

文章编号: 0258-7025(2007)Supplement-0190-06

# Ti-Ni 合金选区激光熔化快速成型基础实验研究

王池林, 杨永强, 吴伟辉

(华南理工大学机械工程学院, 广东 广州 510641)

**摘要** 选区激光熔化(SLM)是一种极具挑战力的新型快速成型技术,能一步加工出具有冶金结合,相对密度接近 100%,具有复杂结构、高的尺寸精度及好的表面粗糙度的金属零件。选用适用于医学植入体的 Ti-Ni 合金材料进行了选区激光熔化成型实验研究。讨论了扫描速度、铺粉厚度、激光功率等加工参数对成型致密性及成型精度的影响。设计和成型了梯度网格结构,重点分析了翘曲变形现象的成因及消除方法,认为可通过特殊的扫描策略,减小成型件各处温差的方法有效消除成型件的翘曲变形。对成型样品的内部组织显微分析表明,成型样品达到了完全的冶金结合,内部由枝晶和等轴晶两种组织构成,其分布取决于扫描方式、扫描速度、激光功率等参数。

**关键词** 光学设计与制造; 选区激光熔化; Ti-Ni 合金; 快速成型

**中图分类号** TG14; TG457 **文献标识码** A

## Experimental Study on Rapid Prototyping of Ti-Ni Alloy by Selective Laser Melting

WANG Chi-lin, YANG Yong-qiang, WU Wei-hui

(Institute of Mechanical Engineering, South China University of Technology, Guangzhou, Guangdong 510641, China)

**Abstract** Direct manufacturing of metal parts by selective laser melting (SLM) is a newly rapid prototyping technology. Metal parts with metallurgical bonding, high density approximately 100%, low surface roughness and high dimensional accuracy can be produced by SLM in one step. Selective laser melting of Ti-Ni alloy which has excellent biocompatibility is potential for the fabrication of implants and prostheses. The effects of processing parameters on build up characteristic, surface quality and densification such as laser power, scan speed were studied. Gradient grid structure, mechanism and elimination methods of warping of metal parts are analyzed. Experiment result shows that special scanning strategy can reduce the difference in temperature and eliminate warping. The microstructure analysis result shows that a complete metallurgical bonding is obtained by selective laser melting process, and arborescent crystal and isometric crystal were investigated. The microstructure distribution depends on process parameters such as scan strategies, scan speed and laser power.

**Key words** optical design and fabrication; selective laser melting; Ti-Ni alloy; rapid prototyping

## 1 引言

目前,能直接成型金属零件的快速原型制造方法主要有选区激光烧结技术(Selective laser sintering, SLS)、激光熔覆制造技术(Laser engineered net shaping, LENS)、选区激光熔化技术(SLM)等,其中选区激光熔化技术由于成型件致密性好,且具有冶金结合组织及精度高的特点,在国外已得到了普遍重视,并已推出了多种选区激光熔

化设备样机,有的甚至开始商品化了<sup>[1~4]</sup>。

选区激光熔化技术是在选区激光烧结技术的基础上发展起来的。两者的不同之处在于后者所采用的往往是一种金属材料与另一种低熔点材料(可以是低熔点金属或有机黏接材料)的混合物。在加工过程中,低熔点材料熔化或部分熔化,但熔点较高的金属材料并不熔化,而是被熔化或部分熔化的低熔点材料包覆黏结在一起,从而形成类似于粉末冶

**基金项目:** 广东省自然科学基金(05006590)资助课题。

**作者简介:** 王池林(1981—),湖北天门人,华南理工大学硕士研究生,主要从事激光材料合成及成型方面的研究工作。

E-mail: leen.wang@yahoo.com.cn

**导师简介:** 杨永强(1961—),河北定州人,华南理工大学教授,博士生导师,主要从事激光加工、快速成型及金属材料等方面的研究。E-mail: meiyqyang@scut.edu.cn

金烧结坯件一样的原型。这种原型表面粗糙,疏松多孔,力学性能很差,常常还需要经过高温重熔或渗金属填补孔隙等后处理以后才能使用<sup>[4~6]</sup>。

选区激光熔化技术最有前途的运用之一就是应用在医学领域<sup>[7~9]</sup>。在整形外科手术中常常用钛镍合金和纯钛修补、制造牙齿,用作医学植入体,这是由于和其他用材料,如 Cr-Co 合金和不锈钢<sup>[10,11]</sup>相比,它们具有强度高、比重低、疲劳性能佳、耐磨、低磁性、无毒、生物相容性好,和骨骼具有相似的弹性系数等优点,是一种难得的生物体相容性较好的生物材料。由于钛镍合金不易于被机加工和成型,所以运用铸造技术生产尺寸和几何形状等极不规则的人造骨骼和其他生物植入体受到极大的限制。运用选区激光熔化工艺则能快速地成型形状复杂的钛镍合金零件。

## 2 实 验

### 2.1 材料

实验材料采用原子比为 1:1 的钛、镍混合粉末和 Ti-Ni 合金粉末。

Ti-Ni 合金粉末成分为钛镍原子比为 1:1 的 Ti-Ni 合金,粉末粒度为 35~75  $\mu\text{m}$ ,粒度呈高斯分布,粉末形状为球形,熔点为 1310  $^{\circ}\text{C}$ 。

钛镍混合粉末成分为纯度大于 99.8% 的钛粉和纯度大于 99.9% 的镍粉按原子比为 1:1 的混合粉末,粉末粒度为 45  $\mu\text{m}$ ,粒度呈高斯分布,粉末形状为球形,熔点为 1561  $^{\circ}\text{C}$ 。粉末的混合方法是把钛粉和镍粉按原子比为 1:1 的比例放进手提式高速中药粉碎机里进行搅拌,每次搅拌 1 min,共搅拌 5 次。

### 2.2 方法

采用华南理工大学为主研制的选区激光熔化快速成型设备 Dimetal 240,结构示意图如图 1 所示。成型系统配备 100 W 光纤激光器、最高扫描速度达 7 m/s 的振镜扫描系统、最小铺粉厚度达 20  $\mu\text{m}$  的精密铺粉系统,包括供粉缸和成型缸。成型过程中,铺粉滚筒将供粉缸中的钛镍金属粉末均匀铺于成型缸的基板上,激光束根据零件第一层数据信息有选择地熔化粉层某一区域,以形成零件水平方向的二维截面;然后,成型缸活塞下降一定距离,供粉缸活塞上升相同距离,铺粉滚筒再次将粉末铺平,激光束开始依照零件第二层信息扫描扑粉,如此反复叠加,直至零件实体制造完毕。

激光熔化成型在氩气保护下进行。工艺参数为,激光光斑直径 30  $\mu\text{m}$ ,激光功率 50~100 W,扫

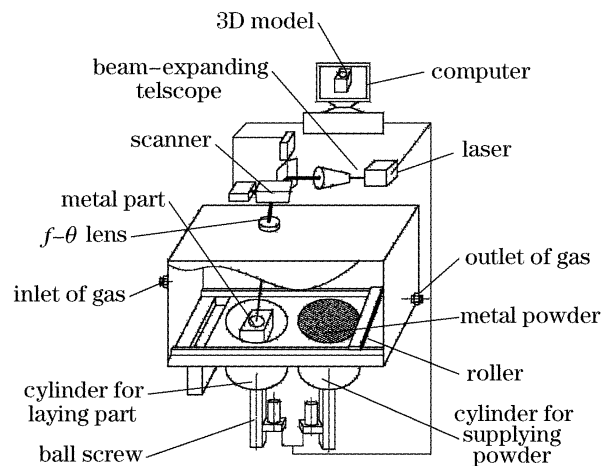


图 1 选区激光熔化快速成型系统

Fig. 1 Diagrammatic sketch of SLM equipment

描速率 0.029~0.616 m/s,扫描间距 15~255  $\mu\text{m}$ ,铺粉厚度 40~200  $\mu\text{m}$ ,气体流量 10 L/min。首先进行粉末单层实验,以确定合理的工艺参数,进而制备多层成型试样。用于金相分析的试样依照规定程序制备成型试样的物相利用 X 射线衍射仪来表征。试样的显微组织利用扫描电镜及光学显微镜加以分析。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 单层扫描测试

由于 SLM 是采用激光作热源,基于激光束的持续移动来逐行、逐层熔化成型金属粉末,故激光功率和扫描速度对熔化成型过程和成型质量影响尤为显著<sup>[12]</sup>。在成型过程中,激光斑点不断移动,要使粉末层上的某一点达到熔点,必须在激光作用时间内快速升温到熔点,有效的途径:1)提高激光功率;2)降低扫描速度;3)减小激光焦斑直径。

成型过程中,粉末的升温不同,会相继出现五个工作阶段:1)无烧接阶段;2)固相烧结阶段;3)液相烧结阶段;4)完全熔化阶段;5)气化阶段。

图 2 是粉末在不同功率、不同粉末层厚的条件下不同速度的对比实验,从图可以看出,功率一定时,速度越低,粉末熔化的越连续、致密。但随粉层的厚度变厚熔宽越来越宽;在速度变快时,熔化线仍然连续致密,但熔宽变得越来越小,当速度再变快时,熔化线开始出现球化和不连续现象。

图 3 是不同扫描速度下单道成型的截面图。由图 3 可以看出,基板相对熔化的粉末具有良好的湿润性,液相金属能在基板上完全地铺展开来,并且结合得很紧密。当扫描速度低时,截面是一个小半圆形,有一定的熔高和熔宽;当速度增加时,截面变成更小的半圆形和一个微微的凸起,熔宽和熔高也逐

渐变小。这是由于当粉层厚度较大,速度较慢时,激光在粉末上同一点停留时间较长,金属粉末吸收的能量过大,粉末层熔化得较深,当光斑移到下一点时,熔化的液相金属有时间及时的铺展开来并凝固,所以熔化线连续、致密并且有一定的熔宽和熔高。当速度增加,激光光斑在同一点停留的时间变短,熔

化的粉末相应地减少或者扫描线上的粉末没有被完全熔化,液相金属不足以铺展开来时,就会出现不连续、不致密和球化的现象。

图 4 所示为熔深、熔宽随扫描速度变化曲线。由图可以看出熔深和熔宽在功率和铺粉厚度一定时随扫描速度的增大而逐渐减小。

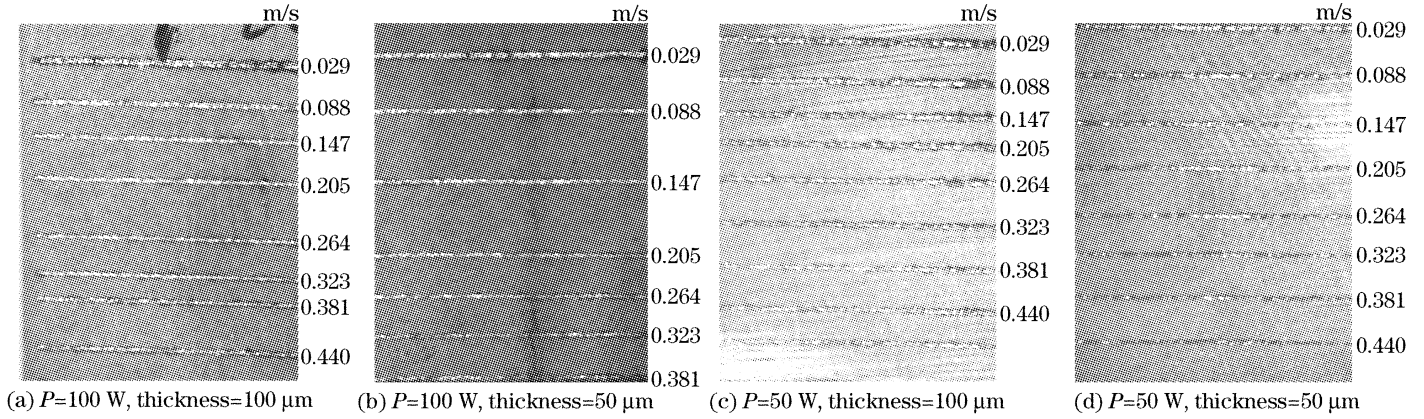


图 2 Ti-Ni 合金粉末选区激光熔化单层扫描成型

Fig. 2 Solidified part of Ti-Ni alloy powder by the SLM process in a single scanning test at different scan speed

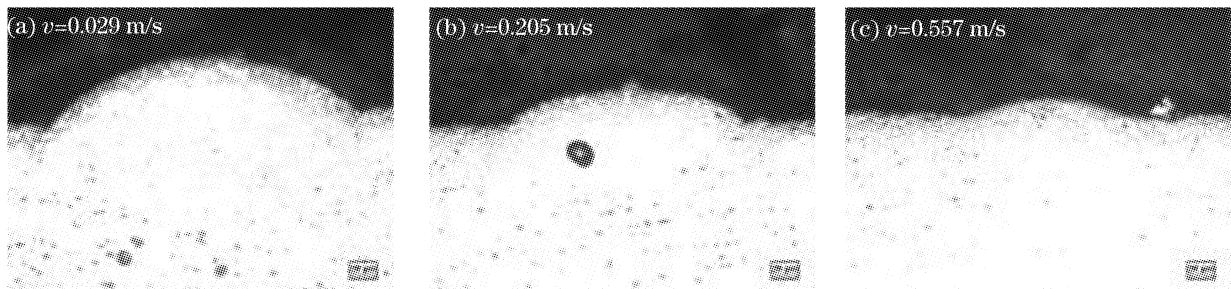


图 3 Ti-Ni 合金粉末单道成型截面 ( $P=100\text{ W}$ )

Fig. 3 Cross-sectional shape of linearly solidified Ti-Ni alloy powder ( $P=100\text{ W}$ )

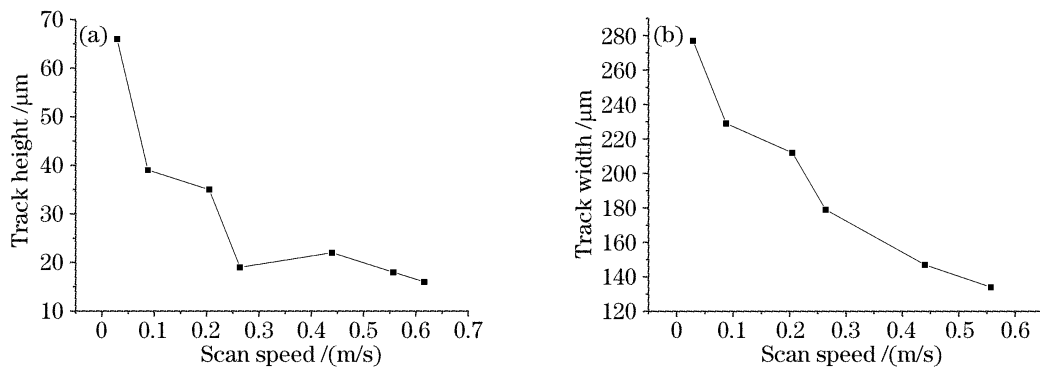


图 4 熔深和熔宽随扫描速度的变化

Fig. 4 Track height and width with scanning speed

### 3.2 多层熔化成型及分析

#### 3.2.1 物相分析

图 5 所示为 Ti-Ni 合金粉末成型试样和 Ti, Ni 混合粉末成型试样以及 Ti-Ni 合金基板的 X 射线衍射谱。用物相分析方法对衍射峰标定后可知: Ti-Ni 合金粉末成型试样的组成相为单斜晶系的 Ti-Ni 相和立方晶系的 Ti-Ni 相, 没有新的物相生成; Ti, Ni

混合粉末成型试样的组成相为单斜晶系的 Ti-Ni 相、立方晶系的 Ti-Ni 相和面心立方晶系的 Ni-Ti<sub>2</sub>, 除了生成原子比为 1:1 的 Ti-Ni 合金外, 还生成了 Ni-Ti<sub>2</sub>。这是由于选区激光熔化快速成型形成的组织非常细小, 细晶粒使立方相稳定化。在快速冷却过程中, 部分晶格来不及转变, 部分单斜晶系的 Ti-Ni 相得以保留下来。同时, 在成型过程中部分凝

固的金属在激光的作用下发生了重熔,重熔对单斜晶系 Ti-Ni 相有一个固溶处理的作用,使得其晶格转变成了立方晶系。

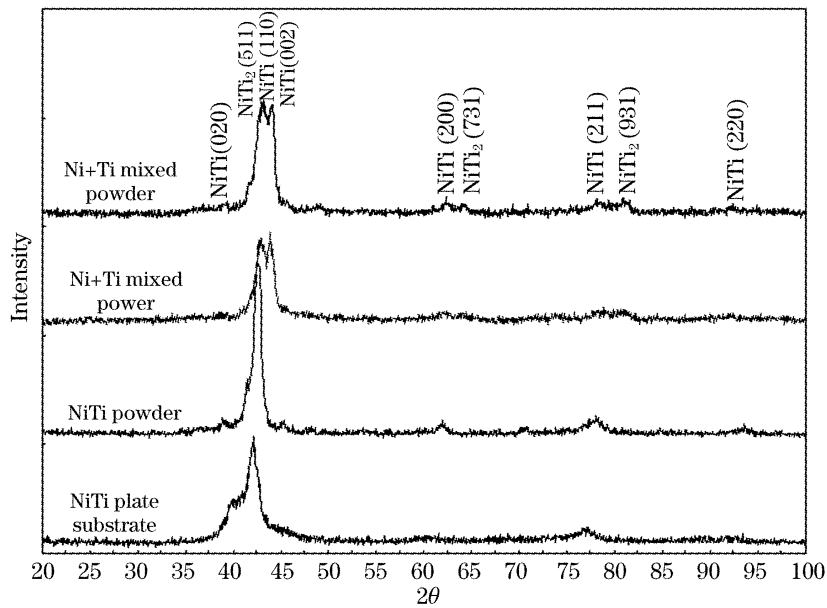


图 5 成型试样的 X 射线衍射谱

Fig. 5 XRD pattern of selective laser melted specimen

3. 2. 2 显微组织分析

图 6 所示为多层成型试样横截面的显微组织。由图 6 可以看出相邻扫描线,层与层之间结合紧密,试样的孔隙率较低,有较高的致密性。最后一层的熔化深度远大于前面凝固层的熔化深度,这是由于成型过程中铺粉太薄,激光扫描时发生了较严重的重熔现象。经腐蚀以后,成型试样显露出清晰的晶

界,其组织主要由细小的等轴晶和方向性很强的细长树枝晶组成。这是由于该过程是一个高梯度、高速度的凝固过程,因而其组织细密、均匀,而且,各层组织之间是以冶金结合的方式结合在一起,这不仅保证了层与层之间的结合强度,还保证了组织的连续性。

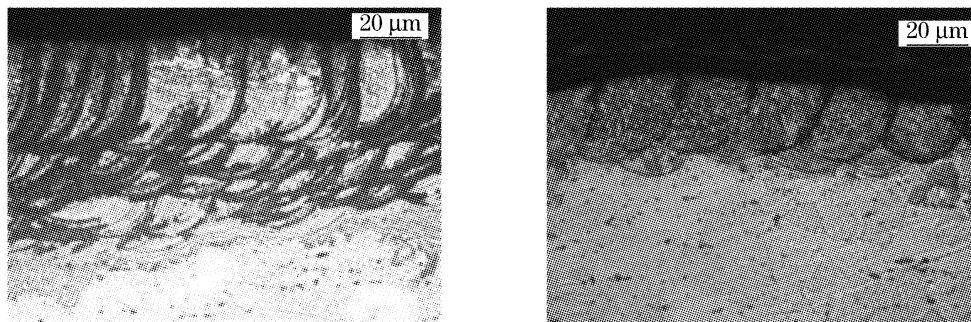


图 6 多层成型试样横截面显微组织

Fig. 6 Microstructures of the SLM specimen

成型试样的组织可以通过改变工艺参数进行控制,进而控制成型金属零件的机械性能。根据凝固理论,熔凝晶粒尺寸  $d$  可以看作是激光熔池凝固时间  $t_f$  或平均冷却速率  $\epsilon_{avg}$  的函数<sup>[13,14]</sup>:

$$d = a \cdot t_f^n = b \cdot \epsilon_{avg}^{-n},$$

式中  $a, b$  为常数;指数  $n$  一般取  $0.3 \sim 0.5$ 。

由于凝固过程中的凝固时间  $t_f$  是平均冷却速率  $\epsilon_{avg}$  的函数,因此  $a$  与  $b$  相互关联。而凝固温度范围  $\Delta T$  与粉末的物理特性有关,

$$\epsilon_{avg} = \Delta T / t_f,$$

平均冷却速率又由固-液界面的温度梯度  $G$  和凝固前沿速度  $R$  共同确定。即:

$$\epsilon_{avg} = \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial T}{\partial x} \cdot \frac{\partial x}{\partial t} = G \cdot R。$$

研究表明<sup>[15]</sup>,控制激光功率、扫描速度等工艺参数,可以控制温度梯度和熔化层冷却后的凝固速度。在选区激光熔化成型实际操作过程中应严格控制熔池温度与熔体的凝固速度,使熔池内的熔体不

沸腾,保证熔池内有平稳流动的熔体,保证熔池内熔体的均匀分布,以达到成型的质量要求。因此晶粒尺寸和组织成分的均匀性也可以通过控制这些工艺参数而得到改善。

### 3.3 缺陷分析

#### 3.3.1 翘曲变形

成型过程中制件出现的翘曲和开裂现象始终是SLM工艺的一个难题,最根本的原因是移动的激光点热源对粉末的不均衡加热,形成大的温度梯度,导致材料体系收缩的不一致。实验表明,适宜的扫描路径可以减少温度梯度,且可以分散成型件热应力的方向,减少热应力的不利影响。所以合理地选择扫描路径可以减少翘曲和开裂等现象。

本文设计了一种新的扫描策略——分区扫描,就是把整个待扫描区域分割成许多小格的扫描区域,即形成一种梯度网格结构。这是因为激光扫描矢径越短,相邻两次扫描间隔时间越短,温度衰减越慢,形成的温度梯度越小,可以有效减少热应力<sup>[16]</sup>。

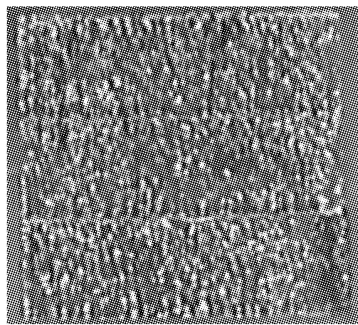


图7 分区扫描成型样件

Fig. 7 Area scanning shaped SLM specimen

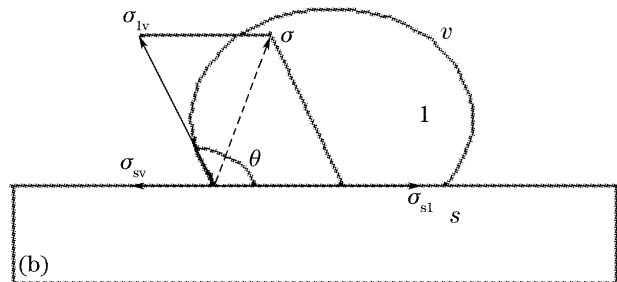
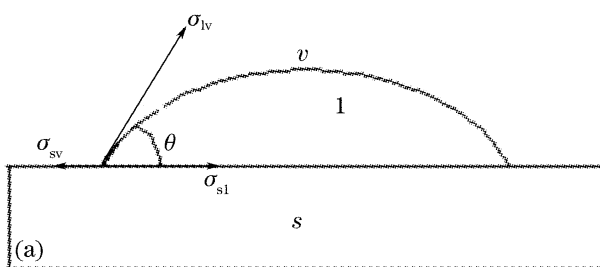


图8 球化效应成因

Fig. 8 Cause of balling effect

在熔池中,流动的液体将周围的粉末黏接到熔池中,熔池的流动性越大,对周围粉末黏接越多。随着激光移向下一熔区,使得已黏接周围粉末的熔池的冷却和凝固加快,如果激光作用的下一熔区没有足够的粉末材料(因这里的粉末已被前一熔区黏接走),则不能形成新的熔池。只有移动到一定距离以后,才有足够的粉末材料被熔化,形成一个新的熔

图7是分区扫描成型的试样。由图可以看出试样每次分3个区域扫描而成,区域与区域之间有一条明显的搭接线,但各小区域表面较平整,相互连接较紧密。通常,搭接量的多少决定了各区域之间结合的紧密度。搭接量太小时,区域之间能重熔的面积很小,连接不够牢固;搭接量太大时,搭接的区域可能会凸出成型平面很多,而影响下一层的铺粉和成型。所以搭接量要控制在一个合适的范围内。

#### 3.3.2 球化

球化现象是SLM工艺成型过程中出现的又一个难题。在SLM工艺中,液相对固相颗粒的充分润湿是熔化成型成功的关键。而局部熔化产生的液体对基体材料的不浸润是产生球化的根本原因,润湿角愈接近于零度,润湿性就愈好。图8所示为熔池液相与周围空气、固相的接触情况,其中 $\theta$ 为接触角(又称润湿角), $\sigma_{lv}$ , $\sigma_{sv}$ , $\sigma_{sl}$ 分别表示液相与气相、固相与气相、固相与液相之间的界面张力<sup>[17]</sup>。在平衡态时满足杨(Young)方程:

$$\sigma_{sv} = \sigma_{sl} + \sigma_{lv} \cos \theta, \quad \text{即} \quad \cos \theta = (\sigma_{sv} - \sigma_{sl}) / \sigma_{lv}。$$

由上述公式可以看出,润湿度与接触角 $\theta$ 有关,而 $\theta$ 值与各界面张力的相对大小有关。若 $\sigma_{sv} > \sigma_{sl}$ , $\cos \theta$ 为正值( $0 < \cos \theta < 1$ ),则 $\theta < 90^\circ$ ,且 $\sigma_{lv}$ 不是很大时,液相将较均匀地弥散在固体颗粒四周,润湿效果良好,如图8(a)所示。此时,随接触角 $\theta$ 减小,液相对固相的润湿度提高,且当 $\theta$ 达到零度时实现完全润湿。若 $\sigma_{sv} < \sigma_{sl}$ , $\cos \theta$ 为负值,则 $\theta > 90^\circ$ ,如图8(b)所示。此时,液相对固相的润湿度是有限的,即使液体表面能降至最低也不能完全润湿固体颗粒。

池,这样重复形成一个个新的球体。因此扫描线是由一串圆球组成的。圆球直径和粉末的厚度、激光功率、扫描速度等因素有关。圆球直径随激光功率、粉层厚度的增加而增加,随扫描速度的增加而减小。显然,激光功率越大,熔池流动越剧烈,黏接周围的粉末越多,使得形球的直径增大;粉层厚度越大,熔池能够黏接的粉末越多,也使圆球直径增大。激光

扫描速度的加快,即意味着熔池吸收能量的减小,熔池流动减弱,形球直径减小。

## 4 结 论

对 Ti-Ni 合金粉末, Ti, Ni 混合粉末进行了选区激光熔化实验,熔深和熔宽随激光功率的增大而增大,随扫描速度增大而减小,熔宽随铺粉厚度增大而增大。

Ti-Ni 合金粉末成型试样的组成相为单斜晶系的 Ti-Ni 相和立方晶系的 Ti-Ni 相; Ti, Ni 混合粉末成型试样的组成相为单斜晶系的 Ti-Ni 相、立方晶系的 Ti-Ni 相和面心立方晶系的 Ni-Ti<sub>2</sub>。

成型试样达到完全的冶金结合,内部由枝晶和等轴晶两种组织构成,其分布取决于扫描方式、扫描速度、激光功率等参数。

采用分区扫描的方式可以减小成型件的翘曲变形。

## 参 考 文 献

- MCP Group. MCP Realizer SLM-SLM Technology. [2005-01-25]. <http://www.mcpgroup.com>
- EOS GmbH. EOSINT M 270. [2005-01-25]. [http://www.eos-gmbh.de/9/9\\_inma/9\\_inma\\_e/020300\\_info\\_m270.pdf](http://www.eos-gmbh.de/9/9_inma/9_inma_e/020300_info_m270.pdf)
- Feng Tao, Li Zhigang. The latest developments of rapid prototyping and rapid tooling technology [J]. *Die & Mould Industry*, 2004, (4): 3~5  
冯涛,李志刚. 快速成型与快速制模技术的最新发展——Euro Mold '2003 考察报告[J]. *模具工业*, 2004, (4): 3~5
- J. P. Krutha, L. Froyenb, J. van Vaerenbergha *et al.*. Selective laser melting of iron-based powder[J]. *J. Materials Processing Technology*, 2004, **149**: 616~622
- C. Over, W. Meiners, K. Wissenbach *et al.*. Selective laser melting, a new approach for the direct manufacturing of metal parts and tools [C]. 1st International Conference on Laser Assisted Net Shape Engineering, Germany: Frankfurt, 2001
- Yang Yongqiang, Huang Changshuai. Direct manufacturing technology of metal parts by selective laser melting [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2004, (suppl.): 89~92  
杨永强,黄常帅. 金属构件选区激光熔化成型技术[J]. *航空制造技术*, 2004, (增刊): 89~92
- M. Kobayashi, T. Nakajima, T. Kaneko *et al.*. Application of stereo lithography in the field of plastic surgery [C]. In Proceedings of 8th International Conference on Rapid Prototyping, Tokyo, Japan, 2000. 294~295
- Y. Tanikawa, D. Imai, K. Tanaka *et al.*. Fabrication of dynamic human head phantom and time-resolved measurement [C]. In Proceedings of 8th International Conference on Rapid Prototyping, Tokyo, Japan, 2000. 296~301
- Y. Norita, T. Noikura, R. Petzold *et al.*. Rapid prototyping for dentistry in Japan [C]. In Proceedings of 8th International Conference on Rapid Prototyping, Tokyo, Japan, 2000. 282~287
- P. P. Lutton, B. Ben-Nissan. The status of biomaterials for orthopedic and dental applications; Part I-materials [J]. *Mater. Technol.*, 1997, **12**: 107~111
- Kathy Wang. The use of titanium for medical applications in the USA [J]. *Mater. Sci. Engng.*, 1996, **A213**: 134~137
- M. Agarwala, D. Bourell, J. Beaman *et al.*. Direct selective laser sintering of metals [J]. *Rapid Prototyping Journal*, 1995, **1**(1): 26~36
- Suman Das, Timothy P. Fuetting, Gregory Danyo *et al.*. Direct laser fabrication of superalloy cermet abrasive turbine blade tips [J]. *Materials and Design*, 2000, **21**: 63~73
- Xue Chunfang, Tian Xinli, Wu Zhiyuan *et al.*. Analysis of the processing parameters and microstructure of Co-based alloy by laser [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2004, (suppl.): 107~109  
薛春芳,田欣利,吴志远等. 钴基合金激光快速成型过程参数和显微组织分析[J]. *航空制造技术*, 2004, (增刊): 107~109
- Zheng Shian, Zhang Yiming, Ma Yunqing *et al.*. Microstructure and solidification process of laser remelted alloy coatings [J]. *J. Iron and Steel Research*, 1996, **8**(4): 46~91  
郑世安,张一民,马云庆等. 激光熔覆合金层的组织结构和凝固过程[J]. *钢铁研究学报*, 1996, **8**(4): 46~91
- Wang Junjie, Guo Jiusheng, Hong Jun *et al.*. The study of scanning path and part accuracy in rapid prototyping [J]. *China Mechanical Engineering*, 1997, **8**(5): 54~55  
王军杰,郭九生,洪军等. 激光快速成型加工中扫描方式与扫描精度的研究与实验[J]. *中国机械工程*, 1997, **8**(5): 54~55
- Pan Yanfeng. Study on selective laser sintering of 316 stainless steel powder [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2004. 33  
潘琰峰. 316 不锈钢金属粉末的选择性激光烧结成型研究[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2004. 33