

TỔNG HỢP CANXI CACBONAT KÍCH THƯỚC NANO MÉT BẰNG PHẢN ỨNG KẾT TỦA TRONG MÔI TRƯỜNG TRỌNG LỰC CAO

Hoàng Văn Đức, Lê Bá Thuận, Hoàng Nhuận, Trần Ngọc Hà, Nguyễn Thị Thục Phương,
Nguyễn Thị Thanh Thủy, Nguyễn Minh Thư

Viện Công nghệ Xạ hiếm, Viện Năng lượng Nguyên tử Việt Nam

Email: hoangvandung11@gmail.com

Abstract: In the recent years, nanosized materials have attracted much attention of many scientists and producers because of tremendous potential and applications in many industries, such as: electronics, optical, chemicals, environment and so on. Precipitated calcium carbonate nanoparticles (PCC) has been widely used as fillers for papermaking, plastics, coatings and agriculture. In this work, we research and develop a novel method (High gravity reactive precipitation - HGRP) to prepare nanomaterials through synthetic experiment of nano- CaCO_3 with average size about 70 nm, using gas-liquid-solid reaction system. This paper also describes principles of the method and experimental conditions.

Từ khóa: nano-PCC, Công nghệ kết tủa trọng trường cao, canxi cacbonat

I. Tổng quan

Nguyên lý cơ bản của phương pháp kết tủa trọng trường cao là các chất tham gia phản ứng tiếp xúc với nhau trong khoảng thời gian rất ngắn cỡ micro giây nhờ tốc độ khuấy trộn vi mô mãnh liệt, phản ứng kết tủa xảy ra trong môi trường trọng lực cao. Chất lỏng khi vào bộ quay RPB được chia tách ra thành các màng lỏng với độ dày cỡ micro mét thậm chí là nano mét trên bề mặt cánh của bộ quay và phản ứng xảy ra tại đây [6].

Một dung dịch có nồng độ quá bão hòa cao, độ phân bố nồng độ đồng đều trong thiết bị và thời gian phát triển tinh thể là như nhau cho toàn bộ các tinh thể là điều kiện cần thiết cho việc tổng hợp bột nano có độ phân bố kích thước hạt hẹp.

Nếu ta gọi t_n là thời gian từ lúc tạo được các mầm tinh thể đồng đều đầu tiên cho tới lúc tốc độ tạo mầm ổn định thì theo Dirksen và Ring [2] t_n được tính theo công thức (1.1):

$$t_n = 6d^2n^*/(D\ln S) \quad (1.1)$$

Trong đó: d là đường kính của phân tử, n^* là số lượng ion trong một mầm tinh thể, D là hệ số khuếch tán, S là tỉ lệ giữa nồng độ quá bão hòa chia cho nồng độ bão hòa của dung dịch. Trong dung dịch nước t_n có giá trị nhỏ hơn 1ms.

Theo tài liệu [2, 3, 4] thì micromixing (khuấy trộn quy mô phân tử) và macromixing (khuấy trộn toàn diện, quy mô thùng khuấy) có ảnh hưởng rất lớn đến độ phân bố kích thước hạt trong phản ứng giữa BaCl_2 và Na_2SO_4 . Trong quy mô thùng phản ứng thì macromixing có thể tạo ra được sự phân bố nồng độ đồng đều của các chất phản ứng còn với quy mô phân tử thì độ phân bố nồng độ đồng đều trong thiết bị chỉ có thể đạt được bởi micromixing, cả micromixing và macromixing xảy ra đồng thời trong thùng phản ứng. Micromixing là nhân tố quyết định mức độ quá bão hòa của chất tan và sự phân bố nồng độ đồng đều trong vùng phản ứng của thiết bị ở quy mô phân tử.

Từ những quan điểm của kỹ thuật phản ứng hóa học trên thì tốc độ phản ứng và tốc độ tạo mầm của phản ứng hóa học chỉ bị ảnh hưởng bởi nội động học mà không bị ảnh hưởng bởi micromixing trong vùng $t_m < t_n$. Khi $t_m > t_n$ thì tốc độ phản ứng và tốc độ tạo mầm sẽ chịu ảnh hưởng của micromixing. Ở đây t_m là thời gian đặc trưng của micromixing từ lúc bắt đầu khuấy trộn cho tới lúc trạng thái khuấy trộn là cực đại ở mức độ phân tử.

Do tốc độ tạo mầm trong vùng phản ứng của thiết bị rất không đồng đều. Vì vậy, chúng ta nên tạo ra được sự khuấy trộn micromixing mãnh liệt để đạt được $t_m < t_n$. Trong

vùng $t_m < t_n$ thì tốc độ tạo mầm tại các điểm khác nhau trong thiết bị gần như bằng nhau và do đó kích thước của sản phẩm đồng đều hơn hay độ phân bố kích thước hạt là hẹp hơn.

Thời gian t_m được tính theo phương trình (1.2) [2]: $t_m = k_m(\alpha/\beta)^{1/2}$ (1.2)

Trong đó: K_m là hằng số có giá trị 16, β là tốc độ tiêu hao năng lượng, α là độ nhớt động học, Ví dụ trong thiết bị phản ứng thông thường đối với dung dịch nước thì $\beta = 0,1-10$ w/kg, $\alpha = 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ trong trường hợp này thì $t_m = 5-50$ ms lớn hơn rất nhiều lần $t_n = 1$ ms điều này nói lên rằng sự phân bố kích thước hạt khó kiểm soát. Micromixing ít ảnh hưởng tới tốc độ phát triển tinh thể chỉ có macromixing có ảnh hưởng lớn tới tốc độ phát triển tinh thể vì vậy tinh thể sẽ đồng đều nếu chúng ta tạo được một môi trường macromixing tốt trong vùng phát triển tinh thể.

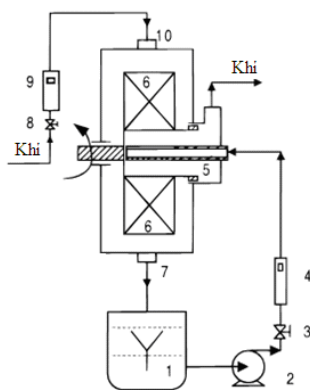
Dựa vào những phân tích ở trên để tạo ra được một thiết bị tổng hợp bột nano có độ phân bố kích thước hẹp và có thể điều khiển được hình thái của hạt cần các điều kiện cơ bản sau: a) vùng phản ứng và vùng tạo mầm tách biệt với vùng phát triển tinh thể; b) vùng tạo mầm giàu macromixing; c) lưu lượng vào vùng phản ứng và tạo mầm là dòng chảy cả khối (bao gồm cả lỏng và rắn), từ đó ta thấy một thiết bị phản ứng tối ưu là có được một vùng giàu micromixing và một vùng phát triển tinh thể giàu macromixing với dòng chảy cả khối.

Trong RPB tốc độ chuyển khối và tốc độ micromixing lớn hơn nhiều so với các thiết bị thông thường do đó sẽ tạo ra được một nồng độ quá bão hòa cao của sản phẩm trong phản ứng kết tủa, bộ quay RPB là sự kết hợp giữa khuấy trộn động và khuấy trộn tĩnh. Giá trị t_m trong RPB khoảng 10-100 μs nhỏ hơn rất nhiều giá trị $t_n = 1$ ms điều này thỏa mãn yêu cầu $t_m < t_n$ do đó độ phân bố kích thước hạt và hình thái học của hạt có thể điều khiển được. Theo những phân tích ở trên thì thiết bị phản ứng trọng trường cao là lý tưởng để tổng hợp khối lượng lớn bột nano có độ phân bố kích thước hạt hẹp.

II. Thực Nghiệm

1. Hóa chất: khí CO_2 mua tại công ty TNHH TM khí công nghiệp, đá vôi sử dụng làm nguyên liệu đầu là đá vôi Yên Bái và các hóa chất phân tích khác...

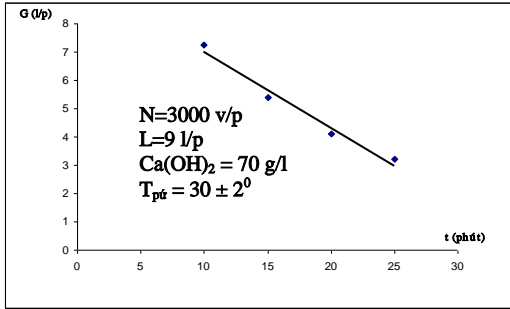
2. Các thông số của hệ thiết bị kết tủa trọng trường cao: vùng phản ứng có thể tích 9600 cm^3 , vùng tạo mầm và phát triển tinh thể có thể tích 20 lít, bộ quay (RPB) có 12 cánh và 2 đĩa, diện tích bề mặt riêng của bộ quay 357,7 m^2/m^3 , động cơ (Nga) tốc độ 2850 v/p, vận tốc quay của RPB có thể thay đổi từ 1000 - 6000 v/p, công suất làm việc của thiết bị 12 kw sản phẩm/h, khi quay các cánh tạo ra 2 vòng tròn trong và ngoài có đường kính lần lượt là $d_t = 6$ cm và $d_n = 17$ cm.



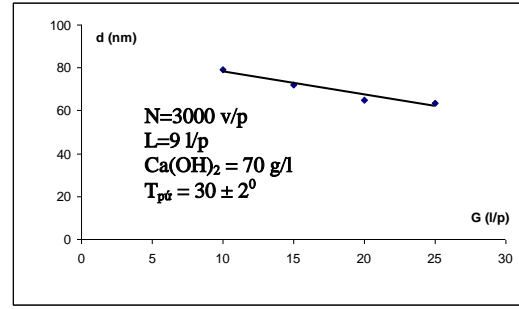
Hình 1: Sơ đồ phản ứng điều chế nano- CaCO_3 bằng phương pháp kết tủa trọng trường cao.

1. Thùng khuấy, 2. Bơm, 3. van, 4. Lưu lượng kế,
5. Phân bố chất lỏng, 6. RPB, 7. Chất lỏng ra, 8. Van,
9. Lưu lượng kế, 10. Khí vào.

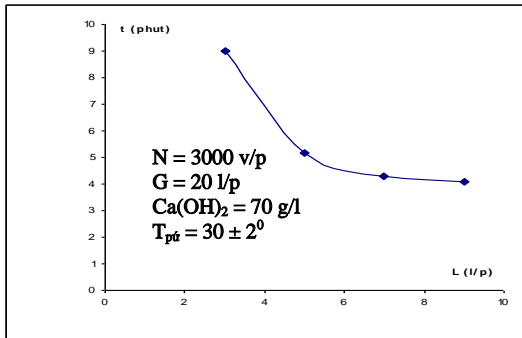
Trong sơ đồ hình 1, sữa vôi được cho vào thùng khuấy (1), bơm lưu lượng (2) bơm dung dịch sữa vôi vào bộ quay RPB (6) qua hệ thống phân bố chất lỏng (5), khí CO_2 đi từ bình khí qua van (8) vào RPB qua đường dẫn khí (10), tại đây phản ứng xảy ra ở vùng bên của RPB. Dòng khí và lỏng đi ngược chiều nhau. Chất lỏng ra khỏi RPB theo hướng xuyên tâm, dưới tác dụng của lực ly tâm, chất lỏng sẽ tạo thành những màng mỏng trên bề mặt cánh của RPB, do đó diện tích tiếp xúc khí-lỏng là rất lớn nên phản ứng xảy ra nhanh hơn. Sau khi chất lỏng ra khỏi RPB chúng tập trung ở đầu ra (7) và chảy trở lại thùng khuấy (1). Quá trình tuần hoàn liên tục cho đến khi toàn bộ Ca(OH)_2 chuyển thành CaCO_3 thì kết thúc phản ứng.



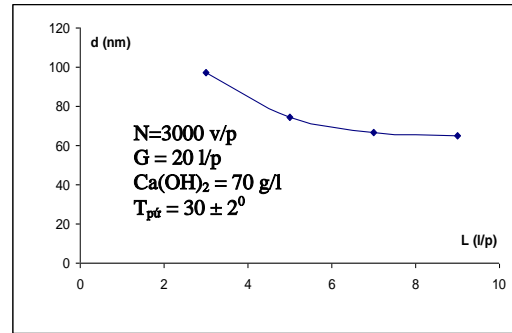
Hình 8: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa tốc độ lưu lượng khí CO₂ và thời gian phản ứng.



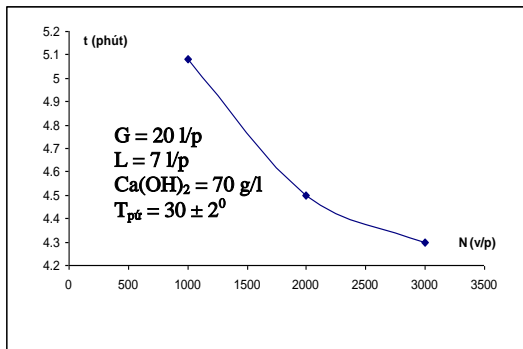
Hình 9: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa lưu lượng khí CO₂ và kích thước hạt canxi cacbonat



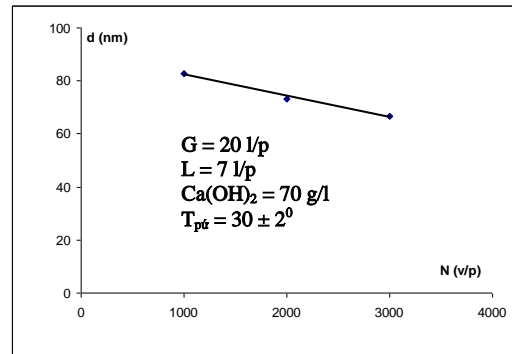
Hình 10: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa lưu lượng chất lỏng và thời gian phản ứng.



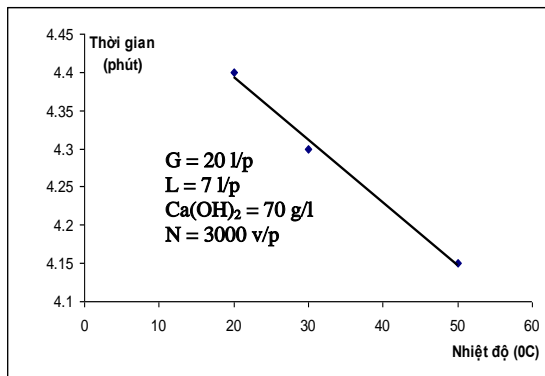
Hình 11: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa tốc độ lưu lượng chất lỏng và kích thước hạt canxi cacbonat.



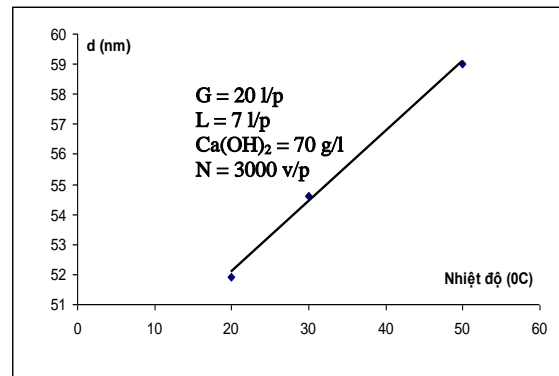
Hình 12: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa tốc độ quay của rotor và thời gian phản ứng.



Hình 13: Đồ thị biểu diễn quan hệ giữa tốc độ quay của rotor và kích thước hạt canxi cacbonat.



Hình 14: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa nhiệt độ phản ứng và thời gian phản ứng.



Hình 15: Đồ thị biểu diễn mối quan hệ giữa nhiệt độ phản ứng và kích thước hạt.

2. Khảo sát ảnh hưởng của nồng độ Ca(OH)_2 tới thời gian phản ứng, kích thước hạt và hình thái của PCC

Đồ thị hình 6 cho thấy sự phụ thuộc của thời gian phản ứng vào nồng độ Ca(OH)_2 , giá trị thời gian phản ứng tăng gần như tuyến tính từ 3,08 phút tới 8,10 phút khi nồng độ Ca(OH)_2 tăng từ 30 g/l đến 80 g/l. Tuy nhiên, khi cacbonat hóa trong các thiết bị khuấy trộn thông dụng (thùng phản ứng, sục khí CO_2) thì thời gian của một mẻ phản ứng (5 lít dung dịch canxi hydroxit nồng độ 80 g/l, tốc độ sục khí 15 l/p) là 68 phút. Các kết quả trên cho thấy, rõ ràng, công nghệ kết tủa trọng trường cao mang lại ưu điểm nổi bật trong việc rút ngắn thời gian phản ứng so với các công nghệ thông thường, điều này sẽ rất có lợi khi triển khai sản xuất ở quy mô công nghiệp.

Từ đồ thị hình 7 cho thấy, hoàn toàn có thể điều chế được canxi cacbonat kích thước nano mét bằng phương pháp kết tủa trọng trường cao, sản phẩm thu được đạt kích thước nano mét (<100 nm). Kích thước hạt của canxi cacbonat ở nồng độ 30 g/l là nhỏ nhất đạt 53,79 nm. Tại các nồng độ khác nhau của Ca(OH)_2 (50, 60, 70 g/l) thì kích thước trung bình của sản phẩm không thay đổi nhiều tăng từ 67,26 nm đến 74,62 nm và tăng lên 80,10 nm khi nồng độ Ca(OH)_2 tăng lên 80 g/l. Điều này được giải thích là khi tăng nồng độ của nguyên liệu đầu, thời gian phản ứng của một mẻ tăng lên, dẫn đến các tinh thể có thời gian phát triển nhiều hơn và trở nên lớn hơn. Như vậy qua việc khảo sát ảnh hưởng của nồng độ Ca(OH)_2 đến kích thước hạt sản phẩm và thời gian phản ứng, qua phân tích các số liệu thực nghiệm chúng tôi chọn nồng độ canxi hydroxit 70 g/l là nồng độ tối ưu cho các thí nghiệm tiếp theo.

3. Khảo sát ảnh hưởng của độ lưu lượng khí CO_2 tới thời gian phản ứng, kích thước hạt và hình thái của PCC

Tốc độ lưu lượng khí CO_2 được thay đổi từ 10-25 lít/phút. Đồ thị hình 8 chỉ ra rằng, khi lưu lượng khí CO_2 tăng từ 10 l/p đến 25 l/p thì thời gian phản ứng giảm dần (gần như tuyến tính) từ 7,25 phút xuống 3,20 phút với cùng một mẻ phản ứng 5 lít sữa vôi. Lý do là khi tăng lưu lượng khí thì làm tăng tốc độ chuyển khối giữa khí và lỏng trong vùng phản ứng của thiết bị phản ứng trọng trường cao.

Thời gian phản ứng tại lưu lượng khí CO_2 20 l/p và 25 l/p lần lượt là 4,1 phút và 3,2 phút, điều này cho thấy thời gian phản ứng giảm không đáng kể khi tăng lưu lượng khí từ 20-25 lít/phút. Chính vì vậy, chúng tôi chọn mức lưu lượng khí 20 l/p cho các phản ứng tiếp theo. Vì nếu chọn mức lưu lượng khí quá cao 25 lít/phút, tuy thời gian phản ứng có giảm đôi chút nhưng do áp lực khí mạnh, luồng khí sẽ vào vùng phát triển tinh thể và một phần phản ứng cacbonat hóa sẽ xảy ra tại đây. Phản ứng cacbonat hóa xảy ra trong vùng phát triển tinh thể sẽ ảnh hưởng không tốt đến sự đồng đều của tinh thể, do đó chất lượng sản phẩm không được như yêu cầu đặt ra. Tóm lại, khi tăng tốc độ lưu lượng khí CO_2 thì thời gian phản ứng giảm.

Nhìn vào đồ thị hình 9 ta thấy khi lưu lượng khí CO_2 tăng từ 10 l/p đến 25 l/p thì kích thước hạt giảm từ 79,34 nm xuống 63,63 nm với cùng lượng nguyên liệu đầu. Kích thước trung bình hạt tại lưu lượng khí CO_2 20 l/p và 25 l/p lần lượt là 64,95 nm và 63,63 nm, điều này cho thấy giá trị kích thước hạt giảm không đáng kể khi tăng lưu lượng khí từ 20-25 lít/phút. Tóm lại, kết quả cho thấy khi tăng lưu lượng khí thì kích thước hạt trung bình giảm. Qua kết quả thực nghiệm chúng tôi chọn tốc độ lưu lượng khí CO_2 tối ưu là 20 l/p cho các thí nghiệm tiếp theo.

4. Khảo sát ảnh hưởng của tốc độ lưu lượng chất lỏng tới thời gian phản ứng, kích thước hạt và hình thái của PCC

Tốc độ lưu lượng của dung dịch $\text{Ca}(\text{OH})_2$ được thay đổi: 3, 5, 7 và 9 lít/phút. Đồ thị hình 10 cho thấy khi tốc độ lưu lượng của chất lỏng tăng từ 3 l/p đến 9 l/p thì thời gian phản ứng giảm từ 9 phút xuống 4,1. Điều này được giải thích là do khi tốc độ lưu lượng chất lỏng vào vùng phản ứng thấp thì thời gian tuần hoàn của canxi hydroxit tăng, dung dịch $\text{Ca}(\text{OH})_2$ đi vào vùng phản ứng chậm và không đều, diện tích bề mặt tiếp xúc giữa chất lỏng và khí thấp, do đó quá trình chuyển khối chậm và làm tăng thời gian phản ứng. Nhìn chung khi tăng tốc độ lưu lượng của chất lỏng thì thời gian phản ứng giảm.

Kết quả ở đồ thị hình 11 chỉ ra rằng khi lưu lượng lỏng tăng từ 3 l/p đến 9 l/p thì kích thước hạt giảm dần từ 97,47 nm xuống 64,95 nm với cùng các điều kiện phản ứng. Kích thước hạt trung bình của PCC đo được tại các lưu lượng khí 7 l/p và 9 l/p lần lượt là 66,62 nm và 64,95 nm. Điều này cho thấy giá trị kích thước hạt trung bình của sản phẩm giảm không đáng kể khi tăng lưu lượng khí từ 7 - 9 lít/phút.

Từ kết quả thực nghiệm cho thấy, khi tốc độ lưu lượng chất lỏng càng cao thì kích thước hạt càng giảm. Nhưng tại lưu lượng chất lỏng 9 l/p vẫn không được chọn làm lưu lượng lỏng tối ưu cho các khảo sát tiếp theo, bởi vì nếu mức lưu lượng chất lỏng qua vùng phản ứng quá lớn thì tại đây sẽ xảy ra hiện tượng ứ đọng chất lỏng (chất lỏng thoát ra khỏi vùng phản ứng không kịp) dẫn đến khi vận hành với tốc độ cao, thiết bị phản ứng sẽ bị rung mạnh, không an toàn cho quá trình làm thực nghiệm và giảm độ bền thiết bị. Qua việc phân tích các số liệu thu được chúng tôi thấy rằng với giá trị tốc độ lưu lượng chất lỏng chảy qua RPB là 7 l/p thỏa mãn các yêu cầu về chất lượng sản phẩm, tính an toàn và độ bền thiết bị. Vì vậy, mức lưu lượng chất lỏng 7 l/p được lựa chọn là mức lưu lượng lỏng tối ưu cho các thí nghiệm tiếp theo.

5. Khảo sát ảnh hưởng của mức độ trọng trường tới thời gian phản ứng, kích thước hạt và hình thái của PCC

Việc khảo sát ảnh hưởng của mức độ trọng trường tới thời gian phản ứng, kích thước hạt và hình thái PCC là nội dung quan trọng và là vấn đề then chốt cho sự thành công của phương pháp. Mức độ trọng trường được tính theo công thức sau [5]:

$$G_g = (2 \pi N/60)^2(d_t+d_n)/2 \quad (3.1)$$

Trong đó N là vận tốc góc của rotor (v/p)

d_t , d_n lần lượt là đường kính trong và ngoài của packing (khi packing quay tạo ra 2 vòng tròn có đường kính trong và ngoài lần lượt là d_t , d_n)

Đồ thị hình 12 cho thấy khi tăng tốc độ quay của rotor thì thời gian phản ứng giảm. Cụ thể là tại tốc độ quay $N = 1000$ v/p, 2000 v/p và 3000 v/p thời gian phản ứng giảm lần lượt là 5,08; 4,50; và 4,30 phút.

Kết quả từ hình 13 cho thấy rằng khi tăng tốc độ quay của rotor thì kích thước sản phẩm thu được giảm. Cụ thể, khi tăng tốc độ từ 1000-3000 v/p thì kích thước giảm từ 82,78 – 66,62 nm. Điều này có thể được giải thích như sau: tốc độ quay của rotor 1000 v/p là đủ mạnh để tác động vào chất lỏng, làm cho chất lỏng khi chảy qua packing ở dạng màng mỏng, do đó diện tích tiếp xúc giữa lỏng và khí lớn. Nếu tiếp tục tăng tốc độ quay của RPB lên 2000, 3000 v/p, khi đó dạng chất lỏng qua packing có thể dưới dạng các sợi nhỏ hoặc các giọt lỏng li ti, dẫn tới tốc độ chuyển khối cao hơn và kích thước hạt thu được cũng bé hơn.

Như vậy, với phương pháp kết tủa trọng trường cao, nếu muốn giảm kích thước hạt trung bình của vật liệu, ta chỉ cần tăng mức độ trọng lực mà không cần sử dụng bất kỳ một chất ức chế tinh thể nào. Đây cũng là một trong những ưu điểm nổi trội của phương pháp khi so với các phương pháp tổng hợp canxi cacbonat truyền thống.

6. Khảo sát ảnh hưởng của nhiệt độ cacbonat hóa tới thời gian phản ứng, kích thước hạt và hình thái của PCC

Đồ thị hình 14, 15 cho thấy rằng khi tăng nhiệt độ phản ứng thì thời gian phản ứng nhanh hơn và kích thước của sản phẩm cũng lớn hơn. Điều này được giải thích dựa theo nghiên cứu của V.M Kharin. V.M Kharin và các đồng nghiệp [2] đã nghiên cứu ảnh hưởng của nhiệt độ đến động học của quá trình kết tinh và đặc tính kết tinh của canxi cacbonat và họ cho rằng, khi tăng nhiệt độ cacbonat hóa thì tốc độ tạo mầm tăng lên, nhưng tốc độ lớn lên của tinh thể cũng tăng, do đó khi nhiệt độ phản ứng cao thì kích thước tinh thể thu được cũng sẽ cao. Lý thuyết này phù hợp với các số liệu thực nghiệm đã chỉ ra ở trên. Dựa vào các phân tích số liệu thực nghiệm và theo các tài liệu tham khảo, chúng tôi chọn điều kiện nhiệt độ phản ứng tối ưu trong khoảng 30 - 40 °C. Ở khoảng nhiệt độ này thì mức tiêu thụ năng lượng là thấp nhất cho quá trình tổng hợp nano-CaCO₃.

7. Đánh giá kích thước tinh thể canxi cacbonat bằng các phương pháp khác nhau

Việc đánh giá kích thước của vật liệu tổng hợp được là rất quan trọng. Chúng tôi đánh giá kích thước và cấu trúc của vật liệu bằng phương pháp XRD, để khẳng định hơn về hình thái của vật liệu chúng tôi sử dụng phương pháp kính hiển vi điện tử truyền qua TEM, phương pháp kính hiển vi điện tử quét SEM. Kính hiển vi điện tử truyền qua TEM và kính hiển vi điện tử quét SEM cho các dữ kiện về hình dạng, kích thước trung bình của vật liệu. Phương pháp hấp phụ BET cho các dữ kiện về diện tích bề mặt riêng, kích thước hạt trung bình của vật liệu. Hình 2, 4 lần lượt là ảnh SEM và TEM của mẫu CaCO₃ được điều chế trong các điều kiện tối ưu (nồng độ dung dịch Ca(OH)₂: 70 (g/l), tốc độ lưu lượng khí: 20 (l/p), tốc độ lưu lượng lỏng: 7 (l/p), nhiệt độ phản ứng: 30 - 40⁰ (C), tốc độ quay của rotor: 3000 (v/p).

Kết quả phân tích bằng nhiễu xạ tia X (hình 5) cho thấy, canxi cacbonat khá đồng nhất. Thành phần chủ yếu trong mẫu là tinh thể CaCO₃. Ngoài ra, còn có một lượng nhỏ được nhận dạng là grafit và canxi oxit. Cấu trúc tinh thể của CaCO₃ thu được có dạng hình hộp mặt thoi (Rhombohedral).

Để tính kích thước của vật liệu theo phương pháp XRD chúng tôi sử dụng phương trình Sherrer và thu được giá trị kích thước hạt trung bình của canxi cacbonat là: $d = 65,23$ nm. Đo hấp phụ BET của mẫu làm ở các điều kiện tối ưu cho thấy, canxi cacbonat có diện tích bề mặt là 29,473 m²/g và kích thước hạt của canxi cacbonat có giá trị $d = 71,93$ nm.

Như vậy kích thước hạt của canxi cacbonat tính theo các phương pháp khác nhau cho kết quả gần như nhau. Kích thước hạt thay đổi trong khoảng từ 65,25 nm tới 71,93 nm (bảng 2). Bảng 1 cho các kết quả về kích thước hạt, độ kiềm dư, độ sạch và diện tích bề mặt riêng của sản phẩm CaCO₃ được tổng hợp bằng các điều kiện tối ưu về nồng độ dung dịch sữa vôi, tốc độ lưu lượng khí, tốc độ lưu lượng lỏng, nhiệt độ phản ứng, mức độ trọng lực và sử dụng RPB đặc trưng.

Kết luận

1- Đã nghiên cứu thiết kế, chế tạo thành công hệ thống phản ứng kết tủa trọng trường cao, áp dụng để tổng hợp vật liệu kích thước nano mét thông qua việc tổng hợp thử nghiệm vật liệu nano-canxi cacbonat.

2- Đã khảo sát các yếu tố ảnh hưởng đến kích thước hạt và vi hình thái của sản phẩm canxi cacbonat. Các yếu tố ảnh hưởng được khảo sát là nồng độ sữa vôi, tốc độ lưu lượng khí, tốc độ lưu lượng lỏng, nhiệt độ phản ứng và mức độ trọng lực lên chất lượng sản phẩm.

3- Đã đưa ra các điều kiện tối ưu cho quá trình tổng hợp canxi cacbonat kích thước nano mét bằng phương pháp Hige với RPB đặc trưng.

Nồng độ dung dịch Ca(OH)₂: 70 (g/l), tốc độ lưu lượng khí: 20 (l/p), tốc độ lưu lượng lỏng: 7 (l/p), nhiệt độ phản ứng: 30 - 40⁰ (C), tốc độ quay của rotor: 3000 (v/p)

4- Đã chứng minh rằng, canxi cacbonat điều chế được có kích thước trong khoảng 60-90 nm, độ phân bố kích thước hạt hẹp và độ kiềm dư không đáng kể, tùy thuộc vào các điều kiện

phản ứng. Sử dụng phương pháp kết tủa trọng trường cao để tổng hợp nano-CaCO₃ là hiệu quả, dễ tiến hành quy mô lớn và có thể áp dụng phương pháp này để tổng hợp nhiều vật liệu khác có kích thước nano mét. Điều này có nghĩa rằng các nghiên cứu ở phạm vi rộng và chuyên sâu về công nghệ này là rất đáng để thực hiện.

Tài liệu tham khảo

- [1] Wang xun qiu, Jiang Deng-gao, “Synthesis of nano-CaCO₃ composite particles and their application”, J China Univ Mining & Technology 18 (2008), 0076-0081.
- [2] Jianfeng Chen and Lei Shao, “Mass Production of Nanoparticles by High-Gravity Reactive Precipitation Technology with Low Cost”, China Particuology (2003), Vol1, No(2), 64-69.
- [3] M,V, Dagaonkar and et al, “Synthesis of CaCO₃ Nanoparticles by Carbonation of Lime Solutions in Reverse Micellar Systems”, Chemical Eng, Res and Design, (2004), (82A11), 1438-1443.
- [4] Jian-Feng Chen and Lei Shao, “Recent Advances in Nanoparticles Production by High Gravity Technology-from Fundamentals to Commercialization”, Journal of Chemical Engineering of Japan, (2007), Vol40, No(11), pp 896-904.
- [5] Jianfeng Chen and Lei Shao, “Mass Production of Nanoparticles by High-Gravity Reactive Precipitation Technology with Low Cost”, China Particuology (2003), Vol1, No(2), 64-69.
- [6] Hong Zhao, Lei Shao, Jien-Feng Chen, “High gravity process intensification technology and application”, Chemical Engineering Journal, (2008), CEJ 6298, No(5), of pages 6.