



(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) 
1-0019349

(51)⁷ **C01G 25/04, 25/02**

(13) **B**

- (21) 1-2016-02432 (22) 17.12.2014
(86) PCT/JP2014/083433 17.12.2014 (87) WO2015/107830A1 23.07.2015
(30) 2014-006115 16.01.2014 JP
(45) 25.07.2018 364 (43) 25.10.2016 343
(73) DAIICHI KIGENSO KAGAKU KOGYO CO., LTD. (JP)
1-6-38, Hirabayashiminami, Suminoe-ku, Osaka-shi, Osaka 5590025, Japan
(72) KUNISADA, Taichi (JP), NOCHIOKA, Nobutaka (JP)
(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT DUNG DỊCH NƯỚC ZIRICON CLORUA**

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua có tốc độ phân hủy cát zircon cao hơn và lượng tạp chất ít hơn so với các phương pháp thông thường, phương pháp này bao gồm các bước:

bước 1: nghiền cát zircon đến đường kính hạt trung bình là 10µm hoặc nhỏ hơn;

bước 2: bổ sung hợp chất natri vào cát zircon đã được nghiền để nhờ đó thu được hỗn hợp;

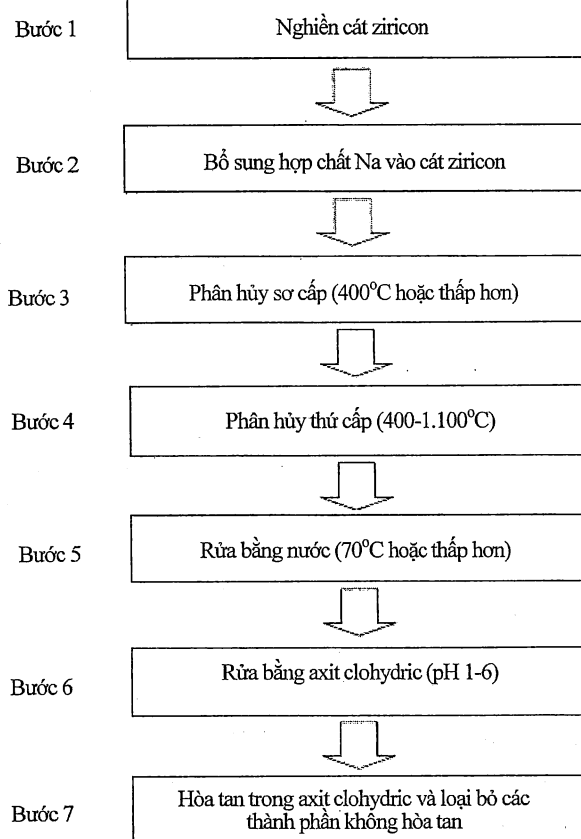
bước 3: nung hỗn hợp thu được ở bước 2 trong thùng sắt ở nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn để nhờ đó thu được sản phẩm phân hủy;

bước 4: nung sản phẩm phân hủy thu được ở bước 3 trong thùng thép không gỉ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C để nhờ đó thu được sản phẩm nung;

bước 5: phân tán sản phẩm nung thu được ở bước 4 trong nước để điều chế thể phân tán, và rửa sản phẩm nung bằng nước trong khi điều chỉnh nhiệt độ của thể phân tán đến 70°C hoặc thấp hơn, nhờ đó thu được bánh đã được rửa bằng nước;

bước 6: rửa bánh đã được rửa bằng nước bằng axit clohydric có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6 để nhờ đó thu được zircon hydrat; và

bước 7: hòa tan zircon hydrat trong axit clohydric, và sau đó loại bỏ các thành phần không hòa tan để nhờ đó thu được dung dịch muối.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua bằng cách sử dụng cát zircon và hợp chất kiềm làm nguyên liệu đầu vào.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các dung dịch nước zircon clorua được sử dụng để sản xuất các hợp chất zircon khác nhau, như zircon oxyclozua, zircon hydroxit, zircon sulfat bazơ, và zircon oxit hỗn hợp, và là nguyên liệu trung gian quan trọng. Do đó, cần sản xuất các dung dịch nước zircon clorua chứa lượng tạp chất thấp với chi phí thấp và có hiệu quả sản xuất cao.

Dung dịch nước zircon clorua thường được biết đến được sản xuất theo cách sau. Đầu tiên, nguyên liệu thô mà được gọi là “cát zircon” được nung chảy hoặc được xử lý thủy nhiệt với sự có mặt của kiềm. Tiếp theo, hỗn hợp phản ứng thu được được rửa bằng nước để hòa tan phần lớn silicat kiềm trong nước, và silicat kiềm này được loại bỏ bằng cách lọc. Sau đó, phần cô bao gồm ziriconat kiềm và ziricon hydrat ($\text{ZrO}(\text{OH})_x$) là các thành phần chính mà thu được bằng cách lọc được hòa tan trong axit clohydric để thu dung dịch nước zircon clorua. Cuối cùng, silic oxit còn lại trong dung dịch nước zircon clorua được làm cho không có khả năng hòa tan, và sau đó silic oxit được lọc ra, bằng cách đó thu được dung dịch nước zircon clorua tinh khiết.

Ví dụ, cải biến của phương pháp sản xuất này bao gồm việc hòa tan phần cô ziriconat kiềm và ziricon hydrat trong axit clohydric cô đặc ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 60 đến 100°C, bổ sung 0,2 đến 1,0g/l gelatin để làm đông tụ và làm kết tủa silic oxit được gel hóa, và lọc silic oxit được gel hóa để tách silic oxit.

Tuy nhiên, phương pháp này có nhược điểm ở chỗ silic oxit hydrat hóa (ví dụ, silic oxit được gel hóa hoặc silic oxit không hòa tan) có khả năng lọc kém, và ở chỗ lượng lớn silic oxit hòa tan vẫn còn trong dung dịch nước zircon clorua. Silic oxit không hòa tan, ở dạng gel, có thể tích lớn, và chứa lượng zircon đáng kể ở dạng gel. Kết quả là, điều này làm giảm hiệu suất zircon. Ngoài ra, natri trong natri ziriconat không thể được loại bỏ hoàn toàn chỉ bằng rửa bằng nước, từ đó làm tăng lượng natri của dung dịch nước zircon clorua. Hơn nữa, việc nung chảy cát zircon thường được tiến hành trong thùng sắt nhờ gia nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 600 đến 900°C trong không khí. Do đó, thùng sắt bị ăn mòn nghiêm trọng dẫn đến làm tăng lượng sắt của dung dịch nước zircon clorua.

Kỹ thuật nhằm cải thiện phương pháp sản xuất các dung dịch nước zircon clorua cũng được bộc lộ, chẳng hạn trong tài liệu sáng chế 1, tài liệu sáng chế 2 và tài liệu sáng chế 3.

Tài liệu sáng chế 1 bộc lộ phương pháp sản xuất zircon oxyclorua chứa lượng silic oxit thấp bao gồm các bước:

i) trộn hạt mịn zircon silicat với kiềm, và đưa hỗn hợp thu được này vào xử lý thủy nhiệt ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn nhiệt độ điểm sôi;

ii) cho bùn thu được ở bước xử lý thủy nhiệt tách lỏng rắn, cho dung dịch đã tách được quay trở lại bước i), phân tán lượng chất rắn tách được trong nước, và tiến hành xử lý nhiệt;

iii) phân tán lượng chất rắn thu được bằng cách cho bùn được xử lý nhiệt tách lỏng rắn trong nước, và trung hòa lượng chất rắn bằng cách sử dụng axit;

iv) xử lý lượng chất rắn thu được bằng cách cho bùn trung tính tách lỏng rắn bằng axit clohydric để rửa giải các thành phần hòa tan;

v) cho bùn đã được xử lý bằng axit clohydric tách lỏng rắn để thu được dung dịch nước có tính axit của zircon oxyclorua (tương ứng với dung dịch nước zircon clorua) như chất lỏng đã được tách; và

vi) cô đặc dung dịch nước axit để thu được zircon oxyclorua octahydrat bằng cách kết tinh.

Theo kỹ thuật được nêu trong tài liệu sáng chế 1, sự phân hủy kiềm của cát zircon được thực hiện bằng cách xử lý thủy nhiệt trong nồi hấp; vì vậy vốn đầu tư lớn là cần thiết để sản xuất hàng loạt. Hơn nữa, theo kỹ thuật được nêu trong tài liệu sáng chế 1, bánh phân tán thu được bằng cách phân hủy kiềm được trung hòa bằng axit clohydric, bùn trung hòa được tách lỏng rắn, và sau đó lượng chất rắn thu được được phân tán lại trong axit clohydric để chiết các thành phần hòa tan. Việc sử dụng phương pháp như vậy làm cho khó thu dung dịch nước zircon clorua với hiệu suất cao. Hơn nữa, có vấn đề ở chỗ lượng natri lớn có xu hướng còn lại trong dung dịch nước zircon clorua. Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua bao gồm các bước ngâm chiết cát zircon được xử lý kiềm bằng nước, tiếp theo lọc để thu được bánh đã khử nước (giống như bánh), và chiết bánh này bằng axit clohydric. Trong phương pháp sản xuất này, nước được bổ sung vào bánh để tạo thành bùn, và axit clohydric được bổ sung vào bùn này để nồng độ zircon clorua được tính là ZrO_2 nằm trong khoảng từ 9 đến 16% trọng lượng, và để nồng độ HCl tự do nằm trong khoảng từ 1 đến 7% trọng lượng. Sau đó, tiến hành lọc, bằng cách đó thu được dung dịch nước

ziricon clorua.

Theo kỹ thuật được nêu trong tài liệu sáng chế 2 được mô tả ở trên, dung dịch nước ziricon clorua thu được bằng cách trung hòa bánh phân tán mà đã được phân hủy kiềm bằng cách bổ sung từ từ axit clohydric vào bánh phân tán với tốc độ không đổi, nhờ đó duy trì độ pH của bánh phân tán trung tính, tiếp theo bổ sung axit clohydric, và sau đó cho bánh phân tán tách lỏng rắn. Dung dịch nước ziricon clorua thu được nhờ phương pháp này chứa lượng silic oxit thấp và cho hiệu suất cao; tuy nhiên, các bước bổ sung axit clohydric và chiết ziricon cần nhiều thời gian. Ngay cả với phương pháp sản xuất được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 2, việc loại bỏ natri là không đạt yêu cầu, và do đó còn lại lượng lớn natri trong dung dịch nước ziricon clorua. Ngoài ra, kỹ thuật được nêu trong tài liệu sáng chế 2 không được xem là phương pháp làm tăng tốc độ phân hủy của cát ziricon, hoặc để ngăn chặn việc tích tụ các tạp chất vào dung dịch nước ziricon clorua.

Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) bước 1: tạo ra bánh đã được ngâm chiết trong nước bằng cách ngâm chiết cát ziricon đã xử lý kiềm trong nước, sau đó lọc;

(ii) bước 2: điều chế chất trung gian được làm khô bằng cách bổ sung axit clohydric vào bánh đã được ngâm chiết trong nước và làm khô gel thu được, hoặc bằng cách bổ sung axit clohydric vào bánh đã được ngâm chiết trong nước và sấy phun bùn thu được trước khi gel hóa;

(iii) bước 3: điều chế huyền phù bằng cách bổ sung axit clohydric vào chất trung gian đã làm khô, trong đó, axit clohydric được bổ sung theo cách mà pha lỏng của huyền phù thu được chứa nồng độ ziricon clorua nằm trong khoảng từ 5 đến 16% khối lượng được tính là ZrO_2 , và nồng độ HCl tự do nằm trong khoảng từ 1 đến 10% khối lượng; và

(iv) bước 4: điều chế dung dịch nước ziricon clorua bằng cách lọc huyền phù.

Trong phương pháp sản xuất được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 3, gel hoặc bùn chỉ được làm khô một lần để tạo thành chất trung gian được làm khô ở bước 2, và do đó có khả năng sản xuất dung dịch nước ziricon clorua có độ tinh khiết cao với lượng silic oxit hòa tan thấp ở bước 4.

Tuy nhiên, kỹ thuật được nêu trong tài liệu sáng chế 3 bao gồm bước làm khô gel thu được bằng cách bổ sung axit clohydric vào bánh đã ngâm chiết trong nước, và việc làm khô tốn nhiều thời gian. Ngoài ra, kỹ thuật này đòi hỏi các phương tiện, như thiết bị

xử lý khí axit clohydric và máy sấy phun. Do đó, để sản xuất hàng loạt cần có lượng vốn đầu tư lớn. Hơn nữa, dấu hiệu kỹ thuật của tài liệu sáng chế 3 là silic oxit được chuyển thành polyme silic oxit mà có tính kết tủa và khả năng lọc tốt; tuy nhiên, polyme silic oxit thu được bị trương nở, và axit clohydric vẫn còn trong đó; vì vậy, mất nhiều thời gian để xử lý. Ngoài ra, cần hai bước bổ sung axit clohydric. Ngoài ra, vẫn còn các vấn đề về tốc độ xử lý, vốn đầu tư, v.v..

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế:

Tài liệu sáng chế 1: JPH03-265519A

Tài liệu sáng chế 2: JP3427211B

Tài liệu sáng chế 3: JP4403451B

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Như được mô tả ở trên, các kỹ thuật được bộc lộ trong các tài liệu từ tài liệu sáng chế 1 đến tài liệu sáng chế 3 đều có các vấn đề, như cần nhiều thời gian xử lý để thu các dung dịch nước ziricon clorua, và hiệu quả sản xuất thấp. Các kỹ thuật này còn có các vấn đề chung trong đó tốc độ phân hủy của cát ziricon thấp, lượng lớn natri và các tạp chất khác được tích tụ. Hơn nữa, tất cả các phương pháp sản xuất này đều có vấn đề ở chỗ chúng đòi hỏi sự đầu tư vốn lớn.

Đặc biệt, gần đây còn có nhu cầu về các hợp chất ziricon khác nhau, bao gồm ziricon oxit, để tạo ra hiệu suất cao hơn bằng cách làm giảm lượng tạp chất nhiều nhất có thể. Do đó, các dung dịch nước ziricon clorua được sử dụng làm các chất trung gian quan trọng cho các hợp chất ziricon khác nhau, có nhu cầu cao trên thị trường về các dung dịch nước ziricon clorua mà chứa lượng thấp tạp chất như natri, sắt và silic.

Sáng chế được thực hiện để giải quyết các vấn đề nêu trên. Mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua có tốc độ phân hủy cát ziricon cao hơn và chứa lượng tạp chất ít hơn so với các phương pháp thông thường.

Phương pháp giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã tiến hành nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích nêu trên. Kết quả là, trong quá trình sản xuất dung dịch nước ziricon clorua, đầu tiên, đã thành công trong việc làm giảm nhiệt độ phân hủy cát ziricon bằng cách nghiền cát ziricon là nguyên liệu thô đến cỡ hạt định trước. Tiếp theo, cát ziricon được phân hủy

theo hai giai đoạn, và nhiệt độ nước rửa được giảm. Phát hiện ra rằng mục đích nêu trên có thể được thực hiện theo cách này. Nhờ đó sáng chế được hoàn thành.

Cụ thể, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua dưới đây.

1. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua bao gồm các bước:

(1) bước 1: nghiền cát zircon đến đường kính hạt trung bình là $10\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn;

(2) bước 2: bổ sung hợp chất natri vào cát zircon đã nghiền ở (1) để nhờ đó thu được hỗn hợp;

(3) bước 3: nung hỗn hợp ở (2) trong thùng sắt ở nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn để nhờ đó thu được sản phẩm phân hủy;

(4) bước 4: nung sản phẩm phân hủy ở (3) trong thùng thép không gỉ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C để nhờ đó thu được sản phẩm nung;

(5) bước 5: phân tán sản phẩm nung ở (4) trong nước để điều chế thể phân tán, và rửa sản phẩm nung bằng nước trong khi điều chỉnh nhiệt độ của thể phân tán đến 70°C hoặc thấp hơn, nhờ đó thu được bánh đã được rửa nước;

(6) bước 6: rửa bánh đã được rửa nước ở (5) bằng axit clohydric có pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6 để nhờ đó thu được zircon hydrat; và

(7) bước 7: hòa tan zircon hydrat ở (6) trong axit clohydric, và sau đó loại bỏ các thành phần không hòa tan để nhờ đó thu được dung dịch muối.

2. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo mục 1, trong đó cát zircon ở (1) được nghiền đến đường kính hạt trung bình là $2\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn.

3. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo mục 1 hoặc 2, trong đó hợp chất natri ở (2) là dung dịch nước natri hydroxit có nồng độ nằm trong khoảng 20 đến 90% trọng lượng.

4. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 3, trong đó nhiệt độ của thể phân tán ở (5) được điều chỉnh đến 40°C hoặc thấp hơn.

Hiệu quả của sáng chế

Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế có thể sản xuất dung dịch nước zircon clorua có tốc độ phân hủy cát zircon cao hơn và chứa lượng tạp chất như natri và sắt thấp hơn so với các phương pháp thông thường. Hơn

nữa, theo phương pháp sản xuất nêu trên, các phương tiện sản xuất dễ dàng được nâng cấp, và nhờ đó chi phí đầu tư có thể giảm đáng kể. Nhờ đó phương pháp sản xuất này có thể được sử dụng phù hợp trong các lĩnh vực liên quan.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ quy trình sản xuất theo phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế.

Fig.2 là biểu đồ mối tương quan giữa đường kính hạt trung bình của cát zircon và nhiệt độ phân hủy ban đầu.

Fig.3 là quang phổ XRD của thủy tinh frit thu được sau khi phân hủy lần thứ hai nhờ sử dụng cát zircon không nghiền hoặc cát zircon đã được nghiền (D_{50} : 1,2 μ m) làm nguyên liệu ban đầu.

Fig.4 là biểu đồ thể hiện mối tương quan giữa nhiệt độ của thể phân tán và lượng $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ còn lại trong thủy tinh frit.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án của phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây.

Fig.1 thể hiện quy trình sản xuất của phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua. Mỗi bước trong quy trình sản xuất này lần lượt được mô tả chi tiết dưới đây.

1. Bước nghiền cát zircon

Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế bao gồm (1) bước nghiền cát zircon đến đường kính hạt trung bình là 10 μ m hoặc nhỏ hơn (sau đây được gọi đơn giản là “bước 1”).

Cát zircon (công thức hóa học: ZrSiO_4) được sử dụng ở bước 1 là nguyên liệu đầu vào để sản xuất dung dịch nước zircon clorua. Cát zircon có bán trên thị trường có thể được sử dụng. Mặc dù diện tích sản xuất, v.v., không bị giới hạn cụ thể nhưng tốt hơn là sử dụng cát zircon chứa thành phần silic oxit với lượng 40% trọng lượng hoặc nhỏ hơn và có lượng nguyên tố phóng xạ (urani và tori) là 500ppm hoặc nhỏ hơn. Cát zircon đã trải qua các hình thức làm giàu quặng khác nhau nhưng không xử lý nghiền, v.v., và gồm có các hạt hình cầu nằm trong khoảng từ một vài 10 μ m đến một vài 100 μ m.

Các hạt cát zircon mịn thu được bằng cách nghiền có diện tích bề mặt riêng cao

hơn và khả năng phản ứng tăng. Kết quả là, nhiệt độ phân hủy cát zircon có thể được giảm, và tốc độ phân hủy cát zircon có thể được cải thiện ở mức cao hơn so với tốc độ phân hủy của cát zircon không được nghiền.

Cát zircon có thể được nghiền nhờ sử dụng máy nghiền được sử dụng thông thường. Các ví dụ về máy nghiền bao gồm máy nghiền bi, máy nghiền kiểu rung, máy nghiền khí nén, máy nghiền planetary, máy nghiền lăn, máy xay, và tương tự. Máy nghiền tốt hơn trong số các máy nghiền này là máy nghiền bi, máy nghiền kiểu rung, v.v., xét theo cỡ hạt đích, chi phí và hiệu quả sản xuất.

Ở bước 1, cỡ hạt của cát zircon đã được nghiền được đặt để đường kính hạt (trị số D_{50}) là $10\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn. Đường kính hạt trung bình (D_{50}) tốt hơn là $5\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn, và tốt hơn nữa là $2\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn vì nhiệt độ phân hủy cát zircon có thể còn được giảm. Đường kính hạt được nêu ở đây là đường kính hạt trung bình theo thể tích được đo nhờ sử dụng máy phân tích cỡ hạt nhiễu xạ laser SALD-2200 (do Shimadzu Corporation sản xuất).

Fig.2 thể hiện biểu đồ thu được bằng cách vẽ đồ thị mối quan hệ giữa đường kính hạt trung bình của cát zircon và nhiệt độ phân hủy ban đầu. Như được làm rõ trên Fig.2, nhiệt độ phân hủy ban đầu của cát zircon không nghiền thường nằm trong khoảng từ 550 đến 570°C , và khi đường kính hạt trung bình (D_{50}) của cát zircon được giảm xuống $20\mu\text{m}$ hoặc nhỏ hơn bằng cách nghiền thì nhiệt độ phân hủy ban đầu bắt đầu giảm. Đồ thị này cũng thể hiện rằng khi đường kính hạt trung bình (D_{50}) là $10\mu\text{m}$ thì nhiệt độ phân hủy ban đầu nằm trong khoảng từ 350 đến 450°C , và khi đường kính hạt trung bình (D_{50}) là $1,2\mu\text{m}$ thì nhiệt độ phân hủy ban đầu được giảm xuống nằm trong khoảng từ 300 đến 350°C . Như được mô tả ở trên, nó cũng bộc lộ rằng nhiệt độ phân hủy cát zircon phụ thuộc mạnh vào đường kính hạt trung bình của nó, và đường kính hạt càng nhỏ thì nhiệt độ phân hủy càng thấp.

Nếu sự ô nhiễm bởi các tạp chất từ môi trường nghiền, v.v., xảy ra trong khi nghiền thì việc xử lý axit, làm khô, nung, và xử lý tương tự có thể được áp dụng. Ngoài ra, nếu cát zircon tạo ra các chất kết tụ sau các quá trình xử lý khác nhau, thì tốt hơn là loại trừ các chất kết tụ này bằng cách tán nhỏ trước khi cát zircon được đưa đi xử lý tiếp theo.

2. Bước bổ sung hợp chất natri vào cát zircon được nghiền

Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế bao gồm (2) bước bổ sung hợp chất natri vào cát zircon đã nghiền ở bước 1 để bằng cách đó thu được hỗn hợp (sau đây được gọi đơn giản là “bước 2”).

Hợp chất natri mà được sử dụng làm nguyên liệu thô không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, natri hydroxit, natri carbonat, natri hydro carbonat, v.v., đều có thể được sử dụng. Trong số đó, sử dụng natri hydroxit là tốt nhất. Natri hydroxit công nghiệp có bán trên thị trường có thể được sử dụng. Hợp chất natri có thể ở các dạng mảnh, hạt, bột hoặc tương tự, và cũng có thể ở dạng bất kỳ. Ngoài ra, hợp chất natri có thể được hòa tan trong nước tạo thành dung dịch nước, hoặc có thể được hòa tan trong dung môi khác tạo thành dung dịch. Ví dụ, khi natri hydroxit được sử dụng, dạng của nó là dạng bất kỳ trong số mảnh, hạt, v.v., hoặc có thể ở dạng dung dịch; hoặc các dạng khác có thể được sử dụng kết hợp. Ngược lại, nếu natri hydroxit được sử dụng trong việc phân hủy cát zircon được nghiền thì natri hydroxit mà một mình nó có độ nhớt cao, không tương thích với các hạt cát zircon mịn, khả năng hút ẩm kém, và sự tách lỏng có thể xảy ra. Xét từ khía cạnh này, tốt hơn là natri hydroxit được sử dụng ở dạng dung dịch nước natri hydroxit thu được bằng cách bổ sung nước vào natri hydroxit. Theo cách này độ nhớt có thể bị giảm, và sự tách lỏng có thể được ngăn chặn.

Nồng độ của dung dịch nước natri hydroxit nêu trên tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 90% trọng lượng, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 30 đến 80% trọng lượng, và thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40 đến 70% trọng lượng. Mặc dù cát zircon có thể được phân hủy ngay cả khi nồng độ của dung dịch nước natri hydroxit nhỏ hơn 20% trọng lượng nhưng cần năng lượng gia nhiệt bổ sung để cô đặc dung dịch nước natri hydroxit, điều này có thể dẫn đến chi phí sản xuất cao và hiệu quả sản xuất thấp. Mặt khác, dung dịch nước natri hydroxit được cô đặc ở mức độ cao như hơn 90% trọng lượng là không đủ tương thích với các hạt cát zircon mịn, như với chỉ riêng natri hydroxit; do đó, sự tách lỏng có thể xảy ra, từ đó có thể dẫn đến hiện tượng phản ứng phân hủy xảy ra không đều.

Việc trộn cát zircon được nghiền với hợp chất natri hoặc dung dịch của nó có thể được thực hiện bằng cách sử dụng thiết bị trộn nếu cần. Các ví dụ về thiết bị trộn gồm có máy trộn kiểu chữ V, máy trộn có cánh khuấy kiểu dải xoắn, máy nhào trộn, và tương tự. Đặc biệt, thiết bị có khả năng kháng kiềm có thể được sử dụng.

Khi hợp chất natri là natri hydroxit thì lượng natri hydroxit có thể được tính theo công thức phản ứng dựa vào lượng cát zircon; tuy nhiên, thực tế, tỷ lệ trọng lượng $\text{NaOH}/\text{ZrSiO}_4$ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,1 đến 1,4. Khi tỷ lệ trọng lượng nêu trên nhỏ hơn 1,1 thì lượng natri thiếu, và sự phân hủy cát zircon có thể ít có khả năng xảy ra. Khi tỷ lệ trọng lượng này lớn hơn 1,4 thì natri dư không góp phần để sự phân hủy có thể duy trì, và nguyên liệu thô bị lãng phí. Ngoài ra, natri dư có thể là nguyên nhân làm đẩy mạnh sự ăn mòn thùng phân hủy kim loại.

Ngoài natri hydroxit, natri cacbonat và natri hydro cacbonat cũng có thể được sử dụng như hợp chất natri, và chúng có thể được sử dụng dưới dạng hỗn hợp. Lượng natri cacbonat, natri hydro cacbonat, hoặc hỗn hợp của nó được bổ sung vào natri hydroxit không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, tốt hơn là bổ sung natri cacbonat, natri hydro cacbonat, hoặc hỗn hợp của nó để lượng natri trong dung dịch nước natri hydroxit là 50%mol hoặc nhỏ hơn. Các ví dụ về các hợp phần gồm hợp phần “50%mol natri hydroxit và 25%mol natri cacbonat,” hợp phần “60%mol natri hydroxit, 10%mol natri cacbonat, và 20%mol natri hydro cacbonat,” và tương tự. Nếu natri cacbonat và natri hydro cacbonat được trộn lẫn trong lượng toàn phần lớn hơn 50%mol thì sự tách lỏng có thể xảy ra vì chúng là bột. Do natri cacbonat và natri hydro cacbonat được tạo bột và phân hủy trong dung dịch natri hydroxit ở nhiệt độ 200°C hoặc thấp hơn nên chúng có thể góp phần phân hủy cát ziricon, cùng với natri hydroxit.

3. Bước nung trong thùng sắt ở nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn (phân hủy sơ cấp)

Phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua theo sáng chế bao gồm (3) bước nung hỗn hợp ở bước 2 trong thùng sắt ở nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn để bằng cách đó thu sản phẩm phân hủy (sau đây được gọi đơn giản là “bước 3”). Trong bước 3, cát ziricon được phân hủy sơ cấp, bằng cách này thu cát ziricon phân hủy sơ cấp. Sau đây, cát ziricon phân hủy này có thể được gọi là “thủy tinh frit.”

Trong bước phân hủy sơ cấp cát ziricon, thùng sắt được sử dụng để chứa các nguyên liệu thô, như cát ziricon. Các thùng sắt có khả năng kháng kiềm thấp hơn, ví dụ, các thùng thép không gỉ; tuy nhiên, các thùng sắt rẻ và do đó được sử dụng rộng rãi ở các lĩnh vực liên quan. Nếu thùng thép không gỉ được sử dụng ở bước 3 thì lượng nhỏ kim loại nặng, như niken hoặc crom, được rửa giải khỏi thép không gỉ nhờ tác dụng của hợp chất kiềm trong số các nguyên liệu thô. Điều này làm giảm độ tinh khiết của dung dịch nước ziricon clorua thu được cuối cùng, và cũng gây tác động môi trường lớn. Các thùng chứa niken có khả năng kháng kiềm cao hơn các thùng thép không gỉ nhưng đắt. Do đó, việc sử dụng thùng chứa niken trong phân hủy sơ cấp làm tăng chi phí sản xuất một cách đáng kể. Có các thùng chứa bằng gốm khác nhau mà không phải là kim loại; tuy nhiên, các thùng chứa này có xu hướng bị ăn mòn bởi hợp chất natri, và do đó lượng lớn các thành phần của thùng chứa được tích tụ vào thủy tinh frit. Vì các lý do này, việc sử dụng thùng sắt trong phân hủy sơ cấp là cần thiết. Đặc biệt, khi natri hydroxit ở dạng dung dịch được sử dụng thì sự ăn mòn thùng chứa có nhiều khả năng được đẩy mạnh. Do đó, thùng sắt được sử dụng là thích hợp.

Nhiệt độ phân hủy ban đầu của cát ziricon chưa được nghiền là cao nằm trong khoảng từ 550 đến 570°C hoặc hơn, như được mô tả ở trên. Do đó, nếu cát ziricon chưa

được nghiền được sử dụng làm nguyên liệu thô thì cần phải xử lý ở nhiệt độ cao. Đây là yếu tố đẩy mạnh sự ăn mòn thùng sắt, và sắt có nguồn gốc từ thùng sắt được tích tụ thành thủy tinh frit lên đến một vài %. Ngoài ra, sau khi kết thúc phản ứng phân hủy, thùng sắt chứa thủy tinh frit cũng có thể được gia nhiệt tiếp đến nhiệt độ 570°C hoặc cao hơn để đẩy mạnh phản ứng phân hủy thủy tinh frit. Do việc gia nhiệt này thường được thực hiện trong môi trường chứa oxi nên sự oxi hóa sắt diễn ra. Ngoài ra, các hợp phần natri không được phản ứng có mặt trong thủy tinh frit cũng đẩy mạnh sự ăn mòn thùng sắt. Kết quả là, các chất bên ngoài có nhiều khả năng được tích tụ vào thủy tinh frit.

Tuy nhiên, phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế sử dụng cát zircon mà khả năng phản ứng của nó (các đặc tính phân hủy) được tăng cường nhờ việc xử lý nghiền ở bước 1 làm nguyên liệu ban đầu. Do đó, nhiệt độ phân hủy ban đầu của cát zircon là thấp, bằng 400°C hoặc thấp hơn. Theo đó nhiệt độ xử lý khi phân hủy sơ cấp có thể được đặt ở 400°C hoặc thấp hơn, và vì vậy sự ăn mòn thùng sắt ở bước phân hủy sơ cấp có thể được ngăn chặn. Kết quả là, sự tích tụ của các thành phần sắt từ thùng sắt vào thủy tinh frit có thể được ngăn chặn, và có thể thu được dung dịch nước zircon clorua có độ tinh khiết cao.

Sau khi thủy tinh frit thu được bằng cách phân hủy sơ cấp nêu trên thì thủy tinh frit có thể được lấy ra khỏi thùng sắt và được làm mát tự nhiên nếu cần. Thủy tinh frit có thể được chuyển sang bước phân hủy thứ cấp sử dụng thùng thép không gỉ. Tại điểm này thủy tinh frit được tạo bột nhờ natri zirconat, natri silicat, natri zircon silicat ($\text{Na}_2\text{ZrSiO}_5$), cát zircon không phân hủy, natri hydroxit, v.v..

4. Bước nung trong thùng thép không gỉ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C (phân hủy thứ cấp)

Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế bao gồm (4) bước nung sản phẩm phân hủy ở bước 3 trong thùng thép không gỉ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C để bằng cách đó thu được sản phẩm nung (sau đây được gọi đơn giản là “bước 4”).

Trong bước 4, thủy tinh frit thu được bằng cách phân hủy sơ cấp được chuyển sang thùng thép không gỉ, và được nung tiếp ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C để thu sản phẩm nung. Bước này có thể được gọi là bước phân hủy thứ cấp. Thùng thép không gỉ được sử dụng ở bước này có khả năng chịu nhiệt tốt hơn và tương đối rẻ so với các thùng sắt. Hơn nữa, do lượng natri không được phản ứng còn lại khi phân hủy thứ cấp nhỏ hơn trong phân hủy sơ cấp nên sự ăn mòn của thùng chứa ít có

khả năng tiến triển. Do đó, ngay cả khi thùng thép không gỉ được sử dụng ở phân hủy thứ cấp thì crom, v.v. ít có khả năng được rửa giải từ thép không gỉ, và sự xâm nhập của crom, v.v. có nhiều khả năng được ngăn ngừa hơn. Mặc dù nguyên liệu thép không gỉ không bị giới hạn cụ thể, các nguyên liệu được gọi là SUS302 và SUS304 mà không chứa mangan hoặc molypden là thích hợp. Nếu thùng chứa bằng gốm được sử dụng khi phân hủy thứ cấp thì sự ăn mòn thùng chứa tiến triển, từ đó làm tăng tạp chất trong sản phẩm nung. Ngoài ra, nếu thùng sắt được sử dụng khi phân hủy thứ cấp cũng như trong phân hủy sơ cấp thì nhiệt độ gia nhiệt cao hơn so với nhiệt độ phân hủy sơ cấp; do đó, sự ăn mòn sắt có nhiều khả năng xảy ra hơn, theo đó gây ra sự xâm nhập của sắt vào sản phẩm nung dưới dạng tạp chất.

Nhờ phân hủy thứ cấp ở bước 4, chất trung gian, như natri ziricon silicat mà làm tăng lượng silic trong dung dịch nước ziricon clorua, được phân hủy thành natri ziriconat và natri silicat. Hơn nữa, cát ziricon mà chưa được phân hủy bởi sự phân hủy sơ cấp cũng được phân hủy ở bước phân hủy thứ cấp.

Nhiệt độ nung trong khi phân hủy thứ cấp là nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 600°C đến 1.000°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 700°C đến 900°C. Khi nhiệt độ nung vượt quá 1.100°C thì sự ăn mòn thùng chứa bị đẩy mạnh, và sự nung kết thủy tinh frit cũng được đẩy mạnh. Hơn nữa, natri ziriconat và natri silicat phân hủy lại được phản ứng để tạo thành natri ziricon silicat, theo đó làm tăng tạp chất.

Fig.3 thể hiện quang phổ XRD của thủy tinh frit (sản phẩm nung) thu được nhờ các bước 1 đến 4. Ở Fig.3, quang phổ (a) (được viết là “D₅₀: 1,2μm, sản phẩm nung thứ cấp 800°C”) thu được từ thủy tinh frit sử dụng cát ziricon mà đã được nghiền làm nguyên liệu thô, để D₅₀ bằng 1,2μm; và quang phổ (b) (được viết là “sản phẩm nung thứ cấp cát ziricon không nghiền ở nhiệt độ 800°C”) thu được từ thủy tinh frit sử dụng cát ziricon không được nghiền làm nguyên liệu thô. Thủy tinh frit (a) trên Fig.3 được sản xuất ở các điều kiện như ở ví dụ 1 mô tả dưới đây, và thủy tinh frit (b) ở Fig.3 được sản xuất ở các điều kiện như ở ví dụ 1, ngoại trừ việc xử lý nghiền (bước 1) không được thực hiện.

Ở Fig.3, có thể khẳng định rằng đỉnh quang phổ thủy tinh frit được thu từ cát ziricon đã được nghiền cao hơn (tức là, bề rộng thấp hơn một nửa) so với quang phổ của thủy tinh frit được thu từ cát ziricon không được nghiền. Điều này chứng tỏ sự phân hủy của các hạt cát ziricon mịn đã được nghiền được đẩy mạnh hơn so với của cát ziricon chưa xử lý, tức là, sự kết tinh của natri ziriconat và natri silicat được đẩy mạnh.

Thủy tinh frit được phân hủy thứ cấp ở bước 4 có thể chuyển sang bước rửa bằng nước tiếp theo để loại bỏ natri silicat một cách hiệu quả cao theo cách này. Nếu thủy tinh frit sau khi phân hủy thứ cấp kết tụ đáng kể thì thủy tinh frit có thể được nghiền bởi máy nghiền thô thông thường, như máy nghiền kẹp hàm hoặc máy nghiền cán. Tuy nhiên, nếu thủy tinh frit được nghiền thành hạt có đường kính một vài μm thì thủy tinh frit có khả năng phản ứng với hơi ẩm trong không khí, và chất lượng có thể bị giảm. Do đó, thủy tinh frit đã được nghiền tốt hơn là được lưu giữ bằng cách bọc kín.

5. Bước rửa thủy tinh frit được phân hủy thứ cấp bằng nước

Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế bao gồm (5) bước phân tán sản phẩm nung (thủy tinh frit) thu được ở bước 4 trong nước để điều chế thể phân tán, và điều chỉnh nhiệt độ của thể phân tán đến 70°C hoặc thấp hơn, bằng cách này thu bánh đã được rửa nước (sau đây được gọi đơn giản là “bước 5”).

Ở bước 5, thủy tinh frit (sản phẩm nung) thu được bằng cách phân hủy thứ cấp ở bước 4 được rửa bằng nước. Ở bước 5, natri silicat có trong thủy tinh frit được loại bỏ. Phương pháp rửa bằng nước thích hợp là phương pháp gián đoạn trong đó thủy tinh frit được rửa nhờ phân tán trong nước.

Thủy tinh frit sau khi phân hủy thứ cấp chứa các hợp chất kiềm, như natri hydroxit, các hợp chất kiềm này vẫn còn mà không góp phần vào việc phân hủy. Ví dụ, khi natri hydroxit vẫn còn dưới dạng hợp chất kiềm thì nhiệt độ của thể phân tán mà được điều chế bằng cách phân tán thủy tinh frit sau khi phân hủy thứ cấp trong nước tăng do nhiệt hòa tan của natri hydroxit (khoảng 45kJmol^{-1}). Do đó, khi nhiệt độ của thể phân tán tăng thì lượng silic trong thủy tinh frit sau khi rửa bằng nước tăng. Điều này có lẽ vì natri silicat trải qua quá trình thủy phân do nhiệt độ nêu trên tăng để tạo ra hợp chất silic rắn, và hợp chất silic rắn này được tích tụ thành thủy tinh frit. Hơn nữa, hợp chất silic rắn bị trương lên và bị gel hóa trong khi hòa tan trong axit clohydric ở bước hòa tan axit clohydric tiếp theo (bước 7, được mô tả dưới đây). Sản phẩm đã được gel hóa này đôi khi xâm nhập vào sản phẩm đích, như zircon clorua. Do đó, điều này có thể là một yếu tố làm giảm năng suất zircon.

Vì các lý do này, cần thiết loại bỏ natri silicat một cách hiệu quả cao nhờ quá trình rửa bằng nước ở bước 5.

Khi sản phẩm nung được phân tán trong nước để điều chế thể phân tán thì nhiệt độ của thể phân tán được điều chỉnh đến 70°C hoặc thấp hơn. Sự thủy phân natri silicat có thể được ngăn chặn bằng cách này, và lượng silic còn lại trong sản phẩm nung sau khi rửa bằng nước có thể được giảm. Nhiệt độ của thể phân tán tốt hơn là được điều

chỉnh đến 50°C hoặc thấp hơn, tốt hơn nữa là 40°C hoặc thấp hơn, và đặc biệt tốt là 30°C hoặc thấp hơn bởi vì lượng silic còn lại trong sản phẩm nung sau khi rửa bằng nước có thể còn giảm.

Fig.4 thể hiện mối tương quan giữa nhiệt độ của thể phân tán (trục ngang) và lượng $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ còn lại trong thủy tinh frit sau khi rửa bằng nước (trục thẳng đứng). Hơn nữa, bảng 1 dưới đây thể hiện mối tương quan giữa nhiệt độ của thể phân tán, lượng SiO_2 , lượng ZrO_2 , và lượng $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ còn lại trong thủy tinh frit sau khi rửa bằng nước. Thủy tinh frit sử dụng ở đây được biểu diễn bởi quang phổ (a) trên Fig.3.

Fig.4 và bảng 1 thể hiện rằng khi nhiệt độ của thể phân tán vượt quá 70°C thì trị số $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ lớn hơn so với khi nhiệt độ của thể phân tán là 70°C hoặc thấp hơn. Điều này cho thấy sự thủy phân natri silicat có thể diễn ra khi nhiệt độ của thể phân tán vượt quá 70°C, trong khi sự thủy phân của nó bị ngăn chặn khi nhiệt độ của thể phân tán là 70°C hoặc thấp hơn. Do đó, tốt hơn là điều chỉnh nhiệt độ của thể phân tán đến nhiệt độ không cao hơn 70°C.

Bảng 1

Nhiệt độ của thể phân tán (°C)	19	33	50	60	70	80	90	100
$\text{ZrO}_2(\%)$	67,32	68,90	69,94	67,73	68,98	69,48	69,38	69,62
$\text{SiO}_2(\%)$	3,99	5,34	5,93	5,63	5,80	6,69	7,23	7,35
$\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$	5,93	7,75	8,48	8,31	8,41	9,63	10,42	10,56

Các phương pháp để điều chỉnh nhiệt độ của thể phân tán không bị giới hạn cụ thể, và nhiệt độ này có thể được điều chỉnh nhờ phương pháp làm lạnh thông thường. Ví dụ, ở quy mô phòng thí nghiệm, nhiệt độ của thể phân tán có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng thiết bị làm lạnh, như máy sinh hàn; và trong điều kiện thuận lợi hoặc quy mô sản xuất hàng loạt thì nhiệt độ của thể phân tán có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng bộ trao đổi nhiệt, v.v..

Khi thể phân tán được điều chế, lượng nước được sử dụng và lượng thủy tinh frit thu được ở bước 4 có thể được điều chỉnh để tỷ lệ khối lượng nước/thủy tinh frit là 1 hoặc lớn hơn.

Phương pháp thực hiện tách lỏng rắn của thủy tinh frit sau khi rửa bằng nước

không bị giới hạn cụ thể, và có thể là, phương pháp lọc thông thường sử dụng máy lọc ép, thiết bị lọc kiểu hút giảm áp, thiết bị lọc sơn lót có áp, máy tách ly tâm, hoặc tương tự chẳng hạn. Cả hai phương pháp lọc theo mẻ và lọc liên tục đều có thể được sử dụng. Bánh thu được bằng cách lọc tốt hơn là được làm sạch thêm bằng nước. Ví dụ, nước với lượng gấp 5 lần trọng lượng thủy tinh frit đều có thể được sử dụng. Bánh đã rửa nước thu được theo cách này.

Khi dung dịch natri silicat được loại bỏ nhờ rửa bằng nước được cô đặc, các tinh thể natri silicat có thể được thu lại. Các tinh thể natri silicat đều có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô cho các ngành công nghiệp khác. Ngoài ra, do thành phần dung dịch chính mà từ đó các tinh thể natri silicat được thu lại là natri hydroxit nên dung dịch này có thể được tái chế như natri hydroxit cho việc phân hủy cát ziricon.

6. Bước rửa bánh đã được rửa nước bằng axit clohydric có pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6

Phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua theo sáng chế bao gồm (6) bước rửa bánh đã được rửa nước thu được ở bước 5 bằng axit clohydric có pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6 để bằng cách này thu được ziricon hydrat (sau đây được gọi đơn giản là “bước 6”).

Thủy tinh frit đã được rửa, mà từ đó natri silicat đã được loại bỏ nhờ rửa bằng nước ở bước 5, chứa lượng natri lớn chủ yếu có nguồn gốc từ natri ziriconat. Theo đó, để loại bỏ natri thì thủy tinh frit được rửa bằng axit clohydric có độ pH được định trước ở bước 6. Theo đó, thành phần natri trong sản phẩm nung được loại bỏ. Do đó, dung dịch nước ziricon clorua có độ tinh khiết cao có thể được sản xuất.

Hợp chất mà thu được bằng cách loại bỏ natri khỏi natri ziriconat được coi là ziricon hydrat ($\text{ZrO}(\text{OH})_x$). Sự hòa tan ziricon hydrat trong axit được đẩy mạnh ở độ pH là 1 hoặc cao hơn. Tức là, natri có thể được loại bỏ một cách hiệu quả cao ở nồng độ axit cao; tuy nhiên, tùy thuộc vào nồng độ axit mà ziricon hydrat cũng được rửa giải, từ đó làm giảm hiệu suất. Do đó, cần điều chỉnh nồng độ axit trong phạm vi thích hợp. Trong quá trình rửa bằng axit ở bước 6, đầu tiên, thủy tinh frit được phân tán trong nước với lượng có thể đủ làm phân tán thủy tinh frit. Cụ thể, thể phân tán có thể được điều chế để tỷ lệ trọng lượng nước/thủy tinh frit là 1 hoặc lớn hơn. Sau đó, axit clohydric được bổ sung vào thể phân tán. Axit clohydric có thể được sử dụng kết hợp với axit sulfuric, axit nitric, hoặc tương tự; tuy nhiên, sự hòa tan axit clohydric được thực hiện ở bước tiếp theo, và do đó tốt hơn là chỉ dùng axit clohydric ở bước 6, xét về việc ngăn chặn sự xâm nhập của tạp chất.

Axit clohydric có thể được bổ sung để thể phân tán có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6, tốt hơn là độ pH nằm trong khoảng từ 1,5 đến 4, và tốt hơn nữa là độ pH nằm trong khoảng từ 2 đến 3. Với tính axit mạnh ở độ pH thấp hơn 1 thì việc loại bỏ natri được nâng cao; tuy nhiên, ziricon hydrat cũng được rửa giải, và hiệu suất bị giảm. Với tính axit yếu ở độ pH cao hơn 6 thì natri không thể được loại bỏ hoàn toàn khỏi natri ziriconat.

Bảng 2 thể hiện mối tương quan giữa nồng độ của axit clohydric được sử dụng trong quá trình rửa ở bước 6, lượng natri còn trong ziricon hydrat sau khi rửa axit, và hiệu suất ziricon hydrat. Bảng 2 cho thấy rằng với nồng độ 0,3N (N là nồng độ đương lượng; sau đây có cùng ý nghĩa này) axit clohydric có pH thấp hơn 1,0, việc loại bỏ natri được nâng cao, trong khi hiệu suất ziricon hydrat giảm do rửa giải ziricon. Mặt khác, khi độ pH là 7,0, thì cho thấy thành phần natri không được loại bỏ hoàn toàn.

Bảng 2

Nồng độ axit clohydric của thể phân tán	0,3N	pH 1,0	pH 2,5	pH 4,0	pH 6,0	pH 7,0
Na ₂ O % trọng lượng (tỷ lệ ZrO ₂)	0,03	0,06	0,19	0,43	0,96	3,47
Hiệu suất ziricon hydrat (%)	75	94	98	99	99	99

Khi việc rửa bằng axit clohydric được thực hiện thì phản ứng loại bỏ natri có thể được đẩy mạnh bằng cách gia nhiệt, nếu cần. Việc gia nhiệt có thể được tiến hành ở nhiệt độ 98°C hoặc thấp hơn, và có thể được tiến hành trước khi axit clohydric được bổ sung.

Sau khi xử lý bằng axit clohydric, như được mô tả ở trên, quá trình tách lỏng rắn có thể được thực hiện. Mặc dù phương pháp tách lỏng rắn không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn là sử dụng thiết bị kháng axit, như máy lọc ép, thiết bị lọc kiểu hút giảm áp, thiết bị lọc son lót có áp, máy tách ly tâm, mà xử lý kháng axit được áp dụng đối với tất cả các thiết bị này. Quá trình tách lỏng rắn có thể được thực hiện bằng cách theo mẻ hoặc liên tục. Sau khi tách lỏng rắn, việc làm lạnh tự nhiên có thể được thực hiện, nếu cần.

7. Bước hòa tan trong axit clohydric và loại bỏ hợp chất silic

Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo sáng chế bao gồm (7) bước hòa tan zircon hydrat thu được ở bước 6 trong axit clohydric, và sau đó loại bỏ các thành phần không hòa tan để bằng cách đó thu dung dịch muối (sau đây được gọi đơn giản là “bước 7”).

Ở bước 7, đầu tiên, zircon hydrat thu được ở bước 6 được hòa tan trong axit clohydric. Axit clohydric được sử dụng để hòa tan có thể là axit clohydric công nghiệp. Nồng độ của axit clohydric tốt hơn là 10N hoặc lớn hơn. Nếu axit clohydric có nồng độ thấp hơn 10N được sử dụng thì thời gian đôi là cần thiết để hòa tan zircon hydrat, và zircon hydrat không thể được hòa tan hoàn toàn.

Để hòa tan zircon hydrat trong axit clohydric thì zircon hydrat có thể được phân tán trong axit clohydric, và sau đó được gia nhiệt đến nhiệt độ 90°C hoặc cao hơn, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 100 đến 110°C. Thời gian gia nhiệt tốt hơn là 30 phút hoặc lâu hơn, và tốt hơn nữa là 1 giờ hoặc lâu hơn. Nếu thời gian gia nhiệt ít hơn 30 phút thì zircon hydrat có thể được hòa tan không hoàn toàn. Giới hạn trên của thời gian gia nhiệt không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, không có sự cải thiện nào về mặt hiệu quả mà có thể được kỳ vọng ngay cả khi kéo dài thời gian gia nhiệt lên 2 giờ hoặc lâu hơn, và do đó, giới hạn trên có thể là khoảng 2 giờ, xét về mặt năng suất. Do lượng lớn khí hydro clorua bốc hơi trong khi gia nhiệt axit clohydric nên tốt hơn là hòa tan zircon hydrat trong khi cất hồi lưu khí hydro clorua. Sau khi zircon hydrat được hòa tan, nước có thể được bổ sung để điều chỉnh chuẩn độ axit và nồng độ zircon đến các mức mong muốn.

Kết quả là huyền phù được thu nhờ quá trình xử lý hòa tan nêu trên. Huyền phù này chứa các thành phần tạp chất mà không hòa tan trong axit clohydric dưới dạng các thành phần không hòa tan. Huyền phù thu được bằng cách xử lý hòa tan tốt hơn là được làm lạnh đến nhiệt độ 70°C hoặc thấp hơn. Lượng hợp chất silicat được hòa tan trong huyền phù này dưới dạng tạp chất có thể được ngăn chặn nhờ được làm lạnh. Nhiệt độ làm lạnh càng thấp thì khả năng hòa tan của hợp chất silicat càng kém; do đó, hợp chất silicat có nhiều khả năng tạo kết tủa hơn. Ngược lại, nếu nhiệt độ làm lạnh thấp quá thì sản phẩm đích, tức là, zircon oxycloclorua cũng có thể kết tủa. Hơn nữa, độ nhớt của huyền phù này trở nên cao, và khả năng lọc của nó có thể bị giảm. Do đó, thông thường tốt hơn là đặt nhiệt độ làm lạnh ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 60°C. Hơn nữa, huyền phù này có thể được pha loãng bằng nước.

Sau khi làm lạnh như trên, huyền phù này được cho tách lỏng rắn, và hợp chất silicat và các thành phần không hòa tan, như các sản phẩm không phân hủy, được loại bỏ khỏi huyền phù. Bằng cách này, thu được dung dịch muối đích của dung dịch nước

ziricon clorua. Mặc dù phương pháp tách lỏng rắn không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn là sử dụng thiết bị kháng axit, như máy lọc ép, thiết bị lọc kiểu hút giảm áp, thiết bị lọc son lót có áp, hoặc máy tách ly tâm, mà xử lý kháng axit được áp dụng cho tất cả các thiết bị này. Quá trình tách lỏng rắn có thể được tiến hành bằng cách theo mẻ hoặc liên tục.

Trong phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua theo sáng chế, cát ziricon được nghiền như được mô tả nêu trên, và do đó tốc độ phân hủy của cát ziricon là 95% hoặc cao hơn. Theo đó, hầu như không có cát ziricon là nguyên liệu thô còn lại trong huyền phù. Tuy nhiên, lượng cát ziricon nguyên liệu thô không đáng kể còn lại trong huyền phù này có thể được thu hồi dưới dạng thành phần không được hòa tan trong bước hòa tan axit clohydric được mô tả ở trên. Trong trường hợp này, cát ziricon có thể được cấp lại dưới dạng nguyên liệu thô ở bước 2 nêu trên.

Chất keo tụ có thể được bổ sung vào huyền phù. Nhờ sự bổ sung chất keo tụ này, các tạp chất như hợp chất silicat, có thể dễ dàng được loại bỏ khỏi huyền phù, và quá trình tách lỏng rắn có thể được thực hiện một cách hiệu quả hơn. Ví dụ về các chất keo tụ bao gồm các chất keo tụ dạng polyme, như các este của cation axit polymetacrylic, các polyamin, polyacrylamit không ion, polyetylen oxit, và rượu polyvinyl. Lượng chất keo tụ được bổ sung không bị giới hạn cụ thể, nhưng tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 5% trọng lượng tính theo lượng huyền phù. Phương pháp bổ sung chất keo tụ không bị giới hạn cụ thể; tuy nhiên, tốt hơn là bổ sung chất keo tụ ở dạng dung dịch nước vào huyền phù, xét về độ phân tán.

Nồng độ của ziricon clorua trong dung dịch nước ziricon clorua thu được theo cách trên thay đổi tùy thuộc vào các điều kiện sản xuất, nhưng có thể nằm trong khoảng từ 1 đến 20% trọng lượng, chẳng hạn.

Do phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua theo sáng chế bao gồm bảy bước, tức là, các bước từ 1 đến 7 nên phương pháp này có thể sản xuất dung dịch nước ziricon clorua có tốc độ phân hủy cát ziricon cao hơn và lượng tạp chất như natri và sắt thấp hơn so với các phương pháp thông thường.

Không cần thiết phải tinh chế dung dịch nước ziricon clorua được sản xuất bởi phương pháp nêu trên. Do đó, một bước có thể được bỏ qua trong quá trình sản xuất các hợp chất ziricon khác nhau, như ziricon oxyclozua, ziricon hydroxit, ziricon sulfat bazơ, và ziricon oxit hỗn hợp. Do đó, các hợp chất ziricon này có thể được sản xuất một cách hiệu quả và chi phí thấp. Đặc biệt, khi dung dịch nước ziricon clorua, ví dụ, được trung hòa bằng cách bổ sung thêm các nguyên tố kiềm thổ (ví dụ như, Mg, Ca, hoặc Sr),

họ lanthan (ví dụ như, Sc, Y, hoặc Ce), kim loại chuyển tiếp, hoặc tương tự thì zircon oxit hỗn hợp có các chức năng khác nhau có thể thu được. Ngoài ra, theo phương pháp sản xuất của sáng chế, các phương tiện sản xuất dễ dàng được nâng cấp, và các chi phí đầu tư có thể được giảm.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các dấu hiệu của sáng chế được mô tả rõ ràng hơn dưới đây có dựa vào các ví dụ; tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở những ví dụ này.

Các sản phẩm thu được ở mỗi ví dụ và ví dụ so sánh dưới đây chứa hafni oxit dưới dạng tạp chất không thể tránh được với lượng nằm trong khoảng từ 1,3 đến 2,5% trọng lượng tính theo lượng zircon oxit. Nước được sử dụng trong các ví dụ và các ví dụ so sánh là nước trao đổi ion.

Trong các ví dụ và các ví dụ so sánh, thiết bị phân tích ICP (SPS1200A, do Seiko Instruments Inc. sản xuất) được sử dụng để phân tích tạp chất. Trong việc đo lường ICP, lượng tạp chất được xác định bằng cách đo tỷ số lượng tạp chất (%trọng lượng) so với ZrO_2 là thành phần chính.

Tốc độ phân hủy được tính từ trọng lượng của hợp chất zircon và silic còn lại (phần dư) trong dung dịch nước zircon clorua, và trọng lượng của cát zircon nguyên liệu đầu vào. Cụ thể, tốc độ phân hủy được tính bởi công thức dưới đây:

$$\text{Tốc độ phân hủy (\%)} = 100 (\%) - (A/B) \times 100 (\%).$$

Trong công thức này, A là “trọng lượng của phần dư,” và B là “trọng lượng của cát zircon nguyên liệu đầu vào.”

Ví dụ 1

Cát zircon được sản xuất bởi ILUKA được sử dụng làm cát zircon nguyên liệu đầu vào, và dung dịch nước zircon clorua được sản xuất bởi các bước từ 1 đến 7 dưới đây.

Bước 1: Nghiền cát zircon

Cát zircon nêu trên (1kg) được đưa vào thùng nhựa 4l chứa 10kg các viên zircon oxit được ổn định ($\phi 10\text{mm}$). Tiếp theo, 1kg nước được bổ sung, và cát zircon được nghiền. Việc xử lý nghiền được liên tục trong khoảng thời gian là 20 giờ, bằng cách này thu được bùn cát zircon. Bùn này được làm khô đến trọng lượng không đổi ở nhiệt độ 110°C . Đường kính hạt trung bình (D_{50}) là khoảng $1,2\mu\text{m}$. Đường kính hạt trung bình được đo bằng cách sử dụng máy phân tích cỡ hạt nhiễu xạ laser SALD-2200 (do Shimadzu Corporation sản xuất).

Bước 2: Bổ sung hợp chất natri vào cát ziricon đã được nghiền

Cát ziricon (100g) đã được nghiền ở bước 1 được đưa vào thùng sắt 1l, và sau đó 271g dung dịch nước natri hydroxit 48% trọng lượng được bổ sung. Tỷ lệ trọng lượng NaOH/ZrSiO₄ là 1,3. Natri hydroxit được sử dụng là natri hydroxit công nghiệp.

Bước 3: Nung trong thùng sắt ở nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn (phân hủy sơ cấp)

Các nguyên liệu thô được đưa vào thùng sắt 1l, được gia nhiệt đến nhiệt độ 400°C với tốc độ gia nhiệt 100°C/giờ sử dụng lò điện, và được duy trì ở nhiệt độ này trong khoảng 1 giờ. Sau đó, phần thu được được làm mát tự nhiên đến nhiệt độ phòng. Thủy tinh frit thu được được kết tụ; do đó, chúng được cho vào túi nhựa và được nghiền thô bởi búa gỗ. Nhiệt độ phân hủy ban đầu của cát ziricon đã được nghiền mà được sử dụng ở bước 3 nằm trong khoảng từ 300 đến 350°C.

Bước 4: Nung trong thùng thép không gỉ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C (phân hủy thứ cấp)

Thủy tinh frit thu được ở bước 3 được đưa vào thùng chứa thép không gỉ 1l (SUS304), được gia nhiệt đến nhiệt độ 800°C với tốc độ gia nhiệt 100°C/giờ sử dụng lò điện, và được duy trì ở nhiệt độ này trong khoảng 1 giờ. Sau đó, phần thu được được làm mát tự nhiên đến nhiệt độ phòng. Thủy tinh frit thu được hút ẩm, và do đó được cất giữ bằng cách bọc kín trong túi nhựa.

Bước 5: rửa thủy tinh frit bằng nước

Nước (500g) được đưa vào cốc 1l, và cốc này được cố định trong bể nước đá. Khi nhiệt độ của nước trong cốc này đạt khoảng 10°C thì thủy tinh frit sau khi nung thứ cấp thu được ở bước 4 được đưa vào trong cốc này và khuấy. Tại thời điểm này, nhiệt độ của nước trong cốc này đã tăng lên đến 30°C. Sau khi khuấy trong khoảng 10 phút, quá trình tách lỏng rắn được thực hiện bằng cách sử dụng phễu Buchner, và lượng chất rắn này được làm sạch thêm bằng 500g nước ở nhiệt độ thường (25°C). Nhờ đó, thu được bánh đã rửa nước.

Bước 6: Rửa bánh đã rửa nước bằng axit có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6

Bánh đã rửa nước thu được ở bước 5 được phân tán trong 500g nước, và được gia nhiệt đến nhiệt độ 80°C. Trong khi duy trì nhiệt độ này, axit clohydric (SAJ loại một) được bổ sung để điều chỉnh độ pH đến 2, và tiếp đó hỗn hợp này được giữ nguyên trong khoảng 10 phút. Sau đó, không tiến hành làm lạnh, và quá trình tách lỏng rắn thực hiện bằng cách sử dụng phễu Buchner. Lượng chất rắn thu được (500g) được làm sạch thêm bằng nước ở nhiệt độ thường.

Bước 7: Hòa tan trong axit clohydric và loại bỏ hợp chất silic

Bánh đã được làm sạch bởi axit clohydric loãng thu được ở bước 6 được đưa vào và hòa tan trong axit clohydric. Bánh này được đưa vào 200g axit clohydric cô đặc ($11\text{N-HCl}_{\text{aq}}$) trong cốc 1l, và hỗn hợp này được gia nhiệt đến nhiệt độ 105°C trong khi khuấy. Giữ nguyên hỗn hợp ở trạng thái này khoảng 30 phút, bánh này hầu như được hòa tan hoàn toàn, và thu được huyền phù. Nước (160 g) được bổ sung vào huyền phù, dùng khuấy, và phần thu được được làm mát tự nhiên đến nhiệt độ 50°C . Sau khi làm lạnh, dung dịch nước chứa 0,5g rượu polyvinyl 10% trọng lượng (trọng lượng phân tử: 20.000, do Sanyo Chemical Industries, Ltd. sản xuất) được bổ sung, hỗn hợp này được khuấy khoảng 10 phút, và sau đó cho phép để yên khoảng 1 giờ. Sau đó, quá trình tách lỏng rắn được thực hiện bằng cách sử dụng phễu Buchner, bằng cách này thu được dung dịch nước ziricon clorua đích.

Các ví dụ từ 2 đến 9 và các ví dụ so sánh từ 1 đến 16

Các dung dịch nước ziricon clorua thu được theo cùng cách như ở ví dụ 1, ngoại trừ đường kính hạt trung bình của cát ziricon đã được nghiền ở bước 1 (D_{50}), nồng độ của NaOH được cung cấp ở bước 2, nguyên liệu thùng chứa và nhiệt độ nung ở bước 3 (phân hủy sơ cấp), nguyên liệu thùng chứa và nhiệt độ nung ở bước 4 (phân hủy sơ cấp), nhiệt độ nước lớn nhất sau khi rửa bằng nước và phân tán ở bước 5, và độ pH sau khi bổ sung axit clohydric ở bước 6 thay đổi như được thể hiện ở bảng 3, được đưa ra dưới đây. Trong ví dụ so sánh 9, dung dịch nước ziricon clorua thu được mà không thực hiện phân hủy thứ cấp (bước 4).

Bảng 4 thể hiện các kết quả đo ICP của các dung dịch nước ziricon clorua thu được ở các ví dụ 1 đến 9 và các ví dụ so sánh 1 đến 13, tốc độ phân hủy, và các ghi chú.

Bảng 3

	Đường kính hạt trung bình (D_{50}) của cát zircon đã được nghiên ở bước (1) (μm)	Nồng độ của NaOH được bổ sung ở bước (2) (%)	Tỷ lệ trọng lượng NaOH/ZrSiO ₄	Bước phân hủy sơ cấp (3)		Bước phân hủy thứ cấp (4)		Nhiệt độ nước lớn nhất sau khi rửa bằng nước và phân tán ở bước 5 (°C)	Độ pH sau khi bổ sung axit clohydric ở bước (6)
				Thùng chứa nguyên liệu	Nhiệt độ nung (°C)	Thùng chứa nguyên liệu	Nhiệt độ nung (°C)		
Ví dụ 1	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ 2	1,2	48	1,15	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ 3	9,4	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ 4	1,2	20	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ 5	1,2	90	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ 6	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	1100	30	2
Ví dụ 7	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	70	2
Ví dụ 8	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	1
Ví dụ 9	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	4
Ví dụ so sánh 1	21	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ so sánh 2	105	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ so sánh 3	1,2	48	1,3	Thép không gỉ	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ so sánh 4	1,2	48	1,3	Nhôm	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ so sánh 5	1,2	48	1,3	Mulit	400	Thép không gỉ	800	30	2
Ví dụ so sánh 6	1,2	48	1,3	Sắt	800	-	-	30	2
Ví dụ so sánh 7	1,2	48	1,3	Sắt	400	Sắt	800	30	2

Ví dụ so sánh 8	1,2	48	1,3	Sắt	400	Nhôm	800	30	2	
Ví dụ so sánh 9	1,2	48	1,3	Sắt	400	Mulit	800	30	2	
Ví dụ so sánh 10	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	1200	30	2	
Ví dụ so sánh 11	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	90	2	
Ví dụ so sánh 12	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	0,3 N	
Ví dụ so sánh 13	1,2	48	1,3	Sắt	400	Thép không gỉ	800	30	7	

Bảng 4

		ZrO ₂	SiO ₂ /ZrO ₂	Na ₂ O /ZrO ₂	Fe ₂ O ₃ /ZrO ₂	Cr ₂ O ₃ /ZrO ₂	NiO /ZrO ₂	Al ₂ O ₃ /ZrO ₂	Tốc độ phân hủy ion	Ghi chú
		Thành phần chính	Tập chất							
Đơn vị		% trọng lượng	% trọng lượng	% trọng lượng	% trọng lượng	% trọng lượng	% trọng lượng	% trọng lượng	%	
Ví dụ	1	17,3	0,05	0,12	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,5	Phân hủy sơ cấp: 300-350°C
	2	17,0	0,12	0,19	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,0	Tỷ lệ NaOH: 1,15
	3	17,1	0,05	0,13	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,2	Phân hủy sơ cấp: 400°C
	4	17,2	0,06	0,12	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,4	Phân hủy sơ cấp: 300-350°C
	5	17,2	0,06	0,12	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,5	Phân hủy sơ cấp: 300-350°C
	6	17,4	0,04	0,08	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,7	Kết tụ đáng kể thủy tinh frit
	7	17,0	0,08	0,11	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,6	Si xâm nhập vào dung dịch muối (tăng nhẹ)
	8	16,8	0,03	0,04	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,7	Tăng nhẹ sự rửa giải Zr trong quá trình rửa bằng axit clohydric loãng
	9	17,3	0,09	0,38	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,4	Na vẫn còn trong dung dịch muối
Ví dụ so sánh	1	16,5	0,05	0,13	0,03	0,12	0,07	0,03	97,7	Không phân hủy sơ cấp; Cr và Ni xâm nhập trong khí phân hủy thứ cấp
	2	15,8	0,06	0,12	0,03	0,15	0,09	0,03	96,0	Không phân hủy sơ cấp; Cr và Ni xâm nhập trong khí phân hủy thứ cấp
	3	17,2	0,05	0,11	0,02	0,13	0,06	0,03	99,5	Cr và Ni xâm nhập
	4	16,1	0,67	0,27	0,02	<0,01	<0,01	1,5	92,6	Thùng chứa Al bị ăn mòn; Al xâm nhập
	5	16,0	0,81	0,29	0,03	<0,01	<0,01	0,7	91,3	Thùng chứa Mulit bị ăn mòn; Al và Si xâm nhập
	6	17,1	0,09	0,15	0,93	<0,01	<0,01	0,03	99,5	Thùng chứa sắt bị ăn mòn; Fe xâm nhập
	7	17,3	0,08	0,15	1,06	<0,01	<0,01	0,03	99,3	Thùng chứa sắt bị ăn mòn; Fe xâm nhập (Bột sắt)
	8	17,0	0,05	0,13	0,02	<0,01	<0,01	0,59	99,1	Thùng chứa Al bị ăn mòn; Al xâm nhập
	9	16,8	0,37	0,14	0,02	<0,01	<0,01	0,44	99,0	Thùng chứa Mulit bị ăn mòn; Al và Si xâm nhập
	10	16,1	0,19	0,25	0,03	<0,01	<0,01	0,03	97,1	Tăng nguyên liệu không phân hủy
	11	17,0	0,22	0,02	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,5	Si xâm nhập vào dung dịch muối
	12	16,3	0,07	0,01	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,4	Zr được rửa giải
	13	17,0	0,16	2,55	0,03	<0,01	<0,01	0,03	99,4	Na xâm nhập vào dung dịch muối

Như được làm rõ ở bảng 4, tất cả các ví dụ từ 1 đến 9 sản xuất các dung dịch nước ziricon clorua trong đó, tốc độ phân hủy cát ziricon cao, và sự xâm nhập của tạp chất được ngăn chặn. Ở ví dụ 6, thủy tinh frit sau khi phân hủy thứ cấp được kết tụ; tuy nhiên, dung dịch nước ziricon clorua thu được có độ tinh khiết cao. Ở ví dụ 7, lượng thành phần silic trong dung dịch nước ziricon clorua tăng nhẹ, nhưng không ở mức có vấn đề. Ở ví dụ 8, lượng thành phần natri tăng nhẹ (như trị số được đo khi độ pH của dung dịch nước ziricon clorua là 4), nhưng không ở mức có vấn đề như dung dịch nước ziricon clorua bởi vì lượng các thành phần tạp chất khác thấp.

Mặt khác, ở các ví dụ so sánh 1 và 2 sự phân hủy sơ cấp không xảy ra bởi vì đường kính hạt trung bình (D_{50}) của cát ziricon vượt quá $10\mu\text{m}$. Do đó, lượng kiềm lớn vẫn còn trong sản phẩm được gia nhiệt, và crom và niken từ thùng thép không gỉ xâm nhập trong khi phân hủy thứ cấp. Hơn nữa, tốc độ phân hủy thấp ở các ví dụ so sánh 1 và 2. Ở các ví dụ so sánh 3 đến 5, thùng sắt không được sử dụng trong phân hủy sơ cấp, và thép không gỉ, nhôm, và mulit lần lượt được sử dụng. Theo đó, độ tinh khiết của các dung dịch nước ziricon clorua thu được thấp hơn. Ở ví dụ so sánh 6, phân hủy thứ cấp sử dụng thùng thép không gỉ không được thực hiện, và chỉ phân hủy sơ cấp sử dụng thùng sắt được thực hiện. Theo đó, lượng lớn sắt xâm nhập vào dung dịch nước ziricon clorua. Ở các ví dụ so sánh 7 đến 9, các thùng chứa ngoài thùng thép không gỉ được sử dụng trong khi phân hủy thứ cấp; theo đó, lượng các nguyên tố tạp chất được rửa giải từ các thùng chứa cao hơn. Ở ví dụ so sánh 10, nhiệt độ phân hủy thứ cấp vượt quá 1.100°C ; theo đó, sự xâm nhập của tạp chất vào dung dịch nước ziricon clorua thu được được quan sát. Ở ví dụ so sánh 11, nhiệt độ nước trong khi rửa bằng nước vượt quá 70°C ; theo đó, lượng silic xâm nhập vào dung dịch nước ziricon clorua cao hơn. Ở ví dụ so sánh 12, độ pH trong khi rửa bằng axit boric đã được rửa nước là thấp hơn 1; theo đó, lượng Zr lớn được rửa giải, và hiệu suất thấp hơn (xem bảng 2). Ở ví dụ so sánh 13, độ pH trong khi rửa bằng axit boric đã được rửa nước vượt quá 6; theo đó, lượng natri xâm nhập vào dung dịch nước ziricon clorua cao hơn.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Phương pháp sản xuất dung dịch nước ziricon clorua theo sáng chế có thể sản xuất dung dịch nước ziricon clorua trong đó, tốc độ phân hủy cát ziricon cao, và lượng tạp chất, như natri và sắt, được ngăn chặn đến mức thấp. Nhờ đó, các hợp chất ziricon khác nhau, như ziricon oxyclorua, ziricon hydroxit, ziricon sulfat bazơ, và ziricon oxit hỗn hợp, có thể được sản xuất mà không cần làm sạch dung dịch nước ziricon clorua. Hơn nữa, các hợp chất ziricon có thể được sản xuất với chi phí thấp. Ngoài ra, theo phương pháp sản xuất của sáng chế, các phương tiện sản xuất dễ dàng được nâng cấp,

Ngoài ra, theo phương pháp sản xuất của sáng chế, các phương tiện sản xuất dễ dàng được nâng cấp, và các chi phí đầu tư có thể được giảm. Do đó, sáng chế là hữu dụng trong các lĩnh vực sản phẩm công nghiệp hóa chất khác nhau. Ngoài ra, dung dịch nước zircon clorua được sản xuất có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô để sản xuất các hóa chất khác nhau, và cũng có thể được ứng dụng cho các chất phụ gia, chất xúc tác, v.v., khác nhau.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua bao gồm các bước:

bước 1: nghiền cát zircon đến đường kính hạt trung bình là 10 μ m hoặc nhỏ hơn;

bước 2: bổ sung hợp chất natri vào cát zircon đã được nghiền ở bước 1 để nhờ đó thu được hỗn hợp;

bước 3: nung hỗn hợp thu được ở bước 2 trong thùng sắt ở nhiệt độ 400°C hoặc thấp hơn để nhờ đó thu được sản phẩm phân hủy;

bước 4: nung sản phẩm phân hủy thu được ở bước 3 trong thùng thép không gỉ ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 400 đến 1.100°C để nhờ đó thu được sản phẩm nung;

bước 5: phân tán sản phẩm nung thu được ở bước 4 vào trong nước để điều chế thể phân tán, và rửa sản phẩm nung bằng nước trong khi điều chỉnh nhiệt độ của thể phân tán đến 70°C hoặc thấp hơn, nhờ đó thu được bánh đã được rửa bằng nước;

bước 6: rửa bánh đã được rửa bằng nước thu được ở bước 5 bằng axit clohydric có độ pH nằm trong khoảng từ 1 đến 6 để nhờ đó thu được zircon hydrat; và

bước 7: hòa tan zircon hydrat thu được ở bước 6 trong axit clohydric, và sau đó loại bỏ các thành phần không hòa tan để nhờ đó thu được dung dịch muối.

2. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo điểm 1, trong đó cát zircon ở bước 1 được nghiền đến đường kính hạt trung bình là 2 μ m hoặc nhỏ hơn.

3. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo điểm 1 hoặc 2, trong đó hợp chất natri ở bước 2 là dung dịch nước natri hydroxit có nồng độ nằm trong khoảng 20 đến 90% trọng lượng.

4. Phương pháp sản xuất dung dịch nước zircon clorua theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó nhiệt độ của thể phân tán ở bước 5 được điều chỉnh đến 40°C hoặc thấp hơn.

Fig.1

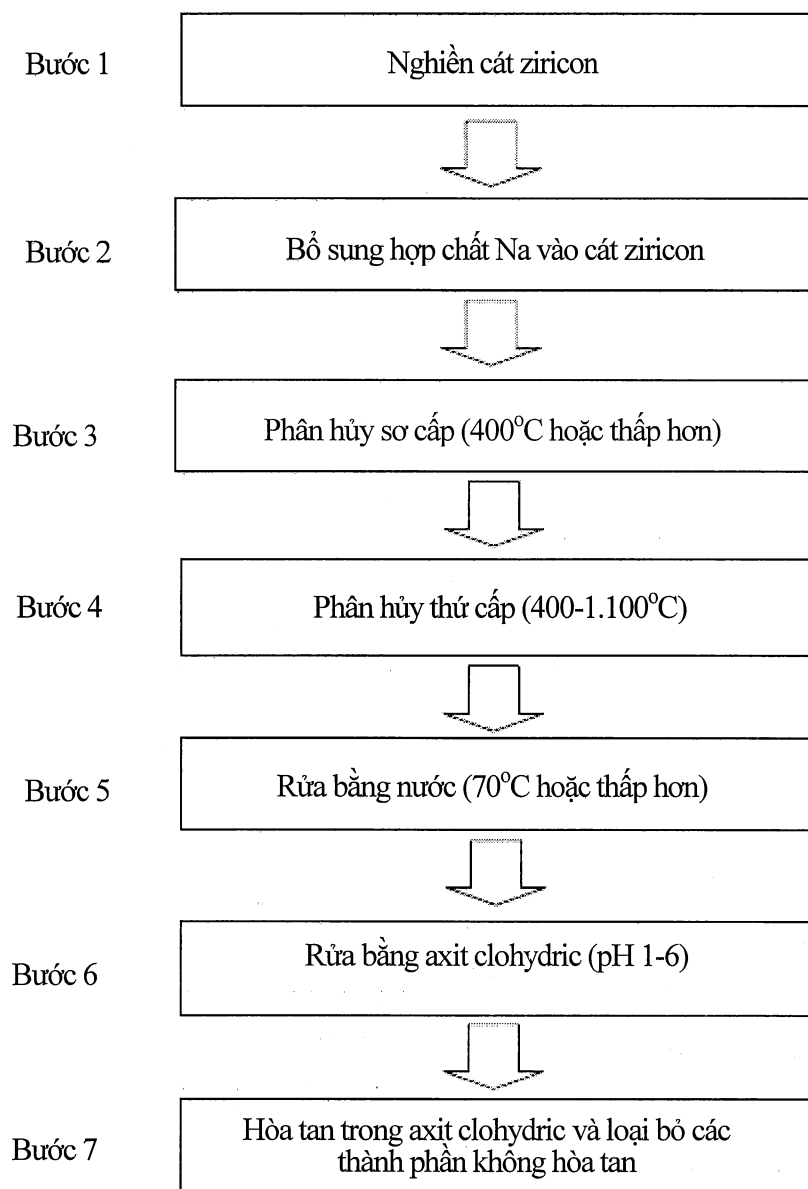


Fig.2

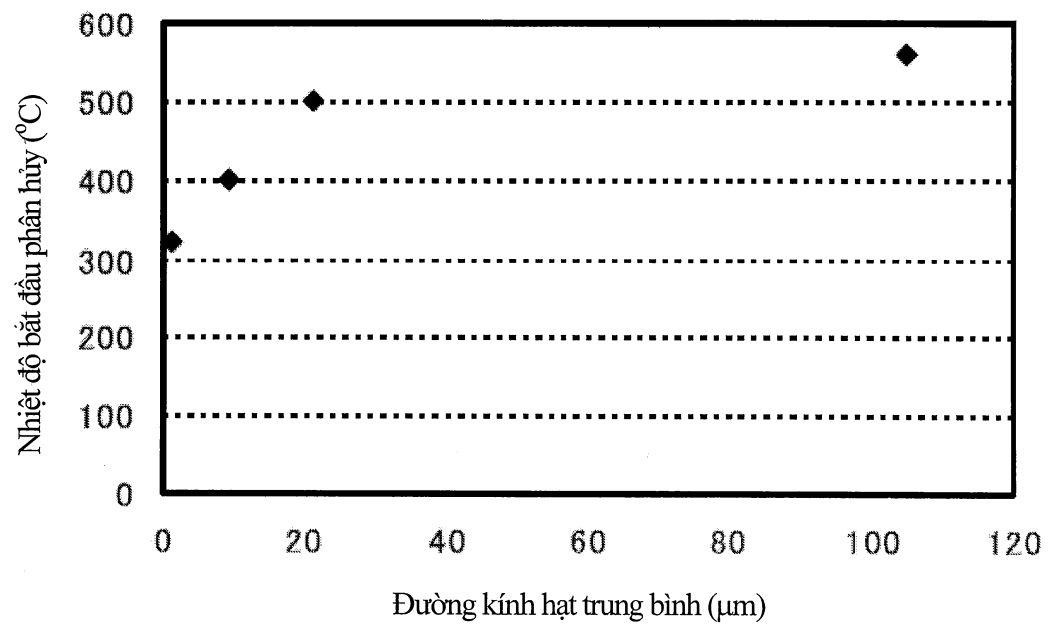


Fig.3

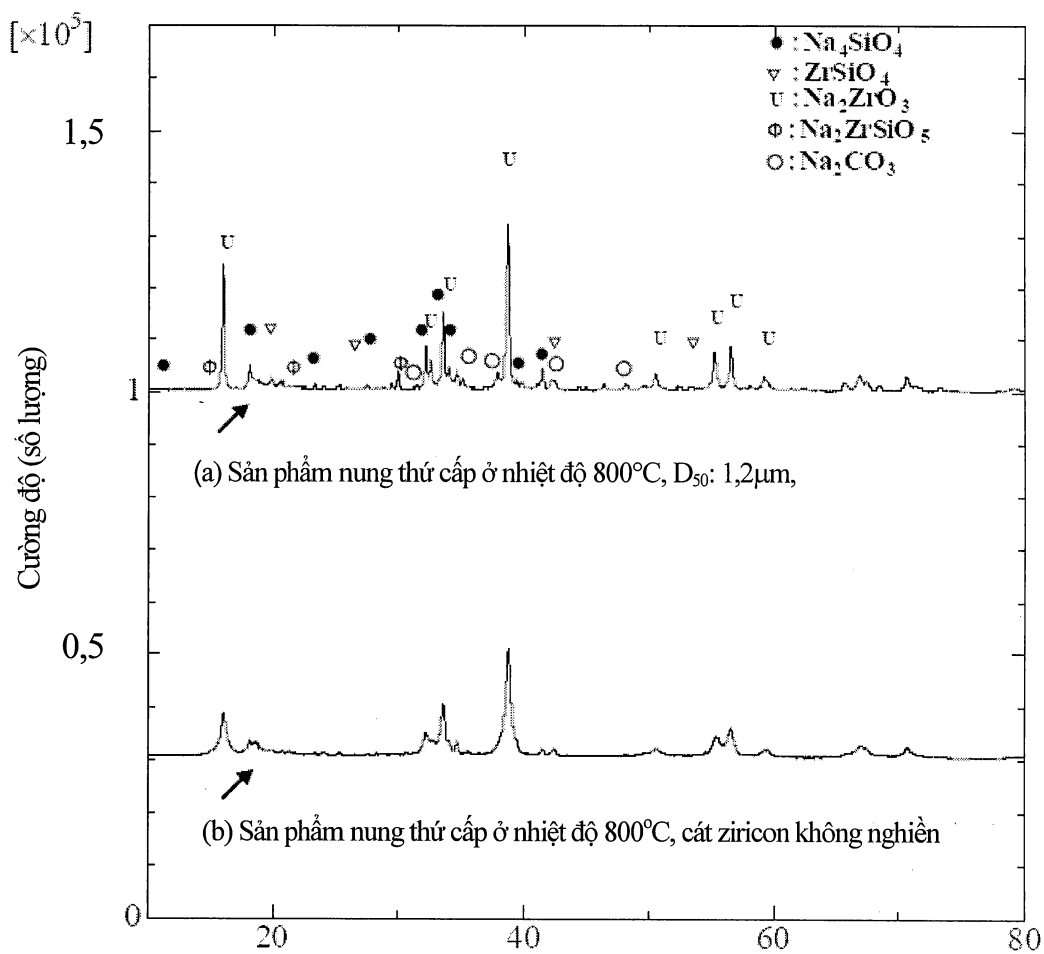


Fig.4

