

医用 Ti/HA 激光沉积过程中的粉末分离及其抑制方法

王呈栋, 鲍振林, 马健溥, 张克栋*

苏州大学机电工程学院, 江苏 苏州 215021

摘要 针对激光熔覆过程中两种粉末混合喷射后实际成分与设计成分偏差的问题, 设计了钛(Ti)/羟基磷灰石(HA)粉末收集实验, 该实验将未分离粉末宽度作为成分评价标准; 然后基于响应曲面法建立了未分离粉末宽度与激光工艺参数之间的数学模型; 通过对回归模型求极值, 确定合理的工艺参数, 抑制了激光沉积过程中粉末成分偏差现象。实验结果表明: 离焦量对 Ti/HA 粉末分离的影响最大, 其次是扫描速度, 送粉率对预混合粉末分离的影响最小; 未分离粉末宽度随着离焦量的增大而呈现先增大后减小的趋势, 并随着扫描速度的增大而减小; 当离焦量为 $-3 \sim -1.5$ mm, 扫描速度为 $0 \sim 4$ mm \cdot s $^{-1}$ 时, 未分离粉末宽度较大, 该范围内的工艺参数有利于改善 Ti/HA 生物学材料成分配比不准确的问题。

关键词 材料; Ti/HA 材料; 激光熔覆; 粉末分离; 工艺参数优化

中图分类号 TH14; TH142; TH145

文献标志码 A

doi: 10.3788/CJL202047.1202001

Powder Separation and Its Suppression During Laser Cladding of Medical Ti/HA

Wang Chengdong, Bao Zhenlin, Ma Jianpu, Zhang Kedong*

School of Mechanical and Electric Engineering, Soochow University, Suzhou, Jiangsu 215021, China

Abstract In this paper, the titanium (Ti)/hydroxyapatite (HA) powders collection experiment was designed using the unseparated powders width value as the component evaluation standard to overcome the problem of deviation between the actual composition and the designed composition after the two powders are mixed and sprayed in the laser cladding process. Based on the response surface method, the mathematical model between the width of the unseparated powders and process parameters of the laser was established. Through the calculation of the extreme value of the regression model and determination of the reasonable process parameters, the powders composition deviation in the laser deposition process was inhibited. The experimental results reveal that defocusing distance has the most significant influence on the Ti/HA powder separation, followed by the scanning speed and powder feeding rate. The unseparated powders width initially increases and then decreases with the increase of defocusing distance; meanwhile, it decreases with the increase of the scanning speed. Moreover, when the defocusing distance is -3 mm to -1.5 mm and the scanning speed is 0 to 4 mm \cdot s $^{-1}$, the width value of the unseparated powders is large, and the process parameters in this range help to improve the inaccurate composition ratio of Ti/HA biomedical materials.

Key words materials; Ti/HA materials; laser cladding; powder separation; process parameter optimization

OCIS codes 160.1435; 350.3850

1 引言

随着人口老龄化日趋严重以及疾病、交通事故、运动创伤等的频繁发生, 硬组织修复问题随之增加。接骨板是目前硬组织最常见的固定修复零件。近年来, 研究人员在激光熔覆制备多孔材料、生物陶瓷涂

层等医用材料方面进行了深入研究^[1-3], 其中钛合金接骨板在临床上应用得最为广泛^[4]。然而, 钛合金是典型的生物惰性材料, 生物相容性差, 易引发无菌性松动失效。以激光沉积技术制备的钛/羟基磷灰石(Ti/HA)梯度仿生材料具有优良的力学性能和生物活性, 已成为当前临床医学和生物制造领域的

收稿日期: 2020-04-24; 修回日期: 2020-07-08; 录用日期: 2020-07-20

基金项目: 国家自然科学基金(51805344, 51905360)、中国博士后科学基金面上资助项目(2020M671576)

* E-mail: cdwang@suda.edu.cn

研究热点^[5-8]。

基于多粉筒实时混合的光内同轴送粉式激光沉积工艺(即利用多粉筒实时送粉),可任意改变材料配比,实现个性化定制,被认为是梯度仿生材料最理想的制备方法。然而,众多学者忽略了高速送粉带来的成分偏差问题。为此,美国 Missouri 大学的 Li 等^[9-10]研究了不开激光下混合 Cu 粉和 Al 粉经粉管高速喷射后的粉末分离现象,并基于两种粉末的颜色,提出了粒度分布优化方法;他们发现,通过对粉末粒径进行优选,可在一定程度上抑制粉末的分离。由气固两相动力学模型可知,密度不同、颗粒直径不同的 Ti 粉和 HA 粉,经粉管高速喷射后,会产生粉末分离,导致成分偏差。在众多的激光工艺参数中,激光功率是激光束能量高低的表征,不会引起成分偏差,对混合粉末配比几乎没有影响。西北工业大学凝固技术国家重点实验室的郑星等^[11]和美国 Clemson 大学的 Yan 等^[12]均证实了这一现象。

然而,HA 粉末的密度小,经激光沉积粉管高速喷射后易发生团聚或反弹,使得材料的实际配比难以精准控制。因此,如何快速、精确地测得混合粉末的实际质量配比,是制约当前 Ti/HA 粉末应用的

突出难题。为此,本文提出了一个反映粉末分离程度的评价标准(未分离粉末宽度),并设计了 Ti/HA 粉末收集实验。然后通过响应曲面法建立了未分离粉末宽度与激光工艺参数之间关系的数学模型,并基于求解数学模型极值的方法得出了有利于粉末配比准确的最佳的激光工艺参数,从而在一定程度上抑制了医用 Ti/HA 材料在激光沉积过程中实际配比不准确的问题。

2 实验过程

2.1 材料准备

本实验采用徐州博冠焊材有限公司生产的球形 Ti 粉和西安通泽生物科技有限公司生产的 HA 粉, Ti 粉的粒径为 38~147 μm , HA 粉的粒径为 9~80 μm 。两种粉末的形貌如图 1 所示,两种粉末的主要化学成分如表 1~2 所示。用电子天平按 1:1 的质量比称取 Ti 粉和 HA 粉,然后将两种粉末置于真空干燥箱中,设置干燥箱的温度为 100 $^{\circ}\text{C}$,干燥时间为 3 h;将干燥后的两种粉末倒入 QM-3SP4 行星式球磨机进行机械混合,调整球磨机的转速为 250 $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$,混合时间为 3.5 h。

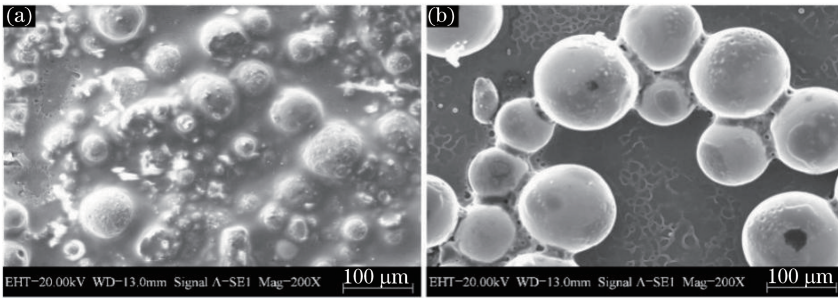


图 1 粉末形貌图。(a) HA 粉;(b) Ti 粉

Fig. 1 Morphologies of powders. (a) HA powders; (b) Ti powders

表 1 HA 粉的主要化学成分

Table 1 Main chemical composition of HA powders

Element	Mass fraction / %
Ca	24.5
P	10.8
Pb	0.0005
Ph(1.0% solution water)	6.94
As	0.003
Cd	0.016

表 2 Ti 粉的主要化学成分

Table 2 Main chemical composition of Ti powders

Element	Mass fraction / %
Ti	99.8
Fe	0.02
Si	0.0175
Al	0.0125
C	0.02
N	0.0325
O	0.35
H	0.182
Cl	0.18

2.2 实验设备

采用上海新力机器厂生产的增减材成形设备进行实验,该设备配备了最大功率为 1200 W 的光纤激光器、DPSF-2 双管载气送粉器和 UCP600 机床,采用 iTNC530 数控操作系统调控激光工艺参数。

此外,成形设备采用了图 2 所示的中空环形激光光内同轴送粉系统,以保证混合粉末的垂直输送。

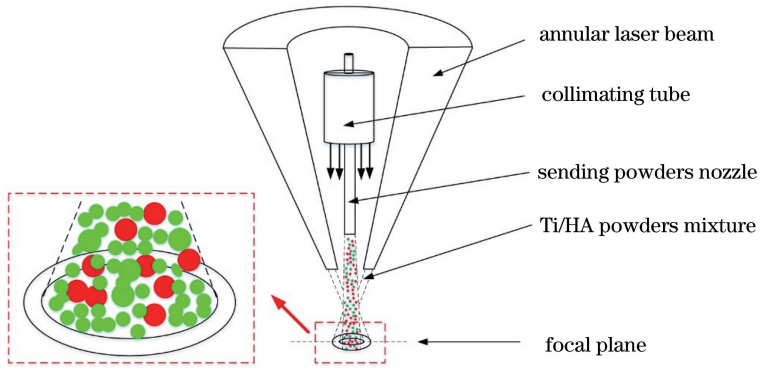


图 2 光内同轴送粉技术示意图

Fig. 2 Schematic of coaxial light feeding technology

稀有气体气管分两路,一路接入送粉器作为送粉载气,另一路则接入激光头作为保护气。粉末收集设备如图 3 所示。采用 Zesis EVO18 扫描电子

显微镜(SEM)观察粉末的形貌,采用扫描电子显微镜附带的能谱仪(EDS)分析实验中收集到的粉末的元素分布特征。

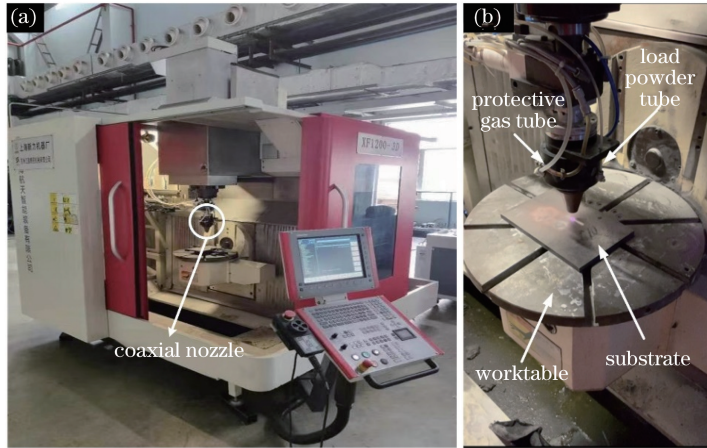


图 3 粉末收集设备实物图。(a)整体图;(b)局部放大图

Fig. 3 Physical diagrams of powders collection equipment. (a) Overall view; (b) enlarged view

2.3 实验设计与粉末收集

本文采用响应曲面法进行实验设计。如表 3 所示,本文以离焦量(h_D)、扫描速度(v_S)和送粉率(r_F)作为因素,以未分离粉末宽度(W_{UP})为目标响应值,设计三因素三水平 Box-Behnken 实验。本文没有将激光功率这一重要因素加入因素表中,是因为本课题组在 Ti/HA 的熔覆研究中发现,激光功率的改变并不会引起元素质量配比的变化。

表 3 粉末分离因素水平表

Table 3 Variables and levels of powders separation

Variable	Level of input variables		
	-1	0	1
h_D/mm	-3	-1.5	0
$v_S/(\text{mm}\cdot\text{s}^{-1})$	2	4	6
$r_F/(\text{r}\cdot\text{min}^{-1})$	2	3	4

在相同的离焦量和扫描速度下,以不同的激光

功率对 90%Ti+10%HA(质量分数)粉进行单道熔覆,然后采用 EDS 对熔覆试样进行面扫描,扫描结果如图 4 所示。从图 4 中可以看出,尽管激光功率发生了改变,但整体的元素成分并未发生变化,尤其是作为主元素的 Ti 元素,其质量分数一直维持在 92%左右。

粉末收集的实验流程如下:先将纯 HA 粉倒入 3D 打印送粉器的料斗中;然后在亚克力板上贴上双面胶,将无色透明的环氧树脂 A、B 胶按 2:1 的体积比倒入透明的一次性塑料杯中并混合均匀,然后将其均匀地涂抹在双面胶表面;将涂覆环氧树脂的亚克力板放置于 3D 打印工作台上,打开送粉器,关闭激光器,设置收集 HA 粉的激光参数,按设定轨迹收集粉末,如图 5 所示;待环氧树脂固化后,根据实验序号采用同样的方法收集 Ti/HA 混合粉。采用 EDS 对每次收集的粉末样品进行面扫描。

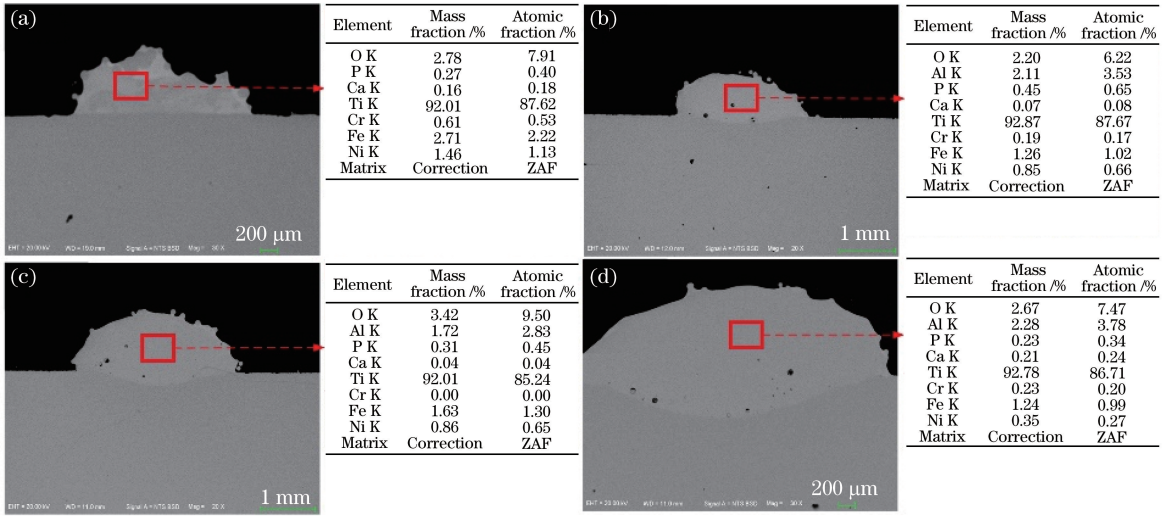


图 4 在不同的激光功率下,90%Ti+10%HA 单道熔覆试样的面扫描结果(离焦量和扫描速度相同)。

(a) 400 W;(b) 600 W;(c) 800 W;(d) 1000 W

Fig. 4 Map scanning of single-pass clad 90%Ti+10%HA samples at same defocusing amount and scanning speed and different laser powers. (a) 400 W; (b) 600 W; (c) 800 W; (d) 1000 W

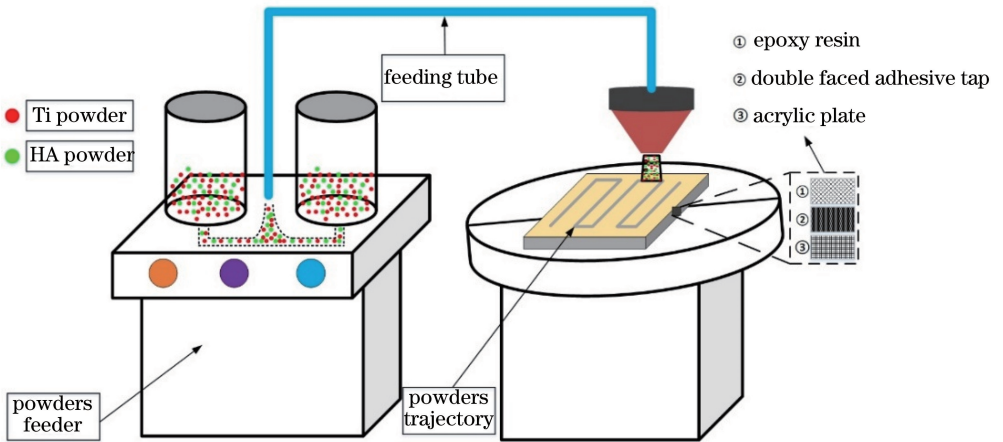


图 5 粉末收集示意图

Fig. 5 Schematic of powders collection

采用上述方法获得的 HA 粉和 Ti/HA 混合粉的能谱面扫描结果如图 6 所示。

由图 6 可以看出,粉末大致可以分为三类。

第一类是呈离散分布的不规则的大颗粒团聚体。该类粉末的数量少,分布随机性大,质量占比大,如图 7 所示。根据这类粉末的不规则形状,按不

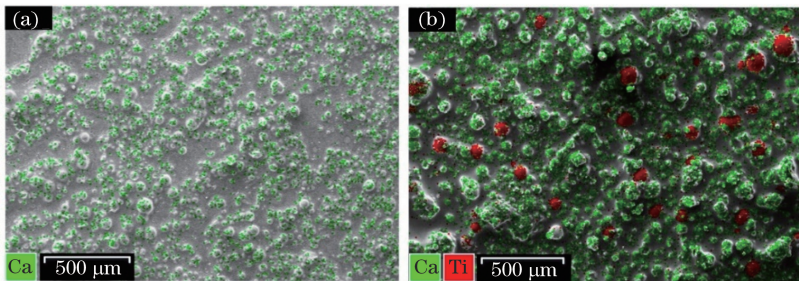


图 6 粉末的能谱面扫描图。(a) HA 粉末的 Ca 元素面扫描图;(b) Ti/HA 混合粉末的 Ti 元素与 Ca 元素面扫描合成图

Fig. 6 Map scanning images of powders. (a) Ca element map scanning image of HA powders;

(b) Ti and Ca elements map scanning composite image of Ti/HA powders

规则形状的内接外切圆直径逐个进行测量,然后根据公式 $m_{HA}^* = \frac{4\pi\rho_{HA}}{3} \sum_{i=1}^n \frac{B_i^3}{2000^3}$ 计算该类粉末的质量,其中 ρ_{HA} 为 HA 粉末的松装密度, n 为统计粉末颗粒的个数, B_i 代表混合粉末能谱图中 HA 粒子的测量直径。

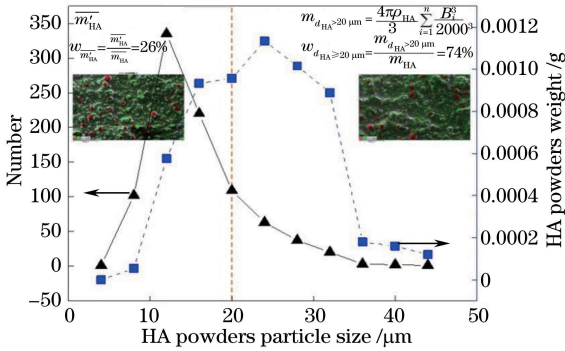


图 7 HA 粉末粒径分布图

Fig. 7 Particle size distribution map of HA powders

第二类是均匀分布的细颗粒(粒径小于 $20 \mu\text{m}$)。该类粉末均匀分布,但质量占比小,如图 7 所示。可基于流体分布原则计算该类粉末的平均质量 m'_{HA} 。

第三类是离散分布的球状颗粒。逐个测量球状颗粒的直径,随后用球的体积公式计算其质量,计算公式为 $m_{Ti} = \frac{4\pi\rho_{Ti}}{3} \sum_{i=1}^n \frac{A_i^3}{2000^3}$, 其中 ρ_{Ti} 为 Ti 粉末的

松装密度; A_i 代表混合粉末能谱图中 Ti 粒子的测量直径。

由该批次 HA 粉末粒径的分布结果(图 7)可知:粒径小于 $20 \mu\text{m}$ 的粒子众多,但质量占比仅为 26%;粒径大于 $20 \mu\text{m}$ 的 HA 粒子少,但质量占比高达 74%。因此,为在统计准确的前提下尽可能减少逐个测量直径的工作量,本文将 HA 粉末粒径的临界值设定为 $20 \mu\text{m}$ 。

基于上述原则,最终混合粉末中 Ti 粉和 HA 粉的实际配比为

$$\eta = \frac{m_{Ti}}{m_{HA}} = \frac{m_{Ti}}{m_{HA}^* + m'_{HA}} = \frac{\frac{4\pi}{3}\rho_{Ti} \sum_{i=1}^n \frac{A_i^3}{2000^3}}{\frac{4\pi}{3}\rho_{HA} \sum_{i=1}^n \frac{B_i^3}{2000^3} + m'_{HA}}, \quad (1)$$

式中: m_{Ti} 代表 Ti/HA 混合粉末样品能谱图中 Ti 粒子的总质量; m_{HA} 代表 Ti/HA 混合粉末样品能谱图中 HA 粒子的总质量; m'_{HA} 代表 HA 粉末能谱图中粒径小于 $20 \mu\text{m}$ 的 HA 粒子的平均质量。

为精确描述粉末分离现象,本文提出了未分离粉末宽度的概念。如图 8 所示,将未分离的粉末样品沿粉末样品宽度 W_p 划分成五等份,在五等份的每个区域中随机选取 2 个视场进行能谱面扫描,根据能谱面扫描图按上述粉末统计原则,计算每个区域 Ti 粉末和 HA 粉末的质量配比 η 。

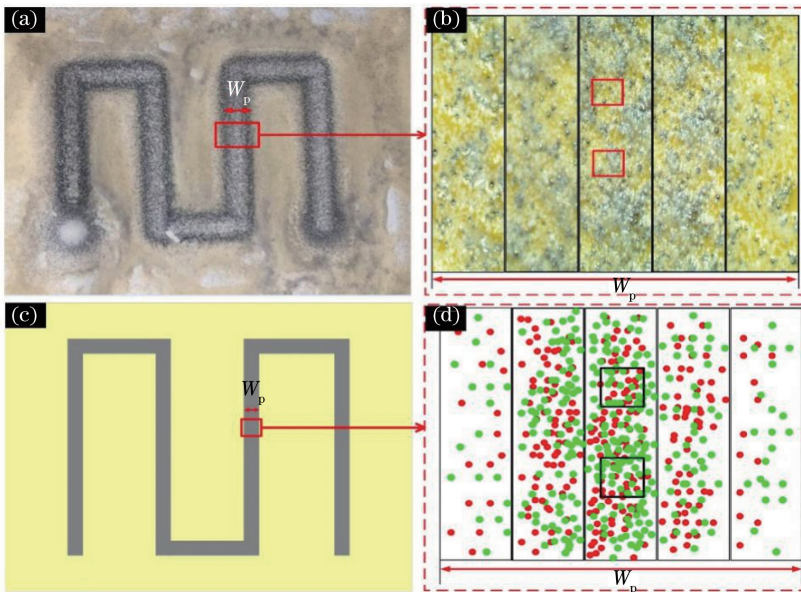


图 8 粉末样品。(a)(c)粉末轨迹;(b)(d)粉末区域划分

Fig. 8 Powders sample. (a)(c) Powders trajectory; (b)(d) powders partition region

图 9 为粉末样品中心 Ti 粉和 HA 粉的质量配比。从图中可以看出:Ti 粉和 HA 粉的质量配比接

近原始配比,大致在 $0.8 \sim 1.2$ 之间,因此将中心区域的质量配比范围作为评估粉末分离的依据,即在

该配比范围内的粉末未发生分离, 否则发生分离。最终确定未分离粉末宽度 $W_{UP} = nW_p/10$ (n 表示粉

末样品中未分离粉末在视场中的个数), 实验结果如表 4 所示。

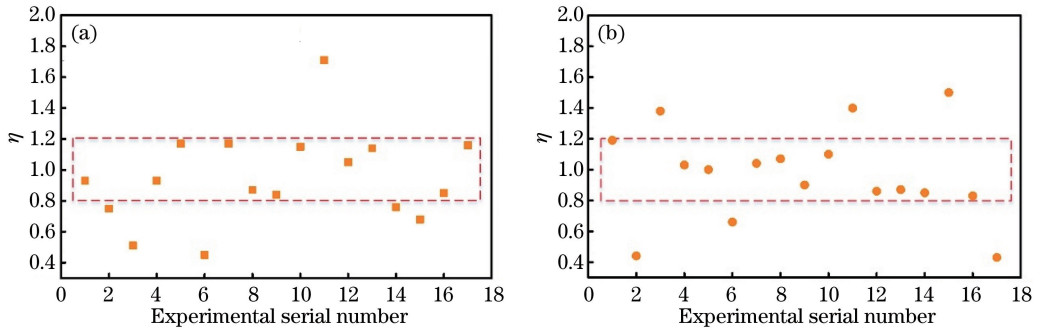


图 9 Ti/HA 粉末样品中心区域 Ti 粉和 HA 粉的质量配比分布图。(a)随机视场 1;(b)随机视场 2
Fig. 9 Mass ratio distribution maps in the central region of Ti/HA powders sample.
(a) Random field of view 1; (b) random field of view 2

表 4 Box-Behnken 实验设计排序和结果

Table 4 Box-Behnken design sequencing and results

No.	h_D/mm	$v_s/$ ($mm \cdot s^{-1}$)	$r_F/$ ($r \cdot min^{-1}$)	W_p/mm	W_{UP}/mm
1	-3	2	3	15	$2W_p/5$
2	0	4	4	16	0
3	0	2	3	20	0
4	-3	4	2	19	$3W_p/10$
5	-1.5	4	3	21	$W_p/2$
6	-1.5	6	2	18	0
7	-1.5	2	4	21	$3W_p/5$
8	-1.5	6	4	20	$W_p/5$
9	-1.5	4	3	21	$W_p/2$
10	-1.5	4	3	21	$W_p/2$
11	-3	6	3	21	0
12	-1.5	2	2	18	$4W_p/5$
13	-1.5	4	3	21	$W_p/2$
14	-3	4	4	19	$2W_p/5$
15	0	6	3	18	0
16	-1.5	4	3	21	$W_p/2$
17	0	4	2	20	$W_p/10$

3 结果与讨论

3.1 基于极值法的工艺参数优化模型

在优化激光工艺参数前, 进行了 Ti/HA 混合粉末的手动铺粉实验。图 10(a)、(b)分别为粉管送粉和手动铺粉粉末样品的 SEM 形貌以及 Ti 和 Ca 元素的面扫描图。通过对比两种粉末样品的 SEM 图可以发现, 手动铺粉粉末的数量更多, 且粉末的球形度更完整, 粉末颗粒被环氧树脂包裹的情况不多。计算两种粉末样品中 Ti 与 HA 粉末颗粒的质量配比, 其中粉管送粉粉末中 Ti 与 HA 粉末颗粒的质量配比为 0.66, 手动铺粉粉末中 Ti 与 HA 粉末颗粒的质量配比为 0.97。可见, 手动铺粉粉末中 Ti 与 HA 粉末颗粒的质量配比更接近于 1, 这说明混合粉末中 Ti 和 HA 粉末的质量配比确实受气固流的影响而发生了偏差。由此可以得出, 激光工艺参数确实会影响 Ti/HA 混合粉末的分布, 需要对工艺参数进行优化。

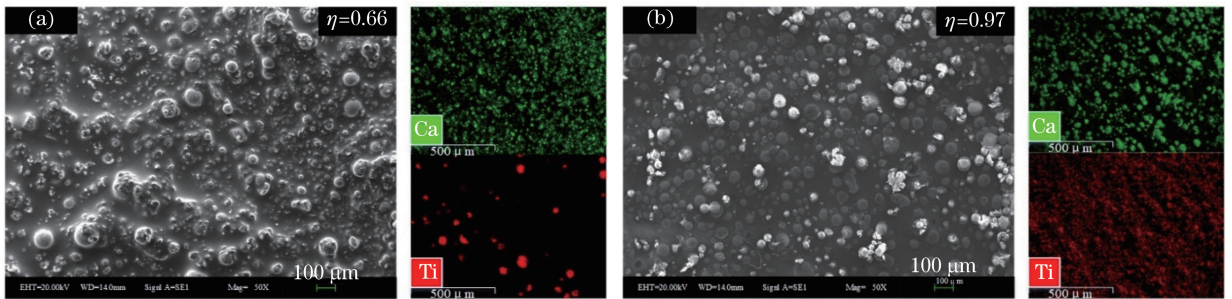


图 10 Ti/HA 混合粉末样品的 SEM 形貌以及 Ca 和 Ti 元素的面扫描图。(a)粉管送粉;(b)手动铺粉
Fig. 10 SEM morphologies of Ti/HA powders and map scanning images of Ca and Ti elements.
(a) Powders tube feeding; (b) manual powders laying

根据实验方案得出未分离粉末宽度后,将其代入 Minitab 生成二次回归模型,模型公式为

$$W_{UP} = a_1 + a_2 h_D + a_3 v_S + a_4 r_F + a_5 h_D^2 + a_6 v_S^2 + a_7 r_F^2 + a_8 h_D v_S + a_9 h_D v_S + a_{10} v_S r_F, \quad (2)$$

式中: $a_1 = 4.9, a_2 = -10.11, a_3 = 1.84, a_4 = -2.34, a_5 = -2.87, a_6 = -0.63, a_7 = -0.21, a_8 = 0.5, a_9 = -0.65, a_{10} = 0.725$ 。

在分析激光工艺参数对未分离粉末宽度的影响之前,先进行主效应分析。将其他两个因素固定在零水平上,得到离焦量、扫描速度和送粉率的单因素模型为

$$\begin{cases} W_{UP} = 1.97 - 2.87h_D^2 - 10.06h_D \\ W_{UP} = 7.62 - 0.63v_S^2 + 3.23v_S \\ W_{UP} = 7.89 - 0.21r_F^2 + 1.54r_F \end{cases} \quad (3)$$

由图 11 可知,在同一过程参数的单因素模型中,离焦量曲线最为陡峭,送粉率曲线最为平缓。这说明离焦量对未分离粉末宽度的影响最大,其次为扫描速度,送粉率对未分离粉末宽度的影响最小。

表 4 表明,同一送粉率下未分离粉末宽度有所不同,故将送粉率 r_F 设为 $3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ (送粉率为 $3 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 时未分离粉末样品数量最多且数学模型中系数 a_7 的绝对值最小),从而得出数学模型为

$$W_{UP} = b_1 + b_2 h_D + b_3 v_S + b_4 h_D^2 + b_5 v_S^2 + b_6 h_D v_S. \quad (4)$$

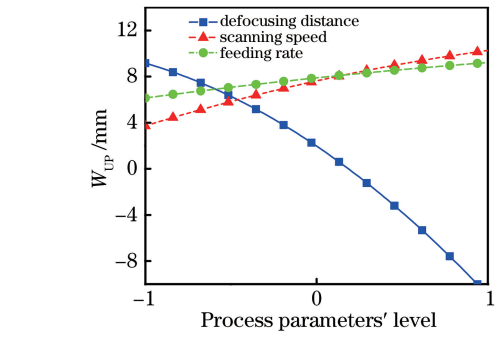
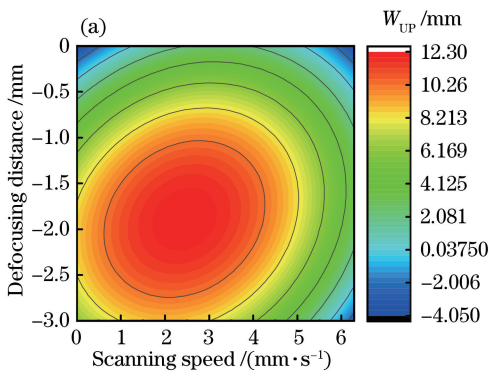


图 11 粉末分离模型的主因素图

Fig. 11 Main factor diagram of powders separation model

为进一步得出抑制粉末分离适宜的激光工艺参数,对(4)式关于 h_D, v_S 求偏导,得出的二元一次方程组为

$$\begin{cases} b_2 + 2b_4 h_D + b_6 v_S = 0 \\ b_3 + b_6 h_D + 2b_5 v_S = 0 \end{cases} \quad (5)$$

式中: $b_1 = -4.01, b_2 = -12.06, b_3 = 4.02, b_4 = -2.87, b_5 = -0.63, b_6 = 0.5$ 。从而解得 $h_D = -1.89 \text{ mm}, v_S = 2.42 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}, W_{UP(\text{max})} = 12.24 \text{ mm}$ (离焦量与扫描速度均在实验设计参数范围内)。

图 12 为 Ti/HA 混合粉末分离粉末宽度与离焦量、扫描速度数学模型的等效效应图和三维曲面图。从图 12 中可以看出,当离焦量为 $-3 \sim -1.5 \text{ mm}$,扫描速度为 $0 \sim 4 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ 时,未分离粉末的宽度较大。

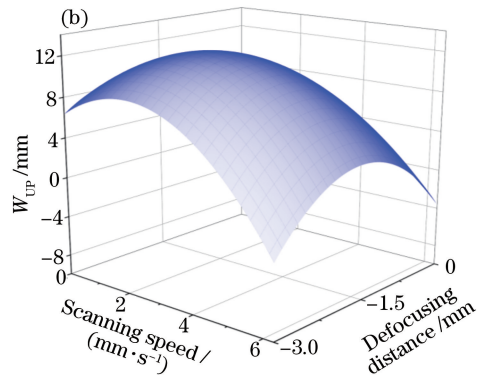


图 12 未分离粉末宽度与离焦量、扫描速度关系的效应图和三维曲面图。(a)效应图;(b)三维曲面图

Fig. 12 Effect graph and three-dimensional surface diagram of the relation between unseparated powders width and defocusing distance and scanning speed. (a) Effect graph; (b) three-dimensional surface diagram

3.2 扫描速度对混合物粉末质量配比的影响

由 3.1 节可知较低的扫描速度有利于抑制粉末分离现象。图 13 所示为粉末轨迹的光学照片,图 13(a)对应的扫描速度为 $2 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$,粉末分布相对均匀,未分离粉末宽度较大,为 14.4 mm ;图 13(b)对应的扫描速度为 $6 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$,粉末轨迹呈现出中间白两侧黑的现象,且未分离粉末的宽度为 0 mm 。

图 13 的实验现象表明,扫描速度会影响未分离粉末的宽度。粉末轨迹呈现出的中间白两侧黑的现象可能与两种粉末在空气中的流动轨迹、载粉气的推动力以及粉末自身重力有关,但由于实验设置的载粉气流量相同,故推测较大的扫描速度以及两种粉末颗粒的加速度差异可能是造成该现象的主要原因。

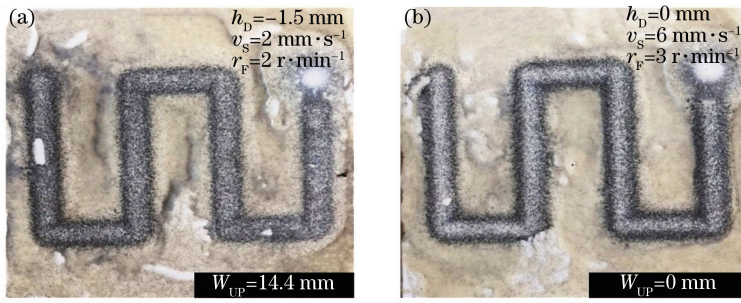


图 13 粉末轨迹。(a) $v_s = 2 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$; (b) $v_s = 6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

Fig. 13 Powders trajectory. (a) $v_s = 2 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$; (b) $v_s = 6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

在拉格朗日参考系中对粒子上的力平衡进行积分,可以解决涉及分散粒子相对轨迹的气体粒子的流动问题。每个粒子的动态控制方程^[13]为

$$\frac{dx}{dt} = u_p, \quad (6)$$

$$\frac{du_p}{dt} = \frac{18\mu}{\rho_p d_p^2} \frac{C_D Re}{24} (u - u_p) + \frac{g(\rho_p - \rho)}{\rho_p}, \quad (7)$$

式中: u_p 为粉末的进料速度; ρ_p 为粉末的密度; d_p 为粉末颗粒的直径; u 和 ρ 为辅助气体的流速和密度; μ 为粉末在辅助气体中的黏度; Re 为粉末在送粉管中的雷诺数; C_D 为阻力系数; g 为重力加速度。

在激光送粉过程中,辅助气体的流速远远大于粉末的进料速度^[14],即 $u \gg u_p$,辅助气体的密度远小于粒子密度,即 $\rho \ll \rho_p$ 。Ti 粉末为球形粒子,根据

球形粒子阻力系数^[15],计算得 Ti 粉的阻力系数为 0.4;HA 粉混合后呈非球态,根据非球形粒子阻力系数^[16-18],计算得 HA 粉的阻力系数为 1.35。Pan 等^[18]研究后认为金属粉末在激光喷嘴中的雷诺数为 7400。Ti 的密度约为 HA 的 1.3 倍,Ti 粉的平均粒子直径约为 HA 粉末的 2.5 倍,Ti 粉在激光喷头中的雷诺数约为 HA 粉末的 3.25 倍,因此 HA 粉的雷诺数为 2277。常温下氩气的黏度为 22.624 Pa·s,最终计算得 Ti 粉末粒子的加速度为 $a_{Ti} = 0.9u + g$,HA 粉末粒子的加速度为 $a_{HA} = 41.17u + g$,氩气在喷管中的流速 $u > 0$,因此 $a_{HA} \gg a_{Ti}$ 。这说明 HA 粉会先于 Ti 粉沉降至环氧树脂表面。

在相同的质量下,HA 粉末的颗粒数会远多于 Ti 粉末的颗粒数。如图 14 所示,过多的 HA 粉末

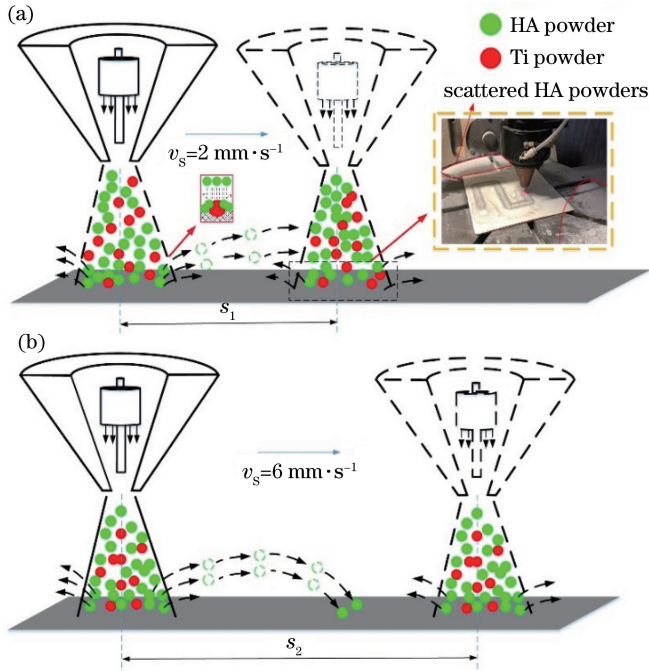


图 14 低扫描速度和高扫描速度下预混合粉末沉降示意图。(a)低扫描速度;(b)高扫描速度

Fig. 14 Schematics of pre-mixed powders settling process at low and fast scanning speeds.

(a) Low scanning speed; (b) fast scanning speed

会在粉末轨迹表面发生碰撞并反弹。从图 13 所示的粉末收集实物图中可以看出,在亚克力板表面粉末轨迹以外的区域并未发现过多残余的 HA 粉,但在工作台表面出现了大面积的白色区域。这就证明了粉末粒子间发生了反弹而非被辅助气体吹散。假设图中激光头的运动行程相同,当扫描速度为 $2 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时,激光头的运动行程短,导致起始位置处激光头喷出的 HA 粉的抛物线运动行程较短,HA 粉能够及时与终点位置激光头喷出的粉末汇聚;而当扫描速度为 $6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时,激光头的运动行程较长,导致起始位置处喷出的 HA 粉末结束抛物线行程后来不及与终点位置的粉末汇聚,HA 粉末则覆盖在混合粉末的表面,导致粉末轨迹呈现中间

白两侧黑的现象。

对不同扫描速度下的粉末样品进行微观形貌观察,图 15(a)、(b)为不同扫描速度下 Ti/HA 粉末的能谱面扫描图。比较两图可以发现:扫描速度为 $4 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时能谱面扫描图中的 Ti 粉颗粒数明显多于扫描速度为 $6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时的 Ti 粉颗粒数。通过统计能谱面扫描图中两种粉末颗粒的数量计算两种粉末的质量配比。当扫描速度为 $4 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时,Ti 粉与 HA 粉的质量配比为 1.12,与原始配比 1 相近;当扫描速度为 $6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时,Ti 粉与 HA 粉的质量配比为 0.55,与原始配比相差较大,且 HA 粉的含量偏高。综上可知,扫描速度的变化会在一定程度上影响粉末原始配比的准确性。

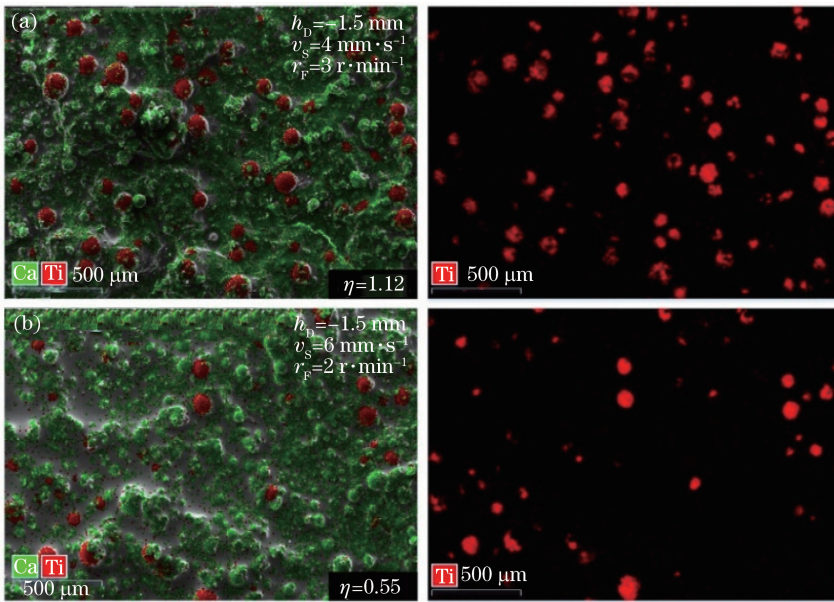


图 15 不同扫描速度下,混合粉末的面扫描图。(a) $v_s = 4 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$; (b) $v_s = 6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

Fig. 15 Map scanning images of mixed powders at different scanning speeds. (a) $v_s = 4 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$; (b) $v_s = 6 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$

3.3 离焦量对混合粉末质量配比的影响

根据数学模型分析结果可知,离焦量对粉末的影响最大。图 16 为不同离焦量下 Ti/HA 粉末样品的面扫描图,通过对比可以看出:图 16(b)中 Ti 粉末颗粒的数量最多,Ti 粉末颗粒在图中分布得相对均匀,众多细碎的 HA 粉末颗粒团聚在 Ti 粉末颗粒上;图 16(a)中的 Ti 粉末颗粒数比图 16(b)中的少,Ti 粉末颗粒分布不均匀,未出现大量细碎的 HA 粉末颗粒;图 16(c)中 Ti 粉末颗粒更加稀少,同样没有出现大量细碎的 HA 粉末颗粒。

统计不同离焦量下面扫描图中粉末颗粒的数量,然后计算 Ti 粉与 HA 粉的质量配比。图 16(a)和图 16(b)中两种粉末的质量配比分别为 0.93 和 1.17,与原始配比 1 相近,而图 16(c)图中两种粉末

的质量配比为 0.4,与原始配比差距较大。

在计算未分离粉末宽度过程中发现,相同粉末样品不同区域 Ti 粉与 HA 粉的质量配比不同。图 17 为粉末样品左侧、中间、右侧区域的面扫描图,可以明显发现中间区域的 Ti 粉末颗粒数量最多,而左右两侧的 Ti 粉末颗粒数量相对较少。

本文计算了上述三个区域中 Ti 粉和 HA 粉的质量配比,中间区域和左边区域两种粉末的质量配比分别为 1.17 和 0.84,两区域粉末未分离,右侧区域两种粉末的质量配比为 0.15,粉末发生了分离。最终统计每个样品未分离粉末宽度时发现中间区域粉末未发生分离而两侧粉末发生分离的情况很多。这种现象与离焦量的大小有关,激光头在喷粉过程中离基板越远,粉末宽度就会越大,粉末在载粉气推

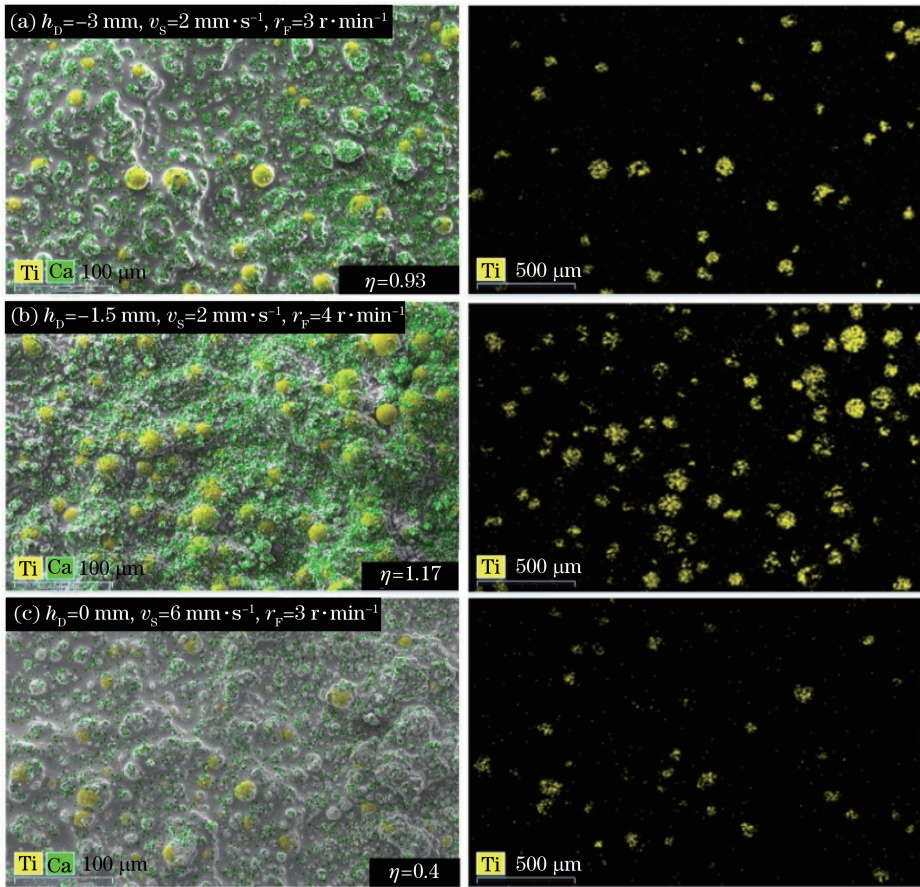


图 16 不同离焦量下,混合粉末的面扫描图。(a) $h_D = -3$ mm;(b) $h_D = -1.5$ mm;(c) $h_D = 0$ mm

Fig. 16 Map scanning images of mixed powders at different defocusing distances.

(a) $h_D = -3$ mm; (b) $h_D = -1.5$ mm; (c) $h_D = 0$ mm

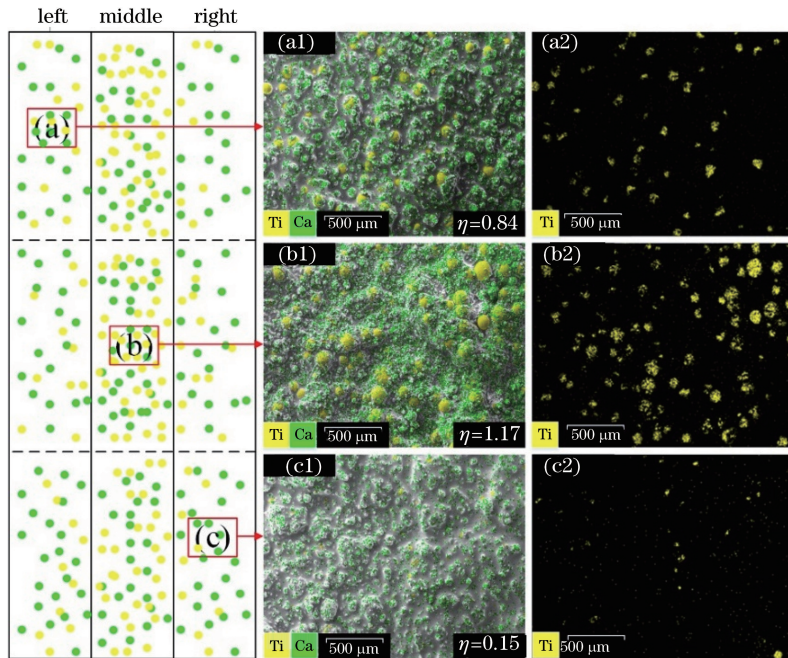


图 17 同一粉末样品不同区域的元素面扫描图。(a)左侧区域;(b)中间区域;(c)右侧区域

Fig. 17 Elements map scanning images of different zones of same powders sample.

(a) Left zone; (b) middle zone; (c) right zone

动下的扩散就会越严重;而激光头与基板越近,粉末的扩散情况就会大大减缓。但是在后续激光熔覆时,若激光头与基板过近,可能会烧坏激光镜头,所以离焦量不宜过小。

4 结 论

本文以激光熔覆喷出的 Ti/HA 混合粉末为研究对象,提出了基于极值法的工艺优化模型,并开展了粉末配比准确性的激光工艺参数分析。结果如下:粉末样品中间区域 Ti 粉和 HA 粉的质量配比更接近于原始配比,即中间区域的粉末分离情况没有两侧区域严重;中间区域 Ti 粉和 HA 粉的实际质量配比在 0.8~1.2 之间;当扫描速度超过 $6\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 或离焦量大于 0 mm 时,均会引起粉末分离现象,造成粉末配比不准确;离焦量和扫描速度分别控制在 $-3\sim-1.5\text{ mm}$ 和 $0\sim4\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 范围内能够在一定程度上改善粉末分离的现象。当离焦量为 -1.89 mm ,扫描速度为 $2.42\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 时,改善粉末分离的效果最好。

参 考 文 献

- [1] Li J C, Zhao Z, Yan R, et al. Process parameter optimization and mechanical properties of PA12/HA porous scaffold based on SLS[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(11): 1102003.
李军超, 赵泽, 鄢然, 等. SLS 成形 PA12/HA 多孔支架的工艺参数优化及力学性能[J]. 中国激光, 2019, 46(11): 1102003.
- [2] Bao Y M, Wang C W, Jin Z W, et al. Textured surface on a bioceramic coating via a femtosecond laser and its friction and wear properties[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(2): 0203003.
鲍雨梅, 王成武, 金志伟, 等. 激光表面织构化生物陶瓷涂层及其摩擦磨损性能[J]. 中国激光, 2019, 46(2): 0203003.
- [3] Sun G F, Tao F, Jiang B, et al. Microstructure and biomedical properties of laser alloyed Cu-Co alloys on medical stainless steel[J]. Chinese Journal of Lasers, 2018, 45(12): 1202008.
孙桂芳, 陶丰, 姜波, 等. 医用不锈钢激光合金化铜钴合金的组织及其生物医学性能[J]. 中国激光, 2018, 45(12): 1202008.
- [4] Qiao B, Jiang D M. Research in materials for bone plate[J]. Journal of Chongqing Medical University, 2017, 42(2): 180-184.
谯波, 蒋电明. 接骨板材料的研究现状[J]. 重庆医科大学学报, 2017, 42(2): 180-184.
- [5] Salman S, Gunduz O, Yilmaz S, et al. Sintering effect on mechanical properties of composites of natural hydroxyapatites and titanium[J]. Ceramics International, 2009, 35(7): 2965-2971.
- [6] Berezhnaya A Y, Mittova V O, Kostyuchenko A V, et al. Solid-phase interaction in the hydroxyapatite/titanium heterostructures upon high-temperature annealing in air and argon[J]. Inorganic Materials, 2008, 44(11): 1214-1217.
- [7] Han C J, Li Y, Wang Q, et al. Titanium/hydroxyapatite (Ti/HA) gradient materials with quasi-continuous ratios fabricated by SLM: material interface and fracture toughness[J]. Materials & Design, 2018, 141: 256-266.
- [8] Li F Q, Wang S L, Chen Y B, et al. Investigation of bioceramic composite coatings fabricated by laser cladding on Ti6Al4V surface[J]. Chinese Journal of Lasers, 2015, 42(6): 0603005.
李福泉, 王树立, 陈彦宾, 等. Ti6Al4V 表面激光熔覆生物陶瓷复合涂层研究[J]. 中国激光, 2015, 42(6): 0603005.
- [9] Li W, Zhang J W, Zhang X C, et al. Effect of optimizing particle size on directed energy deposition of functionally graded material with blown pre-mixed multi-powder[J]. Manufacturing Letters, 2017, 13: 39-43.
- [10] Li W, Karnati S, Zhang Y L, et al. Investigating and eliminating powder separation in pre-mixed powder supply for laser metal deposition process[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2018, 254: 294-301.
- [11] Zheng X, Xue L, Huang W D. Powder proportion during laser solid forming from blended element powders[J]. Hot Working Technology, 2012, 41(18): 21-23.
郑星, 薛蕾, 黄卫东. 混合元素法激光立体成形中粉末配比的研究[J]. 热加工工艺, 2012, 41(18): 21-23.
- [12] Yan J Y, Battiato I, Fadel G M. Planning the process parameters for the direct metal deposition of functionally graded parts based on mathematical models[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2018, 31: 56-71.
- [13] Wen S Y, Shin Y C, Murthy J Y, et al. Modeling of coaxial powder flow for the laser direct deposition process[J]. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2009, 52(25/26): 5867-5877.
- [14] Zekovic S, Dwivedi R, Kovacevic R. Numerical simulation and experimental investigation of gas-powder flow from radially symmetrical nozzles in laser-based direct metal deposition[J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2007, 47

- (1): 112-123.
- [15] Morsi S, Alexander A J. An investigation of particle trajectories in two-phase flow systems[J]. Journal of Fluid Mechanics, 1972, 55(2): 193-208.
- [16] Fluent Inc. Fluent 6.3 user manual [M]. Canonsburg, Pennsylvania, USA: [s.n.], 2006.
- [17] Haider A, Levenspiel O. Drag coefficient and terminal velocity of spherical and nonspherical particles[J]. Powder Technology, 1989, 58(1): 63-70.
- [18] Pan H, Sparks T, Thakar Y D, et al. The investigation of gravity-driven metal powder flow in coaxial nozzle for laser-aided direct metal deposition process[J]. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2006, 128(2): 541-553.