

Οργανισμός
Βιομηχανικής
Ιδιοκτησίας (ΟΒΙ)



(21) Αριθμός αίτησης:

GR 20230100390

(12)

ΔΙΠΛΩΜΑ ΕΥΡΕΣΙΤΕΧΝΙΑΣ (B)

(47) Ημ/νία Δημοσίευσής της: 19.06.2024

(11) Αριθμός Χορήγησης: 1010709

(22) Ημ/νία Κατάθεσης: 12.05.2023

(51) Διεθνής Ταξινόμηση (Int. Cl.):

C01F 5/24 (2023.01)

B01J 19/18 (2023.01)

B01J 19/28 (2023.01)

(45) Ημ/νία Δημοσίευσής της Χορήγησης:
16.07.2024 ΕΔΒΙ 6/2024

(71) Αρχικός (οί) Καταθέτης (ες):
ΕΘΝΙΚΟ ΚΕΝΤΡΟ ΕΡΕΥΝΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΗΣ
ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ (Ε.Κ.Ε.Τ.Α.); 6ο χλμ. οδού Χαριλάου Θέρμης,
57001 ΘΕΡΜΗ (ΘΕΣΣΑΛΟΝΙΚΗΣ) - GR.

(72) Εφευρέτης (ες):
ΠΑΠΑΔΟΠΟΥΛΟΣ ΑΘΑΝΑΣΙΟΣ; , GR. ΝΕΣΣΗ
ΠΑΡΑΣΚΕΥΗ; , GR. ΣΕΦΕΡΛΗΣ ΠΑΝΑΓΙΩΤΗΣ; , GR.
ΒΟΥΤΕΤΑΚΗΣ ΣΠΥΡΙΔΩΝ; , GR.

(73) Δικαιούχος (οί):

ΕΘΝΙΚΟ ΚΕΝΤΡΟ ΕΡΕΥΝΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΗΣ
ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ (Ε.Κ.Ε.Τ.Α.); 6ο χλμ. οδού Χαριλάου Θέρμης,
57001 ΘΕΡΜΗ (ΘΕΣΣΑΛΟΝΙΚΗΣ) - GR.

(74) Πληρεξούσιος:

ΠΕΡΙΒΟΛΑΡΗΣ ΓΕΩΡΓΙΟΣ; Φράγκων 13, 54626
ΘΕΣΣΑΛΟΝΙΚΗ (ΘΕΣΣΑΛΟΝΙΚΗΣ).

(54) Τίτλος (Ελληνικά)

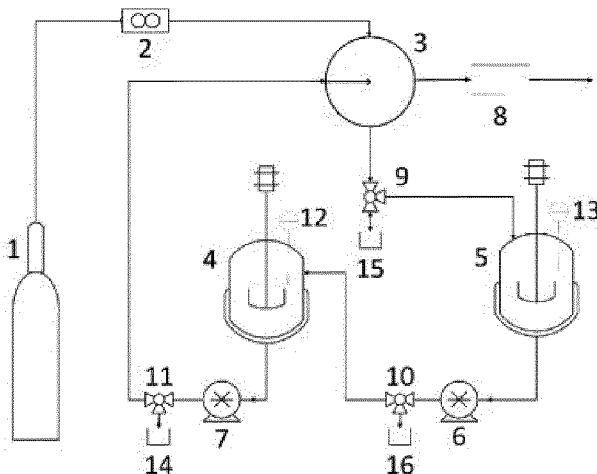
ΜΕΘΟΔΟΣ ΕΝΟΣ ΣΤΑΔΙΟΥ ΣΕ ΕΝΤΑΤΙΚΟΠΟΙΗΜΕΝΗ ΔΙΑΤΑΞΗ ΠΕΡΙΣΤΡΕΦΟΜΕΝΗΣ ΚΛΙΝΗΣ ΜΕ ΠΛΗΡΩΤΙΚΟ ΥΛΙΚΟ ΓΙΑ
ΠΑΡΑΓΩΓΗ ΝΑΝΟΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ ΥΔΡΟΜΑΓΝΗΣΙΤΗ

(54) Τίτλος (Αγγλικά)

ONE-STEP HYDROMAGNESITE NANOPARTICLES PRODUCTION METHOD PERFORMED IN AN INTENSIFIED ROTATING BED
ARRANGEMENT FURNISHED WITH FILLER

(57) Περίληψη

Η εφεύρεση αφορά την παραγωγή υδρομαγνησίτη σε μέγεθος νανოსωματιδίων. Πρόκειται για μέθοδο παραγωγής νανოსωματιδίων υδρομαγνησίτη ($Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$), η οποία στη βασική της ενσωμάτωση εκτελείται με χημική αντίδραση ενός σταδίου ενανθράκωσης οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου κατά την οποία α) το ρεύμα που φέρει διοξείδιο του άνθρακα (CO_2) κατευθύνεται στο εσωτερικό ενός αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης (3), β) στο εσωτερικό του αντιδραστήρα έρχεται σε επαφή και αντιδρά με αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου, γ) ο αντιδραστήρας περιστρέφεται και αναπτύσσεται φυγοκεντρικό πεδίο στο εσωτερικό του, δ) αλληλοεπιδρούν τα ρεύματα διοξειδίου του άνθρακα και αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου καθ' ομορροή ή κατ' αντιρροή, η επαφή των οποίων προάγει και αυξάνει την ταχύτητα της χημικής αντίδρασης ενανθράκωσης του αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή του υδροξειδίου του μαγνησίου και της πυρηνοποίησης υδρομαγνησίτη, με αποτέλεσμα την κρυστάλλωση του υδρομαγνησίτη.



GR 20230100390 GR 1010709

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Μέθοδος ενός σταδίου σε εντατικοποιημένη διάταξη περιστρεφόμενης κλίνης με πληρωτικό υλικό για παραγωγή νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη

- Η εφεύρεση αφορά την παραγωγή υδρομαγνησίτη σε μέγεθος νανοσωματιδίων. Πρόκειται για μέθοδο παραγωγής νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη ($Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$), η οποία στη βασική της ενσωμάτωση εκτελείται με χημική αντίδραση ενός σταδίου ενανθράκωσης οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου κατά την οποία α) το ρεύμα που φέρει διοξείδιο του άνθρακα (CO_2) κατευθύνεται στο εσωτερικό ενός αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης (3), β) στο εσωτερικό του αντιδραστήρα έρχεται σε επαφή και αντιδρά με αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου, γ) ο αντιδραστήρας περιστρέφεται και αναπτύσσεται φυγοκεντρικό πεδίο στο εσωτερικό του, δ) αλληλοεπιδρούν τα ρεύματα διοξειδίου του άνθρακα και αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου καθ' ομορροή ή κατ' αντιρροή, η επαφή των οποίων προάγει και αυξάνει την ταχύτητα της χημικής αντίδρασης ενανθράκωσης του αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή του υδροξειδίου του μαγνησίου και της πυρηνοποίησης υδρομαγνησίτη, με αποτέλεσμα την κρυστάλλωση του υδρομαγνησίτη.

ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ

Μέθοδος ενός σταδίου σε εντατικοποιημένη διάταξη περιστρεφόμενης κλίνης με πληρωτικό υλικό για παραγωγή νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη

Τεχνικό πεδίο της εφεύρεσης

[001] Η εφεύρεση αφορά την παραγωγή υδρομαγνησίτη σε μέγεθος νανοσωματιδίων. Συγκεκριμένα, οι υπάρχουσες μέθοδοι εμπεριέχουν ενανθράκωση δύο σταδίων (απαιτούνται δύο αντιδράσεις) και στην πλειοψηφία τους γίνονται σε αντιδραστήρες συνεχούς ανάδευσης (ΑΣΥΝΑΝ) (Δείτε ανάλυση τεχνολογικής στάθμης).

Ο υδρομαγνησίτης υπάρχει στη φύση υπό μορφή ορυκτού, σε μίγματα με άλλες ουσίες. Ο διαχωρισμός του απαιτεί κατανάλωση μεγάλης ενέργειας, γι' αυτό προτιμώνται οι συνθετικές μέθοδοι παραγωγής του, ειδικότερα όταν μπορεί να παραχθεί απ' ευθείας σε μορφή νανοσωματιδίων (η εξαγωγή του από ορυκτά απαιτεί σημαντική περαιτέρω επεξεργασία και γίνεται ακόμη πιο δύσκολη και ακριβή ώστε να επιτευχθεί η παραγωγή του σε μέγεθος νανοσωματιδίων). Η χρήση του σε μορφή νανοσωματιδίων είναι επιθυμητή σε πολλές εφαρμογές όπως η χρήση του ως επιβραδυντής καύσης (π.χ. σε πολυμερή), ως πρόσθετο στο τσιμέντο, σε μεθόδους ελεγχόμενης απελευθέρωσης φαρμακευτικών ουσιών (drug release), μηχανικής ιστών κλπ.

[002] Η παραγωγή υδρομαγνησίτη από απαέρια βιομηχανικών διεργασιών, π.χ. με χρήση διοξειδίου του άνθρακα (CO_2), αποτελεί μια μέθοδο χρήσης του CO_2 . Επιτρέπει έτσι την μετατροπή του τελευταίου σε ένα χρήσιμο προϊόν που μπορεί να αποφέρει κέρδος και να δώσει κίνητρο για την εγκατάσταση μονάδων δέσμευσης σε πλήθος βιομηχανικών εφαρμογών, συντελώντας σημαντικά στη μείωση των εκπομπών του θερμοκηπίου.

Η παραγωγή του υδρομαγνησίτη μέσω της παρούσας εφεύρεσης με χρήση αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης πληρωτικού υλικού (ΠΚΛ) επιτρέπει την πολύ γρήγορη κλιμάκωσή της διεργασίας, καθώς πρόκειται για έναν εντατικοποιημένο αντιδραστήρα μικρού μεγέθους, εύκολου στην κατασκευή και στον χειρισμό. Ο αντιδραστήρας ΠΚΛ αυξάνει σημαντικά τη μεταφορά μάζας από την αέρια στην υγρή φάση. Αυτό οφείλεται στη μεγάλη ταχύτητα περιστροφής που οδηγεί στη δημιουργία λεπτού υγρού υμενίου το οποίο έχει μικρή αντίσταση στη μεταφορά μάζας μέσα στο υγρό.

Η παρούσα εφεύρεση θα μπορούσε να εφαρμοσθεί για την παραγωγή όλων των ανθρακικών αλάτων όπου ένα θετικά φορτισμένο ιόν της γενικής μορφής M^+ , M^{2+} ή M^{3+} αντιδρά με το CO_2 , όπου το M μπορεί να είναι λίθιο, νάτριο, κάλιο, ρουβίδιο, καίσιο, φράγκιο, στρόντιο, βάριο, ράδιο, μαγγάνιο, σίδηρος, αλουμίνιο, ψευδάργυρος, χαλκός, νικέλιο, άργυρος, κάδμιο, λευκόχρυσος, μόλυβδος και γενικότερα οποιοδήποτε στοιχείο που ανήκει στα αλκάλια, στις αλκαλικές γαίες, στα στοιχεία μετάπτωσης, στα στοιχεία μετα-μετάπτωσης και στα μεταλλοειδή. Επίσης θα μπορούσε να

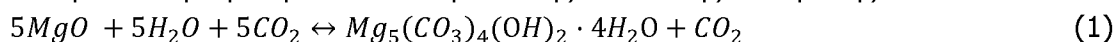
χρησιμοποιηθεί άμεσα και εύκολα σε βιομηχανίες παραγωγής οξειδίων τον παραπάνω ουσιών αλλά και οξειδίου του ή/και υδροξειδίου του μαγνησίου καθώς προφανώς θα μπορούσαν να διαθέσουν την πρώτη ύλη τους και να τη συνδυάσουν με αξιοποίηση του CO₂ που παράγεται από την διεργασία της. Συγκεκριμένα, για τις γενικότερες εφαρμογές του υδρομαγνησίτη και ανθρακικών αλάτων μαγνησίου περιλαμβάνουν τις ακόλουθες, επιπροσθέτως των όσων έχουν προ-αναφερθεί:

- Πρώτη ύλη σε πλαστικά, πολυμερή, λιπάσματα και οικοδομικά υλικά
- Χρήση σε μπαταρίες ιόντων μαγνησίου, που πιθανόν να αντικαταστήσουν τις μπαταρίες ιόντων λιθίου καθώς έχουν πολύ μεγαλύτερη ενεργειακή πυκνότητα, λιγότερες περιβαλλοντικές επιπτώσεις, ενώ αντέχουν σε πολύ χαμηλότερες θερμοκρασίες.
- Χρήση σε κράματα στη βιομηχανία οχημάτων και αεροπλάνων, καθώς η χρήση ανθρακικών αλάτων μαγνησίου αυξάνει την ανθεκτικότητά τους και μειώνει το βάρος τους.
- Επιπρόσθετες εφαρμογές αναφέρονται στην βιομηχανία καλλυντικών και φαρμακευτικών και χαρτιού.
- Γενικά, η εμπορική τιμή των ναοσωματιδών ανθρακικών αλάτων μπορεί να είναι πολύ υψηλή, ανάλογα με την καθαρότητά τους και τα χαρακτηριστικά των κρυστάλλων, παρέχοντας μεγάλο εμπορικό κίνητρο για την παραγωγή τους.

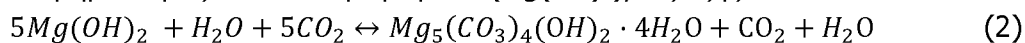
20 **Στάθμη της τεχνικής**

[003] Υπάρχουν μόνο δύο ευρεσιτεχνίες (CN110573458A, AU2018222897) οι οποίες αναφέρουν λίγα χαρακτηριστικά στοιχεία που αφορούν και τη συγκεκριμένη εφεύρεση αλλά και πολλά χαρακτηριστικά στοιχεία τα οποία δεν έχουν καμία ομοιότητα, κάνοντας μοναδική την τεχνολογία της συγκεκριμένης εφεύρεσης. Οι διαφορές που υπάρχουν σχολιάζονται και αξιολογούνται παρακάτω βάσει συγκεκριμένων, αντιπροσωπευτικών χαρακτηριστικών της τεχνολογίας που αφορά η συγκεκριμένη εφεύρεση.

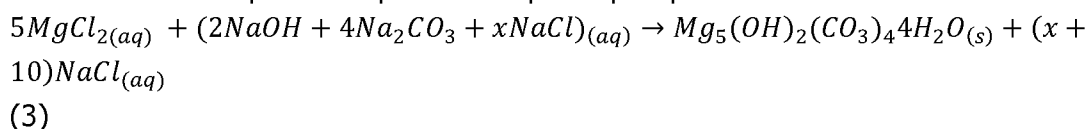
Η παρούσα εφεύρεση υλοποιείται βάσει της ακόλουθης αντίδρασης:



30 Ακόμη υλοποιείται βάσει της ακόλουθης αντίδρασης όταν η πρώτη ύλη είναι υδατικό αιώρημα υδροξειδίου του μαγνησίου (Mg(OH)₂), ως εξής:



35 Η ευρεσιτεχνία CN110573458A δεν παραθέτει αντίδραση, ωστόσο αναφέρεται στην παραγωγή γενικότερα αλάτων τύπου $MgCO_3 \cdot Mg(OH)_2 \cdot mH_2O$ και ότι πρόκειται για ενανθράκωση δύο σταδίων (δείτε και παρακάτω αναλυτικά). Η ευρεσιτεχνία AU2018222897 παραθέτει την ακόλουθη αντίδραση:



40 Για την AU2018222897, είναι προφανές ότι πρόκειται για διαφορετική μέθοδο παραγωγής σε σχέση με την τεχνολογία της παρούσας εφεύρεσης

[004] Η παρούσα εφεύρεση υλοποιείται σε ένα στάδιο ενανθράκωσης, χωρίς προ-επεξεργασία, καθώς το πρόδρομο αιώρημα αποτελείται από δύο συστατικά (CO₂ και

- υδατικό αιώρημα MgO ή $Mg(OH)_2$). Το κινέζικο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας CN110573458A αφορά διαδικασία ενανθράκωσης που υλοποιείται σε δύο στάδια, ενώ η αυστραλιανή αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας AU2018222897 αφορά διαδικασία ενανθράκωσης που υλοποιείται μεν σε ένα στάδιο, αλλά με προ-επεξεργασία πολλών σταδίων και
- 5 έλεγχο συγκεκριμένων δεικτών επεξεργασίας και pH με επιπρόσθετες πηγές ιόντων. Η ενανθράκωση δύο σταδίων, όπως στην CN110573458A, είναι προφανώς εντελώς διαφορετική από την ενανθράκωση ενός σταδίου, καθώς στην πρώτη περίπτωση δεν γίνεται απ' ευθείας καταβύθιση υδρομαγνησίτη, όπως στην περίπτωση ενός σταδίου. Στην περίπτωση της AU2018222897, πριν από την καταβύθιση υδρομαγνησίτη
- 10 παρεμβάλλονται βήματα προεπεξεργασίας που απαιτούνται λόγω της σύστασης μιας συγκεκριμένης πρόδρομης ουσίας που λέγεται CSG brine (δείτε «πρόδρομες ουσίες»), η οποία δεν απαιτείται ούτε χρησιμοποιείται στην τεχνολογία που αφορά η παρούσα εφεύρεση. Επιπλέον η AU2018222897 περιλαμβάνει έλεγχο του λόγου καρβονυδίου/καρβοξυλίου (carbonate/carboxylate) και του pH με ελεγχόμενη
- 15 προσθήκη πηγών OH^- ή/και Mg^{2+} . Κανένα από αυτά δεν απαιτείται ούτε χρησιμοποιείται στην τεχνολογία που αφορά η συγκεκριμένη εφεύρεση. Η παρούσα εφεύρεση υλοποιείται μέσω εξοπλισμού περιστρεφόμενης κλίνης πληρωτικού υλικού (ΠΚΛ), ενώ οι μέθοδοι που αναφέρονται στο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας CN110573458A και στην αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας
- 20 AU2018222897 υλοποιούνται σε δοχείο με αναδευτήρα. Η ΠΚΛ είναι ένα προηγμένο είδος εξοπλισμού που εμπεριέχει πληρωτικό υλικό το οποίο περιστρέφεται. Αντίθετα, το δοχείο με αναδευτήρα δεν περιέχει πληρωτικό υλικό, ενώ η ΠΚΛ δεν εμπεριέχει αναδευτήρα. Άρα πρόκειται για δύο εντελώς διαφορετικά ήδη εξοπλισμού. Ο τρόπος και η ένταση μεταφοράς μάζας, που αποτελεί και τον βασικό μηχανισμό αντίδρασης
- 25 στις δύο περιπτώσεις εξοπλισμού, είναι εντελώς διαφορετικά στην περίπτωση χρήσης περιστρεφόμενου πληρωτικού υλικού από την περίπτωση ενός περιστρεφόμενου αναδευτήρα. Έχει καταδειχθεί στην δημοσιευμένη βιβλιογραφία, για άλλα προϊόντα από αυτό το οποίο αφορά η συγκεκριμένη εφεύρεση, ότι η ΠΚΛ έχει πολύ μεγάλα πλεονεκτήματα σε σχέση με δοχεία με αναδευτήρα, όπως ο μικρότερος όγκος
- 30 αντίδρασης (και άρα το μικρότερο πάγιο κόστος εξοπλισμού) και ο καλύτερος έλεγχος της δομής των προϊόντων, μεταξύ άλλων. Στην παρούσα εφεύρεση η πρόδρομη ουσία είναι αιώρημα MgO ή $Mg(OH)_2$ σε νερό, στο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας CN110573458A οι πρόδρομες ουσίες είναι αιωρήματα MgO ή $Mg(OH)_2$ σε νερό και στην αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας AU2018222897 οι
- 35 πρόδρομες ουσίες είναι πηγές ιόντων OH^- , κατά προτίμηση $NaOH$, αλλά και υπερ-λεπτό $Mg(OH)_2$ μεγέθους $< 1\mu m$. Η τεχνολογία της παρούσας εφεύρεσης αφορά στην απ' ευθείας ενανθράκωση ενός αιωρήματος MgO ή $Mg(OH)_2$ σε νερό (σύστημα αερίου-υγρού-στερεού), ενώ η AU2018222897 αφορά ενανθράκωση διαλύματος (σύστημα αερίου-υγρού) ή ενανθράκωση αιωρήματος (σύστημα αερίου-υγρού-στερεού) όπου το
- 40 υγρό είναι ειδικού τύπου, ονομάζεται CSG brine, σχετίζεται με την παραγωγή φυσικού αερίου, εμπεριέχει συγκεκριμένη σύνθεση και υψηλή αρχική συγκέντρωση ανεπιθύμητων ουσιών, που απαιτούν περισσότερα του ενός στάδια προ-επεξεργασίας πριν την αντίδραση ενανθράκωσης.

Η παρούσα εφεύρεση δεν απαιτεί πρόσθετες πρώτες ύλες (πρόσθετα). Η διαδικασία που περιγράφεται στην αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας AU2018222897 απαιτεί ευδιάλυτη πηγή ιόντων Mg^{2+} , της $MgCl_2$ ή $MgSO_4$, $Mg(NO_3)_2$ ή $Mg(OH)_2$. Η πηγή μπορεί να είναι ένυδρης ή άλλης μορφής. Η απουσία προσθέτων απλοποιεί την παραγωγή.

5 Εί είναι αποτέλεσμα του συνδυασμού των λειτουργικών δυνατοτήτων της ΠΚΛ που αυξάνει τον ρυθμό μεταφοράς μάζας και διάλυσης του MgO ή του $Mg(OH)_2$ που γενικά είναι το πιο απλό στάδιο της διαδικασίας. Στην περίπτωση της AU2018222897 τα πρόσθετα οδηγούν σε παραπροϊόντα που πρέπει να διαχωριστούν, αυξάνοντας σημαντικά την πολυπλοκότητα.

10 **[005]** Εκτός από τις παραπάνω ευρεσιτεχνίες, εξοπλισμός για την παραγωγή υδρομαγνησίτη έχει αναφερθεί μια φορά στη βιβλιογραφία, μέσω της ενανθράκωσης αερίου-υγρού. Η προσέγγιση αυτή αφορά στην απορρόφηση αερίου μίγματος NH_3 / CO_2 σε υδατικό διάλυμα $MgCl_2$. Η αντίδραση της παρούσας εφεύρεσης είναι πολύ απλούστερη, απαιτεί μόνο MgO ή $Mg(OH)_2$ ως πρώτη ύλη, είναι αντίδραση ένυδρου αιωρήματος και όχι διαλύματος με αέριο, δεν χρησιμοποιεί ενώσεις αμμωνίας ή χλωρίου και άρα δεν απαιτεί επιπρόσθετα στάδια διαχωρισμού αυτών των συστατικών από το τελικό προϊόν.

Έχουν καταγραφεί μέθοδοι ενανθράκωσης που περιλαμβάνουν, επίσης, μαγνήσιο και προϊόντα του και παρουσιάζουν ομοιότητες με κάποια από αυτά της παρούσας εφεύρεσης, αλλά έχουν και πολύ σημαντικές διαφοροποιήσεις.

20 Για παράδειγμα, η αίτησης για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας US20220153647A1 έχει ως αντικείμενο την ενανθράκωση μαγνησιούχου τσιμέντου με χρήση βακτηρίων και στόχος είναι η ενδυνάμωση συγκεκριμένου τύπου τσιμέντου χωρίς απαίτηση παραγωγής νανοσωματιδίων. Αντίθετα, η παρούσα εφεύρεση δεν χρησιμοποιεί βακτήρια, δεν απαιτεί μαγνησιούχο τσιμέντο αλλά μπορεί να χρησιμοποιήσει οποιαδήποτε πηγή οξειδίου του μαγνησίου, στοχεύει σε παραγωγή νανοσωματιδίων, όχι σε συγκεκριμένη εφαρμογή.

Το κινέζικο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας CN1341694A έχει ως αντικείμενο την παραγωγή νανοσωματιδίων υδροξειδίου του μαγνησίου με χρήση ΠΚΛ. Το τελικό προϊόν είναι 30 διαφορετικό, ενώ υλοποιείται σε δύο στάδια έναντι ενός σταδίου της παρούσας εφεύρεσης.

Η αμερικάνικη αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας US2022048784 έχει ως αντικείμενο την παραγωγή ανθρακικού μαγνησίου από υλικά συμπεριλαμβανομένου και υδροξειδίου του μαγνησίου, ενώ υλοποιείται με χρήση αυτόκλειστου δοχείου πίεσης (autoclave). Άρα πρόκειται για διαφορετικό εξοπλισμό ενώ υλοποιείται σε δύο στάδια 35 έναντι ενός σταδίου της παρούσας εφεύρεσης.

Το ρώσικο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας RU2681622 έχει ως αντικείμενο την παραγωγή δικαρβονικού μαγνησίου. Πρόκειται για διαφορετικό προϊόν.

Η διεθνής αίτησης για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας WO2018139975A1 έχει ως αντικείμενο 40 την ενανθράκωση μαγνησίας τσιμέντου και την παραγωγή σύνθετου υλικού τσιμέντου. Επομένως, πρόκειται, και εδώ, για διαφορετικό προϊόν.

Οι ανακληθείσες ευρωπαϊκές αιτήσεις για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας EP 3 428 129 A1, EP 3 428 128 A1 έχουν ως αντικείμενο μια μέθοδο αύξησης ιόντων μαγνησίου σε νερό. Πρόκειται για διαφορετικό προϊόν και σκοπό τεχνολογίας.

Το αμερικάνικο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας US2016145155 A1 έχει ως αντικείμενο την παραγωγή ανθρακικού άλατος που περιέχει μαγνήσιο και ασβέστιο. Πρόκειται για διαφορετικό προϊόν, ενώ δεν γίνεται χρήση ΠΚΛ.

Η διεθνής αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας WO2015154194 A1 έχει ως αντικείμενο την διεργασία παραγωγής υδρομαγνησίτη και οξειδίου του μαγνησίου. Δεν γίνεται χρήση ΠΚΛ ή αναφορά σε νανοσωματίδια υδρομαγνησίτη (το μέγεθος που αναφέρεται είναι πολύ μεγαλύτερο της τάξης 20-50 μm), ενώ γίνεται και χρήση πολλαπλών πρώτων υλών (π.χ. MgCl_2 , NaCO_3) σε αντίθεση με την παρούσα εφεύρεση που απαιτεί μόνο δύο συστατικά που προαναφέρθηκαν.

Το αμερικάνικο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας US20140004347A1 έχει ως αντικείμενο την παραγωγή υδρομαγνησίτη μέσω μεθόδου νεσκεχονίτη, ενώ υλοποιείται σε δύο στάδια και χωρίς χρήση ΠΚΛ.

Το κινέζικο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας CN102424409A έχει ως αντικείμενο την παραγωγή ελαφρού ανθρακικού μαγνησίου. Άρα δεν πρόκειται για υδρομαγνησίτη, όπως στην παρούσα εφεύρεση. Γίνεται χρήση ΠΚΛ αλλά με πρώτη ύλη που περιέχει χλώριο.

Η διεθνής αίτηση για δίπλωμα ευρεσιτεχνίας WO2010097446A1 έχει ως αντικείμενο την παραγωγή ανθρακικού μαγνησίου. Άρα δεν πρόκειται για υδρομαγνησίτη, όπως στην παρούσα εφεύρεση.

[006] Υπάρχει επίσης σειρά εφευρέσεων με χρήση ΠΚΛ, που αφορούν, όμως, παραγωγή άλλων προϊόντων από αυτό της παρούσας εφεύρεσης, όπως ανθρακικού ασβεστίου (CN110950338A, CN107814404A, CN104946342A, CN101451087A, CN101219330 A, CN1116185 A, CN1461731A, CN2483374Y, WO2003055804A1), ανθρακικού λιθίου (CN104229838A, CN104211097A, CN104211096A, CN102180488B), νανοσωματιδίων ανθρακικού αργιλίου (CN1752006A), παραγωγή νανοσωματιδίων οξειδίων μετάλλων, αλούμινας και οξειδίου του ψευδαργύρου (CN102030352a), ενανθράκωση προϊόντων τσιμέντου (WO2022090796A1, WO2020217232A1). Τέλος υπάρχουν και εφευρέσεις που απλά αναφέρουν την παραγωγή νανοσωματιδίων ανθρακικού ασβεστίου (CN110950338A, CN2483374Y).

[007] Συνοψίζοντας τα παραπάνω, η παρούσα εφεύρεση είναι τελείως διαφορετική από όλες τις παραπάνω μεθόδους που αποτελούν την τεχνολογική βάση και οι οποίες είτε αφορούν παραγωγή άλλων ουσιών, είτε χρησιμοποιούν άλλου είδους εξοπλισμό, είτε αφορούν παραγωγή υδρομαγνησίτη με διαφορετικές, πιο σύνθετες και πιο ακριβές μεθόδους, είτε, τέλος, απαιτούν τη χρήση πρόσθετων πρώτων υλών που οδηγούν στην παραγωγή παραπροϊόντων. Αντίθετα, με την παρούσα εφεύρεση επιτυγχάνεται παραγωγή υδρομαγνησίτη σε ένα στάδιο, με τη χρήση αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης με πληρωτικό υλικό, με πρώτη ύλη MgO ή του $\text{Mg}(\text{OH})_2$, χωρίς προ-επεξεργασία και χωρίς πρόσθετες πρώτες ύλες, που οδηγούν στην παραγωγή παραπροϊόντων.

Σύντομη παρουσίαση της εφεύρεσης

Ο σκοπός είναι η παραγωγή νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη ($Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$.) μέσω αντίδρασης ενανθράκωσης οξειδίου του μαγνησίου (MgO) ή υδροξειδίου του ασβεστίου ($Mg(OH)_2$) σε ένα στάδιο, που επιτελείται σε εντατικοποιημένο εξοπλισμό περιστρεφόμενης κλίνης πληρωτικού υλικού (ΠΚΛ).

5 **Πλεονεκτήματα της εφεύρεσης**

- A)** Σε αντίθεση με συμβατικούς αντιδραστήρες ΑΣΥΝΑΝ ή/και μεθόδους παραγωγής σε δύο στάδια, η παρούσα ευρεσιτεχνία δεν απαιτεί δύο αντιδραστήρες, δεν απαιτεί πρόσθετες πρώτες ύλες ή/και άλλες χημικές ουσίες (π.χ. οξέα, τοξική αμμωνία κλπ), δεν δημιουργούνται ενδιάμεσες φάσεις του κρυστάλλου και αποφεύγεται η δημιουργία ενδιάμεσων, διαφορετικών, μη επιθυμητών κρυσταλλικών δομών (π.χ. νεσκεχονίτης), δεν απαιτούνται υψηλές θερμοκρασίες ή/και πιέσεις, ο χρόνος αντίδρασης είναι πολύ μικρότερος (γιατί σε ΑΣΥΝΑΝ ο ρυθμός μεταφοράς μάζας είναι πολύ μειωμένος) οδηγώντας σε υψηλότερη απόδοση αντίδρασης και μικρότερο όγκο εξοπλισμού.
- B)** Η αντίδραση ενός σταδίου γίνεται με απ' ευθείας χρήση οξειδίου του μαγνησίου (MgO) ή υδροξειδίου του μαγνησίου ($Mg(OH)_2$) και διοξειδίου του άνθρακα (CO_2), σε έναν μόνο αντιδραστήρα (μειώνονται οι απαιτήσεις εξοπλισμού). Το CO_2 μπορεί να προέλθει απ' ευθείας από μονάδα δέσμμευσης CO_2 από τα απαέρια οποιασδήποτε βιομηχανίας, αλλά και από οποιαδήποτε άλλη πηγή. Λόγω της αντίδρασης ενός σταδίου απαιτείται ο έλεγχος μόνο των παροχών του αιώρηματος και του αερίου και του ρυθμού περιστροφής για την παραγωγή υδρομαγνησίτη, ενώ σε αντιδράσεις περισσότερων σταδίων απαιτείται ο έλεγχος περισσότερων παραμέτρων δυσκολεύοντας την εύρεση και διατήρηση των συνθηκών που απαιτούνται για την παραγωγή του τελικού προϊόντος.
- C)** Η χρήση αντιδραστήρα ΠΚΛ για την αντίδραση ενός σταδίου οδηγεί σε απόδοση χρήσης CO_2 της τάξης του 94% (πολύ υψηλότερης σε σχέση με ΑΣΥΝΑΝ), οδηγεί σε ρυθμό παραγωγής υδρομαγνησίτη πολύ μεγαλύτερο σε σχέση με ΑΣΥΝΑΝ σε ίδιες συνθήκες, επιτρέπει την παραγωγή νανοσωματιδίων μέσου πάχους 31 – 69 nm χωρίς τη χρήση πρόσθετων χημικών.

30 **Αποκάλυψη της εφεύρεσης**

- [008]** Η εφεύρεση αφορά μια καινοτόμα μέθοδο για τη σύνθεση νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη σε ένα στάδιο μέσω μιας και μόνης αντίδρασης ενανθράκωσης υδατικών αιώρημάτων οξειδίου του μαγνησίου (MgO) σε αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης πληρωτικού υλικού.
- 35 Πρόκειται για μέθοδο παραγωγής νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη ($Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$.) που γίνεται με χημική αντίδραση ενός σταδίου ενανθράκωσης οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου κατά την οποία α) το ρεύμα που φέρει διοξείδιο του άνθρακα (CO_2) κατευθύνεται στο εσωτερικό ενός αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης, β) στο εσωτερικό του αντιδραστήρα έρχεται σε επαφή και
- 40 αντιδρά με αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου, γ) ο αντιδραστήρας περιστρέφεται και αναπτύσσεται φυγοκεντρικό πεδίο στο εσωτερικό του, δ) αλληλοεπιδρούν τα ρεύματα διοξειδίου του άνθρακα και αιώρηματος οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου καθ' ομορροή ή κατ' αντιρροή, η επαφή

των οποίων προάγει και αυξάνει την ταχύτητα της χημικής αντίδρασης ενανθράκωσης του αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή του υδροξειδίου του μαγνησίου και της πυρηνοποίησης υδρομαγνησίτη, με αποτέλεσμα την κρυστάλλωση του υδρομαγνησίτη.

- 5 Η πρώτη ύλη είναι ένυδρο αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου (MgO) ή υδροξειδίου του μαγνησίου ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) και CO_2 ανεξαρτήτως από την πηγή του. Η ελάχιστη συγκέντρωση του υδατικού αιωρήματος MgO είναι μεγαλύτερη από το όριο διαλυτότητάς του καθαρού MgO σε νερό (8.6 mg/l) στους 25°C . Ή αντίστοιχα, η
- 10 συγκέντρωση του υδροξειδίου του μαγνησίου είναι μεγαλύτερη από το όριο διαλυτότητας του καθαρού $\text{Mg}(\text{OH})_2$ στο νερό (6.54 mg/l) στους 25°C . Η ελάχιστη θερμοκρασία για την αντίδραση είναι 40°C . Η ελάχιστη ταχύτητα περιστροφής της ΠΚΛ είναι 10 rpm . Ο ελάχιστος λόγος ογκομετρικής παροχής υγρού/ ογκομετρική παροχή CO_2 είναι 0.01 .

- 15 Με τη μέθοδο επιτυγχάνεται μονοδιασπορά, έως και 100% καθαρότητα σε κρυσταλλική δομή υδρομαγνησίτη και επαναλαμβανόμενα και σταθερά κανονικές κατανομές πάχους νανασωματιδίων με μικρές τυπικές αποκλίσεις.

- Η μέθοδος μπορεί να εκτελεστεί σε διαλείπουσα ή συνεχή λειτουργία. Ο αντιδραστήρας, που χρησιμοποιείται για την εκτέλεση της μεθόδου των προηγούμενων αξιώσεων, χαρακτηρίζεται από το ότι περιλαμβάνει περιστρεφόμενη
- 20 κλίνη με πληρωτικό υλικό. Η αντίδραση της παρούσας μεθόδου μπορεί να επιτευχθεί σε πολλαπλούς αντιδραστήρες διατεταγμένους είτε σε σειρά, είτε παράλληλα με πολλαπλούς συνδυασμούς.

- Ένα απλοποιημένο και εποπτικό διάγραμμα ροής της διεργασίας που χρησιμοποιήθηκε για τα αποτελέσματα που παρουσιάζονται δίνεται στο Σχήμα 1. Σύμφωνα με μια γενική
- 25 περιγραφή αυτού, η παροχή μιας αέριας πηγής CO_2 (1) ρυθμίζεται με τη βοήθεια ενός ρυθμιστή παροχής αερίου (2) και κατευθύνεται στο εσωτερικό ενός αντιδραστήρα ΠΚΛ (3). Στο εσωτερικό του αντιδραστήρα ΠΚΛ έρχεται σε επαφή και αντιδρά με υδατικό αιώρημα της πρώτης ύλης (MgO ή $\text{Mg}(\text{OH})_2$) με ποικιλία αρχικών συγκεντρώσεων, το οποίο τροφοδοτείται από το δοχείο αντιδρώντων (4) με τη βοήθεια της αντλίας
- 30 αντιδρώντων (7) στο κέντρο του αντιδραστήρα ΠΚΛ. Ο τρόπος επαφής των δύο ρευμάτων (καθ' όμορροή ή κατ' αντιροή) παρουσιάζεται πιο αναλυτικά στα Σχήματα 3 και 4, αντίστοιχα. Η επαφή των δύο ρευμάτων κάτω από το αναπτυσσόμενο φυγοκεντρικό πεδίο του αντιδραστήρα ΠΚΛ προάγει και αυξάνει την ταχύτητα της χημικής αντίδρασης ενανθράκωσης του MgO και της πυρηνοποίησης υδρομαγνησίτη.

- 35 Το αναπτυσσόμενο φυγοκεντρικό πεδίο επιτρέπει η κρυστάλλωση του υδρομαγνησίτη να πραγματοποιείται υπό ήπιες συνθήκες λειτουργίας (ατμοσφαιρική πίεση και χαμηλή θερμοκρασία). Ταυτόχρονα αποφεύγεται η χρήση πρόσθετων για τον έλεγχο του pH και της ανάπτυξης μεγέθους των σωματιδίων, που είναι απαραίτητα με συμβατικό εξοπλισμό. Το αναπτυσσόμενο ρεύμα προϊόντων εγκαταλείπει το κέλυφος του
- 40 αντιδραστήρα από μια πλευρική οπή και συγκεντρώνεται προσωρινά στο δοχείο προϊόντων (5), από όπου ανακυκλώνεται με συνεχή τρόπο στο δοχείο αντιδρώντων, με τη βοήθεια της αντλίας προϊόντων (6). Με την έξοδο του από την ΠΚΛ το αέριο υποβάλλεται σε μέτρηση ογκομετρικής παροχής (8) και έπειτα εκλύεται στην

ατμόσφαιρα με έως και μηδενική περιεκτικότητα σε CO₂. Η θερμοκρασία της πειραματικής διάταξης επιβλέπεται με θερμοστοιχεία (12 και 13) τοποθετημένα στα αντίστοιχα δοχεία. Η εξαγωγή των πειραματικών αποτελεσμάτων γίνεται με δειγματοληψία από κατάλληλη θέση (14 ή 15 ή 16).

5 Περιγραφή των σχεδίων

[009] Το Σχήμα 1 αντιστοιχεί σε διαλείπουσα παραγωγή νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη. Ωστόσο δεν χαρακτηρίζει αποκλειστικά και μονοσήμαντα την εφεύρεση. Η αρίθμηση αντιστοιχεί στα εξής μέρη:

- 1) Πηγή CO₂, 2) Ρυθμιστής παροχής αερίου, 3) Αντιδραστήρας ΠΚΛ, 4) Δοχείο αντιδρώντων, 5) Δοχείο προϊόντος, 6) Αντλία εξόδου δοχείου προϊόντος, 7) Αντλία εξόδου δοχείου αντιδρώντος 8) Μετρητής ροής αερίου, 9) Τριοδική βάνα στο ρεύμα εξόδου του αντιδραστήρα ΠΚΛ, 10) Τριοδική βάνα στα ρεύμα εξόδου του δοχείου προϊόντος, 11) Τριοδική βάνα στα ρεύμα εξόδου του δοχείου αντιδρώντων, 12) Μετρητής θερμοκρασίας δοχείου αντιδρώντων, 13) Μετρητής θερμοκρασίας δοχείου προϊόντος, 14) Σημείο δειγματοληψίας από το ρεύμα εξόδου του δοχείου αντιδρώντων, 15) Σημείο δειγματοληψίας από το ρεύμα εξόδου του αντιδραστήρα ΠΚΛ μετά την τριοδική βάνα (φορά βέλους από τη βάνα προς το δοχείο) ή φόρτωσης του δοχείου 5 μέσω της τριοδικής βάνας με φρέσκο αιώρημα (φορά βέλους από το δοχείο προς τη βάνα), 16) Σημείο δειγματοληψίας από το ρεύμα εξόδου του δοχείου προϊόντος.

Εναλλακτικά ή σύμφωνα με τις ανάγκες της παραγωγής, σύμφωνα με τα χαρακτηριστικά της πρώτης ύλης κ.α., το διάγραμμα ροής θα μπορούσε να πάρει πιο σύνθετη και γενικευμένη μορφή, σύμφωνα με το Σχήμα 2.

- [010]** Το Σχήμα 2 παρουσιάζει μια διάταξη που περιλαμβάνει πολλαπλές ΠΚΛ, από όπου μπορούν να εξαχθούν πολλοί πιθανοί συνδυασμοί αντιδραστήρων και ρευμάτων για συνεχόμενη ή διαλείπουσα παραγωγή σε σειρά ή παράλληλα. Τα αριθμημένα τρίγωνα του σχήματος 2 αναπαριστούν ένα γενικό δοχείο/ συσκευή όπου μπορεί να γίνει ανάμιξη ρευμάτων που προέρχονται από οποιαδήποτε πηγή της διεργασίας με σκοπό τη χρήση τους στην ΠΚΛ ή την έξοδο από το σύστημα. Το αριθμημένα ημικυκλικά σχήματα του σχήματος 2 αναπαριστούν ένα γενικό δοχείο/ συσκευή από όπου μπορούν να αντληθούν από την ΠΚΛ και να διανεμηθούν ρεύματά προς οποιαδήποτε μέρος της διεργασίας ή να εισαχθούν συστατικά στο σύστημα. Το Σχήμα 2 παρουσιάζει καθαρά σε κάθε περίπτωση πως το κάθε ρεύμα οδηγείται από μια συσκευή διανομής σε μια συσκευή ανάμιξης.

- Η αρίθμηση αντιστοιχεί στα εξής μέρη:

- (17) ρεύμα εισερχόμενου αερίου CO₂, (18) συσκευή διανομής εισερχόμενου αερίου ρεύματος 17, (19) συσκευή ανάμιξης εισερχόμενων ρευμάτων αερίου 49 ή/και 50 ή/και 51 ή/και 67, (20) συσκευή ανάμιξης εισερχόμενων ρευμάτων αερίου 45 ή/και 52 ή/και 53 ή/και 64 ή/και 65 ή/και 66, (21) συσκευή διανομής αερίου ρεύματος εξόδου από αντιδραστήρα ΠΚΛ 26, (22) συσκευή ανάμιξης εισερχόμενων αερίων ρευμάτων 57 ή/και 46 ή/και 54 ή/και 64 ή/και 65 ή/και 66, (23) συσκευή διανομής αερίου ρεύματος εξόδου από αντιδραστήρα ΠΚΛ 27, (24) συσκευή ανάμιξης εισερχόμενων ρευμάτων αερίου 57 ή/και 46 ή/και 54 ή/και 64 ή/και 65 ή/και 66, (25) συσκευή

- διανομής αερίου ρεύματος εξόδου από αντιδραστήρα ΠΚΛ 28, (26) αντιδραστήρας ΠΚΛ, (27) αντιδραστήρας ΠΚΛ, (28) αντιδραστήρας ΠΚΛ, (29) αντιδραστήρας ΠΚΛ, (30) συσκευή ανάμειξης εισερχόμενων ρευμάτων αερίου 61 ή/και 60 ή/και 62 ή/και 59 ή/και 63 ή/και 58 ή/και 48 ή/και 91, (31) συσκευή διανομής αερίου ρεύματος εξόδου
- 5 από αντιδραστήρα ΠΚΛ 29, (32) συσκευή ανάμειξης εισερχόμενων ρευμάτων αιωρήματος/ υγρού 68 ή/και 71 ή/και 69 ή/και 86 ή/και 87 ή/και 88, (33) συσκευή διανομής εξερχόμενου ρεύματος αιωρήματος/ υγρού από αντιδραστήρα ΠΚΛ 26, (34) συσκευή ανάμειξης εισερχόμενων ρευμάτων αιωρήματος/ υγρού 80 ή/και 70 ή/και 77 ή/και ή/και 86 ή/και 87 ή/και 88, (35) συσκευή διανομής εξερχόμενου ρεύματος
- 10 αιωρήματος/ υγρού από αντιδραστήρα ΠΚΛ 27, (36) συσκευή ανάμειξης εισερχόμενων ρευμάτων αιωρήματος/ υγρού 81 ή/και 90 ή/και 78 ή/και 86 ή/και 87 ή/και 88, (37) συσκευή διανομής εξερχόμενου ρεύματος αιωρήματος/ υγρού ρεύματος από αντιδραστήρα ΠΚΛ 28, (38) συσκευή ανάμειξης εισερχόμενων ρευμάτων αιωρήματος/ υγρού 83 ή/και 84 ή/και 85 ή/και 79 ή/και 90, (39) συσκευή διανομής εξερχόμενου
- 15 αιωρήματος/ υγρού ρεύματος από αντιδραστήρα ΠΚΛ 29, (40) ρεύμα εισόδου ένυδρου αιωρήματος MgO , (41) συσκευή διανομής εισερχόμενων ρεύματος αιωρήματος/ υγρού 40, (42) συσκευή ανάμειξης εισερχόμενων ρευμάτων αιωρήματος/ υγρού 72 ή/και 73 ή/και 74 ή/και 89, (43) ρεύμα τελικού προϊόντος, (44) ρεύμα εξερχόμενου αερίου, (45) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 18, (46) ρεύμα εξερχόμενου αερίου
- 20 από συσκευή διανομής 18, (47) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 18, (48) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 18, (49) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 21, (50) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 23, (51) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 25, (52) ρεύμα εξερχόμενου αερίου εξόδου από συσκευή διανομής 23, (53) ρεύμα εξερχόμενου
- 25 αερίου από συσκευή διανομής 25, (54) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 25, (55) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 21, (56) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 23, (57) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 21, (58) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 21, (59) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 21, (60) ρεύμα εξερχόμενου αερίου
- 30 από συσκευή διανομής 25, (61) ρεύμα εισερχόμενου αερίου στην συσκευή ανάμειξης 30, (62) ρεύμα εισερχόμενου αερίου στην συσκευή ανάμειξης 30, (63) ρεύμα εισερχόμενου αερίου στην συσκευή ανάμειξης 30, (64) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 31, (65) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 31, (66) ρεύμα εξερχόμενου αερίου από συσκευή διανομής 31, (67) ρεύμα εξερχόμενου αερίου
- 35 από συσκευή διανομής 31, (68) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 35, (69) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 37, (70) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 37, (71) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 41, (72) ρεύμα εξερχόμενου
- 40 αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 33, (73) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 35, (74) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 37, (75) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 35, (76) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 33, (77) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 41, (78) ρεύμα

εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 41, (79) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 41, (80) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 33, (81) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 35, (82) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 37, (83) ρεύμα εισερχόμενου αιωρήματος/ υγρού στην συσκευή ανάμειξης 38, (84) ρεύμα εισερχόμενου αιωρήματος/ υγρού στην συσκευή ανάμειξης 38, (85) ρεύμα εισερχόμενου αιωρήματος/ υγρού στην συσκευή ανάμειξης 38, (86) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 39, (87) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 39, (88) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 37, (89) ρεύμα εξερχόμενου αιωρήματος/ υγρού από συσκευή διανομής 39, (90) ρεύμα εισερχόμενου αιωρήματος/ υγρού στην συσκευή ανάμειξης 38, (91) ρεύμα εισερχόμενου αερίου στην συσκευή ανάμειξης 30. Σε όλες τις περιπτώσεις εξόδου πολλαπλών ρευμάτων από συσκευή διανομής, αυτά δύνανται να έχουν ίσες ή διαφορετικές παροχές. Τα ρεύματα που έχουν διακεκομμένη γραμμή, ακολουθούμενη από τελεία αναπαριστούν εξαγωγή αερίου ή αιωρήματος/ υγρού από του αντιδραστήρες 26, 27, 28 και 29 ή από τις συσκευές ανάμειξης 19 και 42. Τα ρεύματα με διακεκομμένες τελείες είναι αναπαριστούν ανακύκλωση αερίου ή αιωρήματος υγρού. Τα ρεύματα με διακεκομμένη γραμμή αναπαριστούν εισαγωγή πρώτης ύλης αερίου ή αιωρήματος/ υγρού. Τα ρεύματα με συνεχή γραμμή αναπαριστούν τα απαραίτητα ρεύματα επίτευξης λειτουργίας ενός ή περισσότερων αντιδραστήρων σε σειρά. Οι τρεις συνεχόμενες τελείες ανάμεσα στους αντιδραστήρες 28 και 29 και στα ρεύματα 48 με 91, 58 με 63, 59 με 62, 61 με 60, 83 με 82, 84 με 76, 85 με 75, 90 με 79 αλλά και μετά από τα ρεύματα 66, 65, 64, 86, 87 και 88, καταδεικνύουν ότι μπορεί να υπάρχουν επιπρόσθετοι αντιδραστήρες ή/και συσκευές διανομής και ανάμειξης στο ενδιάμεσο.

Οι μαύρες συνεχείς γραμμές δείχνουν έναν ελάχιστο αριθμό ρευμάτων ώστε να λειτουργήσει ένα τέτοιο σύστημα σε σειρά, όπου π.χ. η έξοδος της ΠΚΛ 27 είναι είσοδος στην ΠΚΛ 28. Σε μια τέτοια περίπτωση μπορεί να επιτευχθεί το ίδιο αποτέλεσμα που επιτυγχάνεται με μια ΠΚΛ (π.χ. τα ίδια χαρακτηριστικά και αποδόσεις που αναφέρονται στα συνακόλουθα παραδείγματα 1 και 2), αλλά χρησιμοποιώντας μικρότερου μεγέθους ΠΚΛ. Κάτι τέτοιο μπορεί να είναι επιθυμητό σε περίπτωση που οι παροχές πρώτων υλών είναι πολύ μεγάλες και δεν είναι τεχνικά εφικτό ή συμφέρον να πραγματοποιηθεί η αντίδραση σε μια ΠΚΛ. Να σημειωθεί ότι η αντίδραση σε αυτή την περίπτωση παραμένει ενός σταδίου καθώς ολοκληρώνεται στην έξοδο της τελευταίας ΠΚΛ. Είναι δυνατόν επίσης το σύστημα να λειτουργήσει παράλληλα. Αυτό μπορεί να γίνει εισάγοντας πρώτες ύλες ανεξάρτητα σε διαφορετικές ΠΚΛ, με το προϊόν που παράγεται από κάθε ΠΚΛ να είναι το τελικό, χωρίς αυτό να εισάγεται σε επόμενη. Τα ρεύματα με διακεκομμένες τελείες αναπαριστούν ανακύκλωση και μπορούν να χρησιμοποιηθούν για να αυξήσουν την απόδοση της αντίδρασης μειώνοντας τον απαιτούμενο εξοπλισμό. Τα ρεύματα με διακεκομμένη γραμμή, ακολουθούμενη από τελεία αναπαριστούν εξαγωγή αερίου ή αιωρήματος/ υγρού από του αντιδραστήρες 26, 27, 28 και 29 και μπορούν να χρησιμοποιηθούν για να παρακάμψουν κάποιον συνακόλουθο αντιδραστήρα, αλλάζοντας τα χαρακτηριστικά του προϊόντος,

προσδίδοντας ευελιξία στην παραγωγή (π.χ. σε περιπτώσεις εξωγενών ή ενδογενών διαταραχών, αλλαγές στη ζήτηση κ.λ.π.). Η δυνατότητα εξαγωγής προϊόντος ή εισαγωγής πρώτης ύλης από ενδιάμεσες ΠΚΛ μπορεί να επιτρέψει την παραγωγή προϊόντων διαφορετικών ποιοτήτων, προσδίδοντας επίσης μεγάλη ευελιξία στην παραγωγή.

Το Σχήμα 2 αναπαριστά μια γενικευμένη δομή παραγωγής. Όπως προαναφέρθηκε, οι μαύρες συνεχόμενες γραμμές αναπαριστούν μια ελάχιστη απαίτηση για τη λειτουργία του συστήματος. Τα υπόλοιπα ρεύματα ροής υλικών μπορούν να συμπεριληφθούν ή να αγνοηθούν, οδηγώντας στην εξαγωγή μεγάλου πλήθους εφικτών δομών παραγωγής. Υπό αυτή την έννοια, οι γραμμές που αποτελούνται από τρεις τελείες, π.χ. ανάμεσα στους αντιδραστήρες 28 και 29, ή στα αντίστοιχα ρεύματα του σχήματος 2, αναπαριστούν τη δυνατότητα εισαγωγής και άλλων αντιδραστήρων ή/και ρευμάτων ροής ενδιάμεσα. Να σημειωθεί ότι από το σχήμα 2 μπορεί να προκύψει μια δομή παραγωγής που θα έχει την ίδια απόδοση λειτουργίας με την δομή του σχήματος 1. Συγκεκριμένα, το ρεύμα εξόδου από την πηγή CO₂ 1 και εισαγωγής του στην συσκευή 3 του Σχήματος 1, είναι ισοδύναμο με την σειρά ρευμάτων-συσκευών 17, 18, 45, 26 του σχήματος 2. Το ρεύμα που εξέρχεται από το κάτω μέρος της συσκευής 3 και οδηγείται στο δοχείο 5 και εξέρχεται από αυτό το δοχείο και στη συνέχεια οδηγείται στο δοχείο 4 και πάλι στη συσκευή 3 στο σχήμα 1, είναι ισοδύναμο με το ρεύμα που εξέρχεται από τον αντιδραστήρα 26 του σχήματος 2 και οδηγείται στη σειρά συσκευών-ρευμάτων 33, 80, 34, 27, 35, 68, 32, 26, όπου η συσκευή 27 δεν λειτουργεί, αλλά η ροή εξόδου από τη συσκευή ανάμειξης 27 και εισόδου στη συσκευή διανομής 35 απλά περνάει μέσα από την συσκευή 27. Με άλλα λόγια η συσκευή 27 απλά συμβολίζει την ένωση των ρευμάτων εξόδου της 34 και εισόδου στην 35. Το ρεύμα του σχήματος 1 που εξέρχεται από τη συσκευή 3, εισέρχεται στη συσκευή 8 και εξέρχεται από αυτή είναι ισοδύναμο με το ρεύμα που εξέρχεται από τον αντιδραστήρα 26 του σχήματος 2 και οδηγείται στη σειρά συσκευών ρευμάτων 21, 49, 19, 44. Στο σχήμα 1, η φόρτωση με φρέσκο αιώρημα γίνεται μέσω του δοχείου 15 και της βάνας 9, οδηγώντας το ρεύμα στο δοχείο 5. Αντιστοίχως στο σχήμα 2 αυτό μπορεί να γίνει μέσω της σειράς ρευμάτων-συσκευών 40, 41, 71, 32. Στο σχήμα 2 ο βοηθητικός εξοπλισμός αντλιών, βανών και μετρητικών παραλείπεται γιατί θεωρείται ότι θα είναι διαθέσιμα και θα χρησιμοποιηθούν χωρίς να αλλάζει κάτι στο τελικό προϊόν.

Παράδειγμα δομής με τρεις ΠΚΛ και ρεύματα ανακύκλωσης και παράκαμψης για λειτουργία σε σειρά: Μια τέτοια δομή μπορεί να αποτελείται από τη σειρά ρευμάτων-συσκευών 17, 18, 45, 20, 26, 21, 57, 22, 27, 23, 56, 24, 28, 25, 51, 19, 44 για τη μεριά του αερίου. Αντίστοιχα για τη μεριά του αιωρήματος/ υγρού μπορεί να αποτελείται από ρευμάτων-συσκευών 40, 41, 71, 32, 26, 33, 80, 34, 27, 35, 81, 36, 28, 37, 74, 42, 43. Επίσης, υποθέτοντας ρεύμα παράκαμψης του αντιδραστήρα 27 για το αέριο, προστίθεται η σειρά ρευμάτων-συσκευών 26, 21, 55, 24, 28. Υποθέτοντας ρεύμα ανακύκλωσης από τον αντιδραστήρα 28 στον 26 για το αιώρημα/ υγρό, προστίθεται η σειρά ρευμάτων-συσκευών 28, 37, 69, 32, 26.

Παράδειγμα δομής παράλληλης λειτουργίας με δύο ΠΚΛ: Μια τέτοια δομή μπορεί να αποτελείται από τη σειρά ρευμάτων-συσκευών 17, 18, 45, 20, 26, 21, 49, 19, 44 και

17, 18, 46, 22, 27, 23, 50, 19, 44 για το αέριο. Αντίστοιχα για το αιώρημα-υγρό 40, 41, 71, 32, 26, 33, 72, 42, 43 και 40, 41, 77, 34, 27, 35, 73, 42, 43.

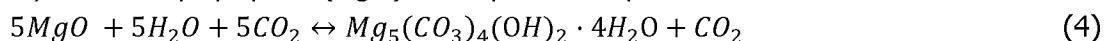
Με αντίστοιχους συνδυασμούς μπορεί να προκύψει μεγάλο πλήθος δομών. Να σημειωθεί ότι το Σχήμα 2 μπορεί να περιλαμβάνει διατάξεις ομορροής ή αντιροής ή
 5 ταυτόχρονα και τις δύο, εφόσον αυτό είναι επιθυμητό. Η ομορροή και η αντιροή καθορίζονται από την εσωτερική διάταξη των ΠΚΛ 26, 27, 28, 29 του σχήματος 2 που περιγράφεται στα σχήματα 3 και 4. Η περίπτωση ταυτόχρονης ομορροής και αντιροής αναφέρεται στη δυνατότητα να υπάρχει τουλάχιστον μια ή περισσότερες ΠΚΛ στο
 10 διάγραμμα του σχήματος 2 που λειτουργεί κατ' ομορροή και αντίστοιχα μια ή περισσότερες ΠΚΛ στο ίδιο διάγραμμα που λειτουργεί κατ' αντιροή.

[011] Στο Σχήμα 3 παρουσιάζεται το υπόδειγμα ροής που αναπτύσσεται εντός του αντιδραστήρα ΠΚΛ, όταν αυτός λειτουργεί καθ' ομορροή. Ο όρος «ομορροή» σημαίνει ότι και το αιώρημα και το αέριο τροφοδοτούνται από το κεντρικό σωληνοειδές (94), εισάγονται και διαπερνούν το πληρωτικό υλικό (96) με την ίδια ακτινική κατεύθυνση
 15 προς το κέλυφος της ΠΚΛ (97). Συγκεκριμένα, το αιώρημα της πρώτης ύλης τροφοδοτείται μέσω της αντλίας αντιδρώντων στο κέντρο του αντιδραστήρα, από τον εσωτερικό σωλήνα του σωληνοειδούς (94), εκρέει από τον διανομέα (95) και διαβρέχει το πληρωτικό υλικό (96) ακτινικά και προς το κέλυφος (97). Συγκεντρώνεται στο κάτω μέρος του κελύφους, από όπου μέσω οπής εξόδου (99) εγκαταλείπει τον
 20 αντιδραστήρα. Ταυτόχρονα η αέρια πηγή CO₂ τροφοδοτείται στον αντιδραστήρα ΠΚΛ από τον εξωτερικό σωλήνα του σωληνοειδούς. Μέσω της μετόπης του σωληνοειδούς αποκτά πρόσβαση στον χώρο μεταξύ διανομέα και πληρωτικού υλικού. Διαρρέει το πληρωτικό υλικό κάτω από την επίδραση μικρής βαθμίδας πίεσης με κατεύθυνση προς το κέλυφος της ΠΚΛ. Τελικά, το μέρος της αέριας πηγής CO₂ που δεν δεσμεύτηκε μέσω
 25 αντίδρασης στο αιώρημα της πρώτης ύλης εγκαταλείπει τον αντιδραστήρα από πλευρική οπή του κελύφους (98). Εκτός από τα παραπάνω, στο σχήμα 3 φαίνεται η πλευρική οπή κελύφους - έξοδος υγρού και ο άξονας περιστροφής ρότορα (100).

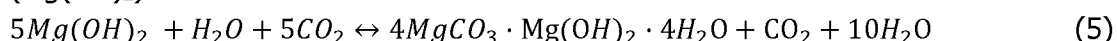
[012] Στο Σχήμα 4 παρουσιάζεται το υπόδειγμα ροής που αναπτύσσεται εντός του αντιδραστήρα ΠΚΛ, όταν αυτός λειτουργεί κατ' αντιροή. Ο όρος «αντιροή» σημαίνει
 30 ότι το αιώρημα εισάγεται (101) από το κεντρικό σωληνοειδές (103) και διαρρέει το πληρωτικό υλικό (105) με κατεύθυνση προς το κέλυφος (106), ενώ το αέριο εισάγεται από την πλευρική οπή (102) στο κέλυφος (106), διαρρέει το πληρωτικό υλικό προς το κέντρικό σωληνοειδές (103) και εγκαταλείπει την διάταξη από την έξοδο του αερίου (108). Συγκεκριμένα, αιώρημα της πρώτης ύλης τροφοδοτείται μέσω της αντλίας
 35 αντιδρώντων στο κέντρο του αντιδραστήρα, από τον εσωτερικό σωλήνα του σωληνοειδούς (103), εκρέει από τον διανομέα (104) και διαβρέχει το πληρωτικό υλικό (105) ακτινικά και προς το κέλυφος (106). Συγκεντρώνεται στο κάτω μέρος του κελύφους, από όπου μέσω οπής εξόδου (107) η ροή εγκαταλείπει τον αντιδραστήρα. Ταυτόχρονα η αέρια πηγή CO₂ τροφοδοτείται στον αντιδραστήρα ΠΚΛ από πλευρική
 40 οπή του κελύφους (102). Αφού καταλάβει τον διαθέσιμο όγκο εσωτερικά του κελύφους, υπό την επίδραση μικρής βαθμίδας πίεσης διαρρέει το πληρωτικό υλικό με κατεύθυνση προς το κέντρο, όπου βρίσκεται ο διανομέας. Εισέρχεται, μέσω της μετόπης του διανομέα, στον εξωτερικό σωλήνα του σωληνοειδούς, από όπου τελικά

εγκαταλείπει τον αντιδραστήρα ΠΚΛ (108). Όλο το σύστημα περιστρέφεται γύρω από τον άξονα περιστροφής ρότορα (101).

- 5 Στην επιφάνεια του πληρωτικού υλικού έρχονται σε επαφή το αιώρημα της πρώτης ύλης (οξειδίο ή υδροξείδιο του μαγνησίου) και η αέρια πηγή CO₂. Με την επαφή πραγματοποιείται η αντίδραση δέσμευσης του CO₂ και σχηματίζεται υδρομαγνησίτης. Η αντίδραση ενός σταδίου που συμβαίνει όταν η πρώτη ύλη είναι υδατικό αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου (MgO) είναι η ακόλουθη:



- 10 Αντίστοιχα, όταν η πρώτη ύλη είναι υδατικό αιώρημα υδροξειδίου του μαγνησίου (Mg(OH)₂) είναι:



- Η πρόοδος της αντίδρασης επιβλέπεται με παρακολούθηση και καταγραφή του pH και της θερμοκρασίας του ρεύματος των αντιδρώντων, με συλλογή δείγματος αιωρήματος σε τακτά χρονικά διαστήματα. Ταυτόχρονα παρακολουθείται και καταγράφεται η ογκομετρική παροχή του CO₂ στην έξοδο, και υπολογίζεται η κατανάλωση CO₂. Η λειτουργία της διάταξης διακόπτεται (διακοπή τροφοδοσίας CO₂ και κυκλοφορίας αιωρήματος) όταν διαπιστωθεί ότι το αιώρημα έχει εξουδετερωθεί πλήρως, δηλαδή όταν η τιμή του pH γίνει ίση με 7. Αυτό σημαίνει ότι η πρώτη ύλη έχει μετατραπεί εξολοκλήρου σε υδρομαγνησίτη. Συλλέγεται μια τελική ποσότητα δείγματος, από την οποία παραλαμβάνεται το στερεό προϊόν του υδρομαγνησίτη με διήθηση. Το στερεό προϊόν κατόπιν ξηραίνεται σε πυριαντήριο σε ατμόσφαιρα αέρα. Το ξηρό, στερεό προϊόν του υδρομαγνησίτη που παραλαμβάνεται σε μορφή κόνης υποβάλλεται στη συνέχεια σε χαρακτηρισμό δομής και ιδιοτήτων.

- Δίνονται ενδεικτικά τα ακόλουθα παραδείγματα εφαρμογής της παρούσας εφεύρεσης. Η εφεύρεση δεν περιορίζεται σε αυτά. Οι φυσικοχημικές ιδιότητες των σωματιδίων του υδρομαγνησίτη προσδιορίστηκαν με τις μεθόδους που αναφέρονται στη συνέχεια.

- (1) Ταυτοποίηση σύστασης με περιθλασιμετρία ακτίνων Χ και φασματοσκοπία φθορισμού. Ταυτοποίηση περιεχόμενου ανθρακικών με θερμοσταθμική ανάλυση
- 30 (2) Μορφολογία σωματιδίων με ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης
- (3) Μέγεθος σωματιδίων με δυναμική σκέδαση φωτός και ανάλυση πάχους σωματιδίων με λογισμικό επεξεργασίας εικόνων ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης Image J
- (4) Κατανομή μεγέθους σωματιδίων με περιθλασιμετρία ακτίνων λέιζερ σε νερό
- 35 (5) Ειδική επιφάνεια με ρόφηση αζώτου
- (6) Πορώδες και χαρακτηριστικά πορώδους (ολικός όγκος πόρων, μικροπορώδες και μέσο μέγεθος πόρων) με ποροσιμετρία αζώτου
- (7) Ογκική πυκνότητα κόνεος (ελεύθερη) με συμβατική μέθοδο μετά από μερική αποσυσσωμάτωση

- 40 **[013]** Το σχήμα 5 είναι ένα διάγραμμα που δείχνει τη μεταβολή το pH του αιωρήματος με το χρόνο αντίδρασης.

[014] Το σχήμα 6 είναι ένα ακτινογράφημα περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ που ταυτοποιεί τη δομή του υδρομαγνησίτη στο προϊόν που περιγράφεται στο Παράδειγμα 2.

5 **[015]** Το σχήμα 7 είναι το αρνητικό μίας φωτογραφίας από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης ενός προϊόντος που προήλθε από την πειραματική διαδικασία που περιγράφεται στο Παραδείγμα 2. Διακρίνονται τα φυλλόμορφα σωματίδια δύο διαστάσεων πάχους μερικών νανομέτρων. Τα στοιχεία/ ρυθμίσεις κατά την λήψη της φωτογραφίας είναι τα εξής: SED 20.0 kV, WD: 10.6 mm, Std.-PC: 40.0, HighVac: x5,000, STD 7156.

10 **[016]** Το σχήμα 8 είναι ένα διάγραμμα που δείχνει την κατανομή μεγέθους σωματιδίων με μέση τιμή πάχους 61 nm για προϊόν που συντέθηκε με συνδυασμό λειτουργικών παραμέτρων στο εύρος που περιγράφεται στο Παράδειγμα 2.

15 **[017]** Το σχήμα 9 είναι ένα διάγραμμα που δείχνει την κατανομή μεγέθους σωματιδίων με μέση τιμή πάχους 44 nm για προϊόν που συντέθηκε με διαφορετικό συνδυασμό λειτουργικών παραμέτρων στο εύρος που περιγράφεται στο Παράδειγμα 2.

Πραγματοποίηση της εφεύρεσης

[018] Παράδειγμα 1: Παραγωγή υδρομαγνησίτη από αιώρημα MgO σε ένα στάδιο

20 Ποσότητα 30 L αιωρήματος MgO, συγκέντρωσης 10 - 50 g/L, εισάγονται στο σύστημα. Γίνεται θέρμανση με ταυτόχρονη κυκλοφορία του αιωρήματος μέσα στην διάταξη μέχρι επίτευξης της ελάχιστης επιθυμητής θερμοκρασίας αντίδρασης. Εφαρμόζεται ταχύτητα περιστροφής στο εύρος 600 – 1800 rpm. Προστίθεται αέρια πηγή CO₂ σύστασης 5 – 100 % κατ' όγκο. Η παροχή του αερίου ρεύματος που φέρει CO₂

25 ρυθμίζεται έτσι ώστε ο λόγος [ογκομετρικής παροχής υγρού/ογκομετρική παροχή αερίου] ή [Y/A] να βρίσκεται στο εύρος 0.57 – 1.58. Η πίεση εντός του αντιδραστήρα περιστρεφόμενης κλίνης είναι ατμοσφαιρική. Καταγράφεται η μεταβολή του pH του αιωρήματος στην έξοδο του αντιδραστήρα (το pH ακολουθεί φθίνουσα πορεία από την αρχική τιμή pH 9.8 – 10). Καταγράφεται η παροχή CO₂ στην έξοδο (αντιστοιχεί

30 στο CO₂ που δεν αντέδρασε). Η κυκλοφορία του αιωρήματος και η τροφοδοσία αερίου συνεχίζεται έως ότου εξουδετερωθεί το pH και το αιώρημα γίνει ελαφρώς όξινο (pH 6.5 < pH < 7). Ο χρόνος αντίδρασης ποικίλλει (80 - 250 min) ανάλογα με τις επιλεγόμενες λειτουργικές συνθήκες. Η απόδοση χρήσης του CO₂ ποικίλλει επίσης ανάλογα με τις λειτουργικές συνθήκες, αλλά παραμένει σταθερά υψηλή (92.2 % – 99.5 %) σε

35 αντίθεση με την περίπτωση όπου ο υδρομαγνησίτης παράγεται με συμβατικό εξοπλισμό (ΑΣΥΝΑΝ). Στο τέλος συγκεντρώνεται δείγμα αιωρήματος από το δοχείο προϊόντος και το στερεό προϊόν απομακρύνεται με φίλτραυση. Ακολουθεί ξήρανση σε θερμοκρασία 105 – 120 °C στον αέρα.

40 Η ανάλυση με ακτίνες Χ επιβεβαιώνει τη χημική σύσταση του υδρομαγνησίτη, με ποσοστό ανθρακικών 35.7 – 37.8 %. Η ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης δείχνει πρωτογενή σωματίδια φυλλόμορφης μορφολογίας (δισδιάστατα φύλλα) οργανωμένα σε δευτερογενείς σφαιρικές συστάδες (ενθυλακωμένες δομές). Τα πρωτογενή σωματίδια του υδρομαγνησίτη παρουσιάζουν μέσο πάχος 31 – 69 nm, μέσο πλάτος

2.5-3.0 μm με τυπικές αποκλίσεις κατανομής 6.77-14.62 nm. Η διάσταση του πάχους μεταβάλλεται ανάλογα με τις λειτουργικές συνθήκες, κυρίως ανάλογα με την ταχύτητα περιστροφής και το λόγο $[Y/A]$. Στο ίδιο εύρος λειτουργικών συνθηκών το προϊόν χαρακτηρίζεται από ελεύθερη ογκική πυκνότητα 51 – 173 g/cm^3 , ειδική επιφάνεια 19 – 40 m^2/g , μέσο όγκο πόρων 0.08 – 0.17 cm^3/g .

[019] Παράδειγμα 2 : Διαφορετικές συνθήκες

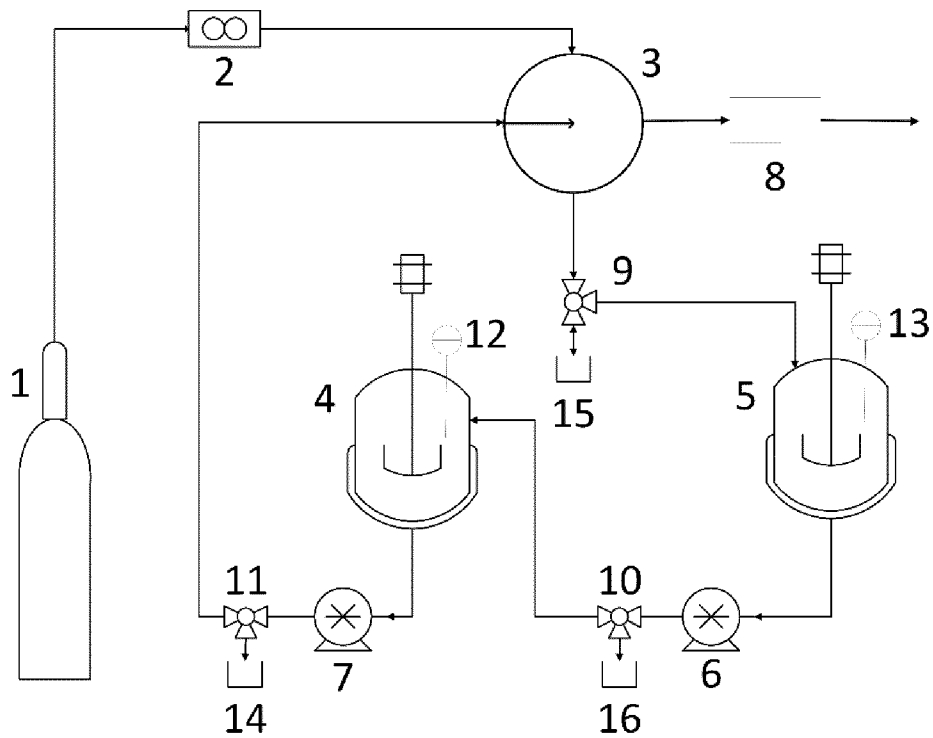
Ποσότητα 30 L αιωρήματος MgO (30 g/L) εισάγονται στο σύστημα. Γίνεται θέρμανση με ταυτόχρονη κυκλοφορία του αιωρήματος μέσα στη διάταξη μέχρι επίτευξης επιθυμητής ελάχιστης θερμοκρασίας αντίδρασης. Εφαρμόζεται ταχύτητα περιστροφής στο εύρος 600 – 1800 rpm. Προστίθεται αέρια πηγή CO_2 σύστασης 100 % κατ' όγκον, με παροχή τόση ώστε ο λόγος Y/A [ογκομετρική παροχή υγρού/ογκομετρική παροχή αερίου] να βρίσκεται στο εύρος 0.57 – 1.58, προτιμητέα στο εύρος 0.9 – 1.58. Καταγράφεται η μεταβολή του pH του αιωρήματος στην έξοδο του αντιδραστήρα (το pH ακολουθεί φθίνουσα πορεία από την αρχική τιμή pH 9.8 – 10) (Σχήμα 5). Στο τέλος συγκεντρώνεται δείγμα αιωρήματος και το στερεό προϊόν απομακρύνεται με φίλτρανση. Ακολουθεί έκπλυση με νερό και ξήρανση σε θερμοκρασία 105 – 120 $^{\circ}\text{C}$, προτιμητέα στο εύρος 105-110 $^{\circ}\text{C}$. Η ανάλυση με ακτίνες X επιβεβαιώνει τη χημική σύσταση του υδρομαγνησίτη (Σχήμα 6), ενώ η ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης δείχνει πρωτογενή σωματίδια φυλλόμορφης μορφολογίας (δισδιάστατα φύλλα) οργανωμένα σε δευτερογενείς σφαιρικές συστάδες (ενθυλακωμένες) δομές (Σχήμα 7). Κάτω από αυτή τη θερμοκρασία αντίδρασης τα πρωτογενή σωματίδια του υδρομαγνησίτη παρουσιάζουν μέσο πάχος 61 nm (Σχήμα 8), με εύρος κατανομής μεγέθους για τα διάφορα προϊόντα στο διάστημα 25 – 53 nm, μέσο πλάτος 2.5 – 3.0 μm και τυπική απόκλιση κατανομής 6.77 nm. Η απόδοση χρήσης του CO_2 κυμαίνεται στο εύρος 96.2 % - 99.5 %. Με διαφορετικό συνδυασμό λειτουργικών παραμέτρων (ταχύτητας περιστροφής και λόγου $[Y/A]$) εντός του ίδιου εύρους, λαμβάνεται προϊόν με κατανομή σωματιδίων με μέσο πάχος 44 nm (Σχήμα 9). Να σημειωθεί ότι για τα εύρη συνθηκών που αναφέρονται στα δύο παραδείγματα έχουν επιτευχθεί, επιπροσθέτως των Σχημάτων 8 και 9, σταθερά και επαναλαμβανόμενα αντίστοιχες κανονικές κατανομές πάχους νανοσωματιδίων με μικρές τυπικές αποκλίσεις.

ΑΞΙΩΣΕΙΣ

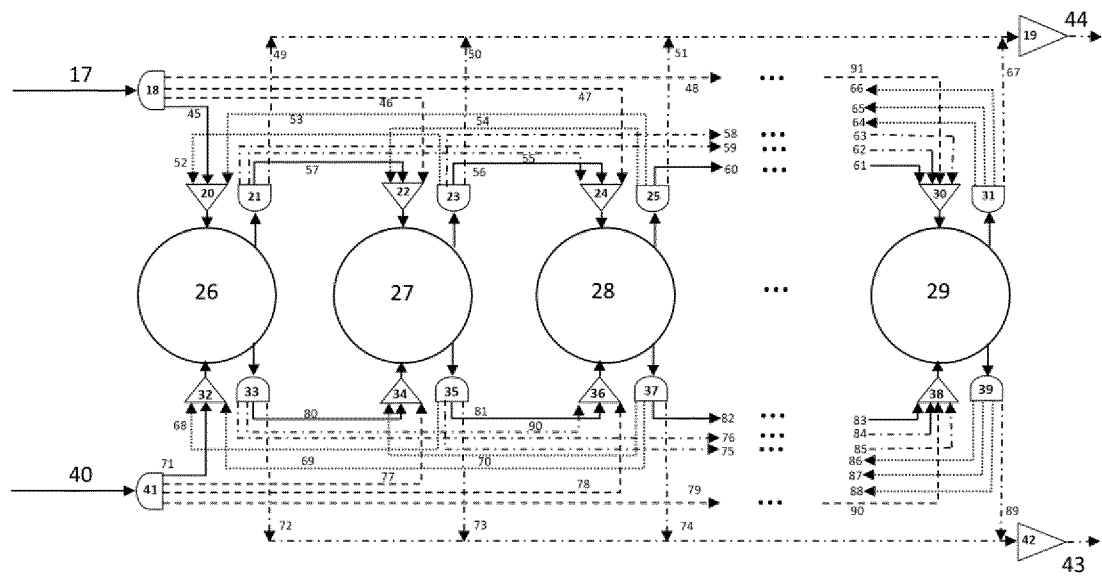
1. Μέθοδος παραγωγής νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη ($Mg_5(CO_3)_4(OH)_2 \cdot 4H_2O$) που χαρακτηρίζεται από χημική αντίδραση ενός σταδίου ενανθράκωσης οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου κατά την οποία α) γίνεται ανάμιξη και αντίδραση ρεύματος που φέρει διοξείδιο του άνθρακα (CO_2) με
5 αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου, β) γίνεται περιστροφή του μίγματος με το ρεύμα διοξειδίου του άνθρακα και το αιώρημα οξειδίου ή υδροξειδίου του μαγνησίου περιστρέφονται στο εσωτερικό ενός αντιδραστήρα, όπου αναπτύσσεται φυγοκεντρικό πεδίο, γ) αλληλοεπιδρούν τα ρεύματα διοξειδίου του άνθρακα και αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή
10 υδροξειδίου του μαγνησίου καθ' ομορροή ή κατ' αντιρροή, η επαφή των οποίων προάγει και αυξάνει την ταχύτητα της χημικής αντίδρασης ενανθράκωσης του αιωρήματος οξειδίου του μαγνησίου ή του υδροξειδίου του μαγνησίου και της πυρηνοποίησης υδρομαγνησίτη, με αποτέλεσμα την κρυστάλλωση του υδρομαγνησίτη.
- 15 2. Μέθοδος σύμφωνα με την αξίωση 1, χαρακτηριζόμενη από το ότι η πρώτη ύλη είναι ένυδρο αιώρημα οξειδίου του μαγνησίου (MgO) ή υδροξειδίου του μαγνησίου ($Mg(OH)_2$) και CO_2 ανεξαρτήτως από την πηγή του.
3. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, χαρακτηριζόμενη από το ότι η ελάχιστη συγκέντρωση του υδατικού αιωρήματος MgO είναι μεγαλύτερη από
20 το όριο διαλυτότητάς του καθαρού MgO σε νερό (8.6 mg/l) στους $25^\circ C$ ή αντίστοιχα, η συγκέντρωση του υδροξειδίου του μαγνησίου είναι μεγαλύτερη από το όριο διαλυτότητας του καθαρού $Mg(OH)_2$ στο νερό (6.54 mg/l) στους $25^\circ C$.
4. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, χαρακτηριζόμενη από το ότι
25 η ελάχιστη θερμοκρασία για την αντίδραση είναι $40^\circ C$.
5. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, χαρακτηριζόμενη από το ότι η ελάχιστη ταχύτητα περιστροφής της κλίνης του αντιδραστήρα είναι 10 rpm .
6. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, χαρακτηριζόμενη από το ότι ο
30 ελάχιστος λόγος ογκομετρικής παροχής υγρού/ ογκομετρική παροχή CO_2 είναι 0.01 .
7. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, χαρακτηριζόμενη από το ότι επιτυγχάνεται μονοδιασπορά, έως και 100% καθαρότητα σε κρυσταλλική δομή υδρομαγνησίτη και επαναλαμβανόμενα και σταθερά κανονικές κατανομές πάχους νανασωματιδίων με μικρές τυπικές αποκλίσεις.

8. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, χαρακτηριζόμενη από το ότι η μέθοδος μπορεί να εκτελεστεί σε διαλείπουσα ή συνεχή λειτουργία.
9. Μέθοδος σύμφωνα με τις προηγούμενες αξιώσεις, όπου η αντίδραση μπορεί να επιτευχθεί σε πολλαπλούς αντιδραστήρες διατεταγμένους είτε σε σειρά, είτε
5 παράλληλα με πολλαπλούς συνδυασμούς.
10. Σύστημα, που χρησιμοποιείται για την εκτέλεση της μεθόδου των προηγούμενων αξιώσεων, αποτελείται από πηγή CO₂ (1), ρυθμιστή παροχής αερίου (2), αντιδραστήρα (3), δοχείο αντιδρώντων (4), δοχείο προϊόντος (5), αντλία εξόδου δοχείου προϊόντος (6), αντλία εξόδου δοχείου αντιδρώντος (7),
10 μετρητή ροής αερίου (8), τριοδική βάνα στο ρεύμα εξόδου του αντιδραστήρα (9), τριοδική βάνα στα ρεύμα εξόδου του δοχείου προϊόντος (10), τριοδική βάνα στα ρεύμα εξόδου του δοχείου αντιδρώντων (11), μετρητή θερμοκρασίας δοχείου αντιδρώντων (12), μετρητή θερμοκρασίας δοχείου προϊόντος (13), σημείο δειγματοληψίας από το ρεύμα εξόδου του δοχείου αντιδρώντων (14), σημείο
15 δειγματοληψίας από το ρεύμα εξόδου του αντιδραστήρα (15) μετά την τριοδική βάνα (φορά βέλους από τη βάνα προς το δοχείο) ή φόρτωσης του δοχείου 5 μέσω της τριοδικής βάνας με φρέσκο αιώρημα (φορά βέλους από το δοχείο προς τη βάνα), σημείο δειγματοληψίας από το ρεύμα εξόδου του δοχείου προϊόντος (16) και χαρακτηρίζεται από το ότι ο αντιδραστήρας (3) διαθέτει περιστρεφόμενη
20 κλίνη με πληρωτικό υλικό (96) ή (105).

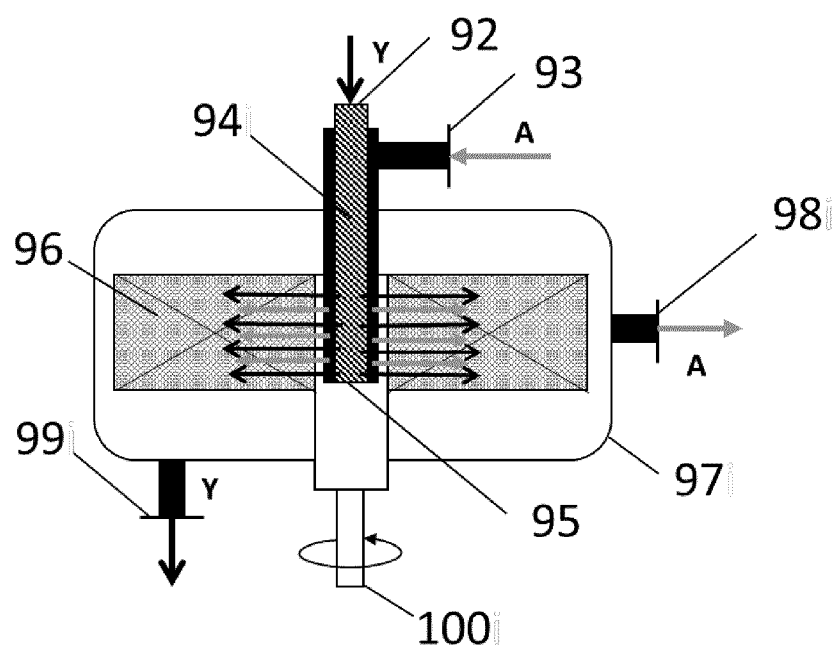
ΣΧΕΔΙΑ



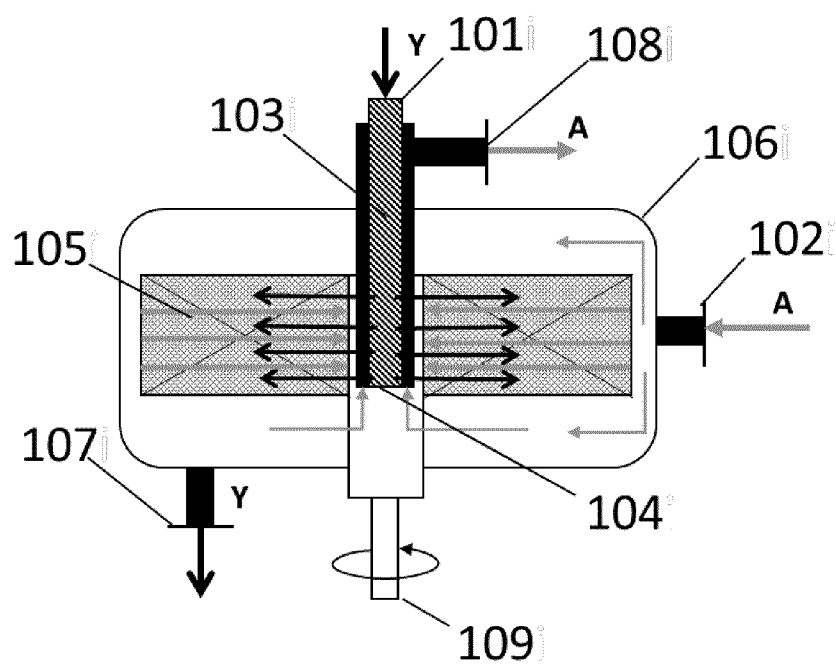
ΣΧΗΜΑ 1



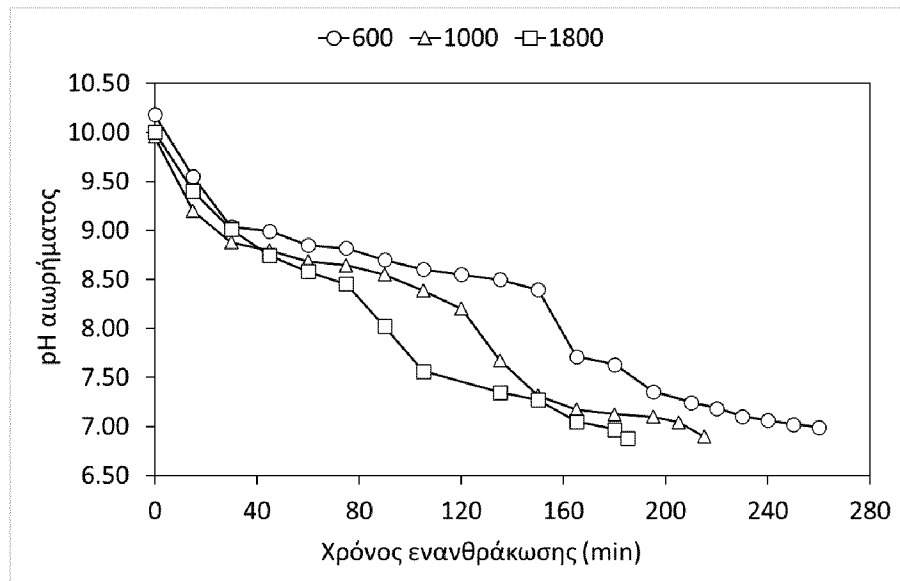
ΣΧΗΜΑ 2



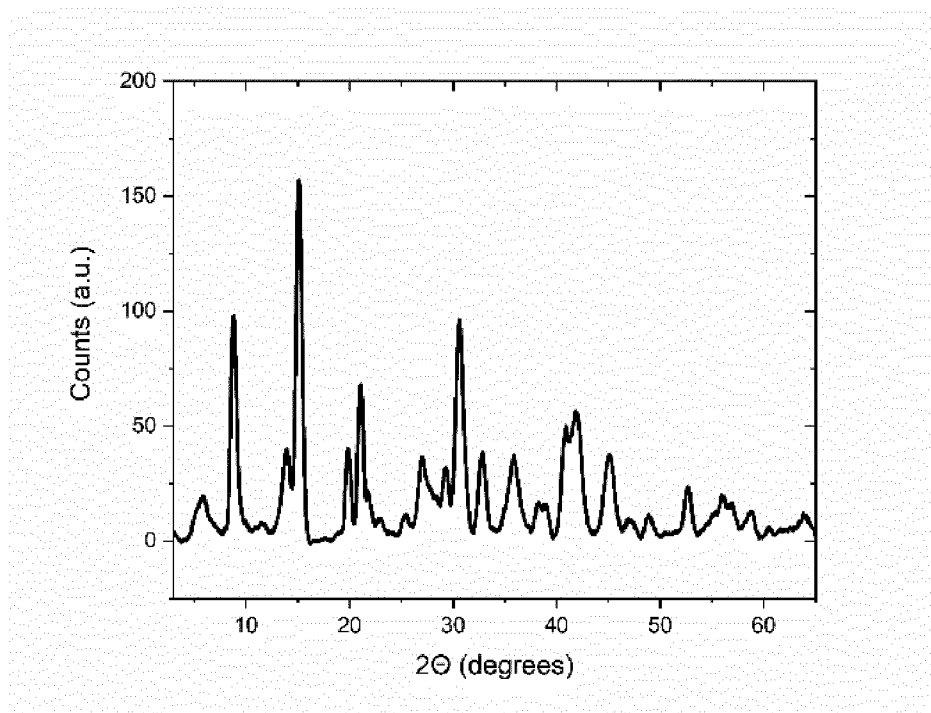
ΣXHMA 3



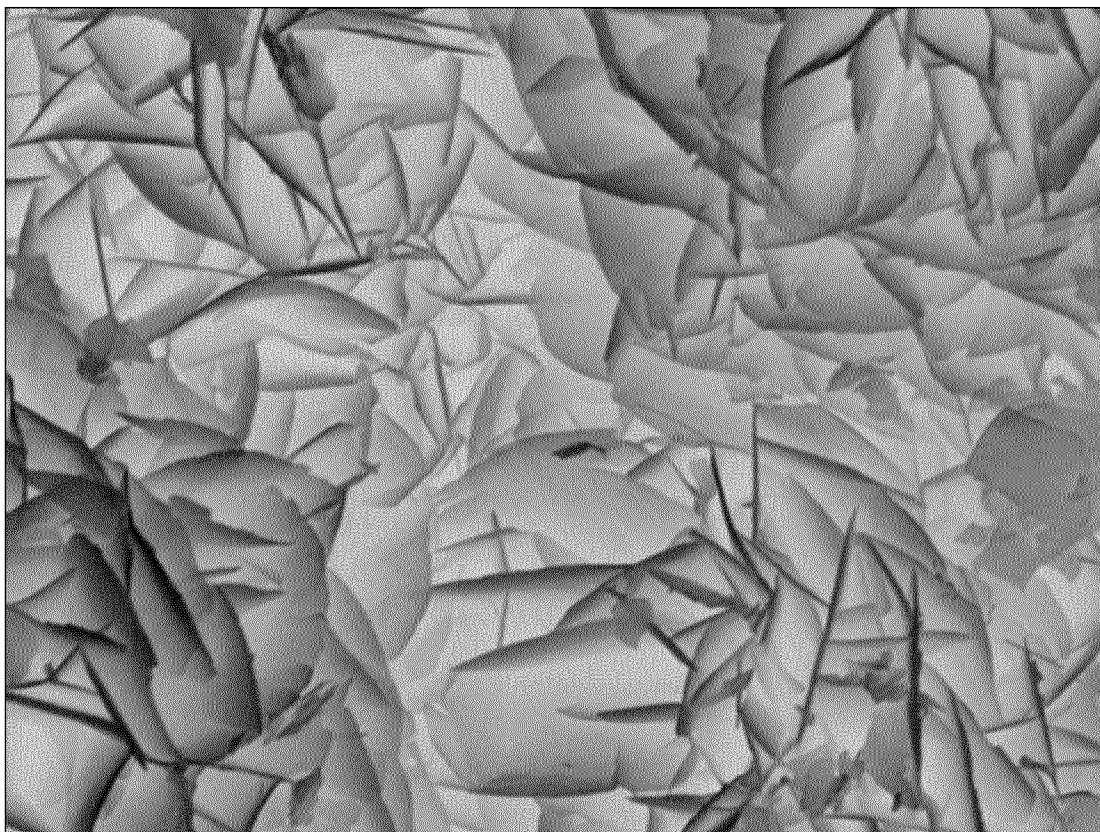
ΣXHMA 4



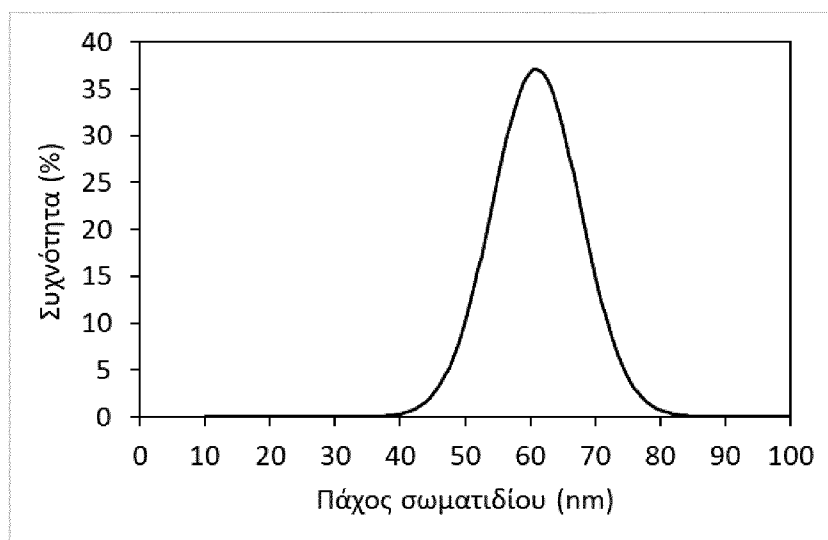
ΣΧΗΜΑ 5



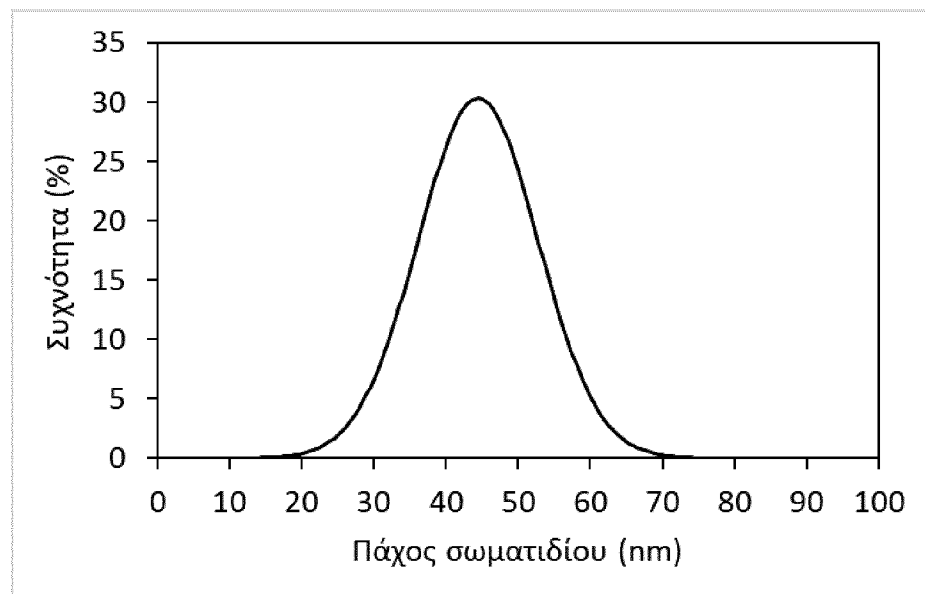
ΣΧΗΜΑ 6



ΣΧΗΜΑ 7



ΣΧΗΜΑ 8



ΣΧΗΜΑ 9



ΟΡΓΑΝΙΣΜΟΣ
ΒΙΟΜΗΧΑΝΙΚΗΣ
ΙΔΙΟΚΤΗΣΙΑΣ

ΕΚΘΕΣΗ ΕΡΕΥΝΑΣ

Αριθμός αίτησης

20230100390

ΕΓΓΡΑΦΑ ΘΕΩΡΟΥΜΕΝΑ ΩΣ ΣΧΕΤΙΚΑ			
Κατηγορία	Σχετικό έγγραφο με επισήμανση, όπου χρειάζεται, των σχετικών παραγράφων	Σχετικό με αξίωση	Διεθν. Ταξινόμηση Int. Cl. 01/01/2023(AL)
DX	CN102424409 A / UNIV BEIJING CHEMICAL 25.04.2012	10	
DA	* ολόκληρο το έγγραφο *	1-9	
DA	AU2018222897 A1 / COOGEE MINERALS PTY 02.05.2019 * ολόκληρο το έγγραφο *	1-9	C01F 5/24 B01J 19/28 B01J 19/18
DA	WO2015/154194 A1 / KARNALYTE RESOURCES INC 15.10.2015 * ολόκληρο το έγγραφο *	1-9	
DA	US2014/004347 A1 / POHL MICHAEL ET AL. 02.01.2014 * ολόκληρο το έγγραφο *	1-9	
Τα αναφερόμενα έγγραφα έχουν σταλεί στον πληρεξούσιο Δικηγόρο.			Τεχνικά πεδία που ερευνήθηκαν
			C01F B01J
Ημερομηνία περάτωσης της έρευνας : 23/02/2024			
ΚΑΤΗΓΟΡΙΑ ΔΗΛΟΥΜΕΝΩΝ ΕΓΓΡΑΦΩΝ			
X: ιδιαίτερα σχετικό αν ληφθεί μεμονωμένα Y: ιδιαίτερα σχετικό αν συνδυαστεί με άλλο έγγραφο της ίδιας κατηγορίας A: τεχνολογικό υπόβαθρο O: μη έγγραφη αποκάλυψη P: ενδιάμεσο έγγραφο			
T: βασική θεωρία ή αρχή στην οποία βασίζεται η εφεύρεση E: προγενέστερο δίπλωμα ευρεσιτεχνίας, το οποίο δημοσιεύτηκε την ημερομηνία κατάθεσης ή μετά από αυτήν D: έγγραφο αναφερόμενο στην αίτηση L: έγγραφο αναφερόμενο για άλλους λόγους &: μέλος της ίδιας οικογένειας ευρεσιτεχνιών, αντίστοιχο έγγραφο			

Ο.Β.Ι., ΠΙΑΝΝΗ ΣΤΑΥΡΟΥΛΑΚΗ 5, 151 25 ΠΑΡΑΔΕΙΣΟΣ ΑΜΑΡΟΥΣΙΟΥ - ΤΗΛ.: 2106183500 - Email: info@obi.gr - www.obi.gr

ΔΥΥ.1/Ε.20_Έκδοση10_03102022

Μπερλή Σοφία
Εξετάστρια
Προϊσταμένη Υπηρεσίας Ποιοτικού
Ελέγχου & Διόρθωσης Δεδομένων

ΑΙΤΙΟΛΟΓΗΜΕΝΗ ΓΝΩΜΗ

Αρ. φακέλου:	Ημερομηνία κατάθεσης (ημέρα/μήνας/έτος) 12/05/2023	Ημερομηνία προτεραιότητας (ημέρα/μήνας/έτος)	Αρ. αίτησης: 20230100390
Διεθνής Ταξινόμηση Ευρεσιτεχνιών (IPC) C01F5/24 B01J19/28 B01J19/18			
Αιτών ΕΘΝΙΚΟ ΚΕΝΤΡΟ ΕΡΕΥΝΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΗΣ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ (Ε.Κ.Ε.Τ.Α.)			

Η παρούσα γνώμη περιέχει επισημάνσεις αναφερόμενες στα ακόλουθα:

- ☒ Πλαίσιο αρ. I Θεμελίωση της γνώμης
- ☐ Πλαίσιο αρ. II Προτεραιότητα
- ☐ Πλαίσιο αρ. III Μη θεμελίωση της γνώμης όσον αφορά το νέον, το εφευρετικό βήμα και τη βιομηχανική εφαρμογή
- ☐ Πλαίσιο αρ. IV Έλλειψη ενότητας στην εφεύρεση
- ☒ Πλαίσιο αρ. V Αιτιολογημένη δήλωση αναφορικά με το νέον, το εφευρετικό βήμα ή τη βιομηχανική εφαρμογή· αναφορές και επεξηγήσεις της δήλωσης
- ☐ Πλαίσιο αρ. VI Ορισμένα αναφερόμενα έγγραφα
- ☐ Πλαίσιο αρ. VII Ορισμένες ελλείψεις στην αίτηση
- ☐ Πλαίσιο αρ. VIII Ορισμένες παρατηρήσεις στην αίτηση

Εξετ.

ΑΙΤΙΟΛΟΓΗΜΕΝΗ ΓΝΩΜΗ

Πλαίσιο αρ. Ι

Θεμελίωση της παρούσας γνώμης

1. ☐ Η παρούσα γνώμη θεμελιώθηκε με βάση το τελευταίο αποδεκτό σύνολο αξιώσεων που κατατέθηκε πριν την έναρξη της Έρευνας/Τελικής Έκθεσης Έρευνας (Αρ. 8, παρ. 3 & 5Α, Ν.1733/1987)
2. Αναφορικά με αλληλουχίες νουκλεοτιδίων και/ή αμινοξέων οι οποίες αποκαλύπτονται στην αίτηση, η παρούσα γνώμη θεμελιώθηκε με βάση:
 - α. Τύπος του υλικού
 - ☐ κατάλογος αλληλουχιών
 - ☐ πίνακας(ες) αναφερόμενος(οι) στον κατάλογο αλληλουχιών
 - β. Διαμόρφωση του υλικού
 - ☐ έντυπη
 - ☐ σε ηλεκτρονική μορφή
 - γ. Χρόνος κατάθεσης/παροχής
 - ☐ περιέχεται στην αίτηση όπως κατατέθηκε
 - ☐ κατατέθηκε μαζί με την αίτηση σε ηλεκτρονική μορφή
 - ☐ παρασχέθηκε στη συνέχεια για την έρευνα
3. ☐ Επιπλέον, στην περίπτωση κατάθεσης ή παροχής καταλόγου αλληλουχιών και/ή πίνακα που αναφέρεται σ'αυτόν σε περισσότερες από μία εκδόσεις ή περισσότερα από ένα αντίγραφα, παρασχέθηκαν αναλόγως οι απαιτούμενες δηλώσεις ότι οι πληροφορίες στα επακόλουθα ή επιπρόσθετα αντίγραφα ταυτίζονται με αυτές στην αίτηση όπως κατατέθηκε ή ότι δεν επεκτείνονται πέραν της αίτησης όπως κατατέθηκε.
4. Επιπλέον σχόλια:

ΑΙΤΙΟΛΟΓΗΜΕΝΗ ΓΝΩΜΗ

ΑΙΤΙΟΛΟΓΗΜΕΝΗ ΓΝΩΜΗ
(ΞΕΧΩΡΙΣΤΟ ΦΥΛΛΟ)

Αριθμός αίτησης
20230100390

Σχετικά με το Αντικείμενο V

Αιτιολογημένη γνώμη σχετικά με το νέο, το εφευρετικό βήμα ή βιομηχανική εφαρμογή· παραπομπές και επεξηγήσεις που δικαιολογούν τέτοια δήλωση

1 Γίνεται αναφορά στα ακόλουθα έγγραφα:

D1	CN102424409 A	UNIV BEIJING CHEMICAL	25.04.2012
D2	AU2018222897 A1	COOGEE MINERALS PTY LTD	02.05.2019
D3	WO2015/154194 A1	KARNALYTE RESOURCES INC	15.10.2015
D4	US2014/004347 A1	POHL MICHAEL ET AL.	02.01.2014

2 Η παρούσα αίτηση δεν πληροί τα κριτήρια κατοχύρωσης διπλώματος ευρεσιτεχνίας, επειδή το αντικείμενο της αξίωσης 10 δεν είναι νέο, κατά το άρθρ. 5 παρ. 1 & 3 του ν.1733/1987.

2.1 Η αξίωση 10 ορίζει ένα σύστημα για την πραγματοποίηση μιας αντίδρασης ενανθράκωσης που χαρακτηρίζεται από το ότι ο αντιδραστήρας έχει μια περιστρεφόμενη κλίνη με πληρωτικό υλικό.

Η προσοχή του καταθέτη εφίσταται στο γεγονός ότι το σύστημα της αξίωσης 10 δεν περιορίζεται ούτε από τη διεργασία που λαμβάνει χώρα (δηλαδή την αντίδραση ενανθράκωσης) ούτε από τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται (δηλ. διοξείδιο του άνθρακα και οξείδιο μαγνησίου ή υδροξείδιο μαγνησίου) και ότι συνεπώς η αξίωση 10 δεν ορίζει τίποτα περισσότερο από ένα πολύ γνωστό σύστημα που περιλαμβάνει περιστρεφόμενη κλίνη όπως αποκαλύπτεται από τα έγγραφα που αναφέρει ο καταθέτης στην αίτηση (βλ. παρ. [0006] και ειδικότερα έγγραφο D1).

Ως εκ τούτου, το αντικείμενο της αξίωσης 10 δεν μπορεί να θεωρηθεί νέο.

3 Οποιοδήποτε από τα έγγραφα D2 έως D4 θα μπορούσε να θεωρηθεί ότι είναι η πλησιέστερη στάθμη της τεχνικής του αντικειμένου της αξίωσης 1 και αποκαλύπτει την παρασκευή υδρομαγνησίτη με αντίδραση ενανθράκωσης.

Το αντικείμενο της αξίωσης 1 συνεπώς διαφέρει από αυτές τις γνωστές διεργασίες, μεταξύ άλλων, στο ότι η αντίδραση ενανθράκωσης λαμβάνει χώρα σε έναν αντιδραστήρα με κλίνη με πληρωτικό υλικό και επομένως είναι νέος.

Η χρήση του αντιδραστήρα με κλίνη με πληρωτικό υλικό οδηγεί σε αυξημένη απόδοση στη χρήση CO₂, υψηλή απόδοση παραγωγής και ομοιομορφία στο πάχος του πρωτογενούς σωματιδίου (βλέπε τα παραδείγματα και τα αντίστοιχα σχήματα).

ΑΙΤΙΟΛΟΓΗΜΕΝΗ ΓΝΩΜΗ

Το πρόβλημα που πρέπει να λυθεί με την παρούσα εφεύρεση μπορεί να θεωρηθεί ως αυτό της παροχής μιας αποτελεσματικής διεργασίας για την παραγωγή νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη.

Η λύση σε αυτό το πρόβλημα που προτείνεται στην αξίωση 1 της παρούσας αίτησης θεωρείται ότι περιλαμβάνει εφευρετικό βήμα καθώς δεν μπορεί να προκύψει από την αναφερόμενη στάθμη της τεχνικής.

Στην πραγματικότητα, αν και οι αντιδραστήρες περιστρεφόμενης κλίνης με πληρωτικό υλικό είναι πολύ γνωστοί γενικώς, δεν είναι προφανές για το έμπειρο άτομο ότι τέτοιοι αντιδραστήρες θα μπορούσαν να χρησιμοποιηθούν στην παρασκευή νανοσωματιδίων υδρομαγνησίτη σε μια διαδικασία αντίδρασης ενός σταδίου και που να δείχνουν τα πλεονεκτήματα της παρούσας εφεύρεσης.

Ως εκ τούτου, αναγνωρίζεται ότι υπάρχει εφευρετικό βήμα για το αντικείμενο της ανεξάρτητης αξίωσης 1, κατά το άρθρ. 5 παρ. 1 & 4 του ν.1733/1987.

4 Οι αξιώσεις 2-9 εξαρτώνται από την αξίωση 1 και ως τέτοιες πληρούν επίσης τις απαιτήσεις του νόμου σε σχέση με το νέο και το εφευρετικό βήμα.