

导管伸出长度对气雾化制备 TC4 粉末特性的影响

郭快快, 刘常升, 董欢欢, 陈岁元

(东北大学 材料科学与工程学院 材料各向异性与织构教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 采用电极感应熔炼气雾化法(EIGA)制备 TC4 钛合金粉末,模拟了雾化流场并研究了环形喷嘴中导管伸出长度对粉末形貌、粒径分布、空心球率、松装密度和流动性等特性的影响.结果表明:随着导管伸出长度的增加,负压区增大,雾化破碎更充分.当导管伸出长度为 3 mm 时,负压区分裂成两个独立的小负压区,制备的粉末中块状粉末和空心球增加.雾化气压为 6.0 MPa、熔炼功率为 60 kW、导管伸出长度为 2 mm 时,负压区面积大且呈倒置三角形,充满整个导管下方,液滴雾化破碎更充分;制备的粉末 $D_{(50)}$ 小于 90 μm ,可打印粉末的收得率为 51.60%;粉末松装密度为 2.870 g/cm^3 ,粉末流动性为 22.23 s/50 g,空心球率 $\leq 3\%$,雾化制备的 TC4 粉末更适合激光直接沉积技术.

关 键 词: 雾化制粉;TC4 钛合金;环形喷嘴;雾化模拟;负压区;粒径分布

中图分类号: TF 123.7 文献标志码: A 文章编号: 1005-3026(2018)06-0797-06

Effect of Extension Length of Catheter on Properties of TC4 Powder Prepared by Electrode Induction Melting Gas Atomization

GUO Kuai-kuai, LIU Chang-sheng, DONG Huan-huan, CHEN Sui-yuan

(Key Laboratory for Anisotropy and Texture of Materials, Ministry of Education, School of Materials Science & Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: LIU Chang-sheng, E-mail: csliu@mail.neu.edu.cn)

Abstract: TC4 titanium alloy powder was prepared by electrode induction melting gas atomization (EIGA). The atomization flow field was simulated, and the effects of extension length of the catheter on powder morphology, powder size distribution, hollow ball rate, apparent density and flow ability were investigated. The results showed that with the increase of extending length of the catheter, the negative pressure zone increases and the atomization powder is broken more fully. When the extending length is 3 mm, negative pressure zone splits into two independent small zones, and the bulk powder and hollow spheres increase. When atomization pressure, the melting power and the extending length are 6.0 MPa, 60 kW and 2 mm, respectively, the negative pressure area, which is large and inverted triangular, fills the lower part of the whole catheter while the atomization is more complete. The printable powder production rate is 51.60%. Apparent density is 2.870 g/cm^3 , flow ability is 22.23 s/50 g and hollow ball rate is below 3%. TC4 powder prepared by EIGA is more suitable for laser direct deposition.

Key words: atomized powder; TC4 titanium alloy; annular nozzle; atomizing simulation; negative pressure zone; powder size distribution

收稿日期: 2017-06-27

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项资金资助项目(N130810001); NSFC-辽宁联合基金重点项目(U1508213); 广东省前沿与关键技术创新专项资金资助项目(2015B010122001); 国家重点研发计划项目(2017YFB0305801).

作者简介: 郭快快(1989-),男,河南平顶山人,东北大学博士研究生;刘常升(1963-),男,内蒙古奈曼旗人,东北大学教授,博士生导师;陈岁元(1964-),男,甘肃天水人,东北大学教授,博士生导师.

作为金属 3D 增材制造的关键原料,球形粉末的生产是 3D 增材制造产业链的核心,而钛及钛合金由于其特殊的化学性质及应用价值,是制备难度较大的一种合金粉末^[1-2]. 目前,国内外能够批量生产球形钛及钛合金粉末的技术主要有等离子旋转电极法、感应等离子球化法、感应等离子雾化法、惰性气体雾化法^[3-4]. 新型的电极感应熔炼气雾化(EIGA)技术采用预合金棒料为电极,无坩埚感应加热,制备过程中不会含有掺杂,适合低含氧量、纯净的激光 3D 打印用钛合金粉末制备.

限制式环形喷嘴流场的特点在于其液流出口附近存在一个气体负压区,该区域内的气体压力与周围气体压力的差值,即所谓的抽吸压力^[5]. 金属液流首先进入负压区与雾化气体发生作用,因此负压区以及抽吸压力对雾化过程至关重要^[5-7]. 喷嘴中导管伸出长度是影响负压区域大小及流场结构的关键因素,对气雾化制备 TC4 钛合金粉末的粒径、形貌、空心球率等特性影响很大^[8-11]. 本文采用环缝式喷嘴气雾化制备 TC4 合金粉末,铜导管与喷嘴内腔上壁组合形成环缝,铜导管与气嘴内腔上壁的高度差称为导管伸出长度. 通过改变喷嘴铜导管与上壁的高度差,结合雾化流场结构模拟,综合研究导管伸出长度对雾化气流以及 TC4 合金粉末质量和性能的影响.

1 实验材料与方法

首先将加工好的钛合金棒固定稳定,再利用机械泵、罗茨泵和扩散泵将熔炼室和雾化室内气体抽出,待真空达到要求以后,开启中频电源开始感应熔炼,雾化介质采用高纯氩气(纯度 99.999%). 在保持感应熔炼功率、雾化气压(分别为 60 kW、6 MPa)等参数不变的条件下,对电极感应熔炼气体雾化制粉进行研究. 导管伸出长度依次设置为 0, 1, 2, 3 mm. 采用 JSM-6510A 扫描电子显微镜观察 TC4 合金粉末的表面形貌. 采用 HORIBA LA-920 激光散射粒度分布分析仪分析 TC4 粉末的粒度大小及分布, HYL-102 型霍尔流速计测量粉末松装密度及流动性.

采用 ANSYS14.0 软件模拟气雾化流场,流场模型选择“ $k-\epsilon$ ”湍流模型,雾化气体氩气看作“理想气体”,比热容为 520.64 J/(kg·K),热导率为 0.015 8 W/(m·K),黏度为 2.125×10^{-5} kg/(m·s),气体压力为 6 MPa. 雾化区域有限元网

格划分如图 1 所示,雾化室尺寸为 40 mm × 50 mm,边界条件:喷嘴入口采用压力进口,雾化室出口采用压力远场,流场中心线设置为对称面,其余边界全采用壁面类型且壁面类型均为无滑移绝热壁面.

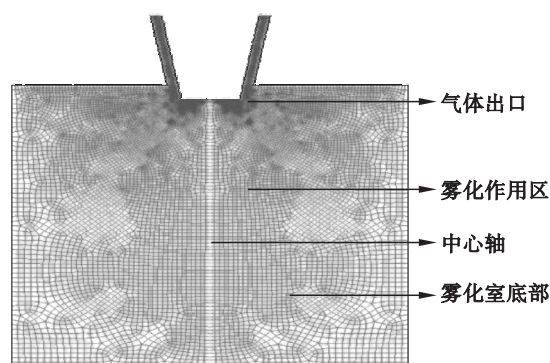


图 1 气流模型有限元网格划分

Fig. 1 Finite element mesh generation in air flow model

2 结果与讨论

2.1 导管伸出长度与压力分布关系

流场结构对导管末端伸出长度的变化最为敏感,伸出长度细微调整将导致负压区、抽吸压力和雾化室内气流回流区的明显改变^[5-6]. 由图 2a ~ 2d 右下方照片可知,随导管伸出长度增加,气流雾化区域增大. 伸出长度为 0 mm 时,负压区面积非常小,只存在导管下方一个理论的圆点区域内,雾化气体发散,喷嘴出口两侧压力较低,如图 2a 所示,气体出口附近的高气压区域向外侧扩展不明显,回流区面积被压缩并且气压大部分为正,将导致熔体难以顺利下流而阻碍雾化过程的进行,容易堵嘴. 伸出长度为 1 mm 时,图 2b 中负压区增大成圆形区域,气体出口附近的高气压区域向外侧扩展较明显,回流区内的负压区向两边扩张,面积增大,有利于液滴的破碎.

伸出长度为 2 mm 时,图 2c 中负压区在气嘴下方与两侧气流形成大倒等腰梯形区域,气体出口附近的高气压区域向外侧扩展更加明显,回流区变长并且回流区内的负压区面积达到最大,熔体液滴由于吸力的作用被迅速拉进回流区,有充分的破碎时间. 伸出长度为 3 mm 时,图 2d 中负压区分裂成两个小的等腰三角形区域,气体出口附近的高气压区域进一步向外侧扩展,铜喷嘴内壁类似“墙”的结构^[5],伸出长度过长,回流区内的负压区被分割,不利于熔滴的充分破碎. 同时,铜喷嘴的长度增加意味着熔滴自熔炼室下落

到雾化室的流程增大,熔滴可能会因过热度不够提前凝固而造成喷嘴堵塞。

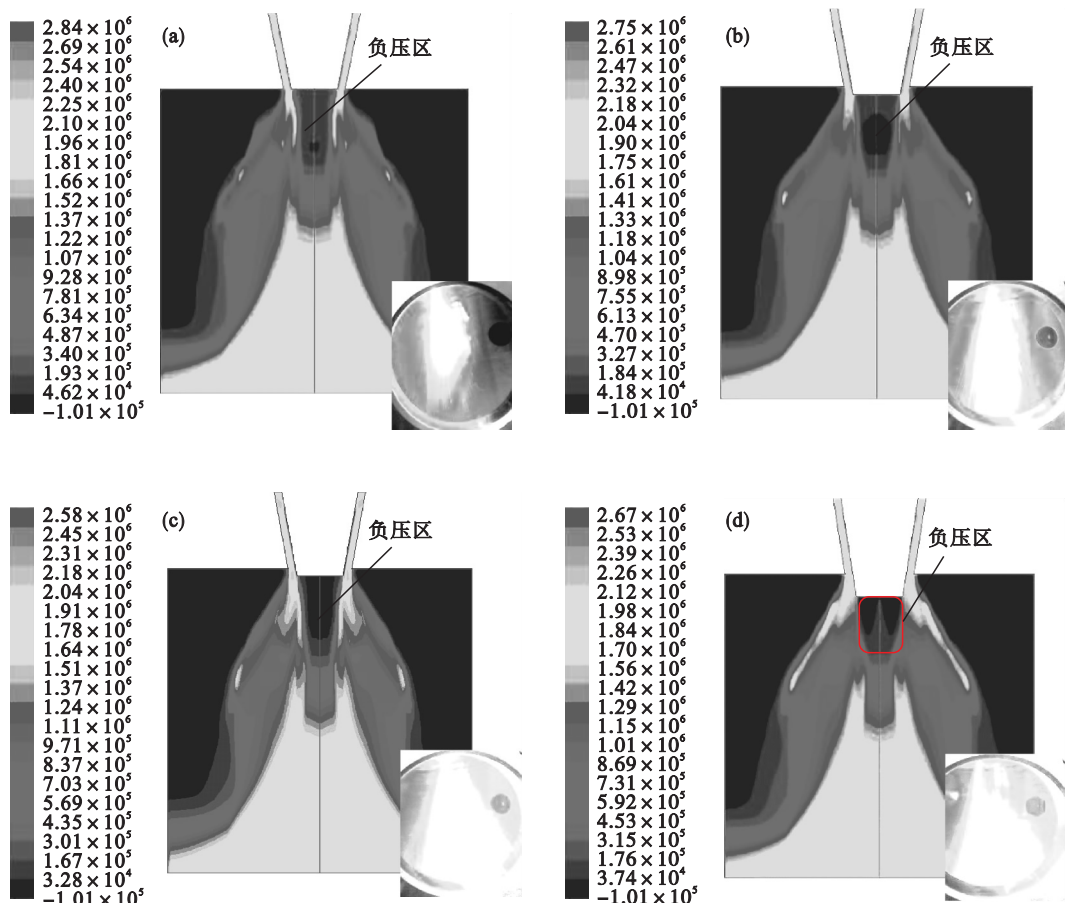


图 2 导管伸出长度对气压分布的影响
Fig. 2 Effect of extension length on the pressure distribution
(a)—0 mm; (b)—1 mm; (c)—2 mm; (d)—3 mm.

2.2 TC4 合金粉末形貌分析

图 3 为不同导管伸出长度制备的 TC4 合金粉末宏观形貌 SEM 图. 导管伸出长度对粉末形貌影响较大,雾化过程中不同伸出长度所制备的粉末都有卫星颗粒存在,这是由于雾化过程中,回流区粉末碰撞粘在一起. 图 3a 中粉末颗粒较大,并存在破碎的球形颗粒,这是由于负压区小,第一阶段液滴未被拉长而直接雾化,导致金属液滴未被充分破碎而球化凝固成大粒径颗粒,气嘴伸出长度小,气流扩散大,雾化室内气流紊乱大,颗粒碰撞多,导致破碎的粉末颗粒增加.

图 3b 中粉末中存在大量片状粉末、杆状粉末、椭球形粉末,这是由于导管伸出 1 mm 时负压区相对增大但负压区域不大,液滴被拉长距离有限,拉长液滴呈短粗杆状,在雾化第三阶段粉末不易收缩成球,液滴较大凝固速度相对减慢,未凝固碰撞几率增加,导致长条形不规则粉末增加,因此杆状、片状、椭球形粉末增多. 图 3c 中粉末缺陷较少,存在少量卫星球颗粒,粉末粒径较小、球形度

较高,其原因是,雾化导管伸出长度增加到 2 mm 时,导管下方负压区足以将液滴拉长成细长条,且喷嘴周围气压增大,粉末破碎更充分.

图 3d 中粉末存在大量的块状粉末、椭球粉末、开口式空心球,这是由于导管伸长度过长,形成两个独立的小负压区,液滴在下落时,有横向将液滴拉宽的趋势,液滴变大,凝固速度下降,部分大液滴撞到雾化室壁形成块状液滴,同时导管过长气流太分散,雾化能力减弱,气流容易被卷入液滴内部形成空心粉末.

2.3 TC4 粉末粒径分布分析

图 4 为不同导管伸出长度下制备的 TC4 合金粉末粒径分布图. 导管伸出长度 0 mm 时,粒径分布如图 4a 所示,统计得 $D_{(50)}$ 为 157 μm ,粒径集中分布在 100 ~ 270 μm 之间,粉末平均粒径为 166 μm . 导管伸出长度 1 mm 时,如图 4b 所示, $D_{(50)}$ 为 148 μm ,粒径分布集中在 100 ~ 270 μm 之间,平均值为 159 μm . 导管伸出长度 2 mm 时,即 $D_{(50)}$ 为 80 μm ,粒径集中分布在 50 ~ 150 μm 之

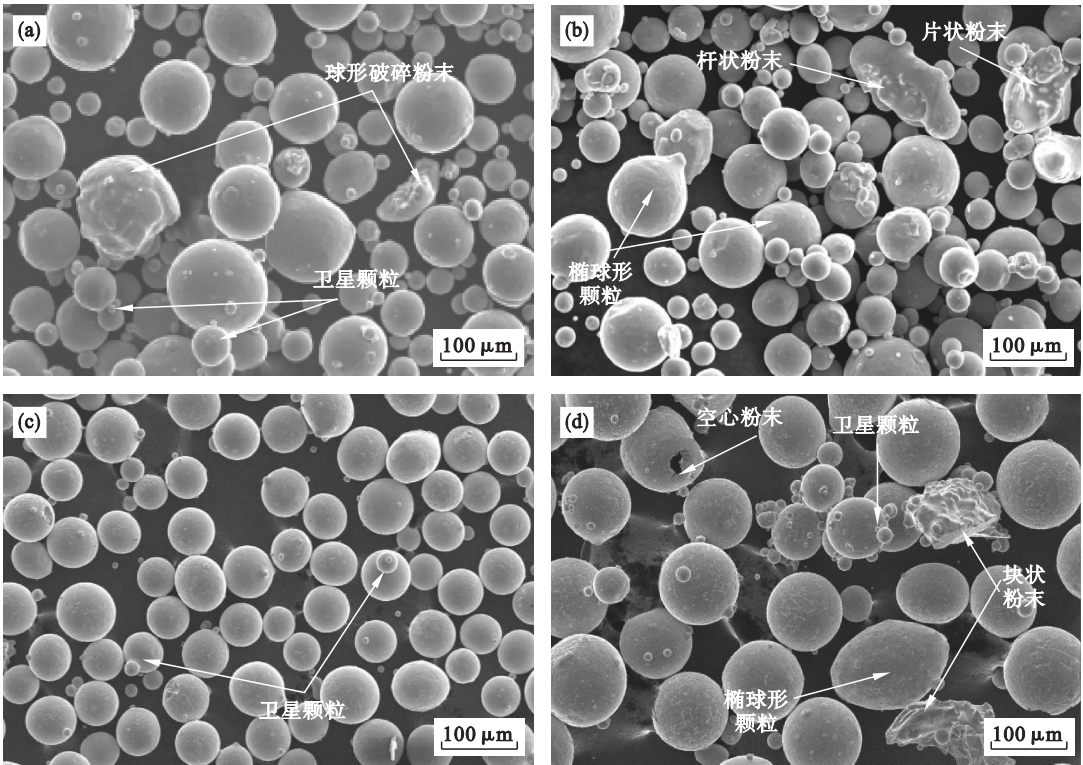


图 3 不同导管伸出长度 TC4 合金粉末宏观形貌 SEM 图
Fig. 3 SEM images of the TC4 alloy powder prepared at different extension length
(a)—0 mm; (b)—1 mm; (c)—2 mm; (d)—3 mm.

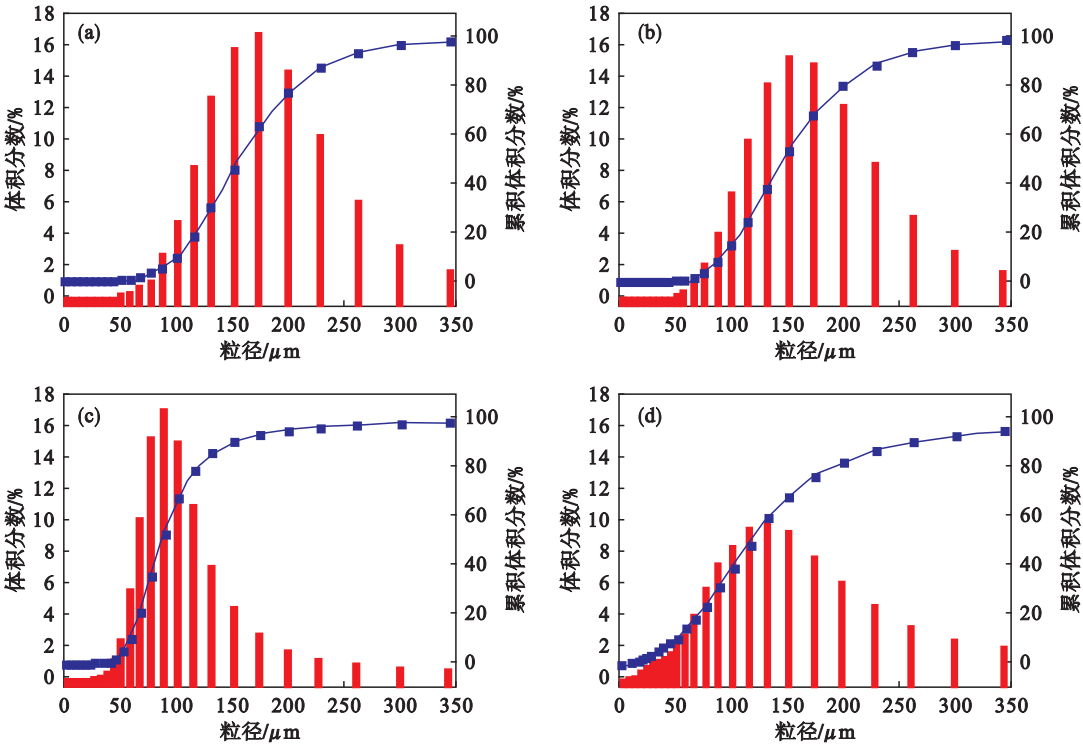


图 4 不同导管伸出长度 TC4 合金粉末粒径分布图
Fig. 4 Particle size distribution of TC4 powder prepared at different extension length
(a)—0 mm; (b)—1 mm; (c)—2 mm; (d)—3 mm.

间,粉末平均粒径为 100 μm . 导管伸出长度 3 mm 时,即 $D_{(50)}$ 为 120 μm ,粒径不集中,粉末平均粒径为 143 μm . 随着气压增大,粉末 $D_{(50)}$ 与粉末平

均粒径先减小后增大,粒径集中分布区间直径变小. 其原因是由于导管伸出长度对粉末粒径影响较大,导管伸出长度小于 2 mm 时负压区小,气嘴

处气流分散大,有效雾化气流压力小,非球形粉末多,粉末平均直径大;当导管长度大于 2 mm 时,气嘴两侧气流距离远,负压区分散,液滴横向增大,球化困难,导致粒径增大.

取粒径在 1 ~ 180 μm 的粉末为可打印粉末,用 80 筛子筛分出并称其质量,占总粉末质量的比例为粉末收得率. 由图 5 可知,可打印粉末收得率随气嘴伸出长度增加先增大后减小,在 2 mm

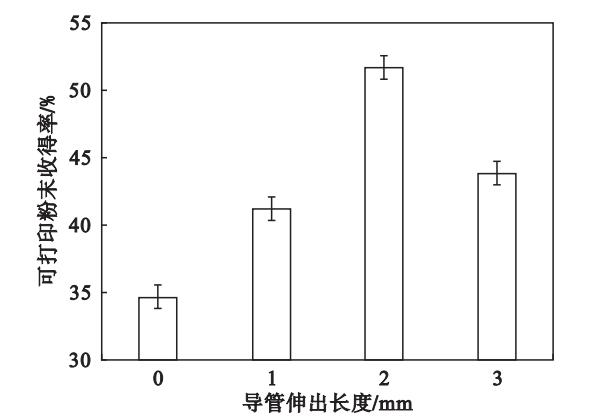


图 5 粉末收得率随导管伸出长度变化曲线
Fig. 5 Production rate of printable powder prepared at different extension length

时,可打印粉末的收得率最大为 51.60% ,气嘴的导管伸出长度对粉末粒径影响较大,伸出长度增大,雾化气体集中,制备的粉末粒径小于 180 μm 的 TC4 粉末占比多. 伸出长度 3 mm 时,气流分散,粒径大于 180 μm 的粉末增多,同时气流紊乱破碎产生的 1 ~ 50 μm 的粉末增多,使得 1 ~ 180 μm 的粉末收得率高于导管伸出 0 mm 和 1 mm,而低于 2 mm 时的可打印粉末收得率.

2.4 TC4 合金粉末空心球率分析

图 6 为不同导管伸出长度制备的 TC4 合金粉末截面 BEC 图,在扫描电镜背散射模式下观察粉末截面空心球率. 由图 6a,b,c,d 比较可知,导管伸出 0 mm 与 1 mm 时制备的粉末空心球率相差不大,TC4 合金粉末球形度较低,椭球形粉末与不规则粉末较多. 导管伸出长度为 3 mm 时,空心球最多,破碎粉末较多. 导管伸出 2 mm 制备的空心球最少,球形度最好. 导管伸出 0 mm 与 1 mm 时,负压区与回流区都小,气流紊乱程度相对 3 mm 时较小,气流卷入液滴较少,2 mm 时负压区和回流区较大,但气流集中,紊乱程度小,因此空心球率最低,粉末空心球率低于 3% .

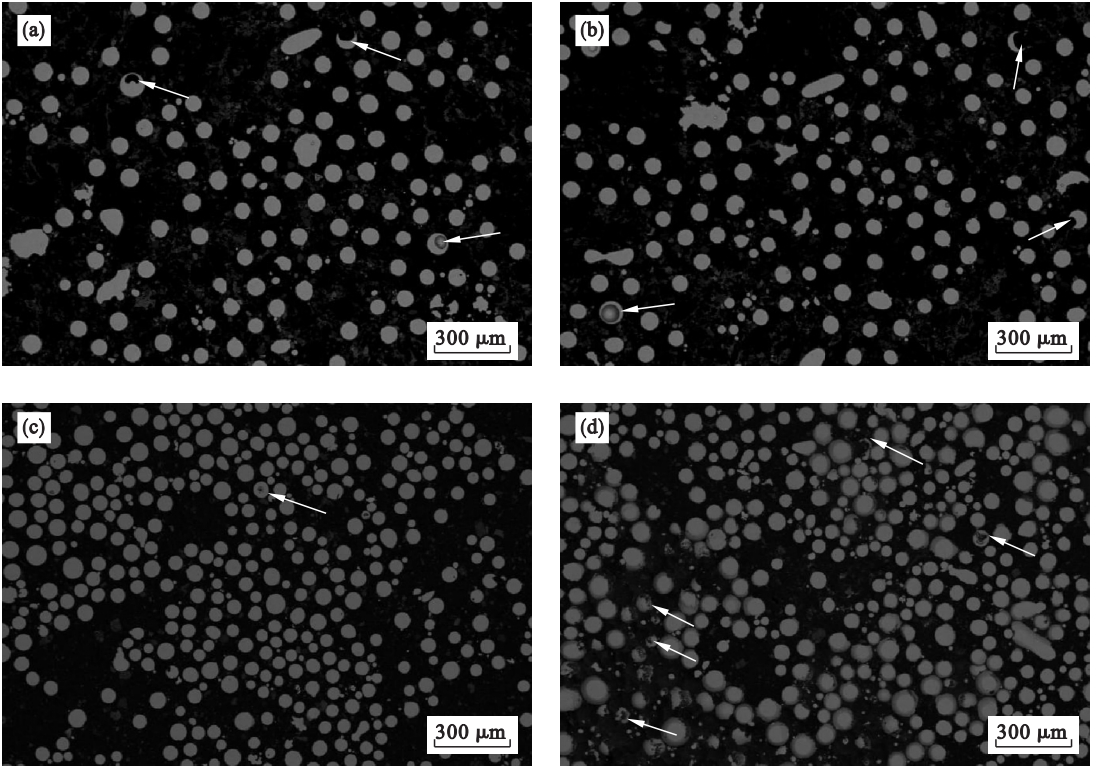


图 6 不同导管伸出长度空心球率 BEC 图
Fig. 6 BEC images of TC4 hollow powder prepared at different extension length
(a)—0 mm; (b)—1 mm; (c)—2 mm; (d)—3 mm.

2.5 TC4 粉末松装密度与流动性分析

图 7 为球形 TC4 合金粉末流动性和松装密度随导管长度变化曲线. 松装密度在导管伸出长度 2 mm 时达到最大,为 2.834 g/cm³,标准 TC4 钛合金棒密度为 4.43 g·cm⁻³,松装密度比为 63.97%,符合激光 3D 增材制造用 TC4 钛合金粉末松装密度比要求,每 50 g 流动时间为 23.28 s. 这是由于粉末球松装密度和流动性受粉末形貌和不规则粉末形态影响. 导管伸出长度为 0 mm 时制备的缺陷粉末主要为球形破碎粉末;1 mm 时制备的缺陷粉末主要为杆状粉末,对流动性和松装密度影响较大;3 mm 时制备的缺陷粉末主要为块状和片状粉末,对松装密度和流动性影响最大. 因此,导管伸出长度为 2 mm 时,制备的缺陷粉末少,粉末整体松装密度和流动性最好.

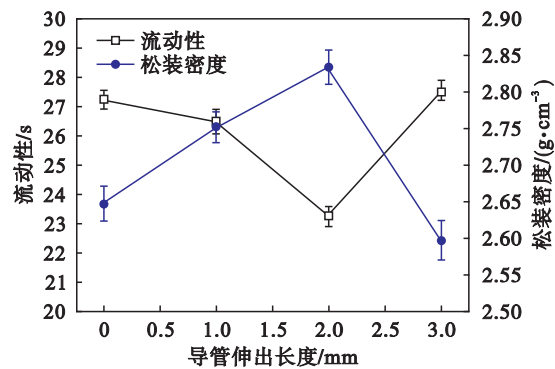


图 7 流动性和松装密度随导管伸出长度变化曲线

Fig. 7 Flow ability and apparent density of TC4 powder prepared at different extension length

3 结 论

1) 环形喷嘴导管伸出长度对雾化流场影响较大. 随着导管伸出长度的增加,负压区增大,雾化破碎更充分. 当导管伸出长度为 3 mm 时,负压区分裂成两个独立的小负压区,伸出长度过长,回流区内的负紊压区被分割,不利于熔滴的充分破碎,制备的 TC4 合金粉末中块状颗粒和空心球增加.

2) 雾化气压为 6.0 MPa、熔炼功率为 60 kW、导管伸出长度为 2 mm 时,负压区面积大,呈倒置三角形,充满整个导管下方,液滴雾化破碎充分;制备的粉末 $D_{(50)}$ 小于 90 μm,粒径集中分布在 50 ~ 150 μm 之间;粉末松装密度为 2.870 g/cm³,

粉末流动性为 22.23 s/50 g,空心球率≤3%,雾化制备的 TC4 粉末更适合激光直接沉积技术.

参考文献:

[1] Dawes J, Bowerman R, Trepleton R. Introduction to the additive manufacturing powder metallurgy supply chain[J]. *Johnson Matthey Technology Review*, 2015, 59: 243 – 256.

[2] Singh R, Verma M. Investigations for deducing wall thickness of aluminium shell casting using three dimensional printing [J]. *Journal of Achievements in Materials & Manufacturing Engineering*, 2008, 31 (2) : 565 – 569.

[3] Zhang G X, Zhao Y G, Dong B, et al. Preparation of white alumina spherical composite magnetic abrasive by gas atomization and rapid solidification[J]. *Scripta Materialia*, 2011, 654: 416 – 419

[4] Chen G, Tan P, Zhao S Y, et al. Spherical Ti-6Al-4V powders produced by gas atomization[J]. *Key Engineering Materials*, 2016, 704: 287 – 292.

[5] 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.

[6] Aksoy A, Ünal R. Effects of gas pressure and protrusion length of melt delivery tube on powder size and powder morphology of nitrogen gas atomised tin powders [J]. *Powder Metallurgy*, 2006, 49 (4) : 349 – 354.

[7] Thompson J S, Hassan O, Rolland S A, et al. The identification of an accurate simulation approach to predict the effect of operational parameters on the particle size distribution (PSD) of powders produced by an industrial close-coupled gas atomizer [J]. *Powder Metallurgy*, 2016, 291: 75 – 85.

[8] 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.

[9] Srivastava V C, Ojha S N. Effect of aspiration and gas-melt configuration in close coupled nozzle on powder productivity [J]. *Powder Metallurgy*, 2006, 49 (3) : 213 – 218.

[10] 余勇, 曾归余, 肖明清, 等. 不同工艺对真空气雾化 Ni 粉粒度的影响研究[J]. *粉末冶金工业*, 2015, 25 (1) : 38 – 41. (Yu Yong, Zeng Gui-yu, Xiao Ming-qing, et al. Study on the influence of different processes on the vacuum gas atomized Ni powder particle size [J]. *Power Metallurgy Industry*, 2015, 25 (1) : 38 – 41.)

[11] Singh D, Dangwal S. Effects of process parameters on surface morphology of metal powders produced by free fall gas atomization[J]. *Journal of Materials Science*, 2006, 41 (12) : 3853 – 3860.