



(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)



1-0042387

(51)^{2020.01} C03C 23/00; B08B 3/08; C03C 21/00

(13) B

(21) 1-2020-01732

(22) 28/08/2018

(86) PCT/US2018/048406 28/08/2018

(87) WO 2019/046342 07/03/2019

(30) 62/552,046 30/08/2017 US

(45) 27/01/2025 442

(43) 25/06/2020 387

(73) CORNING INCORPORATED (US)

One Riverfront Plaza, Corning, New York 14831, United States of America

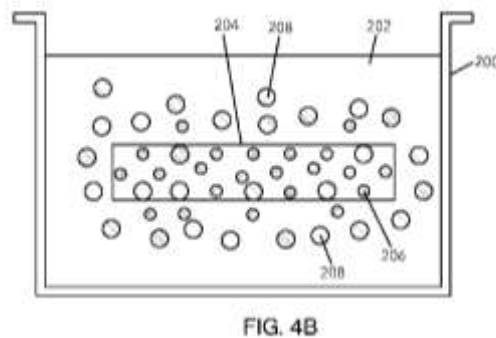
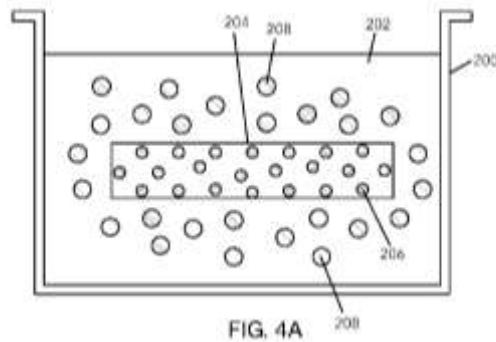
(72) JIN, Yuhui (US).

(74) Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)

(54) PHƯƠNG PHÁP LOẠI BỎ PHẦN CẶN CHỨA MỘT HOẶC NHIỀU HỢP CHẤT
LITHI PHOSPHAT RA KHỎI BỀ MẶT VÀ PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO THỦY
TINH HOẶC GỐM THỦY TINH GIA CƯỜNG

(21) 1-2020-01732

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ phần cặn chứa hợp chất lithi phosphat không hòa tan ra khỏi bề mặt bao gồm bước nhúng bề mặt này trong dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước, bằng cách đó hợp chất lithi phosphat không hòa tan được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat hòa tan này được hòa tan trong dung dịch nước làm sạch. Phương pháp này bao gồm bước rửa bề mặt bằng nước khử ion hóa. Bề mặt cơ bản không chứa hợp chất lithi phosphat không hòa tan sau khi rửa. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp chế tạo thủy tinh hoặc gốm thủy tinh gia cường.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ phần cặn chứa một hoặc nhiều hợp chất lithi phosphat không hòa tan ra khỏi bề mặt. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp chế tạo thủy tinh hoặc gốm thủy tinh gia cường.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu thủy tinh gia cường hữu dụng trong các ứng dụng trong đó độ bền chống vỡ và thẩm mỹ học là rất quan trọng, như trong kính bảo vệ cho người sử dụng hoặc các thiết bị điện tử cầm tay. Vật liệu thủy tinh chứa lithi thuộc nhóm vật liệu thủy tinh mà có thể được gia cường theo phương thức hóa học bằng quá trình trao đổi ion. Quá trình gia cường thực hiện bằng cách thay thế các ion kích thước nhỏ hơn ở bề mặt của vật liệu thủy tinh bằng các ion kích thước lớn hơn, bằng cách đó đặt bề mặt của vật liệu thủy tinh ở vào trạng thái nén, điều này dẫn đến vật liệu thủy tinh có độ bền chống vỡ hơn nữa. Nói chung, biên độ của các ứng suất nén càng cao và độ sâu của lớp ứng suất nén (còn được gọi là độ sâu lớp hoặc “DOL” hoặc độ sâu nén “DOC”) trong vật liệu thủy tinh càng cao, thì độ bền chống vỡ của vật liệu thủy tinh càng cao.

Quá trình trao đổi ion điển hình liên quan đến việc nhúng vật liệu thủy tinh chứa lithi trong dung dịch muối chứa các cation kim loại kiềm lớn hơn các cation lithi, trong đó dung dịch muối điển hình là ở dạng nóng chảy. Các cation lithi sẽ khuếch tán ra khỏi vật liệu thủy tinh vào trong dung dịch muối. Các vị trí để lại trong cấu trúc vật liệu thủy tinh bởi các cation lithi sẽ được chiếm chỗ bởi các cation kim loại kiềm lớn hơn từ dung dịch muối. Các cation lithi khuếch tán dễ dàng từ vật liệu thủy tinh hơn so với các cation kim loại kiềm khác, điều này cho phép quá trình trao đổi ion xuất hiện với tốc độ nhanh hơn so với quá trình trao đổi ion của các vật liệu thủy tinh khác mà không chứa lithi. Tốc độ trao đổi ion nhanh hơn có thể cho phép lớp ứng suất nén sâu hơn ở vật liệu thủy tinh cần đạt được trong thời gian tương đối ngắn.

Một trong những thách thức về gia cường vật liệu thủy tinh chứa lithi bằng quá trình trao đổi ion đó là tốc độ lão hóa và nhiễm độc nhanh của dung dịch muối. Khi quá trình trao

đổi ion bắt đầu, nồng độ của các cation lithi trong dung dịch muối sẽ tăng lên trong khi nồng độ của các cation kim loại kiềm lớn hơn trong dung dịch muối sẽ giảm xuống. Điều này sẽ dẫn đến làm chậm quá trình trao đổi ion theo thời gian. Sau khi một số mẻ vật liệu thủy tinh đã được trao đổi ion trong dung dịch muối, dung dịch muối sẽ mất đi tính hiệu quả của nó trong việc gia cường bằng trao đổi ion. Điều này có nghĩa rằng, dung dịch muối sẽ cần phải được thay thế tương đối thường xuyên, điều này sẽ làm tăng chi phí sản xuất của vật liệu thủy tinh chứa lithi gia cường và làm giảm đáng kể hiệu suất xử lý.

Công bố đơn quốc tế số WO 2017/087742 (Corning Incorporated; Amin et al.) bộc lộ các phương pháp để tái tạo dung dịch muối được làm giàu lithi. Phương pháp liên quan đến việc bổ sung muối phosphat, hoặc hỗn hợp của các muối phosphat, vào dung dịch muối để kết tủa các cation lithi dư trong dung dịch muối để tạo ra lithi phosphat rắn và các cation bổ sung khác. Thông qua sự kết tủa các cation lithi dư, nồng độ cation lithi trong dung dịch muối có thể được làm giảm xuống mức mà tại đó, dung dịch muối không được coi là bị hư hỏng hoặc giảm tới mức mà tại đó, dung dịch muối vẫn giữ được hiệu quả gia cường bằng trao đổi ion. Một số lithi phosphat rắn sẽ chìm xuống đáy của bể trao đổi ion. Một số lithi phosphat rắn sẽ phủ lên bề mặt của vật liệu thủy tinh đang được xử lý trong dung dịch muối.

Sau quá trình trao đổi ion, bề mặt vật liệu thủy tinh có thể được phủ bởi lớp vỏ muối chứa lithi phosphat rắn. Do độ hòa tan rất thấp của lithi phosphat, nên lớp vỏ muối này không thể được loại bỏ hoàn toàn ra khỏi vật liệu thủy tinh đơn giản bằng cách nhúng và rửa vật liệu thủy tinh trong nước. Ngoài ra, sẽ khó khăn trong việc làm sạch bề trao đổi ion. Thông thường, khi dung dịch muối nóng chảy cần được lấy ra khỏi bể trao đổi ion, hầu hết dung dịch muối nóng chảy trước tiên được tạo chân không hoặc được dẫn lưu ra khỏi bể. Sau đó, phần cặn trên các bề mặt của bể thường được hòa tan trong nước nóng và được loại bỏ ra khỏi bể. Tuy nhiên, khi phần cặn chứa lithi phosphat rắn, nó không thể được loại bỏ một cách hiệu quả bằng nước nóng. Trong trường hợp này, phần cặn cần phải được loại bỏ theo phương thức vật lý sử dụng khoan hoặc búa. Phương pháp loại bỏ này vừa chậm và lại có thể làm hư hỏng bề trao đổi ion.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một số phương án của sáng chế, phương pháp loại bỏ phần cặn chứa một hoặc nhiều hợp chất lithi phosphat không hòa tan ra khỏi bề mặt bao gồm bước nhúng bề mặt trong dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước, bằng

cách đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan trong phần cặn được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat được hòa tan trong dung dịch nước làm sạch. Phương pháp bao gồm bước rửa bề mặt bằng nước khử ion hóa. Sau khi rửa, phần dưới bề mặt cơ bản không chứa ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan.

Theo các phương án khác của sáng chế, phương pháp chế tạo thủy tinh hoặc gốm thủy tinh gia cường bao gồm bước gia nhiệt dung dịch muối bao gồm muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm tới nhiệt độ cao hơn 360°C. Phương pháp này bao gồm bước cho ít nhất một phần của nền có thể trao đổi ion bao gồm các cation lithi tiếp xúc với dung dịch muối, bằng cách đó ít nhất một phần các cation lithi khuếch tán từ nền có thể trao đổi ion vào trong dung dịch muối và được hòa tan trong dung dịch muối. Phương pháp này bao gồm bước kết tủa chọn lọc các cation lithi hòa tan từ dung dịch muối để tạo ra ít nhất một hợp chất lithi phosphat, trong đó một phần của ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan được lắng tủa trên bề mặt của nền có thể trao đổi ion. Phương pháp này bao gồm bước nhúng bề mặt của nền có thể trao đổi ion trong dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước đủ để chuyển đổi ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan trên bề mặt thành lithi hydro phosphat hòa tan và hòa tan lithi hydro phosphat trong dung dịch nước làm sạch. Phương pháp bao gồm bước rửa bề mặt bằng nước khử ion hóa. Sau khi rửa, bề mặt cơ bản không chứa ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan.

Theo khía cạnh thứ nhất, phương pháp loại bỏ phần cặn chứa một hoặc nhiều hợp chất lithi phosphat không hòa tan ra khỏi bề mặt được đề cập. Phương pháp này bao gồm bước nhúng bề mặt trong dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước, bằng cách đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan trong phần cặn được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat hòa tan được hòa tan trong dung dịch nước làm sạch; và rửa bề mặt bằng nước khử ion hóa, trong đó bề mặt cơ bản không chứa ít nhất một hợp chất lithi không hòa tan sau khi rửa.

Trong khía cạnh thứ hai theo khía cạnh thứ nhất, trong đó dung dịch nước làm sạch bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit được chọn từ axit nitric, axit clohydric, axit phosphoric, axit sulfuric, axit xitric, axit axetic, axit tartaric, axit ascorbic, và các hỗn hợp của chúng.

Trong khía cạnh thứ ba theo khía cạnh thứ nhất hoặc thứ hai, trong đó dung dịch nước làm sạch bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit, và trong đó dung dịch nước làm sạch có nồng độ axit nằm trong khoảng 0,1% khối lượng đến 10% khối lượng.

Trong khía cạnh thứ tư theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ ba, trong đó bề mặt là bề mặt của vật liệu thủy tinh chứa lithi được xử lý trong dung dịch muối bao gồm muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm lớn hơn các cation lithi.

Trong khía cạnh thứ năm theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ tư, trong đó phương pháp còn bao gồm thêm bước duy trì bề mặt và dung dịch nước làm sạch ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 100°C trong khi nhúng.

Trong khía cạnh thứ sáu theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ năm, trong đó khoảng thời gian định trước nằm trong khoảng từ 1 phút đến 10 phút.

Trong khía cạnh thứ bảy theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ ba, trong đó bề mặt là bề mặt của bề trao đổi ion chứa dung dịch muối trong quá trình xử lý vật liệu thủy tinh chứa lithi trong dung dịch muối, dung dịch muối bao gồm muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm lớn hơn các cation lithi.

Trong khía cạnh thứ tám theo khía cạnh thứ bảy, trong đó phương pháp còn bao gồm thêm bước duy trì nhiệt độ của ít nhất một trong số bề mặt và dung dịch nước làm sạch ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 20°C đến 100°C trong ít nhất phần nhúng.

Trong khía cạnh thứ chín theo khía cạnh thứ bảy, trong đó phương pháp còn bao gồm thêm bước duy trì nhiệt độ của ít nhất một trong số bề mặt và dung dịch nước làm sạch nằm trong khoảng từ 40°C đến 100°C trong ít nhất phần nhúng.

Trong khía cạnh thứ mười theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ bảy đến thứ chín, trong đó khoảng thời gian định trước là kéo dài hơn 1 giờ.

Trong khía cạnh thứ mười một theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ mười, trong đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan là Li_3PO_4 , Li_2NaPO_4 , hoặc LiNa_2PO_4 .

Trong khía cạnh thứ mười hai theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ thứ nhất đến thứ mười một, trong đó lithi hydro phosphat hòa tan bao gồm ít nhất một trong số Li_2HPO_4 và LiH_2PO_4 .

Theo khía cạnh thứ mười ba, phương pháp chế tạo thủy tinh hoặc gốm thủy tinh gia cường được đề cập. Phương pháp này bao gồm các bước: gia nhiệt dung dịch muối bao gồm muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm tới nhiệt độ cao hơn 360°C; cho

ít nhất một phần của nền có thể trao đổi ion bao gồm các cation lithi tiếp xúc với dung dịch muối, bằng cách đó ít nhất một phần các cation lithi khuếch tán từ nền có thể trao đổi ion vào trong dung dịch muối và được hòa tan trong dung dịch muối; kết tủa chọn lọc các cation lithi hòa tan từ dung dịch muối để tạo ra ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan, trong đó một phần của ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan được lắng tủa trên bề mặt của nền có thể trao đổi ion; lấy nền có thể trao đổi ion ra khỏi dung dịch muối và nhúng bề mặt trong dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước, bằng cách đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan trên bề mặt được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat hòa tan được hòa tan trong dung dịch nước làm sạch; và rửa bề mặt bằng nước khử ion hóa, trong đó bề mặt của nền trao đổi ion cơ bản không chứa ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan sau khi rửa.

Trong khía cạnh thứ mười bốn theo khía cạnh thứ mười ba, trong đó dung dịch nước làm sạch bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit được chọn từ axit nitric, axit clohydric, axit phosphoric, axit sulfuric, axit xitric, axit axetic, axit tartaric, axit ascorbic, và các hỗn hợp của chúng.

Trong khía cạnh thứ mười lăm theo khía cạnh thứ mười ba hoặc mười bốn, trong đó dung dịch nước làm sạch bao gồm một hoặc nhiều axit, và trong đó dung dịch nước làm sạch có nồng độ axit nằm trong khoảng 0,1% khối lượng đến 10% khối lượng.

Trong khía cạnh thứ mười sáu theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ mười ba đến mười lăm, trong đó sự nhúng xuất hiện ở nhiệt độ từ 20°C đến 100°C và khoảng thời gian định trước là dưới 10 phút.

Trong khía cạnh thứ mười bảy theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ mười ba đến mười sáu, trong đó muối phosphat được bổ sung vào dung dịch muối trước khi cho ít nhất một phần của nền có thể trao đổi ion tiếp xúc với dung dịch muối.

Trong khía cạnh thứ mười tám theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ mười ba đến mười bảy, trong đó muối phosphat bao gồm ít nhất một trong số Na_3PO_4 , K_3PO_4 , Na_2HPO_4 , K_2HPO_4 , $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$, và $\text{K}_3\text{P}_3\text{O}_9$.

Trong khía cạnh thứ mười chín theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ mười ba đến mười tám, trong đó ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm bao gồm ít nhất một trong số KNO_3 và NaNO_3 .

Trong khía cạnh thứ hai mươi theo khía cạnh bất kỳ trong số các khía cạnh từ mười ba đến mười chín, trong đó nền có thể trao đổi ion bao gồm thủy tinh nhôm silicat kiềm hoặc thủy tinh nhôm bo silicat kiềm.

Phần mô tả chung ở trên và phần mô tả chi tiết sau là minh họa cho sáng chế và dự định để cung cấp tổng quan hoặc khuôn khổ để hiểu biết về bản chất của sáng chế như được yêu cầu bảo hộ. Các hình vẽ kèm theo được bao gồm để cung cấp sự hiểu biết thêm sáng chế và được kết hợp trong và cấu thành một phần của bản mô tả này. Các hình vẽ minh họa cho các phương án khác nhau của sáng chế và cùng với phần mô tả dùng để giải thích các nguyên lý và sự hoạt động của sáng chế.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 thể hiện phần cận của quá trình trao đổi ion trên bề mặt của nền.

FIG. 2 thể hiện phần cận của quá trình trao đổi ion trên bề mặt của bể trao đổi ion.

FIG. 3A là các ảnh chụp thể hiện miếng thủy tinh với phần cận của quá trình trao đổi ion.

FIG. 3B là ảnh chụp thể hiện miếng thủy tinh của FIG. 3A sau khi xử lý bằng dung dịch nước làm sạch.

FIG. 4A thể hiện bể trao đổi ion 200 chứa dung dịch muối và nền có thể trao đổi ion.

FIG. 4B thể hiện quá trình trao đổi ion giữa dung dịch muối và nền có thể trao đổi ion của FIG. 4A.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo sử dụng ở đây, thuật ngữ “không hòa tan” khi được áp dụng cho hợp chất ion, để chỉ hợp chất ion có độ hòa tan dưới 1 g trong 100 g nước ở nhiệt độ trong phòng (tức là khoảng 20°C).

Theo sử dụng ở đây, thuật ngữ “dung dịch muối” để chỉ dung dịch hoặc môi trường được sử dụng để thực hiện quá trình trao đổi ion với nền có thể trao đổi ion.

Theo sử dụng ở đây, thuật ngữ “bể trao đổi ion” để chỉ bể hoặc vật chứa để giữ dung dịch muối trong quá trình trao đổi ion.

Theo sử dụng ở đây, thuật ngữ “vật liệu thủy tinh chứa lithi” để chỉ nền hoặc vật liệu thủy tinh hoặc gốm thủy tinh có hình dạng hoặc dạng bất kỳ chứa lithi.

Theo sử dụng ở đây, thuật ngữ “phần cặn trao đổi ion” để chỉ phần cặn còn lại trên bề mặt là kết quả của sự tiếp xúc của bề mặt với dung dịch muối trong quá trình trao đổi ion.

Trong quá trình trao đổi ion liên quan đến nền có thể trao đổi ion chứa lithi và trong đó, muối phosphat đã được sử dụng để kết tủa các cation lithi dư trong dung dịch muối, đã phát hiện ra rằng, phần lớn muối không hòa tan sinh ra trong dung dịch muối là các hợp chất lithi phosphat không hòa tan, như lithi phosphat (Li_3PO_4) và lithi natri phosphat (NaLi_2PO_4). Nhằm để minh họa, phân tích về nhiễu xạ bột tia X (XRD) của phần cặn trao đổi ion minh họa trên bề mặt của nền có thể trao đổi ion được xử lý như đã mô tả ở trên cho thấy sự có mặt của các muối sau trong phần cặn: lithiophosphat (Li_3PO_4), nalipoite (NaLi_2PO_4), Niter, $\text{NaH}_2(\text{PO}_4)_2$, và NaNO_3 . Trong số các muối này, chỉ lithiophosphat và nalipoite là không hòa tan trong nước. Các hợp chất lithi phosphat không hòa tan này khó có thể loại bỏ ra khỏi bề mặt bằng cách nhúng và rửa các bề mặt trong nước. Các phương án mô tả ở đây nhằm vào các phương pháp loại bỏ phần cặn chứa hợp chất lithi phosphat không hòa tan ra khỏi các bề mặt, như các bề mặt của nền có thể trao đổi ion và bề trao đổi ion.

FIG. 1 mô tả phần cặn trao đổi ion 100 trên bề mặt 102 của nền có thể trao đổi ion 104. Theo một hoặc nhiều phương án, nền có thể trao đổi ion 104 có thể là nền hoặc vật phẩm thủy tinh hoặc gốm thủy tinh chứa lithi. FIG. 2 mô tả phần cặn trao đổi ion 106 trên bề mặt 108 của bề trao đổi ion 110. Phần cặn trao đổi ion 106 là phần còn lại trên bề mặt 108 của quá trình trao đổi ion sau khi dung dịch muối đã được dẫn lưu ra khỏi bề trao đổi ion 100. Theo một hoặc nhiều phương án, cả phần cặn trao đổi ion 100 và phần cặn trao đổi ion 106 chứa ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan được tạo ra trong quá trình trao đổi ion, trong đó thuật ngữ “không hòa tan” như được xác định ở trên. Theo một số phương án, cả phần cặn trao đổi ion 100 và phần cặn trao đổi ion 106 chứa ít nhất một hợp chất lithi phosphat không hòa tan được chọn từ Li_3PO_4 , Li_2NaPO_4 , và LiNa_2PO_4 , trong đó thuật ngữ “không hòa tan” như được xác định ở trên. Ví dụ, độ hòa tan của Li_3PO_4 là 0,039 g trong 100 g nước ở nhiệt độ trong phòng (tức là khoảng 20°C).

Theo một hoặc nhiều phương án, phương pháp loại bỏ phần cặn trao đổi ion 100 ra khỏi bề mặt 102 bao gồm bước chuyển đổi hợp chất lithi phosphat không hòa tan trong phần cặn trao đổi ion 100 thành các hợp chất lithi hydro phosphat hòa tan. Theo một số phương án, hợp chất lithi phosphat không hòa tan được chuyển đổi thành muối dilithi hydro phosphat (Li_2HPO_4) và/hoặc muối lithi dihydro phosphat (LiH_2PO_4).

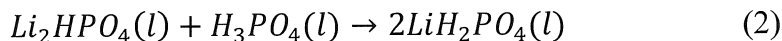
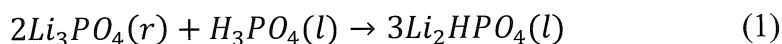
Theo một hoặc nhiều phương án, phương pháp này bao gồm bước điều chế dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 5. Theo các phương án khác, phương pháp này bao gồm bước điều chế dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 4. Theo phương án khác nữa, phương pháp này bao gồm bước điều chế dung dịch nước làm sạch có độ pH thấp hơn 3,0. Theo một hoặc nhiều phương án, dung dịch nước làm sạch bao gồm axit hoặc hỗn hợp của các axit. Theo một số phương án, các axit trong dung dịch nước làm sạch có thể được chọn từ axit nitric, axit clohydric, axit phosphoric, axit sulfuric, axit xitric, axit axetic, axit tartaric, axit ascorbic, và các axit yếu như vậy khác. Theo một hoặc nhiều phương án, nồng độ của axit hoặc hỗn hợp axit trong dung dịch nước làm sạch có thể nằm trong khoảng từ 0,1% khối lượng đến 10% khối lượng. Dung dịch nước làm sạch như đã mô tả ở trên có khả năng phản ứng với hợp chất lithi phosphat không hòa tan ở nhiệt độ trong phòng (tức là khoảng 20°C) hoặc nhiệt độ cao từ 20°C đến 100°C để tạo ra hợp chất lithi hydro phosphat hòa tan và sau đó, hòa tan hợp chất lithi hydro phosphat hòa tan này.

Theo một hoặc nhiều phương án, phương pháp này bao gồm bước nhúng bề mặt 102 có phân cận trao đổi ion 100 trong dung dịch nước làm sạch. Trong một ví dụ, quá trình nhúng có thể bao gồm bước phun dung dịch nước làm sạch trên bề mặt 102 để phủ hoàn toàn phân cận trao đổi ion 100 trên bề mặt 102 bằng dung dịch nước làm sạch. Trong ví dụ khác, quá trình nhúng có thể bao gồm bước ngâm bề mặt 102 trong dung dịch nước làm sạch. Trong ví dụ khác nữa, nước và axit (hoặc hỗn hợp axit) có thể được phủ riêng biệt lên bề mặt 102 để tạo ra dung dịch nước làm sạch trên bề mặt 102 và những bề mặt 102 bằng dung dịch nước làm sạch.

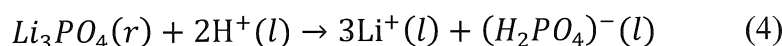
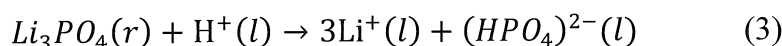
Khi nhúng bề mặt 102 bằng dung dịch nước làm sạch, axit trong dung dịch nước làm sạch sẽ phân ly và tạo ra các proton (H^+). Các lithi phosphat trong phân cận trao đổi ion 100 sẽ phản ứng với các proton (H^+) để tạo ra các ion hydro phosphat ($(HPO_4)^{2-}$, $(H_2PO_4)^-$) và các muối lithi hydro phosphat (ví dụ, Li_2HPO_4 và/hoặc LiH_2PO_4). Các muối lithi hydro phosphat mới này có độ hòa tan tốt hơn nhiều so với các muối lithi phosphat và sẽ hòa tan dễ dàng trong nước. Ví dụ, độ hòa tan của LiH_2PO_4 là 126 g trong 100 g nước ở nhiệt độ trong phòng (khi so sánh, độ hòa tan của Li_3PO_4 là 0,039 g trong 100 g nước ở nhiệt độ trong phòng).

Ví dụ về các phương trình hóa học của các proton phản ứng với các muối lithi phosphat được đưa ra dưới đây. Trong phương trình phản ứng thứ nhất, lithi phosphat rắn phản ứng với axit phosphoric để tạo ra lithi hydro phosphat dạng lỏng. Trong phương trình phản ứng thứ

hai, lithi hydro phosphat dạng lỏng phản ứng với axit phosphoric để tạo ra lithi dihydro phosphat dạng lỏng.



Nói chung, proton (hoặc ion hydroni) có thể phản ứng với lithi phosphat theo các phương trình phản ứng (3) và (4) được đưa ra dưới đây.



Phương pháp này bao gồm bước nhúng bề mặt 102 trong dung dịch nước làm sạch trong một khoảng thời gian đủ để chuyển đổi (các) lithi phosphat trong phần cặn 100 thành các lithi hydro phosphat hòa tan và để các lithi hydro phosphat hòa tan hòa tan trong dung dịch nước làm sạch. Đối với một lớp chất cặn tương đối mỏng, ví dụ, độ dày nằm trong khoảng từ 1 đến 100 micron, thời gian nhúng có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 10 phút, và bề mặt 102 và dung dịch nước làm sạch có thể được duy trì ở nhiệt độ trong phòng (tức là khoảng 20°C) trong khi nhúng. Đối với lớp chất cặn dày hơn, thời gian nhúng lâu hơn có thể cần thiết và/hoặc quá trình nhúng có thể diễn ra ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ trong phòng từ 20°C đến 100°C. Sau khi các lithi phosphat đã được chuyển đổi hoàn toàn thành các lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat hòa tan đã hòa tan trong dung dịch nước làm sạch, bề mặt 102 được rửa bằng nước khử ion hóa. Theo một hoặc nhiều phương án, sau khi rửa, bề mặt 102 sẽ cơ bản không chứa các lithi phosphat. Bề mặt 102 có thể được cho sấy khô trong không khí sau khi rửa.

Phần cặn trao đổi ion 106 trên bề mặt 108 của bể trao đổi ion 110 (FIG. 2) có thể được loại bỏ theo cách tương tự như đã mô tả ở trên. Tức là, bề mặt 108 có thể được nhúng trong dung dịch nước làm sạch, như đã mô tả ở trên, để chuyển đổi các lithi phosphat trong phần cặn trao đổi ion 106 thành các lithi hydro phosphat hòa tan. Sau đó, bề mặt 108 có thể được rửa bằng nước khử ion hóa. Bề mặt 108 có thể được cho sấy khô trước khi nạp dung dịch muối khác vào trong bể trao đổi ion 100.

Độ dày của phần cặn trao đổi ion 106 trên bề mặt 108 (FIG. 2) điển hình sẽ dày hơn độ dày của phần cặn trao đổi ion 100 trên bề mặt 102 (FIG. 1) vì phần cặn 106 trên bề mặt 108 tích lũy qua nhiều chu trình trao đổi ion. Ngoài ra, phần cặn trao đổi ion 106 trên

bề mặt bề 108 thường sẽ phủ lên diện tích lớn hơn phần cặn 100 trên bề mặt nền 102. Điều này có nghĩa rằng, thời gian nhúng của phần cặn 106, tức là, để chuyển các lithi phosphat trong phần cặn 106 thành các lithi hydro phosphat hòa tan và hòa tan các lithi hydro phosphat hòa tan, sẽ lâu hơn nhiều so với thời gian nhúng của phần cặn 100. Theo một số phương án, có thể mất vài giờ để chuyển đổi hoàn toàn các lithi phosphat trong phần cặn 106 thành các lithi hydro phosphat hòa tan. Sự chuyển đổi có thể được tạo thuận lợi bằng cách gia nhiệt bề mặt 108 và/hoặc dung dịch nước làm sạch sao cho, quá trình nhúng diễn ra ở nhiệt độ cao. Theo một ví dụ, bề mặt 108 và/hoặc dung dịch nước làm sạch được gia nhiệt tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 100°C. Theo ví dụ khác, bề mặt 108 và/hoặc dung dịch nước làm sạch được gia nhiệt tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 80°C. Nói chung, vì các lý do an toàn, nhiệt độ nên thấp hơn điểm sôi của dung dịch hoặc thấp hơn điểm mà tại đó, hơi axit có thể được sinh ra từ dung dịch.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 – Làm sạch phần cặn trên bề mặt thủy tinh bằng axit axetic

Nền thủy tinh chứa lithi được cho tiến hành quá trình trao đổi ion trong dung dịch muối nóng chảy mà natri phosphat (Na_3PO_4) được bổ sung vào đó để kiểm soát sự nhiễm độc lithi của dung dịch muối. Phổ XRD của phần cặn trao đổi ion trên bề mặt của nền thủy tinh sau khi trao đổi ion cho thấy rằng, phần cặn hầu hết là lithi phosphat và lithi natri phosphat. Nền thủy tinh được nhúng trong dung dịch axit axetic 1% khối lượng ở nhiệt độ 25°C trong thời gian 3 phút. Sau khi nhúng, bề mặt của nền thủy tinh được rửa nhanh và nhẹ nhàng trong nước khử ion hóa. Sau đó, nền thủy tinh được sấy khô trong không khí. Sau khi sấy khô, không còn quan sát thấy bất kỳ chất cặn hóa học nào (hoặc độ đục) trên bề mặt của nền thủy tinh. FIG. 3A thể hiện nền thủy tinh trước khi xử lý trong dung dịch axit axetic, trong đó nền thủy tinh còn độ đục. FIG. 3B thể hiện nền thủy tinh sau khi xử lý trong dung dịch axit axetic, trong đó nền thủy tinh cơ bản không còn độ đục.

Ví dụ 2 – Hòa tan chất kết tủa lithi phosphat bằng axit phosphoric

Lithi phosphat (Li_3PO_4) được điều chế trong 100 mL dung dịch nước bằng cách trộn 0,1 mol LiNO_3 và 0,034 mol Na_3PO_4 cùng nhau. Li_3PO_4 không hòa tan tạo ra ngay lập tức và kết tủa xuống đáy cốc nhỏ trong vòng 1 phút. Khoảng 0,1 mol H_3PO_4 được bổ sung vào dung dịch (độ pH của dung dịch là khoảng 2), và chất kết tủa Li_3PO_4 được hòa tan hoàn toàn trong 1 phút. Ví dụ này chứng minh rằng, dung dịch lỏng chứa axit phosphoric có hiệu quả trong

việc chuyển đổi Li_3PO_4 không hòa tan thành muối hòa tan và có thể được sử dụng để làm sạch bề mặt có phân cặn trao đổi ion chứa lithi phosphat.

Ví dụ 3 – Hòa tan lithi phosphat kết tủa bằng axit axetic

Lithi phosphat (Li_3PO_4) được điều chế trong 80 mL dung dịch lỏng bằng cách trộn 0,12 mol LiNO_3 và 0,04 mol Na_3PO_4 cùng nhau. Li_3PO_4 không hòa tan tạo ra ngay lập tức và kết tủa xuống đáy cốc nhỏ trong vòng 1 phút. Khoảng 0,04 mol axit axetic được bổ sung vào dung dịch, và chất kết tủa Li_3PO_4 được hòa tan hoàn toàn trong 1 phút. Ví dụ này chứng minh rằng, dung dịch lỏng chứa axit axetic có hiệu quả trong việc chuyển đổi Li_3PO_4 thành dạng hòa tan và có thể được sử dụng để làm sạch bề mặt có phân cặn trao đổi ion chứa lithi phosphat.

Ví dụ 4 – Hòa tan phân cặn trên bề mặt bề trao đổi ion

2,1 g bùn cặn bề trao đổi ion được trộn trong 30 mL nước khử ion hóa. Bùn cặn không hòa tan trong nước ngay cả sau khi được gia nhiệt lên 80°C . Khoảng 0,12 mol axit axetic hoặc axit tartaric được bổ sung vào dung dịch chứa bùn cặn. Ở nhiệt độ 80°C , chất kết tủa hòa tan trong dung dịch lỏng với sự hỗ trợ của axit. Ví dụ này chứng minh rằng, phân cặn trao đổi ion trên bề mặt của bề trao đổi ion có thể được loại bỏ một cách hiệu quả ra khỏi bề mặt nhờ sử dụng dung dịch lỏng chứa axit axetic hoặc axit tartaric.

Phương pháp loại bỏ phân cặn trao đổi ion ra khỏi bề mặt mô tả ở trên có thể được kết hợp vào cùng các phương pháp chế tạo thủy tinh hoặc gốm thủy tinh gia cường.

FIG. 4A thể hiện bề trao đổi ion 200 chứa dung dịch muối 202. Nền có thể trao đổi ion 204 tiếp xúc với dung dịch muối 202. Trong ví dụ này, nền có thể trao đổi ion 204 được nhúng trong dung dịch muối và tất cả các bề mặt của nền 204 được tiếp xúc với dung dịch muối 202. Trong các ví dụ khác, chỉ một hoặc một số bề mặt của nền 204 có thể được tiếp xúc với dung dịch muối 102. Theo một hoặc nhiều phương án, nền có thể trao đổi ion 204 là vật liệu thủy tinh chứa lithi. Theo một hoặc nhiều phương án, nền có thể trao đổi ion 204 chứa các cation lithi 206 mà được trao đổi với các ion kim loại kiềm lớn hơn 208 trong dung dịch muối 202 trong quá trình trao đổi ion.

Theo một hoặc nhiều phương án, nền có thể trao đổi ion 204 được tạo ra từ chế phẩm bao gồm Li_2O làm nguồn các cation lithi 106. Theo một số phương án, vật liệu thủy tinh chứa lithi 204 có thể bao gồm từ 2,0 mol% đến 25 mol% Li_2O . Theo các phương án khác, vật liệu

thủy tinh chứa lithi 204 có thể bao gồm từ 2,0 mol% đến 10 mol% Li_2O hoặc 2,5 mol% đến 10 mol% Li_2O . Theo phương án khác nữa, vật liệu thủy tinh chứa lithi 204 có thể bao gồm từ 5 mol% đến 15 mol% Li_2O hoặc 5 mol% đến 10 mol% Li_2O hoặc 5 mol% đến 8 mol% Li_2O .

Theo một hoặc nhiều phương án, nền có thể trao đổi ion 204 bao gồm thủy tinh nhôm silicat kiềm hoặc thủy tinh nhôm bo silicat kiềm. Theo ví dụ thứ nhất, nền có thể trao đổi ion 204 có thể được tạo ra từ chế phẩm bao gồm 60 đến 75 mol% SiO_2 , 0 đến 3 mol% B_2O_3 , 10 đến 25 mol% Al_2O_3 , 2 đến 15 mol% Li_2O , 0 đến 12 mol% Na_2O , 0 đến 5 mol% MgO , 0 đến 5 mol% ZnO , 0 đến 5 mol% SnO_2 , và 0 đến 10 mol% P_2O_5 . Theo ví dụ thứ hai, nền có thể trao đổi ion có thể được tạo ra từ chế phẩm bao gồm 50 đến 80 mol% SiO_2 , 0 đến 5 mol% B_2O_3 , 5 đến 30 mol% Al_2O_3 , 2 đến 25 mol% Li_2O , 0 đến 15 mol% Na_2O , 0 đến 5 mol% MgO , 0 đến 5 mol% ZnO , 0 đến 1 mol% SnO_2 , và 0 đến 5 mol% P_2O_5 . Theo một số ví dụ, nền có thể trao đổi ion 204 có thể được tạo ra từ chế phẩm như được mô tả trong các ví dụ thứ nhất và thứ hai không có một hoặc nhiều trong số B_2O_3 , P_2O_5 , MgO , ZnO , và SnO_2 . Cần hiểu rằng, các chế phẩm thủy tinh này chỉ là minh họa và các chế phẩm thủy tinh chứa lithi khác để sử dụng trong các phương pháp được mô tả ở đây cũng được dự định bao gồm và khả thi.

Dung dịch muối 202 bao gồm một hoặc nhiều nguồn các cation kim loại kiềm 208. Theo một hoặc nhiều phương án, các cation kim loại kiềm 208 trong dung dịch muối 202 là lớn hơn các cation lithi trong nền trao đổi ion 204. Theo một số phương án, dung dịch muối 202 bao gồm ít nhất một trong số KNO_3 và NaNO_3 làm một hoặc nhiều nguồn các cation kim loại kiềm 208. Trong ví dụ thứ nhất, dung dịch muối 202 có thể bao gồm 40 mol% đến 95 mol% KNO_3 và 5 mol% đến 60 mol% NaNO_3 . Trong ví dụ thứ hai, dung dịch muối 202 có thể bao gồm 45 mol% đến 50 mol% KNO_3 và 50 mol% đến 55 mol% NaNO_3 . Trong ví dụ thứ ba, dung dịch muối 202 có thể bao gồm 75 mol% đến 95 mol% KNO_3 và 5 mol% đến 25 mol% NaNO_3 . Trong ví dụ thứ tư, dung dịch muối 202 có thể bao gồm 45 mol% đến 67 mol% KNO_3 và 33 mol% đến 55 mol% NaNO_3 .

Trong khi nền có thể trao đổi ion 204 tiếp xúc với dung dịch muối 202, quá trình trao đổi ion có thể diễn ra gần bề mặt của nền có thể trao đổi ion 204. Điều này được minh họa, ví dụ, trên FIG. 4B, trong đó các cation lithi 206 khuếch tán từ nền có thể trao đổi ion 204 vào trong dung dịch muối 202 và các cation kim loại kiềm lớn hơn 208 khuếch tán từ dung dịch muối 202 vào trong nền có thể trao đổi ion 204. Ngoài các cation lithi, các cation kim loại kiềm khác, như cation natri, cũng có thể khuếch tán từ nền có thể trao đổi ion 204 vào trong dung dịch muối 202, và các vị trí để lại bởi các cation kim loại kiềm khác này có thể được

chiếm chỗ bởi các cation kim loại kiềm lớn hơn từ dung dịch muối 202. Nói chung, quá trình trao đổi các cation lithi nhỏ hơn sẽ dễ dàng hơn quá trình trao đổi các cation kim loại kiềm lớn hơn bên trong cấu trúc vật liệu thủy tinh.

Quá trình trao đổi ion giữa dung dịch muối 202 và nền có thể trao đổi ion 204 có thể được thúc đẩy nhanh bằng cách gia nhiệt dung dịch muối 202 tới nhiệt độ cao. Dung dịch muối 202 có thể ở dạng nóng chảy ở nhiệt độ cao. Nhiệt độ của dung dịch muối 202 có thể được kiểm soát để thu được ứng suất nén và độ sâu lớp mong muốn trong vật liệu thủy tinh. Theo một số phương án, dung dịch muối 202 có thể được gia nhiệt tới nhiệt độ nằm trong khoảng từ 360°C đến 430°C.

Theo một số phương án, một hoặc nhiều muối phosphat được bổ sung vào dung dịch muối 202 để kết tủa các cation lithi dư để tạo ra các lithi phosphat rắn. Muối phosphat có thể được bổ sung vào dung dịch muối 202 với lượng để làm giảm nồng độ cation lithi trong dung dịch muối 202 tới mức độ mà tại đó, sự nhiễm độc dung dịch muối 202 được ngăn chặn. Theo một số phương án, dung dịch muối 202 có thể được xem là không bị nhiễm độc nếu như nồng độ của các cation lithi hòa tan trong dung dịch muối 202 không lớn hơn 2% khối lượng. Muối phosphat có thể được bổ sung vào dung dịch muối 202 trước khi quá trình trao đổi ion bắt đầu và/hoặc trong quá trình trao đổi ion. Muối phosphat có thể được bổ sung vào dung dịch muối 202 khi nồng độ cation lithi xác định đã được vượt quá trong dung dịch muối 202 hoặc khi ứng suất nén xác định đã đạt được trong nền có thể trao đổi ion 204. Ví dụ về các phosphat mà có thể được bổ sung vào dung dịch muối bao gồm, nhưng không bị giới hạn bởi, Na_3PO_4 , K_3PO_4 , Na_2HPO_4 , K_2HPO_4 , $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$, và $\text{K}_3\text{P}_3\text{O}_9$. Theo một số phương án, Na_3PO_4 và/hoặc K_3PO_4 được bổ sung vào dung dịch muối.

Khi nền có thể trao đổi ion 204 được lấy ra khỏi dung dịch muối, sẽ có cặn trên (các) bề mặt của nền có thể trao đổi ion 204. Theo một hoặc nhiều phương án, phần cặn này sẽ chứa lithi phosphat rắn. Tương tự, khi dung dịch muối được dẫn lưu ra khỏi bề trao đổi ion 200 sau quá trình trao đổi ion, sẽ có cặn trên (các) bề mặt của bề trao đổi ion 200. Theo một hoặc nhiều phương án, phần cặn này sẽ chứa lithi phosphat rắn. Theo một hoặc nhiều phương án, để loại bỏ cặn chứa lithi phosphat ra khỏi (các) bề mặt của nền có thể trao đổi ion 204 hoặc (các) bề mặt của bề trao đổi ion 200, các bề mặt có thể được nhúng trong dung dịch nước làm sạch, có các đặc tính như đã mô tả ở trên. Quá trình nhúng nên trong một khoảng thời gian đủ để cho phép lithi phosphat rắn trong phần cặn được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và để lithi hydro phosphat hòa tan hòa tan trong dung dịch nước làm sạch.

Quá trình nhúng có thể diễn ra ở nhiệt độ trong phòng hoặc nhiệt độ cao từ 20°C đến 100°C, như đã mô tả ở trên. Sau khi nhúng, các bề mặt có thể được rửa bằng nước hoặc nước khử ion hóa và được để làm khô.

Trong khi sáng chế đã được mô tả với một số lượng phương án giới hạn, người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này, dựa vào phần bộc lộ của sáng chế này, sẽ hiểu rằng, các phương án khác có thể được đưa ra mà không vượt ra khỏi phạm vi bảo hộ như được bộc lộ ở đây. Do đó, phạm vi của sáng chế chỉ bị giới hạn bởi các yêu cầu bảo hộ kèm theo.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp loại bỏ phần cặn chứa một hoặc nhiều hợp chất lithi phosphat có độ hòa tan nhỏ hơn 1 g trong mỗi 100 g nước ở nhiệt độ phòng ra khỏi bề mặt, bao gồm:

nhúng bề mặt trong dung dịch nước làm sạch có độ pH nhỏ hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước, bằng cách đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat trong phần cặn được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat hòa tan này được hòa tan trong dung dịch nước làm sạch, trong đó dung dịch nước làm sạch này bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit được chọn từ axit xitric, axit axetic, axit tartric, axit ascorbic, và hỗn hợp của chúng; và

rửa bề mặt này.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch nước làm sạch bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit được chọn từ axit xitric, axit axetic, axit tartric, và hỗn hợp của chúng.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó dung dịch nước làm sạch có nồng độ axit nằm trong khoảng từ 0,1 % khối lượng đến 10 % khối lượng.

4. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bề mặt là bề mặt của vật liệu thủy tinh chứa lithi được xử lý trong dung dịch muối chứa muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm lớn hơn các cation lithi.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó bề mặt là bề mặt của bề trao đổi ion chứa dung dịch muối trong quá trình xử lý vật liệu thủy tinh chứa lithi trong dung dịch muối này, dung dịch muối này chứa muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm lớn hơn các cation lithi.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat là Li_3PO_4 , Li_2NaPO_4 , hoặc LiNa_2PO_4 .

7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó lithi hydro phosphat hòa tan chứa ít nhất một trong số Li_2HPO_4 và LiH_2PO_4 .

8. Phương pháp chế tạo thủy tinh hoặc gốm thủy tinh gia cường, bao gồm các bước:

gia nhiệt dung dịch muối chứa muối phosphat và ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm đến nhiệt độ lớn hơn 360°C ;

cho ít nhất một phần của nền có thể trao đổi ion bao gồm cation lithi tiếp xúc với dung dịch muối, bằng cách đó ít nhất một phần của cation lithi khuếch tán từ nền có thể trao đổi ion vào dung dịch muối và được hòa tan trong dung dịch muối; và

kết tủa chọn lọc các cation lithi hòa tan từ dung dịch muối này để tạo ra ít nhất một hợp chất lithi phosphat có độ hòa tan nhỏ hơn 1 g trong mỗi 100 g nước ở nhiệt độ phòng, trong đó một phần của ít nhất một hợp chất lithi phosphat được lắng phủ trên bề mặt của bề mặt có thể trao đổi ion;

lấy nền có thể trao đổi ion ra khỏi dung dịch muối và nhúng bề mặt này trong dung dịch nước làm sạch có độ pH nhỏ hơn 5 trong một khoảng thời gian định trước, bằng cách đó ít nhất một hợp chất lithi phosphat trên bề mặt được chuyển đổi thành lithi hydro phosphat hòa tan và lithi hydro phosphat hòa tan này được hòa tan trong dung dịch nước làm sạch, trong đó dung dịch nước làm sạch này bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit được chọn từ axit xitric, axit axetic, axit tartric, axit ascorbic, và hỗn hợp của chúng; và

rửa bề mặt.

9. Phương pháp theo điểm 8, trong đó dung dịch nước làm sạch bao gồm axit hoặc hỗn hợp axit được chọn từ axit xitric, axit axetic, axit tartric, và hỗn hợp của chúng.

10. Phương pháp theo điểm 8 hoặc 9, trong đó dung dịch nước làm sạch có nồng độ axit trong khoảng từ 0,1 % khối lượng đến 10 % khối lượng.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó muối phosphat bao gồm ít nhất một trong số Na_3PO_4 , K_3PO_4 , Na_2HPO_4 , K_2HPO_4 , $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$, và $\text{K}_3\text{P}_3\text{O}_9$.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 11, trong đó ít nhất một nguồn các cation kim loại kiềm bao gồm ít nhất một trong số KNO_3 và NaNO_3 .

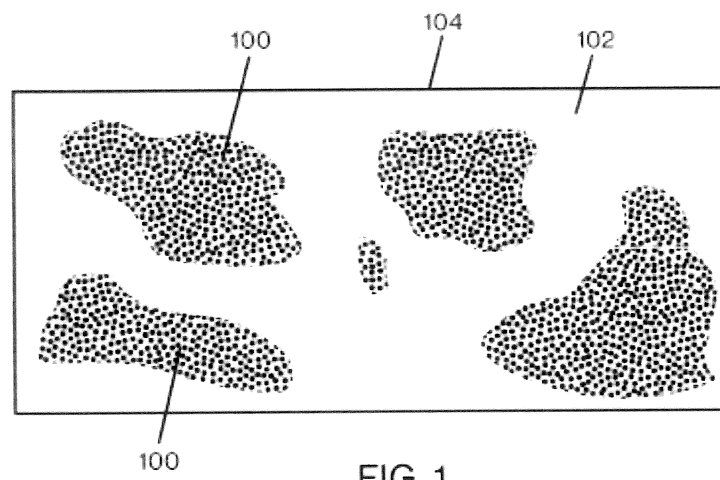


FIG. 1

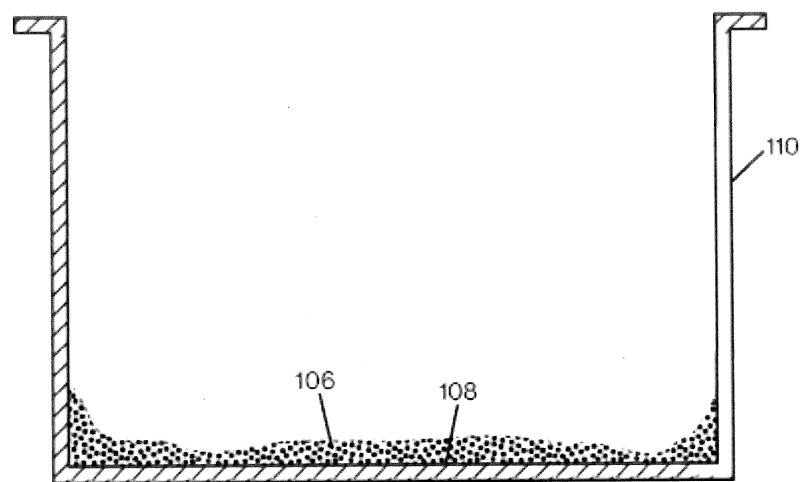


FIG. 2

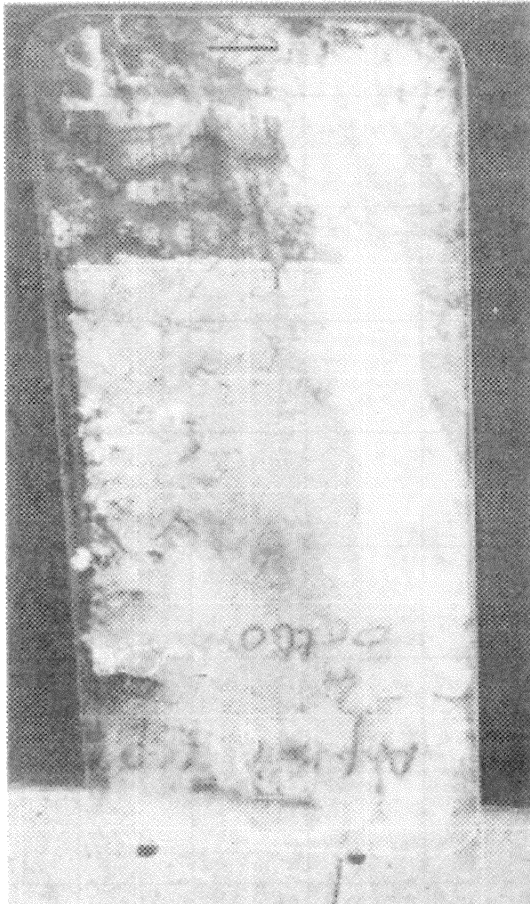


FIG. 3A

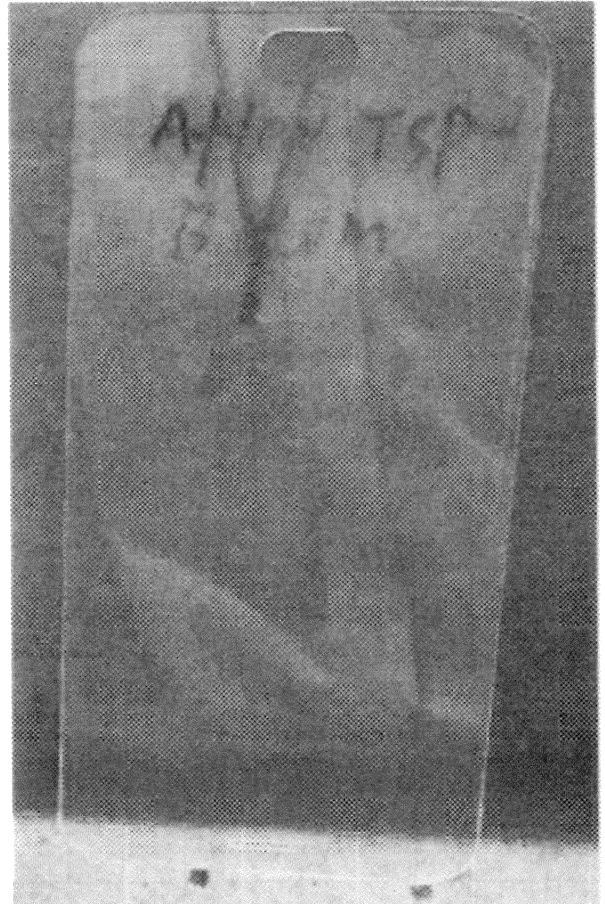


FIG. 3B

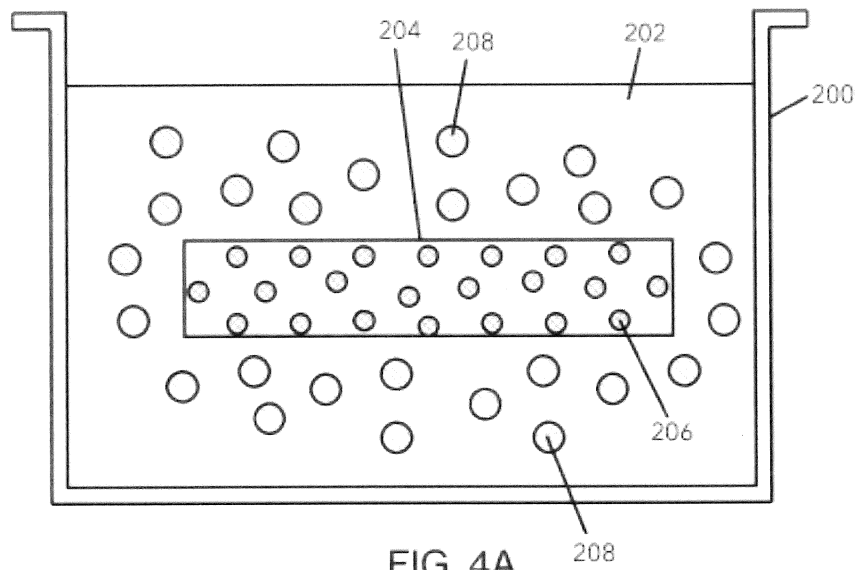


FIG. 4A

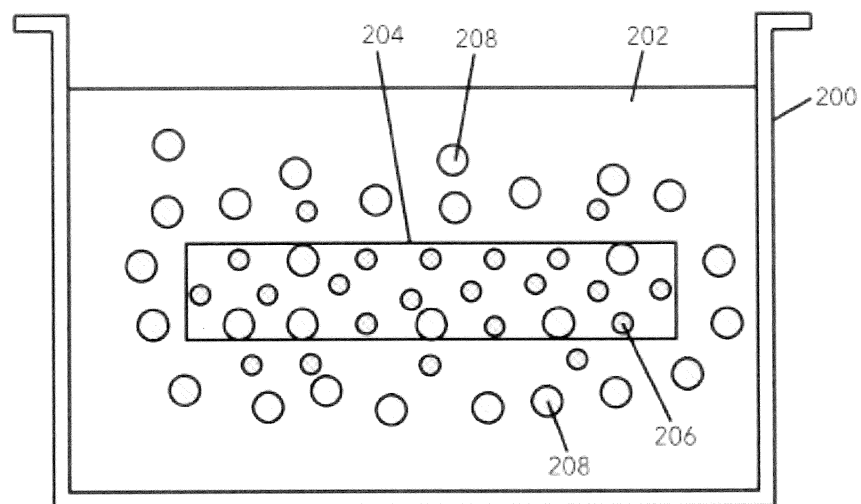


FIG. 4B