



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

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

(11)



1-0038703

(51)^{2020.01} C09K 3/14; B24B 37/00; C09G 1/02;
B02C 17/00; C01F 17/00

(13) B

(21) 1-2020-01313

(22) 06/09/2018

(86) PCT/JP2018/033034 06/09/2018

(87) WO 2019/049932 A1 14/03/2019

(30) 2017-173818 11/09/2017 JP

(45) 26/02/2024 431

(43) 25/09/2020 390

(73) SHOWA DENKO K.K. (JP)

13-9, Shiba Daimon 1-chome, Minato-ku, Tokyo 105-8518 Japan

(72) MASUDA, Tomoyuki (JP); FUKAYAMA, Masaki (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU THÔ CỦA VẬT LIỆU MÀI MÒN GỐC XERI VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU MÀI MÒN GỐC XERI

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri bao gồm bước nghiền khô oxit đất hiếm hỗn hợp có hàm lượng nguyên tố đất hiếm là 80% khối lượng hoặc lớn hơn dưới dạng các oxit, và hàm lượng xeri là 50% khối lượng hoặc lớn hơn dưới dạng các oxit so với hàm lượng nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit, vật liệu mài mòn gốc xeri này bao gồm sản phẩm được nghiền có mật độ chưa đầm nén lớn hơn 0,60 g/cm³ và cao nhất là 1,50 g/cm³, và sự phân bố thể tích cỡ hạt 50% tích lũy là 2-20 µm. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri mà bao gồm bước tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

[0001]

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất vật liệu thô để sử dụng trong sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri mà được dùng để đánh bóng các vật liệu thủy tinh như là các lớp nền thủy tinh được sử dụng trong các tấm tinh thể lỏng, các đĩa cứng, và các mạch lọc để cắt các tần số cụ thể và các lớp nền thủy tinh sử dụng cho các thấu thủy tinh quang học; và phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

[0002]

Các vật liệu thủy tinh đang được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau và đánh bóng bề mặt được yêu cầu phụ thuộc vào ứng dụng của nó trong một số trường hợp. Cụ thể là, các vật liệu thủy tinh như là các lớp nền thủy tinh dùng cho các tấm tinh thể lỏng, các đĩa cứng và các mạch lọc để cắt các tần số cụ thể, và các lớp nền thủy tinh dùng cho các thấu thủy tinh quang học đòi hỏi sự đánh bóng bề mặt có độ chính xác cao với hiệu suất cao, mà không có lỗi như là các vết xước khi đánh bóng.

Vật liệu mài mòn gốc xeri được sử dụng rộng rãi trong đánh bóng bề mặt của các vật liệu thủy tinh này do có hiệu suất đánh bóng tuyệt vời.

[0003]

Vật liệu mài mòn gốc xeri thường được sản xuất bằng cách bổ sung nước vào các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp cho sự tán ướt, và sau đó tuần tự qua các bước là làm khô, nung, nghiền và phân loại (tham khảo ví dụ như tài liệu patent 1).

Danh sách trích dẫn

Tài liệu patent

[0004]

Tài liệu patent 1: JP 2002-224949 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật cần giải quyết

[0005]

Để sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri với chi phí thấp thì phương pháp sản xuất có hiệu suất sản xuất cao được mong đợi. Do vậy ở phương pháp sản xuất thông thường, được mong đợi rằng ở bước trộn các vật liệu thô và nước cho sự tán ướt thì nồng độ hàm lượng chất rắn trong bột nhão là hỗn hợp của các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp và nước càng cao càng tốt, và thời gian cần thiết cho bước tiếp theo được rút ngắn.

[0006]

Tuy nhiên, nồng độ hàm lượng chất rắn trong bột nhão tăng với lượng nạp vào các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp tăng dẫn đến độ nhớt của bột nhão cao, như vậy sự đồng nhất bằng cách khuấy và trộn có xu hướng khó đạt được.

Do vậy mà ở bước tán ướt, khó tăng lượng nạp vào các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp trong mỗi mẻ, và ngoài ra, ở bước làm khô bột nhão có hàm lượng nước cao thì sự tăng lượng sản phẩm khô thu được trong một mẻ có thể không đạt được, dẫn đến hiệu suất làm khô kém.

[0007]

Để giải quyết các vấn đề này, thông qua các nghiên cứu khác về phương pháp để tăng lượng các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp ở bước tán ướt, các tác giả sáng chế đã phát hiện thấy rằng xử lý cụ thể các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp trước có hiệu quả.

[0008]

Mặt khác, mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri có thể cải thiện hiệu suất sản xuất bằng cách tăng lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp trong một mẻ ở bước tán và phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri.

Cách thức giải quyết vấn đề

[0009]

Sáng chế này dựa trên phát hiện trong đó trong sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri, lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp ở bước tán ướt có thể tăng lên thông qua việc áp dụng nghiền khô đối với các vật liệu oxit đất hiếm hỗn hợp, như vậy hiệu suất sản xuất có thể được cải thiện.

[0010]

Mặt khác, sáng chế đề xuất các mục [1] đến [13] sau đây.

[1] Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, bao gồm bước nghiền khô các oxit đất hiếm hỗn hợp có tổng hàm lượng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit là 80% khối lượng hoặc lớn hơn, và hàm lượng xeri dưới dạng oxit so với tổng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, để thu được vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm đã nghiền có mật độ chưa đầm nén lớn hơn $0,60 \text{ g/cm}^3$ và $1,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn và đường kính hạt tại phân bố thể tích tích lũy 50% là $2 \mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $20 \mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

[2] Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [1], trong đó sản phẩm đã nghiền có mật độ chưa đầm nén là $0,80 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn.

[3] Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [1] hoặc [2], trong đó các oxit đất hiếm hỗn hợp chứa một hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm lantan, neodim và prazeodim.

[4] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri, bao gồm bước tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri thu được trong phương pháp sản xuất được mô tả theo mục bất kỳ trong số các mục từ [1] đến [3].

[5] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [4], bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri.

[6] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [4] hoặc [5], trong đó bước tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri là bước tán ướt.

[7] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [6], trong đó thông qua bước tán ướt, thu được bột nhão bao gồm vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri có nồng độ hàm lượng chất rắn là 55% khối lượng hoặc lớn hơn trong nước là môi trường phân tán.

[8] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [6] hoặc [7], bao gồm, sau bước tán ướt, các bước làm khô, nung, nghiền và phân loại được tiến hành theo thứ tự này.

[9] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [8], trong đó sau bước tán ướt, bước nung được thực hiện ở 600 đến 1200°C.

[10] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục [8] hoặc [9], trong đó sau bước tán ướt, bước nung được thực hiện từ 0,1 đến 10 giờ.

[11] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [10], bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trong đó hàm lượng các đất hiếm florua tính theo các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit là 80% khối lượng hoặc lớn hơn.

[12] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [11], bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trong đó hàm lượng các nguyên tử flo trong các đất hiếm florua là 10 đến 30%.

[13] Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo mục bất kỳ trong số các mục từ [5] đến [12], bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trong đó các đất hiếm florua được bổ sung sao cho lượng các đất hiếm florua là 1 đến 40% khối lượng so với 100% tổng khối lượng của vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri và các đất hiếm florua.

Hiệu quả của sáng chế

[0011]

Theo phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri theo sáng chế thì vật liệu thô có khả năng cải thiện hiệu suất sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri có thể được đề xuất.

Cũng như vậy, theo phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo sáng chế sử dụng vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, thì lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp trong một mẻ ở bước tán có thể tăng lên, như vậy sự tăng hiệu suất sản xuất và sự giảm chi phí sản xuất có thể đạt được.

Mô tả chi tiết sáng chế

[0012]

Sáng chế được mô tả chi tiết như sau.

(Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri)

Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri theo sáng chế bao gồm bước nghiền khô các oxit đất hiếm hỗn hợp có tổng hàm lượng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit (sau đây còn được gọi là “TREO” (viết tắt cho tổng hàm lượng các oxit đất hiếm) là 80% khối lượng hoặc lớn hơn, và hàm lượng xeri dưới dạng oxit so với TREO dưới dạng các oxit là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, để thu được vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm đã nghiền có mật độ chưa đầm nén lớn hơn $0,60 \text{ g/cm}^3$ và $1,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn và đường kính hạt tại phân bố thể tích tích lũy 50% là 50% là $2 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $20 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

Thông qua việc nghiền khô các oxit đất hiếm hỗn hợp này có thể thu được vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri có khả năng làm tăng hiệu suất sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri.

TREO theo sáng chế có thể được đo bằng phép phân tích trọng trường thông qua kết tủa oxalat và nung, cụ thể hơn nữa là theo phương pháp được mô tả dưới đây trong các ví dụ.

Hàm lượng các nguyên tố đất hiếm có thể được đo bằng phân tích máy như là phân tích plasma ghép cặp cảm ứng tần số cao (ICP) và phân tích tia X huỳnh quang. Trong sáng chế này, các giá trị đo bằng phân tích phổ phát xạ ICP (ICP-AES) được

chuyển đổi thành lượng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit, mà là lượng dưới dạng oxit.

[0013]

(Oxit đất hiếm hỗn hợp)

TREO trong các oxit đất hiếm hỗn hợp được sử dụng theo sáng chế là 80% khối lượng hoặc lớn hơn, và hàm lượng xeri dưới dạng oxit so với TREO là 50% khối lượng hoặc lớn hơn.

Thuật ngữ “hỗn hợp” trong “các oxit đất hiếm hỗn hợp” trong bản mô tả này có nghĩa là nhiều nguyên tố đất hiếm được chứa.

Trên quan điểm cải thiện hiệu suất sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri, TREO trong các oxit đất hiếm hỗn hợp tốt hơn là 83% hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 85% khối lượng hoặc lớn hơn.

Trên quan điểm giống như nêu trên, các oxit đất hiếm hỗn hợp chứa xeri là thành phần chính trong toàn bộ các nguyên tố đất hiếm, và hàm lượng xeri dưới dạng các oxit so với TREO tốt hơn là 53% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 55% khối lượng hoặc lớn hơn.

Trong các oxit đất hiếm hỗn hợp, nguyên tố đất hiếm ngoài xeri có thể được chứa và các ví dụ về nguyên tố đất hiếm bao gồm lantan, neodim và prazeodim.

[0014]

Các oxit đất hiếm hỗn hợp có thể thu được bằng cách nung các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp như là các carbonat đất hiếm hỗn hợp, các carbonat monooxy đất hiếm hỗn hợp, các oxalat đất hiếm hỗn hợp và hydroxyt đất hiếm hỗn hợp. Thuật ngữ “hỗn hợp” được nhắc đến ở đây có cùng ý nghĩa với thuật ngữ “hỗn hợp” của các oxit đất hiếm hỗn hợp.

Về các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp, tốt hơn là các hợp chất có hàm lượng bị khử của các thành phần tạp chất của các thành phần không phải đất hiếm như là các kim loại kiềm, các kim loại kiềm thổ và các chất phóng xạ và các hợp chất có hàm lượng bị khử của đất hiếm trung bình và nặng, và tốt hơn nữa là các hợp chất chứa xeri là thành phần chính. Về các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp, ví dụ như các carbonat đất

hiếm hỗn hợp chứa 45 đến 55% khối lượng TREO với hàm lượng xeri dưới dạng các oxit là khoảng 65% khối lượng so với TREO, được sử dụng thích hợp.

Thuật ngữ “các đất hiếm trung bình và nặng” đề cập đến các nguyên tố đất hiếm có số lượng nguyên tử lớn hơn promethi (Pm). Các nguyên tố đất hiếm ngoài các đất hiếm trung bình và nặng được gọi là “các đất hiếm nhẹ”.

[0015]

Phương pháp điều chế các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp không bị giới hạn cụ thể. Các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp thu được, ví dụ như bằng cách khử hàm lượng các thành phần tạp chất ngoài các nguyên tố đất hiếm và hàm lượng đất hiếm trung bình và nặng trong quặng chứa các nguyên tố đất hiếm thông qua xử lý hóa học để tách.

Về quặng chứa các nguyên tố đất hiếm, tốt hơn là các tinh quặng đất hiếm thu được từ quặng vật liệu thô như là batnaezit tự nhiên và monaxit giàu xeri.

[0016]

Trong điều chế các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp, thiêu bằng axit sulfuric là phương pháp điển hình của xử lý hóa học để khử hàm lượng các thành phần tạp chất. Thiêu bằng axit sulfuric là phương pháp thiêu các quặng thô dạng bột cùng với axit sulfuric để tạo thành sulfat, và hòa tan sulfat này trong nước để loại bỏ các thành phần tạp chất không tan. Tốt hơn là hàm lượng các thành phần tạp chất được khử đến 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn trong các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp.

Chiết bằng dung môi là phương pháp điển hình của xử lý hóa học để khử hàm lượng đất hiếm trung bình và nặng. Cụ thể hơn nữa là, sau khi xử lý để khử hàm lượng các thành phần tạp chất trong các quặng vật liệu thô, vật liệu này được tạo thành các hydroxyt đất hiếm hỗn hợp với kiềm như là natri hydroxyt. Sau đó, các hydroxyt đất hiếm được hòa tan trong axit clohydric để tạo thành dung dịch có nước của các clorua đất hiếm hỗn hợp để được chiết bằng dung môi mà sử dụng dung môi hữu cơ. Trong chiết bằng dung môi, hàm lượng xeri và các đất hiếm nhẹ khác có thể được điều chỉnh theo phương pháp đã biết như là kiểm soát độ chiết và sử dụng các chất phụ gia khi

cần thiết. Tốt hơn là hàm lượng các đất hiếm trung bình và nặng trong các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp được khử đến 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Sau khi xử lý để khử hàm lượng các thành phần tạp chất, các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp có thể chứa các carbonat đất hiếm hỗn hợp, tức là các carbonat được tạo ra từ natri carbonat, amoni bicarbonat hoặc tương tự, và/hoặc các oxalat đất hiếm hỗn hợp, tức là các oxalat được tạo ra từ axit oxalic hoặc tương tự.

[0017]

Khi các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp được nung để thu được các oxit đất hiếm hỗn hợp, nhiệt nung được điều chỉnh thích hợp phụ thuộc vào thành phần của các hợp chất đất hiếm hỗn hợp, tốt hơn là từ 500 đến 1100°C, tốt hơn nữa là từ 500 đến 1000°C, còn tốt hơn nữa là từ 600 đến 900°C. Thời gian nung tốt hơn là 0,5 đến 48 giờ, tốt hơn nữa là 1 đến 40 giờ, còn tốt hơn nữa là 1,5 đến 30 giờ. Không khí nung tốt hơn là khí quyển.

[0018]

Các oxit đất hiếm hỗn hợp cũng có sẵn trên thị trường và các sản phẩm thương mại có thể được sử dụng là vật liệu thô để thu được sản phẩm nghiền. Trong các sản phẩm thương mại của các oxit đất hiếm hỗn hợp, các vật liệu thô của nó, tức là các carbonat đất hiếm hỗn hợp, các monooxycarbonat đất hiếm hỗn hợp, các oxalat đất hiếm hỗn hợp v.v có thể giữ lại trong một vài trường hợp.

[0019]

(Bước nghiền khô)

Theo sáng chế, các oxit đất hiếm hỗn hợp được nghiền khô để thu được vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm đã nghiền.

Trong bước nghiền khô, các hạt oxit đất hiếm hỗn hợp kết tụ được tạo ra để có mật độ chưa đầm nén và đường kính hạt định trước.

Đường kính hạt của các oxit đất hiếm hỗn hợp thông thường thu được theo cách này là khoảng 5 đến 30 μm , và đường kính vi tinh thể thường là 30 đến 150 Å. Đường kính vi tinh thể thu được bằng cách đo dựa trên độ rộng nửa giá trị của đỉnh chính theo phương trình Scherrer sử dụng nhiễu xạ tia X. Trong nghiền khô thu được các hạt kết

tụ có đường kính hạt lớn hơn đường kính hạt của các hạt sơ cấp đa tinh thể. Nghiền khô để thu được các sản phẩm nghiền được tạo ra từ các hạt này là khác biệt với “tán” ở bước tán được mô tả sau đây.

Tán khô có thể được thực hiện sử dụng máy nghiền khô (nghiền) đã biết. Trên quan điểm các hạt thu được với các đặc tính định trước, ví dụ như máy nghiền búa (máy phun tán), máy nghiền pin hoặc tương tự được sử dụng thích hợp.

[0020]

<Mật độ chưa đầm nén>

Sản phẩm nghiền khô thu được bằng cách nghiền khô có mật độ chưa đầm nén lớn hơn $0,60 \text{ g/cm}^3$ và $1,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là $0,80 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn.

Thuật ngữ “mật độ chưa đầm nén” theo sáng chế đề cập đến giá trị đo theo “3. Phương pháp đo mật độ chưa đầm nén” ở JIS R 9301-2-3: 1999 (Bột nhôm oxit – phần 2: Xác định các đặc tính vật lý - 3: Mật độ chưa đầm nén và mật độ đầm nén).

Trong trường hợp sản phẩm nghiền có mật độ chưa đầm nén là $0,60 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn, khi sản phẩm nghiền được trộn với nước để tạo ra bột nhão cho sự tán ướt, độ nhớt của bột nhão có xu hướng cao, như vậy lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp không thể tăng lên để thu được bột nhão đồng nhất. Mặt khác, trong trường hợp lớn hơn $1,50 \text{ g/cm}^3$, thì việc khó xử lý kết quả thu được gây bất lợi khi sử dụng thực tiễn.

Trên quan điểm tăng thêm lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp ở bước tán ướt để cải thiện hiệu suất sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri, thì mật độ chưa đầm nén của sản phẩm nghiền tốt hơn là $0,80 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn và tốt hơn nữa là $0,85 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn. Giới hạn trên của mật độ chưa đầm nén của sản phẩm nghiền tốt hơn là $1,30 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $1,00 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn, trên quan điểm dễ xử lý.

[0021]

<Đường kính hạt trung bình (D50)>

Vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền có đường kính hạt trung bình là 2 đến 20 μm , tốt hơn là 2 đến 18 μm , tốt hơn nữa là 3 đến 15 μm .

Thuật ngữ “đường kính hạt trung bình” theo sáng chế đề cập đến đường kính hạt tại giá trị tích lũy theo phân phối thể tích 50%, mà còn được thể hiện là “D50”. Đường kính hạt trung bình có thể đo bằng tán xạ nhiễu xạ laze. Cụ thể là, giá trị được đo bằng máy phân tích sự phân bố cỡ hạt vết cực nhỏ được mô tả ở các ví dụ sau đây.

Trong trường hợp đường kính hạt trung bình của sản phẩm nghiền nhỏ hơn 2 μm , tốt hơn là các hạt này không sử dụng trong thực tiễn do các hạt quá mịn để xử lý. Mặt khác, trong trường hợp lớn hơn 20 μm , thì các hạt này không thích hợp do chúng quá thô dễ lắng xuống khi sản phẩm nghiền được trộn với nước để tạo ra bột nhão cho sự tán ướt, dẫn đến khó thu được bột nhão đồng nhất và cần nhiều thời gian hơn cho bước tán tiếp theo.

[0022]

(Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri)

Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo sáng chế bao gồm bước tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri thu được theo phương pháp mô tả ở trên.

Sử dụng vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp đã mô tả ở trên cho phép cải thiện hiệu suất sản xuất trong sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri.

[0023]

(Bước tán)

Mặc dù bước tán trong phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo sáng chế có thể là bước tán khô hoặc bước tán ướt, tốt hơn là bước tán ướt vì các lý do sau đây.

[0024]

<Bước tán ướt>

Trong phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri, sử dụng vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền cụ thể là ở bước tán ướt ngăn ngừa sự tăng độ nhớt của bột nhão trong hỗn hợp với nước, như vậy lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp trong một mẻ có thể tăng lên và cải thiện hiệu suất làm khô ở bước làm khô bột nhão có thể đạt được. Nói cách khác, sử dụng vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri thu được theo cách đó ở bước tán ướt có thể góp phần đặc biệt vào hiệu quả cải thiện hiệu suất sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri.

[0025]

Tốt hơn là bước tán ướt được thực hiện bởi máy nghiền trung bình như là máy nghiền bi ướt (máy nghiền hạt), trên quan điểm tán đều, và trên quan điểm trộn đều trong trường hợp mà thành phần ngoài sản phẩm nghiền được bổ sung. Về môi trường phân tán, mặc dù nước được sử dụng tốt, nhưng dung môi được trộn với rượu hoặc tương tự có thể được sử dụng trên quan điểm cải thiện độ phân tán.

[0026]

Trên quan điểm cải thiện năng suất và chi phí sản xuất, tốt hơn là vật liệu thô bột nhão của vật liệu mài mòn gốc xeri thu được ở bước tán ướt bao gồm nước là môi trường phân tán, có nồng độ hàm lượng chất rắn tốt hơn là 55% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 57% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 60% khối lượng hoặc lớn hơn. Trong trường hợp sản phẩm nghiền chỉ được tán ướt, thuật ngữ “hàm lượng chất rắn” trong bản mô tả đề cập đến sản phẩm nghiền, và như được mô tả dưới đây, trong trường hợp các thành phần khác ngoài sản phẩm nghiền được bổ sung, thì thuật ngữ đề cập đến tổng hàm lượng chất rắn của các thành phần này và sản phẩm nghiền.

Đường kính hạt trung bình (D50) của hàm lượng chất rắn trong vật liệu thô bột nhão tốt hơn là 0,3 đến 10 μm , tốt hơn nữa là 0,5 đến 7 μm , còn tốt hơn nữa là 0,5 đến 5 μm , trên quan điểm khả năng xử lý ở các bước tiếp theo.

[0027]

Vật liệu mài mòn gốc xeri có thể chỉ được làm từ các thành phần của sản phẩm nghiền hoặc thể chứa các thành phần ngoài các thành phần của sản phẩm nghiền trên

quan điểm cải thiện các đặc tính đánh bóng của vật liệu mài mòn. Ví dụ như, bổ sung thành phần flo được ưa thích.

Trong trường hợp đó, tốt hơn là các thành phần ngoài các thành phần của sản phẩm nghiền được bổ sung vào sản phẩm nghiền trước khi tán sản phẩm nghiền, để được trộn đều với sản phẩm nghiền. Trong trường hợp mà thành phần flo được bổ sung vào sản phẩm nghiền, việc bổ sung các đất hiếm florua vào sản phẩm nghiền được ưa thích. Nói cách khác, tốt hơn là bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được đưa vào trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp.

[0028]

(Đất hiếm florua)

Các đất hiếm florua được bổ sung là các thành phần flo để tăng hàm lượng các nguyên tử flo trong vật liệu mài mòn gốc xeri.

Do vật liệu mài mòn gốc xeri chứa flo, nên các đặc tính đánh bóng như là tỷ lệ đánh bóng có thể được cải thiện. Sử dụng các đất hiếm florua giúp vật liệu mài mòn gốc xeri chứa flo được sản xuất an toàn hơn và theo cách thuận tiện với chi phí thấp khi so sánh với việc sử dụng trực tiếp các florua như là amoni florua và axit flohydric.

[0029]

TREO trong các đất hiếm florua tốt hơn là 80% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 83% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 85% khối lượng hoặc lớn hơn. Cũng như vậy, tốt hơn là các đất hiếm florua chứa xeri là thành phần chính trong toàn bộ các nguyên tố đất hiếm, và hàm lượng xeri dưới dạng oxit so với TREO tốt hơn là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 53% khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 55% khối lượng hoặc lớn hơn. Cũng như vậy, hàm lượng các nguyên tử flo trong các đất hiếm florua tốt hơn là 10 đến 30% khối lượng, tốt hơn nữa là 15 đến 30% khối lượng, còn tốt hơn nữa là 20 đến 30% khối lượng.

[0030]

Về các đất hiếm florua này, các đất hiếm florua hỗn hợp được chứa bằng cách bổ sung florua như là axit flohydric, amoni florua và amoni florua có tính axit vào các

hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp được mô tả ở trên và xử lý nhiệt hỗn hợp này có thể được sử dụng. Thuật ngữ “hỗn hợp” ở đây có cùng ý nghĩa với thuật ngữ “hỗn hợp” dùng cho các oxit đất hiếm hỗn hợp được mô tả ở trên.

Tốt hơn là xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ là 400°C hoặc nhỏ hơn trên quan điểm thu được vật liệu mài mòn gốc xeri đồng nhất có các đặc tính đánh bóng vượt trội. Tốt hơn là khí xử lý nhiệt là không khí.

[0031]

Lượng các đất hiếm florua được bổ sung vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền được xác định thích hợp dựa trên hàm lượng các nguyên tử flo cần có để sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri. Trên quan điểm thu được các đặc tính đánh bóng vượt trội, tốt hơn là lượng các đất hiếm florua bổ sung được kiểm soát từ 1 đến 40% khối lượng so với 100% tổng khối lượng của sản phẩm nghiền và các đất hiếm florua, tốt hơn nữa là 3 đến 35% khối lượng, còn tốt hơn nữa là 5 đến 30% khối lượng.

[0032]

(Bước tiếp theo sau bước tán ướt)

Tốt hơn là phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo sáng chế bao gồm, sau bước tán ướt, các bước làm khô, nung, nghiền và phân loại theo thứ tự này. Nói cách khác, tốt hơn là vật liệu mài mòn gốc xeri được sản xuất bằng cách làm khô bột nhão thu được ở bước tán ướt, và sau đó tuần tự qua các bước nung, nghiền và phân loại.

Theo phương pháp sản xuất liên quan đến các bước này, bột nhão có nồng độ hàm lượng chất rắn cao, như vậy hiệu suất làm khô bột nhão được cải thiện, kết quả là hiệu suất sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri cao và chi phí sản xuất giảm.

Làm khô, nung, nghiền và phân loại có thể được thực hiện theo cách giống như trong phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri đã biết.

Ở bước nung, nhiệt độ nung tốt hơn là 600 đến 1200°C, tốt hơn nữa là 650 đến 1150°C, còn tốt hơn nữa là 700 đến 1100°C, trên quan điểm thu được vật liệu mài mòn gốc xeri đồng nhất có các đặc tính đánh bóng vượt trội. Thời gian nung ở nhiệt độ thiết

lập đích tốt hơn là 0,1 đến 10 giờ, tốt hơn nữa là 0,5 đến 6 giờ, còn tốt hơn nữa là 0,5 đến 4 giờ. Khí nung tốt hơn là không khí.

[0033]

(Vật liệu mài mòn gốc xeri)

Ở vật liệu mài mòn gốc xeri thu được bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế, TREO tốt hơn là 85% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 90% khối lượng hoặc lớn hơn, và hàm lượng xeri dưới dạng các oxit so với TREO tốt hơn là 55 to 95% khối lượng, tốt hơn nữa là 60 đến 95% khối lượng trên quan điểm các đặc tính đánh bóng.

Cũng như vậy, tốt hơn là vật liệu mài mòn gốc xeri chứa lantan, neodim và prazeodim. Trong trường hợp đó, tốt hơn là hàm lượng lantan dưới dạng oxit so với TREO là 5 đến 40% khối lượng, hàm lượng neodim dưới dạng oxit so với TREO là 0,01 đến 5% khối lượng, và hàm lượng prazeodim dưới dạng oxit so với TREO là 0,01 đến 5% khối lượng.

Cũng như vậy, tốt hơn là vật liệu mài mòn gốc xeri chứa các nguyên tử flo trên quan điểm có các đặc tính đánh bóng vượt trội. Trong trường hợp đó, tốt hơn là hàm lượng các nguyên tử flo là 0,5 đến 10% khối lượng.

[0034]

Tốt hơn là vật liệu mài mòn gốc xeri có đường kính hạt trung bình (D50) là 0,3 đến 5,0 μm , tốt hơn nữa là 0,5 đến 4,0 μm , còn tốt hơn nữa là 0,5 đến 3,0 μm , cho dù dựa trên mục đích là đánh bóng, các điều kiện đánh bóng, v.v.

[0035]

Vật liệu mài mòn gốc xeri thường được xử lý ở dạng bột và được phân tán ví dụ như trong môi trường phân tán như là nước, được sử dụng ở trạng thái bột nhão trong khi đánh bóng. Nồng độ phân tán của vật liệu mài mòn trong bột nhão được điều chỉnh thích hợp điển hình là 1 đến 30% khối lượng, dựa trên mục đích là đánh bóng, các điều kiện đánh bóng, v.v. Về môi trường phân tán, nước hoặc dung môi hữu cơ tan trong nước như là rượu, axeton và tetrahydrofuran được sử dụng thích hợp, và nước được sử dụng điển hình.

[0036]

Để đạt được sự cải thiện về độ phân tán, ngăn ngừa sự lắng, cải thiện độ ổn định và khả năng gia công, các chất phụ gia bao gồm các glycol như là etylen glycol và polyetylen glycol; các photphat như là axit tripolyphosphoric và hexametaphotphat; các chất phân tán polyme như là polyacrylat; các xenluloza ete như là metyl xenluloza và carboxymetyl xenluloza; và các polyme tan trong nước như là rượu polyvinyl có thể được bổ sung vào bột nhão khi cần thiết, nằm trong khoảng để không làm hỏng các đặc tính đánh bóng. Trong trường hợp mà chất phụ gia được bổ sung, mỗi lượng chất phụ gia được bổ sung so với 100 phần khối lượng vật liệu mài mòn trong bột nhão thường là 0,01 đến 20% khối lượng, tốt hơn là 0,05 đến 15% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,1 đến 10% khối lượng.

[0037]

Sử dụng vật liệu mài mòn gốc xeri giúp tỷ lệ đánh bóng cao được duy trì trong khi vẫn ngăn ngừa xảy ra các vết xước khi đánh bóng ở bề mặt đánh bóng của lớp nền thủy tinh hoặc tương tự, như vậy sự đánh bóng hiệu quả có thể được thực hiện.

Vật liệu mài mòn gốc xeri đặc biệt thích hợp dùng để đánh bóng cuối cùng cho nhiều vật liệu thủy tinh và các sản phẩm thủy tinh như là lớp nền thủy tinh dùng cho các đĩa quang hoặc các đĩa từ, lớp nền thủy tinh dùng cho các màn hình tinh thể lỏng, lớp nền thủy tinh dùng cho các mạch lọc màu hoặc các mạng che quang và lớp nền thủy tinh dùng cho các thấu thủy tinh quang.

Ví dụ thực hiện sáng chế

[0038]

Sáng chế được mô tả cụ thể hơn nữa có viện dẫn đến các ví dụ như sau, cho dù sáng chế không chỉ giới hạn ở đây.

[0039]

[Điều chế vật liệu thô của oxit đất hiếm hỗn hợp]

(Vật liệu thô A)

Quặng vật liệu thô (tinh quặng đất hiếm) chứa 47% khối lượng TREO, 2% khối lượng của đất hiếm trung bình và nặng dưới dạng các oxit, và 8% khối lượng neodim dưới dạng oxit được xử lý bằng cách thiêu bằng axit sulfuric và chiết bằng dung môi

để khử hàm lượng các thành phần tạp chất được tạo ra ngoài các thành phần đất hiếm đến 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn và hàm lượng của đất hiếm trung bình và nặng dưới dạng các oxit đến 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, như vậy các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp được điều chế với hàm lượng các nguyên tố đất hiếm được điều chỉnh. Các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp chứa 65% khối lượng xeri dưới dạng oxit ($[\text{CeO}_2]$), 34% khối lượng lantan dưới dạng oxit ($[\text{La}_2\text{O}_3]$), 0,6% khối lượng neodim dưới dạng oxit ($[\text{Nd}_2\text{O}_3]$), và 0,1% khối lượng prazeodim dưới dạng oxit ($[\text{Pr}_6\text{O}_{11}]$) so với TREO.

Các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp được xử lý bằng amoni bicarbonat để thu được các carbonat đất hiếm hỗn hợp. Các carbonat đất hiếm hỗn hợp chứa 49% khối lượng TREO.

Các carbonat đất hiếm hỗn hợp với lượng 4000kg được xử lý nhiệt ở 800°C trong 10 giờ trong không khí trong lò hình con thoi để thu được các oxit đất hiếm hỗn hợp. Các oxit đất hiếm hỗn hợp chứa 93% khối lượng TREO, và hàm lượng xeri dưới dạng oxit so với TREO là 65% khối lượng.

[0040]

(Các vật liệu thô B đến D)

Sử dụng các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp giống như được sử dụng trong điều chế vật liệu thô A, các điều kiện xử lý của nó và các điều kiện xử lý nhiệt đối với các carbonat đất hiếm hỗn hợp được điều chỉnh để điều chế từng vật liệu thô B đến D có TREO và $(\text{CeO}_2)/\text{TREO}$ như được thể hiện ở bảng 1 sau đây.

[0041]

(Vật liệu thô E)

Sử dụng các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp có hàm lượng xeri dưới dạng oxit ($[\text{CeO}_2]$) là 59% khối lượng, hàm lượng lantan dưới dạng oxit ($[\text{La}_2\text{O}_3]$) là 36% khối lượng, hàm lượng neodim dưới dạng oxit ($[\text{Nd}_2\text{O}_3]$) là 0,1% khối lượng, và hàm lượng prazeodim dưới dạng oxit ($[\text{Pr}_6\text{O}_{11}]$) là 4,5% khối lượng so với TREO, các điều kiện xử lý của nó và các điều kiện xử lý nhiệt đối với các carbonat đất hiếm hỗn hợp được điều chỉnh để điều chế vật liệu thô E có TREO và $[\text{CeO}_2]/\text{TREO}$ như được thể hiện ở bảng 1 sau đây.

[0042]

[Sản xuất sản phẩm nghiền]

(Ví dụ 1)

1500kg vật liệu thô A được đưa vào máy phun tán (do Fuji Electric Industry Co., Ltd. (hiện nay được biết đến là Fuji Paudal Co., Ltd.) sản xuất, số mô-đun: EII 7.5) để được nghiền khô (1) với tốc độ quay là 8000 rpm.

(Các ví dụ 2 đến 5]

Nghiền khô (1) được thực hiện cho từng ví dụ theo cách giống như ở ví dụ 1, ngoại trừ các vật liệu thô B đến E được sử dụng thay cho vật liệu thô A ở ví dụ 1.

(Ví dụ 6)

Nghiền khô (2) được thực hiện theo cách giống như ở ví dụ 1, ngoại trừ tốc độ quay của máy phun tán ở ví dụ 1 được thiết lập là 5000 rpm.

(Ví dụ 7)

Nghiền khô (2) được thực hiện theo cách giống như ở ví dụ 2, ngoại trừ tốc độ quay của máy phun tán ở ví dụ 2 được thiết lập là 5000 rpm.

[0043]

(Các ví dụ so sánh 1 đến 3)

Không thực hiện nghiền khô đối với các vật liệu thô A đến C để tạo ra các ví dụ so sánh 1 đến 3 tương ứng.

[0044]

[Đo các đặc tính vật lý của sản phẩm nghiền và sản phẩm chưa nghiền]

Các vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền thu được ở các ví dụ và các sản phẩm chưa nghiền của các ví dụ so sánh (các vật liệu thô A đến C) được đo mật độ chưa đầm nén và đường kính hạt trung bình (D50). Các kết quả đo được tóm tắt trong bảng 1 sau đây.

Các phương pháp đo như sau.

<Mật độ chưa đầm nén>

Cách đo được thực hiện theo “3. Phương pháp đo mật độ chưa đầm nén” trong JIS R 9301-2-3: 1999 (Bột nhôm oxit - Phần 2: Xác định các đặc tính vật lý - 3: Mật độ chưa đầm nén và mật độ đầm nén).

<Đường kính hạt trung bình (D50)>

Sử dụng máy phân tích sự phân bố cỡ hạt vết cực nhỏ “MT 3300 II” [do Nikkiso Co., Ltd. sản xuất], đo sự phân bố cỡ hạt được thực hiện bằng cách tán xạ nhiễu xạ laze, và đường kính hạt (D50) tại phân bố thể tích tích lũy 50% được lấy là đường kính hạt trung bình.

[0045]

[Đánh giá chế phẩm bột nhão]

Từng mẫu thử của các vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền thu được trong các ví dụ, và sản phẩm chưa nghiền của các ví dụ so sánh (các vật liệu thô A đến C), được trộn với nước để đánh giá chế phẩm bột nhão.

Đầu tiên, bổ sung vào cốc thủy tinh dung tích 100ml 40g mẫu thử của sản phẩm nghiền hoặc sản phẩm chưa nghiền và nước sao cho các nồng độ được điều chỉnh đến 53, 57 và 62% khối lượng tương ứng. Khuấy hỗn hợp bằng que thủy tinh để đánh giá trạng thái của hỗn hợp (bột nhão) thông qua sự quan sát bằng mắt thường. Các kết quả đánh giá được tóm tắt trong bảng 1 sau đây.

[0046]

Tiêu chuẩn đánh giá như sau.

A: thu được bột nhão đồng nhất, với độ nhớt cho phép bột nhão được khuấy dễ dàng.

B: Mặc dù thu được bột nhão, khuấy bằng tay hơi khó.

C: Không thu được bột nhão, không thể khuấy.

Trong các trường hợp đánh giá A và B, được coi là có thể thu được bột nhão đồng nhất khi tán ướt. Trong trường hợp đánh giá C, khó thu được bột nhão đồng nhất khi tán ướt.

[0047]

Bảng 1

	Vật liệu thô (các oxit đất hiếm hỗn hợp)	TREO (% khối lượng)	[CeO ₂]/TREO (% khối lượng)	Bước nghiền	D50 (μm)	Mật độ chưa đầm nén (g/cm ³)	Đánh giá sự điều chế bột nhão		
							Nồng độ (% khối lượng)		
							62	57	53
Ví dụ 1	A	93	65	(1)	4,7	0,68	B	A	A
Ví dụ 2	B	94	65	(1)	12,1	0,93	A	A	A
Ví dụ 3	C	93	65	(1)	9,3	0,90	A	A	A
Ví dụ 4	D	90	64	(1)	6,9	0,95	A	A	A
Ví dụ 5	E	89	59	(1)	6,6	0,87	A	A	A
Ví dụ 6	A	93	65	(2)	7,0	0,65	B	A	A
Ví dụ 7	B	94	65	(2)	13,8	0,86	A	A	A
Ví dụ so sánh 1	A	93	65	Không	8,8	0,60	C	C	B
Ví dụ so sánh 2	B	94	65	Không	21,7	0,79	C	C	B
Ví dụ so sánh 3	C	93	65	Không	20,3	0,74	C	C	B

[0048]

Như đã thấy các kết quả ở bảng 1, vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm nghiền có mật độ chưa đầm nén riêng và đường kính hạt trung bình riêng thông qua nghiền khô (các ví dụ 1 đến 7) giúp thu được bột nhão đồng nhất ngay cả khi nồng độ của sản phẩm nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp (hàm lượng chất rắn) trong bột nhão tăng lên. Sử dụng vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri do đó giúp lượng nạp vào các oxit đất hiếm hỗn hợp ở bước tán ướt được tăng lên.

[0049]

[Sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri]

(Ví dụ 8)

Bổ sung axit flohydric vào các hợp chất đất hiếm nhẹ hỗn hợp thu được ở ví dụ 1 (quy trình sản xuất vật liệu thô A) và trộn. Sau đó, gia nhiệt hỗn hợp trong không khí ở 400°C trong 2 giờ để thu được các đất hiếm florua hỗn hợp. Các đất hiếm florua hỗn hợp chứa 83% khối lượng TREO, với hàm lượng xeri dưới dạng oxit ([CeO₂]) so với TREO là 65% khối lượng, và hàm lượng các nguyên tử flo là 26% khối lượng.

Trong bể bột nhão, 1000kg nước và 1400kg tổng hỗn hợp của sản phẩm nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp được bào chế ở ví dụ 2 (vật liệu thô của vật liệu mài

mòn gốc xeri) và các đất hiếm florua hỗn hợp (tỷ lệ trộn khối lượng là 76:24) được khuấy và trộn, và sau đó trộn và tán bằng máy nghiền bi ướt (môi trường: các bi zirico có đường kính là 5mm) trong 17 giờ để thu được hỗn hợp bột nhão đồng nhất.

Hỗn hợp bột nhão được đưa vào lò quay, được làm khô trong không khí ở 700°C, và sau đó được nung ở 1000°C. Làm nguội sản phẩm nung thu được, sau đó nghiền và phân loại để tạo ra vật liệu mài mòn gốc xeri.

[0050]

(Ví dụ so sánh 4)

Trong bể bột nhão, 1000kg nước và 1000kg tổng hỗn hợp của sản phẩm chưa nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp ở ví dụ so sánh 2 và các đất hiếm florua hỗn hợp giống như ở ví dụ 8 (tỷ lệ trộn khối lượng là 76:24) được khuấy và trộn, và sau đó trộn và tán bằng máy nghiền bi ướt (môi trường: các bi zirico có đường kính là 5mm) trong 19 giờ để thu được hỗn hợp bột nhão đồng nhất.

Hỗn hợp bột nhão được làm khô, nung, nghiền và phân loại theo cách giống như ở ví dụ 8 để sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri.

[0051]

[Phân tích thành phần của vật liệu mài mòn gốc xeri]

Vật liệu mài mòn gốc xeri thu được ở các ví dụ và các ví dụ so sánh được mô tả ở trên được đo TREO, hàm lượng từng nguyên tố đất hiếm dưới dạng oxit ($[\text{CeO}_2]$, $[\text{La}_2\text{O}_3]$, $[\text{Nd}_2\text{O}_3]$ và $[\text{Pr}_6\text{O}_{11}]$) so với TREO và hàm lượng các nguyên tử flo (F). Các kết quả đo được tóm tắt trong bảng 2 sau đây.

Các phương pháp đo như sau.

<TREO>

Trong dung dịch mà vật liệu mài mòn gốc xeri hòa tan axit, bổ sung dung dịch amoniac. Lọc các chất kết tủa đã tạo ra, rửa để loại bỏ các kim loại kiềm và sau đó lại hòa tan axit. Bổ sung axit oxalic vào dung dịch và nung các chất kết tủa được tạo ra để xác định TREO theo phương pháp phân tích trọng lượng.

<Hàm lượng từng nguyên tố đất hiếm dưới dạng oxit so với TREO>

Vật liệu mài mòn gốc xeri được hòa tan axit để đo lượng của từng nguyên tố đất hiếm theo phương pháp ICP-AES, mà được chuyển đổi thành lượng oxit, tức là, lượng dưới dạng oxit.

<Hàm lượng nguyên tử flo >

Vật liệu mài mòn gốc xeri được nóng chảy bằng kiềm và chiết bằng nước nóng để đo bằng máy đo ion flo (phép đo điện ion).

[0052]

[Đo đặc tính vật lý của vật liệu mài mòn gốc xeri]

Từng vật liệu mài mòn gốc xeri thu được ở các ví dụ và các ví dụ so sánh được mô tả ở trên được đo sự phân bố cỡ hạt và diện tích bề mặt riêng. Kết quả đo được tóm tắt trong bảng 2 sau đây.

Các phương pháp đo như sau.

<Đường kính hạt>

Sự phân bố cỡ hạt được đo bằng máy phân tích sự phân bố cỡ hạt (“Coulter Multisizer” do Beckman Coulter, Inc. sản xuất, có ống khẩu độ 30 μ m) để xác định đường kính hạt tại phân bố thể tích tích lũy 50% (D50).

<Diện tích bề mặt riêng>

Phép đo được thực hiện theo “6.2 Phương pháp dòng, (3.5) Phương pháp điểm đơn” ở JIS R 1626-1996 (Các phương pháp đo diện tích bề mặt riêng của các hạt gốm mịn bằng cách hấp thụ khí sử dụng phương pháp BET). Về khí hấp thụ, nitơ được sử dụng.

[0053]

[Đánh giá sự đánh bóng]

Từ vật liệu mài mòn gốc xeri thu được ở các ví dụ và các ví dụ so sánh được mô tả ở trên, bột nhão của vật liệu mài mòn được phân tán trong nước có nồng độ là 10% khối lượng được điều chế. Bằng cách sử dụng vật liệu mài mòn bột nhão, mẫu thử của thủy tinh không kiềm dùng cho các màn hình tinh thể lỏng TFT (dày 50mm $\times$ 50mm $\times$ 1,1mm, diện tích đánh bóng: 25cm²) được đánh bóng bằng máy đánh bóng một mặt

trong các điều kiện đánh bóng sau đây để đánh giá tỷ lệ đánh bóng và vết xước đánh bóng. Các kết quả đánh giá được tóm tắt ở bảng 2.

<Các điều kiện đánh bóng>

Đệm đánh bóng: bột polyuretan

Độ phân giải của tấm bề mặt dưới: 260 rpm

Áp suất đánh bóng: 80 g/cm²

Đánh bóng thời gian: 20 phút×3 tấm

[0054]

Từng phương pháp đánh giá như sau.

<Tỷ lệ đánh bóng>

Độ dày tại 5 điểm trên tấm của mẫu thử trước và sau khi đánh bóng được đo bằng trắc vi kế để xác định trung bình lượng giảm độ dày (ΔT (μm)). Trung bình của ($\Delta T/\text{đánh bóng thời gian (20 phút)}$) của 3 tấm của mẫu thử được lấy là tỷ lệ đánh bóng.

<Vết xước đánh bóng>

Bề mặt đã đánh bóng của mẫu thử được quan sát bằng with a thủy tinh hiển vi giao thoa chênh lệch (“BX 51M”, do Olympus Corporation sản xuất) với độ phóng đại là 50 lần để đo số vết xước trên bề mặt đã đánh bóng, và xác định trung bình 3 tấm của mẫu thử.

[0055]

Bảng 2

	Ví dụ 8	Ví dụ so sánh 4
Các oxit đất hiếm hỗn hợp để sử dụng	Sản phẩm nghiền (Ví dụ 2)	Sản phẩm chưa nghiền (Ví dụ so sánh 2)
Lượng nạp vào [kg]		
Bước tán ướt		
Các oxit đất hiếm hỗn hợp	1064	760
Các đất hiếm florua hỗn hợp	336	240
(Tổng (hàm lượng chất rắn))	1400	1000
Nước	1000	1000
(Nồng độ hàm lượng chất rắn (% khối lượng))	(61)	(50)
(Thời gian (giờ))	<17>	<19>
Sản lượng [kg]		
Bước làm khô	1330	950
Bước nung	1310	930
Bước phân loại	920	650
Vật liệu mài mòn		
Thành phần [% khối lượng]		
TREO	95	95
[CeO ₂]/TREO	65	65
[La ₂ O ₃]/TREO	34	34
[Nd ₂ O ₃]/TREO	0,6	0,6
[Pr ₆ O ₁₁]/TREO	0,1	0,1
F	4,6	4,8
Đường kính hạt (D50) [μm]	1,28	1,30
Diện tích bề mặt riêng [m ² /g]	3,5	3,6
Đánh giá sự đánh bóng		
Tỷ lệ đánh bóng [μm/phút]	0,42	0,41
Vết xước đánh bóng [số lượng]	20	22

[0056]

Như được thể hiện ở bảng 2, được xác định rằng ở bước tán ướt, trong khi trong trường hợp sản phẩm chưa nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp được sử dụng là vật liệu thô (ví dụ so sánh 4), thì nồng độ hàm lượng chất rắn là 50% khối lượng trong bột nhão xấp xỉ giới hạn trên của lượng nạp vào, trong trường hợp mà sản phẩm nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp được sử dụng là vật liệu thô (ví dụ 8), thì lượng nạp vào có thể được tăng lên để nồng độ hàm lượng chất rắn là khoảng 61% khối lượng trong bột nhão, và thời gian xử lý cho sự tán ướt để thu được hỗn hợp bột nhão đồng nhất có thể được giảm xuống.

Cũng như vậy, được xác định rằng vật liệu mài mòn gốc xeri được sản xuất bằng cách sử dụng hỗn hợp bột nhão có nồng độ hàm lượng chất rắn cao được làm từ sản phẩm nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp là vật liệu thô (ví dụ 8) có cùng thành phần, các đặc tính vật lý và các đặc tính đánh bóng (đánh giá sự đánh bóng) so với vật liệu mài mòn gốc xeri được sản xuất theo phương pháp thông thường sử dụng sản phẩm chưa nghiền của các oxit đất hiếm hỗn hợp (ví dụ so sánh 4).

Do vậy, được xác định rằng phương pháp sản xuất theo sáng chế giúp hiệu suất sản xuất được cải thiện mà không làm hỏng các đặc tính đánh bóng của vật liệu mài mòn gốc xeri.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, bao gồm bước nghiền khô các oxit đất hiếm hỗn hợp có tổng hàm lượng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit là 80% khối lượng hoặc lớn hơn, và hàm lượng xeri dưới dạng oxit so với tổng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit là 50% khối lượng hoặc lớn hơn, để thu được vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri được làm từ sản phẩm đã nghiền có mật độ chưa đầm nén lớn hơn $0,60 \text{ g/cm}^3$ và $1,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn và đường kính hạt ở phân bố thể tích tích lũy 50% là $2 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $20 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.
2. Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 1, trong đó sản phẩm đã nghiền có mật độ chưa đầm nén là $0,80 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn.
3. Phương pháp sản xuất vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 1 hoặc 2, trong đó các oxit đất hiếm hỗn hợp chứa một hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm lantan, neodim và prazeodim.
4. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri, bao gồm bước tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri thu được trong phương pháp sản xuất được mô tả ở các điểm bất kỳ từ 1 đến 3.
5. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 4, bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri.
6. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 4 hoặc 5, trong đó bước tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri là bước tán ướt.
7. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 6, trong đó thông qua bước tán ướt, thu được bột nhão chứa vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri có nồng độ hàm lượng chất rắn là 55% khối lượng hoặc lớn hơn trong nước là môi trường phân tán.
8. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 6 hoặc 7, bao gồm, sau bước tán ướt, các bước làm khô, nung, nghiền và phân loại được tiến hành theo thứ tự này.

9. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 8, trong đó sau bước tán ướt, bước nung được thực hiện ở 600 đến 1200°C.
10. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm 8 hoặc 9, trong đó sau bước tán ướt, bước nung được thực hiện từ 0,1 đến 10 giờ.
11. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 10, bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trong đó hàm lượng các đất hiếm florua tính theo tổng các nguyên tố đất hiếm dưới dạng các oxit là 80% khối lượng hoặc lớn hơn.
12. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 11, bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trong đó hàm lượng các nguyên tử flo trong các đất hiếm florua là 10 đến 30%.
13. Phương pháp sản xuất vật liệu mài mòn gốc xeri theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 5 đến 12, bao gồm bước bổ sung các đất hiếm florua vào vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri trước khi tán vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri, trong đó các đất hiếm florua được bổ sung sao cho lượng các đất hiếm florua là 1 đến 40% khối lượng so với 100% khối lượng của tổng vật liệu thô của vật liệu mài mòn gốc xeri và các đất hiếm florua.