



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

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

(11) 
2-0002007

(51)⁷ **B01J 20/10, B03D 1/00, C01B 33/40**

(13) **Y**

(21) 2-2018-00067

(22) 25.07.2013

(67) 1-2013-02346

(45) 25.04.2019 373

(43) 25.02.2015 323

(73) 1. **TRƯỜNG ĐẠI HỌC KHOA HỌC TỰ NHIÊN - ĐẠI HỌC QUỐC GIA THÀNH
PHỐ HỒ CHÍ MINH (VN)**

227 Nguyễn Văn Cừ, phường 4, quận 5, thành phố Hồ Chí Minh

2. **HÀ THỨC CHÍ NHÂN (VN)**

227 Nguyễn Văn Cừ, phường 4, quận 5, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Hà Thúc Chí Nhân (VN), Hà Thúc Huy (VN)

(54) **PHƯƠNG PHÁP TINH CHẾ KHOÁNG MONTMORILONIT TỪ ĐẤT SÉT TỰ
NHIÊN**

(57) Giải pháp hữu ích đề cập đến phương pháp tinh chế khoáng montmorilonit (MMT) từ đất sét tự nhiên để tạo ra montmorilonit có độ tinh khiết lớn hơn 95%, phương pháp này sử dụng chất trợ trương $(\text{NaPO}_3)_6$ ở nhiệt độ 45°C để làm trương nở một cách hiệu quả MMT, sau đó sử dụng sóng siêu âm và natri persulfat để tách triệt để tạp chất ra khỏi MMT, tiếp đó, sử dụng amoni oxalat để tạo phức với hợp chất sắt và tách nó ra khỏi MMT. Huyền phù MMT sạch được lọc ép bằng máy lọc ép khung bản và chất rắn thu được được nghiền đến cỡ hạt từ 10 đến $50\mu\text{m}$ để tạo ra sản phẩm MMT có độ tinh khiết cao.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích đề cập đến sản phẩm montmorilonit (MMT) và phương pháp tinh chế khoáng montmorilonit từ đất sét tự nhiên để thu được một cách hiệu quả các hạt MMT có cấu trúc lớp, thích hợp dùng cho các ứng dụng phổ biến của MMT, ví dụ, sử dụng làm phụ gia cho các sản phẩm mỹ phẩm, sản phẩm hóa dầu, gia cường cho vật liệu cao phân tử (polyme) lai hóa với các hạt độn cỡ nano (nanocompozit) hoặc vật liệu xử lý môi trường v.v..

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Các giải pháp hữu ích có liên quan

WO 2006/032764 A1 đề xuất phương pháp tinh chế đất sét dùng để làm vật liệu ứng dụng trong y học điều trị bệnh. Phương pháp tinh chế đất sét này bao gồm giai đoạn xử lý cơ học bằng cách nghiền mịn vật liệu sét thô ban đầu và loại bỏ các tạp chất khoáng, đất đá có cỡ hạt lớn. Sau đó, phần nghiền mịn được làm trương trong nước để sa lắng và thu phần huyền phù (khoảng 20% khối lượng) có kích thước hạt mịn hơn. Phần huyền phù này được tiếp tục xử lý bằng dung dịch axit HCl 36% để loại bỏ các thành phần tạp chất đá vôi và cacbonat. Ngoài ra, WO 2006/071673 A1 đã đề xuất nhựa amin-aldehyt dùng để loại bỏ các tạp chất trong quá trình tuyển quặng chứa đất sét. Tuy nhiên, hiệu quả kinh tế và hiệu suất thu hồi sản phẩm khoáng sét tinh khiết của các phương pháp này không cao.

Các công bố nghiên cứu khoa học có liên quan

Hiện đã có nhiều tác giả sử dụng các phương pháp cơ học và hóa học nhằm thu được thành phần tinh khiết của các khoáng phyllosilicat trong tự nhiên. Theo các nghiên cứu được thực hiện trong phòng thí nghiệm thì phương pháp xử lý cơ học được thực hiện để loại bỏ các hạt tạp chất hoặc các khoáng khác (thạch anh, fenspat và cao lanh) có cỡ hạt lớn hơn MMT để thu được những phân đoạn hạt có cỡ hạt nhỏ hơn 2 μ m (được cho là phân đoạn chứa nhiều khoáng MMT nhất), tác giả R. Mikutta hay Aleksandra Pacuła [1, 2] đã thực hiện phương pháp xử lý theo các phương pháp như sàng lọc qua rây có cỡ lỗ khoảng 200 μ m, 50 μ m và 20 μ m cho

phép tách từng phân đoạn theo kích thước của hạt đất sét, nhưng sẽ rất khó để lọc được những hạt mịn đất sét ở cỡ hạt dưới $20\mu\text{m}$. Vì thế, sự rửa lọc đất sét chỉ được dùng như một quá trình tiền xử lý để đạt được những phân đoạn có cỡ hạt mịn và đồng đều trong vùng phân bố từ $20\text{-}50\mu\text{m}$. Tuy nhiên, nếu chỉ thực hiện phương pháp này thì vẫn không loại bỏ hoàn toàn các khoáng tạp chất như thạch anh và cao lanh để làm tăng tối đa hàm lượng MMT vốn tồn tại nhiều nhất ở vùng kích thước hạt nhỏ hơn $2\mu\text{m}$.

Một phương pháp khác trong việc xử lý cơ lý để tách khoáng MMT ra khỏi các tạp chất khác là tách chiết bằng từ trường. Trong các khoáng sét trong tự nhiên, đã tìm thấy những loại khoáng có tính chất từ. Nguyên tố đặc trưng nhất có tính chất từ, trong các loại khoáng, là nguyên tố sắt. Tùy thuộc vào tính chất từ khác nhau của từng loại khoáng mà phương pháp tách chiết này cho phép phân tách chúng ra trong một vùng từ trường cố định. Tận dụng đặc tính này, tác giả R. Mikutta (Nhật Bản) [1] đã sử dụng phương pháp này để loại bỏ các khoáng kim loại và oxit kim loại, đặc biệt là sắt ra khỏi khoáng MMT. Trong một vùng từ trường xác định, khoáng MMT sẽ được tách ra khỏi các khoáng sắt hay sắt oxit, tuy nhiên phương pháp này đem lại hiệu suất xử lý rất thấp và không cho phép loại bỏ thạch anh, fenspat, canxit v.v., tồn tại lẫn vào khoáng MMT.

Các tác giả như R. Mikutta, M. Janek, Katerina M. Dontsova, S. Kaufhold, Seung Yeop Lee hay Bart Baeyens [1, 4-10] cũng đã dựa theo tính toán của định luật Stock để phân tách khoáng MMT ra khỏi các khoáng khác dựa trên vận tốc sa lắng theo các kích thước hạt phân bố khác nhau. Sự sa lắng chịu ảnh hưởng của nhiều yếu tố: tỷ trọng của các hạt sét trong huyền phù, độ nhớt của dung dịch, chất gây keo tụ, kích thước phân bố của hệ huyền phù v.v..

Một phương pháp tinh chế cơ học đất sét cũng hiệu quả không kém là phương pháp ly tâm. Một số tác giả khác như Aleksandra Pacuła, K. Chatakondur hay Ph. Duchaufour [2, 11, 12] đã sử dụng phương pháp này và đạt được những kết quả khá tốt tương tự như sử dụng phương pháp sa lắng, nhưng có thời gian xử lý ngắn hơn nhiều. Tuy nhiên, phương pháp ly tâm còn phải phụ thuộc vào tỷ trọng của các hạt vốn rất thấp đối với những hạt MMT có tính trương trong nước cao

(montmorillonit : $< 1,85\text{g/ml}$; khoáng không trương : $>1,90\text{ g/ml}$). Vì vậy, hiệu quả thu được của phương pháp này cũng rất thấp.

Những tạp chất hòa tan được như canxit, các loại sắt oxit hay axit hữu cơ thường được loại bỏ bằng những phương pháp xử lý hoá học. Mục đích của các quá trình xử lý này là loại bỏ các tạp chất hấp phụ trong đất sét như các hợp chất axit mùn hữu cơ, muối cacbonat và hoà tan các dạng sắt oxit sau quá trình xử lý cơ học.

Những tác chất hóa học hay được sử dụng nhất nhằm phân hủy các tạp chất hữu cơ (như axit xitric, axit hữu cơ, v.v.) là hydro peroxit (H_2O_2) và hiện đã sử dụng dung dịch H_2O_2 từ 10% đến 30% khối lượng để “làm sạch” đất sét [2, 9, 13, 14]. Nhưng việc xử lý bằng H_2O_2 có nồng độ lớn sẽ dễ dàng gây ra sự oxy hóa và làm sai hỏng cấu trúc lớp đất sét. Thay vì sử dụng H_2O_2 , đã có đề xuất sử dụng dung dịch natri hypoclorit (NaOCl) và dinatri peroxodisulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$) để xử lý các tạp chất hữu cơ nhằm vừa tăng hiệu quả, vừa giảm thời gian xử lý và tránh trường hợp xảy ra sự phá vỡ cấu trúc tinh thể của đất sét như khi sử dụng H_2O_2 ở nồng độ cao [2, 9, 13-16]. Tác giả Meier và Menegatti [17] đã sử dụng hiệu quả $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ với dung dịch đệm NaHCO_3 (độ pH từ 7 đến 8,5) để xử lý hiệu quả các hợp chất axit hữu cơ.

Đối với các muối cacbonat hấp phụ trên đất sét thì thường được xử lý hoà tan và loại bỏ bằng cách sử dụng dung dịch axit clohydric (HCl , 0,05 M) hay dung dịch đệm axetat-axetic (1N) nhằm hoà tan các muối cacbonat như canxit, magiêzit hay khoáng đolômit.

Ngoài ra, đối với những loại đất sét thường có màu vàng do bị nhiễm sắt và sắt oxit thì cũng được nhiều tác giả nghiên cứu và xử lý. M. L. Jackson [18] hoặc sau đó là Mehra [19] đã sử dụng hỗn hợp dung dịch bao gồm chất khử natri dithionit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) cùng với chất đệm NaHCO_3 (để bảo đảm chỉ có Fe^{2+} tồn tại trong dung dịch) và chất tạo phức với Fe^{2+} là natri trixitrat ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$). Phương pháp này được sử dụng nhanh và rất có hiệu quả trong điều kiện độ pH khoảng 7,3 và nhiệt độ xử lý khoảng 75 đến 80°C. Việc sử dụng hợp chất EDTA (Etylen Diamin Tetra Axetic) để loại bỏ các hợp chất sắt dạng vô định hình và các tinh thể sắt oxit bị hydrat hóa (ferihydrit) cũng đã được đề xuất. Hợp chất EDTA này có khả

năng tạo phức càng cao với kim loại hóa trị 2, đặc biệt là ion sắt. Tuy nhiên, quá trình này diễn ra rất chậm và việc xử lý phải kéo dài hàng ngày.

Như vậy, vẫn có nhu cầu đối với phương pháp tinh chế khoáng montmorillonit đơn giản mà vẫn đảm bảo hiệu quả.

Danh mục tài liệu viện dẫn:

1. R. Mikutta et al., 2005; Review: Organic Matter Removal from Soils using Hydrogen Peroxide, Sodium Hypochlorite, and Disodium Peroxodisunphat; Soil Sci. Soc. Am. J. 69:120–135.
2. Aleksandra Pacuła et al., 2006; Textural effects in powdered montmorillonite induced by freeze-drying and ultrasound pretreatment; Applied Clay Science 32, 64–72.
3. <http://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/html/docs/methods/centrifuge.htm>
4. M. Janek and G. Lagaly, 2001; Proton saturation and rheological properties of smectite dispersions; Applied Clay Science 19, 121–130.
5. <http://pubs.usgs.gov/of/2001/of01-041/html/docs/methods/decant.htm>
6. Katerina M. Dontsova et al., 2004; Influence of exchange cations on water adsorption by soil clays; Soil Sci. Soc. Am. J., 68, 1218-1227.
7. S. Kaufhold, R. Dohrmann, K. Ufer, F.M. Meyer, 2002; Comparison of methods for the quantification of montmorillonite in bentonites; Applied Clay Science 22, 145– 151.
8. Seung Yeop Lee and Soo Jin Kim, 2002; Expansion of smectite by hexadecyltrimethylammonium; Clays and Clay Minerals, Vol. 50, No. 4, 435–445.
9. Bart Baeyens, Michael H. Bradbury, 1997; A mechanistic description of Ni and Zn sorption on Na-montmorillonite Part I: Titration and sorption measurements; Journal of Contaminant Hydrology 27, 199-222.
10. M. Pansu et J. Gautheyrou, Mineralogical, Handbook of Soil Analysis, Organic and Inorganic Methods; Updated English version, corrected by Daphâne

- Goodfellow. The original French book "L'analyse du sol, minralogique et minrale" was published in 2003 by Springer-Verlag , Berlin Heidelberg New York.
- 11.K. Chatakondur et al. 1987; The enhancement of intercalation reactions by ultrasound ; Chem.Soc., Chem. Commun.
 - 12.Ph. Duchaufour et B. Souchier, 1963; Note sur une mthode d'extraction combine de l'aluminium et du fer libres dans les sols; Science du sol, 17-30.
 - 13.An introduction to Clay Colloid Chemistry, 1977 – For Clay Technologists, Geologists, and Soil Scientists. H. van Olphen. Second Edition, John Wiley & Sons. New York, London, Sydney, Toronto.
 - 14.R. C. Jones, C. J. Babcock, and W.B. Knowlton, 2000; Estimation of the Total Amorphous Content of Hawaii Soils by the Rietveld Method; Soil Sci. Soc. Am. J. 64:1100–1108.
 - 15.Lars Ammann, "Cation exchange and adsorption on clays and clay minerals", Christian-Albrechts-University Kiel, 2003.
 - 16.C. Feller et al., 1991; Utilisation des rsines sodiques et des ultrasons dans le fractionnement granulomtrique de la matire organique des sols. Intrt et limites; Science du Sol, 29, 77-93.
 - 17.L. P. Meier et A. P. Menegatti, 1997; A new, efficient, one-step method for the removal of organic matter from clay-containing sediments; Clay Miner, 32, 557–563.
 - 18.Jackson, M.L. (1979) Soil Chemical Analysis—Advanced Course, 2nd Edition. Published by the author, Madison, Wisconsin.
 - 19.O.P. Mehra and M. L. Jackson, 1960; Iron oxide removal from soils and clays by a ditionite-citrate system buffered with sodium bicarbonat; Clays and clay minerals, 7, 317-327.
 - 20.Meier, L.P., Kahr, G., 1999; Determination of the cation exchange capacity (CEC) of clay minerals using the complexes of copper (II) ion with

triethylenetetramine and tetraethylenepentamine; Clays Clay Miner. 47, 386-388.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất phương pháp đơn giản, nhanh và rẻ tiền để tinh chế đất sét tự nhiên, nhờ đó tạo ra sản phẩm MMT có độ tinh khiết cao, thường lớn hơn 95%, bằng cách loại bỏ các tạp chất khoáng và hóa học thường cùng tồn tại hoặc hấp phụ lên đất sét như đất, cát, thạch anh, fenspat, cacbonat, canxit, sắt oxit và các loại axit mùn hữu cơ, và giữ lại duy nhất khoáng montmorilonit có cấu trúc lớp tinh khiết. Tốt nhất đất sét tự nhiên là đất sét tự nhiên Việt Nam, còn được gọi là bentonit, có hàm lượng MMT nằm trong khoảng từ 40 đến 70% khối lượng.

Để đạt được mục đích nêu trên, giải pháp hữu ích đề xuất phương pháp tinh chế khoáng montmorilonit (MMT) từ đất sét tự nhiên để tạo ra montmorilonit có độ tinh khiết lớn hơn 95%, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) rây bột đất sét tự nhiên qua lưới có cỡ lỗ $65\mu\text{m}$ để loại bỏ các tạp chất có kích thước lớn, tiếp theo khuấy đất sét tự nhiên đã được nghiền mịn trong dung dịch nước $(\text{NaPO}_3)_6$ nồng độ $4 \times 10^{-4} \text{M}$ ở nhiệt độ 45°C trong cột tách chiết;

(ii) để sa lắng tự nhiên hỗn hợp trong cột tách chiết trong vòng 60 phút, sau đó, thu hồi huyền phù lơ lửng ở phía trên của cột tách chiết và chuyển phần huyền phù này vào cột tách chiết có thiết bị tạo sóng siêu âm;

(iii) bổ sung natri persulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$) vào huyền phù ở bước (ii) đến hàm lượng 0,5% khối lượng, sau đó phân tán đều hỗn hợp huyền phù bằng thiết bị tạo sóng siêu âm trong thời gian 10 phút, tiếp đó để hỗn hợp huyền phù sa lắng tự nhiên trong thời gian 30 phút;

(iv) chuyển phần huyền phù ở phía trên của cột tách chiết ở bước (iii) vào bồn chứa có cánh khuấy, sau đó bổ sung amoni oxalat $((\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4)$ vào huyền phù này đến hàm lượng 10% khối lượng, khuấy hỗn hợp ở nhiệt độ 45°C trong thời gian 15 phút, tiếp đó, để sa lắng tự nhiên trong thời gian 30 phút;

(v) thu hồi phần chất rắn lắng xuống đáy bồn chứa và loại bỏ phần dung dịch còn lại trong chất rắn bằng máy lọc ép khung bản; và

(vi) nghiền chất rắn thu được ở bước (v) đến cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến 50 μ m để tạo ra sản phẩm MMT có độ tinh khiết cao.

Theo một phương án ưu tiên, tần số của sóng siêu âm được dùng là 30kHz.

Theo một phương án ưu tiên khác, độ ẩm của chất rắn thu được ở bước (v) nằm trong khoảng từ 8 đến 10%.

Trong một phương án khác nữa, phương pháp theo giải pháp hữu ích còn bao gồm bước nghiền đất sét tự nhiên thành bột mịn, khi đất sét tự nhiên được khai thác từ mỏ dưới dạng tảng.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ minh họa phương pháp tinh chế khoáng montmorilonit từ đất sét tự nhiên.

Hình 2 là hình ảnh sản phẩm đất sét tự nhiên từ mỏ Tam Bó, Lâm Đồng trước và sau khi tinh chế theo phương pháp của giải pháp hữu ích.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích đề cập đến việc cải thiện hàm lượng khoáng sét tự nhiên MMT thông qua việc tinh chế loại đất sét tự nhiên. Trong thực tế, đất sét trong tự nhiên không chỉ chứa MMT mà còn chứa các tạp chất khác như canxit, thạch anh, fenspat, sắt oxit và các axit mùn hữu cơ, vốn là các thành phần phổ biến nhất cùng tồn tại chung với đất sét. Thạch anh và fenspat, có cỡ hạt lớn hơn MMT có thể được phân tách bởi một số phương pháp cơ học như phân tán siêu âm, sa lắng theo thời gian và/hoặc ly tâm. Song song với quá trình xử lý cơ học, mẫu đất sét sẽ được xử lý bằng các phương pháp hóa học thông dụng nhằm loại bỏ các tạp chất như canxit, sắt oxit và các axit mùn hữu cơ.

Phương pháp xử lý đất sét trong giải pháp hữu ích này sẽ bao gồm hai giai đoạn chính là xử lý cơ lý nhằm loại bỏ các tạp khoáng có cỡ hạt lớn ($> 10\mu$ m) như đất, cát, thạch anh và fenspat. Giai đoạn tiếp theo là tiến hành tinh chế khoáng MMT dưới tác dụng của sóng siêu âm và sa lắng, đồng thời xử lý tinh khiết sản

phẩm thu được bằng phương pháp hóa học nhằm loại bỏ các tạp chất như cacbonat, axit mùn hữu cơ và sắt oxit. Phương pháp của giải pháp hữu ích được mô tả một cách khái quát và vắn tắt như trong Hình 1.

Trước hết, đất sét thô được xử lý sơ bộ. Đất sét thô tự nhiên được rây qua lưới 65 μ m để loại bỏ sơ bộ các tạp chất có cỡ hạt lớn hơn 100 μ m như đất, cát hoặc sỏi, v.v.. Trong trường hợp đất sét tự nhiên được khai thác từ mỏ có dạng tầng, việc nghiền đất sét tự nhiên thành bột mịn trước khi rây được tiến hành. Sau đó, bột đất sét đã rây được cho vào dung dịch chất trợ trương (NaPO_3)₆ nồng độ 4×10^{-4} M trong cột tách chiết, được khuấy ở nhiệt độ khoảng 45°C. Hệ hỗn hợp được để sa lắng tự nhiên trong vòng 60 phút và phần huyền phù không sa lắng được thu hồi từ một vòi xả để tách phần huyền phù chứa MMT ra khỏi các chất rắn sa lắng ở đáy của cột chiết tách. Vị trí vòi xả tùy theo độ cao của cột, miễn là thu hồi được tối đa phần huyền phù không sa lắng, chẳng hạn như với cột tác chiết cao 2m, đường kính 20cm thì vị trí vòi xả cách đáy 0,5m. Phần lắng ở đáy cột tách chiết được quay vòng tái tách chiết cùng với đất sét thô hoặc lặp lại việc tách chiết 2-3 lần.

Mục đích của việc này là nhằm thu được các khoáng sét có kích thước hạt nhỏ phân tán trong hệ huyền phù và loại bỏ các tạp khoáng có cỡ hạt lớn hơn (cỡ hạt lớn hơn 2-5 μ m) như cao lanh, thạch anh, fenspat v.v.. Đồng thời, nhờ môi trường nước ấm 45°C sẽ giúp hòa tan thành phần tạp chất muối cacbonat hấp phụ trong đất sét.

Sau khi xử lý sơ bộ, giai đoạn tinh chế hóa học được thực hiện. Phần huyền phù chứa MMT thu được ở trên được bơm vào cột tách chiết có cùng cỡ được kết nối với ba thiết bị tạo sóng siêu âm dạng thanh gắn dọc trên thân cột và cách đều nhau 0,5m tính từ đầu vào. Hệ huyền phù được bơm đầy vào cột cùng với một lượng dung dịch natri persulfat, lượng của natri persulfat trong huyền phù này là 0,5% khối lượng, hệ thống siêu âm gắn trên cột được bật lên. Tần số siêu âm tốt nhất là 30 KHz. Lúc này, hệ huyền phù trong cột được tạo phân tán bằng sóng siêu âm trong vòng 10 phút và tiếp theo được để sa lắng trong vòng 30 phút. Sau đó, tách loại phần sa lắng bằng cách thu lấy phần huyền phù phía trên cột và cho vào bồn xử lý và được khuấy trộn trong môi trường dung dịch amoni oxalat, lượng

amonit oxalat trong huyền phù này là 10% khối lượng, ở nhiệt độ 45°C trong vòng 15 phút. Hệ huyền phù sau quá trình xử lý được để sa lắng 30 phút và phần chất rắn lắng xuống được xả qua một hệ thống máy lọc ép dạng khung bản nhằm loại bỏ phần dung dịch còn lại và thu được phần chất rắn được cho là có hàm lượng khoáng MMT cao. Hệ thống máy lọc ép khung bản cho phép lọc ép tách nước ra khỏi các hợp chất rắn vô cơ với vải lọc bằng vật liệu polypropylen có công suất ép từ 5 đến 10270 lít/m². Sản phẩm khoáng MMT rắn dạng khối sau khi ép, có độ ẩm khoảng 8 đến 10%, sẽ được nghiền mịn bằng máy nghiền với kích thước hạt dạng khô đạt được khoảng từ 10 đến 50µm.

Mục đích của giai đoạn này trong giải pháp hữu ích là nhằm thu được khoáng MMT có cấu trúc lớp với cỡ hạt đa phần nhỏ hơn 2µm ra khỏi các khoáng tạp thạch anh hoặc fenspat có cỡ hạt lớn hơn 2 đến 5µm và đồng thời loại bỏ các tạp chất mùn hữu cơ và các sắt oxit.

Sản phẩm montmorillonit thu được từ phương pháp nêu trên có độ tinh khiết trên 95%, diện tích bề mặt BET nằm trong khoảng từ 100 đến 150m²/g và khả năng trao đổi ion dương từ 80 đến 100mmol/100g.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

10 kg đất sét thô, được khai thác từ mỏ Tam Bó, tỉnh Lâm Đồng, được nghiền mịn và sàng qua rây với mắt lưới 65µm và sau đó, bổ sung phần đất sét đã rây vào dung dịch chất trợ trương (NaPO₃)₆ (4×10^{-4} M) chứa gần đầy trong một cột tách chiết có đường kính 20cm, chiều cao 2,0m, khuấy ở nhiệt độ khoảng 45°C. Hệ hỗn hợp được để sa lắng trong vòng 60 phút và phần huyền phù không sa lắng được thu hồi từ một vòi xả có vị trí cách đáy cột tách chiết 0,5m. Phần lắng ở đáy được lặp lại tách chiết hai lần, toàn bộ huyền phù thu được được gom lại.

Phần huyền phù thu được được bơm vào một cột tách chiết thứ 2 tương tự như trên. Khi hệ huyền phù được bơm đầy vào cột cùng với một lượng dung dịch natri persulfat, nồng độ của natri persulfat trong cột là 0,5% khối lượng. Hệ thống siêu âm gắn trên cột được bật lên với tần số hoạt động là 30 kHz. Lúc này hệ huyền phù trong cột được đánh phân tán bằng sóng siêu âm trong vòng 10 phút và tiếp theo được để sa lắng trong vòng 30 phút. Sau đó, phần huyền phù cách đáy cột 0,5m

được cho vào một bồn xử lý có thể tích 1m^3 và được khuấy trộn trong môi trường dung dịch amoni oxalat, nồng độ amoni oxalat trong bồn xử lý là 10% khối lượng tại nhiệt độ 45°C trong vòng 15 phút. Hệ huyền phù sau quá trình xử lý được để sa lắng 30 phút và phần chất rắn lắng xuống được xả qua một hệ thống máy lọc ép dạng khung bản. Sản phẩm khoáng MMT rắn dạng khối thu được sau khi ép có khối lượng 7,68 kg có độ ẩm 10% và được nghiền mịn bằng máy nghiền đến cỡ hạt khô đạt được khoảng từ 10 đến $50\mu\text{m}$. Các thông số chỉ tiêu hóa lý của sản phẩm MMT được liệt kê trong bảng sau:

Chỉ tiêu phân tích	Phương pháp phân tích	Kết quả	So sánh với đất sét thương mại N ₇₅₇ , Đức
Màu sắc	Cảm quan	Màu vàng nhạt	Màu trắng
Cấu trúc	Phổ nhiễu xạ tia X	Cấu trúc tinh thể dạng lớp 2:1 với khoảng cách giữa hai lớp khi sản phẩm được sấy khô là 9,56 Å	Có cấu trúc tương tự và khoảng cách giữa hai lớp sét là 10,04 Å khi được sấy khô
Thành phần	Phổ nhiễu xạ tia X và phương pháp trao đổi cation	Hàm lượng MMT chiếm ~ 96% khối lượng, 3,4% khối lượng là tạp khoáng cao lanh và 0,6% khối lượng là tạp khoáng thạch anh (Quartz)	Hàm lượng MMT chiếm ~ 91% khối lượng và phần còn lại là tạp khoáng fenspat và thạch anh (Quartz)
Hàm lượng cát	Phương pháp lọc sa lắng	Không có	Không có
Khả năng trao đổi cation (CEC)	Bằng khả năng hấp phụ phức Cu (II) Tetraetylenpentamin trong môi trường pH tự nhiên của mẫu ^[20]	90-97 mmol/100g	101 mmol/100g
Diện tích bề mặt	Phương pháp BET	195 m ² /g	208 m ² /g
Độ cứng (Mohs)	Xác định theo tiêu chuẩn Mohs cho độ cứng của khoáng	1,4 - 2	1-2
Mật độ khối	Phương pháp đo lưu biến	1,78 - 2 g/cm ³	2,03 g/cm ³
Độ pH	pH kế	8-9	9
Kích thước hạt phân bố	Phương pháp tán xạ laze	93%: 0,5-2,8 μm 7%: 3,2-12 μm	90%: 0,3-3,4 μm 10%: > 2 μm

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích tạo sản phẩm MMT bằng phương pháp xử lý nguồn đất sét thô tự nhiên, ví dụ điển hình là mỏ đất sét Tam Bô, tỉnh Lâm Đồng, theo phương pháp tách chiết cơ học và xử lý hóa học đã đạt được những ưu điểm và hiệu quả như sau:

- Tận dụng sự dao động của sóng siêu âm nhằm phân tán tốt các hạt khoáng MMT vào trong hệ huyền phù và phân tách các tạp khoáng (như thạch anh, feldspar hoặc cát mịn) bị kết dính với khoáng MMT vốn gây ra quá trình đông sa lắng của các hạt khoáng MMT. Kết quả là dưới tác dụng của sóng siêu âm và trong thời gian sa lắng thì các tạp khoáng bị phân tách sẽ sa lắng nhanh hơn xuống phần đáy cột, và các hạt khoáng có kích thước hạt nhỏ hơn $2\mu\text{m}$ (đa phần là cấu trúc khoáng MMT) sẽ được trương và phân tán tốt hơn trong hệ huyền phù. Phương pháp kết hợp sóng siêu âm này đã cho tác dụng hiệu quả hơn trong việc tách chiết khoáng MMT ra khỏi các tạp chất khoáng khác.

- Phương pháp đã được loại bỏ các khoáng tạp như đất, cát, thạch anh, fenspat, muối cacbonat, các hợp chất axit mùn hữu cơ và các sắt oxit, sản phẩm sau cùng có thành phần chủ yếu là khoáng MMT với hàm lượng chiếm trên 95% khối lượng.

- Phương pháp trong giải pháp hữu ích được thực hiện đơn giản hơn do việc tinh chế khoáng sét MMT và việc xử lý hóa học được thực hiện một cách đồng thời chứ không làm riêng rẽ và theo trình tự từng bước so với các phương pháp được đề cập đến trong các báo cáo nghiên cứu khoa học quốc tế. Vì vậy, điểm thuận lợi của phương pháp theo giải pháp hữu ích này là sẽ thực hiện nhanh hơn, tiết kiệm thời gian hơn và mang lại tính khả thi hơn về mặt ứng dụng thực tế và kinh tế.

- Số lượng và hàm lượng hóa chất sử dụng trong phương pháp xử lý hóa học của giải pháp hữu ích này được giảm hơn so với các báo cáo khoa học trước kia. Cụ thể như không cần dùng hóa chất thông thường là axit axetic với dung dịch đệm natri axetat mà vẫn có thể hòa tan các muối cacbonat tại môi trường nước xử lý là 45°C . Hoặc dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ đóng vai trò là chất oxy hóa được sử dụng để loại

bỏ các tạp chất axit hữu cơ một cách hiệu quả và đạt độ an toàn cao hơn so với trường hợp sử dụng dung dịch H_2O_2 ở nồng độ cao có thể gây nguy hiểm cho người sử dụng và có khả năng gây sai hỏng cấu trúc lớp tinh thể của MMT do quá trình oxy hóa mạnh của dung dịch H_2O_2 .

- Phần rắn sa lắng ở cột tách chiết đất sét thô bằng $(\text{NaPO}_3)_6$ được quay vòng trở lại cột sa lắng, để thu hồi thêm khoáng MMT bị kết tụ và sa lắng theo các tạp chất khác, nhờ thế tăng hiệu suất thu hồi. Tùy thuộc vào độ giàu khoáng MMT của các mỏ đất sét mà cho ra hiệu suất xử lý khác nhau, như trong trường hợp mỏ Tam Bó - Lâm Đồng thì hiệu suất tách chiết sản phẩm tương đối cao với hàm lượng khoáng MMT tách chiết được từ mẫu đất sét thô là khoảng 70% khối lượng sau 3 lần tái xử lý.

Như vậy với các điểm thuận lợi nêu trên thì phương pháp xử lý MMT tinh khiết trong giải pháp hữu ích này mang tính đơn giản, tự động hóa cao, tiết kiệm thời gian và hóa chất xử lý nên có khả năng ứng dụng thực tiễn ra quy mô công nghiệp và cho hiệu quả kinh tế cao. Hiện tại đa phần các mỏ khoáng sét tự nhiên như ở Việt Nam đều được khai thác dưới dạng thô để sử dụng hoặc xuất khẩu nên đem lại hiệu quả sử dụng và tính kinh tế rất thấp. Vì vậy, giải pháp hữu ích này có thể giúp đề ra một phương pháp làm tăng giá trị sử dụng và hiệu quả kinh tế cao cho nguồn khoáng sản tự nhiên sẵn có và phong phú của Việt Nam. Và sản phẩm khoáng MMT thu được bằng phương pháp theo giải pháp hữu ích này có màu trắng nhạt với độ tinh khiết cao và diện tích bề mặt lớn ($180\text{m}^2/\text{g}$) nên có thể được ứng dụng trong lĩnh vực vật liệu ứng dụng sản phẩm kỹ thuật cao như vật liệu nanocompozit, chất mang xúc tác cho các sản phẩm hóa dầu, phụ gia mỹ phẩm hoặc vật liệu xử lý môi trường.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tinh chế khoáng montmorilonit (MMT) từ đất sét tự nhiên để tạo ra montmorilonit có độ tinh khiết lớn hơn 95%, phương pháp này bao gồm các bước:

(i) rây bột đất sét tự nhiên qua lưới có cỡ lỗ $65\mu\text{m}$ để loại bỏ các tạp chất có kích thước lớn, tiếp theo khuấy đất sét tự nhiên đã được nghiền mịn trong dung dịch nước $(\text{NaPO}_3)_6$ nồng độ $4 \times 10^{-4}\text{M}$ ở nhiệt độ 45°C trong cột tách chiết;

(ii) để sa lắng tự nhiên hỗn hợp trong cột tách chiết trong vòng 60 phút, sau đó, thu hồi huyền phù lơ lửng ở phía trên của cột tách chiết và chuyển phần huyền phù này vào cột tách chiết có thiết bị tạo sóng siêu âm;

(iii) bổ sung natri persulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$) vào huyền phù ở bước (ii) đến hàm lượng 0,5% khối lượng, sau đó phân tán đều hỗn hợp huyền phù bằng thiết bị tạo sóng siêu âm trong thời gian 10 phút, tiếp đó để hỗn hợp huyền phù sa lắng tự nhiên trong thời gian 30 phút;

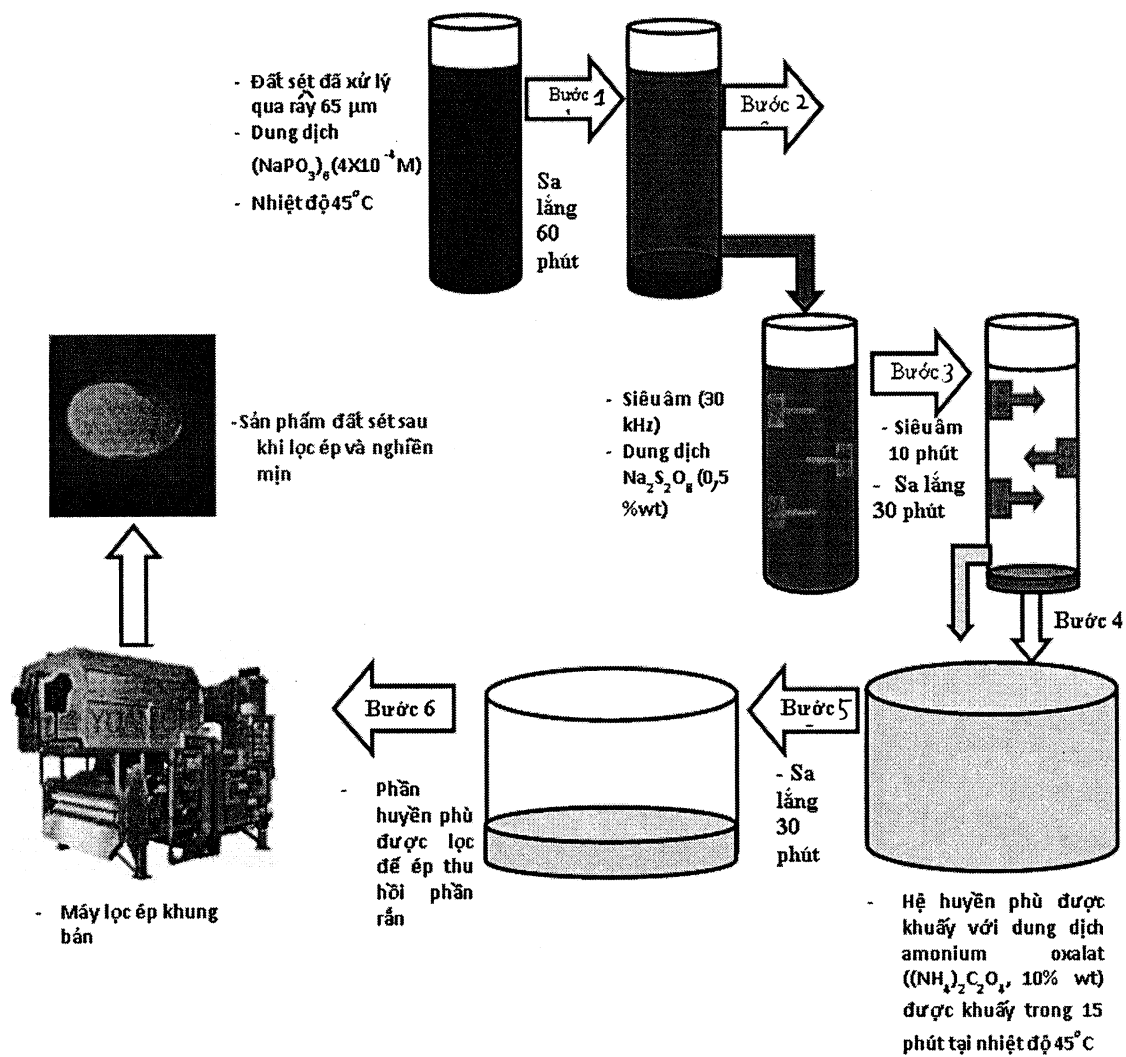
(iv) chuyển phần huyền phù ở phía trên của cột tách chiết ở bước (iii) vào bồn chứa có cánh khuấy, sau đó bổ sung amoni oxalat $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ vào huyền phù này đến hàm lượng 10% khối lượng, khuấy hỗn hợp ở nhiệt độ 45°C trong thời gian 15 phút, tiếp đó, để sa lắng tự nhiên trong thời gian 30 phút;

(v) thu hồi phần chất rắn lắng xuống đáy bồn chứa và loại bỏ phần dung dịch còn lại trong chất rắn bằng máy lọc ép khung bản; và

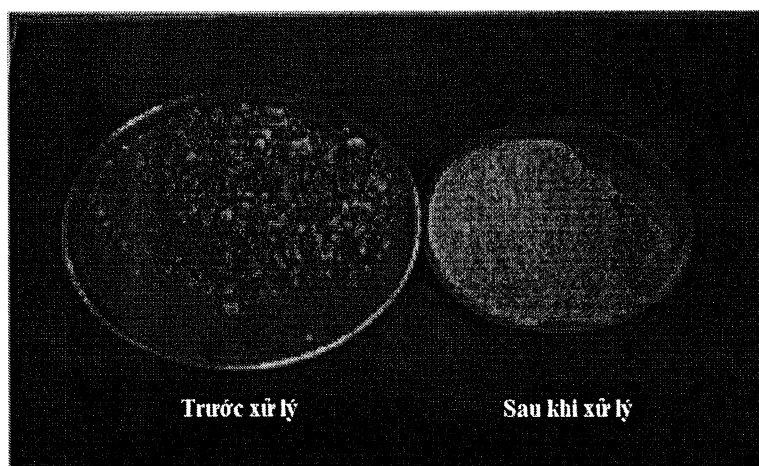
(vi) nghiền chất rắn thu được ở bước (v) đến cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 đến $50\mu\text{m}$ để tạo ra sản phẩm MMT có độ tinh khiết cao.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó độ ẩm của chất rắn thu được ở bước (v) nằm trong khoảng từ 8 đến 10%.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó tần số của sóng siêu âm được dùng là 30kHz.



Hình 1



Hình 2