粉末分布对激光近净成形Al₂O₃陶瓷薄壁件表面 形貌的影响

马广义 王江田 牛方勇 孙 贝 吴东江

大连理工大学精密与特种加工教育部重点实验室, 辽宁大连 116024

摘要采用同轴送粉激光近净成形系统,研究同轴送粉粉末分布特征,开展氧化铝(Al₂O₃)陶瓷薄壁件成形实验,结合粉末分布密度函数分析光斑直径和激光功率对激光近净成形 Al₂O₃陶瓷薄壁件表面形貌的影响。结果表明,同轴送粉粉末成双重高斯分布,激光光斑大小影响光束直接辐照粉末量,进而影响薄壁件表面形貌,光斑大小与光束直接辐照粉末量成高斯积分函数;增大激光功率可减弱高斯分布粉末对激光能量分布的影响,有利于获得较好的表面形貌,但激光功率过大会导致薄壁件表面形貌变差;采用合理的工艺参数成形的 Al₂O₃陶瓷件相对密度可达 99.72%。 关键词 激光技术;激光近净成形;氧化铝;粉末分布特征;双重高斯分布;表面形貌

中图分类号 TN249 文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201542.0103006

Influence of Powder Distribution on the Al₂O₃ Thin-wall Ceramic Formed by Laser Engineered Net Shaping

Ma Guangyi Wang Jiangtian Niu Fangyong Sun Bei Wu Dongjiang

Key Laboratory for Precision and Non-traditional Machining Technology of Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian, Liaoning 116024, China

Abstract Al_2O_3 thin– wall ceramic is formed by laser engineered net shaping and distribution of coaxial powder is obtained using tapes. A function is found to be related to the distribution of powder density. Based on this function, the influence of laser spot size and laser power on the surface morphology of thin–wall Al_2O_3 ceramic is analyzed. The results show that the distribution of coaxial feeding powder is in keeping with the double Gaussian distribution. Laser spot size directly affects the powder utilization, and thereby affects the surface morphology of thin– wall parts. There is a Gaussian integral function between the laser spot size and the quantity of powder irradiated by laser beam. The results also demonstrate that high laser power can weaken the influence of powder on laser energy distribution, which can improve the surface morphology of thin– wall parts, but the surface morphology is bad if the laser power is too high. The relative density of the Al_2O_3 ceramic is up to 99.72% with suitable process parameters.

 $\label{eq:keywords} \mbox{ laser technique; laser engineered net shaping; Al_2O_3; powder distribution; double Gaussian distribution; surface morphology$

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 350.3850

1 引 言

氧化铝(Al₂O₃)陶瓷具有抗腐蚀、耐高温、强度高、硬度高、绝缘性好等优点,在航空航天,军事国防,生物医 学等领域具有重要的应用价值^[1-3]。传统方法制备的陶瓷件内部组织疏松,机械力学性能较低,形状尺寸受模

导师简介:吴东江(1964—),男,教授,博士生导师,主要从事激光精密制造方面的研究。E-mail:djwudut@dlut.edu.cn 本文电子版彩色效果请详见中国光学期刊网 www.opticsjournal.ent

收稿日期: 2014-07-03; 收到修改稿日期: 2014-08-01

基金项目: 国家自然科学基金(51175061)、博士后科学基金(2014M551072)

作者简介:马广义(1982—),男,博士,主要从事激光增/减材制造方面的研究。E-mail:gyma@dlut.edu.cn

具限制,不能满足极端环境对陶瓷件的要求。激光近净成形技术是在激光多层熔覆技术的基础上发展起来的 一种激光直接成形技术,相比于传统加工方法,激光近净成形制备陶瓷件具有制造周期短、柔性化程度高、陶 瓷件内部组织致密、机械力学性能好等优点,对实现陶瓷材料在极端环境中的广泛应用具有重要意义^[4-6]。

在激光近净成形过程中,同轴粉末被激光束融化后凝固成形,激光与粉末相互作用直接影响成形过程 及成形件质量,通过控制激光工艺参数及其与粉末的相互作用过程可以获得良好的表面形貌和成形精度。 Pinkerton等¹⁷通过模拟得到了同轴粉末流在不同位置的分布特征及激光穿过粉末流后的能量衰减曲线。席 明哲等¹⁸模拟计算了金属粉末与激光束及激光熔池的能量交换,给出了加热粉末所用激光能量比例;杨洗陈 等¹⁹用 Fluent进行粉末流温度场模拟,发现粉末流在聚焦位置温度最高;靳绍巍等¹⁰⁰研究发现存在基板时粉 末对激光的衰减作用较大;刘昊等¹¹¹⁻¹²¹研究了粉末粒径、形状、密度和碰撞弹性恢复系数对粉末流汇聚的影 响规律,基于生死单元法计算了瞬态温度场及熔覆层几何形貌;吴东江等¹¹³¹通过优化激光近净成形工艺参 数,得到了组织致密形貌良好的ZrO₂(质量分数为13%)Al₂O₃陶瓷薄壁件。目前关于粉末流和激光工艺参数 的研究较为独立,关于粉末流的研究主要通过模拟讨论了粉末到达熔池前同激光的相互作用,而忽略了粉 末分布状态对成形过程和最终成形件的影响。针对上述问题,本文使用同轴送粉激光近净成形系统,采用 胶带法测量粉末分布特征,揭示同轴送粉条件下粉末分布规律,分析粉末分布特征对成形过程的影响,研究 激光光斑大小和激光功率对激光近净成形陶瓷薄壁件表面形貌的影响规律,并用排水法测量成形件密度。

2 实验方法与材料

实验使用 GSI Lumonics公司 JK1002 连续 Nd:YAG 激光器,最大输出功率为1000 W,聚焦后最小光斑直 径为0.6 mm,光束多模输出,配有同轴送粉喷嘴,通过送粉器输送粉末,成形过程示意图如图1所示。选用热膨胀系数与 Al₂O₃较为接近的 Ti-6Al-4V 合金(TC4)作为基板,尺寸为150 mm×180 mm×9 mm,为保证基体表 面清洁及基体对激光的吸收效率,成形实验开展前对基板粗砂纸打磨,而后依次使用丙酮、乙醇、去离子水 清洗,最后干燥处理。所用 Al₂O₃粉末纯度大于 99.7%、粒度为45~90 μm、形状为近球形,陶瓷粉末成形前进 行烘干,图2所示为 Al₂O₃陶瓷粉末照片。



Fig.1 Schematic of laser forming



图 2 Al₂O₃球形颗粒照片 Fig.2 Images of Al₂O₃ spherical particles

3 粉末分布特征

开展成形实验前采用胶带法对粉末的分布特征进行测量,具体步骤为在成形工作台上平铺一层15 mm 宽胶带,胶带表面位于粉末流聚焦平面,通过测量粘在胶带表面的粉末量来分析焦平面粉末分布特征,送粉 实验中扫描速度 V=400 mm/min,送粉量 Q=1.4 g/min。为减少陶瓷粉末反射飞溅并尽可能与成形中粉末进入 熔池过程吻合,预先对胶带进行加热使其软化增加粘性。粉末分布特征与图像明暗程度具有相关性,把灰 度值当量作为相对粉末分布密度。实验使用白色 Al₂O₃陶瓷粉末,图像灰度值愈大,其亮度越高,即粉末密度 越大。测量发现,粉末呈现出中心密两端疏的对称分布。图3为通过灰度值当量得到的相对粉末分布密度 及其拟合曲线,相对密度分布拟合曲线成双重高斯函数,函数表达如下:

中国激光
$$f(l) = \frac{1}{53000} \left\{ 156.6 \exp\left[\frac{(100l - 0.1)^2}{167.2^2}\right] + 52.36 \exp\left[\frac{(100l - 21)^2}{75^2}\right] \right\},$$
(1)

式中1为粉末位置,1=0代表喷嘴中心位置,即激光束中心位置。

文献[14-15]表明同轴送粉粉末密度在自由喷射状态下符合高斯分布函数,而实际成形过程中粉末流受 到熔池的遮挡,对熔池表面的粉末分布产生较大影响^[10.16]。熔池的遮挡作用使输送气流流场在近熔池空间 产生扰动,直接影响了高速运动粉末在熔池表面的汇聚状态,最终导致粉末分布状态发生变化,这可能是粉 末在聚焦平面处形成如图3所示的双重高斯分布特征的主要原因。



Fig.3 Relative powder distribution density

4 光斑直径对Al₂O₃陶瓷薄壁件表面形貌影响

为研究激光光斑直径对陶瓷薄壁件表面形貌的影响,分别选取光斑直径 D_i=0.6、1.5、2 mm,激光功率 P= 400 W,扫描速度 V=400 mm/min,送粉量 Q=1.4 g/min,Z 轴提升量 ΔZ =0.15 mm,成形表面为粉末聚焦平面,直接在 TC4 基板上进行单道 40 层 Al₂O₃陶瓷薄壁件激光近净成形实验。

图 4(a)为光斑直径 D_i=0.6 mm 时制备的高纯 Al₂O₃陶瓷薄壁件。本次实验为单道多层,薄壁件厚度即为 熔池宽度,由图 4可知,薄壁件壁厚为 2 mm,大于光斑直径,此时光束直接辐照粉末量约为 20%,而熔池范围 内粉末量约为 60%;成形件表面附着部分陶瓷粉末且出现两端高中间低的形貌特征。熔池宽度大于光斑直 径主要因为光束辐照区域在高能激光束作用下形成熔池,熔池内部强烈的对流作用使热量迅速向两侧传 导,扩大了实际熔池范围,导致熔池宽度大于光斑直径。同时,由于小尺寸光斑形成的熔池较小,熔池区域 以外大量未熔的陶瓷粉末与成形陶瓷件边缘接触机会增加,导致薄壁件侧壁粘附较多未熔颗粒;此外,熔池 区域相对粉末分布范围过小,大量未熔粉末与熔池的相互作用加速熔池冷却,使成形薄壁件两端机床加减 速阶段单位区域增加的熔融粉末迅速凝固,最终导致薄壁件出现两端变高的现象。

图 4(b)和图 4(c)分别为光斑直径 D_i=1.5 mm 和 D_i=2 mm 时制备的 Al₂O₃陶瓷薄壁件。图 4(b)可以看出,当光 斑直径为 1.5 mm 时,薄壁件壁厚约为 3.6 mm,此时光束直接辐照粉末量约为 50%,而熔池范围内粉末量约为 85%, 同时表面附着极少量陶瓷粉末;从图 4(c)可以看出,激光光斑直径为 2 mm 时,薄壁件壁厚约为 4.1 mm,此时光 束直接辐照粉末量约为 60%,而熔池范围内粉末量约为 92.5%,表面依然存在极少量陶瓷粉末。两种光斑直径 条件下成形的薄壁件顶部均出现两端低中间高的形貌特征,此外,随着光斑直径的增加,成形件表面裂纹逐渐 减少。这是由于随着光斑直径的增加,熔池区域覆盖了绝大部分粉末,使得未熔粉末的冲击对熔池冷却速率 影响较小,导致在薄壁两端机床加减速阶段单位区域增加的熔融粉末热积累效应增强,熔池冷却速度相对较 慢,熔融态陶瓷凝固前在重力驱动下向四周流动,最终导致成形件两端低中间高。另外缓慢的冷却速度及因 热积累效应较强而减小的温度梯度降低了凝固及冷却过程中的热应力,使成形件裂纹减少。

比较图 4(a)~(c)发现,随着激光光斑的增大,薄壁件壁厚增加,光斑直径与薄壁件厚度之间存在一定的函数关系^[17]。设光斑直径为*x*时,薄壁件实际厚度为*T*(*x*)。由于实际成形中薄壁件厚度可以代表熔池宽度,因此将±*T*(*x*)/2作为积分上下限对(1)式进行积分,即可得到光斑直径与熔池范围内粉末量的关系:

$$\frac{\forall \quad \boxtimes \quad \bigotimes \quad \varkappa}{\eta(x) = \int_{-T(x)/2}^{T(x)/2} \frac{1}{53000} \left\{ 156.6 \exp\left[\frac{(100l - 0.1)^2}{167.2^2}\right] + 52.36 \exp\left[\frac{(100l - 21)^2}{75.01^2}\right] \right\}.$$
(2)

式中 η(x) 为熔池范围内粉末量, x 为光斑直径。

综上所述,通过增大激光光斑直径可以有效增加熔池范围内粉末量,减弱未熔粉末对熔池的冷却作用, 减少表面附着粉末,有利于提高薄壁件成形形貌。综合考虑表面形貌特征,应保证熔池范围内粉末量在 85%以上,激光光斑直径不应小于1.5 mm。



图 4 不同光斑直径制备的 Al₂O₃陶瓷薄壁件 Fig.4 Al₂O₃ thin-wall samples formed with different laser spot diameters

5 激光功率对 Al₂O₃陶瓷薄壁件表面形貌影响

根据上述分析,选择光斑直径 *D_i*= 2 mm进行单道 40 层往复扫描实验,探究激光功率对 Al₂O₃陶瓷薄壁件 表面形貌的影响,其中激光功率 *P*=340~500 W、*Q*=1.4 g/min、*V*=400 mm/min、Δ*Z*=0.15 mm,成形表面为粉末 聚焦平面。由于成形 Al₂O₃薄壁件时可以得到黑色和白色两种样件,其中黑色样件裂纹较多,而白色样件质 量较好^[18]。因此为了获得白色 Al₂O₃薄壁件,在TC4 基板上预先熔覆 3 mm 厚 Al₂O₃涂层,而后在 Al₂O₃涂层上 进行成形实验。

图 5(a)和(b)分别为激光功率为 340 W 和 400 W 时制备的 Al₂O₃陶瓷薄壁件。可以看出,薄壁件顶部平整 性较好,表面粘结少量陶瓷粉末。由图 5(a)可知,功率为 340 W 时,成形件表面裂纹较多,均平行于沉积方 向,且中部存在长度较大的裂纹。相对于 340 W 时制备的薄壁件,400 W 时制备的薄壁件光洁程度更高,裂 纹条数和裂纹长度均有所减少,但成形高度略有降低。图 5(c)和(d)分别为激光功率为 450 W 和 500 W 时制 备的 Al₂O₃陶瓷薄壁件,可以看出薄壁件顶部平整性变差,但表面光洁,均未发现明显宏观裂纹。相对于 400 W 时制备的薄壁件,450 W 和 500 W 时制备的薄壁件成形高度下降明显,薄壁件顶部呈现圆弧状。



图5 不同激光功率制备的Al₂O₃薄壁件

Fig.5 Al_2O_3 thin-wall samples formed with the different laser powers

比较图 5(a)~(d)可知,随着激光功率增大,薄壁件表面光洁程度有所提高,宏观裂纹减少,但成形高度逐渐降低。成形过程中激光束能量可分为两部分:一部分直接作用于粉末,使粉末温度升高甚至熔化;另一部分用于维持熔池稳定。由于成形过程粉末满足双重高斯分布,而实验中激光束以多模输出,设激光束总能量密度为 E₀,与单位密度粉末相互作用后损耗的能量密度为 E₀,根据(1)式可以得到激光束与粉末相互作用后粉末分布范围内维持熔池稳定的能量密度函数 E(l)[如(3)式所示]。图 6 所示为激光束与粉末相互作用后剩余能量分布趋势,发现激光束用于维持熔池稳定的能量分布呈现中间能量低两端能量高的特点,说明激光束与粉末相互作用后,用于维持熔池稳定的能量已不满足均匀分布特征。当P较低时,由于与粉末相互作用后剩余的能量在薄壁件中心区域较小,使得熔池深度变浅且热积累效应较弱,结构整体在高温阶段冷却速度较快,不利于应力的释放,导致最终形成如图 5(a)所示的薄壁件结构,此时薄壁件易产生裂纹;随着P增

大,用于维持熔池稳定的能量逐渐增大,即使在薄壁件中心区域能量密度较小,但由于总能量密度的增加, 依然使熔池深度逐渐增加、热积累效应逐渐增强,结构整体在高温阶段冷却速度变慢,熔化态陶瓷有足够的 时间在重力作用下向四周流动,有利于应力释放,最终造成P越大,成形薄壁件顶端圆弧形态越明显、高度越 低、裂纹越少。



Fig.6 Energy distribution after reaction between laser beam and powder

综上所述,认为激光束与同轴粉末相互作用后用于稳定熔池的能量呈现中间低两端高的分布特征,增 大激光功率可以减弱高斯分布粉末对激光能量分布的影响,有利于提高熔池的稳定性,减少成形陶瓷件裂 纹;但过大的激光功率会造成薄壁件高度明显降低,不利于保证薄壁件的高度尺寸精度和表面形貌,成形 Al₂O₃薄壁件时激光功率在400~450 W 较为合理。

6 成形陶瓷件相对密度

根据上述分析,实验选用 D_i=2 mm、P=400 W、Q=1.4 g/min、V=400 mm/min、ΔZ =0.15 mm 进行 Al₂O₃陶瓷 薄壁件激光近净成形实验,采用排水法测量薄壁件体积密度。测量前使用金刚石线切割机将薄壁件切割为 规则样块并将切割面磨削后抛光,依次使用丙酮、乙醇、去离子水清洗并烘干。共制备样块 3 块,每块测量 3 次,结果取平均值,测量数据如表1所示。

o r r r r r r r r r r r r r r r r r r r			
Item	Theory	Powder	Sample
Bulk density /(g/cm³)	3.990	3.973	3.979
Relative density /%	100	99.57	99.72

表1 Al₂O₃陶瓷薄壁件及原始陶瓷粉末密度 Table 1 Bulk densities of the original powder and Al₂O₃thin-wall samples

由测量结果可知,激光近净成形 Al₂O₃陶瓷薄壁件相对密度可达 99.72%,高于原始粉末密度,接近 100% 理论密度,这是因为原始粉末中因含有气孔而密度较低,激光近净成形过程中粉末受激光束作用完全熔融, 粉末内气孔消除,凝固后形成高致密的冶金组织,致使成形件密度接近理论密度。由此可知,激光近净成形 制备的 Al₂O₃陶瓷内部为冶金结合,气孔等缺陷较少,组织致密度高。

7 结 论

1) 通过胶带法得到了同轴送粉条件下粉末流聚焦平面处粉末分布规律,发现粉末分布满足双重高斯分 布函数,并获得了粉末分布密度函数。

2) 发现激光束光斑大小与熔池范围内粉末量成高斯积分函数,通过增大激光光斑直径可以有效增加熔 池范围内粉末量,减弱未熔粉末对熔池的冷却作用,有利于提高薄壁件形貌并减少裂纹,成形时应尽量保证 熔池范围内粉末量在85%以上,对应光斑直径不应小于1.5 mm。

3) 激光束与同轴粉末相互作用后用于维持熔池稳定的能量呈现中间低两端高的分布特征,成形 Al₂O₃薄壁件时激光功率在 400~450 W 较为合理。

4) 通过体积密度测量发现,采用合理的激光近净成形工艺可得到组织致密、内部缺陷较少以及相对密度可达99.72%的 Al₂O₃陶瓷薄壁件。

参考文献

1 P Zeng. Biocompatible alumina ceramic for total hip replacements[J]. Mater Sci Technol, 2008, 24(5): 505-516.

2 E Medvedovski. Alumina-mullite ceramics for structural applications [J]. Ceram Int, 2006, 32(4): 369-375.

- 3 J A Dever, M V Nathal, J A DiCarlo. Research on high-temperature aerospace materials at NASA glenn research center[J]. J Aerosp Eng, 2013, 26(2): 500-514.
- 4 V K Balla, S Bose, A Bandyopadhyay. Processing of bulk alumina ceramics using laser engineered net shaping[J]. Int J Appl Ceram Tec, 2008, 5(3): 234-242.
- 5 S A Bernard, V K Balla, Susmita Bose, *et al.*. Direct laser processing of bulk lead zirconate titanate ceramics[J]. Mater Sci Eng B, 2010, 172(1): 85-88.
- 6 R Comesana, F Lusquinos, J d Val, *et al.*. Calcium phosphate grafts produced by rapid prototyping based on laser cladding[J]. J Eur Ceram Soc, 2011, 31(1-2): 29-41.
- 7 A J Pinkerton. An analytical model of beam attenuation and powder heating during coaxial laser direct metal deposition[J]. J Phys D: Appl Phys, 2007, 40(23): 7323 7334.
- 8 Xi Mingzhe, Yu Gang, Zhang Yongzhong, *et al.*. Interaction of the laser beam and the metal powder conveyed by coaxial powder feeder[J]. Chinese J Lasers, 2005, 32(4): 562-566.

席明哲, 虞 钢, 张永忠, 等. 同轴送粉激光成形中粉末与激光的相互作用[J]. 中国激光, 2005, 32(4): 562-566.

9 Yang Xichen, Li Li, Zhang Ye. Numerical simulation of temperature field of coaxial powder flow in laser cladding[J]. Acta Optica Sinica, 2009, 29(11): 3114-3120.

杨洗陈,栗 丽,张 烨. 激光熔覆中同轴粉末流温度场的数值模拟[J]. 光学学报, 2009, 29(11): 3114-3120.

10 Jin Shaowei, He Xiuli, Wu Yang, et al.. Laser power attenuation by powder flow in coaxial laser cladding[J]. Chinese J Lasers, 2011, 38(9): 73-78.

靳绍巍,何秀丽,武 扬,等.同轴送粉激光熔覆中粉末流对光束能量的衰减作用[J].中国激光,2011,38(9):73-78.

11 Liu Hao, Yu Gang, He Xiuli, *et al.*. Effect of powder properties on the convergence of powder stream in coaxial laser cladding[J]. Chinese J Laser, 2013, 40(5): 0503008.

刘 吴, 虞 钢, 何秀丽, 等. 粉末性质对同轴送粉激光熔覆中粉末流场的影响规律[J]. 中国激光, 2013, 40(5): 0503008.

12 Liu Hao, Yu Gang, He Xiuli, *et al.*. Three-dimensional numerical simulation of transient temperature field and coating geometry in powder feeding laser cladding[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(12): 1203007.

刘 昊, 虞 钢, 何秀丽, 等. 送粉式激光熔覆中瞬态温度场与几何形貌的三维数值模拟[J]. 中国激光, 2013, 40(12): 1203007.

13 Wu Dongjiang, Lu Weifeng, Chen Yunxiao, *et al.*. Experimental study on ceramic of ZrO₂-13% Al₂O₃ by laser engineered net shaping[J]. Chinese J Lasers, 2012, 39(7): 0703004.

吴东江,卢卫锋,陈云啸,等.ZrO₂-13%Al₂O₃陶瓷薄壁件激光近净成形陶瓷实验[J].中国激光,2012,39(7):0703004.

- 14 A J Pinkerton, Lin Li. Modelling powder concentration distribution from a coaxial deposition nozzle for laser-based rapid tooling[J]. J Mater Sci Eng, 2004, 12(6): 33-41.
- 15 Lin J. Laser Attenuation of the focused powder streams in coaxial laser cladding[J]. J Laser Appl, 2000, 12(1): 28-33.
- 16 J Ibarra-Medinaa, A J Pinkerton. A CFD model of the laser, coaxial powder stream and substrate interaction in laser cladding[J]. Physics Procedia, 2010, 5: 337-346.
- 17 Yu Jun, Chen Jing, Tan Hua, et al.. Effect of process parameters in the laser rapid forming on deposition layer[J]. Chinese J Lasers, 2007, 34(7): 1014-1018.

于 君,陈 静,谭 华,等.激光快速成形工艺参数对沉积层的影响[J].中国激光, 2007, 34(7): 1014-1018.

18 Wu Dongjiang, Sun Bei, Niu Fangyong, et al.. Microstructure and crack in color Al₂O₃ samples by laser engineered net shaping[J]. J Chin Ceram Soc, 2013, 41(12): 1621-1626.

吴东江,孙 贝,牛方勇,等.激光近净成形不同颜色 Al₂O₃陶瓷件微观组织及裂纹分析[J]. 硅酸盐学报, 2013, 41(12): 1621-1626. 栏目编辑: 张 雁