

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

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

(11) 
1-0019400

(51)⁷ **B24B 57/02**, 57/00, C09K 3/14, B01D 21/06, 21/02, 11/02, B28D 5/00

(13) **B**

(21) 1-2014-01980

(22) 17.12.2012

(86) PCT/JP2012/082607 17.12.2012

(87) WO2013/099666 04.07.2013

(30) 2011-285033 27.12.2011 JP

(45) 25.07.2018 364

(43) 25.09.2014 318

(73) KONICA MINOLTA, INC. (JP)

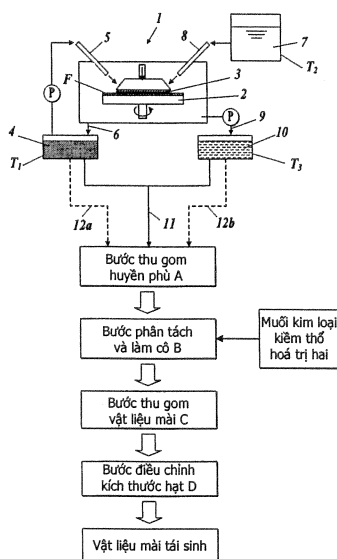
2-7-2, Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo 100-7015, Japan

(72) Atsushi TAKAHASHI (JP), Yuuki NAGAI (JP), Akihiro MAEZAWA (JP)

(74) Văn phòng luật sư Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP TÁCH VẬT LIÊU MÀI

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp để tách vật liệu đánh bóng, vốn có khả năng tách và tái sinh xeri oxit từ vật liệu đánh bóng đã qua sử dụng, vốn chủ yếu bao gồm xeri oxit, nhờ các quy trình có hiệu quả và kinh tế; và vật liệu đánh bóng tái sinh mà có thể thu được nhờ phương pháp phân tách này. Phương pháp tách vật liệu đánh bóng theo sáng chế cho phép tách vật liệu đánh bóng là xeri oxit từ huyền phù của vật liệu đánh bóng đã qua sử dụng vốn có chứa xeri oxit. Phương pháp tách vật liệu đánh bóng này khác biệt ở chỗ, muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai được cho vào huyền phù của vật liệu đánh bóng đã qua sử dụng, trong khi điều chỉnh nhiệt độ của huyền phù này trong khoảng từ 10 đến 70 độ C, nhờ đó làm kết tụ vật liệu đánh bóng trong các điều kiện mà nước cái có độ pH là dưới 10,0 khi độ pH này được chuyển đổi thành độ pH ở 25 độ C, để vật liệu đánh bóng được tách ra khỏi nước cái.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp phân tách vật liệu mài thông qua việc thu gom xeri oxit đã qua sử dụng từ vật liệu mài có chứa xeri oxit đã qua sử dụng để tái sử dụng xeri oxit thu gom được làm vật liệu mài có chứa xeri oxit tái sinh được, và vật liệu mài được tái sinh bằng phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Vật liệu oxit đất hiếm chủ yếu bao gồm xeri oxit và còn chứa lantan oxit, neodim oxit và/hoặc prazeodim oxit đã được sử dụng làm vật liệu mài để đánh bóng mịn vật thể (ví dụ, kính quang học, đế thủy tinh của phương tiện lưu trữ thông tin và đế silic bán dẫn) trong quy trình gia công tinh.

Thông thường, nguyên tố đất hiếm mà là thành phần chính của vật liệu mài, đặc biệt là xeri oxit, thì phụ thuộc vào quặng nhập khẩu bởi vì nguyên tố này là thu được từ quặng không được sản xuất tại Nhật Bản. Vật liệu mài có chứa xeri oxit bao gồm các hạt mịn có độ cứng cao, do đó, nó là thành phần quan trọng để sử dụng làm vật liệu mài quang học đối với các linh kiện điện tử, chẳng hạn thấu kính quang học, đế silic bán dẫn và các tấm kính của màn hình tinh thể lỏng. Vật liệu mài để mài quang học thì có chứa xeri oxit nêu trên, và có thể còn chứa (các) nguyên tố kim loại, chẳng hạn natri và crom và/hoặc (các) nguyên tố đất hiếm, chẳng hạn ytri và dysprosi. Do đó, vật liệu mài để mài quang học được nghiêm cấm không cho thải loại tự do, xét về mặt ô nhiễm môi trường. Do đó, chất lỏng thải mà có chứa xeri oxit được sử dụng trong quá trình đánh bóng được mong muốn là được làm cho không gây ô nhiễm. Vì vậy, các kỹ thuật để tái sử dụng (các)

tài nguyên trong chất lỏng thải của vật liệu mài quang học có chứa xeri oxit cũng là yếu tố quan trọng xét về mặt tạo ra chất lỏng không gây ô nhiễm.

Trong các ngành công nghiệp khác nhau, phương pháp thông thường để thải chất lỏng thải có chứa các hạt lơ lửng thì thường bao gồm bước làm kết tụ và phân tách các hạt lơ lửng nhờ sử dụng chất trung hoà, chất làm đông vô cơ hoặc chất polyme làm đông, bước xả chất lỏng đã xử lý và bước thải cặn đã được kết tụ và đã được phân tách.

Vật liệu mài có chứa xeri oxit được sử dụng với số lượng lớn trong quy trình đánh bóng, và chất lỏng thải của nó cũng chứa (các) thành phần bị theo ra của vật được đánh bóng (ví dụ, các mảnh vụn của kính quang học được đánh bóng). Ngoài ra, cũng khó phân tách được vật liệu mài một cách hiệu quả khỏi (các) thành phần bị theo ra của vật được đánh bóng. Do chất lỏng thải được thải loại sau khi sử dụng như đã mô tả trên đây, nên sẽ gặp phải các vấn đề về môi trường và chi phí thải loại.

Do đó, cần phải có phương pháp để thu gom một cách hiệu quả thành phần chính của vật liệu mài để tái chế nguyên tố đắt hiếm, vốn là một chất liệu hiếm.

Đối với phương pháp thu gom thành phần vật liệu mài, thì Tài liệu sáng chế 1 đã đề xuất phương pháp phân tách chất rắn-chất lỏng, bao gồm bước cho chất điện phân vào chất lỏng của vật liệu mài đã sử dụng mà có chứa vật liệu mài dựa trên xeri oxit vốn để đánh bóng thuỷ tinh, và bước giữ cho nhiệt độ chất lỏng của vật liệu mài ở 25°C trong 2 giờ để hoà tan (các) thành phần bị theo ra từ để được đánh bóng (thành phần Si hoặc thành phần Al), và phân tách vật liệu mài và để cho vật liệu mài tách ra. Theo phương pháp của Tài liệu sáng chế 1, thì hydroxit kim loại kiềm, cacbonat kim loại kiềm, muối của kim loại kiềm và muối amoni được sử dụng làm chất điện phân.

Tài liệu sáng chế 2 bộc lộ phương pháp bao gồm bước cho poly nhôm clorua và chất làm đông bao gồm polyme vào chất lỏng của vật liệu mài đã sử dụng mà có chứa vật liệu mài chủ yếu bao gồm xeri oxit để làm kết tụ thành phần rắn của vật liệu mài đã sử dụng, khử nước để thu được dạng bánh đã khử nước của vật liệu mài thải loại, trộn vật liệu mài thải loại với natri hydroxit dạng nước hoặc kali hydroxit dạng nước để hoà tan (các) tạp chất tan trong nước, và thu gom vật liệu mài bằng cách phân tách chất rắn-chất lỏng. Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ phương pháp bao gồm bước cho axit sunfuric vào vật liệu mài đã sử dụng, nung nóng hỗn hợp này, hoà tan nguyên tố đất hiếm hoặc kim loại hiếm, và phân tách và loại bỏ silic đioxit kết tụ, v.v., trong huyền phù này.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ phương pháp thu gom vật liệu mài dựa trên silic oxit keo, phương pháp này bao gồm bước phân tách chất rắn-chất lỏng bằng cách cho kiềm vào chất lỏng thải đánh bóng cơ-hoá (Chemical Mechanical Polishing - CMP) với sự có mặt của ion magie để điều chỉnh độ pH tới 10 hoặc cao hơn và gây ra sự kết tụ, điều chỉnh độ pH của thành phần chất rắn trong thùng điều chỉnh pH tới 9 hoặc thấp hơn để tách rửa ion magie, và thu gom vật liệu mài. Tài liệu phi sáng chế 1 là một bài báo đánh giá về các phương pháp thu gom kim loại nêu trên.

Tuy nhiên, các phương pháp nêu trên của các Tài liệu sáng chế từ 1 đến 4 chỉ cho phép thu gom được vật liệu mài chưa đủ độ tinh khiết. Vật liệu mài thu gom được này là không phù hợp cho việc đánh bóng mịn.

Theo phương pháp của Tài liệu sáng chế 4, nếu vật liệu mài chủ yếu bao gồm xeri oxit được sử dụng để đánh bóng vật chủ yếu bao gồm silic, chẳng hạn thuỷ tinh, thì việc cho thêm chất phụ gia, chẳng hạn magie clorua, vào huyền phù có chứa vật liệu mài vốn có chứa vật liệu mài đã sử dụng với độ pH bằng 10 hoặc lớn hơn sẽ gây ra sự đồng kết tụ của thành phần vật liệu

mài và thành phần thủy tinh, điều này làm giảm độ tinh khiết của vật liệu mài tái sinh thu được. Điều này là vì, khi độ pH lớn hơn 10, thì (các) thành phần bị theo ra từ vật được đánh bóng vốn chủ yếu bao gồm silic (ví dụ, thủy tinh) sẽ trở nên dễ kết tụ hơn so với thành phần vật liệu mài khi cho thêm chất phụ gia.

Tài liệu sáng chế 5 bộc lộ phương pháp sản xuất vật liệu mài có chứa xeri oxit tái sinh, bằng cách kết đông chất lỏng đã sử dụng thu gom được để tái sinh các hạt thứ cấp của xeri oxit trước khi loại nước. Tuy nhiên, phương pháp của Tài liệu sáng chế 5 cần đến cơ sở vật chất đồ sộ để thực hiện việc kết đông, do đó, cần vốn đầu tư ban đầu lớn.

Các tài liệu về giải pháp đã biết

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 06-254764

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 11-90825

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 11-50168

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2000-254659

Tài liệu sáng chế 5: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2010-214515

Các tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: Bài báo cáo Kinzoku-Shigen (báo cáo về các tài nguyên kim loại) trang 45, Tháng 11 năm 2010.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế nhằm khắc phục các vấn đề nêu trên bằng cách đề xuất phương pháp phân tách vật liệu mài, phương pháp này bao gồm bước phân tách và thu gom xeri oxit từ vật liệu mài đã qua sử dụng, vốn chủ yếu bao gồm xeri oxit, một cách hiệu quả và kinh tế, và vật liệu mài tái sinh được sản xuất bằng phương pháp này.

Các phương pháp khắc phục vấn đề

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu một cách nghiêm túc các vấn đề nêu trên, và đề xuất phương pháp phân tách vật liệu mài thông qua việc phân tách vật liệu mài có chứa xeri oxit từ vật liệu mài đã qua sử dụng mà có chứa xeri oxit, ví dụ, huyền phù có chứa vật liệu mài mà có chứa nước rửa, hoặc huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng, phương pháp này bao gồm các bước: cho muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai vào huyền phù của vật liệu mài đã qua sử dụng trong lúc nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng này được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70°C trong điều kiện mà không làm kết tụ (các) thành phần không phải là vật liệu mài; làm kết tụ vật liệu mài tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái tại 25°C; và phân tách vật liệu mài khỏi nước cái. Phương pháp này cho phép thu gom xeri oxit từ vật liệu mài đã qua sử dụng, vốn chủ yếu bao gồm xeri oxit, một cách hiệu quả và kinh tế, và thu được vật liệu mài tái sinh một cách đơn giản. Giải pháp theo sáng chế được thực hiện như thế.

Tức là mục đích nêu trên của sáng chế được thực hiện theo các phương pháp như sau.

1. Phương pháp để tách vật liệu mài có chứa xeri oxit từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng vốn có chứa xeri oxit, phương pháp này bao gồm các bước:

cho muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai vào huyền phù của vật liệu mài đã qua sử dụng này trong lúc nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng này được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70 °C; làm kết tụ vật liệu mài tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái tại 25°C; và

phân tách vật liệu mài khỏi nước cái.

2. Phương pháp theo mục 1, trong đó

muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai là muối magie.

3. Phương pháp theo mục 1 hoặc 2, trong đó

khoảng nhiệt độ được điều tiết của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng là từ 10 đến 40°C.

4. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 3, trong đó:

bể tách được sử dụng theo phương pháp này có bao gồm bộ điều tiết nhiệt độ.

5. Vật liệu mài tái sinh được sản xuất bằng phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 4.

Các hiệu quả của giải pháp theo sáng chế

Theo các dấu hiệu nêu trên của sáng chế, có thể đề xuất phương pháp phân tách vật liệu mài, phương pháp này bao gồm bước phân tách và thu gom xeri oxit từ vật liệu mài đã qua sử dụng, vốn chủ yếu bao gồm xeri oxit, một cách hiệu quả và kinh tế, và vật liệu mài tái sinh được sản xuất bằng phương pháp này.

Các cơ chế của những hiệu quả nêu trên của sáng chế vẫn chưa được bộc lộ một cách hoàn toàn và tuyệt đối, nhưng có thể đưa ra những suy luận như sau.

Hiệu quả của sáng chế khác biệt ở chỗ, phương pháp thu gom một cách có chọn lọc xeri oxit, vốn là thành phần chính của vật liệu mài, từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng với nồng độ cao, sẽ không chỉ cho phép thu gom xeri oxit mà còn cho phép tăng năng suất thu gom xeri oxit và thu được vật liệu mài tái sinh có (các) tạp chất ở nồng độ thấp và xeri oxit với độ tinh khiết cao.

Ý tưởng kỹ thuật là tận dụng sự tương tác cụ thể giữa xeri oxit và muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, chẳng hạn muối magie. Chất làm đông có trọng lượng riêng lớn thường được cho vào vật liệu mài đã qua sử dụng để phân tách vật liệu mài đã qua sử dụng này ra dưới dạng thành phần chất rắn, sau đó là tinh chế xeri oxit để tái sinh vật liệu mài. Thành phần thuỷ tinh bị theo ra từ vật được đánh bóng và được sinh ra trong quá trình đánh bóng thuỷ tinh, chẳng hạn các hạt silic đioxit, cũng nằm trong xeri oxit thu gom được, vốn là thành phần rắn hoặc ở dạng huyền phù có chứa vật liệu mài có chứa xeri oxit. Để phân tách thành phần thuỷ tinh này thì cần phải thực hiện thêm các quy trình xử lý nữa.

Ngược lại, theo phương pháp để tách vật liệu mài theo sáng chế, muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, chẳng hạn muối magie, được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng trong lúc nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng này được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70°C mà không bổ sung bất kì chất phụ gia nào khác, chẳng hạn chất điều chỉnh pH, sau đó, xeri oxit được làm kết tụ một cách có chọn lọc tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái tại 25°C để không làm kết tụ thành phần thuỷ tinh không phải là vật liệu mài. Do đó, chúng có thể được phân tách một cách hiệu quả. Vì vậy, phương pháp theo sáng chế có thể cho phép tách xeri oxit một cách có chọn lọc với nồng độ cao và không

cần phải tinh chế sau đó. Do đó, phương pháp theo sáng chế có thể cho phép đơn giản hoá (các) bước sau khi phân tách.

Theo sáng chế, cần phải cho muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, chẳng hạn muối magie, vào huyền phù thu gom được trong lúc nhiệt độ của huyền phù thu gom được này được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70°C mà không cho thêm chất điều chỉnh pH nào, sau đó, độ pH đã được chuyển đổi của nước cái tại 25°C được duy trì ở dưới 10 như độ pH sau khi cho muối magie ở quá trình phân tách sản phẩm kết tụ. Theo sáng chế, độ pH sau khi cho muối magie có nghĩa là độ pH ngay sau khi (ngay lúc) cho xong muối magie.

Cũng đã thấy rằng muối magie được sử dụng khi thu gom vật liệu mài sẽ được hấp thụ một phần vào các hạt xeri oxit, nhờ đó nằm lại trong vật liệu mài có chứa xeri oxit tái sinh được, và cũng đã thấy rằng muối magie này được gắn kết vào xeri oxit thông qua liên kết riêng và ngăn không cho xeri oxit trở thành các hạt quá mịn khi được sử dụng về sau làm vật liệu mài.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là lưu đồ minh hoạ các bước cơ bản của phương pháp tách vật liệu mài theo sáng chế.

Fig.2 minh hoạ một ví dụ về lưu đồ của bước phân tách và làm cô và bước thu gom vật liệu mài, mà phương pháp để tách vật liệu mài theo sáng chế có thể được áp dụng vào đó.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế

Phương pháp tách vật liệu mài theo sáng chế là phương pháp để tách vật liệu mài có chứa xeri oxit từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử

dụng mà có chứa xeri oxit, phương pháp này khác biệt ở chỗ muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, chẳng hạn muối magie, được cho vào huyền phù đã sử dụng trong lúc nhiệt độ của huyền phù đã sử dụng này được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70°C, sau đó, vật liệu mài được làm kết tụ một cách chọn lọc tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái ở 25°C để không làm kết tụ thành phần không phải là vật liệu mài, và sau đó, vật liệu mài được tách ra khỏi nước cái. Dấu hiệu này được nêu ở các điểm yêu cầu bảo hộ từ 1 đến 5.

Để đạt được các hiệu quả của sáng chế một cách đầy đủ hơn, thì tốt hơn nếu muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai là muối magie, tốt hơn nếu khoảng nhiệt độ được điều tiết của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng là từ 10 đến 40°C, và bề tách được sử dụng theo phương pháp này bao gồm bộ điều tiết nhiệt độ.

Sáng chế, và các phần tử và các phương án của sáng chế, sẽ được mô tả chi tiết. Các khoảng giá trị được biểu diễn bằng câu “(từ) A đến B” trong phần mô tả sau đây bao gồm các giá trị nhỏ nhất là A và lớn nhất là B trong các khoảng này.

Phương pháp tách vật liệu mài

Lưu đồ của các bước mà phương pháp để tách vật liệu mài theo một phương án thực hiện sáng chế có thể được áp dụng sẽ được mô tả dựa vào các hình vẽ.

Fig.1 là lưu đồ minh hoạ các bước cơ bản mà phương pháp tách vật liệu mài theo sáng chế có thể được áp dụng vào đó.

Trong quy trình đánh bóng được minh hoạ trên Fig.1, thiết bị mài 1 bao gồm bề mặt mài 2 mà vải nhám F bao gồm vải không dệt, bột nhựa tổng hợp hoặc da tổng hợp, được làm dính lên đó. Bề mặt mài 2 này là có thể quay được. Trong quá trình đánh bóng, bề mặt mài 2 được làm quay trong

lúc vật cần được đánh bóng 3 (ví dụ, thủy tinh) được đẩy từ vào bề mặt mài 2 với một áp lực định trước. Đồng thời, chất lỏng của vật liệu mài có chứa xeri oxit 4 (tức là huyền phù có chứa vật liệu mài) được cung cấp qua vòi cấp huyền phù 5 bằng bơm. Chất lỏng của vật liệu mài có chứa xeri oxit 4, vốn chứa vật liệu mài được sử dụng khi đánh bóng, sẽ đi qua đường chảy 6, sau đó được đổ vào bể chứa huyền phù T_1 . Chất lỏng của vật liệu mài có chứa xeri oxit 4 được quay vòng đi quay vòng lại giữa thiết bị mài 1 và bể chứa huyền phù T_1 .

Nước rửa 7 được đổ vào bể chứa nước rửa T_2 , và để rửa thiết bị mài 1, sẽ được phun qua vòi phun nước rửa 8 vào phần đánh bóng. Sau đó, chất lỏng rửa có chứa vật liệu mài 10 sẽ đi qua đường chảy 9 nhờ bơm và được gom vào bể chứa chất lỏng rửa T_3 . Bể chứa chất lỏng rửa T_3 được sử dụng để gộp chất lỏng rửa mà đã được sử dụng trong quá trình rửa (tráng). Chất lỏng được gộp này liên tục được khuấy bằng cánh khuấy để tránh không bị lắng và kết tụ.

Cả chất lỏng của vật liệu mài 4, vốn được gộp lại trong bể chứa huyền phù T_1 và được lưu thông và được sử dụng, lẫn chất lỏng rửa 10, vốn được gộp lại trong bể chứa chất lỏng rửa T_3 , đều không chỉ có chứa các hạt xeri oxit, tức là vật liệu mài, mà còn có chứa (các) thành phần không phải là vật liệu mài bị loại ra từ vật được đánh bóng 3 (ví dụ, thủy tinh), vốn được đánh bóng trong quy trình đánh bóng.

Sau đó, chất lỏng của vật liệu mài 4 và chất lỏng rửa 10 được trộn lẫn rồi được thu gom, hoặc được thu gom riêng rẽ. Bước này được gọi là bước thu gom huyền phù A.

Sau đó, muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai được cho dưới dạng muối vô cơ vào hỗn hợp của, hoặc mỗi trong số, chất lỏng của vật liệu mài 4 và chất lỏng rửa 10, vốn được thu gom ở bước thu gom huyền phù A (hỗn hợp

của các chất lỏng này được gọi là nước cái, và mỗi chất lỏng cũng được gọi là nước cái), trong lúc nhiệt độ của nước cái được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70°C. Sau đó, vật liệu mài được tách khỏi nước cái và được làm cô tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái ở 25°C để không làm kết tụ (các) thành phần không phải là vật liệu mài (ví dụ, bột thủy tinh), để tách vật liệu mài một cách có chọn lọc từ nước cái (bước phân tách và làm cô B).

Sau đó, quá trình tách chất lỏng-chất rắn được thực hiện nhờ tận dụng sự lắng tự phát để tách sản phẩm cô, vốn có chứa vật liệu mài, khỏi dịch nổi, vốn chứa (các) thành phần không phải là vật liệu mài. Không có cách thức bắt buộc nào được sử dụng trong quá trình phân tách này. Theo đó, nước cái được phân tách thành dịch nổi có chứa (các) thành phần không phải là vật liệu mài, v.v., và thành phần cô có chứa cặn xeri oxit. Sau đó, dịch nổi này được thải loại bằng cách lắng gạn, ví dụ, làm nghiêng bể chứa, hoặc bằng cách đặt ống xả vào gần mặt giao giữa dịch nổi và sản phẩm cô trong bể chứa, để chỉ xả dịch nổi khỏi bể chứa và thu gom vật liệu mài (bước thu gom vật liệu mài C).

Ở thành phần cô có chứa xeri oxit tách ra được, thì các hạt xeri oxit tạo thành các đám kết tụ (tức là các hạt thứ cấp) cùng với muối vô cơ. Để phá vỡ các đám kết tụ này thành các hạt sơ cấp gần như tinh khiết, thì nước và chất phân tán được cho vào, và thiết bị phân tán được sử dụng để thu được các hạt với kích thước mong muốn (bước điều chỉnh kích thước hạt D).

Do đó, có thể thu được vật liệu mài tái sinh với nồng độ tạp chất thấp và độ tinh khiết cao một cách đơn giản.

Tiếp theo, phương pháp tách vật liệu mài và các kỹ thuật của phương pháp này theo phương án này của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết.

Vật liệu mài

Thông thường, các hạt mịn của Bengala (α Fe₂O₃), xeri oxit, nhôm oxit, mangan oxit và/hoặc ziricon oxit, hoặc silic oxit keo, được cho phân tán dưới dạng vật liệu mài vào nước hoặc dầu để tạo thành huyền phù, và huyền phù này được sử dụng để đánh bóng các loại kính quang học, các loại đế bán dẫn, và các vật tương tự. Ngược lại, vật liệu mài được sử dụng theo sáng chế chủ yếu bao gồm xeri oxit. Vật liệu mài này áp dụng được cho kỹ thuật đánh bóng cơ-hoá (Chemical Mechanical Polishing - CMP). Kỹ thuật CMP sử dụng các phản ứng cơ học và hoá học và đạt được tốc độ đủ cao và độ phẳng mịn cao khi đánh bóng bề mặt của đế bán dẫn hoặc thuỷ tinh.

Trên thực tế, xeri oxit vốn được sử dụng làm vật liệu mài thường không phải là xeri oxit dạng tinh khiết, mà ở dạng được gọi là quặng bastnaesit được điều chế bằng cách nung kết quặng khoáng vật trong các nguyên tố đất hiếm và nghiền quặng khoáng vật này. Ở xeri oxit dạng này, thì xeri oxit là thành phần chính. Ngoài ra, các nguyên tố đất hiếm khác, chẳng hạn lantan, neodim, prazeodim, và các chất tương tự, cũng được chứa trong xeri oxit. Các florua của chúng có thể được chứa trong xeri oxit ngoài các oxit của chúng ra.

Thành phần và hình dạng của xeri oxit được sử dụng theo sáng chế là không bị giới hạn cụ thể. Xeri oxit hiện có trên thị trường cũng có thể được sử dụng làm vật liệu mài theo sáng chế. Tốt hơn nếu nồng độ xeri oxit là lớn hơn hoặc bằng 50% về khối lượng để đạt được các hiệu quả của sáng chế một cách đầy đủ hơn.

Quy trình đánh bóng

Vật liệu mài được sử dụng theo cách như sau (quy trình đánh bóng). Phương pháp theo sáng chế là phương pháp tách vật liệu mài từ vật liệu mài đã qua sử dụng, vốn được sử dụng như được mô tả dưới đây.

Lấy quy trình đánh bóng để thuỷ tinh làm ví dụ, một quy trình đánh bóng thường bao gồm bước điều chế huyền phù có chứa vật liệu mài, bước đánh bóng và bước rửa, như được minh hoạ trên Fig.1.

(1) Điều chế huyền phù có chứa vật liệu mài

Bột vật liệu mài chủ yếu bao gồm xeri oxit được cho một lượng từ 1 đến 15% về khối lượng vào dung môi, chẳng hạn nước, và sau đó được làm phân tán trong dung môi này để thu được huyền phù có chứa vật liệu mài. Huyền phù có chứa vật liệu mài này được lưu thông qua thiết bị mài và được sử dụng. Bột xeri oxit (các hạt mịn) được sử dụng làm vật liệu mài có kích thước trung bình từ vài chục nano mét đến vài micro mét.

Nhờ cho chất phân tán và các chất tương tự mà có thể ngăn chặn được sự kết tụ của các hạt xeri oxit. Tốt hơn nếu trạng thái phân tán được duy trì bằng cách khuấy bằng máy khuấy, hoặc các thiết bị tương tự. Nói chung, tốt hơn nếu bể gộp huyền phù có chứa vật liệu mài được bố trí ngay cạnh thiết bị mài, trạng thái phân tán được duy trì bằng máy khuấy hoặc các thiết bị tương tự, và huyền phù có chứa vật liệu mài được cung cấp vào thiết bị mài và được lưu thông qua thiết bị mài nhờ sử dụng bơm cấp.

(2) Đánh bóng

Như được minh hoạ trên Fig.1, để thuỷ tinh được đánh bóng bằng cách đưa nó vào tiếp xúc với bề mài (vải nhám) và di chuyển để thuỷ tinh này và bề mài so với nhau để tác động áp lực, cùng với sự bổ sung huyền phù có chứa vật liệu mài vào phần tiếp xúc.

(3) Rửa

Khi đánh bóng xong, thì một lượng lớn vật liệu mài sẽ bám trên bề thuỷ tinh và thiết bị mài. Do đó, nước, hoặc các chất tương tự, được cung cấp thay cho huyền phù có chứa vật liệu mài sau khi đánh bóng, để rửa vật liệu mài khỏi bề thuỷ tinh và thiết bị mài, như đã được minh hoạ trên đây

dựa vào Fig.1. Sau đó, nước rửa có chứa vật liệu mài được xả ra ngoài hệ thống đánh bóng.

Sau khi rửa thì một lượng vật liệu mài nhất định sẽ bị xả ra ngoài hệ thống đánh bóng, do đó, lượng vật liệu mài trong hệ thống đánh bóng bị giảm đi. Để bù vào lượng giảm này, thì huyền phù có chứa vật liệu mài mới sẽ được cấp mới vào bể chứa huyền phù T_1 . Quá trình cung cấp bổ sung này có thể được thực hiện mỗi lần đánh bóng hoặc sau mỗi khoảng thời gian định trước trong quá trình đánh bóng. Tốt hơn nếu vật liệu mài ở trạng thái được phân tán đều trong dung môi trong quá trình cung cấp bổ sung.

Huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng]

Theo sáng chế, huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng là huyền phù có chứa vật liệu mài bị xả ra ngoài hệ thống bao gồm thiết bị mài và bể chứa huyền phù có chứa vật liệu mài, và được phân loại thành hai loại như sau.

Một loại là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất, có chứa nước rửa được xả ra trong quá trình rửa (huyền phù trắng), và loại còn lại là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai mà đã được sử dụng và được gộp lại trong bể chứa huyền phù T_1 (huyền phù đã hết tuổi thọ sử dụng). Theo sáng chế, chúng được gọi lần lượt là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai. Tốt hơn nếu giải pháp theo sáng chế được áp dụng cho cả huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất lẫn huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai, nhưng cũng có thể được áp dụng cho một trong hai loại huyền phù này.

Huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất, vốn có chứa nước rửa, khác biệt ở hai dấu hiệu như sau.

1) Huyền phù này được xả ra trong quá trình rửa. Do đó, huyền phù này có chứa một lượng lớn nước rửa, và nồng độ vật liệu mài trong huyền phù này

là thấp hơn nồng độ vật liệu mài trong huyền phù trong bể chứa.

2) Thành phần thủy tinh, vốn có mặt trên vải nhám hoặc các bộ phận tương tự, sẽ có mặt trong huyền phù này do quá trình rửa.

Ngược lại, huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai khác biệt ở chỗ nồng độ của thành phần thủy tinh là cao hơn so với nồng độ của thành phần thủy tinh của huyền phù có chứa vật liệu mài mới.

Tái sinh vật liệu mài có chứa xeri oxit

Theo sáng chế, phương pháp để tách vật liệu mài để tạo ra vật liệu mài có chứa xeri oxit tái sinh chủ yếu bao gồm bốn bước là: bước thu gom huyền phù A, bước phân tách và làm cô B, bước thu gom vật liệu mài C và bước điều chỉnh kích thước hạt D.

1: Bước thu gom huyền phù A

Ở bước này, huyền phù có chứa vật liệu mài, vốn được xả ra từ hệ thống bao gồm thiết bị mài và bể chứa huyền phù, sẽ được thu gom. Huyền phù cần được thu gom ở bước này được phân loại thành huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất, vốn chứa nước rửa, và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai, vốn đã qua sử dụng.

Nồng độ của vật liệu mài có chứa xeri oxit trong huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được thường bằng khoảng 0,1 đến 40% về khối lượng.

Huyền phù thu gom được có thể được đưa vào bước tách ngay sau khi thu gom, hoặc có thể được gộp lại để thu được một lượng huyền phù nhất định. Trong mỗi trường hợp, tốt hơn nếu huyền phù thu gom được được khuấy liên tục để duy trì trạng thái phân tán.

Theo sáng chế, huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước thu gom huyền phù A có thể được trộn với nhau để điều chế nước cái rồi được xử lý ở bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C. Nếu không thì

huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước thu gom huyền phù A có thể được xử lý riêng rẽ ở bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C dưới dạng các nước cái độc lập với nhau.

2: Bước phân tách và làm cô B

Mỗi huyền phù thu gom được, vốn đã qua sử dụng, đều có chứa thành phần thủy tinh bị theo ra từ vật được đánh bóng. Nồng độ của vật liệu mài bị giảm đi do dòng chảy của nước rửa. Để sử dụng lại huyền phù này cho quá trình đánh bóng, thì thành phần thủy tinh này cần phải được tách ra, và thành phần vật liệu mài cần phải được làm cô lại.

Ở bước phân tách và làm cô B của phương pháp để tách vật liệu mài theo sáng chế, thì muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai được cho vào huyền phù thu gom được (nước cái), vốn thu gom được ở bước thu gom huyền phù A trong lúc nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70°C, sau đó, vật liệu mài được làm kết tụ tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái để không làm kết tụ (các) thành phần không phải là vật liệu mài. Do đó, thành phần vật liệu mài mà chủ yếu bao gồm xeri oxit sẽ được làm kết tụ, rồi lắng gạn. Sau đó, sản phẩm cô được tách ra khỏi dịch nổi vốn có chứa phần lớn thành phần thủy tinh. Do đó, bước này vừa cho phép phân tách thành phần xeri oxit khỏi thành phần thủy tinh, vừa cho phép làm cô trong huyền phù có chứa vật liệu mài.

Các hoạt động cụ thể sẽ được mô tả dựa vào Fig.2.

Fig.2 minh hoạ một ví dụ về lưu đồ của bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C, mà phương pháp để tách vật liệu mài theo sáng chế có thể được áp dụng vào đó.

Bước (B-1)

Huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13, vốn được thu thập ở bước trước đó, tức là bước thu gom huyền phù A, được rót vào bể tách 14 có ống dò nhiệt độ T, máy khuấy 15, và bao giữ nhiệt H ở mặt ngoài của bể tách. Sau khi huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 được rót vào bể tách 14, thì nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 được điều tiết đến nhiệt độ định trước nhờ sử dụng bao giữ nhiệt H. Việc điều tiết nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 đến nhiệt độ định trước là được thực hiện bằng cách cho môi chất làm mát, chẳng hạn môi chất lạnh và nước làm mát, hoặc môi chất làm nóng, chẳng hạn nước ấm và hơi nước, đi qua bao giữ nhiệt H, tùy theo nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 mà ống dò nhiệt độ T dò được.

Bước (B-2)

Sau khi nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 được điều tiết đến nhiệt độ định trước, thì muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai được cho dưới dạng muối vô cơ từ bình cấp thốt cổ 16 vào huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 vốn đang được khuấy, sau đó, độ pH đã được chuyển đổi của nước cái tại 25°C được giữ ở dưới 10.

Bước (B-3)

Các hạt xeri oxit trong huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 được làm kết tụ một cách có chọn lọc do sự bổ sung muối vô cơ, và sau đó sự lắng kết tụ xảy ra để tạo thành sản phẩm cô 18. Ở dịch nổi 17, mà cặn xeri oxit được tách ra khỏi đó, có chứa (các) thành phần không phải là vật liệu mài, chẳng hạn thành phần thuỷ tinh. Do đó, vật liệu mài và (các) thành phần không phải vật liệu mài được tách ra khỏi nhau.

Muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai

Theo sáng chế, muối vô cơ được sử dụng để làm kết tụ xeri oxit là muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai.

Các ví dụ về muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai được sử dụng theo sáng chế bao gồm các muối canxi, các muối bari, các muối berili và các muối magie. Trong số các muối này, thì các muối magie được ưu tiên sử dụng để đạt được các hiệu quả của sáng chế một cách đầy đủ hơn.

Muối magie điện phân bất kì cũng có thể được sử dụng theo sáng chế mà không bị giới hạn cụ thể. Xét về độ tan cao trong nước, thì magie clorua, magie bromua, magie iotua, magie sulfat và magie axetat được ưu tiên sử dụng. Xét về khả năng ít làm thay đổi độ pH và khả năng xử lý cặn vật liệu mài và chất lỏng thải, thì magie clorua và magie sulfat được đặc biệt ưu tiên sử dụng.

Phương pháp cho muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai

Phương pháp cho (bổ sung) muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai sẽ được mô tả, với muối magie được lấy làm ví dụ.

a) Nồng độ muối magie

Bột muối magie có thể được cho trực tiếp vào huyền phù thu gom được, hoặc muối magie này có thể được hoà tan trong dung môi, chẳng hạn nước, rồi được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài. Tốt hơn nếu muối magie được hoà tan trong dung môi rồi được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài để đạt được nồng độ đồng nhất trong huyền phù sau khi cho.

Tốt hơn nếu nồng độ này bằng từ 0,5 đến 50% về khối lượng trong dung dịch nước. Để hạn chế sự thay đổi độ pH của hệ thống và để phân tách thành phần thuỷ tinh một cách hiệu quả hơn, thì tốt hơn nếu nồng độ này bằng từ 10 đến 40% về khối lượng.

b) Nhiệt độ khi bổ sung muối magie

Nhiệt độ khi cho muối magie có thể nằm trong khoảng từ nhiệt độ kết đông huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được đến 90°C. Để điều tiết một cách ổn định nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài và phân

tách thành phần thuỷ tinh một cách hiệu quả, thì tốt hơn nếu nhiệt độ này nằm trong khoảng từ 10 đến 70°C, và tốt hơn nữa nếu nằm trong khoảng từ 10 đến 40°C.

c) Tốc độ bổ sung muối magie

Tốt hơn nếu tốc độ bổ sung muối magie được điều chỉnh sao cho nồng độ của muối magie được bổ sung trong huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được không ngay lập tức bị thay đổi nhiều và muối magie được bổ sung có mặt đồng nhất trong huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được. Tốt hơn nếu lượng muối magie được bổ sung mỗi phút là nhỏ hơn hoặc bằng 20% về khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 10% về khối lượng, trên tổng lượng muối magie cần được bổ sung.

d) Trị số pH sau khi cho muối magie

Ở bước phân tách và làm cô B theo sáng chế, muối magie được cho vào, sau đó, quá trình phân tách và làm cô được thực hiện tại độ pH đã được chuyển đổi là dưới 10 của nước cái tại nhiệt độ 25°C mà không điều chỉnh trước độ pH của huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được. Thông thường, huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được có tính kiềm, và độ pH của nó nằm trong khoảng từ 8 đến dưới 10 do sự có mặt của thành phần thuỷ tinh. Do đó, không cần phải điều chỉnh trước độ pH của huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được.

Theo sáng chế, độ pH này được thu thập từ phép đo tại 25°C bằng máy đo độ pH Lacombe tester bench (pH1500, do công ty AS ONE CORPORATION sản xuất).

Theo sáng chế, độ pH này là nhỏ hơn hoặc bằng độ pH sau khi bổ sung muối magie hoặc khi bổ sung muối magie ở quá trình phân tách sản phẩm cô. Theo sáng chế, độ pH sau khi cho muối magie là độ pH ngay sau khi (ngay lúc) cho xong muối magie.

Cho đến lúc phân tách xong sản phẩm cô, thì độ pH này vẫn nhỏ hơn hoặc bằng độ pH sau khi bổ sung muối magie. Cụ thể là, độ pH này, tức là độ pH đã được chuyển đổi tại 25°C, được giữ dưới 10, và tốt hơn nếu nó nằm trong khoảng từ 6,5 đến dưới 10. Bằng cách giữ cho độ pH này dưới 10, thì thành phần thuỷ tinh trong chất lỏng thải có thể được ngăn không cho bị làm kết tụ, do đó, độ tinh khiết của xeri oxit thu gom được có thể tăng lên. Trị số nhỏ nhất của độ pH sau khi bổ sung muối magie là lớn hơn hoặc bằng 6,5, có tính đến sự suy giảm độ tinh khiết do chất điều chỉnh pH và khả năng xử lý.

e) Khuấy sau khi cho muối magie

Sau khi cho muối magie, tốt hơn nếu quá trình khuấy được tiếp tục thực hiện trong 10 phút hoặc lâu hơn, và tốt hơn nếu là 30 phút hoặc lâu hơn. Khi cho muối magie, thì các hạt vật liệu mài bắt đầu kết tụ. Việc khuấy liên tục sẽ làm cho trạng thái kết tụ đồng nhất trong chất lỏng và giảm bớt sự phân bố kích thước hạt, điều này tạo thuận lợi cho việc phân tách sau đó.

f) Điều tiết nhiệt độ sau khi cho muối magie

Phương pháp để tách vật liệu mài theo sáng chế khác biệt ít nhất ở chỗ muối magie, vốn là muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài trong khi nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài này được điều tiết đến nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 70°C.

Bằng cách điều tiết cho nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài trong lúc bổ sung muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai nằm trong khoảng từ 10 đến 70°C, thì thành phần vật liệu mài chủ yếu bao gồm xeri oxit có thể được làm cho kết tụ một cách hiệu quả và được tách ra một cách có chọn lọc, trong khi phần lớn thành phần thuỷ tinh có thể được làm cho ở lại trong dịch nổi. Do đó, công việc điều tiết này cho phép tách thành phần xeri oxit một

cách hiệu quả khỏi thành phần thuỷ tinh.

Tốt hơn nếu nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài nằm trong khoảng từ 10 đến 70°C, tốt hơn nếu từ 10 đến 60°C, và tốt hơn nữa nếu từ 10 đến 40°C.

Khi nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài là lớn hơn hoặc bằng 10°C thì sự phân tách chất rắn-chất lỏng trong huyền phù có chứa vật liệu mài này sẽ không xảy ra, và độ tan của muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài này có thể được giữ ở mức độ có lợi. Do đó, thành phần vật liệu mài có thể được tách một cách chắc chắn khỏi (các) thành phần không phải là vật liệu mài mà không cần phải đầu tư nhiều vào thiết bị nhà máy, chẳng hạn thiết bị làm mát. Khi nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài là nhỏ hơn hoặc bằng 70°C thì muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, vốn được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài này, có thể phát huy các tác dụng một cách đầy đủ. Do đó, thành phần vật liệu mài có thể được tách một cách chắc chắn khỏi (các) thành phần không phải là vật liệu mài mà không cần phải thêm nhiều nhiệt năng.

3. Bước thu gom vật liệu mài C

Ở bước phân tách và làm cô B, sản phẩm cô 18 được tách khỏi dịch nổi 17 vốn có chứa thành phần thuỷ tinh, sau đó, sản phẩm cô 18 này được thu gom, như được minh hoạ trên Fig.2.

a) Phương pháp tách vật liệu mài kết tụ

Phương pháp thường được sử dụng để tách sản phẩm kết tụ có thể được sử dụng làm phương pháp để tách sản phẩm cô của vật liệu mài kết tụ, vốn thu được bằng cách cho muối magie vào dịch nổi. Ví dụ, sự lắng tự phát có thể được tận dụng để chỉ loại bỏ dịch nổi để phân tách dịch nổi. Phương pháp dựa vào các hoạt động vật lý, chẳng hạn phương pháp sử dụng máy tách ly tâm, cũng có thể được sử dụng. Xét về độ tinh khiết của vật liệu mài

có chứa xeri oxit tái sinh được, thì phương pháp sử dụng sự lắng tự phát được ưu tiên sử dụng.

Trong trạng thái lắng thì trọng lượng riêng (tỉ trọng) của nó là cao hơn so với trọng lượng riêng của huyền phù thu gom được, bởi vì dịch nổi đã được tách ra, do đó, xeri oxit được làm cô lại. Nồng độ của xeri oxit trong huyền phù cô này là cao hơn so với nồng độ của xeri oxit trong huyền phù thu gom được.

Ví dụ, hoạt động phân tách sản phẩm cô của vật liệu mài kết tụ khỏi dịch nổi có thể được thực hiện như sau. Như được minh hoạ trên Fig.2, sản phẩm cô 18, vốn có chứa xeri oxit ở đáy, được tách ra khỏi dịch nổi 17 vốn có chứa (các) thành phần không phải là vật liệu mài nhờ tận dụng sự lắng tự phát, như ở bước (B-3). Sau đó, ống xả 19 được đặt vào bể chứa 14 tại gần mặt giao giữa dịch nổi 17 và sản phẩm cô 18, và sau đó, chỉ có dịch nổi 17 là được xả ra ngoài bể chứa bằng bơm 20, như ở bước (C-1). Sau đó, sản phẩm cô 18, có chứa vật liệu mài, được thu gom, như ở bước (C-2).

4: Bước điều chỉnh kích thước hạt D

Theo phương pháp tách vật liệu mài theo sáng chế, thì sự phân bố kích thước hạt của các hạt của xeri oxit được điều chỉnh ở bước cuối cùng để làm cho vật liệu mài đã qua sử dụng, thu gom được qua các bước nêu trên, có thể tái sử dụng.

Sản phẩm cô có chứa xeri oxit thu được bằng cách bổ sung muối magie, hoặc các chất tương tự, thì bao gồm các hạt thứ cấp ở dạng tảng. Do đó, nhằm mục đích tái sử dụng, thì tốt hơn nếu thực hiện bước điều chỉnh kích thước hạt D để gây ra sự tái phân tán thông qua việc phá vỡ sản phẩm kết tụ thành các hạt tinh khiết (tức các hạt sơ cấp) dưới dạng bước cuối cùng.

Ở bước điều chỉnh kích thước hạt D, thì thành phần vật liệu mài kết

tự sinh ra ở bước phân tách và làm cô B được làm tái phân tán để điều chỉnh sự phân bố kích thước hạt cho tương đương với sự phân bố kích thước hạt trong huyền phù vật liệu mài chưa xử lý.

Các ví dụ về phương pháp tái phân tán các hạt vật liệu mài kết tụ là như sau: a) nước được cho vào để giảm nồng độ của ion magie trong chất lỏng; b) chất phân tách kim loại (hay chất phân tán) được cho vào để giảm nồng độ của ion magie trên/trong vật liệu mài; và c) các hạt vật liệu mài kết tụ được phá vỡ bằng thiết bị phân tán, hoặc các thiết bị tương tự.

Một trong số các phương pháp này có thể được sử dụng đơn lẻ, hoặc hai hoặc nhiều trong số các phương pháp này có thể được sử dụng kết hợp. Tốt hơn nếu hai phương pháp bất kì trong số các phương pháp a), b) và c) được sử dụng kết hợp. Tốt hơn nữa nếu tất cả các phương pháp a), b) và c) được sử dụng kết hợp.

Trong trường hợp cho nước thì lượng nước cần cho sẽ được điều chỉnh dựa trên thể tích của huyền phù cô. Thông thường, lượng nước này là từ 5 đến 50% thể tích của huyền phù cô, và tốt hơn nếu là từ 10 đến 40% thể tích của huyền phù cô.

Các ví dụ được ưu tiên sử dụng của chất phân tách kim loại (chất phân tán) bao gồm các chất có polyme dựa trên poly axit cacboxylic. Copolyme axit acrylic-axit maleic được đặc biệt ưu tiên sử dụng. Cụ thể là vật liệu POLITY A-550 (do công ty Lion Corporation sản xuất) được lấy làm ví dụ. Tốt hơn nếu lượng chất phân tách kim loại (chất phân tán) cần cho vào huyền phù cô là từ 0,01 đến 5% thể tích.

Các ví dụ về thiết bị phân tán bao gồm các máy phân tán siêu âm và các phương tiện xay, chẳng hạn máy xay cát và máy xay bi. Các máy phân tán siêu âm được đặc biệt ưu tiên sử dụng.

Ví dụ, các máy phân tán siêu âm do các công ty SMT Corporation,

Ginsen Corporation, TAITEC Corporation, BRANSON, Kinematica AG, và NISSEI Corporation cung cấp. Các máy này bao gồm các dòng máy UDU-1 và UH-600MC do công ty SMT Corporation sản xuất, GSD600CVP do công ty Ginsen Corporation sản xuất, và RUS600TCVP do công ty NISSEI Corporation sản xuất. Tần số siêu âm là không bị giới hạn ở tần số cụ thể.

Các ví dụ về các thiết bị kiểu tuần hoàn mà thực hiện việc khuấy cơ học và phân tán siêu âm cùng một lúc bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, dòng máy UDU-1 và UH-600MC do công ty SMT Corporation sản xuất, dòng máy GSD600CVP và GSD1200RCVP do công ty Ginsen Corporation sản xuất, và dòng máy RUS600TCVP do công ty NISSEI Corporation sản xuất.

Bước điều chỉnh kích thước hạt D có thể được thực hiện, ví dụ, như sau: nước được cho vào vào sản phẩm cô điều chế được ở bước thu gom vật liệu mài C trong bể tách để giảm nồng độ của muối magie trong chất lỏng để điều chế chất lỏng phân tán xeri oxit và gộp nó vào bể điều hoà. Sau đó, chất phân tách kim loại (chất phân tán bao gồm polyme) được cho vào chất lỏng phân tán xeri oxit vốn đang được khuấy bằng máy khuấy. Sau đó, chất lỏng thu được được làm phân tán để phá vỡ các hạt xeri oxit kết tụ, nhờ sử dụng máy phân tán siêu âm. Sau đó, sự phân bố kích thước hạt được theo dõi bằng thiết bị đo kích thước hạt lắp ở đầu ra của máy phân tán siêu âm. Khi xác định được rằng sự phân bố kích thước hạt đã đạt giá trị mong muốn, thì van ba cửa được điều khiển, và chất lỏng phân tán xeri oxit thu được được mang ra khỏi hệ thống. Theo đó, có thể thu được vật liệu mài tái sinh. Tốt hơn nếu sự thay đổi theo thời gian của sự phân bố kích thước hạt thu được ở bước này là nhỏ, và sự thay đổi kích thước hạt sau một ngày cũng là nhỏ.

Vật liệu mài tái sinh có chứa xeri oxit

Theo sáng chế, sự phân bố kích thước hạt của vật liệu mài có chứa

xeri oxit tái sinh được, vốn thu được ở bước điều chỉnh kích thước hạt D dưới dạng sản phẩm cuối, là khó thay đổi theo thời gian. Nồng độ là cao hơn so với sau khi thu gom. Tốt hơn nếu nồng độ của magie nằm trong khoảng từ 0,0005 đến 0,08% về khối lượng, và tốt hơn nếu tổng (các) nồng độ của (các) thành phần khác là nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% về khối lượng.

Vật liệu mài tái sinh thu được bằng phương pháp tách vật liệu mài này có chứa một lượng nhỏ muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai, chẳng hạn muối magie. Do đó, có thể ngăn chặn sự hình thành các hạt quá mịn trong quá trình sử dụng vật liệu mài tái sinh này, và vật liệu mài tái sinh này có thể đánh bóng vật một cách tương đương như vật liệu mài mới.

Các ví dụ

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các ví dụ, nhưng sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này. Dấu phần trăm “%” trong phần mô tả sau đây có nghĩa là “% về khối lượng” nếu không được nói khác đi.

Điều chế vật liệu mài tái sinh

Điều chế vật liệu mài tái sinh 1: Theo sáng chế

Vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế qua các bước như sau.

1) Bước thu gom huyền phù A

Sau khi để thủy tinh dùng cho ổ đĩa cứng được đánh bóng theo quy trình đánh bóng như được minh họa trên Fig.1, thì 210 lít huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất, vốn chứa nước rửa, và 30 lít huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai, vốn đã qua sử dụng, được thu gom, rồi sau đó được trộn với nhau để thu được tổng số 240 lít huyền phù. Tỷ trọng của huyền phù thu gom được này là 1,03, và huyền phù này có chứa 8,5 kg xeri oxit.

2) Bước phân tách và làm cô B

Sau đó, huyền phù thu gom được được chuyển sang bể tách. Sau đó, nhiệt độ của huyền phù thu gom được được điều tiết tại $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$, và 2,5 lít

chất lỏng dạng nước với nồng độ 10% về khối lượng magie clorua được cho vào huyền phù thu gom được này trong vòng 10 phút trong lúc huyền phù thu gom được này được khuấy để tránh làm lắng xeri oxit. Độ pH đã được chuyển đổi ngay sau khi (hay ngay khi) bổ sung xong magie clorua tại 25°C là 8,60, và độ pH này được duy trì.

3) Bước thu gom vật liệu mài C

Quá trình khuấy được tiếp tục thực hiện trong 30 phút trong điều kiện nêu trên, sau đó, huyền phù thu được để nguyên trong 1,5 giờ để tách các hạt kết tụ và để nó tách ra khỏi dịch nổi nhờ tận dụng sự lắng tự phát. Sau 1,5 giờ, dịch nổi được xả bằng bơm xả theo bước (4) trên Fig.2, và sản phẩm cô được phân tách và được thu gom. Thể tích của sản phẩm cô thu gom được là 60 lít.

4) Bước điều chỉnh kích thước hạt D (bước phân tán)

12 lít nước được cho vào sản phẩm cô tách ra được. Ngoài ra, 300 g POLITY A-550 (do công ty Lion Corporation sản xuất) được cho dưới dạng chất phân tách kim loại (chất phân tán bao gồm polyme) vào sản phẩm cô tách ra được này, sau đó là khuấy trong 30 phút. Sau đó, các hạt kết tụ được phá vỡ và được làm phân tán bằng máy phân tán siêu âm.

Sau khi phân tán xong, thì quá trình lọc được thực hiện bằng máy lọc màng với kích thước lỗ là 10 μm để thu được vật liệu mài có chứa xeri oxit tái sinh được 1. Nồng độ của xeri oxit là 8,7% về khối lượng, và kích thước hạt D90 là dưới 2,0 μm . Nồng độ của magie trong vật liệu mài tái sinh là 0,01% về khối lượng.

Điều chế vật liệu mài tái sinh 2: Theo sáng chế

Vật liệu mài tái sinh 2 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc magie sulfat được sử dụng thay cho magie clorua dưới dạng muối vô cơ được sử dụng ở bước

phân tách và làm cô B.

Điều chế vật liệu mài tái sinh 3: Theo ví dụ so sánh

Vật liệu mài tái sinh 3 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc nhiệt độ được điều tiết đến 5°C trong bước phân tách và làm cô B.

Điều chế các vật liệu mài tái sinh từ 4 đến 8: Theo sáng chế

Các vật liệu mài tái sinh từ 4 đến 8 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc nhiệt độ được điều tiết lần lượt đến 10°C, 30°C, 40°C, 50°C, 70°C trong bước phân tách và làm cô B.

Điều chế vật liệu mài tái sinh 9: Theo ví dụ so sánh

Vật liệu mài tái sinh 9 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc nhiệt độ được điều tiết đến 80°C trong bước phân tách và làm cô B.

Điều chế vật liệu mài tái sinh 10: Theo ví dụ so sánh

Vật liệu mài tái sinh 10 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc kali cacbonat được sử dụng thay cho magie clorua dưới dạng muối vô cơ được sử dụng ở bước phân tách và làm cô B.

Điều chế vật liệu mài tái sinh 11: Theo ví dụ so sánh

Vật liệu mài tái sinh 11 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc pH của huyền phù thu gom được (nước cái) được điều chỉnh đến 10,10 nhờ sử dụng kali hydroxit làm muối vô cơ sau khi cho magie clorua dưới dạng chất điều chỉnh pH vào huyền phù thu gom được ở bước phân tách và làm cô B.

Điều chế vật liệu mài tái sinh 12: Theo ví dụ so sánh

Vật liệu mài tái sinh 12 được điều chế theo cách giống như cách mà

vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc pH của huyền phù thu gom được (nước cái) được điều chỉnh đến 10,80 nhờ sử dụng kali hydroxit làm chất điều chỉnh pH sau khi cho magie clorua dưới dạng muối vô cơ vào huyền phù thu gom được ở bước phân tách và làm cô B.

Đánh giá vật liệu mài tái sinh

Đánh giá độ tinh khiết của vật liệu mài tái sinh: Đánh giá khả năng phân tách từ thành phần thủy tinh

Trong quá trình điều chế các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 12 nêu trên, các mẫu được lấy ra từ các huyền phù thu gom được trước khi bổ sung muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B, và từ dịch nổi sau khi để yên và tách. Sau đó, các mẫu được lấy được đem phân tích thành phần bằng phổ kế phát xạ nguyên tử ICP (Inductively Coupled Plasma - plasma ghép đôi cảm ứng). Nếu nồng độ của xeri trong mẫu lấy từ dịch nổi là thấp hơn so với trong mẫu lấy từ huyền phù chưa xử lý thu gom được, và các nồng độ silic là không khác nhau, thì điều này được kết luận là chỉ có các hạt xeri oxit mới được phân tách ra và các hạt thủy tinh vốn không bị theo ra từ vật liệu mài sẽ không bị tách ra và nằm lại trong dịch nổi. Ngược lại, nếu cả nồng độ của xeri và nồng độ của silic trong mẫu lấy từ dịch nổi đều thấp hơn so với trong mẫu lấy từ huyền phù chưa xử lý thu gom được, thì điều này được kết luận là cả các hạt xeri oxit lẫn các hạt thủy tinh đều được phân tách ra, do đó, chúng không được phân tách khỏi nhau một cách đầy đủ.

Phân tích thành phần bằng phép đo phổ phát xạ nguyên tử ICP

Các nồng độ của thành phần xeri và thành phần thủy tinh (Si) trong mỗi mẫu lấy từ dịch nổi phân tách được được đo bằng phép đo phổ phát xạ nguyên tử ICP, và được so sánh với các nồng độ trong mỗi mẫu lấy từ huyền phù đã qua sử dụng chưa xử lý (tức là huyền phù không được cho thêm chất phụ gia nào). Các bước cụ thể được mô tả dưới đây.

Điều chế dung dịch mẫu A

- (a) 1 ml mẫu được lấy từ huyền phù chưa xử lý thu gom được hoặc dịch nổi đang được khuấy bằng máy khuấy
- (b) 5 ml axit flohydric, để hấp thụ nguyên tử, được cho vào mẫu này
- (c) silic đioxit được rửa giải bằng phương pháp phân tán siêu âm
- (d) mẫu này được để ở nhiệt độ phòng trong vòng 30 phút
- (e) nước siêu tinh khiết được cho vào mẫu này để thu được thể tích 50 ml

Mỗi chất lỏng mẫu điều chế được qua các bước nêu trên được gọi là chất lỏng mẫu A.

Định lượng Si và Mg

- (a) chất lỏng mẫu A được lọc bằng máy lọc màng (polytetrafloetylen ưa nước)
- (b) phần dịch lọc được đem đi đo bằng phổ kế phát xạ nguyên tử plasma ghép đôi cảm ứng (Inductivity Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer - ICP AES)
- (c) Si được định lượng bằng phương pháp bổ sung tiêu chuẩn, và Mg được định lượng bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh bằng cách so khớp ma trận

Định lượng xeri

- (a) 5 ml mẫu được lấy từ chất lỏng mẫu trong trạng thái phân tán đều
- (b) 5 ml axit sunfuric có độ tinh khiết cao được cho vào mẫu được lấy nêu trên
- (c) nước siêu tinh khiết được cho vào mẫu thu được để thu được thể tích 50 ml
- (d) mẫu thu được được pha loãng nếu cần, và được đem đi đo bằng ICP-AES
- (e) xeri được định lượng bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh bằng

cách so khớp ma trận

Phổ kế phát xạ nguyên tử ICP

ICP-AES do công ty SII nanotechnology Inc. sản xuất được sử dụng.

Đánh giá về hiệu quả năng lượng

Các lượng năng lượng cần thiết để tách và làm cô ở bước phân tách và làm cô B khi điều chế các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 12 đã được so sánh với nhau. Nếu gọi lượng năng lượng cần thiết cho vật liệu mài tái sinh 1 là hạng A, thì các hiệu quả năng lượng của các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 12 được đánh giá dựa trên các tiêu chuẩn như sau.

S: hiệu quả năng lượng là dưới 0,95 lần hiệu quả năng lượng của vật liệu mài tái sinh 1

A: hiệu quả năng lượng là từ 0,95 đến 1,05 lần hiệu quả năng lượng của vật liệu mài tái sinh 1

B: hiệu quả năng lượng là từ 1,06 đến 1,10 lần hiệu quả năng lượng của vật liệu mài tái sinh 1

C: hiệu quả năng lượng là lớn hơn hoặc bằng 1,11 lần hiệu quả năng lượng của vật liệu mài tái sinh 1

Các kết quả từ các phép đo được thể hiện trên Bảng 1.

Trên Bảng 1 này, các độ pH là các độ pH đã được chuyển đổi tại 25°C.

[Bảng 1]

Vật liệu mài tái sinh số	Muối vô cơ	Độ pH của huyền phù sau khi cho muối vô cơ	Nhiệt độ được điều tiết ở bước phân tách và làm cô B	Kết quả phân tích dịch nổi nhờ sử dụng ICP		Thứ hạng hiệu quả năng lượng	Ghi chú
				Nồng độ Si	Nồng độ Ce		
1	Magie clorua	8,60	20	998	34	A	Theo sáng chế
2	Magie sulfat	8,94	20	941	45	A	Theo sáng chế
3	Magie clorua	8,60	5	967	331	C	Theo ví dụ so sánh
4	Magie clorua	8,60	10	969	57	B	Theo sáng chế
5	Magie clorua	8,60	30	906	32	A	Theo sáng chế
6	Magie clorua	8,60	40	892	31	A	Theo sáng chế
7	Magie clorua	8,60	50	792	30	B	Theo sáng chế
8	Magie clorua	8,60	70	684	27	B	Theo sáng chế
9	Magie clorua	8,60	80	361	24	C	Theo ví dụ so sánh
10	Kali cacbonat	9,86	20	186	30	A	Theo ví dụ so sánh
11	Magie clorua	10,10	20	91	26	A	Theo ví dụ so sánh
12	Magie clorua	10,80	20	61	18	A	Theo ví dụ so sánh
Giá trị tham chiếu: Huyền phù chưa xử lý				1060	5400		

Như có thể thấy từ các kết quả được thể hiện trên Bảng 1, phương

pháp tách vật liệu mài theo sáng chế có khả năng tách xeri oxit (tức vật liệu mài) một cách xuất sắc khỏi thành phần thuỷ tinh (tức thành phần không phải vật liệu mài) trong quá trình lắng và phân tách, và có hiệu quả về mặt kinh tế (tức là hiệu quả năng lượng). Do đó, giải pháp theo sáng chế có thể cung cấp vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao hơn so với các phương pháp tách vật liệu mài theo các ví dụ so sánh.

Khả năng ứng dụng công nghiệp

Phương pháp tách vật liệu mài theo sáng chế có thể được áp dụng một cách phù hợp để tái sinh vật liệu mài đã được sử dụng để đánh bóng mịn trong quá trình gia công tinh đối với kính quang học và các bộ dao động tinh thể, do phương pháp theo sáng chế có thể thu gom xeri oxit một cách hiệu quả và có thể cung cấp vật liệu mài tái sinh một cách đơn giản.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp tách vật liệu mài có chứa xeri oxit từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng vốn chứa xeri oxit, phương pháp này bao gồm bước cho muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai vào huyền phù của vật liệu mài đã qua sử dụng này trong lúc nhiệt độ của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng này được điều tiết trong khoảng từ 10 đến 70 °C; khác biệt ở chỗ, phương pháp này còn bao gồm các bước:

 làm kết tụ vật liệu mài trong nước cái, ở nhiệt độ 25°C, có độ pH nhỏ hơn 10; và

 phân tách vật liệu mài đã kết tụ khỏi nước cái.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó muối kim loại kiềm thổ hoá trị hai là muối magie.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó khoảng nhiệt độ được điều tiết của huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng nằm trong khoảng từ 10 đến 40°C.

4. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó bề tách được sử dụng trong phương pháp này có bộ điều chỉnh nhiệt độ.

1 / 2
FIG.1

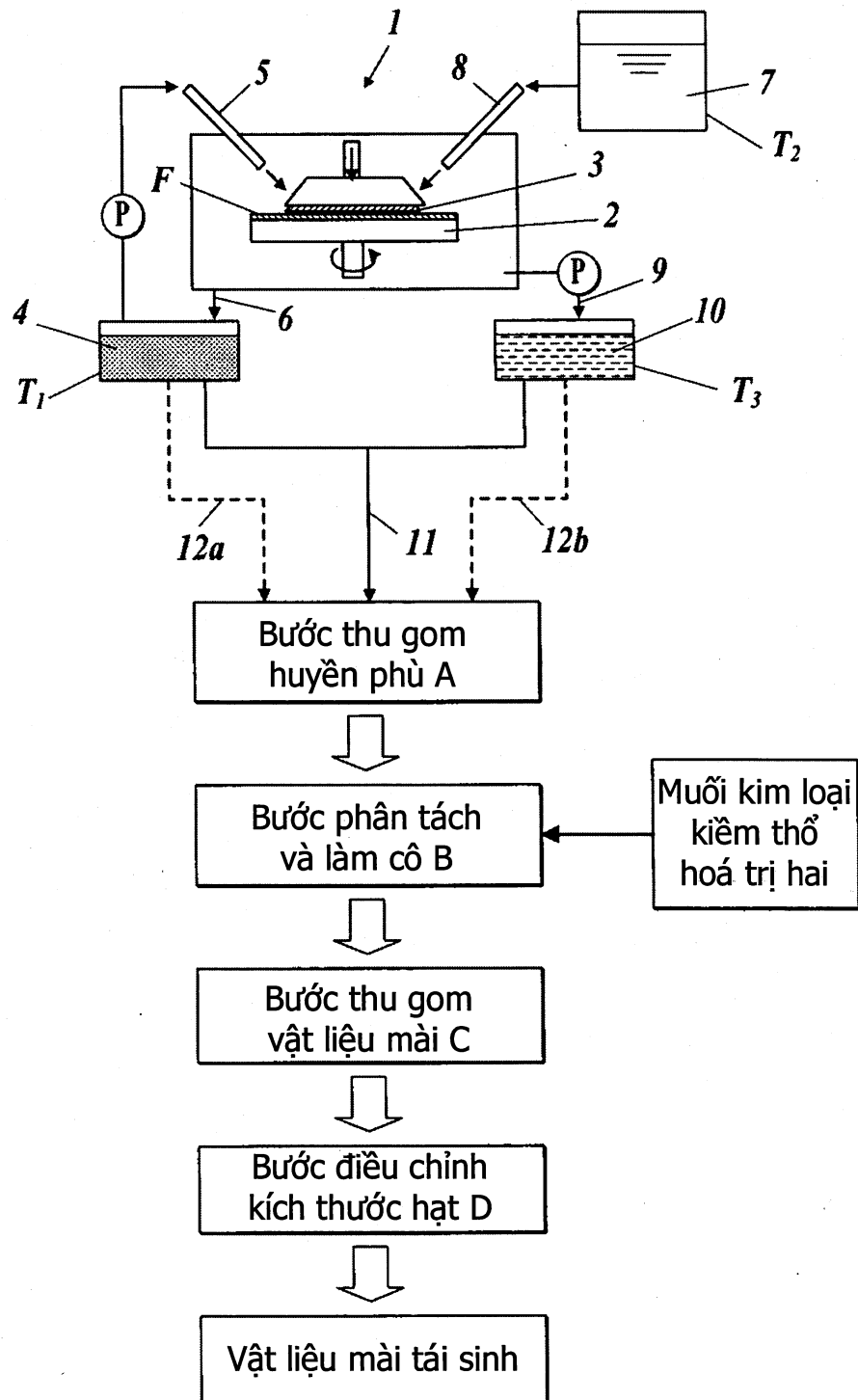


FIG.2

Bước thu gom vật liệu mài C

C-2

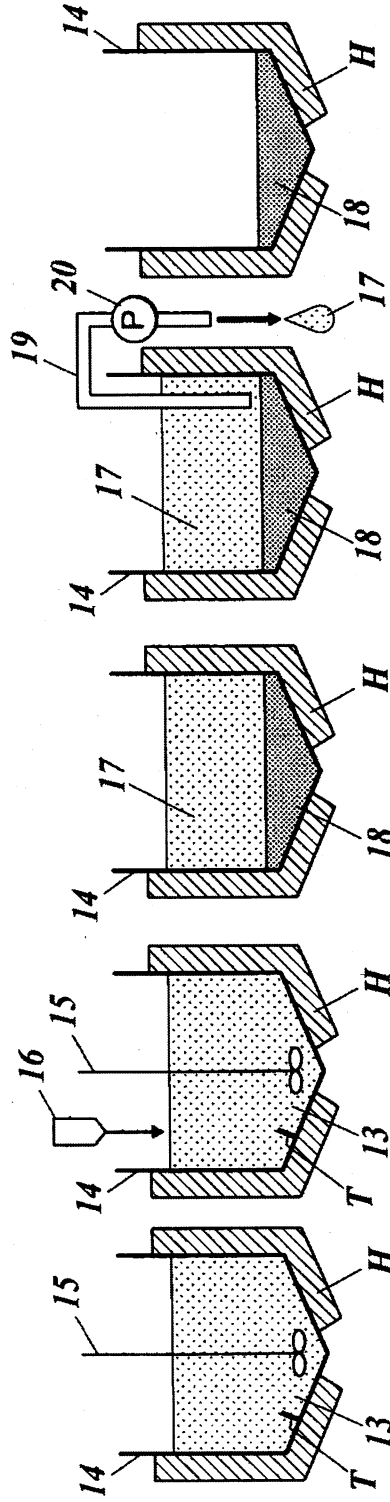
C-1

Bước phân tách và làm cô B

B-2

B-3

B-1



2 / 2