



(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)



1-0036063

(51)⁸ C01G 25/02

(13) B

(21) 1-2019-01256

(22) 28/11/2017

(86) PCT/JP2017/042625 28/11/2017

(87) WO 2018/116762 28/06/2018

(30) 2016-249793 22/12/2016 JP

(45) 26/06/2023 423

(43) 25/07/2019 376A

(73) DAIICHI KIGENSO KAGAKU KOGYO CO., LTD. (JP)

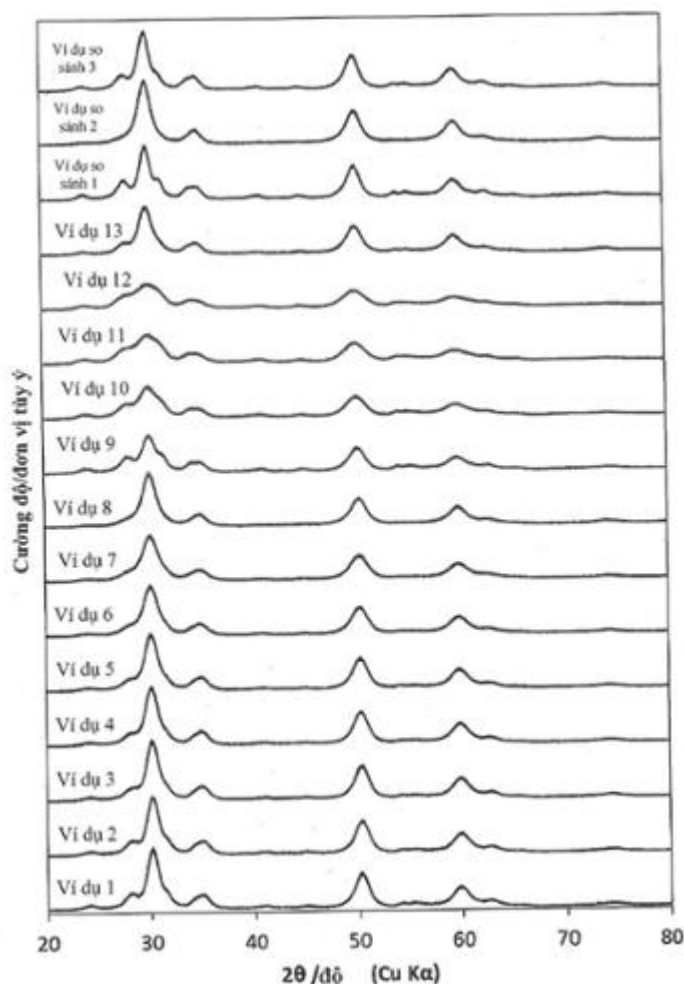
1-6-38, Hirabayashiminami, Suminoe-ku, Osaka-shi, Osaka 5590025, JP

(72) NISHIKAWA Taku (JP); KUNISADA Taichi (JP).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) SOL ZIRICON OXIT VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT SOL NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến sol ziricon oxit có hệ số truyền bằng 45% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 400nm, có hệ số truyền bằng 75% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 550nm, và chứa hạt ziricon oxit với lượng bằng 20% theo trọng lượng hoặc lớn hơn, và phương pháp sản xuất sol ziricon oxit.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến sol zircon oxit trong suốt cao và phương pháp sản xuất sol này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Đã có nhiều nỗ lực khác nhau nhằm làm tăng chỉ số khúc xạ và các đặc tính cơ khí của nhựa bằng cách kết hợp, làm chất độn, zircon oxit với nhựa hoặc tương tự. Trong số các vật liệu composit này, sol zircon oxit thu được bằng cách phân tán zircon oxit trong dung môi được sử dụng một cách thích hợp trong các ứng dụng quang học, và cụ thể, để ngăn chặn việc làm giảm về độ trong suốt của nhựa và tăng chỉ số khúc xạ của nhựa, có nhu cầu lớn đối với việc phát triển sol zircon oxit trong suốt cao.

Tài liệu sáng chế 1 đề xuất sol zircon oxit chứa oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) ở tỷ lệ mol M_2O/ZrO_2 bằng $0,2 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và, trong đó zircon oxit có cấu trúc mạng tinh thể tứ giác và/hoặc cấu trúc mạng tinh thể lập phương. Mặc dù không có mô tả cụ thể về độ trong suốt, nhưng với việc đề cập rằng sol có cỡ hạt trung bình D_{50} bằng 17nm, thì không thể nói rằng sol này có độ trong suốt đủ.

Mặc dù Tài liệu sáng chế 2 đề xuất sol zircon oxit có hệ số truyền bằng 35% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 400nm, hệ số truyền bằng 95% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 800nm, và chứa các hạt zircon oxit với lượng bằng 20% theo trọng lượng hoặc lớn hơn, không thể nói rằng sol này có độ trong suốt đủ, và phương pháp sản xuất sol này yêu cầu phản ứng ở nhiệt độ cao bằng 180°C hoặc lớn hơn, và do đó có vấn đề là cần có thiết bị chuyên dụng.

Tài liệu sáng chế 3 đề xuất sol zircon oxit chứa hạt zircon oxit tứ giác có cỡ hạt được phân tán bằng 1nm hoặc lớn hơn và 20nm hoặc nhỏ hơn, và bộc lộ rằng, khi xét đến độ trong suốt, khi sol zircon oxit này chứa hạt zircon oxit với lượng bằng 5% theo khối lượng và độ dài quang trình bằng 10mm, độ truyền ánh sáng nhìn thấy bằng 90% hoặc lớn hơn. Tuy nhiên, khi nồng độ cao hơn 5%, tất nhiên là độ trong suốt giảm, và do đó không thể nói rằng sol này có độ trong suốt đủ. Ngoài ra, phương pháp sản xuất sol này gồm có việc bổ sung môi trường phân tán và chất tạo phân tán vào zircon oxit thu được thông qua việc đốt ở 500°C hoặc lớn hơn, và phân tán zircon oxit, và do đó cần có lượng

lớn chất tạo phân tán. Chất tạo phân tán làm giảm chỉ số khúc xạ của sol, và do đó không được ưu tiên để dùng trong các ứng dụng với chỉ số khúc xạ cao.

Các tài liệu tình trạng kỹ thuật

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Patent Nhật Bản số 5019826

Tài liệu sáng chế 1: Patent Nhật Bản số 5794275

Tài liệu sáng chế 1: Patent Nhật Bản số 5011695

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Sáng chế đã giải quyết được các hạn chế được nêu trên đây, và mục đích của sáng chế là đề xuất sol zircon oxit trong suốt cao mà có nồng độ hạt zircon oxit cao và độ trong suốt cao, và có thể được sử dụng một cách thích hợp trong các ứng dụng quang học, và phương pháp sản xuất sol này với giá thành hạ.

Giải pháp cho vấn đề

Sol zircon oxit theo sáng chế có hệ số truyền bằng 45% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 400nm, có hệ số truyền bằng 75% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 550nm, và chứa hạt zircon oxit với lượng bằng 20% theo trọng lượng hoặc lớn hơn.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế có hệ số truyền bằng 50% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 400nm, và có hệ số truyền bằng 80% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 550nm.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế chứa oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) so với zircon oxit ở tỷ lệ mol M_2O/ZrO_2 bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế chứa natri oxit ở tỷ lệ mol Na_2O/ZrO_2 bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn, trong đó kim loại kiềm M là Na.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế chứa lithi oxit ở tỷ lệ mol $\text{Li}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn, trong đó kim loại kiềm M là Li.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế có độ đục bằng 12% hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế có cỡ hạt trung bình bằng 10nm hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế gồm có pha đơn tà và pha tứ giác làm pha tinh thể của zircon oxit.

Trong sol zircon oxit theo sáng chế, môi trường phân tán tốt hơn là chứa rượu béo, rượu đa chức, keton béo, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều thành phần trong số rượu béo, rượu đa chức, và keton béo.

Phương pháp sản xuất sol zircon oxit gồm có bước thứ nhất là gia nhiệt dung dịch kim loại kiềm đến nhiệt độ 60°C hoặc cao hơn, bước thứ hai là bổ sung lượng xác định trước nằm trong khoảng từ 1/3 đến 2/3 của dung dịch muối zircon vào dung dịch thu được trong bước thứ nhất, bước thứ ba là làm lão hóa dung dịch thu được trong bước thứ hai ở nhiệt độ xác định trước, và bước thứ tư là bổ sung phần còn lại của dung dịch muối zircon được sử dụng trong bước thứ hai vào dung dịch thu được trong bước thứ ba và tạo ra zircon hydroxit.

Hiệu quả đạt được của sáng chế

Tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng, với chế phẩm được mô tả trên đây, có thể thu được sol zircon oxit trong suốt cao với độ trong suốt cao. Cụ thể, tác giả sáng chế phát hiện ra rằng, kết quả của việc bổ sung oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) vào các hạt zircon oxit (ZrO_2) trong sol zircon oxit ở tỷ lệ mol $\text{M}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn và tối ưu hóa điều kiện thủy phân zircon oxit, độ trong suốt của sol zircon oxit tăng rõ rệt thậm chí nếu nồng độ của hạt zircon oxit là cao, và do đó tác giả sáng chế đã hoàn thiện sáng chế.

Sol zircon oxit trong suốt cao thu được theo sáng chế có thể được sử dụng một cách thích hợp trong, cụ thể, ứng dụng làm đầy của màng quang học. Thậm chí nếu sol zircon oxit theo sáng chế được bổ sung vào nhựa ở nồng độ cao, thì sẽ ngăn chặn được

việc giảm độ trong suốt của nhựa. Do đó, có thể đạt được sự tăng về chỉ số khúc xạ của các nhựa khác nhau và duy trì độ trong suốt cao của các nhựa này.

Phương pháp sản xuất theo sáng chế không được tiến hành ở các điều kiện đặc biệt như là phản ứng thủy nhiệt, và do đó có thể giảm giá thành sản xuất, và phương pháp sản xuất này có thể được sử dụng một cách thích hợp trong lĩnh vực quang học do hiệu quả sản xuất cao.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 thể hiện quang phổ XRD của sol zircon oxit khô theo các ví dụ và các ví dụ so sánh.

Fig.2 thể hiện quang phổ Raman của sol zircon oxit khô theo các ví dụ và các ví dụ so sánh.

Mô tả chi tiết sáng chế

Tiếp theo là phần mô tả chi tiết sol zircon oxit theo sáng chế và phương pháp sản xuất sol này.

Sol zircon oxit

Sol zircon oxit theo sáng chế chứa một hoặc nhiều oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) trong zircon oxit (ZrO_2), mà là thể phân tán, ở tỷ lệ mol M_2O/ZrO_2 bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là bằng $0,025 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,3 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn.

Người ta cho rằng, oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) cuối cùng sẽ được kết hợp vào trong zircon oxit (ZrO_2), mà là thể phân tán, do một phần Zr^{4+} của zircon hydroxit được thế bởi M^+ (M là để chỉ kim loại kiềm) ở giai đoạn mà dung dịch muối zircon được bổ sung theo cách chia nhỏ vào dung dịch hydroxit kim loại kiềm và có gia nhiệt đến nhiệt độ $60^\circ C$ hoặc cao hơn, tốt hơn là $70^\circ C$ hoặc cao hơn, và zircon hydroxit được tạo ra (trung hòa ngược). Do đó, hầu hết oxit kim loại kiềm vẫn còn lại thậm chí khi đã được đưa vào rửa bằng nước, rửa bằng muối giấm, hoặc tương tự.

Lưu ý rằng, các ví dụ về dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm được sử dụng làm chất làm trung hòa đối với muối zircon gồm có dung dịch trong nước của lithi hydroxit, dung dịch trong nước của natri hydroxit, dung dịch trong nước của kali

hydroxit, dung dịch trong nước của rubidi hydroxit, và dung dịch trong nước của xesi hydroxit, và dung dịch thu được bằng cách trộn các dung dịch trong nước này cũng có thể được sử dụng. Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) có mặt trong zircon oxit (ZrO_2), mà là thể phân tán, trong sáng chế, thông thường, Na_2O , Li_2O , K_2O , và tương tự có thể được sử dụng một cách thích hợp.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế có cấu trúc mạng tinh thể đơn tà và mạng tinh thể tứ giác làm pha tinh thể của zircon oxit. Tốt hơn nữa là, pha tinh thể của zircon oxit được cấu tạo bởi cấu trúc mạng tinh thể đơn tà và mạng tinh thể tứ giác. Người ta cho rằng, lý do tại sao pha tứ giác được hình thành đó là oxit kim loại kiềm được kết hợp vào trong zircon oxit (ZrO_2) mà là thể phân tán như được mô tả trên đây, và đóng vai trò của tác nhân được gọi là "tác nhân tạo ổn định". Quang phổ XRD của sol zircon oxit khô ở các ví dụ từ 1 đến 13 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 3, mà sẽ được mô tả sau, được thể hiện trên Fig.1. Ngoài ra, quang phổ Raman của các ví dụ từ 1 đến 6 và ví dụ so sánh 1 được thể hiện trên Fig.2.

Tốt hơn là, sol zircon oxit theo sáng chế chứa các hạt có cấu trúc tinh thể đơn tà và các hạt có cấu trúc tinh thể tứ giác ở tỷ lệ nào đó. Không được ưu tiên nếu, sol zircon oxit chứa số lượng lớn hoặc nhỏ quá mức của các hạt có một trong các cấu trúc tinh thể bởi vì khi đó độ trong suốt của sol zircon oxit giảm. Mặc dù chi tiết về nguyên lý là chưa rõ ràng, người ta cho rằng, các hạt đơn tà có tỷ lệ giãn dài lớn hơn so với các hạt tứ giác, và nhiều khả năng hơn để tỏa ánh sáng, và do đó nếu tỷ lệ của các hạt đơn tà lớn quá mức, độ trong suốt giảm. Mặt khác, người ta cho rằng, các hạt tứ giác có dạng vuông và có xu hướng lại gần nhau, và do đó nếu tỷ lệ của các hạt tứ giác lớn quá mức, ánh sáng không có khả năng đi qua sol zircon oxit và độ trong suốt giảm.

Tỷ lệ cường độ đỉnh của các đỉnh được chỉ đến từng cấu trúc tinh thể trong quang phổ XRD có thể được sử dụng làm tham khảo về tỷ số độ nhiều/độ phong phú giữa các hạt có cấu trúc tinh thể đơn tà và các hạt có cấu trúc tinh thể tứ giác. Trong quang phổ XRD, khi cường độ đỉnh của đỉnh được chỉ đến tinh thể đơn tà gần 28,1 độ là m và cường độ đỉnh của đỉnh được chỉ đến tinh thể tứ giác gần 30,1 độ là t, nếu Na được sử dụng làm kim loại kiềm (nếu oxit kim loại kiềm là Na_2O), tỷ lệ của t trong sol zircon oxit theo sáng chế (giá trị $t/(t+m)$) tốt hơn là bằng 0,75 hoặc lớn hơn và bằng 0,95 hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là bằng 0,78 hoặc lớn hơn và bằng 0,90 hoặc nhỏ hơn. Không được ưu tiên

nếu, giá trị $t/(t+m)$ là nhỏ hơn 0,75 bởi vì tỷ lệ của các hạt mà có cấu trúc đơn tà là cao và độ trong suốt của sol zircon oxit giảm, và không được ưu tiên nếu, giá trị $t/(t+m)$ vượt quá 0,95 bởi vì tỷ lệ của các hạt mà có cấu trúc tứ giác là cao và độ trong suốt của sol zircon oxit giảm. Lưu ý rằng, nếu Li được sử dụng làm kim loại kiềm (nếu oxit kim loại kiềm là Li_2O), thậm chí nếu tỷ lệ của t trong sol zircon oxit (giá trị $t/(t+m)$) nằm trong khoảng từ 0,61 đến 0,70, có thể thu được sol zircon oxit trong suốt cao (tham khảo các ví dụ từ 9 đến 12, mà sẽ được mô tả sau).

Lưu ý rằng, mặc dù các đỉnh xuất hiện gần 30,1 độ trong quang phổ XRD được thể hiện trên Fig.1 có thể được chỉ đến tinh thể lập phương, các đỉnh này xuất hiện gần 30,1 được hiểu là các đỉnh được chỉ đến tinh thể tứ giác, bởi vì đỉnh xuất hiện gần 74 độ mà được chỉ đến tinh thể lập phương không tồn tại. Điều này có nghĩa là, pha tinh thể của zircon oxit được cấu tạo bởi cấu trúc mạng tinh thể đơn tà và mạng tinh thể tứ giác. Ngoài ra, hiểu rằng pha tinh thể của zircon oxit được cấu tạo bởi cấu trúc mạng tinh thể đơn tà và mạng tinh thể tứ giác bởi vì đỉnh xuất hiện ở 625cm^{-1} trong quang phổ Raman được thể hiện trên Fig.2 mà được chỉ đến tinh thể lập phương không tồn tại.

Xét đến oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm), một hoặc nhiều oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) có mặt trong zircon oxit (ZrO_2), mà là thể phân tán, ở tỷ lệ mol $\text{M}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là bằng $0,025 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,3 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn.

Không được ưu tiên nếu, tỷ lệ mol $\text{M}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ là nhỏ hơn $0,02 \times 10^{-2}$ bởi vì khi đó độ trong suốt của sol zircon oxit giảm. Tương tự, không được ưu tiên nếu, tỷ lệ mol $\text{M}_2\text{O}/\text{ZrO}_2$ vượt quá $0,4 \times 10^{-2}$ bởi vì khi đó độ trong suốt của sol zircon oxit giảm.

Cỡ hạt của sol zircon oxit theo sáng chế được đo bằng thiết bị Zetasizer Nano (là sản phẩm của Spectris Co., Ltd.). Sol zircon oxit theo sáng chế tốt hơn là có cỡ hạt trung bình D_{50} bằng 2nm hoặc lớn hơn và bằng 10nm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 2nm hoặc lớn hơn và bằng 5nm hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là có cỡ hạt trung bình D_{90} bằng 15nm hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là bằng 10nm hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn là có cỡ hạt trung bình D_{99} bằng 30nm hoặc nhỏ hơn. Không được ưu tiên nếu, cỡ hạt trung bình nhỏ hơn 2nm bởi vì khó tinh chế và làm đặc sol zircon oxit, và cỡ hạt trung bình vượt quá 10nm bởi vì khi đó độ trong suốt của sol zircon oxit giảm. Ngoài ra, không được ưu tiên nếu, D_{99} vượt quá 30nm bởi vì khi đó độ trong suốt của sol zircon oxit giảm, và khi sol

ziricon oxit được sử dụng làm chất độn hữu cơ và được hình thành vào trong màng, độ trong suốt bị ảnh hưởng bởi vì D₉₉ không nhỏ hơn đủ bước sóng trong vùng ánh sáng nhìn thấy.

Mặt khác, nồng độ của sol ziricon oxit theo sáng chế không bị giới hạn cụ thể, và nồng độ này thường nằm trong khoảng từ 10 đến 50% khi xét đến ZrO₂. Không được ưu tiên nếu, nồng độ của sol ziricon oxit nhỏ hơn 10% bởi vì khi sol ziricon oxit được pha loãng sử dụng dung môi khác, nồng độ của ziricon oxit giảm, và không được ưu tiên nếu, nồng độ của ziricon oxit vượt quá 50% bởi vì độ ổn định bị ảnh hưởng do độ nhớt của sol tăng.

Không có giới hạn cụ thể đối với môi trường phân tán của sol ziricon oxit theo sáng chế, và các ví dụ về nó gồm có rượu béo, rượu đa chức, và keton béo, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều thành phần trong số rượu béo, rượu đa chức, và keton béo. Tốt hơn là, thông thường nước (nước sạch hoặc nước trao đổi ion, và tương tự áp dụng cho phần mô tả sau) được sử dụng. Lưu ý rằng, không có giới hạn cụ thể đối với giá trị độ pH của môi trường phân tán.

Sol ziricon oxit theo sáng chế có hệ số truyền bằng 45% hoặc lớn hơn, tốt hơn là bằng 50% hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là bằng 53% hoặc lớn hơn, ở bước sóng bằng 400nm. Sol ziricon oxit theo sáng chế có hệ số truyền bằng 75% hoặc lớn hơn, tốt hơn là bằng 80% hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là bằng 85% hoặc lớn hơn, ở bước sóng bằng 550nm. Sol ziricon oxit theo sáng chế tốt hơn là có hệ số truyền bằng 85% hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là bằng 90% hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt là bằng 95% hoặc lớn hơn, ở bước sóng bằng 800nm. Cụ thể, sol ziricon oxit theo sáng chế được đặc trưng là có hệ số truyền cao ở bước sóng bằng 400nm.

Nếu kim loại kiềm M là Li, sol ziricon oxit theo sáng chế cụ thể có hệ số truyền bằng 50% hoặc lớn hơn, tốt hơn là bằng 53% hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là bằng 60% hoặc lớn hơn, ở bước sóng bằng 400nm. Sol ziricon oxit theo sáng chế có hệ số truyền bằng 80% hoặc lớn hơn, tốt hơn là bằng 83% hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là bằng 88% hoặc lớn hơn, ở bước sóng bằng 550nm. Sol ziricon oxit theo sáng chế tốt hơn là có hệ số truyền bằng 90% hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là bằng 93% hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt là bằng 96% hoặc lớn hơn, ở bước sóng bằng 800nm. Cụ thể, sol ziricon oxit theo sáng chế được đặc trưng là có hệ số truyền cao ở bước sóng bằng 400nm.

Sol zircon oxit theo sáng chế tốt hơn là có độ đục bằng 12% hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 10% hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt là bằng 9% hoặc nhỏ hơn. Nếu độ đục vượt quá 12%, sol zircon oxit có độ trong suốt kém, và sol zircon oxit có thể không sử dụng được một cách thích hợp trong vật liệu quang hoặc tương tự. Lưu ý rằng, độ đục và hệ số truyền trong bản mô tả này là các giá trị thu được qua việc đo bằng cách sử dụng quang phổ kế tia cực tím và quang phổ kế cho ánh sáng nhìn thấy được UV-2400PC (là sản phẩm của SHIMADZU CORPORATION). Bước sóng ở đó độ đục được đo được cài đặt đến 550nm.

Phương pháp sản xuất sol zircon oxit

Tiếp theo là phần mô tả chi tiết, phương pháp sản xuất sol zircon oxit theo sáng chế.

Phương pháp sản xuất sol zircon oxit theo sáng chế gồm có bước thứ nhất là gia nhiệt một hoặc nhiều dung dịch kim loại kiềm đến 60°C hoặc lớn hơn, bước thứ hai là bổ sung dung dịch muối zircon vào dung dịch kim loại kiềm thu được trong bước thứ nhất, bước thứ ba là làm lão hóa chất lỏng thu được trong bước thứ hai ở nhiệt độ xác định trước, và bước thứ tư là bổ sung phần còn lại của dung dịch muối zircon được sử dụng trong bước thứ hai vào dung dịch thu được trong bước thứ ba và tạo ra zircon hydroxit. Ngoài ra, tốt hơn là phương pháp gồm có bước, sau khi zircon hydroxit thu được qua các bước từ thứ nhất đến thứ tư được phân tán trong nước, bổ sung axit, và pepti hóa zircon hydroxit thông qua việc gia nhiệt và làm lão hóa.

Trong bước thứ nhất, dung dịch kim loại kiềm, mà là chất làm trung hòa đối với muối zircon, được gia nhiệt đến nhiệt độ 60°C hoặc cao hơn, và tốt hơn là 70°C hoặc cao hơn. Không có giới hạn cụ thể đối với dung dịch hydroxit kim loại kiềm chỉ cần nó là dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm, và các ví dụ về nó gồm có dung dịch trong nước của lithi hydroxit, dung dịch trong nước của natri hydroxit, dung dịch trong nước của kali hydroxit, dung dịch trong nước của rubidi hydroxit, và dung dịch trong nước của xesi hydroxit, và thường là lithi hydroxit, natri hydroxit, và kali hydroxit mà được sử dụng trong công nghiệp có thể được sử dụng một cách thích hợp. Ngoài ra, dung dịch thu được bằng cách trộn các dung dịch trong nước này có thể được sử dụng.

Lưu ý rằng, mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với giới hạn trên của nhiệt độ mà dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm được gia nhiệt ở đó, nếu có thể, nhiệt

độ gia nhiệt tốt hơn là bằng 100°C hoặc nhỏ hơn bởi vì không đòi hỏi dùng đến bình phản ứng đặc hiệu hoặc tương tự.

Tốt hơn là, hydroxit kim loại kiềm (M là để chỉ Li, Na, K, Rb, và Cs), mà là các chất làm trung hòa, thỏa mãn MOH (được xem là 100%)/ ZrO_2 (tỷ lệ mol) = 2 hoặc lớn hơn. Không thích hợp nếu MOH (được xem là 100%)/ ZrO_2 nhỏ hơn 2 bởi vì việc trung hòa dung dịch trong nước của muối zircon sẽ không hoàn thiện. Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với giới hạn trên, thường là MOH (được xem là 100%)/ ZrO_2 (tỷ lệ mol) bằng 2,5 hoặc lớn hơn, và tốt hơn là bằng 3,0 hoặc lớn hơn. Lưu ý rằng, không kinh tế nếu MOH/ZrO_2 vượt quá 15.

Ngoài ra, không có giới hạn cụ thể đối với nồng độ của dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm được sử dụng làm chất làm trung hòa, thường là dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm có nồng độ nằm trong khoảng từ 5 đến 25% theo trọng lượng được sử dụng. Không có lợi về kinh tế nếu, nồng độ của nó nhỏ hơn 5% theo trọng lượng bởi vì lượng nước lớn cần có để pha loãng kim loại kiềm. Ngoài ra, không được ưu tiên nếu, nồng độ của nó vượt quá 25% theo trọng lượng bởi vì khó thu được dung dịch đồng nhất của hydroxit kim loại kiềm do rủi ro có tái kết tinh ở độ hòa tan của kim loại kiềm.

Với phương pháp sản xuất sol zircon oxit theo sáng chế, trong bước thứ hai, zircon hydroxit được tạo ra bằng cách bổ sung dung dịch muối zircon theo cách chia nhỏ vào dung dịch hydroxit kim loại kiềm. Tức là, $1/3$ đến $2/3$, hoặc tốt hơn là bằng $1/2$, của lượng xác định cần có của dung dịch muối zircon (tổng lượng của dung dịch muối zircon được bổ sung trong bước thứ hai và bước thứ tư) được bổ sung, làm lượng bổ sung thứ nhất, vào dung dịch hydroxit kim loại kiềm thu được trong bước thứ nhất.

Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với muối zircon được sử dụng trong sáng chế chỉ cần là nó hòa tan được trong nước và các ví dụ về nó gồm có nitrat, sulfat, axetat, và clorua, nitrat và clorua được ưu tiên, bởi vì tạp chất không có khả năng được đưa vào trong các bước tiếp theo.

Nồng độ của zircon trong dung dịch muối zircon tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 50% theo trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 35% theo trọng lượng, và đặc biệt tốt là nằm trong khoảng từ 15 đến 30% theo trọng lượng, khi xét đến ZrO_2 . Không được ưu tiên nếu, nồng độ của nó nhỏ hơn 5% theo trọng lượng bởi vì hiệu

quả sản xuất thấp, và nồng độ của nó vượt quá 50% theo trọng lượng bởi vì khó thực hiện khuấy do độ nhớt cao của muối zircon được trung hòa, và các hydroxit được tạo ra không đều và khả năng lọc là kém.

Trong bước thứ ba, dung dịch thu được trong bước thứ hai được đưa vào làm lão hóa với dung dịch được giữ ở nhiệt độ xác định trước. Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với nhiệt độ xác định trước, tốt hơn là nhiệt độ của dung dịch hydroxit kim loại kiềm ở đó dung dịch muối zircon được bổ sung trong bước thứ hai. Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với thời gian giữ nhiệt độ, tốt hơn là thời gian giữ nhiệt độ bằng 10 phút hoặc lâu hơn và nhỏ hơn 2 giờ sau khi bổ sung dung dịch muối zircon được hoàn thiện trong bước thứ hai. Nếu thời gian giữ nhiệt độ nhỏ hơn hoặc bằng với 10 phút, phản ứng mong muốn không được tạo thuận tiện đủ, và nếu thời gian giữ nhiệt độ nhiều hơn hoặc bằng 2 giờ, phản ứng được tạo thuận tiện nhưng thời gian sản xuất tăng, dẫn đến chi phí phát sinh.

Trong bước thứ tư, phần còn lại của dung dịch muối zircon được bổ sung vào dung dịch thu được sau khi bước thứ ba được hoàn thiện (cụ thể, dung dịch sau khi thời gian giữ nhiệt độ được mô tả trên đây trôi qua sau khi bổ sung dung dịch muối zircon được hoàn thiện trong bước thứ hai). Mặc dù chi tiết về nguyên lý là chưa rõ ràng, việc thay thế Zr^{4+} trong zircon hydroxit bởi M^{+} được tạo thuận tiện như mong muốn trong bước này, và kết quả là đạt được hệ số truyền, độ đục, pha tinh thể, và cỡ hạt trung bình theo sáng chế.

Cụ thể cho rằng, kết quả của việc bổ sung dung dịch trong nước của muối zircon theo cách chia nhỏ vào dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm được gia nhiệt để trung hòa muối zircon, dung dịch trong nước của hydroxit kim loại kiềm được gia nhiệt (MOH) và dung dịch trong nước của muối zircon phản ứng vừa phải với nhau, kim loại kiềm được kết hợp trong cấu trúc của zircon hydroxit, thay cho kim loại kiềm được hấp phụ trên bề mặt của zircon hydroxit, và kết quả của việc là các phần của Zr^{4+} của zircon hydroxit được thế bởi M^{+} , có thể thu được sol zircon oxit trong suốt cao có mạng tinh thể đơn tà và tứ giác.

Lưu ý rằng, giá trị độ pH của dung dịch phân tán zircon hydroxit được sử dụng để thực hiện trung hòa tốt hơn là bằng 7,0 hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là bằng 10,0 hoặc lớn hơn. Không được ưu tiên nếu, giá trị độ pH của nó nhỏ hơn 7,0 bởi vì phản ứng trung

hòa không diễn ra đủ. Nước được bổ sung vào bánh ướt chứa zircon hydroxit được sản xuất thông qua các bước từ thứ nhất đến thứ tư được mô tả trên đây để tạo ra dung dịch phân tán zircon hydroxit với 5 đến 20% theo trọng lượng khi xét đến ZrO_2 , và axit được bổ sung làm tác nhân pepti hóa. Không kinh tế khi xét đến hiệu quả sản xuất nếu nồng độ của dung dịch phân tán zircon hydroxit nhỏ hơn 5% theo trọng lượng, và nếu nồng độ của nó vượt quá 20% theo trọng lượng, nồng độ của ion kim loại là cao và do đó khó thực hiện pepti hóa.

Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với tác nhân pepti hóa cho zircon hydroxit chỉ cần nó là axit vô cơ hoặc axit hữu cơ hòa tan được trong nước, và các ví dụ về nó gồm có axit clohydric, axit nitric, axit sulfuric, axit axetic, axit lactic, axit xtric, axit tartric, axit malic, và axit mandelic, axit clohydric và axit nitric được ưu tiên, bởi vì, thậm chí nếu sol zircon oxit chứa lượng dư của các axit này, các axit này có thể dễ dàng được loại thông qua tinh chế sử dụng nước sau khi sol zircon oxit được tạo ra.

Tỷ lệ mol axit/ ZrO_2 tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 3, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 1,5 làm lượng tác nhân pepti hóa để được bổ sung. Nếu tỷ lệ mol axit/ ZrO_2 là nhỏ hơn 0,01, zircon hydroxit được pepti hóa không đủ, và do đó sol zircon oxit không thể được sản xuất. Ngoài ra, nếu tỷ lệ mol axit/ ZrO_2 vượt quá 3, tác nhân pepti hóa có ít hiệu quả định lượng (chỉ sản xuất được lượng nhỏ), và do đó không kinh tế.

Tiếp theo, khi zircon hydroxit được pepti hóa, việc gia nhiệt và tiến hành làm lão hóa tốt hơn là ở $80^\circ C$ hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là ở $90^\circ C$ hoặc lớn hơn. Thời gian để việc gia nhiệt và tiến hành làm lão hóa tốt hơn là bằng 24 giờ hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là bằng 48 giờ hoặc lớn hơn. Khi xét đến sản lượng, không được ưu tiên nếu, nhiệt độ là nhỏ hơn $80^\circ C$ bởi vì zircon hydroxit không được pepti hóa và vẫn còn lại ở dạng kết tủa, và không được ưu tiên nếu, thời gian nhỏ hơn 24 giờ bởi vì tương tự zircon hydroxit vẫn còn lại dưới dạng hydroxit kết tủa. Lưu ý rằng, việc sử dụng thiết bị tạo áp như là nồi hấp trong quá trình gia nhiệt và làm lão hóa giúp rút ngắn thời gian gia nhiệt và làm lão hóa.

Việc kết thúc phản ứng có thể được khẳng định bằng mắt nhìn bởi vì dung dịch chuyển thành có màu xanh da trời sáng, trong suốt và đồng nhất. Dung dịch chứa sol zircon oxit được sản xuất theo cách này tốt hơn là được tinh chế và được làm đặc qua

siêu lọc sau khi dung dịch được làm mát đến nhiệt độ trong phòng. Lưu ý rằng, giá trị độ pH có thể được thay đổi bằng cách sử dụng dung dịch axit hoặc dung dịch kiềm trước khi hoặc sau khi tiến hành siêu lọc.

Axit mà đã được bổ sung dư có thể dễ dàng được loại qua máy siêu lọc, và khi xét đến kim loại kiềm có thể được cho là tham gia vào việc tạo ổn định mạng tinh thể tứ giác của zircon oxit, kim loại kiềm được hấp phụ trên bề mặt của zircon oxit cũng có thể được loại bỏ.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tiểu theo là phần mô tả cụ thể sáng chế thông qua các ví dụ sẽ được đưa ra dưới đây. Tuy nhiên, sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ này. Các hạt nano zircon oxit thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh chứa, là các tạp chất không tránh khỏi, hafni oxit với lượng nằm trong khoảng từ 1,3 đến 2,5% theo trọng lượng so với zircon oxit.

Lượng Na_2O và lượng Li_2O trong sol được đo bằng cách sử dụng máy quang phổ hấp thụ nguyên tử (Z-2300 là sản phẩm của Hitachi High-Technologies Corporation). Tế bào thạch anh có độ dài quang trình bằng 10mm được nạp với sol, và hệ số truyền và độ đục được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế tia cực tím và quang phổ kế cho ánh sáng nhìn thấy được (UV-2400 là sản phẩm của SHIMADZU CORPORATION). Cỡ hạt được đo bằng thiết bị Zetasizer Nano ZS (là sản phẩm của Spectris Co., Ltd.). Ngoài ra, quang phổ XRD được đo bằng thiết bị RINT 2500 (là sản phẩm của Rigaku Corporation, nguồn tia X là $\text{CuK}\alpha$), giá trị $t/(t+m)$ là để chỉ tỷ lệ của t được tính từ cường độ đỉnh (m) của đỉnh được chỉ đến tinh thể đơn tà gần 28,1 độ và cường độ đỉnh (t) của đỉnh được chỉ đến tinh thể tứ giác gần 30,1 độ. Lưu ý rằng, như thấy rõ từ Fig.1, hiểu rằng, trong tất cả các ví dụ và các ví dụ so sánh, không có đỉnh được chỉ đến tinh thể lập phương có mặt gần 74 độ, và do đó đỉnh gần 30,1 độ là đỉnh được chỉ đến tinh thể tứ giác. Điều này có nghĩa là, pha tinh thể của zircon oxit được cấu tạo bởi cấu trúc mạng tinh thể đơn tà và mạng tinh thể tứ giác. Ngoài ra, quang phổ Raman được đo bằng cách sử dụng quang phổ kế laser Raman NRS-4100 (là sản phẩm của JASCO Corporation), và việc đo bước sóng được cài đặt đến 457nm.

Ví dụ 1

Dung dịch (Dung dịch a) được chuẩn bị bằng cách pha loãng 593,2g dung dịch ziricon oxyclorea (là sản phẩm của DAIICHI KIGENSO KAGAKU KOGYO CO., LTD.) (chứa 120,0g ZrO_2) sử dụng 606,8g nước sạch. Ngoài ra, 1050,0g dung dịch natri hydroxit 10% trong nước (Dung dịch b) được làm ấm đến $70^\circ C$. Trước tiên, 600,0g Dung dịch a được bổ sung vào Dung dịch b, và tiến hành làm lão hóa trong 30 phút. Sau đó, 600,0g Dung dịch a còn lại được bổ sung thêm vào đó, và tiến hành làm lão hóa trong 90 phút. Sau khi dung dịch tạo thành được làm mát đến nhiệt độ trong phòng, tiến hành lọc và rửa để thu được 655,7g bánh ướt. Sau khi 546,2g bánh ướt này được phân tán trong 454,8g nước sạch, 19,4g axit nitric 60% (là sản phẩm của Sigma-Aldrich Japan) được bổ sung. Sau đó, làm ấm dung dịch tạo thành đến $100^\circ C$, tiến hành làm lão hóa trong 96 giờ, và thu được 1002,0g sol ziricon oxit. Sol ziricon oxit thu được có hàm lượng rắn bằng 9,7%, và có giá trị độ pH bằng 1,2. giá trị độ pH được điều chỉnh đến 9,0 bằng cách bổ sung 20,0g axit xtric khan (là sản phẩm của KISHIDA CHEMICAL Co., Ltd.) và 37,8g amoniac 25% trong nước vào 827,3g sol ziricon oxit này. Sau đó, lặp lại tinh chế và làm đặc qua siêu lọc cho đến khi giá trị độ pH đạt tới 7,2, và do đó thu được sol ziricon oxit chứa ziricon oxit là ZrO_2 với lượng bằng 30% theo trọng lượng. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng $0,017\%$, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,034 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 50,2% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 81,3% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 2

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 1200,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,045%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,089 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 55,3% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 85,7% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 3

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 1350,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,066%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,131 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 53,3% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 87,1% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 4

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 1500,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,072%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,143 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 59,8% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 88,4% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 5

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 1650,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,088%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,175 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 62,2% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 89,3% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 6

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 2100,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,112%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,223 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 69,1% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 89,5% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 7

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 3000,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,153%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,304 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 66,5% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 87,3% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 8

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 4500,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,195%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,388 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 56,4% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 80,1% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 9

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là dung dịch lithi hydroxit được sử dụng thay cho dung dịch natri hydroxit và lượng 10% dung dịch lithi hydroxit bằng 600,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Li_2O so với ZrO_2 trong sol này bằng 0,007%, và tỷ lệ mol của Li_2O so với ZrO_2 bằng $0,029 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 50,1% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 82,9% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 10

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 9 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của 10% dung dịch lithi hydroxit bằng 900,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Li_2O so với ZrO_2 trong sol này bằng 0,013%, và tỷ lệ mol của Li_2O so với ZrO_2 bằng $0,054 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 68,0% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 90,2% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 11

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 9 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của 10% dung dịch lithi hydroxit bằng 1800,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Li_2O so với ZrO_2 trong sol này bằng 0,016%, và tỷ lệ mol của Li_2O so với ZrO_2 bằng $0,066 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 74,0% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 93,0% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 12

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 9 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của 10% dung dịch lithi hydroxit bằng 3500,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Li_2O so với ZrO_2 trong sol này bằng 0,042%, và tỷ lệ mol của Li_2O so với ZrO_2 bằng $0,173 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 70,7% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 88,6% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ 13

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 6 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là axit clohydric 35% (là sản phẩm của Sigma-Aldrich Japan) được sử dụng làm axit được bổ sung trong quá trình pepti hóa, thay cho axit nitric 60%, và lượng bổ sung axit clohydric 35% bằng 17,4g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so

với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,097%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,193 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 54,5% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 82,9% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ so sánh 1

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 900,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,010%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,019 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 27,2% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 67,8% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ so sánh 2

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 1 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là lượng của dung dịch natri hydroxit 10% bằng 9000,0g. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,370%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,736 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 15,1% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 40,0% ở bước sóng bằng 550nm.

Ví dụ so sánh 3

Việc xử lý được tiến hành theo các bước tương tự như các bước của Ví dụ 2 để thu được sol ziricon oxit, ngoại trừ là 1200,0g Dung dịch a được bổ sung không có chia nhỏ. Tỷ lệ trọng lượng của Na_2O so với ZrO_2 trong sol ziricon oxit bằng 0,043%, và tỷ lệ mol của Na_2O so với ZrO_2 bằng $0,085 \times 10^{-2}$. Ngoài ra, hệ số truyền bằng 43,6% ở bước sóng bằng 400nm, và hệ số truyền bằng 79,8% ở bước sóng bằng 550nm.

Phân tích các giá trị như là hệ số truyền của sol ziricon oxit của các ví dụ, tỷ lệ trọng lượng và tỷ lệ mol của M_2O so với ZrO_2 được liệt kê tập trung trong các Bảng 1 và Bảng 2, và phân tích các giá trị như là hệ số truyền của sol ziricon oxit của các ví dụ so sánh, tỷ lệ trọng lượng và tỷ lệ mol của M_2O so với ZrO_2 được liệt kê tập trung trong Bảng 3.

Bảng 1

	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8
	M=Na	M=Na	M=Na	M=Na	M=Na	M=Na	M=Na	M=Na
ZrO ₂ (% theo trọng lượng)	30,3	30,3	30,2	30,3	30,2	30,6	30,4	30,2
pH	7,2	7,2	7,2	7,2	7,2	7,1	7,2	7,1
Độ đục (%)	9,2	8,0	7,1	7,2	7,7	7,0	7,0	8,9
Hệ số truyền ở bước sóng 400nm (%)	50,2	55,3	53,3	59,8	62,2	69,1	66,5	56,4
Hệ số truyền ở bước sóng 550nm (%)	81,3	85,7	87,1	88,4	89,3	89,5	87,3	80,1
Hệ số truyền ở bước sóng 800nm (%)	95,2	96,2	95,2	96,6	96,7	95,2	95,6	90,3
D ₁₀ (nm)	3,2	2,9	3,3	2,8	2,4	2,6	2,4	2,3
D ₅₀ (nm)	4,9	4,2	4,6	3,9	3,4	3,5	3,5	3,3
D ₉₀ (nm)	8,2	6,6	7,2	6,0	5,5	5,2	5,3	5,1
D ₉₉ (nm)	22,2	17,4	21,8	18,4	15,9	17,0	17,1	16,9
t/(t+m)	0,77	0,79	0,79	0,80	0,79	0,79	0,80	0,83
M ₂ O/ZrO ₂ (% theo trọng lượng)	0,017	0,045	0,066	0,072	0,088	0,112	0,153	0,195
M ₂ O/ZrO ₂ (mol%)	0,034	0,089	0,131	0,143	0,175	0,223	0,304	0,388

Bảng 2

	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ 11	Ví dụ 12	Ví dụ 13
	M=Li	M=Li	M=Li	M=Li	M=Na
ZrO ₂ (% theo trọng lượng)	30,2	30,3	30,0	30,3	30,2
pH	7,2	7,1	7,2	7,2	7,2
Độ đục (%)	8,8	5,7	5,5	8,7	8,9
Hệ số truyền ở bước sóng 400nm (%)	50,1	68,0	74,0	70,7	54,5
Hệ số truyền ở bước sóng 550nm (%)	82,9	90,2	93,0	88,6	82,9
Hệ số truyền ở bước sóng 800nm (%)	97,2	97,4	99,9	96,7	95,3
D ₁₀ (nm)	3,3	2,5	2,5	3,4	2,7
D ₅₀ (nm)	4,8	3,7	3,8	4,7	3,7
D ₉₀ (nm)	9,6	8,7	8,0	8,7	6,1
D ₉₉ (nm)	29,2	25,8	21,2	27,5	19,5
t/(t+m)	0,68	0,65	0,63	0,61	0,80
M ₂ O/ZrO ₂ (% theo trọng lượng)	0,007	0,013	0,016	0,042	0,097
M ₂ O/ZrO ₂ (mol%)	0,029	0,054	0,066	0,173	0,193

Bảng 3

	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3
	M=Na	M=Na	M=Na
ZrO ₂ (% theo trọng lượng)	30,3	30,1	30,2
pH	7,3	7,2	7,2
Độ đục (%)	13,1	50,5	12,5
Hệ số truyền ở bước sóng 400nm (%)	27,2	15,1	43,6
Hệ số truyền ở bước sóng 550nm (%)	67,8	40,0	79,8
Hệ số truyền ở bước sóng 800nm (%)	91,7	71,2	94,9
D10 (nm)	3,7	5,3	3,4
D ₅₀ (nm)	5,2	8,5	5,1
D ₉₀ (nm)	8,3	15,2	8,6
D ₉₉ (nm)	27,6	28,9	27,0
t/(t+m)	0,72	1,00	0,74
M ₂ O/ZrO ₂ (% theo trọng lượng)	0,010	0,370	0,043
M ₂ O/ZrO ₂ (mol%)	0,019	0,736	0,085

YÊU CẦU BẢO HỘ**1. Sol zircon oxit,**

trong đó sol zircon oxit có hệ số truyền bằng 45% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 400nm, có hệ số truyền bằng 75% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 550nm, và chứa hạt zircon oxit với lượng bằng 20% theo trọng lượng hoặc lớn hơn; và

trong đó sol zircon oxit chứa oxit kim loại kiềm (M_2O , M là để chỉ kim loại kiềm) so với zircon oxit ở tỷ lệ mol M_2O/ZrO_2 bằng $0,02 \times 10^{-2}$ hoặc lớn hơn và bằng $0,4 \times 10^{-2}$ hoặc nhỏ hơn.

2. Sol zircon oxit theo điểm 1,

trong đó sol zircon oxit có hệ số truyền bằng 50% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 400nm, và có hệ số truyền bằng 80% hoặc lớn hơn ở bước sóng bằng 550nm.

3. Sol zircon oxit theo điểm 1 hoặc 2,

trong đó kim loại kiềm M là Na.

4. Sol zircon oxit theo điểm 1 hoặc 2,

trong đó kim loại kiềm M là Li.

5. Sol zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4,

trong đó sol zircon oxit có độ đục bằng 12% hoặc nhỏ hơn.

6. Sol zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5,

trong đó sol zircon oxit có cỡ hạt trung bình bằng 10nm hoặc nhỏ hơn.

7. Sol zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6,

trong đó sol zircon oxit gồm có pha đơn tà và pha tứ giác làm pha tinh thể của zircon oxit.

8. Sol zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7,

trong đó môi trường phân tán chứa rượu béo, rượu đa chức, keton béo, hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều thành phần trong số rượu béo, rượu đa chức, và keton béo.

9. Phương pháp sản xuất sol zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8, phương pháp này bao gồm các bước:

bước thứ nhất là gia nhiệt dung dịch kim loại kiềm đến nhiệt độ 60°C hoặc cao hơn;

bước thứ hai là bổ sung lượng xác định trước nằm trong khoảng từ $1/3$ đến $2/3$ của dung dịch muối zircon vào dung dịch thu được trong bước thứ nhất;

bước thứ ba là làm lão hóa dung dịch thu được trong bước thứ hai ở nhiệt độ xác định trước; và

bước thứ tư là bổ sung phần còn lại của dung dịch muối zircon được sử dụng trong bước thứ hai vào dung dịch thu được trong bước thứ ba và tạo ra zircon hydroxit.

Fig.1

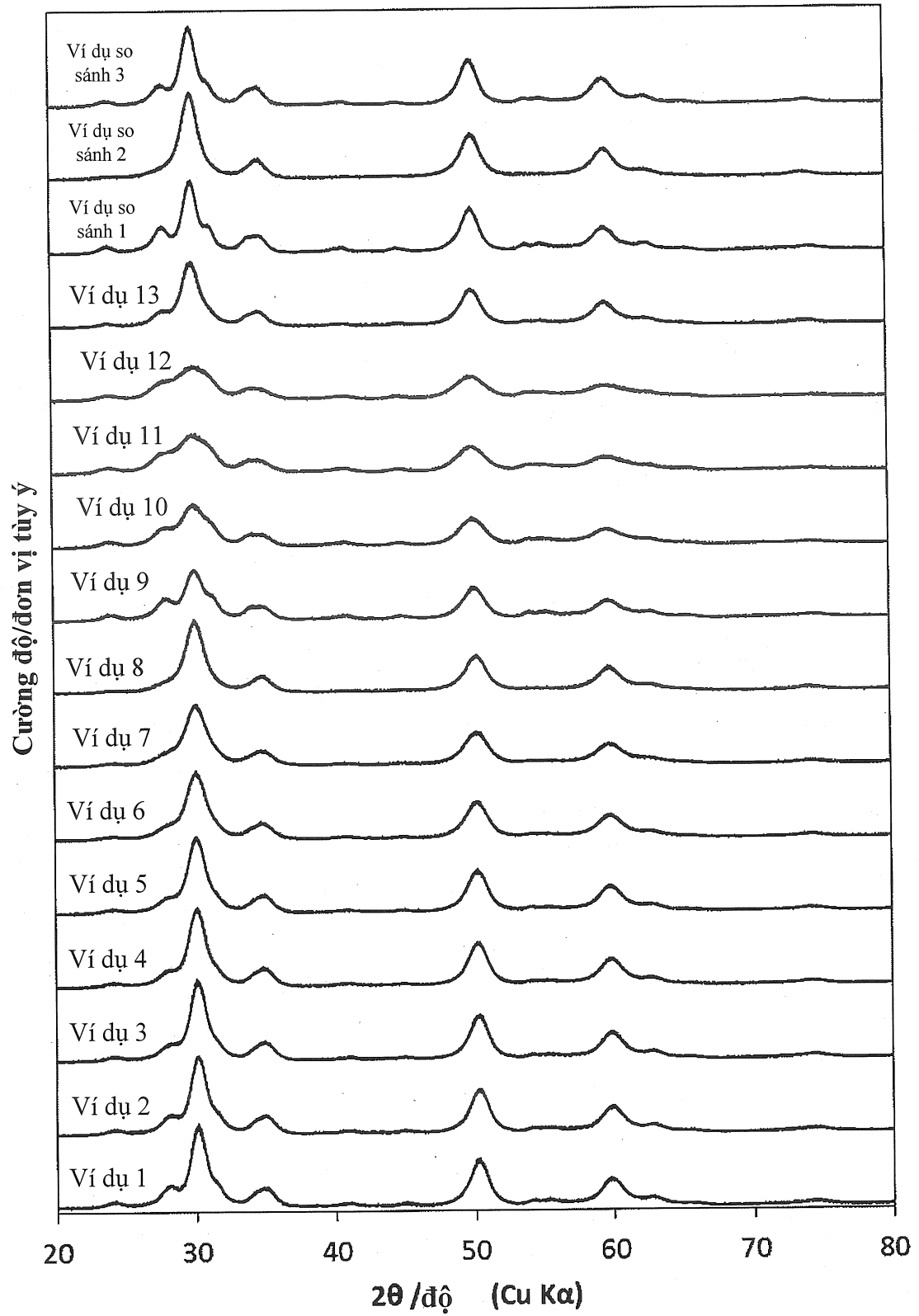


Fig.2

