



(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)



1-0049232

(51)^{2021.01} B22F 9/08; C22C 33/02; C22C 38/14; (13) B
C22C 38/02; C22C 38/04; C22C 38/06;
B33Y 80/00; C22C 38/00

(21) 1-2022-03855

(22) 14/12/2020

(86) PCT/IB2020/061889 14/12/2020

(87) WO 2021/124069 24/06/2021

(30) PCT/IB2019/061165 20/12/2019 IB

(45) 25/07/2025 448

(43) 26/09/2022 414A

(73) ARCELORMITTAL (LU)

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

(72) REMENTERIA FERNANDEZ Rosalia (ES); BONNET Frédéric (FR); CORRAL
CORRALES Maria Elena (ES); OBERBILLIG Carla (FR).

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

(54) BỘT KIM LOẠI, PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT BỘT KIM LOẠI VÀ CHI TIẾT
KIM LOẠI ĐƯỢC SẢN XUẤT BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT CHẤT PHỤ
GIA

(21) 1-2022-03855

(57) Sáng chế đề cập đến bột kim loại để sản xuất chất phụ gia có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây $0,01\% \leq C \leq 0,2\%$, $4,6\% \leq Ti \leq 10\%$, $(0,45 \times Ti) - 0,22\% \leq B \leq (0,45 \times Ti) + 0,70\%$, $S \leq 0,03\%$, $P \leq 0,04\%$, $N \leq 0,05\%$, $O \leq 0,05\%$ và tùy chọn chứa: $Si \leq 1,5\%$, $Mn \leq 3\%$, $Al \leq 1,5\%$, $Ni \leq 1\%$, $Mo \leq 1\%$, $Cr \leq 3\%$, $Cu \leq 1\%$, $Nb \leq 0,1\%$, $V \leq 0,5\%$ được thể hiện bằng hàm lượng theo khối lượng và bao gồm kết tủa cùng tinh của TiB_2 và Fe_2B , phần còn lại là Fe và tạp chất không thể tránh khỏi do quá trình xử lý, phần trăm khối lượng của TiB_2 bằng hoặc lớn hơn 10% và mật độ khối trung bình của bột là $7,50g/cm^3$ hoặc nhỏ hơn. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất bột kim loại này bằng cách nguyên tử hóa.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bột kim loại để sản xuất các chi tiết bằng thép và cụ thể là để sử dụng chúng trong sản xuất chất phụ gia. Sáng chế còn đề cập đến phương pháp sản xuất bột kim loại này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thép FeTiB₂, được bộc lộ trong đơn US2013/0174942 đã thu hút được nhiều sự chú ý do có mô đun đàn hồi E rất cao, mật độ thấp và độ bền kéo cao. Tuy nhiên, rất khó sản xuất những tấm thép này bằng phương pháp thông thường với hiệu suất tốt, điều này làm hạn chế việc sử dụng chúng.

Thép này cũng được bộc lộ trong đơn US2018/0044766, là loại bột kim loại để sản xuất dụng cụ bằng cách ép đẳng tĩnh nóng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là khắc phục những nhược điểm đó bằng cách tạo ra bột FeTiB₂ có thể được sử dụng hiệu quả để sản xuất các chi tiết bằng phương pháp sản xuất chất phụ gia, đồng thời vẫn duy trì các đặc tính sử dụng tốt.

Nhằm mục đích này, mục tiêu thứ nhất của sáng chế là đề xuất bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau, được thể hiện bằng hàm lượng theo khối lượng:

$$0,01\% \leq C \leq 0,2\%$$

$$4,6\% \leq Ti \leq 10\%$$

$$(0,45 \times Ti) - 0,22\% \leq B \leq (0,45 \times Ti) + 0,70\%$$

$$S \leq 0,03\%$$

$$P \leq 0,04\%$$

$$N \leq 0,05\%$$

$$O \leq 0,05\%$$

và tùy chọn chứa:

$$Si \leq 1,5\%$$

$$Mn \leq 3\%$$

$$Al \leq 1,5\%$$

$$Ni \leq 1\%$$

$$Mo \leq 1\%$$

$$Cr \leq 3\%$$

$$Cu \leq 1\%$$

$$Nb \leq 0,1\%$$

$$V \leq 0,5\%$$

và chứa kết tủa của TiB_2 và của Fe_2B , phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi do quá trình xử lý, phần trăm khối lượng của TiB_2 bằng hoặc lớn hơn 10% và mật độ khối trung bình của bột là $7,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc thấp hơn.

và bao gồm cả kết tủa của TiB_2 và của Fe_2B , phần còn lại là Fe và tạp chất không thể tránh khỏi do quá trình xử lý, phần trăm khối lượng của TiB_2 là bằng hoặc lớn hơn 10% và mật độ khối trung bình của bột này là $7,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn.

Bột kim loại theo sáng chế còn có các đặc điểm tùy chọn được liệt kê theo mục bất kỳ điểm trong số các mục từ 2 đến 4, được xem xét riêng lẻ hoặc kết hợp.

Mục đích thứ hai của sáng chế là đề xuất phương pháp sản xuất bột kim loại để sản xuất chất phụ gia, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

- nấu chảy các nguyên tố và/hoặc hợp kim kim loại ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy ít nhất là 50°C để thu được chế phẩm nóng chảy chứa $0,01\% \leq C \leq 0,2\%$, $4,6\% \leq Ti \leq 10\%$, $(0,45 \times Ti) - 0,22\% \leq B \leq (0,45 \times Ti) + 0,70\%$, $S \leq 0,03\%$, $P \leq 0,04\%$, $N \leq 0,05\%$, $O \leq 0,05\%$ và tùy chọn chứa $Si \leq 1,5\%$, $Mn \leq 3\%$, $Al \leq 1,5\%$, $Ni \leq 1\%$, $Mo \leq 1\%$, $Cr \leq 3\%$, $Cu \leq 1\%$, $Nb \leq 0,1\%$, $V \leq$

0,5%, được thể hiện bằng hàm lượng theo khối lượng, phần còn lại là Fe và tạp chất không thể tránh khỏi do quá trình xử lý và

- nguyên tử hóa chế phẩm đã nấu chảy bằng vòi phun có khí nén.

Phương pháp theo sáng chế còn có thể chứa các dấu hiệu tùy chọn được liệt kê trong điểm bất kỳ trong số các điểm từ 6 đến 8, được xem xét riêng lẻ hoặc kết hợp.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được hiểu rõ hơn bằng cách đọc phần mô tả sau đây, hoàn toàn được đưa ra nhằm mục đích giải thích và không nhằm mục đích hạn chế sáng chế.

Bột theo sáng chế có thành phần cụ thể, được cân bằng để thu được các đặc tính tốt khi dùng để chế tạo các chi tiết.

Hàm lượng cacbon bị hạn chế do khả năng hàn, như khả năng chống nứt nguội và độ dẻo trong HAZ (Vùng chịu ảnh hưởng của nhiệt) giảm đi khi hàm lượng cacbon lớn hơn 0,20%. Khi hàm lượng cacbon bằng hoặc nhỏ hơn 0,050% khối lượng thì khả năng hàn điện trở được cải thiện đặc biệt.

Do thép chứa titan nên hàm lượng cacbon được ưu tiên giới hạn để tránh sự kết tủa ban đầu của TiC và/hoặc Ti(C,N) trong kim loại lỏng. Tốt hơn là giới hạn hàm lượng cacbon tối đa ở mức 0,1% và tốt hơn nữa là ở mức 0,080% để chủ yếu tạo ra kết tủa TiC và/hoặc Ti(C,N) trong quá trình đông đặc hoặc trong pha rắn.

Silic là nguyên tố tùy chọn nhưng khi được bổ sung vào sẽ góp phần hiệu quả vào việc tăng cường độ kéo nhờ làm cứng dung dịch rắn. Tuy nhiên, việc bổ sung quá nhiều silic gây ra sự hình thành các oxit kết dính rất khó loại bỏ. Để duy trì các đặc tính bề mặt tốt, hàm lượng silic không được vượt quá 1,5% khối lượng.

Nguyên tố mangan là tùy chọn. Tuy nhiên, với một lượng bằng hoặc lớn hơn 0,06%, mangan làm tăng độ cứng và góp phần làm cứng dung dịch rắn và do đó, làm tăng độ bền kéo. Mangan được kết hợp với lưu huỳnh bất kỳ làm giảm nguy cơ nứt nóng. Tuy nhiên, hàm lượng mangan lớn hơn 3% khối lượng sẽ có nhiều nguy cơ hình thành sự phân tách chứa tạp chất của mangan trong quá trình đông đặc.

Nguyên tố nhôm là tùy chọn. Tuy nhiên, với một lượng bằng hoặc lớn hơn 0,005%, nhôm là một nguyên tố rất hiệu quả để khử oxy cho thép. Tuy nhiên, hàm lượng lớn hơn 1,5% khối lượng, quá trình kết tủa sơ cấp của alumin xảy ra, gây ra các vấn đề trong quá trình xử lý.

Với lượng lớn hơn 0,030%, lưu huỳnh có xu hướng kết tủa với lượng quá lớn dưới dạng mangan sulfua, điều này là bất lợi.

Đã biết rằng phospho là nguyên tố phân tách ở ranh giới hạt. Hàm lượng phospho không được vượt quá 0,040% để duy trì đủ độ dẻo nóng, nhờ đó tránh bị nứt.

Niken, đồng hoặc molybden có thể được bổ sung tùy chọn, những nguyên tố này làm tăng độ bền kéo của thép. Vì lý do kinh tế, các nguyên tố này được bổ sung với lượng nhỏ hơn 1% khối lượng.

Crom có thể được bổ sung tùy chọn để tăng độ bền kéo. Crom cũng cho phép kết tủa cacbua với lượng lớn hơn. Tuy nhiên, hàm lượng của nó được giới hạn ở 3% khối lượng để sản xuất loại thép có giá thành rẻ hơn. Tốt hơn là chọn hàm lượng crom bằng hoặc nhỏ hơn 0,080%. Điều này là do bổ sung quá nhiều crom dẫn đến kết tủa nhiều cacbua hơn.

Niobi và vanadi cũng có thể được bổ sung tùy chọn với lượng lần lượt là bằng hoặc nhỏ hơn 0,1% và bằng hoặc nhỏ hơn 0,5% để đạt được độ cứng cao hơn dưới dạng cacbonitrit kết tủa mịn.

Titan và bo đóng một vai trò quan trọng trong bột kim loại theo sáng chế,

Titan với lượng nằm trong khoảng từ 4,6% đến 10%. Khi hàm lượng titan nhỏ hơn 4,6% thì TiB_2 không kết tủa với lượng đủ. Điều này là do phần thể tích của TiB_2 kết tủa nhỏ hơn 10%, do đó loại trừ sự thay đổi đáng kể trong mô đun đàn hồi, có thể vẫn nhỏ hơn 240 GPa. Khi hàm lượng titan lớn hơn 10%, kết tủa TiB_2 thô sơ cấp xảy ra trong kim loại lỏng và gây ra các vấn đề trong sản phẩm. Ngoài ra, nhiệt độ nóng chảy gia tăng và không thể đạt được quá nhiệt ít nhất là 50°C với phương pháp nguyên tử hóa tiêu chuẩn.

FeTiB_2 cùng tinh kết tủa khi đông đặc. Bản chất cùng tinh của sự kết tủa mang lại độ mịn và độ đồng nhất đặc biệt có lợi cho các đặc tính cơ học cho cấu trúc vi mô đã tạo ra. Khi lượng kết tủa cùng tinh TiB_2 lớn hơn 10% thể tích của kết tủa TiB_2 , thì môđun có thể lớn hơn khoảng 240 GPa, do đó cho phép thiết kế các cấu trúc nhẹ hơn đáng kể. Lượng này có thể tăng lên 15% thể tích để vượt quá 250 GPa, khi thép bao gồm các nguyên tố hợp kim như crom hoặc molybden. Điều này là do khi có mặt các nguyên tố này, lượng TiB_2 tối đa có thể thu được khi kết tủa cùng tinh sẽ tăng lên.

Như được giải thích trên đây, titan phải có đủ lượng để tạo ra TiB_2 nội sinh.

Trong khuôn khổ của sáng chế, "Ti tự do" được dùng để chỉ hàm lượng Ti không bị liên kết dưới dạng kết tủa. Hàm lượng Ti tự do có thể được đánh giá là $\text{Ti tự do} = \text{Ti} - 2,215 \times \text{B}$, B là hàm lượng bo trong bột kim loại này.

Theo sáng chế, hàm lượng titan và bo là:

$$-0,22 \leq \text{B} - (0,45 \times \text{Ti}) \leq 0,70$$

Trong khoảng đó, hàm lượng Ti tự do nhỏ hơn 0,5%. Tốt hơn là đặt hàm lượng Ti tự do nằm trong khoảng từ 0,30 đến 0,40%. Sự kết tủa diễn ra dưới dạng hai cùng tinh liên tiếp: trước hết là FeTiB_2 và sau đó là Fe_2B , bước kết tủa nội sinh thứ hai của Fe_2B được thực hiện với số lượng nhiều hơn hoặc ít hơn tùy thuộc vào hàm lượng bo trong hợp kim. Lượng kết tủa ở dạng Fe_2B tối đa có thể là 8% thể tích. Sự kết tủa thứ hai cũng diễn ra theo sơ đồ cùng tinh, làm cho nó có thể có được sự phân bố đồng đều tốt, do đó đảm bảo độ đồng nhất tốt của các tính chất cơ học.

Sự kết tủa của Fe_2B kết thúc sự kết tủa của TiB_2 , lượng kết tủa lớn nhất được liên kết với cùng tinh. Fe_2B có vai trò tương tự như TiB_2 . Nó làm tăng môđun đàn hồi và làm giảm mật độ. Do đó, các tính chất cơ học có thể được điều chỉnh tinh vi bằng cách thay đổi phần bổ sung của kết tủa Fe_2B so với kết tủa TiB_2 . Cụ thể là, điều này có thể được sử dụng để thu được môđun đàn hồi lớn hơn 250 GPa trong thép. Khi thép chứa một lượng Fe_2B bằng hoặc lớn hơn 4% thể tích thì môđun đàn

hồi tăng cao hơn 5 GPa. Khi lượng Fe_2B lớn hơn 7,5% thể tích thì môđun đàn hồi tăng cao hơn 10 GPa.

Mật độ khối của bột kim loại theo sáng chế cao một cách đáng ngạc nhiên.

Thật vậy, mật độ khối của bột kim loại theo sáng chế có trị số tối đa là $7,50 \text{ g/cm}^3$. Nhờ mật độ của bột thấp mà chi tiết được làm từ bột kim loại này bằng quá trình sản xuất chất phụ gia sẽ có mật độ giảm cùng với sự cải thiện của môđun đàn hồi.

Ví dụ, có thể thu được bột kim loại bằng cách trộn và nấu chảy các nguyên tố nguyên chất và/hoặc nguyên liệu thô hợp kim sắt làm nguyên liệu thô. Ngoài ra, có thể thu được bột kim loại này bằng cách nấu chảy các chế phẩm hợp kim trước.

Các nguyên tố tinh khiết thường được ưu tiên để tránh có quá nhiều tạp chất đến từ hợp kim sắt, vì những tạp chất này có thể dễ dàng kết tinh. Tuy nhiên, theo sáng chế, đã quan sát thấy rằng các tạp chất đến từ các hợp kim sắt không gây bất lợi cho bột kim loại theo sáng chế.

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 tạo ra chế phẩm mục tiêu.

Khi thu được chế phẩm bằng cách trộn các nguyên tố tinh khiết và/hoặc hợp kim sắt theo tỷ lệ thích hợp, chế phẩm này được nung ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy của nó ít nhất là 50°C và được duy trì ở nhiệt độ này để làm nấu chảy tất cả các nguyên liệu thô và đồng nhất kim loại nấu chảy. Nhờ sự quá nhiệt này, độ nhớt của chế phẩm nóng chảy giảm xuống giúp thu được loại bột có các đặc tính tốt. Điều đó nói lên rằng, khi sức căng bề mặt tăng theo nhiệt độ, tốt hơn là không nung chế phẩm này ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy của nó 450°C .

Tốt hơn là chế phẩm này được nung ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy của nó ít nhất 100°C . Tốt hơn nữa nếu chế phẩm này được nung ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy từ 300 đến 400°C .

Sau đó, chế phẩm đã nấu chảy được nguyên tử hóa thành các giọt kim loại rất nhỏ bằng cách cho dòng kim loại đã nấu 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). Khi nguyên tử hóa khí, khí này được đưa vào dòng kim loại ngay trước khi nó rời khỏi vòi phun, tạo ra sự chảy xoáy khi khí bị cuốn vào nở ra (do nung nóng) và thoát ra ngoài thành thể tích lớn, tháp nguyên tử hóa. Tháp nguyên tử hóa được bơm đầy khí để thúc đẩy tia kim loại nóng chảy chảy xoáy hơn nữa. Các giọt kim loại nguội đi trong quá trình rơi vào tháp nguyên tử hóa. Nguyên tử hóa khí được ưu tiên vì nó tạo ra hạt bột có độ tròn cao và số lượng vệ tinh thấp.

Khí nguyên tử hóa là argon hoặc nitơ. Cả hai chất này đều làm tăng độ nhớt nóng chảy chậm hơn so với các khí khác, ví dụ, heli, thúc đẩy sự hình thành các hạt có kích cỡ nhỏ hơn. Độ tinh khiết của hóa chất cũng được kiểm soát, tránh các tạp chất không mong muốn và giúp hình thái của bột tốt. Có thể thu được hạt argon mịn hơn so 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.

Áp suất khí rất quan trọng vì nó tác động trực tiếp đến sự phân bố kích cỡ hạt và cấu trúc vi mô của bột kim loại. Cụ thể, áp suất càng cao thì tốc độ làm nguội càng cao. Do đó, áp suất khí được đặt từ 10 đến 30 bar để tối ưu hóa sự phân bố kích cỡ hạt và tạo điều kiện thuận lợi cho việc hình thành pha tinh thể vi mô/nano. Tốt hơn là áp suất khí được đặt trong khoảng từ 14 đến 18 bar để thúc đẩy sự hình thành các hạt có kích cỡ tương thích nhất với phương pháp sản xuất chất phụ gia.

Đường kính vòi phun có ảnh hưởng trực tiếp đến tốc độ dòng chảy kim loại nóng chảy, do đó ảnh hưởng đến sự phân bố kích cỡ hạt và tốc độ làm nguội. Đường kính vòi phun tối đa thường được giới hạn ở 4mm để hạn chế sự gia tăng kích cỡ hạt trung bình và giảm tốc độ làm nguội. Tốt hơn nếu đường kính vòi phun nằm trong khoảng từ 2 đến 3 mm để kiểm soát chính xác hơn sự phân bố kích cỡ hạt và tạo điều kiện thuận lợi cho sự hình thành cấu trúc vi mô cụ thể.

Tỷ lệ khí so với kim loại được định nghĩa là tỷ lệ giữa tốc độ dòng khí (tính bằng Kg/h) và tốc độ dòng chảy kim loại (tính bằng Kg/h), tốt hơn là được giữ trong khoảng từ 1,5 đến 7, tốt hơn là từ 3 đến 4. Nó giúp điều chỉnh tốc độ làm nguội và do đó thúc đẩy hơn nữa sự hình thành của cấu trúc vi mô cụ thể.

Theo một biến thể của sáng chế, khi hấp thụ độ ẩm, bột kim loại thu được bằng quá trình nguyên tử hóa được làm khô để cải thiện khả năng chảy của nó hơn nữa. Tốt hơn là làm khô ở 100°C trong buồng chân không.

Bột kim loại thu được bằng cách nguyên tử hóa có thể được sử dụng như trên đây hoặc có thể được sàng để giữ lại các hạt có kích cỡ phù hợp hơn với phương pháp sản xuất chất phụ gia sẽ được sử dụng sau đó. Ví dụ, khi sản xuất chất phụ gia bằng phương pháp làm nóng chảy trên nền bột, ưu tiên phạm vi 20-63µm. Khi sản xuất chất phụ gia bằng phương pháp lắng đọng kim loại bằng tia laser hoặc lắng đọng kim loại trực tiếp, ưu tiên phạm vi 45-150µm.

Các chi tiết được làm từ bột kim loại theo sáng chế có thể thu được bằng các phương pháp sản xuất chất phụ gia như làm nóng chảy trên nền bột (LPBF), thiêu kết kim loại trực tiếp bằng laser (DMLS), nung chảy chùm tia điện tử (EBM), thiêu kết nhiệt chọn lọc (SHS), thiêu kết bằng laser chọn lọc (SLS), lắng đọng kim loại bằng laser (LMD), lắng đọng kim loại trực tiếp (DMD), nung chảy kim loại trực tiếp bằng laser (DMLM), in kim loại trực tiếp (DMP), ốp laser (LC), phun chất kết dính (BJ), lớp phủ làm từ bột kim loại theo sáng chế cũng có thể thu được bằng các phương pháp sản xuất như phun lạnh, phun nhiệt, nhiên liệu oxy vận tốc cao.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ và thử nghiệm được trình bày dưới đây không hạn chế và chỉ nhằm mục đích minh họa sáng chế. Các ví dụ này sẽ minh họa các ưu điểm của sáng chế, tầm quan trọng của các thông số được các nhà sáng chế lựa chọn sau khi thực hiện nhiều thử nghiệm chuyên sâu và thiết lập thêm các đặc tính có thể đạt được của bột kim loại theo sáng chế.

Trước tiên, các thành phần kim loại theo Bảng 1 thu được bằng cách trộn và nấu chảy hợp kim sắt và các nguyên tố tinh khiết theo tỷ lệ thích hợp hoặc bằng cách nấu chảy các thành phần đã được nấu trước thành hợp kim. Thành phần của các nguyên tố được bổ sung vào được thể hiện trong Bảng 1, tính theo phần trăm khối lượng.

Bảng 1 - Thành phần nóng chảy

Mẫu	C	Ti	B	Mn	Al	Si	S	P	V	Ni	Cr	Cu
C76	0,053	5,70	2,20	<0,001	0,316	0,571	0,007	0,002	0,213	<0,001	<0,001	<0,001
C75	0,052	5,69	2,19	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,213	<0,001	<0,001	<0,001
C27	0,019	4,81	1,99	0,189	0,046	0,068	0,001	0,0090	0	0,045	0,033	0,05
C28	0,019	4,81	1,99	0,189	0,046	0,068	0,001	0,0090	0	0,045	0,033	0,05

Lượng nitơ và ôxy nhỏ hơn 0,001% đối với tất cả các mẫu.

Các thành phần kim loại này được làm nóng và sau đó được nguyên tử hóa khí bằng argon hoặc nitơ trong các điều kiện quy trình được nêu trong Bảng 2.

Bảng 2 - Các thông số nguyên tử hóa

Đối với tất cả các thử nghiệm, các thông số đầu vào phổ biến của máy phun BluePower AU3000 là:

Bắt đầu ΔP	60 mbar
Kết thúc ΔP	140 mbar
Thời gian ΔP	1,5 phút
Áp suất khí nguyên tử	24 bar
Thời gian trì hoãn chạy khí	1-2 giây
Vật liệu thanh/nắp bít	Al_2O_3 / Al_2O_3
Đường kính cửa xả của nồi lò	3,0 mm
Vật liệu cửa xả của nồi lò	Bo nitrua

Mê	Quá nhiệt T (°C)	T giữ (phút)	T nguyên tử (°C)	Khí nguyên tử	Khí T (°C)	nguyên tử t, mm:ss	F1, %	F2, %	F3, %
C76	250	45	1544	Ar	200	0:59	15,6	36,2	33,6
C75	250	45	1546	N ₂	200	1:20	18,2	30,7	28,7
C27	260	45	1554	N ₂	200	1:05	11,9	19,3	33,6
C28	100	44	1396	N ₂	200	1:03	10,5	19,7	32,1

Sau đó, làm khô bột kim loại thu được ở 100°C trong chân không trong thời gian từ 0,5 đến 1 ngày và được sàng để tách thành ba phần F1 đến F3 theo kích cỡ của chúng. Phần F1 tương ứng với kích cỡ từ 1 đến 19 μm . Phần F2 tương ứng với kích cỡ từ 20 đến 63 μm và phần F3 tương ứng với kích cỡ lớn hơn 63 μm .

Thành phần nguyên tố của bột, tính theo phần trăm khối lượng, đã được phân tích và các nguyên tố chính được thể hiện trong bảng 3. Tất cả các thành phần nguyên tố khác đều nằm trong phạm vi của sáng chế.

Bảng 3 - Thành phần bột

Mẫu	Ti	B	Ti tự do	TiB ₂ (% thể tích)	Fe ₂ B
C76	3,22	1,52	0	7,8	Có
C75	3,63	1,70	0	8,8	Có
C27	4,76	1,99	0,35	10,6	Có
C28	4,87	2,03	0,37	10,8	Có

Mật độ khối của bột này được xác định và được thể hiện trong bảng 4.

Bảng 4 - Mật độ khối

			Phần F2	TiB ₂ (% thể tích)
Mẫu	$\Delta T(^{\circ}\text{C})$	Khí	Mật độ khối (g/cm ³)	
C76	250	Ar	<u>7,64</u>	<u>7,8</u>
C75	250	N ₂	<u>7,63</u>	<u>8,8</u>
C27*	260	N ₂	7,50	10,6
C28*	100	N ₂	7,47	10,8

*: mẫu theo sáng chế, trị số được gạch chân: mẫu không theo sáng chế

Mật độ khối được đo bằng cách sử dụng tỷ trọng kế thương mại AccuPyc II 1340. Nó dựa trên phép đo tỷ trọng thể tích khí bằng cách sử dụng khí Ar. Phương

pháp này chính xác hơn so với nguyên tắc Archimedes sử dụng hệ thống chất lỏng cho mật độ bột do các vấn đề về khả năng thấm ướt.

Mẫu được làm khô sơ bộ để loại bỏ độ ẩm. Sử dụng heli để xâm nhập vào các lỗ nhỏ vì đường kính nguyên tử nhỏ của nó.

Phương pháp đo dựa trên việc bơm He ở áp suất nhất định trong buồng chuẩn thứ nhất, sau đó khí này được giải phóng trong buồng thứ hai chứa bột. Đo áp suất trong buồng thứ hai.

Sau đó, sử dụng định luật Mariotte để tính khối lượng bột V_E

$$P_1 \cdot V_1 = P_2 (V_0 + V_1 - V_E)$$

$$V_E = V_0 - V_1 \left(\frac{P_1}{P_2} - 1 \right)$$

trong đó

- V_1 , thể tích của buồng chuẩn thứ nhất
- V_0 , thể tích của buồng thứ hai chứa mẫu bột
- V_E , thể tích bột
- P_1 , áp suất khí trong buồng chuẩn thứ nhất
- P_2 , áp suất khí trong buồng thứ hai chứa mẫu bột

Khối lượng của mẫu được đo bằng cân đã hiệu chỉnh và sau đó sẽ tính mật độ tương ứng.

Rõ ràng là từ các ví dụ thực hiện sáng chế, bột theo sáng chế có mật độ giảm ở mức 7,50 g/cm³ hoặc thấp hơn so với các ví dụ viện dẫn có tỷ trọng cao hơn đáng kể. Kết quả này là đáng ngạc nhiên vì các trị số tương ứng với tỷ lệ phần trăm TiB₂ về khối lượng không phù hợp với khoảng cách về mật độ như vậy.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây, được thể hiện bằng hàm lượng theo khối lượng:

$$0,01\% \leq C \leq 0,2\%$$

$$4,6\% \leq Ti \leq 10\%$$

$$(0,45 \times Ti) - 0,22\% \leq B \leq (0,45 \times Ti) + 0,70\%$$

$$S \leq 0,03\%$$

$$P \leq 0,04\%$$

$$N \leq 0,05\%$$

$$O \leq 0,05\%$$

và tùy chọn chứa:

$$Si \leq 1,5\%$$

$$Mn \leq 3\%$$

$$Al \leq 1,5\%$$

$$Ni \leq 1\%$$

$$Mo \leq 1\%$$

$$Cr \leq 3\%$$

$$Cu \leq 1\%$$

$$Nb \leq 0,1\%$$

$$V \leq 0,5\%$$

và bao gồm các kết tủa của TiB_2 và của Fe_2B , phần còn lại là Fe và tạp chất không thể tránh khỏi do quá trình xử lý, phần trăm khối lượng của TiB_2 bằng hoặc lớn hơn 10% và mật độ khối trung bình của bột này là $7,50 \text{ g/cm}^3$ hoặc nhỏ hơn, mật độ khối trung bình được đo bằng phép đo tỷ trọng thể tích khí.

2. Bột kim loại theo điểm 1, trong đó phần trăm khối lượng của Fe_2B ít nhất là 4%.
3. Bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 hoặc 2 trong đó hàm lượng Ti tự do của bột này nằm trong khoảng từ 0,30 đến 0,40% khối lượng.
4. Phương pháp sản xuất bột kim loại để sản xuất chất phụ gia, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:
 - nấu chảy các nguyên tố và/hoặc hợp kim kim loại ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy ít nhất là 50°C để thu được chế phẩm nóng chảy chứa $0,01\% \leq C \leq 0,2\%$, $4,6\% \leq \text{Ti} \leq 10\%$, $(0,45 \times \text{Ti}) - 0,22\% \leq B \leq (0,45 \times \text{Ti}) + 0,70\%$, $S \leq 0,03\%$, $P \leq 0,04\%$, $N \leq 0,05\%$, $O \leq 0,05\%$ và tùy chọn chứa $\text{Si} \leq 1,5\%$, $\text{Mn} \leq 3\%$, $\text{Al} \leq 1,5\%$, $\text{Ni} \leq 1\%$, $\text{Mo} \leq 1\%$, $\text{Cr} \leq 3\%$, $\text{Cu} \leq 1\%$, $\text{Nb} \leq 0,1\%$, $\text{V} \leq 0,5\%$, được thể hiện bằng hàm lượng theo khối lượng, phần còn lại là Fe và tạp chất không thể tránh khỏi do quá trình xử lý và
 - nguyên tử hóa chế phẩm nóng chảy này bằng vòi phun có áp suất khí.
5. Phương pháp theo điểm 4 trong đó trong đó bước nấu chảy được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy ít nhất là 100°C .
6. Phương pháp theo điểm 4 hoặc 5 trong đó bước nấu chảy được thực hiện ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ nóng chảy tối đa là 400°C .
7. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 6, trong đó khí này được tạo áp suất nằm trong khoảng từ 10 đến 30 bar (1000 đến 3000 kPa).
8. Chi tiết kim loại được sản xuất bằng phương pháp sản xuất chất phụ gia sử dụng bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3 hoặc bột kim loại thu được bằng phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 4 đến 7.