



(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) 
1-0021769

(51)⁷ **C01G 25/00**

(13) **B**

(21)	1-2018-01374	(22)	28.03.2017		
(86)	PCT/JP2017/012670	28.03.2017	(87)	WO2017/170565A1	05.10.2017
(30)	2016-069462	30.03.2016	JP		
(45)	25.09.2019	378	(43)	25.06.2018	363
(73)	DAIICHI KIGENSO KAGAKU KOGYO CO., LTD. (JP)				
	1-6-38, Hirabayashiminami, Suminoe-ku, Osaka-shi, Osaka 5590025, Japan				
(72)	TAKAI, Masayuki (JP)				
(74)	Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)				

(54) **BỘT ZIRICON OXIT MỊN VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT BỘT NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến bột zircon oxit có khả năng đúc tốt và mật độ nung kết cao và có thể tạo ra sản phẩm nung kết zircon oxit theo cách đơn giản. Bột zircon oxit theo sáng chế bao gồm ytri oxit với lượng nằm trong khoảng từ 2% đến 6% mol, có thể tích của các lỗ xốp với đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng từ 0,14ml/g đến 0,28ml/g và có mật độ đúc tương đối nằm trong khoảng từ 44% đến 55% khi bột zircon oxit được đúc với áp suất đúc 1t/cm²(0,01MPa), trong đó mật độ đúc tương đối được tính theo công thức (1) dưới đây:

mật độ đúc tương đối (%) = (mật độ đúc/mật độ nung kết lý thuyết) x 100 (1).

Ngoài ra, sáng chế cũng đề cập đến phương pháp sản xuất bột zircon oxit nêu trên.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bột zircon oxit mịn và phương pháp sản xuất bột này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Zircon oxit được sử dụng cho rất nhiều ứng dụng. Các ví dụ điển hình của zircon oxit bao gồm bột được sản xuất bằng phương pháp khô, bột được sản xuất bằng phương pháp ướt, v.v.. Gần đây, việc nghiên cứu và phát triển đã được tích cực thực hiện trên bột zircon oxit ướt vì chúng có nhiều chức năng. Ví dụ, zircon oxit ướt được sản xuất bằng phương pháp tinh chế ướt, như là phương pháp thủy phân, được sử dụng làm vật liệu điện tử, chất đồng xúc tác để làm sạch khí thải ô tô, chất cảm biến oxy, gốm mịn, màng phản quang, chất điện phân của pin nhiên liệu oxit rắn và các ứng dụng tương tự.

Đôi khi zircon oxit ướt được sử dụng ở dạng chất nền bột, nhưng thường là được sử dụng ở dạng sản phẩm nung kết để thể hiện chức năng của nó. Sản phẩm nung kết zircon oxit được sản xuất bằng cách đúc bột tinh thể zircon oxit mịn, và sau đó nung kết sản phẩm đúc thu được. Trong trường hợp này, bột tinh thể zircon oxit mịn được đưa vào xử lý ổn định trước để duy trì cấu trúc tinh thể tứ giác hoặc lập phương, mà là pha ổn định ở nhiệt độ cao của tinh thể zircon oxit, đối với nhiệt độ thường. Việc xử lý ổn định đối với tinh thể zircon oxit nói chung được thực hiện bằng cách hòa tan oxit, như là canxi oxit, magie oxit và ytri oxit, trong zircon oxit. Sản phẩm nung kết bao gồm zircon oxit chỉ có cấu trúc tinh thể lập phương được sử dụng rộng rãi làm sản phẩm được gọi là sản phẩm nung kết zircon oxit ổn định toàn phần (thường được gọi là “zircon oxit ổn định”). Ngoài ra, sản phẩm nung kết chứa zircon oxit có cấu trúc tinh thể tứ giác được sử dụng rộng rãi làm sản phẩm nung kết zircon oxit ổn định một phần.

Khi thu được sản phẩm nung kết zircon oxit nêu trên, đặc tính của bột sẽ ảnh hưởng đến khả năng xử lý và khả năng nung kết trong quá trình sản xuất. Do đó, đặc tính của sản phẩm nung kết zircon oxit cần thu được sẽ bị ảnh hưởng lớn bởi đặc tính của bột zircon oxit được sử dụng làm nguyên liệu thô. Ví dụ, liên quan đến bột

ziricon oxit, tài liệu sáng chế 1 bộc lộ bột ziricon oxit mịn, trong đó diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 6 đến 28m²/g, và tỷ lệ [đường kính hạt trung bình được đo bởi kính hiển vi điện tử] / [đường kính hạt trung bình được xác định từ diện tích bề mặt riêng BET] nằm trong khoảng từ 0,9 đến 2,1. Bột ziricon oxit mịn này có thể được sản xuất bằng cách điều khiển đường kính hạt trung bình của ziricon oxit hydrat hóa, mà là nguyên liệu thô, và nhiệt độ nung của nó. Khả năng đúc và khả năng nung kết khi bột được đúc và nung kết để tạo ra gốm được nâng cao. Ngoài ra, tài liệu sáng chế 2 bộc lộ bột ziricon oxit chứa các hạt kết tụ thứ cấp, trong đó diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 3,5 đến 20m²/g, cỡ hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,3 đến 1μm, và tỷ lệ [đường kính hạt trung bình được đo bởi kính hiển vi điện tử] / [đường kính hạt trung bình được xác định từ diện tích bề mặt riêng BET] nằm trong khoảng từ 1 đến 3. Tài liệu sáng chế 2 cũng bộc lộ bột ziricon oxit và phương pháp sản xuất bột này, trong đó đường kính hạt trung bình ϕ (μm) của dung dịch keo ziricon oxit hydrat hóa nhỏ hơn hoặc bằng 0,2μm, và dung dịch keo này được nung ở nhiệt độ T (°C) mà thỏa mãn $T \geq 3000 \phi + 650$ và nằm trong khoảng từ 800 đến 1200°C hoặc từ 800 đến 1300°C để thu được bột ziricon oxit có diện tích bề mặt riêng (BET) S (m²/g) mà thỏa mãn mối quan hệ $\phi \leq 1/S$.

Tài liệu sáng chế 3 bộc lộ sản phẩm ziricon oxit nung kết truyền ánh sáng bao gồm ziricon oxit chứa ytri oxit với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 4% mol làm chất ổn định và nhôm oxit với lượng ít hơn 0,1% trọng lượng làm chất phụ gia, và có mật độ tương đối lớn hơn hoặc bằng 99,8% và tổng độ truyền ánh sáng được đo ở độ dày 1,0 mm lớn hơn hoặc bằng 35%. Tài liệu sáng chế 3 còn bộc lộ bột ziricon oxit thu được bằng nung kết bột chứa nhôm oxit với lượng ít hơn 0,1% trọng lượng, và có diện tích bề mặt riêng BET nằm trong khoảng từ 10 đến 15m²/g và đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,4 đến 0,7μm tại áp suất khí quyển, trong đó tốc độ co khi nung kết ($\Delta\rho/\Delta T$: g/cm³.°C) trong suốt quá trình nung kết tại áp suất khí quyển (trong không khí, tốc độ nâng nhiệt độ: 300°C/giờ) lớn hơn hoặc bằng 0,0125 và nhỏ hơn hoặc bằng 0,0160. Bột này được sản xuất bằng cách sử dụng dung dịch keo ziricon oxit đã hydrat hóa làm nguyên liệu khởi đầu, và có mật độ đúc là 50%.

Tài liệu sáng chế 4 bộc lộ thể xốp có nền ziricon oxit và phương pháp sản xuất chúng. Cụ thể, thể xốp có nền ziricon oxit được sản xuất bằng cách điều chế

dung dịch phản ứng A chứa zircon sulfat bazơ bằng cách trộn chất sulfit hóa ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn 95°C và dung dịch muối zircon ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn 95°C, điều chế dung dịch phản ứng B chứa zircon sulfat bazơ bằng cách trộn chất sulfit hóa ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 65°C nhưng nhỏ hơn 80°C và dung dịch muối zircon ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 65°C nhưng nhỏ hơn 80°C, trộn dung dịch phản ứng A và B, và hoá giả hỗn hợp thu được, sau đó trung hòa và nung.

Tài liệu sáng chế 5 bộc lộ bột có nền zircon oxit xốp và phương pháp sản xuất bột này. Cụ thể, khi chất sulfit hóa được thêm vào dung dịch muối zircon, chất sulfit hóa được thêm vào dung dịch muối zircon ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 100°C trong nồi hấp để nhờ đó tạo ra bột có nền zircon oxit xốp.

Bột có nền zircon oxit xốp được bộc lộ trong tài liệu sáng chế 4 và tài liệu sáng chế 5 có thể được sử dụng làm chất mang xúc tác để làm sạch khí thải ô tô, và có thể duy trì thể tích lỗ xốp cao ngay cả sau khi chịu nhiệt độ cao.

Danh sách tài liệu đối chứng

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JPH05-193947A

Tài liệu sáng chế 2: JPH05-193948A

Tài liệu sáng chế 3: JP2014-185078A

Tài liệu sáng chế 4: JP2006-36576A

Tài liệu sáng chế 5: JP2008-81392A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Có nhiều bản mô tả sáng chế và báo cáo nghiên cứu khác nhau về các loại bột zircon oxit khác nhau, như được mô tả trên đây; tuy nhiên, vẫn chưa có sự xem xét chi tiết nào về khả năng đúc khi thu được các sản phẩm nung kết zircon oxit. Không cần tới thời gian thủy phân kéo dài, v.v., giảm chi phí sản xuất và thời gian sản xuất, là mong muốn bức thiết. Cũng cần có bột zircon oxit có khả năng đúc tốt và cho phép sản xuất dễ dàng các sản phẩm nung kết zircon oxit có mật độ nung kết cao.

Trước khi thu được sản phẩm nung kết, thông thường cần gia áp bột bằng khuôn ép, v.v., để tạo ra bánh ép tươi, nghĩa là sản phẩm đúc, và để nung kết sản phẩm đúc này; tuy nhiên, các đặc tính của bột có ảnh hưởng lớn tới bước đúc này. Để thu được sản phẩm nung kết có mật độ nung kết và độ bền của sản phẩm nung kết cao, cần làm giảm các khiếm khuyết và sự không đồng đều về mật độ trong sản phẩm đúc và làm tăng mật độ của sản phẩm đúc này. Trong quá trình đúc ép, điều quan trọng là làm giảm ma sát với bề mặt thành khuôn kim loại trong quá trình đúc, và làm giảm ma sát giữa các hạt bột. Khi độ ma sát cao, các khiếm khuyết, như sự tách lớp và vết nứt, xảy ra trong sản phẩm đúc. Ngoài ra, khi độ ma sát cao, áp suất đúc ít có khả năng được truyền giữa các hạt, và không thể thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao. Do đó, lỗ khí vẫn còn trong sản phẩm nung kết, và khó mà tăng được mật độ đúc. Hơn nữa, khi phương pháp đúc phun, đúc ép đùn, đúc khuôn hoặc phương pháp tương tự được sử dụng, vết nứt, v.v., xuất hiện trong sản phẩm nung kết do sức căng và mật độ đúc không đều của sản phẩm đúc. Khi phương pháp đúc tấm được sử dụng, mật độ đúc không thể được làm tăng, độ bền của tấm bị giảm, và khả năng gia công thường bị giảm sút.

Sáng chế được thực hiện với sự cân nhắc về các vấn đề nêu trên. Mục đích của sáng chế là đề xuất bột zircon oxit có khả năng đúc tốt và mật độ nung kết cao, và có thể tạo ra sản phẩm nung kết zircon oxit theo cách đơn giản; và cũng đề xuất phương pháp sản xuất bột zircon oxit.

Cách thức giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã thực hiện nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích nêu trên. Kết quả là, tác giả sáng chế tập trung vào mức độ kết tụ của các hạt sơ cấp, điều mà chưa được chú ý trước đây, và phát hiện ra rằng có thể đạt được mục đích trên đây bằng bột zircon oxit, trong đó mức độ kết tụ các hạt sơ cấp được kiểm soát trong phạm vi cụ thể. Do đó, sáng chế đã được hoàn thành. Cụ thể hơn, tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng có thể đạt được mục đích trên đây bằng bột zircon oxit trong đó lượng khoảng trống giữa các hạt sơ cấp, nghĩa là thể tích lỗ xốp, được kiểm soát trong phạm vi cụ thể, trong khi nâng cao mức độ kết tụ của các hạt sơ cấp hơn trước. Do đó, sáng chế được hoàn thành.

Cụ thể, sáng chế bao gồm, ví dụ, các đối tượng chính được mô tả trong các

mục dưới đây.

Mục 1. Bột zircon oxit bao gồm ytri oxit với lượng nằm trong khoảng từ 2% đến 6% mol, có thể tích các lỗ xốp nằm trong khoảng từ 0,14 đến 0,28ml/g khi đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm, và có mật độ đúc tương đối nằm trong khoảng từ 44 đến 55% khi bột zircon oxit được đúc ở áp suất đúc là 1 t/cm² (0,01MPa), trong đó mật độ đúc tương đối được tính theo công thức (1) dưới đây:

$$\text{Mật độ đúc tương đối (\%)} = (\text{mật độ đúc} / \text{mật độ nung kết lý thuyết}) \times 100 \quad (1).$$

Mục 2. Bột zircon oxit theo mục 1, trong đó bột zircon oxit có diện tích bề mặt riêng nằm trong khoảng từ 5 đến 20m²/g, và đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,8μm.

Mục 3. Bột zircon oxit theo mục 1 hoặc 2, trong đó bột này còn bao gồm nhôm oxit.

Mục 4. Bột zircon oxit theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 3, trong đó mật độ nung kết khi bước nung kết được thực hiện ở nhiệt độ 1450°C sẽ lớn hơn hoặc bằng 99,5% so với mật độ nung kết lý thuyết.

Mục 5. Phương pháp sản xuất bột zircon oxit theo mục bất kỳ trong số các mục từ 1 đến 4, trong đó phương pháp này bao gồm:

bước thứ nhất là làm ẩm dung dịch chất sulfit hóa ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C, và duy trì dung dịch chất sulfit hóa ở nhiệt độ này;

bước thứ hai là làm ẩm dung dịch muối zircon ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C, và duy trì dung dịch muối zircon ở nhiệt độ này;

bước thứ ba là trộn dung dịch chất sulfit hóa được duy trì trong bước thứ nhất và dung dịch muối zircon được duy trì trong bước thứ hai để điều chế chất phản ứng; và

bước thứ tư là xử lý chất phản ứng đã điều chế trong bước thứ ba bằng bazơ, sau đó gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 1000°C nhưng nhỏ hơn 1200°C.

Mục 6. Phương pháp sản xuất bột zircon oxit theo mục 5, trong đó nhiệt độ của bước thứ nhất bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C, và nhiệt độ của bước thứ hai bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C.

Hiệu quả của sáng chế

Bột zircon oxit theo sáng chế có mật độ đúc cao khi được đúc, và có thể thu được ở dạng sản phẩm nung kết có mật độ nung kết lớn hơn hoặc bằng 99,5% so với mật độ nung kết lý thuyết. Do đó, bột zircon oxit thích hợp cho nhiều phương pháp đúc khác nhau, như là đúc ép, đúc phun, đúc khuôn và đúc tấm. Ngoài ra, bột zircon oxit theo sáng chế có thể được dễ dàng sản xuất hàng loạt, và do đó có khả năng cạnh tranh cao về chi phí và có thể được sử dụng cho nhiều ứng dụng khác nhau.

Phương pháp sản xuất bột zircon oxit theo sáng chế có thể sản xuất bột zircon oxit nêu trên theo cách đơn giản, và thích hợp để làm phương pháp sản xuất bột zircon oxit nêu trên.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án của sáng chế được mô tả chi tiết dưới đây. Trong bản mô tả, thuật ngữ "chứa" và "bao gồm" bao gồm các khái niệm "chứa", "bao gồm", "về cơ bản gồm" và "gồm".

Bột zircon oxit

Bột zircon oxit theo phương án của sáng chế bao gồm ytri oxit với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 6% mol, có thể tích các lỗ xốp nằm trong khoảng từ 0,14 đến 0,28 ml/g khi đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm, và có mật độ đúc tương đối nằm trong khoảng từ 44 đến 55% khi bột zircon oxit được đúc ở áp suất đúc 1 t/cm², trong đó mật độ đúc tương đối được tính theo công thức (1) sau đây:

$$\text{Mật độ đúc tương đối (\%)} = (\text{mật độ đúc} / \text{mật độ nung kết lý thuyết}) \times 100 \dots (1).$$

Bột zircon oxit nêu trên có mật độ đúc cao khi đúc, và có thể thu được ở dạng sản phẩm nung kết có mật độ nung kết lớn hơn hoặc bằng 99,5% so với mật độ nung kết lý thuyết. Ngoài ra, vì mật độ đúc cao của nó, bột zircon oxit thích hợp để dùng cho nhiều phương pháp đúc khác nhau, như đúc ép, đúc phun, đúc khuôn, và đúc tấm.

Trong bản mô tả, “bột” tạo ra chứa các hạt sơ cấp ở dạng đơn vị cấu trúc tối thiểu. Tất cả hoặc một số hạt sơ cấp kết tụ để tạo ra hạt thứ cấp. Do đó, thuật ngữ “bột” như được sử dụng trong bản mô tả dùng để chỉ dạng chứa các hạt thứ cấp ở dạng hợp phần. Vì hạt thứ cấp chứa hạt sơ cấp chưa kết tụ, “bột” được tạo ra về mặt

kỹ thuật chứa các hạt sơ cấp và/hoặc các hạt thứ cấp ở dạng hợp phần.

Ngoài ra, trong bản mô tả, thuật ngữ "đường kính hạt sơ cấp" dùng để chỉ đường kính của chính các hạt sơ cấp, và thuật ngữ "đường kính hạt thứ cấp" dùng để chỉ đường kính của chính hạt thứ cấp.

Ngoài ra, trong bản mô tả, cụm từ "đường kính hạt trung bình của bột" dùng để chỉ đường kính hạt trung bình của các hạt thứ cấp chứa trong bột, trừ khi có quy định cụ thể khác.

Bột zircon oxit theo phương án này bao gồm zircon oxit làm hợp phần chính. Đặc biệt, bột zircon oxit chứa các hạt sơ cấp bao gồm zircon oxit làm hợp phần chính. Cụ thể, bột zircon oxit có thể được sản xuất chủ yếu từ các hạt thứ cấp được tạo ra bởi sự kết tụ của các hạt sơ cấp bao gồm zircon oxit làm hợp phần chính.

Ngoài zircon oxit là hợp phần chính, bột zircon oxit theo phương án này bao gồm ytri oxit với lượng nằm trong khoảng từ 2 đến 6% mol dựa trên tổng số mol của bột. Ytri oxit có thể tạo ra dung dịch rắn cùng với zircon oxit. Khi tỷ lệ hàm lượng của ytri oxit lớn hơn hoặc bằng 2% mol, thì tỷ lệ của pha đơn tà trong sản phẩm nung kết của bột zircon oxit có thể được ngăn không cho vượt quá. Điều này có nghĩa là, sự lan rộng vết nứt có thể được ngăn chặn bởi sự giãn nở thể tích lớn do quá trình chuyển pha từ pha tứ giác sang pha đơn tà gây ra, do đó ngăn chặn hiện tượng giảm độ bền chống gãy của sản phẩm nung kết zircon oxit.

Tốt hơn, nếu tỷ lệ hàm lượng của ytri oxit dựa trên tổng lượng mol của bột nằm trong khoảng từ 2 đến 5% mol, và đặc biệt tốt hơn là từ 2 đến 4% mol. Cũng tốt hơn, nếu tỷ lệ hàm lượng của ytri oxit nằm trong khoảng từ 3 đến 6% mol dựa trên tổng lượng mol của bột. Khi tỷ lệ hàm lượng của ytri oxit nằm trong khoảng này, pha lập phương với độ không đẳng hướng quang học thấp được tạo ra; do đó, có thể thu được sản phẩm nung kết zircon oxit có độ mờ tốt.

Bột zircon oxit theo phương án này có thể chứa nhôm oxit, nếu cần.

Hàm lượng nhôm oxit không bị giới hạn một cách cụ thể, và nằm trong khoảng từ 0,005 đến 2% khối lượng dựa trên tổng khối lượng của bột zircon oxit chẳng hạn. Khi bột zircon oxit chứa nhôm oxit, khả năng nung kết của bột zircon oxit được cải thiện, và cấu trúc tinh thể có thể được dễ dàng đồng nhất hóa. Ngoài ra,

vì bột zircon oxit chứa nhôm oxit, hiện tượng giảm độ bền chống gãy của sản phẩm nung kết zircon oxit có thể dễ dàng được ngăn chặn. Hơn nữa, độ trong của sản phẩm nung kết zircon oxit có thể được nâng cao bằng cách điều chỉnh hàm lượng nhôm oxit. Tốt hơn, nếu hàm lượng nhôm oxit nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1,5% khối lượng, và tốt hơn nữa là 0,03 đến 1,2% khối lượng, dựa trên tổng khối lượng của bột zircon oxit.

Dạng nhôm oxit không bị giới hạn một cách cụ thể. Bột nhôm được ưu tiên xét về phương diện đảm bảo tính chất xử lý trong quá trình điều chế bột zircon oxit, và làm giảm tạp chất dư.

Khi nhôm oxit ở dạng bột, đường kính hạt trung bình của hạt nhôm oxit sơ cấp không bị giới hạn một cách cụ thể, và nằm trong khoảng từ, ví dụ, 0,02 đến 0,4 μ m, tốt hơn là từ 0,05 đến 0,3 μ m, và thậm chí tốt hơn nữa là từ 0,07 đến 0,2 μ m.

Bột zircon oxit theo phương án này có thể chứa các hợp phần khác để thay thế một phần ytri oxit. Ví dụ về các hợp phần khác bao gồm oxit kim loại kiềm thổ, như canxi oxit và magie oxit; và oxit đất hiếm, như xeri oxit. Sở dĩ như vậy là vì các đặc tính, như thể tích lỗ xốp, của bột zircon oxit dường như ít bị ảnh hưởng bởi các chất phụ gia. Bột zircon oxit theo phương án này chủ yếu chứa hợp phần ytri oxit; tuy nhiên, bột không chứa hợp phần ytri oxit có thể có cùng tác dụng như bột zircon oxit theo phương án này.

Trong bột zircon oxit theo phương án này, thể tích các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng từ 0,14 đến 0,28ml/g. Thuật ngữ "đường kính lỗ xốp" như được sử dụng ở đây dùng để chỉ kích thước khoảng trống giữa các hạt thứ cấp được tạo ra bởi sự kết tụ của các hạt sơ cấp. Đường kính lỗ xốp có thể được đo bằng phương pháp xâm nhập bằng thủy ngân bằng cách sử dụng "AutoPore IV" (sản xuất bởi Micromeritics). Ví dụ, đường kính lỗ xốp có thể được xác định bằng phần mềm phân tích đi kèm với thiết bị này.

Khi thể tích các lỗ xốp có đường kính nhỏ hơn hoặc bằng 200nm là nhỏ hơn 0,14ml/g, sự kết tụ của các hạt sơ cấp trở nên quá mạnh; do đó, hạt thứ cấp được tạo hạt thô, và khả năng nung kết giảm. Khi thể tích các lỗ xốp có đường kính nhỏ hơn hoặc bằng 200nm vượt quá 0,28ml/g, sự kết tụ của các hạt sơ cấp trở nên yếu; do đó, mật độ đúc của sản phẩm đúc thấp, và không thể thu được sản phẩm nung kết có mật

độ nung kết cao. Tốt hơn, nếu thể tích các lỗ xốp có đường kính nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,27ml/g, và tốt hơn nữa là từ 0,16 đến 0,27ml/g. Vì thể tích các lỗ xốp có đường kính lớn hơn 200nm chỉ ra khoảng trống giữa các hạt thứ cấp, các khoảng trống lớn như vậy ít liên quan đến mức độ kết tụ của các hạt sơ cấp.

Thể tích lỗ xốp nêu trên có thể được đo bằng phương pháp xâm nhập bằng thủy ngân bằng cách sử dụng dụng cụ đo độ xốp sử dụng thủy ngân có sẵn trên thị trường.

Khi đường kính hạt sơ cấp của bột zircon oxit theo phương án này nằm trong khoảng từ 50nm đến 200nm, khoảng trống giữa các hạt thứ cấp tạo ra bởi sự kết tụ của các hạt sơ cấp, nghĩa là đường kính lỗ xốp giữa các hạt sơ cấp, có thể nhỏ hơn hoặc bằng 200nm. Mức độ kết tụ của các hạt sơ cấp để tạo ra các hạt thứ cấp có thể được kiểm soát bằng cách kiểm soát thể tích của các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm. Khi giá trị thể tích lỗ xốp nhỏ thì có ít khoảng trống giữa các hạt thứ cấp, và sự kết tụ của các hạt sơ cấp trở nên mạnh mẽ. Theo đó, sản phẩm đúc thu được từ bột có thể tích lỗ xốp thấp có xu hướng có mật độ đúc cao, vì các hạt sơ cấp để tạo ra các hạt thứ cấp được xếp chặt trong sản phẩm đúc.

Vì bột zircon oxit theo phương án này có thể tích lỗ xốp nằm trong khoảng cụ thể như được mô tả ở trên, mức độ kết tụ của các hạt sơ cấp để tạo ra các hạt thứ cấp được gia tăng, so với các loại bột zircon oxit thông thường đã biết, và sự tạo hạt thô đối với các hạt sơ cấp có thể được ngăn chặn. Vì vậy, được cho rằng thể tích các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm được kiểm soát trong khoảng nêu trên sẽ ngăn chặn sự tạo hạt thô đối với các hạt sơ cấp, trong khi tăng cường sự kết tụ của chính các hạt sơ cấp này. Do đó, bột zircon oxit theo phương án này có đặc tính tốt, và cụ thể là có khả năng đúc tốt.

Đường kính hạt trung bình của các hạt thứ cấp chứa trong bột zircon oxit theo phương án này (sau đây gọi đơn giản là đường kính hạt trung bình của bột zircon oxit) không bị giới hạn một cách cụ thể. Ví dụ, đường kính hạt trung bình của bột zircon oxit có thể nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,8 μ m. Khi đường kính hạt trung bình của bột zircon oxit nằm trong khoảng nêu trên, có thể dễ dàng thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao và hiện tượng giảm khả năng nung kết và mật độ nung kết có thể dễ

dàng được ngăn chặn. Ngoài ra, khi đường kính hạt trung bình của bột zircon oxit nằm trong khoảng nêu trên, không cần kéo dài thời gian nghiền của quá trình nghiền. Khi đường kính hạt trung bình của bột zirconi nhỏ hơn hoặc bằng $0,8\mu\text{m}$ hoặc, tỷ lệ pha đơn tà trong bột không quá cao; do đó, có thể dễ dàng thu được sản phẩm nung kết có mật độ nung kết cao. Tốt hơn, nếu đường kính hạt trung bình của bột zircon oxit nằm trong khoảng từ $0,32$ đến $0,75\mu\text{m}$, và tốt hơn nữa là từ $0,35$ đến $0,75\mu\text{m}$.

Đường kính hạt trung bình của các hạt thứ cấp chứa trong bột zircon oxit có thể được đo bằng dụng cụ phân tích cỡ hạt bằng nhiễu xạ laze có sẵn trên thị trường.

Diện tích bề mặt riêng của bột zircon oxit theo phương án này không bị giới hạn một cách cụ thể. Ví dụ, diện tích bề mặt riêng của bột zircon oxit có thể nằm trong khoảng từ 5 đến $20\text{m}^2/\text{g}$. Trong trường hợp này, có thể dễ dàng thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao và hiện tượng giảm khả năng nung kết và mật độ nung kết dễ dàng được ngăn chặn. Tốt hơn, nếu diện tích bề mặt riêng của bột zircon oxit nằm trong khoảng từ 6 đến $18\text{m}^2/\text{g}$, và tốt hơn là từ $6,5$ đến $15\text{m}^2/\text{g}$.

Diện tích bề mặt riêng của bột zircon oxit như được sử dụng trong bản mô tả dùng để chỉ diện tích bề mặt riêng BET và có thể được đo bằng phương pháp BET sử dụng dụng cụ đo diện tích bề mặt riêng có sẵn trên thị trường.

Bột zircon oxit theo phương án này có mật độ đúc tương đối nằm trong khoảng từ 44 đến 55% khi được đúc ở áp suất đúc là 1 t/cm^2 . Mật độ đúc tương đối được sử dụng ở đây là giá trị được xác định theo công thức (1) sau đây:

$$\text{Mật độ đúc tương đối (\%)} = (\text{mật độ đúc} / \text{mật độ nung kết lý thuyết}) \times 100 \quad (1).$$

Mật độ nung kết lý thuyết (ρ_0) được sử dụng ở đây là giá trị được xác định theo công thức (2-1) sau đây:

$$\rho_0 = 100 / [(Y / 3,987) + (100 - Y) / \rho_Z] \dots (2-1)$$

trong đó ρ_Z là giá trị được xác định theo công thức (2-2) sau đây:

$$\rho_Z = [124,25(100 - X) + 225,81X] / [150,5(100 + X)A^2C] \dots (2-2)$$

trong đó X và Y lần lượt là nồng độ ytri oxit (% mol) và nồng độ nhôm oxit (% trọng lượng). A và C lần lượt là các giá trị được xác định theo công thức (2-3) và (2-4) sau đây:

$$A = 0,5080 + 0,06980X / (100 + X) \dots (2-3)$$

$$C = 0,5195 - 0,06180X / (100 + X) \dots (2-4)$$

Trong công thức (1), mật độ nung kết lý thuyết thay đổi tùy thuộc vào thành phần của bột. Ví dụ, mật độ nung kết lý thuyết của zircon oxit chứa ytri oxit là $6,112\text{g/cm}^3$ khi hàm lượng ytri oxit là 2% mol, mật độ nung kết lý thuyết là $6,092\text{g/cm}^3$ khi hàm lượng ytri oxit là 3% mol, và mật độ nung kết lý thuyết là $6,045\text{g/cm}^3$ khi hàm lượng ytri oxit là 5,5% mol. Trong các mật độ nung kết lý thuyết này, nhôm oxit với lượng 0,25% được xem xét. Mật độ đúc có thể được tính bằng cách đo trọng lượng và thể tích của sản phẩm đúc.

Khi sản phẩm đúc từ bột zircon oxit được tạo ra bằng cách đúc ép, áp suất đúc thường nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3 t/cm² trong nhiều trường hợp.

Cụ thể, khi bột zircon oxit theo phương án này được đúc với áp suất đúc 1 t/cm², mật độ đúc tương đối được biểu thị theo công thức (1) nêu trên nằm trong khoảng từ 44 đến 55%. Khi thể tích các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200 nm nêu trên nằm ngoài khoảng định trước, mật độ nung kết tương đối không đạt trị số lớn hơn hoặc bằng 99,5%, ngay cả khi mật độ đúc tương đối được biểu thị bằng công thức (1) lớn hơn hoặc bằng 44%.

Vì mật độ đúc tương đối của bột zircon oxit nằm trong khoảng từ 44 đến 55%, dễ dàng thu được sản phẩm nung kết có mật độ nung kết cao. Khi mật độ đúc tương đối của bột zircon oxit nhỏ hơn 44% hoặc lớn hơn 55%, thì mật độ nung kết có thể bị giảm.

Trong bột zircon oxit theo phương án này, mật độ nung kết khi bước nung kết được thực hiện ở nhiệt độ 1450°C có thể lớn hơn hoặc bằng 99,5% so với mật độ nung kết lý thuyết. Nói cách khác, trong bột zircon oxit theo phương án này, mật độ nung kết tương đối khi nung kết được thực hiện ở 1450°C có thể lớn hơn hoặc bằng 99,5%.

Khi mật độ nung kết tương đối của sản phẩm nung kết của bột zircon oxit nằm trong khoảng nêu trên, sản phẩm nung kết có tính năng đặc biệt tốt. Tốt hơn, nếu mật độ nung kết tương đối lớn hơn hoặc bằng 99,6%. Sản phẩm nung kết có thể được sản xuất bằng cách nung kết sản phẩm đúc từ bột zircon oxit theo phương án này.

Cụ thể hơn, mật độ nung kết tương đối nêu trên dùng để chỉ mật độ nung kết

tương đối được thể hiện theo công thức (3) sau đây:

$$\text{Mật độ nung kết tương đối (\%)} = (\text{mật độ nung kết} / \text{mật độ nung kết lý thuyết}) \times 100 \dots (3)$$

Mật độ nung kết lý thuyết trong công thức (3) là giống với mật độ nung kết lý thuyết thể hiện trong công thức (1) ở trên. Ví dụ, mật độ nung kết lý thuyết của zircon oxit chứa ytri oxit là $6,112\text{g/cm}^3$ khi hàm lượng ytri oxit là 2% mol, mật độ nung kết lý thuyết là $6,092\text{g/cm}^3$ khi hàm lượng ytri oxit là 3% mol, và mật độ nung kết lý thuyết là $6,045\text{g/cm}^3$ khi hàm lượng ytri oxit là 5,5% mol. Trong các mật độ nung kết lý thuyết này, nhôm oxit với lượng 0,25% được xem xét. Mật độ nung kết có thể được đo bằng phương pháp Archimedes.

Vì thể tích của các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng cụ thể, bột zircon oxit theo phương án này có mật độ đúc cao khi đúc và có thể dễ dàng được tạo hình thành sản phẩm nung kết có mật độ nung kết lớn hơn hoặc bằng 99,5% so với mật độ nung kết lý thuyết.

Mật độ đúc cao và khả năng nung kết tốt của bột zircon oxit theo phương án này là do thể tích của các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng cụ thể, mà có thể làm tăng sự kết tụ của các hạt sơ cấp để tạo ra bột zircon oxit, và có thể ngăn ngừa sự tạo hạt thô đối với các hạt sơ cấp.

Thường có thể xác định đường kính hạt thứ cấp bằng phép đo nhiễu xạ laze hoặc phương pháp tương tự, và để xác định đường kính hạt sơ cấp bằng cách theo dõi SEM và đo diện tích bề mặt riêng bằng phương pháp BET. Do đó, mật độ đúc được kiểm soát bằng cách sử dụng chúng làm các chỉ số Tuy nhiên, do sự kết tụ của các hạt sơ cấp không được kiểm soát, điều này chưa được báo cáo trước đây, các loại bột có cùng đường kính hạt trung bình của các hạt thứ cấp có mật độ đúc khác nhau trong một số trường hợp và bột có cùng diện tích bề mặt có mật độ đúc khác nhau trong một số trường hợp. Vì lý do này, không phải lúc nào cũng đạt được mật độ đúc cao dù là bằng cách kiểm soát đường kính hạt trung bình và diện tích bề mặt riêng trong phạm vi cụ thể.

Mặt khác, khi sử dụng bột có đường kính hạt sơ cấp lớn hơn để làm tăng mật độ đúc, như được làm theo cách thông thường, khả năng nung kết bị giảm, do đó

không đạt được sản phẩm nung kết có mật độ nung kết cao (mật độ tương đối lớn hơn hoặc bằng 99,5%). Ngược lại, khi cỡ hạt sơ cấp được làm giảm, độ ma sát giữa các hạt sẽ tăng, do đó không thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao. Để đạt được mật độ đúc cao, có thể thêm chất kết dính để giảm ma sát giữa các hạt; tuy nhiên, hiệu quả của việc thêm chất kết dính là có hạn. Hơn nữa, vì cần đốt sạch chất kết dính ở nhiệt độ thấp trước khi nung kết, các vết nứt hoặc lỗ khí có thể được tạo ra trong các sản phẩm nung kết do sự có mặt của chất kết dính; do đó cần phải giảm càng nhiều càng tốt lượng chất kết dính được thêm vào.

Ngược lại, bột zircon oxit theo phương án này tạo điều kiện thuận lợi cho việc kiểm soát mức độ kết tụ các hạt sơ cấp để tạo ra các hạt thứ cấp, vốn là yếu tố thường chưa được kiểm soát, nhờ đó có thể thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao và sản phẩm nung kết của nó cũng có mật độ nung kết cao. Ngoài ra, nhờ bột zircon oxit theo phương án này, có thể thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao mà không cần thêm chất kết dính vào bột zircon oxit, và lượng chất kết dính có thể được làm giảm.

Như đã mô tả ở trên, nhờ bột zircon oxit theo phương án này, có thể thu được sản phẩm đúc có mật độ đúc cao và có thể thu được sản phẩm nung kết có mật độ nung kết cao; do đó, các phương pháp đúc khác nhau đã biết, như đúc ép, đúc phun, đúc khuôn, và đúc tấm, có thể được sử dụng rộng rãi. Ngoài ra, bột zircon oxit theo sáng chế có thể dễ dàng được sản xuất hàng loạt, và do đó có khả năng cạnh tranh cao về chi phí và có thể được sử dụng thích hợp cho nhiều ứng dụng khác nhau.

Phương pháp sản xuất bột zircon oxit

Phương pháp sản xuất bột zircon oxit nêu trên bao gồm:

bước thứ nhất là làm ẩm dung dịch chất sulfit hóa ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C, và duy trì dung dịch chất sulfit hóa ở nhiệt độ này;

bước thứ hai là làm ẩm dung dịch muối zircon ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C, và duy trì dung dịch muối zircon ở nhiệt độ này;

bước thứ ba là trộn dung dịch chất sulfit hóa được duy trì trong bước thứ nhất và dung dịch muối zircon được duy trì trong bước thứ hai để điều chế chất phản ứng; và

bước thứ tư là xử lý chất phản ứng đã điều chế trong bước thứ ba bằng bazơ, sau đó gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 1000°C nhưng nhỏ hơn 1200°C .

Dưới đây, mỗi bước sẽ được mô tả chi tiết.

Trong bước thứ nhất, dung dịch chất sulfit hóa được làm ấm ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C và được duy trì ở nhiệt độ này.

Dung dịch chất sulfit hóa có thể được điều chế bằng cách trộn chất sulfit hóa và dung môi. Chất sulfit hóa chứa hợp chất phản ứng với các ion ziricon để tạo ra sulfat. Nghĩa là, chất sulfit hóa chứa hợp chất có thể phản ứng với các ion ziricon để tạo ra sulfat.

Các ví dụ về chất sulfit hóa bao gồm natri sulfat, amoni sunfat, và chất tương tự. Natri sulfat được ưu tiên khi xét về vấn đề nước thải, v.v.. Tốt hơn, nếu độ tinh khiết của chất sulfit hóa lớn hơn hoặc bằng 95%, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 98%.

Chất sulfit hóa có thể có bất kỳ dạng nào, như bột, dung dịch, hoặc dạng tương tự.

Dung môi trong dung dịch chất sulfit hóa không bị giới hạn một cách cụ thể, miễn là nó có thể hòa tan chất sulfit hóa. Ví dụ về dung môi này bao gồm dung môi hữu cơ, như dung môi chứa nước (ví dụ, nước) và rượu (ví dụ, metanol và etanol). Những dung môi này có thể được sử dụng độc lập hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều dung môi. Tốt hơn, nếu dung môi là nước.

Nồng độ dung dịch chất sulfit hóa có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 25% trọng lượng. Nồng độ hợp chất phản ứng với các ion ziricon để tạo ra sulfat có thể nằm trong khoảng từ 5 đến 25% trọng lượng.

Dung dịch chất sulfit hóa nêu trên được làm ấm ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C trong bước thứ nhất.

Trong bước thứ nhất, tốt hơn nếu dung dịch chất sulfit hóa được làm ấm ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C , đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 85°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 95°C . Đặc biệt tốt hơn, nếu giới hạn trên của bước làm ấm là nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn điểm sôi của dung môi.

Dung dịch chất sulfit hóa có thể được làm ấm bằng cách sử dụng thiết bị gia nhiệt có sẵn trên thị trường như tấm gia nhiệt. Không có giới hạn trên đối với nhiệt độ gia nhiệt, nhưng nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn điểm sôi của dung môi được ưu tiên.

Dung dịch chất sulfit hoá đã làm ấm được duy trì ở nhiệt độ đó. Phương pháp duy trì không bị giới hạn một cách cụ thể. Trạng thái làm ấm có thể được duy trì bằng cách giữ nhiệt độ làm ấm bằng thiết bị gia nhiệt ở nhiệt độ không đổi, hoặc có thể được duy trì bằng bộ ổn nhiệt ở nhiệt độ không đổi. Hơn nữa, dung dịch chất sulfit hóa có thể ở trạng thái tĩnh hoặc ở trạng thái được khuấy hoặc lắc liên tục, trong quá trình duy trì trạng thái ấm.

Khi trạng thái ấm được duy trì, để duy trì nồng độ của dung dịch chất sulfit hóa, tốt hơn là nên đậy nắp bình chứa dung dịch chất sulfit hóa để ngăn ngừa sự bay hơi của dung môi.

Trong bước thứ hai, dung dịch muối zircon được làm ấm ở nhiệt độ từ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C và được duy trì ở nhiệt độ này. Dung dịch muối zircon có thể được điều chế bằng cách trộn muối zircon và dung môi.

Muối zircon không bị giới hạn một cách cụ thể, miễn là chúng là các hợp chất có thể cung cấp ion zircon. Ví dụ về các muối zircon bao gồm muối axit vô cơ của zircon, như zircon oxynitrat và zircon oxyclorua; muối axit hữu cơ của zircon, như zircon tetrabutoxit; và chất tương tự. Các muối zircon này có thể được sử dụng độc lập hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều muối.

Dung môi trong dung dịch muối zircon không bị giới hạn một cách cụ thể, miễn là nó có thể hòa tan nguyên liệu thô muối zircon. Ví dụ về các dung môi này bao gồm dung môi chứa nước, như nước; và dung môi hữu cơ, như metanol và etanol. Các dung môi này có thể được sử dụng độc lập hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều dung môi.

Các ví dụ cụ thể về sự kết hợp của muối zircon (nguyên liệu thô) và dung môi được thể hiện dưới đây. Khi dung môi là dung môi chứa nước, như nước, muối zircon có thể là muối axit vô cơ của zircon, như zircon oxynitrat hoặc zircon oxyclorua. Ngoài ra, khi dung môi là dung môi hữu cơ, như metanol hoặc etanol, muối zircon có thể là muối axit hữu cơ zircon, như zircon tetrabutoxit.

Trong phương pháp sản xuất theo phương án này, tốt hơn nếu sử dụng ziricon oxyclorua trong dung môi chứa nước (cụ thể là nước), khi xét về mặt năng suất theo quy mô công nghiệp.

Muối ziricon có thể có bất kỳ dạng nào, như bột, dung dịch, hoặc dạng tương tự.

Nồng độ dung dịch muối ziricon không bị giới hạn một cách cụ thể, và có thể được xác định thích hợp tùy thuộc vào loại, độ tan, v.v., của muối ziricon được sử dụng. Ví dụ, liên quan đến nồng độ của dung dịch muối ziricon, tốt hơn là muối ziricon được chứa với lượng nằm trong khoảng từ 5 đến 200g tính theo lượng ziricon oxit, trong 1000g dung môi; và tốt hơn nữa là nguyên liệu thô ziricon được chứa với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 100g tính theo lượng ziricon oxit. Tốt hơn, nếu độ tinh khiết của muối ziricon lớn hơn hoặc bằng 95%, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 98%.

Dung dịch muối ziricon nếu trên được làm ấm ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C trong bước thứ hai.

Trong bước thứ hai, tốt hơn nếu dung dịch muối ziricon được làm ấm ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C, đặc biệt tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 85°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 95°C. Đặc biệt tốt hơn, nếu giới hạn trên của việc làm ấm là nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn điểm sôi của dung môi.

Dung dịch muối ziricon có thể được làm ấm bằng cách sử dụng thiết bị gia nhiệt có sẵn trên thị trường, như tấm gia nhiệt. Không có giới hạn trên đối với nhiệt độ gia nhiệt, nhưng nhiệt độ bằng hoặc thấp hơn điểm sôi của dung môi được ưu tiên.

Dung dịch muối ziricon đã làm ấm được duy trì ở nhiệt độ đó. Phương pháp duy trì không bị giới hạn một cách cụ thể. Trạng thái ấm có thể được duy trì bằng cách giữ nhiệt độ làm ấm bằng thiết bị gia nhiệt ở nhiệt độ không đổi, hoặc có thể được duy trì bằng bộ ổn nhiệt ở nhiệt độ không đổi. Ngoài ra, dung dịch muối ziricon có thể ở trạng thái tĩnh hoặc ở trạng thái được khuấy hoặc lắc liên tục trong khi duy trì trạng thái ấm.

Khi trạng thái ấm được duy trì, để duy trì nồng độ của dung dịch muối ziricon, tốt hơn là nên đậy nắp bình chứa dung dịch muối ziricon để ngăn ngừa sự bay hơi của

dung môi.

Trong bước thứ ba, dung dịch chất sulfite hóa được làm ấm và duy trì ở nhiệt độ không đổi trong bước thứ nhất, và dung dịch muối zircon được làm ấm và duy trì ở nhiệt độ không đổi trong bước thứ hai được trộn để điều chế chất phản ứng.

Nhờ quá trình trộn nêu trên, chất sulfite hóa và dung dịch muối zircon được cho phản ứng để thu được dung dịch phản ứng. Dung dịch phản ứng thu được chứa zircon sulfat bazơ ở dạng sản phẩm.

Tốt hơn, nếu nhiệt độ mà ở đó thu được dung dịch phản ứng bằng quá trình trộn nêu trên, nghĩa là nhiệt độ phản ứng, sẽ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C. Khi nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng này, dễ dàng kiểm soát mức độ kết tụ của zircon sulfat bazơ và đường kính hạt của nó trong huyền phù sẽ tạo ra và dễ kiểm soát mức độ kết tụ của hydroxit sẽ thu được sau đó và đường kính hạt của chúng. Ngoài ra, vì nhiệt độ phản ứng cao hơn 75°C, hydroxit có thể dễ dàng được ngăn không cho phát triển thành kích thước lớn để tăng quá mức đường kính hạt của oxit sau khi nung. Hơn nữa, vì đường kính hạt của bột sẽ thu được có xu hướng nhỏ hơn hoặc bằng 0,8µm, ít cần sử dụng quá trình nghiền, và có thể có khả năng nung kết cao. Tốt nhất, nếu nhiệt độ phản ứng bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C, và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 85°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 95°C. Nhiệt độ phản ứng có thể giống như nhiệt độ làm ấm trong bước thứ nhất hoặc bước thứ hai.

Khi thu được dung dịch phản ứng bằng quá trình trộn nêu trên, dung dịch chất sulfite hóa có thể được trộn vào dung dịch muối zircon, và ngược lại.

Tỷ lệ trộn của dung dịch muối zircon và dung dịch chất sulfite hóa không bị giới hạn một cách cụ thể. Ví dụ, tỷ lệ trọng lượng của chất sulfite hóa và zircon oxit nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,8, và tốt hơn là từ 0,4 đến 0,7. Khi các dung dịch này được trộn, thì tổng lượng dung dịch muối zircon và tổng lượng dung dịch chất sulfite hóa có thể được trộn.

Khi dung dịch muối zircon và dung dịch chất sulfite hóa được trộn để điều chế chất phản ứng, tốt hơn nếu bước trộn được thực hiện trong thời gian tương đối ngắn. Cụ thể, bước trộn được thực hiện trong thời gian nằm trong khoảng từ 3 giây

đến 100 giây, tốt hơn là từ 5 giây đến 80 giây, và tốt hơn nữa là từ 5 giây đến 30 giây. Ngoài ra, tốt hơn nếu bước trộn được thực hiện trong khi khuấy.

Chất phản ứng được tạo ra trong dung dịch đã trộn được điều chế bằng quá trình trộn nêu trên. Chất phản ứng bao gồm zircon sulfat bazơ là hợp phần chính. Nghĩa là, dung dịch hỗn hợp được điều chế bởi quá trình trộn nêu trên là huyền phù zircon sulfat bazơ.

Trong bước thứ tư, chất phản ứng được điều chế trong bước thứ ba được xử lý bằng bazơ, sau đó được gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 1000°C nhưng nhỏ hơn 1200°C. Nghĩa là, trong bước thứ tư, hàm lượng chất rắn thu được bằng cách xử lý, bằng bazơ, zircon sulfat bazơ (chất phản ứng) được tạo ra trong bước thứ ba được gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 1000°C nhưng nhỏ hơn 1200°C.

Trước khi chất phản ứng được xử lý bằng bazơ, nếu cần, bước tách rắn-lỏng có thể được thực hiện để thu được zircon sulfat bazơ, và zircon sulfat bazơ có thể được rửa bằng nước. Bước tách rắn-lỏng có thể được thực hiện bằng phương pháp đã biết, như lọc, tách ly tâm, hoặc lắng gạn. Zircon sulfat bazơ sau khi rửa bằng nước có thể được phân tán lại trong môi trường phân tán, như nước, nhờ đó thu được huyền phù zircon sulfat bazơ.

Chất phản ứng được điều chế trong bước thứ ba được xử lý bằng bazơ để thu được huyền phù zircon hydroxit. Nghĩa là, huyền phù zircon hydroxit thu được ở dạng chất kết tủa bằng cách xử lý bazơ đối với huyền phù zircon sulfat bazơ.

Bazơ không bị giới hạn một cách cụ thể, và ví dụ về bazơ bao gồm nhôm hydroxit, nhôm bicacbonat, natri hydroxit, kali hydroxit, và chất tương tự. Các bazơ này có thể được sử dụng độc lập hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều bazơ.

Lượng bazơ được thêm vào không bị giới hạn một cách cụ thể. Ví dụ, bazơ có thể được thêm vào với lượng cho phép tạo ra kết tủa từ huyền phù zircon sulfat bazơ. Nói chung, bazơ có thể được thêm vào sao cho độ pH của huyền phù zircon sulfat bazơ lớn hơn hoặc bằng 10, và tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 12.

Sau khi thêm bazơ, nếu cần, bước tách rắn-lỏng có thể được thực hiện, và zircon hydroxit thu được có thể được rửa bằng nước. Bước tách rắn-lỏng có thể được

thực hiện theo phương pháp được mô tả ở trên. Zircon hydroxit sau khi rửa bằng nước có thể được phân tán lại trong một môi trường phân tán, như nước, để thu được huyền phù zircon hydroxit.

Zircon hydroxit có thể được làm khô thêm, nếu cần. Bước làm khô có thể được thực hiện bằng phương pháp đã biết, như làm khô tự nhiên hoặc làm khô bằng nhiệt.

Zircon hydroxit được gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ (nhiệt độ nung) bằng hoặc lớn hơn 1000°C nhưng nhỏ hơn 1200°C. Nhờ bước xử lý nhiệt, zircon hydroxit được nung để tạo ra zircon oxit. Nếu cần, bước xử lý nghiền, xử lý phân loại, v.v. có thể được thực hiện sau đó. Vì nhiệt độ nung nằm trong khoảng nêu trên, có thể thu được bột zircon oxit có đường kính lỗ xốp và thể tích lỗ xốp mong muốn.

Tốt hơn, nếu nhiệt độ xử lý nhiệt nêu trên (nghĩa là nhiệt độ nung) nằm trong khoảng từ 1040 đến 1180°C. Môi trường xử lý nhiệt có thể là môi trường không khí hoặc môi trường oxy hóa.

Phương pháp nghiền không bị giới hạn một cách cụ thể. Ví dụ, bước nghiền có thể được thực hiện bằng cách sử dụng máy nghiền có sẵn trên thị trường, như máy nghiền hành tinh, máy nghiền bi, hoặc máy nghiền kiểu tia.

Nguyên liệu thô ytri có thể được trộn thích hợp trong bước bất kỳ trong số các bước từ bước thứ nhất đến bước thứ ba. Ngoài ra, ytri có thể được trộn, không chỉ ở bước bất kỳ trong số các bước từ bước thứ nhất đến bước thứ ba, mà còn trong bước tiếp theo. Nguyên liệu thô ytri có thể được trộn trong bước thích hợp tùy thuộc vào loại nguyên liệu thô ytri. Ví dụ, nguyên liệu thô ytri có thể được thêm vào huyền phù zircon hydroxit thu được trong bước thứ ba.

Ví dụ về nguyên liệu thô ytri bao gồm ytri nitrat, ytri clorua, và chất tương tự. Các ví dụ khác về nguyên liệu thô ytri bao gồm dung dịch keo ytri, bột ytri oxit, và chất tương tự. Nguyên liệu thô ytri có thể là oxit, nhưng tốt hơn là tan trong nước vì nó có thể được phân tán mạnh trong zircon oxit. Trong trường hợp này, các ví dụ về nguyên liệu này bao gồm ytri nitrat, ytri sulfat, ytri axetat, ytri clorua, ytri bromua, và chất tương tự; tuy nhiên, khi xét về mặt giảm tạp chất dư, sẽ tốt hơn nếu muối nguyên liệu thô là ytri clorua. Tốt hơn, nếu độ tinh khiết của nguyên liệu thô ytri bằng hoặc

lớn hơn 95%, và tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 98%.

Lượng nguyên liệu thô ytri được sử dụng có thể được điều chỉnh sao cho tỷ lệ hàm lượng của ytri oxit nằm trong khoảng từ 2 đến 6% mol trong bột zircon oxit sẽ thu được.

Lượng ytri cụ thể có thể được phân tán cao trong zircon oxit bằng cách thêm nguyên liệu thô ytri vào bước bất kỳ trong số các bước mô tả đã ở trên.

Khi bột zircon oxit được sản xuất, nguyên liệu thô chứa nhôm có thể được thêm vào. Trong trường hợp này, bột zircon oxit thu được có thể chứa nhôm oxit.

Ví dụ về nguyên liệu thô chứa nhôm bao gồm ít nhất một trong số các chất: nhôm nitrat, nhôm clorua, và chất tương tự. Các ví dụ khác về nguyên liệu thô chứa nhôm bao gồm dung dịch keo nhôm oxit, bột nhôm oxit, và chất tương tự. Tốt hơn, nếu độ tinh khiết của nguyên liệu thô chứa nhôm lớn hơn hoặc bằng 95%, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 98%. Tốt hơn, nếu nguyên liệu thô chứa nhôm oxit là bột nhôm oxit, khi xét về khả năng bảo đảm tính chất xử lý và giảm tạp chất dư. Khi bột nhôm oxit được thêm vào ở dạng nguyên liệu thô chứa nhôm, đường kính hạt trung bình của các hạt sơ cấp của bột không bị giới hạn một cách cụ thể, mà nằm trong khoảng chẳng hạn từ 0,02 đến 0,4 μ m, tốt hơn là từ 0,05 đến 0,3 μ m, và tốt hơn nữa là từ 0,07 đến 0,2 μ m.

Nguyên liệu thô chứa nhôm có thể được thêm thích hợp trong bước bất kỳ trong số các bước từ bước thứ nhất đến bước thứ ba. Ngoài ra, nguyên liệu thô chứa nhôm có thể được trộn, không chỉ trong bước bất kỳ trong số các bước từ bước thứ nhất đến bước thứ ba, mà còn trong bước tiếp theo. Nguyên liệu thô chứa nhôm có thể được trộn trong bước thích hợp tùy thuộc vào loại nguyên liệu thô chứa nhôm. Ví dụ, nhôm oxit có thể được thêm vào huyền phù zircon hydroxit, hoặc có thể được thêm vào sản phẩm nung thu được bằng cách đốt cháy huyền phù zircon hydroxit đã khô.

Lượng nguyên liệu thô chứa nhôm được sử dụng có thể được điều chỉnh sao cho tỷ lệ hàm lượng của nhôm oxit là hàm lượng mong muốn trong bột zircon oxit thu được.

Khi bột zircon oxit được tạo ra, nguyên liệu thô chứa nguyên tố kiềm thổ và nguyên tố đất hiếm (trừ ytri và prometi) có thể được thêm. Trong trường hợp này, bột

ziricon oxit thu được có thể chứa oxit của các chất này.

Ví dụ về các nguyên tố kiềm thổ bao gồm Ca, Mg, Sr, và Ba.

Các ví dụ về các nguyên tố đất hiếm bao gồm ít nhất một trong các loại Sc, La, Nd, Pr, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, và Lu.

Nguyên liệu thô chứa nguyên tố kiềm thổ, và nguyên liệu thô chứa nguyên tố đất hiếm có thể là các oxit, nhưng tốt hơn là hòa tan trong nước. Ví dụ về các nguyên liệu này bao gồm nitrat, sulfat, axetat, clorua, bromua, và chất tương tự. Trong số này, tốt hơn nếu muối nguyên liệu thô là clorua hoặc nitrat, khi xét về mặt làm giảm tạp chất dư. Tốt hơn, nếu độ tinh khiết của các nguyên liệu thô này lớn hơn hoặc bằng 95%, và tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 98%. Những nguyên liệu thô này có thể được thêm thích hợp vào bước bất kỳ trong số các bước từ bước thứ nhất đến bước thứ ba. Ngoài ra, nguyên liệu thô chứa nhôm có thể được trộn, không chỉ trong bước bất kỳ trong số các bước từ bước thứ nhất đến bước thứ ba, mà còn trong bước tiếp theo. Nguyên liệu thô chứa nhôm có thể được trộn trong bước thích hợp tùy thuộc vào loại nguyên liệu chứa nhôm.

Như đã giải thích ở trên, bột ziricon oxit theo phương án này có thể được tạo ra qua ít nhất là bước thứ nhất, bước thứ hai, bước thứ ba và bước thứ tư.

Trong phương pháp sản xuất theo phương án này, bột ziricon oxit thu được như được mô tả ở trên có thể được nghiền thành huyền phù, nếu cần. Trong trường hợp này, chất kết dính có thể được thêm vào để tăng cường khả năng đúc. Khi huyền phù không được tạo ra, chất kết dính và bột ziricon oxit có thể được trộn đều bằng máy khuấy.

Tốt hơn, nếu chất kết dính nêu trên là chất kết dính hữu cơ. Chất kết dính hữu cơ có thể dễ dàng được loại khỏi sản phẩm đúc trong lò gia nhiệt trong môi trường oxy hóa, và có thể thu được sản phẩm tẩy nhờn; cuối cùng, các tạp chất ít có khả năng còn lại trong sản phẩm nung kết.

Các ví dụ về chất kết dính hữu cơ bao gồm các chất hòa tan trong rượu, hoặc các dung dịch hỗn hợp của hai hoặc nhiều thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm rượu, nước, xeton béo, và hydrocacbon thơm. Các ví dụ về chất kết dính hữu cơ bao gồm ít nhất một hoặc nhiều thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm polyetylen glycol,

este của axit béo và glycol, este của axit béo và glyxerol, polyvinyl butyral, etc polyvinyl metyl, etc polyvinyl etyl và vinyl propionat. Chất kết dính hữu cơ có thể chứa thêm một hoặc nhiều nhựa nhiệt dẻo không tan trong rượu, hoặc các dung dịch hỗn hợp được đề cập ở trên.

Sau khi thêm chất kết dính hữu cơ này, bước làm khô, bước nghiền và bước xử lý tương tự được thực hiện bằng cách áp dụng các phương pháp đã biết, nhờ đó thu được bột zircon oxit mục tiêu.

Khi bột zircon oxit nêu trên được sản xuất, tốt hơn nếu nhiệt độ của bước thứ nhất bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C , và nhiệt độ của bước thứ hai tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C . Nghĩa là, tốt hơn nếu nhiệt độ làm ẩm bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C ở cả bước thứ nhất và bước thứ hai.

Khi bột zircon oxit được đúc, có thể sử dụng máy đúc kim loại có sẵn trên thị trường, phương pháp xử lý ép tĩnh điện lạnh (CIP: Cold Isostatic Press), v.v.. Ngoài ra, bột zircon oxit có thể được đúc sơ bộ bằng máy đúc kim loại, và sau đó được đúc bằng cách đúc ép. Bước đúc ép thường được thực hiện ở áp suất nằm trong khoảng từ $0,1\text{t}$ đến $3\text{t}/\text{cm}^2$ trong nhiều trường hợp; tuy nhiên, bột zircon oxit theo phương án này có thể được đúc ở áp suất $1\text{t}/\text{cm}^2$.

Bánh ép tươi thu được bằng cách đúc bột zircon oxit được nung kết để sản xuất sản phẩm nung kết. Nhiệt độ nung kết không bị giới hạn, và nằm trong khoảng từ 1300 đến 1500°C chẳng hạn. Thời gian duy trì trong quá trình nung kết không bị giới hạn một cách cụ thể, và nằm trong khoảng từ 1 đến 5 giờ chẳng hạn. Môi trường nung kết có thể là môi trường không khí hoặc môi trường oxy hoá.

Trong bột zirconi được sản xuất theo cách nêu trên, thể tích của các lỗ xốp có đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng từ $0,14$ đến $0,28\text{ml/g}$ và mật độ đúc tương đối (%) khi bột được đúc với áp suất đúc $1\text{t}/\text{cm}^2$ nằm trong khoảng từ 44 đến 55%.

Đường kính lỗ xốp và thể tích lỗ xốp có thể được kiểm soát bằng cách, ví dụ, điều chỉnh nhiệt độ mà ở đó dung dịch chất sulfit hóa được duy trì trong bước thứ nhất. Ngoài ra, đường kính lỗ xốp và thể tích lỗ xốp có thể được kiểm soát bằng cách, ví dụ,

điều chỉnh nhiệt độ mà ở đó dung dịch muối zircon được duy trì trong bước thứ hai. Bằng cách điều chỉnh các nhiệt độ này, mức độ kết tụ của zircon sulfat bazơ tạo ra trong bước thứ ba thay đổi; do đó, đường kính lỗ xốp và thể tích lỗ xốp của bột zircon oxit thu được cuối cùng sẽ thay đổi. Nghĩa là, đường kính lỗ xốp và thể tích lỗ xốp của bột zircon oxit theo phương án này có thể được kiểm soát bằng cách điều chỉnh mức độ kết tụ của zircon sulfat bazơ. Theo cách khác, đường kính lỗ xốp và thể tích lỗ xốp cũng có thể được kiểm soát bằng cách điều chỉnh nhiệt độ nung trên đây trong quá trình sản xuất bột zircon oxit.

Phương pháp sản xuất bột zircon oxit được mô tả ở trên có thể tạo ra bột zircon oxit nêu trên theo cách đơn giản và thích hợp để làm phương pháp sản xuất bột zircon oxit nêu trên.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây dựa vào các ví dụ; tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn trong các phương án của các ví dụ này. Bột zircon oxit thu được trong các ví dụ và các ví dụ so sánh chứa hafni oxit với lượng nằm trong khoảng từ 1,3 đến 2,5% là tạp chất không thể tránh khỏi.

Phương pháp đo mỗi tính chất vật lý là như sau.

(1) Diện tích bề mặt riêng

Diện tích bề mặt riêng được đo bằng phương pháp BET sử dụng bộ phân tích diện tích bề mặt riêng "FlowSorb II" (được sản xuất bởi Micromeritics).

(2) Thể tích lỗ xốp và đường kính lỗ xốp

Thể tích lỗ xốp và đường kính lỗ xốp được đo bằng phương pháp xâm nhập bằng thủy ngân sử dụng thiết bị đo "AutoPore IV" (sản xuất bởi Micromeritics).

(3) Phân tích thành phần

Thành phần được phân tích bằng cách sử dụng ICP-AES "ULTIMA-2" (sản xuất bởi HORIBA).

(4) Đường kính hạt trung bình

Đường kính hạt trung bình được đo bằng dụng cụ phân tích cỡ hạt bằng nhiễu xạ laze "SALD-2300" (sản xuất bởi Shimadzu Corporation).

Ví dụ 1

Bột natri sunfat đã được hòa tan trong nước trao đổi ion để thu được dung dịch natri sulfat 5% trọng lượng. Dung dịch natri sulfat thu được được làm ấm và duy trì ở nhiệt độ 85°C.

Trong khi đó, dung dịch muối zircon oxyclorea được điều chế sao cho chứa zircon với lượng 1% trọng lượng tính theo lượng zircon oxit. Dung dịch muối zircon được làm ấm và duy trì ở nhiệt độ 85°C. Tổng lượng zircon oxit là 100g.

Tiếp theo, thêm dung dịch natri sulfat duy trì ở nhiệt độ không đổi là 85°C, với tổng lượng là 1000g trong khi khuấy, trong 10 giây vào dung dịch muối zircon duy trì ở nhiệt độ không đổi là 85°C và trộn, nhờ đó thu được huyền phù zircon sulfat bazơ. Dung dịch ytri clorua được thêm vào huyền phù sao cho lượng ytri oxit bằng 3,0% mol so với zircon oxit. Sau đó, bước trung hòa được thực hiện bằng cách sử dụng natri hydroxit để thu được hydroxit.

Hydroxit được lọc và rửa bằng nước, và sau đó được nung trong lò điện ở nhiệt độ nung 1000°C, nhờ đó thu được một oxit. Sau đó, 0,25% trọng lượng bột nhôm oxit có đường kính hạt trung bình là 0,1µm được thêm vào oxit, và hỗn hợp này được nghiền và trộn trong thời gian 30 giờ bằng máy nghiền bi ướt sử dụng nước làm môi trường phân tán. Huyền phù thu được được sấy khô ở nhiệt độ không đổi là 120°C, nhờ đó thu được bột zircon oxit mục tiêu.

Bột zircon thu được (8g) đã được đúc sơ bộ trong khuôn kim loại có đường kính 25mm, và được đúc ở áp suất đúc (áp suất thủy tĩnh) là 1 t/cm². Mật độ đúc của sản phẩm đúc được xác định bằng cách đo trọng lượng và thể tích. Sản phẩm đúc thu được được nung kết ở nhiệt độ 1450°C trong 2 giờ để thu được sản phẩm nung kết. Mật độ nung kết của sản phẩm nung kết thu được được đo bằng phương pháp Archimedes.

Ví dụ 2

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1050°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 3

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1075°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 4

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1100°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ so sánh 1

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 900°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ so sánh 2

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1200°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 5

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ dung dịch natri sulfat và dung dịch muối zircon được duy trì ở nhiệt độ 90°C, dung dịch natri sulfat và dung dịch muối zircon được trộn ở nhiệt độ 90°C và nhiệt độ nung được thay đổi thành 1040°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 6

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 5, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1100°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 7

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 5, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1140°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 8

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 5, ngoại trừ dung dịch ytri clorua được thêm vào sao cho lượng ytri oxit là 2,0% mol so với zircon oxit, và nhiệt độ nung được thay đổi thành 1100°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ so sánh 3

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 5, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 900°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ so sánh 4

Bột zircon oxit đã được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 5, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1200°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 9

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ dung dịch natri sulfat và dung dịch muối zircon được duy trì ở nhiệt độ 95°C, dung dịch natri sulfat và dung dịch muối zircon được trộn ở nhiệt độ 95°C và nhiệt độ nung được thay đổi thành 1100°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 10

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 9, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1140°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 11

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 10, ngoại trừ dung dịch ytri clorua được thêm vào sao cho lượng ytri oxit là 2,0% mol so với zircon oxit. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột zircon oxit.

Ví dụ 12

Bột zircon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 9, ngoại trừ dung dịch ytri clorua được thêm vào sao cho lượng ytri oxit là 5,5% mol so với

ziricon oxit, và nhiệt độ nung được thay đổi thành 1180°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột ziricon oxit.

Ví dụ so sánh 5

Bột ziricon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 9, ngoại trừ nhiệt độ nung đã được đổi thành 980°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột ziricon oxit.

Ví dụ so sánh 6

Bột ziricon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 9, ngoại trừ nhiệt độ nung được thay đổi thành 1200°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột ziricon oxit.

Ví dụ so sánh 7

Bột ziricon oxit được điều chế theo cùng cách như trong ví dụ 1, ngoại trừ dung dịch natri sulfat và dung dịch muối ziricon được duy trì ở nhiệt độ 60°C, dung dịch natri sulfat và dung dịch muối ziricon được trộn ở nhiệt độ 60°C và nhiệt độ nung được thay đổi thành 1100°C. Sau đó, thu được sản phẩm nung kết của bột ziricon oxit.

Trong các ví dụ và các ví dụ so sánh nêu trên, mật độ nung kết tương đối được xác định từ mật độ nung kết thu được trong điều kiện sản phẩm nung kết được giữ duy trì ở nhiệt độ 1450°C trong 2 giờ.

Mật độ nung kết lý thuyết là 6,112g/cm³ đối với lượng 2% mol ytri oxit, 6,092g/cm³ đối với lượng 3% mol ytri oxit, và 6,045 g/cm³ đối với lượng 5,5 % mol ytri oxit.

Bảng 1 thể hiện các điều kiện sản xuất chính, thể tích lỗ xốp, diện tích bề mặt riêng, đường kính hạt trung bình (được thể hiện là "đường kính hạt"), mật độ đúc tương đối và mật độ nung kết tương đối trong mỗi ví dụ và ví dụ so sánh. Mật độ đúc tương đối và mật độ nung kết tương đối có thể được tính từ các công thức (1) và (3) được mô tả ở trên.

Bảng 1

Số	Nhiệt độ dung dịch phản ứng (°C)	Y ₂ O ₃ (mol)	Nhiệt độ nung (°C)	Thể tích lỗ xốp (ml/g)	Diện tích bề mặt riêng (m ² /g)	Đường kính hạt (μm)	Mật độ đúc tương đối (%)	Mật độ nung kết tương đối (%)	Chú ý
Số 1	85	3,0	900	0,29	28,1	0,86	45,6	98,9	Ví dụ so sánh 1
Số 2	85	3,0	1000	0,24	14,7	0,78	48,6	99,6	Ví dụ 1
Số 3	85	3,0	1050	0,20	11,5	0,71	50,1	99,7	Ví dụ 2
Số 4	85	3,0	1075	0,18	8,7	0,76	51,7	99,5	Ví dụ 3
Số 5	85	3,0	1100	0,16	6,6	0,70	54,0	99,6	Ví dụ 4
Số 6	85	3,0	1200	0,13	6,2	0,69	55,2	99,2	Ví dụ so sánh 2
Số 7	90	3,0	900	0,35	25,3	0,55	41,1	99,3	Ví dụ so sánh 3
Số 8	90	3,0	1040	0,27	13,4	0,49	44,7	99,8	Ví dụ 5
Số 9	90	3,0	1100	0,25	11,0	0,52	45,2	99,9	Ví dụ 6
Số 10	90	3,0	1140	0,21	7,8	0,51	46,5	99,8	Ví dụ 7
Số 11	90	2,0	1100	0,23	9,0	0,54	45,8	99,9	Ví dụ 8
Số 12	90	3,0	1200	0,11	6,0	0,52	47,8	99,2	Ví dụ so sánh 4
Số 13	95	3,0	980	0,33	18,8	0,39	44,0	99,4	Ví dụ so sánh 5
Số 14	95	3,0	1100	0,26	10,8	0,36	46,7	99,8	Ví dụ 9
Số 15	95	3,0	1140	0,23	9,1	0,37	47,3	99,8	Ví dụ 10
Số 16	95	2,0	1140	0,19	8,9	0,36	48,4	99,8	Ví dụ 11
Số 17	95	5,5	1180	0,20	8,9	0,38	48,9	99,8	Ví dụ 12
Số 18	95	3,0	1200	0,12	5,7	0,43	50,4	99,3	Ví dụ so sánh 6
Số 19	60	3,0	1100	0,11	8,1	0,86	48,3	98,7	Ví dụ so sánh 7

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Bột zircon oxit chứa ytri oxit với lượng nằm trong khoảng từ 2% đến 6% mol, có thể tích của các lỗ xốp với đường kính lỗ xốp nhỏ hơn hoặc bằng 200nm nằm trong khoảng từ 0,14ml/g đến 0,28ml/g, và có mật độ đúc tương đối nằm trong khoảng từ 44% đến 55% khi bột zircon oxit được đúc ở áp suất thủy tĩnh là 1 t/cm² (0,01MPa), trong đó mật độ đúc tương đối được tính theo công thức (1) dưới đây:

$$\text{mật độ đúc tương đối (\%)} = (\text{mật độ đúc/mật độ nung kết lý thuyết}) \times 100 \quad (1).$$

2. Bột zircon oxit theo điểm 1, trong đó bột zircon oxit có diện tích bề mặt riêng nằm trong khoảng từ 5m²/g đến 20m²/g và đường kính hạt trung bình nằm trong khoảng từ 0,3μm đến 0,8μm.

3. Bột zircon oxit theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bột này còn bao gồm nhôm oxit.

4. Bột zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó mật độ nung kết khi sản phẩm đúc thu được bằng cách đúc ở áp suất thủy tĩnh là 1 t/cm² (0,01MPa) được nung kết ở nhiệt độ 1450°C sẽ bằng hoặc lớn hơn 99,5% so với mật độ nung kết lý thuyết.

5. Phương pháp sản xuất bột zircon oxit theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó phương pháp này bao gồm:

bước thứ nhất là làm ẩm dung dịch chất sulfit hóa ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C, và duy trì dung dịch chất sulfit hóa ở nhiệt độ này;

bước thứ hai là làm ẩm dung dịch muối zircon ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 75°C nhưng nhỏ hơn 100°C, và duy trì dung dịch muối zircon ở nhiệt độ này;

bước thứ ba là trộn dung dịch chất sulfit hóa được duy trì trong bước thứ nhất và dung dịch muối zircon được duy trì trong bước thứ hai để điều chế chất phản ứng; và

bước thứ tư là xử lý chất phản ứng đã điều chế trong bước thứ ba bằng bazơ, sau đó gia nhiệt trong không khí ở nhiệt độ bằng hoặc lớn hơn 1000°C nhưng nhỏ hơn 1200°C.

6. Phương pháp sản xuất bột zircon oxit theo điểm 5, trong đó nhiệt độ của bước thứ nhất bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C, và nhiệt độ của bước thứ hai bằng hoặc lớn hơn 80°C nhưng nhỏ hơn hoặc bằng 98°C.