



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0043165

(51)^{2020.01} H01F 1/33; B22F 3/02; B22F 3/22;
C22C 33/02; H01F 1/24; B22F 1/00;
B22F 5/00

(13) B

(21) 1-2021-00711

(22) 09/07/2019

(86) PCT/EP2019/068392 09/07/2019

(87) WO2020/011779 16/01/2020

(30) 18182824.5 11/07/2018 EP

(45) 25/02/2025 443

(43) 25/06/2021 399

(73) BASF SE (DE)

Carl-Bosch-Str. 38, 67056 Ludwigshafen am Rhein, Germany

(72) Koenig, Rene (DE); Joksimovic, Rastko (FR); Muenster, Ingo (DE); Klock, Volker (DE); Hwang, Jae Hyung (KR); Ehrenstein, Moritz (DE); Hupe, Eike (DE); Nilges, Joachim (DE); Liebscher, Ralf (DE); Kieburg, Christoffer (DE).

(74) Công ty TNHH dịch vụ sở hữu trí tuệ DREWMARKS (DREWMARKS CO.,LTD.)

(54) BỘT TỪ TÍNH MỀM ĐƯỢC PHỦ VỚI LỚP PHỦ GỐC SILIC, QUY TRÌNH PHỦ
BỘT TỪ TÍNH MỀM VÀ LINH KIỆN ĐIỆN TỬ BAO GỒM BỘT TỪ TÍNH MỀM

(21) 1-2021-00711

(57) Sáng chế đề cập đến bột từ tính mềm được phủ với lớp phủ gốc silic, quy trình để phủ bột từ tính mềm, linh kiện điện tử bao gồm bột từ tính mềm này và phương pháp sản xuất linh kiện điện tử. Bột từ tính mềm được phủ với lớp phủ gốc silic, trong đó lớp phủ gốc silic bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I): $\text{Si}_{1-0,75c} \text{M}_c \text{O}_{2-0,5c} \text{F}_d$ (I), trong đó: c nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5; d nằm trong khoảng từ 0,04 đến 2; và M là B hoặc Al.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bột từ tính mềm và quy trình phủ bột từ tính mềm. Sáng chế còn đề cập đến cách sử dụng của bột từ tính mềm này và linh kiện điện tử bao gồm bột từ tính mềm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Ứng dụng phổ biến của bột từ tính mềm bao gồm các linh kiện lõi từ tính, mà đóng vai trò như là mảnh vật liệu từ tính có độ dẫn từ cao được sử dụng để giới hạn và dẫn hướng từ trường trong các thiết bị điện, cơ điện và từ tính như nam châm điện, máy biến áp, động cơ điện, cuộn cảm và các tổ hợp từ trường. Các linh kiện này thường được sản xuất theo các hình dạng khác nhau bằng cách đúc bột từ tính mềm trong khuôn đúc dưới áp suất cao.

Trong các ứng dụng điện tử, đặc biệt là trong các ứng dụng dòng điện xoay chiều (alternating current - AC), hai đặc tính chính của linh kiện lõi từ tính là tính thấm từ và đặc tính tổn thất lõi. Trong ngữ cảnh này, tính thấm từ của vật liệu cung cấp dấu hiệu về khả năng bị nhiễm từ hoặc khả năng mang từ thông của nó. Độ dẫn từ được định nghĩa là tỷ số của từ thông cảm ứng với lực từ hóa hoặc cường độ trường. Khi vật liệu từ tính tiếp xúc với trường thay đổi nhanh chóng, tổng năng lượng của lõi bị giảm do xuất hiện các tổn thất từ trễ và/hoặc các tổn thất dòng điện xoáy. Tổn thất từ trễ được gây ra bởi sự tiêu tốn năng lượng cần thiết để khắc phục các lực từ trường được giữ lại trong linh kiện lõi. Tổn thất dòng điện xoáy được gây ra bởi sự sản sinh ra các dòng điện trong linh kiện lõi do từ thông thay đổi gây ra bởi các điều kiện AC và về cơ bản dẫn đến tổn thất điện trở.

Nói chung, các thiết bị cho các ứng dụng tần số cao nhạy cảm với các tổn thất lõi và để giảm các tổn thất do các dòng điện xoáy cần sự cách điện tốt của bột từ tính mềm. Cách đơn giản nhất để đạt được điều này là làm dày lớp cách điện cho mỗi hạt. Tuy nhiên, lớp cách điện càng dày, thì mật độ lõi của các hạt từ tính mềm càng giảm

và mật độ từ thông giảm. Vì vậy, để chế tạo lõi bột từ tính mềm có các đặc tính chính tối ưu, cần phải tăng đồng thời điện trở suất và tỷ trọng của lõi.

Khía cạnh khác của sự cách điện liên quan đến hiệu suất nhiệt độ và độ bền của lớp cách điện. Đặc biệt nhiệt độ cao có thể dẫn đến sự xuống cấp của lớp cách điện bằng cách phát triển các vết nứt làm tăng tổn thất dòng điện xoáy. Do đó, ổn định nhiệt độ là yêu cầu khác nữa để chế tạo lõi bột từ tính mềm, với các đặc tính tối ưu. Lý tưởng nhất là các hạt được bao phủ bởi lớp cách điện mỏng cung cấp điện trở suất cao và mật độ cao với hiệu suất nhiệt độ ổn định.

Các quy trình đã biết để tạo thành lớp cách điện trên các hạt từ tính thường giải quyết một trong những đặc tính chính, tức là mật độ hoặc điện trở suất. Tuy nhiên, nếu các hạt được phủ bởi lớp cách điện chịu nhiệt độ trên 120°C, tốt hơn là trên 150°C, trong vài giờ, lớp cách điện có thể phát triển các vết nứt, dẫn đến dòng điện xoáy cao hơn và giá trị điện trở suất thấp hơn.

EP 2 871 646 A1 đề cập đến bột từ tính mềm được bao phủ bởi lớp phủ gốc silic mà thể hiện các đặc tính tốt về độ ổn định nhiệt độ cũng như điện trở suất. Điều này đạt được nhờ các lớp phủ gốc silic cụ thể chứa flo với lượng nhất định. EP 2 871 646 A1 còn đề cập đến quy trình điều chế bột từ tính mềm được phủ. Tuy nhiên, trước nhu cầu ngày càng cao đối với bột từ tính mềm được phủ, đặc biệt là về độ bền nhiệt, thì trong tình trạng kỹ thuật vẫn cần phải cải thiện hơn nữa lớp cách điện của bột từ tính mềm để đạt được kết quả tối ưu cho các linh kiện lõi từ được tạo thành từ các loại bột đó. Hơn nữa, những cải tiến trong quy trình phủ bột từ tính mềm là điều đáng mong đợi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất bột từ tính mềm được phủ được cải thiện và quy trình tương ứng để phủ bột từ tính mềm mà tạo điều kiện để đạt được độ ổn định nhiệt độ tốt, điện trở suất cao và độ dẫn từ cao khi được sử dụng trong các linh kiện lõi từ. Hơn nữa, mục đích của sáng chế là đề xuất quy trình mà cho phép đạt được các mục đích nói trên một cách đơn giản, hiệu quả về chi phí và không phức tạp. Mục đích khác của sáng chế là đề xuất các linh kiện điện tử bao gồm bột từ tính mềm với độ ổn định nhiệt độ tốt, điện trở suất cao và độ dẫn từ cao.

Các mục đích này đạt được bởi bột từ tính mềm được phủ với lớp phủ gốc silic, trong đó lớp phủ gốc silic bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I):



trong đó:

c nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5,

d nằm trong khoảng từ 0,04 đến 2, và

M là B hoặc Al.

Sáng chế còn đề cập đến quy trình phủ bột từ tính mềm, trong đó bột từ tính mềm được trộn với dung dịch gốc silic chứa chất flo hóa có thể hòa tan. Sáng chế còn đề xuất bột từ tính mềm được thu bởi quy trình phủ hoặc bột từ tính mềm được phủ theo quy trình. Sáng chế cũng đề xuất việc sử dụng bột từ tính mềm để sản xuất các linh kiện điện tử, cụ thể là các linh kiện lõi từ, cũng như linh kiện điện tử, cụ thể là linh kiện lõi từ bao gồm bột từ tính mềm được phủ.

Phần mô tả dưới đây đề cập đến bột từ tính mềm được phủ cũng như quy trình phủ bột từ tính mềm được đề xuất bởi sáng chế. Cụ thể, các phương án của bột từ tính mềm, chế phẩm chứa flo và chất flo hóa có thể hòa tan áp dụng cho bột từ tính mềm được phủ, cho quy trình phủ bột từ tính mềm và hợp chất từ tính mềm được phủ được thu từ quy trình tương tự.

Sáng chế đề xuất quy trình phủ bột từ tính mềm và bột được phủ tương ứng mà phù hợp tối ưu để sản xuất linh kiện điện tử. Cụ thể, bột từ tính mềm theo sáng chế cho phép đạt được độ bền nhiệt cao, điện trở suất cao và độ dẫn từ cao khi được sử dụng để sản xuất các linh kiện điện tử, chẳng hạn như các linh kiện lõi từ. Hơn nữa, nhờ vào cách thức đơn giản và không phức tạp của phương pháp được đề xuất, có thể đạt được tính nhất quán cao từ lô này sang lô khác, điều này một lần nữa cho phép sản xuất các linh kiện điện tử một cách đảm bảo. Nhìn chung, bột từ tính mềm được phủ theo sáng chế tạo điều kiện thuận lợi để sản xuất các linh kiện điện tử với các đặc tính hiệu suất điện từ độc đáo và độ bền nhiệt độ cao, đặc biệt đối với nhiệt độ $> 120^\circ\text{C}$ và tốt hơn là $> 150^\circ\text{C}$ chẳng hạn như $> 175^\circ\text{C}$.

Mô tả chi tiết sáng chế

Theo ngữ cảnh của sáng chế, các thành phần riêng lẻ, ví dụ như Si, O, F, của các chế phẩm chứa flo có thể được phân bố đều khắp lớp phủ gốc silic. Trong trường hợp này, các chế phẩm chứa flo như được chỉ rõ ở đây chỉ ra thành phần của lớp phủ gốc silic đồng nhất. Ngoài ra, lớp phủ gốc silic có thể không đồng nhất. Trong trường hợp như vậy, các thành phần riêng lẻ của các chế phẩm chứa flo như được chỉ rõ ở đây cho biết trung bình của thành phần của lớp phủ gốc silic trên lớp phủ. Ví dụ, lớp phủ gốc silic có thể chứa một hoặc nhiều lớp silic dioxit (SiO_2) và một hoặc nhiều lớp nữa có chứa thành phần flo. Các chế phẩm chứa flo như được chỉ ra ở đây sau đó chỉ ra thành phần trung bình của lớp phủ gốc silic phân lớp hoặc không đồng nhất.

Theo ngữ cảnh của sáng chế, các thông số kỹ thuật tính bằng % theo trọng lượng (wt.-%) đề cập đến phần tổng trọng lượng của bột từ tính mềm trừ khi có quy định khác. Ví dụ, dung dịch để phủ bột từ tính mềm bao gồm chất flo hóa có thể hòa tan như được chỉ rõ ở trên và tùy ý các thành phần khác chẳng hạn như dung môi. Ở đây wt.-% đề cập đến phần tổng trọng lượng của bột từ tính mềm được xử lý bằng dung dịch, trừ khi có quy định rõ ràng khác. Do đó, các số chỉ trong wt.-% được dựa trên tổng trọng lượng của bột từ tính mềm không bao gồm các thành phần khác ví dụ từ dung dịch.

Bột từ tính mềm theo sáng chế bao gồm nhiều hạt được cấu tạo từ vật liệu từ tính mềm. Các loại bột này bao gồm các hạt với kích cỡ trung bình nằm trong khoảng từ 0,5 đến 250 μm , tốt hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 150 μm , tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2 đến 10 μm . Các hạt này có thể khác nhau về hình dạng. Về hình dạng, có thể có nhiều biến thể mà đã được biết bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật. Hình dạng của các hạt bột có thể, ví dụ, là hình kim, hình trụ, hình dẹt, hoặc hình cầu. Các hạt từ tính mềm với các hình dạng hạt khác nhau được bán trên thị trường. Ưu tiên dạng hình cầu vì các hạt như vậy có thể được phủ dễ dàng hơn, điều này trên thực tế dẫn đến cách điện hiệu quả hơn chống lại dòng điện.

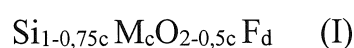
Vì vật liệu từ tính mềm là nguyên tố kim loại, hợp kim hoặc hỗn hợp của một hoặc nhiều (các) kim loại với một hoặc nhiều (các) hợp kim có thể được sử dụng. Các nguyên tố kim loại điển hình bao gồm Fe, Co và Ni. Các hợp kim có thể bao gồm các

hợp kim gốc Fe, chẳng hạn như hợp kim Fe-Si, hợp kim Fe-Si-Cr, hợp kim Fe-Si-Ni-Cr, hợp kim Fe-Al, hợp kim Fe-N, hợp kim Fe-Ni, hợp kim Fe-C, hợp kim Fe-B, hợp kim Fe-Co, hợp kim Fe-P, hợp kim Fe-Ni-Co, hợp kim Fe-Cr, hợp kim Fe-Mn, hợp kim Fe-Al-Si, và các ferit, hoặc hợp kim gốc đất hiếm, đặc biệt là hợp kim gốc Fe đất hiếm, chẳng hạn như hợp kim Nd-Fe-B, hợp kim Sn-Fe-N hoặc hợp kim Sm-Co-Fe-Cu-Zr, hoặc Sr-ferit, hoặc hợp kim Sm-Co. Trong phương án được ưu tiên Fe hoặc các hợp kim gốc Fe, chẳng hạn như Fe-Si-Cr, Fe-Si hoặc Fe-Al-Si, đóng vai trò như vật liệu từ tính mềm.

Theo phương án được ưu tiên cụ thể, Fe đóng vai trò như vật liệu từ tính mềm và bột từ tính mềm là bột sắt cacbonyl (ở đây còn được gọi là CIP (carbonyl iron powder)). Sắt cacbonyl có thể được thu theo các quy trình đã biết bằng cách phân hủy nhiệt sắt pentacacbonyl trong pha khí, như được mô tả, ví dụ, trong “Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Edition, Vol. A 14, page 599” hoặc trong DE 3 428 121 hoặc trong DE 3 940 347, và chứa cụ thể sắt kim loại tinh khiết.

Bột sắt cacbonyl là loại bột màu xám, phân chia mịn của sắt kim loại có hàm lượng các thành phần thứ cấp thấp và chủ yếu bao gồm các hạt hình cầu có đường kính hạt trung bình lên đến 10 μm . Bột sắt cacbonyl chưa khử, được ưu tiên trong ngữ cảnh hiện tại, có hàm lượng sắt > 97% theo trọng lượng (ở đây dựa trên tổng trọng lượng của bột), hàm lượng cacbon < 1,5% theo trọng lượng, hàm lượng nito < 1,5% theo trọng lượng và hàm lượng oxy < 1,5% theo trọng lượng. Bột sắt cacbonyl chưa khử, cụ thể được ưu tiên trong ngữ cảnh hiện tại, có hàm lượng sắt > 99,5% theo trọng lượng (ở đây dựa trên tổng trọng lượng của bột), hàm lượng cacbon < 0,1% theo trọng lượng, hàm lượng nito < 0,01% theo trọng lượng và hàm lượng oxy < 0,5% theo trọng lượng. Đường kính trung bình của các hạt bột tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 10 μm và diện tích bề mặt cụ thể của chúng (BET của các hạt bột) tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2,5 m^2/g .

Theo phương án lớp phủ gốc silic chứa chế phẩm chứa flo có công thức (I):



Trong công thức (I) trên, M là B hoặc Al, tốt hơn là B.

Trong chế phẩm chứa flo của công thức (I) chỉ số c là số nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5, tốt hơn là trong khoảng từ 0,05 đến 0,3 và đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,085 đến 0,2.

Chỉ số d là số nằm trong khoảng từ 0,04 đến 2, tốt hơn là trong khoảng từ 0,2 đến 1,2 và đặc biệt tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,34 đến 0,8.

Tốt hơn là, chỉ số c và chỉ số d có mối quan hệ: $d = 4c$.

Lớp phủ gốc silic tốt hơn là có thể bao gồm từ > 5 đến 45 wt.-%, tốt hơn nữa là từ 10 đến 40 wt.-%, và đặc biệt ưu tiên từ 20 đến 35 wt.-%, dựa trên tổng trọng lượng của lớp phủ gốc silic, của ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I).

Ngoài các lớp phủ gốc silic được chỉ định ở trên, lớp phủ cũng có thể có gốc từ các oxit kim loại chẳng hạn như nhôm oxit (Al_2O_3), magie oxit (MgO) hoặc titan oxit (TiO_2 , TiO , Ti_2O_3). Các lớp phủ như vậy có thể được tạo ra bằng cách phân hủy các alkoxit kim loại. Các alkoxit kim loại thường được cho theo công thức $\text{M}^2(\text{OR}')(\text{OR}'')\dots(\text{OR}^n)$, trong đó M^2 là kim loại và n là hóa trị của kim loại. R' , R'' , R^n xác định các phần còn lại hữu cơ, có thể giống hoặc khác nhau. Ví dụ r xác định alkyl mạch thẳng hoặc mạch nhánh hoặc aryl được thế hoặc không được thế. Ở đây r xác định alkyl $\text{C}_1 - \text{C}_8$, chẳng hạn như metyl, etyl, n-propyl, iso-propyl, n-butyl, iso-butyl, sec.-butyl hoặc tert.-butyl, n-hexyl. 2-ethylhexyl, hoặc aryl $\text{C}_6 - \text{C}_{12}$, chẳng hạn như phenyl, 2-, 3- hoặc 4-metylphenyl, 2,4,6-trimetylphenyl hoặc naphtyl. Được ưu tiên là metyl, etyl và iso-propyl. Các chi tiết khác về quy trình phủ bột từ tính mềm với oxit kim loại, cụ thể là SiO_2 , được mô tả dưới đây.

Hơn nữa, thành phần flo của chế phẩm chứa flo có thể được nhúng trong nền SiO_2 và/hoặc được liên kết với bề mặt của lớp phủ SiO_2 . Thành phần flo của chế phẩm chứa flo có thể phân bố đồng nhất hoặc không đồng nhất trong nền SiO_2 . Ví dụ, lớp phủ gốc silic có thể bao gồm một hoặc nhiều lớp của lớp phủ SiO_2 và một hoặc nhiều lớp của lớp phủ SiO_2 chứa flo. Ngoài ra hoặc cách khác, thành phần flo của chế phẩm chứa flo có thể được liên kết với bề mặt của lớp phủ SiO_2 bao quanh các hạt bột từ tính mềm, trong đó lớp phủ SiO_2 cũng có thể chứa thành phần flo của chế phẩm chứa flo.

Theo phương án khác, lớp phủ gốc silic có độ dày trung bình nằm trong khoảng từ 2 đến 100 nm, ưu tiên là nằm trong khoảng từ 5 đến 70 nm và đặc biệt ưu tiên là nằm trong khoảng từ 10 đến 50 nm. Ngoài ra, tỷ lệ của lớp phủ silic trên vật liệu từ tính mềm không cao hơn 0,1 và tốt hơn là không cao hơn 0,02 và tốt hơn là bột từ tính mềm bao gồm lớp phủ gốc silic nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 wt%, ưu tiên hơn từ 0,2 đến 3,0 wt%, và đặc biệt là từ 0,3 đến 1,8 wt% dựa trên tổng trọng lượng của bột từ tính mềm. Do đó, sự giảm đáng kể mật độ từ thông của lõi từ bằng cách đúc bột từ tính mềm có thể được ngăn chặn.

Chất flo hóa có thể hòa tan được sử dụng trong quy trình phủ bột từ tính mềm là chất flo hóa có độ hòa tan trong etanol lớn hơn 15 wt.-%, tốt hơn là lớn hơn 20 wt.-%, và đặc biệt ưu tiên lớn hơn 25 wt.-% tại 0°C. Chất flo hóa ngoài ra có thể được chỉ định bởi độ hòa tan rất cao trong nước lớn hơn 25 wt.-%, tốt hơn là lớn hơn 30 wt.-%, và đặc biệt ưu tiên lớn hơn 35 wt.-% ở 20°C. Nhận thấy rằng các chất flo hóa có độ hòa tan thấp hơn dễ bị kết tủa khỏi dung dịch nếu dung dịch được điều chế trước và bảo quản ở nhiệt độ môi trường. Điều này thường được quan sát thấy đối với $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$, mà được phát hiện có khả năng hòa tan trong etanol ở 0°C khoảng 10 wt.-%. Các chất flo hóa có đủ độ hòa tan trong etanol thường là chất flo hóa ion. Ngoài ra hoặc thay vào đó, cũng đặc biệt ưu tiên nếu chất flo hóa là chất lỏng ở nhiệt độ phòng và/hoặc có thể được điều chế từ các thành phần là chất lỏng ở nhiệt độ phòng.

Theo phương án cụ thể được ưu tiên, dung dịch của chất flo hóa có thể hòa tan trong etanol có độ pH nằm trong khoảng từ 0 đến 10, tốt hơn là từ 6 đến 9. Độ pH nằm trong khoảng từ 6 đến 9, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 7 đến 9, được ưu tiên khi xét đến khả năng ăn mòn của thiết bị được sử dụng để điều chế (tức là lò phản ứng) trong quy trình phủ. Hơn nữa, phạm vi pH được ưu tiên cho phép các điều kiện nhẹ cho lớp phủ của bột từ tính mềm.

Tốt hơn là ít nhất một chất flo hóa có công thức (II):



trong đó:

M là B hoặc Al; và

Q là nhóm cation được chọn từ H^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ hoặc $[NR^1_4]^+$, trong đó R^1 được chọn độc lập từ nhóm bao gồm -H, -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₆₋₁₈-aryl, mỗi trong số chúng có thể được thế với ít nhất một nhóm được biểu diễn bởi công thức -OR², trong đó R² được chọn độc lập từ -H, -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₁₋₁₈-aryl.

Theo phương án được ưu tiên của sáng chế M được chọn từ B có công thức (II).

Hơn nữa, các phương án được ưu tiên bao gồm các nhóm cation Q được chọn từ H^+ hoặc $[NR^1_4]^+$ trong đó R^1 được xác định như ở trên.

Trong một phương án, ít nhất một nhóm thế R^1 được chọn từ nhóm bao gồm -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₆₋₁₈-aryl (tức là nhóm được xác định ở trên ngoại trừ -H), mỗi nhóm có thể được thế bởi ít nhất một nhóm được biểu diễn bởi công thức -OR², trong đó R² được xác định ở trên. Trong phương án thay thế, ít nhất hai nhóm thế R^1 được chọn từ nhóm bao gồm -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₆₋₁₈-aryl (tức là khác -H), mỗi nhóm có thể được thế bởi ít nhất một nhóm được biểu diễn bởi công thức -OR², trong đó R² được xác định ở trên. Trong phương án thay thế, ít nhất ba nhóm thế R^1 được chọn từ nhóm bao gồm -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₆₋₁₈-aryl (tức là khác -H), mỗi nhóm có thể được thế bởi ít nhất một nhóm được biểu diễn bởi công thức -OR², trong đó R² được xác định ở trên.

Theo phương án được ưu tiên khác, ít nhất một chất flo hóa có công thức (II) được chọn từ nhóm, bao gồm HBF₄, [NH₄][BF₄], và $[(R^4-O-R^3)_x-NH_{3-x}][BF_4]$, trong đó R³ biểu diễn nhóm có công thức -(C_nH_{2n+p})-, trong đó n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6 và p là số nguyên được chọn từ 0 và -2; R⁴ được chọn từ -H hoặc -(C_mH_{2m+q})-CH₃, trong đó m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 6 và q là số nguyên được chọn từ 0 và -2, với điều kiện là khi m = 0 thì q = 0, và x là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Theo một phương án được ưu tiên, n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

Theo phương án được ưu tiên thay thế, p là 0.

Theo phương án được ưu tiên thay thế khác, m là số nguyên được chọn từ 0 và

Theo phương án được ưu tiên thay thế khác, q là 0.

Theo một phương án, R^3 biểu diễn nhóm được chọn từ $-(CH_2)-$, $-(C_2H_4)-$, $-(C_3H_6)-$, $-(CH_3-CH(CH_3))-$, và tốt hơn là biểu diễn $-(C_2H_4)-$.

Theo một phương án, R^4 biểu diễn nhóm được chọn từ $-H$ và $-CH_3$, và tốt hơn là biểu diễn $-H$.

Theo phương án ưu tiên cụ thể, ít nhất một chất flo hóa có công thức (II) được biểu diễn bởi công thức $[(R^4-O-R^3)_x-NH_{3-x}][BF_4]$, trong đó R^3 biểu diễn nhóm có công thức $-(C_nH_{2n+p})-$, trong đó n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 3, và p là 0; và R^4 là $-H$.

Theo phương án ưu tiên cụ thể khác, ít nhất một chất flo hóa có công thức (II) được biểu diễn bởi công thức $[(R^4-O-R^3)_x-NH_{3-x}][BF_4]$, trong đó R^3 biểu diễn nhóm được chọn từ $-(CH_2)-$, $-(C_2H_4)-$, $-(C_3H_6)-$, $-(CH_3-CH(CH_3))-$, và tốt hơn là biểu diễn $-(C_2H_4)-$, và R^4 là $-H$.

Theo phương án khác, x là số nguyên được chọn từ 1 và 2, và theo phương án ưu tiên cụ thể x biểu diễn 1.

Cụ thể, tốt hơn là chất flo hóa có thể hòa tan được chọn từ nhóm bao gồm HBF_4 , $[NH_4][BF_4]$, $[HOCH_2-NH_3][BF_4]$, $[HOC_2H_4-NH_3][BF_4]$, $[HOC_3H_6-NH_3][BF_4]$, $[HOC_4H_8-NH_3][BF_4]$, $[HOC_5H_{10}-NH_3][BF_4]$ và $[HOC_6H_{12}-NH_3][BF_4]$. Cụ thể, $[HOC_2H_4-NH_3][BF_4]$ tốt hơn là được sử dụng như chất flo hóa có thể hòa tan. Các chất flo hóa này kết hợp các đặc tính ưu việt về khả năng hòa tan trong etanol, tính ổn định trong dung dịch, khả năng tiếp cận và hiệu suất như chất flo hóa cũng như hiệu suất của các lớp phủ gốc silic thu được từ đó. Hơn nữa, các chất flo hóa này có đặc điểm là có độc tính thấp hơn so với các chất flo hóa chẳng hạn như H_2SiF_6 , được biết đến từ EP 2 871 646 A1.

Các hợp chất có công thức $[(R^4-O-R^3)_x-NH_{3-x}][BF_4]$, có thể được điều chế dễ dàng bằng cách trộn HBF_4 và $R^4-O-R^3-NH_2$ theo tỷ lệ nằm trong khoảng từ 1:0,5 đến 1:4, tốt hơn là từ 1:0,8 đến 1:3, tốt hơn nữa là từ 1:0,9 đến 1:2 và đặc biệt từ 1:1 đến 1:1,5, trong dung môi thích hợp (ví dụ etanol) ở nhiệt độ phòng. Dung dịch thu được

thường ổn định ở nhiệt độ phòng và có thể được bảo quản mà không bị biến chất hoặc lắng cặn.

Các chất flo hóa có thể hòa tan theo sáng chế cụ thể được đặc trưng bởi là hợp chất có khả năng hòa tan tốt trong etanol. Theo một phương án ưu tiên, các chất flo hóa có thể hòa tan tốt hơn là các hợp chất lỏng hoặc được điều chế tại chỗ từ các hợp chất lỏng, do đó có thể dễ dàng quản lý. Dung dịch thu được do đó tương thích tốt với các vật liệu nhạy cảm với sự ăn mòn (ví dụ như bề mặt lò phản ứng).

Để phủ bột từ tính mềm với silic dioxit (SiO_2) dung dịch gốc silic tốt hơn là chứa alkoxit silic, mà được thêm vào dung dịch gốc silic trong một hoặc nhiều bước. Các alkoxit silic thích hợp ví dụ là tetrametyloctosilicat (tetramethylorthosilicate - TMOS), tetraetyloctosilicat (tetraethylorthosilicate - TEOS), tetrapropyloctosilicat (tetrapropylorthosilicate) và tetraisopropyloctosilicat (tetraisopropylorthosilicate) hoặc hỗn hợp của chúng. Các alkoxit silic như vậy cung cấp dạng hòa tan của silic mà không có nước hoặc nhóm hydroxy nào. Do đó, có thể đạt được sản phẩm silic thủy phân được kiểm soát. Ưu tiên là TEOS như alkoxit silic. Cũng thích hợp là các silan có hai hoặc ba nhóm O-R^n , trong đó R^n là phần còn lại như đã nêu ở trên, và hai hoặc một (các) nhóm X^1 được liên kết trực tiếp với silan, tương ứng, trong đó X^1 là phần còn lại như H, metyl, etyl, C_3 đến C_{18} hoặc propylamin, hoặc thậm chí các ví dụ phức tạp hơn như (3-glycidyloxypropyl)triethoxysilan cũng như các hỗn hợp của chúng, mà có thể còn được trộn thêm với bất kỳ alkoxit silic nào được đề cập ở trên.

Bộ từ tính mềm tốt hơn là được trộn với dung dịch gốc silic và chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào sau khi xử lý ít nhất một phần bột từ tính mềm với dung dịch gốc silic. Ví dụ, chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào trong quá trình xử lý với dung dịch gốc silic và/hoặc ngay sau khi xử lý với dung dịch gốc silic. Ở đây ngay sau khi xử lý với dung dịch gốc silic đề cập đến bước trực tiếp sau bước cuối cùng của việc xử lý với dung dịch gốc silic. Bước cuối cùng của việc xử lý với dung dịch gốc silic thường bao gồm hoặc gồm có chưng cất và làm khô bột từ tính mềm được phủ, do đó tạo ra bột từ tính mềm được phủ khô. Trong bước trực tiếp sau khi xử lý với dung dịch gốc silic, dung môi bao gồm chất flo hóa có thể được thêm vào bột từ tính mềm

được phủ để cung cấp bột từ tính mềm được phủ với lớp phủ gốc silic bao gồm một trong số các chế phẩm chứa flo như được xác định ở trên.

Về cơ bản, dung dịch cũng có thể dựa trên các kim loại khác và chứa các alkoxit kim loại để phủ bột từ tính mềm với oxit kim loại. Ví dụ dung dịch có thể dựa trên titan, magie (Mg) hoặc nhôm để tạo ra lớp phủ nhôm oxit (Al_2O_3), magie oxit (MgO) hoặc titan oxit (TiO_2 , TiO , Ti_2O_3). Hơn nữa, dung dịch có thể dựa trên hỗn hợp các kim loại, chẳng hạn như Si, Al, Mg hoặc Ti, và chứa hỗn hợp tương ứng của các alkoxit kim loại để đạt được lớp phủ được trộn. Tốt hơn là sự phân hủy alkoxit kim loại được thực hiện bằng cách thủy phân. Đối với quá trình thủy phân, dung dịch gốc kim loại còn chứa thêm chất huyền phù trợ, nước và có khả năng là chất xúc tác.

Hỗn hợp phản ứng bao gồm bột từ tính mềm, dung dịch gốc kim loại và tùy ý chất flo hóa có thể được điều chế từng bước trong một hoặc nhiều bước hoặc dần dần. Tốt hơn là, hỗn hợp phản ứng được chuẩn bị từng bước. Trong ngữ cảnh này, từng bước đề cập đến việc thêm ít nhất một thành phần của hỗn hợp phản ứng trong một hoặc nhiều bước trong quá trình thủy phân, trong đó việc bổ sung từng bước cũng có thể bao gồm việc bổ sung ở tốc độ trong khoảng thời gian xác định. Do đó, các thành phần có thể được thêm vào một bước cùng một lúc. Ngoài ra các thành phần có thể được thêm vào trong khoảng thời gian đều đặn hoặc không đều trong ít nhất hai bước. Dần dần có nghĩa là các thành phần được thêm vào với tốc độ cố định hoặc trong khoảng thời gian đều đặn, ví dụ mỗi phút hoặc mỗi giây, trong quá trình thủy phân. Tốt hơn là alkoxit kim loại và/hoặc chất flo hóa được thêm vào từng bước.

Trong bước quy trình thứ nhất bột từ tính mềm có thể được trộn với chất tạo huyền phù trợ, chẳng hạn như nước và/hoặc dung môi hữu cơ. Các dung môi hữu cơ thích hợp là dung môi protic, tốt hơn là rượu đơn hóa trị hoặc rượu hóa trị hai, chẳng hạn như metanol, etanol, iso-propanol, glycol, dietylen glycol hoặc trietylen glycol, hoặc các dung môi aprotic, tốt hơn là các keton, chẳng hạn như axeton, diketon, etc, ví dụ dietyl ete, di-n-butyl ete, dimetyl ete của glycol, dietylen glycol hoặc trietylen glycol, hoặc các dung môi chứa nito chẳng hạn như pyridin, piperidin, n-methylpyrrolidin hoặc etanol amin. Tốt hơn là dung môi hữu cơ hòa tan được với nước. Chất tạo huyền phù có thể là dung môi hữu cơ hoặc dung môi hữu cơ được trộn với

nước. Các dung môi hữu cơ được ưu tiên là axeton, isopropanol và etanol. Đặc biệt được ưu tiên là etanol. Hàm lượng của chất tạo huyền phù trong dung dịch gốc kim loại có thể lên đến 70 wt.-%. Tốt hơn là hàm lượng của chất tạo huyền phù nằm trong khoảng từ 10 đến 50 wt.-%.

Hỗn hợp của bột từ tính mềm và chất tạo huyền phù được chọn sao cho dung dịch trộn lẫn được thu. Phần rắn cao là thuận lợi để tăng năng suất trên thể tích và thời gian. Phần rắn tối ưu có thể dễ dàng thu được thông qua các thí nghiệm được thực hiện thường xuyên, cho phép tìm ra phần tối ưu cho hỗn hợp phản ứng. Hơn nữa, các máy khuấy cơ học hoặc thiết bị bơm/vòi phun có thể được sử dụng để tăng phần rắn.

Trong bước quy trình thứ hai, alkoxit kim loại có thể được thêm vào hỗn hợp. Alkoxit kim loại có thể được thêm vào hỗn hợp phản ứng như vậy hoặc hòa tan trong dung môi hữu cơ. Nếu dung môi hữu cơ được sử dụng, dung môi hữu cơ chứa alkoxit kim loại nằm trong khoảng từ 10 đến 90 wt.-%, tốt hơn là từ 50 đến 80 wt.-%. Alkoxit kim loại có thể được thêm vào từng bước hoặc dần dần. Ưu tiên là bổ sung từng bước alkoxit kim loại trong một hoặc nhiều bước, tốt hơn là hai bước. Ví dụ lên đến 90%, lên đến 50% hoặc lên đến 20% của tổng lượng alkoxit kim loại cần thiết cho quá trình thủy phân được thêm vào hỗn hợp phản ứng lúc đầu và lượng còn lại được thêm vào ở giai đoạn sau của quy trình.

Tổng lượng alkoxit kim loại được thêm vào dung dịch gốc kim loại phụ thuộc vào độ dày mong muốn của lớp phủ. Tùy thuộc vào sự phân bố kích thước hạt, có thể dễ dàng xác định biên dạng của các hạt (hình kim hoặc hình cầu) và lượng hạt bột được thêm vào bề mặt cụ thể tổng thể. Các phương pháp đã biết khác chẳng hạn như phương pháp BET có thể được thực sử dụng để xác định diện tích bề mặt cụ thể. Từ độ dày mong muốn của lớp phủ và mật độ của oxit kim loại có thể tính được lượng oxit kim loại cần thiết. Sau đó, tổng lượng alkoxit kim loại cần thiết có thể được xác định thông qua hệ số tỷ lượng của phản ứng.

Sau khi thêm alkoxit kim loại, sự thủy phân xảy ra tự động ngay khi nước được thêm vào hỗn hợp phản ứng trong bước thứ ba. Tốt hơn là tổng lượng nước tương ứng với ít nhất hai lần, tốt hơn là ít nhất gấp năm lần lượng theo hệ số tỷ lượng cần thiết cho sự thủy phân alkoxit kim loại. Nói chung, tổng lượng nước không lớn hơn một

trăm lần, tốt hơn là gấp hai mươi lần lượng theo hệ số tỷ lệ cần thiết. Trong bước thứ ba, một phần lượng nước được thêm vào, mà tương ứng với phần alkoxit kim loại được thêm vào hỗn hợp phản ứng trong bước quy trình thứ hai.

Để đẩy nhanh quá trình thủy phân, có thể thêm chất xúc tác như chất xúc tác kiềm hoặc axit vào hỗn hợp phản ứng. Lượng chất xúc tác được thêm vào cũng có thể được điều chỉnh thành phần alkoxit kim loại được thêm vào hỗn hợp phản ứng trong bước quy trình thứ hai. Các chất xúc tác có tính axit thích hợp ví dụ là các axit vô cơ loãng như axit sulphuric, axit hydrocloric, axit nitric, và các chất xúc tác kiềm thích hợp ví dụ như dung dịch kiềm pha loãng, chẳng hạn như xút. Ưu tiên sử dụng dung dịch amoniac pha loãng nên chất xúc tác và nước được thêm vào đồng thời trong một bước.

Tỷ lệ mol ưu tiên của chất xúc tác đối với alkoxit kim loại, cụ thể là amoniac và alkoxit silic, là 1:1 tới 1:2, tốt hơn là 1:1,1 tới 1:1,8. Tỷ lệ này cho phép tạo thành lớp phủ có các đặc tính tốt.

Quá trình phân hủy của alkoxit kim loại, tốt hơn là alkoxit silic, còn có thể được thúc đẩy hơn nữa bằng cách làm nóng hỗn hợp phản ứng được điều chế ở bước quy trình thứ tư. Hỗn hợp phản ứng có thể được làm nóng đến nhiệt độ ngay dưới điểm sôi hoặc lên đến hồi lưu hỗn hợp phản ứng. Trong trường hợp của etanol, ví dụ, nhiệt độ được giữ dưới 80°C, ví dụ khoảng 60°C. Hỗn hợp phản ứng có thể được giữ ở nhiệt độ cao trong hồi lưu trong vài giờ, ví dụ 3 giờ. Thông thường, hỗn hợp phản ứng được phân tán bằng máy khuấy cơ học. Hơn nữa, các chất phân tán chẳng hạn như các chất hoạt động bề mặt anion hoặc ion, nhựa acrylic, chất phân tán sắc tố hoặc các rượu cao hơn như hexanol, octanol, nonanol hoặc dodecanol có thể được thêm vào hỗn hợp phản ứng.

Nếu alkoxit kim loại được thêm vào từng bước trong nhiều hơn một bước, các phần còn lại của alkoxit kim loại, nước và chất xúc tác có thể được thêm vào một hoặc nhiều bước trong khi hỗn hợp phản ứng được giữ ở nhiệt độ cao. Ưu tiên là sự bổ sung hai bước của alkoxit kim loại, trong đó các phần còn lại của alkoxit kim loại, nước và chất xúc tác được thêm vào trong một bước trong khi hỗn hợp phản ứng được giữ ở nhiệt độ tăng cao.

Sau khi thủy phân, hỗn hợp phản ứng được chưng cất và làm khô trong bước thứ năm và thứ sáu của quy trình. Điểm khi quá trình thủy phân kết thúc có thể được phát hiện bằng cách phát hiện sự giảm hàm lượng nước trong hồi lưu. Hàm lượng nước đủ thấp để hỗn hợp phản ứng có thể được chưng cất và làm khô để lại bột từ tính mềm được phủ với SiO_2 . Trong ngữ cảnh này, mức hàm lượng nước có thể dễ dàng được xác định thông qua các thí nghiệm thông thường.

Theo một phương án của quy trình, chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào trong quá trình xử lý với dung dịch gốc silic. Do đó, chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào trước khi việc xử lý với dung dịch gốc silic kết thúc, tức là trước khi hỗn hợp phản ứng được chưng cất và làm khô.

Theo phương án khác thì chất flo hóa với lượng từ $1,0 \times 10^{-2}$ đến $5,5 \times 10^{-2}$ mol.-% được thêm vào dung dịch gốc silic dựa trên tổng lượng bột từ tính mềm. Tốt hơn là chất flo hóa với lượng từ $1,5 \times 10^{-2}$ đến $3,5 \times 10^{-2}$ mol.-% được sử dụng, cụ thể là chất flo hóa với lượng từ $1,7 \times 10^{-2}$ đến $2,7 \times 10^{-2}$ mol.-%.

Theo phương án khác thì chất flo hóa với lượng từ 0,1 đến 10 mmol trên 1 kg bột từ tính mềm được thêm vào dung dịch gốc silic. Tốt hơn là từ 1 đến 7 mmol chất flo hóa trên 1 kg bột từ tính mềm được sử dụng, cụ thể là 3 đến 5 mmol chất flo hóa.

Theo phương án khác, 0,25 đến 5 mol.-% chất flo hóa được thêm vào dung dịch gốc silic dựa trên tổng lượng Si trong dung dịch gốc silic. Tốt hơn là từ 1 đến 4,5 mol.-% chất flo hóa được sử dụng, cụ thể là 1,5 đến 3,5 mol.-% chất flo hóa.

Chất flo hóa có thể được thêm vào ở dạng rắn hoặc ở dạng dung dịch. Tốt hơn là, dung dịch của chất flo hóa có nồng độ nằm trong khoảng từ 5 đến 30 wt.-%, cụ thể là từ 10 đến 20 wt.-%. Thông thường dung môi là nước, etanol hoặc chất tạo huyền phù trợ được đề cập trước đó. Trong phương án ưu tiên cụ thể, dung dịch bao gồm ít nhất một chất flo hóa và ít nhất etanol.

Theo phương án ưu tiên khác, chỉ một phần alkoxit silic được thêm vào cùng với chất flo hóa. Ví dụ, 100% alkoxit silic cần thiết để tạo thành 1-2 wt.-% SiO_2 trên bột sắt, 25%, 50% hoặc 75% được thêm vào cùng với chất flo hóa.

Tỷ lệ mol ưu tiên của các nguyên tử flo được thêm vào trong chất flo hóa có thể hòa tan vào silic trong alkoxit silic được thêm vào (tỷ lệ mol F:Si) là 1:3 đến 1:18, tốt hơn là 1:5 đến 1:15, và đặc biệt là 1:8 đến 1:13, trong đó tỷ lệ mol đề cập đến tỷ lệ trên toàn bộ lớp phủ. Tỷ lệ mol F:Si có thể ví dụ là 1:9,1. Với tỷ lệ này lớp phủ có thể được thích ứng để mang lại độ dẫn từ cao do độ dày của lớp phủ và ổn định nhiệt độ tốt.

Hơn nữa, chất flo hóa có thể hòa tan có thể được thêm vào từng bước trong một hoặc nhiều bước trong quá trình xử lý với dung dịch gốc silic. Tốt hơn là chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào trong một bước. Có thể chọn điểm khi chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào ở đâu đó sau bước thứ hai của quy trình, tức là sau khi thêm alkoxit kim loại, và trước bước thứ năm của quy trình, tức là trước khi chưng cất và làm khô. Tốt hơn là, chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào trong khi hỗn hợp phản ứng được giữ ở nhiệt độ cao. Cụ thể ưu tiên là, chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào trước khi phần còn lại của alkoxit kim loại được thêm vào trong khi hỗn hợp phản ứng được giữ ở nhiệt độ cao. Do đó, chất flo hóa có thể hòa tan có thể được thêm vào sau khi ít nhất 20%, tốt hơn là ít nhất 50% và đặc biệt ưu tiên ít nhất 70% các chất phản ứng cho quá trình thủy phân, ví dụ alkoxit kim loại, đã được thêm vào.

Quy trình được mô tả ở trên là phương án được ưu tiên. Tuy nhiên, trình tự các bước của quy trình có thể thay đổi. Alkoxit kim loại có thể ví dụ được thêm vào hỗn hợp phản ứng bao gồm bột từ tính mềm, chất tạo huyền phù trợ, nước và chất xúc tác đồng thời hoặc nước và alkoxit kim loại có thể được thêm vào đồng thời. Tuy nhiên, trong các phương án như vậy, sự bổ sung từng bước của alkoxit kim loại trong nhiều hơn một bước được ưu tiên, trong đó chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào cùng một lúc như được mô tả ở trên.

Ngoài ra hoặc thay vào đó, chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào ngay sau khi xử lý với dung dịch gốc silic. Nếu chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào ngay sau khi xử lý với dung dịch gốc silic, bột từ tính mềm được xử lý bởi dung dịch gốc silic bao gồm hoặc không bao gồm chất flo hóa có thể hòa tan. Bột từ tính mềm được phủ có thể được trộn với dung môi, chẳng hạn như etanol, và chất flo hóa có thể hòa tan trong bước quy trình sau quy trình phủ alkoxit.

Bột từ tính mềm được phủ theo các quy trình được mô tả ở trên và bột từ tính mềm được phủ như được xác định được đặc trưng bởi có độ dẫn từ được cải thiện kết hợp với độ ổn định nhiệt độ không thay đổi hoặc thậm chí được cải thiện so với các vật liệu của tình trạng kỹ thuật được bộc lộ trong EP 2 871 646 A1.

Bột từ tính mềm được phủ theo các quy trình được mô tả ở trên và bột từ tính mềm được phủ như được xác định ở trên đặc biệt thích hợp để sản xuất các linh kiện điện tử. Các linh kiện điện tử chẳng hạn như các lõi từ có thể thu được bằng cách ví dụ ép khuôn hoặc ép phun bột từ tính mềm được phủ. Để sản xuất các linh kiện điện tử như vậy, bột từ tính mềm được phủ thường được kết hợp với một hoặc nhiều loại nhựa, chẳng hạn như nhựa epoxy, nhựa uretan, nhựa polyuretan, nhựa phenolic, nhựa amino, nhựa silic, nhựa polyamit, nhựa polyimit, nhựa acrylic, nhựa polyeste, nhựa polycacbonat, nhựa norbornene, nhựa styren, nhựa polyete sulfon, nhựa silic, nhựa polysiloxan, nhựa flo, nhựa polybutadien, nhựa vinyl ete, nhựa polyvinyl clorua hoặc nhựa vinyl este. Phương pháp trộn các thành phần này không bị giới hạn, và việc trộn có thể được thực hiện bởi máy trộn, ví dụ: máy xay ribbon, máy trộn cốc, máy trộn Nauta, máy trộn Henschel hoặc máy siêu trộn hoặc máy nhào trộn, ví dụ: máy trộn Banbury, máy nhào, máy cuộn, máy nhào có vách ngăn, máy trộn cánh khuấy, máy trộn hành tinh hoặc máy đùn một trục hoặc hai trục.

Để sản xuất khuôn đúc, bột từ tính mềm có thể được trộn với một hoặc nhiều loại nhựa để tạo thành bột khuôn hoặc bột sẵn sàng để ép. Đối với bột khuôn, hỗn hợp bột từ tính mềm được phủ và nhựa có thể được gia nhiệt và nóng chảy ở nhiệt độ nóng chảy của nhựa, tốt hơn là nhựa nhiệt dẻo, sau đó được tạo thành linh kiện điện tử, chẳng hạn như lõi từ có hình dạng mong muốn. Tốt hơn là hỗn hợp được nén trong khuôn để tạo ra khuôn từ tính hoặc có từ tính. Việc nén tạo ra khuôn đúc mà có độ bền cao và ổn định nhiệt độ tốt.

Phương pháp khác để sản xuất khuôn bao gồm bột sẵn sàng để ép, có chứa bột từ tính mềm được phủ còn được phủ thêm với nhựa. Bột sẵn sàng để ép như vậy có thể được ép trong khuôn ở áp suất lên đến 1000 MPa, tốt hơn là lên đến 500 MPa có hoặc không có gia nhiệt. Sau khi nén, khuôn được để lại để bảo dưỡng. Quy trình phủ bột từ tính mềm với nhựa bao gồm ví dụ các bước phân hủy nhựa, ví dụ: nhựa epoxy, trong

dung môi, thêm bột từ tính mềm vào hỗn hợp, loại bỏ dung môi khỏi hỗn hợp để tạo sản phẩm khô, và nghiền sản phẩm khô để tạo bột. Bột sẵn sàng ép được sử dụng để sản xuất khuôn từ tính hoặc có từ tính.

Đúc phun bột cho phép sản xuất các bộ phận kim loại phức tạp với chi phí hiệu quả và ấn tượng. Đúc phun bột thông thường bao gồm đúc bột từ tính mềm cùng với polyme làm chất kết dính thành hình dạng mong muốn, chất kết dính sau đó được loại bỏ và bột được nén chặt thành phần kim loại rắn trong giai đoạn nung kết. Công việc này đặc biệt hiệu quả với bột sắt cacbonyl vì các hạt sắt hình cầu có thể được gói lại với nhau rất chặt chẽ.

Bột từ tính mềm được xử lý theo các quy trình được mô tả ở trên hoặc chứa lớp phủ gốc silic với các chế phẩm chứa flo như được mô tả ở trên có thể được sử dụng trong các linh kiện điện tử. Đặc biệt, khuôn kiểu này có thể được sử dụng làm lõi cuộn dây hoặc bộ đúc cuộn dây như được sử dụng trong kỹ thuật điện. Các cuộn dây có lõi cuộn dây tương ứng hoặc các bộ đúc cuộn dây được sử dụng ví dụ như nam châm điện, trong máy phát điện, trong máy biến áp, trong cuộn cảm, trong máy tính xách tay, trong netbook, trong điện thoại di động, trong động cơ điện, trong bộ biến tần AC, trong các linh kiện điện tử trong công nghiệp ô tô, trong đồ chơi, và trong máy tập trung từ trường. Các linh kiện điện tử là các thành phần lõi từ cụ thể được sử dụng trong các thiết bị điện, cơ điện và từ tính chẳng hạn như nam châm điện, máy biến áp, động cơ điện, cuộn cảm và cụm từ tính. Các ứng dụng khác của bột từ tính mềm được phủ bao gồm sản xuất thẻ nhận dạng tần số vô tuyến (Radio-Frequency Identification - RFID) và các linh kiện để phản xạ hoặc che chắn bức xạ điện từ. Trong sản xuất thẻ RFID, mà là những ký hiệu có kích thước bằng hạt gạo để định vị hoặc nhận dạng đối tượng tự động, bột từ tính mềm có thể được sử dụng để in cấu trúc RFID. Cuối cùng, các linh kiện điện tử được sản xuất bằng bột từ tính mềm có thể được sử dụng để che chắn các thiết bị điện tử. Trong các ứng dụng như vậy, từ trường xen kẽ của bức xạ làm cho các hạt bột liên tục tự sắp xếp lại. Do kết quả của ma sát, các hạt bột chuyển đổi năng lượng của sóng điện từ thành nhiệt.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Phủ bột kim loại - Quy trình chung A (chuẩn bị bằng máy trộn hành tinh)

Trong máy trộn hành tinh có thể gia nhiệt, 2700 kg bột cacbonyl sắt như sẵn có từ BASF với độ tinh khiết là 99,5 g hàm lượng sắt trên 100 g và kích thước hạt trung bình d50 nằm trong khoảng từ 4,5 đến 5 μm được thêm vào. Máy trộn được trang bị bình ngưng và được rửa bằng agon để thu được môi trường trơ. Trong khi khuấy, 480 g etanol được thêm vào. Sau đó, 75 wt.-% tổng lượng TEOS được thêm vào (tổng lượng TEOS được sử dụng trong mỗi thử nghiệm được cho trong các bảng từ 1 đến 6 dưới đây). Sau đó, 80 wt.-% tổng lượng dung dịch NH_3 trong nước có nồng độ 5 wt.-% NH_3 được thêm vào (tổng lượng dung dịch NH_3 trong nước được sử dụng trong các thử nghiệm được cho trong các bảng từ 1 đến 6 dưới đây). Bây giờ nhiệt độ được tăng lên đến 60°C trong khi khuấy. Sau khi khuấy ở nhiệt độ này trong 2 giờ, chất flo hóa được thêm vào hỗn hợp phản ứng dưới dạng dung dịch trong etanol với nồng độ nằm trong khoảng từ 10 đến 15 wt.-%. Nhiệt độ được duy trì trong khi 25 wt.-% TEOS còn lại và 20 wt.-% dung dịch NH_3 còn lại được thêm vào trong thời gian khoảng 1 giờ. Hỗn hợp được khuấy trong 45 phút nữa. Bộ ngưng tụ được tháo ra và sản phẩm được khuấy trong một giờ nữa. Trong thời gian đó, dòng khí trơ được tăng lên 600 l/h, đã loại bỏ một số dung môi. Sau 1 giờ nhiệt độ được nâng lên 90°C và sản phẩm được khuấy trong dòng khí trơ tăng lên cho đến khi khô. Bột cacbonyl sắt được phủ được thu dưới dạng bột màu xám.

Phủ bột kim loại - Quy trình chung B (chuẩn bị trong bình)

355 g etanol được thêm vào bình được trang bị bộ đồng hóa (bộ đồng hóa roto/stato có sẵn từ Polytron®) và bộ ngưng tụ được rửa bằng agon để thu được môi trường trơ. Bộ đồng hóa được đặt thành 2000 vòng/phút. Trong khi khuấy, 500 g bột cacbonyl sắt như sẵn có từ BASF với độ tinh khiết là 99,5 g hàm lượng sắt trên 100 g và kích thước hạt trung bình d50 nằm trong khoảng từ 4,5 đến 5 μm được thêm vào. Tốc độ bộ đồng hóa được tăng lên đến 6000 vòng/phút. Sau đó, 68 wt.-% tổng lượng TEOS được thêm vào (tổng lượng TEOS được sử dụng trong mỗi thử nghiệm được cho trong bảng 7 dưới đây). Sau đó, 100 wt.-% tổng lượng dung dịch NH_3 trong nước có nồng độ 2,5 wt.-% NH_3 được thêm vào (tổng lượng dung dịch NH_3 trong nước được sử dụng trong các thử nghiệm được cho trong bảng 7 dưới đây). Bây giờ nhiệt độ được tăng lên 45°C trong 20 phút, sau đó lên 55°C trong 20 phút và cuối cùng lên 65°C trong 20 phút trong khi khuấy. Sau khi khuấy ở nhiệt độ này trong khoảng 1 giờ

nữa, chất flo hóa được thêm vào hỗn hợp phản ứng dưới dạng dung dịch trong etanol với nồng độ nằm trong khoảng từ 10 đến 15 wt.-%. Nhiệt độ được duy trì trong khi 32 wt.-% TEOS còn lại được thêm vào nhanh chóng. Hỗn hợp được khuấy trong 1 giờ nữa. Sản phẩm được khuấy trong khoảng 3 giờ tại 95°C tại dòng khí trơ 600 l/h và 47 vòng/phút trong máy trộn hành tinh cho đến khi hết dung môi. Bột cacbonyl sắt được phủ được làm khô được thu dưới dạng bột màu xám.

Trộn với nhựa epoxy

100 g bột sắt cacbonyl được phủ (coated carbonyl iron - CIP) được trộn với nhựa epoxy, ví dụ Epikote™ 1004 có sẵn từ Momentive, bằng cách hòa tan 2,8 g nhựa epoxy trong 15 đến 20 ml dung môi (metyletylketon hoặc axeton) và thêm 0,14 g dicyandiamit, ví dụ Dyhard® 100SH có sẵn từ Alzchem, như chất hóa cứng. Trong cốc thủy tinh, CIP được phủ được khuấy cùng với công thức epoxy sử dụng máy trộn hòa tan ở 1000 vòng/phút. Sau khi trộn bột nhào được đổ vào tấm nhôm, sau đó được đưa vào tủ hút trong 8 giờ. Tấm epoxy CIP khô thu được được nghiền trong máy nghiền dao trong 10 giây để tạo ra bột sẵn sàng ép. Nó bao gồm 2,8 wt.-% nhựa epoxy.

Đúc và nối dây của lõi vòng

6,8 g ($\pm 0,1$ g) bột sẵn sàng ép được đưa vào khuôn thép kiểu vòng có đường kính ngoài là 20,1 mm và đường kính trong là 12,5 mm tạo ra chiều cao xấp xỉ 5 - 6 mm. Bột sẵn sàng ép được đúc ở 440 MPa trong vài giây. Từ khối lượng chính xác và chiều cao của vòng, mật độ của lõi vòng được tính toán. Lõi vòng được nối dây với 20 cuộn dây bằng dây đồng 0,85 mm riêng biệt, ví dụ Isodraht có sẵn từ Multogan 2000MH 62, để xác định độ dẫn từ và điện trở suất.

Đo độ dẫn từ và điện trở suất

Máy đo LRC được sử dụng để đo độ dẫn từ của lõi vòng. Tất cả các phép đo được thực hiện ở 100 kHz với độ lệch 0V DC. Dòng điện AC thử nghiệm 10mA được sử dụng cho lõi vòng.

Để đo điện trở suất của các phần được ép, nguồn điện được mắc nối tiếp với von kết và mẫu. 298 von được sử dụng cho đa năng kế và mẫu được mắc nối tiếp. Việc

đọc điện áp của đa năng kế được sử dụng để ước tính điện trở của mẫu sử dụng phương trình sau:

$$R_{\text{sample}} = R_{\text{meter}} \times (V_{\text{PS}} - V_{\text{meter}}) / V_{\text{meter}},$$

trong đó R_{sample} là điện trở của trục, R_{meter} là điện trở trong của đồng hồ đo, V_{PS} là điện áp đặt vào từ nguồn điện (= 298 V), và V_{meter} là số đọc từ vôn kế.

Ổn định nhiệt độ

Trước khi bắt đầu kiểm tra độ ổn định nhiệt độ, epoxy đã được sấy. Điều này được thực hiện bằng cách đặt các lõi vòng trong tủ sấy được đặt ở 70°C. Sau 2 giờ các lõi vòng được đặt vào tủ sấy thứ hai được đặt ở 155°C. Sau 2 giờ các lõi vòng được lấy ra để kiểm tra điện trở suất.

Bây giờ các lõi vòng lại được đặt vào tủ sấy được đặt ở 180°C trong một khoảng thời gian. Sự ổn định nhiệt độ sau 24 giờ ví dụ được đo sau 24 giờ xử lý nhiệt độ bổ sung tại 180°C. Lõi vòng được đánh dấu là ổn định nhiệt độ nếu điện áp đo được là khoảng 0 V sau 24 giờ tại 180°C và ≤ 30 V, tốt hơn là ≤ 25 V, và đặc biệt ≤ 20 V, sau 48 giờ tại 180°C. Trong phương án được ưu tiên khác, điện áp được đo tốt hơn là ≤ 70 V, ưu tiên hơn là ≤ 30 V, và cụ thể là ≤ 10 V sau 120 giờ tại 180°C.

Các kết quả kiểm tra

Sau khi xử lý nhiệt độ các mẫu được ép, độ dẫn từ và điện trở suất được xác định như mô tả ở trên. Các kết quả được thể hiện trong các bảng từ 1 đến 7 dưới đây. Các kiểm tra ăn mòn được tóm tắt trong bảng 8.

Trong bảng 1, các ví dụ từ E-1 đến E-3 và các ví dụ so sánh C-1 và C-2 được tóm tắt. Các ví dụ và ví dụ so sánh cho phép so sánh bột sắt cacbonyl được phủ (CIP) bằng cách sử dụng các chất flo hóa khác nhau trong các điều kiện giống hệt nhau. Như có thể thấy từ kết quả, tất cả các hợp chất thể hiện các đặc tính từ tốt đến xuất sắc về độ dẫn từ cũng như khả năng chịu nhiệt sau một khoảng thời gian nhất định.

Như được chứng minh bởi các ví dụ từ E-4 đến E-8 được thể hiện trong bảng 2, các chất flo hóa phù hợp với sáng chế cho phép giảm đáng kể lượng được sử dụng để đạt được kết quả xuất sắc về điện trở suất. Bắt đầu từ 9,6 mmol chất flo hóa trên 1 kg CIP, lượng thường được sử dụng trong EP 2 871 646 A1, lượng chất flo hóa có thể

giảm khoảng 30 % xuống 6,70 mmol/kg mà không ảnh hưởng tiêu cực đến độ ổn định nhiệt nếu HBF_4 được sử dụng. Trên thực tế, việc giảm dần đến những cải thiện nhỏ đối với điện trở suất sau 48 giờ.

Bảng 3 thể hiện các điều kiện phản ứng khác nhau bằng các tỷ lệ TEOS, amoniac và chất flo hóa khác nhau cho phép ảnh hưởng đến các đặc tính của sản phẩm. Như có thể thấy, các đặc tính đặc biệt tốt đối với điện trở suất cũng như tính thấm đạt được nếu tỷ lệ mol của amoniac trên TEOS nằm trong khoảng 1:1,1 đến 1:1,8.

Các ví dụ từ E-16 đến E-19 trong bảng 4 chứng minh rằng lượng chất flo hóa có thể giảm đáng kể, nếu $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ được sử dụng, so với $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ (xem ví dụ so sánh CE-4).

Bảng 5 thể hiện việc sử dụng $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ làm tác nhân flo hóa cho phép tiếp tục giảm lượng SiO_2 và tác nhân flo hóa so với $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$. Cụ thể, lượng chất flo hóa có thể được giảm khoảng 65 mol-%, lượng chất TEOS có thể được giảm khoảng 10 mol-% và lượng dung dịch NH_3 có thể được giảm khoảng 20 wt.-% khi $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ được sử dụng so với $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ mà không làm giảm đáng kể đặc tính của sản phẩm.

Bảng 6 so sánh việc sử dụng $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ như chất flo hóa với chất flo hóa đã biết $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ trong các kết hợp khác nhau đối với các lượng SiO_2 và dung dịch NH_3 trong khi lượng nguyên tử flo được giữ xấp xỉ không đổi trong các cặp ví dụ CE-6/E25, CE-7/E26, CE-8/E-7, và CE-9/E8. Như có thể thấy từ các ví dụ và các ví dụ so sánh này, các ví dụ so sánh sử dụng $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ thường dẫn đến điện áp cao hơn sau khi để lõi vòng được tạo ra ở nhiệt độ tăng lên (tức là điện trở suất cao hơn). Mặt khác, mẫu thử sử dụng $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ thường có độ dẫn từ thấp hơn. Ngược lại, các ví dụ theo sáng chế sử dụng $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ thể hiện sự kết hợp độc đáo giữa độ dẫn từ cao tương đối và điện trở suất thấp (tức là điện áp đo được) sau khi tiếp xúc với nhiệt độ tăng. Ví dụ, bằng cách so sánh các ví dụ thể hiện độ dẫn từ khoảng 17 (+/- 0,05) (tức là các ví dụ E-26, CE-8 và CE-9) rõ ràng là theo sáng chế, độ dẫn từ tương tự đạt được trong khi điện trở suất thấp hơn rõ rệt sau 48 giờ tại 180°C (15 V đối với E-26, 143 V đối với CE-8 và 105 V đối với CE-9).

Bảng 7 thể hiện các kết quả kiểm tra của hai ví dụ E-29 và E-30 mà đều được phơi dưới 180°C trong 120 giờ. Cả hai ví dụ đều cho kết quả tuyệt vời đối với độ dẫn từ, cũng như điện trở suất.

Bảng 1. Các ví dụ từ E-1 đến E-3 và các ví dụ so sánh CE-1 và CE-2 được chuẩn bị theo quy trình chung A

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng SiO ₂ so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Chất flo hóa (dung dịch trong etanol)	Lượng chất flo hóa [g]	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng chất flo hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 24h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]
E-1	96,9	0,46	172,28	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	22,68	0,084	9,57	16,63	0,00	4,34
E-2	96,9	0,46	172,28	NH ₄ BF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	27,00	0,100	9,57	15,9	0	5,1
E-3	96,9	0,46	172,28	[BF ₄][H ₃ N-CH ₂ -Ph] (dung dịch 15 wt.-%)	30,30	0,167	8,63	17,70	0,02	28,28
CE-1	96,9	0,46	172,28	H ₂ SiF ₆ (dung dịch 15 wt.-%)	24,80	0,138	9,57	16,10	0,00	3,50
CE-2	96,9	0,46	172,28	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph (dung dịch 15 wt.-%)	30,30	0,167	9,57	16,4	0	19

Bảng 2, Các ví dụ từ E-4 đến E-8 được chuẩn bị theo quy trình chung A,

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng SiO ₂ so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng dung dịch NH ₃ [g]	Chất flo hóa (dung dịch trong etanol)	Lượng chất flo hóa [g]	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng chất flo hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 24h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]
E-4	96,9	0,46	172,28	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	22,7	0,084	9,57	16	0	3,9
E-5	96,9	0,46	172,28	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	18,1	0,067	7,65	16,1	0	3,4
E-6	96,9	0,46	172,28	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	15,9	0,059	6,70	15,9	0	3,8
E-7	96,9	0,46	172,28	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	13,5	0,050	5,74	16,3	0	30
E-8	96,9	0,46	172,28	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	11,3	0,042	4,78	17,1	0,8	83

Bảng 3. Các ví dụ từ E-9 đến E-15 và ví dụ so sánh CE-3 được chuẩn bị theo quy trình chung A.

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng SiO ₂ so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng dung dịch NH ₃ [g]	Chất flo hóa (dung dịch trong etanol)	Lượng chất flo hóa [g]	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng chất flo hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 24h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]
E-9	96,9	0,46	172,28	94,4	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	15,93	0,059	6,70	17,2	0,14	39
E-10	96,9	0,46	172,28	107,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	15,93	0,059	6,70	17,5	0	3
E-11	87,2	0,41	155,05	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	18,09	0,067	7,65	16,8	0	9
E-12	77,5	0,37	137,82	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	22,68	0,084	9,57	17,5	0,5	63
E-13	82,4	0,39	146,43	134,9	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	20,41	0,076	8,63	16,6	0,23	46
E-14	96,9	0,46	172,28	101,2	HBF ₄ (dung dịch 10 wt.-%)	15,93	0,059	6,70	16,3	0	3,3
E-15	87,2	0,41	155,05	107,9	(dung dịch 10 wt.-%)	18,09	0,067	7,65	16,4	0	-
CE-3	96,9	0,46	172,28	134,9	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph (dung dịch 15-wt.-%)	30,30	0,167	9,57	16,4	0	19

Bảng 4. Các ví dụ từ E-16 đến E-19 và ví dụ so sánh CE-4 được chuẩn bị theo quy trình chung A.

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng SiO ₂ so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng dung dịch NH ₃ [g]	Chất flo hóa (dung dịch trong etanol)	Lượng chất flo hóa [g]	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 24h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]
E-16	96,9	0,46	172,28	134,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (dung dịch 10 wt.-%; tỷ lệ mol N : B = 1,785:1)	28,08	0,104	5,30	16,55	0,00	1,6
E-17	96,9	0,46	172,28	134,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (dung dịch 10 wt.-%; tỷ lệ mol N : B = 1,785:1)	22,68	0,084	4,24	16,5	0	7,5
E-18	96,9	0,46	172,28	101,2	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (dung dịch 10 wt.-%; tỷ lệ mol N : B = 1,785:1)	22,68	0,084	4,24	16,51	0	0,5
E-19	87,2	0,41	155,05	107,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (dung dịch 10 wt.-%; tỷ lệ mol N : B = 1,785:1)	22,68	0,084	4,24	16,85	0	5,15
CE-4	96,9	0,46	172,28	134,9	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph (dung dịch 15 wt.-%)	30,30	0,167	9,57	16,7	0	11

Bảng 5. Ví dụ từ E-20 đến E-24 và ví dụ so sánh CE-5 được chuẩn bị theo quy trình chung A.

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng SiO ₂ so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng dung dịch NH ₃ [g]	Chất flo hóa (dung dịch trong etanol)	Lượng chất flo hóa [g]	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng chất flo hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]
E-20	96,9	0,46	172,28	134,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	14,22	0,079	4,70	16,43	0,85
E-21	87,2	0,41	155,05	107,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	17,01	0,063	3,76	17,2	4
E-22	96,9	0,46	172,28	101,2	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	14,85	0,055	3,29	17,8	9,5
E-23	87,2	0,41	155,05	101,2	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	17,01	0,063	3,76	17,7	11
E-24	87,2	0,41	155,05	107,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	14,85	0,055	3,29	17,6	15
CE-5	96,9	0,46	172,28	134,9	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph	30,3	0,167	9,57	17,1	16,5

Bảng 6 Các ví dụ từ E-25 đến E-28 và các ví dụ so sánh CE-6 đến CE-9 được chuẩn bị theo quy trình chung A.

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng SiO ₂ so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng dung dịch NH ₃ [g]	Chất flo hóa (dung dịch trong etanol)	Lượng chất flo hóa [g] (15 wt.% trong etanol)	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng chất flo hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng nguyên tử flo so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 24h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]
CE-6	96,9	0,46	172,28	134,9	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph	30,3	0,167	9,57	28,71	16,3	0	8
E-25	96,9	0,46	172,28	134,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	21,76	0,121	7,19	28,76	15,25	0	0,25
CE-7	87,2	0,41	155,05	101,2	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph	15,77	0,087	4,98	14,94	16,6	0,5	77
E-26	87,2	0,41	155,05	101,2	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	11,38	0,063	3,76	15,04	17,05	0	15
CE-8	87,2	0,41	155,05	107,9	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph	13,94	0,077	4,4	13,2	16,95	1,4	143
E-27	87,2	0,41	155,05	107,9	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	9,95	0,055	3,29	13,16	16,45	0	37
CE-9	89,1	0,43	160,22	101,2	BF ₃ ·NH ₂ -CH ₂ -Ph	19,7	0,109	6,22	18,66	17	0,2	105
E-28	89,1	0,43	160,22	101,2	[NH ₃ EtOH][BF ₄] (tỷ lệ mol N : B = 1,3:1)	14,22	0,079	4,7	18,8	16,2	0	3

Bảng 7. Các ví dụ E-29 và E-30 được chuẩn bị theo quy trình chung B

Ví dụ số	Lượng TEOS [g]	Lượng TEOS [mol]	Lượng so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Lượng dung dịch NH ₃ [g]	Chất flo hóa	Lượng chất flo hóa [g] (15 wt.% trong eta-nol)	Lượng chất flo hóa [wt.-% so với tổng trọng lượng của CIP]	Lượng chất flo hóa so với tổng trọng lượng của CIP [mmol/kg]	Độ dẫn từ (khô)	Điện áp đo được sau 48h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 96h ở 180°C [V]	Điện áp đo được sau 120h ở 180°C [V]
E-29	17	81,6	163,21	60	[NH ₃ EtOH][BF ₄]	2,6	0,078	4,7	16,65	0	0	1,1
E-30	17	81,6	163,21	60	[NH ₃ EtOH][BF ₄]	2,6	0,078	4,7	17,2	0	0	0,5

Các thử nghiệm ăn mòn

Độ ăn mòn của các vật liệu thép không gỉ khác nhau đã được kiểm tra bằng cách tiếp xúc các mẫu (kích thước: 50x20x2 mm) vật liệu thép không gỉ (vật liệu được thử nghiệm bao gồm theo DIN EN 10027-2: 1,4541, 1,4571, 1,4462, 1,0425) vào dung dịch phụ gia tương ứng ở $T = 60^{\circ}\text{C}$ trong 4x7 ngày trong đó dung dịch được thay thế bằng dung dịch mới mỗi tuần. Thử nghiệm được thực hiện trong bình PTFE được trang bị. Các kết quả thử nghiệm được tóm tắt trong bảng 8.

Bảng 8. Các kết quả thử nghiệm ăn mòn

Dung dịch phụ gia	pH	ăn mòn
$[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ (15 wt.-% trong etanol)	6	không
$\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ (15 wt.-% trong etanol)	4	không / ít
HBF_4 (3 wt.-% trong etanol)	3	ít
HBF_4 (10 wt.-% trong etanol)	3	ít / mạnh
HBF_4 (10 wt.-% trong nước)	0-1	Mạnh

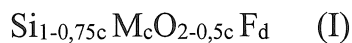
Như có thể thấy, dung dịch của HBF_4 dẫn đến ăn mòn vật liệu thép không gỉ từ ít đến mạnh tùy thuộc vào dung môi được sử dụng. Ngược lại, $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ (15 wt.-% trong etanol) và $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ (15 wt.-% trong etanol) về cơ bản không hoặc ít bị ăn mòn. Từ quan điểm về độ tinh khiết của sản phẩm, $[\text{NH}_3\text{EtOH}][\text{BF}_4]$ và $\text{BF}_3 \cdot \text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-Ph}$ do đó được ưu tiên trong quy trình phủ bột từ tính mềm so với HBF_4 . Tuy nhiên, loại sau có thể được sử dụng ở nồng độ thấp (tức là 3 wt.-% trong etanol).

Từ những điều trên, các ưu điểm của sáng chế có thể được tóm tắt như sau đây. Việc sử dụng chất flo hóa theo công thức (II) trong quy trình phủ bột từ tính mềm, trong đó việc phủ bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo chứa thành phần có công thức (I), cho phép tạo ra bột từ tính mềm được phủ có độ dẫn từ cao hơn ở điện trở suất tương đương so với các chất flo hóa đã biết. Mặt khác, có thể đạt được điện trở suất cao hơn ở độ dẫn từ tương đương. Hơn nữa, chất flo hóa theo sáng chế ổn định hơn trong dung dịch, ít bị kết tủa hơn từ dung dịch (tức là có độ hòa tan cao hơn), cho

thấy khả năng tương thích vật liệu được cải thiện (đặc biệt là về ăn mòn) và khả năng kiểm soát được cải thiện.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình phủ bột từ tính mềm, lớp phủ bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo chứa thành phần có công thức (I):



trong đó:

c nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5,

d nằm trong khoảng từ 0,04 đến 2, và

M là B hoặc Al,

trong đó bột từ tính mềm được trộn với dung dịch gốc silic chứa ít nhất một chất flo hóa có thể hòa tan, trong đó ít nhất một chất flo hóa có thể hòa tan là thành phần có công thức (II):



trong đó:

M là B hoặc Al; và

Q là nhóm cation được chọn từ H^+ , Na^+ , K^+ , Rb^+ , Cs^+ hoặc $[\text{NR}^1_4]^+$, trong đó R^1 được chọn độc lập từ nhóm bao gồm -H, -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₆₋₁₈-aryl, mỗi nhóm trong số chúng có thể được thế với ít nhất một nhóm được biểu diễn bởi công thức -OR², trong đó R² được chọn độc lập từ -H, -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₁₋₁₈-aryl.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó bột từ tính mềm được trộn với dung dịch gốc silic và ít nhất một chất flo hóa có thể hòa tan được thêm vào sau khi xử lý ít nhất một phần bột từ tính mềm với dung dịch gốc silic.

3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó ít nhất một chất flo hóa có thể hòa tan là thành phần có công thức (II):



trong đó:

M được chọn từ B, và

Q là nhóm cation được chọn từ H^+ hoặc $[NR^1_4]^+$,

trong đó R^1 được chọn độc lập từ nhóm bao gồm -H, -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₆₋₁₈-aryl, mỗi nhóm trong số chúng có thể được thay thế bởi ít nhất một nhóm được biểu diễn bởi công thức -OR², trong đó R² được chọn độc lập từ -H, -C₁₋₁₂-alkyl, -C₂₋₁₂-alkenyl, và -C₁₋₁₈-aryl.

4. Quy trình theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chất flo hóa có thể hòa tan được chọn từ nhóm bao gồm HBF₄, [NH₄][BF₄], và [(R⁴-O-R³)_x-NH_{3-x}][BF₄],

trong đó:

R³ biểu diễn nhóm có công thức -(C_nH_{2n+p})-;

n là số nguyên nằm trong khoảng từ 1 đến 6,

p là số nguyên được chọn từ 0 và -2,

R⁴ được chọn từ -H hoặc -(C_mH_{2m+q})-CH₃,

m là số nguyên nằm trong khoảng từ 0 đến 6,

q là số nguyên được chọn từ 0 và -2,

với điều kiện khi m = 0 thì q = 0, và

x là số nguyên được chọn nằm trong khoảng từ 1 đến 3.

5. Quy trình theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó chất flo hóa với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 mmol trên 1 kg bột từ tính mềm được thêm vào dung dịch gốc silic.

6. Bột từ tính mềm được phủ với lớp phủ gốc silic thu được bởi quy trình theo điểm 1.

7. Bột từ tính mềm theo điểm 6, bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I), trong đó M là B.

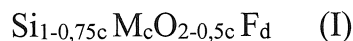
8. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 6 đến 7, trong đó lớp phủ gốc silic bao gồm từ > 5 đến 45 % theo trọng lượng (wt.-%) của ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I).

9. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 6 đến 8, trong đó thành phần flo của chế phẩm chứa flo được nhúng trong nền SiO_2 hoặc được liên kết với bề mặt của lớp phủ SiO_2 , hoặc được nhúng trong nền SiO_2 và được liên kết với bề mặt của lớp phủ SiO_2 .

10. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 6 đến 9, trong đó lớp phủ gốc silic có độ dày trung bình nằm trong khoảng từ 2 đến 100 nm.

11. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 6 đến 10, trong đó bột từ tính mềm bao gồm lớp phủ gốc silic với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 wt.-% dựa trên tổng trọng lượng của bột từ tính mềm.

12. Bột từ tính mềm được phủ với lớp phủ gốc silic, trong đó lớp phủ gốc silic bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I):



trong đó:

c nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,5,

d nằm trong khoảng từ 0,04 đến 2,

chỉ số c và chỉ số d có mối quan hệ như sau: $d = 4c$, và

M là B hoặc Al.

13. Bột từ tính mềm theo điểm 12, bao gồm ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I), trong đó M là B.

14. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 12 đến 13, trong đó lớp phủ gốc silic bao gồm từ > 5 đến 45 wt.-% của ít nhất một chế phẩm chứa flo có công thức (I).

15. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 12 đến 14, trong đó thành phần flo của chế phẩm chứa flo được nhúng trong nền SiO_2 hoặc được liên kết với bề mặt của lớp phủ SiO_2 , hoặc được nhúng trong nền SiO_2 và được liên kết với bề mặt của lớp phủ SiO_2 .

16. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 12 đến 15, trong đó lớp phủ gốc silic có độ dày trung bình nằm trong khoảng từ 2 đến 100 nm.

17. Bột từ tính mềm theo một trong số các điểm từ 12 đến 16, trong đó bột từ tính mềm bao gồm lớp phủ gốc silic với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 10 wt.-% dựa trên tổng trọng lượng của bột từ tính mềm.
18. Phương pháp sản xuất linh kiện điện tử bằng cách đúc bột từ tính mềm thu được từ quy trình theo điểm 1 hoặc 2 hoặc bột từ tính mềm theo điểm 12.
19. Linh kiện điện tử bao gồm bột từ tính mềm thu được từ quy trình theo điểm 1 hoặc 2 hoặc bột từ tính mềm theo điểm 12.