

doi: 10.3969/j.issn.1005-3026.2017.04.009

# EIGA 法制备激光 3D 打印用 TC4 合金粉末

陈岁元, 董欢欢, 刘常升, 梁京

(东北大学 材料各向异性与织构教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

**摘 要:** 采用电极感应熔炼雾化法(EIGA)制备激光 3D 打印用 TC4 合金粉末,研究了雾化气压对粉末收得率、粒径、粉末形貌、松装密度、流动性及空心球率等特征的影响. 结果表明:随着雾化气压的增加,粉末收得率、球形度增加,而粉末平均粒径减小. 雾化气压为 6.0 MPa 时,粉末收得率超过 50%,平均粒径小于 100  $\mu\text{m}$ ,松装密度为 2.950  $\text{g}/\text{cm}^3$ ,流动性为 2.242  $\text{g}/\text{s}$ ,空心球率低于 3%. 雾化气压为 7.0 MPa 时,非球形缺陷粉末和空心球率增加. 对比雾化气压为 6.0 MPa 制备的不同粒径粉末,以及激光 3D 打印后的拉伸曲线与断口形貌,发现 50~100  $\mu\text{m}$  粉末打印 TC4 合金的抗拉强度达 907.7 MPa,延伸率最大达 15.3%,具有良好的强韧性.

**关 键 词:** 气雾化;激光 3D 打印;TC4 合金粉末;粉末形貌;松装密度;空心球率

中图分类号: TG 146.2      文献标志码: A      文章编号: 1005-3026(2017)04-0497-05

## TC4 Alloy Powder Prepared by Electrode Induction Melting Gas Atomization for Laser 3D Printing

CHEN Sui-yuan, DONG Huan-huan, LIU Chang-sheng, LIANG Jing

(Key Laboratory for Anisotropy and Texture of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: CHEN Sui-yuan, professor, E-mail: chensy@smm.neu.edu.cn)

**Abstract:** TC4 alloy powders for laser 3D printing were prepared by electrode induction melting gas atomization (EIGA). The effects of different pressures on printable powder production rate, particle size, powder morphology, apparent density, flow ability and hollow powder rate were studied. The results showed that by increasing gas pressure, the printable powder production rate and powder sphericity increase, while the particle size decreases. When the gas pressure is 6.0 MPa, the powder production rate is over 50%, the average particle size is below 100  $\mu\text{m}$ , the apparent density is 2.950  $\text{g}/\text{cm}^3$ , the flow ability is 2.242  $\text{g}/\text{s}$  and the hollow powder rate is below 3%. When the gas pressure is 7.0 MPa, the broken powder and hollow powder rate increase dramatically. By comparing the tensile stress-strain curve and fractograph of the samples made by the powders with different particle size under 6.0 MPa, it is found that the laser 3D printing sample using TC4 alloy powders ranging from 50 to 100  $\mu\text{m}$  has better strength and toughness, corresponding to the tensile strength of 907.7 MPa and the ductility of 15.3%.

**Key words:** gas atomization; laser 3D printing; TC4 alloy powder; powder morphology; apparent density; hollow powder rate

激光 3D 打印技术中,原材料粉末是实现快速成形零件的物质基础和关键要素之一.而制粉工艺及粉末的成分、球形度、粒度、流动性等对 3D 打印制件的发展和应用起着关键性的作用.气雾

化法是制备金属合金粉末的主要发展方向<sup>[1-4]</sup>,电极感应熔炼雾化法采用无坩埚感应熔炼,制备过程不会发生掺杂,适合低含氧量的激光 3D 打印专用 TC4 合金粉末制备<sup>[5]</sup>.在气雾化过程

收稿日期: 2015-06-22  
基金项目: 辽宁省科技计划项目(2014221006); 国家重点研发计划项目(2016YFB1100201); 中央高校基本科研业务费重大创新项目(N130810002); 广东省科技计划项目(2015B010122001).  
作者简介: 陈岁元(1964-),男,甘肃天水人,东北大学教授,博士生导师; 刘常升(1963-),男,内蒙古奈曼旗人,东北大学教授,博士生导师.

中,雾化压力对粉末的形貌和粒径起着决定性的作用<sup>[6-9]</sup>. Zhao 等<sup>[6]</sup>研究发现,雾化气流随雾化气压增高发生变化,导致雾化气嘴的进气压力先减后增. 采用气雾化法制备激光 3D 打印专用 TC4 粉末的研究较少.

本文采用旋转电极真空感应熔炼气雾化制备球形 TC4 合金粉末,并对雾化气压对 TC4 粉末的形貌、粒径分布、松装密度和流动性的影响进行了研究,以获得满足激光 3D 打印需求的 TC4 合金粉末.

## 1 实验材料和方法

实验采用氩气作为雾化气体,保持感应熔炼功率、电极旋转速度不变(分别为 60 kW,

6 rad/min),通过改变喷嘴气压,研究气压对 TC4 合金粉末表面形貌、粒径分布、收得率、松装密度、流动性的影响. 雾化气压分别为 4.0,5.0,6.0,7.0 MPa,实验母材 TC4 成分和自制 TC4 粉末成分如表 1 所示.

实验开始前将 TC4 合金棒送入铜感应线圈中,电极棒旋转切割磁感线而被加热,熔化的液体连续下滴,通过气嘴中心形成小颗粒液滴,被高速、高压的氩气冲击破裂并快速凝固成球形粉末. 对制得的粉末采用 Shimadzu-SSX-550 扫描电子显微镜(SEM)观察粉末表面形貌和球形度,采用日本 SmartLab-9000 型 X 射线衍射仪(XRD)进行物相分析,采用 LA-920 激光粒度仪测量粉末粒径分布.

表 1 TC4 母材与自制 TC4 粉末成分(质量分数)								%
Table 1 Chemical composition of TC4 bar and prepared powders( mass fraction)								
TC4	Al	V	Fe	C	O	N	H	Ti
母材	5.5 ~ 6.75	3.5 ~ 4.5	<0.3	<0.08	<0.08	<0.05	<0.015	剩余
粉末	6.06	4.47	0.084	0.03	0.106	0.02	0.007 2	

## 2 结果与讨论

### 2.1 钛合金粉末形貌分析

图 1 为不同雾化气压下制备的钛合金粉末的 SEM 图. 由图 1a~1c 可以看出,在气压 4.0,5.0 MPa 下制备的钛合金粉末,绝大部分都为球形,极少部分出现椭圆球. 三者相比,气压为 6.0 MPa 的粉末球形度最好,雾化气压为 4.0 MPa 的粉末含有椭球形颗粒最多. 其原因主要是雾化气压太小时,雾化液滴形成薄膜太厚,粒径大表面张力小,液滴收缩成球倾向性小,此时液滴凝固速度大于其液滴收缩速度,凝固时便形成椭球. 因而在雾化气压为 4 MPa 制备的粉末,液滴破碎不充分,粉末球形度相对较低.

由图 1b~1d 可看出,球形粉末表面凝固有小球形颗粒,称为卫星颗粒. 卫星颗粒是由于小颗粒与大颗粒粉末发生碰撞后凝固形成卫星颗粒. 气压为 6 MPa 粉末形成的卫星颗粒比 5 MPa 要少很多,其主要原因是随雾化气压增大,液滴发生二次破碎,形成了粒径更细小的粉末,细小的粉末冲击动能小,只能吸附在大颗粒表面,不能形成卫星颗粒. 当气压增大到 7.0 MPa 时,出现部分破碎的金属碎屑,其主要原因是由于气压越大粉末冲击力

越大,撞击激烈,大颗粒碰撞时部分粘结到一起,一部分液滴被冲击到雾化室内壁,破碎成碎屑状的颗粒. 因此,雾化气压为 6.0 MPa 的钛合金粉末球形度最高,卫星颗粒最少,更适合激光直接沉积技术.

图 2 是 TC4 合金表面微观形貌的 SEM 与 EDS 分析图. 粉末颗粒表面有晶粒,晶粒内部有二次枝晶,有的二次枝晶不发达,晶界不清晰,在晶界生长;有的二次枝晶发达,排列均匀,晶界清晰,由晶粒内部向晶界生长. 能谱分析表明,粉末表面主要合金元素 Ti,Al,V 的质量分数与原始棒材一致.

### 2.2 合金粉末空心球率缺陷分析

图 3 为不同气压下制备 TC4 合金粉末的 SEM 图,由图 3a~3c 可以看出,绝大部分粉末为实心球体,极少部分为空心球. 气压为 5.0 MPa 时制备的 TC4 合金粉末的空心球比 4.0 MPa 时多,而气压为 6.0 MPa 时制备的 TC4 合金粉末的空心球要比 5.0 MPa 时多,空心球率低于 3%. 气压为 7.0 MPa 的粉末空心球最多,这是由于气压越大,气流动能越高,二次破碎增加,气流中部分气体被束缚在液滴内部的概率增加,因此气压增大,空心球率增加.

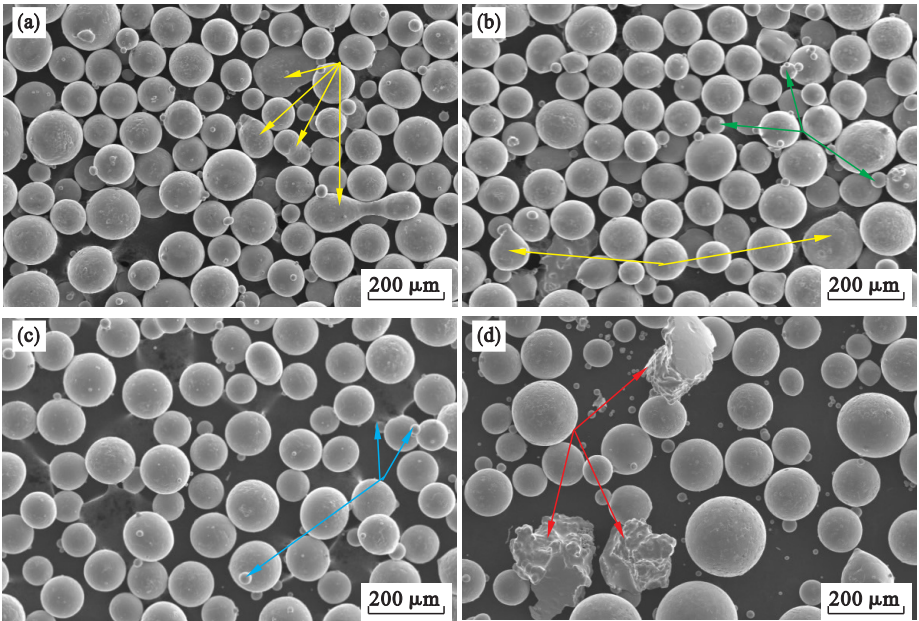


图 1 不同气压下 TC4 合金粉末的 SEM 图像  
Fig. 1 SEM images of TC4 alloy powders prepared at different gas pressures  
(a)—4.0 MPa; (b)—5.0 MPa; (c)—6.0 MPa; (d)—7.0 MPa.

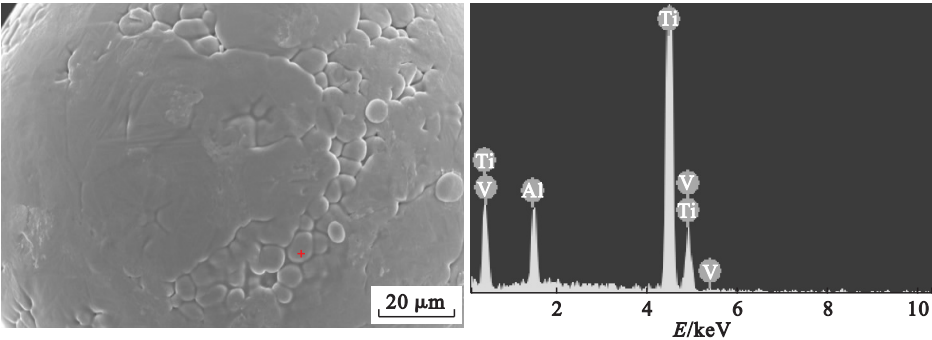


图 2 TC4 粉末表面微观形貌与能谱图  
Fig. 2 SEM and EDS images of TC4 alloy powders

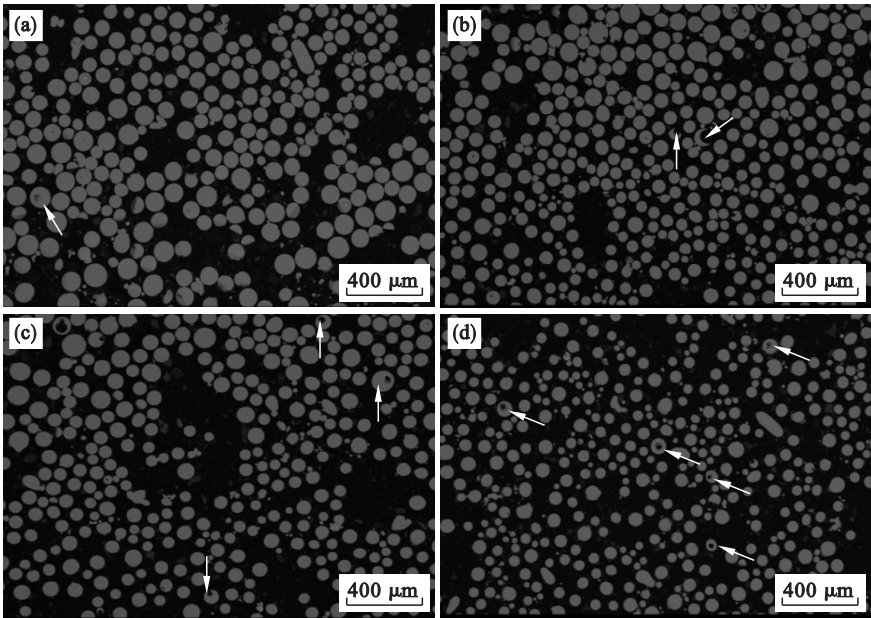


图 3 不同气压下制备 TC4 合金粉末的 SEM 图像  
Fig. 3 SEM images of TC4 alloy powders prepared at different gas pressures  
(a)—4.0 MPa; (b)—5.0 MPa; (c)—6.0 MPa; (d)—7.0 MPa.



2.3 雾化气压对 TC4 粉末粒径的影响

图 4 为雾化气压对钛合金粉末累积体积分数的影响,可知,随着平均雾化气压的增大,累积体积分曲线向左侧偏移,TC4 合金粉末粒径变小.气压为 7.0 MPa 与 6.0 MPa 的钛合金粉末粒径相差不大,平均粒径小于 100  $\mu\text{m}$ . 7.0 MPa 的粉末细粉粒径分布区间更广,这是由于粉末形成的直接能量来自高速氩气的雾化作用冲击产生的能量,气体压力越大,气体冲击的动能越高,TC4 合金熔滴所受的能量越大,二次雾化破碎粉末更多,因此,小粒径粉末的体积分数增加.

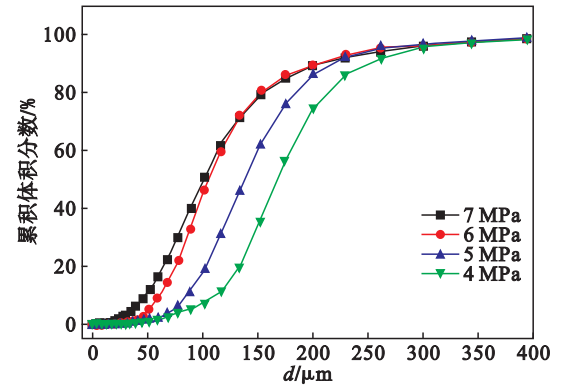


图 4 TC4 合金粉末累积体积分布曲线  
Fig. 4 Cumulative volume distribution of TC4 powders

图 5 为气压对可打印粉末收得率的影响曲线. 粒径在 1 ~ 180  $\mu\text{m}$  时满足可打印粉末粒径范围要求,其质量分数为可打印粉末收得率,气压高于 6.0 MPa 的粉末收得率大于 50%. 随气压增大粉末收得率先增加后趋近平稳,其原因主要由于气压超过 6.0 MPa 时,气压增大,一方面二次雾化细粉增加,另一方面粉末碰撞激烈,当凝固粉末与未凝固的液滴碰撞时形成大颗粒粉末,综合作用导致气压增大粉末收得率变化不大.

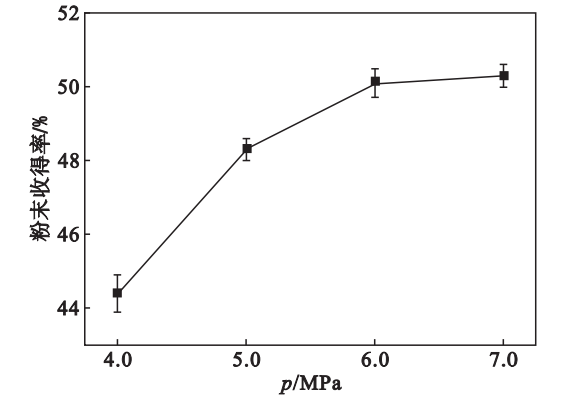


图 5 TC4 粉末收得率随气压变化曲线  
Fig. 5 Change of production rate of TC4 powders with gas pressures

2.4 TC4 合金粉末松装密度和流动性

图 6 为粉末的松装密度和流动性随气压变化曲线,可知,随着雾化气压的增加,钛合金粉末流动性和松装密度先增大后减小. 这是由于气压增大,粉末粒径减小且粉末球形度高,粉末之间间隙减小,单位时间内通过漏斗的粉末增加,粉末流动加快,松装密度增加. 6.0 MPa 下,粉末松装密度为 2.950  $\text{g}/\text{cm}^3$ ,流动性为 2.242  $\text{g}/\text{s}$ . 当粉末气压超过 6.0 MPa 时,破碎粉末和细粉团聚增多,因此,粉末流动性下降,松装密度降低.

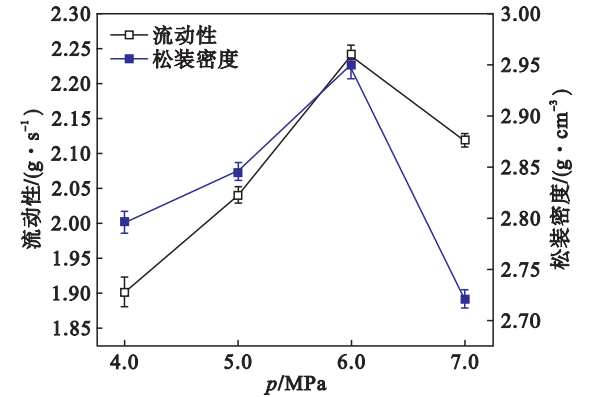


图 6 流动性和松装密度随气压的变化曲线  
Fig. 6 Change of flow ability and apparent density of TC4 powders with gas pressures

2.5 TC4 合金粉末打印件的拉伸性能

将 6.0 MPa 制备的 TC4 钛合金粉末筛分成 50 ~ 100, 100 ~ 150, 150 ~ 180  $\mu\text{m}$  三种不同粒径范围的 TC4 合金粉末,分别烘干后,在 TC4 基板上采用送粉激光直接沉积法进行 3D 打印. 保护气为氩气,光斑直径为 3 mm. 工艺参数为:激光功率 1 600 W,扫描速度为 600  $\text{mm}/\text{min}$ ,送粉速度 12  $\text{g}/\text{min}$ ,扫描间距 2 mm. 不同粒径粉末 3D 打印件的拉伸曲线如图 7 所示,50 ~ 100  $\mu\text{m}$  粉末打印样品的抗拉强度为 907.7 MPa,延伸率为 15.3%. 100 ~ 150  $\mu\text{m}$  的抗拉强度为 913.7 MPa,延伸率为 13.2%. 150 ~ 180  $\mu\text{m}$  的抗拉强度为 927.8 MPa,延伸率为 10.1%.

图 8 为不同粒径粉末打印样品的断口形貌. 50 ~ 100  $\mu\text{m}$  粉末的拉伸断口不平整,出现明显塑性变形,在扫描电镜下呈现大量的韧窝,韧窝较深且分布密集,有较好的韧性和强度;100 ~ 150  $\mu\text{m}$  粉末的拉伸断口不平整,出现一定的塑性变形,扫描电镜下也有大量韧窝,但韧窝较浅,塑性和韧性降低,强度较高;150 ~ 180  $\mu\text{m}$  粉末的拉伸断口平整且出现少量塑性变形,扫描电镜下也有少量韧窝,主要呈现波浪形凸起,塑性和韧性相对较差,强度最高.

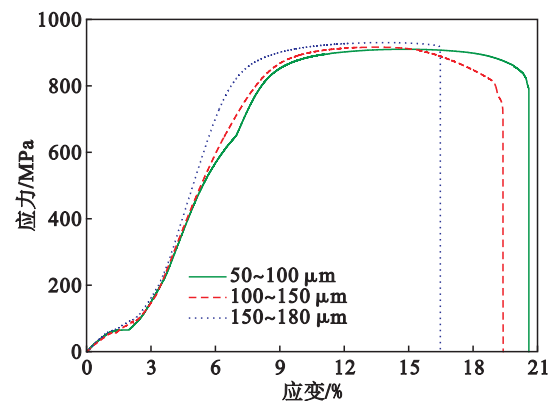


图 7 不同粒径 TC4 粉末打印件的拉伸曲线

Fig. 7 Tensile stress-strain curves of printing samples made by TC4 powders with different particle sizes

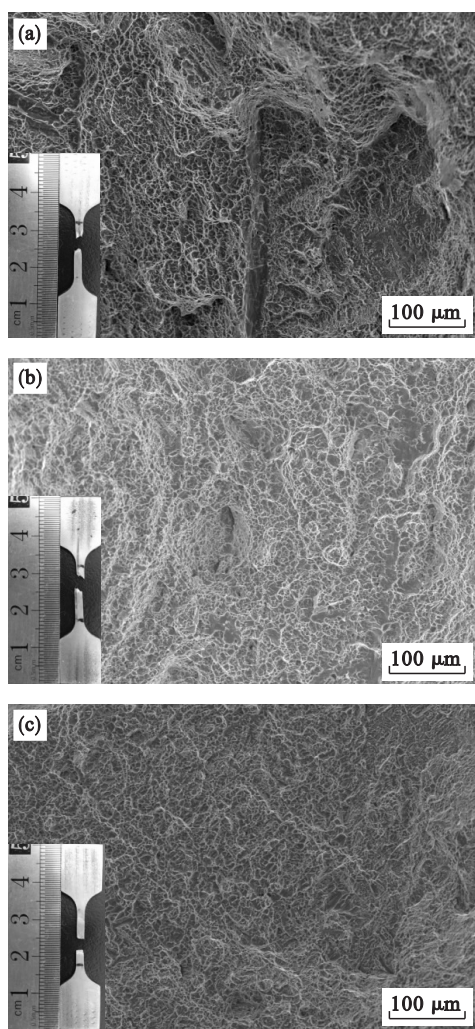


图 8 不同粒径 TC4 粉末打印样品的断口形貌

Fig. 8 Fractograph of printing samples made by TC4 powders with different particle size

(a)—50 ~ 100  $\mu\text{m}$ ; (b)—100 ~ 150  $\mu\text{m}$ ;  
(c)—150 ~ 180  $\mu\text{m}$ .

### 3 结 论

1) 雾化气压为 6.0 MPa 时制备的 TC4 钛合金粉末形貌好,雾化气压增大,粉末粒径减小. 当气压高于 6.0 MPa 时,破碎的粉末增多,粉末粒径和收得率变化不大. 制备的 TC4 合金粉末流动性和松装密度随着雾化气压的增大先增加后减小,当气压为 6.0 MPa 时,流动性最好,为 2.242 g/s,松装密度为 2.95 g/cm<sup>3</sup>.

2) 气压低于 6.0 MPa 时制备粉末的空心球率小于 3%,随气压增大,粉末空心球率增加,当气压为 7.0 MPa 时粉末空心球数目最多.

3) 50 ~ 100  $\mu\text{m}$  粉末的激光 3D 打印样品的抗拉强度为 907.7 MPa,延伸率为 15.3%,断口韧窝较深且分布密集,打印的 TC4 钛合金样品韧性最好.

### 参考文献：

[1] Heidloff A J, Rieken J R, Anderson I E, et al. Advanced gas atomization processing for Ti and Ti alloy powder manufacturing[J]. *Journal of Metals*, 2010, 62(5): 35 – 41.

[2] Aydin O, Unal R. Experimental and numerical modeling of the gas atomization nozzle for gas flow behavior[J]. *Computers and Fluids*, 2011, 42(1): 37 – 43.

[3] Shi L, Li Q. Mechanism study of producing non-spherical powder in gas atomization [J]. *China Welding (English Edition)*, 2013, 22(2): 60 – 66.

[4] Parka H Y, Kilicaslanb M F, Hong S J. Effect of multiple pressures by magnetic pulsed compaction (MPC) on the density of gas-atomized Al-20Si powder [J]. *Powder Technology*, 2012, 224(1): 360 – 364.

[5] Yablokova G, Speirsb M, Humbeecka J V, et al. Rheological behavior of  $\beta$ -Ti and NiTi powders produced by atomization for SLM production of open porous orthopedic implants[J]. *Powder Technology*, 2015, 283(1): 199 – 209.

[6] Zhao X M, Xu J, Zhu X X, et al. Effect of atomization gas pressure variation on gas flow field in supersonic gas atomization[J]. *Science in China Series E: Technological Sciences*, 2009, 52(10): 3046 – 3053.

[7] Si C R, Zhang X J, Wang J B, et al. Design and evaluation of a Laval-type supersonic atomizer for low-pressure gas atomization of molten metals[J]. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2014, 21(6): 627 – 634.

[8] Anderson I E, Byrd D, Meyer M. Highly tuned gas atomization for controlled preparation of coarse powder[J]. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 2010, 41(7): 504 – 512.

[9] Aksoy A, Unal R. Effects of gas pressure and protrusion length of melt delivery tube on powder size and powder morphology of nitrogen gas atomized tin powders[J]. *Powder Metallurgy*, 2013, 49(4): 349 – 354. )