



(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)



1-0025528

(51)⁷ C01B 33/12; C01B 33/18

(13) B

(21) 1-2015-02352

(22) 14/07/2014

(86) PCT/JP2014/068719 14/07/2014

(87) WO 2015/008730 22/01/2015

(30) 2013-147229 16/07/2013 JP

(45) 25/09/2020 390

(43) 27/06/2016 339A

(73) 1. Katsuyoshi KONDOH (JP)

11-13, Sakurai 1-chome, Minoh-shi, Osaka 562-0043 Japan

2. KURIMOTO, LTD. (JP)

12-19, Kitahorie 1-chome, Nishi-ku, Osaka-shi, Osaka 550-8580 Japan

3. CHUGAI RO CO., LTD. (JP)

6-1, Hiranomachi 3-chome, Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 541-0046 Japan

(72) Katsuyoshi KONDOH (JP); Yoshisada MICHUURA (JP); Jun SHIMOMURA (JP);
Kenichi SASAUCHI (JP); Kenichi TOMOZAWA (JP).

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

(54) HẠT SILIC OXIT HÌNH CẦU CÓ NGUỒN GỐC TỪ CHẤT THẢI HỮU CƠ VÀ
PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT HẠT NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất hạt silic oxit hình cầu bao gồm các bước: chuẩn bị chất thải hữu cơ làm nguyên liệu; ngâm chất thải hữu cơ trong dung dịch để tăng độ tinh khiết của silic oxit; đốt chất thải hữu cơ để tạo ra bột silic oxit; nghiền bột silic oxit thành hạt silic oxit mịn; và nấu chảy và tạo hình cầu hạt silic oxit mịn bằng lửa để tạo ra hạt silic oxit hình cầu. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ.

CHUẨN BỊ CHẤT THẢI HỮU
CƠ



NGÂM TRONG CHẤT LỎNG



ĐÓT



NGHIỀN



NẤU CHẢY VÀ TẠO HÌNH
CẦU



HẠT SILIC HÌNH CẦU

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hạt silic oxit hình cầu dùng làm chất bao cho các thiết bị bán dẫn,... và phương pháp sản xuất hạt silic oxit này. Cụ thể hơn sáng chế đề cập đến hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ và phương pháp sản xuất chất này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Ví dụ, silic (silic oxit) được dùng làm chất bao cho thiết bị bán dẫn. Vì silic oxit có độ tinh khiết cao cần cho các ứng dụng như vậy, đá silic oxit có độ tinh khiết cao được sử dụng làm nguyên liệu thô.

Các hạt bột silic oxit được sản xuất bằng cách nghiền đá silic oxit có dạng góc cạnh, và do đó có độ chảy thấp và đặc tính làm đầy thấp. Theo đó, như mô tả trong công bố đơn sáng chế không thẩm định Nhật Bản số 2009-221054 (tài liệu sáng chế 1), bột silic oxit đã nghiền được nấu chảy và tạo hình cầu bằng lửa để tạo ra các hạt silic oxit hình cầu.

Về cơ bản đá silic oxit có độ tinh khiết của silic oxit (SiO_2) cao và do đó có thể phù hợp cho các ứng dụng làm chất bao cho các thiết bị bán dẫn. Tuy nhiên, đá silic oxit chỉ được tạo ra ở một số khu vực nhất định, và do vậy là không có sẵn ở nhiều khu vực. Trước khi xử lý bằng lửa, cần nghiền đá silic oxit có đường kính (chiều dài tối đa) là 5 cm đến 6 cm trong, ví dụ, máy xay hình cầu và được nghiền thêm thành hạt mịn có kích thước hạt từ 3 đến 30 μm . Điều này cần lượng năng lượng nghiền lớn, và tăng kích thước thiết bị.

Ví dụ, patent Nhật Bản số 5213120 (tài liệu sáng chế 2) bộc lộ bột silic oxit được tạo ra bằng cách xử lý chất thải hữu cơ (nguyên liệu sinh khối) như vỏ trấu, rơm, cám gạo, hoặc gỗ bằng axit và sau đó làm nóng và đốt chất thải hữu cơ tổng hợp.

Chất thải hữu cơ này là có sẵn ở nhiều khu vực. Tuy nhiên, bột silic oxit có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ có độ tinh khiết silic oxit thấp hơn đá silic oxit và có hàm lượng Sắt (Fe), Kali (K), canxi (Ca), cacbon (C),... cao. Do vậy, bột silic oxit có

nguồn gốc từ chất thải hữu cơ không thích hợp làm chất bao cho các thiết bị bán dẫn đòi hỏi có đặc tính cách điện.

Danh mục đối chứng

Tài liệu sáng chế:

Tài liệu sáng chế 1: công bố đơn sáng chế không thẩm định Nhật Bản số 2009-221054;

Tài liệu sáng chế 2: patent Nhật Bản số 5213120.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Tác giả sáng chế nhìn vào thực tế rằng hạt bột silic oxit có độ tinh khiết tương đối cao có thể được tạo ra bằng cách xử lý chất thải hữu cơ như vỏ trấu ở điều kiện thích hợp, và thực tế là có thể giảm các thành phần kim loại không tinh khiết bằng cách xử lý bằng lửa nhiệt độ cao.

Mục đích của sáng chế là sản xuất các hạt silic oxit hình cầu có độ tinh khiết cao bằng cách sử dụng chất thải hữu cơ làm nguyên liệu.

Phương pháp sản xuất hạt silic oxit hình cầu theo sáng chế bao gồm các bước: chuẩn bị chất thải hữu cơ chứa silic oxit làm nguyên liệu; ngâm chất thải hữu cơ trong chất lỏng để tăng độ tinh khiết của silic oxit; đốt chất thải hữu cơ để tạo ra bột silic oxit; nghiền bột silic oxit thành các hạt silic oxit mịn; và nấu chảy và tạo hình cầu các hạt silic oxit mịn bằng lửa để tạo ra các hạt silic oxit hình cầu.

Tốt hơn, hạt bột silic oxit trước khi nghiền có kích thước hạt là 10 mm hoặc nhỏ hơn, và hạt silic oxit mịn sau khi nghiền có kích thước hạt là 15 μm hoặc nhỏ hơn.

Hạt silic oxit mịn trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là xốp vì chất thải hữu cơ được dùng làm nguyên liệu. Do vậy, hạt silic oxit mịn có diện tích bề mặt lớn và chứa nhiều lỗ rỗng. Theo đó, việc tăng kích thước hạt bằng xử lý nấu chảy/tạo hình cầu bị hạn chế so với trường hợp đá silic oxit được dùng làm vật liệu thô. Tốt hơn, hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu có kích thước hạt là 20 μm hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn, chất thải hữu cơ là bất kỳ chất thải hữu cơ nào chọn từ nhóm bao gồm vỏ trấu, rom, cám gạo, rom lúa mì, gỗ, gỗ mỏng, chất thải xây dựng, mùn cưa, vỏ, bã

mía, ngô, mía, khoai lang, đậu tương, lạc, sắn, bạch đàn, dương xỉ, dừa, tre, cao su và giấy đã sử dụng.

Trong một phương án ưu tiên, chất lỏng trong đó chất thải hữu cơ được ngâm là dung dịch axit. Một ví dụ của dung dịch axit là dung dịch axit xitric. Tốt hơn, dung dịch axit xitric có nồng độ axit xitric là 0,5% đến 10%.

Trong một phương án ưu tiên khác, chất lỏng trong đó chất thải hữu cơ được ngâm là nước có nhiệt độ thường 80°C.

Tốt hơn, chất thải hữu cơ được đốt trong khí quyển, và nhiệt độ đốt là 300°C đến 1100°C, bao gồm cả hai. Tốt hơn việc xử lý bằng lửa được thực hiện ở nhiệt độ từ 1750°C đến 2500°C.

Trong một phương án ưu tiên trong đó chất thải hữu cơ được dùng làm nguyên liệu, độ tinh khiết silic oxit của hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là cao hơn độ tinh khiết của hạt silic oxit mịn là 0,2% hoặc cao hơn.

Hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ theo sáng chế được tạo ra bằng cách tạo ra hạt silic oxit mịn sử dụng chất thải hữu cơ chứa silic oxit làm nguyên liệu, và nấu chảy và tạo hình cầu hạt silic oxit mịn bằng lửa.

Chất thải hữu cơ được dùng làm nguyên liệu chứa nhiều loại thành phần tạp chất như so với đá silic oxit,... Do vậy, hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ có thể được phân biệt rõ ràng với hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất bởi các thành phần chứa trong đó.

Cụ thể, tốt hơn hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa ít nhất SiO₂, MgO, K₂O, và CaO, và hàm lượng của các chất này theo khối lượng như sau:

SiO₂: 95,60% hoặc cao hơn;

MgO: 0,12 đến 0,16%;

K₂O: 0,02 đến 0,08%;

CaO: 0,50 đến 0,65%.

Tốt hơn, hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa thêm P₂O₅ và MnO, và hàm lượng của nó theo khối lượng như sau:

P_2O_5 : 0,08 đến 0,12%;

MnO : 0,03 đến 0,06%.

Tốt hơn, chất thải hữu cơ là bất kỳ chất thải hữu cơ nào chọn từ nhóm bao gồm: vỏ trấu, rơm, cám gạo, rơm lúa mì, gỗ, gỗ mỏng, chất thải xây dựng, mùn cưa, vỏ, bã mía, ngô, mía, khoai lang, đậu tương, lạc, sắn, bạch đàn, dương xỉ, dừa, tre, cao su và giấy đã sử dụng.

Ưu điểm của sáng chế

Trong sáng chế, hạt silic oxit hình cầu được tạo ra bằng cách dùng chất thải hữu cơ làm nguyên liệu. Do vậy, nguyên liệu thô của hạt silic oxit hình cầu là có sẵn ở nhiều nơi. Hơn nữa, lượng năng lượng cần để nghiền có thể được giảm đáng kể so với trường hợp tạo ra hạt silic oxit hình cầu bằng cách sử dụng đá silic oxit làm nguyên liệu.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ minh họa các bước của phương pháp sản xuất theo phương án ưu tiên của sáng chế;

Fig.2 minh họa hình vẽ hiển vi quang học của hạt silic oxit trước và sau xử lý nấu chảy/tạo hình cầu.

Mô tả chi tiết sáng chế

Fig.1 minh họa quy trình xử lý theo phương pháp sản xuất của sáng chế. Phương pháp theo sáng chế tạo ra các hạt silic oxit hình cầu làm sản phẩm cuối bằng cách sử dụng chất thải hữu cơ làm nguyên liệu. Chất thải hữu cơ làm nguyên liệu được ngâm trong chất lỏng để giảm tạp chất và tăng độ tinh khiết của silic oxit. Sau đó chất thải hữu cơ này được đốt tại nhiệt độ xác định trước để tạo ra bột silic oxit. Bột silic oxit được nghiền thành hạt silic oxit mịn, và hạt silic oxit mịn được nấu chảy và tạo hình cầu bằng lửa để tạo ra hạt silic oxit hình cầu. Mỗi bước sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

[Chuẩn bị chất thải hữu cơ]

Chất thải hữu cơ chứa silic oxit làm nguyên liệu cần được chuẩn bị. Cụ thể, chất thải hữu cơ chứa silic oxit là bất kỳ chất thải hữu cơ nào chọn từ nhóm bao gồm: vỏ

trấu, rơm, cám gạo, rơm lúa mì, gỗ, gỗ mỏng, chất thải xây dựng, mùn cưa, vỏ, bã mía, ngô, mía, khoai lang, đậu tương, lạc, sắn, bạch đàn, dương xỉ, dừa, tre, cao su và giấy đã sử dụng. Không giống với đá silic oxit, những nguyên liệu thô này là có sẵn ở nhiều khu vực. Tác giả sáng chế đã tiến hành các thí nghiệm theo sáng chế bằng cách sử dụng vỏ trấu vì vỏ trấu là có sẵn và dễ xử lý. Tuy nhiên, chức năng và hiệu quả tương tự có thể được kỳ vọng thậm chí nếu sử dụng các loại chất thải hữu cơ khác.

Kích thước (chiều dài tối đa) của vỏ trấu là khoảng nhỏ hơn 10mm, nhỏ hơn nhiều so với đá silic oxit có kích thước từ 5 đến 6 cm. Để tiến hành xử lý bằng lửa để nấu chảy và tạo hình cầu, cần tiến hành nghiền cho đến khi thu được hạt mịn có kích thước hạt khoảng 3 đến 15 μm . Cần một lượng lớn năng lượng để nghiền đá silic oxit thành kích thước hạt như thế này. Tuy nhiên, chất thải hữu cơ như vỏ trấu có thể được nghiền thành kích thước mong muốn với lượng năng lượng tương đối nhỏ. Về vấn đề này thì chất thải hữu cơ có ưu điểm hơn đá silic oxit.

Chất thải hữu cơ có thể được nghiền thành kích thước rất nhỏ trước khi ngâm trong chất lỏng.

[Ngâm trong chất lỏng]

Chất thải hữu cơ làm nguyên liệu được ngâm trong dung dịch axit hoặc nước ấm và khuấy để loại bỏ tạp chất ra khỏi nguyên liệu thô và tăng độ tinh khiết của silic oxit. Tốt hơn, axit là axit cacbonxylic có nhóm hydroxyl, và tốt hơn nữa là axit xitric.

Sau khi xử lý bằng axit này, chất thải hữu cơ được làm sạch bằng nước để xả và loại bỏ tạp chất kim loại chứa trong nguyên liệu thô như kali, canxi và nhôm ra khỏi hệ thống bằng phản ứng chelat và phản ứng khử nước. Sau khi xử lý bằng axit và xử lý làm sạch bằng nước, chất thải hữu cơ được sấy ở nhiệt độ thường hoặc bằng không khí ẩm.

Tốt hơn, nồng độ của axit xitric là 0,5% đến 10%. Nồng độ thấp hơn 0,5% không tạo ra hiệu quả chelat thích hợp, và nồng độ cao hơn 10% không nâng cao hiệu quả chelat nhưng tạo ra vấn đề kinh tế như lượng nước để xử lý làm sạch tăng. Để tăng cường hiệu quả loại bỏ tạp chất, tốt hơn nhiệt độ của dung dịch axit như axit xitric bằng hoặc cao hơn nhiệt độ thường và tốt hơn là 50°C đến 80°C.

Chất lỏng trong đó chất thải hữu cơ được ngâm có thể là nước ở nhiệt độ thường 80°C (nước ấm) thay vì axit. Hiệu quả của việc giảm tạp chất có thể được kỳ vọng thậm chí nếu sử dụng nước ấm.

[Đốt]

Để tăng độ tinh khiết của silic oxit, cần phải giảm hàm lượng các thành phần kim loại tạp chất trước khi giảm lượng cặn cacbon còn lại sau khi đốt. Nó cũng quan trọng để giảm lượng cặn cacbon bằng cách tiến hành đốt cháy hoàn toàn cacbonhydrat bằng phản ứng khử nước với nhóm hydroxyl và không khí thích hợp (oxi) cấp trong quy trình đốt. Tốt hơn, có thể mong muốn đốt chất thải hữu cơ ở nhiệt độ làm nóng là 300°C đến 1100°C hoặc bao gồm cả hai, trong khí quyển sau khi ngâm trong chất lỏng. Nhiệt độ làm nóng thấp hơn 300°C tăng cặn cacbon do đốt không đủ cacbonhydrat và vì vậy giảm độ tinh khiết của silic oxit. Nhiệt độ làm nóng cao hơn 1100°C tạo ra critobalit hoặc silic oxit kết tinh.

Theo kết quả của phân tích nhiệt sai trong trường hợp sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu thô, đỉnh tạo nhiệt được quan sát trong hai giai đoạn 300 đến 400°C và 400 đến 480°C. Điều này tương ứng với lượng nhiệt được tạo ra khi cacbonhydrat (hai loại cacbonhydrat là pentoza và hexoza) khi đốt cháy vỏ trấu. Nếu cacbonhydrat được phân hủy hoàn toàn bằng nhiệt trong hai quy trình tạo nhiệt, lượng cặn cacbon có thể giảm và độ tinh khiết của silic oxit có thể được tăng. Do vậy, tốt hơn là bước làm nóng chất thải hữu cơ như vỏ trấu trong khí quyển bao gồm bước làm nóng sơ cấp bằng cách đốt cháy nguyên liệu thô với nguồn cấp oxy đầy đủ từ 300 đến 500°C tại đó xuất hiện hai đỉnh tạo nhiệt, và bước làm nóng thứ cấp tiếp theo làm nóng nguyên liệu thô tại 600 đến 1100°C trong khí quyển. Cacbonhydrat có thể được đốt cháy hoàn toàn bằng việc làm nóng hai giai đoạn.

[Nghiền]

Để tạo ra các hạt silic oxit mịn làm sản phẩm cuối, bột silic oxit tạo ra bằng cách đốt cháy cần được nghiền mịn hơn thành các hạt silic oxit trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu.

Kích thước hạt (chiều dài tối đa) của các hạt bột silic oxit tạo ra bằng cách đốt chất thải hữu cơ như vỏ trấu tương ứng với kích thước của các hạt nguyên liệu thô và

thông thường là 10mm hoặc nhỏ hơn. Hạt của bột có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ là xốp. Để so sánh, đá silic oxit có kích thước là 5 đến 6 cm và không xốp. Vì các hạt bột silic oxit có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ có kích thước hạt là 10 mm hoặc nhỏ hơn và xốp, lượng năng lượng cần để nghiền các hạt bột silic oxit thành hạt silic oxit mịn có kích thước hạt là 15 μm hoặc nhỏ hơn là nhỏ hơn đáng kể lượng năng lượng cần để nghiền đá silic oxit.

[Nấu chảy và tạo hình cầu]

Tốt hơn các thiết bị để nấu chảy và tạo hình cầu bao gồm thiết bị cấp bột, mỏ đốt, khu vực nấu chảy, khu vực làm mát, thiết bị thu bột và quạt hút. Các hạt silic oxit mịn tạo ra bằng bước nghiền và có kích thước hạt 15 μm hoặc nhỏ hơn được đặt vào mỏ đốt, được tạo hình cầu bằng lửa nhiệt độ cao của khu vực nấu chảy, được làm mát cùng với khí thải đốt trong khu vực làm mát và được thu bằng thiết bị thu bột. Hạt silic oxit mịn đặt trong lửa nhiệt độ cao đạt nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy của chúng và được tạo hình cầu do sức căng bề mặt của chính nó trong quy trình nấu chảy và tạo hình cầu. Tốt hơn nhiệt độ xử lý bằng lửa là 1750°C đến 2500°C.

Thông thường, kích thước hạt trung bình của các hạt silic oxit hình cầu tạo ra bằng xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là lớn hơn kích thước hạt silic oxit mịn trước khi đặt vào mỏ đốt. Bởi vậy, lý do tại sao kích thước hạt trung bình tăng là nhiều hạt silic oxit mịn được tạo hình cầu ở trạng thái kết tụ do sự tĩnh điện và sức hút giữa các phân tử. Cần lưu ý rằng trong trường hợp nấu chảy và tạo hình cầu hạt silic oxit mịn có nguồn gốc hữu cơ, mức tăng kích thước hạt bị chặn so với trường hợp các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ khoáng chất. Lý do cho điều này vẫn chưa được tìm ra chính xác. Tuy nhiên, lý do có thể là vì các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ là xốp, tác dụng của sức căng bề mặt là đáng kể do diện tích bề mặt của chúng lớn, các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa các lỗ rỗng.

Nếu một mức tăng kích thước hạt trung bình của hạt trong xử lý tạo hình cầu có thể bị được chặn, silic oxit làm nguyên liệu thô (silic oxit nghiền) có thể được nghiền thành kích thước gần bằng kích thước của sản phẩm đã tạo hình cầu. Điều này giúp loại bỏ nhu cầu nghiền mịn các hạt để cho phép tăng kích thước hạt trung bình, có thể giảm chi phí nghiền. Do đó, việc sử dụng chất thải hữu cơ làm nguyên liệu là điều quan trọng. Tốt hơn, kích thước hạt trung bình của các hạt silic oxit hình cầu sau khi

xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là 20 μm hoặc nhỏ hơn. Trong trường hợp sử dụng các hạt silic oxit có nguồn gốc từ khoáng chất, kích thước hạt trung bình của hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là lớn hơn 20 μm .

Đá silic oxit có độ tinh khiết silic oxit cao và có hàm lượng tạp chất thấp. Theo đó, độ tinh khiết của silic oxit vẫn gần như không thay đổi thậm chí nếu các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ khoáng chất được nấu chảy và tạo hình cầu. Tuy nhiên, vì các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa nhiều loại tạp chất, lượng tạp chất giảm trong quy trình xử lý nấu chảy/tạo hình cầu. Kết quả là, độ tinh khiết của silic oxit của các hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là cao hơn độ tinh khiết của các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ trước khi xử lý. Trong các thí nghiệm được tiến hành bởi tác giả sáng chế, độ tinh khiết silic oxit của hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu tăng 0,2% hoặc cao hơn so với độ tinh khiết của các hạt silic oxit mịn.

Các ví dụ thực hiện sáng chế

[Ví dụ 1]

Vỏ trấu từ quận Shiga được dùng làm nguyên liệu, và so sánh thành phần của sản phẩm đã đốt không được làm sạch được đốt mà không ngâm trong dung dịch (mẫu số 1), các thành phần của sản phẩm đã đốt xử lý bằng nước ấm được đốt sau khi ngâm trong nước ấm (mẫu số 2 đến 6) và các thành phần của sản phẩm đã đốt xử lý bằng axit xitric được đốt sau khi ngâm trong dung dịch axit xitric (mẫu số 7 và 8).

Nhiệt độ của nước ấm là nhiệt độ thường (mẫu số 2), 40°C (mẫu số 3), 50°C (mẫu số 4), 60°C (mẫu số 5) và 80°C (mẫu số 6).

Nhiệt độ của dung dịch axit xitric là 50°C và nồng độ của nó là 1% (mẫu số 7) và 0,5% (mẫu số 8).

[Bảng 1]

Thành phần	Sản phẩm đốt không làm sạch	Sản phẩm đốt đã làm sạch bằng nước ấm					Sản phẩm đốt đã làm sạch bằng dung dịch axit xitric	
		Nhiệt độ thường	40°C	50°C	60°C	80°C	1% 50°C	0.5% 50°C

	Số 1	Số 2	Số 3	Số 4	Số 5	Số 6	Số 7	Số 8
SiO ₂	94,28	96,26	96,44	96,63	96,85	96,97	98,72	98,60
Na ₂ O	0,00	0,29	0,34	0,28	0,35	0,36	0,00	0,00
MgO	0,38	0,33	0,38	0,34	0,35	0,36	0,11	0,15
P ₂ O ₅	0,49	0,19	0,20	0,14	0,15	0,13	0,18	0,19
SO ₃	0,16	0,13	0,13	0,00	0,04	0,04	0,13	0,14
K ₂ O	2,99	1,55	1,32	1,33	1,09	1,04	0,05	0,05
CaO	0,52	0,86	0,92	0,80	0,88	0,85	0,61	0,60
Cr ₂ O ₃	0,12	0,02	0,02	0,00	0,02	0,01	0,00	0,07
MnO	0,14	0,14	0,14	0,14	0,13	0,12	0,04	0,03
Fe ₂ O ₃	0,12	0,04	0,04	0,00	0,04	0,04	0,07	0,07
C	0,80	0,20	0,07	0,34	0,09	0,08	0,09	0,10
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đốt không làm sạch ở mẫu số 1 là 94,28%, trong khi độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đốt đã xử lý bằng nước ấm (mẫu số 2 đến 6) là 96,26 đến 96,97%, độ tinh khiết này là cao hơn độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đốt không làm sạch ở mẫu số 1. Kết quả cho thấy nhiệt độ nước càng cao hơn, hiệu quả loại bỏ tạp chất càng đáng kể.

Độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đốt đã xử lý bằng axit xitric ở mẫu số 7 và 8 là 98,60 đến 98,72%. Điều này cho thấy hiệu quả loại bỏ tạp chất là đáng kể hơn trong trường hợp làm sạch bằng dung dịch axit xitric so với trường hợp làm sạch bằng nước ấm. Kết quả cho thấy việc tăng nồng độ axit tăng từ 0,5% đến 1,0% tạo điều kiện thuận lợi để loại bỏ tạp chất và vì vậy tăng độ tinh khiết của silic oxit.

[Ví dụ 2]

Các thành phần thay đổi như thế nào sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu được kiểm tra. Kết quả được minh họa ở bảng 2.

[Bảng 2]

Thành phần	dung dịch axit xitric 0,5% (50°C)- Sản phẩm đốt đã làm sạch	Có nguồn gốc từ khoáng chất
------------	--	-----------------------------

	Sản phẩm đã nghiền	Sau khi tạo hình cầu 5kg/h	Sau khi tạo hình cầu 15kg/h	Sản phẩm đã nghiền	Sau khi tạo hình cầu 5kg/h	Sau khi tạo hình cầu 15kg/h
	Số 11	Số 12	Số 13	Số 14	Số 15	Số 16
SiO ₂	98,71	98,91	98,93	99,91	99,90	99,90
Na ₂ O	0,06	0,05	0,05	0,04	0,04	0,04
MgO	0,15	0,15	0,15	0,00	0,00	0,00
P ₂ O ₅	0,20	0,11	0,11	0,04	0,03	0,04
SO ₃	0,05	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
K ₂ O	0,07	0,04	0,06	0,00	0,00	0,00
CaO	0,58	0,63	0,57	0,00	0,00	0,00
Cr ₂ O ₃	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
MnO	0,05	0,04	0,05	0,01	0,01	0,01
Fe ₂ O ₃	0,05	0,05	0,05	0,00	0,00	0,00
C	0,07	0,02	0,03	0	0,01	0,01
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Mẫu số 11 là sản phẩm nghiền được đốt sau khi xử lý bằng axit xitric và nghiền đến kích thước hạt trung bình là 10 µm. Mẫu số 12 là sản phẩm đã tạo hình cầu được tạo ra bằng cách nấu chảy và tạo hình cầu sản phẩm đốt đã nghiền của mẫu số 11 ở tốc độ 5kg/h. Mẫu số 13 là sản phẩm đã tạo hình cầu tạo ra bằng cách nấu chảy và tạo hình cầu sản phẩm đốt đã nghiền của Mẫu số 11 ở tốc độ 15kg/h.

Mẫu số 14 là sản phẩm đã nghiền tạo ra bằng cách nghiền đá silic oxit từ Trung Quốc thành kích thước hạt trung bình là 14µm. Mẫu số 15 là sản phẩm đã tạo hình cầu tạo ra bằng cách nấu chảy và tạo hình cầu sản phẩm đã nghiền của Mẫu số 14 ở tốc độ 5kg/h. Mẫu số 16 là sản phẩm đã tạo hình cầu tạo ra bằng cách nấu chảy và tạo hình cầu sản phẩm đã nghiền của mẫu số 14 ở tốc độ 15kg/h.

Việc xử lý nấu chảy/tạo hình cầu được tiến hành ở các điều kiện sau:

nhiệt độ lò đốt: 1300°C;

nhiệt độ lửa: 2000°C hoặc cao hơn;

công suất đốt: 135000 kcal/h;

tỷ lệ oxy: 1,05.

Trong trường hợp sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu, độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đã nghiền là 98,71%, trong khi đó độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đã tạo hình cầu sau khi xử lý tạo hình cầu là 98,91 đến 98,93%, độ tinh khiết này tăng so với độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đã nghiền. Tốc độ tăng là 0,2% hoặc cao hơn.

Trong trường hợp sử dụng đá silic oxit (khoáng chất) làm nguyên liệu, độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đã nghiền là 99,91%, trong khi đó độ tinh khiết silic oxit của sản phẩm đã tạo hình cầu sau khi xử lý tạo hình cầu là 99,90%. Vì vậy độ tinh khiết không đổi khi quan sát.

So sánh về hàm lượng cacbon sau khi xử lý tạo hình cầu giữa trường hợp sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu và trường hợp sử dụng đá silic oxit (khoáng chất) làm nguyên liệu cho thấy rằng hàm lượng cacbon của sản phẩm đã tạo hình cầu có nguồn gốc khoáng chất là 0,01%, trong khi đó hàm lượng cacbon của sản phẩm đã tạo hình cầu có nguồn gốc từ vỏ trấu là 0,02 đến 0,03%. Cụ thể là hàm lượng cacbon của sản phẩm đã tạo hình cầu có nguồn gốc từ vỏ trấu là cao hơn hàm lượng cacbon của sản phẩm đã tạo hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất.

[Ví dụ 3]

Độ cầu (độ tròn) và kích thước hạt trung bình được đo cho các hạt silic oxit hình cầu tạo ra bằng cách sử dụng đá silic oxit (khoáng chất) làm nguyên liệu và các hạt silic oxit hình cầu tạo ra bằng cách sử dụng vỏ trấu (chất thải hữu cơ) làm nguyên liệu.

Độ cầu trung bình (độ tròn) của bột được đo bằng phương pháp phân tích hình ảnh động với thiết bị đo độ tròn (PITA-2) sản xuất bởi Seishin Enterprise Co., Ltd. Cụ thể, diện tích được chiếu và chu vi của các hạt được đo từ các hình ảnh SEM, và độ cầu (độ tròn) được đo bằng công thức sau:

$$\text{Độ cầu (độ tròn)} = 4\pi \times (\text{diện tích được chiếu}) \div (\text{chu vi})^2$$

Giá trị được tính bởi công thức trên càng gần bằng 1 thì các hạt càng gần giống hình cầu.

Việc xử lý nấu chảy/tạo hình cầu được tiến hành dưới điều kiện sau:

Nhiệt độ lò đốt: 1300°C;

Nhiệt độ lửa: 2000°C hoặc cao hơn;

Công suất đốt: 135000 kcal/h;

Tỉ lệ oxy: 1,05.

Kích thước hạt trung bình của các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc khoáng chất trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là 14,2 μm và kích thước hạt trung bình của các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ vỏ trấu trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là 10,3 μm .

Bảng 3. Minh họa kết quả đo kích thước hạt trung bình và độ cầu.

Tốc độ	Danh mục đo	Silic oxit có nguồn gốc từ đá		Silic oxit có nguồn gốc từ vỏ trấu	
		Đo lần thứ nhất	Đo lần thứ hai	Đo lần thứ nhất	Đo lần thứ hai
5kg/h	độ cầu trung bình có trọng lượng	0,926	0,927	0,936	0,935
	đường kính hạt trung bình (d50)[μm]	20,97	20,75	10,98	10,88
10kg/h	độ cầu trung bình có trọng lượng	0,916	0,918	0,925	0,921
	đường kính hạt trung bình(d50)[μm]	23,17	23,36	13,75	13,71
15kg/h	độ cầu trung bình có trọng lượng	0,907	0,904	0,914	0,914
	đường kính hạt trung bình(d50)[μm]	27,74	27,55	16,48	14,68

Fig.2 minh họa ảnh hiển vi quang học của các hạt silic oxit trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu, các hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ vỏ trấu trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu, các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu, các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ vỏ trấu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu.

lý nấu chảy/tạo hình cầu. Các ảnh hiển vi quang học được chụp để xử lý nấu chảy/tạo hình cầu thực hiện ở tốc độ 5 kg/h, 10kg/h; và 15kg/h.

Kính hiển vi quang học được sử dụng là DM LM sản xuất bởi Leica Microsystems.

Kết quả của Bảng 3 minh họa dưới đây:

a) độ cầu của các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ vỏ trấu là cao hơn độ cầu của các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất (đá silic oxit);

b) kích thước hạt trung bình của các hạt tăng nhờ xử lý nấu chảy/tạo hình cầu, nhưng tốc độ tăng là cao hơn ở các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất (đá silic oxit). Cụ thể, ví dụ, trong trường hợp nấu chảy và tạo hình cầu các hạt với 5 kg/h; tốc độ tăng là khoảng 147% ở các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất (đá silic oxit) và khoảng 106% ở các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ vỏ trấu. Theo đó, tốt hơn nữa là sử dụng vỏ trấu làm nguyên liệu để tạo ra các hạt silic oxit hình cầu với tốc độ tăng chậm;

c) kích thước hạt trung bình của các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất (đá silic oxit) là lớn hơn 20 μm , trong khi đó kích thước hạt trung bình của các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc hoàn toàn từ vỏ trấu là 20 μm hoặc thấp hơn (cụ thể là 15 μm hoặc thấp hơn).

Các ảnh hiển vi quang học ở Fig.2 cũng cho thấy rằng kích thước của các hạt silic oxit hình cầu có nguồn vỏ trấu từ gạo là nhỏ hơn kích thước của các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất (đá silic oxit).

Trong bảng 1 và 2, SiO_2 , Na_2O , MgO , P_2O_5 , SO_3 , K_2O , CaO , Cr_2O_3 , MnO , Fe_2O_3 và C được liệt kê làm thành phần của các hạt silic oxit, và hàm lượng thực tế của mỗi thành phần được hiệu chỉnh sao cho tổng hàm lượng của những thành phần này bằng 100%. Thực tế, các hạt silic oxit chứa tạp chất phụ khác các thành phần đã liệt kê. Theo đó, trong trường hợp tổng hàm lượng của tất cả thành phần và tạp chất phụ trong các hạt silic oxit bằng 100%, hàm lượng thực tế của mỗi thành phần là thấp hơn một chút so với minh họa ở bảng 1 và 2.

Bảng 4 dưới đây minh họa hàm lượng thực tế của mỗi thành phần trong các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ tạo ra bởi các hạt silic oxit mịn có

nguồn gốc từ chất thải hữu cơ (vỏ trấu) với dung dịch axit xitric 0,5% (50°C), đốt hạt silic oxit mịn có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ đã làm sạch, và tạo hình cầu sản phẩm đã đốt thu được bằng lửa.

[Bảng 4]

Thành phần	Dung dịch axit xitric 0,5% (50°C) - sản phẩm đốt đã làm sạch sau khi xử lý tạo hình cầu					
	Số 12	Số 13	Số 17	Số 18	Số 19	Số 20
SiO ₂	97,61	98,04	96,00	95,80	96,30	96,50
Na ₂ O	0,05	0,05	0,03	0,03	0,03	0,03
MgO	0,15	0,15	0,13	0,13	0,13	0,13
P ₂ O ₅	0,11	0,11	0,09	0,11	0,11	0,11
SO ₃	0,00	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01
K ₂ O	0,04	0,06	0,04	0,03	0,04	0,05
CaO	0,62	0,56	0,55	0,56	0,62	0,62
Cr ₂ O ₃	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
MnO	0,04	0,05	0,04	0,04	0,04	0,04
Fe ₂ O ₃	0,05	0,05	0,00	0,00	0,00	0,10
C	0,02	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02
Tạp chất phụ	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng	Cân bằng
Tổng	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Các mẫu số 12 và 13 ở bảng 4 là giống với mẫu số 12 và 13 ở bảng 2 ngoại trừ việc liệu tổng hàm lượng chứa tạp chất phụ hay không. Tốc độ xử lý tạo hình cầu cho các mẫu số 17, 18, 19 và 20 lần lượt là 7,5 kg/h, 7,5 kg/h, 7,5 kg/h, và 5 kg/h.

Chất thải hữu cơ (ví dụ vỏ trấu) được sử dụng làm nguyên liệu chứa nhiều loại thành phần tạp chất so với đá silic oxit,.... Bởi vậy, hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ có thể được phân biệt rõ ràng với hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất bằng các thành phần chứa trong đó.

Cụ thể, các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa lượng lớn MgO , P_2O_5 , K_2O , CaO , và MnO so với các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất.

Hàm lượng của mỗi thành phần trong các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ như sau dựa vào giá trị số lượng minh họa ở Bảng 4:

SiO_2 : 95,80% hoặc cao hơn;

MgO : 0,13 đến 0,15%;

P_2O_5 : 0,09 đến 0,11%;

K_2O : 0,03 đến 0,06%;

CaO : 0,55 đến 0,62%;

MnO : 0,04 đến 0,05%.

Xem xét đến các sai số đo lường, các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ có thể được phân biệt với các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất chứa ít nhất SiO_2 , MgO , K_2O , và CaO , và hàm lượng mỗi thành phần theo khối lượng dưới đây:

SiO_2 : 95,60% hoặc cao hơn;

MgO : 0,12 đến 0,16%;

K_2O : 0,02 đến 0,08%;

CaO : 0,50 đến 0,65%.

Nếu các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa thêm P_2O_5 và MnO , hàm lượng của mỗi thành phần theo khối lượng là như sau có xem xét đến các sai số đo lường ...:

P_2O_5 : 0,08 đến 0,12%;

MnO : 0,03 đến 0,06%.

Để so sánh, hàm lượng của mỗi thành phần trong các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ khoáng chất là như sau:

SiO_2 : 99,90% hoặc cao hơn;

MgO : 0 to 0,01%;

P_2O_5 : 0,03 đến 0,04%;

K_2O : 0%;

CaO : 0 đến 0,04%;

MnO : 0,01%.

Mặc dù sáng chế được mô tả ở trên dựa trên phương án ưu tiên, sáng chế không bị giới hạn ở phương án ưu tiên đã minh họa. Các sửa đổi và thay đổi khác nhau có thể được thực hiện với phương án ưu tiên đã minh họa trong phạm vi tương tự hoặc tương đương của sáng chế được mô tả trong các yêu cầu bảo hộ.

Khả năng ứng dụng công nghiệp

Sáng chế có thể được sử dụng làm hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ và phương pháp sản xuất các hạt này.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp sản xuất hạt silic oxit hình cầu bao gồm các bước:

chuẩn bị chất thải hữu cơ chứa silic oxit làm nguyên liệu;

ngâm chất thải hữu cơ trong chất lỏng để tăng độ tinh khiết của silic oxit;

đốt chất thải hữu cơ để tạo ra bột silic oxit;

nghiền bột silic oxit thành các hạt silic oxit mịn; và

nấu chảy và tạo hình cầu hạt silic oxit mịn bằng lửa để tạo ra các hạt silic oxit hình cầu.

2. Phương pháp sản xuất theo điểm 1, trong đó:

các hạt bột silic oxit trước khi nghiền có kích thước hạt là 10mm hoặc nhỏ hơn, và

các hạt silic oxit mịn sau khi nghiền có kích thước hạt là 15 μ m hoặc nhỏ hơn.

3. Phương pháp sản xuất theo điểm 1 hoặc 2, trong đó:

các hạt silic oxit mịn trước khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là xốp.

4. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó:

các hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu có kích thước hạt trung bình là 20 μ m hoặc nhỏ hơn.

5. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó:

chất thải hữu cơ là bất kỳ chất thải hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm: vỏ trấu, rơm, cám gạo, rơm lúa mì, gỗ, gỗ mỏng, chất thải xây dựng, mùn cưa, vỏ, bã mía, ngô, mía, khoai lang, đậu tương, lạc, sắn, bạch đàn, dương xỉ, dừa, tre, cao su và giấy đã sử dụng.

6. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó:

chất lỏng trong đó chất thải hữu cơ được ngâm là dung dịch axit.

7. Phương pháp sản xuất theo điểm 6, trong đó:

dung dịch axit là dung dịch axit xitric.

8. Phương pháp sản xuất theo điểm 7, trong đó:

dung dịch axit xitric có nồng độ axit xitric là 0,5% đến 10%.

9. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó:

chất lỏng trong đó chất thải hữu cơ được ngâm là nước ở nhiệt độ thường đến 80°C.

10. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó:

chất thải hữu cơ được đốt trong khí quyển, và nhiệt độ đốt nằm trong khoảng từ 300°C đến 1100°C.

11. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó:

việc xử lý bằng lửa được thực hiện ở nhiệt độ từ 1750°C đến 2500°C.

12. Phương pháp sản xuất theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 11, trong đó:

độ tinh khiết silic oxit của các hạt silic oxit hình cầu sau khi xử lý nấu chảy/tạo hình cầu là cao hơn độ tinh khiết của các hạt silic oxit mịn là 0,2% hoặc cao hơn.

13. Hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ được tạo ra bằng cách tạo ra các hạt silic oxit mịn nhờ sử dụng chất thải hữu cơ chứa silic oxit làm nguyên liệu, và nấu chảy và tạo hình cầu các hạt silic oxit mịn bằng lửa.

14. Hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ theo điểm 13, trong đó các hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ có chứa ít nhất SiO₂, MgO, K₂O, và CaO, và hàm lượng của chúng theo khối lượng là như sau:

SiO₂: 95,60% hoặc cao hơn;

MgO: 0,12 đến 0,16%;

K₂O: 0,02 đến 0,08%;

CaO: 0,50 đến 0,65%.

15. Hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ theo điểm 13 hoặc 14, trong đó:

hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ chứa thêm P₂O₅ và MnO, và hàm lượng của chúng theo khối lượng là như sau:

P_2O_5 : 0,08 đến 0,12%;

MnO : 0,03 đến 0,06%.

16. Hạt silic oxit hình cầu có nguồn gốc từ chất thải hữu cơ theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 13 đến 15, trong đó:

chất thải hữu cơ là bất kỳ chất thải hữu cơ được chọn từ nhóm bao gồm: vỏ trấu, rơm, cám gạo, rơm lúa mì, gỗ, gỗ mỏng, chất thải xây dựng, mùn cưa, vỏ cây, bã mía, ngô, cây mía, khoai lang, đậu tương, lạc, sắn, bạch đàn, dương xỉ, dứa, tre, cao su và giấy đã sử dụng.

FIG. 1

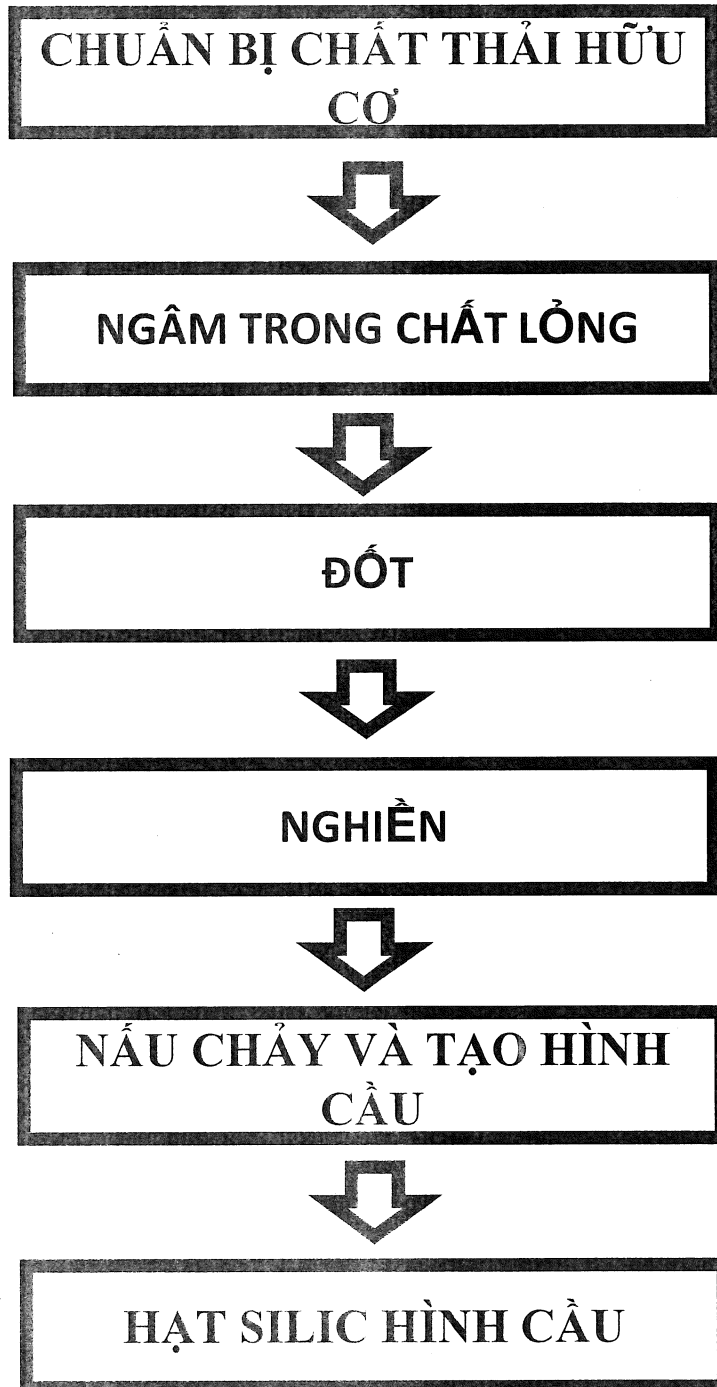
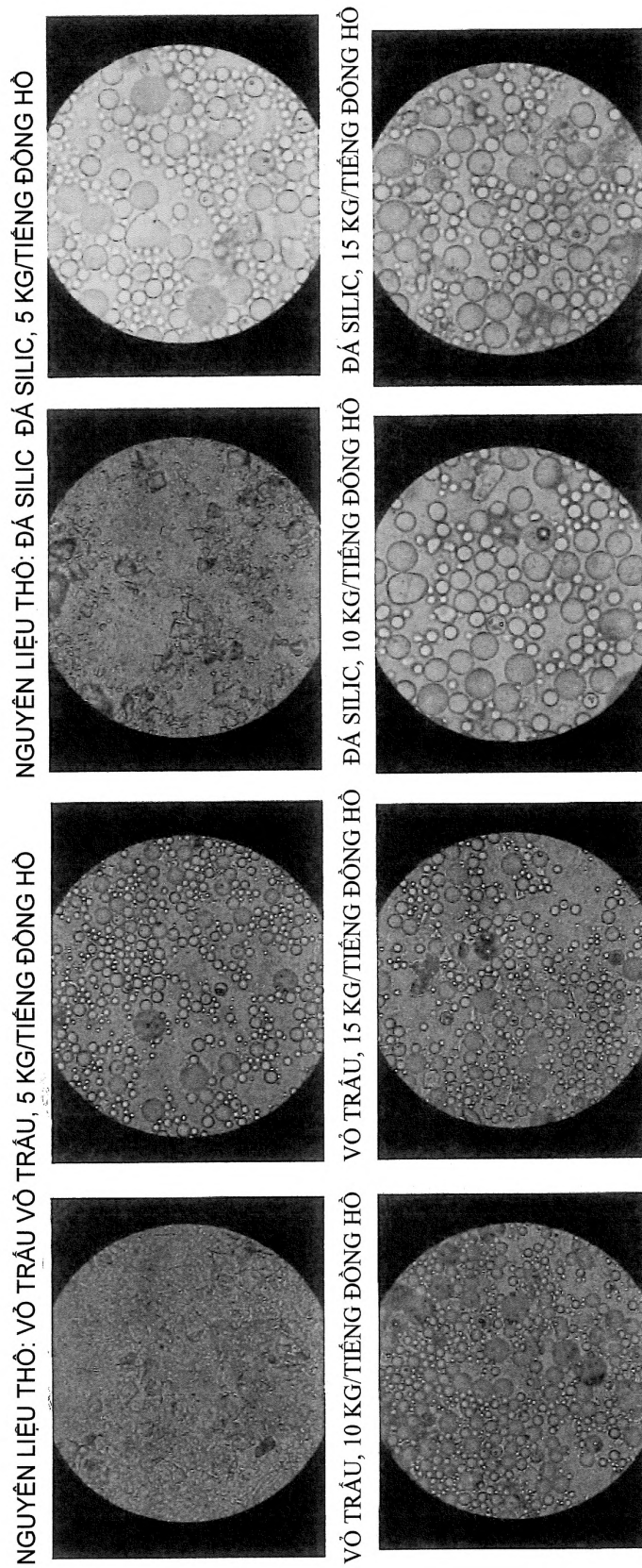


FIG.2

VỎ TRÁU HÌNH CẦU CÓ NGUỒN GỐC TỪ SILIC VÀ ĐÁ SILIC CÓ NGUỒN GỐC TỪ SILIC



TỶ LỆ (PHÂN CHIA = 10 μm)

