



(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)



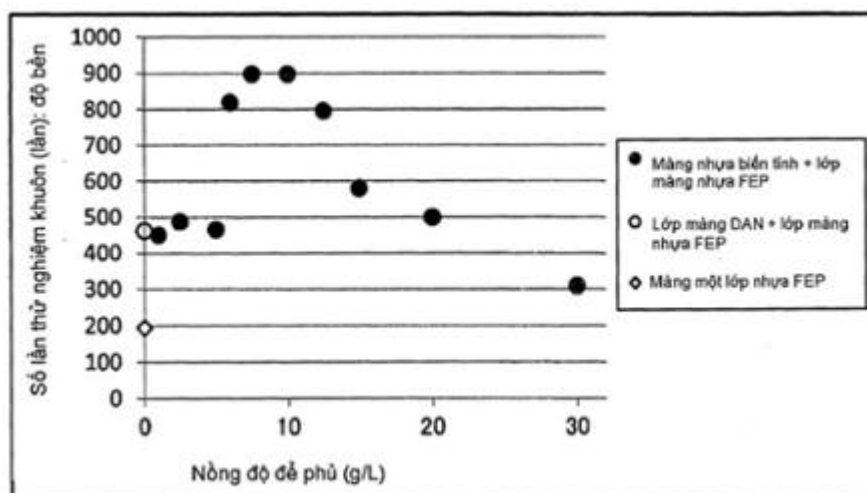
1-0032113

(51)⁷ C23C 14/02; C23C 14/24; C23C 14/12 (13) B

- (21) 1-2018-04821 (22) 29/03/2017
(86) PCT/JP2017/012822 29/03/2017 (87) WO 2017/170646 05/10/2017
(30) 2016-072635 31/03/2016 JP
(45) 25/06/2022 411 (43) 25/01/2019 370A
(73) TOADENKA CORPORATION (JP)
20-7, Aza-Iwahana, Shibutami, Morioka-shi, Iwate 0284132, Japan
(72) MIURA Shuhei (JP); CHIBA Hiroshi (JP); KASUYA Masahiro (JP); SUZUKI
Kazunori (JP); MURAMATSU Maki (JP).
(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO MÀNG TRÊN BỀ MẶT KIM LOẠI

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại, theo đó có thể tạo thành màng phủ bằng polyme mỏng, đồng đều có độ bền tốt và các đặc tính tháo khuôn cao trên bề mặt kim loại theo cách màng mỏng này có thời hạn sử dụng lâu dài trong khi vẫn duy trì được các đặc tính hữu ích của bề mặt của màng mỏng. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại này khác biệt ở chỗ, bề mặt nhựa được chiếu xạ bằng chùm lượng tử, và sau đó nhựa mà đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử này sẽ được nhúng vào dung dịch trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được thể hiện bằng các công thức hóa học 1 hoặc 2 được hòa tan ở nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l để điều chế nhựa biến tính mà bề mặt của nó được phủ chất dẫn xuất triazinetiol, và một màng được tạo thành từ nhựa biến tính trên bề mặt kim loại theo phương pháp lắng đọng chân không, và tiếp theo, một màng nhựa khác sẽ được tạo thành từ cùng loại nhựa giống nhựa đã được sử dụng để phủ chất dẫn xuất triazinetiol theo phương pháp lắng đọng chân không để tạo ra lớp nhựa phân lớp.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại, và cụ thể là đề cập đến phương pháp tạo màng phủ có các đặc tính tháo khuôn và độ bền tốt trên bề mặt kim loại bằng cách kết hợp các phương pháp lắng đọng chân không khô để tạo thành màng mỏng có kết cấu hai lớp gồm nhựa và nhựa biến tính trên bề mặt kim loại là nơi bề mặt nhựa được biến tính.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Theo phương pháp thông thường để cải thiện các đặc tính tháo khuôn của khuôn dùng để tạo hình sản phẩm nhựa, tạo màng, phủ chất tháo khuôn lên khuôn, việc bổ sung chất tháo khuôn vào nguyên liệu đúc và dạng tương tự đã được thực hiện.

Tuy nhiên, đối với việc tạo màng, chiều dày và hình dạng của các sản phẩm này bị hạn chế và phần lớn màng này không được sử dụng như một sản phẩm, điều này đã gây ra các vấn đề như tăng chi phí sản xuất và giảm hiệu quả gia công trong việc tháo dỡ sản phẩm ra khỏi màng. Trong trường hợp đối với khuôn cho sản phẩm quang học, cần tạo ra mẫu hình vi mô trên bề mặt của sản phẩm đúc và vấn đề này đã làm cho các đặc tính truyền dẫn của mẫu hình xấu đi.

Ngoài ra, việc phủ chất tháo khuôn lên khuôn đã gây ra các vấn đề chẳng hạn như sự bám dính của chất tháo khuôn vào sản phẩm và làm ô nhiễm môi trường. Ngoài ra, việc bổ sung chất tháo khuôn như vậy vào nguyên liệu đúc gây ra các vấn đề chẳng hạn như làm giảm các đặc tính của sản phẩm và làm bẩn khuôn.

Trong khi đó, thay vì phủ chất tháo khuôn lên khuôn, việc tạo màng được thực hiện trên khuôn để cải thiện các đặc tính tháo khuôn. Các ví dụ về màng này bao gồm TiC, TiCN, DLC và flo chứa các màng polyme cao phân tử, màng florua niken, lớp mạ Ni chứa PTFE và lớp mạ Cr tự bôi trơn. Tuy nhiên, các màng phủ này có chiều dày màng vài µm hoặc dày hơn và do vậy không thích hợp trong quá trình sản xuất sản phẩm quang học với độ chính xác cao.

Do đó, để đúc được sản phẩm với độ chính xác cao chẳng hạn như LED, màng mỏng thấu kính vi mô (MLAF - Micro-Lens Array Film) và các sản phẩm quang học khác, cần có phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại mà theo đó màng phủ có chiều dày đồng đều vài chục nm hoặc mỏng hơn, cung cấp các đặc tính tháo khuôn tốt và có độ bền cao có thể được tạo thành trên bề mặt kim loại theo cách ít gây ra sự cố nhất khi tiến hành công việc tạo màng.

Đối với các ví dụ của các phương pháp kiểu này để xử lý bề mặt kim loại, các kỹ thuật được mô tả trong tài liệu sáng chế 1 (Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số H11 (1999)-140626) và tài liệu sáng chế 2 (bản dịch tiếng Nhật của Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế quốc tế số 2002-542392) đã được biết tới. Theo các kỹ thuật này, monome hữu cơ có chứa triazin được tạo thành trên bề mặt kim loại, ví dụ, theo kỹ thuật chân không, và chịu tác động của nhiệt hoặc được chiếu xạ để gây ra phản ứng polyme hóa và do vậy được chuyển đổi thành màng polyme mỏng. Các kỹ thuật thông thường khác bao gồm các kỹ thuật được mô tả trong tài liệu sáng chế 3 (Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2004-9340) và tài liệu sáng chế 4 (Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2004-14584). Theo các kỹ thuật này, chất dẫn xuất triazinetiol bám vào bề mặt kim loại, ví dụ, theo phương pháp lắng đọng chân không và sau đó chịu tác động của nhiệt hoặc được chiếu xạ chẳng hạn như bằng tia cực tím và đồng thời, màng phủ chẳng hạn như nhựa flo được tạo thành trên màng dẫn xuất triazinetiol được lắng đọng pha hơi.

Ở đây, các phương pháp thông thường này dùng để xử lý bề mặt kim loại có thể được sử dụng đối với khuôn để bịt kín thiết bị bán dẫn hoặc điốt phát quang (LED - Light Emitting Diode) trong nhựa nhiệt rắn chẳng hạn như nhựa epoxy hoặc nhựa gốc silicon để thu được màng polyme thông qua phản ứng liên phân tử của chất dẫn xuất triazinetiol. Tuy nhiên, sự liên kết ngang giữa các polyme chưa nhất thiết phải đạt yêu cầu, và các vấn đề như vậy phát sinh rằng màng mỏng còn thiếu độ bền và tuổi thọ và do đó, vẫn chưa có được phương pháp tạo màng phủ thích hợp để duy trì hiệu quả của màng trong khoảng thời gian dài.

Ngoài ra, các màng đơn được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 1 và 2 chưa cho thấy có các đặc tính tháo khuôn tốt. Trong khi đó, màng hai lớp được bộc lộ trong các tài liệu sáng chế 3 và 4 biểu thị các đặc tính tháo khuôn tốt hơn chút ít; tuy nhiên, vẫn khó để lắng đọng màng phủ trên phần nhô cao hoặc phần mép của khuôn và do vậy, phát sinh vấn đề là khó tạo ra được màng đồng đều trên khuôn có phần có mẫu hình vi mô.

Danh mục tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số H11 (1999)-140626A

Tài liệu sáng chế 2: Bản dịch tiếng Nhật của Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế quốc tế số 2002-542392A

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

số 2004-9340A

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2004-14584A.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Các vấn đề được giải quyết nhờ sáng chế

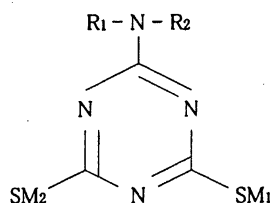
Sáng chế được đưa ra nhằm giải quyết các vấn đề nêu trên và mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại, theo đó màng phủ bằng polyme mỏng, đồng đều có độ bền tốt và các đặc tính tháo khuôn cao có thể được tạo thành trên bề mặt kim loại với đặc điểm màng mỏng này có thời hạn sử dụng lâu dài với phạm vi phủ kim loại rộng, trong khi vẫn giữ được các đặc tính hữu ích của bề mặt màng mỏng này.

Phương tiện để giải quyết vấn đề

Sáng chế được đề xuất với các đặc điểm kỹ thuật dưới đây.

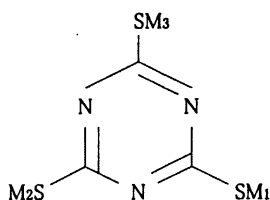
(1) Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo sáng chế khác biệt ở chỗ, bề mặt nhựa được chiếu xạ bằng chùm lượng tử và sau đó, nhựa đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử được nhúng vào dung dịch, trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được thể hiện bằng các công thức hóa học 1 hoặc 2 dưới đây, được hòa tan có nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l để điều chế nhựa biến tính trong đó bề mặt được phủ chất dẫn xuất triazinetiol, và màng nhựa biến tính được tạo thành bằng cách hình thành màng nhựa biến tính trên bề mặt kim loại theo phương pháp lắng đọng chân không, và tiếp theo, màng nhựa khác được tạo thành bằng cách hình thành màng nhựa theo phương pháp lắng đọng chân không để tạo thành lớp nhựa phân lớp.

Công thức hóa học 1



(Trong đó, R1 là alkyn ($-\text{CH}=\text{CH}-$) hoặc alken ($-\text{C}\equiv\text{C}-$), R2 là $-\text{C}_m\text{H}_{2m+1}$ (m là số nguyên từ 1 đến 18), $-\text{C}_m\text{H}_{2m-1}$ (m là số nguyên từ 1 đến 18) hoặc $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_m\text{COOCH}_2\text{CH}_2-$ (m là số nguyên từ 1 đến 10) và M1 hoặc M2 là H hoặc kim loại kiềm).

Công thức hóa học 2



(Trong đó, M1, M2 và M3 là H hoặc kim loại kiềm).

(2) Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo mục (1) ở trên có thể khác biệt ở chỗ, nhựa này là hợp chất hữu cơ chứa flo, và hợp chất hữu cơ chứa flo có gốc amin ($-\text{NH}_2$), gốc amit ($-\text{CONH}_2$) hoặc liên kết chưa bão hòa.

(3) Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo mục (1) hoặc (2) nêu trên có thể khác biệt ở chỗ, nhựa của màng nhựa được tạo thành trên mặt trên của màng nhựa biến tính giống với nhựa như đã được sử dụng để phủ chất dẫn xuất triazinetiol.

(4) Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (3) có thể khác biệt ở chỗ, nhựa mà bề mặt được phủ 140ml dung dịch chất dẫn xuất triazinetiol, trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được hòa tan trong 50g nhựa với nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l mà đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử.

(5) Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (4) có thể khác biệt ở chỗ, dung dịch thu được bằng cách sử dụng nước hoặc dung dịch, trong đó ít nhất một chất trong nhóm bao gồm xyclohexan, benzen, tetraclocacbon và dietyl ete được trộn với nước được sử dụng làm dung môi và bằng cách hòa tan chất dẫn xuất triazinetiol trong dung môi này, dung dịch được giữ ở nhiệt độ từ 10 đến 45°C, và nhựa được nhúng vào dung dịch này trong 8 giờ hoặc lâu hơn nữa.

(6) Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo mục bất kỳ trong số các mục từ (1) đến (5) có thể khác biệt ở chỗ, lắng đọng chân không được thực hiện bằng cách gia nhiệt trước nền kim loại.

Hiệu quả của sáng chế

Theo phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo sáng chế, màng phủ được tạo thành từ nhựa biến tính mà bề mặt nhựa này được phủ chất dẫn xuất triazinetiol trên bề mặt kim loại theo phương pháp khô, và sau đó, màng phủ khác được tạo thành từ nhựa trên mặt trên cùng của màng nhựa biến tính theo phương pháp khô, để tạo thành màng nhựa phân lớp. Kết quả là, sẽ dễ dàng tạo màng liên kết ngang đối với màng nhựa

đã được tạo thành trên bề mặt kim loại để có thể tạo thành màng phủ đồng đều, và do vậy có thể tạo ra màng phủ có các đặc tính tháo khuôn cao và độ bền tốt trên bề mặt kim loại.

Ngoài ra, trong phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại này, phương pháp lắng đọng chân không được sử dụng làm phương pháp khô, và khâu xử lý nhiệt để gia nhiệt kim loại mà màng phủ được tạo thành trên đó được sử dụng cùng khâu lắng đọng chân không và do vậy, có thể thu được màng phủ có độ bền cao hơn nữa.

Do đó, sáng chế có thể được ứng dụng cho khuôn để sản xuất sản phẩm đúc đòi hỏi độ chính xác ở cấp nanomet, giúp dễ dàng sản xuất hàng loạt các sản phẩm đúc có kết cấu vi mô nhờ các đặc tính tháo khuôn và độ bền tốt của khuôn được đề xuất bởi sáng chế.

Sáng chế có thể được ứng dụng một cách hiệu quả trong công nghiệp, trong đó các màng được tạo thành theo phương pháp khô và do vậy, có thể áp dụng sáng chế cho việc sản xuất hàng loạt các sản phẩm đúc có mẫu hình vi mô chẳng hạn như màng dùng cho pin mặt trời, màng điện cực pin, màng quang học và màng nuôi cấy tế bào.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ sơ lược thể hiện một ví dụ của thiết bị bay hơi chân không;

Fig.2 là đồ thị thể hiện các kết quả thử nghiệm độ bền theo số lần kết dính của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng;

Fig.3 là đồ thị thể hiện tương quan giữa số lần kết dính của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng và nồng độ của dung dịch hợp chất triazinetiol (nồng độ dùng để phủ);

Fig.4 là đồ thị thể hiện các kết quả thử nghiệm độ bền theo số lần kết dính của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng khác;

Fig.5 là đồ thị thể hiện các kết quả thử nghiệm độ bền theo số lần kết dính của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng khác nữa;

Fig.6 là đồ thị thể hiện các kết quả thử nghiệm độ bền theo số lần kết dính của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng khác nữa;

Fig.7 là đồ thị thể hiện tương quan giữa số lần kết dính của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng khác và nồng độ của dung dịch hợp chất triazinetiol (nồng độ dùng để phủ); và

Fig.8(a) đến Fig.8(c) là các sơ đồ thể hiện các mẫu của các màng nhựa được tạo thành theo các ví dụ và các ví dụ đối chứng.

Mô tả chi tiết sáng chế

Một phương án của phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo sáng chế được mô tả dưới đây; tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở phương án này.

Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo sáng chế là phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại, trong đó bề mặt nhựa được chiếu xạ bằng chùm lượng tử, và sau đó nhựa đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử này được nhúng vào dung dịch, trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được thể hiện bằng các công thức hóa học 1 hoặc 2 như trên, được hòa tan ở nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l để điều chế nhựa biến tính mà bề mặt được phủ chất dẫn xuất triazinetiol, và màng nhựa biến tính được tạo thành bằng cách hình thành màng nhựa biến tính này trên bề mặt kim loại theo phương pháp lắng đọng chân không, và tiếp theo một màng nhựa khác được tạo thành bằng cách hình thành màng nhựa theo phương pháp lắng đọng chân không để tạo ra lớp nhựa phân lớp.

Điều chế nhựa biến tính

Theo phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo sáng chế, trước tiên một màng nhựa biến tính mỏng được tạo thành trên bề mặt kim loại làm lớp thứ nhất, và những gì được điều chế theo phương thức sau, được sử dụng làm nhựa biến tính.

Không có giới hạn cụ thể với nhựa mà bề mặt được biến tính, và có thể sử dụng các nhựa nhiệt dẻo hoặc các nhựa nhiệt rắn có sẵn trên thị trường. Các loại nhựa có thể được kể đến làm ví dụ là các loại nhựa nhiệt dẻo bao gồm: các loại nhựa gốc hydrocarbon chẳng hạn như polyetylen và polypropylen; các loại nhựa chứa halogen chẳng hạn như polyvinyl clorua, polyvinyliden clorua, polytetrafloetylen (PTFE), tetrafloetylen-hexafloropropylen copolyme (FEP), tetrafloetylen-perfloalkyl vinyl ete copolyme (PFA), etylen-tetrafloetylen copolyme (ETFE) và các loại nhựa chứa flo khác; các loại nhựa gốc polyamit chẳng hạn như nylon; các loại nhựa gốc polyete chẳng hạn như polyaxetal; các loại nhựa gốc polyeste chẳng hạn như polysulfon, polycarbonat và polyetylen terephtalat; và các loại nhựa gốc axit acrylic chẳng hạn như polymetylmetylacrylat.

Ngoài ra, các loại nhựa có thể được kể đến làm ví dụ là các nhựa nhiệt rắn bao gồm nhựa polyimit, nhựa polyamit-imit, nhựa polyeteimit, nhựa epoxy, nhựa melamin, nhựa silicon và nhựa furan.

Đặc biệt mong muốn sử dụng hợp chất hữu cơ chứa flo, và tốt hơn là hợp chất hữu cơ chứa flo này có nhóm amin ($-NH_2$), nhóm amit ($-CONH_2$) hoặc nhóm chưa bão hòa bên trong phân tử của nó và có phân tử lượng bằng 1000 hoặc lớn hơn. Có thể kể đến

tetrafloetylen-hexaflopropylen copolyme (FEP), tetrafloetylen-perfloalkyl vinyl ete copolyme (PFA) và etylen-tetrafloetylen copolyme (ETFE) là các ví dụ của hợp chất hữu cơ chứa flo được ưu tiên, và các hợp chất này có thể được sử dụng riêng hoặc dưới dạng hỗn hợp.

Ngoài ra, hợp chất hữu cơ chứa flo có nhóm amin ở một đầu của phân tử được xem là phải có phản ứng với chất dẫn xuất triazinetiol, và do vậy có thể được sử dụng một cách thích hợp. Kết quả là, có thể làm tăng độ bền liên kết nhờ chất dẫn xuất triazinetiol.

Đối với hình dạng của nhựa, có thể sử dụng dạng bất kỳ chẳng hạn như màng nhựa hoặc bột nhựa.

Cụ thể, trong trường hợp nhựa có dạng bột, tốt hơn là đường kính trung bình D của các hạt bột nhựa nằm trong khoảng từ 5 μ m đến 1mm, và tốt hơn nữa nếu đường kính trung bình D nằm trong khoảng từ 50 μ m đến 500 μ m.

Các bột mịn mà các hạt của chúng có đường kính trung bình nhỏ hơn so với đường kính trung bình được nêu trên dễ dàng cho phép các hạt của chúng kết tụ với nhau, mà trong một số trường hợp gây khó khăn cho bột nhựa hòa tan một cách đồng đều trong dung môi. Khi đường kính trung bình lớn hơn khoảng nêu trên, thì tỷ lệ của vùng được biến tính trên các hạt bột nhựa sẽ nhỏ hơn, mà trong một số trường hợp sẽ gây khó khăn cho màng phủ đạt được độ bám dính chắc với kim loại tại thời điểm tạo màng. Do đó, tốt hơn là sử dụng bột nhựa mà các hạt của chúng có đường kính trung bình nằm trong khoảng nêu trên.

Tốt hơn là bề mặt nhựa nêu trên được chiếu xạ bằng chùm lượng tử trước sao cho bề mặt nhựa được hoạt hóa, và kết quả là, bề mặt nhựa có thể được phủ một cách dễ dàng hơn chất dẫn xuất triazinetiol.

Chùm lượng tử là dạng bất kỳ của các sóng điện từ và các chùm hạt theo nghĩa rộng; tuy nhiên, theo sáng chế, cụ thể, tốt hơn là sử dụng chùm lượng tử có các hiệu ứng ion hóa trên nhựa mà nó được chiếu xạ bằng chùm lượng tử này.

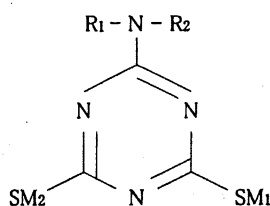
Các kiểu chiếu xạ chẳng hạn như tia X, tia γ , tia cực tím với bước sóng ngắn, chùm hạt tích điện tốc độ cao và chùm neutron tốc độ cao, chùm electron và chùm ion có thể được kể đến làm ví dụ về chùm lượng tử.

Khi bề mặt nhựa được chiếu xạ bằng chùm lượng tử, thì các electron được giải phóng khỏi bề mặt nhựa đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử để tạo các ion hoặc tạo các gốc nhờ sự phân tách, và do vậy bề mặt nhựa được hoạt hóa.

Nhựa nêu trên, tốt hơn là nhựa mà bề mặt đã được hoạt hóa bằng cách chiếu bằng chùm lượng tử sẽ được nhúng vào dung dịch trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được hòa tan theo đó chất dẫn xuất triazinetiol được liên kết với bề mặt nhựa, và do vậy bề mặt nhựa này được phủ để tạo ra nhựa biến tính.

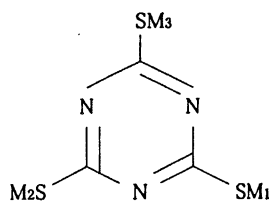
Đối với chất dẫn xuất triazinetiol được mô tả ở trên, chất dẫn xuất triazinetiol được thể hiện bằng các công thức hóa học 3 hoặc 4 như dưới đây có thể được sử dụng. Các tính chất của -SH trong chất dẫn xuất triazinetiol có thể được sử dụng để tạo màng phủ có độ kết dính tốt với kim loại.

Công thức hóa học 3



R_1 là nhóm thay thế bao gồm nhóm chưa bão hòa chẳng hạn như alkyn ($-CH=CH-$) hoặc alken ($-C\equiv C-$). R_2 là $-C_mH_{2m+1}$ chẳng hạn như $-CH_3$ hoặc $-CH_2-CH_3$, $-C_mH_{2m-1}$ chẳng hạn như $-CH_2CH=CH_2$ hoặc $CH_2=CH(CH_2)_mCOOCH_2CH_2-$ như $CH_2=CH(CH_2)_4COOCH_2CH_2-$ (m là số nguyên từ 1 đến 10). M_1 hoặc M_2 là H hoặc kim loại kiềm chẳng hạn như Li, Na, K hoặc Ca.

Công thức hóa học 4



M_1 , M_2 và M_3 là H hoặc kim loại kiềm chẳng hạn như Li, Na, K hoặc Ca.

Như ví dụ về dung dịch của chất dẫn xuất triazinetiol, một dung dịch có thể được kể đến mà trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được hòa tan trong nước hoặc các dung môi khác bất kỳ, trong đó ít nhất một chất trong số xyclohexan, benzen, tetraclorocarbon và dietyl ete được trộn với nước.

Cụ thể, tốt hơn là nhiệt độ của dung dịch nằm trong khoảng từ 10 đến 45°C sao cho bề mặt của nhựa có thể được phủ một cách đồng đều với chất dẫn xuất triazinetiol.

Đối với dung dịch được nêu trên, dung dịch trong đó chất dẫn xuất triazinetiol

được hòa tan ở nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13g/l, tốt hơn là ở nồng độ nằm trong khoảng từ 6 g/l đến 13g/l, được sử dụng để phủ bề mặt nhựa.

Kết quả là, độ bền của màng nhựa mà đã được tạo thành để có kết cấu hai lớp sẽ tăng lên và do vậy, có thể bộc lộ các đặc tính tháo khuôn tốt.

Tiếp theo, nhựa nêu trên, tốt hơn là là nhựa đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử, được nhúng vào dung dịch nêu trên. Ở thời điểm này, có thể thiết đặt nồng độ hoặc lượng chất dẫn xuất triazinetiol có trong dung dịch chất dẫn xuất triazinetiol nêu trên đạt trị số bất kỳ miễn là bề mặt nhựa được nhúng vào dung dịch có thể được phủ đủ. Ví dụ này có thể được kể đến là nhựa mà đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử và tốt hơn là các hạt có đường kính trung bình nêu trên được nhúng vào dung dịch, trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được hòa tan ở nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l theo tỷ lệ nhựa là 50g và dung dịch là 140 ml. Ngoài ra, khâu xử lý nhúng tốt hơn là kéo dài trong 8 giờ hoặc lâu hơn. Quy trình này cho phép phủ bề mặt nhựa một cách đồng đều.

Ngoài ra, bề mặt nhựa đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử được hoạt hóa và do đó, chất dẫn xuất triazinetiol liên kết với bề mặt nhựa trong dung dịch mà không bị tách ra. Bề mặt nhựa đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử, giải phóng các electron để được ion hóa hoặc được phân tách để tạo các gốc. Các ion hoặc các gốc được tạo ra hoạt động dưới dạng chất khơi mào phản ứng. Chất khơi mào phản ứng trên bề mặt nhựa cho phép chất dẫn xuất triazinetiol trong dung dịch tạo thành các gốc thiyl, và các gốc thiyl được bổ sung vào liên kết disulfua hoặc nhóm allyl để tạo ra phản ứng phân tách liên kết đôi của nhóm allyl. Do vậy, được cho rằng liên kết với các gốc thiyl hoặc phản ứng bổ sung đối với nhóm allyl trong các phân tử khác được tạo ra trên bề mặt nhựa, mà trên đó màng polyme được tạo thành qua phản ứng hóa học.

Sau đó, nhựa nêu trên mà bề mặt của nó đã được phủ chất dẫn xuất triazinetiol được làm khô. Mặc dù phương pháp khô không bị giới hạn cụ thể, phương pháp này có thể được đưa ra làm ví dụ theo đó không khí được hút ra để đạt được độ chân không xấp xỉ 10 Pa trong lò sấy chân không, trong đó nhựa này được làm khô ở nhiệt độ xấp xỉ 40°C trong 4 giờ. Trong trường hợp nhựa có dạng bột, thì có thể phân tách bột nhựa mà các hạt của nó có bề mặt đã được phủ ra khỏi chất lỏng bằng cách lọc dung dịch qua giấy lọc, và sau đó làm khô bột nhựa trên giấy lọc ở nhiệt độ xấp xỉ 40°C trong 4 giờ trong lò sấy chân không mà không khí được hút ra từ đó để đạt được độ chân không xấp xỉ 10 Pa theo cùng phương thức nêu trên. Kết quả là thu được là nhựa biến tính được phủ bề mặt.

Tạo màng nhựa biến tính trên bề mặt kim loại

Màng được tạo thành từ nhựa biến tính thu được như vậy trên bề mặt kim loại

theo cách màng này được cố định trên bề mặt kim loại. Phương pháp cố định đối với màng này không bị giới hạn cụ thể với điều kiện đây là phương pháp khô, ví dụ, có thể sử dụng phương pháp phun lạnh hoặc phương pháp lắng đọng chân không để tạo màng nhựa biến tính trên kim loại qua lắng đọng pha hơi.

Trong trường hợp nhựa biến tính, ví dụ, có dạng màng, thì bề mặt kim loại liên kết với nhựa biến tính mà có thể được cố định lên nhựa kim loại qua khâu xử lý nhiệt sau đây. Trong trường hợp nhựa biến tính có dạng bột, thì có thể lắng đọng pha hơi nhựa biến tính này, ví dụ, theo phương pháp phun lạnh hoặc phương pháp lắng đọng chân không, và cố định nhựa biến tính lên bề mặt kim loại qua khâu xử lý nhiệt sau đây.

Kim loại không bị giới hạn cụ thể miễn là có tính dẫn điện, và sắt và các hợp kim sắt (thép không gỉ, hợp kim sắt kền và dạng tương tự), đồng và hợp kim đồng, niken, vàng, bạc, coban, nhôm, kẽm, thiếc và hợp kim thiếc, titan và crôm có thể kể đến làm ví dụ.

Đối với khâu tiền xử lý kim loại, khâu tiền xử lý để loại bỏ chất bẩn chẳng hạn như chất hữu cơ phải được thực hiện trong trường hợp chất bẩn này bám dính vào bề mặt. Tuy nhiên, các oxit không gây ra vấn đề miễn là chúng không hạ thấp một cách đáng kể tính dẫn điện trên bề mặt. Cùng cách như vậy có thể được áp dụng đối với khâu xử lý hoạt hóa và dạng tương tự.

Các quá trình đã được biết tới rộng rãi mà qua đó bề mặt kim loại có thể được làm sạch có thể được sử dụng làm khâu tiền xử lý, và quy trình nhúng kim loại trong axit có thể được kể đến làm ví dụ.

Đối với phương pháp tạo màng nhựa biến tính được mô tả trên đây trên kim loại, mà khâu tiền xử lý đã được thực hiện trên đó nếu cần thiết, phương pháp khô chẳng hạn như phương pháp phun lạnh hoặc phương pháp lắng đọng chân không có thể được kể đến làm ví dụ.

Ví dụ, thiết bị chân không được sử dụng để cho phép nhựa biến tính kết dính với bề mặt kim loại. Mức độ chân không thường nằm trong khoảng từ 1,0 Pa đến $1,0 \times 10^{-6}$ Pa, tốt hơn là nằm trong khoảng từ $1,0 \times 10^{-1}$ Pa đến $1,0 \times 10^{-4}$ Pa. Mặc dù nhiệt độ của bộ gia nhiệt để gia nhiệt cho nhựa biến tính không thể được thiết đặt đồng đều để đạt được một trị số cụ thể, ví dụ về nhiệt độ nằm trong khoảng từ 200 đến 400°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 270 đến 360°C, trong đó các điều kiện lắng đọng pha hơi tối ưu có thể được xác định có tính đến phân tử lượng của nhựa biến tính và mức độ chân không cùng với nhiệt độ của bộ gia nhiệt. Thiết bị đo chân không ion hóa được sử dụng để điều chỉnh phần bên trong của thiết bị bay hơi chân không mà mức độ cụ thể của chân không

đạt được, và sau đó, lò nung mà nó được sử dụng làm nguồn hơi sẽ được gia nhiệt bởi bộ gia nhiệt để làm bay hơi hoặc làm thăng hoa nhựa biến tính. Ở thời điểm này, cửa sập để che vật liệu tạo màng phủ được đóng lại trong khi cửa sập để che nguồn hơi được mở ra, và máy đo chiều dày kiểu dao động thạch anh hoặc dạng tương tự được sử dụng để xác nhận là nhựa biến tính được bay hơi hoặc được thăng hoa. Do vậy, tốc độ bay hơi được điều chỉnh đến trị số mong muốn và cửa sập để che vật liệu tạo màng phủ được mở ra khi tốc độ này đã được điều chỉnh để khâu lắng đọng pha hơi được bắt đầu. Kết quả là, có thể đảm bảo tốc độ tạo màng định trước, điều này có thể giúp tạo ra màng đồng đều.

Trong quá trình lắng đọng pha hơi trong thiết bị bay hơi chân không này, các phân tử của nhựa biến tính được bay hơi hoặc được thăng hoa qua việc sử dụng nhiệt trong chân không, và sau đó được lắng đọng trên bề mặt chất rắn chẳng hạn như kim loại. Đây là kỹ thuật mà theo đó các phân tử có thể được lắng đọng trên nhiều bề mặt kim loại mà màng mỏng có thể được chế tạo một cách tương ứng. Các phân tử bay qua chân không từ nguồn hơi trước khi lắng đọng trên bề mặt rắn sẽ va chạm và phản ứng với nhau trong quá trình tạo ra các hạt nhân tinh thể trên bề mặt rắn hoặc khuếch tán trên bề mặt rắn, và do vậy hình thành màng mỏng. Việc hình thành hạt nhân tinh thể được phân tán đồng đều trên toàn bộ bề mặt rắn sẽ ảnh hưởng đến trạng thái của màng được hình thành sau đó. Các phân tử được sắp xếp đều đặn trong khi màng vẫn đang hình thành.

Ngoài ra, quá trình lắng đọng pha hơi có thể được thực hiện ở một thời điểm hoặc nhiều thời điểm tùy thuộc vào kỹ thuật được sử dụng cho khâu lắng đọng pha hơi được mô tả ở trên. Để cải thiện độ kết dính với bề mặt có hình dạng cụ thể, tốt hơn là chia quá trình lắng đọng pha hơi thành nhiều lần trong khi thay đổi vị trí và hướng của chi tiết gia công. Độ bền sẽ được cải thiện khi chiều dày của màng nhựa biến tính tăng lên.

Cũng tốt hơn là quá trình lắng đọng chân không được thực hiện trên nền kim loại đã được gia nhiệt một cách thích hợp từ trước.

Khi khối kim loại được gia nhiệt, thì có thể làm cho liên kết chắc hơn giữa chất dẫn xuất triazinetiol và nhựa của hợp chất hữu cơ chứa flo hoặc dạng tương tự. Nhiệt độ thích hợp để gia nhiệt tùy thuộc vào chiều dày của màng phủ và các kiểu chất dẫn xuất triazinetiol được lựa chọn và nhựa của hợp chất hữu cơ chứa flo hoặc dạng tương tự và nằm trong khoảng từ 150 đến 400°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 230 đến 270°C và tốt hơn nữa nếu ở nhiệt độ xấp xỉ 250°C.

Tạo màng nhựa: Lớp thứ hai

Ở mặt trên cùng của lớp màng nhựa biến tính mà đã được tạo thành như đã mô tả ở phần trên, một màng nhựa khác được tạo thành theo phương pháp khô chẳng hạn như

phương pháp lắng đọng chân không.

Do vậy, màng nhựa bổ sung được tạo thành dưới dạng lớp thứ hai để tạo ra màng phủ có kết cấu hai lớp trong đó có thể cải thiện độ bền và có thể đạt được các đặc tính tháo khuôn tốt.

Đối với nhựa này, có thể sử dụng các loại nhựa bất kỳ được nêu trên đây mà cũng có thể được sử dụng để điều chế nhựa biến tính được nêu trên đây mà không có các giới hạn cụ thể bất kỳ cho dù nhựa này là cùng loại hoặc khác loại với nhựa được sử dụng làm nhựa biến tính. Tuy nhiên, tốt hơn là màng nhựa trên lớp thứ hai được tạo thành từ cùng một loại nhựa giống như nhựa được sử dụng làm nhựa biến tính, do có thể cải thiện độ bền hơn nữa và có thể đạt được các đặc tính tháo khuôn tốt hơn. Cụ thể, tốt hơn là sử dụng hợp chất hữu cơ chứa flo.

Đối với phương pháp lắng đọng chân không, đây là phương pháp khô mà theo đó màng nhựa nêu trên được tạo thành trên mặt trên cùng của lớp màng nhựa biến tính, ví dụ, có thể sử dụng kỹ thuật lắng đọng chân không nêu trên mà theo đó nhựa biến tính sẽ được lắng đọng pha hơi trên mặt trên cùng của bề mặt kim loại, theo đó có thể tạo ra một cách dễ dàng một màng lắng đọng của loại nhựa bất kỳ nêu trên, tốt hơn là là hợp chất hữu cơ chứa flo, trên lớp màng nhựa biến tính.

Các loại nhựa có nhóm amin ở một đầu của phân tử như đã mô tả ở phần trên được cho là tương tác với chất dẫn xuất triazinetiol trên bề mặt nhựa biến tính, và do đó, thích hợp để sử dụng. Ví dụ, các hợp chất chứa flocacbon hóa trị ba chẳng hạn như FEP có thể tạo tác dụng tháo khuôn cao và do vậy thích hợp để sử dụng.

Tốt hơn nữa nếu gia nhiệt kim loại rắn khi hợp chất hữu cơ chứa flo được tạo thành để kết dính qua khâu lắng đọng chân không và/hoặc sau khi hình thành màng lắng đọng chân không, và do vậy, có thể liên kết chắc hơn giữa chất dẫn xuất triazinetiol trên bề mặt của nhựa biến tính và hợp chất hữu cơ chứa flo. Nhiệt độ gia nhiệt thích hợp tùy thuộc vào chiều dày màng phủ và các loại chất dẫn xuất triazinetiol được lựa chọn và vật liệu hợp chất hữu cơ chứa flo, và nằm trong khoảng từ 150 đến 400°C, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 230 đến 270°C, và tốt hơn nữa nếu ở nhiệt độ xấp xỉ 250°C.

Do vậy, màng mỏng mà là màng phủ nhựa có kết cấu hai lớp và được tạo thành trên bề mặt kim loại theo sáng chế có thể cho phép màng bảo vệ được tạo thành một cách dễ dàng từ màng mỏng polyme trên bề mặt kim loại, và đồng thời có thể duy trì được các đặc tính hiệu quả trên bề mặt của màng mỏng thu được trong khi vẫn cải thiện được độ bền đặc biệt là khả năng chống bong tróc tốt sẽ kéo dài trong khoảng thời gian dài hơn.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế tiếp tục được mô tả cùng với các ví dụ, các ví dụ đối chứng và các ví dụ thử nghiệm sau đây; tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

(1) Tiền xử lý

Trước tiên, khâu tiền xử lý sau đây được thực hiện trên bề mặt nền niken có sẵn trên thị trường (do công ty Nilaco Corporation sản xuất: độ tinh khiết 99% hoặc cao hơn) theo đó bề mặt được làm sạch.

Cụ thể, nền niken được nêu trên đây được nhúng trong 60 giây vào dung dịch axit clorua có nồng độ là 10% khối lượng và nhiệt độ xấp xỉ 25°C và sau đó, được nhúng trong 5 phút vào dung dịch axit hypophospho có nồng độ là 0,1 g/l và nhiệt độ xấp xỉ 25°C sao cho bề mặt của nền niken được làm sạch.

(2) Điều chế nhựa biến tính

Bột tetrafloetylen-hexaflopropylen copolyme (FEP) có đường kính hạt trung bình $D = 150\mu\text{m}$ (các đường kính hạt nằm trong khoảng từ $100\mu\text{m}$ đến $200\mu\text{m}$) được đổ vào túi trong suốt, trong đó áp suất được giảm xuống xấp xỉ 10Pa.

Ở đây, Teflon (nhãn hiệu đã được đăng ký) FEP-140J (do công ty Du Pont-Mitsui Flochemicals Co., Ltd. sản xuất) được sử dụng làm bột tetrafloetylen-hexaflopropylen copolyme (FEP).

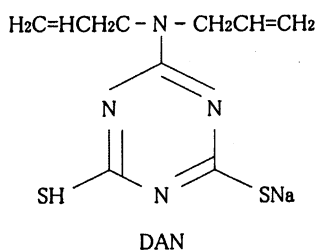
Tiếp theo, trong chân không đạt được bằng cách làm giảm áp suất như đã mô tả ở phần trên, nhựa này được chiếu xạ trong 5 phút bằng chùm electron thu được ở khoảng cách chiếu xạ bằng 50mm tính từ ống chiếu chùm electron (min-EB do công ty Ushio Inc. sản xuất) trong đó lượng hấp thụ ở một thời điểm được xác định là 20 kGy. Ở thời điểm này, lượng chiếu xấp xỉ 100 kGy.

Cụ thể, bộ phát chùm electron được đốt nóng bởi dây tóc được bố trí trong ống chiếu chùm electron, mà nó có kết cấu kín để tạo ra chân không ở mức cao. Các electron được phát ra bởi ống catốt nóng được tăng tốc qua khe hở điện thế đối diện với cửa sổ chiếu (ví dụ điện áp gia tốc bằng 60 kV) để truyền qua cửa sổ này và do vậy, nhựa được gắn trên bàn trong buồng chiếu xạ sẽ được chiếu xạ bằng chùm electron. Trong trường hợp nhựa là bột, thì bột nhựa này được rải một cách đồng đều, và lưới được làm từ thép không gỉ được lắp trên mặt trên cùng của bột để bột được ngăn không bị phân tán do điện tích tĩnh điện gây ra qua sự chiếu xạ. Sau khi khoảng cách chiếu đã được điều chỉnh ở mức định trước, buồng chiếu xạ được đóng lại và không khí được hút ra để đạt được độ chân không. Khi áp suất trong buồng chiếu xạ được giảm xuống đến 5×10^{-2} Pa hoặc thấp hơn, thì hệ thống này sẵn sàng cho việc chiếu xạ và sau đó, bột nhựa được chiếu xạ trong các điều kiện định trước. Sau khi việc chiếu xạ dừng lại, buồng chiếu xạ sẽ được

mở ra cho không khí trong khi khí nitơ được đưa vào buồng chiếu xạ.

Bột nhựa tetrafloetylen-hexaflopropylen copolyme (FEP) được chiếu xạ bằng chùm tia electron được nhúng trong một ngày hoặc một đêm (12 giờ) trong dung dịch nước (có nhiệt độ 23°C) trong đó hợp chất triazinetiol (DAN) được thể hiện bằng công thức hóa học 5 như sau được hòa tan, và sau đó được làm khô để thu được bột nhựa biến tính.

Công thức hóa học 5



(3) Hình thành màng nhựa phân lớp có kết cấu hai lớp trên bề mặt kim loại

Thiết bị bay hơi chân không được thể hiện Fig.1 được sử dụng và nền niken M có bề mặt được làm sạch theo mục (1) nêu trên được đặt trên giá đỡ 7 bên trong buồng 10 trong thiết bị bay hơi chân không. Bơm chân không được nối với thiết bị bay hơi chân không được thể hiện trên Fig.1 được vận hành, và nhiệt độ của bộ gia nhiệt nguồn hơi 2 được nâng lên đến nhiệt độ 275°C khi thiết bị đo ion hóa phát hiện ra rằng mức độ chân không đạt được là 5×10^{-4} Pa. Khi nhiệt độ của nền được nâng lên đến 250°C, cửa sập 4 được mở ra sao cho bột nhựa biến tính 3 được đưa vào lò nung 1 và sản phẩm đạt được ở mục (2) nêu trên được làm bay hơi, và được xác nhận rằng tốc độ tạo màng từ nhựa biến tính bay hơi đạt xấp xỉ 0,02 nm/giây, và sau đó màng được tạo thành trên nền niken qua quá trình lắng đọng pha hơi. Khi tốc độ tạo màng đạt đến trị số định trước, thì cửa sập chính 5 cũng được mở ra để bột nhựa biến tính được lắng đọng chân không trong khi tiến hành đo chiều dày của màng lắng đọng bởi máy đo chiều dày kiểu dao động thạch anh, và do vậy màng mỏng nhựa biến tính có được chiều dày không đổi.

Tiếp theo, một màng khác được tạo thành từ bột nhựa tetrafloetylen-hexaflopropylen copolyme (FEP) trên nền niken, trên đó một màng mỏng của nhựa biến tính được nêu trên đây đã được tạo thành, bằng cách sử dụng thiết bị bay hơi chân không trên Fig.1 theo cùng phương thức như nêu trên, và do vậy màng được tạo lớp trên màng mỏng nhựa biến tính qua lắng đọng pha hơi theo đó sẽ thu được màng mỏng nhựa có kết cấu hai lớp trên nền niken.

Các ví dụ 1 và ví dụ 2 và các ví dụ đối chứng từ 1 đến 3: Hiệu quả thay đổi nồng

độ dung dịch nước của hợp chất triazinetiol trên màng nhựa biến tính

Bột nhựa biến tính được điều chế theo phương thức được mô tả trong mục (2) nêu trên, trong đó nồng độ (nồng độ đề phủ) của hợp chất triazinetiol (DAN) được thể hiện bằng công thức hóa học 5 trong dung dịch nước (140 ml) trong đó có 50 g bột nhựa tetrafloetylen-hexafloropropylen copolyme (FEP) đã được chiếu xạ bằng chùm tia electron đã được nhúng được thay đổi. Do vậy, bột nhựa biến tính đã được điều chế đối với từng nồng độ 1,0 g/l (ví dụ đối chứng 1), 2,5 g/l (ví dụ đối chứng 2), 5,0 g/l (ví dụ đối chứng 3), 7,5 g/l (ví dụ 1) và 10,0 g/l (ví dụ 2).

Các loại bột nhựa biến tính thu được lần lượt được sử dụng để tạo ra màng nhựa có kết cấu hai lớp, trong đó màng nhựa biến tính (có chiều dày xấp xỉ 16,8nm) được tạo thành làm lớp thứ nhất trên nền niken như trong mục (1) nêu trên theo cách như được thể hiện trong mục (3) nêu trên, và trên mặt trên cùng của lớp này, một màng nhựa FEP (có chiều dày xấp xỉ 35,3nm) được tạo thành làm lớp thứ hai.

Ví dụ thử nghiệm 1: Thử nghiệm độ bền

Máy thử nghiệm khuôn đơn giản tự động (AIMT0101 do công ty Engineering System Co., Ltd. chế tạo) được sử dụng để thực hiện thử nghiệm độ kết dính với nhựa epoxy trên từng nền thu được theo các ví dụ 1 và ví dụ 2 và các ví dụ đối chứng từ 1 đến 3 như đã mô tả ở phần trên, trong đó màng nhựa hai lớp được tạo thành, và Fig.2 và Fig.3 lần lượt thể hiện các kết quả thử nghiệm trong đó số lần thử nghiệm thể hiện việc không kết dính được kiểm tra.

Đối với nhựa epoxy, loại nhiệt rắn có sẵn trên thị trường không chứa chất tháo khuôn (tên sản phẩm: NT600 do Công ty Nitto Denko Corporation sản xuất) được sử dụng.

Cụ thể, đầu tiên nền trên đó màng nhựa hai lớp đã được tạo thành được để trong 5 phút trên tấm nóng mà đã được gia nhiệt đến nhiệt độ 160°C trên máy thử nghiệm khuôn đơn giản tự động. Nhựa epoxy nhiệt rắn (NT600 do công ty Nitto Denko Corporation sản xuất) được phủ lên mặt trên cùng của nền (có kích thước $\phi 13 \times 2\text{mm}$) và được gia nhiệt trong 2 phút sao cho nhựa epoxy được hóa rắn. Hai phút sau, nền được lấy ra khỏi tấm nóng để được làm nguội trong không khí.

Sau khi nền đã được làm nguội đến nhiệt độ phòng, thử nghiệm khuôn được thực hiện lặp đi lặp lại trong khi đo lực bóc bằng cách sử dụng máy thử nghiệm khuôn đơn giản tự động nêu trên. Trong trường hợp lực bóc vượt quá 0,2 N, đã xác định rằng nhựa được kết dính với nền, và do vậy thử nghiệm độ bền được thực hiện bằng cách đếm số lần thử nghiệm thể hiện việc không kết dính.

Các kết quả được trình bày trên Fig.2 và Fig.3.

Có thể thấy từ Fig.2 và Fig.3 rằng màng nhựa có kết cấu hai lớp được tạo thành trên bề mặt kim loại biểu thị độ bền cao và các đặc tính tháo khuôn tốt trong trường hợp nồng độ của dung dịch hợp chất triazinetiol bằng 7,5 g/l hoặc cao hơn đối với 50g nhựa mà bề mặt được phủ khi nhựa biến tính được điều chế theo phương thức như trong mục (2) nêu trên.

Các ví dụ 2 và ví dụ 3 và các ví dụ đối chứng từ 4 đến 8

Bột nhựa biến tính được điều chế theo phương thức như được mô tả trong mục (2) nêu trên, trong đó nồng độ của hợp chất triazinetiol (DAN) được thể hiện bằng các công thức hóa học 5 trong dung dịch nước (140 ml) trong đó 50 g bột nhựa tetrafloetylen-hexafloropropylen copolyme (FEP) đã được chiếu xạ bằng chùm tia electron đã được nhúng được thay đổi. Do vậy, bột nhựa biến tính được điều chế đối với từng nồng độ là 1 g/l (ví dụ đối chứng 4), 2,5 g/l (ví dụ đối chứng 5), 5 g/l (ví dụ đối chứng 6), 6 g/l (ví dụ 3), 7,5 g/l (ví dụ 4), 10 g/l (ví dụ 5), 12,5 g/l (ví dụ 6), 15 g/l (ví dụ 7), 20 g/l (ví dụ đối chứng 7) và 30 g/l (ví dụ đối chứng 8).

Các loại bột nhựa biến tính thu được lần lượt được sử dụng để tạo ra màng nhựa có kết cấu hai lớp trên nền niken như trong mục (1) nêu trên theo phương thức như được thể hiện trong mục (3) nêu trên (xem Fig.8(a), trong đó ○ thể hiện nhựa FEP).

Ở đây, chiều dày màng của lớp thứ nhất được làm từ nhựa biến tính xấp xỉ bằng 16nm, chiều dày màng của lớp thứ hai được làm từ FEP xấp xỉ bằng 17nm, và toàn bộ chiều dày của màng phân lớp xấp xỉ bằng 33 nm.

Ví dụ đối chứng 9: Màng lớp DAN + Màng nhựa phân lớp FEP

Dung dịch điện phân trong đó hợp chất DAN được thể hiện bằng công thức hóa học 5 (5,5g/l) và hợp chất NaNO_3 là chất điện phân (7g/l) được hòa tan được đưa vào ngăn điện phân và nền niken đã được tiền xử lý như trong mục (1) nêu trên được xử lý điện phân trong ngăn điện phân trong 15 phút trong các điều kiện này, trong đó có nhiệt độ bằng 40 độ và điện áp bằng 0,8 V sao cho hợp chất DAN được thể hiện bằng các công thức hóa học 5 được hóa rắn trên nền niken. Ở đây, nền kim loại được xử lý là anot để xử lý điện phân với điện cực ngược lại là catốt trong bình chất điện phân.

Sau khi xử lý điện phân, nền được rửa sạch bằng nước sao cho các chất chưa tham gia phản ứng được loại bỏ khỏi nền mà sau đó được làm khô.

Tiếp theo, một màng nhựa khác được tạo lớp trên màng hợp chất DAN thứ nhất đã được tạo thành trên nền niken theo phương pháp điện phân ướt nêu trên, theo phương

thức mà thiết bị bay hơi chân không trên Fig.1 được sử dụng đối với bột nhựa tetrafloetylen-hexafloropropylen copolyme (FEP) để lắng đọng pha hơi FEP và do vậy, màng mỏng nhựa có kết cấu hai lớp được tạo thành trên nền niken (xem Fig.8(b) trong đó ○ biểu thị nhựa FEP).

Ở đây, chiều dày màng của lớp thứ nhất được làm từ hợp chất DAN xấp xỉ bằng 5nm, và toàn bộ chiều dày của màng phân lớp xấp xỉ bằng 33nm khi được kết hợp với lớp thứ hai được làm từ FEP.

Ví dụ đối chứng 10: Màng một lớp nhựa FEP

Màng nhựa có kết cấu một lớp được tạo thành trên nền niken đã được tiền xử lý trong mục (1) nêu trên mà không cần tạo ra lớp bột nhựa biến tính thứ nhất của theo phương thức mà thiết bị bay hơi chân không trên Fig.1 được sử dụng đối với bột nhựa của tetrafloetylen-hexafloropropylen copolyme (FEP) để lắng đọng pha hơi FEP, và do vậy, màng một lớp bằng nhựa FEP được tạo thành trên nền niken (xem Fig.8(c) trong đó ○ thể hiện nhựa FEP).

Ở đây, chiều dày màng phân lớp xấp xỉ bằng 33nm.

Ví dụ thử nghiệm 2: Thử nghiệm độ bền

Máy thử nghiệm khuôn đơn giản tự động (AIMT0101 do Công ty Engineering System Co., Ltd. chế tạo) được sử dụng để thực hiện thử nghiệm độ kết dính với nhựa epoxy trên từng nền thu được trong các ví dụ từ 3 đến 7 và các ví dụ đối chứng từ 4 đến 10 như đã mô tả ở phần trên, trong đó màng nhựa hai lớp được tạo thành, và các hình vẽ từ Fig.4 đến Fig.7 lần lượt thể hiện các kết quả thử nghiệm trong đó số lần thử nghiệm biểu thị việc không kết dính được kiểm tra.

Đối với nhựa epoxy, kiểu nhiệt rắn có sẵn trên thị trường không chứa chất tháo khuôn (tên sản phẩm: NT600 do Công ty Nitto Denko Corporation sản xuất) được sử dụng.

Cụ thể, đầu tiên nền trên đó màng nhựa hai lớp đã được tạo thành được để trong 5 phút trên tấm nóng được gia nhiệt đến nhiệt độ 160°C trên máy thử nghiệm khuôn đơn giản tự động. Nhựa epoxy nhiệt rắn (NT600 do Công ty Nitto Denko Corporation sản xuất) được phủ lên mặt trên cùng của nền (có kích thước $\phi 13 \times 2\text{mm}$) và được gia nhiệt trong 2 phút sao cho nhựa epoxy được hóa rắn. Sau hai phút, nền được lấy ra khỏi tấm gia nhiệt để được làm nguội trong không khí.

Sau khi nền đã được làm nguội đến nhiệt độ phòng, thử nghiệm khuôn được thực hiện lặp đi lặp lại trong khi đo lực bóc bằng cách sử dụng máy thử nghiệm khuôn đơn

giản tự động nêu trên. Trong trường hợp lực bóc vượt quá 0,2 N, đã xác định được rằng nhựa đã kết dính với nền và do vậy, thử nghiệm độ bền được thực hiện bằng cách đếm số lần thử nghiệm biểu thị sự không kết dính.

Các kết quả được trình bày trên các hình vẽ từ Fig.4 đến Fig.7.

Có thể thấy từ các hình vẽ từ Fig.4 đến Fig.7 rằng màng nhựa có kết cấu hai lớp được tạo thành trên bề mặt kim loại bọc lộ độ bền cao (số lần thử nghiệm biểu thị việc không kết dính vượt quá 500) và các đặc tính tháo khuôn tốt trong trường hợp nồng độ (nồng độ để biến tính) của dung dịch hợp chất triazinetioli là 7,5 g/l hoặc cao hơn khi nhựa biến tính được điều chế theo phương thức như trong mục (2) nêu trên.

Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Màng phủ nhựa được tạo thành trên bề mặt kim loại theo phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo sáng chế có độ bền cao và các đặc tính tháo khuôn tốt, và do vậy có thể ứng dụng để sản xuất hàng loạt các sản phẩm đúc có mẫu hình vi mô chẳng hạn như màng dùng cho pin mặt trời, màng điện cực pin, màng quang học và màng nuôi cấy tế bào.

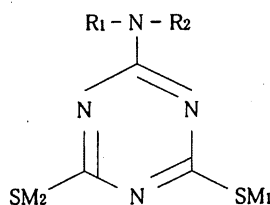
Danh mục các số chỉ dẫn

- 1 Lò nung
- 2 Bộ gia nhiệt
- 3 Vật liệu lắng đọng
- 4 Cửa sập phụ
- 5 Cửa sập chính
- 6 Máy đo chiều dày kiểu dao động thạch anh
- 7 Giá đỡ
- 8 Van dẫn khí vào
- 9 Bộ gia nhiệt bằng đèn
- 10 Buồng
- 11 Van hút không khí để tạo chân không
- M Nền

YÊU CẦU BẢO HỘ

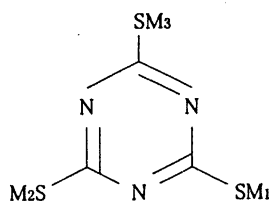
1. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại, khác biệt ở chỗ, bề mặt nhựa được chiếu xạ bằng chùm lượng tử và sau đó, nhựa mà đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử sẽ được nhúng vào dung dịch trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được thể hiện bằng các công thức hóa học 1 hoặc 2 dưới đây sẽ được hòa tan ở nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l để điều chế nhựa biến tính mà bề mặt nhựa này được phủ chất dẫn xuất triazinethiol, và màng nhựa biến tính được tạo thành bằng cách hình thành màng nhựa biến tính trên bề mặt kim loại theo phương pháp lắng đọng chân không, và tiếp theo, một màng nhựa khác được tạo thành bằng cách hình thành màng nhựa theo phương pháp lắng đọng chân không để tạo ra lớp nhựa phân lớp,

công thức hóa học 1



(trong đó, R1 là alkyn ($-\text{CH}=\text{CH}-$) hoặc alken ($-\text{C}\equiv\text{C}-$), R2 là $-\text{C}_m\text{H}_{2m+1}$ (m là số nguyên từ 1 đến 18), $-\text{C}_m\text{H}_{2m-1}$ (m là số nguyên từ 1 đến 18) hoặc $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_m\text{COOCH}_2\text{CH}_2-$ (m là số nguyên từ 1 đến 10), và M1 hoặc M2 là H hoặc kim loại kiềm),

công thức hóa học 2



(trong đó, M1, M2 và M3 là H hoặc kim loại kiềm).

2. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo điểm 1, khác biệt ở chỗ, nhựa này là hợp chất hữu cơ chứa flo, và hợp chất hữu cơ chứa flo này có gốc amin ($-\text{NH}_2$), gốc amit ($-\text{CONH}_2$) hoặc liên kết chưa bão hòa.

3. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo điểm 1 hoặc điểm 2, khác biệt ở chỗ, nhựa của màng nhựa được tạo thành trên mặt trên cùng của màng nhựa biến tính giống với nhựa đã được sử dụng để phủ chất dẫn xuất triazinetiol.

4. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, khác biệt ở chỗ, bề mặt nhựa được phủ chất dẫn xuất triazinetiol khi nhựa này đã được chiếu xạ bằng chùm lượng tử được nhúng vào dung dịch trong đó chất dẫn xuất triazinetiol được hòa tan ở nồng độ cao hơn 5 g/l và không vượt quá 13 g/l theo tỷ lệ 50g nhựa và 140ml dung dịch.
5. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, khác biệt ở chỗ, dung dịch thu được bằng cách sử dụng nước hoặc dung dịch trong đó ít nhất một chất trong nhóm bao gồm xyclohexan, benzen, tetraclocacbon và dietilete được trộn với nước được sử dụng làm dung môi và bằng cách hòa tan dẫn xuất triazinetiol trong dung môi này, dung dịch được giữ ở nhiệt độ từ 10 đến 45°C, và nhựa được nhúng trong dung dịch này trong 8 giờ hoặc lâu hơn.
6. Phương pháp tạo màng trên bề mặt kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, khác biệt ở chỗ, việc lắng đọng chân không được thực hiện bằng cách gia nhiệt trước nền kim loại.

FIG.1

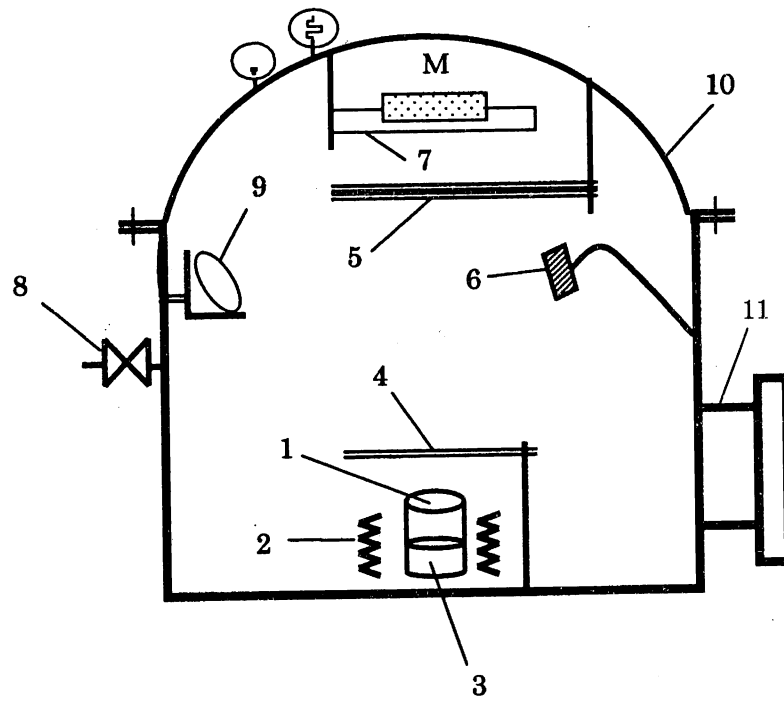


FIG.2

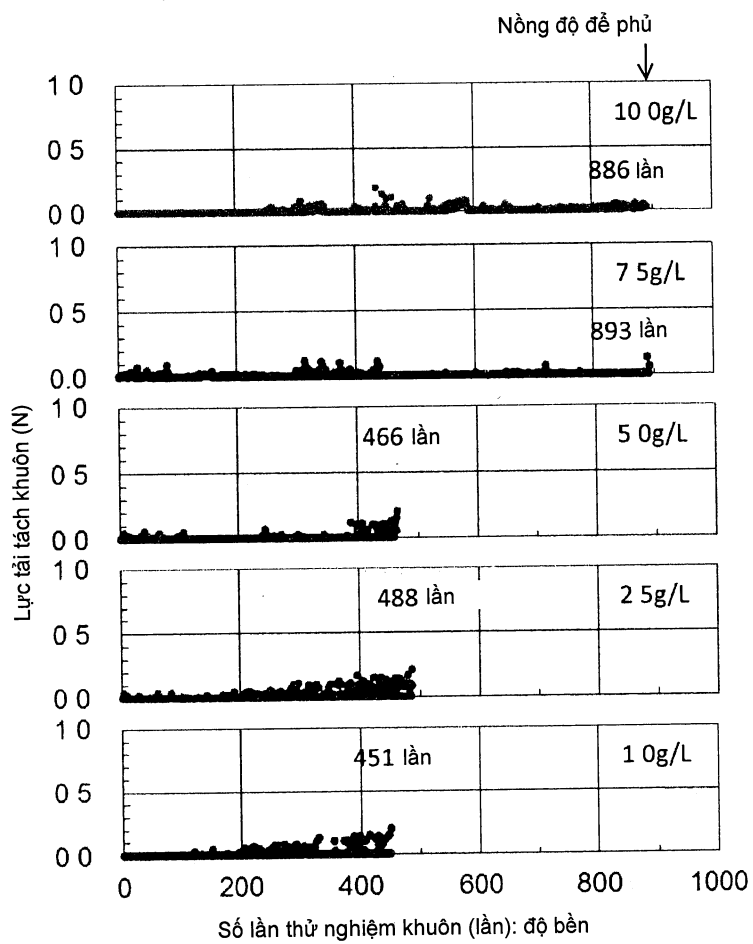


FIG.3

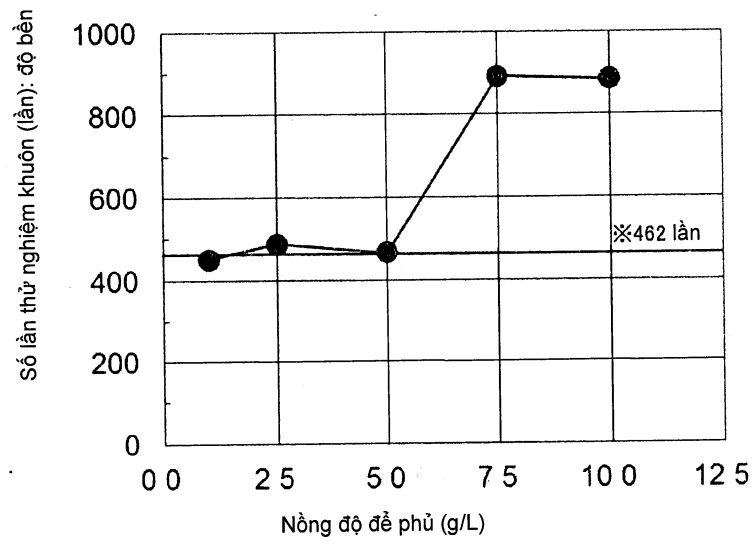


FIG.4

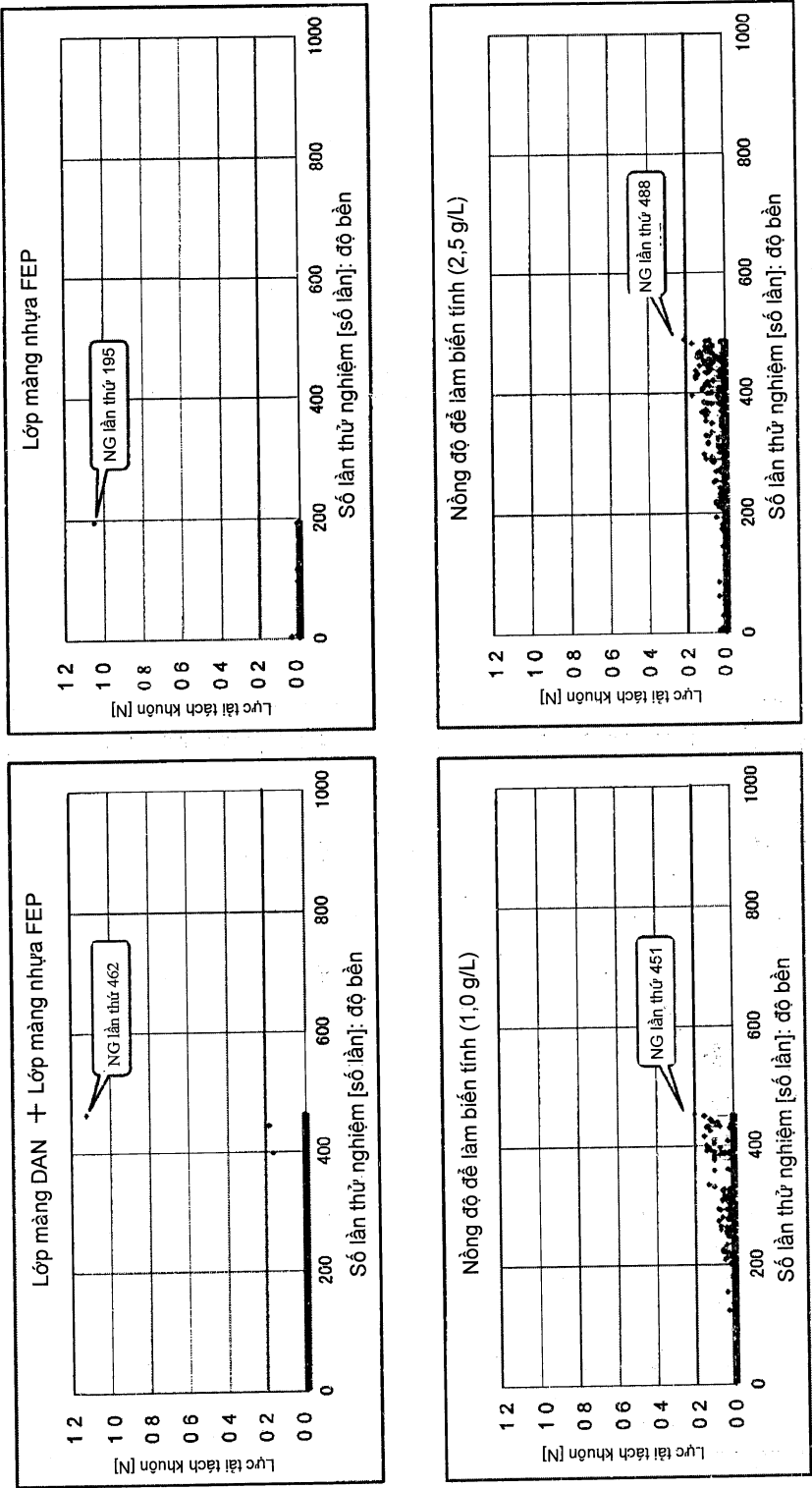


FIG.5

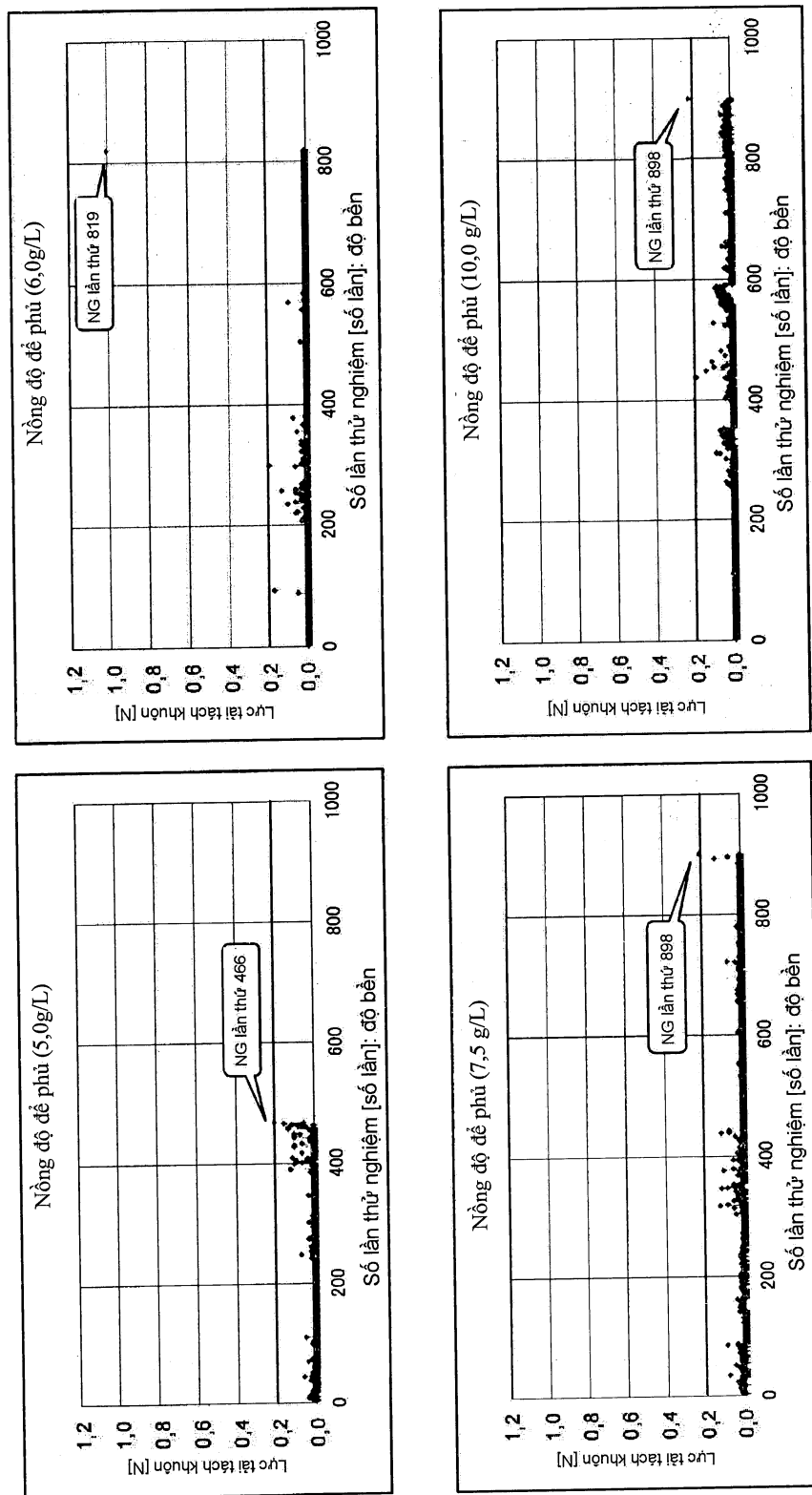


FIG.6

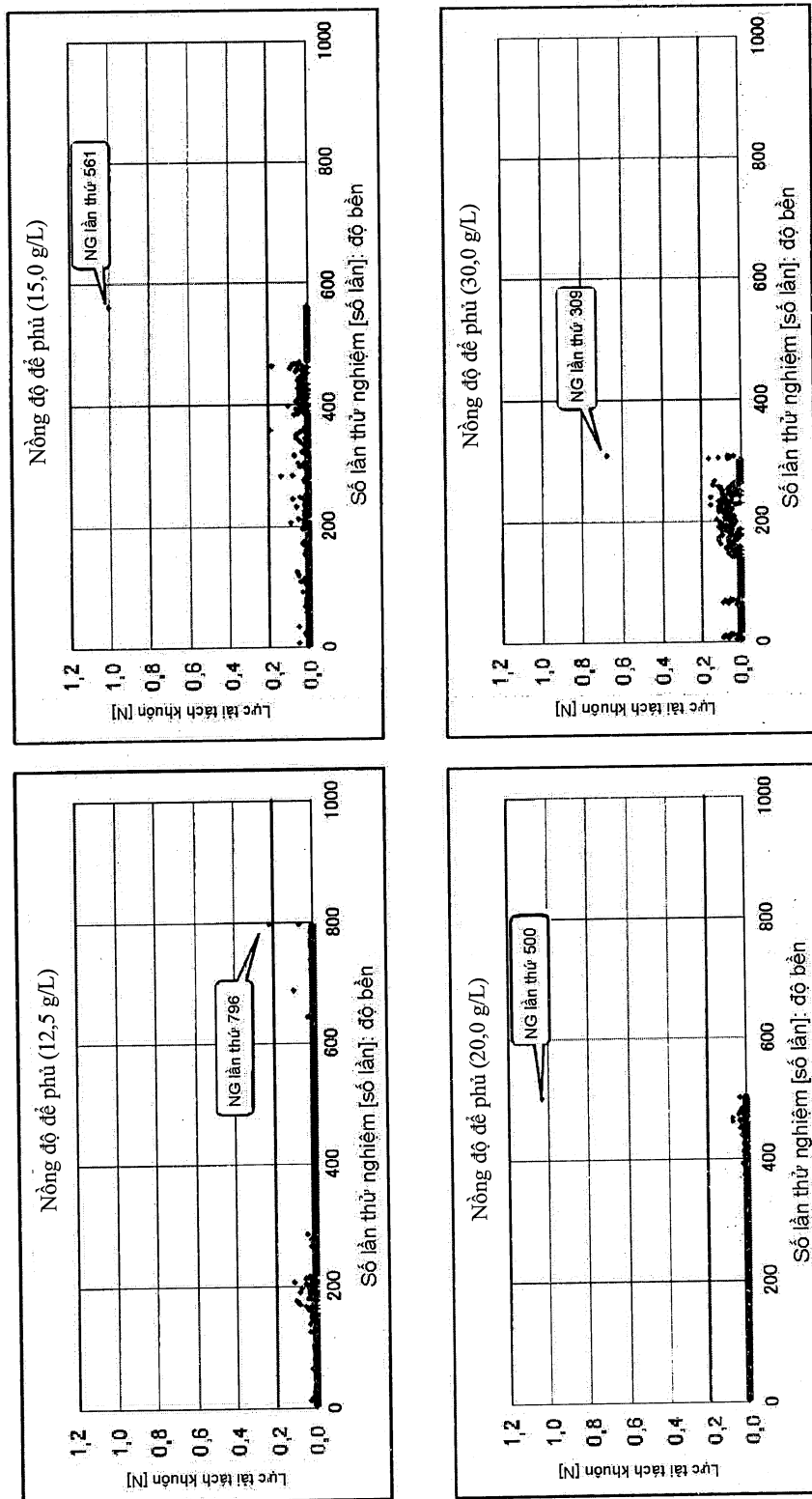


FIG.7

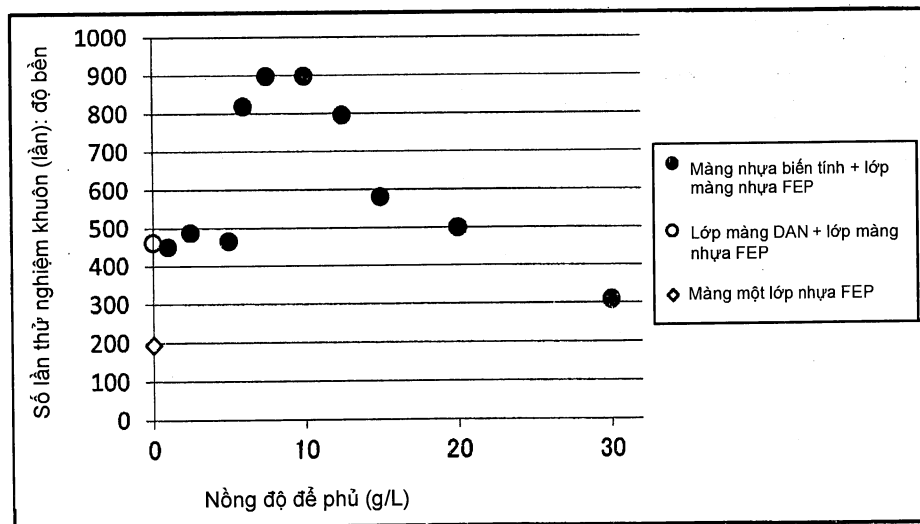
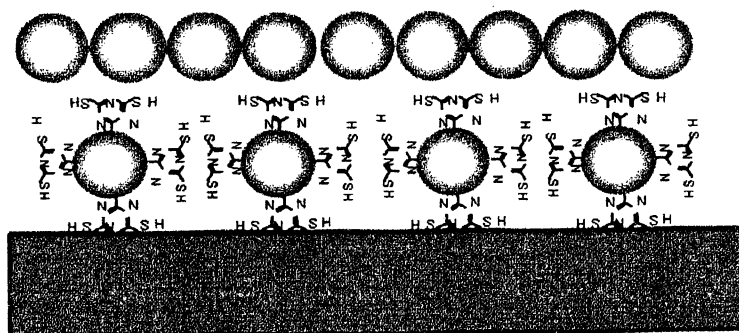
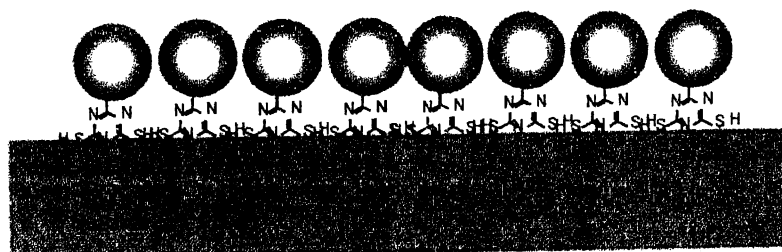


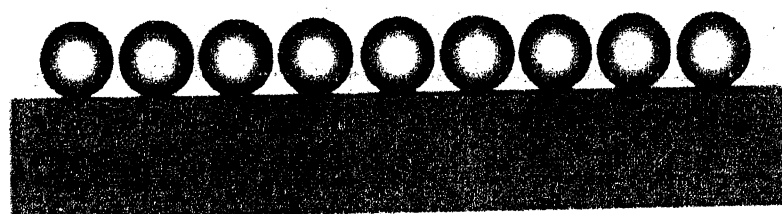
FIG.8



(a)



(b)



(c)