不同压力对气雾化激光熔覆专用合金粉末的影响

郭士锐^{1,2} 陈智君^{1,2} 张群莉^{1,2} 楼程华^{1,2} 姚建华^{1,2}

(¹特种装备制造与先进加工技术教育部重点实验室(浙江工业大学),浙江 杭州 310014 ²浙江工业大学激光加工技术工程研究中心,浙江 杭州 310014

摘要 气雾化制粉具有球形度高、松装比大和流动性好等特点,适于制备激光熔覆专用合金粉末。采用自行设计的超音速气雾化喷嘴,在热喷涂粉末 Ni60 的基础上调整粉末材料配比,在不同的雾化气体压力下进行气雾化实验,以获得性能优良的激光熔覆合金粉末。结果表明,当其他条件一定时,雾化气体压力越大,粉末的平均粒度越小,体积4次矩平均径和索特平均直径越小,即颗粒越细;与此同时,粉末的松装比更大,流动性更好,更能满足激光熔覆的要求。但雾化压力不能无限制地增大。经综合考虑,雾化气压取7 MPa 为较优的气雾化参数。对比在雾化气压为7 MPa 时制备的镍基粉末与热喷涂 Ni60 粉末进行相同参数的同轴送粉激光熔覆,发现自制粉末的激光 熔覆层平整光滑,没有裂纹和气孔等缺陷,且熔覆层的硬度相差不大。

关键词 激光技术;激光熔覆;气雾化;粉末;气压;粒径

中图分类号 TG156.99; TF801.3 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL201340.0603001

Effects of Different Pressures on Laser Cladding Special Powder Prepared by Gas Atomization

Guo Shirui^{1,2} Chen Zhijun^{1,2} Zhang Qunli^{1,2} Lou Chenghua^{1,2} Yao Jianhua^{1,2}

¹ Key Laboratory of Special Purpose Equipment and Advanced Manufacturing Technology

(Zhejiang University of Technology), Ministry of Education, Hangzhou, Zhejiang 310014, China

 2 Research Center of Laser Processing Technology and Engineering , Zhejiang University of Technology ,

Hangzhou, Zhejiang 310014, China

Abstract Gas atomization is characterized by higher sphericity, larger apparent density and better fluidity, suitable for preparing laser cladding special powder. Through the ingredient adjustment of thermal spraying powder Ni60, independently designed supersonic nozzle with confined type is put in use for the atomization, and the atomization experiments are performed under different gas atomization pressures, to obtain the laser cladding alloy powder with excellent performances. The results show that with the gas atomization pressure increasing, the particle mean diameter of powder decreases, as well as the volume mean diameter and Sauter mean diameter. Furthermore, the particle size decreases. In addition, the powder with properties of larger apparent density and better fluidity can be achieved to meet the requirement of laser cladding. But the gas atomization pressure might not increase without limit. The optimum gas atomization pressure is 7 MPa comprehensively, under which the experiments of laser cladding with coaxial feeding are carried on. Compared with the coating by cladding thermal spraying powder Ni60 under the same laser cladding parameters, the coating by the cladding self-designed powder embodies a smoother surface without cracks and pores, and the hardnesses of different coatings are approximately the same. **Key words** laser technique; laser cladding; gas atomization; powder; gas pressure; particle size **OCIS codes** 140.3390; 350.3390; 350.3850

OCIS Codes 140.3390; 330.3390; 330.3830

收稿日期: 2012-12-30; 收到修改稿日期: 2013-02-01

作者简介:郭士锐(1986一),男,博士研究生,主要从事激光加工技术方面的研究。E-mail: j10312@163.com

导师简介:姚建华(1965—),男,教授,博士生导师,主要从事激光加工技术方面的研究。E-mail: laser@zjut.edu.cn (通信联系人)

基金项目:国家国际科技合作项目(KM-JD-2012002)、浙江省重大科技专项重点工业项目(2012C11001)和浙江省公益技术应用研究国际科技合作项目(2011C24006)资助课题。

1引 言

激光熔覆作为一种绿色表面改性技术,能提高 金属材料的表面耐磨、耐蚀和抗氧化等性能,但是它 是一个复杂的物理、化学冶金过程,而且对裂纹非常 敏感^[1~3]。在考察各因素对激光熔覆层裂纹敏感性 的影响时,发现熔覆材料的影响排在首位。激光熔 覆所用的粉末体系一直都是沿用热喷涂粉末。国内 外学者指出,热喷涂合金粉末由于元素含量等问题, 在激光熔覆时熔池寿命短,使得低熔点的硼硅酸盐 往往来不及浮到熔池表面而残留在涂层内,进而在 冷却过程中形成液态薄膜,加剧涂层的开裂,因此热 喷涂粉末用于激光熔覆是不科学的^[4~7]。

目前,气体雾化技术是特种合金粉末制备技术 的主要发展方向^[8]。现有的激光熔覆专用粉末制备 方法多为热喷涂粉末球磨混合,并实现了机械合金 化^[9].而从根源上调整热喷涂粉末成分,采用气雾法 制备激光熔覆专用粉末的研究尚无涉及。因此本文 在典型热喷涂粉末 Ni60 的基础上调整成分配比,利 用气雾化制取粉末的方法,研究气体工艺参数对粉 末粒径范围等的影响,制备出具有粒度合适、球形度 高、流动性好、松装比大、熔覆层光滑平整以及没有 缺陷等优点的适合用于激光熔覆的专用合金粉末。

2 实验方法

2.1 实验材料

镍基自熔性合金粉末以其良好的润湿性、耐蚀 性、高温自润滑作用和适中的价格等优点在激光熔 覆材料中研究最多、应用最广^[10]。因此,本实验在 典型热喷涂粉末 Ni60 的基础上调整成分配比制备 Ni 基合金粉末,作为气雾化制备激光熔覆专用粉末 的首选材料。

由于激光熔覆现有粉末体系沿用热喷涂粉末体 系是不科学的,现有的解决办法主要是通过在通用 的热喷涂粉末基础上调整成分,在保证使用性能的 要求下,尽量降低 B、Si、C 的含量,减少熔覆层及基 材表面过渡层中产生裂纹的可能性^[7]。因此,本实 验在典型热喷涂粉末 Ni60 的基础上调整成分配比 自制镍基自熔性合金材料,用于气雾化制取激光熔 覆专用镍基粉末。自制 Ni 基粉末与热喷涂 Ni60 粉 末材料成分如表 1 所示。

表1 合金材料化学成分(质量分数,%)

Tał	ole 1	L C	hemica	il compositi	on of	alloy	material	(mass	fraction,	%)
-----	-------	-----	--------	--------------	-------	-------	----------	-------	-----------	----

Material	С	Mn	В	Si	W	Fe	Cr	Ni
Ni-based powder	0.5	0.5	1.2	_	3.5	9	16	Bal.
Ni60	0.6~1.0	—	2.5~4.5	3.0~4.5		≪15	$14\!\sim\!17$	Bal.

2.2 实验设备

雾化喷嘴是雾化设备的重要组成部分,是气雾 化制取粉末的关键。在实验室自行设计的超音速限 制式雾化喷嘴和雾化装置上,采用垂直向下喷粉的 方法制备镍基合金粉末。实验选用氮气作为雾化介 质,雾化压力可以通过减压阀进行控制。本实验雾 化喷嘴结构如图1所示。



图 1 雾化喷嘴示意图



2.3 雾化实验

按照表1中的镍基粉末成分进行原材料配比,将 配比后总质量为7kg的炉料放入中频感应炉中,电 炉的温度用热电偶测量,经过2h的熔化升温,当合 金完全熔融且恒定在过热度150℃时,进行气雾化实 验。实验分4次进行,分别在气压为5、6、7、8MPa时 制备粉末。通过JSM-5610型扫描电子显微镜来观察 粉末的表面光滑度、球形度及微观结构;用YTN-103 型松装密度仪测量粉末的松装比;LDBT-200型金属 粉末流动性测定性测量粉末的流动性。

3 结果与讨论

3.1 气体压力对粉末粒度的影响

取在雾化气压分别为 5、6、7、8 MPa 时制备的 1 kg镍基粉末,分别利用 50 目(270 μm)、100 目 (150 μm)、140 目(109 μm)、320 目(45 μm)、500 目 (25 μm)系列标准筛进行筛分,得出筛分结果。图 2 是镍基粉末的质量频率与颗粒直径关系曲线,其中横 轴为粉末粒径,纵轴为任意尺寸范围单位尺寸的质量 百分率,即

$$n(D_i) = M_i / (\Delta D_i M), \qquad (1)$$

式中 D_j 为此尺寸范围粉末的平均直径,M_j 为此尺 寸范围粉末的质量, ΔD_j 为粒径最大值与最小值的 差值,M 为粉末的总质量。在图 2 中 4 条曲线都出 现双峰,这表明在不同气压下制取的粉末都符合气 雾化制取粉末二次破碎机理。另外随着气压的增 大,所制得的粉末峰值频率也随之增加,即雾化效率 提高。图 3 为镍基合金粉末筛下累积质量百分率与 粉末粒径的变化曲线,图中横轴为粉末粒径坐标,纵 轴为概率坐标。采用圆滑曲线连接各点,得出粉末 颗粒粒度的分布在各个气压下基本上呈直线,这表 明颗粒粒度的分布服从正态分布规律,同气雾法制 备粉末的一般规律相符合^[11]。同时,从图 3 容易看 出,当雾化压力增大时,相同筛下颗粒直径所对应的 累积百分率依次增大,这表明随着雾化气体的压力 的增大,镍基合金粉末粒径依次减小。





Fig. 2 Mass frequency curves of nickel-based powder under different pressures



图 3 不同压力时镍基粉末筛下累积质量百分率与粒径的 关系曲线



颗粒的粗细程度用中位径 d_m、体积 4 次矩平均 径 d_{vm}和索特平均直径 d_{vs}来表示。d_{vm}对粉末中的 粗颗粒较敏感,d_{vs}为表面积体积平均径,对粉末的 细颗粒较敏感。采用这两个参数 d_{vm}和 d_{vs}¹²可以对 粉末作一个全面的评估。中位径 d_m 是筛下累积质 量百分率为 50%时对应的颗粒直径,d_{vm}和 d_{vs}的计 算公式为

$$d_{\rm Vm} = \frac{\sum (nd^4)}{\sum (nd^3)} = \frac{\sum (wd)}{\sum w} = \frac{\sum (wd)}{1000}, (2)$$
$$d_{\rm Vm} = \frac{\sum (nd^3)}{2} = \frac{\sum w}{2} = \frac{1000}{2} (2)$$

 $d_{\mathrm{Vs}} = rac{1}{\sum (nd^2)} = rac{1}{\sum (w/d)} = rac{1}{\sum (w/d)}$ 式中w为筛取后各粒度范围内的粉末质量,d为筛 取后各粒度范围内的粉末平均直径。在不同雾化压 力下制取粉末的值分别列于表 2 中。从表 2 明显看 出,随着雾化气体压力的增大,dym、dys和 dm 的值均 减小,即镍基合金粉末颗粒变细。这是因为雾化压 力越大,用于雾化的能量越大,熔融的金属越易破 碎。随着气压的增大,粉末粒径减小,在激光熔覆粒 度范围内(-140~+320目)^[13],即在45~109 µm 区间内的粉末收得率提高,但是此趋势明显下降,说 明当雾化压力增加到一定程度后对粉末的粒度影响 将变小。这是因为雾化气压的升高加强了雾化气流 和金属液流的动力交互作用,雾化压力对粉末粒度 的影响主要是靠雾化气流冲击熔融金属液流的动能 转化来实现的,也就是出口气体的质量与速度决定 了粉末粒度的大小。根据气体动力学原理[14],喷嘴 的出口处气流速度为

$$v = \sqrt{2\gamma R T_2 \left[1 - \left(\frac{P_1}{P_2}\right)^{\frac{\gamma-1}{\gamma}}\right]} / \gamma - 1, \qquad (4)$$

式中R为气体常数, γ 为绝热系数,通常取1.4, T_2 为 气体在 P_2 压力时的温度, P_1 为大气压, P_2 为气体流 出压力。在气体雾化的过程中,气体进入喷嘴前温度 T_2 基本不变, γ ,R, T_2 等常数简化为一个比例系数 φ ,则上式可简化为

$$v = \sqrt{\varphi [1 - (P_1/P_2)^{0.29}]}.$$
 (5)

由(5)式可知,气流速度 v 随着雾化压力 P₂ 的 增大而增大,即雾化气流的动能增加,这样就增强了 气流对金属熔融液流的破碎^[15],使粉末粒径减小, 即细粉比例增加。但是当雾化压力增加到一定程度 时,气流速度 v 即成为常数。因此通过一直增加雾 化气体压力来减小粉末的粒径是不可行的,且压力 过高也增加了气体的消耗量,因而要求设备具备更 高的安全性与可操作性。通过实验可知,雾化压力 的优化值为7 MPa,此时雾化气体得到了有效的利用。

表 2 不同压力下粉末颗粒尺寸

Table 2	Particle	size of	f powder	under	different	pressures
---------	----------	---------	----------	-------	-----------	-----------

P/MPa	$d_{ m Vm}/\mu{ m m}$	$d_{ m Vs}/\mu{ m m}$	$d_{ m m}/\mu{ m m}$
5	173.89	119.04	158.53
6	167.65	113.77	150.84
7	162.00	108.93	143.75
8	159.28	106.84	142.31

3.2 粉末微观分析

取在 7 MPa 下所制取的-140~+320 目(45~ 109 μm)镍基粉末,分别在扫描电子显微镜放大 100 倍与 600 倍下进行微观观察,如图 4 所示,可见粉末 球形度良好。从图 4(b)中可以看出,粉末表面清晰 显现出枝晶组织,主要以胞状晶为主,且只有一次晶 枝,分布均匀,尺寸波动性也不大,晶粒紧密分布且 晶界明显;有少数从球极发出放射状树枝晶,但其二 次晶枝已胞状化。由于粉末粒径减少而比表面积增 大的缘故,经过气雾化过程后的液滴,凝固时表层的 过冷度变大,且冷却速度也变大。大的过冷度造成 表层晶粒大量形核,因此造成图 4(b)中所看到的大 量均匀形核的晶粒;而大的冷却速度意味着表层与 周围气氛间形成大的温度梯度,使晶粒生长呈胞状 化。液滴在雾化过程中,放射状树枝晶的汇集点(球 极处)很可能是背向行进方向的,这使得散失的热量 和结晶潜热均在该处汇集,引起该处温度下降的趋 势减缓,也为树枝晶的生长提供条件。



图 4 镍基粉末形貌 Fig. 4 Morphology of nickel-based powder

3.3 流动性及松装比

激光熔覆合金粉末要求流动性好,松装比大。 用霍尔流量计分别测量 5 次 50 g 的-140~+320 目(45~109 µm)的粉末全部流失所需的时间,取平 均值。另用松装密度仪分别测量每个参数下制得粉 末的松装比 5 次,取平均值。测试结果如表 3 所示。 表 3 不同气压下粉末的测定

Table 3 Determination of powder under different pressures

Pressure / MPa	Flow ability /s	Apparent volume /(g/cm)
5	19.8	4.16
6	18.5	4.21
7	17.2	4.25
8	16.9	4.26

从表 3 中可以看出, 压力越大, 粉末流动性越 好, 松装比也越大。这是因为随着雾化气体压力的 逐次增加, 用于气雾化破碎粉末的能量也依次增加。 但是在雾化压力为 7 MPa 与 8 MPa 时, 制取的粉末 的流动性与松装比相差不大。另一方面, 雾化气体 压力的增大也伴随着气体消耗量的增加。因此结合 实际综合考虑,7 MPa 为较适宜的气体压力雾化参数,此时气体的利用效率较高。

3.4 激光熔覆分析

将 7 MPa 时 制 取 的 - 140 ~ + 320 目 (45 ~ 109 μm)的镍基合金粉末与热喷涂 Ni60 粉末分别烘 干后,在304不锈钢基体上采用同轴送粉半导体激光 器进行激光熔覆。激光光斑为圆形,光斑直径为 4 mm,保护气体为 Ar 气。其工艺参数为:激光功 率 P=1600 W,扫描速度 V_s=480 mm/min,送粉速 度 $V_f=12$ g/min,搭接率为40%。不同粉末熔覆后 宏观形貌如图 5 所示,自制镍基粉末表面熔覆层平 整光滑, 而 Ni60 粉末熔覆后表面有微裂纹。经探伤 后如图 6 所示,发现自制镍基粉末的熔覆层没有裂 纹、气孔等缺陷, 而 Ni60 粉末熔覆层明显出现较多 的裂纹。这表明在热喷涂粉末基础上调整其粉末配 比进行气雾化制取激光熔覆专用粉末是可行的,由 于在粉末材料源头上 B 和 Si 等含量的改变,减少了 激光熔池中硼硅酸盐的产生,也就抑制了熔覆层开 裂倾向。

图 7 为不同粉末熔覆后熔覆层显微硬度沿层深的分布曲线,以结合区(BZ)界限为起始点(O点), 自上而下不同距离打点,BZ之上的熔覆层为正值, 之下为负值。由图可以看出,不同熔覆层显微硬度 的分布曲线都呈现3个明显区域,分别为熔覆层 (CZ),热影响区(HAZ)和基体(SUB)。镍基粉末的 熔覆层硬度值与 Ni60 粉末的熔覆层硬度值相差 不大。



图 5 不同粉末激光熔覆后宏观形貌。(a) Ni 基粉末;(b) Ni60

Fig. 5 Macro morphology of laser cladding with different powders. (a) Ni-based powder; (b) Ni60



图 6 不同粉末激光熔覆探伤后宏观形貌。(a) Ni 基粉末;(b) Ni60

Fig. 6 Macro morphology of laser cladding with different powders after flaw detection. (a) Ni-based powder; (b) Ni60





4 结 论

1)随着雾化气体压力的增大,制得的镍基粉末 逐渐细化,适合激光熔覆粉末粒径范围的雾化效率 逐渐提高,且粉末的流动性与松装比等性能也得到 优化。但当雾化压力增加到7 MPa 后,粉末性能参 数的优化趋势趋于平缓。

2) 经优化,当雾化介质为氮气时,7 MPa 为较 适宜的气体压力雾化参数,气体的利用效率较高。 在该参数下制得的镍基粉末具有较好的球形度、表 面光滑度、流动性和松装比,同时具有较高的有效雾 化率。

3) 对雾化压力为 7 MPa 时制备的镍基粉末与 热喷涂 Ni60 粉末进行相同参数的同轴送粉激光熔 覆,发现自制粉末的激光熔覆层平整光滑,没有裂 纹、气孔等缺陷,且熔覆层的硬度相差不大。

参考文献

- Xu Binshi, Liu Shican. New Technologies of Surface Engineering [M]. Beijing: National Defense Industry Press, 2002. 208~212 徐滨士,刘世参.表面工程新技术[M].北京:国防工业出版社, 2002. 208~212
- 2 Liu Juan, Tang Xiahui, Peng Hao et al.. Pluse modulation characteristic of high power continuous CO₂ laser and its application in special cladding [J]. Chinese J. Lasers, 2009, 36(6): 1575~1580

柳 娟,唐霞辉,彭 浩等.高功率连续 CO₂ 激光器脉冲调制 特性及特殊熔覆应用[J].中国激光,2009,**36**(6):1575~1580

- 3 I. Manna, J. D. Majumdar, B. R. Chandra *et al.*. Laser surface cladding of Fe-B-C, Fe-B-Si and Fe-BC-Si-Al-C on plain carbon steel[J]. Surface & Coatings Technology, 2006, 201 (1-2): 434~440
- 4 Dong Shiyun, Ma Yunzhe, Xu Binshi et al.. Current status of material for laser cladding[J]. Materials Review, 2006, 20(6): 5~9

董世运,马运哲,徐滨士等.激光熔覆材料研究现状[J].材料 导报,2006,**20**(6):5~9

5 Zhao Dong. Some Problems of Laser Cladding Technology by Using Nickel-Based Alloy [D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2003. 22~24

赵 栋. 镍基合金激光熔覆技术若干问题研究[D]. 郑州:郑州 大学, 2003. 22~24

6 Wu Jian. The analysis of main factors affecting the quality of laser cladding layer and the optimizing measures [J]. Machine Building & Automation, 2004, 33(4): 52~56

吴 健. 影响激光熔覆层品质的主要因素分析[J]. 机械制造与 自动化, 2004, **33**(4): 52~56

7 Li Chunyan, Zhang Song, Kang Yuping et al.. Comment on material system for laser cladding [J]. Laser Journal, 2002, 23(3): 5~9

李春彦,张 松,康煜平等.综述激光熔覆材料的若干问题[J]. 激光杂志,2002,**23**(3):5~9

- 8 A. G. Dowson. Atomization dominates powder production[J]. Metal Powder Report, 1999, 54(1): 15~17
- 9 Fu Chunxia. Development of Special Fe-Based Powder for Laser Cladding and Rapid Prototyping [D]. Jinan: Shandong

University, 2008. 14~16

付春霞.激光熔覆及快速成形专用铁基粉末的研制[D].济南:山东大学,2008.14~16

- Lou Deyuan, He Chunlin, Chen Jiang *et al.*. Study on performance of three Nickel/Cobalt coatings by laser cladding[J]. *Hot Working Technology*, 2009, (4): 52~54 娄德元, 贺春林,陈 江 等.激光熔覆镍、钴基涂层性能比较研 究[J]. 热加エエ艺, 2009, (4): 52~54
- 11 A. Unal. Production of rapidly solidified aluminum alloy powers by gas atomization and their applications [J]. *Powder Metallurgy*, 1990, **33**(1): 53
- 12 A. Unal. Gas atomization of fine zinc powders [J]. The International Journal of Powder Metallurgy, 1990, 26 (1): 11~21
- 13 Tang Ying, Yang Jie. Study on laser cladding Ni-based alloy powder of coating[J]. Hot Working Technology, 2004, (2): 16~17,22

唐 英,杨 杰.激光熔覆镍基粉末涂层的研究[J]. 热加エエ 艺,2004,(2):16~17,22

- 14 Huang Peiyun. Powder Metallurgy Principle [M]. Beijing: Powder Metallurgy Press, 2004. 98~101 黄培云. 粉末冶金原理[M]. 北京: 粉末冶金出版社, 2004. 98~101
- 15 Zhang Jing, Zhou Zhewei. On the spray atomization mechanism in sprayforming [J]. Powder Metallurgy Technology, 1999, 17(3): 163~169

张 景,周哲玮.喷射成形中的喷射雾化机理研究[J]. 粉末冶 金技术,1999,**17**(3):163~169

栏目编辑: 宋梅梅