



(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)



1-0032241

(51)⁷ C23C 28/00; C25D 9/08; C23C 22/34

(13) B

(21) 1-2016-04196

(22) 14/04/2015

(86) PCT/JP2015/061458 14/04/2015

(87) WO 2015/174190 A1 19/11/2015

(30) 2014-101391 15/05/2014 JP; 2014-259985 24/12/2014 JP

(45) 25/06/2022 411

(43) 25/05/2017 350A

(73) JFE Steel Corporation (JP)

2-3, Uchisaiwai-cho 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-0011, Japan

(72) SUTO Mikito (JP); BABA Kazuhiko (JP); NAKAGAWA Yusuke (JP); OSHIMA Yasuhide (JP); SUZUKI Takeshi (JP); HAMADA Etsuo (JP).

(74) Công ty Cổ phần Sở hữu công nghiệp INVESTIP (INVESTIP)

(54) TẤM THÉP DÙNG LÀM ĐỒ CHỨA

(57) Sáng chế đề xuất tấm thép dùng làm đồ chứa, mà có khả năng chống ăn mòn sau khi phủ lớp màng, và khả năng chống ăn mòn sau khi phủ. Tấm thép này dùng làm đồ chứa có: tấm thép được mạ mà là tấm thép có ít nhất một bề mặt của nó được mạ lớp chứa Sn; và màng phủ được bố trí trên bề mặt của mặt lớp mạ của tấm thép được mạ. Lớp phủ chứa Ti. Phương án được ưu tiên, lượng kết tủa, được chuyển hoá thành Ti, trên mỗi bề mặt của tấm thép được mạ ít nhất là 1,0 mg/m² nhưng nhỏ hơn 60,0 g/m², trị số A, được xác định bằng công thức cụ thể (1), là 30 hoặc nhỏ hơn, tỷ lệ nguyên tử F và Ti (F/Ti) ở bề mặt ngoài cùng của màng phủ lớn hơn 0,00 nhưng nhỏ hơn 0,10, và tỷ lệ trạng thái O (OH/MO) trong màng phủ nhỏ hơn 0,70.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến các tấm thép dùng làm đồ chứa.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Như tấm thép thông thường được dùng làm đồ chứa như đồ hộp (tấm thép dùng làm đồ chứa), ví dụ, Tài liệu Patent 1 bộc lộ "tấm kim loại được xử lý bề mặt, được phủ nhựa dùng cho đồ hộp hoặc nắp đồ hộp có lớp xử lý bề mặt mà sơ bộ bao gồm thành phần vô cơ và được tạo ra trên bề mặt tấm kim loại, và lớp phủ bằng nhựa hữu cơ mà được tạo ra ít nhất trên một bề mặt của lớp xử lý bề mặt, trong đó lớp xử lý bề mặt vô cơ được tạo ra bằng cách tiến hành điện phân catot không liên tục và tạo ra oxit của Ti và các oxit của Ti và Zr, oxit hoặc các oxit giải phóng ion phosphat và chứa F và nhóm hydroxy, trong đó lớp xử lý bề mặt vô cơ chứa, theo bề mặt ngoài cùng của nó, O và Ti với tỷ lệ nguyên tử là $1 < O/Ti < 5$ và F và M (trong đó M là Ti, hoặc Ti và Zr) với tỷ lệ nguyên tử là $0,1 < F/M < 2,5$, và trong đó lớp xử lý bề mặt vô cơ có lượng kết tủa nằm trong khoảng từ 5 đến 300 mg/m² theo lượng Ti" (điểm 1).

Danh sách tài liệu trích dẫn

Tài liệu Patent

Tài liệu Patent 1: JP 4487651 B

Vấn đề kỹ thuật

Theo nghiên cứu các tấm thép dùng làm đồ chứa (tấm thép được xử lý bề mặt) được mô tả trong Tài liệu Patent 1 theo độ bám dính của màng PET (sau đây cũng được gọi là "độ bám màng") và độ bám dính của sơn (sau đây cũng được gọi là "độ bám sơn"), các tác giả sáng chế đã thấy rằng khả năng chống ăn mòn của một số tấm thép dùng làm đồ chứa trên mỗi tấm mà màng PET của nó đã được gắn vào (sau

đây cũng được gọi là "khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng") và khả năng chống ăn mòn của một số tấm thép dùng làm đồ chứa trên mỗi tấm việc sơn được phủ (sau đây cũng được gọi là "khả năng chống ăn mòn sau khi sơn") là không đủ.

Sáng chế đã được thực hiện theo quan điểm nêu trên và mục đích là đề xuất tấm thép dùng làm đồ chứa mà ưu việt về khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn.

Giải pháp cho vấn đề

Các tác giả sáng chế đã thực hiện nghiên cứu chuyên sâu để đạt được mục đích sáng chế và kết quả là đã tìm thấy rằng khi lớp phủ chứa titan đáp ứng các điều kiện theo tiêu chuẩn, tấm thép dùng làm đồ chứa mà màng PET trên đó đã được gắn hoặc việc sơn được phủ biểu hiện khả năng chống ăn mòn ưu việt, và do đó sáng chế được hoàn thành.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Cụ thể, sáng chế đề xuất từ mục (I) đến (VI) sau đây.

(I) Tấm thép dùng làm đồ chứa bao gồm: tấm thép được mạ có lớp mạ mà bao gồm lớp thiếc và phủ ít nhất một phần bề mặt tấm thép; và lớp phủ được phủ trên bề mặt tấm thép được mạ ở mặt lớp mạ,

trong đó lớp phủ chứa titan và có lượng kết tủa trên một mặt tấm thép được mạ không nhỏ hơn 1,0 mg/m² nhưng nhỏ hơn 60,0 mg/m² theo lượng titan, và trị số A không lớn hơn 30, trị số A được xác định bằng công thức (1):

$$A = [(Ti_0 - Ti_A) / Ti_0] \times 100 \dots (1)$$

(trong đó Ti_0 là lượng kết tủa (đơn vị: mg/m²) của lớp phủ trên một mặt của tấm thép được mạ theo lượng titan, và Ti_A là lượng kết tủa (đơn vị: mg/m²) của lớp phủ trên một mặt tấm thép được mạ theo lượng titan sau khi nhúng trong 1mol/L dung dịch

natri hydroxit chứa nước ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 10 phút), và

trong đó tỷ lệ nguyên tử giữa flo và titan (F/Ti) lớn hơn 0,00 nhưng nhỏ hơn 0,10 ở bề mặt ngoài cùng của lớp phủ.

(II) Tấm thép dùng làm đồ chứa theo mục (I), trong đó, khi tỷ lệ (đơn vị: %) của oxy mà có mặt trong lớp phủ làm oxy cấu thành nên hydroxit được thể hiện bằng công thức OH, và tỷ lệ (đơn vị: %) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxit cấu thành oxit kim loại được thể hiện bằng công thức MO, tỷ lệ được thể hiện bằng công thức OH/MO nhỏ hơn 0,70.

(III) Tấm thép dùng làm đồ chứa theo mục (I) hoặc (II), trong đó lớp phủ có năng lượng tự do bề mặt nhỏ hơn 40 mN/m.

(IV) Tấm thép dùng làm đồ chứa theo mục bất kỳ trong số các mục từ (I) đến (III), trong đó lớp phủ chứa niken và có lượng kết tủa trên một mặt tấm thép được mạ nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0 mg/m² theo lượng niken.

(V) Tấm thép dùng làm đồ chứa theo mục bất kỳ trong số các mục từ (I) đến (IV), trong đó lớp mạ còn bao gồm ít nhất một lớp được chọn từ nhóm bao gồm lớp niken, lớp hợp kim niken-sắt, lớp hợp kim sắt-thiếc và lớp hợp kim sắt-thiếc-niken.

(IV) Tấm thép dùng làm đồ chứa theo điểm bất kỳ trong số các mục từ (I) đến (V), trong đó màng oxit thiếc chứa oxit thiếc được tạo ra giữa lớp mạ và lớp phủ, và lượng điện cần thiết để khử oxit thiếc nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 mC/cm².

Hiệu quả có lợi của sáng chế

Theo sáng chế, có thể đề xuất tấm thép dùng làm đồ chứa mà ưu việt về khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn.

Mô tả chi tiết sáng chế

(Tấm thép dùng làm đồ chứa)

Nói theo cách sơ lược, tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế bao gồm tấm thép được mạ và lớp phủ tiêu chuẩn được bố trí trên bề mặt của tấm thép được mạ trên mặt lớp mạ.

Tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế ưu việt về độ bám màng và độ bám sơn (sau đây cũng được gọi chung là "độ bám dính") và về khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn (sau đây cũng được gọi chung là "khả năng chống ăn mòn").

Các phương án cụ thể về tấm thép được mạ và lớp phủ sẽ được mô tả chi tiết dưới đây.

(Tấm thép được mạ)

Tấm thép được mạ có lớp mạ phủ ít nhất một phần bề mặt của tấm thép, và lớp mạ bao gồm ít nhất lớp thiếc.

Đối với tấm thép làm vật liệu, các tấm thép thông thường dùng cho đồ hộp có thể được sử dụng. Lớp mạ có thể là lớp liên tục hoặc lớp không liên tục có vùng nhấp nhô. Lớp mạ có thể được bố trí trên ít nhất một mặt hoặc cả hai mặt của tấm thép. Lớp mạ có thể được tạo ra bằng phương pháp đã biết theo các nguyên tố kim loại được chứa.

Các phương án được ưu tiên về tấm thép và lớp mạ được mô tả chi tiết dưới đây.

(Tấm thép)

Loại tấm thép không bị giới hạn cụ thể. Thông thường, các tấm thép được sử dụng làm các vật liệu dùng làm đồ chứa (ví dụ, tấm thép chứa lượng cacbon nhỏ và tấm thép chứa lượng cacbon cực nhỏ) có thể được sử dụng. Phương pháp sản xuất tấm thép, vật liệu của nó và tương tự cũng không được giới hạn cụ thể. Tấm thép

được sản xuất qua quá trình bắt đầu bằng quá trình sản xuất phôi thông thường, tiếp theo quá trình này là cán nóng, tẩy gỉ, cán nguội, ủ, và cán tôi.

Tấm thép để sử dụng có thể tùy ý có lớp chứa niken (Ni) được tạo ra trên bề mặt của nó, và lớp mạ bao gồm lớp thiếc được mô tả sau có thể được tạo ra trên lớp chứa niken. Vùng nhấp nhô thiếc chứa lớp mạ có thể được tạo ra bằng cách sử dụng tấm thép có lớp chứa niken và mạ tấm thép bằng thiếc, dẫn đến cải thiện tính chất hàn được.

Lớp chứa niken không được giới hạn cụ thể miễn là nó chứa niken, và các ví dụ của nó bao gồm lớp mạ niken (lớp niken) và lớp hợp kim niken sắt.

Phương pháp tạo ra lớp chứa niken thành tấm thép không được giới hạn cụ thể và một phương pháp đã biết minh họa là mạ điện. Khi lớp hợp kim niken sắt được tạo ra làm lớp chứa niken, niken được tạo ra trên bề mặt tấm thép bằng cách mạ điện hoặc phương pháp khác, tiếp theo là ủ để phối hợp với lớp khuếch tán niken, do đó tạo ra lớp hợp kim niken-sắt.

Lượng niken kết tủa trong lớp chứa niken không được giới hạn cụ thể và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 50 đến 2000 mg/m² theo lượng niken kim loại trên một mặt của tấm thép. Lượng nằm trong khoảng nêu trên có lợi về chi phí.

Lượng niken kết tủa có thể được đo bằng cách phân tích bề mặt sử dụng huỳnh quang tia X. Trong trường hợp này, mẫu dùng cho lượng niken kết tủa với lượng niken đã biết được sử dụng để định rõ đường cong hiệu chỉnh đối với lượng niken kết tủa trước, và đường cong hiệu chỉnh được sử dụng để định rõ tương đối lượng niken kết tủa.

Khi niken cũng được chứa trong lớp phủ được mô tả sau, tuy nhiên, khó đo chỉ lượng niken kết tủa trong lớp chứa niken bằng cách phân tích bề mặt sử dụng

huỳnh quang tia X. Trong trường hợp này, lượng niken kết tủa trong lớp chứa niken có thể được xác định bằng cách trừ lượng niken kết tủa trong lớp phủ được mô tả sau cho lượng niken kết tủa được xác định sử dụng huỳnh quang tia X.

(Lớp mạ)

Tấm thép được mạ có lớp mạ phủ bao gồm lớp thiếc trên ít nhất một phần bề mặt của tấm thép. Lớp mạ có thể được bố trí trên ít nhất một mặt hoặc cả hai mặt của tấm thép. Lớp mạ là lớp phủ ít nhất một phần bề mặt tấm thép và có thể là lớp liên tục hoặc lớp không liên tục có vùng nhấp nhô.

Lượng thiếc kết tủa trong lớp phủ trên một mặt của tấm thép tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 15,0 g/m². Đối với lượng thiếc kết tủa nằm trong khoảng nêu trên, tấm thép dùng làm đồ chứa có đặc điểm hình dáng bên ngoài và khả năng chống ăn mòn ưu việt. Đặc biệt, lượng thiếc kết tủa tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 15,0 g/m² do các đặc điểm của nó có thể ưu việt hơn, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 15,0 g/m² đối với khả năng gia công ưu việt.

Lượng thiếc kết tủa có thể được đo bằng cách phân tích bề mặt sử dụng huỳnh quang tia X. Trong trường hợp sử dụng huỳnh quang tia X, mẫu dùng cho lượng thiếc kết tủa với lượng thiếc đã biết được sử dụng để định rõ đường cong hiệu chỉnh đối với lượng thiếc kết tủa trước, và đường cong hiệu chỉnh được sử dụng để định rõ tương đối lượng thiếc kết tủa.

Các lớp mạ minh họa bao gồm, ngoài lớp mạ bao gồm lớp thiếc thu được bằng cách mạ thiếc, lớp mạ mà có trong đó lớp hợp kim sắt-thiếc được tạo ra trong một phần lớp thấp nhất của lớp thiếc (ở mặt phân cách giữa lớp thiếc và tấm thép) thu được bằng cách làm nóng và làm nóng chảy thiếc qua, ví dụ, làm nóng bằng điện sau khi mạ thiếc.

Lớp mạ minh họa khác là lớp mạ thu được bằng cách mạ, bằng thiếc, tấm thép có lớp chứa niken trên bề mặt của nó và sau đó làm nóng và làm nóng chảy thiếc bằng cách, ví dụ, làm nóng bằng điện để tạo ra lớp hợp kim sắt-thiếc niken, lớp hợp kim sắt-thiếc và tương tự trong một phần lớp thấp nhất của lớp thiếc (ở mặt phân cách giữa lớp thiếc và tấm thép).

Theo sáng chế, lớp chứa niken nêu trên (lớp niken hoặc lớp hợp kim niken-sắt) được coi là bao gồm trong lớp mạ của tấm thép được mạ.

Các phương pháp minh họa để sản xuất các lớp mạ này bao gồm các phương pháp đã biết (ví dụ, phương pháp mạ điện và phương pháp mạ bao gồm việc nhúng trong thiếc được làm nóng chảy).

Ví dụ, bề mặt của tấm thép được mạ điện bằng thiếc sử dụng bể mạ thiếc axit phenolsulfonic, bể mạ thiếc axit metanesulfonic, hoặc bể mạ thiếc dựa trên halogen để thu được lượng kết tủa được xác định trước trên một mặt (ví dụ, $2,8 \text{ g/m}^2$) và sau đó, lớp thiếc thu được được đưa vào xử lý làm nóng và làm nóng chảy ở nhiệt độ bằng hoặc cao hơn điểm nóng chảy của thiếc ($231,9^\circ\text{C}$) nhờ đó sản xuất lớp mạ mà trong đó lớp hợp kim sắt-thiếc được tạo ra ở lớp thấp nhất của lớp mạ chỉ được tạo ra từ thiếc (lớp thiếc) (ở mặt phân cách giữa lớp thiếc và tấm thép). Khi việc xử lý làm nóng và làm nóng chảy bị bỏ qua, lớp mạ chỉ được làm từ thiếc (lớp thiếc) được tạo ra.

Trong trường hợp sử dụng tấm thép có lớp chứa niken trên bề mặt của nó, khi tấm thép được mạ bằng thiếc trên lớp chứa niken và sau đó đưa vào xử lý làm nóng và làm nóng chảy, lớp hợp kim sắt-thiếc-niken, lớp hợp kim sắt-thiếc hoặc tương tự được tạo ra ở lớp thấp nhất của lớp mạ chỉ được làm từ thiếc (lớp thiếc) (ở mặt phân cách giữa lớp thiếc và tấm thép).

(Lớp phủ)

Tiếp theo, lớp phủ được phủ trên bề mặt của tấm thép được mạ nêu trên trên mặt lớp mạ được mô tả. Nói theo cách sơ lược, lớp phủ chứa titan (titan nguyên chất) làm thành phần của nó và được tạo ra sử dụng dung dịch xử lý (dung dịch xử lý theo sáng chế) được mô tả sau. Dung dịch xử lý theo sáng chế chứa các ion hexaflotitanat (TiF_6^{2-}), và do đó lớp phủ cũng có thể chứa flo.

Lớp phủ được phủ theo lượng kết tủa trên một mặt tấm thép được mạ theo lượng titan (sau đây được gọi là "lượng kết tủa titan") không nhỏ hơn $1,0 \text{ mg/m}^2$ nhưng nhỏ hơn 60 mg/m^2 . Lượng kết tủa titan nhỏ hơn $1,0 \text{ mg/m}^2$ hoặc không nhỏ hơn 60 mg/m^2 dẫn đến ít độ bám dính và khả năng chống ăn mòn. Lượng kết tủa titan tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 30 mg/m^2 và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến 20 mg/m^2 do độ bám dính và khả năng chống ăn mòn có thể ưu việt hơn.

Khi chứa niken, lớp phủ tốt hơn là có lượng kết tủa trên một mặt của tấm thép được mạ theo lượng niken (sau đây được gọi là "lượng kết tủa niken") nằm trong khoảng từ $0,1$ đến $3,0 \text{ mg/m}^2$. Đối với lượng kết tủa niken nằm trong khoảng đề cập trên, tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế có thể có độ bám dính và khả năng chống ăn mòn ưu việt.

Lượng kết tủa titan và niken được đo bằng cách phân tích bề mặt sử dụng huỳnh quang tia X.

Titan và niken trong lớp phủ có ở dạng oxit titan và oxit niken khác nhau, và các thành phần này không được giới hạn cụ thể ở dạng và phương án.

Phép đo phổ huỳnh quang tia X được thực hiện dưới các điều kiện sau đây:

- Thiết bị: Quang phổ kế huỳnh quang tia X hệ 3270, được sản xuất bởi

Rigaku Corporation

- Đường kính đo: 30 mm
- Môi trường đo: Chân không
- Phổ: Ti-K α , Ni-K α
- Khe hở: to
- Tinh thể phân tán: nhẹ

Việc sử dụng được thực hiện từ số đếm của các đỉnh Ti-K α và Ni-K α trong phép đo phổ huỳnh quang tia X của lớp phủ xử lý bề mặt như được đo dưới các điều kiện đề cập trên. Các mẫu đối chứng có lượng kết tủa đã biết được sử dụng để định rõ đường cong hiệu chỉnh đối với lượng titan và niken kết tủa trước, và đường cong hiệu chỉnh được sử dụng để định rõ tương đối lượng titan và niken kết tủa.

Khi niken cũng được chứa trong lớp mạ, tuy nhiên, là khó đo chỉ lượng niken kết tủa trong lớp phủ bằng cách phân tích bề mặt sử dụng huỳnh quang tia X.

Trong trường hợp này, việc quan sát mặt cắt ngang bằng kính hiển vi điện tử quét (scanning electron microscope - SEM) hoặc kính hiển vi điện tử truyền qua (transmission electron microscope - TEM) và phép đo phổ phát xạ quang phóng điện phát sáng được sử dụng kết hợp với sự phân biệt giữa lượng kết tủa niken của lớp phủ và lượng niken được chứa trong lớp mạ.

Cụ thể hơn, mặt cắt ngang của lớp phủ và mặt cắt ngang của lớp mạ được tiếp xúc bằng cách gia công chùm ion hội tụ (focused ion beam - FIB), và độ dày của lớp phủ được tính toán bằng việc quan sát mặt cắt ngang bằng SEM hoặc TEM. Sau đó, sự liên quan giữa độ sâu phun xạ và thời gian phun xạ trong phép đo phổ phát xạ quang phóng điện phát sáng thu được. Sau đó, trị số tích hợp đếm phát xạ thu được là kết hợp với sự phát xạ quang được dẫn xuất từ các nguyên tố niken trong khoảng

thời gian cho đến khi thời gian phún xạ tương ứng với độ dày lớp phủ trong phép đo phổ phát xạ quang phóng điện phát sáng. Lượng kết tủa niken có thể được xác định bằng cách sử dụng trị số tích hợp đếm phát xạ kết hợp với sự phát xạ quang được dẫn xuất từ các nguyên tố niken nhờ sự hỗ trợ của đường cong hiệu chỉnh thu được trước.

Đường cong hiệu chỉnh được chuẩn bị theo phương pháp sau.

Thứ nhất, mỗi mẫu có lớp phủ chứa niken trên lớp mạ không có niken và có mỗi lượng kết tủa niken khác nhau được đưa vào phép đo phổ phát xạ quang phóng điện phát sáng để thu được trị số tích hợp đếm về sự phát xạ quang được dẫn xuất từ các nguyên tố niken trong khoảng thời gian cho đến khi thời gian phún xạ mà tại đó sự phát xạ quang được dẫn xuất từ các nguyên tố niken trở nên không thể phát hiện. Sau đó, lượng kết tủa niken của các mẫu này được xác định bằng cách phân tích bề mặt bằng cách sử dụng huỳnh quang tia X. Đường cong hiệu chỉnh của trị số tích hợp đếm niken thu được nhờ phép đo phổ phát xạ quang phóng điện phát sáng đối với lượng kết tủa niken được điều chế theo cách này.

Trong khi đó, lớp phủ có khả năng chứa oxit titan có các liên kết ngang như liên kết Ti-O-Ti. Các tác giả sáng chế đã nhận thấy rằng, khi sự liên kết ngang của lớp phủ tiến hành và do đó sự polyme hóa của chúng tiến hành, năng lượng tự do bề mặt của lớp phủ tăng lên, mà làm tăng sự tương tác giữa lớp phủ và màng hoặc sơn mà nhờ đó cải thiện độ bám dính giữa chúng, nhờ đó ngăn sự ăn mòn của tấm thép khỏi quá trình xử lý, do đó thu được khả năng chống ăn mòn ưu việt sau khi gắn màng và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn. Các tác giả sáng chế còn nhận thấy rằng trị số A, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) và tỷ lệ trạng thái oxy (OH/MO) có thể sử dụng làm các chỉ số cho mật độ liên kết ngang.

(Trị số A)

Đối với lớp phủ, trị số A được xác định bằng Công thức (1) dưới đây là không lớn hơn 30.

$$A = [(Ti_0 - Ti_A) / Ti_0] \times 100 \dots (1)$$

Theo Công thức (1), Ti_0 là lượng kết tủa titan (đơn vị: mg/m^2) của lớp phủ, được đo bằng cách sử dụng huỳnh quang tia X. Ti_A là lượng kết tủa titan (đơn vị: mg/m^2) của lớp phủ sau, việc đo Ti_0 sau đây, tấm thép dùng làm đồ chứa được nhúng trong dung dịch natri hydroxit chứa nước 1 mol/L ở nhiệt độ $50^\circ C$ trong thời gian 10 phút. Lượng kết tủa titan này cũng được đo bằng cách sử dụng huỳnh quang tia X.

Trị số A được xác định bằng Công thức (1) dùng làm chỉ số chỉ mật độ liên kết ngang của lớp phủ. Để rõ ràng hơn, trong việc nhúng tấm thép dùng làm đồ chứa trong dung dịch natri hydroxit chứa nước, khi liên kết ngang của lớp phủ không đủ và dẫn đến các đoạn tách nhỏ, lượng lớn titan hòa tan và ra khỏi lớp phủ, mà dẫn đến trị số A lớn hơn, trong khi khi sự liên kết ngang xảy ra và do đó sự polyme hóa của lớp phủ xảy ra, lượng titan nhỏ hòa tan, mà dẫn đến trị số A nhỏ hơn.

Theo sáng chế, do độ bám dính và khả năng chống ăn mòn, trị số A được xác định là không lớn hơn 30. Trị số A tốt hơn là không lớn hơn 20 và tốt hơn nữa là không lớn hơn 15 do độ bám dính và khả năng chống ăn mòn có thể ưu việt hơn.

(Tỷ lệ nguyên tử (F/Ti))

Tỷ lệ nguyên tử giữa flo và titan (F/Ti) là $0,00 < F/Ti < 0,10$ ở bề mặt ngoài cùng của lớp phủ ngược lại phía lớp mạ.

Lớp phủ được tạo bằng cách sử dụng phương pháp xử lý (phương pháp xử lý theo sáng chế) được mô tả sau. Cụ thể hơn, các ion hexaflotitanat (TiF_6^{2-}) trong dung dịch xử lý thành $Ti(OH)_nF_{6-n}^{2-}$ (n = số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 6) nhờ

phản ứng thủy phân làm cho OH^- tạo ra trên bề mặt của tấm thép được mạ và sau đó hút bám vào bề mặt của tấm thép được mạ, sao cho phản ứng ngưng khử nước xảy ra, và do đó lớp phủ được tạo ra. Có khả năng, do việc loại bỏ hiệu quả flo khỏi $\text{Ti}(\text{OH})_n\text{F}_{6-n}^{2-}$ trong quá trình nêu trên, số liên kết Ti-O-Ti được tạo ra nhờ sự ngưng khử nước, sao cho việc liên kết ngang của lớp phủ xảy ra và do đó sự polyme hóa của nó xảy ra. Có nghĩa là, để đạt được sự polyme hóa của lớp phủ, flo còn lại trong lớp phủ cần phải được giảm xuống. Do đó, với lớp phủ mà trong đó sự liên kết ngang đã xảy ra và do đó sự polyme hóa đã xảy ra, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) là tương đối nhỏ.

Mặt khác, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) cũng có thể dùng làm chỉ số chỉ mật độ liên kết ngang của lớp phủ. Theo sáng chế, đối với độ bám dính và khả năng chống ăn mòn, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) được xác định là không lớn hơn 0,00 nhưng nhỏ hơn 0,10. Tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) tốt hơn là không lớn hơn 0,03 do độ bám dính và khả năng chống ăn mòn có thể ưu việt hơn.

Tỷ lệ nguyên tử nêu trên có thể được đo dựa vào các trị số của nồng độ nguyên tử được xác định bằng sự hỗ trợ của phần mềm phân tích sử dụng các pic Fls và Ti3d, mà được đo bằng phổ học quang điện tử tia X (XPS - X-ray photoelectron spectroscopy). Đối với nguồn tia X của XPS, $\text{AlK}\alpha$ đơn sắc ($h\nu$: 1486,6 eV) được sử dụng. Trong phép đo này, bề mặt ngoài cùng của lớp phủ trên tấm thép dùng làm đồ chứa được trực tiếp đưa vào phân tích.

(Tỷ lệ trạng thái của oxy (OH/MO))

Theo sáng chế, khi tỷ lệ (đơn vị: %) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxy cấu thành nên hydroxit được thể hiện bằng công thức OH, và tỷ lệ (đơn vị: %) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxit cấu thành oxit kim loại được thể hiện bằng công

thức MO, tỷ lệ có công thức là OH/MO (được gọi là "tỷ lệ trạng thái của oxy (OH/MO)" hoặc đơn giản là "tỷ lệ trạng thái (OH/MO)" theo sáng chế) tốt hơn là nhỏ hơn 0,70.

Mỗi lượng "OH" và "MO" dựa vào tổng lượng (đơn vị: at.%) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là một hydroxit tạo thành và lượng (đơn vị: at.%) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxit cấu thành oxit kim loại (sau đây cũng được gọi là "tổng lượng oxy" (đơn vị: at.%)).

Mặt khác, "OH" biểu diễn tỷ lệ (đơn vị: %) của lượng (đơn vị: at.%) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là một hydroxit tạo thành đối với tổng lượng oxy (đơn vị: at.%).

Tương tự, "MO" biểu diễn tỷ lệ của lượng (đơn vị: at.%) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxit cấu thành oxit kim loại đối với tổng lượng oxy (đơn vị: at.%).

Ý nghĩa về tỷ lệ trạng thái (OH/MO) của oxy (oxy nguyên chất) trong lớp phủ sẽ được mô tả.

Như xác định trên, tỷ lệ trạng thái (OH/MO) đề cập đến tỷ lệ giữa tỷ lệ oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxy cấu thành nên hydroxit (OH) và tỷ lệ oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxit cấu thành oxit kim loại (MO) (ví dụ, tỷ lệ oxy có mặt trong lớp phủ ở dạng oxy liên kết với nguyên tử kim loại (M-O-M)).

Do đó tỷ lệ trạng thái (OH/MO) biểu diễn tỷ lệ giữa $\text{Ti}(\text{OH})_n\text{F}_{6-n}^{2-}$ (n = số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 6) được tạo ra trên phản ứng thủy phân của ion hexaflotitanat (TiF_6^{2-}) và liên kết Ti-O-Ti được tạo ra trên phản ứng ngưng khử nước. Do đó, với lớp phủ mà trong đó sự liên kết ngang đã xảy ra để tạo ra số liên kết Ti-O-Ti và do đó sự polyme hóa đã xảy ra, trị số OH/MO là tương đối nhỏ.

Mặt khác, tỷ lệ trạng thái (OH/MO) cũng có thể dùng làm chỉ số chỉ mật độ

liên kết ngang của lớp phủ.

Tỷ lệ trạng thái (OH/MO) tốt hơn là nhỏ hơn 0,70 theo độ bám dính và khả năng chống ăn mòn, và tốt hơn nữa là nhỏ hơn 0,40 do khả năng chống ăn mòn có thể ưu việt hơn.

Trị số giới hạn nhỏ hơn của tỷ lệ trạng thái (OH/MO) không được giới hạn cụ thể và tốt hơn là nhỏ hơn 0,05 và tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 0,15.

Để thu được tỷ lệ trạng thái (OH/MO), trong khi việc đo sử dụng bức xạ synchrotron hoặc tương tự có thể được sử dụng, sáng chế sử dụng phương pháp đo trạng thái của oxy bằng XPS. Cụ thể hơn, việc sử dụng $AlK\alpha$ đơn sắc là nguồn tia X, pic của oxy $O1s$ được đo. Sau đó, việc tách pic được thực hiện để phân biệt giữa oxy mà có mặt làm oxit cấu thành oxit kim loại (có tên là, mà liên kết với nguyên tử kim loại) với năng lượng liên kết nằm trong khoảng từ 529,5 đến 532,8 eV và oxy mà có mặt làm hydroxit tạo thành với năng lượng liên kết nằm trong khoảng từ 530,9 đến 532,8 eV, và tỷ lệ cường độ tích lũy được tính toán bằng phần mềm phân tích để nhờ đó thu được tỷ lệ trạng thái (OH/MO). Diện tích được đo nên có đường kính ít nhất là 100 μm . Trong phép đo này, bề mặt ngoài cùng của lớp phủ trên tấm thép dùng làm đồ chứa được trực tiếp đưa vào phân tích.

Lớp phủ có trị số A, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) và tỷ lệ trạng thái (OH/MO) nêu trên có thể thu được bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế bao gồm quá trình tạo lớp phủ mà trong đó mật độ dòng điện phân để xử lý điện phân catot được thiết lập cao và/hoặc quá trình nhúng sau.

(Năng lượng tự do bề mặt)

Như nêu trên, khi việc liên kết của lớp phủ xảy ra và do đó sự polyme hóa của nó xảy ra, năng lượng tự do bề mặt (γ_s) của lớp phủ tăng lên, dẫn đến độ bám dính

và khả năng chống ăn mòn ưu việt.

Theo sáng chế, do đó, năng lượng tự do bề mặt ở bề mặt của lớp phủ ngược lại với phía lớp mạ tốt hơn là nhỏ hơn 40 mN/m, và tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 60 mN/m.

Phương pháp đo năng lượng tự do bề mặt được mô tả sau.

(Màng oxit thiếc)

Tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế tốt hơn là có màng oxit thiếc, mà chứa oxit thiếc, giữa lớp phủ và lớp mạ của tấm thép được mạ. Lượng điện cần thiết để khử oxit thiếc trong màng oxit thiếc (sau đây được gọi là "lượng điện khử") nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 mC/cm².

Tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế có màng oxit thiếc này, sao cho sự đổi màu của lớp phủ có thể được giảm hoặc được ngăn, dẫn đến hình dáng bên ngoài ưu việt. Việc này có thể là do màng oxit thiếc dùng để giới hạn lớp sơn phủ của các tạp chất (chủ yếu là thiếc) từ lớp mạ thiếc thành lớp phủ, và điều này giới hạn sự co vùng cảm của oxit thiếc trong lớp phủ, sao cho sự hấp thụ ánh sáng có thể nhìn thấy giảm. Kết quả là, sự thay đổi thành màu hơi nâu được giảm nhẹ.

Tuy nhiên, nếu màng oxit thiếc trọng lượng màng quá lớn, màu giao thoa có thể xuất hiện trên lớp phủ, dẫn đến hình dáng bên ngoài của lớp phủ kém. Vì lý do này, lượng điện khử dùng cho màng oxit thiếc được xác định là không lớn hơn 5,0 mC/cm².

Hơn nữa, đối với lượng điện khử dùng cho màng oxit thiếc lớn hơn 5,0 mC/cm², sự thiếu kết dính đôi khi xảy ra bên trong màng oxit thiếc, mà có thể dẫn đến độ bám màng và độ bám sơn thấp hơn. Khi xem xét điều này, lượng điện khử dùng cho màng oxit thiếc được xác định là không lớn hơn 5,0 mC/cm².

Lượng điện giảm dùng cho màng oxit thiếc tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 5,0 mC/cm² và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,6 đến 5,0 mC/cm² do hình dáng bên ngoài của tấm thép dùng làm đồ chứa có thể ưu việt hơn.

Lượng điện cần để khử oxit thiếc có thể được xác định theo cách sau đây: Tấm thép dùng làm đồ chứa được đưa vào điện phân catôt bằng dòng điện không đổi là 0,05 mA/cm² trong dung dịch axit hydrobromic chứa nước 0,001 mol/L mà từ đó oxygen được hòa tan đã được loại bỏ bằng cách, ví dụ, sự tạo bọt khí của khí nitơ, và đường cong thời gian điện thế do đó thu được được sử dụng cho sự xác định.

Trong trường hợp mà lớp phủ chứa niken, tuy nhiên, dòng điện cũng được sử dụng để tạo ra hydro trong phương pháp dòng điện không đổi nêu trên và do đó, dòng điện cho sự khử oxit thiếc không thể được đo trực tiếp. Trong trường hợp này, lượng điện cần để khử oxit thiếc có thể được xác định từ lượng điện tương ứng với sự khác biệt giữa đường cong dòng điện khử thứ nhất thu được qua sự quét điện thế từ điện thế nhúng đến điện thế -0,7 V (vs.Ag/AgCl) và đường cong dòng điện khử thứ hai sau đó thu được qua sự quét điện thế tương tự từ điện thế nhúng đến điện thế -0,7 V (vs.Ag/AgCl).

(Phương pháp sản xuất tấm thép dùng làm đồ chứa)

Tiếp theo, phương pháp sản xuất tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế nêu trên (sau đây cũng được gọi là "phương pháp sản xuất theo sáng chế") được mô tả. Phương pháp sản xuất theo sáng chế bao gồm ít nhất quá trình tạo lớp phủ của việc tạo ra lớp phủ nêu trên sử dụng phương pháp xử lý (sau đây cũng được gọi là "phương pháp xử lý theo sáng chế") được mô tả dưới đây.

(Quá trình tạo lớp phủ)

Quá trình tạo lớp phủ là quá trình tạo lớp phủ nêu trên trên bề mặt của tấm

thép được mạ trên mặt lớp mạ và bao gồm việc nhúng tấm thép được mạ theo phương pháp xử lý theo sáng chế được mô tả dưới đây (phương pháp nhúng) hoặc đưa tấm thép được mạ được nhúng vào phương pháp xử lý điện phân catôt.

Phương pháp xử lý điện phân catôt được ưu tiên do, so với phương pháp xử lý nhúng, phương pháp xử lý điện phân catôt cho phép nồng độ OH^- tăng lên hơn nữa ở bề mặt của tấm thép được mạ, mà còn thúc đẩy phản ứng thủy phân của ion hexaflotitanat (TiF_6^{2-}), và sự liên kết ngang của lớp phủ nhờ sự ngưng khử nước sau đó do đó được thúc đẩy hơn. Ngoài sự điện phân mà trong đó phương pháp xử lý điện phân catôt và phương pháp xử lý điện phân anot khác được thực hiện có thể được thực hiện.

Phương pháp xử lý theo sáng chế để sử dụng, các điều kiện cho phương pháp xử lý điện phân catôt, và tương tự được mô tả chi tiết dưới đây.

(Dung dịch xử lý)

Phương pháp xử lý theo sáng chế chứa thành phần titan (hợp chất titan) để cung cấp titan (titan nguyên chất) cho lớp phủ. Các thành phần titan minh họa bao gồm axit hexaflotitanic (H_2TiF_6) và/hoặc muối của nó. Các ví dụ về muối của axit hexaflotitanic bao gồm kali hexaflotitanat (K_2TiF_6), natri hexaflotitanat (Na_2TiF_6), và amoni hexaflotitanat ($(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$).

Hàm lượng thành phần titan của phương pháp xử lý theo sáng chế không được giới hạn cụ thể, và khi axit hexaflotitanic và/hoặc muối của nó được sử dụng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,004 đến 0,4 mol/L và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,2 mol/L theo lượng ion hexaflotitanat (TiF_6^{2-}).

Khi lớp phủ được tạo ra để chứa niken (niken nguyên chất), phương pháp xử lý theo sáng chế chứa thành phần niken (hợp chất niken) để cung cấp niken (niken

nguyên chất) cho lớp phủ.

Thành phần niken không được giới hạn cụ thể và các ví dụ của nó bao gồm niken sulfat (NiSO_4), niken sulfat hexahydrat, niken clorua (NiCl_2), và niken clorua hexahydrat.

Hàm lượng thành phần niken theo phương pháp xử lý theo sáng chế không được giới hạn cụ thể và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,002 đến 0,04 mol/L và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,004 đến 0,02 mol/L theo lượng ion niken (Ni^{2+}).

Trong khi nước thường được sử dụng cho dung môi theo phương pháp xử lý theo sáng chế, dung môi hữu cơ có thể được sử dụng kết hợp.

Nồng độ pH theo phương pháp xử lý theo sáng chế không được giới hạn cụ thể và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0. Ở nồng độ pH nằm trong khoảng nêu trên, thời gian xử lý có thể được rút ngắn và dung dịch xử lý có thể có tính ổn định ưu việt. Các thành phần axit (ví dụ, axit phosphoric và axit sulfuric) và các thành phần kiềm đã biết (ví dụ, natri hydroxit và nước amoniac) có thể được sử dụng để điều chỉnh pH.

Phương pháp xử lý theo sáng chế có thể tùy ý chứa chất hoạt động bề mặt như natri lauryl sulfat hoặc axetylen glycol. Dung dịch xử lý có thể chứa phosphat cô đặc như pyrophosphat từ quan điểm về độ bền của trạng thái kết tủa theo thời gian.

Phương pháp xử lý có nhiệt độ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20°C đến 80°C, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C.

(Phương pháp xử lý điện phân catốt)

Một phương pháp để thu được lớp phủ được polyme hóa nêu trên, theo quá trình tạo lớp phủ, được thiết lập cường độ dòng điện phân cho phương pháp xử lý

điện phân catot là lớn. Việc tăng cường độ dòng điện cho phương pháp xử lý catot điện phân cho phép nồng độ OH^- tăng lên ở bề mặt của tấm thép được mạ, mà còn thúc đẩy phản ứng thủy phân của TiF_6^{2-} , và sự liên kết ngang của lớp phủ nhờ sự ngưng khử nước sau đó nhờ đó được thúc đẩy hơn. Do đó lớp phủ được polyme hóa có thể thu được. Ngoài ra, cường độ dòng điện cao cũng hữu hiệu trong việc ngăn lượng kết tủa niken của lớp phủ khỏi trở nên quá mức. Cụ thể, cường độ dòng điện phân tốt hơn là lớn hơn $20,0 \text{ A/dm}^2$ nhưng không lớn hơn $100,0 \text{ A/dm}^2$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $25,0$ đến $100,0 \text{ A/dm}^2$, và còn tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $30,0$ đến $100,0 \text{ A/dm}^2$.

Tuy nhiên, khi phương pháp sản xuất theo sáng chế bao gồm quá trình nhúng sau được mô tả sau, cường độ dòng điện lớn này không cơ bản, và cường độ dòng điện phân có thể là, ví dụ, nằm trong khoảng từ $1,0$ đến $20,0 \text{ A/dm}^2$.

Thời gian ứng dụng dòng điện cho phương pháp xử lý điện phân catot tốt hơn là nằm trong khoảng từ $0,1$ đến 5 giây và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ $0,3$ đến 2 giây. Cường độ lượng điện là sản phẩm của cường độ dòng điện và thời gian ứng dụng dòng điện và được thiết lập thích hợp.

(Quá trình nhúng sau)

Như phương pháp khác để thu được lớp phủ được polyme hóa nêu trên, phương pháp sản xuất theo sáng chế được tạo kết cấu để bao gồm quá trình nhúng sau mà trong đó, sau phương pháp xử lý nhúng hoặc phương pháp xử lý điện phân catot trong quá trình tạo lớp phủ, tấm thép được mạ được nhúng trong bể axit trong thời gian ít nhất là $0,1$ giây. Do phương pháp xử lý nhúng sau, flo của $\text{Ti}(\text{OH})_n\text{F}_{6-n}^{2-}$ hút bám vào bề mặt của tấm thép được mạ được loại bỏ có hiệu quả, và số liên kết Ti-O-Ti được tạo ra nhờ sự ngưng khử nước, sao cho sự liên kết ngang của lớp phủ

xảy ra. Do đó lớp phủ được polyme hóa có thể thu được.

Thời gian nhúng trong bể axit không được giới hạn cụ thể miễn là nó không ngắn hơn 0,1 giây, và tốt hơn nữa là không ngắn hơn 0,5 giây và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 3,0 giây.

Nồng độ pH của bể axit không lớn hơn 5,0, ví dụ. Các thành phần axit đã biết (ví dụ, axit phosphoric, axit sulfuric và axit nitric) có thể được sử dụng để điều chỉnh pH.

Đối với bể axit, phương pháp xử lý theo sáng chế (pH nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0) có thể được sử dụng. Có thể, mức độ của sự polyme hóa của lớp phủ không ảnh hưởng bởi các ion chứa trong bể axit.

Nhiệt độ của bể axit, ví dụ, nằm trong khoảng từ 60°C đến 100°C.

Tuy nhiên, khi cường độ dòng điện phân cho phương pháp xử lý điện phân catốt được thiết lập là cao (ví dụ, cao hơn 20,0 A/dm² nhưng không cao hơn 100,0 A/dm²) trong quá trình tạo lớp phủ nêu trên, phương pháp sản xuất theo sáng chế không cần có quá trình nhúng sau.

Sau quá trình nhúng sau, hoặc trong trường hợp mà quá trình nhúng sau không thực hiện, sau quá trình tạo lớp phủ mà trong đó cường độ dòng điện dùng cho phương pháp xử lý điện phân catốt được thiết lập là lớn, tấm thép thu được tốt hơn là được rửa bằng nước để khử tạp chất chứa trong lớp phủ.

Phương pháp rửa không được giới hạn cụ thể. Trong trường hợp sản xuất sử dụng đường liên tục, một phương pháp minh họa có thể được dùng mà trong đó bể chứa nước rửa được bố trí ở vị trí đầu ra của bể xử lý lớp phủ, và tấm thép trong quá trình được nhúng vào nước liên tục sau khi xử lý lớp phủ. Nước để dùng trong việc rửa tốt hơn là có nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40°C đến 90°C.

Ở thời gian này, thời gian rửa tốt hơn là lâu hơn 0,5 giây và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 5,0 giây do việc rửa bằng nước mang đến hiệu quả ưu việt hơn.

Việc làm khô có thể thay thế hoặc cho sau việc rửa bằng nước. Nhiệt độ và phương pháp làm khô không được giới hạn cụ thể, và quá trình làm khô thông thường sử dụng thiết bị làm khô thông thường hoặc lò nung điện có thể được dùng ví dụ. Nhiệt độ trong việc làm khô tốt hơn là lên đến 100°C. Ở nhiệt độ nằm trong khoảng nêu trên, sự oxy hóa của lớp phủ có thể tối thiểu, do đó duy trì độ ổn định của chế phẩm phủ. Giới hạn dưới của nhiệt độ không được giới hạn cụ thể và thông thường là nhiệt độ trong phòng.

(Quá trình xử lý trước)

Phương pháp sản xuất theo sáng chế tốt hơn là bao gồm quá trình xử lý trước trước quá trình tạo lớp phủ nêu trên. Quá trình xử lý trước là quá trình tạo màng oxit thiếc nêu trên trên bề mặt của tấm thép được mạ ở phía lớp mạ, bằng cách nhúng tấm thép được mạ vào dung dịch xử lý trước chứa chất oxy hóa hoặc cacbonat hoặc bằng cách đưa tấm thép được mạ vào xử lý điện phân anot trong dung dịch xử lý trước.

Bằng cách nhúng tấm thép được mạ vào dung dịch xử lý trước hoặc đưa tấm thép được mạ vào xử lý điện phân anot trong dung dịch xử lý trước, phần lớp mạ, mà bao gồm lớp thiếc, của tấm thép được mạ được oxy hóa bằng chất oxy hóa hoặc cacbonat có trong dung dịch xử lý trước, và do đó, màng oxit thiếc chứa oxit thiếc được tạo ra.

Loại chất oxy hóa hoặc cacbonat có trong dung dịch xử lý trước không được giới hạn cụ thể.

Đối với chất oxy hóa, chất oxy hóa được biết bất kỳ có thể được sử dụng. Các

chất oxy hóa minh họa bao gồm: clo dioxit; các axit perhalogen như axit perchloric và axit periodic; peclorat như natri peclorat, kali peclorat và amoni peclorat; các clorit như natri clorit và kali clorit; các hypoclorit như natri hypoclorit và canxi hypoclorit; các bromat như natri bromat và kali bromat; các iodat như natri iodat và kali iodat; periodat như natri periodat và kali periodat; peroxit của các kim loại kiềm hoặc các kim loại kiềm thổ như natri peroxit, kali peroxit, magiê peroxit, canxi peroxit và bari peroxit; và hydro peroxit hoặc các dẫn xuất của nó như hydro peroxit và natri percacbonat.

Đối với cacbonat, cacbonat có thể hòa tan bằng nước đã biết bất kỳ có thể được sử dụng. Ví dụ, cacbonat của kim loại kiềm như natri cacbonat và kali cacbonat có thể được sử dụng.

Cụ thể là, các chất oxy hóa được ưu tiên là peclorat, peroxit của kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ, và hydro peroxit hoặc các dẫn xuất của nó, và cacbonat được ưu tiên là natri cacbonat, đối với lý do mà màng oxit thiếc có thể được tạo ra liên tục và đầy đủ trên tấm thép.

Hàm lượng chất oxy hóa hoặc cacbonat của dung dịch được xử lý trước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 5 đến 30 g/L và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 10 đến 20 g/L do màng thiếc oxit có thể được tạo ra liên tục hoặc đầy đủ trên tấm thép.

Dung dịch xử lý trước có nhiệt độ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20°C đến 80°C và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C do nhiệt độ này cho phép màng oxit thiếc được tạo ra với trọng lượng phù thích hợp, nhờ đó ngăn sự thay đổi màu của lớp phủ.

Thời gian nhúng tấm thép được mạ trong dung dịch được xử lý trước tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 giây và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến

2 giây đối với cùng lý do nêu trên. Việc nhúng trong dung dịch được xử lý trước có thể tùy chọn tiếp theo rửa bằng nước.

Các điều kiện điện phân trong dung dịch được xử lý trước như sau: tấm thép dùng làm anốt, và cường độ dòng điện tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,0 đến 10,0 A/dm² và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3,0 đến 6,0 A/dm², đối với cùng lý do nêu trên. Thời gian ứng dụng dòng điện tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5 giây và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2 giây. Việc xử lý điện phân trong dung dịch được xử lý trước có thể tùy chọn tiếp theo rửa bằng nước.

Tấm thép dùng làm đồ chứa theo sáng chế thu được bằng phương pháp sản xuất theo sáng chế được sử dụng trong việc sản xuất các vật chứa khác nhau như đồ hộp kéo và đồ hộp sắt, đồ hộp thực phẩm và đồ uống.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được mô tả cụ thể dưới đây bằng các ví dụ. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

(Sản xuất tấm thép được mạ)

Các tấm thép được mạ được sản xuất bằng các phương pháp sau đây.

Tấm thép (tấm nền T4) có chiều dày là 0,22 mm được đưa vào tẩy nhòn bằng điện, được mạ bản niken với lượng niken kết tủa trên một mặt được thể hiện trong Bảng 5 sử dụng bể Watts, nhờ đó tạo ra các lớp mạ niken trên cả hai mặt của tấm thép. Sau đó, tấm thép được ủ ở nhiệt độ 700°C trong môi trường là 10 % thể tích H₂ + 90 % thể tích N₂ để khuếch tán và rỉ qua lớp mạ niken, nhờ đó tạo ra các lớp hợp kim niken-sắt (các lớp chứa niken) trên cả hai mặt của tấm thép (lượng kết tủa niken trên một mặt được thể hiện trong Bảng 5).

Sau đó, tấm thép thu được có các lớp chứa niken trên bề mặt của nó được mạ

bằng thiếc theo lượng kết tủa thiếc trên một mặt được thể hiện trên Bảng 5 sử dụng bề mạ thiếc, nhờ đó tạo ra các lớp thiếc trên cả hai mặt của tấm thép. Sau đó, tấm thép thu được được đưa vào xử lý làm nóng và làm nóng chảy ở nhiệt độ thấp hơn điểm nóng chảy của thiếc để tạo ra các lớp mạ trên cả hai mặt của tấm nền T4. Do đó, mỗi lớp mạ bao gồm lớp hợp kim niken-sắt, lớp hợp kim sắt-thiếc-niken và lớp thiếc được xếp chồng lần lượt từ mặt tấm thép được tạo ra trên cả hai mặt của tấm thép.

(Sản xuất vật liệu thử nghiệm của tấm thép dùng làm đồ chứa)

Mỗi vật liệu thử nghiệm của tấm thép dùng làm đồ chứa mà các lớp phủ của nó được tạo ra trên cả hai mặt của tấm thép được mạ được tạo ra bằng phương pháp sau đây.

(Quá trình xử lý trước)

Mỗi tấm thép được mạ được sản xuất được rửa bằng nước, và sau đó màng oxit thiếc được tạo ra cả hai mặt của tấm thép trong dung dịch được xử lý trước (dung môi: nước) với chế phẩm được thể hiện trong Bảng 1, ở nhiệt độ dung dịch xử lý thể hiện trên Bảng 4, dưới điều kiện nhúng (thời gian nhúng) hoặc các điều kiện điện phân anot (cường độ dòng điện, thời gian áp dụng dòng điện) thể hiện trên Bảng 4. Trong trường hợp mà không có màng oxit thiếc được tạo ra bằng quá trình xử lý trước, các khoảng trống thích hợp trong Bảng 4 được điền bằng "-."

(Quá trình tạo lớp phủ)

Sau đó, mỗi tấm thép được mạ thu được, mà đã trải qua hoặc chưa trải qua quá trình xử lý trước, được rửa bằng nước và được đưa vào xử lý điện phân catốt bằng cách sử dụng phương pháp xử lý (dung môi: nước) với nồng độ pH đến 4,0 và chế phẩm được thể hiện trên Bảng 2, tại nhiệt độ của phương pháp xử lý được thể

hiện trên Bảng 4, dưới các điều kiện điện phân (mật độ dòng điện, thời gian áp dụng dòng điện, cường độ lượng điện) được thể hiện trên Bảng 4.

(Quá trình nhúng sau)

Sau quá trình tạo lớp phủ, phần vật liệu thử nghiệm được nhúng riêng vào bể axit với chế phẩm được thể hiện trên Bảng 3, ở nhiệt độ theo phương pháp xử lý được thể hiện trên Bảng 4, trong thời gian nhúng được thể hiện trên Bảng 4. Trong trường hợp mà quá trình nhúng sau không được thực hiện, khoảng trống thích hợp trên Bảng 4 được điền là "-".

Sau quá trình nhúng sau, hoặc trong trường hợp mà quá trình nhúng sau không được thực hiện, sau quá trình tạo lớp phủ, tấm thép thu được được rửa bằng nước và được làm khô bằng cách phụt khí ở nhiệt độ trong phòng.

Sau đó, các vật liệu thử nghiệm của tấm thép dùng làm đồ chứa được sản xuất được đánh giá đối với độ bám màng, độ bám sơn, khả năng chống ăn mòn sau sự gắn màng, khả năng chống ăn mòn sau khi sơn, và hình dáng bên ngoài bằng các phương pháp dưới đây. Các kết quả được thể hiện trên Bảng 5 dưới đây.

Lượng điện khử đối với màng oxit thiếc, lượng kết tủa titan và niken của lớp phủ, trị số A, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti), và tỷ lệ trạng thái (OH/MO) được đo hoặc được tính bằng các phương pháp nêu trên. Năng lượng tự do bề mặt của mỗi lớp phủ được đo bằng phương pháp dưới đây. Các kết quả được thể hiện trên Bảng 5 dưới đây.

Trong trường hợp mà không có màng oxit thiếc được tạo ra bằng quá trình xử lý trước, các khoảng trống đối với lượng điện khử trên Bảng 5 được là "-". Các lượng điện khử được đo thực tế, và tất cả nhỏ hơn $1,0 \text{ mC/cm}^2$.

(Năng lượng tự do bề mặt (γ_s))

Khi góc tiếp xúc ở thời gian kho chất lỏng được nhỏ giọt trên bề mặt của mỗi

vật liệu thử nghiệm là θ , thành phần lực nhúng của năng lượng tự do bề mặt ở bề mặt của vật liệu thử nghiệm là γ_s^d , thành phần lực có cực của nó là γ_s^h , năng lượng tự do bề mặt của chất lỏng là γ_l , thành phần lực phân tán của nó là γ_l^d , và thành phần lực có cực là γ_l^h , sự liên quan sau đây được thỏa mãn.

$$\begin{aligned} & \gamma_l(1 + \cos\theta) / 2 \times (r_l^h)^{1/2} \\ & = (\gamma_s^d)^{1/2} \times (\gamma_l^d)^{1/2} / (\gamma_l^h)^{1/2} + (\gamma_s^h)^{1/2} \end{aligned}$$

Sử dụng năm loại chất lỏng mà năng lượng tự do bề mặt của nó được biết (ví dụ, γ_l , γ_l^h và γ_l^d đã biết) (có tên là, nước, glyxerin, formamit, etylen glycol và dietylen glycol), các góc tiếp xúc tĩnh thu được bằng các phương pháp đo góc tiếp xúc (kiểu CA-D, có từ Kyowa Interface Science Co., Ltd.) (độ ẩm tương đối: nằm trong khoảng từ 55% đến 66%; nhiệt độ: 20°C). Góc tiếp xúc θ được đo đối với mỗi kiểu trong số năm kiểu chất lỏng và các trị số γ_l , γ_l^h và γ_l^d của mỗi kiểu chất lỏng được chuyển thành công thức nêu trên để thu được γ_s^d và γ_s^h bằng cách bình phương nhỏ nhất nhờ đó tính năng lượng tự do bề mặt $\gamma_s (= \gamma_s^d + \gamma_s^h)$ (đơn vị: mN/m). Các năng lượng tự do bề mặt đối với năm kiểu chất lỏng được sử dụng theo cách đo được thể hiện trên Bảng 6.

(Độ bám màng)

Màng PET có tính thương mại (Melinex 850, được sản xuất bởi DuPont) được dính vào bề mặt của mỗi tấm thép dùng làm đồ chứa được sản xuất bằng liên kết nóng chảy do nhiệt ở áp suất cuộn là 4 kg/cm², tốc độ cung cấp tấm là 40 mpm và nhiệt độ bề mặt của tấm thép sau khi đi qua các cuộn là 160°C, và sau đó, mỗi tấm thép được làm nóng trong lò nung phân đoạn (và được duy trì ở nhiệt độ đích là 210°C trong thời gian 120 giây), nhờ đó tạo ra tấm thép được dát mỏng.

Tấm thép được dát mỏng được sản xuất (50mm chiều rộng x 50mm chiều dài)

được đưa vào việc thử nghiệm va đập DuPont bằng cách nhúng 1kg trọng lượng từ chiều cao là 25cm có sử dụng sự đục lỗ có bán kính góc lượn giữa mặt bên và mặt đầu là 4,7625 mm để cho phép mặt mà trên đó màng được dính vào có dạng lồi. Bốn mẫu được gia công do đó được tạo ra. Mỗi mẫu được đặt trong thiết bị lò thổi có mặt lồi hướng lên, được giữ trong môi trường trong lò nung ở nhiệt độ 130°C trong thời gian 30 phút, và lấy ra. Mức độ bong màng ở phần gia công được kiểm tra bằng mắt thường và đánh giá trên thang điểm từ một đến năm được thể hiện dưới đây. Trung bình các điểm của bốn mẫu (với một chữ số sau số thập phân) được sử dụng để đánh giá độ bám màng. Đối với việc sử dụng thực tế, điểm bằng 3,0 hoặc lớn hơn được đánh giá là độ bám màng ưu việt.

- 5: Không có hiện tượng bong xảy ra.
- 4: Hiện tượng bong xảy ra ở diện tích nhỏ hơn 5% diện tích của phần gia công.
- 3: Hiện tượng bong xảy ra ở diện tích là 5% hoặc lớn hơn nhưng nhỏ hơn 20% diện tích của phần gia công.
- 2: Hiện tượng bong xảy ra ở diện tích là 20% hoặc lớn hơn nhưng nhỏ hơn 50% diện tích của phần gia công.
- 1: Hiện tượng bong xảy ra ở diện tích là 50% hoặc lớn hơn diện tích của phần gia công.

(Độ bám sơn)

Sơn phenol epoxy được phủ lên mỗi mặt của mỗi tấm thép dùng làm đồ chứa như được sản xuất (100mm chiều rộng x 150mm chiều dài) và sau đó được nung tại nhiệt độ 210°C trong thời gian 10 phút để tạo ra lớp phủ sơn có trọng lượng phủ là 50 mg/dm². Sau đó, hai tấm thép dùng làm đồ chứa được tạo ra ở cùng các

điều kiện và được phủ bằng sơn được xếp chồng sao cho bề mặt sơn của chúng đối diện với nhau thông qua màng kết dính nilông, và được gắn kết với nhau ở áp suất là $2,94 \times 10^5$ Pa và nhiệt độ là 190°C với thời gian gắn kết nén là 30 giây. Sau đó, các tấm thép xếp chồng được tách thành các mẫu rộng 5 mm. Hai tấm thép dùng làm đồ chứa trong mỗi mẫu được tách khỏi nhau bằng cách sử dụng máy thử kéo căng để đo độ bền kéo cần thiết cho việc tách. Trung bình các phép đo của hai mẫu được đo theo tiêu chí sau. Đối với việc sử dụng thực tế, khi kết quả là A hoặc B, thì độ bám sơn được đánh giá là ưu việt.

A: Không nhỏ hơn 2,0 kgf (tương đương với độ bền căng của vật liệu được xử lý bằng cromat)

B: Không lớn hơn 1,0 kgf nhưng nhỏ hơn 2,0 kgf

C: Nhỏ hơn 1,0 kgf

(Khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng)

Màng PET có tính thương mại (Melinex 850, có từ DuPont) được dính vào bề mặt của mỗi tấm thép dùng làm đồ chứa được sản xuất bằng liên kết nóng chảy do nhiệt ở áp suất cuộn là 4 kg/cm^2 , tốc độ cung cấp tấm là 40 mpm và nhiệt độ bề mặt của tấm thép sau khi đi qua các cuộn là 160°C , và sau đó, mỗi tấm thép được làm nóng trong lò nung phân đoạn (và được duy trì ở nhiệt độ đích là 210°C trong thời gian 120 giây), nhờ đó tạo ra tấm thép được dát mỏng.

Tiếp theo việc cắt ngang được thực hiện, bằng dụng cụ cắt, trên bề mặt được gắn kết màng của tấm thép được dát mỏng (70mm chiều rộng x 40mm chiều dài) để độ sâu tiến đến nền thép (tấm thép). Tấm thép được dát mỏng có phần cắt ngang được nhúng trong dung dịch thử nghiệm mà là dung dịch chứa nước hỗn hợp chứa 1,5 % theo khối lượng axit xitric và 1,5 % theo khối lượng muối thường ở nhiệt độ

55°C trong thời gian 96 giờ. Việc nhúng tiếp theo là việc rửa và làm khô, và sau đó bằng giấy bóng kính được đưa lên bề mặt được gắn màng và sau đó bóc ra. Độ rộng phần bong màng (ví dụ, tổng độ rộng của các phần bong kéo dài ra bên phải và trái từ phần được cắt) được đo ở bốn vị trí nằm trong 10mm từ chỗ cắt của phần cắt ngang, và trung bình các phép đo ở bốn vị trí thu được. Trung bình của các độ rộng phần bong màng được xác định là "độ rộng ăn mòn" và được đánh giá theo tiêu chí sau. Đối với việc sử dụng thực tế, khi kết quả là A hoặc B, tấm thép dùng làm đồ chứa được đánh giá là có khả năng chống ăn mòn ưu việt.

A: Độ rộng ăn mòn nhỏ hơn 0,8mm

B: Độ rộng ăn mòn không nhỏ hơn 0,8mm nhưng nhỏ hơn 1,5mm

C: Độ rộng ăn mòn không nhỏ hơn 1,5mm nhưng nhỏ hơn 2,0mm

D: Độ rộng ăn mòn không nhỏ hơn 2,0mm

(Khả năng chống ăn mòn sau khi sơn)

Việc sơn phenol epoxy được phủ lên mỗi mặt của mỗi mặt của tấm thép dùng làm đồ chứa như được sản xuất (70mm chiều rộng x 40mm chiều dài) và sau đó được nung tại nhiệt độ 210°C trong thời gian 10 phút để tạo ra lớp phủ sơn có trọng lượng phủ là 50 mg/dm².

Tiếp theo, phần cắt ngang được tạo ra, bằng máy cắt, trên bề mặt được sơn của tấm thép dùng làm đồ chứa (tấm thép được sơn) để độ sâu tiến đến nền thép (tấm thép). Tấm thép được sơn có phần cắt ngang được nhúng trong dung dịch thử nghiệm mà là dung dịch chứa nước hỗn hợp chứa 1,5 % theo khối lượng axit xitric và 1,5 % theo khối lượng muối thường ở nhiệt độ 55°C trong thời gian 96 giờ. Việc nhúng tiếp theo là việc rửa và làm khô, và sau đó, bằng giấy bóng kính được đưa lên màng sơn và sau đó bóc ra. Độ rộng phần bong màng (ví dụ, tổng độ rộng của các

phần bong kéo dài ra bên phải và trái từ phần được cắt) được đo ở bốn vị trí nằm trong 10mm từ chỗ cắt của phần cắt ngang, và trung bình các phép đo ở bốn vị trí thu được. Trung bình của các độ rộng phần bong màng được xác định là "độ rộng ăn mòn" và được đánh giá theo tiêu chí sau. Đối với việc sử dụng thực tế, khi kết quả là A hoặc B, tấm thép dùng làm đồ chứa được đánh giá là có khả năng chống ăn mòn ưu việt.

A: Độ rộng ăn mòn nhỏ hơn 0,2mm

B: Độ rộng ăn mòn không nhỏ hơn 0,2mm nhưng nhỏ hơn 0,6mm

C: Độ rộng ăn mòn không nhỏ hơn 0,6mm nhưng nhỏ hơn 1,0mm

D: Độ rộng ăn mòn không nhỏ hơn 1,0mm

(Hình dáng bên ngoài)

Các tấm thép dùng làm đồ chứa ngay sau khi hoàn thành quá trình sản xuất (trong khoảng 60 phút hoàn thành quá trình sản xuất) được đánh giá với màu hơi nâu được biểu hiện trên các lớp phủ. Cụ thể hơn là, các trị số L của mỗi lớp phủ được đo bằng cách sử dụng SQ-2000 được sản xuất bởi Nippon Denshoku Industries Co., Ltd. và được đánh giá theo các tiêu chí sau đây. Khi kết quả là A hoặc B, thì màu của lớp phủ được đánh giá để được ngăn chặn, nghĩa là hình dáng bên ngoài ưu việt.

A: Trị số L không nhỏ hơn 75

B: Trị số L không nhỏ hơn 70 nhưng nhỏ hơn 75

C: Trị số L không nhỏ hơn 60 nhưng nhỏ hơn 70

D: Trị số L nhỏ hơn 60

Bảng 1

Loại dung dịch xử lý trước	Thành phần	g/L
P1	Natri percacbonat	10
P2	Hydro peroxit	10
P3	Natri peroxit	10
P4	Natri perclorat	15
P5	Natri cacbonat	10

Bảng 2

Loại dung dịch xử lý	Thành phần T _i		Thành phần N _i	
	Loại	Hàm lượng (mol/L)	Loại	Hàm lượng (mol/L)
T1	Kali hexaflotitanat	0,042	niken sulfat hexahydrat	0,0076
T2	Kali hexaflotitanat	0,042	niken sulfat hexahydrat	0,0152
T3	Kali hexaflotitanat	0,042	—	—
T4	Kali hexaflotitanat	0,042	niken sulfat hexahydrat	0,0114
T5	Axit hexaflotitanic	0,042	niken sulfat hexahydrat	0,0114
T6	Amoni hexaflotitanat	0,042	niken sulfat hexahydrat	0,0114
T7	Natri hexaflotitanat	0,042	iken sulfat hexahydrat	0,0114

Bảng 3

Loại bể axit	Thành phần axit	p H
A1	Axit Sulfuric	1,0
A2	Axit Sulfuric	3,0
A3	Axit Sulfuric	5,0
A4	Axit Nitric	3,0
A5	T1 trên Bảng 2	4,0

Bảng 4 (phần 1)

Vật liệu thử nghiệm số	Quá trình xử lý trước					Quá trình tạo lớp phủ					Quá trình nhúng sau			Ghi chú
	Loại dung dịch xử lý	Nhiệt độ dung dịch xử lý (°C)	Thời gian nhúng (giờ)	Cường độ dòng điện (A/dm ²)	Thời gian áp dòng điện (giờ)	Loại dung dịch xử lý	Nhiệt độ dung dịch xử lý (°C)	Cường độ dòng điện (A/dm ²)	Thời gian áp dòng điện (giờ)	Mật độ lượng điện (C/dm ²)	Loại dung dịch xử lý	Nhiệt độ dung dịch xử lý (°C)	Thời gian nhúng (giờ)	
1	—	—	—	—	—	T1	60	10,0	0,5	5,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
2	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
3	—	—	—	—	—	T1	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế
4	—	—	—	—	—	T1	60	80,0	0,2	16,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế
5	—	—	—	—	—	T1	60	100,0	0,2	20,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế
6	—	—	—	—	—	T2	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
7	—	—	—	—	—	T3	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
8	—	—	—	—	—	T4	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
9	—	—	—	—	—	T5	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
10	—	—	—	—	—	T6	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
11	—	—	—	—	—	T7	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế
12	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A2	60	0,5	Ví dụ sáng chế
13	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A3	60	0,5	Ví dụ sáng chế
14	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A4	60	0,5	Ví dụ sáng chế
15	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A5	60	0,1	Ví dụ sáng chế
16	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A5	60	0,2	Ví dụ sáng chế
17	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A5	60	0,5	Ví dụ sáng chế
18	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A5	60	1,0	Ví dụ sáng chế
19	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A5	60	2,0	Ví dụ sáng chế
20	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,2	4,0	A5	60	0,2	Ví dụ sáng chế
21	—	—	—	—	—	T1	60	50,0	0,2	10,0	A5	60	0,2	Ví dụ sáng chế
22	—	—	—	—	—	T1	60	100,0	0,2	20,0	A5	60	0,2	Ví dụ sáng chế

Bảng 4 (phần 2)

Vật liệu thử nghiệm số	Quá trình xử lý trước						Quá trình tạo lớp phủ						Quá trình nhúng sau			Ghi chú
	Loại dung dịch xử lý	Nhiệt độ dung dịch xử lý (°C)	Thời gian nhúng (giờ)	Cường độ dòng điện (A/dm ²)	Thời gian áp dòng điện (giờ)	Loại dung dịch xử lý	Nhiệt độ dung dịch xử lý (°C)	Cường độ dòng điện (A/dm ²)	Thời gian áp dụng dòng điện (giờ)	Mật độ lượng điện (C/dm ²)	Loại dung dịch xử lý	Nhiệt độ dung dịch xử lý (°C)	Thời gian nhúng (giờ)			
23	—	—	—	—	—	T2	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
24	—	—	—	—	—	T3	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
25	—	—	—	—	—	T4	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
26	—	—	—	—	—	T5	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
27	—	—	—	—	—	T6	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
28	—	—	—	—	—	T7	60	50,0	0,2	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
29	P1	50	0,5	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
30	P1	50	—	4,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
31	P1	50	—	8,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
32	P2	50	—	4,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
33	P3	50	—	4,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
34	P4	50	—	4,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
35	P5	50	0,5	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
36	P5	50	—	4,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
37	P5	50	—	8,0	0,5	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,5	Ví dụ sáng chế		
38	P5	50	—	4,0	0,5	T1	60	50,0	0,1	5,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
39	P5	50	—	4,0	0,5	T1	60	80,0	0,1	8,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
40	P5	50	—	4,0	0,5	T1	60	100,0	0,1	10,0	—	—	—	Ví dụ sáng chế		
41	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	—	—	—	Ví dụ so sánh		
42	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,3	6,0	A1	60	0,01	Ví dụ so sánh		
43	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	5,0	100,0	A1	60	0,5	Ví dụ so sánh		
44	—	—	—	—	—	T1	60	20,0	0,01	0,2	A1	60	0,5	Ví dụ so sánh		
45	—	—	—	—	—	T1	60	3,0	0,5	1,5	A1	60	0,5	Ví dụ so sánh		

Bảng 5 (Phần 1)

Vật liệu thử nghiệm số	Lớp mạ		Màng oxit thiếc	Lớp phủ							Kết quả đánh giá				Ghi chú
	Lượng kết tủa Ni (mg/m ²)	Lượng kết tủa Sn (g/m ²)		Lượng điện giải (mC/cm ²)	Lượng kết tủa Ti (mg/m ²)	Lượng kết tủa Ni (mg/m ²)	Trị số A	Tỷ lệ nguyên tử (F/Ti)	Tỷ lệ trạng thái (OH/MO)	γ s [mN/m]	Độ bám màng	Độ bám sơn	Khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng	Khả năng chống ăn mòn sau khi sơn	
1	70	0,8	—	6,2	1,1	25	0,05	0,60	52	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
2	70	0,8	—	7,1	1,0	23	0,06	0,52	55	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
3	70	0,8	—	8,2	0,9	22	0,06	0,53	54	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
4	70	0,8	—	8,3	0,8	15	0,03	0,30	62	5,0	B	A	A	B	Ví dụ sáng chế
5	70	0,8	—	8,3	0,7	10	0,02	0,27	65	5,0	B	A	A	B	Ví dụ sáng chế
6	70	0,8	—	7,1	1,0	23	0,06	0,50	56	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
7	70	0,8	—	7,2	0,0	22	0,05	0,56	57	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
8	70	0,8	—	7,4	1,0	23	0,04	0,50	51	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
9	70	0,8	—	7,3	1,0	24	0,05	0,62	53	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
10	70	0,8	—	7,1	1,0	22	0,07	0,60	55	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
11	70	0,8	—	7,2	1,0	23	0,06	0,48	59	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
12	70	0,8	—	7,2	1,0	22	0,05	0,64	55	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
13	70	0,8	—	7,4	1,0	23	0,06	0,59	57	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
14	70	0,8	—	7,3	1,0	24	0,05	0,50	59	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
15	70	0,8	—	7,5	0,8	28	0,09	0,69	43	4,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
16	70	0,8	—	7,2	0,7	27	0,07	0,65	49	4,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
17	70	0,8	—	7,3	1,1	22	0,06	0,52	53	5,0	B	B	B	B	Ví dụ sáng chế
18	70	0,8	—	7,1	0,5	15	0,03	0,33	61	5,0	A	A	A	B	Ví dụ sáng chế
19	70	0,8	—	7,2	0,6	8	0,01	0,25	68	5,0	A	A	A	B	Ví dụ sáng chế
20	70	0,8	—	7,4	0,6	25	0,06	0,53	57	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế
21	70	0,8	—	7,3	0,6	14	0,03	0,28	61	5,0	A	A	A	B	Ví dụ sáng chế
22	70	0,8	—	7,4	0,6	9	0,02	0,25	64	5,0	A	A	A	B	Ví dụ sáng chế

Bảng 5 (Phần 2)

Vật liệu thử nghiệm số	Lớp mạ		Màng oxit thiếc	Lớp phủ							Kết quả đánh giá					Ghi chú
	Lượng kết tủa Ni (mg/m ²)	Lượng kết tủa Sn (g/m ²)		Lượng kết tủa Ti (mg/m ²)	Lượng kết tủa Ni (mg/m ²)	Trị số A	Tỷ lệ nguyên tử (F/Ti)	Tỷ lệ trạng thái (OH/MO)	γ s [mN/m]	Độ bám màng	Độ bám sơn	Khả chống mòn sau khi gắn màng	Khả chống mòn khi sơn	Hình dáng bên ngoài		
23	70	0,8	—	7,6	0,5	21	0,04	0,63	57	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế	
24	70	0,8	—	7,5	0,0	15	0,05	0,57	56	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế	
25	70	0,8	—	7,4	0,5	14	0,06	0,54	55	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế	
26	70	0,8	—	7,3	0,7	17	0,05	0,50	58	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế	
27	70	0,8	—	7,4	0,8	18	0,06	0,42	59	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế	
28	70	0,8	—	7,6	0,9	15	0,07	0,62	51	5,0	A	B	B	B	Ví dụ sáng chế	
29	70	0,8	2,3	7,5	0,8	21	0,05	0,58	54	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
30	70	0,8	3,4	7,6	0,9	22	0,06	0,64	52	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
31	70	0,8	3,6	7,4	1,1	23	0,07	0,60	55	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
32	70	0,8	3,2	7,3	0,8	25	0,05	0,62	51	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
33	70	0,8	3,5	7,2	1,3	24	0,06	0,65	49	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
34	70	0,8	3,4	7,6	1,4	21	0,07	0,55	53	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
35	70	0,8	2,2	7,7	0,5	22	0,05	0,52	56	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
36	70	0,8	3,4	7,5	0,7	23	0,06	0,50	54	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
37	70	0,8	3,7	7,4	0,6	25	0,07	0,49	55	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
38	70	0,8	3,5	7,8	0,6	22	0,05	0,52	51	4,0	B	B	B	A	Ví dụ sáng chế	
39	70	0,8	3,2	7,4	0,5	14	0,03	0,35	62	4,0	B	A	A	A	Ví dụ sáng chế	
40	70	0,8	3,3	7,9	0,6	8	0,01	0,40	65	4,0	B	A	A	A	Ví dụ sáng chế	
41	70	0,8	—	7,5	0,8	52	0,50	1,10	25	3,0	B	C	C	B	Ví dụ so sánh	
42	70	0,8	—	7,4	0,9	41	0,40	0,74	32	3,0	B	C	C	B	Ví dụ so sánh	
43	70	0,8	—	78,1	0,6	25	0,09	0,58	54	1,0	D	C	C	D	Ví dụ so sánh	
44	70	0,8	—	0,5	0,05	21	0,08	0,65	51	1,0	D	D	D	A	Ví dụ so sánh	
45	70	0,8	—	7,5	6,0	46	0,60	0,89	28	1,0	D	D	D	B	Ví dụ so sánh	

Bảng 6

Loại chất lỏng	γ_l^d [mN/m]	γ_l^d [mN/m]	γ_l [mN/m]
Nước	21,5	50,3	71,8
Glyxerol	34,0	30,0	64,0
Formamit	39,5	18,7	58,2
Etylen glycol	32,8	15,2	48,0
Dietylen glycol	38,1	6,7	44,8

Như có thể xem từ các kết quả được thể hiện trên các Bảng từ 1 đến 5, xác nhận là độ bám màng, độ bám sơn, khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng, và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn ưu việt trong bất kỳ các Ví dụ sáng chế (vật liệu thử nghiệm số từ 1 đến 40).

Các kết quả cũng được bộc lộ rằng, trong các ví dụ sáng chế (vật liệu thử nghiệm số từ 29 đến 40) mà trong mỗi ví dụ mà màng oxit thiếc bị khử ở lượng điện giảm nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 mC/cm², hình dáng bên ngoài ưu việt hơn.

Ngược lại, trong các ví dụ so sánh (vật liệu thử nghiệm số 41 và 42) trong mỗi ví dụ mà trị số A lớn hơn 30, tỷ lệ nguyên tử (F/Ti) không lớn hơn 0,10, và tỷ lệ trạng thái (OH/MO) không nhỏ hơn 0,70, khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn kém.

Trong các ví dụ so sánh (vật liệu thử nghiệm số 43 và 44) trong mỗi ví dụ mà lượng kết tủa titan của lớp phủ không nằm trong khoảng không nhỏ hơn 1,0 mg/m² và nhỏ hơn 60,0 mg/m², độ bám màng, độ bám sơn, khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng, và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn kém.

Trong các ví dụ so sánh (vật liệu thử nghiệm số 45) mà trong đó lượng kết tủa niken không nằm trong khoảng từ 0,1 đến 3,0 mg/m², trị số A lớn hơn 30, tỷ lệ

nguyên tử (F/Ti) không lớn hơn 0,10, và tỷ lệ trạng thái (OH/MO) không nhỏ hơn 0,70, độ bám màng, độ bám sơn, khả năng chống ăn mòn sau khi gắn màng và khả năng chống ăn mòn sau khi sơn kém.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Tấm thép dùng làm đồ chứa bao gồm: tấm thép được mạ có lớp mạ mà bao gồm lớp thiếc và phủ ít nhất một phần bề mặt tấm thép; và lớp phủ được phủ trên bề mặt tấm thép được mạ ở mặt lớp mạ,

trong đó lớp phủ chứa titan và có lượng kết tủa trên một mặt tấm thép được mạ không nhỏ hơn $1,0 \text{ mg/m}^2$ nhưng nhỏ hơn $60,0 \text{ mg/m}^2$ theo lượng titan, và trị số A không lớn hơn 30, trị số A được xác định bằng công thức (1):

$$A = [(Ti_0 - Ti_A) / Ti_0] \times 100 \dots (1)$$

(trong đó Ti_0 lượng kết tủa (đơn vị: mg/m^2) của lớp phủ trên một mặt của tấm thép được mạ theo lượng titan, và Ti_A là lượng kết tủa (đơn vị: mg/m^2) của lớp phủ trên một mặt tấm thép được mạ theo lượng titan sau khi nhúng trong dung dịch natri hydroxit chứa nước ở nhiệt độ 50°C trong thời gian 10 phút), và

trong đó tỷ lệ nguyên tử giữa flo và titan (F/Ti) lớn hơn 0,00 nhưng nhỏ hơn 0,10 ở bề mặt ngoài cùng của lớp phủ.

2. Tấm thép dùng làm đồ chứa theo điểm 1, trong đó, khi tỷ lệ (đơn vị: %) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxy cấu thành nên hydroxit được thể hiện bằng công thức OH, và tỷ lệ (đơn vị: %) của oxy mà có mặt trong lớp phủ là oxit cấu thành oxit kim loại được thể hiện bằng công thức MO, tỷ lệ được thể hiện bằng công thức OH/MO nhỏ hơn 0,70.

3. Tấm thép dùng làm đồ chứa theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lớp phủ có năng lượng tự do bề mặt nhỏ hơn 40 mN/m .

4. Tấm thép dùng làm đồ chứa theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lớp phủ chứa niken và có lượng kết tủa trên một mặt tấm thép được mạ nằm trong khoảng từ 0,1 đến $3,0 \text{ mg/m}^2$ theo lượng niken.

5. Tấm thép dùng làm đồ chứa theo điểm 1 hoặc 2, trong đó lớp mạ còn bao gồm ít nhất một lớp được chọn từ nhóm bao gồm lớp niken, lớp hợp kim niken-sắt, lớp hợp kim sắt-thiếc và lớp hợp kim sắt-thiếc-niken.
6. Tấm thép dùng làm đồ chứa theo điểm 1 hoặc 2, trong đó màng oxit thiếc chứa oxit thiếc được tạo ra giữa lớp mạ và lớp phủ, và lượng điện cần thiết để khử oxit thiếc nằm trong khoảng từ 2,0 đến 5,0 mC/cm².