



(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)



1-0048425

(51)^{2020.01} C01G 25/00; B01J 35/10; B01J 37/04; (13) B
C04B 35/48; B01J 37/10; B01J 23/10;
B01J 37/08

(21) 1-2022-02994

(22) 31/01/2022

(86) PCT/JP2022/003511 31/01/2022

(87) WO 2022/107900 A1 27/05/2022

(30) JP2021-131514 12/08/2021 JP

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/02/2024 431

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

4-4-9, Kitahama, Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 5410041, Japan

(72) Kazuya MATSUMOTO (JP).

(74) Công ty cổ phần tư vấn Trung Thực (TRUNG THUC.,JSC)

(54) THÂN XÓP TRÊN CƠ SỞ ZIRICON OXIT VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT
THÂN XÓP TRÊN CƠ SỞ ZIRICON OXIT

(21) 1-2022-02994

(57) Sáng chế đề cập đến thân xốp trên cơ sở zircon oxit bao gồm oxit của nguyên tố đất hiếm, trong đó khi thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng A và thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng B, thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn và 0,40ml/g hoặc nhỏ hơn, và tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn được thể hiện bằng công thức $[(\text{thể tích lỗ rỗng A})/(\text{thể tích lỗ rỗng B})] \times 100$ là 25% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

[0001]

Sáng chế đề cập đến thân xốp trên cơ sở zircon oxit và phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

[0002]

Khí thải xả ra khỏi các động cơ đốt trong của ô tô và các phương tiện tương tự, hoặc các động cơ đốt như các loại nồi hơi chứa các chất nguy hại như cacbon monoxit (CO), hydrocacbon (HC), và nitơ oxit (NOx) gây ra ô nhiễm không khí và các hiện tượng tương tự. Việc tinh chế hiệu quả các chất nguy hại này là vấn đề quan trọng từ góc độ ngăn ngừa ô nhiễm môi trường và các vấn đề tương tự. Các kỹ thuật tinh chế khí xả có thể tinh chế ba chất nguy hại tại cùng một thời điểm đã được chủ động nghiên cứu.

[0003]

Tài liệu patent 1 bộc lộ thân xốp trên cơ sở zircon oxit có các đỉnh ở đường kính lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 8nm đến 20nm và từ 30nm đến 100nm trong vùng phân bố lỗ rỗng trên cơ sở phương pháp BJH và tổng thể tích lỗ rỗng là 0,4 cc/g hoặc lớn hơn, và thân xốp trên cơ sở zircon oxit có đỉnh ở đường kính lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 20 đến 110nm trong vùng phân bố lỗ rỗng trên cơ sở phương pháp BJH và tổng thể tích lỗ rỗng là 0,4 cc/g hoặc lớn hơn (cụ thể xem điểm 1 yêu cầu bảo hộ của tài liệu này).

[0004]

Tài liệu patent 2 bộc lộ thân xốp trên cơ sở zircon oxit có tổng thể tích lỗ rỗng ít nhất là 0,75ml/g sau khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ 1000°C trong thời gian 3 giờ và trong đó thể tích lỗ rỗng của các lỗ rỗng có đường kính nằm trong khoảng từ 10 đến 100nm sau khi xử lý nhiệt

ở nhiệt độ 1000°C trong thời gian 3 giờ bằng ít nhất 30% tổng thể tích lỗ rỗng (cụ thể xem điểm 1 yêu cầu bảo hộ của tài liệu này).

[0005]

Tài liệu patent 3 bộc lộ thân xốp trên cơ sở zircon oxit có (1) đỉnh ở đường kính lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 20 đến 100nm trong vùng phân bố lỗ rỗng trên cơ sở phương pháp BJH, tỷ lệ P/W là 0,05 hoặc lớn hơn, trong đó W thể hiện một nửa chiều rộng của đỉnh thu được theo đường cong phân bố lỗ rỗng đo được và P thể hiện chiều cao của đỉnh, và tổng thể tích lỗ rỗng là 0,5 cm³/g hoặc lớn hơn; và (2) đỉnh ở đường kính lỗ rỗng nằm trong khoảng từ 20 đến 100nm, tỷ lệ P/W là 0,03 hoặc lớn hơn, diện tích bề mặt riêng ít nhất là 40 m²/g, và tổng thể tích lỗ rỗng là 0,3 cm³/g hoặc lớn hơn, sau khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ 1000°C trong thời gian 12 giờ (cụ thể xem điểm 1 yêu cầu bảo hộ của tài liệu này).

[0006]

Tài liệu patent 4 bộc lộ oxit hỗn hợp trên cơ sở CZ trong đó tỷ lệ (d/c) của thể tích lỗ rỗng (d) sau thử nghiệm độ bền mà làm nóng oxit trong khí quyển ở điều kiện nhiệt độ 1100°C trong thời gian 5 giờ so với thể tích lỗ rỗng (c) trước thử nghiệm độ bền thỏa mãn biểu thức $0,20 \leq d/c \leq 1,00$ (cụ thể xem điểm 2 yêu cầu bảo hộ của tài liệu này).

Giải pháp kỹ thuật đã biết

Các tài liệu sáng chế

[0007]

Tài liệu patent 1: JP-A-2006-036576

Tài liệu patent 2: JP-A-2008-081392

Tài liệu patent 3: JP-A-2015-189655

Tài liệu patent 4: WO 2014/196100

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được sáng chế giải quyết

[0008]

Để làm giảm lượng CO, HC, và NOx được phát ra từ ô tô và các phương tiện tương tự, việc cải thiện hiệu quả của các chất xúc tác tinh chế khí xả được đòi hỏi một cách mạnh mẽ. Để tinh chế một cách hiệu quả khí xả, kim loại quý ở dạng chất xúc tác và khí xả cần phải được tiếp xúc với nhau một cách thích hợp. Nhằm mục đích này, nguyên liệu được dùng làm chất mang kim loại quý cần phải khuếch tán khí một cách thích hợp. Ngoài ra, khả năng khuếch tán khí của chất mang là quan trọng hơn ở các điều kiện vận tốc không gian cao (SV - Space Velocity).

[0009]

Tuy nhiên, các nguyên liệu quy ước (ví dụ, các thân xốp trên cơ sở zircon oxit đã bộc lộ trong các tài liệu patent 1 đến 4) có vấn đề ở chỗ khi được cho tiếp xúc với nhiệt độ cao trong khoảng thời gian dài, các lỗ rỗng bị tắc, dẫn đến giảm khả năng khuếch tán khí. Trong những năm gần đây, có nhu cầu cải thiện hiệu quả xúc tác ở các điều kiện nhiệt độ cao hơn bao giờ hết, và có nhu cầu cải thiện độ chịu nhiệt của nguyên liệu mang để cải thiện hiệu quả xúc tác.

[0010]

Sáng chế được thực hiện nhằm khắc phục các nhược điểm nêu trên, và mục đích của sáng chế là tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể duy trì khả năng khuếch tán khí cao ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao. Sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

Cách giải quyết vấn đề

[0011]

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu chuyên sâu về hỗn hợp zircon oxit. Các tác giả đã thu được các phát kiến như sau.

(1) các lỗ rỗng có cỡ nhỏ đến 30nm hoặc nhỏ hơn có hiệu quả làm tăng diện tích bề mặt riêng, song biến mất do nung kết khi được cho tiếp xúc với nhiệt độ cao.

(2) các lỗ rỗng có cỡ lớn đến 200nm hoặc lớn hơn thường bị mất do phun bụi ướt tại

thời điểm khi bộ lọc (ví dụ, thân có cấu trúc rỗng tổ ong) để gom chất dạng hạt được bọc cùng với chúng, và góp phần không đáng kể vào việc cải thiện khả năng khuếch tán khí.

[0012]

Các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng các nhược điểm nêu trên có thể được giải quyết bằng cách sử dụng kết cấu dưới đây, và sáng chế đã được hoàn thiện.

[0013]

Sáng chế đề xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit, theo đó thân xốp trên cơ sở zircon oxit này chứa oxit của nguyên tố đất hiếm, trong đó

khi thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng A và thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng B,

thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn và 0,40ml/g hoặc nhỏ hơn, và

tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây là 25% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn:

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn>

$$[(\text{Thể tích lỗ rỗng A}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng B})] \times 100 \quad \text{Công thức (1).}$$

[0014]

Theo kết cấu trên, do thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao được thể hiện ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

Ngoài ra, do tỷ lệ duy trì X là 25% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao được thể hiện trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

Ngoài ra, khi sự thay đổi về thể tích lỗ rỗng là lớn trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, kim loại quý được đỡ ở dạng chất xúc tác có thể được nung kết cùng với sự co của

thân xốp trên cơ sở zircon oxit ở dạng chất mang. Tuy nhiên, theo kết cấu nêu trên, do tỷ lệ duy trì X là 25% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng sự thay đổi về thể tích lỗ rỗng là nhỏ. Do đó, việc nung kết kim loại quý được đỡ ở dạng chất xúc tác có thể được hạn chế. Kết quả là, hiệu quả xúc tác cao có thể được duy trì.

Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa nguyên tố không phải đất hiếm, thân xốp trên cơ sở zircon oxit có độ chịu nhiệt thấp và hiệu quả xúc tác thấp. Đồng thời, theo kết cấu nêu trên, do thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố đất hiếm, độ chịu nhiệt và tính năng xúc tác của thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nâng cao hơn nữa.

[0015]

Trong kết cấu nêu trên, khi thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng C và thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng D,

thể tích lỗ rỗng C bằng 0,40ml/g hoặc lớn hơn và 1,50ml/g hoặc nhỏ hơn, và

tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng được thể hiện bởi công thức (2) dưới đây tốt hơn, nếu là 30% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn:

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng>

$$[(\text{Thể tích lỗ rỗng C}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng D})] \times 100 \quad \text{công thức (2).}$$

[0016]

Để thể hiện được khả năng khuếch tán khí cao ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, tốt hơn là tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng là cao. Như nêu trên, khi tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn là cao, khả năng khuếch tán khí cao thu được ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, song khi không chỉ tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn mà còn tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng là cao, có thể nói rằng khả năng

khuếch tán khí cao hơn đã có được.

Theo kết cấu trên, do thể tích lỗ rỗng C bằng 0,40ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao hơn được thể hiện ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

Ngoài ra, do tỷ lệ duy trì Y là 30% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao hơn được thể hiện trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

[0017]

Trong kết cấu nêu trên, tốt hơn, nếu đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm là 50nm hoặc lớn hơn và 150nm hoặc nhỏ hơn.

[0018]

Khi đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm là 50nm hoặc lớn hơn và 150nm hoặc nhỏ hơn, việc giảm thể tích lỗ rỗng B (thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ) có thể được hạn chế, và thể tích lỗ rỗng A (thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ) có thể được tăng hơn nữa.

[0019]

Trong kết cấu nêu trên, tốt hơn, nếu diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là 10 m²/g hoặc lớn hơn và 40 m²/g hoặc thấp hơn.

[0020]

Việc nung kết của chất mang chất xúc tác yêu cầu giảm diện tích bề mặt riêng của chất mang. Việc làm giảm diện tích bề mặt riêng của chất mang yêu cầu việc nung kết kim loại quý đỡ (chất xúc tác). Khi kim loại quý được nung kết, hoạt tính xúc tác làm giảm và khí xả tinh chế tính năng của chất xúc tác làm giảm.

Do đó, khi diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ là 10 m²/g hoặc lớn hơn, thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nói là đã

có diện tích bề mặt riêng lớn ngay cả sau khi xử lý nhiệt. Do đó, chất xúc tác có thể được nói là đã có hiệu quả xúc tác cao ngay cả sau khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao.

[0021]

Trong kết cấu nêu trên, thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa xeri oxit là oxit của nguyên tố đất hiếm, và

tốt hơn, nếu lượng xeri oxit là nhiều hơn 0% theo khối lượng và 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0022]

Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa xeri oxit với lượng nhiều hơn 0% theo khối lượng so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit, việc nung kết có thể được hạn chế hơn nữa.

[0023]

Trong kết cấu nêu trên, thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit đất hiếm khác với xeri oxit là oxit của nguyên tố đất hiếm, và

tốt hơn, nếu lượng oxit đất hiếm khác với xeri oxit là 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn và 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0024]

Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit đất hiếm khác với xeri oxit với lượng 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit, việc nung kết có thể được hạn chế hơn nữa.

[0025]

Trong kết cấu nêu trên, tốt hơn, nếu oxit đất hiếm khác với xeri oxit là một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm lantan oxit, neodým oxit, praseodým oxit, và ytri oxit.

[0026]

Khi oxit đất hiếm khác với xeri oxit là một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm lantan oxit, neodým oxit, và praseodým oxit, có thể thu được hiệu quả hạn chế nung

kết cao hơn.

[0027]

Trong kết cấu nêu trên, thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố khác, và tốt hơn, nếu oxit của nguyên tố khác là một hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm (A) oxit của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (B) oxit của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (C) các oxit của một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi.

[0028]

Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố khác và oxit của nguyên tố khác là một hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm (A) oxit của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (B) oxit của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (C) các oxit của một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi, hiệu quả hạn chế nung kết cao hơn có thể thu được.

[0029]

Trong kết cấu nêu trên, tốt hơn, nếu lượng oxit của nguyên tố khác là nhiều hơn 0% theo khối lượng và 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0030]

Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố khác nằm trong khoảng nhiều hơn 0% theo khối lượng và 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit, việc nung kết có thể được hạn chế hơn nữa.

[0031]

Trong kết cấu nêu trên, oxit của nguyên tố khác là nhôm oxit, và tốt hơn, nếu lượng nhôm oxit là nhiều hơn 0% theo khối lượng và 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0032]

Khi oxit của nguyên tố khác là nhôm oxit và lượng nhôm oxit là nhiều hơn 0%

theo khối lượng và 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit, hiệu quả hạn chế nung kết sẽ cao hơn.

[0033]

Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit bao gồm:

bước A là bước bổ sung dung dịch tác nhân sulfat vào dung dịch muối zircon ở nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn để tạo ra zircon sulfat cơ sở;

bước B là bước làm mát zircon sulfat cơ sở thu được ở bước đến 80°C hoặc thấp hơn;

bước C là bước già hóa zircon sulfat cơ sở ở nhiệt độ cao hơn so với ở bước A trong thời gian 60 phút hoặc dài hơn sau bước B;

bước D là bước bổ sung kiềm vào chất lỏng phản ứng chứa zircon sulfat cơ sở sau khi già hóa thu được ở bước C để thu được hydroxit chứa zircon; và

bước E là bước đưa hydroxit chứa zircon thu được ở bước D đi xử lý nhiệt để thu được thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0034]

Theo kết cấu trên, zircon sulfat cơ sở được tạo ra bằng cách bổ sung dung dịch tác nhân sulfat vào dung dịch muối zircon ở nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn (bước A), zircon sulfat cơ sở thu được sau đó được làm mát đến 80°C hoặc thấp hơn (bước B), và sau đó zircon sulfat cơ sở được già hóa ở nhiệt độ cao hơn so với ở bước A trong thời gian 60 phút hoặc dài hơn (bước C).

Bằng cách thực hiện các bước này, có thể thu được thân xốp trên cơ sở zircon oxit trong đó thể tích lỗ rỗng A trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn và 0,40ml/g hoặc nhỏ hơn, và tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước và sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là 25% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn.

Tác giả sáng chế giải thích lý do như sau.

Ở bước A, các hạt sơ cấp và các hạt thứ cấp trong đó các hạt sơ cấp đã kết tụ được tạo ra. Các hạt thứ cấp có cách vi lỗ bên trong. Ở bước C, việc vón các hạt sơ cấp được tiếp tục để tạo ra các lỗ rỗng lớn trung gian.

[0035]

Trong kết cấu nêu trên, ở bước bất kỳ trong số bước A đến bước C, phương pháp bao gồm bước X là bước bổ sung một hoặc nhiều muối được chọn từ nhóm bao gồm (a) muối của nguyên tố đất hiếm, (b) muối của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (c) muối của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (d) muối của ít nhất một kim loại được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi.

[0036]

Ở bước bất kỳ trong số bước A đến bước C, khi phương pháp còn bao gồm bước X là bước bổ sung một hoặc nhiều muối được chọn từ nhóm bao gồm (a) muối của nguyên tố đất hiếm, (b) muối của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (c) muối của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (d) muối của ít nhất một kim loại được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi, hiệu quả hạn chế nung kết cao hơn có thể tác động lên thân xốp trên cơ sở zircon oxit thu được cuối cùng.

Hiệu quả của sáng chế

[0037]

Sáng chế đề xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit có khả năng duy trì khả năng khuếch tán khí cao ngay cả sau khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao. Sáng chế còn đề xuất phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

Mô tả chi tiết sáng chế

[0038]

Dưới đây, các phương án của sáng chế sẽ được mô tả. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn chỉ ở các phương án này. Theo sáng chế, zircon oxit chung được sử dụng, và

chứa 10% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn hợp chất kim loại tạp chất bao gồm hafni oxit.

[0039]

[Thân xốp trên cơ sở zircon oxit]

Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế sẽ được bộc lộ một cách chi tiết dưới đây, song thân này là oxit hỗn hợp chứa zircon oxit và oxit của nguyên tố đất hiếm làm các thành phần cơ bản. Việc sử dụng thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế không bị giới hạn một cách cụ thể, song thân xốp trên cơ sở zircon oxit là vật mang xúc tác hữu ích để tinh chế khí xả. Khi oxit hỗn hợp trên cơ sở zircon oxit được dùng làm chất mang chất xúc tác để tinh chế khí xả, các ví dụ về chất xúc tác có thể được đỡ bao gồm kim loại quý chất xúc tác.

[0040]

<Thể tích lỗ rỗng>

[1. Thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (thể tích lỗ rỗng A)]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế, khi thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng A, thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn và 0,40ml/g hoặc thấp hơn.

[0041]

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng A là 0,12ml/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,14 ml/g hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,16 ml/g hoặc lớn hơn, và tốt nhất là 0,17ml/g hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng A là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ, là 0,35ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,30ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,25ml/g hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

[0042]

[2. Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước và sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (tỷ lệ duy trì X)]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit, khi thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng A và thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng B, tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây là 25% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn:

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn>

$$[(\text{Thể tích lỗ rỗng A}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng B})] \times 100 \quad \text{công thức (1).}$$

[0043]

Tốt hơn, nếu tỷ lệ duy trì X là 27% hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa 28% hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa 30% hoặc lớn hơn, và tốt nhất, nếu 33% hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ duy trì X là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là 80% hoặc nhỏ hơn, 70% hoặc nhỏ hơn, 60% hoặc nhỏ hơn, 50% hoặc nhỏ hơn, 45% hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

[0044]

Do thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao được thể hiện ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

Ngoài ra, do tỷ lệ duy trì X là 25% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao được thể hiện trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

Ngoài ra, khi sự thay đổi về thể tích lỗ rỗng là lớn trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, kim loại quý được đỡ ở dạng chất xúc tác có thể được nung kết cùng với sự co của

thân xốp trên cơ sở zircon oxit ở dạng chất mang. Tuy nhiên, có thể được nói rằng thân xốp trên cơ sở zircon oxit đã cho thấy sự thay đổi nhỏ về thể tích lỗ rỗng do tỷ lệ duy trì X là 25% hoặc lớn hơn. Do đó, việc nung kết kim loại quý được đỡ ở dạng chất xúc tác có thể được hạn chế. Kết quả là, hiệu quả xúc tác cao có thể được duy trì.

[0045]

[3. Thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn ở giai đoạn đầu (trước khi làm nóng) (thể tích lỗ rỗng B)]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit, khi thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng của 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng B, tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng B là 0,30ml/g hoặc lớn hơn.

[0046]

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng B là 0,40ml/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,45ml/g hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,50ml/g hoặc lớn hơn, và tốt nhất là 0,53ml/g hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng B là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là 1,0ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,9 ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,8ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,7ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,6 ml/g, hoặc trị số tương tự.

[0047]

Khi thể tích lỗ rỗng B bằng 0,30ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn là tương đối lớn ở trạng thái trước khi tiếp xúc với nhiệt độ cao. Do thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn là tương đối lớn ở trạng thái trước khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao (thể tích lỗ rỗng A) có thể được tăng hơn nữa.

[0048]

[4. Thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ

1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (thể tích lỗ rỗng C)]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế, khi thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng C, tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng C là 0,40ml/g hoặc lớn hơn và 1,50ml/g hoặc thấp hơn.

[0049]

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng C là 0,45ml/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,48ml/g hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 0,51ml/g hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng C là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là 1,20ml/g hoặc nhỏ hơn, 1,00ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,90ml/g hoặc nhỏ hơn, 0,83ml/g hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

[0050]

[5. Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng trước và sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (tỷ lệ duy trì Y)]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit, khi thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng C và thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng D, tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng được thể hiện bởi công thức (2) dưới đây tốt hơn, nếu là 30% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn:

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng>

$[(\text{Thể tích lỗ rỗng C}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng D})] \times 100$ công thức (2).

[0051]

Tỷ lệ duy trì Y tốt hơn, nếu là 35% hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 40% hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 41% hoặc lớn hơn, đặc biệt là tốt hơn, nếu 44% hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt, nếu là 46% hoặc lớn hơn.

Tỷ lệ duy trì Y tốt hơn, nếu là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là 80% hoặc nhỏ hơn, 70% hoặc nhỏ hơn, 65% hoặc nhỏ hơn, 64% hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

[0052]

Để khả năng khuếch tán khí cao được thể hiện ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, tốt hơn là tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng là cao. Như nêu trên, khi tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn (tỷ lệ duy trì X) là cao, khả năng khuếch tán khí cao thu được ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, song khi không chỉ tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn mà còn tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng là cao, có thể nói rằng đã có được khả năng khuếch tán khí cao hơn.

Khi thể tích lỗ rỗng C bằng 0,40ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao hơn được thể hiện ngay cả sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

Khi tỷ lệ duy trì Y là 30% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao hơn được thể hiện trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao.

[0053]

[6. Thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng ở giai đoạn đầu (trước khi làm nóng) (thể tích lỗ rỗng D)]

Trong thân xộp trên cơ sở zircon oxit, khi thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng D, tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng D là 0,50ml/g hoặc lớn hơn.

[0054]

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng D là 0,70ml/g hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 0,80ml/g hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 0,90ml/g hoặc lớn hơn, đặc biệt là tốt hơn nữa là 1,00ml/g hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt, nếu là 1,05ml/g hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu thể tích lỗ rỗng D là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là 2,0ml/g hoặc nhỏ hơn, 1,7ml/g hoặc nhỏ hơn, 1,5ml/g hoặc nhỏ hơn, 1,3ml/g hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương

tự.

[0055]

Khi thể tích lỗ rỗng D bằng 0,50ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng là tương đối lớn ở trạng thái trước khi tiếp xúc với nhiệt độ cao. Do thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng là tương đối lớn ở trạng thái trước khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao (thể tích lỗ rỗng C) có thể được tăng hơn nữa.

[0056]

<Đường kính lỗ rỗng yếu vị>

[1. Đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm ở giai đoạn đầu (trước khi làm nóng)]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit, tốt hơn, nếu đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm ở giai đoạn đầu (trước khi làm nóng) là 50nm hoặc lớn hơn và 150nm hoặc nhỏ hơn.

Tốt hơn, nếu đường kính lỗ rỗng yếu vị là 51nm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 52nm hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 53nm hoặc lớn hơn, đặc biệt là tốt hơn, nếu 55nm hoặc lớn hơn, và đặc biệt tốt, nếu là 59nm hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu đường kính lỗ rỗng yếu vị là 140nm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 130nm hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 120nm hoặc nhỏ hơn, và tốt nhất, nếu là 112nm hoặc nhỏ hơn.

Khi đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm là 50nm hoặc lớn hơn và 150nm hoặc nhỏ hơn, việc giảm thể tích lỗ rỗng B (thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ) có thể được hạn chế, và thể tích lỗ rỗng A (thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ) có thể được tăng hơn nữa.

[0057]

[2. Đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển]

Tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit có đường kính lỗ rỗng yếu vị 55nm hoặc lớn hơn và 180nm hoặc nhỏ hơn trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển.

Tốt hơn, nếu đường kính lỗ rỗng yếu vị sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là 60nm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa 63nm hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa 66nm hoặc lớn hơn, và tốt nhất, nếu 74nm.

Tốt hơn, nếu đường kính lỗ rỗng yếu vị sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là 170nm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 160nm hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 150nm hoặc nhỏ hơn, đặc biệt là tốt hơn, nếu là 140nm hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt, nếu là 138nm hoặc nhỏ hơn.

Khi đường kính lỗ rỗng yếu vị sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là 55nm hoặc lớn hơn và 180nm hoặc nhỏ hơn, thể tích lỗ rỗng B (thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ) có thể được tăng hơn nữa.

[0058]

Các chi tiết của việc xác định thể tích lỗ rỗng và đường kính lỗ rỗng yếu vị dựa trên cơ sở các phương pháp nêu trong các ví dụ thực hiện sáng chế.

[0059]

< Diện tích bề mặt riêng >

[1. Diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển]

Tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit có diện tích bề mặt riêng là $10 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn và $40 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc thấp hơn sau khi được đun nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển.

Việc nung kết của chất mang chất xúc tác yêu cầu giảm về diện tích bề mặt riêng của chất mang. Việc làm giảm diện tích bề mặt riêng của chất mang yêu cầu nung kết kim loại quý đỡ (chất xúc tác). Khi kim loại quý được nung kết, hoạt tính xúc tác làm giảm và khí xả tinh chế tính năng của chất xúc tác làm giảm.

Do đó, khi diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ là $10 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nói là đã có diện tích bề mặt riêng lớn ngay cả sau khi xử lý nhiệt. Do đó, chất xúc tác có thể được nói là đã có hiệu quả xúc tác cao ngay cả sau khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao.

[0060]

Tốt hơn, nếu diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là $11 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là $12 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là $12,5 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là $30 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, $20 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, $17 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, $16,3 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

[0061]

[2. Diện tích bề mặt riêng ban đầu]

Tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit có diện tích bề mặt riêng (diện tích bề mặt riêng ban đầu) của $25 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn. Khi diện tích bề mặt riêng là $25 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nói là đã có diện tích bề mặt riêng tương đối cao ở trạng thái trước khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao hơn. Do có diện tích bề mặt riêng tương đối cao ở trạng thái trước khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao, diện tích bề mặt riêng sau khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao có thể được tăng hơn nữa. Trong ví dụ

này, diện tích bề mặt riêng (diện tích bề mặt riêng ban đầu) để chỉ diện tích bề mặt riêng ở trạng thái khi mà xử lý nhiệt, xử lý phun bụi hoặc tương tự không được thực hiện sau khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit được sản xuất.

[0062]

Tốt hơn, nếu, diện tích bề mặt riêng là $30 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa $35 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa $38 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn, và tốt nhất, nếu $45 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc lớn hơn.

Tốt hơn, nếu, diện tích bề mặt riêng là có cỡ lớn nhất có thể, và ví dụ là $120 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, $100 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, $80 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, $70 \text{ m}^2/\text{g}$ hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

[0063]

Diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển và diện tích bề mặt riêng (diện tích bề mặt riêng ban đầu) tham chiếu đến các giá trị thu được theo phương pháp nêu trong các ví dụ thực hiện sáng chế.

[0064]

<Đường kính hạt D_{10} >

Tốt hơn, nếu đường kính hạt D_{10} của thân xốp trên cơ sở zircon oxit là $0,1 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $50 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa, nếu đường kính hạt D_{10} là $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $30 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

<Đường kính hạt D_{50} >

Tốt hơn, nếu đường kính hạt D_{50} của thân xốp trên cơ sở zircon oxit là $0,1 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $100 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa, nếu đường kính hạt D_{50} là $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $50 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

<Đường kính hạt D_{90} >

Tốt hơn, nếu đường kính hạt D_{90} của thân xốp trên cơ sở zircon oxit là $1,0 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $500 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn. Tốt hơn nữa, nếu đường kính hạt D_{90} là $5,0 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc lớn hơn và $200 \text{ }\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

[0065]

<Chế phẩm>

Thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa zircon oxit (zircon oxit). Tốt hơn, nếu lượng zircon oxit là 40% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 45% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 50% theo khối lượng hoặc lớn hơn nếu toàn bộ thân xốp trên cơ sở zircon oxit là 100% theo khối lượng. Trị số giới hạn trên của lượng zircon oxit không bị giới hạn một cách cụ thể, song tốt hơn, nếu lượng zircon oxit là 99% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là 98% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn. Khi lượng zircon oxit là 40% theo khối lượng hoặc lớn hơn và 99% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, zircon oxit được dùng một cách thích hợp làm chất mang chất xúc tác

[0066]

Thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố đất hiếm. Tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa một hoặc nhiều oxit được chọn từ các nguyên tố đất hiếm. Tuy nhiên, tốt hơn là thân xốp trên cơ sở zircon oxit không chứa Pm. Tức là tốt hơn nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa một hoặc nhiều oxit được chọn từ các nguyên tố đất hiếm khác với Pm. Do thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố đất hiếm, độ chịu nhiệt và tính năng xúc tác của thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nâng cao hơn nữa.

Các nguyên tố đất hiếm dùng để chỉ Sc, Y, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, và Lu.

[0067]

Lượng oxit của nguyên tố đất hiếm (tổng lượng của các oxit của các nguyên tố đất hiếm) tốt hơn, nếu là 5% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 10% theo khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 15% theo khối lượng hoặc lớn hơn, đặc biệt là tốt hơn, nếu là 20% theo khối lượng hoặc lớn hơn, đặc biệt là tốt hơn, nếu là 25% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn đặc biệt tốt, nếu là 30% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

Tốt hơn, nếu lượng oxit của nguyên tố đất hiếm là 60% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 55% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa là 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và tốt nhất, nếu 45% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Khi lượng oxit của nguyên tố đất hiếm là 5% theo khối lượng hoặc lớn hơn và 60% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, độ chịu nhiệt càng cao và hiệu quả xúc tác thu được cũng càng cao.

[0068]

Tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa xeri oxit là oxit của nguyên tố đất hiếm. Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa xeri oxit, lượng xeri oxit tốt hơn, nếu là nhiều hơn 0% theo khối lượng và 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa xeri oxit với lượng nhiều hơn 0% theo khối lượng so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit, việc nung kết có thể được hạn chế hơn nữa.

[0069]

Hàm tốt hơn, nếu lượng xeri oxit là 5% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 10% theo khối lượng hoặc lớn hơn, còn tốt hơn nữa là 15% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và tốt nhất, nếu là 20% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit. Lượng xeri oxit tốt hơn, nếu là 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 45% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và còn tốt hơn nữa là 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0070]

Tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit đất hiếm khác với xeri oxit là oxit của nguyên tố đất hiếm. Tức là tốt hơn, nếu thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa một hoặc nhiều oxit được chọn từ các nguyên tố đất hiếm khác với xeri oxit. Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit đất hiếm khác với xeri oxit, lượng (tổng lượng) của oxit đất hiếm khác với xeri oxit tốt hơn, nếu là 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn và 50% theo

khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit. Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit đất hiếm khác với xeri oxit với lượng 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit, việc nung kết có thể được hạn chế hơn nữa.

[0071]

Tốt hơn, nếu lượng oxit đất hiếm khác với xeri oxit là 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 5% theo khối lượng hoặc lớn hơn, và còn tốt hơn nữa là 10% theo khối lượng hoặc lớn hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit. Lượng oxit đất hiếm khác với xeri oxit tốt hơn, nếu là 30% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa 25% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, còn tốt hơn nữa 20 khối lượng hoặc nhỏ hơn, đặc biệt là tốt hơn, nếu là 15% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, và đặc biệt tốt, nếu là 10% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0072]

Trong số oxit này, tốt hơn, nếu là oxit đất hiếm khác với xeri oxit một hoặc nhiều được chọn từ nhóm bao gồm lantan oxit, neodim oxit, praseodim oxit, và ytri oxit. Khi oxit là một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm lantan oxit, neodim oxit, và praseodim oxit, hiệu quả hạn chế nung kết cao hơn có thể thu được.

[0073]

Thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể chứa, ngoài các oxit của các nguyên tố đất hiếm, một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm:

- A) các oxit của kim loại chuyển tiếp (ngoại trừ các nguyên tố đất hiếm),
- B) các oxit kim loại kiềm thổ, và
- C) một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn và Bi.

Dưới đây, các nguyên tố thể hiện ở mục A) đến C) được gọi là “các nguyên tố khác”. Khi thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa các oxit của các nguyên tố khác, lượng các oxit của các nguyên tố khác có thể là nhiều hơn 0%, tốt hơn là 0,1% theo khối lượng hoặc lớn hơn về mặt oxit nếu toàn bộ thân xốp trên cơ sở zircon oxit là 100% theo khối

lượng. Giới hạn trên của lượng các oxit của các nguyên tố khác không bị giới hạn một cách cụ thể, và có thể là 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, 30% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, 20% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, 10% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, hoặc 5% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn, hoặc trị số tương tự.

Các ví dụ về kim loại chuyển tiếp bao gồm Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Nb, Mo, Ta, và W. Các ví dụ về kim loại kiềm thổ bao gồm Mg, Ca, Sr, và Ba. Trong số các oxit của các nguyên tố khác, nhôm oxit (Al_2O_3) được đặc biệt ưu tiên từ góc độ hiệu quả hạn chế nung kết.

[0074]

Ngoài ra, hỗn hợp zircon oxit có thể chứa các tạp chất trong phạm vi mà không trái với bản chất của sáng chế (ví dụ, 0,5% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn). Các tạp chất không bị hạn chế một cách cụ thể, và các ví dụ của chúng bao gồm thành phần chứa trong nguyên liệu thô, thành phần bị trộn trong khi xử lý sản phẩm, và thành phần mà không thể được loại ra trong khi xử lý sản phẩm (ví dụ, SO_4).

[0075]

Các tỷ lệ chế phẩm được ưu tiên của thân xốp trên cơ sở zircon oxit bao gồm các tổ hợp không vượt quá 100% tổng số được thể hiện ở mục (1) đến (4) dưới đây làm ví dụ.

(1) Zircon oxit: 40% hoặc lớn hơn và 99% hoặc nhỏ hơn

Xeri oxit: 0% hoặc lớn hơn và 50% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố đất hiếm khác với xeri oxit: 0% hoặc lớn hơn và 30% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố khác: 0% hoặc lớn hơn và 40% hoặc nhỏ hơn

(2) Zircon oxit: 45% hoặc lớn hơn và 98% hoặc nhỏ hơn

Xeri oxit: 5% hoặc lớn hơn và 45% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố đất hiếm khác với xeri oxit: 1% hoặc lớn hơn và 20% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố khác: 0% hoặc lớn hơn và 37% hoặc nhỏ hơn

(3) Zircon oxit: 50% hoặc lớn hơn và 98% hoặc nhỏ hơn

Xeri oxit: 10% hoặc lớn hơn và 40% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố đất hiếm khác với xeri oxit: 5% hoặc lớn hơn và 15% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố khác: 0% hoặc lớn hơn và 35% hoặc nhỏ hơn

(4) Zircon oxit: 50% hoặc lớn hơn và 98% hoặc nhỏ hơn

Xeri oxit: 15% hoặc lớn hơn và 40% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố đất hiếm khác với xeri oxit: 10% hoặc lớn hơn và 10% hoặc nhỏ hơn

Các oxit của các nguyên tố khác: 0% hoặc lớn hơn và 32% hoặc nhỏ hơn

[0076]

Trong thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế, do thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn, có thể nói rằng thân xốp trên cơ sở zircon oxit có khả năng khuếch tán khí cao ngay cả sau khi được tiếp xúc với nhiệt độ cao. Ngoài ra, do tỷ lệ duy trì X là 25% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng khả năng khuếch tán khí cao được thể hiện trước và sau khi tiếp xúc với nhiệt độ cao. Ngoài ra, do tỷ lệ duy trì X là 25% hoặc lớn hơn, có thể nói rằng sự thay đổi về thể tích lỗ rỗng là nhỏ. Do đó, việc nung kết kim loại quý được đỡ ở dạng chất xúc tác có thể được hạn chế. Kết quả là, hiệu quả xúc tác cao có thể được duy trì. Ngoài ra, do oxit của nguyên tố đất hiếm được chứa, độ chịu nhiệt và tính năng xúc tác của thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nâng cao hơn nữa.

[0077]

[Phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit]

Dưới đây, ví dụ về phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit sẽ được mô tả. Tuy nhiên, phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ sau.

[0078]

Phương pháp tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế chứa:

bước A là bước bổ sung dung dịch tác nhân sulfat vào dung dịch muối zircon ở nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn để tạo ra zircon sulfat cơ sở;

bước B là bước làm mát zircon sulfat cơ sở thu được ở bước đến 80°C hoặc thấp hơn;

bước C là bước già hóa zircon sulfat cơ sở ở nhiệt độ cao hơn so với ở bước A trong thời gian 60 phút hoặc dài hơn sau bước B;

bước D là bước bổ sung kiềm vào chất lỏng phản ứng chứa zircon sulfat cơ sở sau khi già hóa thu được ở bước C để thu được hydroxit chứa zircon; và

bước E là bước đưa hydroxit chứa zircon thu được ở bước D đi xử lý nhiệt để thu được thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

[0079]

<Bước A>

Trong phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế, đầu tiên, tác nhân sulfat được bổ sung vào dung dịch muối zircon ở nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn để tạo ra zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0080]

Muối zirconi chỉ cần để cung cấp các ion zirconi, và ví dụ, zirconi oxynitrat, zirconi oxyclorua, và zirconi nitrat và các muối tương tự có thể được sử dụng. Một hoặc hai hoặc nhiều loại muối này có thể được sử dụng. Trong số các loại muối này, zirconi oxyclorua được ưu tiên do năng suất cao ở quy mô công nghiệp.

[0081]

Dung môi để tạo ra dung dịch muối zircon có thể được chọn theo loại muối zirconi. Nói chung, nước (nước tinh khiết hoặc nước trao đổi ion, loại tương tự dùng dưới đây) được ưu tiên.

[0082]

Nồng độ dung dịch muối zircon không bị giới hạn một cách cụ thể, song nói chung, mong muốn từ 5g đến 250g (cụ thể là, từ 20g đến 150g) zircon oxit (ZrO_2) được có trong

1000g dung môi.

[0083]

Tác nhân sulfat không bị giới hạn với điều kiện tác nhân sulfat phản ứng với zirconium các ion để tạo ra sulfat (nghĩa là, chất phản ứng sulfat), và các ví dụ của chúng bao gồm natri sulfat, kali sulfat, và amoni sulfat. Tác nhân sulfat có thể ở dạng bất kỳ như dạng bột hoặc dạng dung dịch, và sử dụng ở dạng dung dịch trong phương pháp sản xuất theo sáng chế. Nồng độ dung dịch có thể được chọn một cách thích hợp.

[0084]

Tốt hơn, nếu tác nhân sulfat được bổ sung sao cho tỷ lệ trọng lượng gốc sulfat (SO_4^{2-}) so với ZrO_2 nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,6. Tốt hơn, nếu nồng độ axit tự do của dung dịch trộn nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2,2 N (bình thường). Các ví dụ về axit tự do bao gồm axit sulfuric, axit nitric, và axit clohydric. Loại axit tự do không bị giới hạn, song axit clohydric được ưu tiên do năng suất cao ở quy mô công nghiệp.

[0085]

Tác nhân sulfat được bổ sung vào sau khi nhiệt độ của dung dịch muối zirconium được điều chỉnh đến 100°C hoặc cao hơn. Nhiệt độ của dung dịch muối zirconium tốt hơn, nếu là 110°C hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là 115°C hoặc cao hơn. Nhiệt độ của dung dịch muối zirconium tốt hơn, nếu là 150°C hoặc thấp hơn, và tốt hơn nữa là 140°C hoặc thấp hơn.

[0086]

Khi tác nhân sulfat được bổ sung vào, tốt hơn nếu bổ sung tác nhân sulfat sau khi điều chỉnh nhiệt độ của tác nhân sulfat đến 100°C hoặc cao hơn. Tốt hơn, nếu việc bổ sung tác nhân sulfat là được thực hiện sau khi nhiệt độ của tác nhân sulfat và nhiệt độ của dung dịch muối zirconium được điều chỉnh đến cùng nhiệt độ.

[0087]

Điều kiện áp suất trong khi sulfat hóa không bị giới hạn một cách cụ thể, và tốt hơn, nếu là $1,0 \times 10^5$ Pa hoặc lớn hơn và $1,0 \times 10^6$ Pa hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là $1,5 \times 10^5$ Pa hoặc lớn hơn và $5,0 \times 10^5$ Pa hoặc nhỏ hơn.

[0088]

Dung dịch muối zircon và tác nhân sulfat thông thường phản ứng với nhau ở nhiệt độ của 65°C hoặc cao hơn để tạo ra zircon sulfat cơ sở. Theo sáng chế, zircon sulfat cơ sở được tạo ra bằng cách bổ sung tác nhân sulfat vào dung dịch muối zircon có nhiệt độ là 100°C hoặc cao hơn. Bằng cách điều chỉnh nhiệt độ đến 100°C hoặc cao hơn, phản ứng sulfat hóa có thể được tăng tốc, và sự phát sinh của các hạt vón thô có thể được hạn chế. Kết quả là, các hạt thứ cấp có nhiều vi lỗ có thể thu được.

[0089]

Tốt hơn nếu giữ chất lỏng phản ứng trong nồi hấp trong thời gian nằm trong khoảng 10 phút hoặc dài hơn và 60 phút hoặc ngắn hơn sau khi bổ sung tác nhân sulfat. Tốt hơn nữa nếu thời gian giữ là 12 phút hoặc dài hơn, và còn tốt hơn nữa là 14 phút hoặc dài hơn. Tốt hơn nữa, nếu thời gian giữ là 30 phút hoặc ngắn hơn, và còn tốt hơn nữa là 20 phút hoặc ngắn hơn. Zircon sulfat cơ sở không bị giới hạn, và các ví dụ của chúng bao gồm các hydrat của các hợp chất như $\text{ZrOSO}_4 \cdot \text{ZrO}_2$, $5\text{ZrO}_2 \cdot 3\text{SO}_3$, và $7\text{ZrO}_2 \cdot 3\text{SO}_3$. Zircon sulfat cơ sở có thể là một hoặc hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều hydrat.

[0090]

<Bước B>

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được ở bước được làm nguội đến 80°C hoặc thấp hơn. Tốt hơn, nếu nhiệt độ làm mát là 60°C hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 50°C hoặc thấp hơn, và còn tốt hơn nữa là 40°C hoặc thấp hơn. Giới hạn dưới của nhiệt độ làm mát không bị giới hạn một cách cụ thể, và tốt hơn, nếu là nhiệt độ mà ở đó chất lỏng phản ứng không đóng băng, và các ví dụ của chúng bao gồm 10°C hoặc cao hơn và 20°C hoặc cao hơn. Tốc độ làm mát không nhất thiết bị điều khiển một cách cụ thể, và có thể là làm mát tự nhiên. Tuy nhiên, nếu quy mô là lớn, việc làm nguội tự nhiên sẽ mất thời gian, do đó việc làm nguội có thể được thực hiện bằng cách sử dụng bộ trao đổi nhiệt hoặc phương tiện tương tự. Trong trường hợp này, tốc độ làm mát có thể được chọn một cách thích hợp nằm trong khoảng, ví dụ, 0,1°C/phút hoặc dài hơn và 20°C/phút hoặc ngắn hơn.

[0091]

Thời gian giữ ở nhiệt độ của 80°C hoặc thấp hơn sau khi làm nguội đến 80°C hoặc thấp hơn không bị giới hạn một cách cụ thể, và việc làm nóng ở bước C có thể được bắt đầu ngay sau khi làm nguội đến 80°C hoặc thấp hơn, hoặc làm nóng ở bước C mô tả sau có thể được bắt đầu sau khi giữ ở 80°C hoặc thấp hơn trong khoảng thời gian nhất định (ví dụ, 60 phút hoặc dài hơn và 120 phút hoặc ngắn hơn).

[0092]

<Bước C>

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở được già hóa ở nhiệt độ cao hơn so với ở bước A trong thời gian 60 phút hoặc dài hơn (bước C). Theo sáng chế, zircon sulfat cơ sở được tạo ra ở nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn (bước A), zircon sulfat cơ sở đã tạo ra sau đó được làm mát (bước B), và zircon sulfat cơ sở lại được già hóa ở nhiệt độ cao hơn so với ở bước A trong thời gian 60 phút hoặc dài hơn, nhờ đó có thể thay đổi trạng thái vón.

Cụ thể hơn, tác giả sáng chế cho rằng trạng thái vón thay đổi như sau.

Sự vón hơn nữa của các phần tử tạo thành ở bước A sẽ tiếp tục ở bước C. Các vi lỗ tạo thành ở bước A bị giãn nở do sự vón này. Kết quả là, các hạt vón thô có các lỗ rỗng cỡ trung và lỗ rỗng cỡ lớn trong các hạt được tạo thành. Giả sử rằng do hiện tượng này, thể tích lỗ rỗng A có thể được điều chỉnh đến 0,10ml/g hoặc lớn hơn và 0,40ml/g và tỷ lệ duy trì X có thể được điều chỉnh đến 25% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn.

[0093]

Nhiệt độ già hóa chỉ cần cao hơn nhiệt độ ở bước A, và tốt hơn, nếu là 10°C hoặc cao hơn nhiệt độ ở bước A, và tốt hơn nữa 20°C hoặc cao hơn nhiệt độ ở bước A. Đặc biệt, tốt hơn, nếu nhiệt độ già hóa là 120°C hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là 130°C hoặc cao hơn trong phạm vi cao hơn nhiệt độ già hóa ở bước A.

[0094]

Tốt hơn, nếu thời gian già hóa là 270 phút hoặc dài hơn, và tốt hơn nữa 300 phút hoặc dài hơn. Tốt hơn, nếu thời gian già hóa là 720 phút hoặc ngắn hơn, và tốt hơn nữa 660

phút hoặc ngắn hơn từ góc độ năng suất.

[0095]

Sau đó, zircon sulfat cơ sở sau khi già hóa thu được ở bước C được làm nguội đến 80°C hoặc thấp hơn (bước C-1). Điều kiện làm nguội được sử dụng ở đây có thể được chọn một cách thích hợp nằm trong các điều kiện đã được bộc lộ trong đoạn của bước B.

[0096]

<Bước X>

Trong phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo sáng chế, ở bước bất kỳ trong số bước A đến bước C, tốt hơn nếu bổ sung một hoặc nhiều muối được chọn từ nhóm bao gồm (a) muối của nguyên tố đất hiếm, (b) muối của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (c) muối của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (d) muối của ít nhất một kim loại được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi (bước X). Bằng cách bổ sung muối này, độ chịu nhiệt và tính năng xúc tác của thân xốp trên cơ sở zircon oxit có thể được nâng cao hơn nữa.

[0097]

Tốt hơn, nếu bước X được thực hiện ở bước bất kỳ trong số bước A đến bước C, và trên hết, tốt hơn nếu thực hiện bước X sau bước B và trước khi bước C. Tức là tốt hơn nếu zircon sulfat cơ sở đã tạo ra được làm nguội (sau bước B), muối này được bổ sung vào trước khi làm nóng lại (sau bước X được thực hiện), và sau đó làm nóng lại được thực hiện (bước C được thực hiện).

Bước X có thể được thực hiện nhiều lần trên nhiều giai đoạn của bước A đến bước C.

[0098]

<Bước D>

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon (zircon hydroxit) thu được bằng cách bổ sung kiềm vào chất lỏng phản ứng thu được chứa zircon sulfat cơ sở sau khi già hóa (bước D). Kiềm không bị giới hạn, và ví dụ, amoni hydroxit, amoni bicacbonat, natri hydroxit, và

kali hydroxit và loại tương tự có thể được sử dụng. Trong số chúng, natri hydroxit được ưu tiên từ góc độ chi phí công nghiệp.

[0099]

Lượng kiềm được bổ sung không bị giới hạn một cách cụ thể chừng nào zircon hydroxit có thể được tạo ra dưới dạng chất kết tủa từ dung dịch zircon sulfat cơ sở. Nói chung, kiềm được bổ sung vào sao cho độ pH của dung dịch là 11 hoặc lớn hơn, và tốt hơn, nếu là 12 hoặc nhiều.

[0100]

Cho dù có hai phương pháp bổ sung kiềm: (1) bổ sung dung dịch kiềm vào chất lỏng phản ứng chứa zircon sulfat cơ sở và (2) bổ sung chất lỏng phản ứng chứa zircon sulfat cơ sở vào dung dịch kiềm, phương pháp không bị giới hạn một cách cụ thể và phương pháp khác có thể được áp dụng.

[0101]

Sau phản ứng trung hòa, tốt hơn, nếu dung dịch chứa zircon hydroxit được giữ ở 35 đến 60°C trong thời gian 1 giờ hoặc lâu hơn. Kết quả là, chất kết tủa tạo ra được già hóa trong khi tạo điều kiện thuận lợi cho việc lọc.

[0102]

Tiếp theo, zircon hydroxit được thu hồi nhờ phương pháp tách chất rắn-chất lỏng. Ví dụ, phương pháp lọc, phương pháp ly tâm, và phương pháp lắng gạn và các phương pháp tương tự có thể được sử dụng.

[0103]

Sau khi zircon hydroxit được thu hồi, tốt hơn, nếu zircon hydroxit được rửa bằng nước để loại bỏ các tạp chất dính bám.

[0104]

Zircon hydroxit có thể được sấy khô nhờ phương pháp sấy khô tự nhiên hoặc dùng nhiệt.

[0105]

<Bước E>

Tiếp theo, zircon hydroxit được đưa vào xử lý nhiệt (nung) để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit (bước E). Nhiệt độ xử lý nhiệt không bị giới hạn một cách cụ thể, song tốt hơn, nếu là zircon hydroxit được đưa đi xử lý nhiệt khoảng 400°C đến 900°C trong khoảng từ 1 đến 5 giờ. Tốt hơn, nếu khí quyển xử lý nhiệt là không khí hoặc khí quyển oxy hóa.

[0106]

Nếu cần, thân xốp trên cơ sở zircon oxit thu được có thể được đưa đi xử lý giải vón nhằm mục đích nâng cao khả năng xử lý. Ví dụ, máy nghiền mịn như máy nghiền kiểu hành tinh, máy nghiền kiểu bi, hoặc nghiền phun có thể được sử dụng.

[0107]

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit như nêu trên.

Ví dụ thực hiện sáng chế

[0108]

Dưới đây, sáng chế sẽ được bộc lộ một cách chi tiết có dựa vào các ví dụ, song sáng chế không chỉ giới hạn ở các ví dụ sau với điều kiện các ví dụ này không làm sai lệch bản chất của sáng chế. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit thu được trong mỗi ví dụ và các ví dụ so sánh chứa 1,3% đến 2,5% theo khối lượng hafni oxit dưới dạng tạp chất không thể tránh được liên quan đến zircon oxit (được tính theo công thức sau (X)).

<Công thức (X)>

$$([\text{Khối lượng của Hafni oxit}] / ([\text{Khối lượng của Zircon oxit}] + [\text{Khối lượng của Hafni oxit}])) \times 100 (\%)$$

[0109]

Trị số lớn nhất và trị số nhỏ nhất về lượng của mỗi thành phần thể hiện trong các ví dụ sau sẽ được coi như trị số nhỏ nhất được ưu tiên và trị số lớn nhất được ưu tiên theo sáng chế bất kể lượng của các thành phần khác.

Ngoài ra, trị số lớn nhất và trị số nhỏ nhất của các trị số đo được thể hiện trong các ví dụ sau được coi là trị số lớn nhất và nhỏ nhất được ưu tiên theo sáng chế bất kể lượng (chế phẩm) của mỗi thành phần.

[0110]

[Việc sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit]

(theo Ví dụ 1)

157g (chứa 60g là ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bởi axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0111]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến $120^\circ C$, và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến $120^\circ C$, 887g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Do đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0112]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng ($25^\circ C$) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0113]

Tiếp theo, 150g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch neodým nitrat chứa 20% Nd_2O_3 , và 25g dung dịch praseodým nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được được bổ sung.

[0114]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến $150^\circ C$, và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0115]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0116]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm to bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 1.

[0117]

(Ví dụ 2)

131g (chứa 50g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bởi axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0118]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C, và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C, 739g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0119]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0120]

Tiếp theo, 200g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch praseodym nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} , và 25g dung dịch ytri nitrat chứa 20% Y_2O_3 được bổ sung vào.

[0121]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0122]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0123]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 2.

[0124]

(Ví dụ 3)

183g (chứa 70g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0125]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 1035g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0126]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0127]

Tiếp theo, 100g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 10g dung dịch lantan nitrat chứa 20% La_2O_3 , 20g dung dịch neodým nitrat chứa 20% Nd_2O_3 , và 20g dung dịch praseodým nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} được bổ sung vào huyền phù đặc chứa ziricon sulfat cơ sở thu được.

[0128]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0129]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa ziricon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa ziricon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa ziricon (bước D).

[0130]

Tiếp theo, hydroxit chứa ziricon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 700°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở ziricon oxit theo Ví dụ 3.

[0131]

(Ví dụ 4)

170g (chứa 65 g ZrO_2) zirconi oxyclorua-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối ziricon.

[0132]

Dung dịch muối ziricon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 961g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được ziricon sulfat

cơ sở (bước A).

[0133]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0134]

Tiếp theo, 100g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO₂, 25g dung dịch lantan nitrat chứa 20% La₂O₃, và 50g dung dịch ytri nitrat chứa 20% Y₂O₃ được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0135]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C, và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0136]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0137]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở 800°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm toi bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 4.

[0138]

(Ví dụ 5)

157g (chứa 60g ZrO₂) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO₂ sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0139]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 130°C, và áp suất được điều chỉnh đến 3×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 130°C, 887g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0140]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0141]

Tiếp theo, 150g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch neodým nitrat chứa 20% Nd_2O_3 , và 25g dung dịch praseodým nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0142]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 8×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 170°C, và hỗn hợp này được giữ trong 600 phút để già hóa (bước C).

[0143]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0144]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 950°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 5.

[0145]

(Ví dụ 6)

222g (chứa 85 g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao

đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0146]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 1256g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0147]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0148]

Tiếp theo, 25g dung dịch lantan nitrat chứa 20% La_2O_3 , 25g dung dịch neodým nitrat chứa 20% Nd_2O_3 , và 25g dung dịch praseodým nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0149]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0150]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0151]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân

xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 6.

[0152]

(Ví dụ 7)

117g (chứa 45 g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0153]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 669g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0154]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0155]

Tiếp theo, 100g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch lantan nitrat chứa 20% La_2O_3 , và 300g dung dịch nhôm nitrat chứa 10% Al_2O_3 được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0156]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0157]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% nước amoniac (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 10 hoặc nhiều để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit

được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0158]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 1050°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 7.

[0159]

(Ví dụ 8)

104g (chứa 40g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0160]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C, và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C, 591g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0161]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0162]

Tiếp theo, 250g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch lantan nitrat chứa 20% La_2O_3 , và 25g dung dịch ytri nitrat chứa 20% Y_2O_3 được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0163]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C, và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0164]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0165]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 8.

[0166]

(Ví dụ 9)

143g (chứa 55 g ZrO_2) zirconi oxyclozua-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0167]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C, và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C, 1035g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0168]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0169]

Tiếp theo, 225g dung dịch praseodym nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0170]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0171]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0172]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tươi bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 9.

[0173]

(Ví dụ 10)

153g (chứa 59 g ZrO_2) zirconi oxyclorua-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0174]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 1035g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0175]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0176]

Tiếp theo, 75g dung dịch lantan nitrat chứa 20% La_2O_3 , 125g dung dịch ytri nitrat chứa 20% Y_2O_3 , và 5g dung dịch axit phosphoric chứa 20% P_2O_5 được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0177]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 5×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0178]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0179]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm toi bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ 10.

[0180]

(Ví dụ so sánh 1)

157g (chứa 60g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0181]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 1035g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Do đó, zircon sulfat cơ sở thu được.

[0182]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở.

[0183]

Tiếp theo, 100g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO₂, 25g dung dịch neodým nitrat chứa 20% Nd₂O₃, và 25g dung dịch praseodým nitrat chứa 20% Pr₆O₁₁ được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được, và hỗn hợp này được trộn thành đồng nhất.

[0184]

Tiếp theo, 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung vào trong thời gian 60 phút cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon.

[0185]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 600°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm toí bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ so sánh 1.

[0186]

(Ví dụ so sánh 2)

157g (chứa 60g ZrO₂) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO₂ sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0187]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C, và áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C, 887g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn

hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Nhờ đó, bước này thu được zircon sulfat cơ sở (bước A).

[0188]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở (bước B).

[0189]

Tiếp theo, 150g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch neodým nitrat chứa 20% Nd_2O_3 , và 25g dung dịch praseodým nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0190]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến 2×10^5 Pa, nhiệt độ được tăng đến 110°C, và hỗn hợp này được giữ trong 360 phút để già hóa (bước C).

[0191]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0192]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm toi bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ so sánh 2.

[0193]

(Ví dụ so sánh 3)

131g (chứa 50g ZrO_2) zirconi oxyclorea-octahydrat được hòa tan trong nước trao đổi ion, và nồng độ axit và nồng độ ZrO_2 sau đó lần lượt được điều chỉnh đến 0,67 N và 4 w/v% (nồng độ khối lượng phần trăm thể tích) bằng axit clohydric và nước trao đổi ion 35% theo khối lượng để thu được dung dịch muối zircon.

[0194]

Dung dịch muối zircon thu được được đặt trong nồi hấp và làm tăng nhiệt độ đến 120°C , và áp suất được điều chỉnh đến $2 \times 10^5 \text{ Pa}$. Sau khi nhiệt độ được tăng đến 120°C , 739g natri sulfat 5% (dung dịch tác nhân sulfat) được bổ sung vào ở cùng nhiệt độ, và hỗn hợp này tiếp tục được giữ trong thời gian 15 phút. Do đó, thu được zircon sulfat cơ sở.

[0195]

Tiếp theo, zircon sulfat cơ sở thu được được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng (25°C) để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở.

[0196]

Tiếp theo, 200g dung dịch xeri nitrat chứa 20% CeO_2 , 25g dung dịch praseodym nitrat chứa 20% Pr_6O_{11} , và 25g dung dịch ytri nitrat chứa 20% Y_2O_3 được bổ sung vào huyền phù đặc chứa zircon sulfat cơ sở thu được.

[0197]

Tiếp theo, áp suất được điều chỉnh đến $2 \times 10^5 \text{ Pa}$, nhiệt độ được tăng đến 150°C , và hỗn hợp này được giữ trong thời gian 10 phút.

[0198]

Tiếp theo, hỗn hợp này được giảm nhiệt độ đến nhiệt độ trong phòng, và 25% natri hydroxit (kiềm để trung hòa) được bổ sung cho đến khi độ pH đạt đến 13 hoặc cao hơn để tạo ra huyền phù đặc chứa zircon hydroxit. Sau đó, huyền phù đặc chứa zircon hydroxit được lọc và rửa bằng nước để tạo ra hydroxit chứa zircon (bước D).

[0199]

Tiếp theo, hydroxit chứa zircon thu được được xử lý nhiệt (được nung) ở nhiệt độ 900°C trong thời gian 5 giờ. Sản phẩm nung thu được được làm tối bằng cối để tạo ra thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo Ví dụ so sánh 3.

[0200]

(Ví dụ so sánh 4)

1 L dung dịch nước chứa zirconi oxyclorea với lượng 35g zircon oxit được điều

chế, và amoni peroxodisulfat được bổ sung vào 15 g/l, và hỗn hợp này được nâng nhiệt độ lên đến 95°C và khuấy để tạo ra kết tủa. Sau đó, nước amoniac được bổ sung để điều chỉnh độ pH đến 9, chất thu được được lọc, và sau đó nghiền nhão lại bằng 1 L nước amoniac 2% ba lần để tạo ra ziricon hydroxit.

500g nước tinh khiết để điều chế huyền phù đặc có độ pH bằng 10 được bổ sung vào ziricon hydroxit với lượng 35 g ziricon oxit thu được bằng cách đó, và nhiệt độ được tăng đến 80°C (bước thứ nhất).

Huyền phù đặc thu được được giữ ở 80°C, và 150g ở dung dịch axit clohydric nhiệt độ trong phòng chứa 10g xeri oxit, 1g lantan oxit, 2g praseodym oxit, và 2g neodim oxit được bổ sung vào huyền phù này bằng bơm ống, và hỗn hợp này được hấp phụ vào ziricon hydroxit và khuấy. Độ pH tại thời điểm hoàn thành việc bổ sung là 6,5, và tỷ lệ hấp phụ của các ion xeri, các ion lantan, các ion praseodym, và các ion neodim (các ion này còn được gọi là các ion đất hiếm) vào ziricon hydroxit là 95% hoặc lớn hơn (bước thứ hai).

Độ pH được điều chỉnh đến 10 bằng cách bổ sung nước amoniac dưới dạng kiềm vào huyền phù đặc có các ion đất hiếm như các ion xeri hấp phụ, thu được trong bước thứ hai. Kết quả là, toàn bộ các ion đất hiếm mà không được hấp phụ vào ziricon hydroxit ở bước hai kết tủa dưới dạng hydroxit (bước ba). Hiện tượng này được xác nhận từ thực tế là các ion xeri, các ion lantan, các ion praseodym, và các ion neodim (các ion đất hiếm) không được tìm thấy trong dịch lọc thu được ở bước bốn tiếp theo.

Huyền phù đặc hydroxit thu được ở bước ba được lọc bằng bộ lọc Nutsche, và hydroxit thu được được nghiền nhão lại bằng 1L nước amoniac 2% ba lần để tạo ra bánh xeri-ziricon hydroxit (bước bốn).

Bánh hydroxit thu được ở bước bốn được làm khô ở nhiệt độ 120°C, sau đó nghiền mịn bằng cối, và được nung trong không khí ở nhiệt độ 700°C trong thời gian 3 giờ để tạo ra oxit hỗn hợp trên cơ sở CZ (bước năm).

[0201]

[Phép đo thể tích lỗ rỗng (bạn đầu) trước khi làm nóng]

Kiểu phân bố lỗ rỗng của thân xốp trên cơ sở zircon oxit trong các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh thu được nhờ phương pháp xâm lấn thủy ngân sử dụng thiết bị đo phân bố lỗ rỗng (“Autopore IV9500” do Micromeritics sản xuất). Các điều kiện đo là như sau.

<Các điều kiện đo>

Thiết bị đo: Thiết bị đo phân bố lỗ rỗng (Autopore IV9500 do Micromeritics sản xuất)

Phạm vi đo: 0,0036 đến 10,3 μm

Số lượng điểm đo: 120 điểm

Góc tiếp xúc thủy ngân: 140 độ

Sức căng bề mặt thủy ngân: 480 dyne/cm

[0202]

Thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng (thể tích lỗ rỗng B) và thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng trước khi làm nóng (thể tích lỗ rỗng D) được xác định bằng cách sử dụng kiểu phân bố lỗ rỗng thu được. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột của thể tích lỗ rỗng “Tươi”).

Ngoài ra, đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm ở giai đoạn ban đầu (trước khi làm nóng) được xác định bằng cách sử dụng kiểu phân bố lỗ rỗng thu được. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột đường kính lỗ rỗng yếu vị “Tươi”).

[0203]

[Phép đo thể tích lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển]

Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh được đun nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (0,1013 MPa). Kiểu phân bố lỗ rỗng của thân xốp trên cơ sở zircon oxit sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển thu được

nhờ phương pháp xâm lấn thủy ngân bằng cách sử dụng thiết bị đo phân bố lỗ rỗng (“Autopore IV9500” do Micromeritics sản xuất). Các điều kiện đo là tương tự như trong “Phép đo thể tích lỗ rỗng trước khi làm nóng”.

[0204]

Thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (thể tích lỗ rỗng A) và thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (thể tích lỗ rỗng C) được xác định bằng cách sử dụng kiểu phân bố lỗ rỗng thu được. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột thể tích lỗ rỗng “1150°C”).

Đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định bằng cách sử dụng kiểu phân bố lỗ rỗng sử dụng thu được. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột đường kính lỗ rỗng yếu vị “1150°C”).

[0205]

Ngoài ra, nêu trên, tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn được xác định bằng cách sử dụng thể tích lỗ rỗng A và thể tích lỗ rỗng B thu được nhờ công thức sau (1).

Ngoài ra, tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng được xác định bằng cách sử dụng thể tích lỗ rỗng C và thể tích lỗ rỗng D thu được nêu trên nhờ công thức sau (2). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng).

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn>

$$[(\text{Thể tích lỗ rỗng A}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng B})] \times 100 \quad \text{công thức (1).}$$

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng>

$$[(\text{Thể tích lỗ rỗng C}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng D})] \times 100 \quad \text{công thức (2).}$$

[0206]

[Phép đo diện tích bề mặt riêng (ban đầu) trước khi làm nóng]

Diện tích bề mặt riêng của thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh được đo bằng phương pháp BET sử dụng diện tích thiết bị đo bề mặt riêng (“Macsorb” do Mountec sản xuất). Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột diện tích bề mặt riêng “Tươi”).

[0207]

[Phép đo diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển]

Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh được đun nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển (0,1013 MPa). Diện tích bề mặt riêng của thân xốp trên cơ sở zircon oxit sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được đo theo cùng cách như trong “Phép đo diện tích bề mặt riêng trước khi xử lý nhiệt”. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1 (cột diện tích bề mặt riêng “1150°C”).

[0208]

[Các phép đo đường kính hạt D_{10} , D_{50} , và D_{90}]

0,15g thân xốp trên cơ sở zircon oxit (bột) theo các ví dụ thực hiện sáng chế và các ví dụ so sánh và 40 ml dung dịch nước natri hexametaphosphat 0,2% được đặt trong cốc mở dung tích 50 ml, và được phân tán trong thiết bị làm sạch siêu âm (“W-113A” do Yamato Scientific Co., Ltd. sản xuất) trong thời gian 5 phút, tiếp theo đặt sản phẩm được phân tán trong thiết bị (thiết bị đo phân bố đường kính hạt kiểu nhiễu xạ laze (“SALD-2300” do Shimadzu Corporation sản xuất)), và sau đó đường kính hạt D_{10} , D_{50} , và D_{90} được đo. Các kết quả được thể hiện trong Bảng 1.

[0209]

[Bảng 1]

		Đơn vị	Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ 4	Ví dụ 5	Ví dụ 6	Ví dụ 7	Ví dụ 8	Ví dụ 9	Ví dụ 10	Ví dụ so sánh 1	Ví dụ so sánh 2	Ví dụ so sánh 3	Ví dụ so sánh 4
Chế phẩm		% trọng lượng	60	50	70	65	60	85	45	40	55	59	60	60	50	70
		% trọng lượng	30	40	20	20	30	-	20	50	-	-	30	30	40	20
		% trọng lượng	-	-	2	5	-	5	5	5	-	15	-	-	-	2
		% trọng lượng	5	-	4	-	5	5	-	-	-	-	5	5	-	4
		% trọng lượng	5	5	4	-	5	5	-	-	45	-	5	5	5	4
		% trọng lượng	-	5	-	10	-	-	-	5	-	25	-	-	5	-
		% trọng lượng	-	-	-	-	-	-	30	-	-	-	-	-	-	-
		% trọng lượng	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1	-	-	-	-
Diện tích bề mặt riêng	Tươi	m ² /g	45,2	52,9	69,2	57,3	38,7	51,5	40,1	49,5	41,2	65,8	44,1	54,2	80,5	78,5
	Sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C	m ² /g	12,5	12,6	16,3	15,3	11,6	13,2	18,2	11,8	10,8	12,5	7,6	7,2	8,6	8,9
Thể tích lỗ rỗng (Tươi)	Tổng thể tích lỗ rỗng (thể tích lỗ rỗng D)	ml/g	1,06	1,26	1,14	1,18	1,30	1,10	1,11	1,19	1,08	1,25	1,56	1,66	1,65	1,56
	30 - 200nm (thể tích lỗ rỗng B)	ml/g	0,53	0,60	0,53	0,60	0,59	0,58	0,41	0,48	0,51	0,54	0,43	0,65	0,50	0,47
Thể tích lỗ rỗng (1150°C)	Tổng thể tích lỗ rỗng (thể tích lỗ rỗng C)	ml/g	0,51	0,55	0,63	0,48	0,83	0,51	0,45	0,42	0,49	0,53	0,39	0,30	0,38	0,43
	30 - 200nm (thể tích lỗ rỗng A)	ml/g	0,18	0,17	0,22	0,20	0,20	0,21	0,12	0,15	0,14	0,16	0,08	0,08	0,08	0,09
Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng	Tổng thể tích lỗ rỗng (tỷ lệ duy trì Y)	%	49	44	55	41	64	46	41	35	45	42	25	18	23	28

(1150°C/ Tươi)	30 - 200nm (tỷ lệ duy trì X)	%	33	28	42	33	33	36	29	31	27	30	19	13	16	19
Đường kính lỗ rỗng yếu vị	Tươi	nm	66	59	53	66	112	59	32	59	66	53	23	29	39	39
	Sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C	nm	74	74	74	66	138	66	55	74	74	66	59	48	48	44
Đường kính hạt	D ₁₀	μm	1,1	1,2	1,2	1,0	1,5	1,3	2,3	1,8	1,1	0,8	1,0	1,9	0,9	5,7
	D ₅₀	μm	13,6	16,3	16,4	10,8	18,5	13,5	9,1	20,3	16,4	8,8	8,5	10,9	7,5	38,5
	D ₉₀	μm	38,5	50,6	57,0	30,2	72,1	41,2	42,3	82,0	35,9	21,7	15,7	24,4	12,3	121

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố đất hiếm, trong đó

khi thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng A và thể tích lỗ rỗng trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng B,

thể tích lỗ rỗng A bằng 0,10ml/g hoặc lớn hơn và 0,40ml/g hoặc nhỏ hơn, và

tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn được thể hiện bởi công thức (1) dưới đây là 25% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn:

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng X trong vùng phân bố lỗ rỗng nằm trong khoảng 30nm hoặc lớn hơn và 200nm hoặc nhỏ hơn>

$[(\text{Thể tích lỗ rỗng A}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng B})] \times 100$ công thức (1).

2. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm 1, trong đó

khi thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển được xác định là thể tích lỗ rỗng C và thể tích lỗ rỗng trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng trước khi làm nóng được xác định là thể tích lỗ rỗng D,

thể tích lỗ rỗng C bằng 0,40ml/g hoặc lớn hơn và 1,50ml/g hoặc nhỏ hơn, và

tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng được thể hiện bởi công thức (2) dưới đây là 30% hoặc lớn hơn và 95% hoặc nhỏ hơn:

<Tỷ lệ duy trì thể tích lỗ rỗng Y trên toàn bộ vùng phân bố lỗ rỗng>

$[(\text{Thể tích lỗ rỗng C}) / (\text{Thể tích lỗ rỗng D})] \times 100$ công thức (2).

3. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm 1 hoặc 2, trong đó đường kính lỗ rỗng yếu vị trong vùng phân bố lỗ rỗng nhỏ hơn hoặc bằng 1000nm là 50nm hoặc lớn hơn và 150nm hoặc nhỏ hơn.
4. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, diện tích bề mặt riêng sau khi làm nóng ở nhiệt độ 1150°C trong thời gian 12 giờ trong điều kiện áp suất khí quyển là 10 m²/g hoặc lớn hơn và 40 m²/g hoặc thấp hơn.
5. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa xeri oxit là oxit của nguyên tố đất hiếm, và lượng xeri oxit cao hơn 0% theo khối lượng và 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.
6. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit đất hiếm khác với xeri oxit là oxit của nguyên tố đất hiếm, và lượng oxit đất hiếm khác với xeri oxit là 1% theo khối lượng hoặc lớn hơn và 50% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.
7. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm 6, trong đó oxit đất hiếm khác với xeri oxit là một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm lantan oxit, neodým oxit, praseodým oxit, và ytri oxit.
8. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó thân xốp trên cơ sở zircon oxit chứa oxit của nguyên tố khác, và oxit của nguyên tố khác là một hoặc nhiều oxit được chọn từ nhóm bao gồm (A) oxit của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (B) oxit của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (C) các oxit của một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ nhóm bao

gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi.

9. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm 8, trong đó lượng oxit của nguyên tố khác là nhiều hơn 0% theo khối lượng và 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

10. Thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm 8 hoặc 9, trong đó

oxit của nguyên tố khác là nhôm oxit, và

lượng nhôm oxit là nhiều hơn 0% theo khối lượng và 40% theo khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng thể thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

11. Phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, phương pháp này bao gồm bước:

bước A là bước bổ sung dung dịch tác nhân sulfat vào dung dịch muối zircon ở nhiệt độ 100°C hoặc cao hơn để tạo ra zircon sulfat cơ sở;

bước B là bước làm mát zircon sulfat cơ sở thu được ở bước A đến 80°C hoặc thấp hơn;

bước C là bước già hóa zircon sulfat cơ sở ở nhiệt độ cao hơn so với ở bước A trong thời gian 60 phút hoặc dài hơn sau bước B;

bước D là bước bổ sung kiềm vào chất lỏng phản ứng chứa zircon sulfat cơ sở sau khi già hóa thu được ở bước C để thu được hydroxit chứa zircon; và

bước E là bước đưa hydroxit chứa zircon thu được ở bước D đi xử lý nhiệt để thu được thân xốp trên cơ sở zircon oxit.

12. Phương pháp sản xuất thân xốp trên cơ sở zircon oxit theo điểm 11, trong đó ở bước bất kỳ trong số bước A đến bước C, phương pháp này còn bao gồm bước X là bước bổ sung một hoặc nhiều muối được chọn từ nhóm bao gồm (a) muối của nguyên tố đất hiếm, (b)

muối của nguyên tố kim loại chuyển tiếp khác với nguyên tố đất hiếm, (c) muối của nguyên tố kim loại kiềm thổ, và (d) muối của ít nhất một kim loại được chọn từ nhóm bao gồm Al, In, Si, P, Sn, và Bi.