



(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) 
1-0022328

(51)⁷ **H01F 1/24, 41/02, B22F 1/02, 3/02**

(13) **B**

(21) 1-2012-03932

(22) 28.12.2012

(30) 2012-008451 18.01.2012 JP

(45) 25.11.2019 380

(43) 25.07.2013 304

(73) KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO (KOBE STEEL, LTD.) (JP)
10-26, Wakinohama-cho 2-chome, Chuo-ku, Kobe-shi, Hyogo 6518585 (JP)

(72) Mikako TAKEDA (JP), Wataru URUSHIHARA (JP), Mamoru HOSOKAWA (JP),
Akihiko TATSUMI (JP), Hirofumi HOJO (JP), Tomotsuna KAMIJO (JP)

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

(54) **PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT LỖI BỘT ÉP VÀ LỖI BỘT ÉP THU ĐƯỢC THEO PHƯƠNG PHÁP NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất lõi bột ép và lõi bột ép có khả năng cải thiện độ bền mà không cần giảm tỷ trọng nhiều. Phương pháp sản xuất lõi bột ép bao gồm bước dập khuôn để thu được sản phẩm bột ép bằng cách ép khuôn hỗn hợp bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép và chất bôi trơn, bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép bao gồm lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt; bước xử lý nhiệt thứ nhất là nung nóng sản phẩm bột ép ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng thấp hơn hoặc bằng 500°C, bước xử lý nhiệt thứ hai là thực hiện nung nóng tiếp ở nhiệt độ cao hơn 500°C và thấp hơn hoặc bằng 700°C trong môi trường oxy hóa và bước xử lý nhiệt thứ ba là thực hiện nung nóng trong thời gian 30 phút hoặc lâu hơn và 120 phút hoặc lâu hơn ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 450°C.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất lõi bột ép và lõi bột ép thu được theo phương pháp này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Quan trọng là lõi bột ép dùng cho thành phần điện từ phải mỹ mãn về tính năng xử lý trong quá trình sản xuất và có độ bền cơ học đủ để không gây ra nứt vỡ trong quá trình quấn dây để thu được cuộn dây. Khi xem xét các điểm này, trong lĩnh vực lõi bột ép, đã biết đến các giải pháp kỹ thuật trong đó các hạt bột sắt được bọc bởi vật liệu cách điện. Vì các hạt bột sắt được kết dính với nhau qua vật liệu cách điện bằng cách bọc các hạt bột sắt bằng vật liệu cách điện, lõi bột ép thu được bằng cách sử dụng các loại vật liệu này sẽ được cải thiện về độ bền cơ học.

Cho đến nay, với vật liệu tạo hình dùng cho vật liệu cách điện này, các giải pháp kỹ thuật sử dụng nhựa silicon và vật liệu tương tự thủy tinh thu được từ axit phosphoric và hợp chất tương tự có tính chịu nhiệt cao đã được bộc lộ (Patent Nhật Bản số 2710152).

Đồng thời, người nộp đơn sáng chế tiếp tục đề xuất lõi bột ép có mật độ từ thông cao, sự tổn hao sắt thấp và độ bền cơ học cao nhờ việc tạo lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric chứa các thành phần cụ thể và màng phủ bằng nhựa silicon lần lượt trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt và đã được cấp patent (Patent Nhật Bản số 4044591).

Tuy nhiên, yêu cầu cải thiện tính năng của lõi bột ép đã được tăng cường hơn nữa so với tính năng của lõi bột ép áp dụng patent Nhật Bản số 4044591 và lõi bột ép có độ bền cơ học cao được yêu cầu ngày càng cao so với trước kia.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Sáng chế được đề xuất nhằm giải quyết tình trạng nêu trên và mục đích của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất lõi bột ép và lõi bột ép có khả năng cải thiện độ bền mà không hạ thấp mật độ nhiều.

Phương pháp sản xuất lõi bột ép theo một khía cạnh của sáng chế để có thể giải quyết được vấn đề nêu trên bao gồm bước dập khuôn để thu được sản phẩm bột ép bằng cách dập ép khuôn hỗn hợp bột từ trường mềm trên cơ sở sắt thành sản phẩm bột ép và chất bôi trơn, bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép bao gồm lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt, bước xử lý nhiệt thứ nhất là nung nóng sản phẩm bột ép ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 500°C, bước xử lý nhiệt thứ hai là thực hiện nung nóng tiếp ở nhiệt độ cao hơn 500°C và thấp hơn hoặc bằng 700°C trong môi trường oxy hóa và bước xử lý nhiệt thứ ba là thực hiện nung nóng trong thời gian dài hơn hoặc bằng 30 phút và ngắn hơn hoặc bằng 120 phút ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 450°C.

Theo phương án khác của sáng chế, hỗn hợp còn bao gồm ít nhất một hợp chất phát ra nguồn oxy được lựa chọn từ nhóm gồm có rượu-đường, hydroxit kim loại, peroxit kim loại, percarbonat và chất oxy hóa.

Đồng thời, theo phương án khác, bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép bao gồm màng phủ bằng nhựa silicon bên ngoài lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric.

Đồng thời, theo phương án khác, chất bôi trơn là hợp chất amit của axit polyhydroxycarboxylic.

Sáng chế bao gồm lõi bột ép thu được theo phương pháp sản xuất được mô tả ở trên.

Đồng thời, sáng chế bao gồm lõi bột ép thu được bằng cách ép khuôn bột từ trường mềm trên cơ sở sắt, trong đó tốt hơn là manhêtit chiếm 5,0-15% thể tích và vustit chiếm 3,0% thể tích hoặc nhỏ hơn (bao gồm cả 0% thể tích) khi mặt đứt gãy của lõi bột ép được khảo sát bằng phương pháp phân tích nhiễu xạ tia X.

Theo phương pháp sản xuất theo sáng chế, lõi bột ép có độ bền cơ học cao có thể được tạo ra mà không cần hạ thấp mật độ nhiều.

Như được mô tả ở trên, các phương pháp sản xuất đã biết cải thiện độ bền cơ học của lõi bột ép bằng cách cho hỗn hợp thu được bằng cách bọc bột sắt bằng vật liệu cách điện trải qua bước xử lý nhiệt, tuy nhiên, các tác giả sáng chế đã tiến hành nghiên cứu chuyên sâu nhằm tiếp tục cải thiện độ bền cơ học của lõi bột ép. Kết quả là, đã nhận thấy rằng, ngoài sắt oxit được tạo ra nhờ quá trình xử lý nhiệt, manhêtit góp phần làm tăng độ bền cao, tuy nhiên vustit trở thành nguyên nhân hạ thấp độ bền. Đồng thời, đã nhận thấy rằng, bằng cách điều chỉnh một cách thích hợp điều kiện xử lý nhiệt, vustit có thể được biến đổi thành manhêtit và độ bền cơ học có thể được cải thiện hơn nữa và sáng chế được phát triển từ đó.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sau đây, phương pháp sản xuất lõi bột ép và lõi bột ép thu được theo phương pháp này liên quan đến sáng chế sẽ được mô tả.

Bước dập khuôn

Lõi bột ép theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách cho sản phẩm bột ép trải qua quá trình xử lý nhiệt một cách thích hợp. Sản phẩm bột ép có thể thu được bằng cách ép khuôn hỗn hợp bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép và chất bôi trơn, bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép bao gồm lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt.

Bột từ trường mềm trên cơ sở sắt

Bột từ trường mềm trên cơ sở sắt là bột trên cơ sở sắt nhiễm từ. Cụ thể hơn, bột sắt tinh khiết, bột hợp kim trên cơ sở sắt (hợp kim Fe-Al, hợp kim Fe-Si, hợp kim Sendust (thường chứa sắt, nhôm và silic), hợp kim permalloy (chứa sắt và niken) và dạng tương tự), bột vô định hình trên cơ sở sắt và dạng tương tự có thể được sử dụng. Bột từ trường mềm trên cơ sở sắt này có thể được sản xuất bằng cách, chẳng hạn, phun mù sắt nóng chảy (hoặc hợp kim sắt nóng chảy) theo phương

pháp phun mù, sau đó tiến hành khử, tiếp theo là nghiền và các bước xử lý tương tự. Theo phương pháp sản xuất này, bột từ trường mềm trên cơ sở sắt có thể thu được có kích cỡ hạt xấp xỉ 20 μm -250 μm (đường kính trung bình) mà sự phân bố kích cỡ hạt tích lũy của nó bằng 50% so với sự phân bố kích cỡ hạt theo phương pháp sàng, tuy nhiên, trong bột từ trường mềm trên cơ sở sắt được sử dụng theo sáng chế, được ưu tiên là có kích cỡ hạt (đường kính trung bình) xấp xỉ 50 μm -150 μm .

Lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric

Bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép (có thể sau đây được gọi là "bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép") bao gồm lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt. Như vậy, tính năng cách điện có thể được truyền cho bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép.

Lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric là lớp phủ tương tự thủy tinh được tạo ra bằng cách sử dụng hợp chất chứa phospho. Thành phần của nó không bị giới hạn một cách cụ thể, tuy nhiên được ưu tiên là lớp phủ tương tự thủy tinh được tạo ra bằng cách sử dụng hợp chất còn chứa Co, Na, S bên cạnh với P và hợp chất chứa Cs và/hoặc Al bên cạnh P. Lý do là vì các nguyên tố này ngăn chặn oxy tạo ra hợp chất bán dẫn với Fe trong bước xử lý nhiệt thứ hai được mô tả dưới đây và làm giảm điện trở suất.

Ngoài các nguyên tố trên, P tạo liên kết hóa học với bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt qua oxy. Khi hàm lượng P là thấp, chất lượng liên kết hóa học của bề mặt bột từ trường mềm trên cơ sở sắt và lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric là không đạt yêu cầu và có thể không tạo ra được màng phủ cứng cáp. Mặt khác, khi hàm lượng P là quá cao, P không còn nằm trong liên kết hóa học có thể còn dư lại do nó không phản ứng và có thể làm giảm độ bền liên kết. Co, Na, S, Cs, Al có các tương tác làm suy yếu sự tạo ra hợp chất bán dẫn từ Fe và oxy khi bước xử lý nhiệt thứ hai được thực hiện và ngăn chặn việc hạ thấp điện trở suất. Co, Na và S tối đa hóa hiệu quả của nó bằng cách bổ sung kết hợp. Đồng thời, hoặc một trong số Cs và Al có thể được bổ sung. Khi lượng Co, Na, S,

Cs, Al được bổ sung cao quá mức, không chỉ sự cân bằng tương đối có thể không được duy trì bằng cách bổ sung kết hợp, mà sự tạo ra liên kết hóa học của P và bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt qua oxy có thể bị suy yếu.

Khi lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric là lớp phủ tương tự thủy tinh được tạo ra bằng cách sử dụng hợp chất chứa Co và hợp chất tương tự như được mô tả ở trên bên cạnh P, hàm lượng của các nguyên tố này tốt hơn là P chiếm 0,005% khối lượng-1% khối lượng, Co chiếm 0,005% khối lượng-0,1% khối lượng, Na chiếm 0,002% khối lượng-0,6% khối lượng và S chiếm 0,001% khối lượng-0,2% khối lượng trong 100% khối lượng bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép (toàn bộ lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric và bột từ trường mềm trên cơ sở sắt). Đồng thời, được ưu tiên là Cs chiếm 0,002% khối lượng-0,6% khối lượng và Al chiếm 0,001% khối lượng-0,1% khối lượng. Khi cả Cs và Al đều được sử dụng, tốt nhất là hàm lượng của từng nguyên tố là nằm trong phạm vi nêu trên.

Trên lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric, có thể còn chứa Mg và B. Thích hợp là khi hàm lượng của các nguyên tố này tốt hơn là bằng 0,001% khối lượng-0,5% khối lượng đối với cả Mg và B trong 100% khối lượng bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép.

Mặc dù độ dày màng của lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric không bị giới hạn một cách cụ thể, khi độ dày màng là quá mỏng, hiệu quả cách ly có thể là không phát huy được. Đồng thời, khi độ dày màng là quá dày, điều này không được ưu tiên vì hiệu quả cách ly bị bão hòa và mật độ của sản phẩm bột ép trở nên cao. Độ dày màng tốt hơn là dày hơn hoặc bằng 1 nm, tốt hơn nữa là dày hơn hoặc bằng 10 nm và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 250 nm, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 50 nm.

Phương pháp tạo lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric

Phương pháp tạo lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt không bị giới hạn cụ thể. Ví dụ, lớp phủ này có thể thu được bằng cách trộn dung dịch thu được bằng cách hòa tan hợp chất chứa P trong dung môi được tạo ra từ nước và/hoặc dung môi hữu cơ và bột từ

trường mềm trên cơ sở sắt, và sau đó làm bay hơi dung môi theo sự cần thiết.

Đối với dung môi, nước, dung môi hữu cơ tan trong nước như là cồn, keton và dạng tương tự và hỗn hợp của chúng có thể được sử dụng. Tác nhân hoạt tính bề mặt đã được biết rộng rãi có thể được bổ sung vào dung môi.

Đối với hợp chất chứa P được mô tả ở trên, axit orthophosphoric (H_3PO_4) có thể được sử dụng như là ví dụ. Đồng thời, đối với hợp chất tạo nên thành phần của lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric như được mô tả ở trên, chẳng hạn, $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$ (nguồn Co và P), $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (nguồn Co và P), Na_2HPO_4 (nguồn P và Na), NaH_2PO_4 (nguồn P và Na), $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (nguồn P và Na), $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$ (nguồn P và Al), CS_2SO_4 (nguồn Cs và S), H_2SO_4 (nguồn S), MgO (nguồn Mg), H_3BO_3 (nguồn B) và hợp chất tương tự có thể được sử dụng. Trong số chúng, khi muối dihydrogenphosphat natri (NaH_2PO_4) được sử dụng làm nguồn P và nguồn Na, có thể đạt được lõi bột ép có tỷ trọng, độ bền và điện trở suất có sự cân bằng tốt.

Hàm lượng của hợp chất chứa P so với bột từ trường mềm trên cơ sở sắt có thể được điều chỉnh sao cho thành phần của lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric được tạo ra nằm trong phạm vi được mô tả ở trên. Chẳng hạn, dung dịch hợp chất chứa P được tạo ra sao cho thành phần chất rắn bằng xấp xỉ 0,01% khối lượng-10% khối lượng và hợp chất chứa nguyên tố cần được chứa trong màng phủ theo nhu cầu được bổ sung xấp xỉ 1-10 phần khối lượng (parts by mass) tương đối so với 100 phần khối lượng của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt. Tiếp theo, bằng cách tiến hành việc trộn sử dụng thiết bị trộn như các thiết bị trộn được biết rộng rãi là máy trộn, máy nghiền bi, thiết bị nhào trộn, thiết bị trộn dạng chữ V, thiết bị tạo viên và dạng tương tự, thành phần của lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric được tạo ra có thể được thực hiện trong phạm vi được mô tả ở trên.

Đồng thời, theo sự cần thiết, sau bước trộn, việc sấy có thể được thực hiện ở nhiệt độ từ 150°C đến 250°C trong không khí, trong điều kiện giảm áp hoặc trong chân không. Sau khi sấy, sự phân bố kích cỡ hạt có thể được điều chỉnh bằng cách

cho đi qua sàng với kích thước lỗ xấp xỉ 200 μm -500 μm . Bằng cách đi qua các bước được mô tả ở trên, đã thu được bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép trong đó lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric được tạo ra trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt.

Màng phủ bằng nhựa silicon

Bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép theo sáng chế có thể còn bao gồm màng phủ bằng nhựa silicon trên mặt lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric. Như vậy, khi phản ứng tạo liên kết ngang của nhựa silicon kết thúc (ở thời điểm hút giảm áp), bột được liên kết chắc với nhau. Đồng thời, liên kết Si-O bền vững về tính chịu nhiệt được tạo ra và độ ổn định nhiệt của màng phủ cách nhiệt có thể được cải thiện.

Mặc dù nhựa silicon không bị giới hạn một cách cụ thể với điều kiện là thu được kết quả được mô tả ở trên, khi việc tạo liên kết ngang trong nhựa silicon xảy ra chậm, tính năng xử lý sau khi tạo màng phủ bị ảnh hưởng xấu do độ dính còn lại trong bột. Do đó, nhựa này có chứa nhiều đơn vị T ba chức năng (RSiX_3 : X là nhóm thủy phân được) hơn các đơn vị D hai chức năng (RoSiX_2 : X là nhóm thủy phân được như được mô tả ở trên) là được ưu tiên. Đồng thời, khi các đơn vị Q bốn chức năng (SiX_4 : X là nhóm thủy phân được như được mô tả ở trên) được chứa nhiều, không được ưu tiên vì bột được kết dính chặt với nhau trong quá trình lưu hóa sơ bộ và bước dập khuôn sau đó không thể được thực hiện. Do đó, được ưu tiên là nhựa silicon chứa các đơn vị T với lượng 60% mol hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 80% mol hoặc lớn hơn và còn tốt hơn nữa là 100% mol.

Đối với nhựa silicon, nhựa methylphenyl silicon trong đó R được mô tả ở trên là nhóm methyl hoặc nhóm phenyl thường được dùng, và loại nhựa silicon có nhiều nhóm phenyl hơn được cho là bền vững về tính chịu nhiệt. Tuy nhiên, trong điều kiện xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao như được áp dụng theo sáng chế, sự có mặt của nhóm phenyl không phải là quá hữu hiệu. Giả thiết rằng, lý do là do sự chồng chéo của nhóm phenyl làm xáo trộn kết cấu mạng lưới lớp phủ tương tự thủy tinh mịn và làm giảm độ ổn định nhiệt và kết quả làm ảnh hưởng xấu đến việc tạo hợp chất có

sắt. Do đó, theo sáng chế, việc sử dụng nhựa methylphenyl silicon mà nhóm methyl của nó chiếm 50% mol hoặc lớn hơn (chẳng hạn, KR255, KR311 và dạng tương tự do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất) được ưu tiên, và chiếm 70% mol hoặc lớn hơn (chẳng hạn, KR300 và dạng tương tự do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. sản xuất) được ưu tiên hơn, và nhựa methyl silicon hoàn toàn không có nhóm phenyl (chẳng hạn, KR251, KE400, KR220L, KR242A, KR240, KR500, KC89 và dạng tương tự do Shin-Etsu Chemical Co., Ltd. và SR2400 sản xuất và dạng tương tự do Dow Corning Toray Co., Ltd. sản xuất) là được ưu tiên nhất. Đồng thời, tỷ lệ của nhóm methyl và nhóm phenyl và tính chức năng của nhựa silicon (lớp phủ) có thể được phân tích bằng phương pháp FT-IR và tương tự.

Được ưu tiên là lượng kết tủa của màng phủ bằng nhựa silicon được điều chỉnh sao cho bằng 0,05% khối lượng-0,3% khối lượng khi bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép trong đó màng phủ bằng nhựa silicon được tạo ra trên mặt lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric (tức là, toàn bộ bột từ trường mềm trên cơ sở sắt, lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric và màng phủ bằng nhựa silicon) được tạo ra 100% khối lượng. Khi màng phủ bằng nhựa silicon là dưới 0,05% khối lượng, tính năng cách nhiệt của bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép là loại kém và điện trở bị hạ thấp. Đồng thời, khi màng phủ bằng nhựa silicon là trên 0,3% khối lượng, mật độ của lõi bột ép thu được hầu như không được tăng lên.

Mặc dù độ dày của màng phủ bằng nhựa silicon không bị giới hạn một cách cụ thể, theo quan điểm đảm bảo hiệu quả được mô tả ở trên, độ dày màng phủ này được ưu tiên là 1 nm hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là 20 nm hoặc lớn hơn và được ưu tiên là bằng 200 nm hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là bằng 150 nm hoặc nhỏ hơn. Đồng thời, tổng độ dày của lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric và màng phủ bằng nhựa silicon có thể được quyết định một cách thích hợp trong giới hạn phạm vi của từng độ dày lớp phủ được mô tả ở trên, tuy nhiên, khi độ dày màng phủ là quá dày, độ giảm mật độ từ thông trở nên lớn và do đó tổng độ dày tốt hơn là bằng 250 nm hoặc nhỏ hơn.

Phương pháp tạo màng phủ bằng nhựa silicon

Phương pháp tạo màng phủ bằng nhựa silicon trên mặt lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric không bị giới hạn một cách cụ thể. Chẳng hạn, dung dịch nhựa silicon trong đó nhựa silicon được hòa tan trong nhóm cồn và dung môi hữu cơ trên cơ sở dầu mỏ và dạng tương tự như là toluen, xylen và dạng tương tự và bột từ trường mềm trên cơ sở sắt có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric (có thể sau đây được gọi là "bột sắt có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric") được trộn với nhau. Sau đây, dung môi hữu cơ được làm bay hơi theo sự cần thiết và nhờ đó màng phủ bằng nhựa silicon có thể được tạo ra.

Lượng chất phụ gia của nhựa silicon trong bột sắt có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric chỉ có một lượng mà lượng kết tủa của lớp phủ nhựa silicon được tạo ra nằm trong phạm vi được mô tả ở trên. Chẳng hạn, dung dịch nhựa silicon mà hàm lượng chất rắn của nó được điều chỉnh đến mức xấp xỉ 2% khối lượng-10% khối lượng có thể được bổ sung xấp xỉ 0,5-10 phần khối lượng tới 100 phần khối lượng của bột sắt có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric, được trộn và được sấy. Khi lượng chất phụ gia của dung dịch nhựa silicon là dưới 0,5 phần khối lượng, việc trộn cần thời gian và màng phủ có thể trở nên không đồng đều. Mặt khác, khi lượng chất phụ gia của dung dịch nhựa silicon vượt quá 10 phần khối lượng, việc sấy cần thời gian và quá trình sấy có thể không đạt yêu cầu. Dung dịch nhựa silicon có thể được nung nóng một cách thích hợp trước. Đối với máy trộn, một máy tương tự như được mô tả ở trên có thể được sử dụng.

Sau khi quá trình bổ sung và trộn được thực hiện như được mô tả ở trên, được ưu tiên là sắp xếp bước sấy bằng cách nung nóng ở nhiệt độ mà dung môi hữu cơ được sử dụng bay hơi và dưới nhiệt độ lưu hóa của nhựa silicon và đủ để làm bay hơi và hóa hơi một cách thích hợp dung môi hữu cơ. Đối với nhiệt độ sấy bê tông, trong trường hợp của nhóm cồn và dung môi hữu cơ trên cơ sở dầu mỏ được mô tả ở trên, nhiệt độ xấp xỉ 60°C-80°C là thích hợp. Sau khi sấy, được ưu tiên là cho đi qua sàng với lỗ có kích thước xấp xỉ là 300 μm -500 μm nhằm loại bỏ các cục không hòa tan được kết tụ.

Đồng thời, nên nung nóng bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép trong đó màng

phủ bằng nhựa silicon được tạo ra trên mặt lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric (có thể sau đây được gọi là "màng phủ bằng nhựa silicon tạo bột sắt" và cho màng phủ bằng nhựa silicon trải qua quá trình lưu hóa sơ bộ. Quá trình lưu hóa sơ bộ là quá trình kết thúc bước làm mềm hóa trong khi lưu hóa màng phủ bằng nhựa silicon ở trạng thái bột. Theo quá trình lưu hóa sơ bộ này, đặc tính dòng của màng phủ bằng nhựa silicon tạo bột sắt có thể được đảm bảo trong dập khuôn nóng (nhiệt độ xấp xỉ là 100-250°C). Đối với phương pháp bê tông, phương pháp nung nóng màng phủ bằng nhựa silicon tạo bột sắt trong một khoảng thời gian ngắn ở nhiệt độ gần với nhiệt độ xử lý của nhựa silicon là thuận tiện, tuy nhiên, phương pháp sử dụng các chất hóa học (các chất xử lý) cũng có thể được sử dụng. Sự khác nhau giữa quá trình lưu hóa sơ bộ và quá trình lưu hóa (quá trình lưu hóa hoàn thiện không phải là quá trình lưu hóa sơ bộ) là bột không được kết dính và không được hóa rắn hoàn toàn với nhau và có thể được nghiền một cách dễ dàng trong quá trình lưu hóa sơ bộ, trong khi nhựa được lưu hóa và bột được kết dính và được liên kết với nhau ở nhiệt độ nung cao và quá trình lưu hóa được tiến hành sau khi dập khuôn bột. Độ bền của sản phẩm bột ép được cải thiện nhờ quá trình lưu hóa hoàn thiện.

Bằng cách nghiền nhựa silicon sau quá trình lưu hóa sơ bộ như được mô tả ở trên, bột mỹ mãn về tính năng dòng có thể thu được và việc phun vào khuôn dập trong quá trình dập khuôn là có thể giống như cát. Nếu không trải qua quá trình lưu hóa sơ bộ, bột bị bám dính với nhau trong dập khuôn nóng chẳng hạn và việc phun vào khuôn dập trong một thời gian ngắn có thể gặp khó khăn. Trong vận hành thực tế, việc cải thiện tính năng xử lý là cực kỳ có ý nghĩa. Đồng thời, người ta nhận thấy rằng, bằng quá trình lưu hóa sơ bộ, điện trở suất của lõi bột ép thu được được cải thiện một cách đáng kể. Mặc dù lý do của nó không thật rõ ràng, người ta cho rằng do sự bám dính tương hỗ của bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép được cải thiện trong quá trình lưu hóa.

Khi quá trình lưu hóa sơ bộ được thực hiện trong một khoảng thời gian ngắn theo phương pháp nung nóng, việc lưu hóa nóng có thể được thực hiện trong khoảng thời gian 5-100 phút ở nhiệt độ là 100-200°C, tốt hơn nữa là trong thời gian

10-30 phút ở nhiệt độ là 130-170°C. Được ưu tiên là lọt qua sàng sau quá trình lưu hóa sơ bộ như đã được mô tả ở trên.

Chất bôi trơn

Theo một khía cạnh của sáng chế, bột sắt có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric (hoặc bột sắt có màng phủ bằng nhựa silicon) và chất bôi trơn được trộn với nhau và tạo ra hỗn hợp. Nhờ sự tác động của chất bôi trơn, tính chống chịu ma sát giữa bột sắt hoặc giữa bột sắt và thành trong của khuôn dập trong khi dập ép khuôn hỗn hợp có thể được giảm xuống, và sự mòn khuôn do nén ép và sự phát sinh nhiệt trong khuôn có thể được ngăn chặn. Nhằm thực hiện việc dập khuôn một cách hữu hiệu, được ưu tiên là chất bôi trơn được chứa với lượng 0,2% khối lượng hoặc lớn hơn trong tổng lượng hỗn hợp bột sắt có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric (hoặc bột sắt được tạo màng phủ bằng nhựa silicon) và chất bôi trơn (hợp chất phát ra nguồn oxy cần được bổ sung khi được tính đến). Tuy nhiên, việc tăng lượng chất bôi trơn tác động có hại lên sự tăng tỷ trọng của sản phẩm bột ép và do đó được ưu tiên là làm cho lượng chất bôi trơn bằng 0,8% khối lượng hoặc nhỏ hơn. Đồng thời, khi hỗn hợp được nạp vào và được dập khuôn sau khi chất bôi trơn được phủ lên trên bề mặt của thành trong của khuôn dập (bôi trơn thành khuôn) trong khi dập ép khuôn, kết quả nêu trên có thể thu được ngay cả khi lượng chất bôi trơn là dưới 0,2% khối lượng.

Đối với chất bôi trơn, các chất bôi trơn thông thường đã được biết đến có thể được sử dụng. Cụ thể hơn, bột muối kim loại của axit stearic như là kẽm stearat, liti stearat, canxi stearat và các hợp chất tương tự, amit của axit polyhydroxycarboxylic, amit của axit béo như là etylenbistearylamit, amit của axit (N-octadecenyl)hexadecanoic và hợp chất tương tự, parafin, sáp, các dẫn xuất nhựa tự nhiên hoặc tổng hợp và tương tự có thể được sử dụng. Trong số chúng, amit của axit polyhydroxycarboxylic và amit của axit béo là được ưu tiên. Các chất bôi trơn này có thể được sử dụng riêng từng loại hoặc có thể sử dụng kết hợp hai hoặc nhiều loại.

Đối với amit của axit polyhydroxycarboxylic, $C_mH_{m+1}(OH)_m-CONH-C_nH_{2n+1}$

(m bằng 2 hoặc 5, n là số nguyên từ 6 đến 24) được mô tả trong WO2005/068588 có thể được nêu ra làm ví dụ.

Cụ thể hơn, các amit của axit polyhydroxycarboxylic được mô tả dưới đây có thể được sử dụng.

- (1) $n\text{-C}_2\text{H}_3(\text{OH})_2\text{-CONH-}n\text{-C}_6\text{H}_{13}$: amit (N-hexyl) glyxeric amit
- (2) $n\text{-C}_2\text{H}_3(\text{OH})_2\text{-CONH-}n\text{-C}_8\text{H}_{17}$: (N-octyl) glyxeric amit
- (3) $n\text{-C}_2\text{H}_3(\text{OH})_2\text{-CONH-}n\text{-C}_{18}\text{H}_{37}$: (N-octadexyl) glyxeric amit
- (4) $n\text{-C}_2\text{H}_3(\text{OH})_2\text{-CONH-}n\text{-C}_8\text{H}_{35}$: (N-octadexenyl) glyxeric amit
- (5) $n\text{-C}_2\text{H}_3(\text{OH})_2\text{-CONH-}n\text{-C}_{22}\text{H}_{45}$: (N-docosyl) glyxeric amit
- (6) $n\text{-C}_2\text{H}_3(\text{OH})_2\text{-CONH-}n\text{-C}_{24}\text{H}_{49}$: (N-tetracosyl) glyxeric amit
- (7) $n\text{-C}_5\text{H}_6(\text{OH})_5\text{-CONH-}n\text{-C}_6\text{H}_{13}$: (N-hexyl) gluconic amit
- (8) $n\text{-C}_5\text{H}_6(\text{OH})_5\text{-CONH-}n\text{-C}_8\text{H}_{17}$: (N-octyl) glyxeric amit
- (9) $n\text{-C}_5\text{H}_6(\text{OH})_5\text{-CONH-}n\text{-C}_{18}\text{H}_{37}$: (N-octadexyl) gluconic amit
- (10) $n\text{-C}_5\text{H}_6(\text{OH})_6\text{-CONH-}n\text{-C}_{18}\text{H}_{35}$: (N-octadexenyl) glyxeric amit
- (11) $n\text{-C}_5\text{H}_6(\text{OH})_5\text{-CONH-}n\text{-C}_{22}\text{H}_{45}$: (N-docosyl) glyxeric amit
- (12) $n\text{-C}_5\text{H}_6(\text{OH})_6\text{-CONH-}n\text{-C}_{24}\text{H}_{49}$: (N-tetracosyl) glyxeric amit

Hợp chất phát ra nguồn oxy

Tốt hơn là hỗn hợp còn bao gồm hợp chất phát ra nguồn oxy. Khi sản phẩm bột ép được đốt nóng, nguồn oxy như là oxy, nước, hydro peroxit và dạng tương tự được phát ra từ hợp chất phát ra nguồn oxy và sự oxy hóa bề mặt bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép tiếp tục được thúc đẩy. Cụ thể là, với hợp chất phát ra nguồn oxy được trộn sao cho được phân tán vào phía trong sản phẩm bột ép, sự oxy hóa bề mặt bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép cũng xảy ra phía trong sản phẩm bột ép trong

bước xử lý nhiệt.

Kết quả là, trong lõi bột ép theo sáng chế, vì sự liên kết giữa bề mặt bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép và lớp phủ cách nhiệt (ví dụ như lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric) trở nên chắc chắn và sự liên kết giữa các lớp phủ cách nhiệt với nhau cũng trở nên chắc chắn, nên có thể cải thiện độ bền cơ học. Tiếp đó, điện trở suất (hiệu quả cách điện) của lõi bột ép cũng được cải thiện.

Để đạt được hiệu quả nêu trên, so với tổng lượng hỗn hợp bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép (bột từ trường mềm trên cơ sở sắt, lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric, màng phủ bằng nhựa silicon), chất bôi trơn và hợp chất phát ra nguồn oxy, hợp chất phát ra nguồn oxy tốt hơn là chiếm 0,01% khối lượng hoặc lớn hơn, tốt hơn nữa là chiếm 0,05% khối lượng hoặc lớn hơn. Tuy nhiên, vì việc tăng lượng hợp chất phát ra nguồn oxy gây ảnh hưởng xấu đối với sự tăng tỷ trọng của sản phẩm bột ép, được ưu tiên là lượng hợp chất phát ra nguồn oxy chiếm 0,8% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 0,6% khối lượng hoặc nhỏ hơn.

Mặc dù hợp chất phát ra nguồn oxy không bị giới hạn một cách cụ thể với điều kiện là các hợp chất này phát ra nguồn oxy như là oxy, nước, hydro peroxit và dạng tương tự bằng cách được đốt nóng, rượu- đường giải phóng nước khi được đốt nóng chẳng hạn như erytritol, glyxerin, isomalt, lactitol, maltitol, mannitol, sorbitol, xylitol và hợp chất tương tự; hydroxit kim loại giải phóng nước khi được đốt nóng chẳng hạn như magie hydroxit, nhôm hydroxit, canxi hydroxit, mangan hydroxit, sắt hydroxit, coban hydroxit, niken hydroxit, đồng hydroxit và hợp chất tương tự; peroxit kim loại phát ra oxy khi được đốt nóng ví dụ như là liti peroxit, natri peroxit, kẽm peroxit và hợp chất tương tự; percarbonat như là natri percarbonat và tương tự phát ra hydro peroxit mà sẽ được phân hủy thành nước và oxy bằng cách đốt nóng; và chất oxy hóa như là nitrat anion, nitrit anion, clorat anion và tương tự cũng có thể được sử dụng như là các ví dụ cụ thể. Như là đối với ion của anion (cation) của chất oxy hóa, lithi ion, natri ion, kali ion, amoni ion, canxi ion, stronti ion, bari ion và ion tương tự có thể được nêu ra dưới dạng các ví dụ. Các hợp chất phát ra nguồn oxy như thế có thể được sử dụng riêng rẽ hoặc được sử dụng kết hợp từ hai hoặc nhiều loại.

Dập ép khuôn

Sản phẩm bột ép có thể thu được bằng cách ép khuôn hỗn hợp bột. Phương pháp dập ép khuôn không bị giới hạn một cách cụ thể và có thể ứng dụng các phương pháp thông thường đã được biết đến.

Điều kiện thích hợp của dập ép khuôn về mặt áp suất tiếp xúc tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 490 MPa, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 700 MPa, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 790 MPa, còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 980 MPa và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 1960 MPa, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1180 MPa. Cụ thể là, khi việc ép khuôn được thực hiện trong điều kiện là áp suất 980 MPa hoặc lớn hơn, lõi bột ép có tỷ trọng cuối cùng là 7,40 g/cm³ hoặc lớn hơn có thể đạt được một cách dễ dàng, điều này được ưu tiên vì có thể đạt được lõi bột ép có độ bền cao và các đặc tính từ trường (mật độ từ thông) rất tốt. Đối với nhiệt độ dập khuôn, cả dập khuôn ở nhiệt độ trong phòng và dập khuôn nóng (100-250°C) được ứng dụng. Phương pháp dập khuôn có bôi trơn thành khuôn được ưu tiên là phương pháp dập khuôn ẩm và lõi bột ép có độ bền cao hơn có thể đạt được bằng cách dập khuôn này. Đối với độ bền của lõi bột ép, độ bền uốn được xác định theo phương pháp xác định trong một phương án cụ thể được nêu dưới đây, tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 70 MPa, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 80 MPa.

Theo một khía cạnh của sáng chế, lõi bột ép có độ bền cao có thể được sản xuất bằng cách cho sản phẩm bột ép thu được bằng cách ép khuôn trải qua quá trình xử lý nhiệt trong các bước xử lý nhiệt từ thứ nhất đến thứ ba được nêu dưới đây.

Bước xử lý nhiệt thứ nhất

Theo phương pháp sản xuất theo một khía cạnh theo sáng chế, trước hết, sản phẩm bột ép sau dập khuôn được nung nóng ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 500°C. Nhờ bước xử lý nhiệt này, chất bôi trơn có thể được phân hủy nhiệt và được loại bỏ trong khi ngăn chặn lớp phủ cách nhiệt (lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric và/hoặc màng phủ bằng nhựa silicon) không bị phá vỡ.

Đồng thời, khi hợp chất phát ra nguồn oxy được bổ sung, nguồn oxy như là oxy, nước, hydro peroxit và dạng tương tự được phát ra một cách từ từ từ hợp chất phát ra nguồn oxy nhờ đốt nóng và do đó việc bay hơi và phân tán chất bôi trơn có thể được thúc đẩy trong khi ngăn chặn sự tắc đường dẫn nguồn oxy ở giữa bột sắt phía trong sản phẩm bột ép trong một thời gian dài.

Cụ thể, đối với bước xử lý nhiệt thứ nhất, chẳng hạn, có thể ứng dụng phương pháp trong đó sản phẩm bột ép được đưa vào bình áp suất, sau đó khí được mô tả dưới đây được nạp vào bình, các thành phần ở trong bình đã bão hòa và các thành phần ở trong bình sau đó được nung nóng đến phạm vi nhiệt độ được mô tả ở trên.

Môi trường của bước xử lý nhiệt thứ nhất không bị giới hạn một cách cụ thể và có thể hoặc là môi trường oxy hóa như là môi trường không khí, oxy, ozon, hơi nước và dạng tương tự hoặc là môi trường bất hoạt chứa khí hiếm như là nitơ, heli, argon và dạng tương tự và chân không.

Đồng thời, trong từng môi trường, cũng có thể bao gồm khí khác trong phạm vi không gây hại cho đối tượng của bước xử lý nhiệt thứ nhất.

Tiếp theo, khi nhiệt độ của bước xử lý nhiệt thứ nhất được xác định là thấp hơn 300°C, hiệu ứng phân hủy và loại bỏ chất bôi trơn trở nên không đạt yêu cầu. Do đó, nhiệt độ của bước xử lý nhiệt thứ nhất được đặt là cao hơn hoặc bằng 300°C, tốt hơn là cao hơn hoặc bằng 330°C. Mặt khác, khi nhiệt độ trở nên quá cao, sự oxy hóa của sản phẩm bột ép xảy ra trước sự phân hủy và loại bỏ chất bôi trơn được tiến hành một cách thích hợp, sự giãn nở thể tích xảy ra, việc dẫn sự bay hơi của chất bôi trơn bị chặn và chất bôi trơn không được loại bỏ một cách thích hợp. Do đó, oxy được cấp vào phía trong sản phẩm bột ép trở nên không đạt yêu cầu và sự oxy hóa phía trong viên ép bị ảnh hưởng xấu. Khi tình trạng này xảy ra, độ bền cơ học (độ bền chống đứt gãy) của sản phẩm ép bị suy giảm. Do đó, nhiệt độ của bước xử lý nhiệt thứ nhất được đặt ở mức thấp hơn hoặc bằng 500°C, tốt hơn là thấp hơn hoặc bằng 480°C và tốt hơn nữa là thấp hơn hoặc bằng 450°C.

Thời gian nung nóng ở bước xử lý nhiệt thứ nhất chỉ cần đạt được việc xử lý

nhệt và không bị giới hạn một cách cụ thể. Khi thời gian đốt nóng là ngắn, các kết quả được mô tả ở trên theo bước xử lý nhiệt thứ nhất có thể không đạt được một cách thích hợp. Do đó, thời gian đốt nóng tốt hơn là dài hơn hoặc bằng 10 phút, tốt hơn nữa là dài hơn hoặc bằng 20 phút và tốt hơn là ngắn hơn hoặc bằng 250 phút, tốt hơn nữa là ngắn hơn hoặc bằng 200 phút và còn tốt hơn nữa là ngắn hơn hoặc bằng 150 phút.

Bước xử lý nhiệt thứ hai

Theo phương pháp sản xuất của một khía cạnh theo sáng chế, tiếp theo bước xử lý nhiệt thứ nhất, bước đốt nóng đến nhiệt độ là 500°C và thấp hơn hoặc bằng 700°C trong môi trường oxy hóa (bước xử lý nhiệt thứ hai) được thực hiện. Theo bước này, sự oxy hóa bột sắt phía trong sản phẩm bột ép được thúc đẩy và liên kết giữa bề mặt bột sắt và lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trở nên chắc chắn. Tiếp theo, liên kết giữa các lớp phủ cách điện kề nhau cũng trở nên chắc chắn và độ bền cơ học của lõi bột ép thu được được cải thiện.

Đồng thời, khi hợp chất phát ra nguồn oxy được bổ sung, sự oxy hóa phía trong sản phẩm bột ép có thể tiếp tục được thúc đẩy nhờ nguồn oxy được phát ra từ hợp chất phát ra nguồn oxy bằng cách đốt nóng.

Tiếp theo, theo một khía cạnh của sáng chế, nhiệt độ đốt nóng của các bước xử lý nhiệt tương ứng có thể được tạo ra nhiệt độ cho trước hoặc là một cách liên tục hoặc là ngay sau khi được làm nguội. Khi môi trường bên trong bình được thay đổi, bước xử lý nhiệt thứ hai có thể được tiến hành, chẳng hạn, bằng cách làm nguội sản phẩm bột ép ngay sau khi kết thúc bước xử lý nhiệt thứ nhất, khi đó sự thay thế bên trong bình áp suất bằng khí oxy hóa làm bão hòa không gian bên trong bình bằng khí oxy hóa và sau đó đốt nóng môi trường bên trong bình đến nhiệt độ cho trước. Đồng thời, khi môi trường bên trong bình là không thay đổi, được ưu tiên tiến hành, chẳng hạn, bước xử lý nhiệt thứ nhất và bước xử lý nhiệt thứ hai một cách liên tục. Tức là, sau khi kết thúc bước xử lý nhiệt thứ nhất, bước xử lý nhiệt thứ hai có thể được tiến hành bằng cách nâng nhiệt độ đến nhiệt độ cho trước như vốn có mà không cần làm nguội.

Đối với môi trường trong bước xử lý nhiệt thứ hai, việc tạo ra môi trường oxy hóa là cần thiết nhằm thúc đẩy sự oxy hóa bột sắt và khi bước xử lý nhiệt thứ hai được tiến hành trong môi trường thụ động như là nitơ và dạng tương tự, sự oxy hóa trở nên không đạt yêu cầu và độ bền cơ học cao không thể đạt được. Bước xử lý nhiệt thứ hai có thể được tiến hành trong môi trường oxy hóa như được mô tả ở trên và có thể được tiến hành trong môi trường không khí cũng theo quan điểm chi phí sản xuất.

Khi nhiệt độ xử lý nhiệt trong bước xử lý nhiệt thứ hai là quá thấp, sự oxy hóa bột sắt có thể là không đạt yêu cầu và có thể mất nhiều thời gian để sự oxy hóa xảy ra bên trong sản phẩm bột ép. Đồng thời, khi nhiệt độ xử lý nhiệt là quá cao, độ bền mặt phân cách ở giữa bột sắt và lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric có thể giảm và độ bền cơ học của lõi bột ép có thể giảm. Tiếp theo, khi lớp phủ cách nhiệt lộ ra với nhiệt độ cao, độ dày của lớp phủ cách nhiệt có thể là mỏng và tính năng cách điện có thể sụt giảm. Nhiệt độ đốt nóng của bước xử lý nhiệt thứ hai tốt hơn là cao hơn hoặc bằng 530°C , tốt hơn nữa là cao hơn hoặc bằng 550°C và tốt hơn là thấp hơn hoặc bằng 680°C và tốt hơn nữa là cao hơn hoặc bằng 650°C .

Thời gian đốt nóng trong bước xử lý nhiệt thứ hai chỉ phải đạt được mục đích việc xử lý nhiệt và không bị giới hạn một cách cụ thể. Tuy nhiên, khi thời gian đốt nóng là quá ngắn, các kết quả theo bước xử lý nhiệt thứ hai có thể không đạt được một cách hữu hiệu. Do đó, thời gian đốt nóng tốt hơn là 10 phút hoặc dài hơn, tốt hơn nữa là 15 phút hoặc dài hơn. Đồng thời, thời gian đốt nóng tốt hơn là dài hơn theo quan điểm làm giảm ứng suất, tuy nhiên, khi việc xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ cao trong một khoảng thời gian dài, hiệu quả cách điện có thể bị suy giảm do độ mỏng của lớp phủ cách nhiệt như được mô tả ở trên. Do đó, thời gian đốt nóng tốt hơn là 60 phút hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 50 phút hoặc nhỏ hơn và còn tốt hơn nữa là 40 phút hoặc nhỏ hơn.

Bước xử lý nhiệt thứ ba

Theo phương pháp sản xuất theo một khía cạnh theo sáng chế, tiếp theo

bước xử lý nhiệt thứ hai, bước thực hiện việc đốt nóng trong thời gian 30 phút hoặc lâu hơn và 120 phút hoặc ngắn hơn ở nhiệt độ là cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 450°C (bước xử lý nhiệt thứ ba) được thực hiện. Nhờ bước xử lý này, vustit được chuyển hóa thành manhêtit làm giảm thành phần vustit làm giảm độ bền, manhêtit góp phần làm tăng độ bền và do đó độ bền cơ học của lõi bột ép thu được còn được cải thiện hơn nữa. Cụ thể hơn, như được mô tả dưới đây, lõi bột ép có phần thể tích mahêtit chiếm 5,0-15% và phần thể tích vustit chiếm 3,0% hoặc nhỏ hơn (bao gồm cả 0%) có thể thu được.

Nhờ việc thực hiện bước xử lý nhiệt thứ trong phạm vi nhiệt độ cho trước, vustit có thể được chuyển hóa thành manhêtit trong khi ngăn chặn manhêtit đang có không bị gãy vỡ. Khi bước xử lý nhiệt thứ ba được thực hiện ở nhiệt độ dưới 300°C, vustit không thể chuyển hóa thành manhêtit và có thể không đạt được độ bền cao. Đồng thời, khi bước xử lý nhiệt thứ ba được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn 450°C, có thể phát sinh vustit mới. Thời gian đốt nóng ở bước xử lý nhiệt thứ ba tốt hơn là cao hơn hoặc bằng 320°C, tốt hơn nữa là cao hơn hoặc bằng 340°C và tốt hơn là thấp hơn hoặc bằng 430°C, tốt hơn nữa là thấp hơn hoặc bằng 410°C.

Đồng thời, thời gian đốt nóng được thực hiện trong 30 phút hoặc lâu hơn và ngắn hơn hoặc bằng 120 phút ở nhiệt độ xử lý nhiệt nằm trong phạm vi được mô tả ở trên. Khi thời gian đốt nóng là ngắn, vustit không thể chuyển hóa thành manhêtit một cách đạt yêu cầu và độ bền cơ học có thể không được tăng lên. Do đó, thời gian đốt nóng tốt hơn là dài hơn hoặc bằng 40 phút hoặc lâu hơn, tốt hơn nữa là dài hơn hoặc bằng 50 phút. Mặc dù thời gian đốt nóng tốt hơn là dài hơn theo quan điểm thúc đẩy sự phát sinh manhêtit từ vustit, khi việc xử lý nhiệt ở nhiệt độ cao được tiến hành trong một khoảng thời gian dài, có thể phát sinh vustit mới. Thời gian đốt nóng tốt hơn là ngắn hơn hoặc bằng 110 phút, tốt hơn nữa là ngắn hơn hoặc bằng 90 phút.

Lõi bột ép

Sau quá trình xử lý nhiệt sản phẩm bột ép, lõi bột ép theo sáng chế có thể thu được khi được làm nguội để quay trở lại nhiệt độ trong phòng.

Như được mô tả ở trên, theo phương pháp sản xuất của một khía cạnh theo sáng chế, khi các bước xử lý nhiệt từ thứ nhất đến thứ ba được thực hiện trong điều kiện được mô tả ở trên, lõi bột ép có độ bền cơ học cao hơn so với độ bền cơ học của lõi bột ép thông thường có thể được sản xuất.

Cụ thể hơn, lõi bột ép có lượng manhêtit chiếm 5,0-15% thể tích và lượng vusit chiếm 3,0% thể tích hoặc nhỏ hơn (bao gồm cả 0% thể tích) có thể thu được.

Khi phần thể tích của manhêtit là quá thấp, có thể không đảm bảo được độ bền thích hợp, trong khi đó, khi phần thể tích là quá cao, khi đó độ bền giảm xuống. Do đó, lượng manhêtit tốt hơn là lớn hơn hoặc bằng 5,0% thể tích, tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5,2% thể tích còn tốt hơn nữa là lớn hơn hoặc bằng 5,5% thể tích và tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 15% thể tích, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 13% thể tích, còn tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 11% thể tích.

Đồng thời, khi phần thể tích của vusit tăng lên, độ bền giảm xuống và do đó phần thể tích của vusit tốt hơn là nhỏ hơn hoặc bằng 3,0% thể tích, tốt hơn nữa là nhỏ hơn hoặc bằng 1,0% thể tích và còn tốt hơn nữa là hoàn toàn không có tỷ nào (0% thể tích).

Tỷ lệ thể tích (trị số trung bình) của manhêtit và vusit có thể thu được bằng cách xác định các mặt đứt gãy của lõi bột ép (tùy ý một số vị trí) nhờ phương pháp phân tích nhiễu xạ tia X.

Đồng thời, cấu trúc còn lại khác với manhêtit và vusit là hematit, sắt và dạng tương tự, tuy nhiên, phần thể tích của manhêtit và vusit chỉ phải điều chỉnh theo quan điểm đảm bảo độ bền cơ học và việc thiết lập cấu trúc còn lại khác không bị giới hạn một cách cụ thể.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Mặc dù sáng chế sẽ được mô tả dưới đây tiếp tục đề cập một cách cụ thể đến các ví dụ, sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ dưới đây và vấn đề dĩ nhiên là sáng chế có thể cũng có thể được thực hiện với các phương án cải biến được bổ sung một cách thích hợp trong phạm vi chấp nhận được đối với các mục đích được

mô tả ở trên và sẽ được nêu dưới đây và phương án bất kỳ nằm trong phạm vi kỹ thuật của sáng chế.

Bước đập khuôn

Đối với bột từ trường mềm trên cơ sở sắt, bột sắt tinh khiết ("Atmel (nhãn hiệu được đăng ký) ML35N") do Kobe Steel, Ltd. sản xuất với kích cỡ hạt trung bình là 100-150 μm) được tạo ra, lớp phủ biến đổi hóa học sắt phosphat được tạo ra trên bề mặt của bột và bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép thu được. Cụ thể hơn, 50 mL chất dịch xử lý đối với lớp phủ biến đổi hóa học sắt phosphat được bổ sung vào và được trộn với 1 kg bột sắt tinh khiết đã được sàng qua sàng có kích cỡ lỗ là 300 μm , sau đó được sấy trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ là 200°C trong môi trường không khí, rồi được sàng qua sàng có kích thước lỗ là 300 μm và thu được bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép (chiều dày màng là 20 nm).

Đối với chất dịch xử lý lớp phủ biến đổi hóa học sắt phosphat, chất dịch xử lý (hàm lượng 1,5% khối lượng axit phosphoric), thu được bằng cách trộn nước: 50 phần, NaH_2PO_4 : 30 phần, H_3PO_4 : 10 phần, $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$: 10 phần, $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2$: 10 phần và được pha loãng 10 lần với nước, được sử dụng.

Tiếp theo, nhựa silicon ("SR2400" do Dow Corning Toray Co., Ltd. sản xuất) được hòa tan trong toluen và dung dịch nhựa có 4,8% hàm lượng chất rắn được tạo ra. Dung dịch nhựa được bổ sung vào và được trộn với bột sắt dùng cho sản phẩm bột ép đã được tạo ra có lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric và màng phủ bằng nhựa silicon sao cho lượng kết tủa của màng phủ bằng nhựa silicon là bằng 0,05% khối lượng so với bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép. Sau đó, được đốt nóng và được sấy trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ là 75°C trong môi trường không khí bằng lò sấy và sau đó được sàng qua sàng có kích thước lỗ là 300 μm . Sau đây, quá trình xử lý sơ bộ được tiến hành trong thời gian 30 phút ở nhiệt độ 150°C và thu được bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép có màng phủ bằng nhựa silicon (màng phủ bằng nhựa silicon có chiều dày là: 100 nm).

Tiếp theo, chất bôi trơn là amit của axit polyhydroxycarboxylic được bổ sung và được trộn như là chất bôi trơn để chiếm 0,2% khối lượng so với tổng lượng hỗn hợp bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép, chất bôi trơn và hợp chất phát ra nguồn oxy và hỗn hợp thu được.

Đồng thời, đối với một phần của các ví dụ, hỗn hợp thu được trong đó tác nhân phát ra nguồn oxy (hợp chất phát ra nguồn oxy) được mô tả trong Bảng 1 tiếp tục được bổ sung và được trộn theo lượng 0,1% khối lượng so với tổng lượng hỗn hợp bột sắt dùng làm sản phẩm bột ép được tạo ra có màng phủ bằng nhựa silicon, chất bôi trơn và hợp chất phát ra nguồn oxy.

Hỗn hợp được nạp vào khuôn dập, việc dập khuôn được tiến hành ở nhiệt độ trong phòng (25°C) với lực ép tiếp xúc là 784 MPa và thu được sản phẩm bột ép (dài 31,75mm x rộng 12,7mm x cao xấp xỉ 5mm).

Bước xử lý nhiệt

Khi đó, sản phẩm bột ép được cho trải qua các bước xử lý nhiệt từ thứ nhất đến thứ ba trong điều kiện được mô tả trong bảng 1 (ở các ví dụ từ 11 đến 14, bước xử lý nhiệt thứ ba không được tiến hành). Sau khi kết thúc bước xử lý nhiệt thứ ba, quá trình làm nguội (làm nguội trong lò) được thực hiện bên trong bình, và khi nhiệt độ hạ thấp đến nhiệt độ trong phòng thì tạo ra lõi bột ép. Mức tăng nhiệt độ trung bình đến nhiệt độ cho trước trong bước xử lý nhiệt thứ nhất và bước xử lý nhiệt thứ hai được điều chỉnh xấp xỉ $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$. Đồng thời, mức tăng nhiệt độ trung bình đến nhiệt độ cho trước từ nhiệt độ ở bước xử lý nhiệt thứ hai đến nhiệt độ ở bước xử lý nhiệt thứ ba được điều chỉnh xấp xỉ là $10^{\circ}\text{C}/\text{phút}$. Tiếp theo, các bước xử lý nhiệt tương ứng được tiến hành một cách liên tục (chẳng hạn, theo ví dụ 1, bước xử lý nhiệt thứ nhất được tiến hành ở nhiệt độ 300°C và nhiệt độ được nâng lên đến 550°C một cách liên tục để tiến hành bước xử lý nhiệt thứ ba).

Đánh giá

Các kết quả xác định tỷ trọng, độ bền chịu uốn và tỷ lệ thể tích manhêtit (FeO^*) và vustit (FeO) của các lõi bột ép tương ứng sản xuất được được thể hiện trong bảng 2.

Tỷ trọng

Tỷ trọng được tính toán từ các trị số đo được của khối lượng và kích thước của lõi bột ép. Theo sáng chế, trường hợp tỷ trọng là $7,40 \text{ g/cm}^3$ hoặc lớn hơn được đánh giá là đạt yêu cầu.

Độ bền chịu uốn

Đối với độ bền chịu uốn của lõi bột ép, thử nghiệm chịu uốn ba điểm (theo tiêu chuẩn JPMAM 09-1992 của the Japan Powder Metallurgy Association – Hiệp hội luyện kim bột Nhật Bản) được tiến hành và độ bền cơ học được đánh giá. Để đo, thiết bị thử nghiệm chịu kéo ("AUTOGRAPH AG-5000E" do Shimadzu Corporation chế tạo) được sử dụng và khoảng cách giữa các điểm tựa là 25 mm.

Trường hợp độ bền chịu uốn đạt được là 70 MPa hoặc cao hơn được đánh giá là đạt yêu cầu và trường hợp độ bền chịu uốn dưới 70 MPa được đánh giá là không đạt yêu cầu.

Tỷ lệ thể tích

Tỷ lệ thể tích của manhêtit và vustit có trong lõi bột ép được đánh giá bằng cách sử dụng mẫu thử nghiệm sau thử nghiệm chịu uốn. Cụ thể hơn, tia X được chiếu lên trên bề mặt lộ ra do nứt vỡ trong thử nghiệm chịu uốn để tiến hành phân tích nhiễu xạ tia X, và đã xác định được tỷ lệ thể tích của manhêtit và vustit trong lõi bột ép. Đối với thiết bị đo, thiết bị phân tích nhiễu xạ X RAD-RU300 do Rigaku Corporation chế tạo được sử dụng. Việc đo đạc được tiến hành với góc đo (2θ) là $15-110^\circ$ sử dụng chùm $K\alpha$ theo đích Co và thiết bị đơn sắc. Vùng bức xạ của tia X trên bề mặt đo là dài 15mm x rộng 10mm, và tổng cộng 3 vị trí bao gồm điểm chính giữa và hai đầu của mặt đứt gãy được lấy làm đối tượng đánh giá. Một đỉnh xuất phát từ Fe_3O_4 , một đỉnh xuất phát từ FeO và một đỉnh xuất phát từ Fe được xem xét khớp đỉnh, và từ đó thu được tỷ lệ thể tích của manhêtit (Fe_3O_4) và vustit (FeO).

[Bảng 1]

Số	Tác nhân phát ra nguồn oxy	Bước xử lý nhiệt thứ nhất			Bước xử lý nhiệt thứ hai			Bước xử lý nhiệt thứ hai		
		Nhiệt độ (°C)	môi trường	Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	môi trường	Thời gian (phút)	Nhiệt độ (°C)	môi trường	Thời gian (phút)
1	Không	300	Không khí	110	550	Không khí	30	400	Không khí	30
2	Không	400	Không khí	110	570	Không khí	30	300	Nitơ	90
3	Không	420	Không khí	110	600	Không khí	30	350	Không khí	60
4	Không	450	Nitơ	110	570	Không khí	30	450	Không khí	110
5	Không	500	Nitơ	110	570	Không khí	30	420	Không khí	80
6	Mannitol	300	Không khí	110	550	Không khí	30	400	Không khí	30
7	Nhôm hydroxit	400	Không khí	110	570	Không khí	30	300	Nitơ	90
8	Kali nitrat	420	Không khí	110	600	Không khí	30	350	Không khí	60
9	Liti peroxit	450	Nitơ	110	570	Không khí	30	450	Không khí	110
10	Natri percarbonat	500	Nitơ	110	570	Không khí	30	420	Không khí	80
11	Mannitol	320	Không khí	110	600	Không khí	30	-	-	-
12	Nhôm hydroxit	430	Nitơ	110	500	Không khí	30	-	-	-
13	Kali nitrat	390	Không khí	110	450	Không khí	30	-	-	-
14	Không	390	Không khí	110	450	Không khí	30	-	-	-
15	Liti peroxit	250	Không khí	110	600	Không khí	30	450	Không khí	30
16	Không	235	Nitơ	110	500	Không khí	30	400	Không khí	30
17	Mannitol	550	Nitơ	110	680	Không khí	30	400	Nitơ	45
18	Không	565	Không khí	110	680	Không khí	30	450	Không khí	30
19	Nhôm hydroxit	320	Không khí	110	450	Không khí	30	430	Không khí	60
20	Kali nitrat	450	Không khí	110	720	Không khí	30	350	Không khí	30
21	Không	400	Không khí	110	750	Không khí	30	420	Không khí	30
22	Natri percarbonat	400	Không khí	110	550	Nitơ	30	400	Không khí	30
23	Không	350	Không khí	110	550	Nitơ	30	400	Không khí	30
24	Manit	380	Nitơ	110	600	Không khí	30	430	Không khí	15

Bảng 2

Số	Đặc tính lõi bột ép		Thành phần oxit (% thể tích)		Tổng lượng oxit (% thể tích)
	Tỷ trọng (g/cm ³)	Độ bền chịu uốn (MPa)	Fe ₃ O ₄	FeO	
1	7,45	86	5,1	0	5,1
2	7,43	83	5,2	0,5	5,7
3	7,44	84	5,0	0,2	5,2
4	7,45	80	5,2	0	5,2
5	7,44	85	5,1	0	5,1
6	7,45	95	6,5	0	6,5
7	7,42	89	7,7	0	7,7
8	7,44	91	8,2	0	8,2
9	7,45	103	7,4	0	7,4
10	7,44	98	8,9	0	8,9
11	7,43	58	7,3	3,5	10,8
12	7,42	46	6,2	4,6	10,8
13	7,45	44	5,6	3,1	8,7
14	7,46	32	5,1	4,1	9,2
15	7,45	60	0,2	0	0,2
16	7,44	43	0,1	0	0,1
17	7,46	51	1,9	0	1,9
18	7,45	35	0,9	0	0,9
19	7,45	45	2,7	0	2,7
20	7,46	52	20,1	0	20,1
21	7,44	24	23,2	1,2	24,4
22	7,44	33	0,3	0	0,3
23	7,45	26	0,1	0	0,1
24	7,45	49	6,5	3,3	9,8

Ở các ví dụ từ 1 đến 10 đáp ứng các điều kiện sản xuất theo một khía cạnh theo sáng chế (các bước xử lý nhiệt từ thứ nhất đến thứ ba), sự oxy hóa diễn ra bên trong lõi bột ép, và thu được lõi bột ép có độ bền cơ học cao. Đặc biệt là ở các ví dụ từ 6 đến 10 trong đó tác nhân phát ra nguồn oxy (hợp chất phát ra nguồn oxy) được bổ sung, sự oxy hóa được thúc đẩy hơn so với các ví dụ từ 1 đến 5 trong đó chất phát ra nguồn oxy chưa được bổ sung và do đó đã thu được lõi bột ép có độ bền cơ học cao hơn.

Mặt khác, ở các ví dụ từ 11 đến 24 trong đó điều kiện sản xuất theo một khía cạnh của sáng chế không được đáp ứng, độ bền cơ học của lõi bột ép có thể không được cải thiện.

Cụ thể hơn, ở các ví dụ từ 11 đến 14 trong đó bước xử lý nhiệt thứ ba không được tiến hành, vustit có thể không được giảm và độ bền cơ học của lõi bột ép là thấp.

Ở các ví dụ 15, 16 trong đó nhiệt độ đốt nóng trong bước xử lý nhiệt thứ nhất là thấp, chất bôi trơn có thể không được phân hủy một cách thích hợp và sự oxy hóa không xảy ra một cách thích hợp trong bước xử lý nhiệt sau đó, do đó manhêtit là ít và độ bền cơ học của lõi bột ép là thấp.

Mặt khác, ở các ví dụ 17, 18 trong đó nhiệt độ đốt nóng trong bước xử lý nhiệt thứ nhất là cao vì sự oxy hóa của sản phẩm bột ép xảy ra trước khi chất bôi trơn được loại bỏ một cách thích hợp, sự oxy hóa của sản phẩm bột ép bị ảnh hưởng xấu, manhêtit thích hợp có thể không được đảm bảo và độ bền cơ học là thấp.

Ở ví dụ 19 trong đó nhiệt độ đốt nóng trong bước xử lý nhiệt thứ hai là thấp, vì sự oxy hóa không được tiến hành một cách thích hợp, manhêtit thích hợp có thể không được đảm bảo và độ bền cơ học là thấp.

Mặt khác, ở các ví dụ 20, 21 trong đó nhiệt độ đốt nóng trong bước xử lý nhiệt thứ hai là cao, sự oxy hóa xảy ra quá mức và độ bền cơ học là thấp.

Ở các ví dụ 22, 23 trong đó môi trường của bước xử lý nhiệt thứ hai được

tạo ra bởi nitơ, vì sự oxy hóa không được tiến hành một cách thích hợp, manhêtit thích hợp có thể không được đảm bảo và độ bền cơ học là thấp.

Ở số 24 trong đó thời gian đốt nóng trong bước xử lý nhiệt thứ ba là ngắn, FeO có thể không được giảm và độ bền cơ học là thấp.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất lõi bột ép bao gồm:

bước đập khuôn để thu được sản phẩm bột ép bằng cách đập ép khuôn hỗn hợp bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép và chất bôi trơn, bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép bao gồm lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric trên bề mặt của bột từ trường mềm trên cơ sở sắt;

bước xử lý nhiệt thứ nhất để nung nóng sản phẩm bột ép ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 500°C;

bước xử lý nhiệt thứ hai để thực hiện việc nung nóng tiếp ở nhiệt độ cao hơn 500°C và thấp hơn hoặc bằng 700°C trong môi trường oxy hóa; và

bước xử lý nhiệt thứ ba để thực hiện việc nung nóng trong thời gian dài hơn hoặc bằng 30 phút và ngắn hơn hoặc bằng 120 phút ở nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 300°C và thấp hơn hoặc bằng 450°C.

2. Phương pháp sản xuất lõi bột ép theo điểm 1, trong đó hỗn hợp còn bao gồm ít nhất một hợp chất phát ra nguồn oxy được lựa chọn từ nhóm gồm có rượu-đường, hydroxit kim loại, peroxit kim loại, percarbonat và chất oxy hóa.

3. Phương pháp sản xuất lõi bột ép theo điểm 1, trong đó bột từ trường mềm trên cơ sở sắt dùng làm sản phẩm bột ép bao gồm màng phủ bằng nhựa silicon nằm trên lớp phủ biến đổi hóa học trên cơ sở axit phosphoric.

4. Phương pháp sản xuất lõi bột ép theo điểm 1, trong đó chất bôi trơn là amit của axit polyhydroxycarboxylic.

5. Lõi bột ép thu được theo phương pháp sản xuất theo điểm 1, trong đó lõi bột ép này được thu bằng cách ép khuôn bột từ trường mềm trên cơ sở sắt, trong đó manhêtit chiếm 5,0-15% thể tích và vustit chiếm 3,0% thể tích hoặc nhỏ hơn (bao gồm cả 0% thể tích) khi mặt đứt gãy của lõi bột ép được khảo sát bằng phương pháp phân tích nhiễu xạ tia X.