



(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)   
**1-0021989**

(51)<sup>7</sup> **B24B 57/02, H01L 21/304**

(13) **B**

(21) 1-2014-02726

(22) 14.02.2013

(86) PCT/JP2013/053468 14.02.2013

(87) WO2013/122123 22.08.2013

(30) 2012-032250 17.02.2012 JP

(45) 25.10.2019 379

(43) 27.10.2014 319

(73) KONICA MINOLTA, INC. (JP)

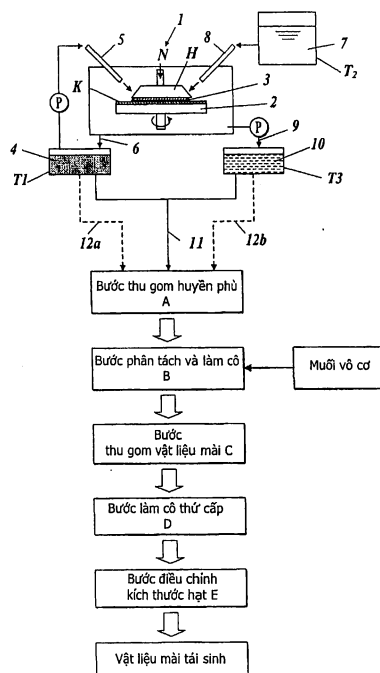
2-7-2 Marunouchi, Chiyoda-ku, Tokyo 100-7015, Japan

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

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

#### (54) **PHƯƠNG PHÁP TÁI SINH VẬT LIỆU MÀI**

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp tái sinh vật liệu mài để có thể tái sinh vật liệu mài từ vật liệu mài đã qua sử dụng, để sau đó có thể thu lại vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao một cách đơn giản. Phương pháp tái sinh vật liệu mài này sẽ tái sinh vật liệu mài từ huyền phù của vật liệu mài đã qua sử dụng, và khác biệt ở chỗ vật liệu mài này bao gồm ít nhất một loại vật liệu mài được chọn từ nhóm bao gồm kim cương, nitrit bo, silic cacbua, nhôm oxit, nhôm oxit ziricon đioxit, ziricon oxit và xeri oxit, và khác biệt ở chỗ tái sinh vật liệu mài bằng các bước bao gồm bước thu lại huyền phù (A) để thu lại huyền phù vật liệu mài được xả ra từ máy đánh bóng, bước phân tách và làm cô (B) để cho muối vô cơ là muối kim loại kiềm thổ vào huyền phù vật liệu mài thu lại được để làm kết tụ vật liệu mài, và phân tách và làm cô vật liệu mài khỏi nước cái, bước thu lại vật liệu mài (C) để thu lại vật liệu mài đã được phân tách và đã được làm cô, và bước làm cô thứ cấp (D) để lọc vật liệu mài đã được làm cô.



### **Lĩnh vực kĩ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến phương pháp để thu gom vật liệu mài đã qua sử dụng từ huyền phù có chứa vật liệu mài mà có chứa nước rửa hoặc huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng, và tái sử dụng vật liệu mài thu gom được dưới dạng vật liệu mài tái sinh.

### **Tình trạng kĩ thuật của sáng chế**

Các hạt mịn có độ cứng cao, ví dụ, các hạt kim cương, nitrit bo, silic cacbua, nhôm oxit, nhôm oxit-ziricon oxit, ziricon oxit và xeri oxit, đã được sử dụng làm vật liệu mài để đánh bóng mịn vật chủ yếu bao gồm silic (ví dụ, kính quang học, để thuỷ tinh dùng cho phương tiện lưu trữ thông tin và để silic bán dẫn) trong quy trình gia công tinh.

Bình thường, một số trong số các thành phần chính của các vật liệu mài này là thu được từ quặng không được sản xuất tại Nhật Bản, do đó, phụ thuộc vào quặng nhập khẩu. Ngoài ra, các thành phần chính này cũng đắt đỏ.

Vật liệu mài cho các mục đích nêu trên bao gồm các hạt mịn có độ cứng cao, do đó, nó là thành phần quan trọng để sử dụng làm vật liệu mài quang học đối với các linh kiện điện tử, chẳng hạn thấu kính quang học, để silic bán dẫn và các tấm kính của màn hình tinh thể lỏng, với số lượng lớn, và mong muốn là có thể tái sử dụng vật liệu mài này. Vật liệu mài để mài quang học có chứa thành phần chính của nó là hợp chất nêu trên, và có thể còn chứa (các) nguyên tố kim loại chuyển tiếp, chẳng hạn các muối natri và các muối crom và/hoặc (các) nguyên tố đất hiếm, như ytri và đyprosi. Do đó, vật liệu mài để mài quang học này được nghiêm cấm không cho thải loại tự

do, xét về mặt ô nhiễm môi trường. Do đó, chất lỏng thải mà đã được sử dụng trong quá trình đánh bóng được mong muốn là được làm cho không gây ô nhiễm. Vì vậy, các kỹ thuật để tái sử dụng (các) tài nguyên trong chất lỏng thải của vật liệu mài quang học có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng và để làm cho chất lỏng thải không gây ô nhiễm là các yếu tố quan trọng.

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

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

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

Đối với phương pháp thu gom thành phần vật liệu mài, thì công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 06-254764 đã đề xuất phương pháp phân tách chất rắn-chất lỏng, bao gồm bước cho chất điện phân vào chất lỏng của vật liệu mài đã sử dụng mà có chứa vật liệu mài dựa trên xeri oxit vốn để đánh bóng thuỷ tinh, bước giữ cho nhiệt độ chất lỏng của vật liệu mài ở 50°C trong 2 giờ để hoà tan (các) thành phần bị theo ra từ để được

đánh bóng (thành phần Si hoặc thành phần Al), sau đó là làm lắng và phân tách vật liệu mài. Theo phương pháp của công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 06-254764, thì hydroxit kim loại kiềm, cacbonat kim loại kiềm, muối của kim loại kiềm và muối amoni được sử dụng làm chất điện phân.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 11-90825 bộc lộ phương pháp bao gồm bước cho poly nhôm clorua và chất làm đông bao gồm polyme vào chất lỏng của vật liệu mài đã sử dụng mà có chứa vật liệu mài chủ yếu bao gồm xeri oxit để làm kết tụ thành phần rắn của vật liệu mài đã sử dụng, khử nước để thu được dạng bánh đã khử nước của vật liệu mài thải loại, trộn vật liệu mài thải loại với natri hydroxit dạng nước hoặc kali hydroxit dạng nước để hoà tan (các) tạp chất tan trong nước, và thu gom vật liệu mài bằng cách phân tách chất rắn-chất lỏng. Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 11-50168 bộc lộ phương pháp bao gồm bước cho axit sunfuric vào vật liệu mài đã sử dụng, nung nóng hỗn hợp này, hoà tan nguyên tố đất hiếm hoặc kim loại hiếm, và phân tách và loại bỏ silic đioxit kết tụ, v.v., trong huyền phù này.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2000-254659 bộc lộ phương pháp thu gom vật liệu mài dựa trên silic oxit keo, phương pháp này bao gồm bước phân tách chất rắn-chất lỏng bằng cách cho kiềm vào chất lỏng thải đánh bóng cơ-hoá (Chemical Mechanical Polishing - CMP) với sự có mặt của ion magie để điều chỉnh độ pH tới 10 hoặc cao hơn và gây ra sự kết tụ, điều chỉnh độ pH của thành phần chất rắn trong thùng điều chỉnh pH tới 9 hoặc thấp hơn để tách rửa ion magie, và thu gom vật liệu mài. Bài báo cáo Kinzoku-Shigen (báo cáo về các tài nguyên kim loại) trang 45, tháng 11 năm 2010, là một bài báo đánh giá về các phương pháp thu gom kim loại nêu trên.

Tuy nhiên, các phương pháp nêu trên của các Tài liệu sáng chế từ 1



đến 4 chỉ cho phép thu gom được vật liệu mài chưa đủ độ tinh khiết. Vật liệu mài thu gom được này là không phù hợp cho việc đánh bóng mịn.

Theo phương pháp của công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2000-254659, nếu vật liệu mài chủ yếu bao gồm xeri oxit được sử dụng để đánh bóng vật chủ yếu bao gồm silic, chẳng hạn thủy tinh, thì việc cho thêm chất phụ gia, chẳng hạn magie clorua, vào huyền phù có chứa vật liệu mài vốn có chứa vật liệu mài đã sử dụng với độ pH bằng 10 hoặc lớn hơn sẽ gây ra sự đồng kết tụ của thành phần vật liệu mài và thành phần thủy tinh, điều này làm giảm độ tinh khiết của vật liệu mài tái sinh thu được. Điều này là vì, khi độ pH lớn hơn 10, thì (các) thành phần bị theo ra từ vật được đánh bóng vốn chủ yếu bao gồm silic (ví dụ, thủy tinh) sẽ trở nên dễ kết tụ hơn so với thành phần vật liệu mài khi cho thêm chất phụ gia.

Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2010-214515 bộc lộ phương pháp sản xuất vật liệu mài có chứa xeri oxit tái sinh, bằng cách kết đông dung dịch đã sử dụng thu gom được để tái sinh các hạt thứ cấp của xeri oxit rồi sau đó loại bỏ nước. Tuy nhiên, phương pháp của công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số 2010-214515 cần đến cơ sở vật chất đồ sộ để thực hiện việc kết đông, do đó, cần vốn đầu tư ban đầu lớn.

Ngay cả khi các phương pháp nêu trên được sử dụng, thì vẫn khó làm cô được huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được đến nồng độ đầy đủ trước khi tách vật liệu mài, do đó, (các) thành phần không mong muốn sẽ nằm lại trong huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được và đã được làm cô. Do đó, các phương pháp nêu trên không thể cho phép thu được vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao.

### **Bản chất kĩ thuật của sáng chế**

Vấn đề cần khắc phục

Sáng chế nhằm khắc phục các vấn đề nêu trên và đề xuất phương pháp để tái sinh vật liệu mài, phương pháp này bao gồm bước thu gom vật liệu mài từ vật liệu mài đã qua sử dụng một cách hiệu quả để thu được vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao một cách đơn giản.

#### Các phương pháp khắc phục vấn đề

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu các vấn đề nêu trên một cách nghiêm túc, và đề xuất phương pháp tái sinh vật liệu mài từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng, tách vật liệu mài khỏi nước cái và thực hiện bước làm cô sơ cấp đối với vật liệu mài bằng cách cho muối vô cơ là muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ vào huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được và làm kết tụ vật liệu mài; thu gom vật liệu mài đã được tách và được làm cô ở bước làm cô sơ cấp; và thực hiện bước làm cô thứ cấp đối với vật liệu mài đã được làm cô ở bước làm cô sơ cấp và thu gom được, bằng phương pháp lọc. Các tác giả sáng chế đã thấy rằng phương pháp này cho phép thu gom vật liệu mài một cách hiệu quả từ vật liệu mài đã qua sử dụng, và cho phép thu được vật liệu mài tái sinh một cách đơn giản. Giải pháp theo sáng chế được thực hiện như thế.

Tức là mục đích nêu trên của sáng chế được thực hiện với những dấu hiệu như sau.

1. Phương pháp tái sinh vật liệu mài từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng, phương pháp này bao gồm các bước sau đây:

(A) thu gom huyền phù có chứa vật liệu mài được xả ra từ thiết bị mài;

(B) tách vật liệu mài từ nước cái và thực hiện bước làm cô sơ cấp đối với vật liệu mài bằng cách cho muối vô cơ là muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ vào huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được và làm kết

tụ vật liệu mài;

(C) thu gom vật liệu mài đã được tách và được làm cô ở bước làm cô sơ cấp; và

(D) làm cô thứ cấp đối với vật liệu mài đã được làm cô ở bước làm cô sơ cấp và thu gom được, bằng phương pháp lọc.

Vật liệu mài này là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm bao gồm kim cương, bo nitrat, silic cacbua, nhôm oxit, nhôm oxit-ziricon oxit, ziricon oxit và xeri oxit.

2. Phương pháp theo dấu hiệu 1, phương pháp này còn bao gồm bước:

(E) điều chỉnh kích thước hạt của vật liệu mài thu gom được, sau bước (D).

3. Phương pháp theo dấu hiệu 1 hoặc 2, trong đó bước phân tách và làm cô được thực hiện tại độ pH đã được chuyển đổi là nhỏ hơn 10 của nước cái tại 25°C ở bước (B).

4. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 3, trong đó vật liệu mài là xeri oxit.

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

huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất mà có chứa nước rửa, và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai mà đã được sử dụng, được thu gom ở bước (A).

6. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 6, trong đó

muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ được sử dụng ở bước (B) là muối magie.

7. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 6, trong đó

ở bước (C), vật liệu mài được thu gom thông qua việc phân tách bằng sự lắng gạn nhờ tận dụng sự lắng cặn tự phát.

8. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 7, trong đó

quá trình lọc được thực hiện bằng bộ lọc gồm ở bước (D).

9. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 8, trong đó

ở bước (D), quá trình lọc là hoạt động lặp đi lặp lại mà trong đó, vật liệu mài được thu gom ở bước (C) và được dồn vào bể chứa được đưa tới và được lọc ở máy lọc, rồi sau đó lại được đưa trở lại bể chứa.

10. Phương pháp theo dấu hiệu bất kì trong số các dấu hiệu từ 1 đến 9, trong đó

bước (D) được thực hiện trong khi độ nhớt của vật liệu mài được điều chỉnh đến mức độ tối ưu.

11. Phương pháp theo dấu hiệu 2, trong đó

ở bước (D), chất phân tán được cho vào dung dịch của vật liệu mài thu gom được, sau đó, quá trình phân tán vật liệu mài được thực hiện bằng máy phân tán là máy phân tán siêu âm và máy phân tán bằng bi xay để điều chỉnh kích thước hạt của vật liệu mài tái sinh.

12. Phương pháp theo dấu hiệu 11, trong đó

máy phân tán được sử dụng ở bước (D) là máy phân tán siêu âm.

13. Phương pháp theo dấu hiệu 11 hoặc 12, trong đó

chất phân tán bao gồm polyme dựa trên poly axit cacboxylic.

14. Phương pháp theo dấu hiệu 5, trong đó

huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật

liệu mài thứ hai thu gom được ở bước (A) được trộn rồi sau đó được xử lý ở bước (B), bước (C) và bước (D).

15. Phương pháp theo dấu hiệu 5, trong đó

huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước (A) được xử lý riêng biệt ở bước (B), bước (C) và bước (D).

Các hiệu quả của giải pháp theo sáng chế

Theo những dấu hiệu nêu trên của sáng chế, có thể đề xuất phương pháp tái sinh vật liệu mài, phương pháp này bao gồm bước thu gom vật liệu mài từ vật liệu mài đã qua sử dụng một cách hiệu quả để thu được vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao một cách đơn giản.

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

Hiệu quả của sáng chế khác biệt ở chỗ, phương pháp thu gom một cách có chọn lọc vật liệu mài từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng với nồng độ cao không chỉ cho phép thu gom vật liệu mài, mà còn cho phép thu được vật liệu mài có độ tinh khiết cao và dễ dàng tái sinh vật liệu mài sau khi thu gom.

Ý tưởng kỹ thuật của sáng chế là tận dụng sự tương tác cụ thể đoán trước được giữa vật liệu mài và muối vô cơ.

Chất làm đông có trọng lượng riêng lớn thường được cho vào vật liệu mài đã qua sử dụng để phân tách vật liệu mài đã qua sử dụng này ra dưới dạng thành phần chất rắn, sau đó là tinh chế vật liệu mài để tái sinh vật liệu mài. Thành phần thủy tinh bị theo ra từ vật được đánh bóng và được sinh ra trong quá trình đánh bóng thủy tinh, chẳng hạn các hạt silic đioxit,



cũng có mặt trong vật liệu mài thu gom được, vốn là thành phần rắn. Để phân tách thành phần thủy tinh này thì cần phải thực hiện thêm các quy trình xử lý nữa.

Ngược lại, với phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế, thì muối vô cơ, ví dụ, muối kim loại kiềm thổ, được làm kết tụ một cách có chọn lọc cùng với vật liệu mài mà không làm kết tụ thành phần thủy tinh vốn là thành phần của vật được đánh bóng ở bước thứ nhất. Nhờ đó, có thể thực hiện công việc phân tách một cách hiệu quả. Sau đó, ở bước thứ hai là bước làm cô thứ cấp D, cặn vật liệu mài (huyền phù có chứa vật liệu mài), vốn đã được phân tách ở bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C, được lọc sao cho nước cái, vốn bao gồm thành phần thủy tinh còn lại vốn chưa thể loại bỏ được ở bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C, được tách khỏi cặn vật liệu mài (huyền phù có chứa vật liệu mài). Do đó, phương pháp theo sáng chế có thể cho phép làm tăng nồng độ của vật liệu mài trong cặn vật liệu mài lên rất nhiều. Nhờ quá trình lọc này mà vật liệu mài có thể được tách ra một cách có lựa chọn với độ tinh khiết cao và không cần phải tinh chế sau đó. Do đó, phương pháp theo sáng chế có thể cho phép đơn giản hoá (các) bước sau khi phân tách.

Theo sáng chế, điều cần thiết là độ pH của nước cái, tức là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất mà có chứa vật liệu mài, nước rửa và thành phần của vật được đánh bóng và/hoặc của huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai mà có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng và thành phần của vật được đánh bóng, phải được duy trì ở trị số nhất định, tức là nhỏ hơn hoặc bằng độ pH sau khi cho muối vô cơ, từ lúc sau khi cho muối vô cơ đến lúc tách các sản phẩm kết tụ. Tốt hơn nếu công việc phân tách và làm cô được thực hiện tại độ pH đã được chuyển đổi của nước cái ở 25°C là nhỏ hơn 10 ở bước phân tách và làm cô B. Ở đây, độ pH sau khi cho muối vô cơ có



nghĩa là độ pH ngay sau khi cho xong muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B.

Độ pH của chất lỏng thải thường được tăng lên để hoà tan thành phần thuỷ tinh trong đó. Ngược lại, theo sáng chế, thành phần thuỷ tinh không bị làm kết tụ nhờ việc sử dụng muối vô cơ, ví dụ, muối magie. Do đó, không cần phải điều chỉnh độ pH.

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

### **Mô tả vắn tắt các hình vẽ**

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

Fig.2 thể hiện một ví dụ về lưu đồ của bước phân tách và làm cô B, bước thu gom vật liệu mài C và bước làm cô thứ cấp D của phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế.

Fig.3 thể hiện một ví dụ về lưu đồ của quy trình lọc ở bước làm cô thứ cấp D của phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế.

Fig.4 là sơ đồ minh hoạ một ví dụ về lưu đồ của bước điều chỉnh kích thước hạt E bằng máy phân tán siêu âm.

### **Mô tả chi tiết các phương án thực hiện sáng chế**

Phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế là phương pháp tái sinh vật liệu mài từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng. Vật liệu

mài này là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm bao gồm kim cương, bo nitrat, silic cacbua, nhôm oxit, nhôm oxit-ziricon oxit, ziricon oxit và xeri oxit. Phương pháp này bao gồm các bước là: 1) bước thu gom huyền phù A để thu gom huyền phù có chứa vật liệu mài được xả ra từ thiết bị mài, 2) bước phân tách và làm cô B để tách vật liệu mài từ nước cái và làm cô sơ cấp vật liệu mài bằng cách cho muối vô cơ là muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ vào huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được và làm kết tụ vật liệu mài, 3) bước thu gom vật liệu mài C để thu gom vật liệu mài đã được phân tách và được làm cô bằng công đoạn làm cô sơ cấp, và 4) bước làm cô thứ cấp D để làm cô thứ cấp vật liệu mài đã được làm cô ở bước làm cô sơ cấp và thu gom được, bằng phương pháp lọc. Dấu hiệu này được nêu ở các điểm yêu cầu bảo hộ từ 1 đến 15.

Theo sáng chế, tốt hơn nếu bước điều chỉnh kích thước hạt E được thực hiện sau bước (D) để điều chỉnh các kích thước của các hạt của vật liệu mài thu gom được. Tốt hơn nếu công việc tách và làm cô đặc được thực hiện ở độ pH đã được chuyển đổi là nhỏ hơn 10 của nước cái tại 25°C ở bước (B) để tách vật liệu mài khỏi nước cái và làm cô vật liệu mài một cách hiệu quả hơn.

Vật liệu mài được ưu tiên sử dụng là xeri oxit. Ngoài ra, tốt hơn nếu huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất mà có chứa nước rửa, và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai mà đã được sử dụng, được thu gom ở bước (A).

Tốt hơn nếu muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ được sử dụng ở bước (B) là muối magie. Cũng tốt hơn nếu ở bước (C), vật liệu mài được thu gom thông qua việc phân tách bằng sự lắng gạn nhờ tận dụng sự lắng cặn tự phát. Cũng tốt hơn nếu công đoạn lọc được thực hiện bằng bộ lọc gôm ở bước (D) để lọc một cách hiệu quả hơn.

Theo phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế, tốt hơn nếu ở

bước (D), quá trình lọc là hoạt động lặp đi lặp lại mà trong đó, vật liệu mài được thu gom ở bước (C) và được dồn vào bể chứa được đưa tới và được lọc ở máy lọc, rồi sau đó lại được đưa trở lại bể chứa. Cũng tốt hơn nếu bước (D) được thực hiện trong khi độ nhớt của vật liệu mài được điều chỉnh đến mức độ tối ưu.

Tốt hơn nếu ở bước (D), chất phân tán được cho vào dung dịch của vật liệu mài thu gom được, sau đó, quá trình phân tán vật liệu mài được thực hiện bằng máy phân tán là máy phân tán siêu âm và máy phân tán bằng bi xay để điều chỉnh kích thước hạt của vật liệu mài tái sinh. Theo phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế, cũng tốt hơn nếu máy phân tán được sử dụng ở bước (D) là máy phân tán siêu âm. Cũng tốt hơn nếu chất phân tán bao gồm polyme dựa trên poly axit cacboxylic.

Tốt hơn nếu huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước (A) được trộn với nhau và sau đó được xử lý ở bước (B), bước (C), và bước (D) hoặc huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước (A) được xử lý riêng rẽ ở bước (B), bước (C) và bước (D), để đạt được các hiệu quả của sáng chế một cách đầy đủ hơn.

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

#### <<Phương pháp tách vật liệu mài>>

Lưu đồ các bước của phương pháp tái sinh vật liệu mài theo một phương án của sáng chế sẽ được mô tả dựa vào các hình vẽ kèm theo.

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

Trong quy trình đánh bóng được minh họa trên Fig.1, thiết bị mài 1 bao gồm bề mặt mài 2 mà vải nhám K bao gồm vải không dệt, bột nhựa tổng hợp hoặc da tổng hợp, được làm dính lên đó. Bề mặt mài 2 này là có thể quay được. Trong quá trình đánh bóng, bề mặt mài 2 được làm quay trong lúc vật cần được đánh bóng 3 (ví dụ, kính quang học) được đẩy tì vào bề mặt mài 2 với một áp lực định trước là N nhờ sử dụng bộ phận giữ H. Đồng thời, chất lỏng có chứa vật liệu mài 4 (tức là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai) được cung cấp qua vòi cấp huyền phù 5 bằng bơm P. Chất lỏng có chứa vật liệu mài 4 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai), vốn được sử dụng khi đánh bóng, sẽ đi qua đường chảy 6, sau đó được đổ vào bể chứa huyền phù  $T_1$ . Chất lỏng có chứa vật liệu mài 4 được quay vòng đi quay vòng lại giữa thiết bị mài 1 và bể chứa huyền phù  $T_1$ .

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

Cả chất lỏng có chứa vật liệu mài 4 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai) sinh ra trong quá trình đánh bóng nêu trên, vốn được gộp lại trong bể chứa huyền phù  $T_1$  và được lưu thông và được sử dụng, lẫn chất lỏng rửa 10 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất), vốn được gộp lại trong bể chứa chất lỏng rửa  $T_3$ , đều không chỉ có chứa các hạt vật liệu mài, mà còn có chứa (các) thành phần của vật được đánh bóng, vốn bị theo ra từ vật được đánh bóng 3 (ví dụ, thủy tinh), vốn được đánh bóng trong quy trình đánh bóng.

Sau đó, chất lỏng có chứa vật liệu mài 4 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai) và chất lỏng rửa 10 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất) được trộn lẫn rồi được thu gom, hoặc được thu gom riêng rẽ. Bước này được gọi là bước thu gom huyền phù A.

Sau đó, muối vô cơ là muối kim loại kiềm thổ được cho vào hỗn hợp của, hoặc mỗi trong số, chất lỏng có chứa vật liệu mài 4 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai) và chất lỏng rửa 10 (huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất), vốn được thu gom ở bước thu gom huyền phù A (hỗn hợp của các chất lỏng này được gọi là nước cái, và từng chất lỏng cũng được gọi là nước cái), và trong trạng thái mà vật liệu mài được làm kết tụ một cách có chọn lọc, và (các) thành phần của vật được đánh bóng (ví dụ, bột thủy tinh) sẽ không bị làm kết tụ, nhờ đó mà vật liệu mài được tách một cách có lựa chọn khỏi nước cái, và huyền phù có chứa vật liệu mài được làm cô (bước phân tách và làm cô B).

Sau đó, quá trình tách chất rắn-chất lỏng được thực hiện nhờ tận dụng sự lắng tự phát để tách sản phẩm cô, vốn có chứa vật liệu mài, khỏi dịch nổi, vốn chứa (các) thành phần của vật được đánh bóng. Không có cách thức bắt buộc nào được sử dụng trong quá trình phân tách này. Do đó, nước cái 13 được phân tách thành dịch nổi 17 có chứa (các) thành phần của vật được đánh bóng, v.v., và sản phẩm cô 18 có chứa cặn vật liệu mài thu gom được. Sau đó, dịch nổi này được thải loại bằng cách lắng gạn, ví dụ, làm nghiêng bể chứa, hoặc bằng cách đặt ống xả vào gần mặt giao giữa dịch nổi 17 và sản phẩm cô 18 trong bể chứa, để chỉ xả dịch nổi 17 khỏi bể chứa và thu gom vật liệu mài (bước thu gom vật liệu mài C).

Ở bước thu gom vật liệu mài C sau bước phân tách và làm cô B, không có cách thức bắt buộc nào được sử dụng để phân tách, và công việc phân tách chất rắn-chất lỏng được thực hiện chỉ bằng cách tận dụng sự lắng



tự phát để tách riêng sản phẩm cô 18 (huyền phù có chứa vật liệu mài) khỏi nước cái 13. Khi dịch nổi 17 được loại bỏ, thì một lượng dịch nổi 17 nhất định sẽ nằm lại trong sản phẩm cô 18 ở đáy bể để ngăn không cho sản phẩm cô 18 ở đáy bị xả ra ngoài hệ thống. Do đó, sản phẩm cô 18 (huyền phù có chứa vật liệu mài) thu gom được có chứa một lượng dịch nổi 17 nhất định, điều này làm giảm độ tinh khiết của sản phẩm thu gom được cuối cùng.

Theo sáng chế, ở bước làm cô thứ cấp D, thì sản phẩm cô (huyền phù có chứa vật liệu mài) 18, vốn có chứa một lượng dịch nổi 17 nhất định, sẽ được lọc bằng màng lọc để loại bỏ dịch nổi 17 vốn bao gồm thành phần thủy tinh chưa được loại bỏ hoàn toàn khỏi sản phẩm cô 18 thu gom được ở bước thu gom vật liệu mài C. Do đó, có thể thu được vật liệu mài có độ tinh khiết cao.

Theo sáng chế, sau bước làm cô thứ cấp D, tốt hơn nếu bước điều chỉnh kích thước hạt E được thực hiện đối với huyền phù có chứa vật liệu mài đã được phân tách và đã được làm cô. Trong huyền phù có chứa vật liệu mài đã được phân tách và làm cô này, thì các hạt vật liệu mài sẽ tạo thành các đám kết tụ (tức là các hạt thứ cấp) cùng với muối vô cơ. Để phá vỡ các đám kết tụ này thành các hạt sơ cấp gần như tinh khiết, thì nước và chất phân tán được cho vào, và thiết bị phân tán được sử dụng để thu được các hạt với kích thước mong muốn.

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

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

[Vật liệu mài]

Thông thường, các hạt mịn của Bengala ( $\alpha$  Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), xeri oxit, nhôm oxit, mangan oxit và/hoặc ziricon oxit, hoặc silic oxit keo, được cho phân

tán dưới dạng vật liệu mài vào nước hoặc dầu để tạo thành huyền phù, và huyền phù này được sử dụng để đánh bóng các loại kính quang học, các loại đế bán dẫn, và các vật tương tự. Phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế được áp dụng để thu gom vật liệu mài, vốn là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm bao gồm kim cương, bo nitrat, silic cacbua, nhôm oxit, nhôm oxit-ziricon oxit, ziricon oxit và xeri oxit. Các vật liệu mài này áp dụng được cho kĩ thuật đánh bóng cơ-hoá (Chemical Mechanical Polishing - CMP). Kĩ thuật CMP sử dụng các phản ứng cơ học và hoá học và đạt được tốc độ đủ cao và độ phẳng mịn cao khi đánh bóng bề mặt của đế bán dẫn hoặc thuỷ tinh.

Các ví dụ về các loại vật liệu mài kim cương được sử dụng theo sáng chế bao gồm kim cương nhân tạo (do công ty NIHON MICRO COATING CO., LTD. sản xuất) và kim cương tự nhiên. Các ví dụ về các vật liệu mài nitrit bo thì bao gồm nitrit bo lập phương BN (do công ty SHOWA DENKO K.K. sản xuất). Các vật liệu mài nitrit bo cứng thứ nhì sau các vật liệu mài kim cương. Các ví dụ về các vật liệu mài silic cacbua bao gồm các vật liệu mài silic cacbua, các vật liệu mài silic cacbua xanh lục và silic cacbua đen (do công ty NIHON MICRO COATING CO., LTD. sản xuất). Các ví dụ về các vật liệu mài nhôm oxit bao gồm các vật liệu mài nhôm oxit, các vật liệu mài nhôm oxit nóng chảy nâu, các vật liệu mài nhôm oxit nóng chảy trắng, các vật liệu mài nhôm oxit nóng chảy hồng, các vật liệu mài nhôm oxit nghiền và các vật liệu mài nhôm oxit-ziricon oxit (ví dụ, do công ty Saint Gobain K.K. sản xuất). Các ví dụ về các vật liệu mài ziricon oxit bao gồm ziricon oxit chuỗi BR do công ty DAIICHI KIGENSO KAGAKU KOGYO CO., LTD sản xuất, và ziricon oxit do công ty China HZ sản xuất.

Đối với xeri oxit thì trên thực tế, xeri oxit vốn được sử dụng làm vật liệu mài thường không phải là xeri oxit dạng tinh khiết, mà ở dạng được gọi

là quặng bastnaesite được điều chế bằng cách nung kết quặng khoáng vật trong các nguyên tố đất hiếm và nghiền quặng khoáng vật này. Ở xeri oxit dạng này, thì xeri oxit là thành phần chính. Ngoài ra, các nguyên tố đất hiếm khác, chẳng hạn lantan, neodim, prazeodim, và các chất tương tự, cũng được chứa trong xeri oxit. Các florua của chúng có thể được chứa trong xeri oxit ngoài các oxit của chúng ra.

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

#### [Quy trình đánh bóng]

Vật liệu mài được sử dụng trong quy trình đánh bóng như được thể hiện trên Fig.1. Phương pháp theo sáng chế là phương pháp tái sinh vật liệu mài từ vật liệu mài đã qua sử dụng, vốn được sử dụng như được mô tả dưới đây.

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

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

Bột vật liệu mài được cho với một lượng từ 1 đến 40% về khối lượng vào dung môi, chẳng hạn nước, và sau đó được làm phân tán trong dung môi này để thu được huyền phù có chứa vật liệu mài. Huyền phù có chứa vật liệu mài này được lưu thông qua thiết bị mài và được sử dụng, như được thể hiện trên Fig.1. Các hạt mịn được sử dụng làm vật liệu mài có kích thước trung bình nằm trong khoảng từ vài chục nano mét đến vài trăm micro mét.

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

### (2) Đánh bóng

Như được thể hiện trên Fig.1, để thuỷ tinh được đánh bóng bằng cách đưa vật cần đánh bóng 3 (ví dụ, chính là đế thuỷ tinh này) vào tiếp xúc với bộ mài (vải nhám K) và làm cho đế thuỷ tinh 3 và bộ mài K này chuyển động so với nhau để tác động áp lực, trong khi cấp huyền phù có chứa vật liệu mài vào mặt tiếp xúc.

### (3) Rửa

Khi đánh bóng xong, thì một lượng lớn vật liệu mài sẽ bám trên đế thuỷ tinh và thiết bị mài. Do đó, nước, hoặc các chất tương tự, được cung cấp thay cho huyền phù có chứa vật liệu mài sau khi đánh bóng, để rửa vật liệu mài khỏi đế thuỷ tinh và thiết bị mài, như đã được minh hoạ trên đây dựa vào Fig.1. Sau đó, nước rửa 10, vốn có chứa vật liệu mài, được xả ra bên ngoài hệ thống đánh bóng 9.

Sau khi rửa thì một lượng vật liệu mài nhất định sẽ bị xả ra ngoài hệ thống đánh bóng, do đó, lượng vật liệu mài trong hệ thống đánh bóng bị giảm đi. Để bù vào lượng giảm này, thì huyền phù có chứa vật liệu mài mới sẽ được cấp mới vào bể chứa huyền phù T<sub>1</sub>. Quá trình cung cấp bổ sung này có thể được thực hiện mỗi lần đánh bóng hoặc sau mỗi khoảng thời gian định trước trong quá trình đánh bóng. Tốt hơn nếu vật liệu mài ở trạng thái

được phân tán đều trong dung môi khi được cho vào.

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

Theo sáng chế, huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng là huyền phù có chứa vật liệu mài được xả ra ngoài hệ thống bao gồm thiết bị mài 1, bể chứa huyền phù  $T_1$  và bể chứa chất lỏng rửa  $T_3$ , và được phân loại chủ yếu thành hai loại như sau.

Một loại là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất, có chứa nước rửa được xả ra trong quá trình rửa và được gộp dồn vào bể chứa chất lỏng rửa  $T_3$  (huyền phù trắng), và loại còn lại là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai mà đã được sử dụng và được gộp dồn vào bể chứa huyền phù  $T_1$ , và được thải loại sau khi đã được sử dụng để đánh bóng một số lần nhất định (huyền phù đã hết thời gian sử dụng). Theo sáng chế, chúng được gọi lần lượt là huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai. Tốt hơn nếu giải pháp theo sáng chế được áp dụng cho cả huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất lẫn huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai, nhưng cũng có thể được áp dụng cho một trong hai loại huyền phù này.

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

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

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

Ngược lại, huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai khác biệt ở chỗ



nồng độ của thành phần thủy tinh là cao hơn so với nồng độ của thành phần thủy tinh của huyền phù có chứa vật liệu mài mới.

[Tái sinh vật liệu mài]

Theo sáng chế, phương pháp tái sinh vật liệu mài và tái sử dụng vật liệu mài này dưới dạng vật liệu mài tái sinh bao gồm năm bước là bước thu gom huyền phù A, bước phân tách và làm cô B, bước thu gom vật liệu mài C, bước làm cô thứ cấp D và bước điều chỉnh kích thước hạt E, như được thể hiện vắn tắt trên Fig.1 (lưu đồ sản xuất).

(1: Bước thu gom huyền phù A)

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

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

Huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được có thể được đưa vào bước tách ngay sau khi thu gom, hoặc có thể được dồn lại để thu được một lượng huyền phù có chứa vật liệu mài nhất định. Trong mỗi trường hợp, tốt hơn nếu huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được được khuấy liên tục để ngăn không cho các hạt bị kết tụ và lắng cặn và để duy trì trạng thái phân tán ổn định.

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

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

(2: Bước phân tách và làm cô B)

Huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được, vốn đã qua sử dụng, có chứa thành phần thủy tinh bị theo ra từ vật được đánh bóng. Nồng độ của vật liệu mài bị giảm đi do dòng chảy của nước rửa. Để tái sử dụng vật liệu mài thu gom được để đánh bóng, thì thành phần thủy tinh, và các thành phần tương tự, tức là (các) thành phần của vật được đánh bóng, cần phải được tách ra, và thành phần vật liệu mài cần phải được làm cô.

Ở bước phân tách và làm cô B của phương pháp theo sáng chế, muối vô cơ là muối kim loại kiềm thổ được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được (nước cái), vốn thu gom được ở bước thu gom huyền phù A, để làm kết tụ vật liệu mài một cách có lựa chọn chứ không làm kết tụ (các) thành phần của vật được đánh bóng. Vật liệu mài này được tách khỏi nước cái và được làm cô. Do đó, thành phần vật liệu mài được làm kết tụ một cách có lựa chọn và sau đó được làm lắng. Nhờ đó mà sản phẩm kết tụ này được tách ra trong khi hầu hết thành phần thủy tinh sẽ nằm lại trong dịch nổi. Do đó, bước này vừa cho phép phân tách thành phần vật liệu mài khỏi thành phần thủy tinh, vừa cho phép làm cô trong huyền phù có chứa vật liệu mài.

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

Fig.2 thể hiện một ví dụ về lưu đồ của bước phân tách và làm cô B, bước thu gom vật liệu mài C, và bước làm cô thứ cấp D của phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế.

Ở bước (B-1), huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13, vốn được thu gom ở bước thu gom huyền phù A trước đó, được rót vào bể điều

hoà 14 có máy khuấy 15. Sau đó, ở bước (B-2), muối vô cơ là muối kim loại kiềm thổ được cho, bằng bình cấp 16, vào huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 trong khi huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 được khuấy. Sau đó, ở bước (B-3), nhờ cho muối vô cơ mà các hạt vật liệu mài trong huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 sẽ lắng xuống đáy để tạo thành sản phẩm cô 18. (Các) thành phần của vật được đánh bóng, chẳng hạn thuỷ tinh, sẽ nằm trong dịch nổi 17 mà vật liệu mài được tách ra và được làm lắng xuống khỏi đó. Do đó, vật liệu mài và thành phần của vật được đánh bóng được tách ra khỏi nhau.

#### <Muối kim loại kiềm thổ>

Theo sáng chế, muối vô cơ được ưu tiên sử dụng để làm kết tụ vật liệu mài là muối kim loại kiềm thổ.

Các ví dụ về muối kim loại kiềm thổ được sử dụng theo sáng chế bao gồm các muối canxi, các muối stronti và các muối bari. Ngoài ra, nói chung thì các nguyên tố thuộc Nhóm 2 của Bảng tuần hoàn cũng được coi là các kim loại kiềm thổ. Do đó, các muối berili và các muối magie cũng được coi là các muối kim loại kiềm thổ theo sáng chế.

Tốt hơn nếu muối kim loại kiềm thổ được sử dụng theo sáng chế là muối halogenua, muối sulfat, muối cacbonat, muối axetat, hoặc các muối tương tự.

Tốt hơn nếu muối vô cơ được sử dụng theo sáng chế là muối kim loại kiềm thổ, và tốt hơn nữa nếu là muối magie.

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

ưu tiên sử dụng.

<Phương pháp bổ sung muối vô cơ>

Phương pháp bổ sung (cho) muối vô cơ vào huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) 13 sẽ được mô tả.

a) Nồng độ của muối vô cơ

Muối vô cơ có thể được cho trực tiếp vào huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái), hoặc có thể được hoà tan trong dung môi, chẳng hạn nước, rồi sau đó được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái). Tốt hơn nếu muối vô cơ được hoà tan trong dung môi rồi được cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài để đạt được trạng thái đồng nhất trong huyền phù sau khi cho.

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

b) Nhiệt độ khi cho muối vô cơ

Nhiệt độ khi cho muối vô cơ có thể nằm trong khoảng từ nhiệt độ kết đông huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được đến 90°C. Để phân tách thành phần thuỷ tinh một cách hiệu quả, thì tốt hơn nếu nhiệt độ bằng khoảng 10 đến 40°C, và tốt hơn nữa nếu bằng khoảng 15 đến 35°C.

c) Tốc độ cho muối vô cơ

Tốt hơn nếu tốc độ cho muối vô cơ vào huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái) được điều chỉnh sao cho không sinh ra phần có nồng độ cao trong huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được, và muối vô cơ được cho vào có mặt đồng nhất trong huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được. Tốt hơn nếu lượng muối magie được bổ sung mỗi phút là nhỏ hơn hoặc bằng 20% về khối lượng, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 10% về

khối lượng, trên tổng lượng muối vô cơ cần cho.

d) Trị số pH sau khi cho muối vô cơ

Theo phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế, tốt hơn nếu độ pH của huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được là không được điều chỉnh từ trước khi muối vô cơ được cho vào ở bước phân tách và làm cô (B). Thông thường, huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được có tính kiềm, và độ pH của nó nằm trong khoảng từ 8 đến dưới 10 do sự có mặt của thành phần thuỷ tinh. Do đó, không cần phải điều chỉnh trước độ pH của huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được. Do đó, theo sáng chế, tốt hơn nếu công việc tách và làm cô được thực hiện tại độ pH đã được chuyển đổi của nước cái tại 25°C là nhỏ hơn 10.

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

Theo sáng chế, tốt hơn nếu độ pH này được duy trì ở mức nhỏ hơn hoặc bằng độ pH sau khi cho muối vô cơ, khi cho muối vô cơ ở quá trình phân tách sản phẩm cô. Theo sáng chế, độ pH sau khi cho muối vô cơ là độ pH ngay sau khi cho xong muối vô cơ.

Độ pH này được giữ ở mức nhỏ hơn hoặc bằng độ pH sau khi cho muối vô cơ cho đến khi phân tách xong sản phẩm kết tụ. Tốt hơn nếu độ pH này, tức là độ pH đã được chuyển đổi ở 25°C, được giữ ở mức nhỏ hơn 10. Bằng cách giữ cho độ pH này dưới 10, thì có thể ngăn không cho thành phần thuỷ tinh trong chất lỏng thải bị kết tụ, do đó, độ tinh khiết của xeri oxit thu gom được có thể tăng lên.

Trị số nhỏ nhất của độ pH sau khi cho muối vô cơ là lớn hơn hoặc bằng 6,5, có tính đến sự suy giảm độ tinh khiết do chất điều chỉnh pH và khả năng xử lý.



## e) Khuấy sau khi cho muối vô cơ

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

## (3: Bước thu gom vật liệu mài C)

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

## a) Phương pháp tách sản phẩm cô của vật liệu mài

Phương pháp phân tách chất rắn-chất lỏng thông thường đã biết có thể được sử dụng làm phương pháp tách sản phẩm cô của vật liệu mài kết tụ, sau khi cho muối vô cơ, khỏi dịch nổi. Ví dụ, sự lắng tự phát có thể được tận dụng để chỉ loại bỏ dịch nổi để phân tách dịch nổi. Phương pháp cưỡng bức dựa vào các hoạt động cơ học, chẳng hạn phương pháp sử dụng máy tách ly tâm, cũng có thể được sử dụng. Phương pháp sử dụng sự lắng tự phát được ưu tiên sử dụng làm phương pháp làm cô sơ cấp theo sáng chế để giảm thiểu sự làm bẩn của (các) tạp chất (ví dụ, các hạt bị thuỷ tinh thô bị theo ra từ thuỷ tinh được đánh bóng) xuống mức thấp nhất trong sản phẩm cô 18 vốn được lắng xuống đáy, và để thu được vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao.

Nhờ cho muối vô cơ mà tỉ trọng của sản phẩm cô 18 sẽ cao hơn so với tỉ trọng của huyền phù thu gom được, bởi vì dịch nổi được tách ra với các hạt vật liệu mài thu gom được được làm kết tụ, do đó, vật liệu mài được làm cô. Nồng độ của vật liệu mài thu gom được trong sản phẩm cô 18 này là

cao hơn so với trong huyền phù thu gom được.

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

#### (4: Bước làm cô thứ cấp D)

Ở bước thu gom vật liệu mài C, sản phẩm cô 18, vốn có chứa vật liệu mài thu gom được, được tách khỏi huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được 13. Tuy nhiên, do sự lắng tự phát được tận dụng để phân tách để tránh sự làm bẩn của (các) tạp chất, nên một lượng dịch nổi 17 nhất định sẽ chưa được tách ra và loại bỏ, do đó nằm lại trong sản phẩm cô 18. Do đó, theo sáng chế, công việc lọc sản phẩm cô 18 được thực hiện dưới dạng bước làm cô thứ cấp D để loại bỏ thành phần dịch nổi 17 khỏi sản phẩm cô 18 và làm tăng độ tinh khiết của vật liệu mài thu gom được. Công việc lọc này có thể được thực hiện trước bước phân tách và làm cô B. Tuy nhiên, xét về mặt năng suất, thì tốt hơn nếu bước làm cô thứ cấp D này được thực hiện sau khi loại bỏ một lượng thành phần thuỷ tinh nhất định ở bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C, để tránh việc thành phần thuỷ tinh trong huyền phù thu gom được làm tắc màng lọc.

Như được thể hiện trên Fig.2, sau khi sản phẩm cô 18, vốn có chứa vật liệu mài thu gom được, được phân tách khỏi huyền phù có chứa vật liệu mài 13 nhờ tận dụng sự lắng tự phát ở bước (C-2) của bước thu gom vật liệu mài C, thì sản phẩm cô 18 này tiếp tục được xử lý ở bước tiếp theo, cụ thể là

bước làm cô thứ cấp D. Cụ thể là, ở bước (D-1), sản phẩm cô 18, vốn được dồn vào bể điều hoà 14, được chuyển bằng bơm 20 qua ống 25 đến khối lọc và làm cô F. Ở khối lọc và làm cô F, dịch nổi 17 trong thành phần cô 18 sẽ được loại bỏ ra ngoài hệ thống nhờ sử dụng máy lọc. Sau đó, sản phẩm cô đã được lọc lại được đưa vào bể chứa. Bằng cách thực hiện quy trình lọc này trong một khoảng thời gian nhất định, thì có thể thu được sản phẩm cô có chứa vật liệu mài với độ tinh khiết cao.

Bước làm cô thứ cấp D của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa vào Fig.3.

Fig.3 thể hiện một ví dụ về lưu đồ của quy trình lọc ở bước làm cô thứ cấp D này của phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế.

Ở bước làm cô thứ cấp D được thể hiện trên Fig.3, sản phẩm cô 18, vốn đã được phân tách và được dồn vào bể điều hoà 14 và đang được khuấy bằng máy khuấy 15, được chuyển bằng bơm 20 sang khối lọc và làm cô F. Khối lọc và làm cô F bao gồm vỏ bộ lọc (khối tạo áp lực) 23, bơm tạo áp lực 22 và máy lọc 21. Sản phẩm cô 18 được cho đi qua máy lọc 21 trong khi áp suất trong vỏ bộ lọc (khối tạo áp lực) 23 được giữ ở mức cố định nhờ sử dụng bơm tạo áp lực 22 để chủ yếu loại bỏ dịch nổi 17 trong sản phẩm cô 18 bằng máy lọc 21. Dịch nổi 17 được loại ra, v.v., được xả qua ống 26 ra ngoài vỏ bộ lọc 23. Ở phía đầu trên của vỏ bộ lọc (khối tạo áp lực) 23, van điều khiển áp suất được sử dụng để giữ cho áp suất trong vỏ bộ lọc 23 ở trạng thái cố định. Sau đó, sản phẩm cô 18, vốn đã được loại bỏ các tạp chất, chẳng hạn dịch nổi 17, được cho đi qua ống 25 rồi lại được đưa vào bể điều hoà 14. Bằng cách thực hiện quy trình lọc này trong một khoảng thời gian nhất định thì có thể loại bỏ các tạp chất trong sản phẩm cô 18 và có thể thu được sản phẩm cô có chứa vật liệu mài với độ tinh khiết cao.

Ở bước làm cô thứ cấp D, nếu quá trình làm cô sản phẩm cô bị thực

hiện quá mức và độ nhớt bị tăng lên quá mức đến mức mà khó có thể vận chuyển chất lỏng được ổn định, thì tốt hơn nếu độ nhớt này được điều chỉnh bằng cách bổ sung nước, hoặc các thành phần tương tự, nếu cần. Bước làm cô thứ cấp D này được thực hiện để loại bỏ dịch nổi 17, vốn có chứa thành phần của vật được đánh bóng, v.v., khỏi sản phẩm cô 18 và không hạn chế việc bổ sung nước.

Sau quá trình lọc liên tục trong một khoảng thời gian nhất định, thì các hạt vật liệu mài sẽ bám lên màng lọc, do đó, màng lọc sẽ bị tắc, điều này làm ảnh hưởng xấu đến quá trình lọc và phân tách. Do đó, tốt hơn nếu dòng nước chảy ngược W được cho vào từ bên ngoài máy lọc để rửa màng lọc một cách định kì.

Màng lọc được sử dụng ở bước làm cô thứ cấp D theo sáng chế là không bị giới hạn ở màng lọc cụ thể. Các ví dụ về màng lọc có thể được sử dụng bao gồm màng lọc sợi rỗng, màng lọc kim loại, màng lọc gió, màng lọc gốm và màng lọc polypropylen cuộn. Trong số các loại màng lọc này, thì màng lọc gốm được ưu tiên sử dụng theo sáng chế.

Các ví dụ về các bộ lọc gốm có thể được sử dụng theo sáng chế bao gồm các bộ lọc gốm do công ty TAMI Industries (Pháp) sản xuất, các bộ lọc gốm do công ty NORITAKE CO., LIMITED sản xuất, và các bộ lọc gốm do công ty NGK INSULATORS, LTD. sản xuất (ví dụ, CERALLEC DPF và Cefilt).

#### (5: Bước điều chỉnh kích thước hạt E)

Theo phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế, tốt hơn nếu các hạt vật liệu mài, vốn được làm kết tụ để tạo thành các hạt thứ cấp, được peptit hoá để thu được sự phân bố kích thước hạt của các hạt sơ cấp, dưới dạng bước cuối cùng để làm cho vật liệu mài đã qua sử dụng thu gom được qua các bước nêu trên trở nên có thể tái sử dụng được.

Sản phẩm cô thu gom được nhờ việc sử dụng muối vô cơ, v.v., để làm kết tụ các hạt vật liệu mài thì bao gồm các tầng hạt thứ cấp. Do đó, nhằm mục đích tái sử dụng, thì tốt hơn nếu thực hiện bước điều chỉnh kích thước hạt E này để gây ra sự tái phân tán thông qua việc phá vỡ sản phẩm kết tụ thành các hạt tinh khiết (tức là các hạt sơ cấp).

Ở bước điều chỉnh kích thước hạt E, thành phần vật liệu mài kết tụ thu được ở bước làm cô thứ cấp sẽ được tái phân tán để điều chỉnh sự phân bố kích thước hạt sao cho tương đương với sự phân bố kích thước hạt trong huyền phù có chứa vật liệu mài chưa được sử dụng (tức là huyền phù có chứa vật liệu mài trước khi được sử dụng để đánh bóng).

Các ví dụ về phương pháp tái phân tán các hạt vật liệu mài kết tụ bao gồm các phương pháp như sau: a) nước được cho vào để giảm nồng độ của ion vô cơ vốn có tác dụng làm kết tụ vật liệu mài trong dung dịch; b) chất phân tách kim loại (hoặc chất phân tán) được cho vào để giảm nồng độ của ion kim loại trên vật liệu mài; và c) các hạt vật liệu mài kết tụ được peptit hoá một cách cưỡng bức bằng thiết bị phân tán hoặc các thiết bị tương tự.

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

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

Các ví dụ về chất phân tách kim loại (chất phân tán) được ưu tiên sử dụng bao gồm các chất có polyme dựa trên poly axit cacboxylic bao gồm



nhóm cacboxyl. Copolyme axit acrylic-axit maleic được đặc biệt ưu tiên sử dụng. Cụ thể là vật liệu POLITY A-550 (do công ty Lion Corporation sản xuất) được lấy làm ví dụ. Tốt hơn nếu lượng chất phân tách kim loại (chất phân tán) cần cho vào huyền phù có chứa vật liệu mài đã được làm cô là từ 0,01 đến 5% thể tích.

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

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

Các ví dụ về các thiết bị kiểu tuần hoàn mà thực hiện việc khuấy cơ học và phân tán siêu âm cùng một lúc bao gồm, nhưng không bị giới hạn ở, dòng máy UDU-1 và UH-600MC do công ty SMT Corporation sản xuất, dòng máy GSD600RCVP và GSD1200RCVP do công ty Ginsen Corporation sản xuất, và dòng máy RUS600TCVP do công ty NISSEI Corporation sản xuất.

Fig.4 là sơ đồ minh họa một ví dụ về lưu đồ của bước điều chỉnh kích thước hạt E bằng máy phân tán siêu âm.

Như được thể hiện trên Fig.4, bước điều chỉnh kích thước hạt E có thể được thực hiện như sau, ví dụ: nước được cho vào sản phẩm cô 18 điều chế được ở bước làm cô thứ cấp D để giảm nồng độ của muối vô cơ trong chất lỏng để điều chế chất lỏng phân tán vật liệu mài 28 và dồn chất lỏng này vào bể điều hoà 27. Sau đó, chất phân tách kim loại (chất phân tán bao

gồm polyme) được cấp từ bình cấp 29 vào chất lỏng phân tán vật liệu mài 28 vốn đang được khuấy bằng máy khuấy 15. Sau đó, chất lỏng thu được được cho đi qua đường chảy 30 bằng bơm 20 và sau đó được làm phân tán để phá vỡ các hạt vật liệu mài kết tụ bằng máy phân tán siêu âm 32. Sau đó, sự phân bố kích thước hạt của các hạt vật liệu mài sau khi được làm phân tán được theo dõi bằng thiết bị đo kích thước hạt 33 lắp ở đầu ra của máy phân tán siêu âm 32. Nếu sự phân bố kích thước hạt của chất lỏng phân tán vật liệu mài 28 vẫn chưa đạt tới biên dạng phân bố kích thước hạt mong muốn, thì chất lỏng phân tán vật liệu mài 28 sẽ được chuyển trở lại bể điều hoà 27 qua van ba cửa 31. Khi xác định được rằng sự phân bố kích thước hạt của chất lỏng phân tán vật liệu mài 28 đã đạt tới biên dạng phân bố kích thước hạt mong muốn, thì van ba cửa 31 được điều khiển, và chất lỏng phân tán vật liệu mài 28 này được cho đi qua đường chảy 35. Theo đó, có thể thu được vật liệu mài tái sinh.

Tốt hơn nếu sự thay đổi theo thời gian của sự phân bố kích thước hạt thu được ở bước này là nhỏ, và sự thay đổi kích thước hạt sau một ngày cũng là nhỏ.

[Vật liệu mài tái sinh]

Theo sáng chế, vật liệu mài thu được sau bước điều chỉnh kích thước hạt E dưới dạng sản phẩm cuối có độ tinh khiết là lớn hơn hoặc bằng 98% về khối lượng, và sự phân bố kích thước hạt của vật liệu mài này là khó thay đổi theo thời gian. Nồng độ là cao hơn so với sau khi thu gom. Tốt hơn nếu hàm lượng của muối vô cơ nằm trong khoảng từ 0,0005 đến 0,08% về khối lượng.

Các ví dụ

Sáng chế sẽ được mô tả chi tiết dựa vào các ví dụ, nhưng sáng chế

không bị giới hạn ở các ví dụ này. Dấu phần trăm “%” trong phần mô tả sau đây có nghĩa là “% về khối lượng” nếu không được nói khác đi.

#### Ví dụ 1

<<Điều chế vật liệu mài tái sinh>>

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 1: Theo ví dụ so sánh]

Vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế qua các bước như sau. Xeri oxit được sử dụng làm vật liệu mài. Quá trình tái sinh vật liệu mài được thực hiện ở 25°C và 55% RH nếu không được nói khác đi. Trong quá trình tái sinh này, nhiệt độ của dung dịch cũng là 25°C.

#### 1) Bước thu gom huyền phù A

Sau khi để thủy tinh dùng cho ổ đĩa cứng được đánh bóng theo quy trình đánh bóng như được minh họa trên Fig.1, nhờ sử dụng xeri oxit (do công ty C. I. Kasei Company, Limited sản xuất), thì 210 lít huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất, vốn chứa nước rửa, và 30 lít huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai, vốn đã qua sử dụng, được thu gom, rồi sau đó được trộn với nhau để thu được 240 lít huyền phù. Tỷ trọng của huyền phù thu gom được này là 1,03, và huyền phù này có chứa 8,5 kg xeri oxit (tỷ trọng: 7,3).

#### 2) Bước phân tách và làm cô B

Sau đó, ở bước (B-1) của bước phân tách và làm cô B như được thể hiện trên Fig.2, huyền phù thu gom được được khuấy để không cho xeri oxit bị lắng, sau đó, ở bước (B-2), 2 lít dung dịch nước muối vô cơ là magie clorua với nồng độ 10% về khối lượng được cho vào huyền phù thu gom được này trong 10 phút. Quá trình khuấy được tiếp tục trong 30 phút. Độ pH đã được chuyển đổi ngay sau khi cho xong magie clorua ở 25°C là 8,6. Sau đó, ở bước (B-3), huyền phù thu được được để nguyên trong 45 phút để gây ra sự lắng tự phát. Nhờ đó, sản phẩm cô và dịch nổi được tách ra khỏi nhau.

### 3) Bước thu gom vật liệu mài C

Ở bước (C-1) của bước thu gom vật liệu mài C trên Fig.2, dịch nổi 17 được xả ra bằng bơm xả 20, và ở bước (C-2), sản phẩm cô 18 được phân tách và được thu gom. Thể tích của sản phẩm cô 18 thu gom được là 60 lít.

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

12 lít nước được cho vào sản phẩm cô tách ra được. Ngoài ra, 300g POLITY A-550 (do công ty Lion Corporation sản xuất) được cho dưới dạng chất phân tách kim loại (chất phân tán bao gồm polyme) vào sản phẩm cô tách ra được này, sau đó là khuấy trong 30 phút. Sau đó, các hạt kết tụ được phá vỡ và được làm phân tán bằng máy phân tán siêu âm (do công ty Branson Ltd. sản xuất), như được thể hiện trên Fig.4.

Sau khi phân tán xong, thì quá trình lọc được thực hiện bằng máy lọc màng với kích thước lỗ là 10  $\mu\text{m}$  để thu được vật liệu mài tái sinh 1 có chứa xeri oxit tái sinh. Nồng độ của xeri oxit là 8,7% về khối lượng, và kích thước hạt D90 là dưới 2,0  $\mu\text{m}$ . Nồng độ của magie trong vật liệu mài tái sinh là 0,03% về khối lượng.

### [Điều chế vật liệu mài tái sinh 2: Theo sáng chế]

Vật liệu mài tái sinh 2 có chứa xeri oxit tái sinh được điều chế theo cách giống như đối với vật liệu mài tái sinh 1, ngoại trừ việc sau bước thu gom vật liệu mài C, thì quá trình lọc được thực hiện dưới dạng bước làm cô thứ cấp D, và sau đó, bước điều chỉnh kích thước hạt E (bước phân tán) được thực hiện để làm phân tán.

### 5) Bước làm cô thứ cấp D

Bước làm cô thứ cấp D được thực hiện với quy trình lọc (thiết bị lọc) có kết cấu như được thể hiện trên Fig.3.

Như được thể hiện ở bước (D-1) trên Fig.2 và Fig.3, sản phẩm cô 18, vốn được thu gom qua bước (C-2) của bước thu gom vật liệu mài C, được

chuyển sang khối lọc và làm cô F bằng bơm 20 trong lúc sản phẩm cô 18 này được khuấy chậm bằng máy khuấy 15 để giữ các dạng kết tụ thứ cấp. Khối lọc và làm cô F bao gồm vỏ bộ lọc (khối tạo áp lực) 23, bơm tạo áp lực 22 và máy lọc 21. Sản phẩm cô 18 được cho đi qua máy lọc 21 trong khi áp suất trong vỏ bộ lọc (khối tạo áp lực) 23 được giữ cố định nhờ sử dụng bơm tạo áp lực 22, để chủ yếu loại bỏ dịch nổi vốn có chứa thành phần thủy tinh (silic) trong sản phẩm cô 18, bằng máy lọc này. Dịch nổi bị loại ra được xả ra ngoài vỏ bộ lọc (khối tạo áp lực) 23 qua ống 26. Trong quá trình lọc, sản phẩm cô 18 được quay vòng qua ống 26 và bể điều hoà với tốc độ chảy là 1,2 lít/phút trong vòng 15 phút, cho đến khi thể tích của sản phẩm cô 18 giảm đi một nửa so với lúc bắt đầu lọc.

Màng lọc 21 được sử dụng ở bước làm cô thứ cấp D là màng lọc gồm “Cefilt” (kích thước lỗ là 0,5  $\mu\text{m}$ ), do công ty NGK INSULATORS, LTD. sản xuất.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 3: Theo sáng chế]

Vật liệu mài tái sinh 3 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 2 được điều chế, ngoại trừ việc màng lọc kim loại, do công ty Pall Corporation sản xuất (MDK4463), được sử dụng ở bước làm cô thứ cấp D thay cho màng lọc gốm.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 4: Theo sáng chế]

Vật liệu mài tái sinh 4 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 2 được điều chế, ngoại trừ việc máy phân tán kiểu bi nghiền (ULTRA APEX MILL, do công ty KOTOBUKI INDUSTRIES CO.,LTD. sản xuất) được sử dụng làm thiết bị phân tán ở bước điều chỉnh kích thước hạt E (bước phân tán) thay cho máy phân tán siêu âm.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 5: Theo ví dụ so sánh]

Vật liệu mài tái sinh 5 được điều chế theo cách giống như cách mà



vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc magie sulfat được sử dụng, với một lượng tương đương thay cho magie clorua, làm muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 6: Theo sáng chế]

Vật liệu mài tái sinh 6 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 2 được điều chế, ngoại trừ việc magie sulfat được sử dụng, với một lượng tương đương thay cho magie clorua, làm muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 7: Theo ví dụ so sánh]

Vật liệu mài tái sinh 7 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc độ pH của huyền phù sau khi cho muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B được điều chỉnh bằng 10,1 bằng kali hydroxit.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 8: Theo sáng chế]

Vật liệu mài tái sinh 8 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 2 được điều chế, ngoại trừ việc độ pH của huyền phù sau khi cho muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B được điều chỉnh bằng 10,10 bằng kali hydroxit.

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

Vật liệu mài tái sinh 9 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 được điều chế, ngoại trừ việc độ pH của huyền phù sau khi cho muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B được điều chỉnh bằng 10,45 bằng kali hydroxit.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 10: Theo sáng chế]

Vật liệu mài tái sinh 10 được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 2 được điều chế, ngoại trừ việc độ pH của huyền phù sau khi cho muối vô cơ ở bước phân tách và làm cô B được điều chỉnh bằng

10,45 bằng kali hydroxit.

[Điều chế các vật liệu mài tái sinh từ 11 đến 16]

Các vật liệu mài tái sinh từ 11 đến 16 lần lượt được điều chế theo cách giống như cách mà các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 6 được điều chế, ngoại trừ việc ziricon oxit (do công ty China HZ sản xuất) được sử dụng làm vật liệu mài thay cho xeri oxit.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 17 và 18]

Vật liệu mài tái sinh 17 và 18 lần lượt được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 và 2 được điều chế, ngoại trừ việc nhôm oxit (do công ty NIHON MICRO COATING CO., LTD. sản xuất) được sử dụng làm vật liệu mài thay cho xeri oxit.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 19 và 20]

Vật liệu mài tái sinh 19 và 20 lần lượt được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 và 2 được điều chế, ngoại trừ việc nhôm oxit-ziricon đioxit (do công ty Saint Gobain K.K. sản xuất) được sử dụng làm vật liệu mài thay cho xeri oxit.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 21 và 22]

Vật liệu mài tái sinh 21 và 22 lần lượt được điều chế theo cách giống như cách mà vật liệu mài tái sinh 1 và 2 được điều chế, ngoại trừ việc nitrit bo được sử dụng làm vật liệu mài thay cho xeri oxit.

[Điều chế vật liệu mài tái sinh 23]

Vật liệu mài tái sinh 23 được điều chế bằng cách thực hiện bước thu gom huyền phù A, bước làm cô thứ cấp D và bước điều chỉnh kích thước hạt E (bước phân tán) theo thứ tự này mà không thực hiện bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C.

<<Đánh giá vật liệu mài tái sinh>>

[Đánh giá độ tinh khiết của vật liệu mài tái sinh]

Các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 23 được phân tích thành phần bằng phổ kế phát xạ nguyên tử ICP (Inductivity Coupled Plasma - plasma ghép đôi cảm ứng) để thu được độ tinh khiết của vật liệu mài tái sinh, theo cách thức như sau.

Để đánh giá, thì thành phần Si của thành phần thủy tinh và thành phần cụ thể của vật liệu mài được định lượng. Sau đó, hàm lượng Si của thành phần thủy tinh (mg/l) và hàm lượng của thành phần cụ thể của vật liệu mài (g/l) được đo.

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

Đối với mỗi vật liệu mài tái sinh, thì hàm lượng nồng độ của thành phần vật liệu mài cụ thể (g/l) và nồng độ của thành phần thủy tinh (thành phần Si) (mg/l) được đo. Các bước cụ thể được mô tả dưới đây.

<Điều chế chất lỏng mẫu A>

(a) 10 g vật liệu mài tái sinh được pha loãng bằng nước tinh khiết với thể tích 90 ml, và 1 ml chất lỏng này được lấy ra từ số chất lỏng đang được khuấy bằng máy khuấy

(b) 5 ml axit flohydric, để hấp thụ nguyên tử, được cho vào chất lỏng này

(c) silic đioxit được rửa giải bằng phương pháp phân tán siêu âm

(d) chất lỏng này được để ở nhiệt độ phòng trong vòng 30 phút

(e) nước siêu tinh khiết được cho vào chất lỏng này để thu được thể tích 50 ml

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

<Định lượng Si >

(a) chất lỏng mẫu A được lọc bằng máy lọc màng (polytetrafloetylen ưa nước)

(b) phần dịch lọc được đem đi đo bằng phổ kế phát xạ nguyên tử plasma ghép đôi cảm ứng (Inductivity Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometer - ICP AES)

(c) Si được định lượng bằng phương pháp bổ sung tiêu chuẩn

<Định lượng thành phần vật liệu mài cụ thể>

(a) 5 ml được lấy ra từ chất lỏng mẫu A trong trạng thái phân tán đều

(b) 5 ml axit sunfuric tinh khiết được cho vào và được hoà tan trong chất lỏng được lấy ra nêu trên

(c) nước siêu tinh khiết được cho vào chất lỏng này để thu được thể tích 50 ml

(d) chất lỏng này được pha loãng bằng nước siêu tinh khiết nếu cần, và được đem đi đo bằng ICP-AES

(e) thành phần vật liệu mài cụ thể này được định lượng bằng phương pháp đường cong hiệu chỉnh bằng cách so khớp ma trận

<Phổ kế phát xạ nguyên tử ICP>

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

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

Như được thể hiện trên Bảng 1, độ pH ở bước phân tách và làm cô B là độ pH đã được chuyển đổi ở 25°C.

[Bảng 1]

| Vật liệu<br>mài tái sinh<br>thứ | Loại vật liệu mài      | Bước phân tách và làm cô B |                                 | Bước làm cô thứ cấp<br>D | Bước điều chỉnh<br>kích thước hạt E | Kết quả phân tích ICP |                               | Ghi chú |
|---------------------------------|------------------------|----------------------------|---------------------------------|--------------------------|-------------------------------------|-----------------------|-------------------------------|---------|
|                                 |                        | Loại muối vô cơ            | Độ pH sau khi cho<br>muối vô cơ |                          |                                     | Nồng độ Si<br>(mg/l)  | Nồng độ vật<br>liệu mài (g/l) |         |
| 1                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 8,60                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 915                   | 110                           | *2      |
| 2                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 855                   | 199                           | *1      |
| 3                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc kim loại        | Máy phân tán siêu âm                | 812                   | 185                           | *1      |
| 4                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán kiểu bi nghiền         | 811                   | 175                           | *1      |
| 5                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 8,94                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 923                   | 102                           | *2      |
| 6                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 8,94                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 856                   | 201                           | *1      |
| 7                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 10,10                           | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 1109                  | 77                            | *2      |
| 8                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 10,10                           | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 1018                  | 160                           | *1      |
| 9                               | Xeri oxit              | Magie clorua               | 10,45                           | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 1218                  | 73                            | *2      |
| 10                              | Xeri oxit              | Magie clorua               | 10,45                           | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 1100                  | 162                           | *1      |
| 11                              | Ziricon oxit           | Magie clorua               | 8,60                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 887                   | 111                           | *2      |
| 12                              | Ziricon oxit           | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 842                   | 201                           | *1      |
| 13                              | Ziricon oxit           | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc kim loại        | Máy phân tán siêu âm                | 854                   | 189                           | *1      |
| 14                              | Ziricon oxit           | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán kiểu bi nghiền         | 832                   | 178                           | *1      |
| 15                              | Ziricon oxit           | Magie clorua               | 8,94                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 918                   | 100                           | *2      |
| 16                              | Ziricon oxit           | Magie clorua               | 8,94                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 876                   | 197                           | *1      |
| 17                              | Nhôm oxit              | Magie clorua               | 8,60                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 893                   | 124                           | *2      |
| 18                              | Nhôm oxit              | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 821                   | 221                           | *1      |
| 19                              | Nhôm oxit-ziricon oxit | Magie clorua               | 8,60                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 836                   | 120                           | *2      |
| 20                              | Nhôm oxit-ziricon oxit | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 812                   | 211                           | *1      |
| 21                              | Nitrit bo              | Magie clorua               | 8,60                            | Không sử dụng            | Máy phân tán siêu âm                | 882                   | 155                           | *2      |
| 22                              | Nitrit bo              | Magie clorua               | 8,60                            | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 811                   | 289                           | *1      |
| 23                              | Xeri oxit              | —                          | —                               | Màng lọc gốm             | Máy phân tán siêu âm                | 1523                  | 155                           | *2      |



\*1: Theo sáng chế

\*2: Theo ví dụ so sánh

Như có thể thấy từ kết quả được thể hiện trên Bảng 1, các phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế là vượt trội so với các phương pháp của các ví dụ so sánh, bởi vì các phương pháp theo sáng chế cho phép thu được vật liệu mài tái sinh có độ tinh khiết cao. Dễ thấy là bước làm cô thứ cấp D cho phép loại bỏ một cách hiệu quả tạp chất là thành phần thủy tinh.

Trong quá trình điều chế vật liệu mài tái sinh 23, thì bước phân tách và làm cô B và bước thu gom vật liệu mài C đã không được thực hiện, và công việc phân tách chỉ được thực hiện nhờ bước làm cô thứ cấp D. Do đó, màng lọc bị tắc ở bước làm cô thứ cấp D chỉ trong một thời gian ngắn, và khả năng phân tách vật liệu mài khỏi thành phần thủy tinh là thấp.

#### Ví dụ 2

Các vật liệu mài tái sinh từ 101 đến 110 cũng lần lượt được điều chế theo cách giống như đối với các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 10, ngoại trừ việc kim cương nhân tạo (do công ty NIHON MICRO COATING CO., LTD. sản xuất) được sử dụng thay cho xeri oxit vốn đã được sử dụng làm vật liệu mài khi điều chế các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 10 ở Ví dụ 1. Các vật liệu mài tái sinh từ 121 đến 130 cũng lần lượt được điều chế theo cách giống như đối với các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 10, ngoại trừ việc silic cacbua (do công ty NIHON MICRO COATING CO., LTD. sản xuất) được sử dụng thay cho xeri oxit vốn đã được sử dụng làm vật liệu mài khi điều chế các vật liệu mài tái sinh từ 1 đến 10 ở Ví dụ 1.

Các vật liệu mài này cũng được đánh giá giống như trên, và trường hợp kim cương nhân tạo được sử dụng làm vật liệu mài thay cho xeri oxit và trường hợp silic cacbua được sử dụng làm vật liệu mài thay cho xeri oxit cũng có thể cho phép thu được các kết quả tương đương như các vật liệu

mài tái sinh từ 1 đến 10 mà trong đó xeri oxit được sử dụng làm vật liệu mài.

#### Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Với phương pháp tái sinh vật liệu mài theo sáng chế, thì vật liệu mài có thể được thu gom một cách hiệu quả từ vật liệu mài đã qua sử dụng, và có thể thu được vật liệu mài tái sinh một cách đơn giản. Phương pháp theo sáng chế cũng có thể được áp dụng một cách thích hợp để tái sinh vật liệu mài đã được sử dụng để đánh bóng mịn ở bước gia công tinh đối với kính quang học, máy dao động tinh thể hoặc các vật tương tự.

#### Mô tả các số chỉ dẫn

- 1 Thiết bị mài
- 2 Bề mặt mài
- 3 Vật cần được đánh bóng
- 4 Chất lỏng có chứa vật liệu mài
- 5 Vòi cấp huyền phù
- 7 Nước rửa
- 8 Vòi phun nước rửa
- 10 Chất lỏng rửa có chứa vật liệu mài
- 13 Huyền phù có chứa vật liệu mài (nước cái)
- 14, 27 Bể điều hoà
- 15 Máy khuấy
- 16 Bình cấp
- 17 Dịch nổi
- 18 Sản phẩm cô
- 19 Ống xả

20 Bơm

21 Máy lọc

23 Vỏ máy lọc

24 Van điều khiển áp suất

31 Van ba cửa

32 Máy phân tán siêu âm

33 Thiết bị đo kích thước hạt

F Khối lọc và làm cô

K Vải nhám

T<sub>1</sub> Bể chứa huyền phù

T<sub>2</sub> Bể chứa nước rửa

T<sub>3</sub> Bể chứa chất lỏng rửa

## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp tái sinh và phân tách chỉ vật liệu mài từ huyền phù có chứa vật liệu mài đã qua sử dụng chứa ít nhất vật liệu mài và thành phần của vật được đánh bóng, phương pháp này bao gồm các bước:

(A) thu gom huyền phù có chứa vật liệu mài được xả ra từ thiết bị mài;

(B) tách vật liệu mài từ nước cái chứa thành phần của vật được đánh bóng và thực hiện bước làm cô sơ cấp đối với vật liệu mài bằng cách cho muối vô cơ là muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ vào huyền phù có chứa vật liệu mài thu gom được chứa vật liệu mài và thành phần của vật được đánh bóng và làm kết tụ chỉ vật liệu mài;

(C) thu gom vật liệu mài đã được tách và được làm cô ở bước làm cô sơ cấp; và

(D) làm cô thứ cấp đối với vật liệu mài đã được làm cô ở bước làm cô sơ cấp và thu gom được, bằng phương pháp lọc để tiếp tục phân tách thành phần của vật được đánh bóng, trong đó vật liệu mài này là ít nhất một vật liệu được chọn từ nhóm bao gồm kim cương, bo nitrat, silic cacbua, nhôm oxit, nhôm oxit-ziricon oxit, ziricon oxit và xeri oxit.

2. Phương pháp theo điểm 1, phương pháp này còn bao gồm bước:

(E) điều chỉnh kích thước hạt của vật liệu mài thu gom được, sau bước (D).

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó bước phân tách và làm cô được thực hiện tại độ pH đã được chuyển đổi là nhỏ hơn 10 của nước cái tại 25°C ở bước (B) trong trạng thái không bổ sung kim loại kiềm thổ.

4. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó vật liệu mài là xeri oxit.
5. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất mà có chứa nước rửa, và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai mà đã được sử dụng, được thu gom ở bước (A).
6. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó muối kim loại bao gồm kim loại kiềm thổ được sử dụng ở bước (B) là muối magie.
7. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó ở bước (C), vật liệu mài được thu gom thông qua việc phân tách bằng sự lắng gạn nhờ tận dụng sự lắng cận tự phát.
8. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 7, trong đó quá trình lọc được thực hiện bằng bộ lọc gồm ở bước (D).
9. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 8, trong đó ở bước (D), quá trình lọc là hoạt động lặp đi lặp lại mà trong đó, vật liệu mài được thu gom ở bước (C) và được dồn vào bể chứa được đưa tới và được lọc ở máy lọc, rồi sau đó lại được đưa trở lại bể chứa.
10. Phương pháp theo điểm bất kì trong số các điểm từ 1 đến 9, trong đó bước (D) được thực hiện trong khi độ nhớt của vật liệu mài được điều chỉnh đến mức độ tối ưu.



11. Phương pháp theo điểm 2, trong đó ở bước (D), chất phân tán được cho vào dung dịch của vật liệu mài thu gom được, sau đó, quá trình phân tán vật liệu mài được thực hiện bằng máy phân tán là máy phân tán siêu âm và máy phân tán bằng bi xay để điều chỉnh kích thước hạt của vật liệu mài tái sinh.

12. Phương pháp theo điểm 11, trong đó máy phân tán được sử dụng ở bước (D) là máy phân tán siêu âm.

13. Phương pháp theo điểm 11 hoặc 12, trong đó chất phân tán bao gồm polyme dựa trên poly axit cacboxylic.

14. Phương pháp theo điểm 5, trong đó huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước (A) được trộn rồi sau đó được xử lý ở bước (B), bước (C) và bước (D).

15. Phương pháp theo điểm 5, trong đó huyền phù có chứa vật liệu mài thứ nhất và huyền phù có chứa vật liệu mài thứ hai thu gom được ở bước (A) được xử lý riêng biệt ở bước (B), bước (C) và bước (D).

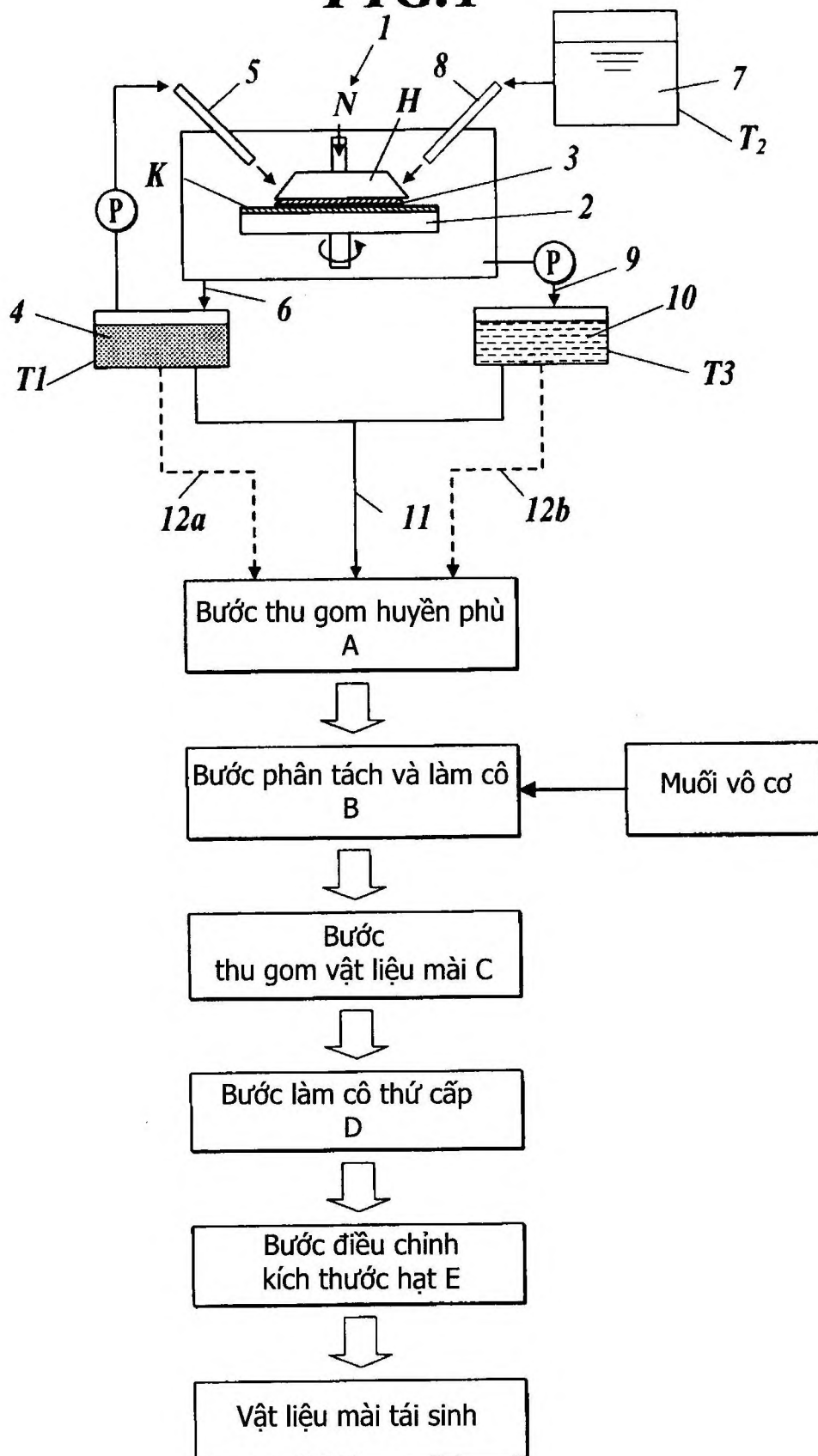
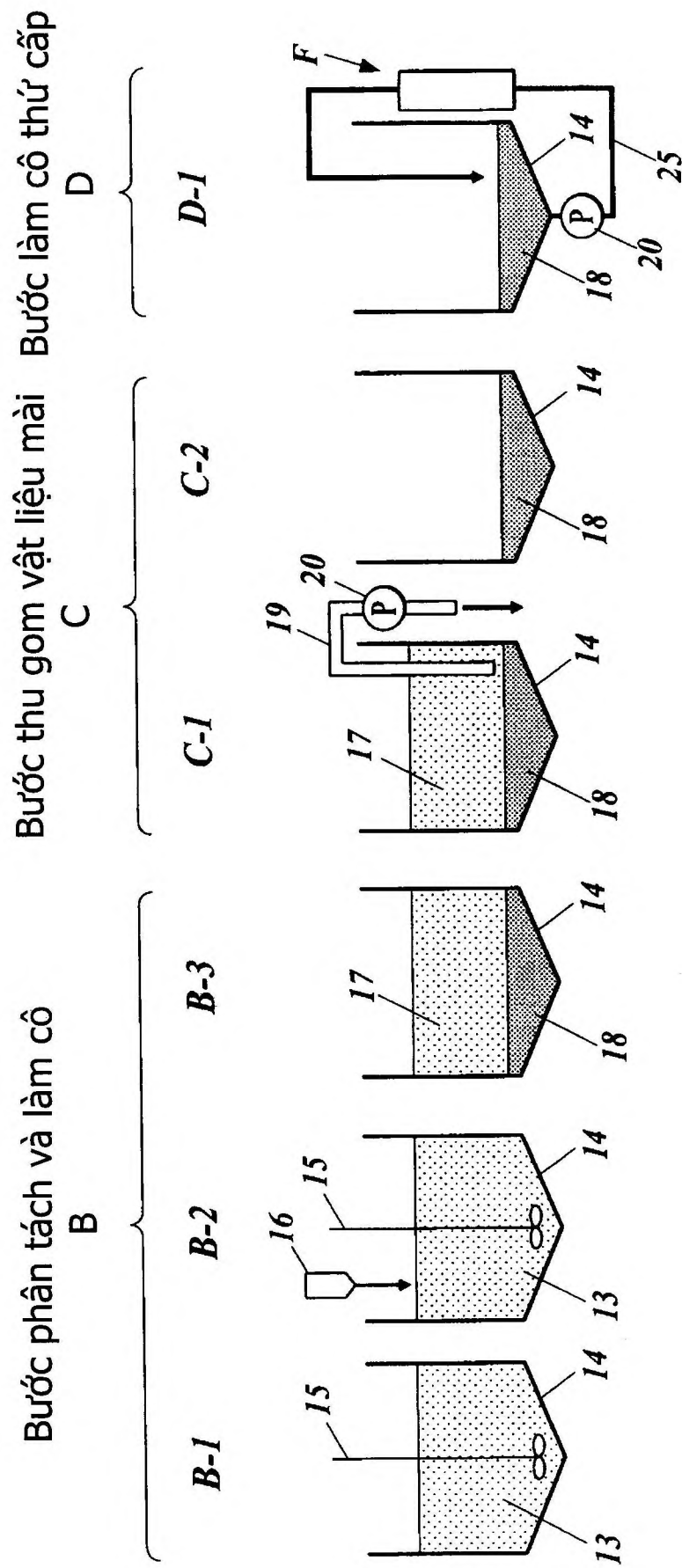
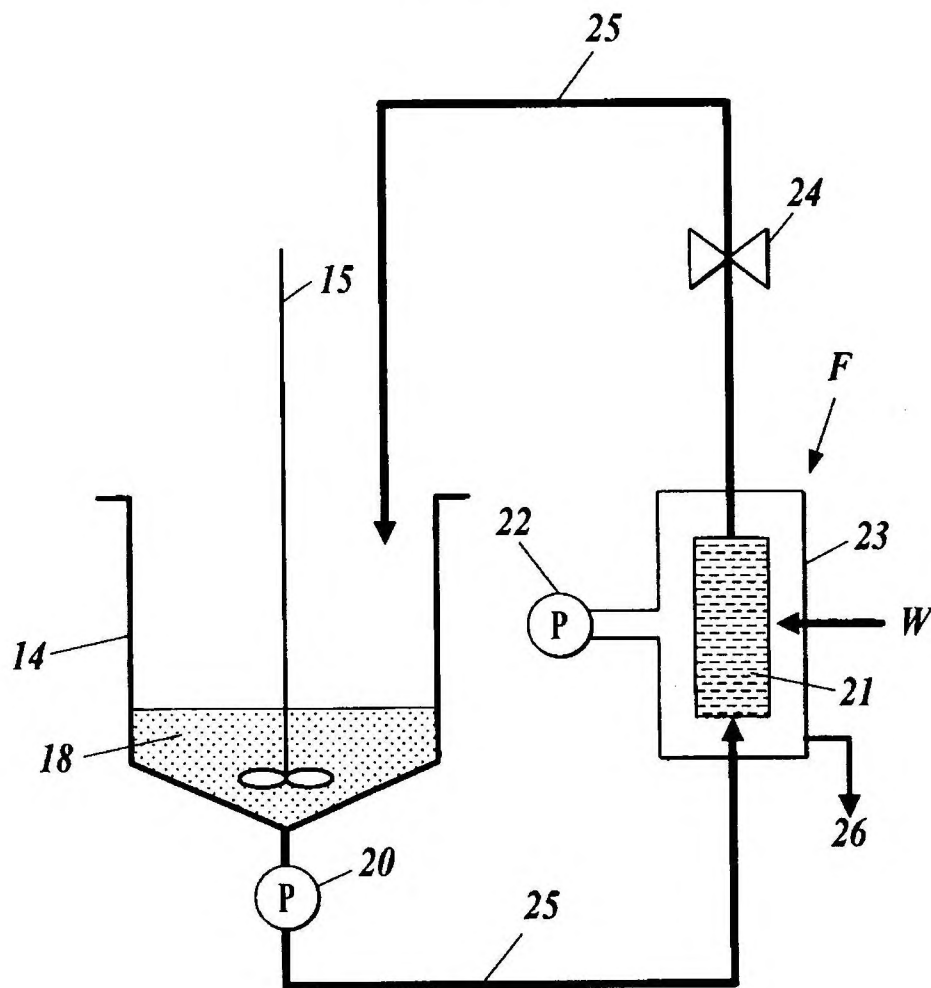
**FIG.1**

FIG.2



**FIG.3**

**FIG.4**