

增材制造用金属粉末原材料检测技术

高正江¹, 周香林², 李景昊^{3*}, 张国军¹

1. 中航迈特粉冶科技(北京)有限公司, 北京 100094
2. 北京科技大学 新金属材料国家重点实验室, 北京 100083
3. 加拿大麦吉尔大学 机械工程系, 蒙特利尔 QC H2A0C3

摘要: 增材制造技术又称 3D 打印, 自提出以来受到国内外学者的广泛关注。金属材料的增材制造相比于其他材料难度较大, 对于原材料、工艺控制等方面的要求更严苛。针对国内的增材制造用粉末生产及使用情况, 本文从金属粉末粒度分布、形貌和流动性检测方法三个方面, 结合实际生产、检测的经验, 分别讨论了各种粉末检测方法对于增材制造技术的适用性和可行性。

关键词: 增材制造, 球形金属粉末, 检测技术

中图分类号: TG174.4 文献标识码: A 文章编号: 1674-7127 (2018) 06-0002-07

DOI 10.3969/j.issn.1674-7127.2018.02.002

Testing Technologies for Metal Powder in Additive Manufacturing

GAO Zheng-jiang¹, ZHOU Xiang-lin², LI Jing-hao^{3*}, ZHANG Guo-jun¹

1.Beijing AMC Powder Metallurgy Technology Co Ltd. 100094, China

2.State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials at University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

3.Department of Mechanical Engineering, McGill University, Montreal, QC H2A0C3, Canada

Abstract: Additive manufacturing technology, also called 3D printing, has been widely concerned at home and abroad since it was put forward. Compared with other 3D printing methods, metal 3D printing has greater difficulties because of the stringent requirements in raw material and deposition process control. Concentrating on the domestic production and usage of the metal powder in additive manufacturing, this paper will discuss a series of test methods in particle size, shape and flowability. The applicability and feasibility of these test methods in additive manufacturing industry will also be elaborated according to the practical industry experience.

Keywords: additive manufacturing, spherical metal powder, testing technology

0 引言

增材制造又称 3D 打印, 通过计算机辅助设计的三维模型数据将材料逐层累加制造实体零件, 被称为引发“第三次工业革命”的智能制造

技术^[1-5]。增材制造作为战略性新兴产业, 自出现之日起就引发了全世界的广泛关注, 在近期国务院发布的《国务院关于印发“十三五”战略性新兴产业发展规划的通知》中, 对重点打造及完善增材制造(3D 打印)产业链做了规划。金属

项目支持: 国家重点研发计划(2017YFB0306100)和国家自然科学基金(51271034)项目

作者简介: 高正江(1984-), 江苏徐州人, 男, 硕士研究生, E-mail: gaozj@amcpowders.com; * 通讯作者: jinghao.li@mail.mcgill.ca

增材制造作为整个增材制造产业最前沿的技术，将迎来新的战略发展机遇期。球形金属粉末是金属增材制造的原材料，也是制约增材制造发展的瓶颈。有专家指出，3D打印最关键的不是机械制造，而是材料研发。由于整个过程中涉及切片的快速融化和凝固等物态变化，增材制造对适用材料的质量及性能要求极高^[6,7]。与传统的热喷涂及注射成型用粉不同，增材制造使用的原材料需具备较高的球形度、较好的流动性、较为集中的粒径分布及较低的氧含量。由于我国增材制造技术起步较晚，各方面的标准尚不完善，对于3D打印用金属粉末性能的检测方法尚未形成系统。此外，对于增材制造用金属粉末原材料的检测手段，国外粉体生产厂家往往自成体系，国际标准化组织增材制造技术委员会（ISO/TC 261）和美国材料与试验协会（ASTM）组成的联合小组已经开展了分工详细的相关工作；但国内则普遍借鉴热喷涂用粉末的标准，无3D打印用金属粉末的专用标准。因此，开发适宜且有效的3D打印专用金属粉末检测方法对增材制造行业的发展有重大意义。

1 增材制造用粉末检测方法简介

金属增材制造工艺对粉末的性能要求严格，粉末性能直接影响打印过程以及缺陷的产生^[8,9]。为表征金属粉末的性能，主要对金属粉末的粒度分布、形貌、流动性、松装密度进行检测以产品质量控制。增材制造用金属粉末的取样和分样方法与常规粉末检验方法相同。操作方法可参考国家标准 GB5314-2011，取样的基本原则是所取试样组成的混合样应尽可能精确地代表该批粉末。

2 增材制造用金属粉末粒度分布检测

粉末粒度是增材制造工艺过程控制和参数调整的重要依据。常用的金属3D打印粉末的粒度范围是15-53 μm （SLM工艺），53~105 μm /53-150 μm （EBM、LDM工艺），分别对应的颗粒目数范围为：270~800目（SLM工艺），150~270目/100-270目（EBM、LDM工艺）。

常用的粒度测试方法有机械法、激光衍射法

和显微镜法。

2.1 机械法

（1）筛分法

筛分法是应用最广泛的粒度测定方法，国际上统一使用 Tyler 筛（单位：目）检测。粉末试样通过重力和震动作用，利用筛孔尺寸由大到小的筛网进行粒度分级，称重后得到粉末粒度分布。目前，筛分法可参照 GB/T 1480-2012《金属粉末干筛分法测定粒度》标准，但值得注意的是，该标准只适用于大于45 μm 的粉末颗粒，不能充分满足增材制造用金属粉末粒度的测试要求。



图1 振筛机

Fig. 1 Sieve Shaker

（2）沉降法

沉降法基于郎白-比尔定律和斯托克斯公式，指的是使悬浮液中的粒子在重力作用下沉降，从而引起一些物理参数的变化（如压力、重量、密度或光透过率等）以求得不同半径粒子相对量的分布。常用的沉降法有：利用重力作用自由沉降的重力沉降法、利用离心力作用沉降的离心沉降法、通过加入液柱开始沉降的线始法、粉末均匀分布悬浮在液体中-均匀沉降法^[10]。

2.2 激光衍射法

激光衍射法是目前最主流的粒度检测方法。根据不同粒径粉末对激光衍射角的不同得到金属粉末的粒度分布^[11-13]。市面上较为常见的是马尔文激光粒度仪, 根据是否加分散液可分为干法测量仪和湿法测量仪, 能够实现自动化 - 快速测量、粒径分布清晰, 结果准确性较高, 适合于增材制造金属粉末粒度分布的测量。典型的粒度分布曲线见图 3。

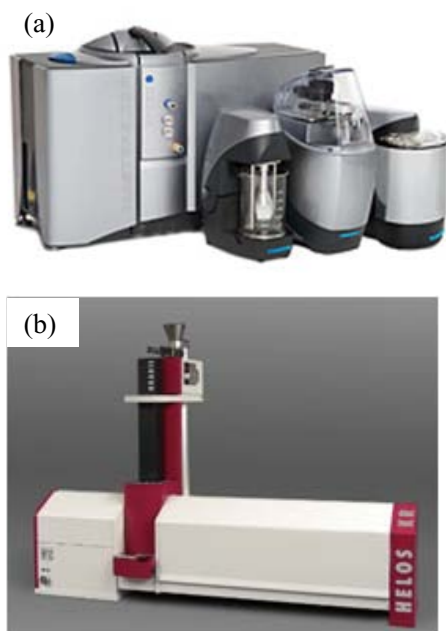


图 2 粉末激光粒度检测仪

(a) 马尔文 - 湿法 (b) 新帕泰克 - 干法)

Fig. 2 Laser particle size detector

(a. Malvern b. Sympatec)

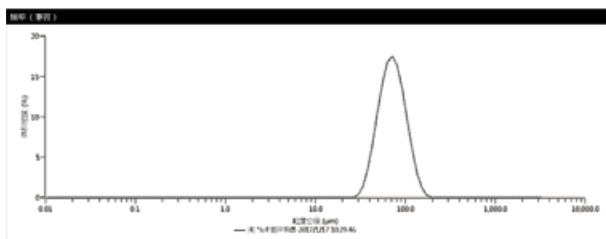


图 3 粉末粒度分布 (马尔文激光粒度检测仪)

Fig. 3 Particle size distribution (Malvern Mastersizer 3000)

2.3 显微镜法

显微镜法测量粉末颗粒的投影尺寸, 对称性

较好球形颗粒可按直径直接计算, 球形度不好的颗粒采用垂直投影法 (图 4(a)) 或者线切割法 (图 4(b)), 计算粉末的算数平均直径、长度平均直径、体积平均直径和质量平均直径。

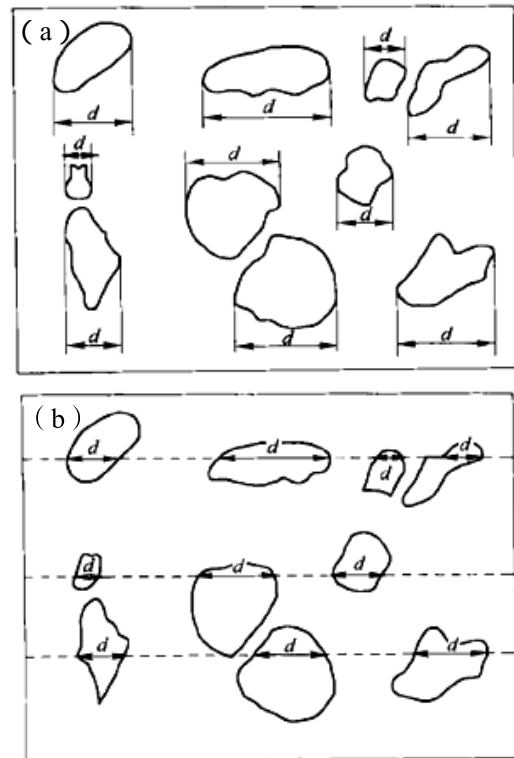


图 4 金属粉末粒度分布统计方法^[14]

(a) 垂直投影法 (b) 线切割法

Fig. 4 Statistical method for particle size distribution

(a. vertical projection method b. line cutting method)

由于增材制造的金属粉末普遍对粒度分布具有较高的要求, 显微镜法测量的粉末颗粒的平均直径及粒度分布具有很大的随机性和偶然性, 准确性相对较差。结合增材制造用金属粉末粒度检测的实际情况, 目前使用最广泛的检测方法是筛分法和激光粒度衍射法, 上述两种方法具有原理简单、操作方便等优势, 可单独作为粒度检测数据, 也可以互为补充参考。同时可供参考的针对粒度检测的国家标准有《GB/T 1480-2012 金属粉末 干筛分法测定粒度》、《GB/T 19077 粒度分析 激光衍射法》。

3 增材制造用金属粉末的形貌检测

粉末颗粒的形貌主要由粉末生产方法决定,也与物质的分子或原子排列的结晶几何学因素有关^[14]。常见的形状有球形、近球形、多边形、条状、多孔海绵状、碟状、不规则形状等。粉末颗粒的形貌直接影响粉末的流动性、密度等性能,进而影响打印成型后金属零部件的质量。此外,金属粉末中的空心粉含量、卫星球含量(小颗粒与中心较大颗粒焊合)及粉末粘连也是影响粉末使用效果的重要因素。

粉末形貌常用检测方法为光学显微镜法、透射电镜和扫描电镜法,同时联合电脑软件对形貌进行定量分析。

3.1 光学显微镜

光学显微镜是通过凸透镜的成像原理来实现的,分辨率在 $0.1\mu\text{m}$ 左右,而增材制造用金属粉末的直径一般在 $15\mu\text{m}\sim 150\mu\text{m}$,光学显微镜的分辨率可以满足粉末形貌观察的要求。光学显微镜与电子显微镜相比,成本低、制样简便且检测速度快,所以对于目前雾化以及其他工艺^[15]所制备的球形或近球形金属粉末,光学显微镜是使用最为广泛的观察手段。图5为光学显微镜下放大40倍的气雾化制备的TC4粉末和钛铝合金粉末的形貌图像。

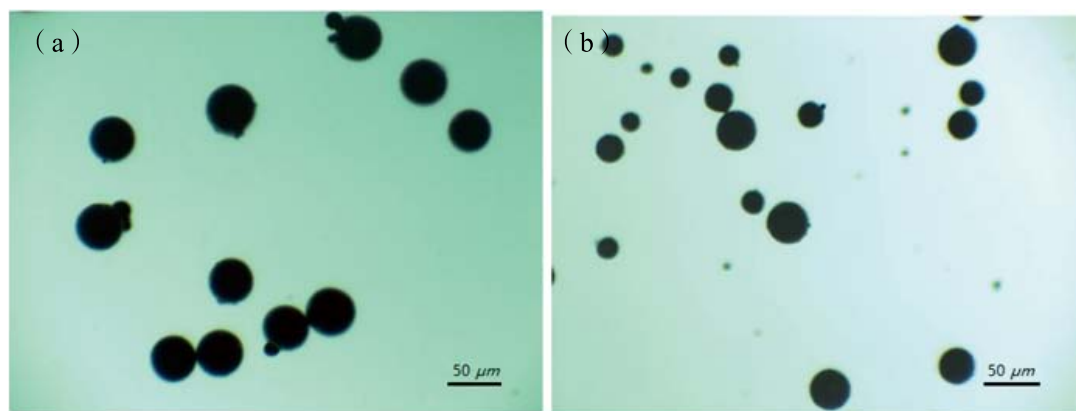


图5 气雾化粉末光学显微镜形貌 (a) TC4 粉末 (b) 钛铝合金粉末

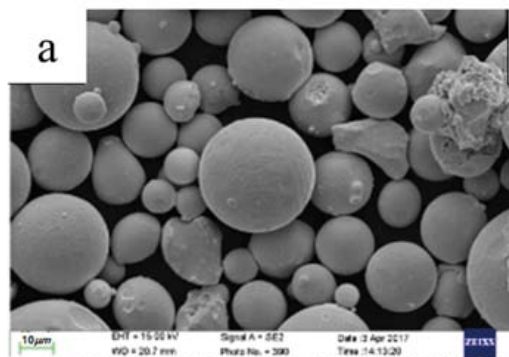
Fig. 5 Gas atomized powders morphology observed by optical microscope (a. Ti6Al4V powder b. Ti-Al alloy powder)

光学显微镜可以直观地看出粉末的基本轮廓,包括形状、卫星粉情况、大小等,能够快速判断粉末球形度的高低,为粉末的使用提供依据。但囿于分辨率及光照因素,光学显微镜呈现的是粉末的宏观形貌及在光照下的垂直投影,无法观察到粉末的表面状态,对于粉末微观特性的研究还要借助更高分辨率的检测手段。对于企业而言,分析软件辅助下的光学显微镜是一种快速、性价比高的检测手段,因此,光学显微镜检测方法更适用于大规模生产。

3.2 扫描电子显微镜技术 (SEM)

扫描电子显微镜 (SEM) 的分辨率高达十万倍,可以清晰直观地观察金属粉末的形貌 (如图6),并能清楚观察到粉末颗粒的表面状态。该方法制

样简单,对样品的厚度要求不高,能够获得高倍率、清晰、直观的粉末形貌照片。另外,增材制造用球形金属粉末对于空心粉的控制更为严格,而扫描电子显微镜同时也是空心粉检测的有效手段。



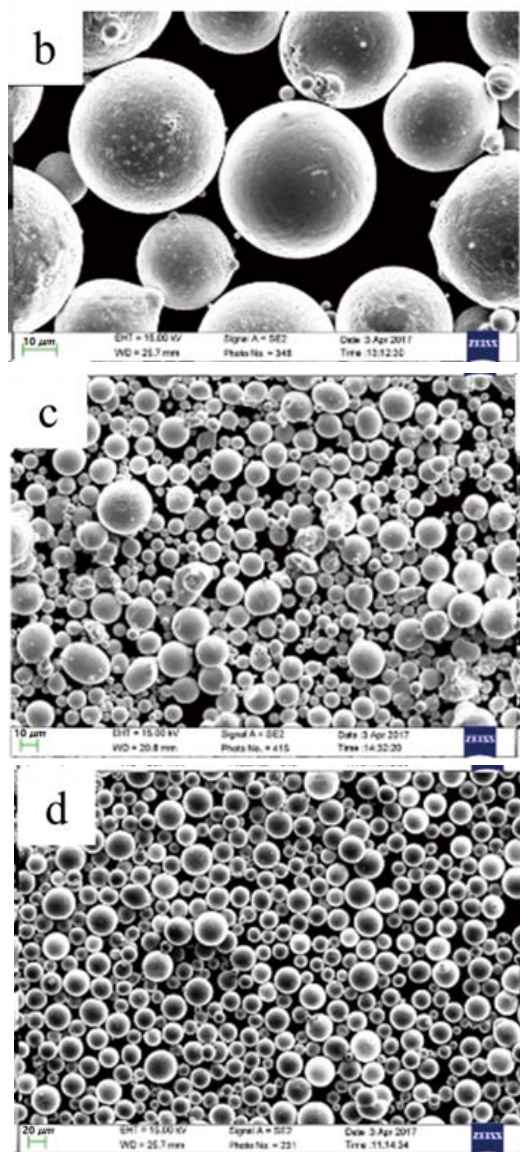


图 6 金属粉末 SEM 图像:(a)17-4PH (b)K418 (c) 316 不锈钢 (d) TC4

Fig. 6 SEM images showing the powder morphology of: (a)17-4PH (b)K418 (c)316 stainless steel (d)Ti-6Al-4V

3.3 透射电子显微镜技术 (TEM)

透射电子显微镜技术以高能电子束为“光源”,由于电子束的穿透能力有限,对样品的厚度有要求^[16]。金属粉末需要做减薄处理,制样困难,检测成本高,周期长,一般较少使用。

关于粉末形貌及球形度,国际上尚没有权威的检测手段,也尚无可参考的国家标准,更加具体、

简洁、准确的方法及相应标准还有待进一步研究。目前结合实际检测情况,常用的方法为光学显微镜法和扫描电镜法。

4 增材制造用金属粉末流动性检测

金属粉末的流动性好坏直接影响 3D 打印粉床铺粉质量,是影响 3D 打印金属部件的重要因素。粉末的流动性也是一个综合性能,影响因素包括颗粒形状、粒度组合、相对密度和颗粒间的粘附作用。一般粉末颗粒越大,形状越规则,松装密度越高,流动性越好。粉末流动性的检测方法包括休止角法^[17]、卡尔流动性指数法^[18]、松装与振实密度测量法^[19]、霍尔流速法。

4.1 休止角法

休止角是指粉末从一定高度的漏斗中自然下落到水平板上形成的圆锥堆和水平板间的角度 θ (如图 7)。休止角越小,粉末之间的摩擦阻力越小,从而粉末流动性越小。

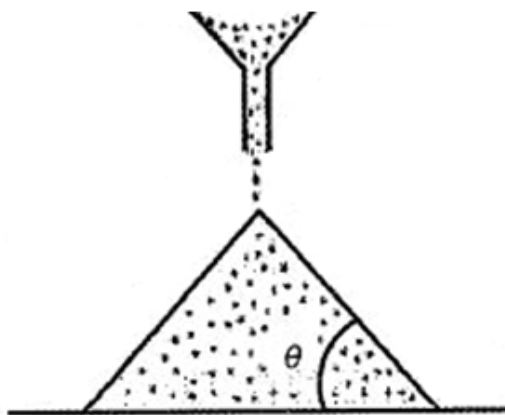


图 7 粉末休止角示意图^[17]

Fig. 7 Sketch map of repose angle

4.2 卡尔流动性指数法 (Carr 法)

卡尔流动性指数法是综合评价影响粉体流动性的影响因素,包括休止角、平板角、凝聚度、压缩率、均齐度五项指数,用得分制的数值方法表示粉体流动性的方法。这种方法数据分析全面,适用范围广,但是测量误差大,数据不稳定。一般很少使用。

4.3 松装与振实密度测量法 (HR 法)

松装与振实密度测量法是用金属粉末的振实

密度与松装密度之比来表征粉体流动性，比值越小，粉体压缩性越弱，流动性越好。

4.4 霍尔流速法

金属粉末的霍尔流动性是指 50g 金属粉末流过标准尺寸漏斗孔所需时间，单位为 (s/50g)。其倒数是单位时间流出粉末的质量，称为流速，是国际上通用的测量 3D 打印金属粉末材料流动性的方法。



图 8 流动性测定试验

Fig. 8 Flowability testing

该种方法的检测主要使用霍尔流速计，装置如图 8 所示。这种方法主要适用于流动性好且能够通过标准漏斗的粉末，对于易团聚、颗粒间摩擦阻力大的金属粉末则不适用。

4.5 其它方法

金属粉末的流动性也可根据其动力学特性表征^[20-23]。粉体流变仪即是根据这种原理测流动性的仪器。粉末在气流中运动状态与粉末之间的摩擦阻力有关，粉体流变仪对运动中粉体遭遇的流动阻力进行测试，流动性越好的粉体，阻力越小。通过阻力检测曲线测出粉末的流动性是一种动态检测方法^[24]，以英国富瑞曼 (Freeman) 科技公司的 FT4 粉体流变仪为代表。

粉末流动性是增材制造金属粉末材料的关键性能指标，鉴于理论基础条件及实际操作便捷性，最常用的检测手段为霍尔流速法。可供参考的标准为《GB/T 1482-2010 金属粉末 流动性的测定 标准漏斗法 (霍尔流速计)》、《ASTM B213-13 Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel》、《GB



图 9 FT4 粉体流变仪^[25]

Fig. 9 FT4 metal powder rheometer

16913-2008-T 粉尘物性试验方法》。

5 结语

金属材料是未来应用最为广泛的 3D 打印材料^[26,27]。随着增材制造技术的进步和制造业的发展，金属材料 3D 打印技术被越来越多应用到航空航天、国防军工等重要领域，未来几年有望看到金属 3D 打印的市场进入快速成长期。近几年来，关于增材制造领域的技术标准制定工作也在陆续展开，从 2002 年，美国汽车工程协会 (SAE) 发布了第一个增材制造技术标准，美国材料与试验协会 (ASTM) 也成立了专门的增材制造技术委员会 ASTM F-42，从试验方法、设计、材料和工艺、人员、术语等方面已经颁布了多个工业标准，例如 ASTM F2924-12a《粉末床熔合 3D 打印工艺用 Ti-6Al-4V 标准规范》、ASTM F3001-13《粉末床熔合 3D 打印工艺用镍铬合金 625 新规范》等^[28]。但关于增材制造领域金属粉末的检测标准还有待完善。

金属粉末材料检测的精确度影响着对这一材料性能的判定，特别是粒度分布和流动性等关键性能，对增材制造工艺过程有着重要的影响，虽然我国在一些关键性技术方面取得了突破性进展，但关于 3D 打印用金属粉末的检测方法和综合检

测技术手段仍需不断探索。我们相关从业人员仍需寻找粉末性能精准、系统的评价方法,包括表征方法和技术设备,从而实现对粉末性能的精确评价,为增材制造工艺技术的发展提供技术支持。

参考文献

- [1] 于灏. 美国 3D 打印发展战略概览 [J]. 新材料产业, 2015(4): 27-35.
- [2] 杨海欧, 王俊, 刘智勇, 等. 激光立体成形多孔钛合金工艺及性能研究 [J]. 应用激光, 2013, 33(4): 359-364
- [3] 王忠宏, 李扬帆, 张曼茵. 中国 3D 打印产业的现状及发展思路 [J]. 经济纵横, 2013(1): 90-93.
- [4] Stucker, B., I. Gibson, D. Rosen. Additive Manufacturing Technologies[M]. Springer, 2010.
- [5] 刘光富, 李爱平. 快速成形与快速制模技术 [M]. 上海: 同济大学出版社, 2004.
- [6] Andersson, O. 金属粉末耗材的高质量结果 (英文)[A]. 第十二届国际热喷涂研讨会 (ITSS ' 2009) 暨第十三届全国热喷涂年会 (CNTSC ' 2009) 论文集 [C], 2009.
- [7] 袁建鹏. 3D 打印用特种粉体材料产业发展现状与趋势 [J]. 新材料产业, 2013(12): 19-23.
- [8] 尹燕, 刘鹏宇, 路超, 等. 选区激光熔化 GH4169 粉体特性及成型件组织结构的研究 [J]. 热喷涂技术, 2017, 9(3): 56: 62.
- [9] Zhong C., 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 & Design, 2016, 107: 386-392.
- [10] Allen, T. Particle size measurement[M]. Springer, 2013.
- [11] Cornillault, J. Particle size analyzer[J]. Applied Optics, 1972, 11(2): 265-268.
- [12] Weiss, E.L., H.N. Frock. Rapid analysis of particle size distributions by laser light scattering. Powder Technology[J], 1976, 14(2): 287-293.
- [13] McCave, I., et al. Evaluation of a laser-diffraction-size analyzer for use with natural sediments[J]. Journal of Sedimentary Research, 1986, 56(4): 561-564.
- [14] 陈文革, 王发展. 粉末冶金工艺及材料 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2011.
- [15] 张飞, 高正江, 马腾, 等. 增材制造用金属粉末材料及其制备技术 [J]. 工业技术创新, 2017, 4(4): 59-63.
- [16] 社会静. 纳米材料检测中透射电镜样品的制备 [J]. 理化检验: 物理分册, 2005, 41(9): 463-466.
- [17] D Geldart, EC Abdullah, A Hassanpour, et al. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. China Particuology[J], 2006, 4: 104-107.
- [18] Carr Jr, R.L. Evaluating flow properties of solids[J]. Chem. Eng.(Jan.), 1965, 18: 163-168.
- [19] Abdullah, E., Geldart D. The use of bulk density measurements as flowability indicators[J]. Powder technology, 1999, 102(2): 151-165.
- [20] Guerin E., Tchorelof P., Leclerc B., et al. Rheological characterization of pharmaceutical powders using tap testing, shear cell and mercury porosimeter[J]. International journal of pharmaceutics, 1999, 189(1): 91-103.
- [21] 郭晓镭, 陆海峰, 龚欣. 粉体流变仪动态表征煤粉的流动性 [J]. 中国粉体工业, 2015(6): 21-24.
- [22] Li Q., Tony Z. Q., Denman J.A., et al. Influence of coating material on the flowability and dissolution of dry-coated fine ibuprofen powders[J]. European Journal of Pharmaceutical Sciences, 2015, 78: 264-272.
- [23] R Freeman., J. Cooke. The Flowability of Powders and the Effect of Flow Additives[J]. in World Congress on Particle Technology, Orlando, 2006.
- [24] Freeman, R. Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders—a comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell[J]. Powder Technology, 2007, 174(1-2): 25-33.
- [25] Technology, F. About the FT4 Powder Rheometer. <http://www.freemantech.co.uk>, 2018.
- [26] 余冬梅, 方奥, 张建斌. 3D 打印材料 [J]. 金属世界, 2014(5): 6-13.
- [27] 朱胜, 周超极. 面向 “ 中国制造 2025 ” 的增材再制造技术 [J]. 热喷涂技术, 2016(3): 1-4.
- [28] 景绿路. 国外增材制造技术标准分析 [J]. 航空标准化与质量, 2013(4): 44-48.