



(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)



1-0048953

(51)^{2021.01} B22F 10/32; C22C 33/02; B22F 1/00;
B22F 10/28

(13) B

(21) 1-2022-03759

(22) 20/12/2019

(86) PCT/IB2019/061158 20/12/2019

(87) WO2021/123894 24/06/2021

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/09/2022 414A

(73) ArcelorMittal (LU)

24-26, Boulevard d'Avranches 1160 Luxembourg, Luxembourg

(72) MARTÍNEZ, Ana (ES); MOLÍ, Laura (BE); DEL RÍO FERNÁNDEZ, Laura (ES);
VAN STEENBERGE, Nele (BE); DUPREZ, Lode (BE).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) QUY TRÌNH SẢN XUẤT PHỤ GIA THÉP RỀN

(21) 1-2022-03759

(57) Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất phần được tạo ra từ phụ gia từ bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng: $6\% \leq \text{Ni} \leq 14\%$, $5\% \leq \text{Cr} \leq 10\%$, $0,5\% \leq \text{Si} \leq 2,5\%$, $0,5\% \leq \text{Ti} \leq 2\%$, $\text{C} \leq 0,04\%$ và tùy ý chứa $0,5\% \leq \text{Cu} \leq 2\%$, phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến, bột kim loại có vi cấu trúc bao gồm phần diện tích lớn hơn 98% pha tinh thể lập phương hướng tâm thân khối, quy trình này bao gồm bước trong đó ít nhất một phần của bột kim loại được nấu chảy trong môi trường hầu như chỉ chứa khí trơ không phải argon hoặc chứa hỗn hợp của các khí trơ không phải argon.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến quy trình sản xuất thép rèn và cụ thể là để tạo ra phụ gia của nó. Sáng chế còn đề cập đến bột kim loại để sản xuất thép rèn.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nhiều bộ phận được sản xuất từ các dải thép rèn chứa khoảng 18% niken, 9% coban, 5% molypden, 0,5% titan và 0,1% nhôm, theo phần trăm trọng lượng, và đã được xử lý để đạt được giới hạn đàn hồi lớn hơn 1800 MPa. Các dải này thu được bằng cách cán nóng và cán nguội. Các dải hoặc các bộ phận được cắt ra khỏi dải sau đó được làm cứng bằng cách xử lý nhiệt ở khoảng 500°C. Thật không may, hình dạng của các phần này có thể đạt được thông qua quá trình này bằng cách nào đó bị hạn chế.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế này là để khắc phục những hạn chế của giải pháp kỹ thuật đã biết trước đây bằng cách đề xuất quy trình sản xuất phụ gia của thép rèn.

Với mục đích này, đối tượng đầu tiên của sáng chế bao gồm quy trình sản xuất phần được tạo ra từ phụ gia từ bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng:

$$6\% \leq \text{Ni} \leq 14\%$$

$$5\% \leq \text{Cr} \leq 10\%$$

$$0,5\% \leq \text{Si} \leq 2,5\%$$

$$0,5\% \leq \text{Ti} \leq 2\%$$

$$C \leq 0,04\%$$

và tùy ý chứa:

$$0,5\% \leq Cu \leq 2\%$$

phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến,

bột kim loại có vi cấu trúc bao gồm phần diện tích lớn hơn 98% pha tinh thể lập phương hướng tâm thân khối,

quy trình này bao gồm bước trong đó ít nhất một phần của bột kim loại được nấu chảy trong môi trường hầu như chỉ chứa khí trơ không phải argon hoặc chứa hỗn hợp của các khí trơ không phải argon.

Quy trình theo sáng chế còn có thể có các dấu hiệu tùy ý được đưa ra dưới đây, được xem xét riêng lẻ hoặc kết hợp:

- khí trơ không phải argon là nitơ,
- môi trường chứa ít hơn 1000ppm oxy,
- khí trơ không phải argon hoặc hỗn hợp của các khí trơ không phải argon là ở trong 1 khoang đóng kín,
- phần được tạo ra từ phụ gia được sản xuất bằng cách nấu chảy tầng công suất laze (*Laser Powder Bed Fusion: LPBF*),
- công suất laze là nằm trong khoảng từ 80 và 200W,
- Mật độ năng lượng tuyến tính (*Linear Energy Density: LED*) là nằm trong khoảng từ 175 đến 550J/mm,
- Mật độ năng lượng thể tích (*Volumetric Energy Density: VED*) là nằm trong khoảng từ 100 đến 510J/mm³.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các đặc điểm và ưu điểm khác của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn trong phần mô tả sau đây.

Bạn sẽ hiểu rõ hơn sáng chế bằng cách đọc phần mô tả sau đây, phần mô tả này được đề xuất hoàn toàn cho mục đích giải thích và không có ý định làm giới hạn sáng chế.

Niken có trong chế phẩm theo sáng chế với hàm lượng từ 6 đến 14% trọng lượng. Cần ít nhất 6% trọng lượng Ni để có được cấu trúc martensit hoàn toàn của phần cuối cùng. Trên 14% trọng lượng, austenit được giữ lại có xu hướng hình thành, dẫn đến độ bền thấp hơn.

Hàm lượng crom bao gồm từ 5 đến 10% trọng lượng để cải thiện khả năng chống ăn mòn của thép.

Hàm lượng silic bao gồm từ 0,5 đến 2,5% trọng lượng để đảm bảo sự kết tủa của pha G. Trên 2,5% trọng lượng, Si có xu hướng ngăn cản sự hình thành austenit ở nhiệt độ cao và do đó hình thành martensit.

Hàm lượng titan bao gồm từ 0,5 đến 2% trọng lượng. Ít nhất 0,5% trọng lượng là cần thiết để đảm bảo tăng cường kết tủa. Ti bị giới hạn ở 2% trọng lượng vì lý do năng suất.

Cacbon được duy trì dưới 0,04% trọng lượng để tránh sự hình thành các cacbua titan làm giảm nghiêm trọng độ bền va đập, độ dẻo và độ dẻo dai. Tốt hơn là, hàm lượng C dưới 0,015% trọng lượng.

Tùy ý, đồng được thêm vào với hàm lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 2% trọng lượng. Sự kết hợp của Ti với hơn 0,5% trọng lượng của Cu tiếp tục cải thiện việc tăng cường kết tủa. Người ta tin rằng các cụm giàu Cu tăng cường sự đồng kết tủa của các liên kim loại khác, đặc biệt là sự kết tủa của pha G.

Phần còn lại được tạo ra từ sắt và không thể tránh khỏi các tạp chất do quá trình chế tạo. Nhôm, asen, bismut, cadimi, coban, magie, mangan, nito, phospho, chì, lưu huỳnh, antimon, thiếc, oxy, vanadi là những tạp chất chính. Chúng không được cố tình thêm vào. Chúng có thể có trong các nguyên tố sắt và/hoặc nguyên tố tinh khiết được sử dụng làm nguyên liệu thô. Tốt nhất là hàm lượng của chúng được kiểm soát để tránh làm thay đổi bất lợi vi cấu trúc và/hoặc để tránh làm tăng kích thước hạt và độ giòn. Do đó, hàm lượng của mỗi tạp chất nên được giới hạn ở 0,05% trọng lượng.

Bột kim loại có vi cấu trúc bao gồm phần diện tích hơn 98% của pha tinh thể lập phương tâm khối. Pha này có thể là martensit và/hoặc ferit. Nó có thể được đo bằng XRD hoặc bằng nhiễu xạ tia điện tử (EBDS).

Độ cầu của bột là cao. Độ cầu SPHT có thể được đo bằng máy Camsizer và được định nghĩa trong ISO 9276-6 là $4\pi A/P^2$, trong đó A là diện tích đo được bao phủ bởi hình chiếu hạt và P là chu vi/chu vi đo được của hình chiếu hạt. Giá trị 1,0 cho biết một hình cầu hoàn hảo. Độ cầu trung bình của bột ít nhất là 0,75. Nhờ độ hình cầu này, bột kim loại đủ chảy. Do đó, việc sản xuất phụ gia được thực hiện dễ dàng hơn.

Tốt hơn là có ít nhất 80% các hạt bột kim loại có kích thước trong khoảng từ 20µm đến 260µm.

Sự phân bố kích thước hạt, được đo bằng nhiễu xạ laze theo ISO13320: 2009 hoặc ASTM B822-17, tốt nhất là đáp ứng các yêu cầu sau (tính bằng µm):

$$25 \leq D_{10} \leq 35$$

$$80 \leq D_{50} \leq 100$$

$$170 \leq D_{90} \leq 280$$

Bột kim loại có độ chảy tốt với tỷ lệ Hausner dưới 1,25 và Chỉ số Carr dưới 21%. Tỷ lệ Hausner (mật độ khai thác/mật độ khối) và Chỉ số Carr ((mật độ khai thác - mật độ khối)/mật độ khai thác x 100%) thu được từ mật độ vôi đo theo ASTM B527-15; ISO 3953: 2011.

Bột có thể được thu được bằng cách trộn và nấu chảy các nguyên tố tinh khiết và/hoặc hợp kim sắt làm nguyên liệu thô trước tiên.

Các nguyên tố tinh khiết thường được ưu tiên để tránh có quá nhiều tạp chất đến từ các hợp kim sắt, vì những tạp chất này có thể dễ dàng kết tinh. Tuy nhiên, trong trường hợp của sáng chế, người ta đã quan sát thấy rằng các tạp chất đến từ các hợp kim sắt không gây bất lợi cho việc đạt được vi cấu trúc.

Hợp kim sắt là để chỉ các hợp kim khác nhau của sắt với tỷ lệ cao của một hoặc nhiều nguyên tố khác như crom, nhôm, mangan, molybden, silic, titan Các hợp kim chính là FeAl (thường bao gồm 40 đến 60% trọng lượng Al), FeB (thường bao gồm 17,5 đến 20% trọng lượng B), FeCr (thường bao gồm 50 đến 70% trọng lượng Cr), FeMg, FeMn, FeMo (thường bao gồm 60 đến 75% trọng lượng Mo), FeNb (thường bao gồm 60 đến 70% trọng lượng Nb), FeNi, FeP, FeSi (thường chứa 15 đến 90% trọng lượng Si), FeSiMg, FeTi (thường chứa 45 đến 75% trọng lượng Ti), FeV (thường chứa 35 đến 85% trọng lượng V), FeW (thường chứa 70 đến 80% trọng lượng Mo).

Các nguyên tố tinh khiết đáng chú ý có thể là các kim loại nguyên chất như sắt, đồng, niken.

Người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này biết cách kết hợp các hợp kim sắt khác nhau và các nguyên tố tinh khiết để đạt được chế phẩm đích.

Tốt hơn là hỗn hợp bao gồm hợp kim sắt FeCr, hợp kim sắt FeSi, FeTi ferroalloy, Cu, Ni và Fe.

Khi chế phẩm đã thu được bằng cách trộn các nguyên tố tinh khiết và/hoặc hợp kim sắt theo tỷ lệ thích hợp, chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lỏng của nó ít nhất 210°C. Nhờ sự quá nhiệt này, tránh được sự đông đặc của chất nóng chảy trong chén nung. Hơn nữa, sự giảm độ nhớt của thành phần nấu chảy giúp thu được một loại bột có độ hình cầu cao mà không có hạt tạp, với sự phân bố kích thước hạt thích hợp, cùng với cấu trúc cụ thể của nó. Điều đó nói lên rằng, khi sức

căng bề mặt tăng theo nhiệt độ, không nên gia nhiệt chế phẩm ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lỏng của nó 350°C.

Tốt hơn là chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lỏng từ 215°C đến 250°C.

Theo khía cạnh khác của sáng chế, chế phẩm được đun nóng từ 1640 đến 1720°C, điều này thể hiện sự thỏa hiệp tốt giữa giảm độ nhớt và tăng sức căng bề mặt.

Chế phẩm nấu chảy sau đó được nguyên tử hóa thành các giọt kim loại mịn bằng cách cho dòng kim loại nóng chảy đi qua một lỗ, vòi phun, ở áp suất vừa phải và bằng cách tạo ra các tia khí (nguyên tử hóa khí) hoặc nước (nguyên tử hóa nước). Trong trường hợp nguyên tử hóa khí, khí được đưa vào dòng kim loại ngay trước khi nó rời khỏi vòi phun, tạo ra sự hỗn loạn khi khí cuốn vào nở ra (do gia nhiệt nóng) và thoát ra ngoài thành một thể tích lớn, tháp nguyên tử hóa. Sau đó được làm đầy bằng khí để thúc đẩy sự hỗn loạn hơn nữa của phản lực kim loại nóng chảy. Các giọt kim loại nguội đi trong quá trình rơi vào tháp nguyên tử hóa. Nguyên tử hóa khí được ưa thích hơn vì nó tạo ra các hạt bột có độ tròn cao và số lượng hạt tạp thấp.

Khí nguyên tử hóa tốt nhất là argon hoặc nitơ. Cả hai đều làm tăng độ nhớt nóng chảy chậm hơn so với các khí khác, ví dụ: heli, thúc đẩy sự hình thành các kích thước hạt nhỏ hơn. Chúng cũng kiểm soát độ tinh khiết của hóa học, tránh các tạp chất không mong muốn và đóng một vai trò trong hình thái tốt của bột. Argon có thể thu được các hạt mịn hơn với nitơ vì khối lượng mol của nitơ là 14,01 g/mol so với 39,95 g/mol đối với argon. Mặt khác, nhiệt dung riêng của nitơ là 1,04 J/(g K) so với 0,52 của argon. Vì vậy, nitơ làm tăng tốc độ nguội của các hạt. Nitơ được ưu tiên trong trường hợp hiện tại vì nó có thể cải thiện sự hình thành các kết tủa nano TiN thông qua sự hấp thụ nitơ của bột.

Áp suất khí rất quan trọng vì nó tác động trực tiếp đến sự phân bố kích thước hạt và vi cấu trúc của bột kim loại. Đặc biệt, áp suất càng cao thì tốc độ làm lạnh càng cao. Do đó, áp suất khí được đặt từ 1,5 đến 3MPa để tối ưu hóa sự phân bố kích thước hạt và tạo điều kiện thuận lợi cho việc hình thành vi cấu trúc. Tốt hơn là áp suất khí

được đặt trong khoảng từ 1,8 đến 2,2MPa để thúc đẩy sự hình thành các hạt có kích thước tương thích nhất với kỹ thuật sản xuất phụ gia.

Đường kính vòi phun có tác động trực tiếp đến tốc độ dòng chảy kim loại nóng chảy, do đó, đến sự phân bố kích thước hạt và tốc độ làm mát. Đường kính vòi phun tối đa được giới hạn ở 4mm để hạn chế sự gia tăng kích thước hạt trung bình và giảm tốc độ làm mát. Đường kính vòi phun tốt nhất là từ 2,5 đến 3,5mm để kiểm soát chính xác hơn sự phân bố kích thước hạt và tạo điều kiện thuận lợi cho việc hình thành vi cấu trúc cụ thể.

Theo khía cạnh khác của sáng chế, trong trường hợp hấp thụ độ ẩm, bột kim loại thu được bằng quá trình nguyên tử hóa được làm khô để cải thiện hơn nữa khả năng chảy của nó. Tốt nhất là sấy khô trong khoảng từ 50°C đến 100°C trong khoang chân không trong một giờ.

Bột kim loại thu được bằng cách nguyên tử hóa có thể được sử dụng như vậy hoặc có thể được sàng để giữ các hạt có kích thước phù hợp hơn với kỹ thuật sản xuất phụ gia sẽ được sử dụng sau đó. Ví dụ, trong trường hợp sản xuất phụ gia bằng nấu chảy tầng công suất laze, phạm vi 20-63µm được ưu tiên. Trong trường hợp sản xuất phụ gia bằng phương pháp lắng đọng kim loại bằng tia laze hoặc lắng đọng kim loại trực tiếp, phạm vi 45-150µm được ưu tiên.

Các bộ phận được làm bằng bột kim loại theo sáng chế có thể thu được bằng các kỹ thuật sản xuất phụ gia như Nấu chảy tầng công suất laze (*Laser Powder Bed Fusion: LPBF*), thiêu kết laze kim loại trực tiếp (*Direct Metal Laser Sintering: DMLS*), nấu chảy chùm tia điện tử (*Electron Beam Melting: EBM*), thiêu kết nhiệt chọn lọc (*Selective Laser Sintering: SHS*), thiêu kết bằng laze chọn lọc (*Selective Laser Sintering: SLS*), Lắng đọng kim loại bằng laze (*Laser Metal Deposition: LMD*), Lắng đọng kim loại trực tiếp (*Direct Metal Deposition: DMD*), Nấu chảy kim loại trực tiếp bằng laze (*Direct Metal Laser Melting: DMLM*), In kim loại trực tiếp (*Direct Metal Printing: DMP*), Ốp laze (*Laser Cladding: LC*), Phun vật liệu, Phun chất kết dính, Mô hình hóa cặn ngưng tụ (*Fused Deposition Modeling: FDM*).

Người ta đã quan sát thấy một cách đáng ngạc nhiên rằng các bộ phận thu được bằng cách sản xuất phụ gia có mật độ tương đối thay đổi mạnh tùy thuộc vào (các) khí trơ được sử dụng trong quá trình sản xuất. Đối với khí trơ, nó có nghĩa đặc biệt là nitơ, heli, neon, argon, krypton, xenon và radon, biết rằng khí trơ hoặc sự kết hợp của các khí trơ có thể bao gồm tới 1000ppm O₂, là tạp chất còn lại ở cuối bước trơ. Đặc biệt, ngay khi Ar được sử dụng dưới dạng khí trơ hoặc được thêm vào như một phần của hỗn hợp khí trơ, mật độ tương đối của các bộ phận được sản xuất giảm xuống. Đặc biệt hơn, việc thay thế N₂ bằng Ar ảnh hưởng mạnh đến mật độ tương đối, tất cả các thông số quá trình khác đều bằng nhau.

Tốt hơn là, tất cả bột kim loại được nấu chảy trong quá trình sản xuất được nấu chảy trong môi trường chủ yếu bao gồm khí trơ không phải argon hoặc kết hợp của các khí trơ không phải argon. Nói cách khác, tất cả các bước trong đó ít nhất một phần bột kim loại được nấu chảy được thực hiện trong môi trường chủ yếu bao gồm khí trơ không phải argon hoặc kết hợp của các khí trơ không phải argon.

Tùy thuộc vào công nghệ được sử dụng, khí trơ có thể ở trong khoang đóng kín được sử dụng trong quá trình sản xuất, nếu có, hoặc nó có thể bao phủ bề mặt nấu chảy.

Kết quả đáng ngạc nhiên này đã được quan sát một cách đáng chú ý khi sản xuất các bộ phận bằng Dung hợp tầng bột bằng laze (*Laser Powder Bed Fusion: LPBF*).

Dung hợp tầng bột bằng laze là một kỹ thuật sản xuất phụ gia từng lớp. Các lớp bột kim loại mỏng được phân bố đồng đều bằng cách sử dụng cơ chế phủ lên nền để, thường là kim loại, được gắn chặt vào bảng chỉ mục di chuyển theo trục thẳng đứng (Z). Điều này diễn ra bên trong một buồng chứa bầu không khí được kiểm soát chặt chẽ. Khi mỗi lớp đã được phân phối, mỗi lát 2D của hình học bộ phận sẽ được hợp nhất bằng cách nấu chảy bột một cách có chọn lọc. Điều này được thực hiện bằng chùm tia laze công suất cao, thường là tia laze sợi quang ytterbium. Năng lượng laze đủ mạnh để cho phép gia nhiệt chảy hoàn toàn (hàn) các hạt ở dạng đường hoặc dải. Về cơ bản, sau khi hoàn thành một đường đua, quá trình này được lặp lại với đường đua tiếp theo, được ngăn cách với đường đua đầu tiên bằng khoảng cách cửa sập (h).

Quá trình này được lặp đi lặp lại hết lớp này đến lớp khác cho đến khi phần hoàn chỉnh. Hình dạng nhô ra được hỗ trợ bởi bột không tráng men từ các lớp trước đó. Các thông số quy trình chính được sử dụng trong LPBF theo sơ đồ là độ dày lớp, khoảng cách cửa sập, tốc độ quét và công suất laze. Sau khi hoàn thành quy trình, phần bột thừa được sàng lọc để tái sử dụng.

Quy trình sản xuất phần được tạo ra từ phụ gia bằng cách nấu chảy tầng công suất laze (*Laser Powder Bed Fusion: LPBF*) bao gồm bước đầu tiên là tạo một lớp bột với bột theo sáng chế. Tốt hơn là lớp bột nhỏ hơn $40\mu\text{m}$. Trên $40\mu\text{m}$, tia laze có thể không làm nấu chảy bột ở tất cả độ dày của lớp, điều này có thể dẫn đến độ xốp ở một phần. Tốt hơn là độ dày lớp được giữ trong khoảng từ 10 đến $30\mu\text{m}$ để tối ưu hóa sự nấu chảy của bột.

Trong bước thứ hai, chùm tia laze hội tụ tạo thành một lớp định hình bằng cách làm nấu chảy ít nhất một phần của lớp bột trong các điều kiện của quy trình được trình bày chi tiết bên dưới.

Trong trường hợp LPBF, mỗi lớp của bộ phận được in ít nhất bị nóng chảy một phần trong môi trường có thành phần chủ yếu là khí trơ không phải argon hoặc kết hợp của các khí trơ không phải argon. Nói cách khác, quá trình này bao gồm một bước trong đó chùm tia laze hội tụ tạo thành các lớp có hình dạng liên tiếp bằng cách làm nấu chảy ít nhất một phần bột kim loại trong môi trường có thành phần chủ yếu là khí trơ không phải argon hoặc kết hợp của các khí trơ không phải argon.

Tốt nhất là công suất laze được giới hạn ở mức tối đa 200W. Tốt hơn là, công suất laze được đặt trên 80W để làm dịu sự nóng chảy ở tất cả các độ dày của lớp. Tốt hơn là, điểm laze có chiều rộng khoảng $55\mu\text{m}$.

Tốc độ quét tốt hơn nên nằm trong khoảng từ 300 đến 1000mm/s. Dưới 300mm/s, năng lượng dư thừa do tia laze đề xuất có thể dẫn đến các mảnh vụn, nếu không được kéo đúng cách ra bên ngoài lớp bột, sẽ đọng lại trên lớp bột tạo ra khoảng trống trong phần được in. Trên 1000mm/s, năng lượng do tia laze đề xuất cho bột có thể không đủ để làm nấu chảy bột ở tất cả các độ dày của lớp. Tốt hơn nữa, tốc độ quét

nằm trong khoảng từ 0,4 đến 0,9m/s để cải thiện hơn nữa chất lượng của các bộ phận được in.

Mật độ năng lượng tuyến tính (*Linear Energy Density*: LED) tốt hơn nên bao gồm từ 160 đến 890N. LED được định nghĩa là tỷ số giữa công suất laze và tốc độ quét được biểu thị bằng m/s. Dưới 160N, đèn LED có thể không đủ để in chính xác các bộ phận (do phím bấm). Trên 890N, năng lượng dư thừa do tia laze đề xuất có thể dẫn đến các mảnh vụn, nếu không được kéo đúng cách ra bên ngoài lớp bột, sẽ đọng lại trên lớp bột. Chất lỏng như vậy tạo ra khoảng trống trong phần được in. Đèn LED tốt hơn nên bao gồm từ 180 đến 550, và thậm chí tốt hơn nữa là từ 200 đến 425, để hạn chế hơn nữa sự xuất hiện của keyholing, chần lưu và phát ra tia lửa.

Tốc độ dòng khí của khí trợ đưa vào trong buồng tốt nhất là trên 2m/s để các hạt văng ra khỏi lớp bột nóng chảy có thể được kéo ra khỏi lớp bột một cách hiệu quả. Do đó, tránh được độ xộp trong phần in. Tốt hơn nữa, tốc độ dòng khí bao gồm từ 2 đến 3,5m/s.

Khoảng cách nở tốt hơn nên bao gồm từ 30 đến 100 μ m. Dưới 30 μ m, mỗi điểm của bộ phận được in có thể được nấu lại nhiều lần, điều này có thể dẫn đến quá nhiệt. Trên 100 μ m, bột không tráng men có thể bị kẹt giữa hai rãnh. Tốt hơn nữa, khoảng cách cửa sập bao gồm từ 70 đến 100 μ m.

Mật độ năng lượng thể tích (*Volumetric Energy Density*: VED) tốt nhất nên bao gồm từ 100 đến 510J/mm³ và tốt hơn nữa là từ 120 đến 400J/mm³. VED được định nghĩa là $P/(v \cdot h \cdot l)$, trong đó P là công suất laze, v là tốc độ quét, h là khoảng cách nở và l là độ dày lớp bột. VED như vậy còn giúp tránh được khoảng trống trong phần được in. Nó cũng giúp tránh quá nhiệt có thể gây nứt do nóng.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ và thử nghiệm được trình bày dưới đây về bản chất không hạn chế và chỉ được xem xét cho mục đích minh họa. Chúng sẽ minh họa các đặc điểm có lợi của sáng chế, tầm quan trọng của các thông số do Tác giả sáng chế lựa chọn sau các

thử nghiệm mở rộng và thiết lập thêm các đặc tính có thể đạt được bằng quy trình theo sáng chế.

Bột tham chiếu 1:

Các nguyên tố tinh khiết được trộn để thu được chế phẩm chứa 1,15% trọng lượng Si, 0,56% trọng lượng Ti, 0,97% trọng lượng Cu, 7,55% trọng lượng Cr, 7,07% trọng lượng Ni, 0,013% trọng lượng C, phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến. Chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ 215°C so với nhiệt độ lỏng của nó (tức là ở 1685°C) và tiếp đó được nguyên tử hóa bằng cách nguyên tử hóa bằng khí in N₂ ở 2MPa, với đường kính vòi phun là 3mm.

Bột kim loại thu được có dạng hình cầu 0,79 và sự phân bố kích thước hạt sao cho D₁₀=27,3μm, D₅₀=70,4μm và D₉₀=179,7μm. Bột kim loại có độ chảy tốt với tỷ lệ Hausner là 1,129 và Chỉ số Carr là 11,012%.

Bột tham chiếu 2:

Hợp kim sắt và các nguyên tố tinh khiết được trộn để thu được chế phẩm chứa 0,97 trọng lượng% Si, 0,85 trọng lượng% Ti, 1,00 trọng lượng% Cu, 7,73 trọng lượng% Cr, 7,15% trọng lượng Ni, 0,038% trọng lượng C, phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến. Chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ 215°C trên nhiệt độ lỏng của nó (tức là ở 1683°C) và tiếp đó được nguyên tử hóa bằng cách nguyên tử hóa bằng khí trong N₂ ở 2MPa, với đường kính vòi phun là 3mm.

Bột kim loại thu được có dạng hình cầu 0,82 và sự phân bố kích thước hạt sao cho D₁₀=32,4μm, D₅₀=92,7μm và D₉₀=250,8μm. Bột kim loại có độ chảy tuyệt vời với tỷ lệ Hausner là 1,098 và Chỉ số Carr là 9,856%.

Bột tham chiếu 3:

Hợp kim sắt và các nguyên tố tinh khiết được trộn để thu được thành phần bao gồm 0,95% trọng lượng Si, 0,77% trọng lượng Ti, 1,06% trọng lượng Cu, 7,97% trọng

lượng Cr, 7,11% trọng lượng Ni, 0,026% trọng lượng C, phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến. Chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ cao hơn 236°C so với nhiệt độ lỏng của nó (tức là ở 1698°C) và tiếp đó được nguyên tử hóa bằng nguyên tử hóa bằng khí trong N₂ ở 2MPa, với đường kính vòi phun là 3mm.

Bột kim loại thu được có dạng hình cầu 0,77 và sự phân bố kích thước hạt sao cho $D_{10}=30,8\mu\text{m}$, $D_{50}=89,8\mu\text{m}$ và $D_{90}=246,2\mu\text{m}$. Bột kim loại có độ chảy tốt với tỷ lệ Hausner là 1,109 và Chỉ số Carr là 11,12%.

Các phân đoạn F2 (tức là các hạt từ 20 đến 63 μm) của bột được tham chiếu từ 1 đến 3 sau đó được sử dụng để sản xuất các bộ phận bằng LPBF trong các điều kiện quy trình được nêu chi tiết trong Bảng 1 và với độ dày lớp 20 μm .

Mật độ tương đối của các bộ phận in được đo bằng cách đo mật độ tuyệt đối đầu tiên bằng phương pháp Archimedes theo ISO3369: 2006 và sau đó bằng cách tính tỷ lệ giữa mật độ tuyệt đối và mật độ lý thuyết của vật liệu (có thể thu được từ một bộ phận được đúc với cùng thành phần so với các bộ phận được in).

Rõ ràng là từ các giá trị mật độ tương đối thu được, các bộ phận được sản xuất theo N₂ có mật độ tương đối rất tốt bất kể điều kiện quy trình. Ngay sau khi Ar được sử dụng làm khí trơ, khối lượng riêng tương đối của các phần giảm mạnh.

Bảng 1

Ví dụ #	Bột tham chiếu	Khí trợ	Công suất (W)	Tốc độ (mm)	LED (N)	Hatch (mm)	VED (J/mm ³)	Mật độ tương đối
1*	1	N2	170	800	213	0,09	118	99,56%
2*	1	N2	200	700	286	0,09	159	99,56%
3*	1	N2	200	700	286	0,07	205	99,86%
4*	1	N2	200	500	400	0,08	250	99,75%
5*	1	N2	200	400	500	0,08	312	99,74%
6*	1	N2	200	400	500	0,07	357	99,85%
7*	2	N2	175	900	194	0,08	122	99,90%
8	2	<u>Ar</u>	175	900	194	0,08	122	<u>97,86%</u>
9*	2	N2	185	800	231	0,08	145	99,58%
10*	2	N2	185	600	308	0,08	193	99,39%
11*	2	N2	200	500	400	0,08	250	99,42%
12*	2	N2	170	400	425	0,07	304	99,61%
13*	3	N2	150	400	375	0,08	234	99,58%
14	3	<u>Ar</u>	150	400	375	0,08	234	<u>98,99%</u>
15*	3	N2	170	400	425	0,07	304	99,48%
16	3	<u>Ar</u>	170	400	425	0,07	304	<u>98,36%</u>
17*	3	N2	175	1000	175	0,07	124	99,06%
18	3	<u>Ar</u>	175	1000	175	0,07	124	<u>98,52%</u>
19*	3	N2	175	300	583	0,10	307	99,23%
20	3	<u>Ar</u>	175	300	583	0,10	307	<u>98,86%</u>
21*	3	N2	175	200	875	0,09	505	99,19%
22	3	<u>Ar</u>	175	200	875	0,09	505	<u>98,82%</u>
23*	3	N2	200	900	222	0,06	179	99,19%
24	3	<u>Ar</u>	200	900	222	0,06	179	<u>98,73%</u>

* theo sáng chế

Yêu cầu bảo hộ

1. Quy trình sản xuất phần được tạo ra từ phụ gia từ bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng:

$$6\% \leq \text{Ni} \leq 14\%,$$

$$5\% \leq \text{Cr} \leq 10\%$$

$$0,5\% \leq \text{Si} \leq 2,5\%$$

$$0,5\% \leq \text{Ti} \leq 2\%$$

$$\text{C} \leq 0,04\%$$

và tùy ý chứa:

$$0,5\% \leq \text{Cu} \leq 2\%$$

phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến,

bột kim loại có vi cấu trúc bao gồm phần diện tích lớn hơn 98% pha tinh thể lập phương hướng tâm thân khối,

quy trình này bao gồm bước trong đó ít nhất một phần của bột kim loại được nấu chảy trong môi trường hầu như chỉ chứa khí trơ không phải argon hoặc chứa hỗn hợp của các khí trơ không phải argon, trong đó môi trường chứa ít hơn 1000ppm oxy.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó khí trơ không phải argon là nitơ.

3. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó khí trơ không phải argon hoặc hỗn hợp của các khí trơ không phải argon là ở trong 1 khoang đóng kín.

4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó phần được tạo ra từ phụ gia được sản xuất bằng cách nấu chảy tầng công suất laze (*Laser Powder Bed Fusion: LPBF*).
5. Quy trình theo điểm 4, trong đó công suất laze là nằm trong khoảng từ 80 đến 200W.
6. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 4 hoặc 5, trong đó Mật độ năng lượng tuyến tính (*Linear Energy Density: LED*) là nằm trong khoảng từ 175 đến 550N.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 4 đến 6, trong đó Mật độ năng lượng thể tích (*Volumetric Energy Density: VED*) là nằm trong khoảng từ 100 đến 510J/mm³.