

# 增材制造用 GH3625 粉末三维成像与空心粉分析

王文强, 敖波, 邬冠华, 梁毅

(南昌航空大学 无损检测技术教育部重点实验室, 江西 南昌 330063)

**摘要:**以增材制造用 GH3625 金属粉末为研究对象,采用扫描电镜观察了粉末样品的二维微观结构,通过显微 CT(micro computed tomography, Micro-CT)表征了粉末样品的三维结构,定量分析了粉末的粒度、体积、球形度等几何特征参数。通过三维分割成功提取了空心粉内部所有孔隙,分别以体积孔隙率、空心粉概率、球形度等多种参数表征了 3D 打印用的粉末质量。最后研究了空心粉内部孔隙的直径对粉末颗粒球形度的影响。实验结果表明,显微 CT 是一种表征增材制造用金属粉末质量的理想工具,CT 实验共探测到 20 576 个 GH3625 粉末颗粒,粉末的平均粒度为 28.16  $\mu\text{m}$ ,其中空心粉颗粒数量为 1440 个,内部孔隙数量 1515 个,少数粉末颗粒存在多个孔隙,发现空心粉颗粒的球形度随着空心粉内部孔隙直径增大而降低。

**关键词:**增材制造;显微 CT;粒度;空心粉

**中图分类号:** TG115.28

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2020)06-2024-05

增材制造(additive manufacturing, AM)技术基于离散/堆积原理,以合金粉末或丝材为原材料,采用逐点或逐层堆积材料的方法制造金属制件,是一种新型产品制造技术,被誉为将引领“第三次工业革命”的关键技术之一。与传统减材制造方法相比,增材制造尤其适合复杂结构自由设计、复杂零件一体化成形<sup>[1]</sup>。

GH3625 合金粉末是一种重要的激光选区熔化(selective laser melting, SLM)增材制造用的粉末原材料,用其制造的高温合金零部件具有长期承受复杂应力的能力和良好的耐高温性能,非常适用于航空航天发动机复杂热端部件制造<sup>[2]</sup>。

金属粉末的质量直接影响了打印产品质量和打印稳定性<sup>[3]</sup>,空心粉导致的空气夹带也会直接影响材料成分和打印的稳定性<sup>[4,5]</sup>。因此,量化分析打印粉末中的空心粉现象对于提升增材产品质量至关重要,与其他冶金用粉末相比,增材制造用金属粉末要求具有更好的球形度,还应满足低空心粉率、粒度分布区间窄等<sup>[6,7]</sup>要求。

针对增材制造用粉末材料的主要特性,测试项目包括粒度、形态和孔隙率等<sup>[8]</sup>,传统的粒度测量通过激光衍射法实现,测量结果受颗粒表面粗糙度影响大,而扫描电镜法(scanning electron microscopy, SEM)仅能分析颗粒表面质量,不能实现空心粉颗粒内部孔隙的三维可视化,对于堆叠状粉末的分析误差明显<sup>[9]</sup>。

由于增材制造用金属粉末质量标准检测方法的缺乏,迫切需要一种方法能够同时满足对增材粉末的三维尺寸计量与对空心粉三维结构可视化的需求<sup>[10,11]</sup>。工业 CT 是目前许多 AM 制造商的首选检测方法,NASA 使用 CT 检测技术对几乎所有的增材制件进行缺陷检测<sup>[12,13]</sup>,但是增材粉料直径通常小于 100  $\mu\text{m}$ ,在较高的放大倍数下,对成像对比度和分辨率的要求较高<sup>[14]</sup>。Plessis<sup>[15]</sup>提出当增材粉末粒度为 40~100  $\mu\text{m}$  时,CT 实验的扫描分辨率应达到 1.5  $\mu\text{m}$ ,当粉末粒度小于 40  $\mu\text{m}$  时,CT 实验的扫描分辨率应达到 0.7  $\mu\text{m}$ 。当前关于增材制造用金属粉末的检测工作主要集中于粉末粒度和孔隙率的表征,Heim<sup>[16]</sup>采用高分辨率(3  $\mu\text{m}$ )的 X 射线 CT 量化分析了 4 种不同雾化方法制备金属粉末的孔隙率,比较了不同方法对于孔隙率测量的差异,证明了 CT 成像方法的可靠性。Chen<sup>[17]</sup>通过 SEM 和同步辐射 CT 技术表征了雾化制备的 TC4 粉末的性能,结果表明,粉末的微观结构、孔隙率、内部含氮量均和粉末粒度有关。CT 三维成像是表征增材制造用金属粉末质量的有效方法,但是缺乏对空心粉的定量分析以及对空心粉内部孔隙影响的数据。

针对增材制造用 GH3625 金属粉末质量的检测问题,本研究结合扫描电镜法与超分辨率显微 CT 成像法对粉末样品进行分析,扫描电镜法用于观察粉末的

收稿日期: 2019-06-15

基金项目: 无损检测技术教育部重点实验室开放基金(EW201708253)

作者简介: 王文强,男,1995 年生,硕士生,南昌航空大学无损检测技术教育部重点实验室,江西 南昌 330063,电话: 0791-83953483, E-mail: 670757596@qq.com

表面质量，用 CT 成像法实现对粉末三维形貌的表征及对空心粉的定量分析。

### 1 实验

实验材料为 GH3625 金属粉末，采用雾化法制备，粒度范围为 20~50 μm，化学成分如表 1 所示。

采用日立 SU1510 场发射扫描电子显微镜观察 GH3625 粉末的二维形貌、表面质量及卫星粉现象，统计了样品的粒度分布，共获得 100~1000 倍等多种放大倍数图像。

为了观察 GH3625 粉末的三维形貌，将部分粉末样品装入薄壁塑料管（内径 0.5 mm）中，压紧粉末后用环氧树脂胶封闭塑料管两端。采用天津三英精密机械仪器股份有限公司提供的 nanoVoxel-3000 CT 成像系统对粉末样品进行三维扫描，射线源型号为 WorX 190TCNF，最小焦点尺寸为 1 μm；平板探测器型号为 VAREX PaxScan 2520DX-I，探元尺寸为 127 μm×127 μm，成像矩阵为 1920×1536。将塑料管固定在转台上的碳纤维棒上，为了达到理想的放大倍数，塑料管尽可能贴近射线源。

实验参数为：管电压 100 kV，管电流 50 μA，SOD 3.43 mm，SDD 544 mm，放大倍数 158 倍，共采集 1440 张投影图像/360°，单张投影图像的积分时间为 3 s，总体扫描时间约 2 h，图 1 为粉末显微 CT 扫描布置图。

### 2 结果与分析

#### 2.1 微观结构分析

图 2 为 GH3625 粉末样品在扫描电镜下的微观形貌（放大 200 倍）。可以看出，绝大部分粉末具有较好的圆整度及光洁度，但“卫星粉”现象比较严重。同时，SEM 图像反映出部分粉末颗粒形貌很不规整，这些粉末表面质量差、圆整度低。从整体上看，与细粉相比，粗粉中不规则球形颗粒占比更大。

图 3 为 SEM 图像的粉末粒度累积分布图。采样总量为 162 个，其中最大粒度 44.73 μm，最小粒度 15.56 μm，粒度分布区间集中于 20 μm 至 40 μm，平均粒度为 30.12 μm，平均粒度小且分布范围窄。由于增材制造加工过程中堆积层厚度通常大于打印粉末的平均直径，而较窄的粉末颗粒粒度分布可以减小每层的粗糙度，从而提高增材成形件的表面光洁度。

表 1 GH3625 粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of GH3625 powder (ω/%)

Ni	Cr	Mo	Fe	Nb	Co	Mn	Si	Al	Ti	C	Cu	S	P
≥58.0	20.0~23.0	8.0~10.0	≤5.0	3.15~4.15	≤1.0	≤0.5	≤0.4	≤0.4	≤0.4	≤0.10	≤0.07	≤0.015	≤0.015

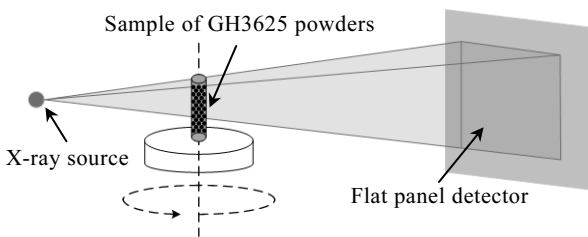


图 1 粉末样品显微 CT 扫描布置图

Fig.1 Micro-CT scan layout diagram of powder sample

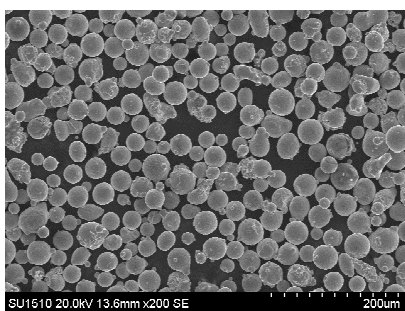


图 2 GH3625 粉末的扫描电镜图像

Fig.2 SEM image of GH3625 powders

#### 2.2 粉末几何特性分析

由于视角限制，SEM 无法获取金属粉末颗粒的三维信息，而显微 CT 实验结果可以从任意视角观察各个粉末的三维形貌。将显微 CT 扫描得到的 1440 幅投影图像进行三维重建，共重建出 1400 幅 CT 图像，成像分辨率为 0.79 μm。将重建后的原始数据导入 VGStudio MAX 软件进行三维重构，由于体数据较大，为提高运

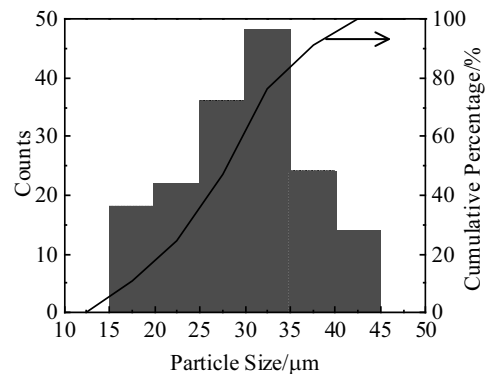


图 3 SEM 图像中粉末的粒度分布

Fig.3 Particle size distribution of powders in SEM images

算速度，裁切重构结果至 1261 (体素) × 1152 (体素) × 1327 (体素)。

图 4 为 GH3625 粉末样品显微 CT 重构的三维可视化结果。从重构结果中观测到绝大部分粉末颗粒是准球体，部分颗粒存在球体黏连现象。三维重构结果中包含了 20 576 个粉末颗粒，量化分析获得了粉末颗粒的平均粒度是 28.16 μm，平均粒度计算结果与 SEM 实验计算结果基本相符。

### 2.3 空心粉三维分析

金属粉末在制备过程中不可避免地出现空心粉。在增材制造过程中空心粉的内部孔隙很难去除，极有可能遗留至最终成形件中，所以空心粉的定量评价是增材制造原料质量控制中的重要一环。由于塑料管中始终存在空气，因此在 CT 图像中除了空心粉末中包含的气体(内部孔隙)，还存在相邻粉末间隔中的空气，可能会影响缺陷判别。为了增强图像对比度，提升可视效果，对 CT 图像进行了自适应高斯滤波处理，图 5 为包含空心粉的 CT 图像。由 CT 图像可以观察到不同深度下的横截面信息，除灰色的正常粉末外，存在一定数量的空心粉。这些空心粉内部孔隙清晰可见，表现为黑色圆状，与粉材本体灰度差异明显，识别效果好。

为了更直观地显示三维视觉效果，通过三维分割、区域生长等工具提取了一个典型的空心粉颗粒，如图 6 所示。绿色区域即空心粉内部孔隙三维形貌，空心粉整体呈椭球形，灰白色区域为粉末表面的小凹坑。该空心粉颗粒总体积为 36 301 μm<sup>3</sup>，最大粒度为 41.37 μm，颗粒球形度为 0.58，空心粉内部孔隙体积为 2241.5 μm<sup>3</sup>，粒度为 17.63 μm，球形度为 0.65，计算得到该空心粉的体积孔隙率为 6.17%。

在三维重构的基础上，利用表面测定、三维分割等方法提取了所有空心粉的内部孔隙。图 7 为空心粉

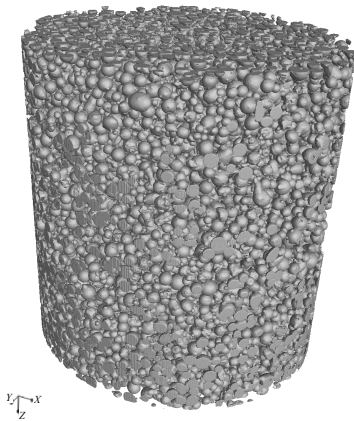


图 4 GH3625 粉末的三维可视化结果

Fig.4 Result of 3D visualization of GH3625 powders

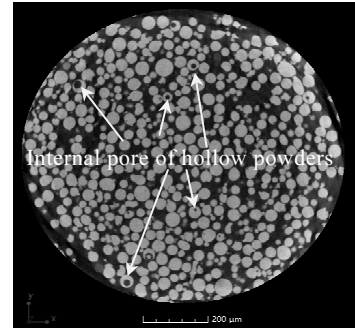


图 5 空心粉内部孔隙横截面形貌

Fig.5 Cross-section morphology of internal pores in hollow powders

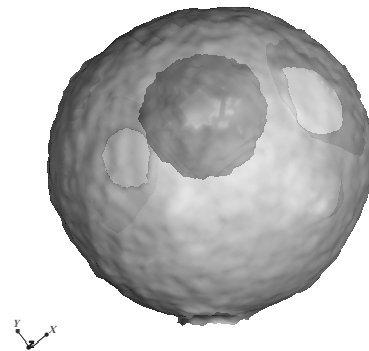


图 6 空心粉内部孔隙三维形貌

Fig.6 3D morphology of internal pores in hollow powders

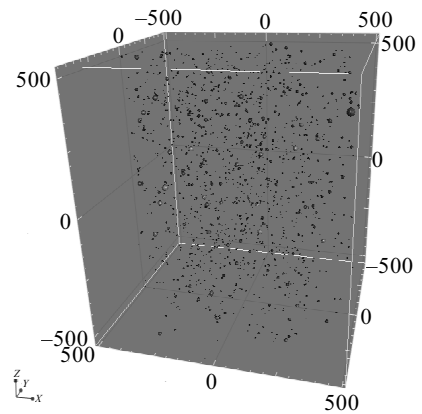


图 7 空心粉内部孔隙三维分布

Fig.7 3D distribution of internal pores in hollow powders

内部孔隙三维分布云图。共提取出 1515 个内部孔隙，空心粉内部孔隙的直径范围从 2.87~32.40 μm，平均直径 7.18 μm，空心粉内部孔隙的球形度范围是 0.46~0.75，平均球形度 0.67，空心粉内部孔隙的体积范围为 8.10~15391.8 μm<sup>3</sup>，平均体积 234.05 μm<sup>3</sup>，空心粉

内部孔隙整体体积  $354\ 583.7\ \mu\text{m}^3$ ，体积孔隙率为 0.099%。进一步统计发现直径小于  $10\ \mu\text{m}$  的细小孔隙数量占总体孔隙的 85.1%，其体积总和占孔隙总体积的 31.9%，可知小直径孔隙的数量多，但体积占比小。

此外，观察到部分空心粉颗粒内部存在多处孔隙，这些孔隙互不连通。图 8 为单个粉末内多处孔隙的切片图像。白色线条是空心粉末颗粒及内部孔隙的表面轮廓，蓝色区域是内部孔隙的二维形貌。表 2 是空心粉定量分析结果。在 20 576 个粉末颗粒中，空心粉颗粒的数量为 1440 个，空心粉颗粒数量占 7%。其中 6.68% 的粉末颗粒内部存在一处孔隙，0.32% 的粉末颗粒内部存在多处孔隙，发现单个空心粉最多出现了 4 处内部孔隙。

2.4 粉末三维形貌分析

在显微 CT 三维成像结果中观察到存在部分粉末颗粒三维形貌不规整，而粉末颗粒的三维形貌对增材加工中的铺粉过程的影响较大，形貌不良粉末占比的提高会降低材料的堆积相对密度，对最终成形件的形状精度产生不利影响。因此，量化分析了包含空心粉在内的所有粉末颗粒的球形度参数，图 9 是 20 576 个粉末颗粒的球形度分布图。球形度范围从 0.30~0.81，平均球形度为 0.61。从图中可知，绝大多数粉末颗粒球形度在 0.5~0.7 范围内。

为了观察空心粉内部孔隙直径大小对空心粉颗粒球形度的影响，将空心粉颗粒依据内部孔隙直径排序，

分别划分为 0~5、5~10、10~15、15~20、20~25、25~30、30~35  $\mu\text{m}$  7 个不同区间。表 3 共统计了 1440 个空心粉颗粒的球形度范围。内部多处孔隙的空心粉颗粒则选取最大直径孔隙为计算标准。

图 10 是不同直径区间的空心粉内部孔隙对空心粉颗粒球形度的影响关系图。横坐标表示内部孔隙直径的 7 个区间，纵坐标表示不同区间内所有空心粉颗粒球形度的平均值。发现随着空心粉内部孔隙直径的增大 (0~35  $\mu\text{m}$ )，空心粉颗粒球形度基本呈减小的趋势。当空心粉内部孔隙直径在 30~35  $\mu\text{m}$  范围时，这些空心

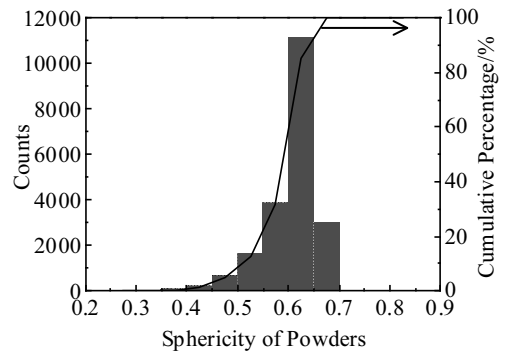


图 9 粉末颗粒球形度分布 (含空心粉)

Fig.9 Sphericity distribution of powders particle (including hollow powders)

表 3 空心粉颗粒球形度范围

Table 3 Sphericity range of hollow powder particle		
Diameter of pores, $d/\mu\text{m}$	Number of powder particle	Powder particle sphericity range
$0 < d \leq 5$	381	0.41~0.68
$5 < d \leq 10$	821	0.39~0.72
$10 < d \leq 15$	162	0.37~0.60
$15 < d \leq 20$	46	0.35~0.55
$20 < d \leq 25$	15	0.36~0.48
$25 < d \leq 30$	9	0.38~0.44
$30 < d \leq 35$	6	0.28~0.37

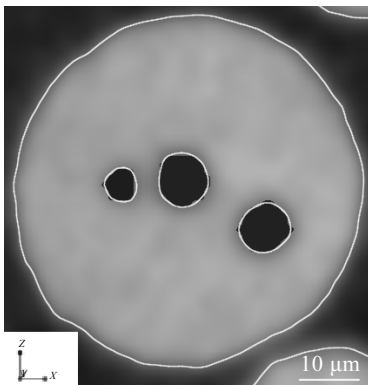


图 8 空心粉内部多处孔隙

Fig.8 Multiple pores inside hollow powder

表 2 空心粉定量分析

Table 2 Quantitative analysis of hollow powders

Number of internal pores	Number of powder particle	Percentage/%
0	19136	93.0
1	1375	6.68
2	56	0.27
3	8	0.039
4	1	0.0049

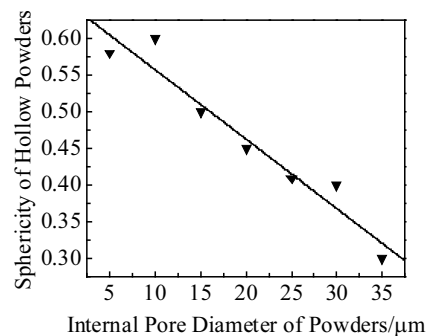


图 10 不同直径的内部孔隙对空心粉颗粒球形度的影响

Fig.10 Effect of internal pores with different diameters on sphericity of hollow powder particles

粉颗粒平均球形度为 0.3, 空心粉内部孔隙直径在 0~5  $\mu\text{m}$  范围时, 这些空心粉颗粒平均球形度为 0.58。

### 3 结 论

1) 通过 SEM 测量得到 162 个粉末的平均粒度为 30.12  $\mu\text{m}$ , 通过显微 CT 测量得到 20 576 个粉末的平均粒度为 28.16  $\mu\text{m}$ , 2 种不同方法测量的粉末平均粒度基本相符。

2) 通过三维分割提取了 1515 个空心粉内部孔隙, 单个空心粉内部最多出现 4 处孔隙, 空心粉颗粒数量为 1440 个, 占总体粉末颗粒数量的 7%, 空心粉内部孔隙占全部粉末整体体积的 0.099%。

3) 空心粉内部孔隙的直径越大, 空心粉颗粒球形度则越小。

#### 参考文献 References

- [1] Tian Zongjun(田宗军), Gu Dongdong(顾冬冬), Shen Lida(沈理达) *et al. Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2015, 480(11): 38
- [2] Yang Pinghua(杨平华), Gao Xiangxi(高祥熙), Liang Jing(梁菁) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2017, 45(9): 13
- [3] Wang Li(王 黎), Wei Qingsong(魏青松), He Wenting(贺文婷) *et al. Journal of Huazhong University of Science and Technology*(华中科技大学学报)[J], 2012, 40(6): 20
- [4] Nguyen Q B, Nai M L S, Zhu Z *et al. Engineering*[J], 2017, 3(5): 695
- [5] Cunningham R, Nicolas A, Madsen J *et al. Materials Research Letters*[J], 2017, 5(7): 516
- [6] Chen G, Zhao S Y, Tan P *et al. Powder Technology*[J], 2018, 333(15): 38
- [7] Pleass C, Jothi S. *Additive Manufacturing*[J], 2018, 24(12): 419
- [8] Yin J O, Chen G, Zhao S Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 713(5): 222
- [9] Karlsson J, Snis A, Engqvist H *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2013, 213(12): 2109
- [10] Bernier F, Tahara R, Gendron M. *Metal Powder Report* [J], 2018, 73(3): 158
- [11] Plessis A, Roux S. *Additive Manufacturing*[J], 2018, 24(12): 125
- [12] Justin S J. *Additive Manufacturing Activities & Non-destructive Evaluation (NDE) at GSFC, GSFC-E-DAA-TN 39048*[R]. Washington: NASA Goddard Space Flight Center, 2017
- [13] Jess W, Branford P, Kenneth H *et al. Nondestructive Evaluation of Additive Manufacturing*, JSC-CN-32633[R]. Los Angeles: White Sands Test Facility, 2014
- [14] Liu Y, Xu S, Wang X *et al. JOM*[J], 2016, 68(3): 899
- [15] Plessis A, Sperling P, Beerlink A *et al. MethodsX*[J], 2018, 5(10): 1336
- [16] Heim K, Bernier F, Pelletier R *et al. Case Studies in Nondestructive Testing and Evaluation*[J], 2016, 6(11): 45
- [17] Chen G, Zhou Q, Zhao S Y *et al. Powder Technology*[J], 2018, 330(5): 425

## Three-Dimensional Imaging and Hollow Powder Analysis of GH3625 Powder for Additive Manufacturing

Wang Wenqiang, Ao Bo, Wu Guanhua, Liang Yi

(Key Laboratory of Nondestructive Testing, Ministry of Education, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

**Abstract:** GH3625 metal powders for additive manufacturing were researched, the two-dimensional microstructure of the powders were observed by scanning electron microscopy(SEM), the three-dimensional structure of the powders were characterized by micro-CT, and the geometric parameters such as particle size, volume and sphericity of the powders were quantitatively analyzed. All the pores inside the hollow powders were successfully extracted by three-dimensional (3D) segmentation, and the 3D printed powder quality was characterized by volume porosity, probability of hollow powder, sphericity and other parameters. Finally, the influence of the pore diameter in the hollow powder on the sphericity of powders were investigated. The results show that micro-CT is an ideal tool to characterize the quality of metal powders for additive manufacturing. The total amount of 20 576 GH3625 powder particles has been detected by CT, the average particle diameter of the powder is 28.16  $\mu\text{m}$ , the number of hollow powder particles is 1440, the number of internal pores is 1515, and a few powder particles have multiple pores. It is found that the sphericity of the hollow powder particles decreases with the increase of the internal pore diameter of the hollow powders.

**Key words:** additive manufacturing; micro computed tomography; particle size; hollow powder

Corresponding author: Ao Bo, Ph. D., Professor, Key Laboratory of Nondestructive Testing, Ministry of Education, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, P. R. China, Tel: 0086-791-83953483, E-mail: aobo0328@nchu.edu.cn