

粉末球形度对高速激光熔覆层质量的影响

马宽, 唐洪奎, 卓君, 李安, 赖运金, 梁书锦, 王庆相

(西安欧中材料科技有限公司 西安市3D打印用金属粉末材料工程技术研究中心, 陕西西安 710018)

摘要: 分别用高速激光熔融等离子旋转电极和雾化制备AISI 431不锈钢粉末。通过对粉末粒度测试、粉末形貌观察、粉末球形度计算、熔覆层微观组织观察和厚度均匀性测定, 对比分析粉末不同球形度对高速熔覆层质量的影响。研究表明: 超高转速等离子旋转电极粉末球形度优于雾化粉, 其流速和松装密度均优于雾化粉; 前者熔融制备熔覆层厚度均匀、组织细小呈等轴树枝晶。粉末球形度直接影响高速激光熔覆层质量。

关键词: 球形度; 高速激光熔覆; 厚度; 组织

激光熔覆是指以高能量密度的激光为热源, 熔融预置在基体上的熔覆材料或与激光同步送进熔覆材料, 在基体上形成熔池熔融预置粉体, 或激光直接作用同步送进粉体使其在基体上方形成半熔融粉体, 熔融态或半熔融态粉体和基体表面冶金结合后, 瞬态凝固沉积形成低稀释率的熔覆层的过程^[1-2]。激光熔覆技术隶属增材制造技术分支, 可用于三维实体加工和零件表面改性(表面熔覆)、再制造等领域, 在航空、航天、重型机械等领域都具有广阔的应用前景。

目前, 根据技术原理不同分为普通激光熔覆和高速激光熔覆。普通激光熔覆由于采用预置送粉方式, 且激光光斑尺寸较大, 熔融粉体粒径范围通常为53~150 μm, 而高速激光熔覆采用光、粉同轴方式, 粉体粒径通常为15~53 μm。高速激光相对于普通激光, 熔覆加工效率高、熔覆层稀释率低、组织致密、熔覆层平整仅需磨抛加工即可满足使用要求^[3-4]。高速激光熔覆加工效率更高, 可达25~200 m/min; 熔覆层相对于普通熔覆晶粒细小、均匀, 稀释率更低; 就AISI 431不锈钢耐蚀熔覆层而言, 高速熔覆层中Cr含量分布更加均匀, 熔覆层的耐蚀性更优异^[5]。鉴于上述优点, 高速熔覆设备市场占有率逐年提高。

设备的优化升级必然需要原材料粉体的迭代更新, 从而满足熔覆高效需求。早期普通熔覆用粉体多为热喷涂行业所用自溶性粉体, 且由于粉体为预置填充因此对粉体流速和表面质量等参数要求不高。高速激光熔覆用粉除满足零件的使用性能要求外, 要实现熔覆工艺过程的稳定性、熔覆层高质量, 还需对粉体的物理形态进行严格规定。近几年的研究多集中在材料成分设计和使用性能优化上, 对于粉体物理形态的影响目前研究较少。基于上述背景, 对粉体球形度在高速激光熔覆层质量上的影响进行对比研究, 分析粉体球形度差异对熔覆工艺及质量的影响, 揭示粉体球形度作用, 为高速激光熔覆技术中粉体选择提供一定的判断依据。

1 试验材料及方法

1.1 试验材料

试验选用西安欧中材料科技有限公司超高转速等离子旋转电极法制备的AISI 431不锈钢粉体和相同成分的气雾化粉体为原材料。两种粉体的粒径范围均为15~53 μm, 图1为两种粉体激光粒度检测结果。超高转速等离子旋转电极粉体(简称SS-PREP粉)中位径占比约为42.36 μm, 气雾化粉体(简称GA粉)中位径占比约为55.47 μm,

作者简介:

马宽(1993-), 男, 硕士, 主要研究方向为金属粉末制备及应用技术。E-mail: makuan2011@163.com

通讯作者:

唐洪奎, 男, 硕士, 助理研究员。E-mail: thk7410@163.com

中图分类号: TG141

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2022)

05-0586-06

基金项目:

国家重点研发计划(2017YFE0301403、2018YFB1106400); 陕西省重点研发计划(2021GY-299)。

收稿日期:

2021-10-12。

SS-PREP粉的D10、D50、D90值均小于GA粉。

基体材料选用316L不锈钢管材，管材为直径40 mm、壁厚5 mm、长度550 mm的薄壁件。AISI 431不锈钢粉体与316L不锈钢管材的化学成分见表1。

1.2 试验方法

高速激光熔覆试验系统包括IPG公司6 kW光纤激光器、GTV双筒送粉器、同轴送粉器及高速旋转高精度机床。高速激光熔覆工艺参数见表2，其中激光光斑直径为3 mm。熔覆路径均为单层螺旋上升曲线，相邻两道搭接率为70%，激光熔覆用气体为99.999%高纯氩气。从表2参数对比中可看出，激光熔覆SS-PREP粉用有效功率小于GA粉，这是由于金属粉体球形度越好，激光在粉体表面发生反射的次数越多，因此粉体对激光的吸收率越好^[6]。

试验前，对316L不锈钢管材表面机械加工处理至表面粗糙度 $6.3\ \mu\text{m}$ ，并用酒精擦拭除去油污；将AISI 431不锈钢粉体放置于 $100\ \text{℃}$ 干燥箱中干燥处理，充分去除水分后。将GA粉先装入送粉器中进行激光熔覆，熔覆完成后充分清理送粉器和管路，再装入SS-PREP粉至送粉器中进行激光熔覆。

研究采用丹东百特仪器有限公司生产的BT-9300激光粒度分布仪对金属粉体样品的激光粒度进行表征，分别测试金属粉体的粒度分布特征。使用Tescan扫描电子显微镜利用二次电子对粉体样品表面形貌进行观察。霍尔流速计测量金属粉体的流动性，以50 g粉末通过2.5 mm孔径标准漏斗所用时间计量三次求取平均值。使用BT-1000型智能粉体特性测试仪检测金属粉体样品的松装密度和振实密度。线切割机将高速激光熔覆试样制成 $\Phi 40\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$ 的金相试样，试样经磨样、抛光后用20 mL $\text{HNO}_3 + 60\ \text{mL}\ \text{HCl} + 20\ \text{mL}\ \text{H}_2\text{O}$ 腐蚀，在Olympus光学显微镜下观察熔覆层截面宏观和金相组织形貌。

2 试验结果及讨论

2.1 两种粉体形貌对比

图2为两种粉体放大500倍下二次电子形貌照片，粉体形貌对比发现，SS-PREP粉球形度明显好于GA粉。这是由于金属粉体的球形度主要取决于金属熔滴的成球时间和冷却时间的相对大小，以及金属溶液的

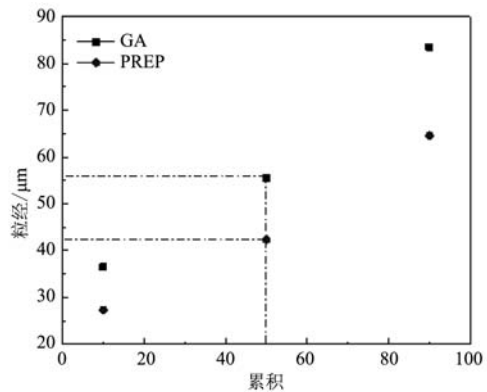


图1 原材料粉体激光粒度检测结果

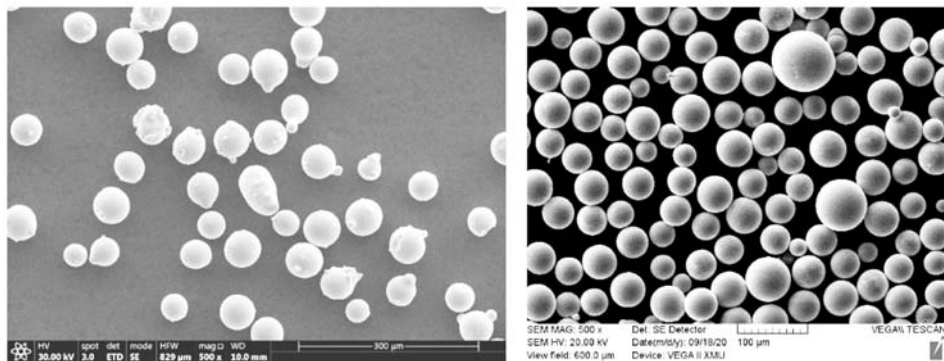
Fig. 1 Results of laser particle size detection of the raw material powders

表1 AISI 431不锈钢粉体和316L不锈钢管材的化学成分
Table 1 Chemical compositions of the AISI 431 powder and 316L pipe $w_B/\%$

材料	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo
AISI 431	0.11~0.17	0.80	0.80	1.5~2.5	16~18	
316L	0.03	1.00	2.00	10~14	16~18	2~3

表2 高速激光熔覆工艺参数
Table 2 Process parameters of the high speed laser cladding

粉体	功率/W	送粉速率 /($\text{g} \cdot \text{min}^{-1}$)	熔覆速率 /($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)	气体流量 /($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)
SS-PREP粉	400	2.2	20	27
GA粉	480	2.2	20	27



(a) GA粉体形貌

(b) SS-PREP粉体形貌

图2 两种粉体二次电子形貌

Fig. 2 Electron morphologies of two powders

表面张力和粘度的影响。首先, 本研究中SS-PREP粉与GA粉成分一致, 排除了受材料物理性能不同而导致表面张力和粘度差异, 从而造成粉体球形度不同。其次, 如果金属熔滴的成球时间小于冷却时间, 则金属熔滴有时间克服表面张力作用凝固成球, 得到球形度较高的金属粉体。等离子旋转电极制粉是在无气体对流环境下, 凝固过程冷却速率远小于雾化制粉, 仅依靠金属熔滴自身克服表面张力凝固成球形粉体, 而雾化过程, 合金受到雾化介质冲击, 极冷度低, 雾化的细小液滴没有充足时间收缩成球, 便立即凝固, 因此粉体多为近似球形^[7-8]。鉴于上述原因, SS-PREP粉体球形度优于GA粉。

2.2 两种粉体球形度对比

图2中仅能从表面形貌非定量判断两种粉体的球形度, 若要精确对比, 需对两种粉体的球形度进行计算。本研究利用Image-Pro Plus软件对两种粉体的平均粒径和截面面积测量, 利用粉体截面面积 S_1 可推算出粉体等效直径 d_1 , 将粉体等效直径 d_1 与粉体平均粒径 d_2 对比值作为粉体的球形度系数 λ , 计算见公式(1)、(2)所示。对于理想的球形粉体, 其面积计算的粉体等效直径 d_1 与粉体平均粒径 d_2 比值应为1。

$$d_1 = 2 \times \sqrt{S_1/\pi} \quad (1)$$

$$\lambda = d_1/d_2 \quad (2)$$

从图3球形度系统统计图中可以看出, GA粉球形度系数在0.8~3.7之间, 分散度较大, 球形度系数平均值为1.07, 误差为0.72。SS-PREP粉球形度系数在0.79~1.25之间, 集中度较高, 球形度系数平均值为0.99, 误差为0.07, 接近理想球体球形度系数1。

2.3 球形度对熔覆粉体流速和松装密度的影响

粉体流动性指数是休止角、压缩度、平板角、均齐度、凝集度等各项指标的加权和, 通常将粉体形貌规则度、内部空心度、粒度分布状况作为影响流动性的主要因素。本研究选取近似粒径范围的两种工艺制备的粉体材料, 排除了粒度分布对流动性的影响, 仅考虑粉体形貌规则度和内部空心度因素。图4为两种粉体流动性和松装密度测试结果, 结果显示: 相同粒径SS-PREP粉体的流动性优于GA粉。这是由于虽然两种粉体粒径范围近似, 但GA粉中有较多小颗粒在气流作用下粘结于大颗粒上形成卫星粉, 卫星粉为小颗粒与大颗粒串联起来形成的搭桥现象, 增大了粉体流动过程中的摩擦力^[9], 因此不规则卫星粉的存在影响了粉体的流动性。

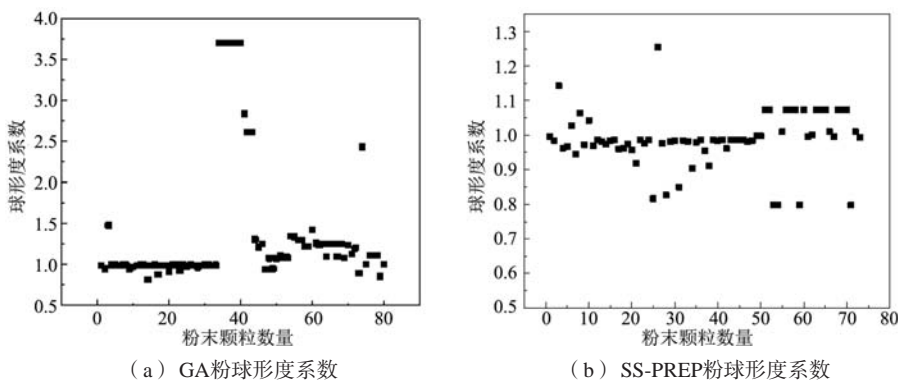


图3 球形度系数统计图

Fig. 3 Statistical diagrams of the sphericity coefficient

另外, SS-PREP粉松装密度也优于GA粉。粉末颗粒形状不规则, 则粉体之间排列不紧密, 导致粉体内间隙较大; 而球形粉体, 颗粒排布密实, 粉体间隙较小^[10]。粉体间隙越大, 对应单位体积内粉体质量越小, 也就是松装密度越小。

粉末的流速和松装密度差异直接影响熔覆层密度, 粉末的松装密度越高, 熔覆层(或称成形零件)的致密度越高^[11]。Chongliang Zhong等^[12]对GA粉和SS-PREP粉振实密度的影响也进行了分析, 研究表明由于两种粉体单位时间内流速不同, 以及GA粉中存在卫星粉、空心粉等导致相同送粉时间内SS-PREP粉送粉量大于GA粉, GA粉振实密度小于SS-PREP粉。最终导致采

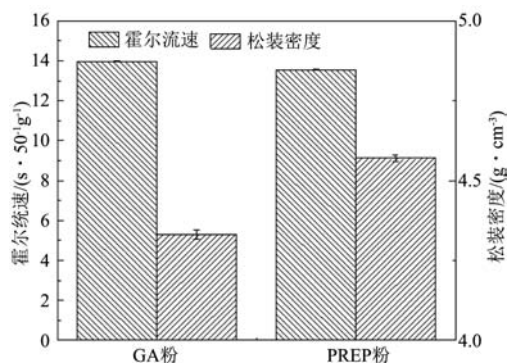


图4 两种粉体的霍尔流速和松装密度测试值

Fig. 4 Hall flow rate and apparent density results of two kinds of powders

用SS-PREP粉熔融的单层单道熔覆层截面面积更大、稀释区更小。

2.4 球形度对熔覆层厚度均匀性的影响

除去熔覆层使用性能外，熔覆层的表面质量是评价质量好坏的重要指标。本研究分别采用表2中工艺参数在316L不锈钢基体上进行单层熔覆。从熔覆层表面形貌可以看出，相同工艺参数下，SS-PREP粉熔覆层表面质量明显优于GA粉，尤其是SS-PREP粉熔覆层金属光泽优于GA粉，见图5所示，其中A为GA粉熔覆层宏观形貌，B为SS-PREP粉熔覆层宏观形貌。

图6为A、B宏观形貌放大图，可看出，SS-PREP粉

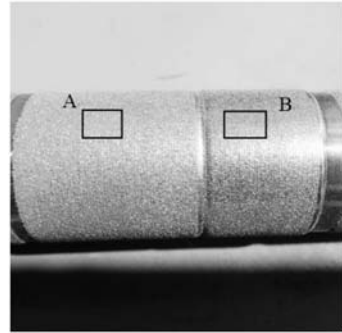
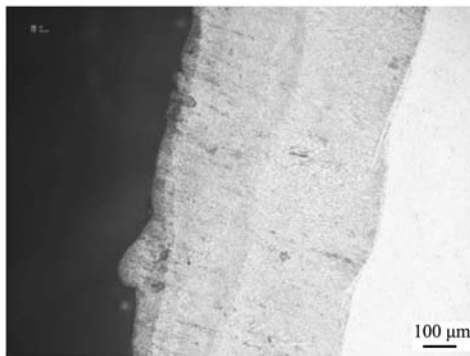


图5 两种粉体熔覆层表面质量对比

Fig. 5 Comparison of the surface quality of the cladding layers by different powders



(a) GA粉熔覆层表面形貌



(b) SS-PREP粉熔覆层表面形貌

图6 表面形貌对比

Fig. 6 Comparison of the surface morphologies of the cladding layers by different powders

熔覆层表面形貌较GA粉平整。为精确对比两种熔覆层平整度，本研究利用Image-pro plus软件对两种熔覆层进行了水平间隔距离500 μm熔覆层厚度测量。通过对比熔覆层厚度变化，间接反映熔覆层表面平整度。

图7为两种熔覆层厚度变化曲线，可以看出：SS-PREP粉熔覆层厚度变化波动较GA粉熔覆层小；SS-

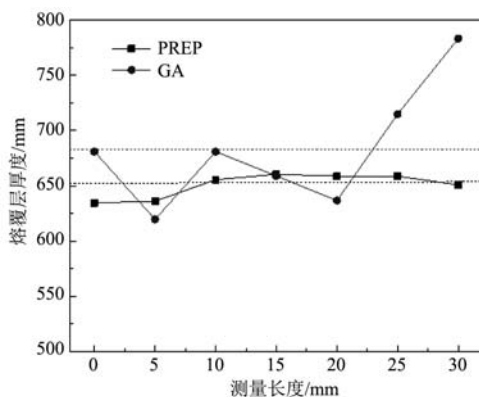


图7 GA粉熔覆层和SS-PREP粉熔覆层厚度变化曲线

Fig. 7 Thickness variation curves of the cladding layers by the GA powder and SS-PREP powder

PREP粉熔覆层厚度平均值为651.61 μm，平均差为10.98 μm；GA粉熔覆层厚度平均值为682.16 μm，平均差为54.53 μm。

Xuesong Gao等^[13]采用计算机模拟技术对激光选区熔融过程中非球形粉对熔池动态影响进行研究，模拟计算结果显示，非球形粉熔融表面的粗糙度和松装密度都劣于球形粉。根据模型计算：非球形粉熔覆层表面粗糙度约为7.5 μm，球形粉熔覆层表面粗糙度约为6.2 μm；非球形粉熔覆层松装密度为5.0 g/cm³，球形粉熔覆层松装密度为5.1 g/cm³。王文强等^[14]研究发现粉体颗粒的三维形貌对增材制造中铺粉过程影响较大，形貌不良粉体占比的增大会降低材料的堆积密度，对最终成形件的形状精度都会产生不利影响。

2.5 球形度对熔覆层组织均匀性的影响

图8为SS-PREP粉和GA粉熔覆层微观组织对比，GA粉熔覆层接近熔合线组织呈现出典型的外延生长特点，其组织由相互平行的柱状树枝晶组成，晶粒长度尺寸大于200 μm（图8a）。沿着远离熔合线，逐步由柱状树枝晶转变为等轴树枝晶（图8c）。这是由于

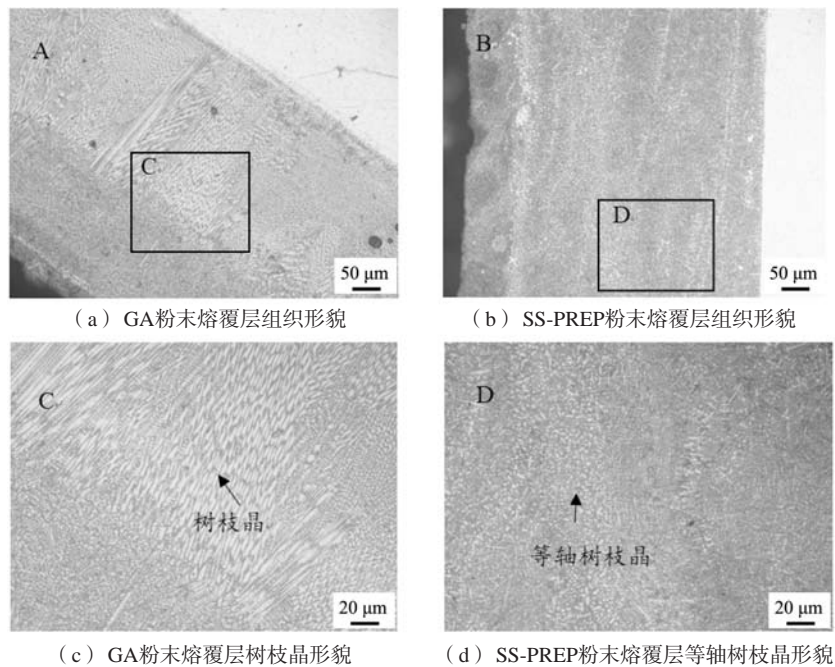


图8 微观组织对比

Fig. 8 Comparison of different microstructures

该区域的热量主要通过温度较低的基体散失，导致该区域熔融层凝固速率较快，由此形成垂直于结合面快速生长的枝状晶。当枝状晶沿垂直界面生长到足够大时，相邻的枝状晶会相互阻碍其沿宽度方向生长，导致枝状晶在有限的空间形成贯穿型柱状晶。随着固液界面的推移，熔池温度梯度变小，成分过冷度增加，凝固速率变慢，远离熔合线处柱状树枝晶转变为无明显方向性的等轴树枝晶。

SS-PREP粉熔覆层在熔合线附近自熔覆层外侧均呈无明显生长方向性的等轴树枝晶（图8b）。组织形貌较GA粉细小、均匀（图8d）。这与SS-PREP粉熔覆过程能量输入较GA粉小，散热更快导致温度梯度相对降低，晶粒外延生长动力不足有关。而造成两种粉末熔覆过程能量输入不同的最主要原因就是两种粉末的球形度不同，相同粒径的粉末，球形度越好，粉末对激光的吸收率越高，对应粉末熔融需要的能量越小^[6]。

组织各向异性会直接影响熔覆层的使用性能，表现在：一方面，树枝晶晶界处碳、铬元素富集，易形成高硬度化合物，且随着组织外延生长特性的明显，高硬度化合物富集方向性也愈加明显。硬质化合物导致裂纹萌生和扩展加剧，激光熔覆过程中晶间形成液膜，而高熔点的硬质化合物成为液膜中的固相桥，从而影响晶界液膜的连续性。当激光熔覆产生的拉应力超过液膜表面张力时，会产生裂纹，而硬质颗粒形成的固相桥不连续的存在于晶界中加速裂纹扩展^[15]。

另一方面，组织各向异性对抗腐蚀性能的影响。可解释为柱状树枝晶晶界碳、铬元素的富集，晶内出现贫铬，而铬是提高腐蚀性主要元素，可形成 Cr_2O_3 钝化膜，有效阻止或减缓腐蚀的进行^[16-17]。均匀、细小的组织能使钝化膜形核的位点增加，致密钝化膜形成更容易，且钝化膜受损后恢复能力强，因此细小的等轴树枝晶可有效提高抗腐蚀能力^[18-19]。

3 结论

(1) SS-PREP粉球形度系数平均值为0.99，误差为0.07；GA粉球形度系数平均值为1.07，误差为0.72。SS-PREP粉球形度优于GA粉，且误差值相对较小。

(2) 粉体球形度差异直接影响粉末流速和松装密度，球形度优异的SS-PREP粉流速小于GA粉，松装密度大于GA粉。

(3) 试验发现相同成分、相同粒径范围的粉体，球形度越好，高速熔覆层表面平整度越好，厚度均匀性越好。

(4) 高速熔覆过程中，相同粒径范围的SS-PREP粉由于球形度好，对激光吸收率更高，因此所用功率小于GA粉。SS-PREP粉熔覆层内部微观组织表现为更细小、方向性不明显的等轴树枝晶。

参考文献:

- [1] PATRYCJA W, AGATA B, MAREK P. The influence of laser engineered net shaping (LENSTM) technological parameters on the laser deposition efficiency and properties of H13 (AISI) steel [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 823: 153840.
- [2] KHODABAKHSHI F, FARSHIDIANFA M H. Microstructure, strain-rate sensitivity, work hardening, and fracture behavior of laser additive manufactured austenitic and martensitic stainless steel structures [J]. Materials Science & Engineering A, 2019, 756: 545-561.
- [3] 王豫跃, 牛强, 杨冠军, 等. 超高速激光熔覆技术绿色制造耐蚀抗磨涂层 [J]. 材料研究与应用, 2019, 9 (3) : 165-171.
- [4] 澹台凡亮, 田洪芳, 陈峰, 等. 高速激光熔覆在27SiMn液压支架立柱上的应用探讨 [J]. 新技术新工艺, 2019, 3 (13) : 52-54.
- [5] 李俐群, 申发明, 周远东, 等. 超高速激光熔覆与常规激光熔覆431不锈钢涂层微观组织和耐腐蚀性的对比 [J]. 中国激光, 2019, 10 (46) : 10.
- [6] 严深平, 张安峰, 梁少端, 等. 激光增材制造技术常用金属材料激光吸收率测量 [J]. 航空制造技术, 2017, 17: 97-100.
- [7] 常健, 吕宏军, 姚草根, 等. 等离子旋转电极法制备镍基高温合金FGH4586粉末 [J]. 制造技术研究, 2008, 8 (4) : 9-12.
- [8] 国为民, 赵明汉, 董建新, 等. FGH95镍基粉末高温合金的研究和展望 [J]. 机械工程学报, 2013, 49 (18) : 38-45.
- [9] 王昌镇, 王森, 张元彬, 等. 钛合金粉末的流动性研究 [J]. 粉末冶金技术, 2016, 34 (5) : 330-335.
- [10] 刘淑艳, 唐逾, 陈德茂. 氧化锆空心球形粉末的粒度分布对流动性的影响 [J]. 功能材料, 2007, 38 (1) : 20-25.
- [11] 王黎, 魏青松, 贺文婷, 等. 粉末特性与工艺参数对SLM成形的影响 [J]. 华中科技大学学报 (自然科学版), 2012, 40 (6) : 20-23.
- [12] ZHONG C L, CHEN J, LINNENBRINK S, et al. A comparative study of Inconel 718 formed by high deposition rate laser metal deposition with GA powder and PREP powder [J]. Materials and Design, 2016, 107: 386-392.
- [13] GAO X S, GUILHERME A F, ZHANG W, et al. Numerical analysis of non-spherical particle effect on molten pool dynamics in laser-powder bed fusion additive manufacturing [J]. Computational Materials Science, 2020, 179: 109648.
- [14] 陈智君, 张群莉, 楼程华, 等. Inconel 738激光熔覆层的裂纹控制方法 [J]. 应用激光, 2013, 33 (1) : 7-12.
- [15] 王文强, 敖波, 邬冠华, 等. 增材制造用GH3625粉末三维成像与空心粉分析 [J]. 稀有金属材料与工程, 2020, 49 (6) : 2024-2028.
- [16] 赵方方, 孙会来, 孙宽. 45钢表面激光熔覆316L涂层显微组织与性能 [J]. 激光与红外, 2007, 37 (8) : 712-714.
- [17] SUN S D, FABIJANIC D, GHADERI A, et al. Microstructure and hardness characterisation of laser coatings produced with a mixture of AISI 420 stainless steel and Fe-C-Cr-Nb-B-Mo steel alloy powders [J]. Surface & Coatings Technology, 2016, 296: 76-87.
- [18] JIANG Y L, FANG J X, MA G Z, et al. Microstructure and properties of an as-deposited and heat treated martensitic stainless steel fabricated by direct laser deposition [J]. Journal of Manufacturing Processes, 2017, 25: 402-410.
- [19] 张俊旺, 王文先, 黄延平, 等. 奥氏体不锈钢焊缝金属的电化学腐蚀性能 [J]. 焊接学报, 2007, 28 (2) : 103-107.

Effect of Powder Sphericity on Quality of Coatings Prepared by High-Speed Laser Cladding

MA Kuan, TANG Hong-kui, ZHUO Jun, LI An, LAI Yun-jin, LIANG Shu-jing, WANG Qing-xiang
(ERC of 3D Printing Metal Powder Material, Sino-Euro Materials Technologies of Xi'an Co., Ltd., Xi'an 710018, Shaanxi, China)

Abstract:

A comparative study on the microstructure and thickness of AISI 431 steel deposited by high-speed laser cladding using Gas Atomization (GA) and Supreme-speed Plasma-rotating Electrode Process (SS-PREP) powders has been carried out. Moreover, powder size, powder morphology and powder sphericity were analyzed. The influence of different powder sphericity on the quality of the high-speed cladding layer was compared. The result showed the sphericity and velocity of the powder produced by the SS-PREP method were better than those of the GA. Compared to the AISI 431 steel layer with GA powder, the deposition formed by the SS-PREP powder had finer dendrite structure and more uniform thickness. In general, the powder sphericity directly affects the quality of the high-speed cladding layer.

Key words:

sphericity; high-speed laser cladding; thickness; microstructure