



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

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11)



CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

1-0020815

(51)⁷ H01M 8/02, 8/04, 8/10

(13) B

(21) 1-2012-00437

(22) 20.08.2010

(86) PCT/KR2010/005525 20.08.2010

(87) WO2011/021881 24.02.2011

(30) 10-2009-0077832 21.08.2009 KR

(45) 25.04.2019 373

(43) 25.03.2013 300

(73) HUYNHDAI STEEL COMPANY (KR)

#63, Jungbongdae-ro, Dong-gu, Incheon Metropolitan City (Songhyeon-dong),
Republic of Korea.

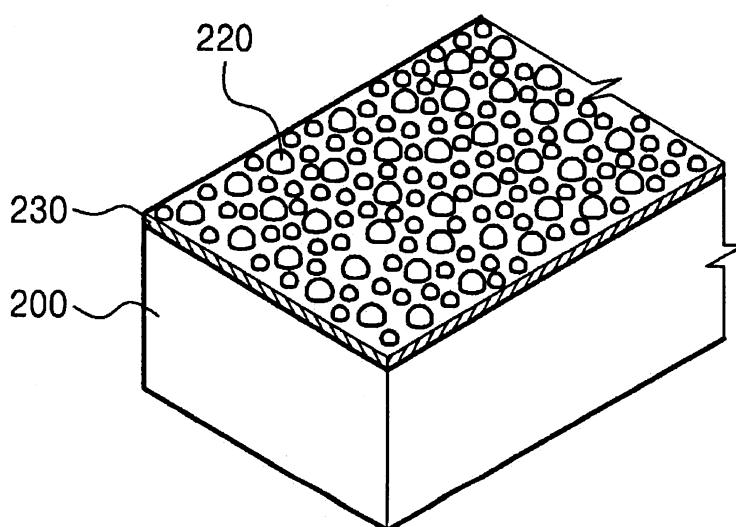
(72) JEON, Yoo-Taek (KR), KIM, KI-Jung (KR)

(74) Công ty cổ phần Sở hữu trí tuệ BROSS và Cộng sự (BROSS & PARTNERS., JSC)

(54) TẤM NGĂN BẰNG KIM LOẠI DÙNG CHO PIN NHIÊN LIỆU VÀ PHƯƠNG
PHÁP SẢN XUẤT TẤM NGĂN BẰNG KIM LOẠI NÀY

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng thép không gỉ dùng cho pin nhiên liệu, có độ bền chống ăn mòn và độ bền chịu tiếp xúc không chỉ ở giai đoạn đầu, mà còn sau khi được tiếp xúc với điều kiện độ ẩm cao hoặc nhiệt độ cao trong pin nhiên liệu trong khoảng thời gian dài. Phương pháp này bao gồm các bước: tạo ra tấm thép không gỉ làm tấm nền cho tấm ngăn bằng kim loại, tạo ra màng phủ không liên tục trên bề mặt của tấm thép không gỉ này, màng phủ không liên tục này bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm chỉ gồm có vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2), và iridi oxit (IrO_2), và xử lý nhiệt tấm thép không gỉ có màng phủ không liên tục để tạo thành màng oxit trên một phần của tấm thép không gỉ, mà trên đó màng phủ không liên tục không được tạo thành.

Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu được sản xuất bằng phương pháp này.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu và phương pháp sản xuất tấm ngăn này, và cụ thể hơn sáng chế đề cập đến tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu có màng điện phân polyme (polyme electrolyte membrane fuel cell – PEMFC), tấm ngăn này có màng phủ được tạo thành trên bề mặt của tấm ngăn để tạo ra hiệu quả chống ăn mòn tối ưu, độ dẫn điện tốt và độ bền trong thời gian dài, và phương pháp sản xuất tấm ngăn này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Nói chung, vì một pin đơn vị của pin nhiên liệu tạo ra điện thế quá thấp, nên không thể sử dụng được riêng rẽ trong thực tế, pin nhiên liệu có một vài đến vài trăm pin đơn vị được xếp chồng bên trong. Khi xếp chồng các pin đơn vị, tấm ngăn hoặc tấm lưỡng cực được sử dụng để tạo thuận lợi cho việc kết nối điện giữa các pin đơn vị và để tách riêng các khí phản ứng.

Tấm lưỡng cực là bộ phận cơ bản của pin nhiên liệu cùng với hệ màng điện cực (membrane electrode assembly – MEA) và thực hiện nhiều chức năng như đỡ kết cấu cho hệ MEA và lớp khuếch tán khí (gas diffusion layer – GDLs), tập hợp và truyền dòng điện, truyền và loại bỏ khí phản ứng, truyền nước làm mát được sử dụng để làm giảm nhiệt, và các chức năng tương tự.

Vì vậy, cần thiết phải tìm ra các vật liệu cho tấm ngăn để có khả năng dẫn điện và dẫn nhiệt, kín khí, ổn định hóa học, và các đặc tính tương tự tối ưu.

Thông thường, than chì và than chì hỗn hợp bao gồm nhựa và hỗn hợp than chì được sử dụng để tạo thành tấm ngăn.

Tuy nhiên, than chì có độ bền và độ kín khí kém hơn so với kim loại, và chi phí sản xuất cao và năng suất thấp khi được dùng để sản xuất các tấm ngăn. Gần

đây, các tấm ngăn bằng kim loại đã được tích cực nghiên cứu để khắc phục những nhược điểm của các tấm ngăn bằng than chì.

Khi tấm ngăn được làm từ kim loại, thì có nhiều ưu điểm như thể tích và khối lượng của một cụm pin nhiên liệu được giảm thông qua việc làm giảm độ dày của tấm ngăn, và tấm ngăn này có thể được sản xuất bằng cách dập, mà cho phép sản xuất các tấm ngăn ở quy mô lớn.

Tuy nhiên, trong trường hợp này, kim loại chấn chấn bị ăn mòn trong quá trình sử dụng pin nhiên liệu, làm nhiễm bẩn MEA và làm hỏng cụm pin nhiên liệu. Hơn nữa, màng oxit dày có thể tạo thành trên bề mặt kim loại sau một thời gian dài sử dụng pin nhiên liệu, dẫn đến làm tăng điện trở bên trong của pin nhiên liệu này.

Thép không gỉ, hợp kim titan, hợp kim nhôm, hợp kim niken, và các hợp kim tương tự đã được đề xuất làm vật liệu để sản xuất tấm ngăn của pin nhiên liệu. Trong số các vật liệu này, thép không gỉ được chú ý vì giá thành thấp, độ bền chống ăn mòn tốt, tuy nhiên vẫn cần có nhu cầu làm tăng hơn nữa độ bền chống ăn mòn và độ dẫn điện.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là đề xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu, có độ bền chống ăn mòn và độ bền chịu tiếp xúc thỏa mãn các tiêu chuẩn được quy định bởi Cục Năng lượng (the Department of Energy – DOE) không chỉ ở giai đoạn đầu, mà còn ở giai đoạn sau khi pin nhiên liệu được tiếp xúc với điều kiện nhiệt độ/độ ẩm cao trong một khoảng thời gian dài, và phương pháp sản xuất pin nhiên liệu này.

Theo một khía cạnh, sáng chế đề xuất phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu bao gồm các bước: tạo ra tấm thép không gỉ làm tấm nền cho tấm ngăn bằng kim loại; tạo màng phủ không liên tục trên bề mặt tấm thép không gỉ, màng phủ bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm chỉ gồm có vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2) và iridi oxit (IrO_2); và xử lý nhiệt tấm thép không gỉ có màng phủ không liên tục để tạo thành

màng oxit trên một phần tấm thép không gỉ, mà trên đó màng phủ không liên tục không được tạo thành.

Màng phủ không liên tục có thể có mật độ phủ nằm trong khoảng từ 5 đến 500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$, và quá trình xử lý nhiệt có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 300°C. Màng phủ không liên tục có thể chỉ gồm có các hạt nano, và tấm thép không gỉ có thể bao gồm: cacbon (C) với lượng 0,08% khối lượng hoặc thấp hơn, crom (Cr) với lượng nằm trong khoảng từ 16 đến 28% khối lượng, niken (Ni) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% khối lượng, molypđen (Mo) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 6% khối lượng, vonfram (W) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, thiếc (Sn) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, đồng (Cu) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, và lượng còn lại là sắt (Fe) và các tạp chất không tránh khỏi. Quá trình xử lý nhiệt có thể được thực hiện trong thời gian từ 10 phút đến 3 giờ. Ngoài ra, quá trình xử lý nhiệt có thể được thực hiện trong ít nhất một trong số các điều kiện: chân không, khí quyển và môi trường oxy.

Theo khía cạnh khác, sáng chế đề xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu bao gồm: tấm thép không gỉ làm tấm nền cho tấm ngăn bằng kim loại, màng phủ không liên tục được tạo thành trên bề mặt của tấm thép không gỉ, màng phủ bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ nhóm chỉ bao gồm: vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2), và iridi oxit (IrO_2); và màng oxit được tạo thành trên một phần của tấm thép không gỉ, mà trên đó màng phủ không liên tục không được tạo thành.

Tấm ngăn bằng kim loại có thể có mật độ dòng ăn mòn là $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ hoặc thấp hơn và điện trở tiếp xúc là $10 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ hoặc thấp hơn trên cả hai bề mặt.

Tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các phương án của sáng chế có độ bền chống ăn mòn tối ưu và độ dẫn điện tốt, không chỉ ở giai đoạn đầu mà còn sau một thời gian dài sử dụng trong điều kiện hoạt động của pin nhiên liệu

Ngoài ra, phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các phương án của sáng chế cho phép thay đổi bề mặt để đạt được độ bền

trong thời gian dài tối ưu, thậm chí với tấm thép không gỉ có giá thành thấp, nhờ đó làm giảm giá thành sản xuất tấm ngăn bằng kim loại.

Tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các phương án của sáng chế có mật độ dòng ăn mòn là $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ hoặc thấp hơn và điện trở tiếp xúc là $10 \text{ m}\Omega\cdot\text{cm}^2$ hoặc thấp hơn trên cả hai bề mặt của tấm ngăn.

Vấn đề kỹ thuật mà sáng chế giải quyết không chỉ giới hạn ở các vấn đề nêu trên, và các vấn đề kỹ thuật khác, mà sáng chế giải quyết sẽ được hiểu một cách rõ ràng bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực kỹ thuật này thông qua phần mô tả chi tiết dưới đây.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là hình vẽ dạng sơ đồ minh họa phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo một phương án làm ví dụ của sáng chế;

Các hình vẽ từ hình 2 đến 4 là hình vẽ phối cảnh của tấm ngăn bằng kim loại theo công đoạn tương ứng của phương pháp sản xuất của Hình 1;

Hình 5 là mặt cắt của tấm ngăn của Hình 3;

Hình 6 là mặt cắt của tấm ngăn của Hình 4;

Hình 7 là hình vẽ dạng sơ đồ của thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc để xác định độ bền chịu tiếp xúc của tấm thép không gỉ theo sáng chế;

Hình 8 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá độ bền chịu tiếp xúc của tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo sáng chế;

Hình 9 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá mật độ dòng ăn mòn của tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo sáng chế;

Hình 10 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá mật độ dòng ăn mòn của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ theo sáng chế và các ví dụ so sánh trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động;

Hình 11 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá độ bền chịu tiếp xúc của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ theo sáng chế và các ví dụ so sánh trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động; và

Hình 12 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá tuổi thọ của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ theo sáng chế và các ví dụ so sánh trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động.

Mô tả chi tiết sáng chế

Các phương án làm ví dụ theo sáng chế sẽ được mô tả một cách chi tiết hơn có dựa vào các hình vẽ kèm theo.

Cần hiểu rằng, các hình vẽ không theo tỷ lệ chính xác và có thể được phóng to độ dày của các dòng hoặc kích thước của chi tiết để mô tả một cách rõ ràng hơn. Ngoài ra, cần hiểu rằng khi lớp hoặc màng được mô tả dưới dạng lớp hoặc màng khác, thì nó có thể trực tiếp trên lớp hoặc màng khác, hoặc các lớp xen giữa cũng có thể có mặt.

Hình 1 là hình vẽ dạng sơ đồ minh họa phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo một phương án làm ví dụ của sáng chế.

Trên Hình 1, công đoạn S110 tạo ra tấm thép không gỉ làm tấm nền cho tấm ngăn bằng kim loại và công đoạn S120 tạo ra màng phủ không liên tục trên bề mặt của tấm thép không gỉ. Theo phương án này, màng phủ không liên tục chỉ gồm có các hạt nano nhằm tăng cường khả năng dẫn điện và chống ăn mòn của tấm ngăn bằng kim loại. Tuy nhiên, hình dạng không liên tục có thể làm hở một phần tấm thép không gỉ, qua đó làm giảm độ bền chống ăn mòn. Do vậy, theo phương án này, phương pháp này còn bao gồm bước xử lý nhiệt tấm thép không gỉ trong công đoạn S130 để tạo thành màng oxit trên một phần của tấm thép không gỉ, mà màng phủ không liên tục không được tạo thành, cụ thể là, vùng giữa các màng phủ không liên tục.

Tại đây, các hạt nano là các hạt có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 nm đến 1 μm . Vì các hạt nano được phủ với mật độ nằm trong khoảng từ 5 đến 500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$

xét theo quan điểm khả thi về mặt kinh tế để cải thiện độ dẫn điện tốt, màng phủ có hình dạng không liên tục. Nói cách khác, việc tạo ra màng phủ có mật độ cao hơn trên bề mặt của tấm thép không gỉ làm tăng chi phí sản xuất.

Do vậy, để làm giảm chi phí sản xuất đến mức tối thiểu, màng phủ được tạo thành một cách không liên tục trên bề mặt của tấm thép không gỉ.

Kết quả là, bề mặt của tấm thép không gỉ bị hở một phần ra bên ngoài.

Ngoài ra, màng oxit được tạo thành trên một phần của tấm thép không gỉ bị hở trực tiếp ra bên ngoài bao gồm ít nhất một chi tiết được chọn từ các chi tiết kim loại bên trong tấm thép không gỉ.

Tiếp theo, phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại theo phương án làm ví dụ của sáng chế sẽ được mô tả chi tiết hơn.

Các hình từ 2 đến 4 là hình vẽ phối cảnh của tấm ngăn bằng kim loại tương ứng với các công đoạn theo phương pháp trên Hình 1. Ngoài ra, Hình 5 là hình mặt cắt tấm ngăn trên Hình 3 và Hình 6 là hình mặt cắt tấm ngăn trên Hình 4.

Trên Hình 2, để sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo một phương án làm ví dụ, tấm nền không gỉ 200 được tạo ra.

Theo phương án này, tấm nền không gỉ 200 có thể là tấm thép không gỉ chứa crom với lượng nằm trong khoảng từ 16 đến 28% khối lượng. Cụ thể là, tấm thép không gỉ chứa khoảng 18% khối lượng crom.

Cụ thể hơn, tấm nền không gỉ 200 bao gồm: cacbon (C) với lượng 0,08% khối lượng hoặc thấp hơn, crom (Cr) với lượng nằm trong khoảng từ 16 đến 28% khối lượng, niken (Ni) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% khối lượng, molypđen (Mo) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 6% khối lượng, vonfram (W) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, thiếc (Sn) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, đồng (Cu) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, và lượng còn lại là sắt (Fe) và tạp chất không tránh khỏi. Theo một số phương án, tấm thép không gỉ có thể là thép không gỉ austenit như SUS 316L 0,2t.

Tiếp theo, Hình 3 thể hiện công đoạn tạo ra màng phủ không liên tục 220 trên bề mặt tấm nền không gỉ 200. Theo phương án này, màng phủ không liên tục 220 được tạo thành vì một số lý do dưới đây.

Khi bề mặt của tấm nền không gỉ 200 để hở trong một khoảng thời gian dài trong điều kiện độ ẩm cao/nhiệt độ cao của pin nhiên liệu, thì oxit kim loại được tạo thành trên bề mặt của tấm nền không gỉ 200. Oxit kim loại có thể duy trì độ bền chống ăn mòn mà không ảnh hưởng đến khả năng dẫn điện tốt. Do đó, theo sáng chế, màng phủ không liên tục 220 được tạo thành có độ bền chống ăn mòn tối ưu và dẫn điện tốt. Kết quả là, tấm ngăn cho pin nhiên liệu theo các phương án làm ví dụ của sáng chế có thể được tạo ra để có độ bền chống ăn mòn tối ưu và dẫn điện tốt không chỉ tại giai đoạn hoạt động ban đầu mà còn sau một thời gian dài hoạt động.

Theo một số phương án, vật liệu thể có độ bền chống ăn mòn tối ưu và dẫn điện tốt có thể bao gồm thành phần bất kỳ của nhóm chi gồm có vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2) và iridi oxit (IrO_2).

Theo một số phương án, màng phủ không liên tục 220 có thể được tạo thành từ quy trình bất kỳ được chọn từ các quy trình: mạ điện phân, mạ không dùng điện và quy trình PVD. Theo một số phương án, màng phủ không liên tục 220 có thể có mật độ phủ nằm trong khoảng từ 5 đến $500 \mu\text{g/cm}^2$.

Nếu mật độ phủ thấp hơn $5 \mu\text{g/cm}^2$, thì có thể khó đảm bảo mật độ mong muốn để dẫn điện tốt. Nếu mật độ phủ lớn hơn $500 \mu\text{g/cm}^2$, thì hiệu quả của việc nâng cao khả năng dẫn điện tốt không đạt được tỷ lệ thuận với việc gia tăng lượng phủ. Do vậy, theo sáng chế, quy trình xác định mật độ phủ là yếu tố cần thiết và mật độ phủ được xác định như dưới đây.

Khi màng phủ được làm từ vàng (Au), thì tấm nền (của tấm ngăn bằng kim loại) được phủ bằng các hạt nano vàng được hòa tan trong 3 lít nước cường toan và hàm lượng các ion vàng được xác định bằng cách sử dụng máy đo quang phổ hấp thụ nguyên tử (atomic absorption spectroscopy - AAS) để đo mật độ phủ của vàng (Au) theo phương trình 1:

Mật độ phủ của vàng (Au) ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) = $\{3 * \text{hàm lượng của ion vàng (Au)} (\text{ppM})\} / \text{tổng diện tích của tấm ngăn bằng kim loại} (\text{cm}^2)$

Như được thể hiện trên các Hình 3 và 5, màng phủ 220 được tạo thành một cách không liên tục trên bề mặt của tấm thép không gỉ. Thông thường, có thể đảm bảo các đặc tính mong muốn của tấm ngăn bằng kim loại khi tấm ngăn bao gồm màng phủ như được thể hiện trên đó. Tuy nhiên, để đảm bảo rằng tấm ngăn bằng kim loại có mật độ dòng ăn mòn là $1 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ hoặc thấp hơn và điện trở tiếp xúc là $10 \text{ m}\Omega \cdot \text{cm}^2$ hoặc thấp hơn trên cả hai bề mặt của nó, thì quy trình tạo thành màng oxit thông qua xử lý nhiệt được thực hiện.

Hình 4 là hình phối cảnh của quy trình xử lý nhiệt để tạo thành màng oxit và Hình 6 là hình mặt cắt tấm ngăn được thể hiện trên Hình 4

Trên các Hình 4 và 6, màng oxit 230 được tạo thành một phần trên tấm nền không gỉ 200, mà màng phủ không liên tục 220 không được tạo thành, thông qua quá trình xử lý nhiệt.

Như vậy, tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo phương án này hoàn toàn được bảo vệ bởi màng phủ không liên tục 220 và màng oxit 230, nhờ đó đảm bảo được độ bền chống ăn mòn tối ưu.

Theo một số phương án, quá trình xử lý nhiệt có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 300°C trong thời gian từ 10 phút đến 3 giờ. Ngoài ra, quá trình xử lý nhiệt có thể được thực hiện trong ít nhất một môi trường: chân không, khí quyển và môi trường oxy.

Phương pháp theo một phương án của sáng chế có thể tạo ra tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu có độ bền chống ăn mòn rất tốt và độ dẫn điện tốt không chỉ tại giai đoạn đầu mà còn sau một thời gian dài sử dụng trong điều kiện hoạt động của pin nhiên liệu.

Kết quả là, tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu được sản xuất theo phương pháp theo một phương án của sáng chế bao gồm tấm nền không gỉ 200, màng phủ không liên tục 220 được tạo thành trên bề mặt của tấm nền không gỉ 200, màng phủ không liên tục 220 được tạo thành trên bề mặt của tấm nền không gỉ

200 và bao gồm ít nhất một thành phần được chọn từ: vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2), và iridi oxit (IrO_2), và màng oxit 230 được tạo thành trên một phần của tấm nền không gỉ 200, mà màng phủ không liên tục 220 không được tạo thành.

Tiếp theo, phần mô tả sáng chế sẽ có dựa vào các ví dụ theo sáng chế và các ví dụ so sánh. Ngoài ra, việc xác định độ bền chống ăn mòn và dẫn điện tốt của tấm ngăn bằng kim loại sẽ được mô tả với có dựa vào quy trình đo mật độ dòng ăn mòn và quy trình đo độ bền chịu tiếp xúc.

Thép không gỉ 316L được sử dụng làm tấm thép nền không gỉ. Màng phủ không liên tục được tạo thành trên bề mặt của tấm nền không gỉ này để đảm bảo dẫn điện tốt và màng oxit được tạo thành trên đó thông qua việc xử lý nhiệt để đảm bảo độ bền chống ăn mòn. Tại đây, thí nghiệm sau được thực hiện để xác định tính kinh tế và các điều kiện tối ưu để tạo ra màng phủ và màng oxit.

1. Xác định độ bền chịu tiếp xúc

Đầu tiên, độ bền chịu tiếp xúc được xác định bằng cách sử dụng thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc để đánh giá khả năng dẫn điện tốt.

Hình 7 là hình mặt cắt thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc để đo độ bền chịu tiếp xúc của thép không gỉ làm tấm ngăn theo một phương án làm ví dụ của sáng chế.

Trên Hình 7, để xác định các thông số tối ưu cho cụm pin thông qua việc xác định độ bền chịu tiếp xúc của tấm thép không gỉ 500, phương pháp được cải biến từ phương pháp của Davies được sử dụng để đo độ bền chịu tiếp xúc giữa thép không gỉ SS và hai miếng giấy cacbon.

Độ bền chịu tiếp xúc được xác định dựa trên nguyên tắc đo điện áp của dòng 4 pha bằng thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc của Zahner Inc., mã số IM6.

Việc xác định độ bền chịu tiếp xúc được thực hiện bằng cách áp dụng dòng điện một chiều DC 5A và dòng điện xoay chiều AC 0,5A cho đối tượng cần đo thông qua diện tích bề mặt điện cực diện tích bề mặt điện cực 25 cm^2 theo mẫu

dòng điện không đổi tại tần số nằm trong khoảng 10 kHz đến 10 mHz. Giấy cacbon là 10 BB của SGL Inc.

Theo thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc 50, một mẫu 500 được đặt giữa hai mẫu giấy cacbon 520 và vàng được phủ các tấm đồng 510 được nối với cả nguồn điện 530 lần thiết bị kiểm tra điện áp 540.

Tiếp theo, điện áp được xác định bằng cách áp dụng dòng điện một chiều DC 5A/dòng điện xoay chiều AC 0,5A cho mẫu 500 thông qua diện tích bề mặt điện cực 25 cm^2 có sử dụng nguồn điện 530 (của công ty Zahner Inc., Model IM6).

Sau đó, mẫu 500, giấy cacbon 520, và các tấm đồng 510 được nén lại để tạo thành cấu trúc xếp chồng từ cả hai tấm đồng 510 của thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc 50 có sử dụng thiết bị điều chỉnh áp (Model No. 5566, của Instron Inc., kiểm tra sự duy trì nén). Sử dụng thiết bị điều chỉnh áp, áp suất nằm trong khoảng từ 50 đến 150 N/cm 2 được áp dụng cho thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc 50.

Kết quả đo có sử dụng thiết bị kiểm tra độ bền chịu tiếp xúc 50 được thể hiện trên Hình 8.

Hình 8 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá độ bền chịu tiếp xúc của tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo một phương án làm ví dụ của sáng chế

Trên hình 8, tấm ngăn bằng kim loại không cho qua xử lý nhiệt để kiểm tra các đặc tính dẫn nhiệt chỉ thông qua màng phủ theo sáng chế.

Màng phủ được tạo thành từ vàng (Au) với mật độ phủ (khối lượng mật độ Vàng ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) nằm trong khoảng 3 đến 1000 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ và giá trị mục tiêu của độ bền chịu tiếp xúc (IRC) được thiết lập là $10 \text{ m}\Omega\text{cm}^2$ tại cả hai phía của tấm ngăn dưới áp suất 100 N/cm 2 .

Trên Hình 8, khi mật độ phủ của vàng nằm trong khoảng từ 5 đến 500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$, tấm ngăn bằng kim loại cho thấy có độ bền chịu tiếp xúc mong muốn. Ngoài ra, khi so sánh độ bền chịu tiếp xúc ở mật độ phủ là $500 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ với mật độ phủ là $1000 \mu\text{g}/\text{cm}^2$, có thể thấy rằng việc giảm độ bền là rất không đáng kể và mật độ phủ lớn hơn $500 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ và vì vậy không hiệu quả về chi phí phủ khi gia tăng lượng phủ.

Do đó, theo sáng chế, màng phủ không liên tục có thể có mật độ phủ nằm trong khoảng từ 5 đến $500 \mu\text{g/cm}^2$.

Tiếp theo, mật độ dòng ăn mòn được đo để đánh giá ảnh hưởng của việc xử lý nhiệt trên tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo sáng chế.

2. Xác định mật độ dòng ăn mòn

Mật độ dòng ăn mòn (sau đây gọi tắt là “mật độ ăn mòn”) của tấm ngăn bằng kim loại theo sáng chế được xác định bằng cách sử dụng thiết bị kiểm tra dòng ăn mòn EG&G Model No.273A. Các thử nghiệm đối với độ bền chịu ăn mòn được thực hiện trong môi trường đang hoạt động của pin nhiên liệu điện phân polyme (PEFC).

Sau khi khắc ăn mòn ở nhiệt độ 80°C bằng axit $\text{H}_2\text{SO}_4 0,1\text{N} + 2\text{ppm HF}$ làm dung dịch khắc ăn mòn, các mẫu tấm thép không gỉ được cho sục qua khí O_2 trong vòng 1 giờ và mật độ dòng ăn mòn của nó được xác định tại điện thế của mạch hở (open circuit potential – OCP) nằm trong khoảng từ 0,25V đến 1V qua SCE.

Ngoài ra, các tính chất vật lý khác được đo tại -0,24V qua SCE (saturated calomel electrode- điện cực calomen bão hòa) trong môi trường cực dương của PEFC và tại 0,6V qua SCE trong môi trường cực âm của PEFC.

Tại đây, các tính chất xác định được đánh giá trên cơ sở dữ liệu của dòng ăn mòn tại 0,6V qua SCE trong môi trường cực âm đang hoạt động của pin nhiên liệu.

Môi trường cực dương là môi trường, trong đó khí hydro được tách ra thành các ion khí hydro và các electron trong khi đi qua hệ màng điện cực (MEA), và môi trường cực âm là môi trường trong đó oxy kết hợp với các ion hydro để tạo thành nước sau khi đi qua MEA.

Vì môi trường cực âm có điện thế cao và là môi trường rất ăn mòn, nên độ bền chống ăn mòn tốt hơn là được thử nghiệm trong môi trường cực âm.

Ngoài ra, mong muốn rằng tấm thép không gỉ có mật độ dòng ăn mòn là 1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ hoặc thấp hơn khi áp dụng cho PEMFC.

Hình 9 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá mật độ dòng ăn mòn của tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo sáng chế.

Trên hình 9, tấm ngăn bằng kim loại được xử lý nhiệt ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 50 đến 400°C trong 30 phút mà không tạo ra màng phủ không liên tục để đánh giá các đặc tính chống ăn mòn thực của tấm ngăn. Tại đây, giá trị mục tiêu của mật độ dòng ăn mòn được thiết lập là 1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ hoặc thấp hơn. Kết quả là, khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ 50°C, thì dòng ăn mòn lớn hơn giá trị tham chiếu, và khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ 80°C hoặc cao hơn, thì độ bền chống ăn mòn mong muốn có thể đạt được.

Ngoài ra, khi so sánh mật độ ăn mòn ở nhiệt độ 300°C với mật độ ăn mòn ở nhiệt độ 400°C, thì mức độ giảm mật độ dòng ăn mòn là rất không đáng kể. Khi nhiệt độ trong quá trình xử lý nhiệt tăng, thì mức tiêu thụ năng lượng để gia nhiệt tăng. Do vậy, có thể thấy rằng vì không có thay đổi đáng kể nào trong mật độ dòng ăn mòn khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ lớn hơn 300°C, nên khả năng sử dụng xử lý nhiệt bị giảm. Do đó, theo sáng chế, quá trình xử lý nhiệt có thể được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng 80 đến 300°C.

Theo sáng chế, các điều kiện tối ưu được xác định thông qua thí nghiệm và khả năng phù hợp của những điều kiện này được đánh giá có dựa vào các ví dụ và các ví dụ so sánh được mô tả dưới đây.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1

Màng phủ bằng vàng (Au) không liên tục được tạo ra với mật độ phủ là 5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ trên tấm ngăn bằng kim loại được tạo thành từ thép không gỉ (316L). Xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ 80°C, 150°C, 200°C, 300°C và 400°C để đánh giá mật độ phủ theo nhiệt độ khi xử lý nhiệt. Quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trong 30 phút trong môi trường khí oxy.

Ví dụ 2

Tấm ngăn bằng kim loại của ví dụ 2 thu được trong cùng điều kiện như ví dụ 1 ngoại trừ màng phủ bằng vàng (Au) được tạo ra với mật độ phủ là $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

Ví dụ 3

Tấm ngăn bằng kim loại của ví dụ 3 thu được trong cùng điều kiện như trong ví dụ 1 ngoại trừ màng phủ bằng vàng (Au) được tạo ra với mật độ phủ là $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

Các ví dụ từ 4 đến 6

Từng màng phủ bằng platin (Pt) (ví dụ 4), iridi (Ir) (ví dụ 5), và ruteni (Ru) (ví dụ 6) được tạo ra với mật độ phủ là $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ và quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ 80°C trong thời gian 10 phút trong điều kiện chân không.

Các ví dụ 7 và 8

Từng mảng phủ bằng iridi oxit (Ir) (ví dụ 7) và ruteni oxit (Ru) (ví dụ 8) được tạo ra với mật độ phủ là $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ và quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ 100°C trong 3 giờ trong môi trường khí oxy.

Ví dụ so sánh 1

Tấm ngăn bằng kim loại trong ví dụ so sánh 1 thu được trong cùng điều kiện như trong ví dụ 1 ngoại trừ màng phủ bằng vàng (Au) được tạo ra với mật độ phủ là $1000 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

Ví dụ so sánh 2

Tấm ngăn bằng kim loại trong ví dụ so sánh 2 thu được trong cùng điều kiện như trong ví dụ 1 ngoại trừ màng phủ bằng vàng được tạo ra với mật độ phủ là $3 \mu\text{g}/\text{cm}^2$.

Ví dụ so sánh 3

Màng phủ bằng vàng được tạo thành một cách không liên tục với mật độ phủ là $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ và quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ 50°C trong 30 phút trong môi trường khí quyển.

A. Đánh giá mật độ dòng ăn mòn và độ bền chịu tiếp xúc trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động

(A-1) Đánh giá mật độ dòng ăn mòn trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động

Cho môi trường pin nhiên liệu hoạt động để đánh giá mật độ dòng ăn mòn của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ 1, 2 và 3 và các ví dụ so sánh 1 và 2, EG&G Model No.273A được sử dụng. Như được minh họa trên hình 9, quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 400°C. Sau khi được ngâm trong H_2SO_4 0,1N + 2ppm HF ở nhiệt độ 80°C, các mẫu tấm thép không gỉ được cho sục qua khí O₂ trong 1 giờ sau khi áp dụng điện áp không đổi là 0,6 V qua SCE cho nó. Sau khi áp dụng điện áp không đổi trong thời gian được xác định trước, mật độ dòng ăn mòn của từng mẫu được xác định.

Hình 10 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá mật độ dòng ăn mòn của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ và các ví dụ so sánh trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động.

Có thể thấy từ Hình 10, tất cả các tấm ngăn bằng kim loại theo các ví dụ cho thấy các đặc tính tương đối ổn định thông qua việc xử lý nhiệt sau khi tạo ra màng phủ bằng vàng.

Ngoài ra, mặc dù không được thể hiện trên hình vẽ, tấm ngăn bằng kim loại trong ví dụ so sánh 3 có mật độ dòng ăn mòn là 1,7 $\mu A/cm^2$, cao hơn nhiều so với mật độ dòng ăn mòn của các ví dụ theo sáng chế. Do vậy, có thể thấy rằng độ bền chống ăn mòn bị giảm đáng kể khi xử lý nhiệt ở nhiệt độ 50°C, thấp hơn so với nhiệt độ khi xử lý nhiệt trong các ví dụ theo sáng chế.

Đối với ví dụ so sánh 1, trong đó màng phủ bằng vàng được tạo thành khá dày, thì mật độ dòng ăn mòn về cơ bản giống với mật độ ăn mòn trong ví dụ 3. Do vậy, có thể thấy rằng khả năng sử dụng là thấp do hiệu suất tăng không đáng kể mà tăng chi phí.

(A-2) Đánh giá độ bền chịu tiếp xúc trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động

Môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động để đánh giá độ bền chịu tiếp xúc của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ 1, 2 và 3 và các ví dụ so sánh 1 và 2 giống trên Hình 8, và các kết quả của chúng được thể hiện trên Hình 11.

Hình 11 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá độ bền chịu tiếp xúc của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ và các ví dụ so sánh trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động.

Trên Hình 11, khi màng phủ không liên tục theo sáng chế được tạo thành, tấm ngăn theo ví dụ so sánh 2 không thỏa mãn mật độ phủ tham chiếu và cho thấy độ bền chịu tiếp xúc rất cao. Do vậy, có thể thấy rằng tấm ngăn theo ví dụ so sánh 2 có độ dẫn điện rất thấp.

Ngoài ra, đối với ví dụ so sánh 1 trong đó mật độ phủ lớn hơn giá trị tham chiếu, thì độ bền chịu tiếp xúc về cơ bản giống độ bền chịu tiếp xúc trong ví dụ 3. Do vậy, có thể thấy rằng khả năng sử dụng là thấp do hiệu suất tăng không đáng kể mà lại tăng chi phí.

Như vậy, các điều kiện tối ưu để sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu được xác định thông qua sự kết hợp các kết quả đánh giá nêu trên, và độ bền trong thời gian dài của tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu được sản xuất theo phương pháp theo sáng chế thông qua áp dụng các kết quả được đánh giá.

B. Đánh giá và các kết quả độ bền trong thời gian dài của pin nhiên liệu

B-1. Phương pháp đánh giá độ bền trong thời gian dài

Từng tấm ngăn có đường uốn khúc để cung cấp các khí phản ứng được sử dụng. Từng pin nhiên liệu được tạo ra bằng cách đặt vào giữa hệ màng điện cực (Model 5710 của Công nghệ vật liệu Gore Pin) và lớp khuếch tán khí (Model 10BA của SGL Ltd.) giữa các tấm ngăn và ép tấm ngăn tại áp suất định trước.

Đặc tính của từng pin nhiên liệu được đánh giá bằng cách sử dụng một pin đơn vị. Trạm thử nghiệm NSE loại 700W được sử dụng làm máy chạy pin nhiên liệu, và KIKUSUI E-Load được sử dụng làm tải điện để đánh giá hoạt động của pin

nhiên liệu. Chu kỳ dòng điện 1 A/cm^2 trong 15 giây được áp dụng không đổi trong 2000 giờ.

Đối với các khí phản ứng, khí hydro và không khí được cấp tại dòng duy trì có tỷ lượng của khí H₂ với không khí là 1,5:2,0 theo dòng điện sau khi được làm ấm đến độ ẩm tương đối là 100 %. Hoạt động của pin nhiên liệu được đánh giá tại áp suất môi trường trong khi duy trì nhiệt độ của máy tạo độ ẩm và pin ở nhiệt độ 65°C. Tại thời điểm này, diện tích hoạt tính là 25 cm² và áp suất hoạt động là 1 atm (101,325 kPa).

B-2. Đánh giá các kết quả độ bền trong thời gian dài

Hình 12 là đồ thị mô tả kết quả đánh giá độ bền trong thời gian dài của từng tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo các ví dụ và các ví dụ so sánh trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động.

Theo đánh giá này, mẫu tấm ngăn được cho xử lý nhiệt ở nhiệt độ 150°C trong 30 phút trong môi trường khí oxy được sử dụng trong các mẫu tấm ngăn của ví dụ 2 (mật độ phủ là 50 µg/cm²), và mẫu tấm ngăn được xử lý nhiệt ở nhiệt độ 150°C trong 30 phút trong môi trường khí oxy được sử dụng trong mẫu tấm ngăn trong ví dụ so sánh 2 (mật độ phủ là 3 µg/cm²). Ngoài ra, tấm ngăn của ví dụ 3 được đánh giá độ bền trong thời gian dài của pin nhiên liệu trong môi trường pin nhiên liệu đang hoạt động. Các kết quả đánh giá được thể hiện trên Hình 12.

Ngoài ra, các tấm ngăn trong các ví dụ từ 4 đến 8 được đánh giá độ bền trong thời gian dài của pin nhiên liệu và các kết quả đánh giá được thể hiện trong Bảng 1 dưới đây

Bảng 1

	Tính năng của pin nhiên liệu (V@1A/cm ²)	
	0 giờ	2000 giờ
Ví dụ 4	0,68	0,67
Ví dụ 5	0,68	0,67
Ví dụ 6	0,69	0,68
Ví dụ 7	0,68	0,67
Ví dụ 8	0,69	0,67

Đầu tiên, dựa vào Hình 12, pin nhiên liệu trong ví dụ so sánh 2 tạo ra điện áp khoảng 0,59 V, thấp hơn nhiều so với 0,69 V của ví dụ 2, khi áp dụng mật độ dòng là 1 A/cm², và cả hai cho thấy sự khác biệt tương tự trong việc tạo ra điện áp sau 2000 giờ. Kết quả này được tạo ra do độ dẫn điện kém trong ví dụ so sánh 2 so với độ dẫn điện của ví dụ 2. Nói cách khác, vì tấm ngăn bằng kim loại trong ví dụ so sánh 2 có độ bền chịu tiếp xúc cao hơn đáng kể, nên pin nhiên liệu trong ví dụ so sánh 2 có tính năng rất thấp thậm chí tại giai đoạn đầu.

Ngoài ra, pin nhiên liệu trong ví dụ so sánh 3 đã tạo ra điện áp tương tự với điện áp của ví dụ 2 tại giai đoạn hoạt động ban đầu, nhưng giảm đáng kể sự phát điện áp theo thời gian. Kết quả này là do độ bền chống ăn mòn thấp không kể đến khả năng dẫn điện tương đối tốt.

Tiếp theo, có thể thấy từ các kết quả trong Bảng 1, tất cả pin nhiên liệu theo các ví dụ của sáng chế có độ bền khá cao trong thời gian dài. Kết quả này cũng được thể hiện trên Hình 12, và có thể thấy rằng pin nhiên liệu theo các ví dụ của sáng chế có tính năng rất tốt so với các ví dụ so sánh.

Do đó, phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu theo sáng chế có thể làm thay đổi bề mặt để đạt được độ bền trong thời gian dài

đáng kể thậm chí với tấm thép không gỉ có giá thành thấp, nhờ đó làm giảm chi phí sản xuất tấm ngăn bằng kim loại đồng thời nâng cao hiệu suất.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp sản xuất tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu, bao gồm các bước:

tạo ra tấm thép không gỉ làm tấm nền cho tấm ngăn bằng kim loại;

tạo ra màng phủ không liên tục trên bề mặt của tấm thép không gỉ, màng phủ không liên tục này bao gồm ít nhất một thành phần của nhóm chỉ gồm có vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2), và iridi oxit (IrO_2), màng phủ không liên tục này chỉ gồm có các hạt nano có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 nm đến 1000 nm; và

xử lý nhiệt tấm thép không gỉ có màng phủ không liên tục để tạo thành màng oxit trên một phần của tấm thép không gỉ này, mà trên đó màng phủ không liên tục không được tạo thành,

trong đó màng phủ không liên tục có mật độ phủ nằm trong khoảng từ 5 đến 500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó quá trình xử lý nhiệt được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 80 đến 300°C.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó tấm thép không gỉ này bao gồm: cacbon (C) với lượng 0,08% khối lượng hoặc thấp hơn, crom (Cr) với lượng nằm trong khoảng từ 16 đến 28% khối lượng, niken (Ni) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% khối lượng, molypđen (Mo) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 6% khối lượng, vonfram (W) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, thiếc (Sn) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, đồng (Cu) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, và lượng còn lại là sắt (Fe) và các tạp chất không tránh khỏi.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trong thời gian từ 10 phút đến 3 giờ.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó quá trình xử lý nhiệt được thực hiện trong ít nhất một trong số các điều kiện: chân không, khí quyển và môi trường oxv.

6. Tấm ngăn bằng kim loại dùng cho pin nhiên liệu bao gồm:

tấm thép không gỉ làm tấm nền cho tấm ngăn bằng kim loại;

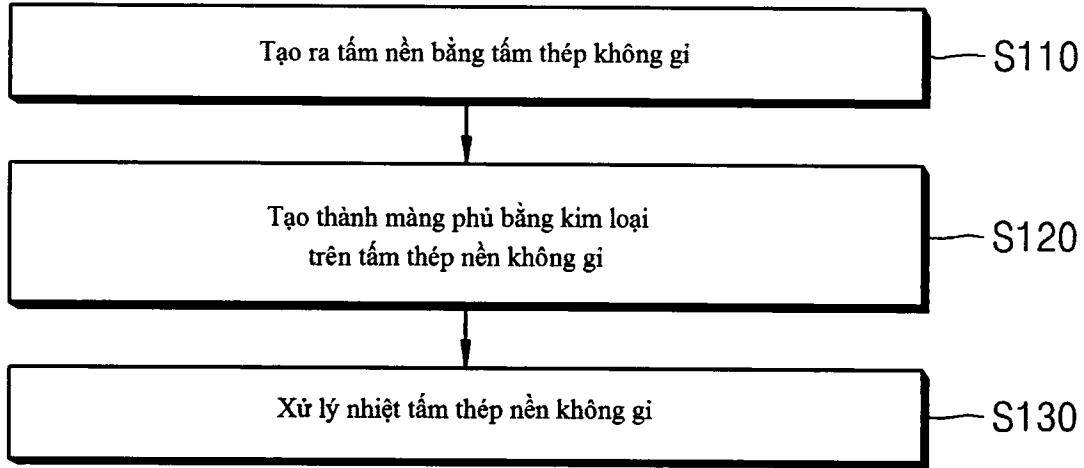
màng phủ không liên tục được tạo thành trên bề mặt của tấm thép không gỉ, màng phủ không liên tục này bao gồm ít nhất một thành phần của nhóm chỉ gồm có vàng (Au), platin (Pt), ruteni (Ru), iridi (Ir), ruteni oxit (RuO_2), và iridi oxit (IrO_2), màng phủ không liên tục này chỉ gồm có các hạt nano có cỡ hạt nằm trong khoảng từ 10 nm đến 1000 nm; và

màng oxit được tạo thành trên một phần của tấm thép không gỉ, mà trên đó màng phủ không liên tục không được tạo thành,

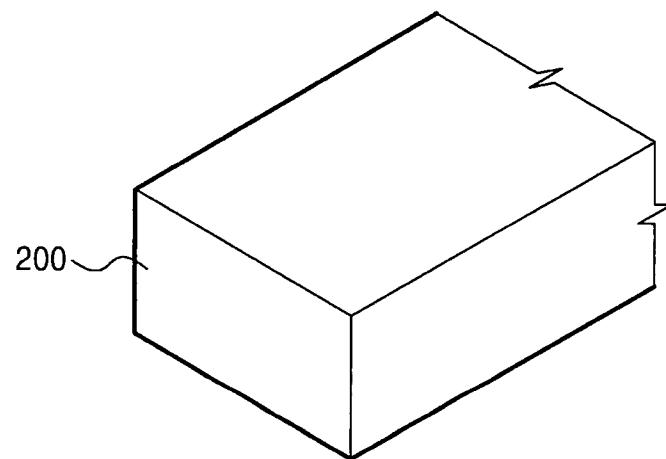
trong đó màng phủ không liên tục có mật độ phủ nằm trong khoảng từ 5 đến 500 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$.

7. Tấm ngăn bằng kim loại theo điểm 6, trong đó tấm thép không gỉ bao gồm: cacbon (C) với lượng 0,08% khối lượng hoặc thấp hơn, crom (Cr) với lượng nằm trong khoảng từ 16 đến 28% khối lượng, niken (Ni) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 20% khối lượng, molypđen (Mo) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 6% khối lượng, vonfram (W) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, thiếc (Sn) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, đồng (Cu) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2% khối lượng, và lượng còn lại là sắt (Fe) và các tạp chất không tránh khỏi.

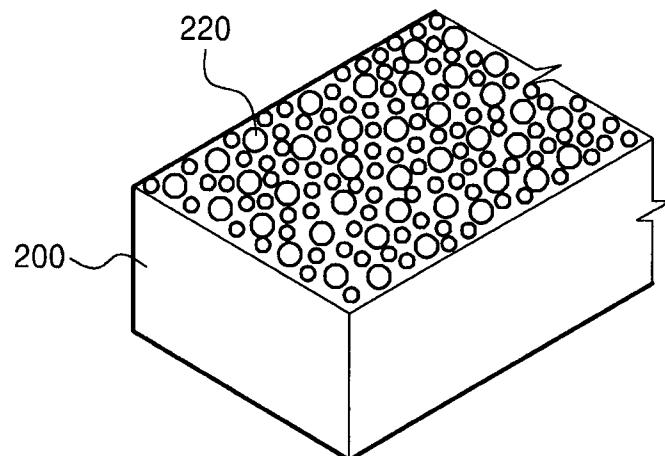
[Hình 1]



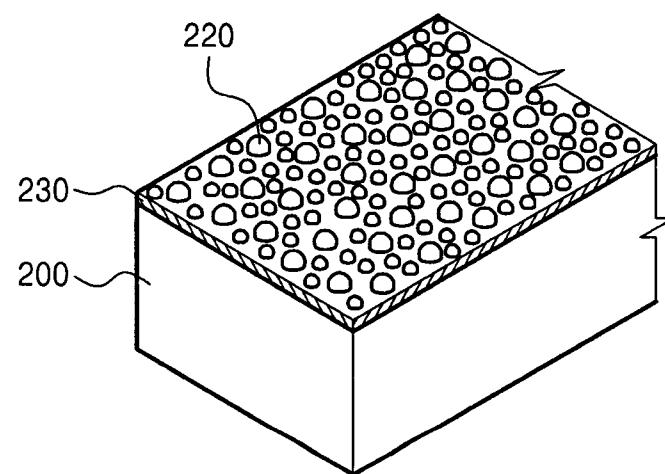
[Hình 2]



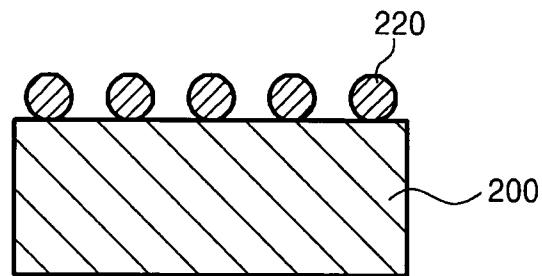
[Hình 3]



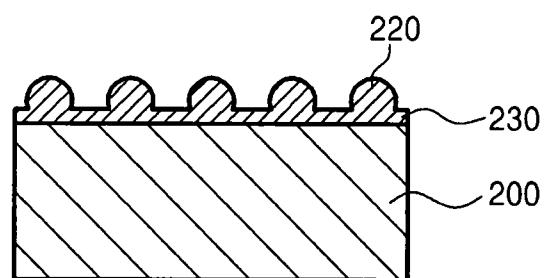
[Hình 4]



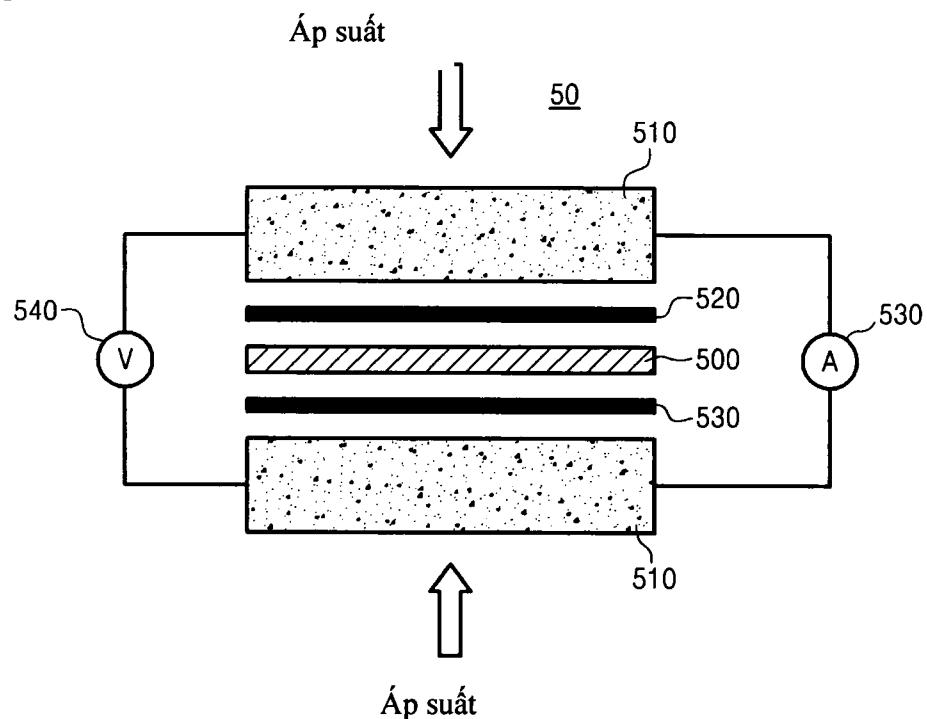
[Hình 5]



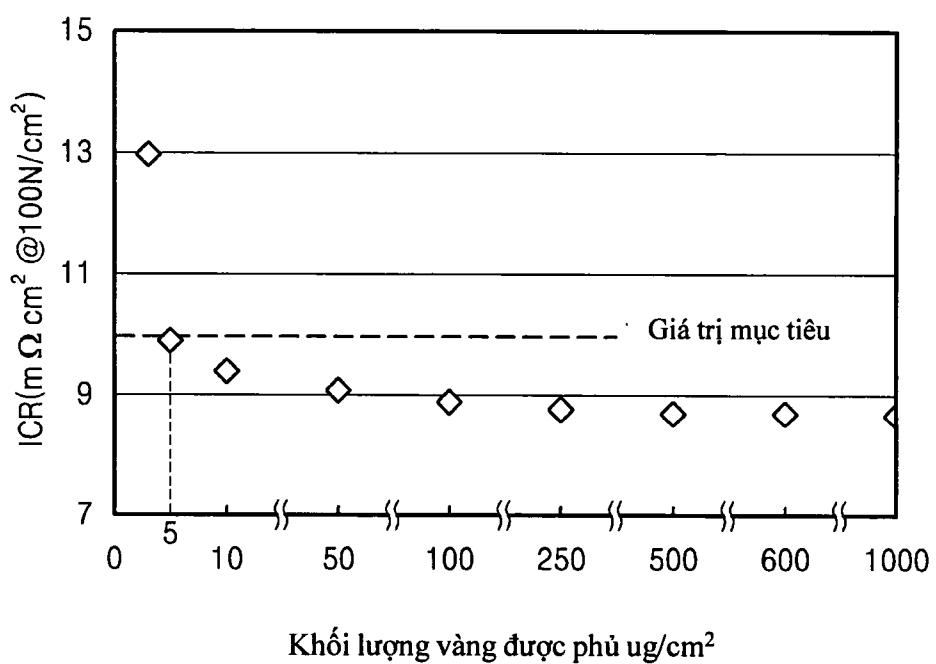
[Hình 6]



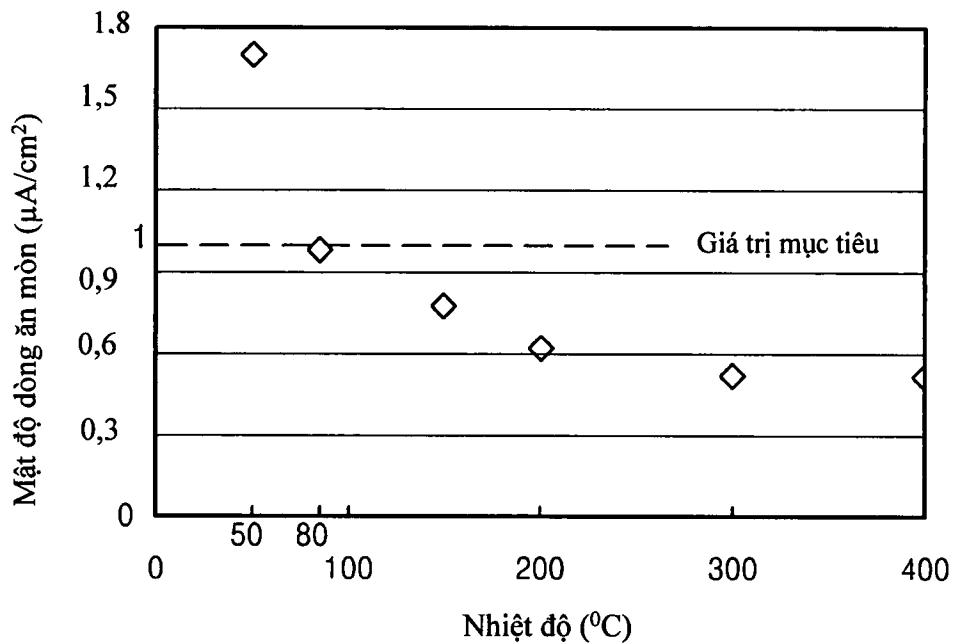
[Hình 7]



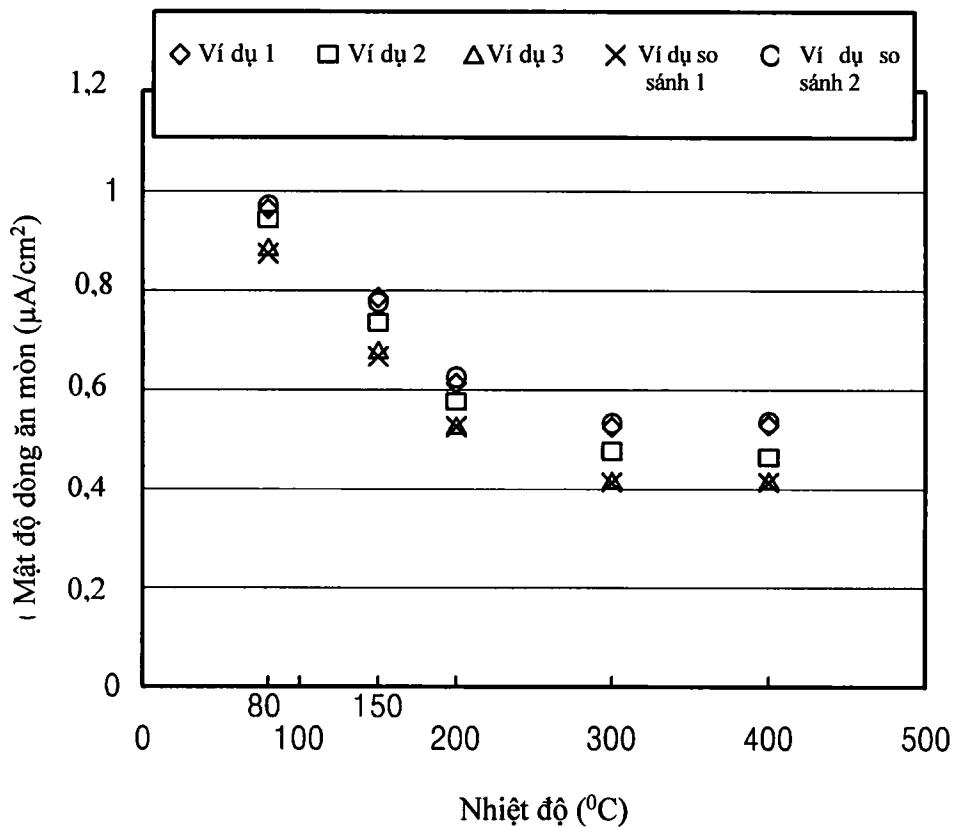
[Hình 8]



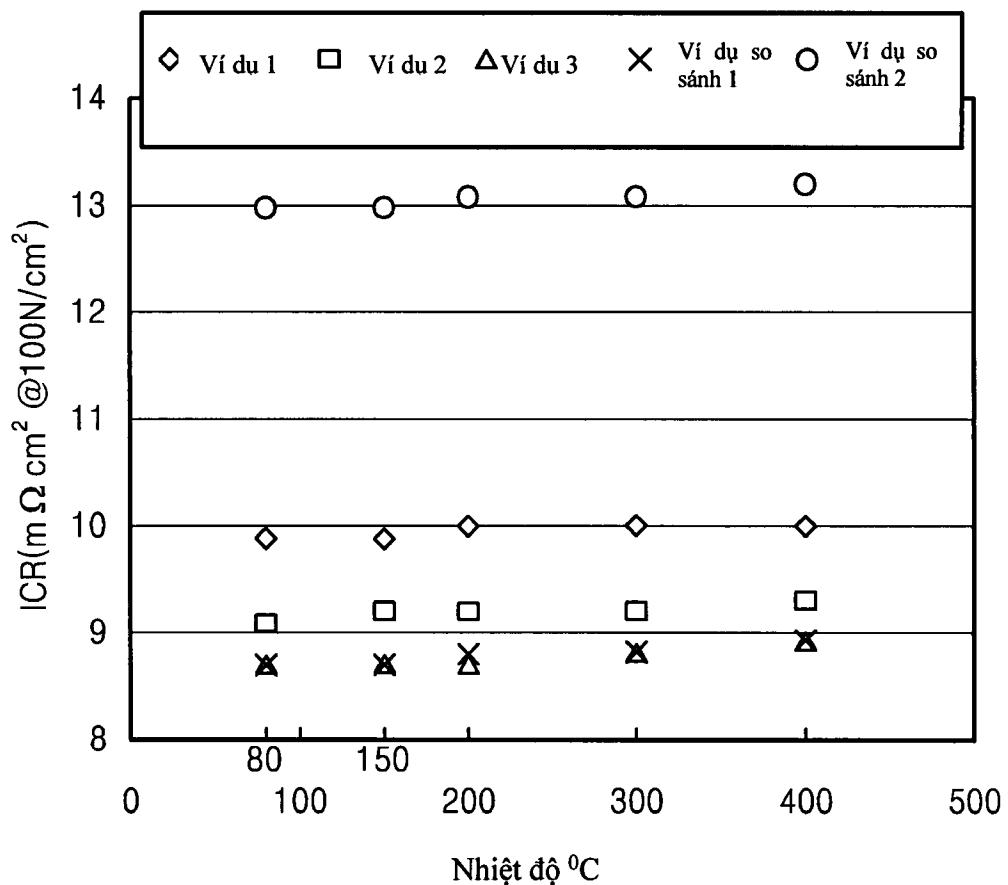
[Hình 9]



[Hình 10]



[Hình 11]



[Hình 12]

