



(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)



1-0030607

(51)⁷ C01G 25/00; C07C 51/00

(13) B

(21) 1-2019-05536

(22) 09/10/2019

(45) 25/12/2021 405

(43) 25/02/2020 383A

(73) Trường Đại học Phenikaa (VN)

Trường Đại học Phenikaa, phường Yên Nghĩa, quận Hà Đông, thành phố Hà Nội

(72) Nguyễn Duy Vinh (VN); Cao Thị Thúy (VN); Nguyễn Văn Chúc (VN); Hoàng Trọng Hà (VN).

(54) HỆ XÚC TÁC SỬ DỤNG CHO QUÁ TRÌNH SẢN XUẤT AXIT LACTIC TỪ SINH KHỐI

(57) Sáng chế đề cập đến hệ xúc tác $Y(OH)_3/Zr(OH)_4$ dùng để tổng hợp axit lactic từ sinh khối, trong đó pha hoạt tính là $Y(OH)_3$ và chất mang $Zr(OH)_4$ có diện tích bề mặt riêng lớn. Quy trình tổng hợp hệ xúc tác này bao gồm các bước: phân tán chất mang $Zr(OH)_4$ vào trong nước, thêm cùng lúc dung dịch YCl_3 và NH_4OH để tạo kết tủa tại pH nằm trong khoảng từ 8 đến 10, lọc và rửa chất rắn, sấy khô để thu được hệ xúc tác.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hệ xúc tác cho phản ứng thủy nhiệt chuyển hóa sinh khối thành axit lactic trong môi trường nước. Cụ thể là, sáng chế đề cập đến hệ xúc tác gồm ytri hydroxit $[Y(OH)_3]$, chứa chủ yếu nhóm hydroxyl ($-OH$) trên bề mặt, mang trên zircon hydroxit $[Zr(OH)_4]$ dùng để chuyển hóa sinh khối thành axit lactic ở điều kiện thủy nhiệt.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Axit lactic là một hợp chất giá trị có nhiều ứng dụng trong công nghiệp, thực phẩm, dược phẩm. Axit lactic có trong các loại sữa chua và các thực phẩm lên men chua. Axit lactic được ứng dụng để sản xuất các loại hợp chất có giá trị cao như axit acrylic, propylen glycol, axit pyruvic. Axit lactic khi được este hóa với ethanol tạo thành ethyl lactat, là một cấu thành chính của dung môi sinh học, nhằm thay thế dung môi hóa thạch, giảm ô nhiễm môi trường. Một sản phẩm khác từ axit lactic là poly axit lactic dùng để sản xuất nylon phân hủy sinh học, một sản phẩm thân thiện với môi trường.

Hiện nay, axit lactic thương mại chủ yếu được sản xuất từ quá trình lên men đường và tinh bột. Quá trình này có nhiều hạn chế như diễn ra chậm, tinh chế sản phẩm phức tạp, thiết bị cồng kềnh. Thêm nữa, việc phải thêm liên tục muối kiềm vào dịch lên men để giữ pH ổn định sẽ tạo ra một lượng sản phẩm phụ rất lớn, thông thường 1 tấn muối trên 1 tấn axit lactic tạo thành. Chính vì vậy, việc nghiên cứu sản xuất axit lactic từ nguồn sinh khối không ăn được, rẻ tiền chẳng hạn như xenluloza, gỗ tạp, rơm rạ, ... bằng phương pháp hóa học nhằm tăng hiệu quả của quá trình sản xuất. Trong số các phương pháp hóa học, quá trình sản xuất axit lactic bằng xúc tác dị thể được chú ý nhất vì tăng tốc độ phản ứng, quy trình tinh chế sản phẩm đơn giản, có thể tái sử dụng xúc tác. Năm 2011, Flora Chambon và cộng sự (Cellulose hydrothermal conversion promoted by heterogeneous Brønsted and Lewis acids: Remarkable efficiency of solid

Lewis acids to produce lactic acid, *Applied Catalysis B: Environmental* 2011, 105, 171–181) đã sử dụng xúc tác WO_3/ZrO_2 (ZrW) và $\text{WO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ (AlW) cho phản ứng chuyển hóa xenluloza thành axit lactic với hiệu suất lần lượt là 28 mol% và 19 mol% ở nhiệt độ 190 °C trong 24 giờ. Yang và cộng sự (Effect of redox properties of LaCoO_3 perovskite catalyst on production of lactic acid from cellulosic biomass, *Catalysis Today*, 2016, 269, 56–64) đã chuyển hóa xenluloza thành axit lactic với hiệu suất đạt 24% bằng xúc tác perovskite LaCoO_3 ở nhiệt độ 200 °C trong 1 giờ. Hou và cộng sự (Synthesis of $\text{Pb}(\text{OH})_2/\text{rGO}$ Catalyst for Conversion of Sugar to Lactic Acid in Water, *Chin. J. Chem. Phys.*, 2015, 28 (4), 533–538) sử dụng xúc tác $\text{Pb}(\text{OH})_2/\text{rGO}$ để thu được axit lactic với hiệu suất 32% từ xenluloza ở nhiệt độ 190 °C trong 4 giờ. Hiệu suất axit lactic đạt trên 50% cũng đã được công bố dựa trên một số hệ xúc tác như: Wu và đồng nghiệp (Erbium/ β -zeolite-catalyzed one-pot conversion of cellulose to lactic acid, *Journal of Porous Materials*, 2017, 24 (3), 697–697) đã đạt được hiệu suất 58% axit lactic khi sử dụng xúc tác Er/Beta-zeolite ở 240 °C trong 30 phút hay Wang và cộng sự (Conversion of cellulose to lactic acid catalyzed by erbium-exchanged montmorillonite K10, *Green Chem.*, 2015, 17, 2455–2463) đã đạt được 68% hiệu suất axit lactic khi sử dụng xúc tác montmorillonite K10 trao đổi Er ở 240 °C trong 30 phút. Tuy nhiên, hai hệ xúc tác của Wu và Wang có hạn chế là tỉ lệ nguyên liệu/dung môi rất thấp, do đó, nồng độ của sản phẩm axit lactic trong dung dịch sau phản ứng quá thấp, không có tính hiệu quả về kinh tế khi tinh chế. Chúng tôi (ZrW catalyzed cellulose conversion in hydrothermal conditions: Influence of the calcination temperature and insights on the nature of the active phase, *Molecular Catalysis*, 2019, 476, 110518) cũng đã phát hiện ra rằng trong hệ xúc tác WO_3/ZrO_2 , pha hoạt tính chính là zircon oxyhydroxit $[\text{ZrO}_{2-x}(\text{OH})_{2x}]$ chứ không phải là pha WO_3 . Tuy nhiên, hiệu suất tạo axit lactic của hệ xúc tác này rất thấp, chỉ có khoảng 12% ở nhiệt độ 190 °C trong 3 giờ.

Chính vì các xúc tác dị thể có những nhược điểm như không bền, dễ tan trong môi trường phản ứng, điều kiện phản ứng khắc nghiệt, hoặc hiệu suất không cao nên hiện nay công nghệ sản xuất axit lactic chủ yếu vẫn phụ thuộc

vào quá trình lên men từ tinh bột và đường. Do đó, các tác giả sáng chế cố gắng tìm kiếm hệ xúc tác có thể chuyển hóa hiệu quả sinh khối thành axit lactic (hiệu suất lớn hơn 40%), điều kiện phản ứng không quá khắc nghiệt, có thể ứng dụng cho phản ứng sản xuất axit lactic từ sinh khối ở quy mô công nghiệp.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

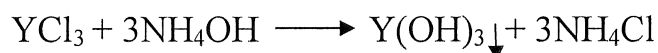
Mục đích của sáng chế là đề xuất hệ xúc tác và phương pháp sản xuất hệ xúc tác gồm ytri hydroxit, chứa chủ yếu nhóm hydroxyl (-OH) trên bề mặt, mang trên chất mang zircon hydroxit dùng để chuyển hóa sinh khối thành axit lactic ở điều kiện thủy nhiệt.

Trong các nghiên cứu trước đây, hoạt tính của xúc tác được mô tả phụ thuộc chủ yếu vào tâm axit Lewis của kim loại hoạt hóa. Tuy nhiên, chúng tôi phát hiện ra rằng ytri hydroxit có thể chuyển hóa hiệu quả xenluloza và gỗ thành axit lactic. Nguyên nhân của hiện tượng này là vì ytri hydroxit chứa hoàn toàn các nhóm chức -OH trên bề mặt mà không hề có các nhóm chức nào khác, do đó, tăng khả năng xúc tiến cho phản ứng tạo thành axit lactic, giảm các phản ứng tạo thành sản phẩm phụ khác. Tuy nhiên, ytri hydroxit bị hạn chế bởi bề mặt riêng thấp, làm giảm hiệu quả xúc tác. Vì vậy, chúng tôi đã tiến hành mang ytri hydroxit lên chất mang zircon hydroxit có diện tích bề mặt riêng lớn hơn 100 m²/g, có hoạt tính và bền trong môi trường phản ứng thủy nhiệt để tăng hiệu quả xúc tác cho phản ứng tạo axit lactic. Hệ xúc tác Y(OH)₃/Zr(OH)₄ có hoạt tính tăng mạnh so với chỉ sử dụng riêng rẽ Y(OH)₃ hoặc Zr(OH)₄ do đã kết hợp được thế mạnh của cả Y(OH)₃ ở ưu điểm hoạt tính cao, cũng như Zr(OH)₄ ở diện tích bề mặt riêng lớn. Như vậy, với việc mang Y(OH)₃, có hoạt tính xúc tác cao do bề mặt chứa hoàn toàn nhóm chức -OH, lên chất mang Zr(OH)₄ có diện tích bề mặt riêng lớn, có hoạt tính và bền trong môi trường phản ứng, đã tạo thành hệ xúc tác Y(OH)₃/Zr(OH)₄ có thể chuyển hóa hiệu quả sinh khối thành axit lactic (hiệu suất lớn hơn 40%) và bền trong môi trường phản ứng, phù hợp cho việc sản xuất axit lactic từ sinh khối ở quy mô lớn.

Quy trình sản xuất hệ xúc tác bao gồm:

Bước 1: Phân tán chất mang $Zr(OH)_4$ thương mại với diện tích bề mặt riêng cao hơn $100 \text{ m}^2/\text{g}$ vào nước sạch theo tỉ lệ từ 1:5 đến 1:30 về khối lượng, khuấy đều 15 phút.

Bước 2: Thêm cùng lúc dung dịch muối YCl_3 nồng độ từ 0,01 M đến 5 M và dung dịch NH_4OH nồng độ từ 0,01 M đến 5 M vào chất mang đã phân tán. pH của hỗn hợp phản ứng được kiểm soát nằm trong khoảng từ 8-10. Tại đây, sẽ có phản ứng thủy phân tạo ra $Y(OH)_3$ kết tủa:



Các kết tủa này sẽ bám vào chất mang $Zr(OH)_4$ tạo thành hệ xúc tác $Y(OH)_3/Zr(OH)_4$. Quá trình phản ứng kết thúc khi hàm lượng của $Y(OH)_3$ chiếm từ 1% đến 30% khối lượng so với $Zr(OH)_4$.

Bước 3: Lọc kết tủa, rửa 4 lần bằng nước sạch để loại hết ion clo trong mẫu.

Bước 4: Sấy mẫu ở khoảng nhiệt độ từ 100°C đến 150°C trong 6 giờ thu được hệ xúc tác $Y(OH)_3/Zr(OH)_4$ cho phản ứng tạo thành axit lactic từ sinh khối.

Hệ xúc tác $Y(OH)_3/Zr(OH)_4$ không chỉ có thể chuyển hóa hiệu quả xenluloza và gỗ thành axit lactic mà lại còn bền trong môi trường thủy nhiệt do cả $Y(OH)_3$ và $Zr(OH)_4$ đều không tan trong nước, kể cả ở nhiệt độ cao, cho phép thu hồi xúc tác sau phản ứng và tái sử dụng dễ dàng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Thuật ngữ “sinh khối” được sử dụng trong sáng chế này có nghĩa là các loại đường, tinh bột, xenluloza, hemixenluloza, gỗ, phụ phẩm nông nghiệp như rơm rạ, tro trấu, lõi ngô, ..., trong đó tập trung chủ yếu vào xenluloza và gỗ, dùng làm nguyên liệu cho phản ứng tổng hợp axit lactic.

Thuật ngữ “môi trường thủy nhiệt” được sử dụng trong sáng chế này có nghĩa là môi trường phản ứng với môi trường là nước ở nhiệt độ cao từ 170°C đến 300°C áp suất từ 5 bar đến 80 bar để chuyển hóa sinh khối thành axit lactic.

Thuật ngữ “nước sạch” được sử dụng trong sáng chế này có nghĩa là nước cất hoặc nước khử ion sử dụng để tổng hợp xúc tác.

Thuật ngữ “ Zr(OH)_4 thương mại” được sử dụng trong sáng chế này có nghĩa là Zr(OH)_4 mua ở ngoài thị trường bởi các nhà cung cấp, có diện tích bề mặt riêng lớn hơn $100 \text{ m}^2/\text{g}$ dùng để tổng hợp xúc tác.

Hệ xúc tác $\text{Y(OH)}_3/\text{Zr(OH)}_4$ dùng để tổng hợp axit lactic từ sinh khối, trong đó, pha hoạt tính là Y(OH)_3 và chất mang Zr(OH)_4 . Quy trình sản xuất hệ xúc tác bao gồm các bước:

Bước 1: Phân tán chất mang Zr(OH)_4 thương mại với diện tích bề mặt riêng lớn hơn $100 \text{ m}^2/\text{g}$ vào nước sạch theo tỉ lệ từ 1:4 đến 1:30 về khối lượng, khuấy đều 15 phút.

Bước 2: Thêm cùng lúc dung dịch muối YCl_3 nồng độ từ 0,01 M đến 5 M và dung dịch NH_4OH nồng độ từ 0,01 M đến 5 M vào chất mang đã phân tán. pH của hỗn hợp phản ứng được kiểm soát nằm trong khoảng từ 8-10. Hàm lượng của Y(OH)_3 chiếm từ 1% đến 30% khối lượng so với Zr(OH)_4 .

Bước 3: Lọc chất rắn. Rửa 4 lần bằng nước sạch để loại hết ion clo trong mẫu.

Bước 4: Sấy mẫu ở nhiệt độ từ 100°C đến 150°C trong 6 giờ thu được hệ xúc tác $\text{Y(OH)}_3/\text{Zr(OH)}_4$.

Trong đó, nồng độ của muối YCl_3 ở bước 2 nằm trong khoảng 0,01 M đến 5 M, tốt hơn là nằm trong khoảng 0,1 M đến 1 M, tốt nhất là nằm trong khoảng từ 0,1 M đến 0,5 M. Nếu nồng độ của YCl_3 thấp hơn 0,01 M thì lượng dung dịch cần để tổng hợp quá lớn, thời gian phản ứng quá lâu và thể tích bình phản ứng cũng lớn. Nếu nồng độ muối YCl_3 quá cao, không thể tan hoàn toàn trong dung dịch, Y(OH)_3 tạo thành sẽ không phân tán tốt trên chất mang.

Hàm lượng của Y(OH)_3 trong bước 2 chiếm từ 1% đến 30% khối lượng so với Zr(OH)_4 , tốt hơn nếu hàm lượng Y(OH)_3 chiếm từ 5% đến 20%, tốt nhất nếu hàm lượng Y(OH)_3 chiếm từ 10% đến 20%. Nếu hàm lượng Y(OH)_3 quá thấp thì hoạt tính của hệ xúc tác không đạt yêu cầu. Nếu hàm lượng Y(OH)_3 quá

cao sẽ làm giảm bề mặt riêng của xúc tác tổng hợp được, làm giảm hoạt tính xúc tác.

Nhiệt độ sấy xúc tác trong bước 4 nằm trong khoảng 100 °C đến 150 °C, tốt nhất nếu nhiệt độ nằm trong khoảng từ 110 °C đến 120 °C. Nếu nhiệt độ sấy quá thấp xúc tác sẽ lâu khô. Nếu nhiệt độ quá cao có thể làm giảm lượng nhóm chức –OH trên bề mặt của xúc tác, làm giảm hoạt tính xúc tác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được hiểu một cách rõ hơn từ các ví dụ dưới đây. Các ví dụ này chỉ có tính chất minh họa nhưng không làm giới hạn phạm vi bảo hộ của sáng chế.

Ví dụ 1

Tổng hợp 5%Y(OH)₃/Zr(OH)₄

Bước 1: Phân tán 5 kg Zr(OH)₄ vào 100 lít nước trong thiết bị khuấy 200 lít, khuấy đều trong 15 phút.

Bước 2: Hòa tan 0,54 kg YCl₃.6H₂O vào 38 lít nước tạo thành dung dịch 0,1 M. Bơm định lượng cùng lúc dung dịch 0,1 M YCl₃ và dung dịch 0,1 M NH₄OH vào thiết bị khuấy 200 lít ở trên, duy trì khuấy ở 150 vòng/phút, pH nằm trong khoảng 8-10. Sau khi bơm hết dung dịch YCl₃, tiếp tục khuấy 15 phút để phản ứng tạo kết tủa xảy ra hoàn toàn.

Bước 3: Lọc thu lấy chất rắn trong hỗn hợp sau phản ứng, rửa bằng nước deion 4 lần để loại hết ion clo.

Bước 4: Sấy ở nhiệt độ 110 °C trong 6 giờ thu được 5,22 kg xúc tác.

Ví dụ 2

Tổng hợp 10%Y(OH)₃/Zr(OH)₄

Bước 1: Phân tán 5 kg Zr(OH)₄ vào 100 lít nước trong thiết bị khuấy 200 lít, khuấy đều trong 15 phút.

Bước 2: Hòa tan 1,08 kg $\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ vào 38 lít nước tạo thành dung dịch 0,2 M. Bơm định lượng cùng lúc dung dịch 0,2 M YCl_3 và dung dịch 0,2 M NH_4OH vào thiết bị khuấy 200 lít ở trên, duy trì khuấy ở 150 vòng/phút, pH nằm trong khoảng 8-10. Sau khi bơm hết dung dịch YCl_3 , tiếp tục khuấy 15 phút để phản ứng tạo kết tủa xảy ra hoàn toàn.

Bước 3: Lọc thu lấy chất rắn trong hỗn hợp sau phản ứng, rửa bằng nước deion 4 lần để loại hết ion clo.

Bước 4: Sấy ở nhiệt độ 120 °C trong 6 giờ thu được 5,40 kg xúc tác.

Ví dụ 3

Thử nghiệm hoạt tính và độ bền xúc tác 5% $\text{Y}(\text{OH})_3/\text{Zr}(\text{OH})_4$

Cho hỗn hợp phản ứng gồm 0,5 kg xúc tác 5% $\text{Y}(\text{OH})_3/\text{Zr}(\text{OH})_4$ trong ví dụ 1, 2 kg xenluloza và 50 lít nước cất vào thiết bị phản ứng cao áp. Gia nhiệt thiết bị phản ứng đến 210 °C và giữ trong 60 phút. Làm nguội thiết bị, lọc tách xúc tác và thu sản phẩm lỏng. Tiến hành phân tích sản phẩm trong pha lỏng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao. Hiệu suất axit lactic thu được sau phản ứng là 41,2% mol. Độ bền của xúc tác được xác định thông qua nồng độ của các nguyên tố Y và Zr trong dung dịch sau phản ứng bằng máy quang phổ phát xạ plasma (ICP-OES). Kết quả cho thấy nồng độ của các nguyên tố Y và Zr đều nhỏ hơn 100 ppm.

Ví dụ 4

Thử nghiệm hoạt tính và độ bền xúc tác 10% $\text{Y}(\text{OH})_3/\text{Zr}(\text{OH})_4$

Cho hỗn hợp phản ứng gồm 0,5 kg xúc tác 10% $\text{Y}(\text{OH})_3/\text{Zr}(\text{OH})_4$ trong ví dụ 2, 2,5 kg xenluloza và 50 lít nước cất vào thiết bị phản ứng cao áp. Gia nhiệt thiết bị phản ứng đến 240 °C và giữ trong 30 phút. Làm nguội thiết bị, lọc tách xúc tác và thu sản phẩm lỏng. Tiến hành phân tích sản phẩm trong pha lỏng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao. Hiệu suất axit lactic thu được sau phản ứng là 49,7% mol. Độ bền của xúc tác được xác định thông qua nồng độ của các nguyên tố Y và Zr trong dung dịch sau phản ứng bằng máy quang phổ phát xạ

plasma (ICP-OES). Kết quả cho thấy nồng độ của các nguyên tố Y và Zr đều nhỏ hơn 100 ppm.

Ví dụ 5

Thử nghiệm hoạt tính và độ bền xúc tác 10%Y(OH)₃/Zr(OH)₄

Cho hỗn hợp phản ứng gồm 0,5 kg xúc tác 10%Y(OH)₃/Zr(OH)₄ trong ví dụ 2, 3 kg gỗ thông kích thước nhỏ hơn 100 μ m và 50 lít nước cất vào thiết bị phản ứng cao áp. Gia nhiệt thiết bị phản ứng đến 240 °C và giữ trong 30 phút. Làm nguội thiết bị, lọc tách xúc tác và thu sản phẩm lỏng. Tiến hành phân tích sản phẩm trong pha lỏng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao. Hiệu suất axit lactic thu được sau phản ứng là 47,5% mol. Độ bền của xúc tác được xác định thông qua nồng độ của các nguyên tố Y và Zr trong dung dịch sau phản ứng bằng máy quang phổ phát xạ plasma (ICP-OES). Kết quả cho thấy nồng độ của các nguyên tố Y và Zr đều nhỏ hơn 100 ppm.

Ví dụ 6

Thử nghiệm hoạt tính và độ bền xúc tác 10%Y(OH)₃/Zr(OH)₄

Cho hỗn hợp phản ứng gồm 0,5 kg xúc tác 10%Y(OH)₃/Zr(OH)₄ trong ví dụ 2, 3 kg rơm kích thước nhỏ hơn 200 μ m và 50 lít nước cất vào thiết bị phản ứng cao áp. Gia nhiệt thiết bị phản ứng đến 240 °C và giữ trong 30 phút. Làm nguội thiết bị, lọc tách xúc tác và thu sản phẩm lỏng. Tiến hành phân tích sản phẩm trong pha lỏng bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao. Hiệu suất axit lactic thu được sau phản ứng là 45,8% mol. Độ bền của xúc tác được xác định thông qua nồng độ của các nguyên tố Y và Zr trong dung dịch sau phản ứng bằng máy quang phổ phát xạ plasma (ICP-OES). Kết quả cho thấy nồng độ của các nguyên tố Y và Zr đều nhỏ hơn 100 ppm.

Những lợi ích có thể đạt được

Hệ xúc tác theo sáng chế có khả năng chuyển hóa hiệu quả sinh khối thành axit lactic. Ngoài ra, xúc tác bền trong môi trường phản ứng, có thể thu

hồi và tái sinh xúc tác dễ dàng, cho phép ứng dụng xúc tác ở quy mô công nghiệp. Quy trình chế tạo xúc tác đơn giản và có thể sản xuất ở quy mô lớn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hệ xúc tác $Y(OH)_3/Zr(OH)_4$ dùng để tổng hợp axit lactic từ sinh khối, trong đó pha hoạt tính là $Y(OH)_3$ và chất mang là $Zr(OH)_4$, trong đó lượng $Y(OH)_3$ nằm trong khoảng từ 1% đến 30% khối lượng so với $Zr(OH)_4$.

2. Quy trình sản xuất hệ xúc tác $Y(OH)_3$ trên chất mang $Zr(OH)_4$ bao gồm các bước:

- phân tán chất mang $Zr(OH)_4$ với diện tích bề mặt riêng cao hơn 100 m²/g vào nước sạch theo tỉ lệ từ 1:4 đến 1:30 về khối lượng, khuấy đều 10 phút;

- thêm cùng lúc dung dịch muối YCl_3 nồng độ từ 0,01 M đến 5 M và dung dịch NH_4OH nồng độ từ 0,01 M đến 5 M vào chất mang $Zr(OH)_4$ đã phân tán, trong đó pH của hỗn hợp phản ứng được kiểm soát nằm trong khoảng từ 8 đến 10 và hàm lượng của $Y(OH)_3$ chiếm từ 1% đến 30% khối lượng so với $Zr(OH)_4$;

- lọc chất rắn, rửa 4 lần bằng nước sạch để loại hết ion clo trong mẫu;

- sấy mẫu ở nhiệt độ từ 100 °C đến 150 °C trong 6 giờ để thu được hệ xúc tác $Y(OH)_3/Zr(OH)_4$.