

采用图像分析技术对球形 Ti-6Al-4V 粉末粒形的定量分析

邹黎明, 毛新华, 胡可, 刘辛

(广东省科学院 广东省材料与加工研究所, 广东 广州 510650)

摘要: 采用图像分析技术对 4 种不同方法制备的球形 Ti-6Al-4V 粉末进行粒形的定量分析, 分别测量了粉末的球形度、椭圆率、赘生物指数及粗糙度。结果表明: 4 种方法制备的粉末平均球形度均在 90%以上。等离子旋转电极雾化法 (PREP)、等离子火炬雾化法 (PA)、等离子惰性气体雾化法 (PIGA)、电极感应熔炼气雾化法 (EIGA) 制得粉末球形度依次降低, 粗糙度依次增加。PREP、PA、EIGA、PIGA 法制得粉末的表面卫星球粘附依次增加。对于 PREP 法制得粉末, 粉末粒径范围越细, 球形度越高, 平均粗糙度越小。粉末粒形指标的差异与其制备方法的原理有关。采用图像分析技术可以实现对金属粉末粒形指标的科学定量分析。

关键词: 图像分析技术; 球形粉末; 钛合金; 粒形指标

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)03-0950-06

钛具有比强度高、耐腐蚀性好、生物相容性优异等特点, 广泛应用于航空航天、生物医用、海洋工程、石油化工等领域^[1-4]。球形钛及钛合金粉末具有球形度高、流动性好、杂质含量低的特点, 随着金属 3D 打印、粉末注射成型、热等静压、热喷涂等新技术的快速发展, 对其需求日益旺盛^[5-9]。

球形钛及钛合金粉末的制备技术目前已成为研究热点。主要包括等离子旋转电极雾化法 (plasma rotation electrode process, PREP)、电极感应熔炼气雾化法 (electrode induction melting gas atomization, EIGA)、等离子惰性气体雾化法 (plasma induction melting gas atomization, PIGA)、等离子火炬雾化法 (plasma atomization, PA) 等^[10,11]。球形钛及钛合金粉末的粒形是其非常重要的性能指标。包括球形度、卫星球粘附、表面粗糙度等。粉末的粒形直接影响其流动性, 进而影响粉末模具充填、成型固结行为, 对最终成品性能造成影响。

以往, 分析粉末颗粒的形貌基本是依靠电子显微镜和扫描电镜, 对极少数粉末进行拍照观察, 粉末之间粒形差异无法进行有效对比。如何对粉末的粒形进行科学的定量分析, 一直是困扰科学家的问题。随着光学、信息科学技术的快速发展, 将图像这一直观的观察测量方法与统计学相结合的最新图像法粒形表征

开始出现, 它是利用显微镜原理对大量被测粉末颗粒进行成像, 然后通过计算机图像处理技术完成粉末颗粒形貌的定量分析^[12]。图像分析技术因其测量的随机性、统计性和直观性被公认为是目前测定结果与实际粒形吻合最好的测试技术。

本研究采用图像分析技术对不同方法制备的球形 Ti-6Al-4V 粉末的粒形指标进行了测量, 对比研究了不同制备方法对球形 Ti-6Al-4V 粉末粒形的影响。同时, 对比了采用 PREP 方法制得不同粒径范围分布粉末粒形的区别。目前暂未见到国内外有相关研究。

1 实验

本研究采用比利时欧奇奥公司的 500nano XY 彩色粒度和形貌分析仪对 Ti-6Al-4V 粉末颗粒的粒形进行干法测量, 将样品颗粒通过干法分散器分散在样品测试平台的载玻片上, 采用倍率自动变焦照相系统对颗粒进行拍照, 计数量为 10 万颗粉末。采用 callisto 3D (骄子) 粒形分析软件对获取的粉末照片进行图像分析, 获得粉末的椭圆率、球形度、粗糙度、赘生物指数等粒形参数数据。使用霍尔流量计测量粉末的流动性, 取 50 g 粉末, 测定流过规定孔径的标准漏斗所需时间, 测量 3 次取平均值。

收稿日期: 2019-03-20

基金项目: 广东省国际合作专项(2018A050506010); 广东省公益研究与能力建设专项(2017A070701029); 广东省重大科技专项(2018B090904004); 广东省协同创新与平台环境建设专项(2017A050503004); 广东省科学院实施创新驱动发展能力建设专项(2018GDASCX-0117); 广州市国际合作专项(201907010030); 广州市科技计划专项(ZWY201704003)

作者简介: 邹黎明, 男, 1980 年生, 博士, 高级工程师, 广东省科学院, 广东省材料与加工研究所, 广东 广州 510650, 电话: 020-61086358, E-mail: Lmzou@mail.scut.edu.cn

本研究采用6种粉末,其制备方法以及粒径范围如表1所示。用扫描电镜(SEM)对不同方法的粉末颗粒轮廓的二维投影形状进行了分析。

2 结果与讨论

2.1 粉末制备方法

为了便于分析不同制备方法制得球形 Ti-6Al-4V 粉末的粒形,首先对制备方法的原理进行介绍^[10]。

等离子火炬雾化法(PA)制备球形钛合金粉末的原理为钛合金丝材通过特殊的送丝机构以恒定速率送入,在炉体顶部设置多个等离子火炬,丝材在等离子火炬产生的聚焦等离子射流下熔融雾化,形成液相。最后通过控制冷却速率得到粉末。

等离子惰性气体雾化法(PIGA)制备球形钛合金粉末的原理与PA法有相似之处,都是采用钛合金丝材通过特殊的送丝机构以恒定速率送入,丝材通过等离子火焰区域被熔化成液态,在下部设置雾化喷嘴,采用高速惰性气体破碎液体,液滴冷凝形成粉末。

电极感应熔炼气雾化法(EIGA)制备球形钛合金粉末的原理为采用无坩埚熔炼技术,将钛合金棒材置于高频感应线圈中加热融化,下部设置雾化喷嘴,采用高速惰性气体破碎液体,冷凝形成粉末。

等离子旋转电极法(PREP)制备球形钛合金粉末的原理为钛合金棒放置于高速旋转的旋转轴上,在等离子电弧的作用下形成熔池,熔融金属液滴在离心力的作用下被甩出,然后冷凝成粉末。

表1 Ti-6Al-4V 粉末的制备方法及其粒径范围

Table 1 Preparation method and particle size distribution of Ti-6Al-4V powder

Sample	Preparation method	Particle size/ μm
1#	Plasma atomization (PA)	-45
2#	Plasma induction melting gas atomization (PIGA)	-45
3#	Electrode induction melting gas atomization (EIGA)	-45
4#	Plasma rotation electrode process (PREP)	-45
5#	Plasma rotation electrode process (PREP)	100~150
6#	Plasma rotation electrode process (PREP)	178~250

2.2 粉末的球形度

对于钛合金粉末,球形度是非常重要的一个粒形参数。Wadell(沃德尔)球形度是用于描述颗粒形状使用频率最高的参数之一^[13]。本研究采用图像分析法测量粉末 Wadell(沃德尔)球形度 ψ , 其 P10、P50 和 P90 的球形度分别如表 2 所示。Wadell(沃德尔)球形度的定义如下所示:

$$\psi = S_1/S_2 \times 100\% \quad (1)$$

式中, S_1 为相同体积球的表面积, S_2 为实际粉末颗粒的表面积。此外,采用图像分析法可以测量粉末颗粒的椭圆率,椭圆率定义为勒让德椭圆短轴与勒让德椭圆长轴的比率,对于纯球形粉末,椭圆率为 1。粉末越接近球形,椭圆率越接近于 1。

表 2 是不同种类粉末的 Wadell 球形度及椭圆率,图 1 是 1#~4#粉末的 SEM 形貌及其轮廓的二维投影形状。从表 2 可见,4 种方法制备的钛合金粉末均具有较高的球形度,平均球形度均在 90%以上。PREP 法制得粉末比其它方法球形度略高,2 种惰性气体雾化法制得粉末的球形度相对较差,EIGA 法制得粉末球形度最差,测试结果和图 1 中粉末形貌观察相一致。这是由 2 个原因引起,一是因为 PREP 法制粉过程中,粉末之间相互碰撞概率小,对于气体雾化,在高压气流冲击下,粉末之间发生碰撞概率要大,而粉末之间发生碰撞会影响其球形度^[14]。二是在气雾化过程中有大量惰性气体充入,造成粉末冷凝速率要比 PREP 快,即在 PREP 制粉过程中,金属液滴有更充分的时间来形成表面能最小的球形颗粒。对比 2 种惰性气体雾化法,PIGA 法采用等离子炬熔化钛合金,等离子具有很高的热量,相比于 EIGA 方法,能很好地避免液滴快速冷却凝固在一起而形成不规则粉末,生产出的粉末球形度更高^[13]。

此外,从 P10、P50、P90 来看,PREP 和 PA 法制得粉末球形度相对比较一致。2 种惰性气体雾化法

表2 不同种类粉末的 Wadell 球形度及椭圆率

Table 2 Wadell sphericity and ellipticity of different

Sample	kinds of powder			Average ellipticity/%
	Wadell sphericity P10, ψ /%	Wadell sphericity P50, ψ /%	Wadell sphericity P90, ψ /%	
1#	94.17	95.09	96.04	94.99
2#	91.38	94.22	95.79	91.84
3#	89.28	93.86	96.09	88.83
4#	96.32	96.48	96.69	96.59
5#	96.15	96.03	96.53	96.38
6#	95.44	95.96	96.30	96.51

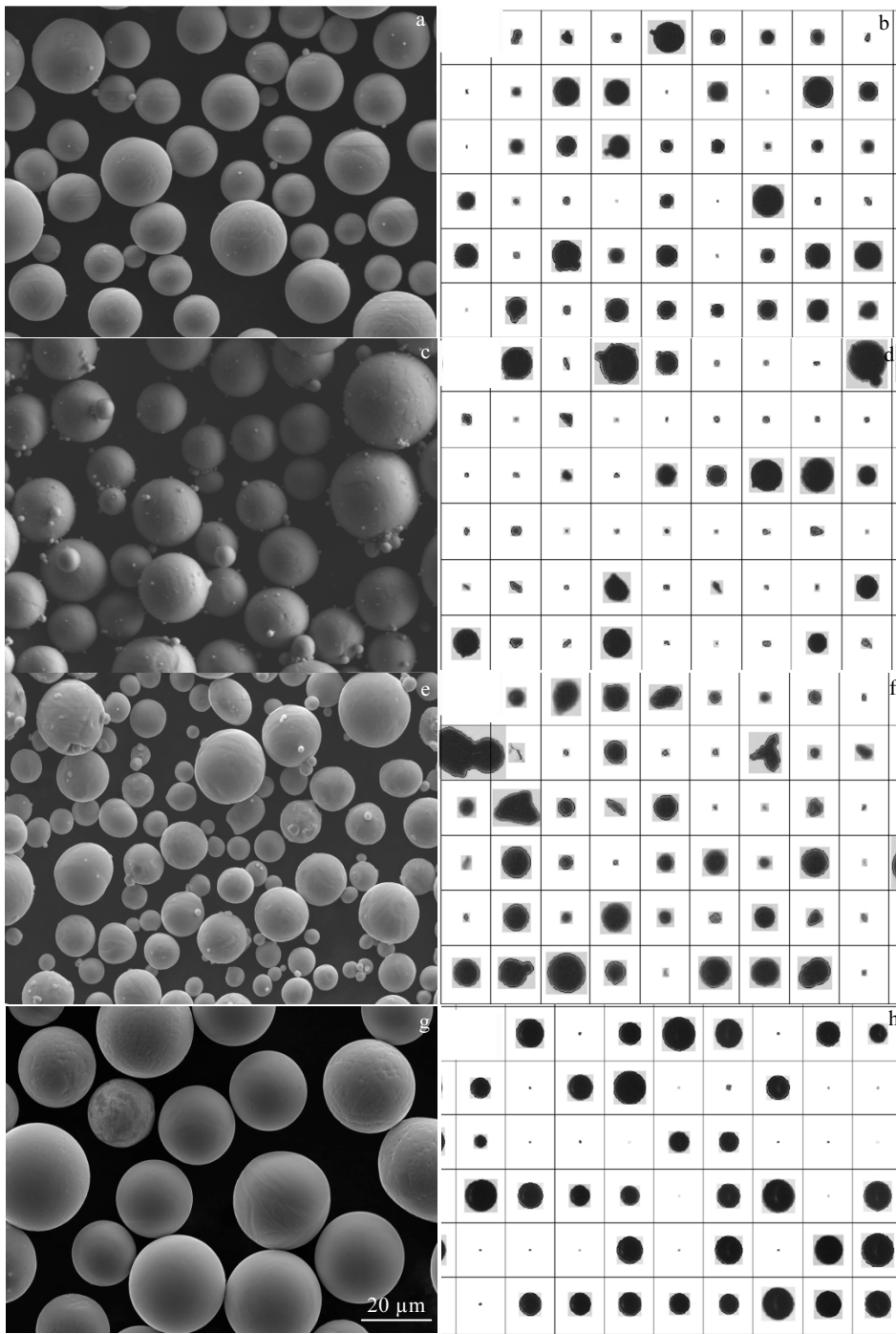


图 1 不同方法制备粉末的 SEM 形貌及其轮廓的二维投影形状

Fig.1 SEM images (a, c, e, g) and two-dimensional projection morphologies (b, d, f, h) of powders prepared by different preparation methods: (a, b) 1#; (c, d) 2#; (e, f) 3#; (g, h) 4#

EIGA 和 PIGA 法制得粉末球形度波动相对较大。对于 PREP 法制得粉末，粉末粒径范围越细，球形度越高。这是粉末越细小，发生碰撞概率越低。此外，粉末越细小，在飞行过程中冷凝成球形时间越短，凝固后更能保持球形的形貌。

从表 2 还可见，PREP 法，PA 法、PIGA 法、EIGA

法制备粉末的平均椭圆率依次降低，这和球形度的变化规律保持一致。

2.3 粉末的卫星化指数

粉末的卫星化是在雾化过程中产生的微小的粉末同较大的粉末粘连在一起而产生的不规则颗粒。粉末的卫星化将影响其流动性、附着力、填充性、研磨特

性和化学活性等^[15]。赘生物指数 (Outgrowth) 是衡量粉末表面粘附颗粒数量的一个指标, 可以用来定量表征粉末的卫星化情况^[16]。赘生物指数定义为:

$$\text{Outgrow} = n \times 10\% \quad (2)$$

式中, n 为附着的颗粒数。

由表 3 可见, 在 4 种制备方法中, PREP 法(4#~6#)制得粉末的表面卫星球粘附最少, 具有最好的表面光滑度, 粘附 2~3 个卫星球的粉末占比远低于其他方法。

2 种惰性气体雾化法制得粉末的表面卫星球粘附数量相对较多, 测试结果和图 1 粉末形貌观察相一致。其中 PIGA 法 (2#) 制得粉末表面卫星球粘附最多, 只有 57.871% 的粉末没有卫星球, 粘附 2 个和 3 个卫星球的粉末占比远远超过其他方法。(分别为 24.343% 和 2.242%)。EIGA 法 (3#) 制得粉末仅有 64.793% 的粉末无卫星球粘附, 并且有 0.003% 的粉末粘附 5 个卫星球, 而其他方法未存在粘附 5 个卫星球的粉末。

在雾化制粉过程中, 表面卫星球主要由尚未冷凝粉末之间相互碰撞产生。在 PREP 法制备过程中, 钛合金棒料被高温的等离子焰熔化, 在高速旋转下, 液滴向四周甩出, 冷凝而形成球形粉末。由于金属液滴均为从内至外的飞行轨迹, 加速度一致, 在冷却凝固前发生相互碰撞的几率较小, 因此产生卫星球粘附的机会也低^[17]。对于 2 种惰性气体雾化方法, 金属液破碎后形成不同尺寸的液滴, 在飞行过程中冷凝速度不同、加速度也不同。

一方面, 大颗粒粉末冷凝速度慢, 小颗粒粉末冷凝速度快; 另一方面, 大颗粒粉末加速慢, 小颗粒粉末加速快, 造成飞行速度有差异。从而大小颗粒之间的碰撞概率较大。颗粒粒径差别越大, 其速度差越大, 越有可能发生碰撞, 所以这 2 种惰性气体雾化法制得粉末卫星化最严重。其中 PIGA 法制得的小颗粒比 EIGA 法要多, 这是因为在 PIGA 过程中, 钛合金丝材经过等离子区, 熔融后的液体温度高于 EIGA 感应加热的液体温度, 从而粘度更低, 更易破碎成小颗粒^[18-20]。

2.4 粉末的粗糙度

此外, 在图像分析法中, 粗糙度是由为获得光滑表面从颗粒形状中去除的材料量来定义的。显然, 这需要定义一个完全内切于形状的“平滑参照系”。callisto 3D 开发的独特方法采用 80%平滑参照物, 其定义是内切于颗粒投影轮廓上任意点、半径大于最大内切圆 80% 的所有圆所覆盖的区域^[12]。

$$R_a^{\gamma} = \frac{A - A(O^{\gamma})}{A} \quad (3)$$

式中, A 为颗粒的投影面积, $A(O^{\gamma})$ 为平滑参照物面积。

表 4 和表 5 分别为不同种类粉末的粗糙度和流动性。从表 4 可见, PREP 法, PA 法、PIGA 法、EIGA 法制备粉末的平均粗糙度依次增加, 粉末颗粒的粗糙度与 2 个因素有关, 一是粉末表面的凹凸度, 二是粉末表面粘连卫星球的数量。

表 3 不同种类粉末的赘生物指数

Table 3 Outgrowth of different kinds of powders

Outgrowth	1#	2#	3#	4#	5#	6#
0	71.788%	57.891%	64.793%	77.272%	78.148%	78.113%
0.1	12.918%	15.455%	15.121%	14.024%	13.233%	13.462%
0.2	14.752%	24.343%	18.773%	8.301%	8.127%	7.915%
0.3	0.525%	2.242%	1.261%	0.380%	0.432%	0.481%
0.4	0.018%	0.069%	0.052%	0.023%	0.061%	0.028%
0.5	0	0	0.003%	0	0	0

表 4 不同种类粉末的粗糙度

Table 4 Roughness of different kinds of powders

Sample	Average roughness/% (roughness 80%)
1#	1.099
2#	2.804
3#	3.539
4#	0.446
5#	0.575
6#	0.714

表 5 不同种类粉末的流动性

Table 5 Flowability of different kinds of powders

Sample	Flowability/s·(50 g) ⁻¹
1#	34.59
2#	37.61
3#	42.07
4#	23.17
5#	26.61
6#	28.48

从表 5 可以看出, 6 种粉末的流动性受粉末球形度、卫星化指数、粗糙度的综合影响。PREP 法、PA 法、PIGA 法、EIGA 法制备粉末的流动性依次降低, 对 PREP 法制得粉末, 粒径范围越细, 其流动性越好。

3 结 论

1) 采用图像分析技术可以实现不同方法制备球形 Ti-6Al-4V 粉末粒形的定量分析。4 种方法制备的粉末有较高球形度, 平均球形度均在 90% 以上。PREP、PA、PIGA、EIGA 法制得粉末球形度依次降低, PREP 和 PA 法制得粉末球形度相对较一致。2 种惰性气体雾化法 EIGA 和 PIGA 法制得粉末球形度波动相对较大。对于 PREP 法制得粉末, 粉末粒径分布越细, 球形度越好。

2) 在 4 种制备方法中, PREP、PA、EIGA、PIGA 法制得粉末的表面卫星球粘附依次增加。PREP 法粘附 2~3 个卫星球的粉末占比远低于其他方法。

3) 在 4 种制备方法中, PREP、PA、PIGA、EIGA 法制备粉末的平均粗糙度依次增加。对于 PREP 法制得粉末, 粉末粒径分布越细, 其平均粗糙度越小。

4) 粉末的流动性受球形度、卫星化指数、粗糙度的综合影响。

参考文献 References

- [1] Li Liang(李 梁), Sun Jianke(孙健科), Meng Xiangjun(孟祥军). *Titanium Industry Application*(钛工业应用)[J], 2004(5): 19
- [2] Geetha M, Singh A K, Asokamani R *et al.* *Progress in Materials Science*[J], 2009, 54(3): 397
- [3] Zhao Yongqin(赵永庆). *Material China*(中国材料进展)[J], 2010, 29(5): 1
- [4] Ren Yibin(任伊宾), Yang Ke(杨 柯), Liang Yong(梁 勇). *Materials Review*(材料导报)[J], 2002(2): 12
- [5] Qian Jiuhong(钱九红). *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2000, 24(3): 218
- [6] Alexandra A H, Robert F, Thomas E *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2017, 19(6): 1 600 743
- [7] Li Baoqiang(李保强), Jin Huachen(金化成), Zhang Yanchang(张延昌) *et al.* *The Chinese Journal of Process Engineering*(过程工程学报)[J], 2017, 17(5): 911
- [8] Tang Xin(汤 鑫), Li Aihong(李爱红), Li Bo(李 博). *Powder Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2018, 28(2): 58
- [9] Heidloff A J, Rieken J R, Anderson I E *et al.* *JOM*[J], 2010, 62(5): 35.
- [10] Zeng Guang(曾 光), Bai Baoliang(白保良), Zhang Peng(张鹏) *et al.* *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2015, 32(1): 7
- [11] Lu Liangliang(陆亮亮), Zhang Shaoming(张少明), Xu Jun(徐 骏) *et al.* *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2017, 41(1): 94
- [12] Yang Lin(杨 林). *Study on Particle Size and Shape Measuring System Based on Dynamic Image Technique*(动态图像颗粒粒度粒形测量系统研究)[D]. Zibo: Shandong University of Technology, 2017
- [13] Xie Hongyong(谢洪勇), Gao Guilan(高桂兰), Song Zhengqi(宋正启) *et al.* *China Powder Science and Technology*(中国粉体技术)[J], 2016, 22(1): 74
- [14] Sun Lei(沈 垒), Chen Gang(陈 刚), Zhao Shaoyang(赵少阳) *et al.* *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2017, 22(4): 539
- [15] Yuan Guang(原光). *Preparation, Characterization and Application of Spherical Metal Powder for Addictive Manufacturing*(面向增材制造的球形金属粉的制备、表征与应用)[D]. Nanjing: Nanjing University of Science and Technology, 2015: 98
- [16] Yu Weiyong(余伟泳). *Research on the Powder Characteristics and Forming Properties in Selective Laser Melting of CoCrMoW Alloy*(CoCrMoW 合金的粉末特性及其激光选区熔化成形性能研究)[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2017
- [17] Yin J O, Chen G, Zhao S Y *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 713: 222
- [18] Henein H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2002, 326(1): 92
- [19] Zai Xiongfei(宰雄飞), Chen Shiqi(陈仕奇), Wu Hong(吴 宏) *et al.* *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2018, 42(8): 864
- [20] Entezarian M, Allaire F, Tsantrizos P *et al.* *JOM*[J], 1996, 48(6): 53

Quantitative Analysis for the Shape Indicator of Spherical Ti-6Al-4V Powder by Image Analysis Method

Zou Liming, Mao Xinhua, Hu Ke, Liu Xin

(Guangdong Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China)

Abstract: The shape indicators of spherical Ti-6Al-4V powders prepared by four methods were quantitatively analyzed by image analysis technology. The sphericity, ellipticity, outgrowth and roughness were measured. The results show the mean sphericity of powders is all above 90%. Sphericity of powders decreases sequentially from plasma rotating electrode process (PREP), plasma torch atomization (PA), plasma inert gas atomization (PIGA) to electrode inert gas atomization (EIGA), while the corresponding roughness successively increases. Satellite ball adhesion on the powder surface increases in turn from PREP, PA, EIGA to PIGA. For powders prepared by PREP method, the finer the particle size range, the higher the sphericity and the smaller the average roughness. The difference in shape indicator is related to the principle of preparation methods. The scientific quantitative analysis of the shape indicator of metal powder can be realized by image analysis technology.

Key words: image analysis method; spherical powder; titanium alloy; shape indicator

Corresponding author: Liu Xin, Ph. D., Professor, Senior Engineer, Guangdong Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, P. R. China, Tel: 0086-20-61086128, E-mail: shaneliu118@163.com