



(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) 
1-0019711

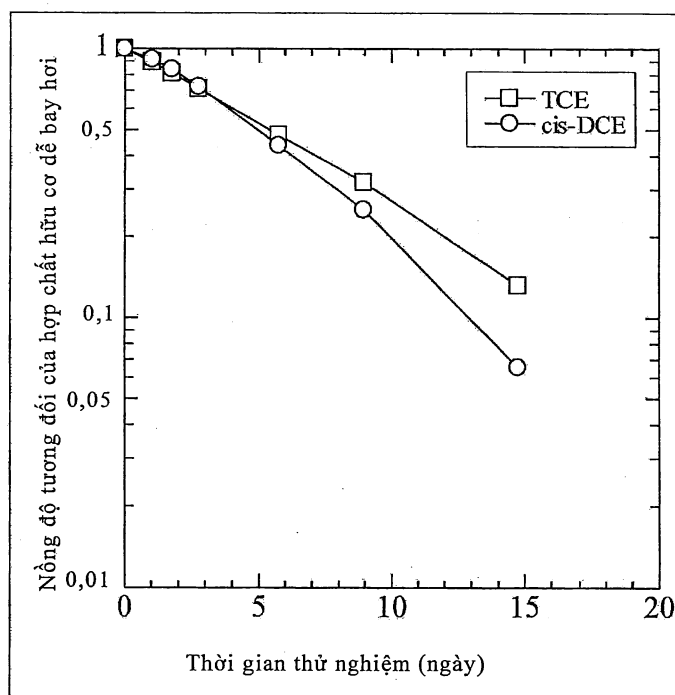
(51)⁷ **B22F 1/00, A62D 3/34, 3/37, B09C**
1/02, 1/08, C02F 1/70, C09K 3/00,
17/02, A62D 101/22

(13) **B**

(21)	1-2013-02523	(22)	17.01.2012		
(86)	PCT/JP2012/050795	17.01.2012	(87)	WO2012/099094	26.07.2012
(30)	2011-007318	17.01.2011	JP		
(45)	25.09.2018	366	(43)	25.02.2014	311
(73)	DOWA ECO SYSTEM CO., LTD. (JP) 14-1, Sotokanda 4-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 1010021, Japan				
(72)	UEHARA Taishi (DE)				
(74)	Công ty Luật TNHH T&G (TGVN)				

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT BỘT SẮT DÙNG ĐỂ XỬ LÝ CÁC HỢP CHẤT HỮU CƠ ĐƯỢC HALOGEN HÓA VÀ PHƯƠNG PHÁP LÀM SẠCH ĐẤT HOẶC NƯỚC NGẦM BỊ Ô NHIỄM**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa bao gồm các bước: nhúng chìm bột sắt trong một hoặc nhiều dung môi hữu cơ có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy; tách rắn-lỏng đối với bột sắt đã được nhúng chìm trong dung môi, nhờ đó thu được bột sắt đã được làm ướt bởi dung môi này; và làm khô bột sắt đã được làm ướt trong dung môi, trong khi vẫn giữ nhiệt độ thấp hơn 40°C.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong đất hoặc nước ngầm và phương pháp làm sạch đất hoặc nước ngầm bị ô nhiễm bằng bột sắt thu được bởi phương pháp sản xuất bột sắt nêu trên.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các hợp chất hữu cơ được halogen hóa được thể hiện bởi công thức tricloetylen (TCE) và tetracloetylen (PCE), v.v., được sử dụng làm dung môi cho quá trình loại bỏ dầu mỡ của các phần mang điện tích âm hoặc cho quá trình làm sạch khô. Do đó, để làm sạch đất bị nhiễm các hợp chất hữu cơ được halogen hóa hoặc cis-1, 2-diclo etylen (cis-1, 2-DCE), v.v., được tạo ra bởi quá trình khử clo đối với các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trên đây bởi các vi sinh vật trong đất, các kỹ thuật khác nhau đã được phát triển và được áp dụng trong thực tế.

Ví dụ, tài liệu sáng chế 1 đề xuất kỹ thuật phân hủy hiệu quả tricloetylen, v.v., trong đất, bằng cách trộn bột chứa cacbon (C) với 0,1% khối lượng hoặc lớn hơn trong đất bị nhiễm các hợp chất hữu cơ được halogen hóa như tricloetan, v.v., trong diện tích cụ thể là 500cm²/g hoặc lớn hơn.

Tài liệu sáng chế 2 đề xuất như sau: bột sắt có độ tinh khiết cao (lượng C: thấp hơn 0,1 % khối lượng, lượng Si: thấp hơn 0,25% khối lượng, lượng Mn: thấp hơn 0,06% khối lượng, lượng P: thấp hơn 0,03% khối lượng,

lượng S: thấp hơn 0,03% khối lượng, lượng O: thấp hơn 0,05% khối lượng), là hiệu quả để làm sạch đất hoặc nước bị nhiễm các hợp chất hữu cơ khó phân hủy như cis-1, 2-dicloetylen (cis-1, 2-DCE), v.v..

Các tác giả sáng chế của các tài liệu sáng chế này đề cập đến bột sắt chứa đồng, trong đó đồng kim loại được kết tủa trên bề mặt của hạt bột sắt, ngoài ra trong các tài liệu sáng chế 3, tài liệu sáng chế 4 và tài liệu sáng chế 5 còn nêu rằng: nếu bột sắt chứa đồng được bổ sung và được trộn vào đất hoặc nước ngầm, v.v., bị ô nhiễm bởi các hợp chất hữu cơ được halogen hóa, thì các hợp chất hữu cơ được halogen hóa có thể được phân hủy một cách hiệu quả.

Các giải pháp kỹ thuật đã biết:

Danh mục tài liệu trích dẫn:

Tài liệu sáng chế:

Tài liệu sáng chế 1: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số 11-235577

Tài liệu sáng chế 2: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số 2002-316050

Tài liệu sáng chế 3: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số 2000-005740

Tài liệu sáng chế 4: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số 2002-069425

Tài liệu sáng chế 5: công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật số 2003-339902

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết bởi sáng chế

Như được mô tả trên đây, nhờ những nỗ lực tích cực của các tác giả sáng chế nhằm phát triển kỹ thuật làm giảm nồng độ ô nhiễm bởi quá trình khử clo các hợp chất hữu cơ được halogen hóa, đã thấy rằng rất cần chất phân hủy có khả năng phân hủy cao nhằm phân hủy các hợp chất hữu cơ được halogen hóa là các chất bản, đóng vai trò là yếu tố kỹ thuật của sự phát triển công nghệ. Ngoài ra, đã thấy rằng, có một loại bột chủ yếu bao gồm bột sắt và sắt, là ví dụ điển hình về chất phân hủy này.

Hơn nữa, các tác giả của sáng chế đã thấy rằng, quy trình tổng thể có thể được đơn giản hóa bằng cách bỏ qua bước bổ sung đồng trong bước sản xuất bằng cách không bổ sung chất gây tác động xấu đến môi trường như đồng vào bột sắt để phân hủy các hợp chất hữu cơ được halogen hóa nêu trên, và tác nhân xử lý làm sạch đất có thể thu được, ít gây ảnh hưởng xấu đến môi trường và không cho phép đồng và các chất có hại cho đất khác được giữ lại trong đất sau khi làm sạch đất.

Để giải quyết vấn đề nêu trên, sáng chế đề xuất bột sắt có đặc tính xử lý hợp chất hữu cơ được halogen hóa tương đương hoặc cao hơn đặc tính của vật liệu xử lý hợp chất hữu cơ được halogen hóa được sản xuất bởi kỹ thuật thông thường, bột sắt này không chứa các chất gây ảnh hưởng xấu đến môi trường như đồng, và hơn nữa đề xuất phương pháp làm sạch đất và nước ngầm bị ô nhiễm bằng cách sử dụng bột sắt này.

Cách thức giải quyết vấn đề

Các tác giả của sáng chế cũng đã thấy rằng, khả năng phân hủy của bột sắt đối với các hợp chất hữu cơ được halogen hóa có thể được cải thiện một

cách đáng kể bằng cách nhúng chìm bột sắt trong một hoặc nhiều dung môi được chọn từ nước và các dung môi hữu cơ có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy, và sau đó tách rắn-lỏng đối với bột sắt đã được nhúng chìm trong dung môi, nhờ đó thu được bột sắt đã được làm ướt bởi dung môi này, và làm khô cho bột sắt thu được trong khi vẫn giữ nhiệt độ thấp hơn 40°C .

Tức là, nhằm giải quyết vấn đề nêu trên, trước hết, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa bao gồm các bước:

nhúng chìm bột sắt trong một hoặc nhiều dung môi có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy;

tách rắn-lỏng đối với bột sắt đã được nhúng chìm trong dung môi, nhờ đó thu được bột sắt đã được làm ướt bởi dung môi này; và

làm khô bột sắt đã được làm ướt trong dung môi, trong khi giữ nhiệt độ thấp nhất là 40°C , nhờ đó làm oxy hóa bề mặt của bột sắt.

Thứ hai, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo phương án thứ nhất, trong đó, quá trình làm khô được thực hiện trong khi vẫn giữ nhiệt độ nằm trong khoảng từ 0°C đến 10°C .

Thứ ba, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo phương án thứ nhất hoặc thứ hai, trong đó quá trình nhúng chìm bột sắt trong một hoặc nhiều dung môi được chọn từ các dung môi sau: nước và các dung môi hữu cơ có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy, được thực hiện sau khi thực hiện bước xử lý axit cho bột sắt.

Thứ tư, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo phương án bất kỳ trong các phương án từ thứ nhất đến thứ ba, trong đó quá trình làm khô được thực hiện trong thời gian 0,1 giờ hoặc lâu hơn và trong thời gian 72 giờ hoặc ngắn hơn.

Thứ năm, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo phương án bất kỳ trong các phương án từ thứ nhất đến thứ ba theo sáng chế, trong đó quá trình xử lý được thực hiện cho đến khi dung môi chiếm 0,5% khối lượng hoặc thấp hơn so với khối lượng của bột sắt.

Thứ sáu, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo phương án bất kỳ trong các phương án từ thứ nhất đến thứ năm, trong đó, bột sắt có cỡ hạt trung bình là 1µm hoặc lớn hơn và 500µm hoặc nhỏ hơn, được sử dụng làm bột sắt.

Thứ bảy, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất được halogen hóa theo phương án bất kỳ trong các phương án từ thứ nhất đến thứ sáu, trong đó bột sắt có mỗi hạt có hình dạng dẹt với tỷ lệ dẹt bằng hoặc lớn hơn 2 được sử dụng.

Thứ tám, sáng chế đề xuất phương pháp làm sạch đất hoặc nước ngầm, trong đó bột sắt được sản xuất bởi phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo phương án bất kỳ trong các phương án từ phương án thứ nhất đến phương án thứ bảy, được sử dụng.

Hiệu quả của sáng chế

Theo sáng chế, có thể thu được bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa không chứa các chất phụ gia như đồng, và có khả

năng phân hủy cao để phân hủy các hợp chất hữu cơ được halogen hóa.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. là đồ thị thể hiện sự thay đổi nồng độ của các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong nhiều ngày, trong quá trình phân hủy halogen hữu cơ bởi mẫu theo sáng chế.

Fig. 2 là đồ thị thể hiện hằng số tốc độ phản ứng phân hủy k của các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong quá trình phân hủy halogen hữu cơ bởi mẫu của ví dụ với nhiệt độ làm khô khác nhau.

Fig. 3 là đồ thị thể hiện hằng số tốc độ phản ứng phân hủy k của các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong quá trình phân hủy halogen hữu cơ bởi mẫu của ví dụ với nhiệt độ làm khô khác nhau.

Fig. 4 là đồ thị thể hiện hằng số tốc độ phản ứng phân hủy k của các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong quá trình phân hủy halogen hữu cơ bởi mẫu của ví dụ so sánh, và thời gian xử lý quay bởi máy nghiền bi.

Mô tả chi tiết sáng chế

(1) bột sắt làm nguyên liệu thô

Bột sắt được sử dụng để sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo sáng chế có dạng hạt. Thành phần của bột sắt không bị giới hạn cụ thể, miễn là bột sắt bao gồm chủ yếu là sắt. Tuy nhiên, tốt hơn là tổng lượng của sắt là 80% khối lượng hoặc cao hơn và lượng của sắt kim loại là 75% khối lượng hoặc cao hơn. Hơn nữa, nhằm làm giảm ảnh hưởng xấu đến môi trường, việc sử dụng bột sắt không chứa thành phần như crom hoặc chì là nguồn gây ô nhiễm cấp hai được mong muốn.

Đặc biệt, bột sắt được sản xuất trước đó, ví dụ, bột sắt khử được sản

xuất từ quặng bởi quá trình khử hoặc nguyên tử hóa bột sắt được sản xuất bởi quá trình nguyên tử hóa, có thể được sử dụng. Sau đó, nếu bột sắt được sản xuất có cỡ hạt là cỡ hạt mong muốn trước đó, thì sự điều chỉnh cỡ hạt là không cần thiết trong bước sản xuất, và đây là ưu điểm của phương pháp theo sáng chế. Đặc biệt, cỡ hạt trung bình của bột sắt tốt hơn là nằm trong khoảng từ $1\mu\text{m}$ đến $500\mu\text{m}$.

Ví dụ ưu tiên về bột sắt là, bột sắt khử DKP-100 được sản xuất bởi DOWA IP Creation có thể được đề xuất sử dụng.

Dưới đây, Bảng 1 thể hiện các kết quả phân tích của các thành phần hóa học của bột sắt khử DKP-100. Bảng 2 thể hiện các giá trị tính chất vật lý được mô tả sau. Lưu ý rằng, sự phân bố cỡ hạt trong Bảng 2 cho thấy sự đánh giá kết quả bởi nhiều xạ laze. D_{10} đến D_{90} thể hiện sự phân bố tích lũy đường kính hạt. Đường cong tích lũy cỡ hạt được thể hiện trên đồ thị, với phần trăm khối lượng (%) của bột sắt được thể hiện trên trục tung, và cỡ hạt được thể hiện trên trục hoành được thể hiện bởi tỷ lệ logarit, và từ đồ thị này, phần trăm khối lượng (50%) của cỡ hạt được định nghĩa là D_{50} (50% cỡ hạt). D_{10} và D_{90} cũng thu được bởi quá trình tính toán bằng quy trình tương tự.

Bảng 1

Tổng lượng Fe	Kim loại Fe	FeO	S	C	Cu	Cr	Pb
(% khối lượng)	(% khối lượng)	(% khối lượng)	(% khối lượng)	(% khối lượng)	(% khối lượng)	(% khối lượng)	(% khối lượng)
97,4	93,6	4,9	0,01	0,07	330	63	28

Từ Bảng 1, thấy rằng lượng crom và chì có trong bột sắt là đủ nhỏ để chúng không phải là nguồn gây ô nhiễm cấp hai. Mặc dù đồng chiếm lượng lớn hơn crom và chì nhưng lượng đồng vẫn ở mức an toàn được phép sử dụng ở Nhật Bản, do lượng đồng trong bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong kỹ thuật thông thường là 0,1% khối lượng, do đó cải thiện hiệu quả của quá trình phân hủy các hợp chất hữu cơ được clo hóa, và giá trị chuẩn của lượng đồng trong đất nông nghiệp được thiết lập tới 125mg/kg.

Hơn nữa, lượng đồng trong bột sắt theo sáng chế thấp hơn 1/3 lượng đồng trong bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo kỹ thuật thông thường, và đây là bằng chứng của thực tế là do bột sắt theo sáng chế, nên các hợp chất hữu cơ được halogen hóa bị phân hủy theo cơ chế khác với cơ chế của bột sắt được sản xuất theo kỹ thuật thông thường.

Thực hiện bước xử lý làm dẹt hạt bột sắt

Tốt hơn là, quá trình xử lý làm dẹt được áp dụng trước đó cho bột sắt là nguyên liệu thô, nhờ đó thu được bột sắt có hình dạng hạt là dạng dẹt và có tỷ lệ dẹt là 2 hoặc lớn hơn. Quá trình làm dẹt được thực hiện bằng cách làm biến dạng hạt của bột sắt thành dạng dẹt, bằng cách tăng thêm sự va

đập và/hoặc áp suất cho vật liệu hỗn hợp của nguyên liệu bột sắt thô và nước.

Lực va đập và/hoặc áp lực được tăng thêm cho các vật liệu hỗn hợp của nguyên liệu thô là bột sắt và nước được tạo ra bằng cách áp dụng quá trình làm biến dạng bằng cách sử dụng máy phun bụi nước. Để làm máy phun bụi nước, "máy nghiền loại khuấy môi chất" thực hiện quá trình phun bụi nước trong khi vẫn khuấy môi chất va đập (được gọi là môi trường), mà được bố trí trong thùng, và đặc biệt là máy nghiền hoặc máy nghiền bi được ưu tiên. Sử dụng thiết bị này là do máy nghiền bi hoặc máy nghiền là thích hợp cho quá trình nghiền thành bột mịn, do đó dễ dàng điều khiển va đập hoặc áp suất, nhờ đó dễ dàng thu được bột sắt dẹt có sự phân bố cỡ hạt mong muốn. Khi máy nghiền bi được sử dụng, thì máy nghiền bi loại động cơ quay hoặc loại động cơ rung có thể được sử dụng.

Khi quá trình làm biến dạng chất dẻo được thực hiện bằng cách sử dụng máy cọ sát bi nghiền hoặc máy nghiền bi, v.v., bình định mức được nạp đầy nguyên liệu bột sắt thô và nước (ví dụ, nước được khử ion, nước công nghiệp, và nước máy, v.v.) cùng với môi trường nêu trên. Sau đó, nguyên liệu bột sắt thô được làm biến dạng hoặc được nghiền bằng cách quay bình.

Ví dụ, khi máy nghiền bi kiểu quay được sử dụng để thực hiện quá trình làm biến dạng chất dẻo, môi trường và nguyên liệu bột sắt thô được nạp vào bình xử lý (bình bằng sứ hoặc bằng thép không gỉ, v.v., được sử dụng) để thực hiện quá trình quay.

Mục đích của việc nạp nước vào bình định mức là tạo ra sự tiếp xúc đồng đều và hiệu quả giữa bột sắt và môi trường. Do đó, ví dụ, nhằm cải thiện trạng thái phân tán của bột sắt trong bình định mức, hoặc để thực hiện

sự xử lý bề mặt cho hạt sắt, không chỉ với nước, mà còn môi trường như dung môi hữu cơ, thành phần dầu, hoặc mỗi loại dung dịch, v.v., có thể được nạp đồng thời.

Oxy được hòa tan trong nước hoặc còn lại trong khoảng đầu, tồn tại trong môi trường không khí trong bình xử lý. Oxy có thể tồn tại ở đây, hoặc có thể được loại bỏ bằng cách sục khí trơ như nitơ, nhờ đó tốt hơn là ngăn cản quá trình oxy hóa quá mức của bột sắt.

Trong quá trình làm dẹt, lượng xử lý trên mỗi mẻ được tăng bằng cách thiết lập tỷ lệ điền đầy của nguyên liệu bột sắt thô/môi trường ở tỷ lệ cao. Trong khi đó, bằng cách thiết lập tỷ lệ điền đầy của nguyên liệu bột sắt thô/môi trường ở tỷ lệ thấp, hiệu suất xử lý tính trên một đơn vị thời gian được tăng lên. Do đó, tỷ lệ điền đầy của nguyên liệu bột sắt thô/môi trường tốt hơn là được điều chỉnh, theo các tính chất được yêu cầu của bột sắt và lượng xử lý.

Ví dụ, khi quá trình làm dẹt kiểu truyền động quay được thực hiện bằng cách sử dụng máy nghiền bi quay, bằng cách giữ số vòng quay thích hợp, thì bột sắt và môi trường được cho trở lại miệng bình mà không di chuyển bình, và tác động và/hoặc áp lực thích hợp được bổ sung tsacs động vào hạt bột sắt giữa môi trường. Nhằm nhận ra trạng thái đó, tốc độ quay tốt hơn là được thiết lập sao cho số vòng quay nêu trên được điều khiển, nhờ đó giữ trạng thái phân tán của bột sắt và môi trường, và lặp lại quá trình dâng lên và hạ xuống của bột sắt và môi trường dọc theo thành trong của bình. Do tốc độ quay thích hợp của máy nghiền bi quay, số vòng quay cho phép trạng thái nêu trên được thực hiện, tốt hơn là thu được, phụ thuộc vào thể tích của bình và điều kiện nạp của bột sắt và môi trường.

Ví dụ, khi quá trình làm dẹt được thực hiện bằng cách sử dụng máy cọ

sát bị nghiền, thì hiệu suất của quá trình được cải thiện bằng cách làm tăng lượng điền đầy của bột sắt và môi trường, và làm tăng số vòng quay của thanh khuấy. Do đó, thích hợp nếu thiết lập lượng điền đầy và số vòng quay ở mức không làm chảy tràn bột sắt và môi trường khỏi bình. Do bột sắt có khối lượng riêng lớn, nên tốt hơn là hiệu suất quá trình được cải thiện bằng cách điều chỉnh số vòng quay để bột sắt và môi trường không ở phần đáy của bình, nhưng được tuần hoàn trong bình, hoặc bằng cách đánh dấu sự tuần hoàn để bùn sệt chứa bột sắt được trích xuất từ phần phía dưới và được quay vòng trở lại phần phía trên.

Điều kiện thích hợp có thể được thiết lập đối với thời gian làm dẹt, bằng cách đánh giá đặc tính phân hủy của hợp chất hữu cơ được halogen hóa thu được và các tính chất vật lý liên quan đến đặc tính phân hủy hợp chất hữu cơ được halogen hóa. Do các hạng mục đánh giá vật lý liên quan đến đặc tính phân hủy hợp chất hữu cơ được halogen hóa, diện tích riêng và sự phân bố cỡ hạt, v.v., có thể được tính đến. Do đó, bột sắt được đưa vào quá trình làm dẹt, được làm dẹt và được nghiền thành bột.

Cấu trúc của phần bên trong của bột sắt trước khi làm biến dạng dễ dàng thấy được trên bề mặt của bột sắt, trong đó mỗi hạt được biến dạng bằng cách tăng thêm va đập hoặc áp lực lên nguyên liệu bột sắt thô, và trở thành dạng dẹt có tỷ lệ dẹt là 2 hoặc lớn hơn.

Việc trộn hỗn hợp của bột sắt, môi chất (môi trường), và nước được thực hiện sau quá trình làm biến dạng nhựa, và môi trường, và huyền phù đặc của bột sắt/nước được tách ra khỏi nhau; nhờ đó thu được bột sắt. Bột sắt thu được được làm khô ở nhiệt độ thấp hơn 40°C, nhờ đó thu được bột sắt có hình dạng dẹt. Quá trình làm khô tốt hơn là được thực hiện trong thời gian từ 0,1 đến 72 giờ.

Quá trình thấm/nhúng chìm của bột sắt vào dung môi

Nhúng chìm bột sắt được mô tả trong các điểm (1) đến (2) trên đây vào một hoặc nhiều dung môi được chọn từ nước, và dung môi hữu cơ có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy.

Ở đây, rượu metylic, rượu etylic, rượu propylic, axeton, toluen, v.v., có thể được cho với vai trò là các dung môi hữu cơ có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy. Trên đây, rượu metylic và rượu etylic được ưu tiên hơn rượu propylic, axeton và toluen.

Để thấm dung môi vào bột sắt theo sáng chế, bột sắt có thể được nhúng chìm trong các dung môi, hoặc các dung môi có thể được bơm hoặc rắc vào bột sắt được tích tụ.

Bề mặt của bột sắt thu được sau bước (3) trên đây được oxy hóa ở mức độ thích hợp. Tuy nhiên, để chặn quá trình oxy hóa quá mức, ví dụ, quá trình xử lý bằng dung dịch axit clohydric loãng được thực hiện trước bước (3) nêu trên, hoặc bước (3) nêu trên được thực hiện trong môi trường khí trơ (ví dụ, nitơ), nhờ đó ngăn cản quá trình oxy hóa của bề mặt của hạt do thao tác dưới môi trường không khí.

(4) Bước tách rắn-lỏng bột sắt.

Bột sắt đã được nhúng chìm trong dung môi được đưa vào quá trình tách rắn-lỏng, nhờ đó thu được bột sắt đã được làm ướt trong dung môi. Cụ thể là, ví dụ, bột sắt đã được nhúng chìm trong dung môi, được để trên giấy lọc và có thể được đưa vào quá trình tách rắn-lỏng. Khi quá trình tách rắn-lỏng bằng giấy lọc được thực hiện, tốt hơn là quá trình lọc-hút được sử dụng đồng thời, nhờ đó làm tăng năng suất tách.

Kết quả của quá trình tách rắn-lỏng là bột sắt và dung môi được tách

ra khỏi nhau, nhờ đó thu được bột sắt được tách thành hai pha rắn-lỏng để không cho phép dung môi nhỏ giọt xuống, mặc dù bột sắt đã được làm ướt trong dung môi.

(5) Bước làm khô bột sắt

Quá trình làm khô được thực hiện để làm khô bột sắt, do đó bột sắt được tách thành hai pha rắn-lỏng, trong khi vẫn giữ nhiệt độ ở nhiệt độ thấp hơn 40°C (tốt hơn là ở nhiệt độ 30°C hoặc thấp hơn, và tốt nhất là ở nhiệt độ 0°C hoặc cao hơn và ở 10°C hoặc thấp hơn). Quá trình làm khô được thực hiện trong thời gian từ 0,1 giờ đến 72 giờ. Hơn nữa, quá trình làm khô tốt hơn là được thực hiện trong môi trường khí chứa nồng độ khí oxy thấp hơn nồng độ oxy trong môi trường khí quyển.

Trong quá trình làm khô, lượng dung môi trong bột sắt được thiết lập đến 0,5% khối lượng hoặc thấp hơn so với khối lượng của bột sắt nguyên chất.

Bột sắt sau khi làm khô ở ở trạng thái kết dính nhẹ, và do đó bột sắt ở trạng thái kết dính nhẹ được nghiền mà không cần tăng thêm lực va đập mạnh, nhờ đó thu được bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo sáng chế. Máy nghiền mã não và máy nghiền bi, v.v., có thể được sử dụng để nghiền. Quá trình nghiền được thực hiện để thao tác bột sắt dễ dàng, để cải thiện khả năng phân tán của hạt, và do đó quá trình xử lý các hợp chất hữu cơ bị halogen hóa không bị ảnh hưởng mạnh, thậm chí là nếu không thực hiện quá trình nghiền, miễn là khả năng kết dính đáng kể hoặc sự bám dính của bột sắt không xảy ra dưới điều kiện thử nghiệm hoặc thực hiện.

Đối với bột sắt sau quá trình làm khô trên đây, bề mặt của hạt sắt cấu thành bột sắt là ở trạng thái oxy hóa ở mức độ trung bình. Do đó, có thể coi

đây là bột có khả năng phân hủy vượt trội đối với các hợp chất hữu cơ được halogen hóa.

Do đó, phương pháp thực hiện quá trình phun bột sắt theo sáng chế tốt hơn là bao gồm các bước: thực hiện quá trình làm khô nêu trên ở vị trí thực hiện, và rắc bột sắt lên đất, trong đó bột sắt là bột sắt theo sáng chế ở trạng thái khô trên đây.

Ngoài ra, các bước tùy thuộc vào bước làm khô trên đây có thể được thực hiện ở địa điểm khác với địa điểm thực hiện, miễn là bề mặt của hạt bột sắt được thiết lập ở trạng thái oxy hóa mong muốn. Tuy nhiên, bột sắt thu được theo sáng chế có thể được bao bọc kín bởi chân không, và có thể được lưu giữ hoặc được chuyển trong khi vẫn giữ trạng thái oxy hóa của bột sắt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sau đây, sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn qua các ví dụ thực hiện sáng chế có dựa vào các hình vẽ.

Ví dụ 1

100mL nước lọc và 10g bột sắt (bột sắt khử DKP-100 được sản xuất bởi DOWA IP Creation, được thể hiện trong các Bảng 1 và 2) được nạp vào cốc thủy tinh có thể tích là 200 mL, và sau đó được khuấy trong thời gian 5 phút, có sử dụng máy khuấy Kemi. Hỗn hợp thu được gồm bột sắt và nước được đưa vào quá trình lọc-hút có sử dụng Nutsche, bình lọc và máy hút gió, nhờ đó lọc bột sắt trên giấy lọc. Trong quá trình lọc-hút đó, giấy lọc loại No.5C được sản xuất bởi ADVANTEC CORPORATION đã được sử dụng. Sau đó, máy hút gió sau khi thực hiện xong quá trình lọc-hút được dừng lại, và bột sắt trên giấy lọc được tái quay vòng, nhờ đó thu được

bột sắt A.

Lượng nước trong bột sắt là 17%.

Lưu ý rằng, lượng nước được thiết lập là lượng nước được bay hơi hoặc được giải hấp khỏi mẫu bột sắt dưới điều kiện áp suất khí quyển và nhiệt độ 110°C, và được xác định là "lượng nước = khối lượng nước có mặt/khối lượng bột sắt ở trạng thái chứa nước".

Do đó, khối lượng nước có mặt thu được bằng độ chênh lệch giữa khối lượng bột sắt ở trạng thái chứa nước và khối lượng bột sắt ở trạng thái khô dưới điều kiện là bột sắt ở trạng thái chứa nước được đặt trong máy làm khô loại tuần hoàn ở trạng thái tĩnh, với nhiệt độ được thiết lập đến 110°C trong thời gian 12 giờ hoặc lâu hơn.

Quá trình hút được dừng lại sau khi quá trình lọc-hút được thực hiện bằng phương pháp điều chỉnh tương tự như phương pháp điều chỉnh được áp dụng cho bột sắt A trên đây. Sau đó, 50 mL rượu etylic được thấm vào trong bột sắt trên giấy lọc và được thiết lập ở trạng thái tĩnh trong thời gian 1 phút, nhờ đó thấm vừa đủ rượu etylic vào trong bột sắt. Ở đây, quá trình lọc máy hút gió được bắt đầu lại, và máy hút gió được dừng lại sau khi hút rượu etylic từ bột sắt, và bột sắt trên giấy lọc được thu hồi, nhờ đó thu được bột sắt B.

Lượng rượu etylic trong bột sắt B là 14%.

Các bột sắt A và B đã được thu hồi lần lượt được đặt vào trong máy làm khô được cài đặt nhiệt độ ở 30°C dưới môi trường khí quyển ở trạng thái tĩnh, và quá trình làm khô được thực hiện trong thời gian 24 giờ. Sau đó, sau khi làm khô, tảng bột tạo ra từ quá trình kết dính của các bột sắt A, B thu được được nghiền sơ bộ bằng cách sử dụng cối mã não, nhờ đó thu

được các mẫu bột sắt A và B của ví dụ này.

Lượng nước trong mẫu bột sắt A sau khi làm khô là 0,2%, và lượng nước của B là 0,2%. Tỷ lệ dẹt là 1,29 trong cả A và B.

Tỷ lệ dẹt của mẫu bột sắt thu được bằng công thức sau. Lưu ý rằng, đường kính phẳng trung bình thu được bằng cách đo đường kính dài và đường kính ngắn vuông góc với nó và được thực hiện cho năm mươi hạt, nhờ đó thu được đường kính phẳng = (đường kính dài + đường kính ngắn)/2, và lấy trung bình đường kính phẳng. Độ dày trung bình thu được bằng cách đo độ dày của năm mươi hạt, lấy trung bình các độ dày này.

Đường kính trung bình của các hạt bột sắt = $(2 \times \text{đường kính phẳng trung bình} + \text{độ dày trung bình})/3$.

Tỷ lệ dẹt của các hạt bột sắt = $\text{đường kính phẳng trung bình} / \text{độ dày trung bình}$

Như được mô tả trên đây, lượng nước được xác định bởi lượng nước được bay hơi hoặc được giải hấp khỏi mẫu bột sắt dưới điều kiện áp suất khí quyển ở nhiệt độ 110°C. Lượng nước được đo bằng cách sử dụng thiết bị “Karl Fischer Moisture Titrate” (MKC-520 được sản xuất bởi KYOTO ELECTRONICS Manufacturing Co., LTD.).

Thử nghiệm đánh giá

Thử nghiệm phân hủy cis-DCE được thực hiện bằng cách sử dụng các mẫu bột sắt A và B thu được.

Trước hết, 0,5g mẫu bột sắt A và B thu được của ví dụ 1 lần lượt được đặt trong lọ nhỏ có thể tích là 124 mL cùng với 50 mL nước đã được khử ion, và sục khí nitơ để làm đuổi oxy/thay thế nitơ, và sau đó lọ nhỏ được

đậy kín bằng vách ngăn bằng cao su butyl được phủ bằng nhựa flo (Teflon (nhãn hiệu đã được đăng ký)), và mũ chụp bằng nhôm.

Tiếp theo, 1mL cis-1,2-dicloetylen(cis-1,2-DCE) được bơm vào mỗi chai được đậy kín bằng cách sử dụng bơm tiêm vi lượng. Hơn nữa, 1µL benzen tương tự được bơm vào mỗi chai được đậy kín bằng cách sử dụng bơm chất lỏng siêu vi. Benzen đóng vai trò là chất chuẩn nội bộ cho việc đánh giá sự thay đổi của nồng độ DCE. Nồng độ của DCE được phát hiện sau khoảng thời gian đến ngày thứ 15 của thử nghiệm, trong khi vẫn lắc chai ở tốc độ là 150 vòng/phút, nhờ đó thu được hằng số tốc độ phân hủy k.

Phản ứng phân hủy của hợp chất hữu cơ clo bởi mẫu bột sắt, được giả thiết là phản ứng sơ cấp được thể hiện bởi công thức 1 và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy được định nghĩa là k.

$$C/C_0 = e^{-k \cdot t} \quad (\text{công thức 1})$$

(C_0 : nồng độ ban đầu của hợp chất hữu cơ clo, C: nồng độ của hợp chất hữu cơ clo ở thời điểm t, t: thời gian xử lý (ngày), k: hằng số tốc độ phản ứng phân hủy (/ngày))

Kết quả là, đã thấy rằng hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt A (được nhúng chìm trong nước chung cất) là 0,064/ngày, và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt B (được nhúng chìm trong rượu etylic) là 0,082/ngày.

Ví dụ 2

100 mL của axit clohydric có nồng độ là 1% mol được pha chế trong cốc thủy tinh có thể tích 200 mL, và 10g bột sắt (bột sắt khử DKP-100 được sản xuất bởi DOWA IP Creation) được nạp vào cốc thủy tinh, và được khuấy trong thời gian 5 phút bằng cách sử dụng máy khuấy Kemi. Hỗn hợp

thu được của bột sắt và nước được đưa vào quá trình lọc có hút bằng cách sử dụng Nutsche, bình lọc, và máy hút, nhờ đó lọc bột sắt trên giấy lọc. Trong quá trình hút-lọc đó, giấy lọc loại số 5 được sản xuất bởi ADVANTEC CORPORATION đã được sử dụng. Sau đó, sau khi lọc-hút, dung dịch axit clohyric từ bột sắt, bột sắt được nhúng chìm trong 200 mL nước đã được khử ion trong khi vẫn giữ trạng thái hút, nhờ đó rửa bột sắt. Sau khi kết thúc quá trình rửa, quá trình lọc-hút được kết thúc, nhờ đó thu được bột sắt trong ví dụ này. Bảng 2 thể hiện các giá trị vật lý.

Bảng 2

	BET	Mật độ khối	Sự phân bố cỡ hạt [μm]		
		g/cm^3	D10	D50	D90
Nguyên liệu bột sắt thô	0,30	2,72	85,8	169,3	280,2
Ví dụ 2	3,09	0,92	49,1	117,8	214,5
Ví dụ 4	2,52	0,92	3,4	5,18	11,14

Lượng nước trong bột sắt là 17%.

Tương tự với ví dụ 1, lượng nước của mẫu bột sắt là 0,2% sau khi được làm khô ở 30°C. Tỷ lệ dẹt là 1,61.

Sau quá trình thực hiện thử nghiệm phân hủy cis-DCE tương tự với thử nghiệm phân hủy của ví dụ 1, đã thấy rằng hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt của ví dụ này là 0,038/ngày.

Ví dụ so sánh 1

Thử nghiệm phân hủy cis-DCE được mô tả trong các ví dụ 1 và 2, đã được thực hiện bằng cách sử dụng bột sắt (bột sắt khử DKP-100 được sản xuất bởi DOWA IP Creation) với vai trò là nguyên liệu thô trong các ví dụ

1 và 2, mà không cần thực hiện quá trình nhúng chìm và làm khô.

Lượng nước trong bột sắt là 0,1%. Tỷ lệ dẹt là 1,42. Kết quả của thử nghiệm phân hủy cis-DCE, hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt của ví dụ này là thấp hơn 0,01/ngày, và hầu hết quan sát thấy quá trình phân hủy là không thể thực hiện được.

Ví dụ so sánh 2

Thử nghiệm phân hủy cis-DCE được mô tả trong các ví dụ 1 và 2, được thực hiện bằng cách sử dụng mẫu bột sắt giống bột biển (Bảng 3 thể hiện các giá trị vật lý, và Bảng 4 thể hiện các giá trị phân tích của thành phần hóa học), mà không được thực hiện bước nhúng chìm và làm khô.

Lượng nước trong bột sắt là 0,2%. Tỷ lệ dẹt là 1,07. Kết quả của thử nghiệm phân hủy cis-DCE, hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt của ví dụ này là thấp hơn 0,01/ngày, và hầu hết không quan sát thấy sự phân hủy.

Bảng 3

BET	Mật độ khối	Sự phân bố cỡ hạt [% khối lượng]						
[m ² /g]	[m ³ /g]	~180μm	~150μm	~106μm	~75μm	~63μm	~45μm	~45μm
2,52	2,05	3,4	5,2	11,1	11,4	7,9	17,1	43,9

Bảng 4

Thành phần hóa học (% khối lượng)			
Kim loại Fe	C	S	O
87,1	0,27	0,019	3,07

Ví dụ so sánh 3

Zircon oxit (ZrO_2) có đường kính 10mm được nạp vào bình SUS304 có thể tích bên trong là 2,3L, bằng 80% thể tích của bình (6580g). Sau đó, 100g bột sắt (bột sắt khử DKP-100) được nạp vào đó, và sau đó 1L của nước chung chất được nạp thêm vào đó, và bình SUS được đậy kín bởi nắp đậy có gấn cao su, nhờ đó tạo ra nguyên liệu.

Bình SUS để điều chế nguyên liệu được đặt trên bàn xoay, bàn này sau đó được truyền động và được quay ở tốc độ là 120 vòng/phút trong 120 giờ.

Sau khi kết thúc quá trình quay, các chất trong bình SUS được lấy ra, và bi ZrO_2 được tách ra khỏi huyền phù đặc của bột sắt và nước, có sử dụng thiết bị lọc có cỡ lỗ là 5 mm.

Huyền phù đặc thu được của bột sắt và nước được đưa vào quá trình hút-lọc bằng cách sử dụng Nutsche, bình lọc, và máy hút gió, nhờ đó lọc bột sắt trên giấy lọc. Trong quá trình lọc-hút đó, giấy lọc loại No.5C được sản xuất bởi ADVANTEC CORPORATION đã được sử dụng. Sau đó, máy hút gió sau quá trình hút-lọc đó được dừng lại, và bột sắt trên giấy lọc được thu hồi.

Mẫu bột sắt đã được thu hồi được đặt trong máy làm khô với nhiệt độ được thiết lập tới 10°C ở trạng thái tĩnh và được làm khô trong thời gian 12 giờ, dưới môi trường khí quyển. Sau đó, sau khi làm khô, tảng bột tạo ra từ quá trình kết dính của bột sắt thu được được nghiền sơ bộ bằng cách sử dụng cối mã não, nhờ đó thu được mẫu bột sắt của ví dụ này.

Sau khi làm khô, đã thấy rằng lượng nước của mẫu bột sắt là 0,3%, mật độ khối là $1,43\text{g/cm}^3$, và giá trị BET là $2,97\text{m}^2/\text{g}$. Tỷ lệ dẹt là 33,4.

Thử nghiệm phân hủy cis-DCE được mô tả trong các ví dụ 1 và 2, đã

được thực hiện, bằng cách sử dụng 0,5g mẫu bột sắt. Hơn nữa, thử nghiệm phân hủy TCE được thực hiện dưới điều kiện tương tự.

Hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE trong mẫu bột sắt là 0,107 (/ngày), và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của TCE là 0,093 (/ngày).

Ví dụ so sánh 4

Quá trình thực hiện này được thực hiện tương tự với quá trình thực hiện trong ví dụ 3, khác biệt ở chỗ nhiệt độ làm khô được thiết lập đến nhiệt độ là 40°C, nhờ đó thu được mẫu bột sắt của ví dụ này. Các giá trị vật lý được thể hiện trong Bảng 2.

Sau khi làm khô, đã thấy rằng lượng nước trong mẫu bột sắt là 0,2%, mật độ khối là 0,92g/cm², và giá trị BET là 3,09m²/g. Tỷ lệ dẹt là 31,2.

Hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt là 0,030 (/ngày), và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của TCE là 0,044 (/ngày).

Ví dụ so sánh 3

Quá trình thực hiện được thực hiện tương tự với quá trình thực hiện trong ví dụ 3, khác biệt ở chỗ nhiệt độ làm khô được thiết lập đến nhiệt độ 105°C, nhờ đó thu được mẫu bột sắt trong ví dụ này.

Sau khi làm khô, lượng nước trong bột sắt là 0,2%, mật độ khối là 0,71g/cm², và giá trị BET là 3,24m²/g. Tỷ lệ dẹt là 29,1.

Đã thấy rằng, hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt của ví dụ so sánh 3 là 0,004 /ngày], và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của TCE là 0,008 (/ngày).

(Kết luận về các ví dụ 3, 4 và ví dụ so sánh 3)

Fig. 1 thể hiện đồ thị của sự thay đổi của nồng độ của hợp chất hữu cơ được halogen hóa với các khoảng thời gian trong quá trình phân hủy halogen bởi mẫu của ví dụ 4. Trục dọc chỉ nồng độ của hợp chất hữu cơ được halogen hóa (nồng độ của các hợp chất hữu cơ được halogen hóa ở thời điểm bắt đầu thử nghiệm được tiêu chuẩn hóa là 1, và tốc độ giảm nồng độ đối với giá trị tiêu chuẩn này được thể hiện), và trục hoành chỉ số ngày, trong đó nồng độ của tricloetylen (TCE) được biểu thị trên đồ thị bằng ký hiệu $\square$, và nồng độ của cis-1, 2-dicloetylen (cis-1, 2-DCE) được biểu thị trên đồ thị bởi ký hiệu $\circ$. Từ Fig. 1, đã thấy rằng hợp chất hữu cơ được halogen hóa nhanh chóng bị phân hủy bởi bột sắt.

Hơn nữa, trong các ví dụ 3 và 4 nêu trên và ví dụ so sánh 3, nồng độ của DCE được theo dõi cho tới ngày thứ 15 tính từ ngày thử nghiệm, và hằng số tốc độ phân hủy k thu được. Kết quả được thể hiện trên đồ thị trên Fig. 2 bởi ký hiệu $\bullet$. Hơn nữa, kết quả của thử nghiệm được thực hiện dưới cùng điều kiện, bao gồm điểm mà TCE được sử dụng thay cho DCE, được thể hiện trên đồ thị trên Fig. 2 bởi ký hiệu $\blacksquare$. Trục tung chỉ giá trị của k , và trục hoành chỉ nhiệt độ làm khô của các mẫu bột sắt.

Từ kết quả trên Fig. 2, đã thấy rằng khi nhiệt độ làm khô thấp hơn 40°C , thì mức độ tăng của giá trị k được tăng trong các mẫu bột sắt trong các ví dụ 3, 4 và ví dụ so sánh 3. Từ kết quả này, đã thấy rằng hoạt tính phân hủy của các mẫu bột sắt trong các ví dụ 3, 4 đối với các hợp chất hữu cơ được halogen hóa được tăng bằng cách làm dẹt hạt và quá trình làm khô được thực hiện dưới điều kiện được mô tả trên đây.

Ví dụ 5

Quá trình quay tương tự như ví dụ 3 đã được thực hiện bằng cách sử

dụng bình, bi và bột sắt như trong ví dụ 3, nhờ đó thu được huyền phù đặc của bột sắt và nước.

Huyền phù đặc thu được của bột sắt và nước được đưa vào quá trình hút-lọc bằng cách sử dụng Nutsche, bình lọc, và máy hút gió tương tự như máy hút gió của ví dụ 3, nhờ đó lọc bột sắt trên giấy lọc. Sau đó, 100 ml rượu etylic công nghiệp được thấm vào trong bột sắt còn lại trên giấy lọc trong giai đoạn khi nước được lọc, trong khi tiếp tục hút, nhờ đó thay thế nước còn lại trong bột sắt bởi rượu etylic.

Bột sắt được thu hồi được đặt ở trạng thái tĩnh, trong máy làm khô loại tuần hoàn nhiệt độ được cố định được cài đặt nhiệt độ là 10°C, dưới môi trường khí quyển, và được làm khô trong thời gian 21 giờ. Sau đó, sau khi làm khô, viên được tạo ra từ quá trình kết dính của bột sắt thu được được nghiền sơ bộ bằng cách sử dụng cối mã não, nhờ đó thu được mẫu bột sắt trong ví dụ này.

Sau khi làm khô, đã thấy rằng lượng nước trong mẫu bột sắt là 0,3%, và mật độ khối là 1,27g/cm², và giá trị BET là 3,03m²/g. Tỷ lệ dẹt là 35,1.

Đã thấy rằng, hằng số tốc độ phản ứng của cis-DCE của mẫu bột sắt là 0,185/ngày, và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của TCE là 0,137/ngày.

Ví dụ 6

Mẫu bột sắt trong ví dụ này thu được bằng cách thực hiện quá trình tương tự với quá trình thực hiện trong ví dụ 5, khác biệt ở chỗ nhiệt độ làm khô được cài đặt là 40°C.

Sau khi làm khô, đã thấy rằng lượng nước trong mẫu bột sắt là 0,2%, và mật độ khối là 0,81g/cm², và giá trị BET là 3,09 m²/g. Tỷ lệ dẹt là 33,6.

Hằng số tốc độ phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt là 0,019/ngày, và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của TCE là 0,03/ngày.

Ví dụ so sánh 4

Quá trình thực hiện được thực hiện tương tự với quá trình thực hiện trong ví dụ 5, khác biệt ở chỗ nhiệt độ làm khô được thiết lập đến nhiệt độ 105°C, nhờ đó thu được mẫu bột sắt trong ví dụ này.

Sau khi làm khô, đã thấy rằng lượng nước trong mẫu bột sắt là 0,2%, và mật độ khối là 0,67g/cm², và giá trị BET là 3,32m²/g. Tỷ lệ dẹt là 31,8.

Hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của cis-DCE của mẫu bột sắt là 0,008/ngày, và hằng số tốc độ phản ứng phân hủy của TCE là 0,015/ngày.

(Kết luận về các ví dụ 5,6 và ví dụ so sánh 4)

Trong các ví dụ 5,6 và ví dụ so sánh 4 trên đây, nồng độ của DCE được theo dõi cho đến ngày thứ 15 từ thời điểm bắt đầu thử nghiệm, và hằng số tốc độ phân hủy k thu được. Kết quả của thử nghiệm được thể hiện trên đồ thị bởi $\circ$ trên Fig. 3. Hơn thế nữa, kết quả của thử nghiệm được thực hiện dưới cùng điều kiện, bao gồm điểm TCE được sử dụng thay cho DCE, được thể hiện trên đồ thị bởi ký hiệu $\square$ trên Fig. 3. Trục tung chỉ giá trị của k, và trục hoành chỉ nhiệt độ làm khô của các mẫu bột sắt.

Từ các kết quả trên Fig. 3, đã thấy rằng khi nhiệt độ làm khô thấp hơn 40°C, thì mức độ tăng của giá trị k được tăng trong các mẫu bột sắt trong các ví dụ 5, 6 và ví dụ so sánh 4. Từ kết quả này, đã thấy rằng hoạt tính phân hủy của các mẫu bột sắt trong các ví dụ 5, 6 cho các hợp chất hữu cơ được halogen hóa được tăng bằng cách làm dẹt và làm khô được thực hiện dưới điều kiện được mô tả trên đây.

Ví dụ so sánh 5

Zircon oxit (ZrO_2) có đường kính là 10 mm được nạp vào bình SUS304 có thể tích bên trong là 2,3 L, bằng 80% thể tích của bình (6580g). Sau đó, 100g bột sắt (bột sắt khử DKP-100 được sản xuất bởi DOWA IP Creation) được nạp vào đó, và sau đó bình được đậy kín bởi nắp được gắn vòng cao su, nhờ đó tạo ra vật liệu.

Bình SUS, mà vật liệu được điều chế trong đó, được đặt trên bàn quay nghiền dạng bình, sau đó được truyền động và được quay ở tốc độ là 120 vòng/phút dưới cùng điều kiện là 2, 5, 10 và 20 giờ.

Lượng chất của bình SUS được lấy ra sau quá trình quay, và bị ZrO_2 và bột sắt được tách bằng cách sử dụng thiết bị lọc có cỡ lỗ là 5 mm, nhờ đó thu được bột sắt của ví dụ này. Quá trình làm khô không được thực hiện.

Tỷ lệ dẹt của mẫu bột sắt thu được lần lượt là 5,6/12,3/20,6/33,4 đối với thời gian xử lý nghiền bi là 2/5/10/20 giờ. Hơn thế nữa, thử nghiệm phân hủy như ví dụ 3 đã được thực hiện, và kết quả của nó được thể hiện trên đồ thị, được ký hiệu trên Fig. 4.

Fig. 4 là đồ thị thể hiện sự thay đổi khoảng thời gian của hằng số tốc độ phản ứng phân hủy k của TCE bởi mẫu bột sắt, trong đó trục ngang chỉ thời gian xử lý quay bởi máy nghiền dạng bình, và trục dọc chỉ hằng số tốc độ phản ứng phân hủy k.

Như được làm rõ từ các kết quả của FIG. 4, đặc tính phân hủy TCE của mẫu bột sắt trong ví dụ này ở mức thấp, mặc dù quá trình xử lý trong máy nghiền bi được thực hiện bằng cách sử dụng máy nghiền dạng bình tương tự với máy nghiền dạng bình được sử dụng cho các mẫu bột sắt trong các ví dụ từ 3 đến 6.

Ví dụ so sánh 6

100g bột sắt (E-200 được sản xuất bởi DOWA IP Creation) có cỡ hạt cho phép không thấp hơn 50% khối lượng của nó đi qua thiết bị lọc, là bột sắt có diện tích riêng là khoảng $20000\text{cm}^2/\text{g}$ và lượng cacbon là 0,2% khối lượng, và 1,27g bột đồng oxit (bột CuO được sản xuất bởi Nikko Fine Chemicals Co,Ltd.) (tương ứng với 0,8g Cu), được nạp vào máy trộn mẫu (có cánh quạt hình neo) có thể tích là 300 mL.

Sau khi bột sắt và bột oxit đồng nêu trên được nạp vào máy trộn mẫu, chúng được khuấy trong một phút, và ở thời điểm này, 5mL của axit sulfuric 1M được bổ sung vào máy trộn và tiếp tục khuấy, và quá trình khuấy được tiếp tục trong 20 giây. Sau đó, các chất có mặt trong đó được lấy ra khỏi máy trộn, và được giữ trong lò sấy ở nhiệt độ 105°C , và thành phần lỏng được tách ra bằng cách làm bốc hơi, nhờ đó thu được mẫu bột sắt của ví dụ này.

Kết quả của việc đánh dấu mẫu bột sắt được đưa vào thử nghiệm phân hủy DCE như ví dụ 3, đã thấy rằng hằng số tốc độ phân hủy của cis-DCE vào ngày thứ mười chín, là $k = 0,104/\text{ngày}$.

Ví dụ so sánh 7

100g bột sắt khử nêu trên (DKP-100) và 3,93g pentahydrat đồng sulfat ($\text{CuSO}_4/5\text{H}_2\text{O}$: chất phản ứng được sản xuất bởi Wako Pure Chemical Industries,Ltd.) được nạp vào máy trộn mẫu có thể tích là 300 mL (có cánh quạt hình neo).

Sau khi bột sắt khử và pentahydrate đồng sulfat nêu trên được nạp vào máy trộn mẫu, chúng được khuấy trong thời gian 1 phút, nhờ đó thu được mẫu bột sắt của ví dụ này.

Kết quả của việc đánh dấu mẫu bột sắt được đưa vào thử nghiệm phân hủy TCE, DCE như ví dụ 3, hằng số tốc độ phản ứng phân hủy TCE và hằng số tốc độ phân hủy DCE thu được như sau:

$$(TCE):k = 0,12 \text{ (/ngày)}$$

$$(cis-DCE):k = 0,14 \text{ (/ngày)}$$

Kết luận:

Đã thấy rằng, mẫu bột sắt của ví dụ 3 có hằng số tốc độ phân hủy cis-DCE bằng hoặc cao hơn hằng số tốc độ phân hủy của mẫu bột sắt của ví dụ so sánh 6 chứa đồng oxit và trên cơ sở kỹ thuật thông thường.

Đã phát hiện thêm rằng, mẫu bột sắt trong ví dụ 5 có hằng số tốc độ phân hủy TCE và hằng số tốc độ phân hủy cis-DCE vượt trội hơn so với hằng số tốc độ phân hủy của mẫu bột sắt của ví dụ so sánh 6 chứa đồng oxit và so với kỹ thuật thông thường, và mẫu bột sắt của ví dụ so sánh 7 chứa lượng lớn đồng và theo kỹ thuật thông thường.

Bột sắt theo sáng chế có khả năng phân hủy một cách hiệu quả các hợp chất hữu cơ được halogen hóa trong đất, và nguyên nhân cụ thể chưa được làm rõ. Tuy nhiên, nguyên nhân dưới đây có thể được xem xét bởi các tác giả của sáng chế này.

1. Hiệu quả tiếp xúc giữa vị trí hoạt động và các phân tử hữu cơ được halogen hóa lên bề mặt của hạt sắt được tăng bởi sự tồn tại đồng thời của hạt sắt và halogen hữu cơ, bằng cách điều chỉnh trạng thái oxy hóa trên bề mặt của hạt, như dạng oxit (như FeO, Fe₂O₃, Fe₃O₄, v.v.) và tỷ lệ tồn tại, độ dày của lớp oxy hóa, và sự thay đổi cấu trúc mịn của bề mặt hạt do quá trình oxy hóa, v.v..

2. Ngoài 1 nêu trên, hạt bột sắt được nghiền thêm và được kéo dẫn bởi quá trình biến dạng đàn hồi, nhờ đó làm cho vật liệu trên cơ sở sắt bên trong hạt bột sắt được lộ phoi bề mặt, và làm cho hình dạng của hạt bột sắt được biến dạng thành hình dạng dẹt bởi quá trình kéo dẫn, do đó làm tăng diện tích riêng và tăng số vị trí hoạt động trên một đơn vị khối lượng của bột.

Theo sáng chế, có thể thu được bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa không chứa các chất phụ gia như đồng và có khả năng phân hủy cao đối với các hợp chất hữu cơ được halogen hóa. Do đó, việc sử dụng bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa có thể đóng góp đáng kể vào quá trình làm sạch đất bị nhiễm các hợp chất hữu cơ được halogen hóa.

Hơn thế nữa, trong phương pháp sản xuất theo sáng chế để sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa, bước liên quan đến các chất phụ gia có thể được bỏ qua. Do đó, các bước sản xuất có thể được đơn giản hóa, và mức độ ảnh hưởng xấu đến môi trường có thể được giảm trong ở thời điểm làm sạch đất.

Tuy nhiên, theo sáng chế, thậm chí là trong trường hợp bột sắt thường được tái sử dụng, nó có thể được sử dụng làm nguyên liệu thô, và do đó bột sắt có thể được chọn từ rất nhiều nguồn cung cấp nguyên liệu thô, mà hiệu quả sử dụng ở quy mô công nghiệp.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Khi bột sắt theo sáng chế được áp dụng để xử lý quá trình nhiễm bẩn của đất/nước ngầm, các kỹ thuật khác nhau có thể được xem xét. Tuy nhiên, có thể sử dụng phương pháp sẽ được mô tả dưới đây.

Ví dụ về áp dụng đối với đất (phương pháp xử lý vị trí ban đầu):

Bột sắt được trộn đều vào đất bằng cách sử dụng thiết bị sao cho bao phủ diện tích đất bị ô nhiễm đã được phát hiện bởi khảo sát sơ bộ. Sau quá trình thao tác đối với bột sắt, quá trình lấy mẫu đất trồng được thực hiện một cách phù hợp, và nồng độ của các chất gây ô nhiễm được kiểm tra, nhờ đó xác nhận mức làm sạch. Quá trình làm sạch được thực hiện ở thời điểm khi mức chuẩn được thiết lập đạt được, như trường hợp mà mức nhiễm bản đất thấp hơn giá trị chuẩn của môi trường đất trên toàn bộ diện tích được thao tác, hoặc đất trong diện tích nhiễm bản được xới lên, bột sắt được trộn đều trên đất, và quá trình kiểm tra được thực hiện, nhờ đó xác nhận mức chuẩn được thiết lập có đạt được hay không, vị trí ban đầu được đưa lại vào đất.

Ví dụ áp dụng đối với nước ngầm:

Nước ngầm bị ô nhiễm được bơm lên từ dưới lòng đất, được cho đi qua cột được làm đầy bằng bột sắt hoặc hỗn hợp của bột sắt và vật liệu độn khác, và chất gây ô nhiễm trong nước ngầm được khử trong cột, nhờ đó giải phóng nước được xử lý ở cửa ra của cột, khi đáp ứng thỏa mãn mức chuẩn được thiết lập của mức nhiễm bản đất thấp hơn mức chuẩn môi trường đất hoặc phương pháp sau để làm sạch nước ngầm là phương pháp chắn bằng thành phản ứng có thể thấm, có thể cũng được đề xuất, ví dụ: bột sắt hoặc hỗn hợp của bột sắt và vật liệu điền đầy để cải thiện khả năng thấm khí, được sắp xếp thành dạng thành (wall) sao cho dòng nước ngầm chứa các chất gây ô nhiễm (các hợp chất hữu cơ clo) có thể đi qua và chất gây ô nhiễm trong nước ngầm được phân hủy trong thành phản ứng có thể thấm này, nhờ đó làm cho nước ngầm được đi qua trở nên sạch hơn.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa bao gồm các bước:

nhúng chìm bột sắt trong một hoặc nhiều dung môi hữu cơ có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy;

tách rắn-lỏng đối với bột sắt đã được nhúng chìm trong dung môi, nhờ đó thu được bột sắt đã được làm ướt bởi dung môi này; và

làm khô bột sắt đã được làm ướt trong dung môi, trong khi giữ nhiệt độ ở mức thấp nhất là 40°C, nhờ đó làm oxy hóa bề mặt của bột sắt.

2. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm 1, trong đó bước làm khô được thực hiện trong khi vẫn giữ nhiệt độ ở 0°C hoặc lớn hơn và 10°C hoặc thấp hơn.

3. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa là bột sắt dùng để xử lý cis-1, 2-diclo etylen (cis-1, 2-DCE).

4. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 3, trong đó bước nhúng chìm bột sắt trong một hoặc nhiều dung môi hữu cơ, mà có áp suất hơi thấp hơn áp suất hơi của nước và chứa oxy được thực hiện sau khi thực hiện bước xử lý axit cho bột sắt.

5. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 4, trong đó bước làm khô được thực hiện trong thời gian 0,1 giờ hoặc lâu hơn và 72 giờ hoặc

ngắn hơn.

6. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 4, trong đó bước làm khô được thực hiện cho đến khi khối lượng dung môi bằng hoặc nhỏ hơn 0,5% khối lượng của khối lượng bột sắt.

7. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 6, trong đó bột sắt có cỡ hạt trung bình là 1 μ m hoặc lớn hơn và 500 μ m hoặc nhỏ hơn, được sử dụng làm bột sắt.

8. Phương pháp sản xuất bột sắt dùng để xử lý các hợp chất hữu cơ được halogen hóa theo điểm bất kỳ trong các điểm từ 1 đến 7, trong đó bột sắt có mỗi hạt có hình dạng dẹt với tỷ lệ dẹt bằng hoặc lớn hơn 2 được sử dụng.

9. Phương pháp làm sạch đất hoặc nước ngầm, trong đó bột sắt được sản xuất bởi phương pháp sản xuất bột sắt theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8 được sử dụng.

Fig.1

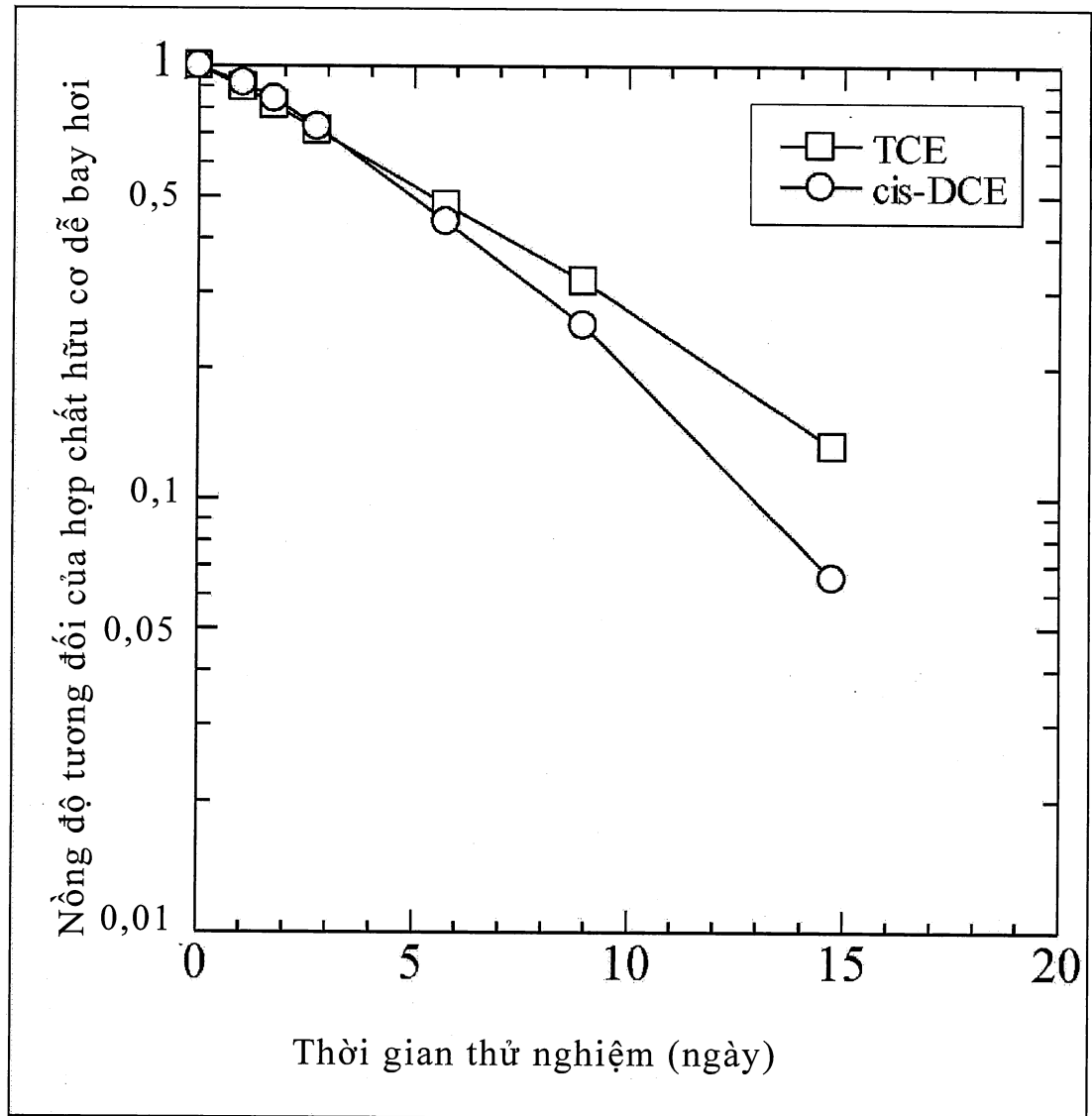


Fig.2

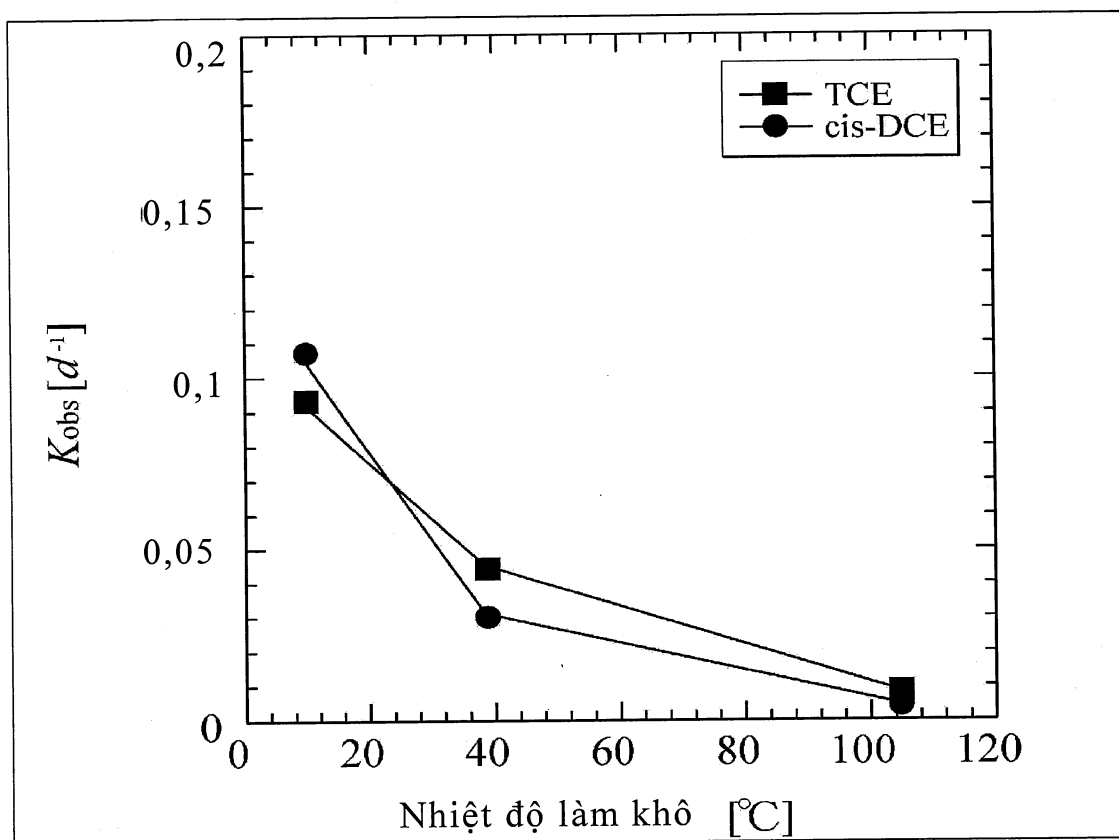


Fig.3

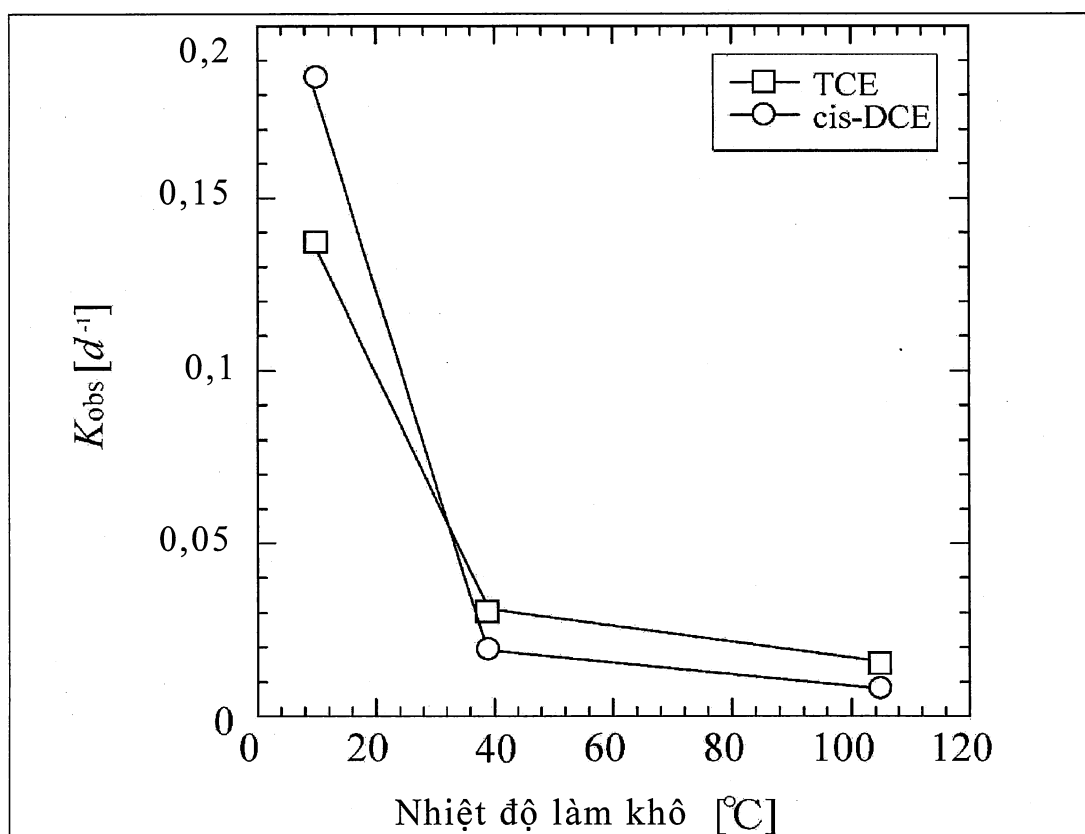


Fig.4