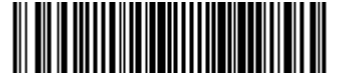




(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)



2-0002908

(51) **C22B 59/00**
2020.01

(13) **Y**

(21) 2-2022-00095

(22) 06/07/2020

(67) 1-2020-03926

(45) 25/06/2022 411

(43) 25/09/2020 390A

(76) NGUYỄN SỸ HÙNG (VN)

Thôn Phù Lưu, Xã Phù Ninh, Huyện Thủy Nguyên, Thành phố Hải Phòng

(74) Công ty TNHH Dịch thuật sáng chế PROINVEN (PROINVEN CO.,LTD.)

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT TỔNG OXIT ĐẤT HIẾM TỪ CÁC VẬT LIỆU ĐÃ QUA
SỬ DỤNG CÓ CHỨA NGUYÊN TỐ ĐẤT HIẾM**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp sản xuất tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm, trong đó vật liệu này gồm hai loại: các vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm được thu gom từ các nhà máy sản xuất công nghiệp có dùng vật liệu chứa các nguyên tố đất hiếm; và các dụng cụ máy móc có chứa nguyên tố đất hiếm mà phải thay thế định kỳ hoặc hỏng phải thay thế.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp sản xuất tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm, trong đó vật liệu này gồm hai loại: các vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm được thu gom từ các nhà máy sản xuất công nghiệp có dùng vật liệu chứa các nguyên tố đất hiếm; và các dụng cụ máy móc có chứa nguyên tố đất hiếm mà phải thay thế định kỳ hoặc hỏng phải thay thế.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Hiện tại ở Việt Nam chưa làm chủ được công nghệ sản xuất thu hồi tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm. Trên thế giới cũng chưa có phương pháp sản xuất thu hồi tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm (hoặc nếu có thì là bí mật quốc gia không chuyển giao công nghệ). Bản chất từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm là nếu để phát tán ra môi trường đều rất độc hại và gây ô nhiễm môi trường. Ta thu hồi được các nguyên tố đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm là một loại vật liệu quý trong các ngành công nghệ cao, phần còn lại là nguyên liệu sản xuất cho các ngành công nghiệp khác.

Việt Nam đang tiến hành công nghiệp hóa hiện đại hóa, việc kêu gọi đầu tư vào các lĩnh vực công nghệ cao ngày càng có nhiều các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm như: công nghệ sản xuất và sử dụng nam châm đất hiếm, công nghiệp điện gió; điện mặt trời; sản xuất màn hình máy tính, ti vi; điện thoại; cáp quang, v.v..

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp khép kín để sản xuất tổng oxit đất hiếm từ hai loại vật liệu nêu trên và không gây ô nhiễm môi trường.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp khép kín để sản xuất tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

nung nóng các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm ở nhiệt độ từ 300°C đến 1.100°C trong khoảng thời gian từ 3 đến 12 giờ để đảm bảo oxy hóa hết các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm trong thiết bị nung nóng có khí thải ra đi qua máy lọc bụi để đảm bảo không có bụi lẫn nguyên tố đất hiếm bay ra ngoài môi trường, trong quá trình này có thổi không khí từ ngoài vào để làm tăng tốc độ oxy hóa,

sau khi quá trình oxy hoá kết thúc, cho phép làm nguội vật liệu đã oxy hóa này và sau đó đưa vào máy nghiền bi có kích cỡ lỗ nhỏ hơn 0,1mm,

đưa các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm đã nghiền vào bể phản ứng với tỉ lệ vật liệu và nước nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/15; tỉ lệ H_2SO_4 đặc từ 1/0,5 đến 1/1 tùy theo từng loại vật liệu,

khuấy liên tục bể phản ứng trong khoảng từ 3 đến 6 giờ với tốc độ 150 vòng/phút có xúc tác niken và crom vừa đủ dưới tác động của môi trường vi sóng có tần số từ 2 đến 3GHz,

sau khi kết thúc phản ứng, chuyển toàn bộ hỗn hợp dung dịch thu được sang bể lắng và cho phép hỗn hợp dung dịch lắng trong khoảng 6 giờ,

lọc hỗn hợp dung dịch bằng vải lọc có kích cỡ lỗ thoáng 1 micromet để thu được phần bã và phần dịch lọc thứ nhất,

sấy khô phần bã thu được ở nhiệt độ khoảng từ 150°C đến 250°C để thu được hỗn hợp gồm FeSO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ và SiO_2 (vật liệu dưới dạng các hợp kim của sắt chứa thành phần chính là FeSO_4 , $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, vật liệu đã qua sử dụng được đưa vào phản ứng là cáp quang, màn hình chứa thành phần chính là SiO_2),

bổ sung NaOH vào phần dịch lọc thứ nhất để làm tăng độ pH đến 6,5 tạo ra chất kết tủa chứa các nguyên tố đất hiếm,

tiếp tục lọc phần dịch lọc thứ nhất này để thu được chất kết tủa chứa các nguyên tố đất hiếm và phần dịch lọc thứ hai,

chưng cất phân đoạn phần dịch lọc thứ hai để làm bay hơi nước để thu được Na_2SO_4 ngậm nước, sau đó sấy khô sản phẩm này ở nhiệt độ khoảng từ 200°C đến 300°C để thu được Na_2SO_4 có độ tinh khiết hơn 98%.

Như vậy toàn bộ phần bã tan đã được chuyển hoá thành Na_2SO_4 để dùng cho ngành công nghiệp sản xuất giấy.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Theo giải pháp hữu ích, các vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm gồm hai loại: các vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm được thu gom từ các nhà máy sản xuất công nghiệp có dùng vật liệu chứa các nguyên tố đất hiếm; và các dụng cụ máy móc có chứa nguyên tố đất hiếm mà phải thay thế định kỳ hoặc hỏng phải thay thế.

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp sản xuất tổng oxit đất hiếm từ vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

nung nóng vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm ở nhiệt độ từ 300°C đến 1.100°C trong khoảng thời gian từ 3 đến 12 giờ để đảm bảo oxy hóa hết vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm trong thiết bị nung

nóng có khí thải ra đi qua máy lọc bụi để đảm bảo không có bụi lẫn nguyên tố đất hiếm bay ra ngoài môi trường, trong quá trình này có thổi không khí từ ngoài vào để làm tăng tốc độ oxy hóa,

sau khi quá trình oxy hóa kết thúc, làm nguội vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm và sau đó đưa vào máy nghiền bi có kích cỡ lỗ nhỏ hơn 0,1mm,

đưa vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm đã nghiền vào bể phản ứng với tỉ lệ vật liệu và nước nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/15; tỉ lệ H_2SO_4 đặc so với vật liệu đã oxy hóa từ 1/0,5 đến 1/1 tùy theo từng loại vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm,

khuấy liên tục bể phản ứng trong khoảng từ 3 đến 6 giờ với tốc độ 150 vòng/phút có xúc tác niken và crom vừa đủ dưới tác động của môi trường vi sóng có tần số từ 2 đến 3GHz,

sau khi kết thúc phản ứng, chuyển toàn bộ hỗn hợp dung dịch thu được sang bể lắng và cho hỗn hợp dung dịch lắng trong khoảng 6 giờ,

lọc hỗn hợp dung dịch bằng vải lọc có kích cỡ lỗ thoáng 1 micromet để thu được phần bã và phần dịch lọc thứ nhất,

sấy khô phần bã thu được ở nhiệt độ khoảng từ 150°C đến 250°C để thu được hỗn hợp gồm $FeSO_4$, $Fe_2(SO_4)_3$ hoặc SiO_2 ,

bổ sung NaOH vào phần dịch lọc thứ nhất để làm tăng độ pH đến 6,5 tạo ra chất kết tủa chứa các nguyên tố đất hiếm,

tiếp tục lọc phần dịch lọc thứ nhất này để thu được chất kết tủa chứa các nguyên tố đất hiếm và phần dịch lọc thứ hai,

chưng cất phân đoạn phần dịch lọc thứ hai để làm bay hơi nước để thu được Na_2SO_4 ngâm nước, sau đó sấy khô sản phẩm này ở nhiệt độ khoảng từ 200°C đến 300°C để thu được Na_2SO_4 có độ tinh khiết hơn 98%.

Theo khía cạnh khác, phương pháp khép kín theo giải pháp hữu ích để sản xuất tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm đem nung nóng để oxy hóa, nghiền nhỏ, thủy luyện để tạo ra: tổng oxit đất hiếm; bã tan và bã không tan.

Tổng oxit đất hiếm thu được lớn hơn 99% sẽ là sản phẩm thương mại hóa.

Phần bã tan chủ yếu chứa Na_2SO_4 , sau khi lọc và chưng cất sẽ dùng làm vật liệu cơ bản để sản xuất giấy và các ngành hóa chất khác.

Phần bã không tan tùy theo từng loại vật liệu đã qua sử dụng có chứa nguyên tố đất hiếm, nếu là các vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm dưới dạng nam châm đất hiếm vĩnh cửu thì phần lớn là chứa FeSO_4 và $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ dùng làm vật liệu để sản xuất xi măng. Trong trường hợp về các vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm là các sợi cáp quang hoặc các vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm là màn hình hiển thị của các thiết bị điện tử thì phần lớn là chứa SiO_2 cũng dùng làm vật liệu để sản xuất xi măng. Tất cả các phần bã không tan và phần bã hoà tan đã là vật liệu dùng cho các ngành công nghiệp khác nên không cần phải xử lý rác thải.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Dùng 2kg vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm trong quá trình sản xuất nam châm đất hiếm tại Nhà máy sản xuất nam châm Shinetsu-Hải Phòng, theo phương pháp của giải pháp hữu ích, lượng vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm này được nung nóng ở nhiệt độ khoảng 1.100°C trong khoảng thời gian 12 giờ, trong quá trình này có thổi không khí từ ngoài vào để làm tăng tốc độ oxy hóa, sau quá trình oxy hoá, đưa hỗn hợp vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm này vào máy nghiền bi có kích cỡ lỗ nhỏ hơn 0,1mm, và sau đó chuyển vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm đã nghiền vào bể phản ứng với tỉ lệ vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm và nước là khoảng 1/15; axit H_2SO_4 đặc theo tỉ lệ khoảng 1/1, khuấy liên tục bể phản ứng trong khoảng 6 giờ với tốc độ 150 vòng/phút có xúc tác niken và crom vừa đủ dưới tác động của môi trường vi

sóng có tần số khoảng 3GHz, sau khi để lắng hỗn hợp dung dịch các vật liệu có chứa các nguyên tố đất hiếm, lọc và sấy khô phần bã thu được ở nhiệt độ khoảng 250°C, chúng tôi đã thu được 0,3 kg hỗn hợp gồm FeSO_4 và $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ và 0,3 kg Na_2SO_4 , bổ sung tiếp NaOH vào phần dịch lọc còn lại để làm tăng độ pH đến 6,5 để tạo thành chất kết tủa chứa oxit đất hiếm, sau khi lọc, rửa, sấy khô và nung chất kết tủa thu được ở nhiệt độ khoảng 300°C, chúng tôi đã thu được 0,1 kg tổng oxit đất hiếm với độ tinh khiết 99,7%, sản phẩm này đạt độ tinh khiết rất cao so với phương pháp đã biết trong lĩnh vực này.

Các kết quả này đã được phân tích và kiểm nghiệm tại Trung tâm nghiên cứu và chuyển giao công nghệ đất hiếm thuộc Viện công nghệ xạ hiếm. Các kết quả được thể hiện trong các bảng dưới đây.

Kết quả kiểm nghiệm được thể hiện trong bảng dưới đây:

Bảng 1: Các thành phần có mặt trong mẫu oxit đất hiếm thu được theo giải pháp hữu ích

STT	Ký hiệu mẫu	Tổng oxit đất hiếm (%)	Hàm lượng (%)															
			Sc ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃	Sm ₂ O ₃	Eu ₂ O ₃	Gd ₂ O ₃	Tb ₄ O ₇	Dy ₂ O ₃	Ho ₂ O ₃	Er ₂ O ₃	Tm ₂ O ₃	Tb ₂ O ₃	Lu ₂ O ₃
1	Mẫu oxit	99,7716	0,0182	0,0224	0,0400	0,0034	12,4623	81,4210	<0,0001	<0,0001	0,0035	1,4175	4,1964	0,1734	0,0132	<0,0001	0,0003	<0,0001

Bảng 2: Các thành phần có mặt trong sản phẩm sau khi được sản xuất theo giải pháp hữu ích

STT	Ký hiệu mẫu	Hàm lượng (%)																
		ZnO	PbO	As ₂ O ₃	CaO	NiO	CoO	CdO	BeO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	MgO	MnO ₂	V ₂ O ₅	CuO	TiO ₂	BaO
1	Mẫu oxit	0,0009	<0,0001	0,0298	0,0976	0,0015	0,0022	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,0516	<0,0001	0,0050	<0,0001	<0,0001	0,0002	0,0075	<0,0001

Hiệu quả của giải pháp hữu ích

Phương pháp theo giải pháp hữu ích thu được hầu hết tổng oxit đất hiếm từ các loại các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm.

Theo phương pháp của giải pháp hữu ích, có thể tái sử dụng được phần bã tan và bã không tan, không gây ô nhiễm môi trường.

Khả năng áp dụng công nghiệp

Phương pháp theo giải pháp hữu ích là phương pháp khép kín và có thể được áp dụng để sản xuất trên quy mô công nghiệp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất tổng oxit đất hiếm từ các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

nung nóng vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm ở nhiệt độ khoảng từ 300°C đến 1.100°C trong khoảng thời gian từ 3 đến 12 giờ để đảm bảo oxy hóa hết vật liệu trong thiết bị nung nóng có khí thải ra đi qua máy lọc bụi để đảm bảo không có bụi lẫn nguyên tố đất hiếm bay ra ngoài môi trường, trong quá trình này có thổi không khí từ ngoài vào để làm tăng tốc độ oxy hóa,

sau khi quá trình oxy hoá kết thúc, làm nguội các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm và sau đó đưa vào máy nghiền bi có kích cỡ lỗ nhỏ hơn 0,1mm,

đưa các vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm đã nghiền vào bể phản ứng với tỉ lệ vật liệu và nước nằm trong khoảng từ 1/10 đến 1/15; axit H_2SO_4 đặc theo tỉ lệ từ 1/0,5 đến 1/1 tùy theo từng loại vật liệu đã qua sử dụng có chứa các nguyên tố đất hiếm,

khuấy liên tục bể phản ứng trong khoảng từ 3 đến 6 giờ với tốc độ 150 vòng/phút có xúc tác niken và crom vừa đủ dưới tác động của môi trường vi sóng có tần số từ 2 đến 3GHz,

sau khi kết thúc phản ứng, chuyển toàn bộ hỗn hợp dung dịch thu được sang bể lắng và cho phần hỗn hợp dung dịch lắng trong khoảng 6 giờ,

lọc hỗn hợp dung dịch bằng vải lọc có kích cỡ lỗ thoáng 1 micromet để thu được phần bã và phần dịch lọc thứ nhất,

sấy khô phần bã thu được ở nhiệt độ khoảng từ 150°C đến 250°C để thu được hỗn hợp gồm $FeSO_4$, $Fe_2(SO_4)_3$ hoặc SiO_2 ,

bổ sung NaOH vào phần dịch lọc thứ nhất để làm tăng độ pH đến 6,5 để tạo thành chất kết tủa chứa các nguyên tố đất hiếm,

tiếp tục lọc phần dịch lọc thứ nhất này để thu được chất kết tủa chứa các nguyên tố đất hiếm và phần dịch lọc thứ hai,

chưng cất phân đoạn phần dịch lọc thứ hai này để làm bay hơi nước để thu được Na_2SO_4 ngậm nước, sau đó sấy khô sản phẩm này ở nhiệt độ khoảng từ 200°C đến 300°C để thu được Na_2SO_4 có độ tinh khiết lớn hơn 98%.