



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I871398 B

(45)公告日：中華民國 114 (2025) 年 02 月 01 日

(21)申請案號：109145054

(22)申請日：中華民國 109 (2020) 年 12 月 18 日

(51)Int. Cl. : **B01J2/00 (2006.01)** **H05H1/30 (2006.01)****B22F9/02 (2006.01)** **B22F9/08 (2006.01)**

(30)優先權：2019/12/19 美國 62/950,778

(71)申請人：美商 6 K 有限公司 (美國) 6K INC. (US)

美國

(72)發明人：巴德維 桑尼爾 巴千卓拉 BADWE, SUNIL BHALCHANDRA (US)；特切迪 史考特 約瑟夫 TURCHETTI, SCOTT JOSEPH (US)；瑞吉朵 馬可羅夫 REDJDAL, MAKHLOUF (US)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：

TW 201741242A

CN 108672709A

CN 109808049A

US 2019218650A1

WO 2019095039A1

審查人員：石博文

申請專利範圍項數：11 項 圖式數：23 共 81 頁

(54)名稱

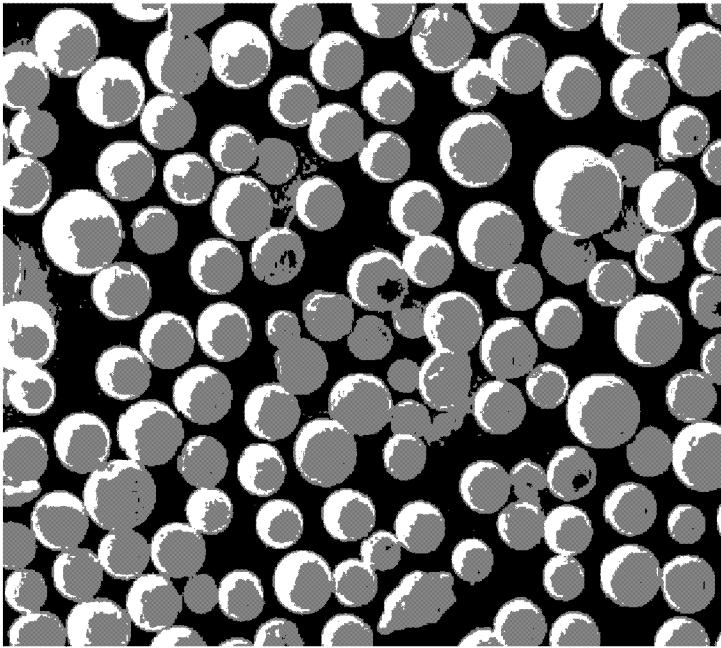
自進料材料製造球狀化粉末之方法

(57)摘要

本文揭示使用微波電漿處理來處理進料材料之方法、裝置及總成之實施例。特定言之，本文所揭示之進料材料係關於廢料、脫氫或未氫化饋入材料、再循環已用粉末及氣體霧化粉末。微波電漿處理可用於球狀化及移除污染物。有利地，微波電漿處理進料可用於需要高粉末流動性之各種應用，諸如積層製造或粉末冶金(PM)應用。

Disclosed herein are embodiments of methods, devices, and assemblies for processing feedstock materials using microwave plasma processing. Specifically, the feedstock materials disclosed herein pertains to scrap materials, dehydrogenated or non-hydrogenated feed material, recycled used powder, and gas atomized powders. Microwave plasma processing can be used to spheroidize and remove contaminants. Advantageously, microwave plasma processed feedstock can be used in various applications such as additive manufacturing or powdered metallurgy (PM) applications that require high powder flowability.

指定代表圖：



【圖2】

**公告本**

I871398

【發明摘要】**【中文發明名稱】**

自進料材料製造球狀化粉末之方法

【英文發明名稱】

PROCESS FOR PRODUCING SPHEROIDIZED POWDER FROM
FEEDSTOCK MATERIALS

【中文】

本文揭示使用微波電漿處理來處理進料材料之方法、裝置及總成之實施例。特定言之，本文所揭示之進料材料係關於廢料、脫氫或未氫化饋入材料、再循環已用粉末及氣體霧化粉末。微波電漿處理可用於球狀化及移除污染物。有利地，微波電漿處理進料可用於需要高粉末流動性之各種應用，諸如積層製造或粉末冶金(PM)應用。

【英文】

Disclosed herein are embodiments of methods, devices, and assemblies for processing feedstock materials using microwave plasma processing. Specifically, the feedstock materials disclosed herein pertains to scrap materials, dehydrogenated or non-hydrogenated feed material, recycled used powder, and gas atomized powders. Microwave plasma processing can be used to spheroidize and remove contaminants. Advantageously, microwave plasma processed feedstock can be used in various applications such as additive manufacturing or powdered metallurgy (PM) applications that require high powder flowability.

【指定代表圖】

圖2

【代表圖之符號簡單說明】

無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

自進料材料製造球狀化粉末之方法

【英文發明名稱】

PROCESS FOR PRODUCING SPHEROIDIZED POWDER FROM
FEEDSTOCK MATERIALS

【技術領域】

【0001】 在一些實施例中，本發明大體上係關於自進料材料製造金屬球形或球狀粉末產物，該等進料材料包括廢料、脫氫或未氫化材料、再循環已用粉末或過大氣體霧化粉末。

【先前技術】

【0002】 製備一些形式之工業粉末之重要態樣為球狀化方法，其將藉由習知壓碎方法製造之不規則形狀粉末或角狀粉末轉化為球形低孔隙率顆粒。球形粉末在形狀上均勻、更稠密、更少孔，具有高且一致之流動性及高敲緊密度。此類粉末在諸如射出成型、熱噴塗層、積層製造等應用中展現出優越特性。

【0003】 產生球狀金屬粉末，尤其含有Ti之金屬粉末可帶來許多挑戰。達成所要球狀形狀、所要孔隙率水準(例如，無孔隙至極多孔)，及所要組成及微結構可能為困難的。

【0004】 習知球狀化方法採用描述於1978年2月28日頒予之美國專利4,076,640中之熱弧電漿及描述於2005年7月19日頒予之美國專利6,919,527中之射頻產生電漿。然而，此兩種方法存在射頻電漿及熱弧電漿之熱不均勻性固有之限制。

【0005】在熱弧電漿之狀況下，在兩個電極之間產生電弧會在電漿通道內產生電漿。使用電漿氣體將電漿吹出電漿通道。將粉末自側面(垂直或以一定角度)注入至電漿羽中，其中其經電漿之高溫熔化。熔體之表面張力將其拉成球形形狀，接著將其冷卻、固化且收集於過濾器中。關於熱弧電漿之問題為用於點燃電漿之電極暴露於高溫，從而引起電極劣化，從而污染電漿羽及製程材料。另外，熱弧電漿羽固有地展現出大溫度梯度。藉由自側面將粉末注入至電漿羽中，並非所有粉末顆粒暴露於相同處理溫度，從而產生部分球狀化、不均勻、具有非均勻孔隙率之粉末。

【0006】在射頻感應耦合電漿球狀化之狀況下，藉由在電漿氣體中感應電場之變化磁場產生電漿，從而繼而驅動電漿製程(諸如電離、激發等)以維持圓柱形介電管中之電漿。已知相比於電弧及微波產生電漿，電感耦合電漿具有射頻能量與電漿之低耦合效率及較低之電漿溫度。負責產生電漿之磁場展現出非均勻分佈，從而產生具有大溫度梯度之電漿，其中電漿採用環形形狀，其展現出電漿邊緣(接近於介電管壁)處之最高溫度及環形中心處之最低溫度。另外，存在在電漿與纏繞於介電管周圍的射頻線圈之間產生之電容分量，其由於線圈上之RF電壓而產生。此電容分量產生將來自電漿之離子驅向介電質內壁之大電場，從而繼而導致發弧及介電管劣化及製程材料受到管材料污染。

【0007】為了適用於需要高粉末流動之積層製造或粉末冶金(PM)應用，金屬粉末顆粒應呈現球形形狀，其可經由球狀化製程達成。此製程涉及在熱環境中使顆粒熔化，藉此液體金屬之表面張力使各顆粒成形為球形幾何結構，隨後冷卻及再固化。此外，球形粉末可直接藉由各種技術製造。在一種此類技術中，電漿旋轉電極(PRP)產生高流動性及堆積性鈦及

鈦合金粉末，但被認為太昂貴。此外，已使用氣體霧化製造球狀化鈦及鈦合金，其使用相對複雜之裝置且可向粉末引入孔隙。不規則形狀粉末之球狀化方法包括使用感應耦合電漿(ICP)之TEKNA(Sherbrook, Quebec, Canada)球狀化製程，其中獲自氫化-脫氫(Hydride-Dehydride, HDH)製程之角狀粉末夾帶於氣體內且經由熱電漿環境注入以使粉末顆粒熔化。然而，此方法導致電漿不均勻，從而導致進料之不完全球狀化。HDH方法涉及若干複雜步驟，包括在粉末經遞送以進行球狀化之前的氫化脫氫及脫氧。此製程為耗時的多步驟製程，其驅使藉由此等方法製得之金屬粉末之成本增加。

【發明內容】

【0008】 一種自先前由氣體霧化製程製造之粉末製造球狀化粉末之方法，該方法包含將先前由氣體霧化製程製造之粉末引入微波電漿炬中，先前由氣體霧化製程製造之該粉末具有超出積層製造範圍之平均粒度，及在該微波電漿炬內對先前由氣體霧化製程製造之該粉末進行熔化及球狀化處理，以形成具有與先前由氣體霧化製程製造之該粉末之該平均粒度及粒度分佈不同之平均粒度及更小粒度分佈之球狀化粉末顆粒。

【0009】 在一些實施例中，熔化及球狀化處理增加平均粒度。在一些實施例中，熔化及球狀化處理減小平均粒度。在一些實施例中，相比於先前由氣體霧化製程製造之粉末之粒度分佈，10%至95%之球狀化顆粒之粒度分佈小至少50%。

【0010】 在一些實施例中，相比於先前由氣體霧化製程製造之粉末之50百分位數粒度，球狀化粉末之50百分位數粒度減小至少40%。在一些實施例中，相比於先前由氣體霧化製程製造之粉末之50百分位數粒度，球

狀化粉末之50百分位數粒度減小至少50%。

【0011】 在一些實施例中，相比於先前由氣體霧化製程製造之粉末之50百分位數粒度，球狀化粉末之50百分位數粒度增加至少40%。在一些實施例中，相比於先前由氣體霧化製程製造之粉末之50百分位數粒度，球狀化粉末之50百分位數粒度增加至少50%。

【0012】 在一些實施例中，先前由氣體霧化製程製造之粉末包含選自由以下組成之群的材料：金屬、金屬合金、鈦、鈦合金、鎳、鎳合金、鈷、鈷合金、鐵、鐵合金、延性金屬、延性金屬合金及陶瓷。在一些實施例中，碳及氮在熔化及球狀化處理期間自先前由氣體霧化製程製造之粉末移除。在一些實施例中，球狀化粉末顆粒在熔化及球狀化處理之後保持與先前由氣體霧化製程製造之粉末相同之流變特性。

【0013】 本文揭示一種自廢金屬部件或已用金屬部件製造球狀化粉末之方法之實施例，該方法包含：提供廢金屬部件或已用金屬部件，該等廢金屬部件或已用金屬部件包含選自由以下組成之群的材料：金屬、金屬合金、鈦、鈦合金、鎳、鎳合金、鈷、鈷合金、鋼及鋼合金；碾磨該等廢金屬部件或已用金屬部件以產生適用作微波電漿製程中之進料之預定顆粒體積範圍內的金屬顆粒；及將該微波電漿製程應用於該測定顆粒體積範圍內之該等金屬顆粒，以形成球狀化粉末。

【0014】 在一些實施例中，測定顆粒體積範圍內可在15與63微米之間。在一些實施例中，廢金屬部件或已用金屬部件可包含在應用微波電漿製程之後保持於球狀化粉末中之經加工硬化微結構。在一些實施例中，碾磨廢金屬部件或已用金屬部件可在未使廢金屬部件或已用金屬部件脆化之情況下進行。

【0015】 在一些實施例中，廢金屬部件或已用金屬部件可包含Ti 6Al-4V。在一些實施例中，廢金屬部件或已用金屬部件可包含合金元件，該等合金元件包括Al、Mg、Ti及/或Cu，且在應用微波電漿製程之後，球狀化粉末仍包括Al、Mg、Ti及/或Cu。在一些實施例中，廢金屬部件或已用金屬部件可包含尖銳切屑、鋸屑、研磨屑、研磨細粒及/或清洗管路細粒。在一些實施例中，可選擇廢金屬部件或已用金屬部件進行碾磨以具有將使得在預定顆粒體積範圍內對金屬顆粒進行後碾磨之尺寸及/或縱橫比。

【0016】 本文進一步揭示一種製造具有約x與約y之間的所要粒度分佈之球狀化粉末之方法的實施例，其中x表示粒度分佈之低端且y表示粒度分佈之高端，該方法包含：將藉由碾磨或壓碎廢金屬部件或已用金屬部件獲得之金屬顆粒引入微波電漿炬中，大部分該等引入之金屬顆粒具有約 $\frac{4}{3} \pi (x/2)^3$ 與約 $\frac{4}{3} \pi (y/2)^3$ 之間的體積，且其中該等引入之金屬顆粒具有2:1與200:1之間的集體平均或中值縱橫比；及在該微波電漿炬內對該等金屬顆粒進行熔化及球狀化處理，以形成具有約x至約y之所要粒度分佈之球狀化粉末。

【0017】 在一些實施例中，x可等於5微米且y可等於45微米，且大部分該等所引入之金屬顆粒可具有約 $65.45 \mu\text{m}^3$ 與約 $47,712.94 \mu\text{m}^3$ 之間的體積。在一些實施例中，集體平均或中值縱橫比可在5:1至20:1之間。在一些實施例中，集體平均或中值縱橫比可在10:1至100:1之間。在一些實施例中，將金屬顆粒引入微波電漿炬中可包含將金屬顆粒引入微波電漿炬之排氣中或引入微波電漿炬之羽流中。

【0018】 本文進一步揭示自己用粉末製造球狀化粉末之方法之實施

例，該方法包含：將先前已用粉末顆粒引入至微波電漿炬中，該等先前已用粉末顆粒包含衛星球、聚結物或污染物；及在微波電漿炬內對該等先前已用粉末顆粒進行熔化及球狀化處理，以形成移除聚結物、污染物及衛星球之球狀化粉末顆粒。

【0019】 在一些實施例中，先前已用粉末顆粒可包含衛星球、聚結物及污染物。在一些實施例中，先前已用粉末顆粒可包含選自由以下組成之群的材料：金屬、金屬合金、鈦、鈦合金、鎳、鎳合金、鈷、鈷合金、鋼、鋼合金、延性金屬、延性金屬合金及陶瓷。在一些實施例中，碳及氮可在熔化及球狀化處理期間自先前已用粉末顆粒移除。在一些實施例中，先前已用粉末顆粒可由選自由以下組成之群的積層製造製程形成：雷射燒結、電子束熔化、長絲熔合沈積、定向能量沈積、粉末床熔合及黏合劑噴射。在一些實施例中，球狀化粉末顆粒在熔化及球狀化處理之後可保持與先前已用粉末顆粒相同之流變特性。

【0020】 本文進一步揭示一種自包含脫氫或未氫化鈦或鈦合金之饋入材料製造球狀化粉末之方法之實施例，該方法包含：將包含脫氫或未氫化鈦或鈦合金顆粒之饋入材料引入至微波電漿炬中；及在由該微波電漿炬產生之電漿內對該等顆粒進行熔化及球狀化處理，以形成球狀化粉末。

【0021】 在一些實施例中，饋入材料可包含由氫化-脫氫(HDH)製程處理之鈦或鈦合金顆粒。在一些實施例中，球狀化粉末可包含中值球度為至少0.75之顆粒。在一些實施例中，球狀化粉末可在粒度分佈範圍之低端具有5與45微米之間的粒度分佈且在粒度分佈範圍之高端具有15與105微米之間的粒度分佈。

【0022】 在一些實施例中，一或多個處理變數可經設定以在球狀化

顆粒中產生麻田散鐵微結構(martensitic microstructure)。在一些實施例中，一或多個處理變數可經設定以在球狀化顆粒中產生等軸微結構。在一些實施例中，一或多個處理變數可經設定以在球狀化顆粒中產生至少兩個區域，每個區域具有不同微結構。在一些實施例中，至少兩個區域可包括核心部分及表面部分，該表面部分具有可不同於饋入材料之微結構的微結構。在一些實施例中，饋入材料可具有不小於1.0微米且不大於300微米之粒度。在一些實施例中，饋入材料可包含Ti 6Al-4V。

【圖式簡單說明】

【0023】 圖1繪示在根據本揭示內容之微波電漿處理之前呈金屬切屑形式之廢金屬進料之實例實施例。

【0024】 圖2繪示在根據本揭示內容之微波電漿處理之後呈金屬切屑形式之廢金屬進料之實例實施例。

【0025】 圖3繪示在根據本揭示內容之微波電漿處理之前的金屬切屑樣品之L/W (縱橫比)之圖的實例。

【0026】 圖4繪示使用根據本揭示內容之微波電漿處理來再使用廢金屬/合金之方法之實例實施例。

【0027】 圖5繪示使用根據本揭示內容之微波電漿處理來處理氫化-脫氫(HDH)製造進料之方法之實例實施例。

【0028】 圖6及圖7繪示在根據本揭示內容之微波電漿處理之前的已用粉末CoCr進料之實例實施例。

【0029】 圖8及圖9繪示在根據本揭示內容之微波電漿處理之後的已用粉末CoCr進料之實例實施例。

【0030】 圖10繪示根據本揭示內容製造球狀顆粒之方法之實例實施

例。

【0031】 圖11繪示根據本揭示內容之實施例可用於球狀金屬或金屬合金粉末製造之微波電漿炬之實施例。

【0032】 圖12A-B繪示根據本揭示內容之側進料斗實施例可用於球狀金屬或金屬合金粉末製造之微波電漿炬之實施例。

【0033】 圖13繪示根據本揭示內容製造具有所要微結構之鈦基(例如鈦、鈦合金)球狀顆粒之方法的實例實施例。

【0034】 圖14繪示根據本揭示內容之實施例改進顆粒微結構之方法之實例實施例。

【0035】 圖15繪示根據本揭示內容之實施例的經改進顆粒之實施例。

【0036】 圖16繪示晶粒尺寸計算之實施例。

【0037】 圖17繪示微結構之實施例。

【0038】 圖18繪示根據本揭示內容之實施例的先前已用粉末(左)及球狀化粉末(右)。

【0039】 圖19繪示由氣體霧化形成之過大顆粒。

【0040】 圖20繪示由氣體霧化形成之過大顆粒之物理特性資料。

【0041】 圖21繪示在進行本文所揭示之方法之實施例之後的過大氣體霧化顆粒。

【0042】 圖22繪示在進行本文所揭示之方法之實施例之後的過大氣體霧化顆粒之資料。

【0043】 圖23繪示所揭示方法之實施例之微結構變化。

【實施方式】

相關申請案之參考

【0044】 本申請案根據35 U.S.C. §119(e)主張2019年12月19日申請之美國臨時申請案第62/950,778號之優先權，其全部揭示內容以引用之方式併入本文中。

【0045】 本文揭示使用微波電漿處理來使進料材料球狀化之方法、裝置及總成之實施例。各不同進料材料對微波電漿炬中之初始進料以及處理具有其自身關鍵、特定及獨特之要求，以便達成所要球狀化。特定言之，本文所揭示之進料材料係關於廢料、脫氫或未氫化饋入材料、再循環已用粉末及先前由氣體霧化製程製造之粉末、可能需要初始預處理或特定電漿處理之進料。如本文所揭示，微波電漿炬中之處理可包括將進料饋入微波電漿炬、微波電漿炬之電漿羽及/或微波電漿炬之排氣中。位置可視所用進料之類型而變化。另外，進料可基於不同要求來選擇。要求之實例為縱橫比、粒度分佈(PSD)、化學物質、密度、直徑、球度、加氧、硬度及延性。

廢料

【0046】 本文揭示再使用廢金屬/合金及/或由金屬/合金製成之已用部件之方法、裝置及總成之實施例(例如，墳墓至搖籃或報廢至優質)。特定言之，本發明之實施例允許獲取金屬報廢部件或已用金屬部件(諸如切屑)，且在未脆化(諸如經由使用氫化或低溫學)之情況下產生用於微波電漿製程之進料。特定言之，報廢或已用金屬部件可碾磨至所要體積之進料或切屑之顆粒，但在一些實施例中，不可碾磨。進料或切屑隨後可用作微波電漿製程之進料，以形成最終球狀化粉末，該粉末隨後可用於不同製程，諸如積層製造製程。然而，廢料極其難以處理成用於微波電漿處理之

適當進料。

【0047】 在一些實施例中，該方法可包括分析以下各者之間的相互關係：1)對進料尺寸/縱橫比之選擇，2)在無脆化步驟之情況下使延性塊斷裂之碾磨方法，及3)最終所要顆粒體積，以便產生用於特定應用之所要粒度分佈。在一些實施例中，進料在碾磨之前脆化。使用者可為碾磨原始廢料指定所要顆粒體積，該體積將影響對進料尺寸/縱橫比之選擇及所採用之碾磨方法。

【0048】 最終特定應用可為例如具有15-45微米(或約15至約45微米)或15-63微米(或約15至約63微米)或20-63微米(或約20-約63微米)粒度分佈(PSD)之雷射床熔合、可具有45-105微米(或約45至約105微米)或105-150微米(或約105至約150微米)粒度分佈之電子束處理，或金屬射出成型(MIM)。在一些實施例中，PSD可表示為進料中之顆粒之D50。在一些實施例中，進料經由噴射碾磨、濕式碾磨或球磨碾磨處理。在一些實施例中，進料之PSD為15-45微米、20-63微米、45-105微米或105至150微米。PSD可視諸如雷射粉末床熔合、直接能量沈積、黏合劑噴射印刷、金屬射出成型及熱均壓之粉末處理技術而調整。

【0049】 原始廢料或已用金屬部件可為尖銳切屑(例如，具有高縱橫比、高表面積，薄或義大利麵式材料、廢料聚合器)、鋸屑(高縱橫比、薄材料)、研磨屑(較小縱橫比粉末狀材料)、研磨細粒或清洗管路細粒(較小縱橫比、厚板或薄板狀材料)，其隨後可諸如在碾磨製程中分解成具有特定PSD之進料，且隨後將此進料微波電漿處理成球形和稠密粉末。在一些實施例中，廢料可為3D打印部件(諸如失效3D打印部件)或鑄件(諸如失效鑄件)。在一些實施例中，輸入材料可為清洗管路細粒、鋸屑、研磨屑。

在一些實施例中，輸入材料可為藉由類似於但不限於研磨、碾磨、切割或車削之製程得到的已用或報廢部件。圖1為電漿處理之前的金屬車削進料之說明性實例。圖2描繪電漿處理之後的金屬車削之說明性實例。

【0050】 在一些實施例中，將來自機械加工製程之高縱橫比切屑用作微波電漿熔化製程中之進料，以製造球形粉末。在一些實施例中，切屑之平均縱橫比為2:1 (或約2:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、10:1 (或約10:1)、20:1 (或約20:1)、100:1 (或約100:1)或200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，切屑之平均縱橫比大於1:1 (或約1:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，切屑之平均縱橫比小於3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。

【0051】 在一些實施例中，大部分切屑之縱橫比為2:1 (或約2:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、10:1 (或約10:1)、20:1 (或約20:1)、100:1 (或約100:1)或200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，大部分切屑之縱橫比大於1:1 (或約1:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，大部分切屑之縱橫比小於3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。

【0052】 在一些實施例中，大於75%之切屑之縱橫比為2:1 (或約2:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、10:1 (或約10:1)、20:1 (或約20:1)、100:1 (或約100:1)或200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，大於

75%之切屑之縱橫比大於1:1 (或約1:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，大於75%之切屑之縱橫比小於3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。

【0053】 在一些實施例中，大於90%之切屑之縱橫比為2:1 (或約2:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、10:1 (或約10:1)、20:1 (或約20:1)、100:1 (或約100:1)或200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，大於90%之切屑之縱橫比大於1:1 (或約1:1)、3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。在一些實施例中，大於90%之切屑之縱橫比小於3:1 (或約3:1)、5:1 (或約5:1)、大於10:1 (或約10:1)、大於20:1 (或約20:1)、大於100:1 (或約100:1)或大於200:1 (或約200:1)。

【0054】 在一些實施例中，進料經調適以具有大約等於經處理粉末之所要PSD之體積分佈的體積分佈。體積係基於 $\frac{4}{3} * \pi * r^3$ 來計算，其中「r」係經處理粉末之半徑。在一些實施例中，大部分進料顆粒具有約 $\frac{4}{3} \pi (x/2)^3$ 及約 $\frac{4}{3} \pi (y/2)^3$ 範圍內之體積，其中x為所要粒度分佈之低端，且y為所要粒度分佈之高端。在一些實施例中，實質上所有進料顆粒具有約 $\frac{4}{3} \pi (x/2)^3$ 及 $\frac{4}{3} \pi (y/2)^3$ 範圍內之體積。在一個實例中，經預處理及經處理進料之體積分佈可在約 $65.45 \mu\text{m}^3$ 與約 $47,712.94 \mu\text{m}^3$ 之間，對應於經處理粉末之5至45微米之所要粒度分佈。在一些實施例中，經預處理進料之集體平均或中值縱橫比可在2:1與200:1之間、在3:1與200:1之間、在4:1與200:1之間或在5:1與200:1之間。然而，所揭示比率/直徑中之任一者可用

於體積計算。處理之後，一個實例中之粒度分佈可為5至45微米。其他粒度分佈亦經涵蓋，其包括但不限於在粒度分佈範圍之低端處在5與45微米之間及在粒度分佈範圍之高端處在15與105微米之間的粒度分佈(例如，5至15微米、15至45微米、45至105微米)。

【0055】 在一些實施例中，進料之體積分佈可與最終球狀化粉末相同。在一些實施例中，進料之總體積可與最終球狀化粉末大體上相同。在一些實施例中，進料之總體積可在最終球狀化粉末之1%、2%、3%、4%、5%、10%、15%或20% (或約1%、約2%、約3%、約4%、約5%、約10%、約15%或約20%)內。

【0056】 在一些實施例中，進料可為大體上球形或大體上非球形。例如，進料可為奇形怪狀之進料、立方體、長絲、線等。

【0057】 此等縱橫比僅為例示性的且亦可使用其他縱橫比。圖3為具有高縱橫比切屑之樣品之說明性實例。在此圖中，針對高縱橫比切屑之樣品中之每一個別顆粒標繪L/W(縱橫比)。縱橫比展示為L/W。如可見，縱橫比在約1:1至15:1範圍內，其中大部分顆粒落在1:1至7:1之間。然而，此僅為一個實例，且亦可使用其他縱橫比。

【0058】 可首先自機械加工油及其他雜質採集、清潔來自機械加工製程之切屑，且隨後篩分以自大顆粒/切屑分離小顆粒/切屑，該等小顆粒/切屑可直接用作進料，該等大顆粒/切屑需要進一步處理以減小其尺寸。用於進一步使切屑尺寸減小至所要尺寸之實例方法為經由碾磨。隨後再次將此碾磨製程之產物篩分成不同尺寸且選擇所要尺寸以用作球狀化之進料。待使用之材料可選自任何減法製程，該減法製程使用金屬及金屬合金儲備來產生部件。

【0059】更特定言之，在一些實施例中，可在將廢料引入至電漿製程中之前對廢料進行預處理。例如，廢料可經篩分以移除大聚結物，且經選擇為待在電漿中處理之所要尺寸。在一些實施例中，廢料可用水、界面活性劑、清潔劑、溶劑或任何其他化學物質(諸如酸)清潔以移除污染物。在一些實施例中，若廢料經任何磁性材料污染，則廢料可經磁性清潔。在一些實施例中，該清潔移除污染物，諸如陶瓷及油。在一些實施例中，廢料可經預處理以將其脫氧。在一些實施例中，可添加其他元素或化合物以補償或改進已用部件之化學物質。在一些實施例中，廢料可經除塵以移除細粒。在一些實施例中，可不進行預處理。所有此等預處理技術亦可用於經後碾磨之廢料進料上。

【0060】在一些實施例中，待碾磨之材料可為鈦或鈦合金。可使用之特定鈦為商用純鈦(CpTi) (被稱為CpTi)、TiAl、Ti-6Al-4V (Ti-6-4)，且特定鈦材料/合金不限制本揭示內容。鈦對於碾磨可能尤其成問題，此係因為其為高延性的且因此將僅彎曲或改變形狀，且將不會在未脆化(諸如經由氫化或低溫學)之情況下適當地分解成粉末。然而，本揭示內容之實施例可在無此類脆化製程之情況下碾磨鈦或鈦合金。此可經由理解及適當選擇待碾磨之廢料材料來進行，諸如藉由僅選擇具有特定體積/尺寸/縱橫比之材料來進行。

【0061】圖4為再使用廢金屬/合金之製程100之流程圖的說明性實例。在區塊102處，可接收金屬/合金廢料。在一些實施例中，金屬/合金廢料可為切屑、清洗管路細粒、鋸屑、研磨屑。藉由類似於但不限於研磨、碾磨、切割或車削之製程，廢金屬/合金可為已用或報廢部件。在區塊104處，可清潔金屬/合金廢料。在一些實施例中，清潔用水、界面活性

劑、清潔劑、溶劑或任何其他化學物質(諸如酸)進行以移除污染物。在一些實施例中，清潔移除機械加工油及其他雜質。在一些實施例中，清潔並非必需的。

【0062】 在區塊106/108處，可篩分金屬/合金廢料以便在過大塊與小得足以用作進料之塊之間分選。若塊小得足以用作進料，則其可傳送至區塊112。若塊過大，則其可在區塊110處碾磨成更小廢金屬/合金以便調整粒度。在一些實施例中，碾磨可為噴射碾磨、濕式碾磨及/或球磨碾磨。可重複區塊106以便另外篩分經碾磨廢金屬/合金。或者，可決定在區塊112處，經碾磨廢金屬/合金備用作進料。

【0063】 在區塊112/114處，可對備用作進料之經碾磨廢金屬/合金進行微波電漿處理。微波電漿處理描述如下且亦展示於圖11及圖12A-B中。

【0064】 如上文所論述，用以製備進料之廢料材料可能極其複雜。

脫氫或未氫化饋入材料

【0065】 本揭示內容之一個態樣涉及一種使用微波產生電漿使金屬及金屬合金球狀化之製程。該製程使用可容易獲得之現有預篩選或非預篩選原料，該等原料由作為進料之金屬及/或金屬合金製成。將粉末進料夾帶於惰性及/或還原及/或氧化氣體環境中，且注入至微波電漿環境中。在注入至熱電漿中後，進料經球狀化且釋放至充滿惰性氣體之腔室中且導引至儲存其之氣密密封式轉筒中。此製程可在大氣壓下、在部分真空中或在比大氣壓略微更高之壓力下進行。在替代實施例中，該製程可在低度、中度或高度真空環境中進行。該製程可連續運行且當轉筒填滿球狀化金屬或金屬合金顆粒時更換該等轉筒。此外，限制條件為微波電漿製程之均勻

性，若未完全消除顆粒聚結物，則亦減少該顆粒聚結物，因此使得至少維持原始饋入材料之粒度分佈。然而，獲得適當進料粒度分級可能具有挑戰性，此係因為進料尺寸準則可為嚴格的。不同處理方法可用於獲得不同進料尺寸準則。

【0066】 在一些實施例中，氫化-脫氫(HDH)製程可用於經由壓碎、碾磨及篩選將大金屬塊或金屬合金塊之尺寸下調至更精細粒度分佈。金屬及合金粉末可使用HDH製程製造，其中將諸如粗金屬粉末或金屬/金屬合金廢料等之主體進料在高溫(~700°C)下在含氫氣氛圍中加熱數天。此導致脆性金屬氫化物之形成，該氫化物可能易於壓碎為細粉末且經篩分以產生由終端使用者判定之所要尺寸分佈。為了適用於粉末冶金，必須藉由在真空內加熱金屬氫化物粉末一段時間來自金屬解離且移除氫。隨後必須篩分脫氫粉末以移除在製程期間由於燒結而產生之大顆粒聚結物。典型所得粉末顆粒具有不規則或角狀形狀。將粉末遞送至脫氧製程以移除在篩分及處理期間由粉末拾取之任何氧。此類HDH製程僅產生粗及不規則形狀之顆粒。此類HDH製程之後必須為諸如本文關於微波電漿製程所揭示之球狀化製程，以使此等顆粒成球狀。

【0067】 所揭示HDH製程之實施例主要作為固態分批製程進行。可將一定體積之金屬粉末裝載於真空爐內之坩堝中。可將該爐泵抽至部分真空且用惰性氣體重複吹掃以消除非所要氧氣之存在。惰性氣體經由粉末顆粒之間的開放空間之擴散為緩慢的，使得難以完全消除氧氣，否則氧氣會污染最終產物。機械攪拌可用於攪動粉末，從而允許更完全地移除氧氣。

【0068】 在氧氣吹掃之後，可開始氫化。該爐充滿氫氣且在高溫下加熱達至數天以完全形成金屬氫化物。金屬氫化物之脆性性質允許將主體

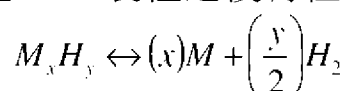
材料壓碎為細粉末，該等細粉末隨後經篩選成所要尺寸分佈。

【0069】 下一步驟為脫氫。將篩選氫化物粉末裝載於真空爐中，隨後在部分真空下加熱，促進氫自金屬氫化物解離以形成 H_2 氣體且使金屬脫氫。脫氫在顆粒表面上為快速的，其中 H_2 可能易於離開顆粒。然而，在粉末主體內， H_2 必須在其到達表面且離開顆粒之前擴散通過固體主體。經由主體擴散為需要相對長反應時間以完全脫氫之速率限制程序「瓶頸」。脫氫所需之時間及處理溫度足以引起顆粒之間的燒結，其導致在最終產物中形成大顆粒聚結物。後製程篩分可消除聚結物。在可將粉末自該爐移除之前，可將其充分冷卻以維持安全性且限制污染。較大爐之熱質量可耗費數分鐘或數小時以充分冷卻。經冷卻粉末隨後可在獨立機器中經球狀化。在一些實施例中，進料可為未氫化材料。在一些實施例中，材料未經歷HDH但在無任何氫化之情況下開始。在一些實施例中，此可在所揭示電漿製程內進行。

【0070】 圖5說明由HDH饋料製造球狀化鈦粉末(200)之實施例。圖5左側之製程流程(201)呈現將HDH製程(200)與鈦粉末之球狀化組合之實施例製程。該製程開始於氫化(步驟b，210)且隨後壓碎且篩分尺寸(步驟c，215)之Ti原料(步驟a，205)。純鈦經由脫氫(步驟d，220)復原。隨後針對聚結物及雜質對其進行篩選，且隨後篩分至消費者指定之尺寸(步驟e，225)。隨後粉末經歷脫氧步驟以減少或消除其在篩分及篩選製程期間拾取之氧氣。脫氧尤其適用於小粒度，諸如50微米以下之顆粒，其中表面與體積之比很大(步驟f，230)。隨後使鈦顆粒球狀化(步驟g，235)且收集(步驟h，240)。類似製程可用於產生Ti合金，諸如Ti 6-4，而非純鈦粉末。

【0071】 在一些實施例中，粉末夾帶於惰性氣體內且注入至微波產

生電漿環境中(235)，該微波產生電漿環境展現在大約4,000 K與8,000 K之間且在部分真空下之實質上均勻溫度分佈。氣密密封式腔室製程亦可在大氣壓下或略高於大氣壓力下運行，以消除大氣氧洩漏至製程中之任何可能性。顆粒熔化於電漿中，由於液體表面張力而經球狀化，在離開電漿之後再固化。隨後在惰性氛圍中將顆粒收集於密封轉筒中。在電漿內，可充分加熱粉末顆粒以熔化且引起液體金屬對流，從而根據可逆反應引起氫(若在HDH製程之後有任何保留)解離，其中M=任意金屬：



【0072】 在部分真空內，氫自金屬解離以形成氫氣係有利的，從而向右驅動以上反應。氫自液體金屬之解離速率由於對流而為快速的，此舉不斷地將H₂引至液體表面處，在此H₂可快速離開顆粒。

【0073】 如上文所論述，可能難以獲得進料粒度分級。HDH製程可幫助獲得符合某些尺寸準則之進料之方法。

再循環已用粉末

【0074】 本文中揭示再循環/再使用/修復諸如來自後處理或產率損失之已用粉末(例如廢棄副產物)之方法、裝置及總成的實施例。先前已用粉末可為已經歷諸如積層製造製程之製造製程之粉末。在一些實施例中，先前已用粉末為先前製造之粉末，其在用於諸如積層製造之特定製程之粉末的可接受粒度分級之外。特定言之，本揭示內容之實施例允許採用已用粉末且將其轉化為微波電漿製程之進料，以形成最終球狀化粉末，其可隨後用於不同製程，諸如積層製造製程、金屬射出成型(MIM)或熱均壓(HIP)製程。此可尤其適用於使用氣體霧化製程製造之粉末，該製程可產生過大顆粒。因此，在一些實施例中，大及/或奇形怪狀之顆粒可經重新

球狀化。已用粉末可具有不同品質，且因此利用已用粉末作為進料可能具有挑戰性。進料可能經污染或可為不正確尺寸，或完全難以處理。

【0075】 在一些實施例中，可在將粉末引入至電漿製程中之前對粉末進行預處理。例如，粉末可經篩分以移除大聚結物，且選擇待在電漿中處理之所要尺寸。在一些實施例中，粉末可用水、界面活性劑、清潔劑、溶劑或任何其他化學物質(諸如酸)清潔以移除污染物。在一些實施例中，若粉末經任何磁性材料污染，則粉末可經磁性清潔。在一些實施例中，粉末可經預處理以將其脫氧。在一些實施例中，可添加其他元素或化合物以補償或改進粉末之化學性質。在一些實施例中，粉末可經除塵以移除細粒。在一些實施例中，可不進行預處理。

【0076】 在一些實施例中，先前已用粉末可經改進以使其更適合作進料，因為先前處理可使粉末/顆粒不可用。在一些實施例中，可移除可損害/減少流動之「衛星球」。此外，已用粉末可變得聚結，且所揭示製程可將粉末中之顆粒分離。在一些實施例中，可移除污染物，諸如有機物。在一些實施例中，碳、氮、氧及氫可藉由所揭示製程自先前已用粉末移除。在一些實施例中，可移除人工產物。所揭示製程亦可增加已用粉末之流動性。在一些實施例中，可調整表面紋理以減少已用粉末之表面粗糙度，以改善流動性。在一些實施例中，可藉由吸收衛星球改善流動性。在一些實施例中，諸如在極小影響主體粉末之化學物質之情況下，可修改滯留時間及功率位準以吸收衛星球或將其蒸發。

【0077】 一般而言，所揭示方法之實施例可再次使得已用粉末狀球形物變為例如具有呈球形且在先前製程期間未變成球形之顆粒之粉末。此等先前製程可包括但不限於氣體霧化、雷射床熔合、電子束熔化及黏合劑

噴射。在一些實施例中，已用粉末可為來自電子束製程之較大粉末廢料，可隨後將其製成用於雷射應用之較小粉末。在一些實施例中，已用粉末可為來自氣體霧化製程之較大粉末廢料，可隨後將其製成用於雷射應用之較小粉末。在一些實施例中，在使用之後，粉末具有聚結物、超過規格之增加氧含量、來自煙灰及無機材料之污染物及/或使其為非球形之變形。在此等實施例中，粉末無法在未處理之情況下再使用。

【0078】 在一些實施例中，PSD之最小直徑為1微米(μm)，且最大直徑為22 μm ，或最小為5 μm ，且最大為15 μm ，或最小為15 μm ，且最大為45 μm ，或最小為22 μm ，且最大為44 μm ，或最小為20 μm 至最大為63 μm ，或最小為44 μm ，且最大為70 μm ，或最小為70 μm ，且最大為106 μm ，或最小為105 μm 至最大為150 μm ，或最小為106 μm ，且最大為300 μm 。如應瞭解，僅出於說明性目的而提供此等上限及下限值，且可在其他實施例中使用替代PSD值。在一些實施例中，所揭示處理方法保留合金元素，尤其為高度揮發性元素，諸如來自己用粉末之Al、Mg、Ti及Cu。

【0079】 本揭示內容描述上文所描述之已用粉末之復原，以製造規格改進之新粉末。由微波產生電漿構成之微波電漿方法用於使上文所描述之已用粉末復原至較佳規格，因此其可再次用作上文所描述之粉末冶金製程之進料。圖18繪示相比於球狀化粉末1804(右)之先前已用粉末1802(左)。

【0080】 在一些實施例中，經由對已用粉末之處理，可維持粒度分佈。在一些實施例中，可藉由吸收衛星球改善/收緊粒度分佈。在一些實施例中，可藉由使大聚結物重新球狀化來改善/收緊粒度分佈。例如，對

於具有15-45微米粒度分佈之雷射粉末床，已用粉末可包括a) 5重量%之由微波電漿製程吸收或蒸發之衛星球，及b)大奇形怪狀之聚結物，其兩者均可由所揭示製程之實施例移除。例如，具有45-106微米之粒度分佈之粉末可減小至諸如用於雷射粉末床之15-45微米。在一些實施例中，粒度分佈可為粉末中之顆粒之D50。

【0081】 在一些實施例中，經由對已用粉末之處理，可改變粒度直徑。在一些實施例中，可減小粒度直徑。在一些實施例中，可藉由部分地蒸發大顆粒之表面來減小粒度直徑，以產生較小直徑粒度。例如，來自具有45-106微米粒度直徑之電子束粉末床之粉末可用於製造具有15-45微米粒度之粉末，以用於雷射床積層製造製程中。

【0082】 圖19繪示在1902中之100×放大率及在1904中之1000×放大率下展示之由氣體霧化(GA)製程形成之粉末。所繪示粉末可具有約2.483 g/cc之視密度，無霍爾流量(Hall Flow)，及包含約0.106氧wt%及約0.016氮wt%之組成。圖20繪示圖19之粉末之粒度分佈圖。圖21繪示在2102中之100×放大率及在2104中之1000×放大率下展示之由本揭示內容之實施例形成之粉末。圖21中所繪示之粉末可包含有包含約0.076氧wt%及約0.011氮wt%之組成。圖22繪示圖21之粉末之粒度分佈圖。氣體霧化製程通常產生廣泛範圍之粒度，否則平均而言太細或太粗為不可用的。然而，本揭示內容之實施例可將不可用尺寸之顆粒轉化為可用於諸如積層製造製程之不同製程之粒度。

【0083】 如圖中所示，本文所揭示之方法可極大地收緊粒度分佈，同時亦減小粉末之總尺寸。例如，第50百分位數之顆粒為約34微米，而粉末最初具有第50百分位數為52微米之顆粒。因此，可減小(或增加，若

在其他實施例中有需要)平均粒度。此外，總粉末分佈已變窄，其中原始顆粒跨越21-101微米(10%至95%)，而在處理之後，顆粒跨越23至58微米(10%至95%)。

【0084】 在一些實施例中，50百分位數之粒度可減小10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。在一些實施例中，50百分位數之粒度可減小大於10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。在一些實施例中，50百分位數之粒度可減小小於10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。

【0085】 在一些實施例中，10%至95%之粒度分佈可減小10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。在一些實施例中，10%至95%之粒度分佈可減小大於10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。在一些實施例中，10%至95%之粒度分佈可減小小於10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。

【0086】 在一些實施例中，先前已用粉末諸如經由氣體霧化可製造過小而無法用於諸如積層製造製程之製造製程之粉末。因此，本揭示內容之實施例可用於增加顆粒之總尺寸。例如，在一些實施例中，50百分位數之粒度可增加10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。在一些實施例中，50百分位數之粒度可增加大於10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、

約50、約60或約70%)。在一些實施例中，50百分位數之粒度可增加小於10、20、30、40、50、60或70% (或約10、約20、約30、約40、約50、約60或約70%)。

【0087】電漿氣體可特定於粉末之材料。作為實例，在不易於形成氮化物之金屬及金屬合金之狀況下，可使用氮氣。一個實例為英高鎳718 (Inconel 718)之處理，其中當其在氮電漿環境中運作時，經處理粉末不以化學方式改變且不將任何氮併入至主體粉末中。

【0088】在易於與氮氣反應之金屬及金屬合金之狀況下，可使用惰性氣體，諸如氬氣、氬氣/氮氣混合物。此外，此等惰性氣體亦可與氮氣混合，以增加電漿之均勻性。易與氮氣反應之金屬合金之實例為鈦合金Ti 6%Al-4%V (按重量計)。

【0089】在一些情況下，諸如氬氣及氬氣/氮氣混合物之惰性氣體及混合物用於避免粉末與電漿氣體之間的任何反應。在其他情況下，當經處理粉末對上文所提及之氣體不具有反應性時，可使用氮氣。

【0090】已用粉末/顆粒之修復可包括諸如自雷射燒結製程移除人工產物。此外，可移除由於例如構建線外部之雷射製程之過熱而產生之衛星球及聚結材料。形成已用顆粒之特定製程(諸如積層製程、粉末床熔合及黏合劑噴射)並非限制性的，且可對原始顆粒進行其他製程。

【0091】在一些實施例中，已用粉末/顆粒之修復可允許粉末/顆粒恢復其原始流變特性(諸如容積密度、流動性等)。實際上，在一些實施例中，已用粉末/顆粒之修復亦可改善流變特性。此可藉由經由衛星球之表面熔化及將其併入至顆粒主體中而移除表面上之任何衛星球來達成。在一些狀況下，顆粒之完全熔化將使顆粒稠密且移除任何孔隙。顆粒之完全熔

化可經由電漿之較高粉末密度及較長滯留時間來達成。此外，對粉末進行球狀化處理之事實增加其流動性。角狀形狀粉末極難流動且其流動性隨著其形狀變得更為球形而增加。圖6及圖7繪示包括處理之前的衛星球之CoCr樣品。圖8及圖9繪示微波電漿處理之後的CoCr樣品，在該處理中，移除衛星球，該處理可使流動性改善25% (或改善約25%)。圖6及圖8分別展示微波電漿處理之前及之後的相同粉末。類似地，圖7及圖9分別展示微波電漿處理之前及之後的相同粉末。在一些實施例中，衛星球可經吸收至較大顆粒中。

【0092】 衛星球可為具有所限定粒度分佈內之尺寸之主要粉末顆粒，經由燒結或其他物理製程，直徑比主要顆粒之直徑小得多的粒度分佈外之小顆粒聚結於主要粉末顆粒。

【0093】 聚結物可為兩個或兩個以上聚結以形成較大顆粒之顆粒。

【0094】 此外，修復可使修復期間之氧拾取最小化。此可藉由例如添加氫氣或還原劑、在密閉環境中運行或在高溫下運行來達成。在一些實施例中，可使用大氣壓惰性氣體。在一些實施例中，可使用低氧環境。

【0095】 在一些實施例中，可能不會改變合金組分化學物質或次要組分化學物質。在一些實施例中，可自粉末移除具有低熔化溫度之某些元素。

【0096】 在一些實施例中，先前已用粉末顆粒可為金屬或金屬合金。在一些實施例中，先前已用粉末顆粒可為鈦或鈦合金。可使用之特定鈦為Ti(稱為CpTi)、TiAl、Ti-6-4，且特定鈦材料/合金不限制本揭示內容。亦可使用其他材料，例如其他延性材料。在一些實施例中，鎳及鎳合金、鈷及鈷合金、鋼或不鏽鋼可為先前已用粉末顆粒，且特定材料不為限

制性的。在一些實施例中，可使用鎳金屬/合金，諸如英高鎳718及625超合金。在一些實施例中，可使用YSZ、MY、CoO、Al₂O₃-TiO₂、不鏽鋼316L及17-4。

【0097】 如上文所論述，用以製備進料之已用粉末可能極其複雜。

球度

【0098】 在一些實施例中，藉由電漿處理實現之最終顆粒可為球形的或球狀的，術語球形的或球狀的可互換使用。有利地，藉由使用與所揭示之不同進料中之每一者相關之關鍵及特定揭示內容，所有進料均可轉化成球形粉末。

【0099】 本揭示內容之實施例係關於製造實質上球形或球狀或已經受顯著球狀化之顆粒。在一些實施例中，球形、球狀或球狀化顆粒係指具有大於某一臨限值之球度之顆粒。可藉由以下來計算顆粒球度：使用以下方程式計算體積匹配於顆粒體積V之球體之表面積A_{s,理想}：

$$r_{理想} = \sqrt[3]{\frac{3V}{4\pi}}$$

$$A_{s,理想} = 4\pi r_{理想}^2$$

且隨後將該理想化表面積與顆粒之所量測表面積A_{s,實際}進行比較：

$$球度 = \frac{A_{s,理想}}{A_{s,實際}}。$$

【0100】 在一些實施例中，顆粒可具有大於0.5、0.6、0.7、0.75、0.8、0.9、0.91、0.95或0.99（或大於約0.5、約0.6、約0.7、約0.75、約0.8、約0.9、約0.91、約0.95或約0.99）之球度。在一些實施例中，顆粒可具有0.75或更大或0.91或更大（或約0.75或更大或約0.91或更大）之球度。在一些實施例中，顆粒可具有小於0.5、0.6、0.7、0.75、0.8、0.9、0.91、0.95或0.99（或大於約0.5、約0.6、約0.7、約0.75、約0.8、約0.9、

約0.91、約0.95或約0.99)之球度。在一些實施例中，若顆粒具有等於或高於前述球度值中之任一者之球度，則認為該顆粒為球形、球狀或球狀化的，且在一些較佳實施例中，若顆粒之球度為或約0.75或更大或為或約0.91或更大，則認為該顆粒為球形的。

【0101】 在一些實施例中，給定粉末內之所有顆粒之中值球度可大於0.5、0.6、0.7、0.75、0.8、0.9、0.91、0.95或0.99（或大於約0.5、約0.6、約0.7、約0.75、約0.8、約0.9、約0.91、約0.95或約0.99）。在一些實施例中，給定粉末內之所有顆粒之中值球度可小於0.5、0.6、0.7、0.75、0.8、0.9、0.91、0.95或0.99（或小於約0.5、約0.6、約0.7、約0.75、約0.8、約0.9、約0.91、約0.95或約0.99）。在一些實施例中，若給定粉末所量測之全部或臨限百分比(如由以下分率中之任一者所描述)之顆粒具有大於或等於前述球度中之任一者之中值球度，則認為該粉末為球狀化的，且在一些較佳實施例中，若全部或臨限百分比之顆粒具有為或約0.75或更大或為或約0.91或更大之中值球度，則認為該粉末為球狀化的。

【0102】 在一些實施例中，可高於諸如上文所描述之既定球度臨限值之粉末內的顆粒之分率可大於50%、60%、70%、80%、90%、95%或99%（或大於約50%、約60%、約70%、約80%、約90%、約95%或約99%）。在一些實施例中，可高於諸如上文所描述之既定球度臨限值之粉末內的顆粒之分率可小於50%、60%、70%、80%、90%、95%或99%（或小於約50%、約60%、約70%、約80%、約90%、約95%或約99%）。

【0103】 粒度分佈及球度可藉由任何適合之已知技術來測定，諸如藉由SEM、光學顯微法、動態光散射、雷射繞射、使用影像分析軟體之尺寸手動量測(例如相同材料段或樣品之至少三個影像之每影像約15-30次量

測)，及任何其他技術。

【0104】 在一些實施例中，僅問題顆粒(「不良顆粒」)用於所揭示製程中。例如，問題顆粒可自可用作微波電漿製程之進料而無任何其他處理(「良好顆粒」)之顆粒分離。在一些實施例中，良好顆粒及不良顆粒兩者可放入該製程中。

【0105】 諸如積層製造、熱及冷噴塗之粉末冶金製程產生大量廢棄粉末。在一些情況下，彼等粉末形態自原始新粉末改變且可包括衛星球、部分熔化污染物及/或其他污染物。彼等改變可導致粉末流動性、敲緊密度及容積密度劣化，且有時帶來諸如碳或氮之污染物，且使得已用粉末對相同製程無用。將彼等已用粉末再循環至其原始規格可提供經濟優勢及較低成本。

【0106】 在涉及已用部件之一些實施例中，已用部件可在其引入至電漿製程中之前經預處理。例如，已用部件可經篩分以移除大聚結物，且經選擇為待在電漿中處理之所要尺寸。在一些實施例中，已用部件可用水、界面活性劑、清潔劑、溶劑或任何其他化學物質(諸如酸)清潔以移除污染物。在一些實施例中，若已用部件經任何磁性材料污染，則已用部件可經磁性清潔。在一些實施例中，已用部件可經預處理以將其脫氧。在一些實施例中，可添加其他元素或化合物以補償或改進已用部件之化學物質。在一些實施例中，已用部件可經除塵以移除細粒。在一些實施例中，可不進行預處理。所有此等預處理技術亦可用於經後碾磨之粉末上。

【0107】 在碾磨材料之一些實施例中，待碾磨之材料可為鈦或鈦合金。可使用之特定鈦為Ti(稱為CpTi)、TiAl、Ti-6-4，且特定鈦材料/合金不限制本揭示內容。鈦對於碾磨可能尤其成問題，此係因為其為高延性的

且因此將僅彎曲或改變形狀，且將不會在未脆化(諸如經由氫化或低溫學)之情況下適當地分解成粉末。然而，本揭示內容之實施例可在無此類脆化製程之情況下碾磨鈦或鈦合金。此可經由理解及適當選擇待碾磨之廢料材料來進行，諸如藉由僅選擇具有特定體積/尺寸/縱橫比之材料來進行。

【0108】 亦可使用其他材料，例如其他延性材料。在一些實施例中，可使用鎳及鎳合金、鋼、不鏽鋼、銅、銅合金及哈氏合金(Hastelloy)，且特定材料不為限制性的。在一些實施例中，可使用鎳金屬/合金，諸如英高鎳718及625超合金。在一些實施例中，材料之氧含量在反應性材料之狀況下需要在數ppm至約2%之範圍內，且對於非反應性材料，需要在數ppm至約1%之範圍內。

【0109】 在碾磨材料之一些實施例中，材料可進入具有諸如加工硬化微結構之特定有利特性之碾磨程序。本揭示內容之實施例允許經加工硬化微結構一直持續至微波電漿處理，由此形成保留經加工硬化材料之最終球狀化粉末產物。此可藉由僅微波電漿處理顆粒之外表面來進行，由此保持內部經加工硬化微結構。然而，在一些實施例中，微波電漿處理一直加熱/融化顆粒，以將微結構自其原先狀態改變。

【0110】 謝樂方程式(Scherrer Equation)可用於使用全寬半高值(FWHM)計算晶粒尺寸。此可顯示對於以上製程中之任一者，諸如氣體霧化粉末之再循環、已用粉末之再循環或墳墓至搖籃製程，如何自進料之原始微結構至後電漿處理微結構達成微結構之至少部分保留。該方程式可如下所示：

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{L \cos \theta}$$

其中B：特定2θ處之弧度峰值寬度，θ：布拉格角度(Bragg angle)，

K：謝樂常數(Scherrer Constant)，值在0.62至2.08之間， λ ：所用x射線之波長，及L：平均微晶尺寸。實例如下：

對於峰值，處於 $2\theta = 22.230^\circ$ 處

K=為了立方體對稱性，假定0.94

峰值之FWHM(全寬半高值)= 4.0度

峰值之B (22.230°)= 0.06981弧度

$\lambda = 1.5406 \text{ \AA} = 0.15406 \text{ nm}$

$$L = \frac{K\lambda}{B(2\theta) \cdot \cos(\theta)} = \frac{0.94 \cdot 0.15406}{0.06981 \cdot 0.98124} = 2.114 \text{ nm}$$

【0111】 圖16繪示展示保持微結構之晶粒尺寸計算。已使用XRD光譜之各個波峰之角度來計算粉末中發現之平均微晶尺寸。如所示，粉末可以球狀化粉末中之各種晶粒尺寸存在，例如小於200、150、100、50、40、30、20、10或5 (或小於約200、150、100、50、40、30、20、10或5)奈米。

【0112】 圖17繪示預處理及後處理之不同晶粒結構。如所示，顆粒之晶粒尺寸可在球狀化之後顯著減小至奈米級。例如，GA粉末1702包含可見微尺寸晶粒。另一方面，經球磨碾磨之進料1704可包含奈米級結構，以使得微米級晶粒不可見。在一些實施例中，電漿處理球狀化粉末1706可包含奈米級結構，以使得微米級晶粒不可見。此外，圖23繪示電漿處理可如何改良微結構，諸如均勻化及減小/消除結構2302與結構2304之間的樹枝狀結構(頂部)或減小結構2306與結構2308之間的沈澱物(底部)。

【0113】 因此，經加工硬化(或其他微結構)金屬及金屬合金進料可經球狀化而不因高加熱速率影響微結構，該高加熱速率將僅熔化顆粒表面

而不影響主體，因此保持微結構。進料材料可為已在機械加工製程期間硬化之切屑，或由硬化材料製成且經碾磨至所要尺寸以用作球狀化製程之進料之大廢料塊。

【0114】 在碾磨材料之一些實施例中，碾磨機可基於規定之所要體積測定可經碾磨之材料之厚度。

【0115】 因此，在本揭示內容之一些實施例中，使用者可對可碾磨成所要體積而不使材料脆化之延性材料塊進行選擇，且隨後碾磨該材料而不必首先變脆，以產生各自具有所要體積之顆粒作為微波電漿炬之饋入材料。使用者隨後可將顆粒引入至電漿炬中，且處理粉末以在其為球狀時保持經加工硬化微結構。

【0116】 在涉及廢料之一些實施例中，在避免材料硬化之製程中碾磨由延性金屬及/或金屬合金製成之廢料。碾磨製程之延性產物隨後篩分至不同尺寸分佈，以在微波電漿熔化製程中用作球狀化之進料。為了保持進料顆粒之延性，加熱及冷卻速率可經由顆粒在電漿中及在電漿殘光中之滯留時間控制。

【0117】 所揭示製程之實施例可包括使用送粉器將粉末饋入至微波產生電漿中，其中控制功率密度、氣體流速及滯留時間。電漿中之粉末之諸如功率密度、流動速率及滯留時間的製程參數可取決於粉末材料物理特徵，諸如熔點及熱導率。功率密度可在 20 W/cm^3 至 500 W/cm^3 (或約 20 W/cm^3 至約 500 W/cm^3)範圍內。總氣體流速可在 0.1 cfm 至 50 cfm (或約 0.1 cfm 至約 50 cfm)範圍內，且滯留時間可在1毫秒(ms)至10秒(sec) (或約 1 ms 至約 10 sec)調諧。此製程參數範圍將涵蓋具有廣泛範圍之熔點及熱導率之材料的所要處理參數。

【0118】 在涉及廢料之一些實施例中，廢料可為直接來自廠區之材料。在一些實施例中，諸如油、油脂或其他材料之任何其餘污染物可在所揭示製程之前或期間(在碾磨之前、在碾磨期間或在微波電漿熔化期間)移除。

【0119】 在一些實施例中，控制氧之能力可提供優勢，例如在鈦廢料之狀況下。

【0120】 在碾磨材料之一些實施例中，碾磨可在水中進行。因此，當將鈦剪切開時，新鈦表面氧化，從而增加氧含量。

【0121】 不同環境氣體可用於不同應用。作為實例，在不易於形成氮化物之金屬及金屬合金之狀況下，可使用氮氣。一個實例為英高鎳718之處理，其中當其在氮電漿環境中運作時，經處理粉末不以化學方式改變且不將任何氮併入至主體粉末中。

【0122】 在一些實施例中，進料可具有各種形態，諸如角狀粉末、角狀晶片、不規則粉末及海綿粉。可藉由諸如但不限於研磨、碾磨、清潔、洗滌、乾燥及篩選之處理來處理進料，以符合某些尺寸、氣體含量、純度污染及化學物質準則。清潔包括移除有機、陶瓷或其他金屬污染物。

【0123】 在一些實施例中，可在本揭示內容之實施例中使用鎳或鎳合金、鋼或鋼合金、鈷或鈷合金及鈦或鈦合金，且特定材料不為限制性的。在一些實施例中，可使用陶瓷。

【0124】 在易於與氮氣反應之金屬及金屬合金之狀況下，可使用惰性氣體，諸如氬氣、氬氣/氮氣混合物。此外，此等惰性氣體亦可與氮氣混合，以增加電漿之均勻性。易與氮氣反應之金屬合金之實例為鈦合金Ti 6% Al-4% V (按重量計)。

微波電漿處理

【0125】 取決於進料初始條件，製程參數可經最佳化以獲得最大球狀化。對於各進料特徵，製程參數可經最佳化以獲得特定結果。美國專利公開案第2018/0297122號、第US 8748785 B2號及第US 9932673 B2號揭示可用於所揭示製程，特定言之用於微波電漿處理之某些處理技術。因此，美國專利公開案第2018/0297122號、第US 8748785 B2號及第US 9932673 B2號以其全文引用之方式併入，且應認為所描述技術適用於本文中所描述之進料。

【0126】 本揭示內容之一個態樣涉及一種使用微波產生電漿使金屬及金屬合金球狀化之製程。粉末進料夾帶於惰性及/或還原氣體環境中，且注入至微波電漿環境中。在注入至熱電漿(或電漿羽或排氣)中後，進料經球狀化且釋放至充滿惰性氣體之腔室中且導引至儲存其之氣密密封式轉筒中。此製程可在大氣壓下、在部分真空中或在比大氣壓略微更高之壓力下進行。在替代實施例中，該製程可在低度、中度或高度真空環境中進行。該製程可連續運行且當轉筒填滿球狀化金屬或金屬合金顆粒時更換該等轉筒。

【0127】 球狀化金屬及金屬合金之冷卻速率可經控制以策略性地影響粉末之微結構。例如， α 相鈦合金之快速冷卻促進針狀(麻田散鐵)結構。中等冷卻速率產生韋德曼微結構(Widmanstätten microstructure)，且緩慢冷卻速率形成等軸微結構。藉由控制製程參數，諸如冷卻氣體流動速率、滯留時間、冷卻氣體組成等，可控制金屬及金屬合金之微結構。形成此等結構所需之精確冷卻速率很大程度上取決於材料內合金元素之類型及數量。

【0128】 尤其當與微波電漿羽之一致且均勻加熱能力組合時，冷卻速率允許控制最終微結構。因此，以上方法可應用於處理金屬(例如，鈦及鈦合金，諸如Ti 6-4)進料。例如，儘管某些方法可使用金屬氫化物進料，但對微結構之控制不限於此。特定言之，由本發明技術產生之方法及粉末包括使用未氫化源。例如，鈦金屬及各種鈦合金可用作進料源。可壓碎或碾磨此等材料以產生在微波電漿炬內處理之顆粒。

【0129】 冷卻處理參數包含但不限於冷卻氣體流動速率、熱區中之球狀化顆粒之滯留時間及冷卻氣體之組成或構成。例如，可藉由增加冷卻氣體之流動速率來增加顆粒之冷卻速率或驟冷速率。冷卻氣體流過離開電漿之球狀化顆粒愈快，驟冷速率愈高，由此允許某些所要微結構經鎖定。亦可調整電漿之熱區內之顆粒的滯留時間以提供對所得微結構之控制。亦即，顆粒暴露於電漿之時間長度判定顆粒(亦即，相比於顆粒之最內部部分或核心，熔化之顆粒之表面)之熔化程度。因此，熔化程度影響固化所需之冷卻程度，且因此其為冷卻製程參數。取決於顆粒熔化程度，可將微結構變化併入整個顆粒或僅其部分中。可藉由調整熱區內之顆粒注入速率及流動速率(及條件，諸如層流或擾流)之此類操作變數來調整滯留時間。設備改變亦可用於調整滯留時間。例如，可藉由改變熱區之截面積來調整滯留時間。

【0130】 可經改變或控制之另一冷卻處理參數為冷卻氣體之組成。某些冷卻氣體比其他冷卻氣體更具導熱率。例如，認為氦氣為高度導熱氣體。冷卻氣體之熱導率愈高，球狀化顆粒可冷卻/驟冷愈快。藉由控制冷卻氣體之組成(例如，控制高度導熱氣體與較低導熱氣體之數量或比率)，可控制冷卻速率。

【0131】 如冶金中已知，金屬之微結構由金屬之組成及材料之加熱及冷卻/驟冷判定。在本發明技術中，藉由選擇(或知曉)進料材料之組成，且隨後將進料暴露於具有如由微波電漿炬提供之均勻溫度分佈及對此處之控制的電漿，隨後選擇且控制冷卻參數，達成對球狀化金屬顆粒之微結構之控制。另外，金屬材料之相取決於進料材料之組成(例如，合金元素之純度、組成等)以及熱處理。鈦具有兩種不同相，稱為 α 相(其具有六方密積晶體結構)及 β 相(其具有體心立方結構)。鈦亦可具有混合 $\alpha + \beta$ 相。不同晶體結構產生不同力學響應。因為鈦為同素異形的，所以其可經熱處理以產生 α 及 β 相之特定含量。所要微結構不僅為對晶粒(例如，麻田散鐵與等軸)之描述，且亦為不同相位在整體中之量及位置。

【0132】 在一個例示性實施例中，在粉末金屬饋料周圍惰性氣體不斷地吹掃，以在粉末進料斗內移除氧氣。隨後將連續體積之粉末饋料夾帶在惰性氣體內，且饋入至微波產生電漿中，以用於脫氫或用於球狀化顆粒之組成/維持純度。在一個實例中，微波產生電漿可使用微波電漿炬產生，如美國專利公開案第US 2013/0270261號，及/或美國專利第8,748,785號、第9,023,259號、第9,259,785號及第9,206,085號中所描述，其各自特此以全文引用之方式併入。在一些實施例中，顆粒暴露於微波產生電漿內之4,000 K與8,000 K之間的均勻溫度分佈。在一些實施例中，顆粒暴露於微波產生電漿內之3,000 K與8,000 K之間的均勻溫度分佈。在電漿炬內，迅速加熱且熔化粉末顆粒。液體對流加速整個熔化顆粒中之 H_2 擴散，將氫氣(H_2)連續地帶入至其離開顆粒之液體金屬氫化物之表面，從而相對於固態製程降低各顆粒需要處於製程環境內之時間。當該製程內之顆粒夾帶於諸如氫氣之惰性氣體內時，顆粒之間的接觸一般極少，

從而極大地減少顆粒聚結之發生。因此極大地減少或消除對後製程篩分之需要，且所得粒度分佈可實際上與輸入饋入材料之粒度分佈相同。在例示性實施例中，饋入材料之粒度分佈在最終產物中得以維持。

【0133】 在電漿、電漿羽或排氣內，由於液體表面張力，熔化金屬固有地經球狀化。當微波產生電漿呈現實質上均勻溫度分佈時，可達成超過90%之顆粒球狀化(例如，91%、93%、95%、97%、99%、100%)。在離開電漿之後，顆粒在進入收集箱之前經冷卻。當收集箱裝滿時，在不停止製程之情況下，可將其移除且按需要用空箱替換。

【0134】 在一個例示性實施例中，在粉末金屬饋料周圍惰性氣體不斷地吹掃，以在粉末進料斗內移除氧氣。隨後將連續體積之粉末饋料夾帶在惰性氣體內，且饋入至微波產生電漿中，以用於球狀化顆粒之組成/維持純度。在一個實例中，微波產生電漿可使用微波電漿炬產生，如美國專利公開案第US 2013/0270261號，及/或美國專利第8,748,785號中所描述，其各自特此以全文引用之方式併入。在一些實施例中，顆粒暴露於微波產生電漿內之4,000 K與8,000 K之間的均勻溫度分佈。在電漿炬內，迅速加熱且熔化粉末顆粒。當該製程內之顆粒夾帶於諸如氬氣之惰性氣體內時，顆粒之間的接觸一般極少，從而極大地減少顆粒聚結之發生。因此極大地減少或消除對後製程篩分之需要，且所得粒度分佈可實際上與輸入饋入材料之粒度分佈相同。在例示性實施例中，饋入材料之粒度分佈在最終產物中得以維持。

【0135】 在電漿內，由於液體表面張力，熔化金屬固有地經球狀化。當微波產生電漿呈現實質上均勻溫度分佈時，可達成超過90%之顆粒球狀化(例如，91%、93%、95%、97%、99%、100%)。在實施例中，球

狀化及調適(例如改變、操控、控制)微結構兩者藉由用微波產生電漿處理來闡述或在一些情況下部分地控制。在離開電漿之後，顆粒在進入收集箱之前經冷卻。當收集箱裝滿時，在不停止製程之情況下，可將其移除且按需要用空箱替換。

【0136】 圖10為繪示根據本揭示內容之實施例之製造球形粉末的例示性方法(250)之流程圖。在此實施例中，製程(250)藉由將饋入材料引入至電漿炬中(255)開始。在一些實施例中，電漿炬為微波產生電漿炬或RF電漿炬。在電漿炬內，將饋入材料暴露於電漿，從而引起材料熔化，如上文所描述(260)。熔化材料因表面張力經球狀化，如上文所論述(260b)。離開電漿之後，產物冷卻且固化，鎖定為球形形狀，且隨後加以收集(265)。

【0137】 如上文所論述，電漿炬可為微波產生電漿或RF電漿炬。在一個實例實施例中，AT-1200旋轉送粉器(可獲自Thermach公司)允許對粉末之饋入速率進行良好控制。在一替代實施例中，可使用諸如流體化床進料器之其他適合手段將粉末饋入至電漿中。可以恆定速率引入饋入材料，且可調節速率使得顆粒在後續處理步驟期間不聚結。在另一個例示性實施例中，首先根據其直徑對待處理之饋入材料進行篩分和分類，最小直徑為1微米(μm)，且最大直徑為22 μm ，或最小為5 μm ，且最大為15 μm ，或最小為15 μm ，且最大為45 μm ，或最小為22 μm ，且最大為44 μm ，或最小為20 μm 至最大為63 μm ，或最小為44 μm ，且最大為70 μm ，或最小為70 μm ，且最大為106 μm ，或最小為105 μm 至最大為150 μm ，或最小為106 μm ，且最大為300 μm 。如應瞭解，僅出於說明性目的而提供此等上限及下限值，且可在其他實施例中使用替代尺寸分佈值。此消除電漿熱區

上方之光粒子之再循環，且亦確保存在於電漿中之製程能量足以在不蒸發之情況下熔化顆粒。預篩選允許高效分配在不蒸發材料之情況下熔化顆粒所必需之微波功率。

【0138】 在一些實施例中，箱之環境及/或密封要求經謹慎地控制。亦即，為防止粉末之污染或潛在氧化，根據應用調適箱之環境及/或密封。在一個實施例中，箱處於真空下。在一個實施例中，箱在充滿根據本發明技術產生之粉末之後為氣密密封式的。在一個實施例中，箱用諸如氬氣之惰性氣體回填。因為製程之連續性質，所以一旦箱裝滿，則在不停止電漿製程之情況下，可將其移除且按需要用空箱替換。

【0139】 根據本揭示內容之方法及製程可用於製備球形金屬粉末或球形金屬合金粉末。例如，若起始饋入材料為鈦材料，則所得粉末將為球形鈦粉末。若起始饋入材料為鈦合金材料，則所得粉末將為球形鈦合金粉末。在一個實施例中，其特徵為使用起始鈦合金材料，所得球形鈦合金粉末包含Ti Al6-V4之球狀化顆粒，具有4重量%至7重量%鋁(例如，5.5至6.5% Al) (或約4%至約7%，或約5.5%至約6.5%)及3重量%至5重量%鈮(例如，3.5至4.5%鈮) (或約3%至約5%，或約3.5至約4.5%)。在一些實施例中，材料可具有在此段落中所列之wt.%之10% (+/- 10%)內的組成。在一些實施例中，饋入材料可為Ti Al6-V4 (或Ti-6-4)，且其中熔化及球狀化處理經控制，以使得球狀化粉末包含如本文所論述之Ti Al6-V4。例如，在一些實施例中，初始進料及最終粉末兩者為Ti Al6-V4。在一些實施例中，起始進料及最終粉末可具有不同組成，但仍在本文所論述之Ti Al6-V4內。在一些實施例中，起始進料及最終粉末可具有不同組成。

【0140】 在一些實施例中，諸如微波電漿處理之本文所論述之處理

可經控制以防止及/或最小化鋁在熔化期間逸出進料，從而可維持所要組成/微結構。

【0141】 圖11繪示根據本發明之實施例之可用於製造球狀金屬或金屬合金粉末的例示性微波電漿炬2。如上文所論述，可將金屬饋入材料9、10引入至微波電漿炬3中，該微波電漿炬維持微波產生電漿11。在一個實施例中，夾帶氣流及鞘流(向下箭頭)可經由入口5注入，以在電漿11經由微波輻射源1引燃之前在電漿炬內產生流動條件。在一些實施例中，夾帶流及鞘流兩者均為軸對稱及層狀的，而在其他實施例中，氣流為渦漩的。將饋入材料9軸向地引入至微波電漿炬中，其中該等饋入材料係由朝向電漿導引材料之氣流夾帶。如上文所論述，氣流可由諸如氦氣、氖氣、氬氣等之元素週期表之惰性氣體列組成。在微波產生電漿內，使饋入材料熔化以便使材料球狀化。入口5可用於引入製程氣體以沿軸12朝向電漿11夾帶且加速顆粒9、10。首先，顆粒9係由使用經由電漿炬內之環狀隙產生之核心層狀氣流(上部箭頭集)之夾帶來加速。第二層流(下部箭頭集)可經由第二環狀隙產生，以為介電質炬3之內壁提供層狀鞘，以保護其免受由於來自熱區6及電漿11之熱輻射產生之熔化。在例示性實施例中，層流沿儘可能接近軸12之路徑將顆粒9、10導引向電漿11，從而在電漿內將該等顆粒暴露於實質上均勻溫度。在一些實施例中，存在適合之流動條件以使顆粒10不到達電漿炬3之內壁，在該內壁處可發生電漿附著。顆粒9、10由氣流導引朝向微波電漿11，其中顆粒9、10各自經歷均勻熱處理。可調整微波產生電漿之各種參數以及顆粒參數以便達成所要結果。此等參數可包括微波功率、饋入材料尺寸、饋入材料插入率、氣體流動速率、電漿溫度、滯留時間及冷卻速率。在一些實施例中，冷卻或驟冷速率在離開電

漿11時不小於 $10^{+3}^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 。如上文所論述，在此特定實施例中，氣流為層狀的；然而，在替代實施例中，可使用渦流或擾流將饋入材料導向電漿。

【0142】圖12A-B繪示例示性微波電漿炬，其包括側進料斗而非圖11之實施例中所示之頂部進料斗，因此允許下游進料。因此，在此實施方式中，進料係在微波電漿炬施料器之後注入，以用於在微波電漿炬之「羽流」或「排氣」中進行處理。因此，相對於關於圖11論述之頂饋入(或上游饋入)，微波電漿炬之電漿在電漿炬之出口端處嚙合以允許進料之下游饋入。此下游進料可有利地延長炬之壽命，此係因為熱區6自在熱區襯裏之壁上沈積之任何材料無限地保留。此外，其允許經由精確定向溫度水準及滯留時間在適合於粉末之最佳熔化之溫度下在下游嚙合電漿羽。例如，存在使用含有電漿羽之驟冷容器中之微波粉末、氣流及壓力來標示羽流之長度之能力。另外，下游方法可允許替代地使用線狀進料來產生球狀化材料，該等線狀進料諸如可包括鋁、英高鎳、鈦、鉬、鎢及銻之金屬。此球狀化方法可應用於陶瓷及金屬兩者。

【0143】一般而言，下游球狀化方法可利用兩個主要硬體組態以建立穩定電漿羽，該等主要硬體組態為：諸如美國專利公開案第2018/0297122號中所描述之環狀炬，或US 8748785 B2及US 9932673 B2中所描述之渦漩狀炬。圖12A及圖12B兩者均展示可用環狀炬或渦漩狀炬實施之方法之實施例。在電漿炬之出口處與電漿羽緊密結合之饋入系統用於軸對稱地饋入粉末以保持製程均勻性。其他饋入組態可包括電漿羽周圍之一個或若干個個別饋入噴嘴308。進料粉末可自任何方向進入電漿中且可在電漿周圍 360° 饋入。進料粉末可在沿電漿羽長度之特定位置進入電漿，其中已量測特定溫度且針對顆粒之充分熔化估計滯留時間。熔化顆粒

離開電漿至密封腔室中，在該密封腔室中，其經驟冷，隨後收集。

【0144】 可將金屬饋入材料314引入至微波電漿炬302中。料斗306可用於在將金屬饋入材料314饋入至微波電漿炬302、羽流或排氣中之前儲存金屬饋入材料314。饋入材料314可以相對於電漿炬302之縱向之任何角度(5、10、15、20、25、30、35、40、45、50或55度)注入。在一些實施例中，進料可以大於5、10、15、20、25、30、35、40、45、50或55度之角度注入。在一些實施例中，進料可以小於5、10、15、20、25、30、35、40、45、50或55度之角度注入。在替代實施例中，進料可以沿著電漿炬之縱軸注入。可經由波導304將微波輻射引入至電漿炬中。將饋入材料314饋入至電漿腔室310中且置放成與電漿炬302產生之電漿接觸。當與電漿、電漿羽或電漿排氣接觸時，饋入材料熔化。當仍處於電漿腔室310中時，饋入材料314在經收集至容器312中之前冷卻且固化。或者，饋入材料314可在仍處於熔相之同時離開電漿腔室310且在電漿腔室外部冷卻且固化。在一些實施例中，可使用驟冷腔室，其可或不使用正壓。雖然與圖11分開地描述，但圖12A-B之實施例應理解為使用與圖11之實施例類似之部件及條件。

【0145】 在一些實施例中，下游注入方法之實施方式可使用下游渦漩、擴展型球狀化或驟冷。下游渦漩係指可在電漿炬下游引入以保持來自管壁之粉末之其他渦漩組分。擴展型球狀化係指給予粉末更長滯留時間之擴展型電漿腔室。在一些實施方式中，其可不使用下游渦漩、擴展型球狀化或驟冷。在一些實施例中，其可使用下游渦漩、擴展型球狀化或驟冷中之一者。在一些實施例中，其可使用下游渦漩、擴展型球狀化或驟冷中之兩者。

【0146】自下方注入粉末可引起微波區中之電漿-管塗層之減少或消除。當塗層變得過於重要時，屏蔽微波能量不讓其進入電漿熱區且減少電漿耦合。有時，電漿可甚至熄滅且變得不穩定。電漿強度降低意謂粉末之球狀化水準降低。因此，藉由在微波區下方饋入進料且在電漿炬之出口處嚙合電漿羽，消除此區中之塗層且經由允許充分球狀化之製程達至電漿耦合處之微波粉末保持恆定。

【0147】因此，有利地，下游方法可允許該方法進行長持續時間，此係因為塗層問題減少。此外，下游方法使能夠注入更多粉末，儘管不需要使塗層最小化。

【0148】圖13繪示製造具有調適或所要微結構之球狀化鈦顆粒之例示性方法(500)。方法500包括若干處理步驟以處理諸如鈦饋入材料(例如鈦或鈦合金)之金屬饋入材料，以產生具有所要微結構之球狀化金屬顆粒。在步驟510中，將包含顆粒之金屬(例如，鈦基)饋入材料饋入至電漿炬中。顆粒可由壓碎、粉碎或碾磨進料材料製造。一般而言，進料顆粒具有1微米與300微米之間的平均粒度。在步驟515中，將進料顆粒暴露於微波產生電漿中以至少熔化顆粒之表面部分。顆粒之熔化部分允許顆粒之球狀化。在步驟520中，將球狀化顆粒暴露於諸如氦氣、氮氣、氬氣或其組合/混合物之惰性氣體中。在步驟525中，設定及維持冷卻處理變數/條件以達成所要微結構。例如，在整個顆粒均需要麻田散鐵微結構之實施例中，設定冷卻處理條件以用於快速冷卻。因此，選擇熱區中之顆粒之滯留時間以允許整個進料顆粒之熔化，將冷卻氣體流動速率設定成最快速率，且將形成冷卻氣體之組成之氬氣的量設定成最大可用量。在將球狀化顆粒暴露於所選冷卻條件之後，在步驟530中收集球形粉末。

【0149】圖14繪示改進金屬進料材料以具有球狀化形狀及所要微結構之例示性方法(600)。方法600包括若干處理步驟以處理諸如鈦饋入材料(例如鈦或鈦合金)之金屬饋入材料，以產生具有所要微結構之球狀化金屬顆粒。在此方法中，知曉進料之化學組成(例如，99.9%純鈦、Ti-6Al-4V等)與對熱處理條件之控制組合使用以達成不同於金屬進料材料之具有所要微結構之球狀顆粒。在步驟610中，選擇或分析Ti基進料材料之組成以判定其組成。在步驟615中，測定最終產物之所要微結構。例如，可判定在整個球狀化顆粒中， α -相99%純Ti等軸微結構為所要的。因此，將需要比用於產生麻田散鐵微結構之冷卻速率更慢之冷卻速率。將基於進料材料之組成選擇冷卻處理參數(步驟620)，諸如冷卻氣體流動速率、滯留時間及/或冷卻氣體之組成以達成此類微結構。一般而言，最終產物之微結構將不同於原始進料材料。亦即，本發明方法之優點為能夠有效地處理饋入材料，以產生具有所要微結構之球狀化顆粒。在選擇或判定冷卻參數之後，在步驟625中，在微波產生電漿中熔化進料顆粒以使顆粒球狀化。將球狀化顆粒暴露於惰性氣體(步驟630)中且應用所判定或選擇之冷卻參數以形成所要微結構。

【0150】球狀化顆粒(最終產物)之所要微結構可經調適以滿足其用途之需求及材料特徵。例如，所要微結構可為提供改善延性(一般與 α -相關)之微結構。在另一實例中，所要微結構可與包括 $\alpha + \beta$ 相或具有 β 相島之 α 區或具有 α 相島之 β 區相關。在不希望受理論束縛之情況下，咸信當微波產生電漿具有均勻溫度分佈、對熱區之精細控制及選擇且調整冷卻處理參數之能力時，本揭示內容之方法允許控制球狀化顆粒之相。

【0151】使用本發明技術之方法，可產生各種微結構、晶體結構及

具有不同微結構及/或晶體結構之區域。因此，可有效生產新球狀鈦顆粒。例如，由於控制熱區及冷卻處理參數之能力，本發明技術允許操作員在球狀顆粒內產生多個區域。圖15展示此類實施例。此圖繪示具有兩個不同區域之球狀顆粒。外區或殼區715及內核710。此顆粒之原始鈦饋入材料為純鈦 α -相粉末。將饋入材料在一定條件(溫度、滯留時間等)下暴露於電漿，以使得僅顆粒之表面部分熔化，從而使得可發生球狀化。施加之冷卻速率允許殼區之轉化經轉化為 β -相，而使核保持 α -相。在一些實施例中，對於Ti-6-4，殼及內核均為Ti-6-4。在一些實施例中，保持核組成/微結構，諸如保持Ti-6-4，且可改變殼組成/微結構。

【0152】 在另一實施例中(未示出)，可熔化整個進料顆粒且可選擇且應用冷卻參數以產生具有與進料材料相同相(例如，保持 α -相)或經轉化成新相或相混合物之晶體結構。類似地，可選擇且應用冷卻處理參數以產生球狀顆粒，其在整個顆粒中具有相同微結構或兩個或兩個以上區域(例如，殼區、核區)中具有各種微結構。

其他編號實施例

【0153】 本揭示內容之某些實施例涵蓋於本說明書結束時呈現之申請專利範圍中或稍後日期中呈現之其他申請專利範圍中。其他實施例涵蓋於以下編號實施例集中：

實施例1. 一種自廢金屬部件或已用金屬部件製造球狀化粉末之方法，該方法包含：

將藉由碾磨或壓碎廢金屬部件或已用金屬部件獲得之金屬顆粒引入至微波電漿炬中；及

在該微波電漿炬內對該等金屬顆粒進行熔化及球狀化處理，以形成

球狀化粉末。

實施例2. 如實施例1之方法，其中該等經碾磨或壓碎顆粒具有所要粒度分佈。

實施例3. 如實施例2之方法，其中該所要粒度分佈為15至63微米。

實施例4. 如實施例1之方法，其中該等經碾磨或壓碎顆粒具有所要範圍之顆粒體積。

實施例5. 如前述實施例中任一項之方法，其中在未使該等廢金屬部件或已用金屬部件脆化之情況下將該等顆粒碾磨或壓碎。

實施例6. 如前述實施例中任一項之方法，其進一步包含碾磨或壓碎該等廢金屬部件或已用金屬部件以產生該等金屬顆粒。

實施例7. 如前述實施例中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含鈦或鈦合金。

實施例8. 如實施例1至7中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含鎳或鎳合金。

實施例9. 如實施例1至7中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含鈷或鈷合金。

實施例10. 如實施例1至7中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含鋼或鋼合金。

實施例11. 如實施例1至7中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含延性金屬或金屬合金。

實施例12. 如前述實施例中任一項之方法，其中該等金屬顆粒包含由減法製造產生之碾磨切屑。

實施例13. 如實施例1至11中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或

已用金屬部件包含尖銳切屑、鋸屑、研磨屑、研磨細粒及/或清洗管路細粒。

實施例14. 如前述實施例中任一項之方法，其中該等金屬顆粒包含該熔化及球狀化處理之後至少部分保持之經加工硬化微結構。

實施例15. 如前述實施例中任一項之方法，其中該等金屬顆粒僅部分地經表面熔化。

實施例16. 一種自廢金屬部件或已用金屬部件製造球狀化粉末之方法，該方法包含：

提供包含鈦、鈦合金或其他延性金屬或延性金屬合金之廢金屬部件或已用金屬部件；

碾磨該等廢金屬部件或已用金屬部件以產生適用作微波電漿製程中之進料之預定顆粒體積範圍內的金屬顆粒，其中選擇該等廢金屬部件或已用金屬部件進行碾磨以具有將使得在該預定顆粒體積範圍內對金屬顆粒進行後碾磨之尺寸及/或縱橫比，其中該碾磨在未使該等廢金屬部件或已用金屬部件脆化之情況下進行；及

將該微波電漿製程應用於該測定顆粒體積範圍內之該等金屬顆粒，以形成球狀化粉末。

實施例17. 如實施例16之方法，其進一步包含選擇具有適合於碾磨至該測定顆粒體積範圍之尺寸及/或縱橫比之該等廢金屬部件或已用金屬部件的部分。

實施例18. 如實施例16或17之方法，其中該測定顆粒體積範圍在15與63微米之間。

實施例19. 如實施例16至18中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或

已用金屬部件包含在應用該微波電漿製程之後保持於該球狀化粉末中之經加工硬化微結構。

實施例20. 如實施例16至19中任一項之方法，其中該碾磨在水中進行。

實施例21. 如實施例16至20中任一項之方法，其進一步包含在積層製造製程中處理該球狀化粉末。

實施例22. 如實施例16至21中任一項之方法，其包含在未藉由氫化或應用低溫學來使該等廢金屬部件或已用金屬部件脆化之情況下碾磨該等廢金屬部件或已用金屬部件。

實施例23. 如實施例16至22中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含由減法製造產生之切屑。

實施例24. 如實施例16至23中任一項之方法，其中該等廢金屬部件或已用金屬部件包含Ti-6-4。

實施例25. 一種積層製造之方法，其包含使用由如實施例16至24中任一項產生之球狀化粉末。

實施例26. 一種雷射床熔合之方法，其包含使用由如實施例16至24中任一項產生之球狀化粉末。

實施例27. 一種電子束製造之方法，其包含使用由如實施例16至24中任一項產生之球狀化粉末。

實施例28. 一種金屬射出成型之方法，其包含使用由如實施例15至23中之任一項產生之球狀化粉末。

實施例29. 一種自廢金屬部件或已用金屬部件製造球狀化粉末之方法，該方法包含：

提供廢金屬部件或已用金屬部件；

碾磨該等廢金屬部件或已用金屬部件以產生適用作微波電漿製程中之進料之預定顆粒體積範圍內的金屬顆粒，其中選擇該等廢金屬部件或已用金屬部件進行碾磨以具有將使得在該預定顆粒體積範圍內對金屬顆粒進行後碾磨之尺寸及/或縱橫比，其中該碾磨在未使該等廢金屬部件或已用金屬部件脆化之情況下進行；及

將該微波電漿製程應用於該測定顆粒體積範圍內之該等金屬顆粒，以形成球狀化粉末。

實施例30. 一種根據如實施例1至24或29中任一項之方法製造之球狀化粉末。

實施例31. 一種自己用粉末製造球狀化粉末之方法，該方法包含：

將先前已用粉末顆粒引入至微波電漿炬中；及

在該微波電漿炬內對該等先前已用粉末顆粒進行熔化及球狀化處理，以形成球狀化粉末顆粒。

實施例32. 如實施例31之方法，其中該等先前已用粉末顆粒具有所要粒度分佈。

實施例33. 如實施例31至32中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含衛星球，其中在該熔化及球狀化處理期間移除該等衛星球。

實施例34. 如實施例31至33中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含聚結物，其中在該熔化及球狀化處理期間移除該等聚結物。

實施例35. 如實施例31至34中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含污染物，其中在該熔化及球狀化處理期間移除該等污染物。

實施例36. 如實施例31至35中任一項之方法，其中該等先前已用粉末

顆粒包含金屬或金屬合金。

實施例37. 如實施例31至36中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含鈦或鈦合金。

實施例38. 如實施例31至36中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含鎳或鎳合金。

實施例39. 如實施例31至36中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含延性金屬或金屬合金。

實施例40. 如實施例31至36中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含鈷或鈷合金。

實施例41. 如實施例31至36中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含鋼及鋼合金。

實施例42. 如實施例31至36中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒包含陶瓷。

實施例43. 如實施例31至42中任一項之方法，其中該熔化及球狀化處理改善該等先前已用粉末顆粒之流動性。

實施例44. 如實施例31至43中任一項之方法，其中該熔化及球狀化處理增加該等先前已用粉末顆粒之密度。

實施例45. 如實施例31至44中任一項之方法，其中在該熔化及球狀化處理期間碳、氮及/或其他污染物自該等先前已用粉末顆粒移除。

實施例46. 如實施例31至45中任一項之方法，其中在該熔化及球狀化處理期間使用稀有氣體、氬氣、氬氣與氫氣之混合物或氮氣。

實施例47. 如實施例31至46中任一項之方法，其中該等先前已用粉末顆粒由積層製造製程形成。

實施例48. 如實施例47之方法，其中該積層製造製程包含雷射燒結、電子束熔化、長絲熔合沈積、定向能量沈積、粉末床熔合或黏合劑噴射。

實施例49. 如實施例31至48中任一項之方法，其中在該熔化及球狀化處理之後該球狀化粉末顆粒保持與該先前已用粉末顆粒相同之流變特性。

實施例50. 如實施例31至49中任一項之方法，其中在該球狀化粉末顆粒中，小於10 wt%之合金組分化學物質及/或次要組分化學物質與該先前已用粉末顆粒相同。

實施例51. 如實施例31至50中任一項之方法，其中該先前已用粉末顆粒實質上僅包含非球狀顆粒。

實施例52. 如實施例31至50中任一項之方法，其中該先前已用粉末顆粒實質上僅包含具有衛星球、污染物及/或聚結物之顆粒。

實施例53. 如實施例31至50中任一項之方法，其中該先前已用粉末顆粒包含非球狀顆粒及球狀顆粒，而不具有任何衛星球、污染物及/或聚結物。

實施例54. 一種自包含脫氫或未氫化鈦或鈦合金之饋入材料製造球狀化粉末之方法，該方法包含：

將包含脫氫或未氫化鈦或鈦合金顆粒之饋入材料引入至微波電漿炬中；及

在由該微波電漿炬產生之電漿內對該等顆粒進行熔化及球狀化處理，以形成球狀化粉末。

實施例55. 如實施例54之方法，其中該饋入材料包含由氫化-脫氫(HDH)製程處理之鈦或鈦合金顆粒。

實施例56. 如實施例54至55中任一項之方法，其中該球狀化粉末包含

中值球度為至少0.75之顆粒。

實施例57. 如實施例54至56中任一項之方法，其中該球狀化粉末包含中值球度為至少0.91之顆粒。

實施例58. 如實施例54至57中任一項之方法，其中該球狀化粉末具有15至45微米之粒度分佈。

實施例59. 如實施例54至58中任一項之方法，其中該球狀化粉末具有45至105微米之粒度分佈。

實施例60. 如實施例54至59中任一項之方法，其進一步包含將該等球狀化顆粒暴露於惰性氣體。

實施例61. 如實施例54至60中任一項之方法，其進一步包含設定一或多個冷卻處理變數以調適該等球狀化顆粒之微結構。

實施例62. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數包含選擇且控制冷卻氣體流動速率。

實施例63. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數包含選擇且控制饋入材料顆粒在該電漿內之滯留時間。

實施例64. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數包含選擇且控制冷卻氣體組成。

實施例65. 如實施例64之方法，其中選擇該冷卻氣體組成以提供高熱導率。

實施例66. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數以在該球狀化顆粒中產生麻田散鐵微結構。

實施例67. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數以在該球狀化顆粒中產生韋德曼微結構。

實施例68. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數以在該球狀化顆粒中產生等軸微結構。

實施例69. 如實施例61之方法，其中設定一或多個冷卻處理變數以產生至少兩個區域，每個區域具有不同微結構。

實施例70. 如實施例69之方法，其中該等至少兩個區域包括核心部分及表面部分。

實施例71. 如實施例70之方法，其中該表面部分具有不同於該饋入材料微結構之微結構。

實施例72. 如實施例54至71中任一項之方法，其中該顆粒之熔化及球狀化處理發生在約4,000 K與8,000 K之間的實質上均勻溫度分佈內。

實施例73. 如實施例54至71中任一項之方法，其中該饋入材料具有不小於1.0微米且不大於300微米之粒度。

實施例74. 如實施例54至71中任一項之方法，其中該饋入材料包含Ti-6-4，且其中控制該熔化及球狀化處理以使得該球狀化粉末包含Ti-6-4。

實施例75. 一種根據如實施例31至74中任一項之方法製造之球狀化粉末。

【0154】 根據前述描述，應瞭解，將獨特進料轉化為球狀化粉末之本發明處理方法得以揭示。雖然已在一定程度特殊性之情況下描述若干組分、技術及態樣，但顯然可在不脫離本揭示內容之精神及範疇之情況下在上文所描述之本文特定設計、構造及方法中做出許多改變。

【0155】 在單獨實施方式之情境中描述於本揭示內容中之某些特徵亦可在單一實施方式中以組合形式實施。相反地，在單一實施方式之情境

下所描述之各種特徵亦可分別在多個實施方式中或以任何適合之子組合實施。此外，儘管上文可將特徵描述為以某些組合起作用，但來自所主張之組合之一或多個特徵在一些狀況下可自該組合刪除，且可主張該組合為任何子組合或任何子組合之變化形式。

【0156】 此外，雖然方法可以特定次序在圖式中描繪或在說明書中描述，但無需以所展示之特定次序或以順序次序進行此等方法，且為達成所要結果，無需進行該等所有方法。未描繪或描述之其他方法可併入於實例方法及製程中。例如，一或多種其他方法可在所描述方法中之任一者之前、之後、同時或之間進行。此外，在其他實施方式中，可對該等方法進行重新排列或重新排序。此外，不應將上文所描述之實施方式中之各種系統組分之分離理解為在所有實施方式中需要此分離，且應理解，所描述之組分及系統可通常一同整合於單一產物中或封裝至多個產物中。另外，其他實施方式係在本揭示內容之範疇內。

【0157】 除非在所使用之情境內另外特定陳述或另外理解，否則諸如「可(can)」、「可(could)」、「可(might)」或「可(may)」之條件性語言大體上意欲傳達某些實施例包括或不包括某些特徵、元素及/或步驟。因此，此類條件性語言大體上並不意欲暗示特徵、元素及/或步驟無論如何為一或多個實施例所需的。

【0158】 除非另外特定陳述，否則在所使用之情境中，將諸如片語「X、Y及Z中之至少一者」之連結性語言通常另外理解為傳達項、術語等，可為X、Y或Z。因此，此連結性語言通常並不意欲暗示某些實施例需要X中之至少一者、Y中之至少一者及Z中之至少一者之存在。

【0159】 本文中所使用之程度語言，諸如本文中所使用之術語「大

約」、「約」、「大體上」及「實質上」表示接近於仍進行所要功能或達成所要結果之陳述值、量或特徵之值、量或特徵。例如，術語「大約」、「約」、「大體上」及「實質上」可指在所陳述量之小於或等於10%內、在小於或等於5%內、在小於或等於1%內、在小於或等於0.1%內，及在小於或等於0.01%內之量。若所陳述量為0(例如，無，不具有)，則上述範圍可為特定範圍，且不在該值之特定%內。例如，在所陳述量之小於或等於10 wt./vol.%內、在小於或等於5 wt./vol.%內、在小於或等於1 wt./vol.%內、在小於或等於0.1 wt./vol.%內，及在小於或等於0.01 wt./vol.%內。

【0160】 本文中結合各種實施例之任何特定特徵(feature)、態樣、方法、特性、特徵(characteristic)、品質、屬性、元素或其類似者之揭示內容可用於本文中所闡述之所有其他實施例中。另外，應認識到，可使用適合於進行所述步驟之任何裝置來實踐本文中所描述之任何方法。

【0161】 雖然已詳細描述多個實施例及其變化形式，但對於熟習此項技術者而言，其他修改及使用該等修改之方法將為顯而易見的。因此，應理解，在不脫離本文中之獨特及創新性揭示內容或申請專利範圍之範疇之情況下，各種應用、修改、材料及替代可由等效物構成。

【符號說明】

【0162】

- 1: 微波輻射源
- 2: 例示性微波電漿炬
- 3: 微波電漿炬/介電質炬/電漿炬
- 5: 入口
- 6: 熱區

9: 金屬饋入材料/饋入材料/顆粒
10: 金屬饋入材料/顆粒
11: 微波產生電漿/微波電漿/電漿
12: 軸
100: 製程
102: 區塊
104: 區塊
106: 區塊
108: 區塊
110: 區塊
112: 區塊
114: 區塊
200: 製造球狀化鈦粉末/HDH製程
201: 製程流程
205: 步驟a
210: 步驟b
215: 步驟c
220: 步驟d
225: 步驟e
230: 步驟f
235: 步驟g
240: 步驟h
250: 例示性方法/製程

255: 步驟
260: 步驟
260b: 步驟
265: 步驟
302: 微波電漿炬/電漿炬
304: 波導
306: 料斗
308: 噴嘴
310: 電漿腔室
312: 容器
314: 金屬饋入材料/饋入材料
500: 例示性方法/方法
510: 步驟
515: 步驟
520: 步驟
525: 步驟
530: 步驟
600: 例示性方法/方法
610: 步驟
615: 步驟
620: 步驟
625: 步驟
630: 步驟

635: 步驟

710: 內核

715: 外區或殼區

1702: GA粉末

1704: 經球磨碾磨之進料

1706: 電漿處理球狀化粉末

1802: 先前已用粉末

1804: 球狀化粉末

1902: 100×放大率下由氣體霧化製程形成之粉末

1904: 1000×放大率下由氣體霧化製程形成之粉末

2102: 100×放大率下由本揭示內容之實施例形成之粉末

2104: 1000×放大率下由本揭示內容之實施例形成之粉末

2302: 結構

2304: 結構

2306: 結構

2308: 結構

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種自先前由氣體霧化製程製造之粉末製造球狀化粉末之方法，該方法包含：

將先前由氣體霧化製程製造之粉末引入微波電漿炬中，先前由氣體霧化製程製造之該粉末具有在2:1與200:1之間之中值縱橫比；及

在該微波電漿炬內對先前由氣體霧化製程製造之該粉末進行熔化及球狀化處理，以形成具有與先前由氣體霧化製程製造之該粉末之該中值粒度及中值粒度分佈不同之中值粒度及更小粒度分佈之球狀化粉末顆粒，且該等球狀化粉末顆粒具有0.91或更大之中值球度。

【請求項2】

如請求項1之方法，其中該熔化及球狀化處理增加該中值粒度。

【請求項3】

如請求項1之方法，其中該熔化及球狀化處理減小該中值粒度。

【請求項4】

如請求項1之方法，其中相比於先前由氣體霧化製程製造之該粉末之10%至95%之體積累積粒度分佈，該球狀化粉末之顆粒的該粒度分佈小至少50%。

【請求項5】

如請求項1之方法，其中相比於先前由氣體霧化製程製造之該粉末之該中值粒度，該球狀化粉末之該中值粒度減小至少40%。

【請求項6】

如請求項1之方法，其中相比於先前由氣體霧化製程製造之該粉末之

該中值粒度，該球狀化粉末之該中值粒度減小至少50%。

【請求項7】

如請求項1之方法，其中相比於先前由氣體霧化製程製造之該粉末之該中值粒度，該球狀化粉末之該中值粒度增加至少40%。

【請求項8】

如請求項1之方法，其中相比於先前由氣體霧化製程製造之該粉末之該中值粒度，該球狀化粉末之該中值粒度增加至少50%。

【請求項9】

如請求項1之方法，其中先前由氣體霧化製程製造之該粉末包含選自由以下組成之群的材料：鈦、鈦合金、鎳、鎳合金、鈷、鈷合金、鐵、鐵合金及陶瓷。

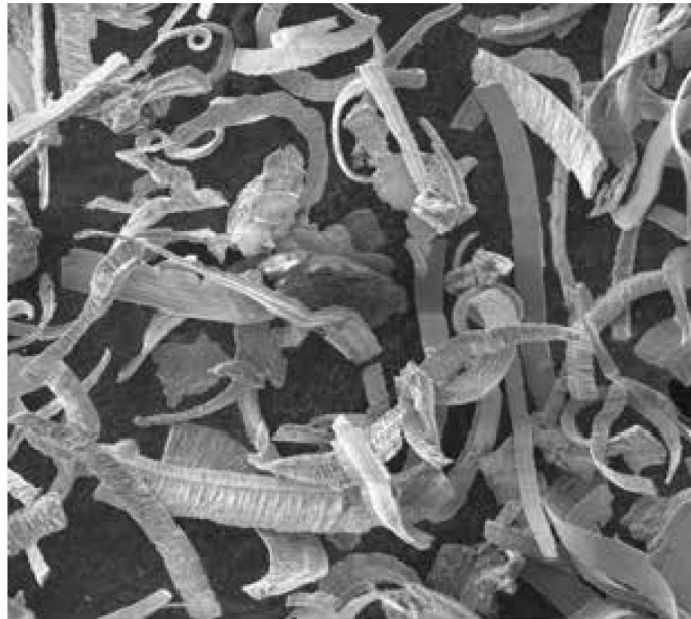
【請求項10】

如請求項1之方法，其中碳及氮在該熔化及球狀化處理期間自先前由氣體霧化製程製造之該粉末移除。

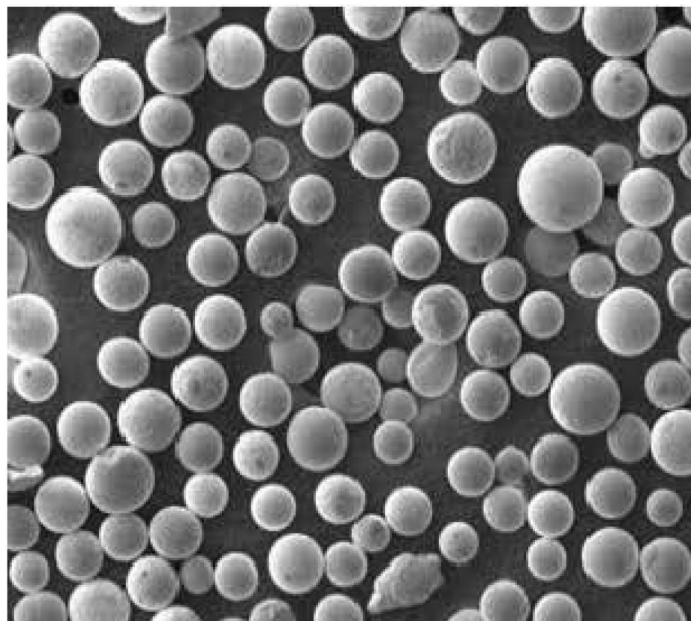
【請求項11】

如請求項1之方法，其中先前由氣體霧化製程製造之該粉末包含至少5重量%衛星球，且其中在該微波電漿炬內對先前由氣體霧化製程製造之該粉末進行熔化及球狀化處理之期間該等衛星球經蒸發。

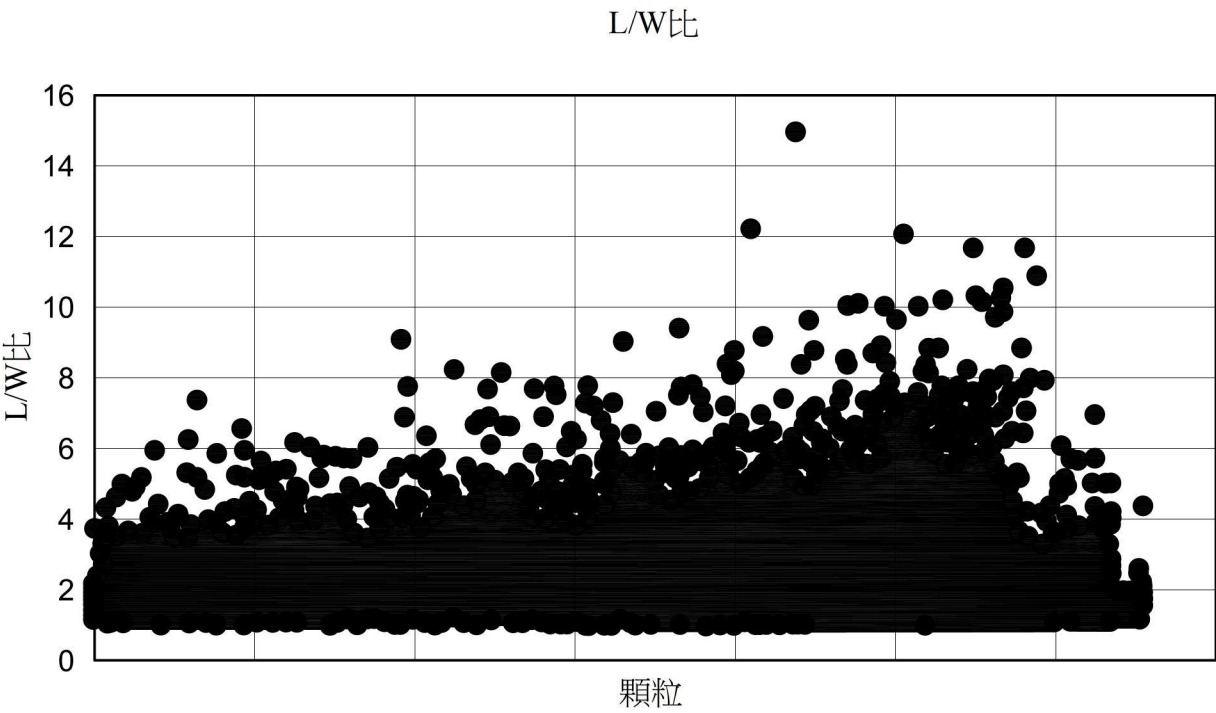
【發明圖式】



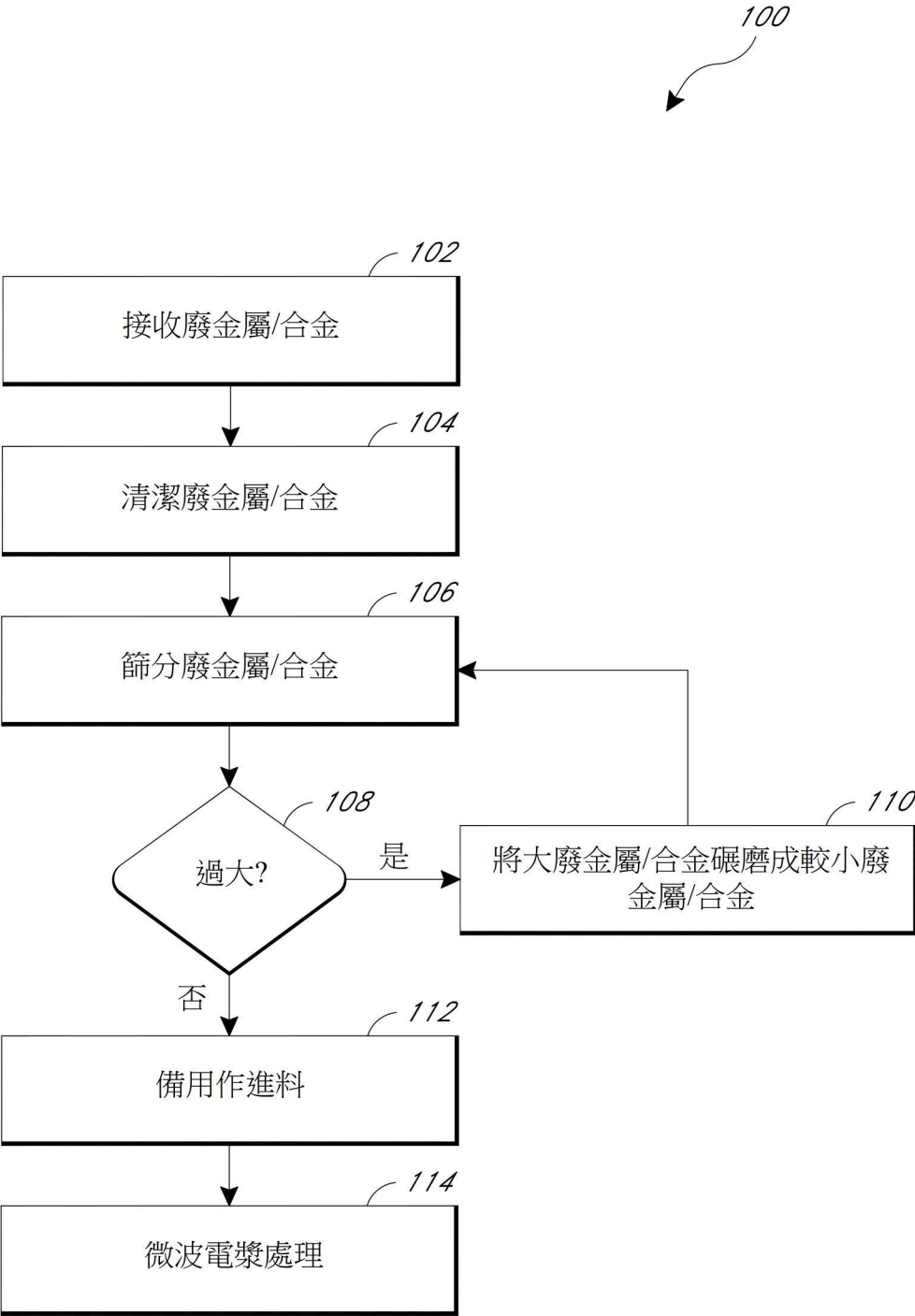
【圖1】



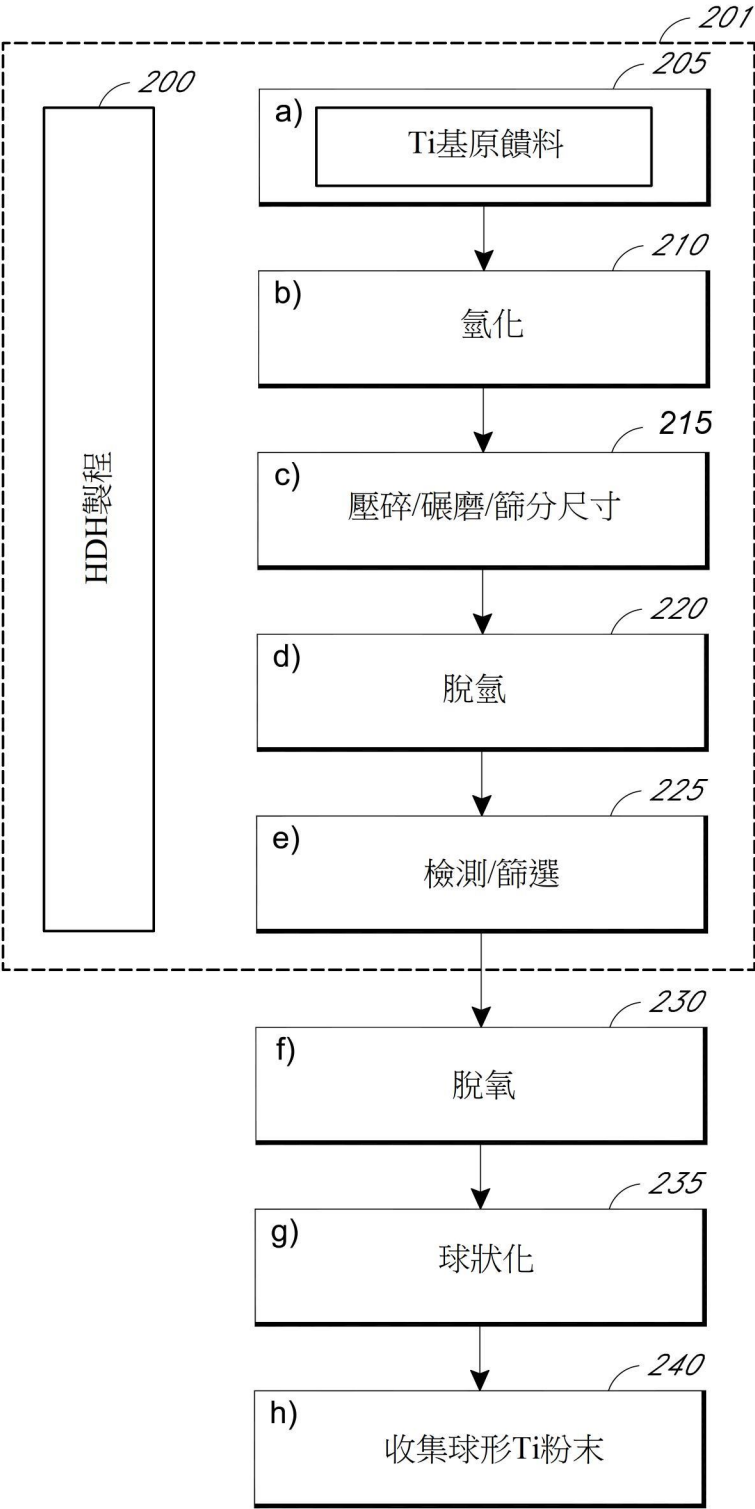
【圖2】



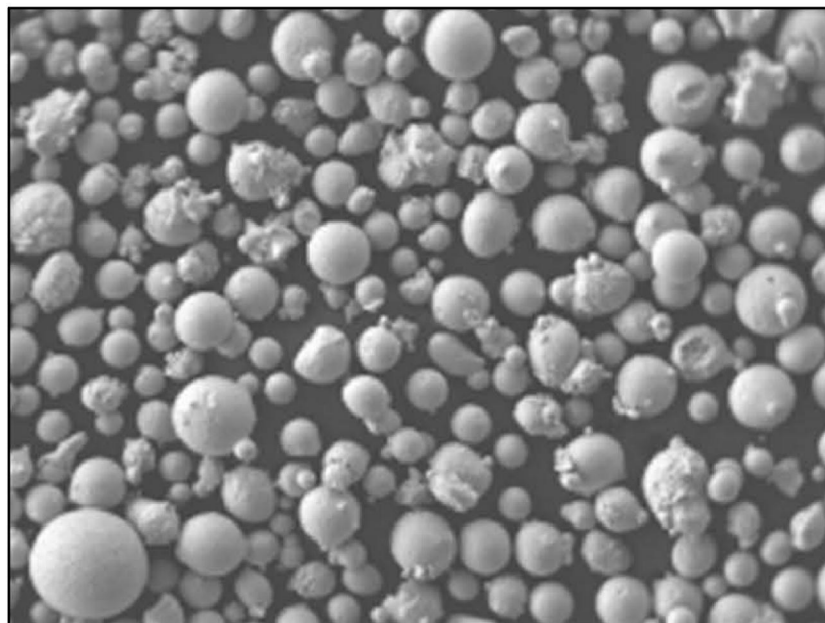
【圖3】



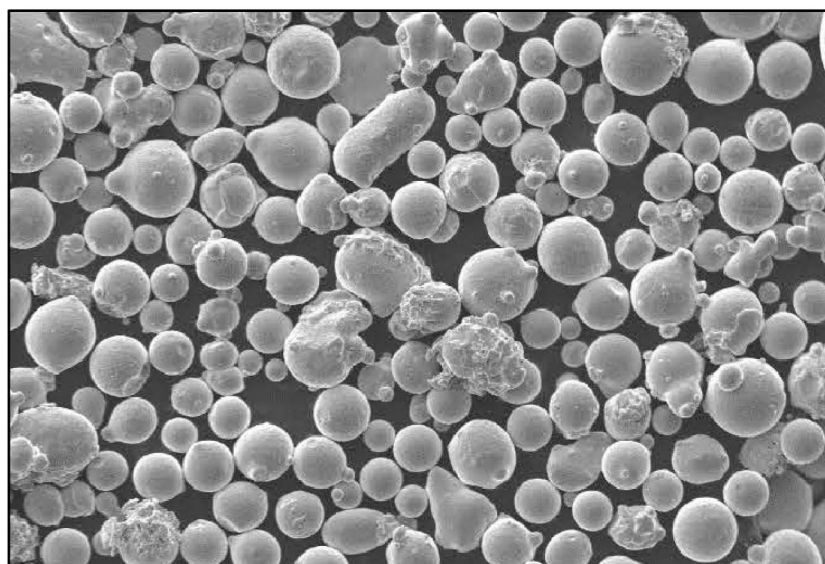
【圖4】



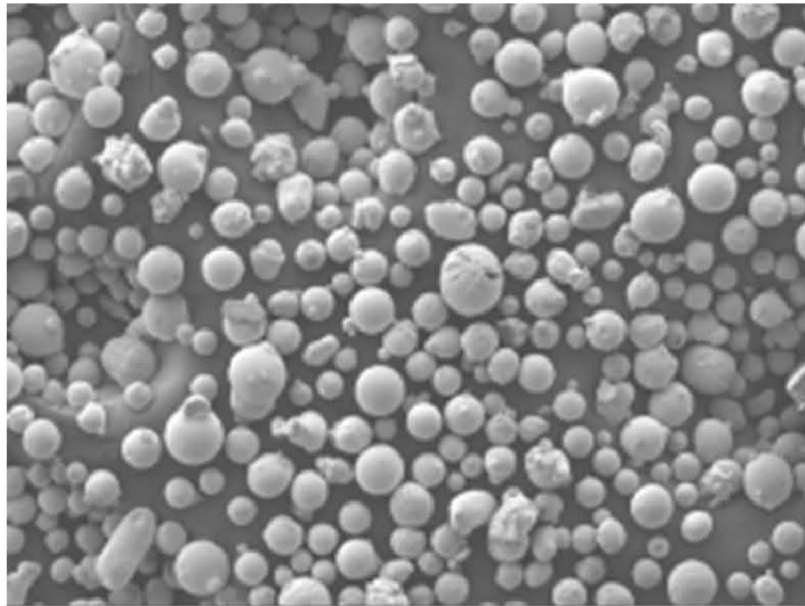
【圖5】



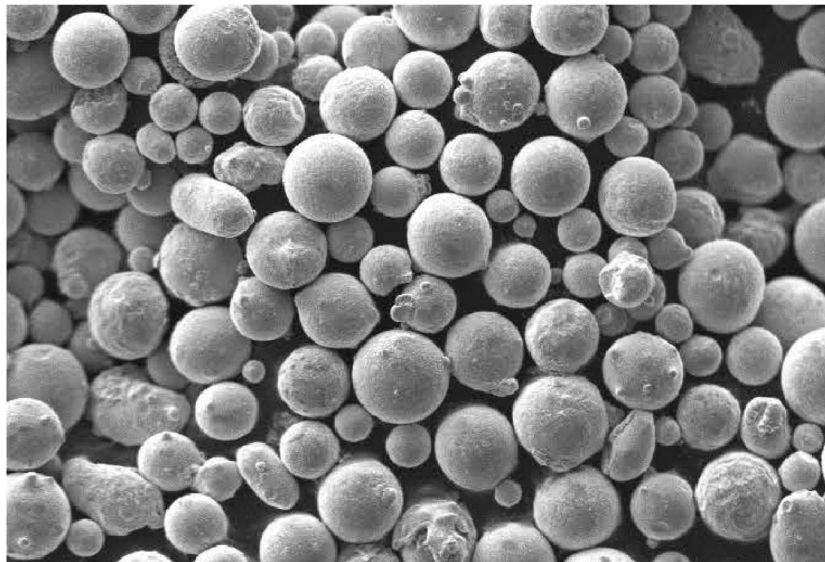
【圖6】



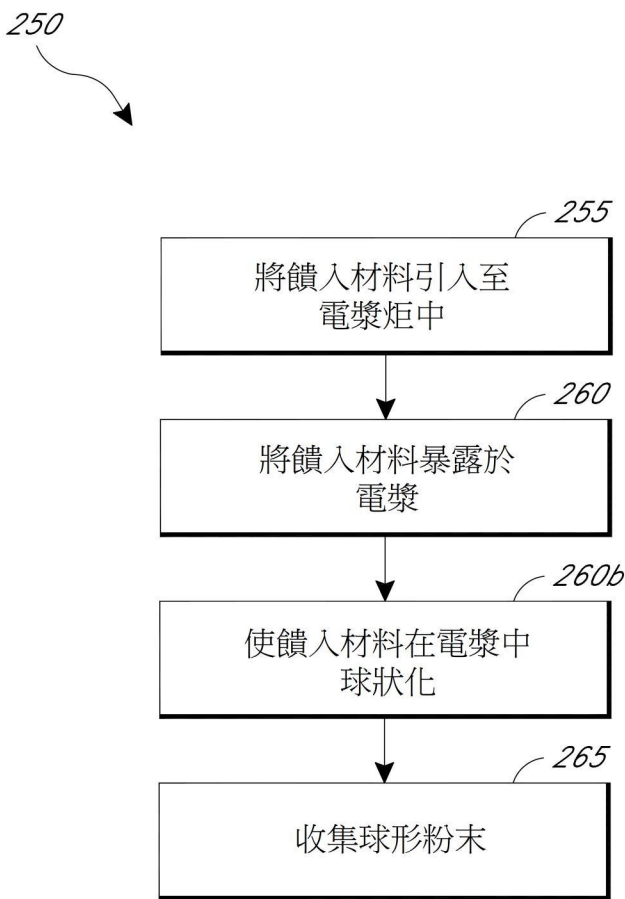
【圖7】



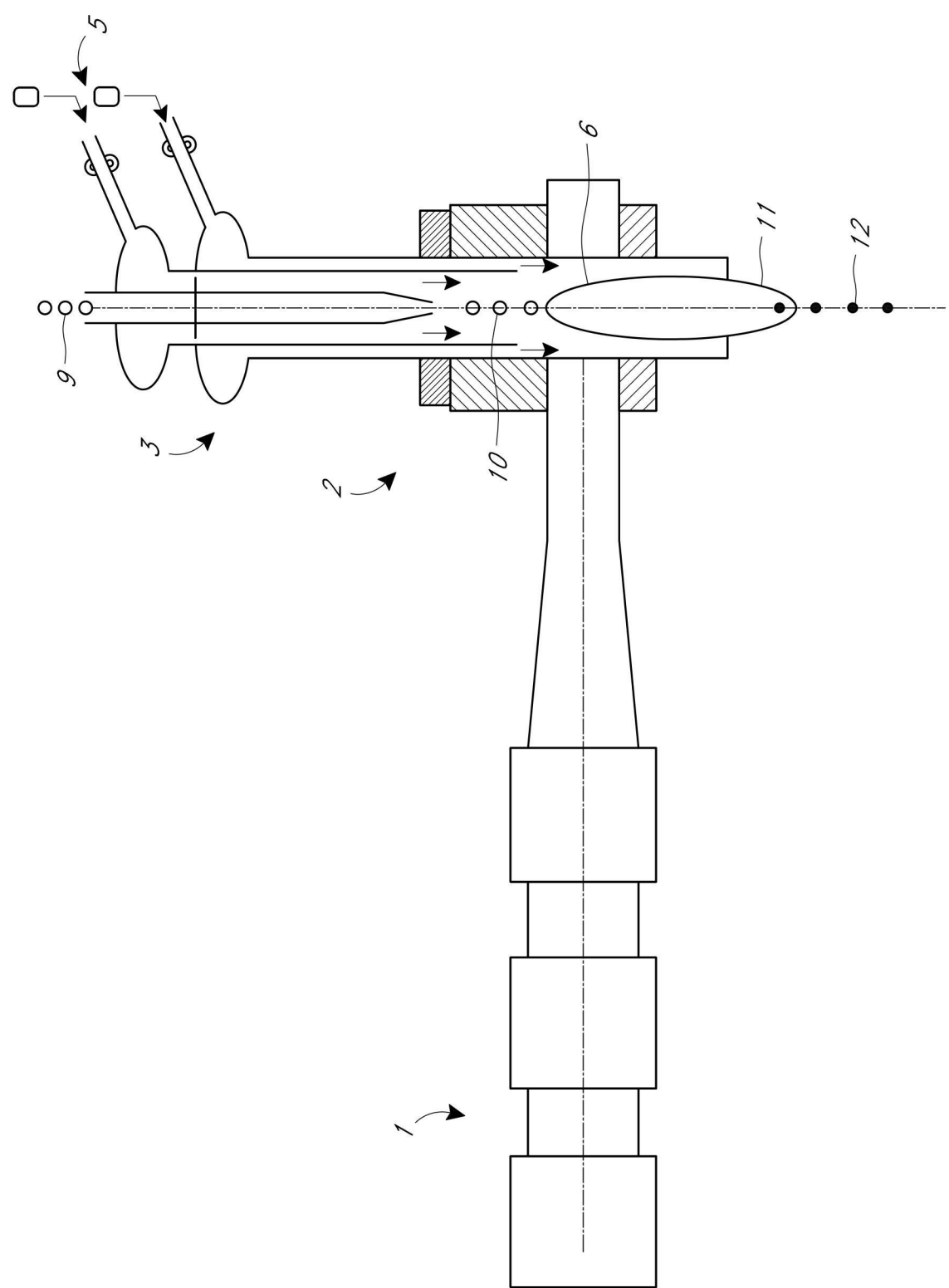
【圖8】



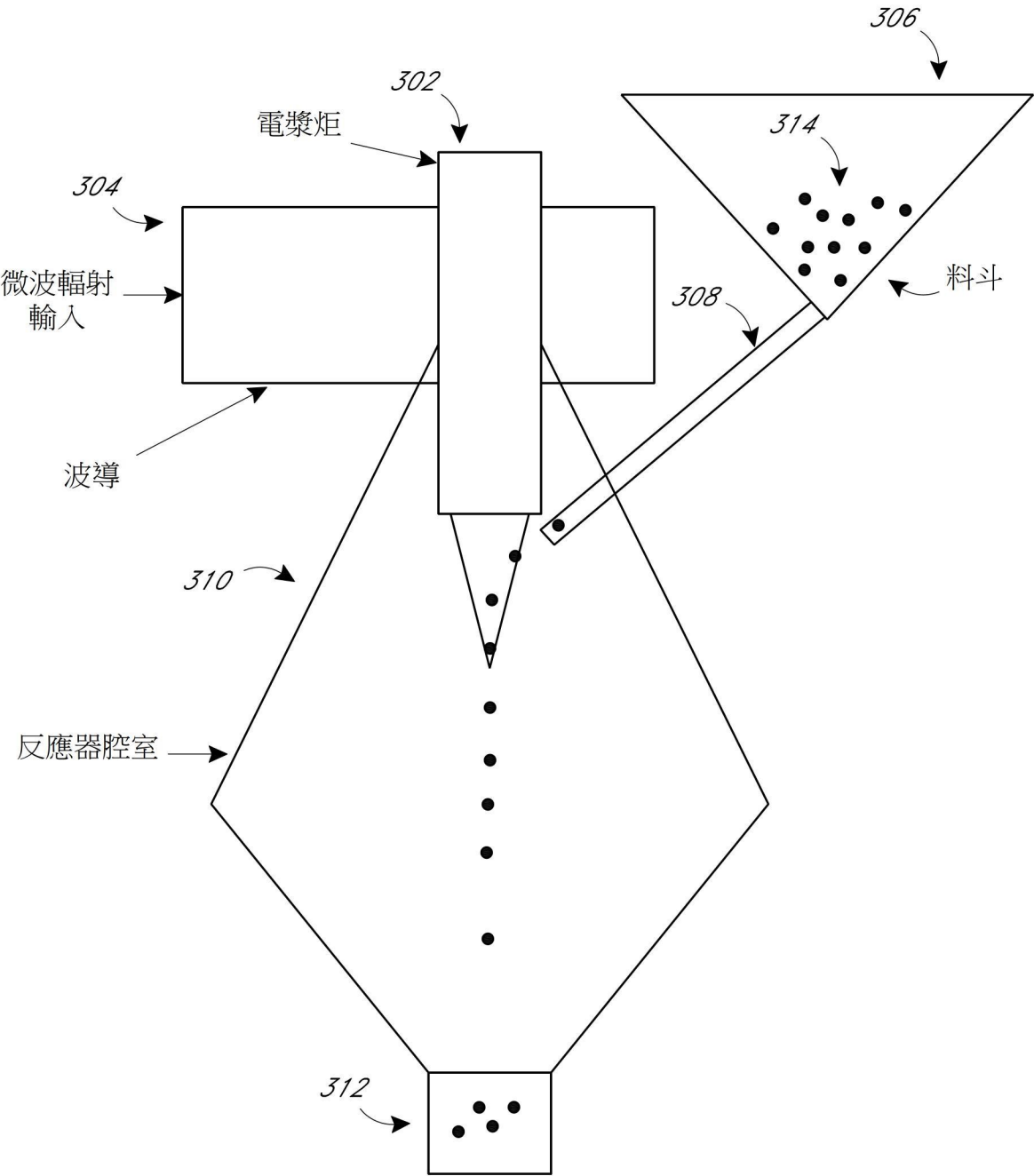
【圖9】



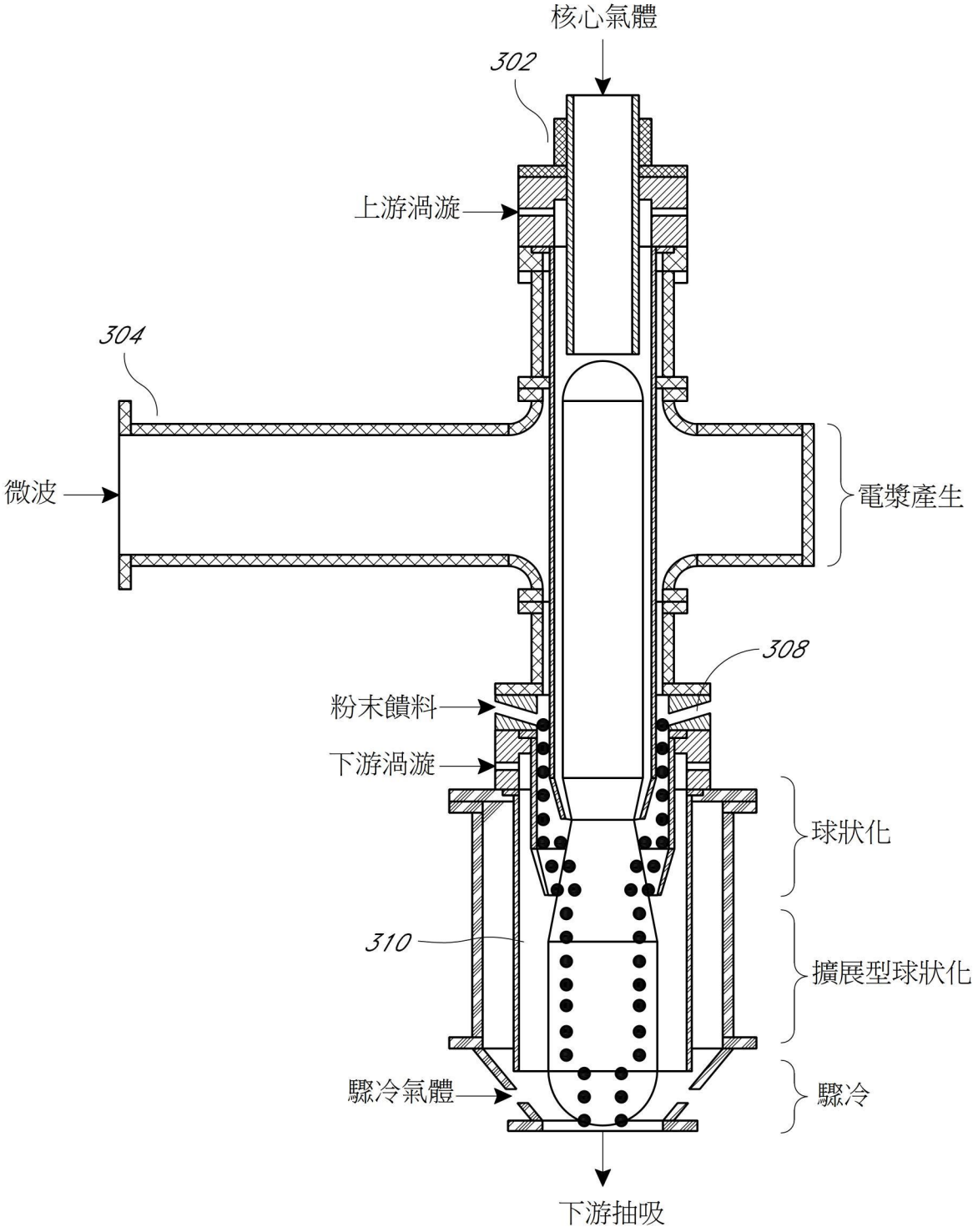
【圖10】



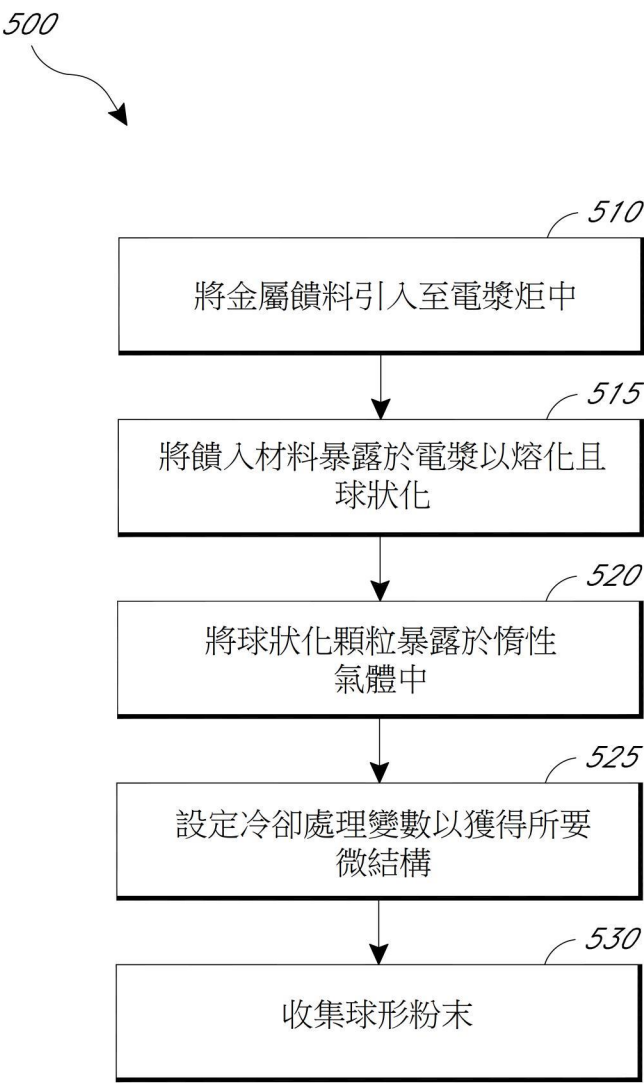
【圖11】



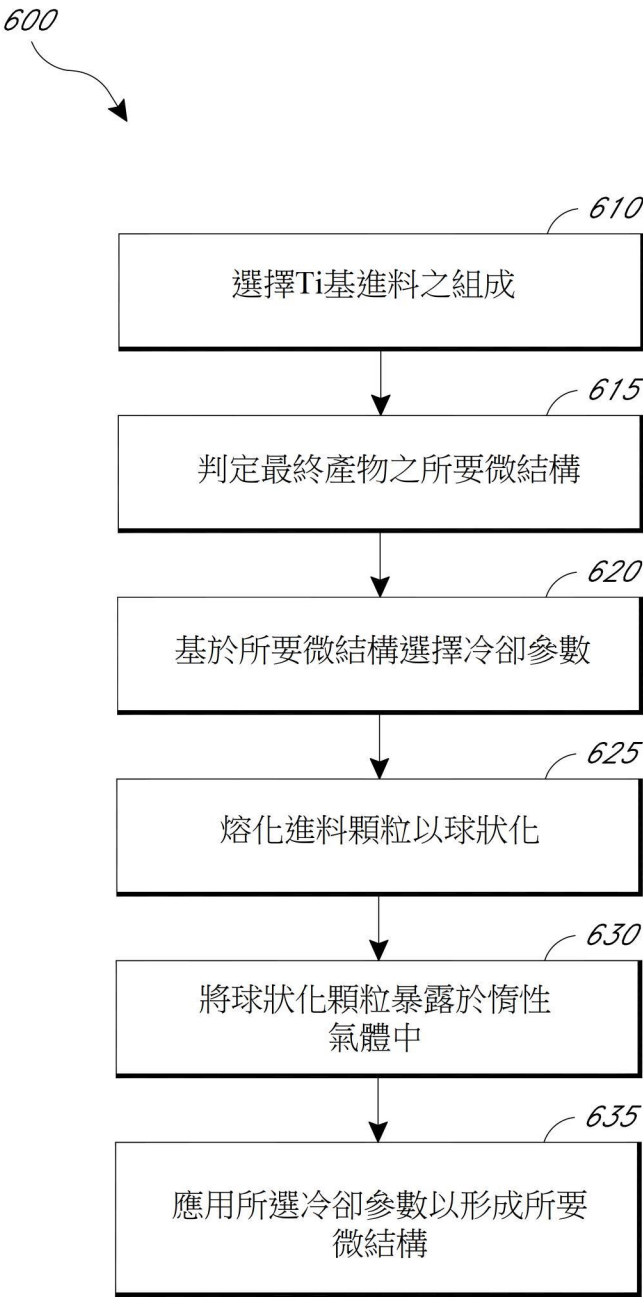
【圖12A】



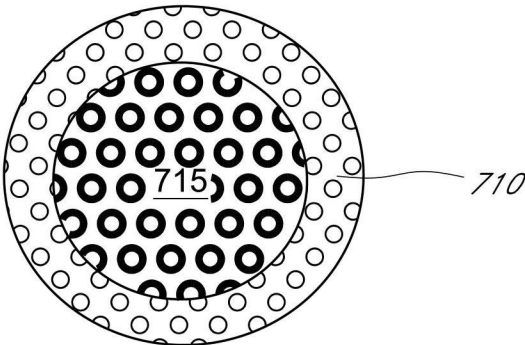
【圖12B】



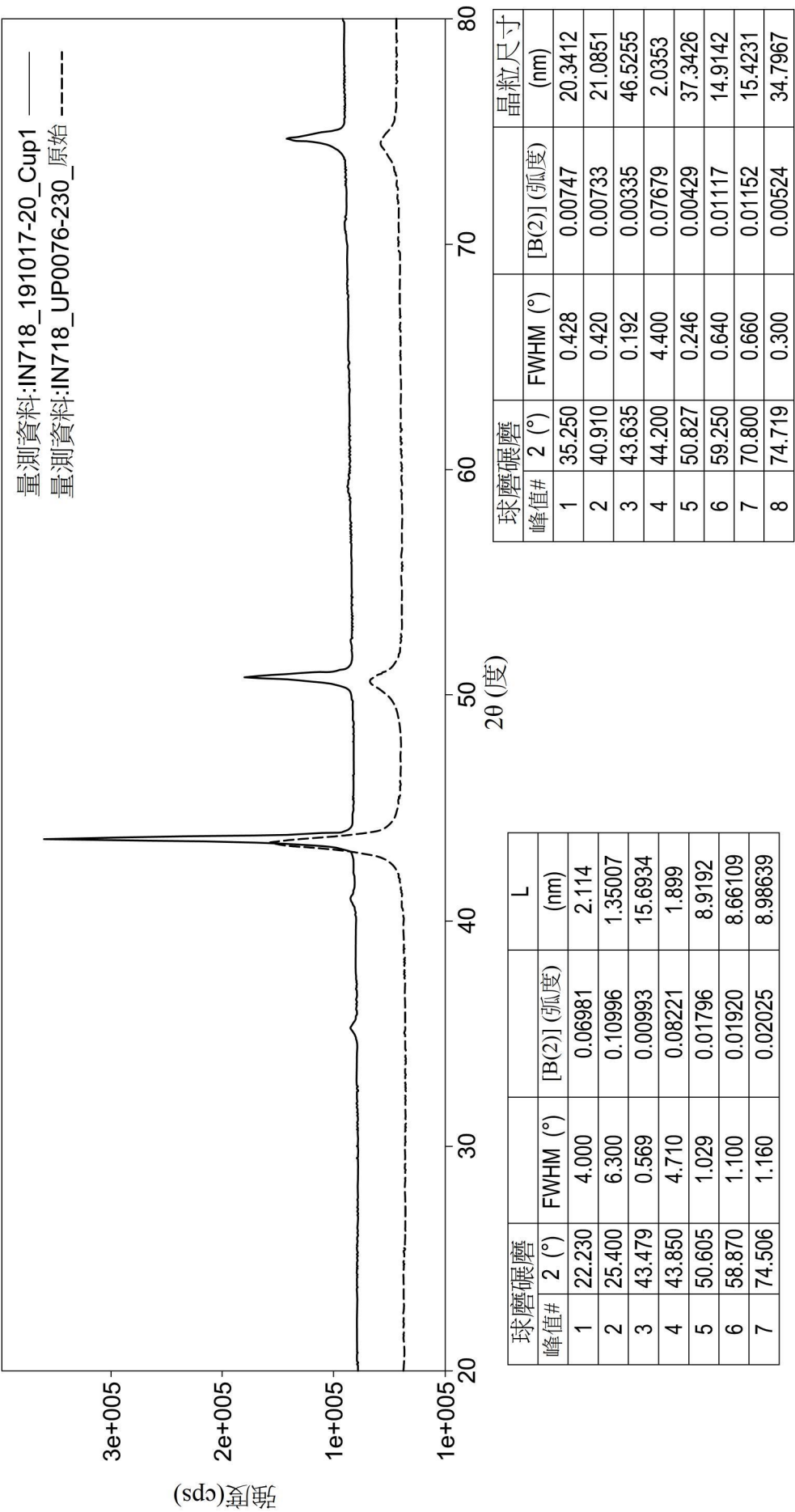
【圖13】



【圖14】

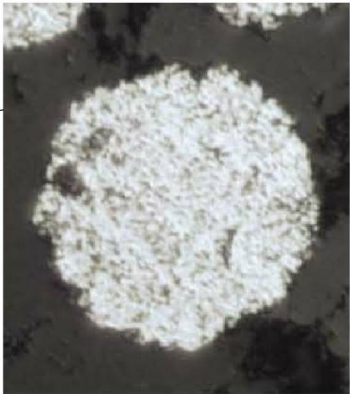


【圖15】



【圖 16】

1706

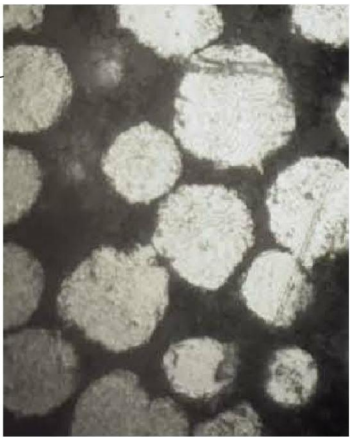


1704

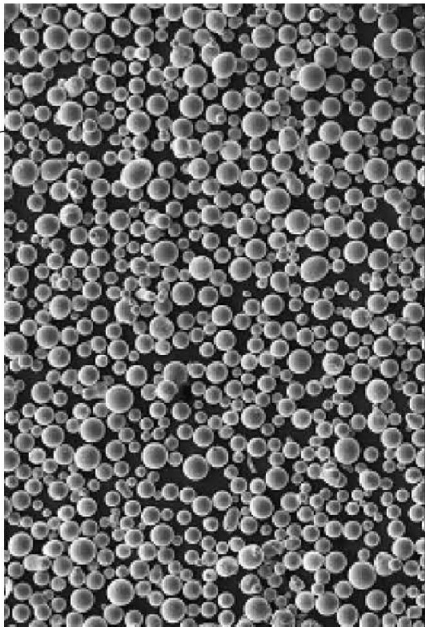


【圖17】

1702



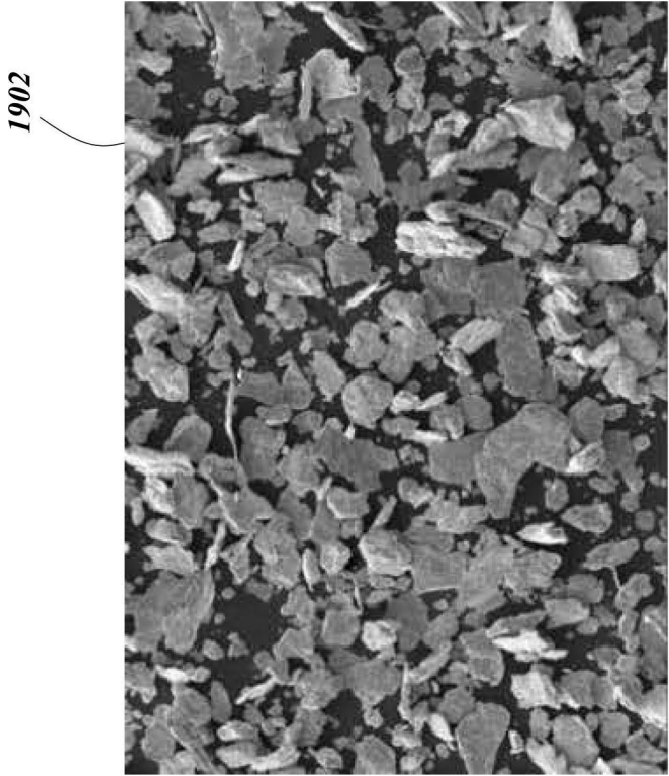
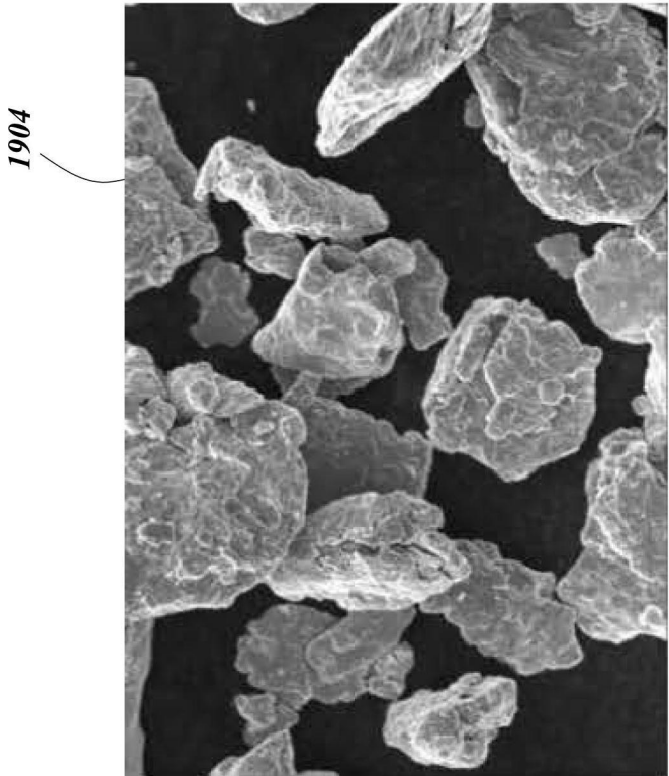
1804



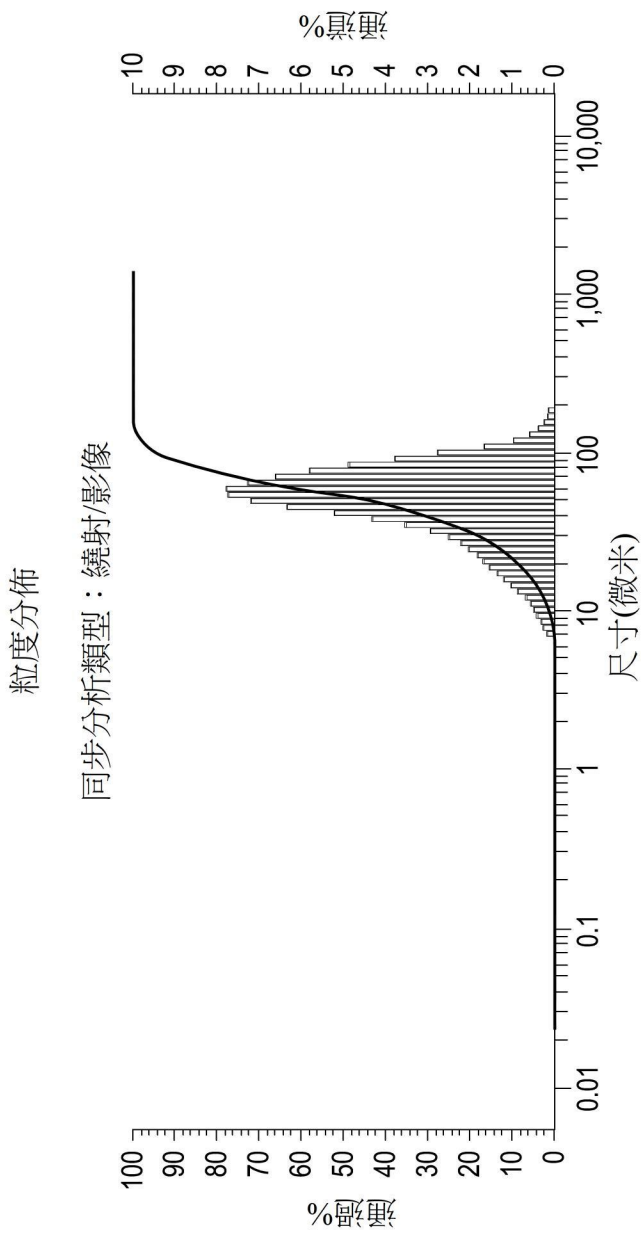
【圖18】

1802





【圖19】



百分位數	
百分位數%	尺寸(μm)
10.00	21.07
20.00	31.60
30.00	40.13
40.00	46.82
50.00	52.90
60.00	59.11
70.00	66.35
80.00	75.66
90.00	89.54
95.00	101.9

尺寸及形狀資料

#1_D10 [μm]:34.05

#1_D50 [μm]:63.19

#1_D90 [μm]:91.13

#1_平均球度(NSP):0.902

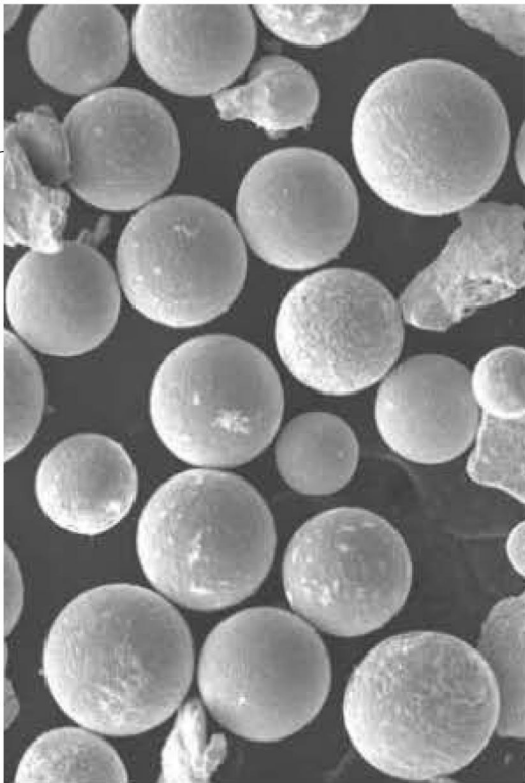
#1_L/W比(底部-1991): 1.8

#1_總份數 : 40811

#1_總體積 [mm3]: 1.27

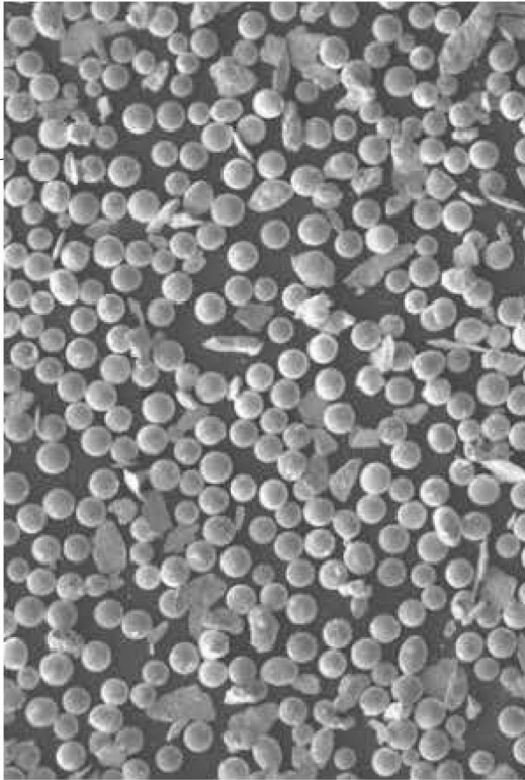
【圖20】

2104



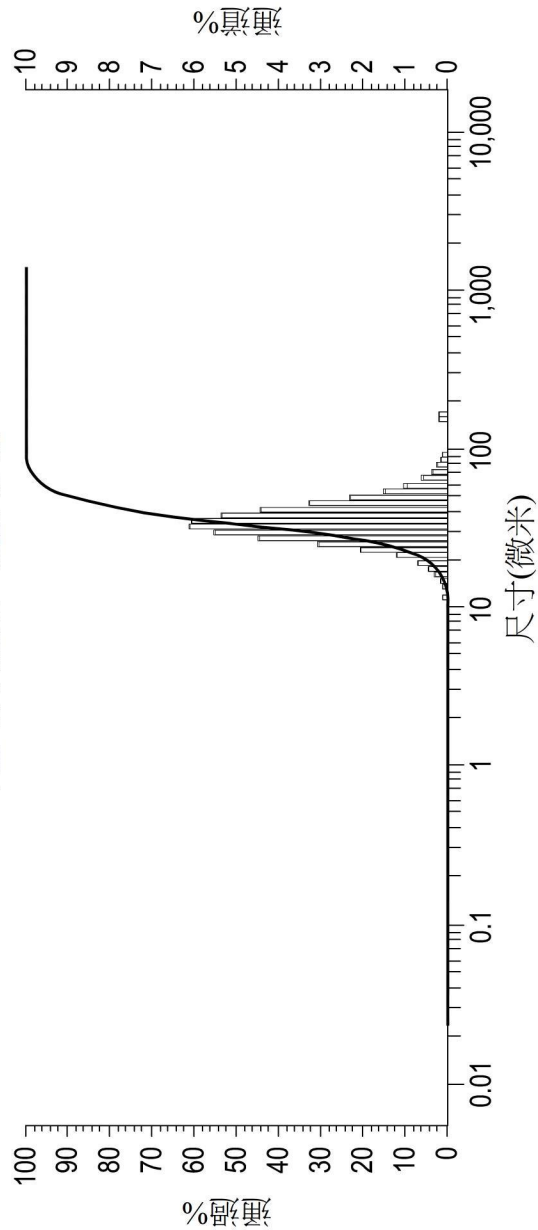
【圖21】

2102



粒度分佈

同步分析類型：繞射/影像

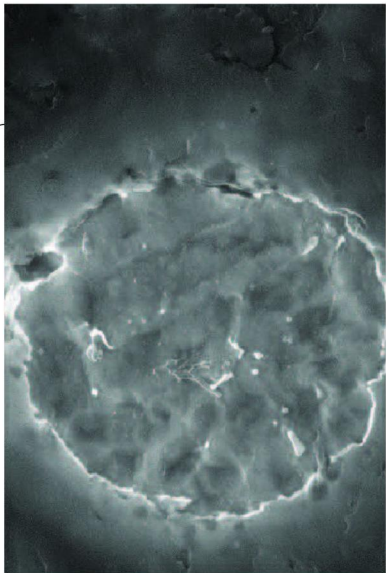


百分位數	
百分位數%	尺寸(μm)
10.00	23.81
20.00	27.11
30.00	29.60
40.00	31.92
50.00	34.25
60.00	36.78
70.00	39.84
80.00	43.84
90.00	50.71
95.00	58.02

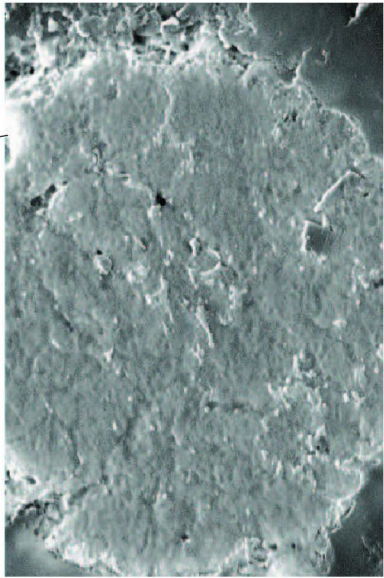
尺寸及形狀資料
#1_D10 [μm]:26.78
#1_D50 [μm]:38.42
#1_D90 [μm]:46.97
#1_平均球度(NSP): 0.975
#1_L/W比(底部-1991): 1.17
#1_總份數 : 2220
#1_總體積 [mm3]: 0.0345

【圖22】

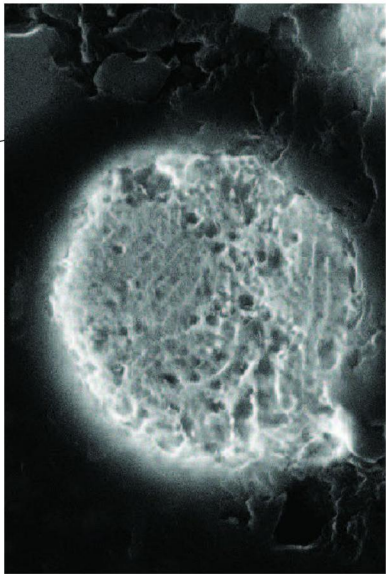
2304



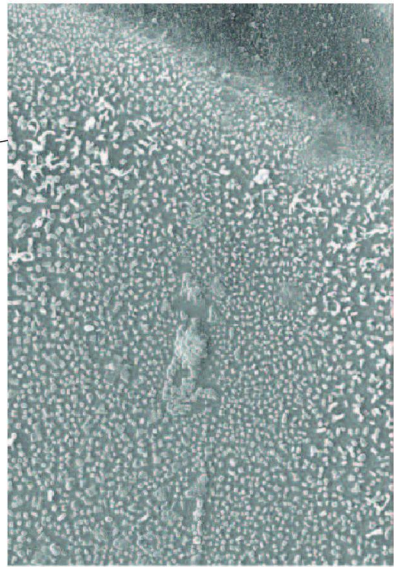
2308



2302



2306



【圖23】