



(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)



1-0037147

(51)^{2006.01} C25D 11/24

(13) B

(21) 1-2018-04716

(22) 27/03/2017

(86) PCT/JP2017/012340 27/03/2017

(87) WO 2017/170370 A1 05/10/2017

(30) 2016-064231 28/03/2016 JP

(45) 25/10/2023 427

(43) 25/01/2019 370A

(73) OKUNO CHEMICAL INDUSTRIES CO., LTD. (JP)

4-7-10, Doshomachi, Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 5410045 Japan

(72) TAKAICHI, Hidetoshi (JP); MORIGUCHI, Tomo (JP); HORIKAWA, Makoto (JP);
HONGO, Ayumi (JP).

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

(54) DUNG DỊCH XỬ LÝ BÍT KÍN CHO MÀNG PHỦ OXIT ANOT CỦA HỢP KIM
NHÔM, CHẤT LỎNG ĐẶM ĐẶC VÀ PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ BÍT KÍN

(57) Sáng chế đề cập đến dung dịch xử lý bít kín không chứa muối niken. Dung dịch xử lý bít kín có thể đảm bảo hiệu quả bít kín so với hiệu quả bít kín của phương pháp sử dụng dung dịch xử lý bít kín chứa muối niken, và đảm bảo rằng màng oxit anot được xử lý bít kín thu được có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội. Sáng chế đề cập đến dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, chất lỏng đậm đặc, và phương pháp xử lý bít kín.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các màng oxit anot của hợp kim nhôm thường được xử lý bít kín với mục đích ngăn chặn ô nhiễm, cải thiện độ bền chống ăn mòn, và tương tự. Các ví dụ về các phương pháp xử lý bít kín đã biết gồm có bít kín bằng nước sôi, bít kín bằng hơi, bít kín bằng nhiệt độ thường, bít kín bằng niken axetat sử dụng dung dịch nước niken axetat, và tương tự (xem tài liệu phi sáng chế 1).

Trong số các phương pháp này, phương pháp bít kín bằng niken axetat được ưu tiên đặc biệt do dễ dàng đảm bảo được độ bền chống ăn mòn của màng so với phương pháp bít kín bằng nước sôi, hiệu quả bít kín vượt trội so với phương pháp bít kín bằng hơi, và quản lý chất lỏng dễ dàng so với phương pháp bít kín bằng nhiệt độ thường, và tương tự.

Tuy nhiên, do các lo ngại gần đây liên quan đến dị ứng niken hoặc độc tố của bột mịn muối niken, đòi hỏi việc sản xuất màng oxit anot bằng phương pháp xử lý bít kín không sử dụng muối niken nhưng có thể sản xuất màng oxit anot đảm bảo độ bền chống ăn mòn, độ bít kín, và hiệu quả bít kín, so với bít kín bằng niken axetat.

Danh mục tài liệu trích dẫn

Tài liệu phi sáng chế

Tài liệu phi sáng chế 1: đoạn “metal salt sealing treatment” trong *Aluminum Hyomen-Gijyutsu Binran*, (Aluminum Surface Technique Handbook), được biên tập bởi Light Metal Publishing Co., Ltd

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Vấn đề kỹ thuật

Sáng chế được hoàn thành nhằm giải quyết các vấn đề kỹ thuật được mô tả ở trên, và mục đích của sáng chế là đề xuất dung dịch xử lý bít kín không có muối niken. Dung dịch xử lý bít kín có thể đảm bảo hiệu quả bít kín so với phương pháp sử dụng dung dịch xử lý bít kín chứa muối niken, và đảm bảo rằng màng oxit anot được xử lý bít kín có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội.

Phương án giải quyết vấn đề

Các tác giả sáng chế đã tiến hành nghiên cứu sâu rộng để đạt được mục đích ở trên. Kết quả là, các tác giả nhận thấy rằng các vấn đề ở trên có thể được giải quyết bằng dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt; muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ. Với phát hiện này, các tác giả đã hoàn thành sáng chế.

Cụ thể, sáng chế đề cập đến dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, chất lỏng đậm đặc, và phương pháp xử lý bít kín, như mô tả ở trên.

1. Dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, muối kim loại là ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ.
2. Dung dịch xử lý bít kín theo mục 1, trong đó muối kim loại là muối kim loại của ít nhất một kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có natri, magie, kali và canxi.
3. Dung dịch xử lý bít kín theo mục 1, trong đó muối kim loại là muối kim loại của ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có magie và canxi.
4. Dung dịch xử lý bít kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 3, trong đó muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có axetat, sulfamat, sulfat, và nitrat.

5. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 3, trong đó muối kim loại là nitrat.
6. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 5, trong đó chất đệm pH là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối axit hữu cơ, các muối amoni, các axit amin, các borat, các hợp chất amin, và các hợp chất dị vòng chứa nitơ.
7. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 5, trong đó chất đệm pH là hợp chất dị vòng chứa nitơ.
8. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 7, trong đó chất hoạt động bề mặt là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các chất hoạt động bề mặt anion và các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính.
9. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 7, trong đó chất hoạt động bề mặt là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat, các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat, và các chất hoạt động bề mặt gốc este phosphoric.
10. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 9, trong đó dung dịch xử lý bất kín có độ pH là 7,0 đến 10,0.
11. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 10, trong đó dung dịch xử lý bất kín không chứa muối kim loại gốc niken.
12. Dung dịch xử lý bất kín theo mục bất kỳ trong số các mục 1 đến 11, trong đó tổng lượng muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt trong dung dịch xử lý bất kín là 0,2 đến 100g/L.
13. Chất lỏng đậm đặc của dung dịch xử lý bất kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, dung dịch xử lý bất kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ.
14. Phương pháp xử lý bất kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, bao gồm các bước sau:

nhúng vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm trong dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm,

dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, và

muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ.

15. Phương pháp xử lý bít kín theo mục 14, trong đó dung dịch xử lý bít kín có nhiệt độ dung dịch là 85 đến 100°C.

16. Phương pháp xử lý bít kín theo mục 14 hoặc 15, trong đó dung dịch xử lý bít kín có độ pH là 7,0 đến 10,0.

17. Vật phẩm được bít kín bằng phương pháp xử lý bít kín theo mục bất kỳ trong số các mục 14 đến 16.

Hiệu quả của sáng chế

Dung dịch xử lý bít kín theo sáng chế có thể có hiệu quả bít kín so với hiệu quả bít kín của phương pháp sử dụng dung dịch xử lý bít kín chứa muối niken, và có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội đối với màng oxit anot của hợp kim nhôm.

Ngoài ra, chất lỏng đậm đặc theo sáng chế có thể dễ dàng tạo ra dung dịch xử lý bít kín màng oxit anot của hợp kim nhôm theo sáng chế bằng cách pha loãng chất lỏng đậm đặc.

Phương pháp xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm theo sáng chế có thể có hiệu quả bít kín so với hiệu quả bít kín của dung dịch xử lý bít kín chứa muối niken, và có khả năng chống nhiễm bẩn đối với màng oxit anot của hợp kim nhôm.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế được mô tả cụ thể như sau.

1. Dung dịch xử lý bít kín

Dung dịch xử lý bút kín theo sáng chế là dung dịch xử lý bút kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt. Muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ.

▪ Các muối kim loại

Muối kim loại được chứa trong dung dịch xử lý bút kín theo sáng chế là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ. Các ví dụ về các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ gồm có, nhưng không được giới hạn cụ thể, tốt hơn là, các muối có thể hòa tan được trong nước, như là carboxylat, sulfamat, sulfat, nitrat, sulfonat hữu cơ, và tương tự. Trong số các chất này, xét trên khía cạnh thu được màng oxit anot của hợp kim nhôm được xử lý bút kín có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội, carboxylat, sulfamat, sulfat, và nitrat được ưu tiên hơn; axetat, sulfamat, sulfat, và nitrat còn được ưu tiên hơn; axetat và nitrat được ưu tiên hơn nữa; và nitrat được ưu tiên nhất. Các muối kim loại có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai muối.

Kim loại được chứa trong muối kim loại không được giới hạn cụ thể miễn là kim loại là kim loại kiềm hoặc kim loại kiềm thổ; cụ thể, lithium, berili, natri, magie, kali, canxi, rubiđi, stronti, xesi, bari, franxi, và radi có thể được sử dụng. Trong số các chất này, xét trên khía cạnh thu được màng oxit anot của hợp kim nhôm được xử lý bút kín có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội, các muối kim loại của natri, magie, kali, và canxi được ưu tiên; các muối kim loại của magie và canxi được ưu tiên hơn; và các muối kim loại của magie được ưu tiên nhất. Các kim loại được chứa trong các muối kim loại có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai kim loại.

Nồng độ muối kim loại hoặc các muối trong dung dịch xử lý bút kín không được giới hạn cụ thể, và tốt hơn là 0,001 đến 1 mol/L, và tốt hơn nữa là 0,01 đến 0,5 mol/L. Khoảng nêu trên của nồng độ muối kim loại cho phép dung dịch xử lý bút kín có hiệu quả bút kín đầy đủ, nhờ đó màng oxit anot của hợp kim nhôm có

thể được xử lý bằng dung dịch xử lý bít kín có khả năng chống nhiễm bẩn đầy đủ.

▪ Chất đệm pH

Chất đệm pH không được giới hạn cụ thể, và các chất đệm pH được biết khác nhau có thể được sử dụng. Các ví dụ về chất đệm pH gồm có các muối axit hữu cơ, các muối amoni, các axit amin, các borat, các hợp chất amin, các hợp chất dị vòng chứa nitơ, và tương tự. Trong số các chất này, các hợp chất dị vòng chứa nitơ được ưu tiên xét trên khía cạnh có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội đối với màng oxit anot của hợp kim nhôm được bít kín bằng dung dịch xử lý bít kín.

Các ví dụ về các muối axit hữu cơ gồm có các muối axit carboxylic và axit oxycarboxylic. Số cacbon của axit carboxylic và axit oxycarboxylic tốt hơn là 4 hoặc nhỏ hơn. Các ví dụ về các muối gồm có các muối natri và các muối kali.

Các ví dụ về các muối amoni gồm có các muối amoni của axit hữu cơ và vô cơ. Các ví dụ về các muối amoni của axit hữu cơ gồm có các muối amoni của axit carboxylic và axit oxycarboxylic. Số cacbon của axit carboxylic và axit oxycarboxylic tốt hơn là 4 hoặc nhỏ hơn. Các ví dụ về các muối amoni của các axit vô cơ gồm có amoni sulfat, amoni nitrat, amoni sulfamat, và tương tự.

Các ví dụ về các axit amin gồm có glyxin, alanin, asparagin, và các muối của chúng. Các ví dụ về các borat gồm có natri borat, kali borat, amoni borat, và tương tự. Các ví dụ về các hợp chất amin gồm có etanolamin, ví dụ, monoetanolamin, dietanolamin, và trietanolamin. Các ví dụ cũng gồm có alkylamin, amin thơm, urea, và carbonyl amin hòa tan được trong nước.

Các ví dụ về các hợp chất dị vòng chứa nitơ gồm có các hợp chất dị vòng chứa ít nhất một nguyên tử nitơ như nguyên tử khác loại, và các hợp chất dị vòng chứa ít nhất một nguyên tử nitơ và ít nhất một nguyên tử oxy làm các nguyên tử khác loại.

Các ví dụ về các hợp chất dị vòng chứa nitơ gồm có các hợp chất dị vòng chứa nitơ có vòng etylenimin, vòng azirin, vòng azetidin, vòng azet, vòng pyrrolidin, vòng pyrol, vòng piperidin, vòng pyridin, vòng hexametyleneimin,

vòng azatropiliden, vòng imidazol, vòng pyrazol, vòng oxazol, vòng imidazolin, vòng pyrazin, vòng morpholin, vòng pteridin, vòng purin, và tương tự. Trong số các chất này, các hợp chất dị vòng chứa nitơ có vòng pyrrolidin, vòng pyrrol, vòng piperidin, vòng pyridin, vòng hexamethyleneimin, vòng azatropiliden, vòng imidazol, vòng pyrazol, vòng oxazol, vòng imidazolin, vòng pyrazin, vòng morpholin, vòng pteridin, vòng purin, và tương tự được ưu tiên.

Các ví dụ về các hợp chất dị vòng chứa nitơ gồm có etylenimin, azirin, azetidin, azet, pyrrolidin, pyrrole, piperidin, pyridin, hexamethyleneimin, azatropiliden, imidazol, pyrazol, oxazol, imidazolin, pyrazin, morpholin, pteridin, purin, và tương tự. Các hợp chất có các cấu trúc này được gắn vào nhóm amin hoặc nhóm methyl có thể được sử dụng. Trong số các chất này, các hợp chất dị vòng có vòng 5 đến 7 cạnh chứa cacbon, hoặc oxy như nguyên tử khác loại và cacbon, và có một hoặc hai nguyên tử nitơ làm các nguyên tử khác loại trong các nguyên tử cấu thành nên vòng. Các ví dụ gồm có pyrrolidin, pyrrol, piperidin, pyridin, hexamethyleneimin, azatropiliden, imidazol, pyrazol, oxazol, imidazolin, pyrazin, morpholin, và các hợp chất tương tự, và nhóm các hợp chất có cấu trúc vòng làm cấu trúc cơ bản. Ngoài ra, các hợp chất có cấu trúc đa vòng với 4 hoặc lớn hơn các nguyên tử khác loại nitơ, như là purin, pteridin, và các hợp chất tương tự, và nhóm các hợp chất có cấu trúc đa vòng làm cấu trúc cơ bản cũng được ưu tiên. Trong số các chất này, các hợp chất có vòng 5 đến 6 cạnh được ưu tiên. Các ví dụ gồm có pyrrolidin, pyrrol, piperidin, pyridin, imidazol, pyrazol, oxazol, imidazolin, pyrazin, morpholin, và các hợp chất tương tự, và nhóm các hợp chất có cấu trúc vòng làm cấu trúc cơ bản. Trong số các chất này, pyrrol, pyridin, imidazol, pyrazol, oxazol, imidazolin, pyrazin, và các hợp chất tương tự có liên kết kép trong vòng, và nhóm các hợp chất có cấu trúc vòng làm cấu trúc cơ bản được ưu tiên cụ thể. Các ví dụ về các chất thể cấu thành từ các nhóm gồm có nhóm amin, nhóm methyl và tương tự. Các hợp chất mà trong đó các chất thể được gắn vào cũng có thể được sử dụng. Đặc biệt ưu tiên là 2-aminpyridin, 4-aminpyridin, và aminpyridin tương tự, và 2-metylimidazol và metylimidazol tương tự. Được ưu tiên nhất là pyridin, imidazol, aminpyridin, metylimidazol và tương tự.

Các ví dụ đặc biệt ưu tiên về hợp chất dị vòng chứa nitơ là pyridin; 2-aminpyridin, 4-aminpyridin, và aminpyridin tương tự; imidazol; 2-metylimidazol và metylimidazol; pyrazol; pteridin; oxazol, và tương tự.

Chất đệm pH có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai loại.

Nồng độ chất đệm pH trong dung dịch xử lý bất kỳ tốt hơn là, nhưng không giới hạn cụ thể, 0,1 đến 100g/L, và tốt hơn nữa là 0,2 đến 20g/L. Chất đệm pH, dung dịch xử lý bất kỳ thể hiện đặc tính đệm độ pH vượt trội; ngoài ra, hình thức không đạt (các vết bẩn sau khi khô) trên bề mặt sản phẩm được xử lý do nồng độ quá cao của chất đệm pH hoặc màu sắc loang lổ của các sản phẩm được nhuộm màu có thể được ngăn chặn.

▪ Chất hoạt động bề mặt

Chất hoạt động bề mặt không được giới hạn cụ thể và các chất hoạt động bề mặt đã được biết trước đây có thể được sử dụng. Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gồm có các chất hoạt động bề mặt anion, các chất hoạt động bề mặt không điện ly, và các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt anion gồm có các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat, các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat, và các chất hoạt động bề mặt gốc phospho.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat gồm có các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat thơm, các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat béo, và tương tự.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat thơm gồm có polyoxyetylen alkylphenyl ete sulfat. Ngoài ra, các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat béo gồm có polyoxyetylen alkyl ete sulfat.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat gồm có các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat thơm.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat thơm gồm có

benzensulfonat, naphtalen sulfonat và các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat thơm; và các hợp chất trong đó cấu trúc sulfonat thơm, như là benzensulfonat hoặc naphtalen sulfonat, được thế bằng nhóm alkyl, nhóm polyoxyetylen, nhóm polyoxyetylen alkyl ete, nhóm carboxyl, nhóm carbonyl, nhóm hydroxyl, nhóm rượu, nhóm vinyl, nhóm allyl, hoặc tương tự nhóm alkylen hoặc nhóm có nhiều liên kết, hoặc còn có nhóm axit sulfonic, và đồng trùng hợp hoặc đa trùng ngưng hợp chất với formalin hoặc tương tự. Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat thơm này gồm có alkylbenzen sulfonat, alkyl naphtalen sulfonat, và đa trùng ngưng với formalin, đa trùng ngưng naphtalen sulfonat với formalin hoặc tương tự, các đồng trùng hợp của alkylen benzen sulfonat hoặc alkylen naphtalen sulfonat, và tương tự.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat thơm gồm có các hợp chất trong đó các phenyl sulfonat được liên kết qua liên kết ete, như là diphenyl ete sulfonat hoặc tương tự, các hợp chất này được thế bằng nhóm alkyl, nhóm polyoxyetylen, nhóm polyoxyetylen alkyl ete hoặc tương tự. Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat thơm này gồm có alkyl diphenyl ete disulfonat, alkyl diphenyl ete disulfosuxinat, và tương tự.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt gốc phospho gồm có các chất hoạt động bề mặt gốc este phosphoric và các muối của các chất hoạt động bề mặt gốc este phosphoric, và tương tự. Cụ thể hơn, các ví dụ gồm có este phosphoric polyoxyetylen alkyl ete, este phosphoric phenyl ete được thế bằng polyoxyetylen alkylen, este alkyl phosphoric, và tương tự, và các muối của chúng.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt không phân ly gồm có các chất hoạt động bề mặt không phân ly có thể điều chỉnh nồng độ dung dịch xử lý bít kín, và thiết lập điểm đục trong dung dịch xử lý bít kín tại 85°C hoặc cao hơn bằng cách kết hợp với các chất hoạt động bề mặt khác có thể được sử dụng tốt hơn. Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt không phân ly này gồm có polyoxyetylen alkyl ete, este glyxerin polyoxyetylen ete, este sorbitan, alkanol amit axit béo, và tương tự.

Các ví dụ về các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính gồm có alkylbetain, axit amitbetain béo, alkylamin oxit, và tương tự.

Trong số các chất hoạt động bề mặt này, các chất hoạt động bề mặt anion được ưu tiên. Cụ thể, các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat, các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat, và các chất hoạt động bề mặt gốc phospho được ưu tiên hơn, và các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat được ưu tiên nhất.

Chất hoạt động bề mặt có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai loại. Chất hoạt động bề mặt không phân ly phù hợp có thể giảm điểm đục của dung dịch xử lý bít kín được lựa chọn. Ngoài ra, bằng cách trộn chất hoạt động bề mặt và chất hoạt động bề mặt không phân ly, điểm đục của chất hoạt động bề mặt có thể tăng lên. Khi chất hoạt động bề mặt không phân ly được sử dụng, chất hoạt động bề mặt anion phù hợp không tạo ra độ đục bằng cách phản ứng với kim loại được chứa hoặc chất hoạt động bề mặt lưỡng tính được lựa chọn.

Nồng độ chất hoạt động bề mặt trong dung dịch xử lý bít kín không được giới hạn cụ thể, và tốt hơn là 10 mg/L đến 10g/L, tốt hơn nữa là 20 mg/L đến 5g/L. Khoảng nêu trên của nồng độ chất hoạt động bề mặt giúp dung dịch xử lý bít kín có hiệu quả bít kín đầy đủ và ngăn chặn sự hình thành bề mặt bụi hoặc hình thức sương không mong muốn của màng oxit anot được bít kín.

▪ Chất điều chỉnh độ pH

Dung dịch xử lý bít kín theo sáng chế còn có thể chứa chất điều chỉnh độ pH. Chất điều chỉnh độ pH không được giới hạn cụ thể và bất cứ chất điều chỉnh độ pH đã biết trước đó có thể được sử dụng.

Các ví dụ về chất điều chỉnh độ pH điều chỉnh dung dịch xử lý bít kín có tính axit hơn gồm có các dung dịch nước pha loãng của axit axetic, axit sulfamic, axit sulfuric, axit nitric, axit sulfonic hữu cơ, và tương tự. Trong số các chất này, axit nitric được ưu tiên xét trên khía cạnh hiệu quả bít kín vượt trội.

Các ví dụ về chất điều chỉnh độ pH để điều chỉnh dung dịch xử lý bít kín

có tính kiềm hơn gồm có amoniac chứa nước, dung dịch nước natri hydroxit, dung dịch nước kali hydroxit, và tương tự. Trong số các chất này, dung dịch nước natri hydroxit được ưu tiên xét trên khía cạnh hiệu quả bít kín vượt trội.

Chất điều chỉnh độ pH có thể được sử dụng đơn lẻ hoặc ở dạng kết hợp hai hoặc nhiều hơn hai loại.

Nồng độ chất điều chỉnh độ pH trong dung dịch xử lý bít kín tốt hơn là, nhưng không giới hạn cụ thể, 0 đến 20g/L, tốt hơn nữa là 0 đến 10g/L và còn tốt hơn là 0 đến 5g/L. Trong khoảng nồng độ này của chất điều chỉnh độ pH, dung dịch xử lý bít kín thể hiện hiệu quả bít kín đầy đủ; ngoài ra, có thể ngăn chặn việc giảm độ bít kín của màng oxit anot được bít kín bằng dung dịch xử lý bít kín.

▪ Các thành phần khác

Dung dịch xử lý bít kín theo sáng chế có thể chứa, nếu cần, chất chống nấm mốc, chất tạo phức, và các chất phụ gia khác, để cải thiện hiệu quả bít kín và tính hữu ích trong thực tế của dung dịch. Các ví dụ về các chất phụ gia gồm có axit benzoic, benzoat, và chất chống nấm mốc; và axit xitric, xitrat và chất tạo phức. Ngoài ra, chất chống mốc có sẵn, ví dụ, “TAC Kabikoron” (Okuno Chemical Industries Co., Ltd.) có thể được bổ sung.

▪ Dung dịch xử lý bít kín

Trong dung dịch xử lý bít kín theo sáng chế, tổng lượng muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt là 0,2 đến 100g/L, tốt hơn là 0,3 đến 50g/L, và tốt hơn nữa là 0,5 đến 30g/L. Khoảng nêu trên của tổng lượng giúp dung dịch xử lý bít kín có hiệu quả bít kín đầy đủ, giúp màng oxit anot của hợp kim nhôm được bít kín bằng dung dịch xử lý bít kín có khả năng chống nhiễm bẩn đầy đủ, và ngăn chặn việc hình thành bề mặt bụi hoặc hình thức sưng không mong muốn của màng oxit anot được bít kín.

Độ pH của dung dịch xử lý bít kín tốt hơn là 7,0 đến 10,0, tốt hơn nữa là 7,2 đến 9,5, và tốt hơn nữa là 7,5 đến 9,0. Khoảng pH này giúp dung dịch xử lý bít kín có hiệu quả bít kín đầy đủ, giúp màng oxit anot của hợp kim nhôm được

bít kín bằng dung dịch xử lý bít kín có khả năng chống nhiễm bẩn đầy đủ, và ngăn chặn hình thức mong muốn do việc dính các chất bột vào bề mặt sản phẩm được xử lý (bề mặt sương hoặc bụi).

Các thành phần khác của dung dịch xử lý bít kín của sáng chế không được giới hạn cụ thể miễn là làm dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt. Tuy nhiên, dung dịch xử lý bít kín tốt hơn là dung dịch nước chứa các thành phần được chỉ định ở trên.

Dung dịch xử lý bít kín của sáng chế tốt hơn là không chứa muối kim loại gốc niken hoặc muối kim loại. Các ví dụ về muối kim loại này gồm có niken, coban, sắt, crôm và tương tự.

2. Chất lỏng đậm đặc

Chất lỏng đậm đặc theo sáng chế là chất lỏng đậm đặc của dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, và chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt. Muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ. Bằng cách điều chế chất lỏng đậm đặc mà chứa nồng độ cao các thành phần tương ứng của dung dịch xử lý bít kín, chất lỏng có thể dễ dàng được mang đi và bảo quản. Bằng cách pha loãng chất lỏng bằng nước hoặc chất pha loãng, dung dịch xử lý bít kín có thể dễ dàng được điều chế. Chất pha loãng tốt hơn là nước.

Cùng thành phần muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt được chứa trong dung dịch xử lý bít kín có thể được sử dụng cho chất lỏng đậm đặc theo sáng chế. Mặc dù chất lỏng đậm đặc theo sáng chế chứa các thành phần giống các thành phần của dung dịch xử lý bít kín, lượng các thành phần là khác nhau.

Tổng lượng muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt trong chất lỏng đậm đặc tốt hơn là 1 đến 800g/L, tốt hơn nữa là 1,5 đến 400g/L, và tốt nhất là 2,5 đến 250g/L. Với khoảng tổng lượng các thành phần trong chất lỏng đậm đặc, dung dịch có thể dễ dàng được mang đi và bảo quản. Ngoài ra, bằng

cách pha loãng chất lỏng bằng nước hoặc chất pha loãng, dung dịch xử lý hàn có thể dễ dàng được điều chế. Ngoài ra, tổng lượng muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt trong chất lỏng đậm đặc có thể lớn hơn 100g/L, hoặc bằng hoặc lớn hơn 150g/L, để pha loãng chất lỏng đậm đặc từ dung dịch xử lý bất kín.

3. Phương pháp xử lý bất kín

Phương pháp xử lý bất kín theo sáng chế là phương pháp xử lý bất kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, phương pháp này gồm có bước nhúng vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm vào dung dịch xử lý bất kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, mà chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt. Muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ.

Dung dịch xử lý bất kín được mô tả ở trên có thể được sử dụng làm dung dịch xử lý hàn trong phương pháp này. Phương pháp xử lý bất kín theo sáng chế có bước nhúng vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm vào dung dịch xử lý bất kín. Phương pháp nhúng không được giới hạn cụ thể, và bất kỳ phương pháp nhúng nào được mô tả ở trên có thể được áp dụng.

Nhiệt độ dung dịch xử lý bất kín trong bước này tốt hơn là 85 đến 100°C, tốt hơn nữa là 88 đến 98°C, và tốt nhất là 90 đến 98°C. Khoảng nhiệt độ ở trên của dung dịch xử lý bất kín đảm bảo hiệu quả bất kín đầy đủ.

Độ pH của dung dịch xử lý bất kín tốt hơn là 7,0 đến 10,0, tốt hơn nữa là 7,2 đến 9,5, và tốt hơn nữa là 7,5 đến 9,0. Khoảng độ pH này giúp dung dịch xử lý bất kín có hiệu quả bất kín đầy đủ, và ngăn chặn hình thức không mong muốn do dính các chất bột vào bề mặt sản phẩm được xử lý (bề mặt sương hoặc bụi).

Thời gian xử lý bất kín được xác định thông thường theo độ dày màng oxit anot được xử lý. Cụ thể hơn, thời gian xử lý bất kín tốt hơn là số (phút) thu được bằng cách nhân số thể hiện độ dày màng (μm) với 0,1 đến 10, tốt hơn nữa là số (phút) thu được bằng cách nhân số thể hiện độ dày màng (μm) với 0,2 đến 5, và tốt nhất là số (phút) thu được bằng cách nhân số thể hiện độ dày màng (μm) với

0,5 đến 4. Ví dụ, độ dày màng oxit anot là $10\mu\text{m}$, thời gian nhúng tốt hơn là khoảng 2 đến 50 phút, thu được bằng cách nhân 10 với 0,2 đến 5. Khoảng nêu trên của thời gian xử lý bút kín giúp dung dịch xử lý bút kín có hiệu quả bút kín đầy đủ, giúp màng oxit anot của hợp kim nhôm được bút kín bằng dung dịch xử lý bút kín có khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội, và ngăn chặn hình thức không như mong muốn của vật phẩm được xử lý, như là bề mặt sương hoặc bụi.

Trong bước này, vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm có thể được nhúng trong dung dịch xử lý bút kín trong khi khuấy dung dịch xử lý bút kín. Các ví dụ ưu tiên về phương pháp khuấy gồm có khuấy theo vòng tròn, khuấy bằng không khí, khuấy bằng khí, và khuấy lắc. Trong số các chất này, khuấy theo vòng tròn và khuấy bằng khí được ưu tiên, và khuấy theo vòng tròn được ưu tiên nhất. Các ví dụ được ưu tiên về khuấy bằng khí gồm có khuấy bằng khí sử dụng khí nito, khí argon, và khí trơ. Trong bước này, khi dung dịch xử lý bút kín chứa muối magie, muối canxi, muối stronti, muối bari, và muối radi làm muối kim loại và có độ pH bằng hoặc lớn hơn 7 được sử dụng, dung dịch xử lý bút kín có thể hấp thụ cacbon dioxide trong không khí, do đó tạo ra độ đục trong vài trường hợp. Do đó, mặc dù khuấy theo vòng tròn tốt hơn là được sử dụng làm phương pháp khuấy được chỉ ra ở trên, khuấy bằng không khí được yêu cầu vì thực tế, khuấy bằng không khí sử dụng khí trơ được ưu tiên xét trên khía cạnh ngăn chặn độ đục của dung dịch xử lý bút kín.

Trong phương pháp xử lý bút kín theo sáng chế, xử lý loại độ đục để loại độ đục khỏi dung dịch xử lý bút kín có thể được thực hiện trong bước nhúng vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm trong dung dịch xử lý bút kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm. Ngoài ra, xử lý loại độ đục có thể được thực hiện vào thời gian khác ngoài bước ở trên, ví dụ, trong thời gian chờ trước khi vật phẩm được nhúng trong dung dịch xử lý bút kín cho màng oxit anot. Bằng cách thực hiện xử lý loại độ đục, có thể ngăn chặn hình thức không mong muốn của màng oxit anot, như là bề mặt sương hoặc bụi.

Phương pháp loại độ đục không được giới hạn cụ thể và các phương pháp

loại đã biết trước đây có thể được sử dụng. Các ví dụ về phương pháp loại gồm có loại bằng lọc. Cụ thể hơn, có ví dụ loại bằng lọc trong đó phần dung dịch xử lý bít kín được nạp từ bình để thực hiện xử lý bít kín đến bình dự trữ, như là bình đệm, mà là bình nạp hóa học, bình bổ sung và bình hòa tan. Dung dịch xử lý hàn được làm lạnh đến nhiệt độ, tốt hơn là, bằng hoặc thấp hơn 50°C , việc lọc được thực hiện thông qua bộ lọc, và phần lọc được cho lại vào bình để thực hiện xử lý bít kín tuần hoàn. Trong điều kiện không có bình đệm, loại bằng lọc có thể được thực hiện bằng phương pháp tuần hoàn lọc đơn giản.

Trong phương pháp xử lý bít kín theo sáng chế, vật được xử lý là màng oxit anot của hợp kim nhôm. Màng oxit anot của hợp kim nhôm không được giới hạn cụ thể, và bất kỳ màng oxit anot của hợp kim nhôm thu được bằng phương pháp anot hóa đã biết sử dụng axit sulfuric, axit oxalic, hoặc tương tự vào hợp kim nhôm thông thường có thể được sử dụng. Hợp kim nhôm không được giới hạn cụ thể, và các hợp kim gốc nhôm khác có thể được sử dụng làm vật được anot hóa. Các ví dụ cụ thể về hợp kim nhôm gồm có các nhóm hợp kim gốc nhôm khác nhau, điển hình là các hợp kim nhôm được rèn được ký hiệu bằng JIS-A 1000 đến 7000, và các vật liệu đúc và các vật liệu đúc khuôn được ký hiệu bằng AC, ADC, v.v., cụ thể là JIS.

Các ví dụ về phương pháp anot hóa được áp dụng cho hợp kim nhôm gồm có phương pháp thực hiện điện phân sử dụng dung dịch nước có nồng độ axit sulfuric khoảng 100g/L đến 400g/L trong nhiệt độ dung dịch là khoảng -10 đến 30°C tại mật độ dòng anot là khoảng 0,5 đến 4 A/dm².

Ngoài ra, trong phương pháp xử lý bít kín theo sáng chế, màng thu được bằng xử lý nhuộm màu điện phân màng oxit anot của hợp kim nhôm.

Nhuộm màu điện phân có thể được thực hiện bằng kỹ thuật nhuộm màu đã biết. Ví dụ, sau khi thực hiện anot hóa, màng có thể được nhúng trong bể nhuộm màu điện phân, sau đó là điện phân lần hai, nhờ đó nhuộm màng oxit anot. Các ví dụ về bể nhuộm màu điện phân gồm có bể axit boric-muối niken, bể axit sulfuric-muối thiếc-muối niken, và tương tự.

Ngoài ra, trong phương pháp xử lý bít kín theo sáng chế, màng thu được bằng cách xử lý nhuộm màu bằng thuốc nhuộm màng oxit anot của hợp kim nhôm.

Các ví dụ về các phương pháp nhuộm sử dụng thuốc nhuộm gồm có phương pháp nhúng màng oxit anot vào dung dịch nước của thuốc nhuộm đã được biết trước đây. Các ví dụ về thuốc nhuộm gồm có thuốc nhuộm có sẵn để sử dụng cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, như là thuốc nhuộm anion và tương tự. Nhiệt độ dung dịch nước của thuốc nhuộm tốt hơn là 10 đến 70°C, và tốt hơn nữa là 20 đến 60°C. Ngoài ra, nồng độ thuốc nhuộm trong dung dịch nước nhuộm và thời gian nhúng có thể được thiết lập phù hợp theo tông màu, độ đậm nhạt của màu được yêu cầu, và tương tự.

Khi màng thu được bằng cách xử lý nhuộm màu bằng thuốc nhuộm màng oxit anot của hợp kim nhôm và nếu dung dịch xử lý bít kín không có các đặc tính cản màu thuốc nhuộm, xử lý cản màu thuốc nhuộm có thể được thực hiện sau khi nhuộm màu và trước khi xử lý bít kín. Các ví dụ về chất xử lý cản màu thuốc nhuộm được sử dụng cho xử lý cản màu thuốc nhuộm gồm có các chất có sẵn được sử dụng để nhuộm các màng oxit anot của hợp kim nhôm (ví dụ, TAC BONDING AGENT-2, TAC SUN BLOCK 77-5C, v.v.; được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd.). Ngoài ra, bằng cách điều chỉnh loại và trộn chất đệm pH và chất hoạt động bề mặt trong dung dịch xử lý bít kín, có thể ảnh hưởng đến đặc tính cản màu thuốc nhuộm của dung dịch xử lý bít kín.

Phương pháp xử lý bít kín theo sáng chế có thể được thực hiện bằng cách sử dụng vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm được mô tả ở trên làm vật phẩm được xử lý, và nhúng vật phẩm trong dung dịch xử lý bít kín được mô tả ở trên. Ngoài ra, nếu cần, có thể đưa vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm vào nhuộm màu điện phân, nhuộm màu bằng thuốc nhuộm, hoặc tương tự, sau đó rửa kỹ vật phẩm bằng nước, và sau đó nhúng vật phẩm trong dung dịch xử lý bít kín. Phương pháp này có thể nâng cao hiệu quả bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm của vật được xử lý.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả cụ thể hơn bằng việc tham khảo các ví dụ và các ví dụ so sánh. Tuy nhiên, sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ.

Theo các điều kiện sản xuất sau đây, mẫu thử hợp kim nhôm được anot hóa được tạo ra để sử dụng cho các ví dụ và các ví dụ so sánh dưới đây.

Sản xuất mẫu thử được anot hóa A (không được xử lý bằng thuốc nhuộm và xử lý căn màu thuốc nhuộm)

Mẫu thử nhôm (kim loại tấm JIS A1050P) được tẩy nhờn bằng cách được nhúng trong dung dịch tẩy nhờn kiềm yếu (30g/L dung dịch nước Top Alclean 101 (tên sản phẩm); được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd., nhiệt độ bể: 60°C) trong vòng 3 phút, sau đó rửa bằng nước, và việc anot hóa được thực hiện trong bể anot hóa chứa axit sulfuric làm thành phần chính (chứa 180g/L axit sulfuric được giải phóng và 8,0g/L nhôm hòa tan) (nhiệt độ bể: 20±1°C, mật độ dòng anot: 1A/dm², thời gian điện phân: 30 phút, độ dày màng = khoảng 10µm). Màng oxit anot thu được được rửa bằng nước, nhờ đó thu được mẫu thử hợp kim nhôm được anot hóa (sau đây được đề cập là “mẫu thử được anot hóa A”).

Sản xuất mẫu thử được anot hóa B (với xử lý bằng thuốc nhuộm và xử lý căn màu thuốc nhuộm)

Mẫu thử nhôm (kim loại tấm JIS A1050P) được tẩy nhờn bằng cách được nhúng trong dung dịch tẩy nhờn kiềm yếu (30g/L dung dịch nước Top Alclean 101 (tên sản phẩm); được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd., nhiệt độ bể: 60°C) trong vòng 3 phút, sau đó rửa bằng nước, và việc anot hóa được thực hiện trong bể anot hóa chứa axit sulfuric làm thành phần chính (chứa 180g/L axit sulfuric được giải phóng và 8,0g/L nhôm hòa tan) (nhiệt độ bể: 20±1°C, mật độ dòng anot: 1 A/dm², thời gian điện phân: 30 phút, độ dày màng = khoảng 10µm). Màng oxit anot thu được được rửa bằng nước, và được nhúng trong bể hoạt hóa axit chứa 100mL/L of 98% axit sulfuric (nhiệt độ bể: nhiệt độ phòng) khoảng 1 phút cho hoạt hóa axit, sau đó rửa bằng nước. Do đó, xử lý bằng thuốc nhuộm được thực hiện bằng cách nhúng mẫu thử trong dung dịch xử lý bằng thuốc nhuộm

(thuốc nhuộm TAC loại TAC BLACK 402 1g/L; được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd.) khoảng 1 phút tại 50°C, sau đó rửa bằng nước. Do đó, việc xử lý căn màu thuốc nhuộm được thực hiện bằng cách nhúng màng trong dung dịch xử lý căn màu thuốc nhuộm (TAC BONDING AGENT-2 (tên sản phẩm) 20mL/L; được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd) trong vòng 3 phút tại nhiệt độ phòng, sau đó rửa bằng nước, nhờ đó thu mẫu thử hợp kim nhôm được nhuộm và được anot hóa (sau đây được đề cập là “mẫu thử được anot hóa B”).

Sản xuất mẫu thử được anot hóa C (với xử lý bằng thuốc nhuộm và không xử lý căn màu thuốc nhuộm)

Mẫu thử nhôm (kim loại tấm JIS A1050P) được tẩy nhờn bằng cách được nhúng trong dung dịch tẩy nhờn kiềm yếu (30g/L dung dịch nước của Top Alclean 101 (tên sản phẩm); được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd., nhiệt độ bể: 60°C) trong vòng 3 phút, sau đó rửa bằng nước, và việc anot hóa được thực hiện trong bể anot hóa chứa axit sulfuric làm thành phần chính (chứa 180g/L axit sulfuric được giải phóng và 8,0g/L nhôm hòa tan) (nhiệt độ bể: 20±1°C, mật độ dòng anot: 1 A/dm², thời gian điện phân: 30 phút, độ dày màng = khoảng 10µm). Màng oxit anot thu được được rửa bằng nước, và được nhúng trong bể hoạt hóa axit chứa 100mL/L axit sulfuric 98% (nhiệt độ bể: nhiệt độ phòng) khoảng 1 phút để hoạt hóa axit, sau đó rửa bằng nước. Do đó, xử lý bằng thuốc nhuộm được thực hiện bằng cách nhúng mẫu thử trong dung dịch xử lý bằng thuốc nhuộm (thuốc nhuộm TAC loại TAC BLACK 402 1g/L; được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd.) khoảng 1 phút tại 50°C, sau đó rửa bằng nước, nhờ đó thu được mẫu thử hợp kim nhôm được nhuộm và anot hóa (sau đây được đề cập là “mẫu thử được anot hóa C”).

Ví dụ 1

Mẫu thử được anot hóa A được sản xuất theo các điều kiện sản xuất được chỉ ra ở trên được nhúng trong dung dịch xử lý bít kín (nhiệt độ bể: 92°C) chứa, 1g/L natri axetat làm muối kim loại, 1g/L amoni axetat làm chất đệm pH, và,

0,5g/L sản phẩm đa trùng ngưng natri naphtalen sulfonat formalin làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh trong độ pH của axit nitric và amoniac chứa nước là 7,0, 8,0, hoặc 9,0, trong vòng 5 phút, 10 phút, hoặc 20 phút cho từng độ pH, nhờ đó thực hiện xử lý bít kín.

Ví dụ 2

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách như trong ví dụ 1, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa B được sử dụng.

Ví dụ 3

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 1, chỉ khác là dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa 5g/L magie axetat làm muối kim loại, 0,5g/L trietanolamin làm chất đệm pH, và, 0,2g/L natri dodexylbenzen sulfonat làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit axetic và natri hydroxit, được sử dụng.

Ví dụ 4

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 1, chỉ khác là dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa 5g/L canxi nitrat làm muối kim loại, 4g/L alanin làm chất đệm pH, và, 0,2g/L sản phẩm đồng trùng hợp alkylen phenyl natri sulfonat làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Ví dụ 5

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 1, chỉ khác là dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa 10g/L magie nitrat làm muối kim loại, 4g/L pyridin làm chất đệm pH, và, 0,5g/L sản phẩm đa trùng ngưng natri naphtalen sulfonat formalin làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và kali hydroxit, được sử dụng.

Ví dụ 6

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 1, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa B và dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước

chứa 10g/L magie nitrat làm muối kim loại, 4g/L pyridin làm chất đệm pH, và 0,5g/L sản phẩm đa trùng ngưng natri naphtalen sulfonat formalin, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và kali hydroxit, được sử dụng.

Ví dụ 7

Mẫu thử được anot hóa A được điều chế theo các điều kiện sản xuất cụ thể ở trên được nhúng trong dung dịch xử lý bít kín (nhiệt độ bể: 92°C), mà là dung dịch nước chứa 10g/L kali nitrat làm muối kim loại, 0,5g/L 2-aminpyridin và 0,5g/L 2-metylimidazol làm chất đệm pH, và, 0,2g/L este polyoxyetylen styren phenyl ete làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước đến 7,5 hoặc 9,5, trong vòng 5 phút hoặc 20 phút cho từng độ pH, nhờ đó thực hiện xử lý bít kín.

Ví dụ 8

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 7, chỉ khác là dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa 20g/L magie nitrat làm muối kim loại, 0,5g/L 2-aminpyridin làm chất đệm pH và 0,5g/L 2-metylimidazol, và 0,2g/L este phosphoric phenyl được hóa dầu polyoxyetylen làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Ví dụ 9

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 7, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa B và dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa, 1g/L bari nitrat làm muối kim loại, 1g/L pyrazol và 1g/L pteridin làm chất đệm pH, và, 1g/L axit amit alkyl betain béo và 0,2g/L sản phẩm đồng trùng hợp alkylen phenyl natri sulfonat làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Ví dụ 10

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 7, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa A và dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước

chứa 20g/L magie nitrat làm muối kim loại, 2g/L imidazol làm chất đệm pH và 0,1g/L natri polyoxyetylen alkyl ete sulfat và 0,2g/L natri polyoxyetylen phenyl ete sulfat làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Ví dụ 11

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 7, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa A và dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa 20g/L magie nitrat làm muối kim loại, 2g/L imidazol làm chất đệm pH, và 0,01g/L polyoxyetylen alkyl ete và sản phẩm đồng trùng hợp 0,2g/L alkylen phenyl natri sulfonat làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Ví dụ 12

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 7, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa B và dung dịch xử lý bít kín, mà là dung dịch nước chứa 5g/L canxi nitrat làm muối kim loại, 1g/L oxazol làm chất đệm pH, và 0,2g/L axit amit alkyl betain béo và 0,5g/L natri dodexylbenzen sulfat làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Ví dụ so sánh 1

Xử lý bít kín được thực hiện bằng cách nhúng mẫu thử được anot hóa A trong nước sôi (nước trao đổi ion) tại 92°C trong vòng 20 phút.

Ví dụ so sánh 2

Xử lý bít kín được thực hiện bằng cách nhúng mẫu thử được anot hóa A trong dung dịch xử lý bít kín (nhiệt độ bể: 92°C) được tạo thành bằng dung dịch nước chứa 40mL/L chất bít kín gốc niken axetat (Top Seal H-298 (tên sản phẩm); được sản xuất bởi Okuno Chemical Industries Co., Ltd.) có độ pH 5,6 trong vòng 5 phút, 10 phút, hoặc 20 phút.

Ví dụ so sánh 3

Xử lý bút kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ so sánh 2, chỉ khác là mẫu thử được anot hóa C được sử dụng.

Ví dụ so sánh 4

Xử lý bút kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 7, chỉ khác là dung dịch xử lý bút kín, mà là dung dịch nước chứa 10g/L amoni sulfat, 0,5g/L 2-aminpyridin và 0,5g/L 2-metylimidazol làm chất đệm pH, và 0,2g/L este phosphoric polyoxyetylen styren phenyl ete làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH bằng axit nitric và amoniac chứa nước, được sử dụng.

Trong các ví dụ và các ví dụ so sánh ở trên, ngay sau khi các mẫu thử được anot hóa được xử lý bút kín, các mẫu thử được rửa bằng vòi nước khoảng 1 phút. Do đó, sau khi từng mẫu thử được anot hóa được làm khô bằng máy sấy, mẫu thử được để qua đêm ở nhiệt độ phòng, nhờ đó tạo ra mẫu thử được anot hóa được bút kín.

Các mẫu thử được anot hóa được bút kín được tạo ra trong các ví dụ và các ví dụ so sánh được đánh giá bằng phương pháp thử nghiệm sau đây.

Độ bút kín

Theo JIS H 8683-2:1999 (phương pháp thử nghiệm độ bút kín cho màng oxit anot của nhôm hoặc hợp kim nhôm, phần 2: thử nghiệm nhúng dung dịch nước axit phosphoric-axit cromic), từng mẫu thử được bút kín được nhúng trong dung dịch nước axit phosphoric-axit cromic, nhờ đó đo được việc giảm khối lượng mẫu thử trên đơn vị diện tích. Giá trị nhỏ hơn thể hiện độ bút kín vượt trội.

Khả năng chống nhiễm bẩn (thử nghiệm bút đánh dấu-thử nghiệm đặc tính loại vết bẩn)

Từng mẫu thử được bút kín được để ngoài trong vòng một ngày ở nhiệt độ phòng, và tạo ra dầu trên bề mặt mẫu thử với bút đánh dấu mực đen gốc dầu, sau đó để nguyên trong vòng 30 giây. Sau đó, mẫu thử được lau bằng giấy đóng hộp được ngâm trong nước hoặc rượu isopropyl, và được đánh giá theo tiêu chí dưới đây.

⊙: Dầu hoàn toàn được loại bằng cách lau nhẹ.

○: Dầu được loại bằng cách lau mạnh.

△: Dầu vẫn còn sót lại một ít ngay cả sau khi lau mạnh.

×: Màu đen của dầu vẫn còn sót lại.

Khi kết quả đánh giá là mức Δ trong thử nghiệm sử dụng nước, khả năng chống nhiễm bẩn được chấp nhận trong điều kiện sử dụng thực tế.

Đánh giá hình thức

Sự hình thành hoặc không hình thành bề mặt sương hoặc bụi, hoặc tạo ra màng loang theo kiểu cầu vồng của mẫu thử được anot hóa được bắt kín được quan sát bằng mắt thường, và việc đánh giá được thực hiện theo tiêu chí dưới đây.

⊙: Không thấy bề mặt sương hoặc bụi hoặc màng loang theo kiểu cầu vồng và hình thức đẹp.

○: Thấy một ít bề mặt sương hoặc bụi, hoặc màng loang theo kiểu cầu vồng; tuy nhiên, hình thức vẫn ở mức chấp nhận được.

△: Thấy bề mặt sương hoặc bụi, hoặc màng loang theo kiểu cầu vồng và hình thức kém đẹp.

×: Thấy bề mặt sương hoặc bụi, và màng loang theo kiểu cầu vồng và hình thức rất xấu.

Các bảng 1 đến 5 thể hiện các kết quả.

Bảng 1

	Dung dịch xử lý bít kín	Mẫu thử	độ pH	Thời gian bít kín (phút)	Độ bít kín (mg/dm ²)	Khả năng chống nhiễm bẩn		Hình thức
						Rượu	Nước	
Ví dụ 1	Natri axetat Amoni axetat Sản phẩm đa trùng ngưng natri naphtalen sulfonat formalin	A	7,0	5	24,5	○	△	⊗
				10	15,7	○	△	⊗
				20	10,3	⊗	△	○
			8,0	5	23,7	○	△	⊗
				10	12,8	○	△	⊗
				20	9,5	⊗	○	○
			9,0	5	22,6	○	△	⊗
				10	12,1	⊗	△	○
				20	8,8	⊗	○	○
Ví dụ 2	Natri axetat Amoni axetat Sản phẩm đa trùng ngưng natri naphtalen sulfonat formalin	B	7,0	5	24,7	○	△	⊗
				10	16,2	○	△	○
				20	10,0	⊗	△	○
			8,0	5	22,7	○	△	⊗
				10	13,1	○	△	○
				20	9,9	⊗	○	○
			9,0	5	22,4	○	△	⊗
				10	12,5	⊗	△	○

				20	9,2	⊙	○	○
Ví dụ 3	Magie axetat Trietanolamin Natri dodexylbenzen sulfat	A	7,0	5	21,8	○	△	⊙
				10	9,7	⊙	○	⊙
				20	4,4	⊙	⊙	○
			8,0	5	19,5	○	△	⊙
				10	7,8	⊙	○	⊙
				20	3,7	⊙	⊙	○
			9,0	5	17,2	○	△	⊙
				10	5,6	⊙	⊙	○
				20	2,8	⊙	⊙	○

Bảng 2

	Dung dịch xử lý bít kín	Mẫu thử	độ pH	Thời gian bít kín (phút)	Độ bít kín (mg/dm ²)	Khả năng chống nhiễm bẩn		Hình thức	
						Rượu	Nước		
Ví dụ 4	Canxi nitrat	A	7,0	5	24,3	○	△	⊗	
				10	11,4	⊗	○	⊗	
				20	8,0	⊗	○	⊗	
			8,0	5	22,7	○	△	⊗	
	10			10,5	⊗	○	⊗		
	20			5,1	⊗	⊗	○		
	9,0		5	20,4	○	△	⊗		
			10	8,2	⊗	○	⊗		
			20	4,3	⊗	⊗	○		
	Ví dụ 5		Magie nitrat	A	7,0	5	17,6	○	△
10						8,8	⊗	○	⊗
20						4,1	⊗	⊗	⊗
8,0					5	15,5	⊗	△	⊗
			10		5,4	⊗	⊗	⊗	
			20		3,2	⊗	⊗	⊗	
9,0			5		11,2	⊗	○	⊗	

Bảng 3

	Dung dịch xử lý bít kín	Mẫu thử	độ pH	Thời gian bít kín (phút)	Độ bít kín (mg/dm ²)	Khả năng chống nhiễm bẩn		Hình thức
						Rượu	Nước	
Ví dụ so sánh 1	Nước sôi	A	—	20	46,7	Δ	×	×
Ví dụ so sánh 2	H-298 Top Seal gốc niken axetat	A	5,6	5	18,9	○	Δ	⊙
				10	7,4	⊙	○	⊙
				20	2,7	⊙	⊙	⊙
Ví dụ so sánh 3	H-298 Top Seal gốc niken axetat	C	5,6	5	19,5	○	Δ	⊙
				10	7,8	⊙	○	⊙
				20	3,1	⊙	⊙	○

Bảng 4

	Dung dịch xử lý bất kín	Mẫu thử	độ pH	Thời gian bất kín (phút)	Độ bất kín (mg/dm ²)	Khả năng chống nhiễm bẩn		Hình thức
						Rượu	Nước	
Ví dụ 7	Kali nitrat 2-aminopyridin 2-methylimidazol Este phosphoric polyoxyetylen styren phenyl etc	A	7,5	5	19,4	○	△	⊕
				20	10,2	⊕	○	○
				5	17,2	○	△	⊕
				20	6,2	⊕	⊕	○
Ví dụ 8	Magie nitrat 2-aminopyridin 2-methylimidazol Este phosphoric polyoxyetylen styren phenyl etc	A	7,5	5	16,5	○	△	⊕
				20	4,4	⊕	⊕	○
				5	11,0	⊕	○	⊕
				20	2,6	⊕	⊕	○
Ví dụ 9	Bari nitrat Pyrazol, Pteridin Axit amit alkyl betain béo Sản phẩm đồng trùng hợp alkylen phenyl natri sulfonat	B	7,5	5	17,2	○	△	⊕
				20	5,4	⊕	⊕	⊕
				5	12,3	⊕	○	⊕
				20	4,2	⊕	⊕	⊕

Ví dụ 10	Magie nitrat Imidazol Natri polyoxyetylen alkyl ete sulfat Natri polyoxyetylen phenyl ete sulfat	A	7,5	5	16,3	○	△	⊙
				20	4,5	⊙	⊙	⊙
				5	11,4	⊙	○	⊙
			9,5	20	2,5	⊙	⊙	○
Ví dụ 11	Magie nitrat Imidazol Polyoxyetylen alkyl ete Sản phẩm đồng trùng hợp alkylen phenyl natri sulfonat	A	7,5	5	15,0	⊙	○	⊙
				20	4,1	⊙	⊙	⊙
				5	10,4	⊙	○	⊙
			9,5	20	2,2	⊙	⊙	⊙
Ví dụ 12	Canxi nitrat Oxazol Axit amit alkyl betain béo Natri dodecylbenzen sulfat	B	7,5	5	18,0	○	△	⊙
				20	5,5	⊙	⊙	○
				5	15,7	⊙	△	⊙
			9,5	20	3,8	⊙	⊙	○

Bảng 5

	Dung dịch xử lý bít kín	Mẫu thử	độ pH	Thời gian bít kín (phút)	Độ bít kín (magie/dm ²)	Khả năng chống nhiễm bẩn		Hình thức
						Rượu	Nước	
Ví dụ so sánh 4	Amoni Sulfat	A	7,5	5	29,5	Δ	×	⊙
	2-aminpyridin			20	15,3	○	Δ	○
	2-metylimidazol		9,5	5	25,0	Δ	×	⊙
	Este phosphoric polyoxyetylen styren phenyl ete			20	10,8	⊙	Δ	○

Như được thể hiện rõ trong các bảng 1 đến 5, bằng cách sử dụng các dung dịch xử lý bít kín trong các ví dụ 1 đến 12, hiệu quả bít kín so với trường hợp sử dụng dung dịch xử lý bít kín chứa muối niken được đảm bảo, thậm chí dung dịch xử lý bít kín không có muối niken được sử dụng. Ngoài ra, bằng cách sử dụng dung dịch xử lý bít kín theo các ví dụ 1 đến 12, màng oxit anot được xử lý bằng dung dịch xử lý bít kín thể hiện khả năng chống nhiễm bẩn vượt trội.

Ví dụ 13

Xử lý bít kín được thực hiện bằng cách nhúng mẫu thử được anot hóa A trong 1 L dung dịch xử lý bít kín (nhiệt độ bể: 92°C), mà là dung dịch nước chứa 10g/L magie nitrat làm muối kim loại, 4g/L pyridin làm chất đệm pH, và, 0,5g/L sản phẩm đa trùng ngưng natri naphtalen sulfonat formalin làm chất hoạt động bề mặt, được điều chỉnh độ pH đến 9,0 bằng axit nitric và kali hydroxit. Cụ thể hơn, 20 mẫu thử được nhúng liên tục trong dung dịch xử lý bít kín dưới việc khuấy bằng khí agon, trong vòng 20 phút với từng mẫu thử. Từng mẫu thử có kích cỡ 5cm×10cm, và tổng diện tích cả hai bề mặt là 1dm².

Ví dụ 14

Xử lý bít kín được thực hiện theo cách giống như cách trong ví dụ 13, chỉ khác là khuấy bằng không khí được thực hiện thay vì khuấy bằng khí agon.

Mặc dù bề bít kín bị vẫn đục nhiều nếu khuấy bằng không khí trong ví dụ 14, bề bít kín chỉ vẫn đục nhẹ trong ví dụ 13 trong đó khuấy bằng khí agon được thực hiện. Ngoài ra, có thể loại bỏ vấn đề đục trong các ví dụ 13 và 14 khi loại bằng lọc.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ, chất đệm pH là hợp chất dị vòng chứa nitơ, chất hoạt động bề mặt là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các chất hoạt động bề mặt anion và các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính.
2. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm 1, trong đó muối kim loại là muối kim loại của ít nhất một kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có natri, magie, kali và canxi.
3. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm 1, trong đó muối kim loại là muối kim loại của ít nhất một kim loại được lựa chọn từ nhóm gồm có magie và canxi.
4. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có axetat, sulfamat, sulfat, và nitrat.
5. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 3, trong đó muối kim loại là nitrat.
6. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 5, trong đó chất hoạt động bề mặt là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các chất hoạt động bề mặt gốc sulfat, các chất hoạt động bề mặt gốc sulfonat, và các chất hoạt động bề mặt gốc este phosphoric.
7. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 6, trong đó dung dịch xử lý bít kín có độ pH là 7,0 đến 10,0.
8. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 7, trong đó dung dịch xử lý bít kín không chứa muối kim loại gốc niken.
9. Dung dịch xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 đến 8, trong đó tổng lượng muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt trong dung dịch xử lý bít kín là 0,2 đến 100g/L.
10. Chất lỏng đậm đặc của dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp

kim nhôm, dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ, chất đệm pH là hợp chất dị vòng chứa nitơ, chất hoạt động bề mặt là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các chất hoạt động bề mặt anion và các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính.

11. Phương pháp xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm, bao gồm các bước sau:

nhúng vật phẩm có màng oxit anot của hợp kim nhôm trong dung dịch xử lý bít kín cho màng oxit anot của hợp kim nhôm,

dung dịch xử lý bít kín chứa muối kim loại, chất đệm pH, và chất hoạt động bề mặt, và

muối kim loại là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các muối kim loại kiềm và các muối kim loại kiềm thổ, chất đệm pH là hợp chất dị vòng chứa nitơ,

chất hoạt động bề mặt là ít nhất một thành phần được lựa chọn từ nhóm gồm có các chất hoạt động bề mặt anion và các chất hoạt động bề mặt lưỡng tính.

12. Phương pháp xử lý bít kín theo điểm 11, trong đó dung dịch xử lý bít kín có nhiệt độ chất lỏng là 85 đến 100°C.

13. Phương pháp xử lý bít kín theo điểm 11 hoặc 12, trong đó dung dịch xử lý bít kín có độ pH là 7,0 đến 10,0.

14. Vật phẩm được bít kín bằng phương pháp xử lý bít kín theo điểm bất kỳ trong số các điểm 11 đến 13.