

电子束增材制造技术用 Ti-Ni 预合金粉末性能研究

任德春^{1,2}, 张慧博¹, 李述军¹, 侯文韬¹, 王健¹, 金伟¹, 杨锐¹

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学技术大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 采用 DSC、SEM 和 XRD 等测试手段研究和分析了电子束增材制造 (EBM) 技术用 53~106 μm Ti-Ni 预合金粉末的性能及其随热处理温度和热循环次数的变化规律。结果表明: 预合金粉末粒度呈正态分布, 粉末内部填充及球形度良好, 适于 EBM 打印使用; 随热处理温度的升高预合金粉末相组成不发生变化但组织和成分变得均匀, 内应力和位错被消除, 晶粒尺寸长大, 使得其 550 $^{\circ}\text{C}$ 热处理后加热和冷却过程由多步相变转变为单步相变, 650 $^{\circ}\text{C}$ 热处理后相变点开始保持稳定, 而 750 $^{\circ}\text{C}$ 热处理后达到最佳微烧结状态; 预合金粉末在 750 $^{\circ}\text{C}$ 烧结热循环和保温过程中相组成、单步相变行为和相变点均不发生变化, 具有良好的热循环稳定性; 底板及粉末层采用 750 $^{\circ}\text{C}$ 预热温度成功制备出表面状态良好的 Ti-Ni 合金实体样品。

关键词: Ti-Ni 预合金粉末; 电子束增材制造; 热处理; 热循环; 相变行为

中图分类号: TF123.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)09-3218-07

Ti-Ni 形状记忆合金是一种通过在加热和冷却循环过程中自发的固态相变 (低温马氏体相和高温奥氏体相) 来实现形状记忆和超弹性的功能性材料^[1,2]。其也具有良好的耐腐蚀性、生物相容性和综合力学性能, 因此被广泛应用于医疗和机电控制系统中^[3,4]。

近年来, 增材制造技术不断发展, 其使用粉末逐层堆积直接熔化成形的加工方式, 突破了常规加工只能通过材料切削或受迫成形来生产简单棒、丝和板材的限制, 使复杂结构和形状的零部件制造成为现实, 因此增材制造用粉末的制备和性能也逐渐引起人们的关注^[5,6]。金属粉末的制备方法一般分为两类, 即元素混合法和预合金粉末法^[7]。元素混合法制备的样品, 其组织和成分的均匀性较差, 而预合金粉末法可以通过增加合金元素的溶解度, 提升样品的组织和成分均匀性^[7,8]。

雾化制粉是一种常用的预合金粉末制备方法, 可以通过调节雾化温度、压力和介质的种类等参数来改变制备的预合金粉末粒度范围分布^[9], 但是仍然无法做到将预合金粉末的粒度全部集中于理想的粒度范围。为避免预合金粉末的浪费, 可以根据不同类型增材制造技术对预合金粉末粒度范围的需求不同, 将同一批次的粉末进行筛分, 使制备预合金粉末得到充分利用。目前, 增材制造 Ti-Ni 形状记忆合金研究主要

集中在选区激光熔化 (selective laser melting, SLM) 制造技术方面, 已有相关综述报道 SLM 打印参数对制备样品的性能以及组织形貌的影响^[10]。

通常, 为降低成形件表面粗糙度以及考虑到激光功率较低, 所以 SLM 工艺所使用的金属粉末的粒度范围多为 15~53 μm ^[10,11]。电子束增材制造 (electron beam melting, EBM) 技术是除 SLM 之外另一种常用的铺粉型金属增材制造方式, 相较于 SLM, EBM 具有电子束功率大、材料对电子束能的反射小和吸收率高以及扫描速度快等优势, 因此 EBM 对预合金粉末粒径范围要求低, 粒径范围主要为 45~106 μm ^[6,11]。

EBM 的诸多优势也使得打印过程容易造成粉末飞溅形成“吹粉”现象, 需要对打印底板及粉末层进行预热处理^[11-13], 且目前 EBM 用粒度范围的 Ti-Ni 预合金粉末的预热温度及其性能尚未见相关报导。因此, 本工作研究了 EBM 用 53~106 μm Ti-Ni 预合金粉末的形貌、相变行为和相组成随热处理温度和热循环次数的变化规律, 为 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末参数设置提供数据参考。

1 实验

利用雾化法制备等原子比 Ti-Ni 形状记忆合金预合金粉末, 粒径范围为 53~106 μm , 将其进行真空

收稿日期: 2019-09-13

基金项目: 中国科学院战略性先导科技专项 (XDA22010103)

作者简介: 任德春, 男, 1991 年生, 博士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971956, E-mail: dcren14s@imr.ac.cn

石英管封装。封装后的预合金粉末在马弗炉内分别进行 2 种热处理实验：(1) 将封装后的 10 个石英管在 400~850 °C 之间每隔 50 °C 保温 30 min，之后空冷 (AC)；(2) 将封装后的 8 个真空石英管在 750 °C/30 min/AC 热处理制度下分别进行 2~9 次热循环实验。

使用 HORIBA LA-920 型激光粒度仪测试预合金粉末的粒度分布。采用 D/Max-2500PC X 射线衍射仪 (XRD) 进行物相分析，Cu 靶 $K\alpha$ 辐射源，扫描速率为 2°/min；使用 TA Q20 差示扫描量热仪 (DSC) 进行相变行为的检测，升温 and 降温速率均为 10 °C/min。利用 Tescan Maia3 扫描电子显微镜 (SEM) 观察预合金粉末的表面形貌，将预合金粉末试样机械磨至 2000# 后抛光，利用 10 vol% HF+30 vol % HNO₃+60 vol % H₂O 的腐蚀液蚀刻，采用 SEM 观察显微组织。采用 Arcam A1 型 EBM 打印机进行预合金粉末的增材制造实验。

2 结果与讨论

2.1 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末参数

图 1 为 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末的粒度分布图。在 53~106 μm 粒度范围内预合金粉末平均尺寸为 62 μm 且呈正态分布，这种正态分布使得该粒度范围内的小粒径粉末可以在大粒径粉末间隙填充，有利于打印过程中铺粉的顺利进行以及打印层厚参数的选择。

图 2 为 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末的表面形貌和横截面组织的 SEM 照片。如图 2a 所示，预合金粉末呈球形，与同批次 SLM 用小粒径粉末形貌比较可以发现，EBM 用大粒径粉末表面附着的卫星球数量增加，同时部分大粒径粉末表面出现轻微的包覆现象^[14]。卫星球的形成是由于已经凝固成形的小粒径合金粉颗粒与大粒径合金粉颗粒在雾化介质的作用下碰撞，进而附着造成的；而未凝固成型的小粒径合金液滴在雾化

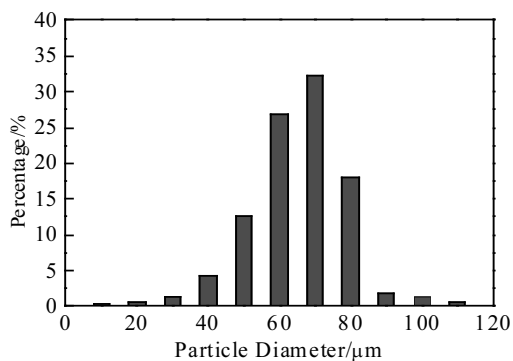


图 1 Ti-Ni 预合金粉末粒度分布图

Fig.1 Particle size distributions of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM

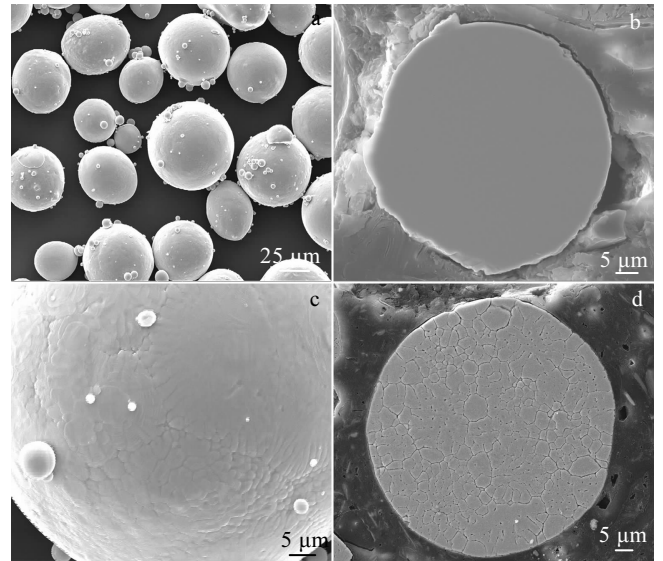


图 2 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末表面形貌和横截面组织照片

Fig.2 SEM images of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM: (a) surface, (b) cross section morphology, (c) locally magnified image of Fig.2a, and (d) cross section microstructure after erosion

介质的作用下与已经凝固的大粒径粉末颗粒相互碰撞，进而包覆在大粒径粉颗粒表面便会形成包覆现象^[8]。观察合金粉末横截面抛光后的形貌 (图 2b) 可以发现，合金粉末填充良好，无空心粉存在。从预合金粉末局部放大的表面形貌 (图 2c) 和横截面腐蚀后的显微组织 (图 2d) 可以发现，预合金粉末由结晶态的胞晶以及枝晶形貌构成，其尺寸范围为 2~10 μm ，呈现出典型快速凝固组织特征^[15, 16]。同时从图 2c 可进一步观察到卫星球是由于小粒径粉颗粒与大粒径粉颗粒碰撞后在表面附着形成。

2.2 EBM 底板及 Ti-Ni 粉末层预热温度的确定

打印开始前，EBM 底板及粉末层需要预热，主要是因为：第 1，EBM 能量高，预合金粉末在瞬间接收到大量能量，在电子束压力及静电斥力等作用下以电子束斑为中心向四周飞溅形成“吹粉”现象，飞溅的粉末在电子束通道内累积，会导致打印进程失败；第 2，合金粉末导电性差，轻微烧结并相互搭接后可以避免局部电流不流通造成的微区内电流集中和过大，使打印样品产生失稳而导致打印进程失败；第 3，束斑熔融区粉末与周围粉末之间存在巨大的温度差，该温度差能使得熔融粉末快速凝固，缩聚成球产生球化效应，导致孔隙缺陷的出现。不同成型区域间也存在温度差，会使得成型件翘曲和变形，甚至开裂，造成打印进程失败^[11-13]。因此，打印开始前底板及粉末层的预热过程对 EBM 打印

进程显得尤为重要，而不同合金体系粉末的性能不一样，特别是具有特殊形状记忆效应 Ti-Ni 预合金粉末，需要对预热温度参数进行摸索。

图 3 是不同热处理制度下 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末的 DSC 曲线。可以看出，原始态 Ti-Ni 预合金粉末在加热和冷却过程中有多个吸热和放热峰，与同一批次制备的小粒径 SLM 用 Ti-Ni 预合金粉末仅有 1 个吸热和放热峰不同^[14]，说明随着预合金粉末粒度的增大，粉末内部成分变得不均匀，在吸热和放热过程中出现多级马氏体/奥氏体相变。随着热处理温度的升高，多级相变峰的个数逐渐减少，呈现出渐变型多阶段可逆相变过程^[17]。当热处理温度达到 550 °C 时，加热和冷却过程中相变峰变成 1 个，之后随热处理温度升高，吸热和放热峰的数量不再发生变化。

图 4 是 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末相变点随热处理温度的变化。热处理温度高于 550 °C 后，加热和冷却过程中预合金粉末马氏体相变及其逆相变均为一步相变（图 3），但该温度下 M_f （马氏体相变完成温度）和 A_f （奥氏体相变完成温度）随热处理温度升高而增加的趋势并没有终止。直到热处理温度达 650 °C 时， M_f 和 A_f 不再随着热处理温度的升高而增大，维持在稳定的状态，分别为 $(51.0 \pm 2.0) ^\circ\text{C}$ 和 $(105.0 \pm 2.0) ^\circ\text{C}$ ，相较于原始未处理的预合金粉末升高约 26 和 22 °C。

不同热处理制度下 Ti-Ni 预合金粉末的 XRD 图谱如图 5 所示。结果表明，预合金粉末的相组成在随热处理温度升高过程中并未发生变化，与粉末未处理态相同，室温下全部由 B19' 马氏体及 Ti_2Ni 相组成。因此，随热处理温度的升高，在加热和冷却过程中多步相变到一步相变过程的转变以及相变点的变化并不是预合金粉末在热处理过程中发生相变而造成的。

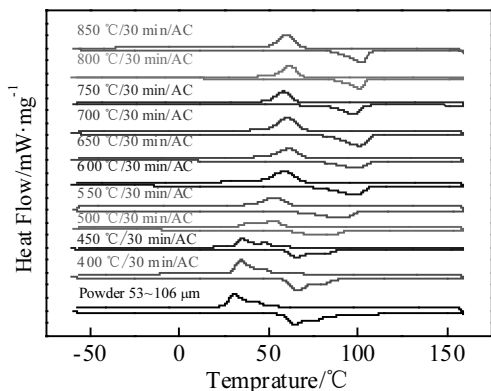


图 3 不同热处理制度下 Ti-Ni 预合金粉末的 DSC 曲线
Fig.3 DSC curves of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM under different heat treatments

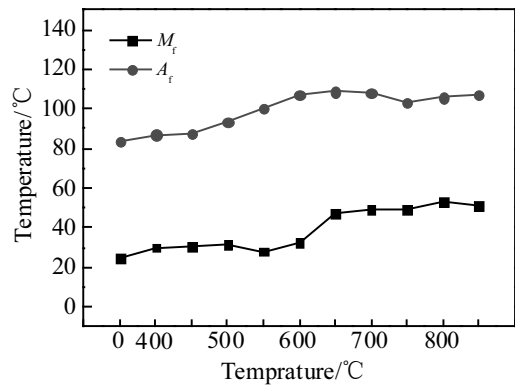


图 4 Ti-Ni 预合金粉末相变点随热处理温度的变化
Fig.4 Phase transformation temperatures for martensite finish (M_f) and austenite finish (A_f) of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM at different heat treatment temperatures

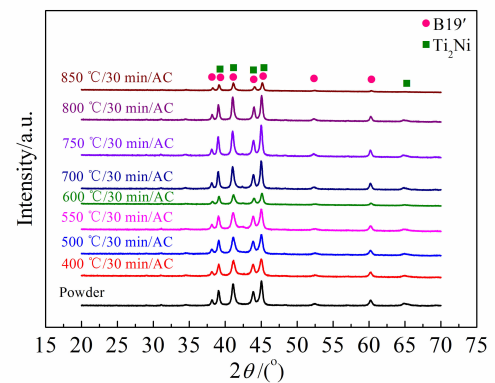


图 5 不同热处理制度下 Ti-Ni 预合金粉末 XRD 图谱
Fig.5 XRD patterns of the Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM under different heat treatments

图 6 是热处理后的预合金粉末表面形貌和横截面腐蚀组织 SEM 照片。影响 Ti-Ni 形状记忆合金相变行为的因素主要有：（1）第三合金元素的掺杂；（2）第二相的析出；（3）组织和成分的不均匀；（4）内应力和位错的引入；（5）晶粒尺寸的改变^[15, 16, 18]。本工作所使用的工艺制备过程无杂质合金元素的引入，同时结合图 5 可知预合金相变行为的改变与上述（1）和（2）中影响因素无关。合金粉末凝固速率可达 $10^4 \sim 10^6 \text{ K/s}$ ，在快速凝固过程中形成的预合金粉末远没有达到稳定的状态，其成分和组织存在着不均匀性^[15, 16]，这使得预合金粉末在加热和冷却的过程中呈现出多步相变的过程，预合金粉末的成分和组织随着热处理温度的升高变得均匀，多步相变转化为稳定的一步相变

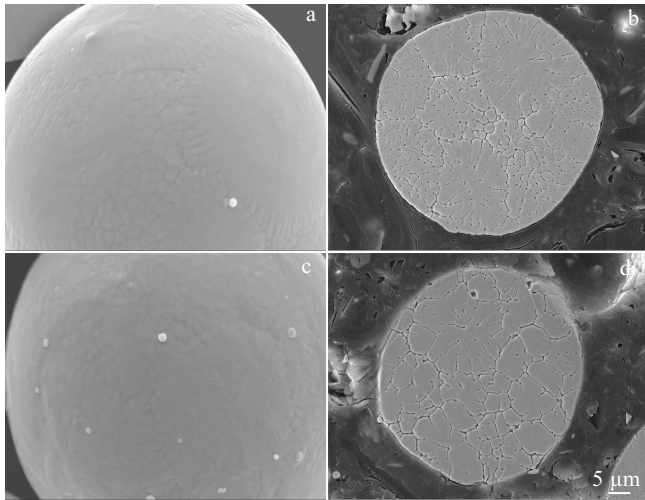


图6 EBM用Ti-Ni预合金粉末热处理后表面形貌和横截面组织的SEM照片

Fig.6 SEM images of surface (a, c) and cross section microstructure (b, d) for Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM after 550 °C/30 min/AC heat treatment (a, b) and after 650 °C/30 min/AC heat treatment (c, d)

(图3)。同时高的凝固冷却速率也在预合金粉末内部形成大的温度梯度,引入内应力场和位错结构。内应力和位错阻碍奥氏体到马氏体的相变过程,使马氏体相变温度降低^[18]。随着晶粒尺寸的降低,奥氏体到马氏体的相变过程同样会被抑制^[19]。如图6所示,与图2比较可以发现,预合金粉末热处理后表面胞状结构变得模糊,同时胞状和枝晶状组织尺寸长大,部分可达15~20 μm。因此随着热处理温度的升高,预合金粉末在成分和组织均匀化的过程中,于550 °C时达到热力学的稳定状态(图3),650 °C时内应力和位错等缺陷被消除,粉末的相变点不再变化(图4),维持在一

个稳定的水平。综上所述,影响预合金粉末相变行为的主要因素为组织和成分的不均匀、内应力和位错的引入以及晶粒尺寸的改变。

确定Ti-Ni预合金粉末的相变行为起始稳定热处理温度为650 °C后,还需要再根据预合金粉末的烧结状态来最终确定底板及Ti-Ni粉末层预热温度。预合金粉末在与加热结束的底板接触后以及后续打印过程中每层预热后应处于不加压烧结的初期阶段,仅是粉末颗粒之间形成接触或初步形成烧结颈,不能达到粉末颗粒之间连通孔洞闭合及收缩的致密化烧结中期阶段,而完全烧结在一起会导致未熔融区域的可再次循环利用的预合金粉末出现严重的团聚长大。Ti-Ni预合金粉末在不同热处理温度下的烧结状态如图7所示。热处理温度等于和低于相变行为开始稳定的650 °C热处理结束后,预合金粉末在真空石英管中的状态均如图7a所示处于重力接触状态,打印过程中仍旧会形成“吹粉”现象。750 °C热处理结束后(图7b),预合金粉末烧结形成块状,但是在石英管移动过程中块体与石英管壁碰撞后粉末颗粒脱落,明显处于烧结的初期阶段。850 °C热处理结束后(图7c),预合金粉末完全烧结在一起,与石英管壁的碰撞不再脱落,开始达到烧结中期的致密化阶段。因此,综合考虑相变行为和粉末烧结状态,EBM底板及Ti-Ni粉末层最佳预热温度确定为750 °C。

2.3 EBM用Ti-Ni预合金粉末循环稳定性研究

图8是EBM用Ti-Ni预合金粉末750 °C热处理循环不同次数时的DSC曲线。在EBM实际打印过程中,为提高预合金粉末的利用率,降低生产成本,会将打印结束后成型仓内预合金粉末机械筛分后进行循环利用。打印过程中不间断的预热过程及熔融过程散逸的能量不可避免地会对循环利用粉末性能造成影响,进而影响再次制备的成型件性能,因此了解预合金粉末



图7 Ti-Ni预合金粉末在不同热处理温度下的烧结状态

Fig.7 Sintering states of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM after heat treatments of 650 °C/30 min/AC (a), 750 °C/30 min/AC (b) and 850 °C/30 min/AC (c)

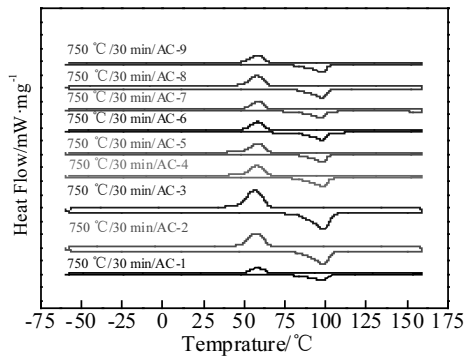


图 8 Ti-Ni 预合金粉末 750 °C 热处理循环不同次数的 DSC 曲线

Fig.8 DSC curves of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM under 750 °C/30 min/AC heat treatment for different cycles

在循环利用过程中性能参数的变化显得尤为重要^[20]。特别是对 Ti-Ni 预合金粉末而言，研究其相变行为随循环利用次数及成型仓内保温时间增加的变化情况对指导 EBM 实际打印过程具有重要的意义。在最佳预热温度 750 °C 下将预合金粉末进行热循环处理实验，由图 8 可以看出，随热循环次数的增加，在加热和冷却过程中预合金粉末始终为一步相变，说明在 750 °C 下进行热循环合金粉末相变行为稳定。

图 9 是 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末相变点随 750 °C 热处理循环不同次数时的变化。随热处理循环次数的增加粉末保温时间也在增加，但如图 9 所示，预合金粉末 M_f 和 A_f 分别在 $(49.0 \pm 1.5) ^\circ\text{C}$ 和 $(104.0 \pm 1.5) ^\circ\text{C}$ 范围内保持稳定，进一步说明了预合金粉末相变行为不随热循环次数及保温时间的增加而发生变化，

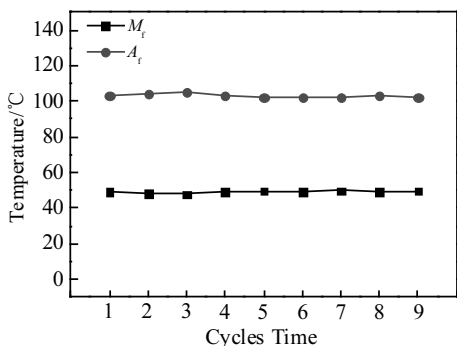


图 9 Ti-Ni 预合金粉末相变点下随 750 °C 热处理循环不同次数时的变化

Fig.9 Phase transformation temperatures of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM under 750 °C/30 min/AC heat treatment for different cycles

图 10 为 Ti-Ni 预合金粉末 750 °C 热处理循环不同次数时的 XRD 图谱。结果表明，预合金粉末的相组成在热循环过程中也未发生变化，在室温下全部由 B19' 马氏体和 Ti_2Ni 相组成，也再次说明预合金粉末热循环过程中的稳定性。图 11 为 Ti-Ni 预合金粉末 750 °C 热处理循环不同次数时的表面形貌 SEM 照片。可以发现，随着热循环次数的增加，粉末依旧可以保持较好的球形度，循环不加压烧结热处理过程中并没有出现颗粒变形和黏附的现象，再次证明粉末

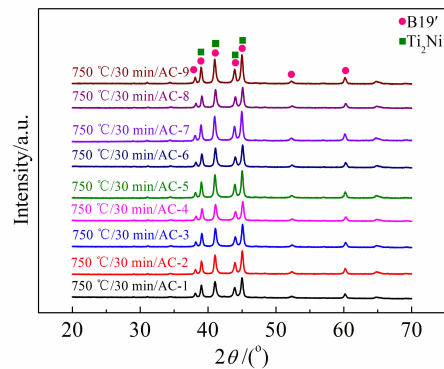


图 10 Ti-Ni 预合金粉末 750 °C 热处理循环不同次数的 XRD 图谱

Fig.10 XRD patterns of the Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM under 750 °C/30 min/AC heat treatment for different cycles

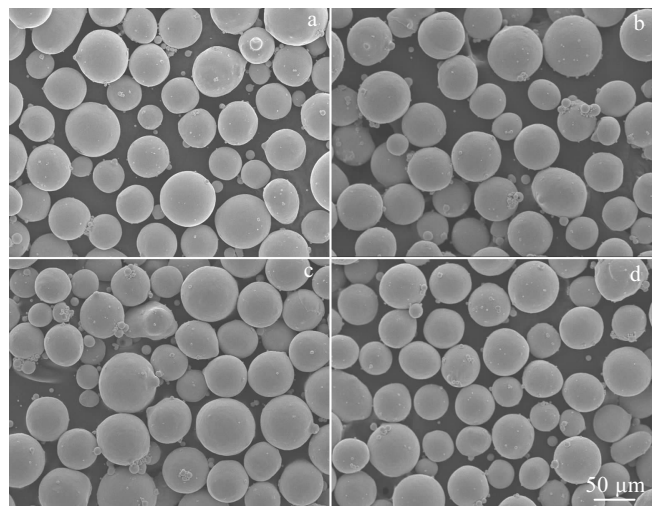


图 11 EBM 用 Ti-Ni 预合金粉末 750 °C 热处理循环不同次数时的表面形貌 SEM 照片

Fig.11 SEM images of Ti-Ni pre-alloyed powder used for EBM under 750 °C/30 min/AC heat treatment for 3 cycles (a), 5 cycles (b), 7 cycles (c) and 9 cycles (d)

的热循环稳定性较好。综上所述, 在底板及 Ti-Ni 粉末层最佳预热温度 750 °C 下, 预合金粉末性能稳定。

2.4 EBM 制备 Ti-Ni 块状样品

根据以上研究结果, 在 EBM 底板及粉末层最佳预热温度 750 °C 下, EBM 打印过程中未见粉末“吹粉”现象的出现, 成功制备出 Ti-Ni 块状样品如图 12 所示。可见, 打印结束后成型仓内粉末表面微烧结状态良好(图 12a), 并且打印件表面未见明显缺陷(图 12b)。对 EBM 打印成型的 Ti-Ni 样品的组织及力学性能检测会在后续的文献中进行报道。

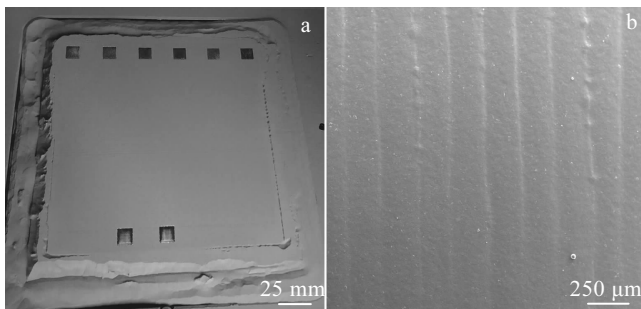


图 12 EBM 打印 Ti-Ni 样品结束成型仓表面及样品表面

Fig.12 Surface topography of the forming chamber after the complete printing for EBM used Ti-Ni pre-alloyed powder (a) and SEM image of the Ti-Ni sample fabricated by the EBM (b)

3 结 论

1) EBM 打印用 53~106 μm Ti-Ni 预合金粉末粒径呈正态分布, 球形度和内部填充较好, 组织形貌呈现出典型快速凝固特征。

2) EBM 打印用 Ti-Ni 预合金粉末随热处理温度的升高由多步相变逐渐转变为单步相变, 550 °C 后不再发生变化。相变点 M_f 和 A_f 也随着热处理温度的升高而升高, 于 650 °C 后分别稳定在 (51.0±2.0) °C 和 (105.0±2.0) °C。750 °C 热处理时粉末处于最佳烧结状态, 因此, 底板及粉末层最佳预热温度为 750 °C。

3) EBM 打印用 Ti-Ni 预合金粉末 750 °C 下热循环过程中相变行为、相变点和相组成均维持不变, 具有良好的热循环稳定性。

4) EBM 打印用 Ti-Ni 预合金粉末在最佳预热温度 750 °C 下, 可以制备出表面状态良好的块状样品。

参考文献 References

[1] Bhattacharya K, Kohn R V. *Acta Materialia*[J], 1996, 44(2): 529
[2] Tadayyon G, Mazinani M, Guo Y N *et al. Materials Science*

and Engineering A[J], 2016, 662(26): 564

- [3] Shang Zejin(商泽进), Wang Zhongmin(王忠民), Yin Guan-sheng(尹冠生) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(3): 460
[4] Gao Jing(高 静), Yang Guanjin(杨冠军), Yang Hongjin(杨宏进) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(2): 299
[5] Elahinia M, Moghaddam N S, Andani M T *et al. Progress in Materials Science*[J], 2012, 57(5): 911
[6] Ren Dechun, Li Shujun, Wang Hao *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35(2): 285
[7] Moxson V S, Senkov O N, Froes F H. *International Journal of Powder Metallurgy*[J], 1998, 34(5): 45
[8] Li Shaoqing(李少强), Liu Jianrong(刘建荣), Wang Qingjiang(王清江) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2010, 24(1): 10
[9] Li Li(李 礼), Dai Yu(戴 煜). *Advanced Materials Industry*(新材料产业)[J], 2018(1): 56
[10] Wang Xiebin, Kuartov S, Van Humbeeck J. *Materials*[J], 2018, 11(9): 1683
[11] Guo Chao(郭 超), Zhang Pingping(张平平), Lin Feng(林峰). *Industrial Technology Innovation*(工业技术创新)[J], 2017(4): 6
[12] Han Jiandong(韩建栋), Lin Feng(林 峰), Qi Haibo(齐海波) *et al. Transactions of the China Welding Institution*(焊接学报)[J], 2008, 29(10): 77
[13] He Weiwei(贺卫卫), Jia Wenpeng(贾文鹏), Liu Haiyan(刘海彦) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(12): 2072
[14] Ren Dechun, Zhang Huibo, Liu Yujing *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 771: 138 586
[15] Kim Y W, Jeon K S, Yun Y M *et al. Physica Scripta*[J], 2010, 2010(T139): 014 022
[16] Chen Gang, Zhao Shaoyang, Tan Ping *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2017, 27(12): 2647
[17] He Zhirong(贺志荣). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2007, 43(4): 353
[18] Miyazaki S, Otsuka K. *Metallurgical Transactions A*[J], 1986, 17(1): 53
[19] Waita T, Kazykhanov V, Karnthaler H P. *Acta Materialia*[J], 2004, 52(1): 137
[20] Wang Wei(王 维), Liu Baoyuan(柳宝元), Li Changfu(李长富) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(1): 279

Properties of Ti-Ni Pre-alloyed Powder Used for Electron Beam Melting

Ren Dechun^{1,2}, Zhang Huibo¹, Li Shujun¹, Hou Wentao¹, Wang Jian¹, Jin Wei¹, Yang Rui¹

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

Abstract: The properties of pre-alloyed powder have an important influence on the additive manufacturing process, especially for Ti-Ni alloys with special shape memory effects. However, there are limited reports on the studies for the variation of Ti-Ni pre-alloyed powder with heat treatment temperatures and number of thermal cycles. In this work, the phase transformation behavior, microstructure and phase composition of 53~106 μm Ti-Ni pre-alloyed powder used for electron beam melting (EBM) were studied using the differential scanning calorimeter, X-ray diffraction, and scanning electron microscope. The results show that the powder has good particle size distribution, internal filling and spherical topography, and suitable for EBM process. The structure and composition become uniform, internal stress and dislocation are eliminated and crystal grain size grows with the increase of heat treatment temperature, which causes the original multi-step phase transformation to one-step phase transformation during the heating and cooling process after 550 °C and the phase transformation points maintain a stable state after 650 °C heat treatment. The phase composition is not changed during the heat treatment process and the powder has best sintering state at 750 °C. The phase composition, one-step phase transformation behavior and phase transformation points are all not changed for the powder during 750 °C thermal cycles test, indicating good thermal cycling stability. Ti-Ni solid samples with good surface condition are successfully prepared under 750 °C preheating temperature for bottom plate and powder layer.

Key words: Ti-Ni pre-alloyed powder; electron beam melting; heat treatment; thermal cycle; phase transformation behavior

Corresponding author: Jin Wei, Ph. D., Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971956, E-mail: wjin@imr.ac.cn