



(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)



1-0050409

(51)^{2021.01} C22C 33/02; B33Y 70/00; C22C 38/32; (13) B
C22C 38/02; C22C 38/12; B22F 9/08;
C22C 38/00

(21) 1-2022-03757

(22) 18/12/2020

(86) PCT/IB2020/062159 18/12/2020

(87) WO2021/124229 24/06/2021

(30) PCT/IB2019/061070 19/12/2019 IB

(45) 25/08/2025 449

(43) 25/10/2022 415A

(73) ArcelorMittal (LU)

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

(72) SÁNCHEZ PONCELA, Manuel (ES); VAN STEENBERGE Nele (BE); GATTI
Floresncia (AR); RODRÍGUEZ, Sandra (ES).

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

(54) BỘT KIM LOẠI ĐỂ TẠO RA PHỤ GIA VÀ QUY TRÌNH SẢN XUẤT BỘT KIM
LOẠI NÀY

(21) 1-2022-03757

(57) Sáng chế đề cập đến bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng: $6,5\% \leq \text{Si} \leq 10\%$, $4,5\% \leq \text{Nb} \leq 10\%$, $0,2\% \leq \text{B} \leq 2,0\%$, $0,2\% \leq \text{Cu} \leq 2,0\%$, $\text{C} \leq 2\%$ và tùy ý chứa $\text{Ni} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc $\text{Co} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc $\text{Cr} \leq 7\%$ trọng lượng và/hoặc Zr làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc Mo làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc P làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Si trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc một hoặc nhiều các nguyên tố bổ sung được chọn từ: Hf, Ta, W, V hoặc Y và, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung là nhỏ hơn 3,5% và/hoặc một hoặc nhiều kim loại đất hiếm, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm là nhỏ hơn 0,2%, 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 ít nhất 5% phần diện tích của pha vô định hình, phần còn lại này được tạo ra từ các pha ferit tinh thể có kích thước hạt nhỏ hơn 20 μm và có khả năng kết tủa, bột kim loại có độ cầu trung bình SPHT là ít nhất 0,80. Sáng chế còn đề cập đến quy trình sản xuất bột kim loại.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

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

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Kính kim loại số lượng lớn dựa trên Fe (BMG) đã và đang thu hút nhiều sự chú ý do đặc tính từ mềm tuyệt vời, khả năng chống ăn mòn cao, tính chất cơ học tốt, v.v. Chúng đã được sử dụng làm máy biến áp từ trung và tần số cao hiệu quả cao trong công nghiệp điện và điện tử. Tuy nhiên, cho đến nay, hầu hết các BMG dựa trên Fe với đặc tính từ mềm tốt chỉ có thể được sản xuất trong các điều kiện quy trình rất phức tạp. Các chế phẩm lỏng phải được đúc với tốc độ làm lạnh cao giữa các cuộn được làm lạnh để thu được vật liệu vô định hình thường ở dạng dải băng mỏng. Sau đó, chúng được ủ trong các điều kiện quy trình rất độc đáo để tạo ra các vật liệu thuộc loại tinh thể nano. Hơn nữa, chúng chỉ có thể được sản xuất trong các dải băng mỏng, hạn chế đáng kể việc sử dụng chúng.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là để khắc phục những hạn chế của phương pháp trước bằng cách tạo ra các BMG dựa trên Fe có thể dễ dàng sản xuất và dễ dàng xử lý để thu được các bộ phận cuối cùng.

Với mục đích này, đối tượng đầu tiên của sáng chế bao gồm bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau, được biểu thị bằng hàm lượng theo trọng lượng:

$$6,5\% \leq \text{Si} \leq 10\%$$

$$4,5\% \leq \text{Nb} \leq 10\%$$

$$0,2\% \leq \text{B} \leq 2,0\%$$

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

$$\text{C} \leq 2\%$$

và tùy ý chứa:

- $\text{Ni} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc,
- $\text{Co} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc,
- $\text{Cr} \leq 7\%$ trọng lượng và/hoặc,
- Zr làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc,
- Mo làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc,
- P làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Si trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc,
- một hoặc nhiều các nguyên tố bổ sung được chọn từ: Hf, Ta, W, V hoặc Y và, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung là nhỏ hơn 3,5% và/hoặc,
- một hoặc nhiều kim loại đất hiếm, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm là nhỏ hơn 0,2%,

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 ít nhất 5% phần diện tích của pha vô định hình, phần còn lại này được tạo ra từ các pha ferit tinh thể có kích thước

hạt nhỏ hơn $20\mu\text{m}$ và có khả năng kết tủa, bột kim loại có độ cầu trung bình SPHT là ít nhất 0,85.

Bột kim loại theo sáng chế cũng có thể có các tính năng tùy ý được liệt kê dưới đây, được xem xét riêng lẻ hoặc kết hợp:

- cỡ hạt của pha ferit là nhỏ hơn $10\mu\text{m}$,
- không lớn hơn 7% hạt chứa bột kim loại có độ cầu SPHT dưới 0,70,
- tỷ lệ co trung bình của hạt chứa bột kim loại là trên 0,71,
- ít nhất 80% hạt chứa bột kim loại có kích thước nằm trong khoảng từ $15\mu\text{m}$ đến $170\mu\text{m}$.
- vi cấu trúc chứa hầu hết 45% phần diện tích của pha vô định hình,
- các pha ferit tinh thể của vi cấu trúc là $\text{Fe-}\alpha(\text{Si})$ và Fe_3Si (DO_3).

Đối tượng thứ hai của sáng chế bao gồm quy trình sản xuất bột kim loại để tạo ra phụ gia, bao gồm:

- (i) Nấu chảy các nguyên tố và/hoặc hợp kim kim loại ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ hóa lỏng ít nhất 150°C để thu được chế phẩm nấu chảy chứa, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng, $6,5\% \leq \text{Si} \leq 10\%$, $4,5\% \leq \text{Nb} \leq 10\%$, $0,2\% \leq \text{B} \leq 2,0\%$, $0,2\% \leq \text{Cu} \leq 2,0\%$, $\text{C} \leq 2\%$ và tùy ý chứa $\text{Ni} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc $\text{Co} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc $\text{Cr} \leq 7\%$ trọng lượng và/hoặc Zr làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc Mo làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc P làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Si trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc một hoặc nhiều các nguyên tố bổ sung được chọn từ: Hf, Ta, W, V hoặc Y và, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung là nhỏ hơn 3,5% và/hoặc một hoặc nhiều

kim loại đất hiếm, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm là nhỏ hơn 0,2%, phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến,

- (ii) Nguyên tử hóa chế phẩm nấu chảy bằng vòi phun mà đường kính của nó là hầu hết 4mm, với áp suất khí nằm trong khoảng từ 1 đến 3Mpa.

Quy trình theo sáng chế cũng có thể có các tính năng tùy ý được liệt kê dưới đây, được xem xét riêng lẻ hoặc kết hợp:

- các nguyên tố và/hoặc hợp kim kim loại được nấu chảy cùng nhau bao gồm hợp kim sắt FeSi, hợp kim sắt FeB, hợp kim sắt FeNb, Cu và Fe,
- bước nấu chảy được thực hiện ở nhiệt độ tối đa 450°C lớn hơn nhiệt độ hóa lỏng,
- bước nấu chảy ở nhiệt độ ít nhất 300°C lớn hơn nhiệt độ hóa lỏng,
- khí được điều áp nằm trong khoảng 1,4 và 1,8Mpa,
- đường kính vòi phun là nằm trong khoảng từ 2 và 3mm,
- tỷ lệ khí với kim loại là nằm trong khoảng từ 1,5 và 7,
- bột kim loại hầu như được sấy khô.

Mô tả chi tiết sáng chế

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

Silic có trong chế phẩm theo sáng chế với hàm lượng từ 6,5 đến 10% trọng lượng. Si làm tăng độ cứng của hợp kim và tác động đáng kể đến các tính chất từ bằng cách giảm Nhiệt độ Curie và lực kháng từ, do đó làm giảm tổn thất từ. Ngoài ra, sự

hạn chế từ tính có thể dễ dàng được điều chỉnh với các điều chỉnh nhỏ của hàm lượng Silic.

Vì những lý do này, hàm lượng Si ít nhất là 6,5% trọng lượng. Tuy nhiên, hàm lượng Si được giới hạn ở 10% trọng lượng vì ngoài giá trị này, Si làm tăng độ giòn của hợp kim.

Tốt hơn là hàm lượng Si bao gồm từ 8,0 đến 9,0% trọng lượng. Phạm vi này được tìm thấy là một sự thỏa hiệp tốt giữa lực kháng từ, độ từ thẩm ban đầu và độ ma sát từ thấp.

Hàm lượng niobi bao gồm từ 4,5 đến 10% trọng lượng. Nb rất hiệu quả để tăng cường khả năng tạo thủy tinh của hợp kim gốc Fe nhờ entanpi âm cao khi trộn với Fe và bán kính nguyên tử lớn hơn Fe. Nó thúc đẩy sự nhầm lẫn trong hợp kim và làm giảm xu hướng sắp xếp trật tự của các nguyên tử trong cấu trúc tinh thể. Ngoài ra, Nb thúc đẩy sự hình thành các cụm Cu mịn và các kết tủa nano nơi bắt đầu kết tinh và giúp tránh các borid gây bất lợi cho việc đạt được pha tinh thể vi mô/nano.

Vì những lý do này, hàm lượng Nb ít nhất là 4,5 trọng lượng%. Tuy nhiên, việc bổ sung Nb làm tăng giá thành của chế phẩm. Vì vậy, vì lý do kinh tế, nội dung của nó được giới hạn ở 10% trọng lượng.

Tốt hơn là hàm lượng Nb bao gồm từ 5,0 đến 6,0% trọng lượng. Phạm vi này được tìm thấy để tăng thêm độ ổn định nhiệt trong khi làm chậm sự phát triển của hạt.

Hàm lượng bo bao gồm từ 0,2 đến 2,0% trọng lượng. Bo làm tăng độ cứng và khả năng chống mài mòn của vật liệu. Nó cũng được sử dụng để tinh chế ngũ cốc và để tăng khả năng tạo hình thủy tinh (GFA) của thép, bán kính nguyên tử của nó nhỏ hơn bán kính nguyên tử Fe là 69 pm. Vì những lý do này, hàm lượng B ít nhất là 0,2% trọng lượng. Tuy nhiên, hàm lượng B được giới hạn ở 2,0% trọng lượng bởi vì, vượt quá giá trị này, sự hình thành borua được thúc đẩy gây ra độ giòn của vật liệu.

Tốt hơn là hàm lượng B bao gồm từ 1,0 đến 1,8% trọng lượng để tránh thêm độ giòn.

Hàm lượng đồng bao gồm từ 0,2 đến 2,0% trọng lượng. Đồng có khả năng hòa tan rất thấp trong Fe. Một lượng nhỏ Cu được sử dụng để tạo thành các cụm nano phân bố đồng nhất trong hợp kim để hoạt động như chất khởi động nucleant và bộ điều khiển quá trình tạo mầm không đồng nhất. Nó cũng làm tăng độ cứng và khả năng chống ăn mòn của thép. Tuy nhiên, hàm lượng Cu cao dẫn đến các cụm có kích thước lớn hơn là điều không mong muốn.

Tốt hơn là hàm lượng Cu bao gồm từ 0,5 đến 1,5% trọng lượng để thúc đẩy hơn nữa tính đồng nhất của phân bố cụm nano Cu.

Hàm lượng cacbon dưới 2% trọng lượng. Carbon là một nguyên tố khác thúc đẩy hiệu ứng nhám lẫn để thúc đẩy khả năng tạo thủy tinh của thép. Nó có entanpi âm cao khi trộn với Fe và bán kính nguyên tử của nó nhỏ hơn bán kính nguyên tử Fe là 89 pm. Tuy nhiên, hàm lượng cacbon cao có thể dẫn đến sự hình thành cacbit, đặc biệt là cacbit niobi, nơi bắt đầu tạo mầm. Điều này gây bất lợi cho vi cấu trúc.

Tốt hơn là hàm lượng C trên 0,01% trọng lượng. Tốt hơn nữa, nó bao gồm từ 0,01 đến 0,07% trọng lượng để cải thiện hơn nữa khả năng tạo thủy tinh của thép và làm chậm quá trình kết tinh.

Niken có thể có trong nội dung lên đến 10% trọng lượng tùy ý. Ni tạo độ dẻo và độ cứng tốt cổ điển cho thép. Trong dung dịch rắn, nó có thể cải thiện độ đàn hồi và độ dẻo dai cho thép. Vì vậy, khi nó được thêm vào, hàm lượng Ni thường ít nhất là 0,5% trọng lượng. Tuy nhiên, hàm lượng Ni cao có thể dẫn đến sự hình thành các pha không mong muốn. Tốt hơn là hàm lượng Ni dưới 5% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi không thêm Ni, chế phẩm này có thể chứa tạp chất lên đến 0,1% trọng lượng Ni.

Coban có thể có trong tùy ý với hàm lượng lên đến 10% trọng lượng. Coban cải thiện các tính chất từ tính, chẳng hạn như độ bão hòa từ tính, và cũng giúp làm chậm quá trình kết tinh vì nó là nguyên tố tạo thủy tinh tốt hơn sắt. Tốt hơn là hàm lượng Co dưới 3% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi Co không được thêm vào, chế phẩm có thể chứa đến 0,1% trọng lượng Co là tạp chất.

Crom có thể có trong nội dung lên đến 7% trọng lượng theo tùy ý. Cr cải thiện khả năng chống ăn mòn, tăng độ ổn định nhiệt của pha vô định hình, tạo ra sự giãn cấu trúc và giúp điều chỉnh các đặc tính từ. Tốt hơn là hàm lượng Cr dưới 3,5% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi không thêm Cr, chế phẩm có thể chứa tới 0,1% trọng lượng Cr làm tạp chất.

Zr và Mo có thể có mặt tùy ý thay thế cho bất kỳ phần nào của Nb trên cơ sở tương ứng một-một (nguyên tử). Tốt hơn là Zr hoặc Mo có thể thay thế tới 60% Nb. Những nguyên tố này có khả năng tạo thủy tinh cao trong thép với niobi. Đặc biệt, Zr là loại có khả năng tạo kính cao nhất trong các loại thép. Họ cũng hoạt động như những nhà tinh chế ngũ cốc bằng cách cản trở sự phát triển của hạt. Hơn nữa, Zr có thể tránh sự hình thành borua. Vì các nguyên tố này có thể tạo thành các hợp chất với C, B, N và/hoặc O nên hàm lượng của chúng theo trọng lượng tốt hơn nên giữ ở mức dưới 3,5% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi Zr và/hoặc Mo không được thêm vào, chế phẩm có thể chứa tới 0,1% trọng lượng của mỗi Zr và Mo dưới dạng tạp chất.

P có thể có mặt tùy ý để thay thế cho bất kỳ phần nào của Si trên cơ sở một-một (nguyên tử). Nguyên tố này có khả năng tạo thủy tinh cao trong thép với niobi. Nó cũng hoạt động như một bộ lọc ngũ cốc bằng cách cản trở sự phát triển của hạt. Tốt hơn là, hàm lượng của nó theo trọng lượng được giữ ở mức dưới 3,5% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi P không được thêm vào, chế phẩm có thể chứa tạp chất lên đến 0,1% trọng lượng.

Chế phẩm theo sáng chế có thể tùy ý chứa ít nhất một nguyên tố bổ sung được chọn trong số Hf, Ta, W, V và Y. Những nguyên tố này có khả năng tạo thủy tinh cao trong thép với niobi. Họ cũng hoạt động như những nhà tinh chế ngũ cốc bằng cách

cản trở sự phát triển của hạt. Hơn nữa, Hf và Ta có thể tránh sự hình thành borua. Mặt khác, các nguyên tố bổ sung này có thể tạo thành các hợp chất với C, B, N và/hoặc O. Do đó, hàm lượng theo trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung này được giữ dưới 3,5% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi các nguyên tố bổ sung này không được thêm vào, chế phẩm có thể chứa đến 0,1% trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung dưới dạng tạp chất.

Chế phẩm theo sáng chế có thể tùy ý chứa ít nhất một kim loại đất hiếm. Chúng có thể giúp làm chậm quá trình kết tinh bằng cách tăng khả năng tạo thủy tinh và hạn chế sự phát triển của hạt như các nhà tinh chế ngũ cốc. Hàm lượng theo trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm được giữ dưới 0,2% trọng lượng.

Tuy nhiên, khi các kim loại đất hiếm không được thêm vào, chế phẩm này có thể chứa tạp chất lên đến 0,01% trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm.

Cân bằng được tạo ra từ sắt và không thể tránh khỏi các tạp chất do quá trình chế tạo. Lưu huỳnh, nitơ, oxy, mangan, nhôm, chì và canxi là những tạp chất chính. Họ không 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 trong Mg nên được giới hạn đến 0,1% trọng lượng và hàm lượng trong các tạp chất khác phải được giới hạn đến 0,03% trọng lượng.

Bột kim loại có vi cấu trúc bao gồm ít nhất 5% phần diện tích của pha vô định hình, phần còn lại này được tạo ra từ các pha ferit kết tinh với kích thước hạt dưới 20 μ m và có thể có kết tủa, chẳng hạn như sắt borua hoặc Fe₁₆Nb₆Si₇.

Tốt hơn là phần diện tích của pha vô định hình tối đa là 45%. Tốt hơn nữa, phần diện tích của pha vô định hình bao gồm từ 20 đến 45%. Điều này thể hiện sự dung hòa tốt giữa các tính chất cơ học và từ tính.

Tốt hơn là phần diện tích của các pha ferit kết tinh nhiều nhất là 95%. Tốt hơn nữa, phần diện tích của các pha ferit kết tinh nhiều nhất là 80% Tốt hơn nữa, phần diện tích của các pha ferit kết tinh bao gồm từ 50 đến 80%. Điều này thể hiện sự dung hòa tốt giữa các tính chất cơ học và từ tính.

Tốt hơn là các pha ferit kết tinh là Fe- α (Si) và Fe₃Si (DO₃). Sự hiện diện của pha Fe₃Si (DO₃) hỗ trợ việc đạt được các bộ phận in có độ từ tính thấp, độ từ thẩm tối đa cao, lực kháng từ thấp, khả năng chống ăn mòn và oxy hóa, độ bền ma sát, độ bền nén cao.

Tốt hơn nữa, sự đóng góp của pha Fe- α (Si) trong phần kết tinh chiếm từ 35 đến 55%. Tốt hơn nữa, sự đóng góp của pha Fe₃Si (DO₃) trong phần kết tinh bao gồm từ 30 đến 50%. Tốt hơn nữa, tỷ lệ giữa phần đóng góp của Fe- α (Si) với phần đóng góp của Fe₃Si (DO₃) trong phần tinh thể nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,8, Điều này thể hiện sự thỏa hiệp tốt giữa các tính chất cơ học và từ tính.

Tốt hơn là, các pha ferit có cấu trúc đuôi nhánh cân bằng hoặc đẳng trục.

Tốt hơn là, vi cấu trúc bao gồm sắt borua (Fe₂₃B₆) và Fe₁₆Nb₆Si₇ dưới dạng kết tủa. Tốt hơn nữa, sự đóng góp của kết tủa sắt borid trong phần kết tinh bao gồm từ 0,5 đến 5,5%. Tốt hơn nữa, sự đóng góp của kết tủa Fe₁₆Nb₆Si₇ trong phần tinh thể bao gồm từ 2 đến 12%. Những chất kết tủa này cải thiện độ cứng, sức bền và khả năng chống ma sát.

Phần diện tích của phần tinh thể và pha vô định hình và sự đóng góp của mỗi pha tinh thể trong phần tinh thể có thể được tính toán bằng phương pháp đo nhiễu xạ tia X (*X-Ray Diffraction*: XRD) tinh chế của Rietveld.

Tốt hơn là kích thước hạt của các pha ferit dưới 10 μ m. Tốt hơn là, ít nhất 20% hạt có kích thước ít nhất là 1 μ m. Tốt hơn nữa, ít nhất 40% hạt có kích thước ít nhất là 1 μ m. Tốt hơn nữa, ít nhất 10% hạt có kích thước dưới 0,1 μ m. Các kích thước hạt khác nhau tạo ra sự cân bằng tốt về tính chất từ tính. Kích thước hạt có thể được đo bằng nhiễu xạ điện tử ngược (EBSD), theo ASTM E112-13.

Độ cầu của bột cao. Độ cầu SPHT được định nghĩa trong ISO 9276-6: 2008 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 0,80 và có thể tốt hơn ít nhất là 0,85 hoặc thậm chí tốt hơn ít nhất là 0,90, Nhờ độ cầu cao này, bột kim loại rất dễ chảy. Do đó, việc sản xuất phụ gia được thực hiện dễ dàng hơn và các bộ phận in dày đặc và cứng. Độ cầu trung bình có thể được đo bằng Máy phân tích hình dạng và kích thước hạt hình ảnh kỹ thuật số, chẳng hạn như Camsizer®.

Tốt hơn là không quá 7% các hạt có SPHT thấp hơn 0,70.

Ngoài hình cầu, tỷ lệ khung hình có thể được sử dụng để phân loại các hạt bột. Tỷ lệ khung hình được xác định trong ISO 9276-6: 2008 là tỷ lệ giữa chiều dài tối thiểu của Feret với chiều dài tối đa của Feret. Nó có thể được đo bằng Máy phân tích hình dạng và kích thước hạt hình ảnh kỹ thuật số, chẳng hạn như Camsizer®. Tỷ lệ co trung bình tốt nhất nên trên 0,71.

Tốt hơn là ít nhất 80% các hạt bột kim loại có kích thước trong khoảng từ 15µm đến 170µm.

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

$$5 \leq D_{10} \leq 30$$

$$15 \leq D_{50} \leq 65$$

$$80 \leq D_{90} \leq 200$$

Tốt hơn nữa, $80 \leq D_{90} \leq 160$. Thậm chí tốt hơn, $100 \leq D_{90} \leq 160$.

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 pha tinh thể vi mô/nano.

Hợp kim sắt đề cập đến các hợp kim khác nhau của sắt với tỷ lệ cao của một hoặc nhiều nguyên tố khác như silic, niobi, bo, crom, nhôm, mangan, molybden Hợp kim chính là FeAl (thường bao gồm 40 đến 60% trọng lượng Al), FeB (thường chứa 17,5 đến 20% trọng lượng B), FeCr (thường chứa 50 đến 70% trọng lượng Cr), FeMg, FeMn, FeMo (thường chứa 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 bao gồm 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 cacbon và các kim loại tinh khiết như sắt, đồng, niken, coban, kim loại đất hiếm, các nguyên tố bổ sung được lựa chọn trong số Zr, Hf, Ta, Mo, W, V, Cr, Y và P.

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 FeSi, hợp kim sắt FeB, hợp kim sắt FeNb, Cu 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 150°C và duy trì ở nhiệt độ này để làm nấu chảy tất cả các nguyên liệu thô và làm đồng nhất dịch nấu chảy. Nhờ quá nhiệt này, sự giảm độ nhớt của chế phẩm nấu chảy giúp thu được bột có độ cầu cao không có hạt tạp, với sự phân bố kích thước hạt thích hợp, cùng với cấu trúc tinh thể vi mô/nano cụ thể này. 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 450°C.

Tốt hơn là chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lỏng ít nhất 300°C để thúc đẩy sự hình thành các hạt có hình cầu cao. Tốt hơn nữa, chế phẩm được gia nhiệt ở nhiệt độ cao hơn nhiệt độ lỏng từ 300 đến 400°C .

Theo phương án khác của sáng chế, chế phẩm được đun nóng từ 1300 đến 1600°C , điều này thể hiện sự thỏa hiệp tốt giữa việc 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 cuộn vào nở ra (do gia nhiệt nóng) và thoát ra ngoài thành một thể tích lớn, tháp nguyên tử hóa. Loại sau được làm đầy bằng khí để thúc đẩy sự hỗn loạn hơn nữa của dòng 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 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. Họ 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 $14,01\text{ g/mol}$ so với $39,95\text{ g/mol}$ đối với argon. Mặt khác, nhiệt dung riêng của nitơ là $1,04\text{ J/(g K)}$ so với $0,52$ của argon. Vì vậy, nitơ làm tăng tốc độ nguội của các hạt. Argon có thể được ưu tiên hơn nitơ để tránh sự ô nhiễm của chế phẩm bởi nitơ.

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 trong khoảng từ 1 đến 3 Mpa để tối ưu hóa sự phân bố kích thước 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 từ 1,4 đến $1,8\text{ Mpa}$ 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 đến 3mm 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.

Tỷ lệ khí trên kim loại, được định nghĩa là tỷ số giữa tốc độ dòng khí (tính bằng Kg/h) và tốc độ dòng chảy kim loại (tính bằng Kg/h), tốt nhất nên giữ trong khoảng từ 1,5 đến 7, tốt hơn là từ 3 đến 4, Nó giúp điều chỉnh tốc độ làm mát và do đó thúc đẩy hơn nữa sự hình thành của 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 làm khô ở 100°C trong khoang chân không.

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 Powder Bed Fusion, 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 làm bằng bột kim loại theo sáng chế có thể thu được bằng các kỹ thuật sản xuất phụ gia như Bột kết hợp lớp phủ (*Laser Powder Bed Fusion: LPBF*), thiêu kết kim loại trực tiếp bằng Laze (*Direct Metal Laze Sintering: DMLS*), nấu chảy chùm tia điện tử (*Electron Beam Melting: EBM*), thiêu kết nhiệt chọn lọc (*Selective Laze Sintering: SHS*), chọn lọc thiêu kết bằng Laze (*Selective Laze Sintering: SLS*), Lắng đọng kim loại bằng Laze (*Laze Metal Deposition: LMD*), lắng đọng kim loại trực tiếp (*Direct Metal Deposition: DMD*), gia nhiệt chảy kim loại trực tiếp bằng Laze (*Direct Metal Laze Melting: DMLM*), In kim loại trực tiếp (*Direct Metal Printing: DMP*), Ốp laze (*Laze Cladding: LC*), Phun chất kết dính (BJ). Các lớp phủ làm bằng

bột kim loại theo sáng chế cũng có thể được thu được bằng các kỹ thuật 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 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 của bột kim loại theo sáng chế.

Thành phần kim loại bao gồm 80,2 trọng lượng Fe, 8,4% trọng lượng Si, 5,6% trọng lượng Nb, 1,6% trọng lượng B, 1,3% trọng lượng Cu, 0,023% trọng lượng O, 0,0035% trọng lượng S, 0,052% trọng lượng C và 14,4ppm N lần đầu tiên được thu được bằng cách trộn và nấu chảy các ferroalloy và các nguyên tố tinh khiết sau đây theo tỷ lệ sau:

- 11,5% trọng lượng FeSi bao gồm 75,56%Si, 0,018%P, 0,09%C, 0,002%S, 0,82%Al,
- 8,174% trọng lượng FeB bao gồm 82,33%Fe, 18,16%B, 0,13%Al, 0,007%S, 0,31%C, 0,03%P và 0,54%Si,
- 8,2% trọng lượng FeNb bao gồm 67,1%Nb, 1%Si, 0,3%Al, 0,11%C, 0,06%Ta, 0,05%N, 0,04%P, 0,033%Pb, 0,01%S và 31,297%Fe,
- 1,3% trọng lượng pure Cu 99,9 %,
- 70,83% trọng lượng iron ingots bao gồm 99,79%Fe, 0,005%C, 0,001%Al, 0,15%Mn, 0,002%Si, 0,002%P, 0,002%S.

Thành phần kim loại này được gia nhiệt lên đến 1490°C, tức là cao hơn 340°C so với nhiệt độ chất lỏng, và sau đó được nguyên tử hóa khí bằng argon trong các điều kiện quy trình sau:

- Áp suất khí: 1,6MPa
- Đường kính vôi: 2,5mm
- Tỷ lệ khí trên kim loại: 3,37

Bột kim loại thu được sau đó được làm khô ở 100°C trong chân không trong 0,5 đến 1 ngày.

Bột kim loại có các đặc điểm sau:

Vi cấu trúc được phân tích bằng XRD. Phần mềm TOPAS của Bruker® đã được sử dụng để phân tích sàng lọc Rietveld của mẫu XRD. Người ta quan sát thấy rằng vi cấu trúc bao gồm 56% pha ferit kết tinh, 6,4% $\text{Fe}_{16}\text{Nb}_6\text{Si}_7$ và 2,47% Fe_{23}B_6 , cân bằng là pha vô định hình. Các pha ferit kết tinh bao gồm 52,6% $\text{Fe-}\alpha$ (Si) và 47,4% Fe_3Si (Do_3). Từ các phép đo nhiễu xạ ngược điện tử (EBSD), người ta quan sát thấy rằng, trong vùng tinh thể, kích thước hạt không đồng nhất với các vùng của hạt lớn hơn (1-10 μm), thường nằm ở trung tâm của hạt bột và các vùng nhỏ hơn hạt (dưới 1 μm), thường nằm ở rìa của nó, hoặc gần với pha vô định hình. Các vùng của hạt lớn hơn tương ứng với 65-80% của pha tinh thể bột.

Độ cầu SPHT trung bình được đo bằng Camsizer® theo ISO 9276-6: 2008 là 0,93.

Sự phân bố kích thước hạt, được đo bằng nhiễu xạ laze theo ISO13320: 2009, thể hiện các đặc điểm sau: $D_{10} = 17,61\mu\text{m}$, $D_{50} = 61,73\mu\text{m}$ và $D_{90} = 166,1\mu\text{m}$

Nhờ những đặc điểm này mà bột kim loại thu được có các tính chất sau:

Độ chảy được xác định bằng cách sử dụng phễu lưu lượng kế Hall theo ASTM B213-7 là 0,373 s/g.

Đối với các đặc tính từ tính, được đo bằng Từ kế mẫu rung (VSM), lực kháng từ H_c , được đo tương ứng ở nhiệt độ phòng và ở 400°C, lần lượt là $2,06 \times 10^{-3}$ T và $8,03 \times 10^{-3}$ T. M_s , được đo tương ứng ở nhiệt độ phòng và ở 400°C, lần lượt là 15,733

Am^2/Kg và $80,3 \text{ Am}^2/\text{Kg}$. The Remanence M_r , được đo tương ứng ở nhiệt độ phòng và ở 400°C , lần lượt là $0,115 \text{ Am}^2/\text{Kg}$ và $0,367 \text{ Am}^2/\text{Kg}$.

Yêu cầu bảo hộ

1. Bột kim loại có thành phần bao gồm các nguyên tố sau đây, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng:

$$6,5\% \leq \text{Si} \leq 10\%$$

$$4,5\% \leq \text{Nb} \leq 10\%$$

$$0,2\% \leq \text{B} \leq 2,0\%$$

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

$$\text{C} \leq 2\%$$

và tùy ý chứa:

- $\text{Ni} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc,
- $\text{Co} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc,
- $\text{Cr} \leq 7\%$ trọng lượng và/hoặc,
- Zr làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc,
- Mo làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc,
- P làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Si trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc,
- một hoặc nhiều các nguyên tố bổ sung được chọn từ: Hf, Ta, W, V hoặc Y và, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung là nhỏ hơn 3,5% và/hoặc,

- một hoặc nhiều kim loại đất hiếm, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm là nhỏ hơn 0,2%,

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 ít nhất 5% phần diện tích của pha vô định hình, phần còn lại này được tạo ra từ các pha ferit tinh thể có kích thước hạt nhỏ hơn 20 μ m và có khả năng kết tủa, bột kim loại có độ cầu trung bình SPHT là ít nhất 0,80.

2. Bột kim loại theo điểm 1, trong đó cỡ hạt của pha ferit là nhỏ hơn 10 μ m.
3. Bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1 hoặc 2, trong đó không lớn hơn 7% hạt chứa bột kim loại có độ cầu SPHT dưới 0,70.
4. Bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ co trung bình của hạt chứa bột kim loại là trên 0,71.
5. Bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó ít nhất 80% hạt chứa bột kim loại có kích thước nằm trong khoảng từ 15 μ m đến 170 μ m.
6. Bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó vi cấu trúc chứa hầu hết 45% phần diện tích của pha vô định hình.
7. Bột kim loại theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó các pha ferit tinh thể của vi cấu trúc là Fe- α (Si) và Fe₃Si (DO3).
8. Quy trình sản xuất bột kim loại để tạo ra phụ gia, bao gồm:
 - (i) Nấu chảy các nguyên tố và/hoặc hợp kim kim loại ở nhiệt độ lớn hơn nhiệt độ hóa lỏng ít nhất 150°C để thu được chế phẩm nấu chảy chứa, được biểu thị bằng phần trăm trọng lượng, $6,5\% \leq \text{Si} \leq 10\%$, $4,5\% \leq \text{Nb} \leq 10\%$, $0,2\% \leq \text{B} \leq 2,0\%$, $0,2\% \leq \text{Cu} \leq 2,0\%$, $\text{C} \leq 2\%$ và tùy ý chứa $\text{Ni} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc $\text{Co} \leq 10\%$ trọng lượng và/hoặc $\text{Cr} \leq 7\%$ trọng lượng và/hoặc Zr làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc Mo làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Nb trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc P làm phần tử thế cho phần bất kỳ của Si

trên cơ sở tương ứng một-một và/hoặc một hoặc nhiều các nguyên tố bổ sung được chọn từ: Hf, Ta, W, V hoặc Y và, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi nguyên tố bổ sung là nhỏ hơn 3,5% và/hoặc một hoặc nhiều kim loại đất hiếm, trong đó hàm lượng tính theo trọng lượng của mỗi kim loại đất hiếm là nhỏ hơn 0,2%, phần còn lại là Fe và các tạp chất không thể tránh khỏi từ quá trình chế biến,

- (ii) Nguyên tử hóa chế phẩm nấu chảy bằng vòi phun mà đường kính của nó tối đa là 4mm, với áp suất khí nằm trong khoảng từ 1 đến 3Mpa.

9. Quy trình theo điểm 8, trong đó các nguyên tố và/hoặc hợp kim kim loại được nấu chảy cùng nhau bao gồm hợp kim sắt FeSi, hợp kim sắt FeB, hợp kim sắt FeNb, Cu và Fe.

10. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm 8 hoặc 9, trong đó bước nấu chảy được thực hiện ở nhiệt độ tối đa 450°C lớn hơn nhiệt độ hóa lỏng.

11. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 10, trong đó bước nấu chảy ở nhiệt độ ít nhất 300°C lớn hơn nhiệt độ hóa lỏng.

12. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 11, trong đó khí được điều áp nằm trong khoảng 1,4 và 1,8Mpa.

13. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 12, trong đó đường kính vòi phun là nằm trong khoảng từ 2 đến 3mm.

14. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 13, trong đó tỷ lệ khí với kim loại là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 7.

15. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 8 đến 14, trong đó bột kim loại hầu như được sấy khô.