở dạng khoáng gipsit, keo PVA và nước qua hai giai đoạn nung ở hai mức nhiệt độ và thời gian nung khác nhau sẽ tạo ra độ xốp cho vật liệu, làm ổn định hình dạng và kích thước của lỗ xốp được tạo ra đồng thời hoàn thiện cấu trúc của vật liệu xốp thu được.

Ngoài ra, vật liệu xốp cách nhiệt sản xuất được bằng phương pháp theo sáng chế có giá thành thấp do nguồn nguyên liệu thông dụng, dễ kiếm và không sử dụng chất phụ gia tạo xốp. Vật liệu xốp cách nhiệt theo sáng chế có cấu trúc được hình thành bởi $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ với hệ thống lỗ xốp nhỏ phân bố đồng đều, khối lượng riêng là 1,3g/cm³ và cấu trúc này bền vững ở nhiệt độ 1750°C.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm bao gồm các bước:

a) nghiền mịn nhôm hydroxit ở dạng khoáng gipsit bằng máy nghiền bi đến cỡ hạt nhỏ hơn hoặc bằng $45\mu\text{m}$ trong điều kiện độ ẩm khi nghiền là 50%, sau đó sấy khô để thu được nhôm hydroxit dạng bột mịn,

b) trộn đều nhôm hydroxit dạng bột mịn thu được ở bước a) với keo polyvinyl axetat (PVA) và nước để tạo ra hỗn hợp phối liệu, trong đó keo PVA chiếm 1% khối lượng hỗn hợp phối liệu và nước chiếm 7% khối lượng hỗn hợp phối liệu,

c) tạo hình hỗn hợp phối liệu thu được ở bước b) bằng cách ép bán khô trong khuôn với áp lực ép nằm trong khoảng từ 60kgf/cm^2 ($6 \cdot 10^6\text{Pa}$) đến 100kgf/cm^2 (10^7Pa) để tạo ra sản phẩm mốp dạng tấm,

d) sấy sản phẩm mốp thu được ở bước c) cho đến khi độ ẩm của sản phẩm mốp này nhỏ hơn 1%, và

e) nung sản phẩm mốp thu được ở bước d) ở 1250°C trong 4 giờ, sau đó duy trì nhiệt độ của sản phẩm mốp này nằm trong khoảng từ 1250°C đến 1550°C trong 5 giờ, cuối cùng để nguội tự nhiên để tạo ra vật liệu xốp cách nhiệt dạng tấm.