



(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)



1-0032649

(51)⁷ C23C 22/00; B32B 15/18; C21D 9/46; (13) B
H01F 1/18; C23C 22/12; C23C 22/20;
C23C 22/22; C23C 22/74; B32B 15/04;
C23C 22/08

(21) 1-2017-02346

(22) 21/12/2015

(86) PCT/JP2015/085643 21/12/2015

(87) WO 2016/104407 A1 30/06/2016

(30) 2014-266747 26/12/2014 JP

(45) 25/07/2022 412

(43) 25/10/2017 355A

(73) NIPPON STEEL CORPORATION (JP)

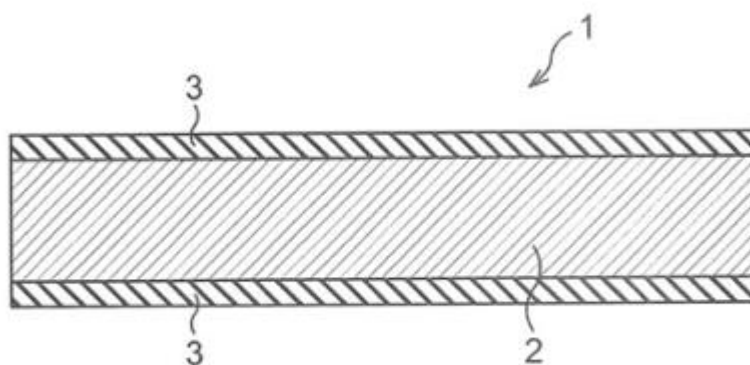
6-1, Marunouchi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8071 Japan

(72) YAMAZAKI, Shuichi (JP); TAKAHASHI, Masaru (JP); TAKEDA, Kazutoshi (JP);
FUJII, Hiroyasu (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) THÉP TẤM KỸ THUẬT ĐIỆN

(57) Sáng chế đề cập đến thép tấm kỹ thuật điện (1) bao gồm vật liệu nền (2) của thép kỹ thuật điện, và màng cách điện (3) được tạo ra trên bề mặt của vật liệu nền (2). Màng cách điện (3) chứa phosphat của một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Zn, Mg và Ca. Tỷ lệ của lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử Fe so với lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử P trong màng cách điện (3) là lớn hơn 0,1 và không lớn hơn 0,65.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến thép tấm kỹ thuật điện.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thép tấm kỹ thuật điện được sử dụng hoặc được vận chuyển trong điều kiện môi trường ăn mòn. Ví dụ, thép tấm kỹ thuật điện được sử dụng ở những vùng nóng và ẩm hoặc được vận chuyển qua biển. Trong quá trình vận chuyển qua biển, một lượng lớn muối bay lên. Do đó, thép tấm kỹ thuật điện cần có tính chống gỉ. Để có được tính chống gỉ, màng cách điện được tạo ra trên bề mặt của thép tấm kỹ thuật điện. Một ví dụ về màng cách điện là màng cách điện trên cơ sở crômit. Mặc dù màng cách điện trên cơ sở crômit bộc lộ tính chống gỉ tốt, nhưng crôm có hóa trị sáu được dùng làm nguyên liệu thô của màng cách điện trên cơ sở crômit là chất gây ung thư. Do đó, cần phát triển màng cách điện có thể được tạo ra mà không dùng crôm có hóa trị sáu làm nguyên liệu thô.

Các ví dụ về màng cách điện có thể được tạo ra mà không dùng crôm có hóa trị sáu làm nguyên liệu thô bao gồm màng cách điện trên cơ sở phosphat, màng cách điện trên cơ sở silic đioxit, và màng cách điện trên cơ sở zi-ri-cô-ni (các tài liệu sáng chế từ 1 đến 12). Tuy nhiên, với các màng cách điện này, không thể đạt được tính chống gỉ ở mức giống với màng cách điện trên cơ sở crômit. Mặc dù tính chống gỉ được cải thiện bằng cách làm dày màng cách điện, nhưng màng cách điện càng dày thì tính chịu hàn và đặc tính tráng càng giảm.

Danh sách tài liệu viện dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 53-028375

Tài liệu sáng chế 2: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 05-078855

Tài liệu sáng chế 3: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 06-330338

Tài liệu sáng chế 4: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 11-131250

Tài liệu sáng chế 5: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 11-152579

Tài liệu sáng chế 6: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2001-107261

Tài liệu sáng chế 7: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-047576

Tài liệu sáng chế 8: Tài liệu công bố quốc tế số 2012/057168

Tài liệu sáng chế 9: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-47576

Tài liệu sáng chế 10: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2008-303411

Tài liệu sáng chế 11: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-249881

Tài liệu sáng chế 12: Công bố đơn sáng chế Nhật Bản số 2002-317277

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Mục đích của sáng chế là đề xuất thép tấm kỹ thuật điện có thể có được tính chống gỉ tốt mà không dùng crôm có hóa trị sáu làm nguyên liệu thô của màng cách điện.

Giải pháp cho vấn đề

Các tác giả sáng chế đã nghiên cứu một cách nghiêm túc để giải quyết vấn đề nêu ở trên. Kết quả là, đã phát hiện ra rằng tính chống gỉ tốt đạt được khi mối tương quan giữa lượng tính bằng phân tử gam của P và lượng tính bằng phân tử gam của Fe được chứa trong màng cách điện là đặc trưng. Cũng đã phát hiện ra rằng việc dùng dung dịch phủ chứa chất tạo chelat là quan trọng để tạo ra màng cách điện.

Các tác giả sáng chế đã đạt được các khía cạnh của sáng chế được mô tả dưới đây theo kết quả của các nghiên cứu nghiêm túc hơn nữa dựa trên các phát hiện nêu ở trên.

(1)

Thép tấm kỹ thuật điện bao gồm:

vật liệu nền của thép kỹ thuật điện; và

màng cách điện được tạo ra trên bề mặt của vật liệu nền,

trong đó, màng cách điện chứa phosphat của một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Zn, Mg và Ca, và

trong đó, tỷ lệ của lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử Fe so với lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử P trong màng cách điện là lớn hơn 0,1 và không lớn hơn 0,65.

(2)

Thép tấm kỹ thuật điện theo điểm (1), trong đó, màng cách điện chứa nhựa hữu cơ.

Hiệu quả đạt được bởi sáng chế

Theo sáng chế, có thể đạt được tính chống gỉ tốt mà không dùng crôm có hóa trị sáu làm nguyên liệu thô của màng cách điện vì mối tương quan giữa lượng tính bằng phân tử gam của P và lượng tính bằng phân tử gam của Fe được chứa trong màng cách điện là đặc trưng. Điều này có thể tránh được sự giảm tính chịu hàn và đặc tính trám đi cùng với sự tăng chiều dày của màng cách điện.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig.1 là hình vẽ mặt cắt ngang minh họa kết cấu của thép tấm kỹ thuật điện theo phương án của sáng chế;

Fig.2A là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi nồng độ natri clorua là 1,0% khối lượng;

Fig.2B là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi nồng độ natri clorua là 0,3% khối lượng;

Fig.2C là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi nồng độ natri clorua là 0,1% khối lượng;

Fig.2D là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi nồng độ natri clorua là 0,03% khối lượng;

Fig.2E là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi nồng độ natri clorua là 0,01% khối lượng;

Fig.3A là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ không chứa chất tạo chelat; và

Fig.3B là hình vẽ minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm tính chống gỉ khi màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ chứa chất tạo chelat.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, một phương án của sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết có dựa vào các hình vẽ kèm theo. Fig.1 là hình vẽ mặt cắt ngang minh họa kết cấu của thép tấm kỹ thuật điện theo phương án của sáng chế.

Như được minh họa trên Fig.1, thép tấm kỹ thuật điện 1 theo phương án của sáng chế bao gồm vật liệu nền 2 của thép kỹ thuật điện và màng cách điện 3 được tạo ra trên bề mặt của vật liệu nền 2. Vật liệu nền 2 bao gồm hợp phần thích hợp với thép tấm kỹ thuật điện định hướng theo hạt hoặc thép tấm kỹ thuật điện không định hướng.

Màng cách điện 3 chứa phosphat của một hoặc nhiều nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Zn, Mg và Ca. Tỷ lệ của lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử Fe so với lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử P trong màng cách điện 3 là lớn hơn 0,1 và không lớn hơn 0,65. Sau đây, "tỷ lệ mol Fe/P" đôi khi có nghĩa là tỷ lệ của lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử Fe so với lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các nguyên tử P, và M đôi khi có nghĩa là Al, Zn, Mg hoặc Ca hoặc bất kỳ sự kết hợp nào của chúng.

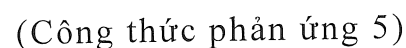
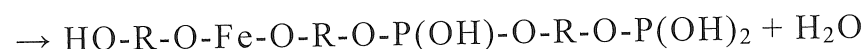
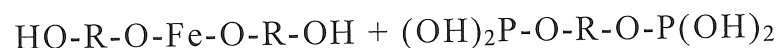
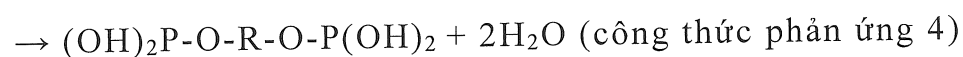
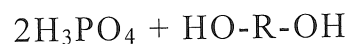
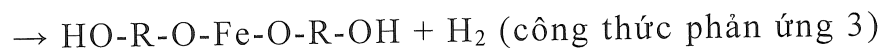
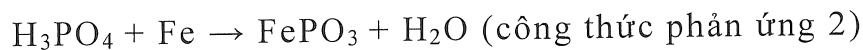
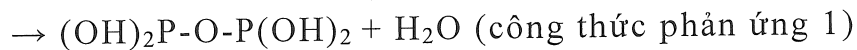
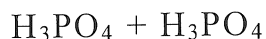
Màng cách điện 3 có tỷ lệ mol Fe/P nêu ở trên thì đặc hơn và có tính chống gỉ tốt hơn so với màng cách điện ở thép tấm kỹ thuật điện thông thường. Do đó, theo thép tấm kỹ thuật điện 1, tính chống gỉ tốt có thể đạt được mà không làm giảm tính chịu hàn và đặc tính tráng mà không dùng crom có hóa trị sáu làm nguyên liệu thô của màng cách điện 3.

Với tỷ lệ mol Fe/P cao hơn, màng cách điện 3 biểu hiện tính chịu nước tốt hơn, và khi tỷ lệ mol Fe/P là 0,1 hoặc thấp hơn, tính chịu nước đầy đủ không thể đạt được. Do đó, tỷ lệ mol Fe/P là lớn hơn 0,1. Mặt khác, khi tỷ lệ mol Fe/P là lớn hơn 0,65, màng cách điện 3 có khả năng bị nứt, và nước đôi khi đi vào từ vết nứt này. Do đó, tỷ lệ mol Fe/P là 0,65 hoặc thấp hơn.

Chẳng hạn, tỷ lệ mol Fe/P có thể được xác định như sau. Thép tấm kỹ thuật điện được nhúng chìm, ví dụ, trong dung dịch nước NaOH ở nhiệt độ 80°C và nồng độ 20% khối lượng trong thời gian 30 phút để hòa tan màng cách điện trong dung dịch nước NaOH. Mỗi lượng tính bằng phân tử gam (mol) của Fe và P được chứa trong dung dịch nước NaOH được định lượng bằng phép phân tích plasma ghép cặp cảm ứng (inductively coupled plasma – ICP). Tỷ lệ mol Fe/P của màng cách điện được tính toán từ các lượng mol này.

Tiếp theo, phương pháp sản xuất thép tấm kỹ thuật điện 1 sẽ được mô tả. Phương pháp này bao gồm bước ứng dụng dung dịch phủ chứa phosphat của kim loại nhiều hóa trị chứa M, chất tạo chelat và nước cho vật liệu nền của thép kỹ thuật điện, và nung dung dịch phủ. Nước với tổng nồng độ của các ion Ca và các ion Mg là 100ppm hoặc thấp hơn được dùng làm nước trong dung dịch phủ. Các ví dụ về phosphat của kim loại nhiều hóa trị bao gồm nhôm monophosphat, kẽm monophosphat, magiê monophosphat, và canxi monophosphat. Sau đây, nhôm phosphat, kẽm phosphat, magiê phosphat, và canxi phosphat lần lượt tương ứng với nhôm monophosphat, kẽm monophosphat, magiê monophosphat, và canxi monophosphat.

Trong bước nung dung dịch phủ, các đầu phosphat được liên kết ngang bởi phản ứng khử nước/ngưng tụ để tạo thành màng cách điện. Các ví dụ về công thức phản ứng của phản ứng khử nước/ngưng tụ như sau. Chất tạo chelat được viết dưới dạng "HO-R-OH".



Như được mô tả ở trên, khi dung dịch phủ không chứa chất tạo chelat được dùng, phản ứng liên kết ngang của riêng các phosphat theo công thức phản ứng 1 và phản ứng hòa tan sắt bằng phosphat theo công thức phản ứng 2 xảy ra. Khi dung dịch phủ chứa chất tạo chelat được dùng, phản ứng giữa chất tạo chelat và sắt theo công thức phản ứng 3, phản ứng liên kết ngang của phosphat giữ chất tạo chelat theo công thức phản ứng 4, và phản ứng liên kết ngang của phosphat giữ sắt và chất tạo chelat theo công thức phản ứng 5 xảy ra thay cho công thức phản ứng 2. Kết cấu liên kết ngang của phosphat do các phản ứng theo các công thức phản ứng từ 3 đến 5 khiến cho màng cách điện đặc hơn để cải thiện tính chống gỉ.

Đối với chất tạo chelat, ví dụ, chất tạo chelat trên cơ sở axit oxycarbonic, axit dicarboxylic hoặc axit phosphonic được dùng. Các ví dụ về chất tạo chelat trên cơ sở axit oxycarbonic bao gồm axit malic, axit glycolic và axit lactic. Các ví dụ về chất tạo chelat trên cơ sở axit dicarboxylic bao gồm axit oxalic, axit malonic và axit succinic. Các ví dụ về chất tạo chelat trên cơ sở axit phosphonic bao

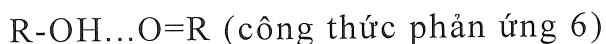
gồm axit aminotrimetylen phosphonic, axit hydroxyetyliđen monophosphonic, và axit hydroxyetyliđen điphosphonic.

Hàm lượng chất tạo chelat được chứa trong dung dịch phủ nằm trong khoảng từ 1% khối lượng đến 30% khối lượng so với khối lượng của màng cách điện sau khi nung. Khi hàm lượng chất tạo chelat thấp hơn 1% khối lượng, một lượng lớn FePO_3 không liên kết ngang được tạo ra bởi phản ứng theo công thức phản ứng 2, khi tỷ lệ mol Fe/P là lớn hơn 0,65, tính chống gỉ giảm đi do sự nứt màng cách điện. Khi hàm lượng chất tạo chelat là 1% khối lượng hoặc cao hơn, các phản ứng liên kết ngang theo các công thức phản ứng từ 3 đến 5 xảy ra khiến cho màng cách điện đặc hơn, cải thiện tính chống gỉ. Theo đó, hàm lượng chất tạo chelat là 1% khối lượng hoặc lớn hơn so với khối lượng của màng cách điện sau khi nung. Mặt khác, khi hàm lượng chất tạo chelat là lớn hơn 30% khối lượng, sự thụ động hóa bề mặt vật liệu nền xảy ra do chất tạo chelat làm ngăn phản ứng theo công thức phản ứng 3, kết quả là tỷ lệ mol Fe/P thấp hơn 0,1, khiến cho kết cấu liên kết ngang giữ Fe không phát triển. Theo đó, hàm lượng chất tạo chelat là 30% khối lượng hoặc thấp hơn so với khối lượng của màng cách điện sau khi nung.

Chất tạo chelat là một hợp chất có hoạt tính nhưng một khi đã phản ứng với kim loại thì trở nên ổn định về mặt năng lượng và không biểu lộ hoạt tính một cách đầy đủ nữa. Theo đó, để giữ hoạt tính của chất tạo chelat ở mức cao, kim loại khác với kim loại được chứa trong phosphat được ngăn không cho phản ứng với chất tạo chelat trước khi việc nung dung dịch phủ được hoàn thành. Do đó, tốt hơn là nồng độ của các ion kim loại có khả năng phản ứng với chất tạo chelat cao trong nước là thấp. Các ví dụ về ion kim loại này bao gồm ion Ca và ion Mg. Khi tổng nồng độ của các ion Ca ion và các ion Mg là lớn hơn 100ppm, hoạt tính của chất tạo chelat giảm đi. Do đó, tổng nồng độ của các ion Ca và các ion Mg là 100ppm hoặc thấp hơn, và tốt hơn nữa là 70ppm hoặc thấp hơn. Hàm lượng các ion kim loại kiềm thổ

khác với các ion Ca và các ion Mg là càng nhỏ càng tốt.

Chất tạo chelat chứa nhóm hydroxyl ở cuối, và có khả năng đem theo trạng thái liên kết (liên kết hydro) được thể hiện bằng công thức phản ứng 6.



Khi mức độ liên kết (mức độ của liên kết hydro) của nhóm hydroxyl trong chất tạo chelat tăng lên, các phản ứng liên kết ngang được thể hiện bằng các công thức phản ứng từ 3 đến 5 hầu như không xảy ra. Do đó, việc sử dụng dung dịch phủ tốt hơn là được thực hiện để khiến cho mức độ liên kết càng thấp càng tốt. Ví dụ, trong trường hợp sử dụng bằng cách dùng trực lăn (bao bằng cách lăn), tốt hơn là ứng dụng dung dịch phủ trong khi truyền ứng suất trượt vào dung dịch phủ để làm giảm mức độ liên kết của chất tạo chelat. Việc làm giảm đường kính của trục lăn và tăng tốc độ chuyển động vật liệu nền có thể đem lại ứng suất trượt thích hợp cho việc làm giảm bớt trạng thái liên kết. Ví dụ, tốt hơn là dùng trục lăn có đường kính 700mm hoặc nhỏ hơn và đặt tốc độ chuyển động của vật liệu nền ở 60m/phút hoặc lớn hơn, và tốt hơn nữa là dùng trục lăn có đường kính 500mm hoặc nhỏ hơn và đặt tốc độ chuyển động của vật liệu nền ở 70m/phút hoặc lớn hơn.

Việc nung dung dịch phủ được thực hiện ở nhiệt độ 250°C hoặc cao hơn, tốc độ làm nóng (tốc độ làm nóng thứ nhất) từ nhiệt độ của vật liệu nền khi sử dụng, ví dụ, nhiệt độ trong phòng khoảng 30°C, đến 100°C là 8°C/giây hoặc cao hơn, và tốc độ làm nóng (tốc độ làm nóng thứ hai) từ 150°C đến 250°C thấp hơn tốc độ làm nóng thứ nhất. Nhiệt độ khi sử dụng hầu như bằng nhiệt độ của dung dịch phủ.

Việc tiến hành liên kết chất tạo chelat được mô tả ở trên không xảy ra nữa nếu khả năng chảy của dung dịch phủ bị mất đi. Theo đó, để khiến cho mức độ liên kết càng thấp càng tốt, tốt hơn là tăng tốc độ làm nóng thứ nhất lên tới điểm sôi của nước (100°C). Khi tốc độ làm nóng thứ nhất thấp hơn 8°C/giây, mức độ liên kết của chất tạo

chelate nhanh chóng tăng lên trong quá trình tăng nhiệt độ để khiến cho các phản ứng liên kết ngang được thể hiện bằng các công thức phản ứng từ 3 đến 5 hầu như không xảy ra. Do đó, tốc độ làm nóng thứ nhất là $8^{\circ}\text{C}/\text{giây}$ hoặc cao hơn.

Các phản ứng liên kết ngang giữa phosphat và chất tạo chelat theo công thức phản ứng 1 và các công thức phản ứng từ 3 đến 5 và sự phân hủy chất tạo chelat xảy ra ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 150°C đến 250°C . Do đó, bằng cách làm giảm tốc độ làm nóng thứ hai từ 150°C đến 250°C , có thể tăng tốc các phản ứng liên kết ngang đồng thời ngăn chặn sự phân hủy chất tạo chelat. Các phản ứng liên kết ngang sử dụng chất tạo chelat bị ảnh hưởng bởi mức độ phản ứng của chất tạo chelat nêu ở trên. Theo đó, khi tốc độ làm nóng thứ nhất cao và mức độ liên kết của chất tạo chelat thấp, các phản ứng theo các công thức phản ứng từ 3 đến 5 có thể được tăng tốc ngay cả khi tốc độ làm nóng thứ hai được tăng lên. Ngược lại, khi tốc độ làm nóng thứ nhất thấp và mức độ liên kết của chất tạo chelat cao, các phản ứng theo các công thức phản ứng từ 3 đến 5 không thể được tiến hành một cách đầy đủ trừ khi tốc độ làm nóng thứ hai được giảm đi. Từ nghiên cứu của các tác giả sáng chế, đã phát hiện ra rằng khi tốc độ làm nóng thứ nhất là $8^{\circ}\text{C}/\text{giây}$ hoặc cao hơn và tốc độ làm nóng thứ hai thấp hơn tốc độ làm nóng thứ nhất, các phản ứng theo các công thức phản ứng từ 3 đến 5 tiến hành theo mức độ liên kết của chất tạo chelat và tính chống gỉ tốt có thể đạt được. Tuy nhiên, khi tốc độ làm nóng thứ hai vô cùng cao, ví dụ, cao hơn $18^{\circ}\text{C}/\text{giây}$, các phản ứng theo các công thức phản ứng từ 3 đến 5 không thể diễn ra ngay cả khi tốc độ làm nóng thứ nhất là $8^{\circ}\text{C}/\text{giây}$ hoặc cao hơn, do đó tính chống gỉ tốt không thể đạt được. Do đó, tốc độ làm nóng thứ hai là $18^{\circ}\text{C}/\text{giây}$ hoặc thấp hơn. Mặt khác, với tốc độ làm nóng thứ hai thấp hơn, năng suất trở nên thấp hơn, đáng chú ý ở mức thấp hơn $5^{\circ}\text{C}/\text{giây}$. Do đó, tốc độ làm nóng thứ hai tốt hơn là $5^{\circ}\text{C}/\text{giây}$ hoặc cao hơn.

Thép tấm kỹ thuật điện 1 có thể được sản xuất thông qua việc

sử dụng dung dịch phủ cho vật liệu nền của thép kỹ thuật điện và nung dung dịch phủ.

Dung dịch phủ có thể chứa nhựa hữu cơ. Nhựa hữu cơ được chứa trong dung dịch phủ có tác dụng ngăn chặn sự mài mòn của khuôn đột. Do đó, việc sử dụng dung dịch phủ chứa nhựa hữu cơ cải thiện khả năng gia công đột lỗ của thép tấm kỹ thuật điện. Nhựa hữu cơ tốt hơn là được dùng ở dạng nhũ tương hữu cơ phân tán được trong nước. Trong trường hợp nhũ tương hữu cơ phân tán được trong nước được dùng, các ion kim loại kiềm thổ như các ion Ca, các ion Mg được chứa trong đó càng ít càng tốt. Các ví dụ về nhựa hữu cơ bao gồm nhựa acrylic, nhựa acrylic styren, nhựa alkyl, nhựa polyeste, nhựa silicon, nhựa flocacbon, nhựa polyolefin, nhựa styren, nhựa vinyl axetat, nhựa epoxy, nhựa phenol, nhựa uretan, và nhựa melamin.

Tiếp theo, tác dụng của chất tạo chelat sẽ được mô tả.

Khi dung dịch phủ không chứa chất tạo chelat được dùng để tạo ra màng cách điện, phosphat và chất tạo chelat phản ứng cực mạnh dẫn đến tỷ lệ mol Fe/P lớn hơn 0,65. Như được mô tả ở trên, khi tỷ lệ mol Fe/P là lớn hơn 0,65, màng cách điện có khả năng bị nứt. Mặt khác, việc sử dụng dung dịch phủ chứa chất chống ăn mòn có thể ngăn chặn phản ứng nêu ở trên, nhưng trong trường hợp này tỷ lệ mol Fe/P trở thành 0,1 hoặc thấp hơn, do đó, không thể đạt được tính chịu nước một cách đầy đủ.

Ngược lại, khi màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ chứa chất tạo chelat, hợp chất của Fe và chất tạo chelat được tạo ra ở khoảng nhiệt độ tương đối thấp ở giai đoạn ban đầu của quá trình nung, sau đó hợp chất này bị phân hủy ở khoảng nhiệt độ tương đối cao, và Fe được giữ lại trong màng cách điện. Fe được giữ lại trong màng cách điện góp phần cải thiện tính chống gỉ.

Ở đây, phương pháp đánh giá tính chống gỉ sẽ được mô tả.

Các ví dụ về thử nghiệm đánh giá tính chống gỉ của thép tấm kỹ thuật điện bao gồm thử nghiệm tủ ẩm được quy định trong JIS K 2246

và thử nghiệm phun muối được quy định trong JIS Z 2371. Tuy nhiên, do các môi trường ăn mòn trong các thử nghiệm này rất khác so với môi trường ăn mòn mà thép tấm kỹ thuật điện bị gỉ, nên tính chống gỉ của thép tấm kỹ thuật điện không thể được đánh giá một cách thích hợp bằng các thử nghiệm này.

Do đó, các tác giả sáng chế đã nghiên cứu phương pháp có thể đánh giá một cách thích hợp tính chống gỉ trong môi trường ăn mòn mà thép tấm kỹ thuật điện bị gỉ. Kết quả là, đã phát hiện ra rằng phương pháp sau đây có thể đánh giá một cách thích hợp tính chống gỉ. Trong phương pháp này, các giọt nhỏ chất lỏng của các dung dịch natri clorua có nồng độ khác nhau được bám với lượng 0,5 μ l vào bề mặt của thép tấm kỹ thuật điện có màng cách điện và được sấy khô, và thép tấm kỹ thuật điện được giữ trong không khí ở nhiệt độ và độ ẩm không đổi ở nhiệt độ 50°C và độ ẩm tương đối (relative humidity – RH) 90% trong thời gian 48 giờ. Thiết bị đo nhiệt - ẩm có thể được dùng. Sau đó, sự có mặt hay không có mặt của gỉ được quan sát, và nồng độ của dung dịch natri clorua mà ở nồng độ này thép tấm kỹ thuật điện không bị gỉ được xác định. Tính chống gỉ được đánh giá dựa trên nồng độ của dung dịch natri clorua mà ở nồng độ này gỉ không xuất hiện.

Cụ thể là, theo phương pháp này, sau khi gắn và sấy khô các giọt nhỏ chất lỏng của dung dịch natri clorua, thép tấm kỹ thuật điện được tiếp xúc với không khí ẩm. Quy trình này tương tự với môi trường ăn mòn mà thép tấm kỹ thuật điện được tiếp xúc. Trong môi trường ăn mòn này, muối bám chặt vào bề mặt của thép tấm kỹ thuật điện trong quá trình lưu kho, vận chuyển và sử dụng và sau đó muối tan ra do sự tăng độ ẩm. Nồng độ dung dịch natri clorua càng cao, lượng natri clorua còn lại sau khi sấy khô càng lớn và gỉ càng có nhiều khả năng được tạo ra. Do đó, bằng cách quan sát trong khi làm giảm từng bước nồng độ dung dịch natri clorua, và xác định rõ nồng độ mà ở nồng độ đó gỉ không tạo ra (sau đây, đôi khi được gọi là “nồng độ natri clorua

giới hạn”), tính chống gỉ trong môi trường ăn mòn mà thép tấm kỹ thuật điện được tiếp xúc trên thực tế có thể được đánh giá một cách thích hợp dựa trên nồng độ natri clorua giới hạn.

Từ Fig.2A đến Fig.2E minh họa các ví dụ về kết quả thử nghiệm của phương pháp nêu ở trên. Trong thử nghiệm này, nồng độ natri clorua là 1,0% khối lượng (Fig.2A), 0,3% khối lượng (Fig.2B), 0,1% khối lượng (Fig.2C), 0,03% khối lượng (Fig.2D), hoặc 0,01% khối lượng (Fig.2E). Như được minh họa trên các hình vẽ từ Fig.2A đến Fig.2E, gỉ được quan sát khi nồng độ natri clorua là 1% khối lượng, 0,3% khối lượng, 0,1% khối lượng, hoặc 0,03% khối lượng, và gỉ được quan sát khi nồng độ natri clorua là 0,01% khối lượng. Do đó, nồng độ natri clorua giới hạn của thép tấm kỹ thuật điện là 0,01% khối lượng. Các tác giả sáng chế đã xác nhận rằng tình trạng gỉ hiếm khi thay đổi ngay cả khi thời gian giữ trong không khí ở điều kiện nhiệt độ và độ ẩm không thay đổi là hơn 48 giờ.

Fig.3A minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm bằng phương pháp nêu ở trên đối với thép tấm kỹ thuật điện có màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ không chứa chất tạo chelat, và Fig.3B minh họa một ví dụ về kết quả thử nghiệm bằng phương pháp nêu ở trên đối với thép tấm kỹ thuật điện có màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ chứa chất tạo chelat. Mỗi dung dịch phủ chứa nhôm phosphat làm phosphat của kim loại nhiều hóa trị. Trên thép tấm kỹ thuật điện có màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ không chứa chất tạo chelat, gỉ được quan sát trong trường hợp sử dụng dung dịch natri clorua có nồng độ 0,03% khối lượng như được minh họa trên Fig.3A. Mặt khác, trên thép tấm kỹ thuật điện có màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng dung dịch phủ chứa chất tạo chelat, không có gỉ được quan sát ngay cả trong trường hợp sử dụng dung dịch natri clorua có nồng độ 0,2% khối lượng như được minh họa trên Fig.3B.

Như được mô tả ở trên, nồng độ natri clorua giới hạn là cao hơn

và tính chống gỉ tốt hơn có thể đạt được trong trường hợp tạo ra màng cách điện bằng cách dùng dung dịch phủ chứa chất tạo chelat hơn là trong trường hợp tạo ra màng cách điện bằng cách dùng dung dịch phủ không chứa chất tạo chelat.

Ngoài ra, màng cách điện 3 theo phương án của sáng chế có tỷ lệ mol Fe/P lớn hơn 0,1 và không lớn hơn 0,65. Do đó, tính chống gỉ tốt có thể đạt được mà không dùng crôm có hóa trị sáu làm nguyên liệu thô của màng cách điện 3 của thép tấm kỹ thuật điện 1. Ví dụ, thép tấm điện từ 1 biểu hiện tính chống gỉ đầy đủ ngay cả trong điều kiện môi trường muối bay lên mạnh trong quá trình vận chuyển qua biển hoặc tương tự trong điều kiện môi trường nóng và ẩm tương ứng với vùng cận nhiệt đới và vùng nhiệt đới. Do màng cách điện 3 không cần thiết phải dày, nên có thể tránh được sự giảm tính chịu hàn và đặc tính tráng.

Cần lưu ý rằng các phương án nêu ở trên chỉ minh họa các ví dụ cụ thể của việc thực hiện sáng chế, và phạm vi kỹ thuật của sáng chế không được hiểu theo cách bị hạn chế bởi phương án này. Tức là, sáng chế có thể được thực hiện theo các cách khác nhau mà không đi trệch khỏi bản chất kỹ thuật hoặc các dấu hiệu chính của sáng chế.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Tiếp theo, các ví dụ của sáng chế sẽ được mô tả. Điều kiện trong các ví dụ là điều kiện thử nghiệm được sử dụng để xác nhận tính khả thi và hiệu quả của sáng chế, và sáng chế không bị giới hạn ở một điều kiện ví dụ này. Sáng chế có thể sử dụng các điều kiện khác nhau mà không đi trệch khỏi phạm vi của sáng chế và trong phạm vi đạt được mục đích của sáng chế.

Các tác giả sáng chế đã điều chế các dung dịch phủ, mỗi dung dịch phủ này bao gồm phosphat, chất tạo chelat, nhựa hữu cơ và nước được liệt kê trong bảng 1 và đã sử dụng cho cả hai mặt của vật liệu nền của thép kỹ thuật điện và nung. Tổng nồng độ (tổng nồng độ ion) của các ion Ca và các ion Mg được chứa trong nước cũng được liệt kê

trong bảng 1. Điều kiện sử dụng và điều kiện nung cũng được liệt kê trong bảng 1. Tốc độ làm nóng thứ nhất là tốc độ làm nóng từ 30°C đến 100°C, và tốc độ làm nóng thứ hai là tốc độ làm nóng từ 150°C đến 250°C. Vật liệu nền chứa 0,3% khối lượng Si, và độ dày của vật liệu nền là 0,5mm. Ở mẫu số 17, màng cách điện được tạo ra bằng cách dùng cromat thay thế cho phosphat.

Bảng 1

Bảng 1

Mẫu số	PHOSPHAT	Dung dịch phủ				Điều kiện sử dụng			Điều kiện nung			Ghi chú
		Nhựa hữu cơ	Chất tạo chelat	Nguyên liệu khác	Tổng nồng độ ion (ppm)	Đường kính con lăn (mm)	Tốc độ sử dụng (m/phút)	Chiều dày (µm)	Tốc độ làm nóng thử nhất (°C/giây)	Tốc độ làm nóng thử hai (°C/giây)	Nhiệt độ đạt được (°C)	
1	Nhôm phosphat	N/A	N/A	N/A	50	300	80	1,0	15	8	300	Ví dụ so sánh
2	Nhôm phosphat	ACRYLIC	N/A	N/A	50	300	80	1,0	20	15	300	Ví dụ so sánh
3	Nhôm phosphat	ACRYLIC	N/A	N/A	50	300	80	0,5	20	15	300	Ví dụ so sánh
4	Nhôm phosphat và *1	ACRYLIC	N/A	N/A	50	300	80	1,0	20	15	300	Ví dụ so sánh
5	Nhôm phosphat	ACRYLIC	AXIT GLUCONIC	N/A	120	300	80	0,5	20	15	300	Ví dụ so sánh
6	Magiê phosphat	ACRYLIC	AXIT OXALIC	N/A	50	550	80	0,5	40	30	300	Ví dụ so sánh
7	Magiê phosphat	ACRYLIC	PHOSPHONIC	N/A	50	300	50	0,5	30	25	300	Ví dụ so sánh
8	Nhôm phosphat và Magiê phosphat	ACRYLIC	AXIT XITRIC	N/A	50	300	80	0,5	20	15	190	Ví dụ so sánh
9	Nhôm phosphat và kẽm phosphat	ACRYLIC STYREN	AXIT XITRIC	N/A	50	300	80	0,5	20	15	360	Ví dụ so sánh
10	Nhôm phosphat	N/A	AXIT GLUCONIC	N/A	50	300	80	0,5	30	20	300	Ví dụ theo sáng chế
11	Nhôm phosphat	ACRYLIC	AXIT OXALIC	N/A	50	300	80	0,5	20	15	300	Ví dụ theo sáng chế
12	Magiê phosphat	ACRYLIC	AXIT PHOSPHONIC	N/A	80	400	60	0,5	15	10	300	Ví dụ theo sáng chế
13	Kẽm phosphat	ACRYLIC STYREN	AXIT XITRIC	N/A	50	300	80	0,5	10	10	300	Ví dụ theo sáng chế
14	Nhôm phosphat và Magiê phosphat	POLYESTE	AXIT PHOSPHONIC	N/A	50	300	80	0,5	20	15	200	Ví dụ theo sáng chế
15	Nhôm phosphat và kẽm phosphat	EPOXY	AXIT GLUCONIC	N/A	50	300	80	0,5	20	15	300	Ví dụ theo sáng chế
16	Nhôm phosphat	ACRYLIC	AXIT PHOSPHONIC	N/A	50	300	80	0,5	20	15	350	Ví dụ theo sáng chế
17	(Magiê cromat)	ACRYLIC	N/A	N/A	100	500	60	0,5	12	12	300	Ví dụ so sánh
18	Nhôm phosphat	N/A	AXIT GLUCONIC	N/A	50	300	80	0,5	8	8	270	Ví dụ so sánh
19	Nhôm phosphat	N/A	AXIT GLUCONIC	N/A	50	300	80	0,5	8	8	300	Ví dụ so sánh
20	Nhôm phosphat và Magiê phosphat	N/A	AXIT GLUCONIC	AXIT FLOROTITANIC	50	300	80	0,5	8	8	270	Ví dụ so sánh
21	Nhôm phosphat và Magiê phosphat	N/A	AXIT GLUCONIC	AXIT FLOROTITANIC	100	500	80	0,5	8	8	300	Ví dụ so sánh

*1: Chất đồng trùng hợp của Flooroetylen và hợp chất không bão hòa từ Etylen

Sau đó, việc xác định tỷ lệ mol Fe/P và đánh giá tính chống gỉ và tính chịu hàn của màng cách điện được thực hiện.

Để xác định tỷ lệ mol Fe/P của màng cách điện, thép tấm kỹ thuật điện thứ nhất được nhúng chìm trong dung dịch nước NaOH ở nhiệt độ 80°C và nồng độ 20% khối lượng trong thời gian 30 phút để hòa tan màng cách điện trong dung dịch nước NaOH. Sau đó, lượng tính bằng mol (mol) của Fe và P được chứa trong dung dịch nước NaOH được định lượng bằng phương pháp phân tích ICP. Sau đó, tỷ lệ mol Fe/P của màng cách điện được tính toán từ các lượng tính bằng mol này. Các kết quả được liệt kê trong bảng 2. Phần gạch chân trong bảng 2 có nghĩa là giá trị số này nằm ngoài khoảng theo sáng chế.

Trong đánh giá tính chống gỉ, mẫu thử nghiệm được lấy từ mỗi thép tấm kỹ thuật điện, các giọt nhỏ chất lỏng của các dung dịch natri clorua có nồng độ khác nhau với lượng 0,5μl được bám vào bề mặt của mẫu thử nghiệm và được sấy khô, và mẫu thử nghiệm được giữ trong không khí trong điều kiện nhiệt độ và độ ẩm không đổi ở nhiệt độ 50°C và độ ẩm tương đối RH 90% trong thời gian 48 giờ. Các nồng độ của các dung dịch natri clorua là 0,001% khối lượng, 0,01% khối lượng, 0,02% khối lượng, 0,03% khối lượng, 0,10% khối lượng, 0,20% khối lượng, 0,30% khối lượng, và 1,0% khối lượng. Sau đó, sự có hay không có gỉ được quan sát, và nồng độ natri clorua (NaCl) giới hạn của mỗi mẫu thử nghiệm được xác định. Kết quả này cũng được liệt kê trong bảng 2.

Trong đánh giá tính chịu hàn, dòng điện hàn là 120A, La-W (2,4mmφ) được dùng làm điện cực, độ hở là 1,5mm, tốc độ dòng khí Ar là 6 lít/phút, và áp suất giữ là 50kg/cm², việc hàn được thực hiện ở các tốc độ hàn khác nhau. Sau đó, tốc độ hàn tối đa mà ở đó vết rỗ khí không được tạo ra được xác định. Kết quả cũng được liệt kê trong bảng 2.

Bảng 2

Mẫu số	Màng cách điện	Tính chống gỉ	Tính chịu hàn	Ghi chú
	Tỷ lệ mol của Fe/P	Nồng độ dung dịch natri clorua giới hạn (% khối lượng)	Tốc độ hàn tối đa (cm/phút)	
1	<u>0,74</u>	0,02	50	Ví dụ so sánh
2	<u>0,75</u>	0,02	50	Ví dụ so sánh
3	<u>0,75</u>	0,01	100	Ví dụ so sánh
4	<u>0,75</u>	0,03	50	Ví dụ so sánh
5	<u>0,70</u>	0,02	100	Ví dụ so sánh
6	<u>0,05</u>	0,02	100	Ví dụ so sánh
7	<u>0,08</u>	0,02	100	Ví dụ so sánh
8	<u>0,08</u>	0,02	100	Ví dụ so sánh
9	<u>0,70</u>	0,03	100	Ví dụ so sánh
10	0,65	0,10	100	Ví dụ theo sáng chế
11	0,60	0,20	100	Ví dụ theo sáng chế
12	0,40	0,30	100	Ví dụ theo sáng chế
13	0,30	0,20	100	Ví dụ theo sáng chế
14	0,10	0,10	100	Ví dụ theo sáng chế
15	0,40	0,30	100	Ví dụ theo sáng chế
16	0,60	0,30	100	Ví dụ theo sáng chế
17	-	0,30	100	Ví dụ so sánh
18	<u>0,05</u>	0,03	100	Ví dụ so sánh
19	<u>0,04</u>	0,03	100	Ví dụ so sánh
20	<u>0,07</u>	0,03	100	Ví dụ so sánh
21	<u>0,06</u>	0,03	100	Ví dụ so sánh

Như được liệt kê trong bảng 2, cả nồng độ natri clorua giới hạn 0,10% khối lượng hoặc lớn hơn và tốc độ hàn 100cm/phút được đạt được ở các mẫu từ số 10 đến số 16 trong phạm vi của sáng chế. Nói theo cách khác, đã đạt được tính chống gỉ và tính chịu hàn tốt.

Ở các mẫu từ số 1 đến số 9 và từ số 18 đến số 21, nồng độ natri clorua giới hạn là 0,03% khối lượng hoặc thấp hơn hoặc tốc độ hàn là 50cm/phút, vì tỷ lệ mol Fe/P nằm ngoài phạm vi lớn hơn 0,1 và không

lớn hơn 0,65. Nói theo cách khác, tính chống gỉ hoặc tính chịu hàn hoặc cả hai tính chất này đều thấp.

Sáng chế có thể áp dụng được, ví dụ, trong công nghiệp sản xuất thép tấm kỹ thuật điện và công nghiệp sử dụng thép tấm kỹ thuật điện.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Thép tấm kỹ thuật điện bao gồm:

vật liệu nền của thép kỹ thuật điện; và
màng cách điện được tạo ra trên bề mặt của vật liệu nền,
trong đó, màng cách điện chứa phosphat của một hoặc nhiều
nguyên tố được chọn từ nhóm bao gồm Al, Zn, Mg và Ca,

trong đó, tỷ lệ của lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các
nguyên tử Fe so với lượng tính bằng phân tử gam (mol) của các
nguyên tử P trong màng cách điện là lớn hơn 0,1 nhưng không lớn
hơn 0,65,

trong đó, nồng độ natri clorua giới hạn của thép tấm kỹ thuật
điện là 0,1% khối lượng hoặc nhiều hơn, và trong đó, nồng độ natri
clorua giới hạn là nồng độ của dung dịch natri clorua mà ở nồng độ
này thép tấm kỹ thuật điện không bị gỉ, được xác định bằng cách phết
các giọt nhỏ chất lỏng với lượng 0,5µl của các dung dịch natri clorua
khác nhau về nồng độ lên bề mặt của thép tấm kỹ thuật điện có màng
cách điện và được sấy khô, và giữ thép tấm kỹ thuật điện trong không
khí ở nhiệt độ và độ ẩm không đổi ở nhiệt độ 50°C và độ ẩm tương
đối (relative humidity – RH) 90% trong thời gian 48 giờ và quan sát
sự có mặt hay không có mặt của gỉ.

2. Thép tấm kỹ thuật điện theo điểm 1, trong đó màng cách điện chứa
nhựa hữu cơ.

FIG. 1

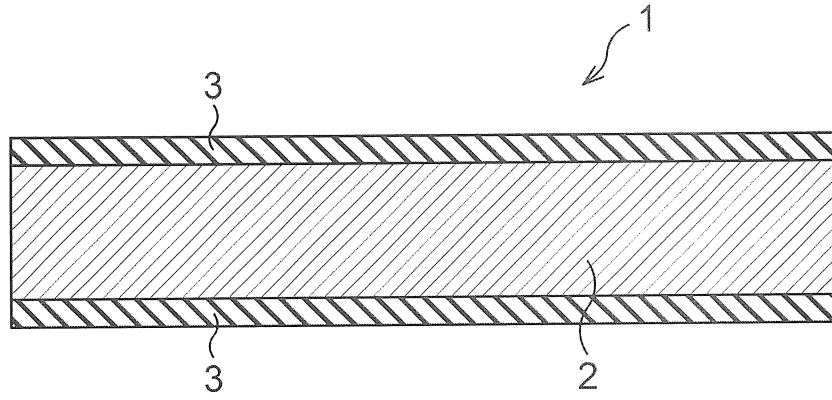
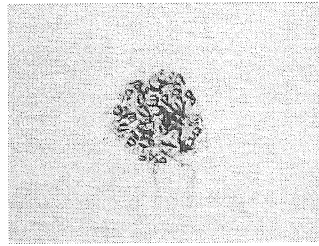
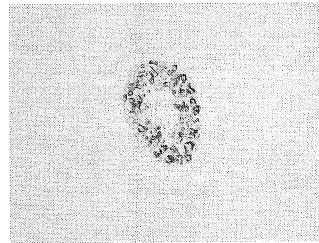


FIG. 2A



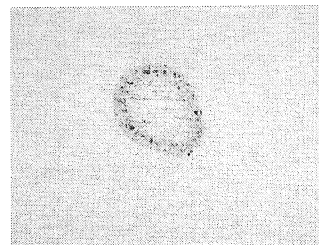
1,0%

FIG. 2B



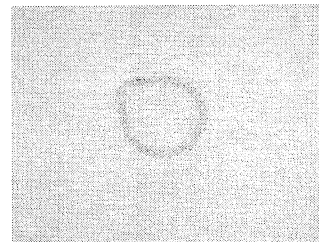
0,3%

FIG. 2C



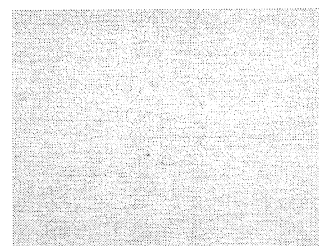
0,1%

FIG. 2D



0,03%

FIG. 2E



0,01%

FIG. 3A

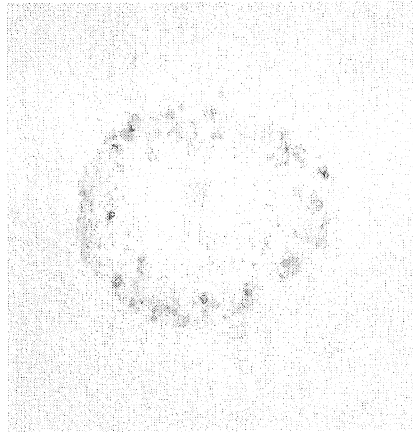


FIG. 3B

