

Research 3D Printing—Article

双金属电子束选区熔化的硬件开发与成形实验

郭超^{1,2,3#}, 葛文君^{1,2,3#}, 林峰^{1,2,3*}

摘要: 电子束选区熔化 (EBSM) 是一种利用电子束扫描、熔化金属粉末逐层制造三维实体零件的增材制造技术。近年来, EBSM 已经成功应用于多种材料的增材制造。现有 EBSM 工艺方面的研究主要聚焦于单种材料的成形, 本研究提出一种能够利用两种粉末材料成形梯度结构的 EBSM 工艺, 提出基于振动的粉末供给方法, 并实现了两种粉末材料独立供给并混合。利用 Ti6Al4V 和 Ti47Al2Cr2Nb 两种材料进行成形。Ti6Al4V 在室温下有很好的强度与塑性, 而 Ti47Al2Cr2Nb 在高温下性能优良, 但有很大的室温脆性。本研究提出的双金属 EBSM 工艺成功制备了 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度结构, 并利用光学显微镜、扫描电子显微镜、电子微探针分析等方法研究了该梯度结构的微观组织和化学成分。结果显示, 梯度结构的截面厚度约为 300 μm , 没有裂纹, 化学成分在界面处呈阶梯式变化。

关键词: 增材制造, 电子束, 选区熔化, 梯度材料, 钛合金, 钛铝合金

1 前言

电子束选区熔化 (EBSM) 是一种利用电子束在粉末床中逐层制造三维零件的增材制造技术。在 EBSM 工艺中, 电子束首先将底板预热至高温, 随后成形平台下降一个粉末层厚度的距离, 在底板上铺一层新的粉末。对于每一层粉末, 工艺过程包括两个步骤: ①预热粉末层, 提高成形温度; ②熔化截面中的粉末。由于电子束的功率密度非常高, 且几乎所有电子束能量都可以被材料吸

收, EBSM 工艺很适合成形高度致密的高熔点金属材料, 如钛合金。另外, 由于工艺过程中的成形温度可以保持在较高水平 (高于 700 $^{\circ}\text{C}$), 降低了成形件的热应力。

近年来, EBSM 工艺已经成功应用于多种材料的成形, 包括 316L 不锈钢、Ti6Al4V、Inconel 625 高温合金、钴基高温合金和 TiAl 合金等 [1–5]。

现有研究主要聚焦于单种材料的 EBSM 成形。然而, EBSM 工艺的应用希望进一步扩展, 以最大限度地发挥其技术优势和潜力。功能梯度材料 (FGM) 的成形则是 EBSM 工艺的一个新的可能的应用方向。FGM 于 20 世纪 80 年代首次提出, 其主要目标是优化材料在不同部位的分布, 以满足复杂的工作环境对材料机械性能的要求。FGM 已经广泛应用于航空航天工业以及生物领域, 并发挥着重要作用。

已经有多种工艺可以用于制造高质量的 FGM, 包括粉末冶金、自蔓延高温合成、等离子喷涂和增材制造技术 [6]。近年来, 增材制造被认为是成形 FGM 最有前景的技术。Banerjee 等 [7] 利用激光金属沉积 (LMD) 工艺制造了 Ti8AlxV 梯度材料, 其中 V 的含量在 0 ~ 25% 变化。Sahasrabudhe 等 [8] 研究了 LMD 工艺成形的不锈钢和 Ti6Al4V 梯度结构的界面特征。Wang 等 [9, 10] 利用 LMD 工艺制造了 Ti/Ti6Al2ZrMoV 和 Ti6Al2ZrMoV/Ti47Al2.5VCr 梯度材料, 并对其化学成分、微观组织和机械性能进行了细致的研究。Liu 等 [11] 则利用激光选区熔化 (SLM) 工艺成功制备了不锈钢与铜的梯度材料。

用于制造 FGM 的增材制造方法主要集中于激光工

¹ Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China; ² Key Laboratory for Advanced Materials Processing Technology (Ministry of Education of China), Tsinghua University, Beijing 100084, China; ³ Biomanufacturing and Rapid Forming Technology Key Laboratory of Beijing, Tsinghua University, Beijing 100084, China

* Correspondence author. E-mail: linfeng@tsinghua.edu.cn

These authors contributed equally to this work.

Received 16 February 2015; received in revised form 25 March 2015; accepted 25 March 2015

© The Author(s) 2015. Published by Engineering Sciences Press. This is an open access article under the CC BY license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>)

引用本文: Chao Guo, Wenjun Ge, Feng Lin. Dual-Material Electron Beam Selective Melting: Hardware Development and Validation Studies. *Engineering*, DOI 10.15302/J-ENG-2015013

艺, 如 LMD、SLM。但是, 基于激光的梯度材料的增材制造受以下两个因素的影响: 一是不同材料对激光能量的吸收率差异较大, 因此激光功率需要根据材料成分的变化进行实时调整, 使材料的熔化程度前后一致, 激光功率的实时调整增加了工艺控制的难度; 二是激光工艺中的热应力很大, 易导致成形件中特别是两种不同材料的界面处出现裂纹。在参考文献 [8] 和 [11] 中, 成形的梯度材料在界面处出现裂纹。对于激光成形的梯度结构, 一般需要经过高温时效等热处理工艺以降低或消除残余热应力 [10]。

EBSM 工艺有望制造更高质量的梯度材料。不同材料对电子束能量的吸收率差异较小, 而且 EBSM 工艺的成形温度更高, 减小了热应力裂纹出现的风险。目前关于 EBSM 工艺成形梯度结构的研究未见报道。本研究提出一种新的双金属 EBSM 工艺, 该工艺利用两种不同粉末制造实体零件。每一层的材料配比可以实现定制化, 使得成形件中的材料成分可以在成形高度方向上逐渐变化。利用该工艺成功制备了 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度材料, 并对其微观组织和化学成分进行了分析。

2 硬件开发

开发了具备双金属成形能力的 EBSM 系统。为实现两种粉末的独立供给与混合, 提出了基于振动的粉末供给方法。为延长铺粉梳子的寿命、避免梳齿折弯失效, 提出了梳子斜置的铺粉方法。

2.1 基于振动的粉末供给方法

图 1 是基于振动的粉末供给方法的原理模型。将振动作为粉末供给的能量来源, 通过接触摩擦将微观振动转换为宏观的材料供给。图 1(a) 表示粉末供给的初始状态, 振动平板与储粉箱之间形成粉末出口, 粉末从出口流出, 当粉末自身重力与内摩擦力达到平衡时, 粉末在振动平板上保持静止。在图 1(b) 中, 振动平板以加速度 a 向前运动。储粉箱内的粉末由于粉末压力和储粉箱壁的限制而保持静止。出口外的粉末则在摩擦力的作用下向

前运动。若粉末与平板之间的静摩擦系数大于 a/g (g 为重力加速度), 则出口外的粉末将跟随平板一起向右运动, 运动距离等于平板的振幅 A 。出口外的粉末运动破坏了静力平衡, 因此粉末将从储粉箱中流出, 重新达到图 1(c) 所示的平衡状态。在图 1(d) 中, 平板返回, 平板上的粉末由于受到储粉箱左壁的限制而保持静止。如此, 在一个振动周期内, 振动板上粉末向前运动距离 A 。若平板持续振动, 粉末将在平板上连续运动, 离开振动板, 形成稳定的粉末流。粉末供给速率随着平板振幅、粉末出口高度和粉末流动性的增加而增加。

该粉末供给方法不需要旋转运动副, 因此在粉尘环境中具有较高可靠性, 不会因被粉末颗粒卡住而失效, 并可以通过改变振幅、粉末出口高度来调整粉末供给速率。

2.2 双粉末的定制化配比混合

图 2 是两种粉末材料供给的原理图。两个基于振动的粉末供给装置并排相向放置, 两个振动板的正下方有混粉盒, 混粉盒与称重传感器相连, 以实时测量粉末的供给量。当粉末的供给量达到预定值时, 振动器停止工作。两种粉末独立向混粉盒中精确供给, 以获得所需要的比例成分。之后, 如图 3 所示, 混粉盒往复旋转, 混合两种粉末, 并将混合好的粉末材料倾倒在工作平台上。铺粉器再将混合粉末推入成形缸, 使混合粉末在零件的已成形部分之上铺开形成薄层。

假设粉末层厚度为 Δh , 成形缸面积为 S , 粉末层中材料 A 的体积分数为 ε_A , 则粉末 A 和 B 的供给量 m_A 、 m_B 可根据式 (1) 和 (2) 计算得出:

$$m_A = k\rho_A\Delta hS\varepsilon_A \quad (1)$$

$$m_B = k\rho_B\Delta hS(1-\varepsilon_A) \quad (2)$$

式 (1) 和 (2) 中, $k > 1$, 以补偿成形缸外的粉末损失; ρ_A 和 ρ_B 分别为粉末 A 和 B 的松装密度; 若前层的成形仅需要一种材料, 则令 ε_A 等于 0 或 1。

2.3 梳子斜置的铺粉方法

在 EBSM 工艺中, 经常发生聚球现象, 导致沉积表面的凸起。如图 4 所示, 铺粉器需要刮过表面凸起, 导

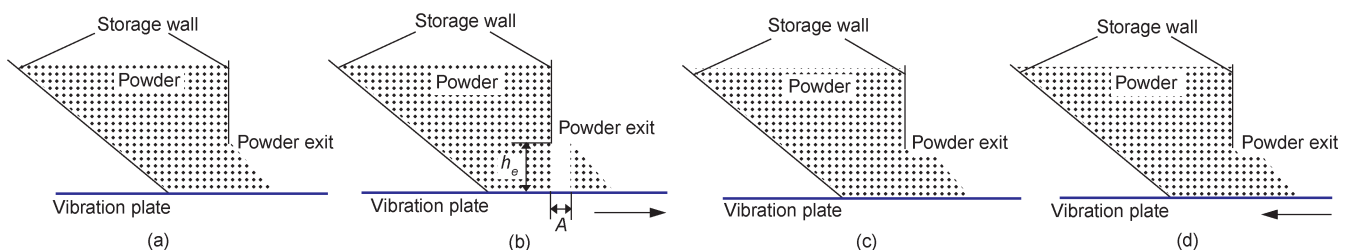


图 1. 粉末供给的原理。(a) 初始状态; (b) 振动板向前运动, 破坏静力平衡; (c) 粉末流出, 重新建立平衡; (d) 振动板返回。

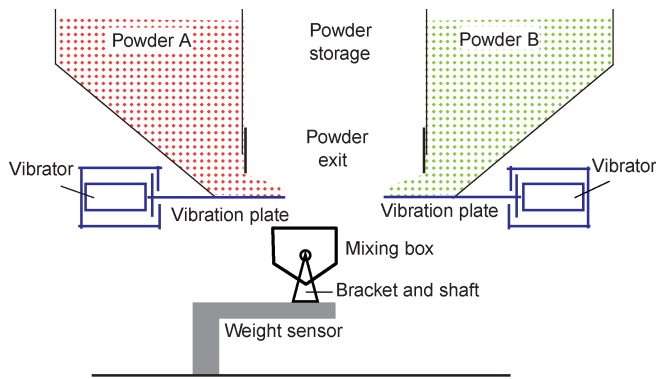


图 2. 两种粉末材料的供给。

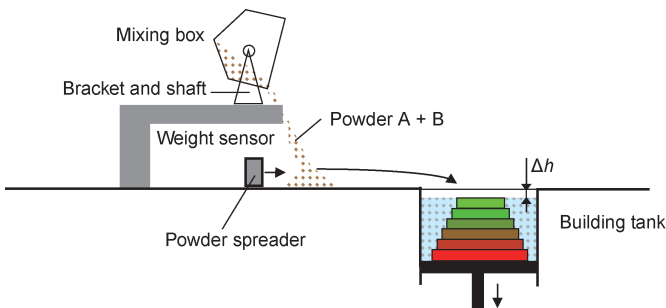


图 3. 两种粉末的混合。

致梳齿弯曲。基于粉床的增材制造技术广泛使用梳子直立的铺粉方法，但梳齿的永久变形甚至折断时有发生。梳齿刮过表面凸起多次后，会发生不可恢复的变形。变形的梳齿将导致该处的粉末层厚度增加，使得粉床表面不平整，导致后续的沉积质量恶化。本研究采用斜置梳子代替直立梳子铺粉，以降低梳齿永久变形或折断的风险。

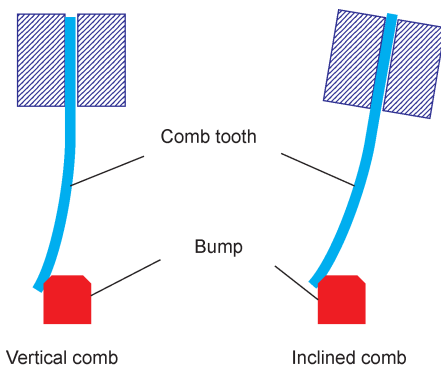


图 4. 直立和斜置的梳子。

利用有限元模型计算了梳齿刮过凸起时的最大 von Mises 应力，并将结果绘于图 5。可见，随着梳子倾斜角度的增加，梳齿上的最大 von Mises 应力显著降低。例如，当凸起高度为 0.3 mm 时，倾斜 25° 的梳齿上的最大 von Mises 应力仅为直立梳齿上的 20%。更低的应力水平将降低梳齿永久变形或折断的风险，从而有效延长梳子的使用寿命。

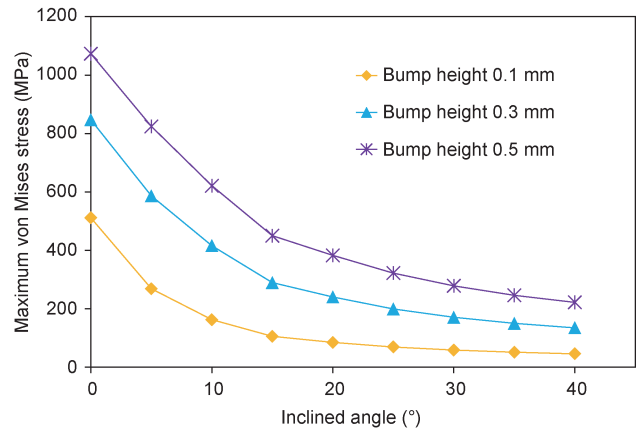


图 5. 梳齿在不同倾斜角下的最大 von Mises 应力。

3 成形实验

本研究使用了两种粉末材料：Ti6Al4V 和 Ti47Al-2Cr2Nb 粉末。两种粉末均为雾化粉末，由中国西北有色金属研究院提供。Ti6Al4V 粉末的粒径分布为 50~260 μm，平均粒径约为 125 μm。其化学成分（质量百分比）为 6.46% Al，4.13% V，剩余为 Ti。Ti47Al2Cr2Nb 粉末的粒径分布为 40~150 μm，化学成分（原子百分比）为 46.51% Al，0.02% Nb，0.02% Cr，剩余为 Ti。Ti6Al4V 在室温下具有优良的强度和塑性，而 Ti47Al2Cr2Nb 在高温下有很好的力学性能，但室温脆性很大。传统成形工艺难以实现塑性的 Ti6Al4V 与脆性的 Ti47Al2Cr2Nb 的结合。

成形实验在自主开发的 EBSM 系统上进行（图 6）。系统最大电子束功率为 3 kW（加速电压为 60 kV，最大束流为 50 mA）。系统应用了上述基于振动的粉末供给、混合方法以及梳子斜置的铺粉方法。系统具有两个可切换的尺寸不同的成形缸，尺寸分别为 100 mm × 100 mm × 100 mm 和 250 mm × 250 mm × 250 mm。本研究采用较小的成形缸制备小型方块试样。

将尺寸为 90 mm × 90 mm × 10 mm 的不锈钢底板置于粉床中。成形前，电子束扫描底板 20 min，束流为 15 mA，电子束散焦电流为 150 mA，扫描线间距为 1 mm，扫描速度为 10 m·s⁻¹。本研究将粉末层厚度设置为 100 μm。铺上一层新的粉末后，工艺包含以下两个步骤：①在熔化粉末前预热粉床；②熔化当前粉末层和上一层的部分材料。成形结束后，等待 4~5 h，使试样留在真空中冷却至室温。

利用线切割将试样沿着成形高度方向垂直切开，并进行镶样、打磨、抛光和腐蚀，腐蚀剂为 Kroll 试剂。利用光学显微镜（OM）、扫描电子显微镜（SEM）、背散

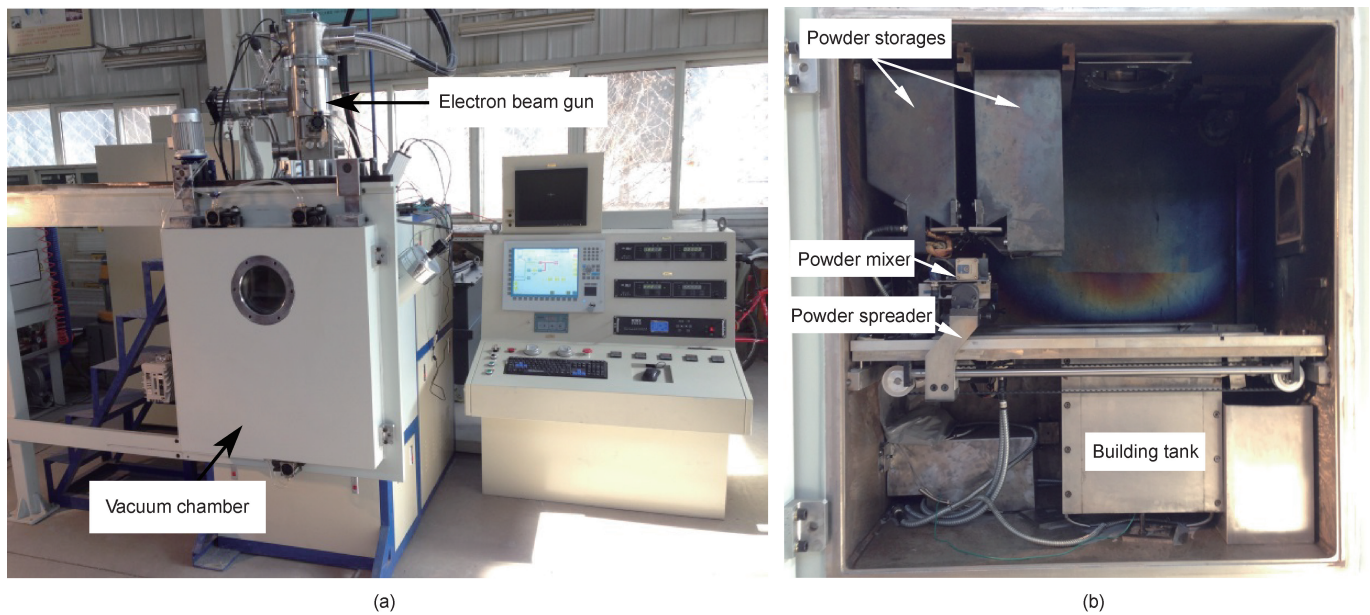


图 6. 双材料 EBSM 系统。(a) 系统一览；(b) 真空室内装置。

射电子(BSE)成像、X射线衍射(XRD)和透射电镜(TEM)研究试样的微观组织。

4 结果与讨论

图 7 是成形的方形 Ti6Al4V 试样。试样的截面尺寸约为 20 mm × 20 mm。另外还成形了 Ti47Al2Cr2Nb 试样和 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度材料试样。本节将对试样的微观组织进行分析描述。

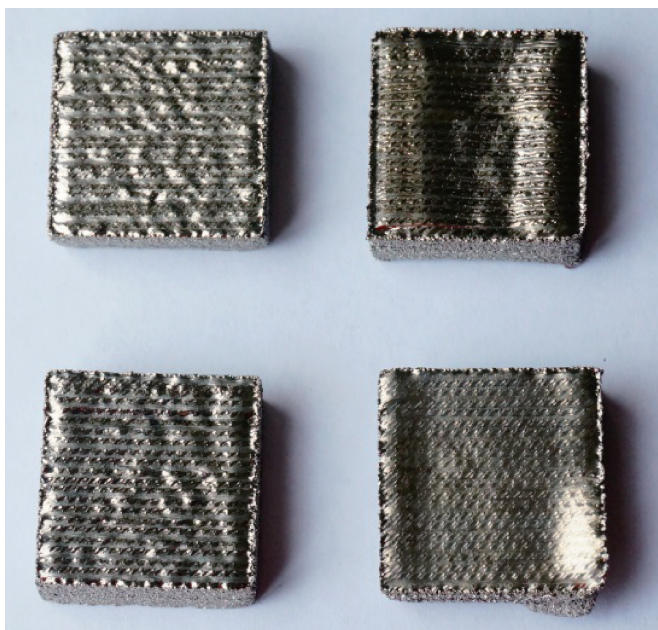


图 7. EBSM 成形的 Ti6Al4V 方形试样。

4.1 Ti6Al4V 的微观组织

图 8 所示为 EBSM 成形的 Ti6Al4V 的微观组织。在

图 8(a) 中，成形试样的宏观组织为外延生长的柱状晶，生长方向沿成形高度方向。原始柱状晶为 β -Ti 晶粒，其内部由魏氏 α 板条和网篮组织构成。在距离试样顶部约 1 mm 的厚度范围内，微观组织如图 8(b) 所示，在截面的其他区域，微观组织为细针状的 α 相（黑色）与晶间的 β 相（白色）所组成的网篮状组织。

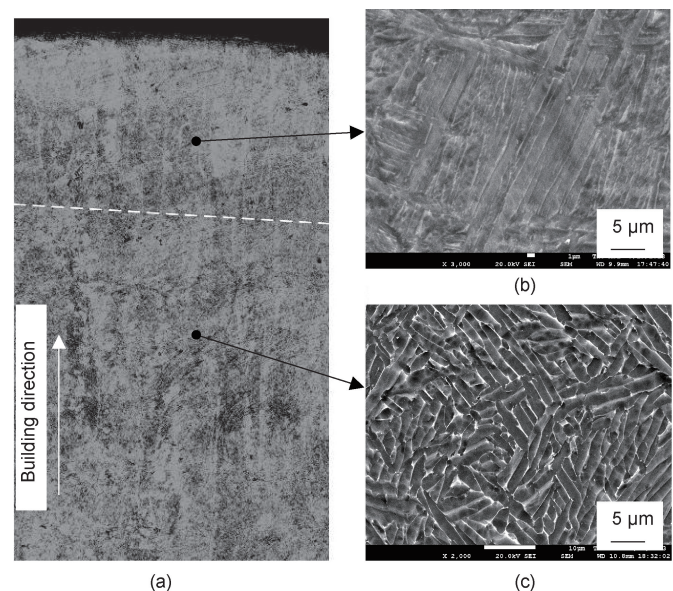


图 8. EBSM 成形的 Ti6Al4V 的微观组织。(a) OM 低倍放大；(b) 靠近顶部的 α' 马氏体的 SEM 图像；(c) 远离顶部的 SEM 图像。

Hrabe 和 Quinn [12] 通过研究发现，EBSM 成形件的微观组织不会随着与底板距离的变化而变化。而本研究发现微观组织会随着成形高度的变化而改变。在距离顶部很小的距离范围内，微观组织为 α' 马氏体，马氏体片层宽度约为 1 μm ；其他区域则为 $\alpha+\beta$ 网篮组织， α

片层发生粗化宽度约为 $2\ \mu\text{m}$ 。这种微观组织的变化证明了 EBSM 工艺中的相变过程：对于给定的一层材料，由于电子束的熔化深度大于层厚，材料将多次由液相转变为 β 相；由于冷却速率很快， β 相析出 α 相的扩散过程来不及进行，以无扩散切变的形式转变为过饱和六方马氏体 α' 相；在后续的形成过程中，材料会被电子束多次加热至相变温度以上，过饱和 α' 马氏体为不稳定相，在热循环的作用下分解为 $\alpha+\beta$ 相，由层片状马氏体转变为网篮组织。图 9 是 Ti6Al4V 的 XRD 图像，证明了试样显微组织主要为 α 相和 β 相。本研究中，试样顶部有 α' 马氏体残留，这主要与真空室的隔热效果有关。成形结束后，试样顶部区域快速冷却，没有足够的时间使 α' 马氏体分解为 α/β 相。

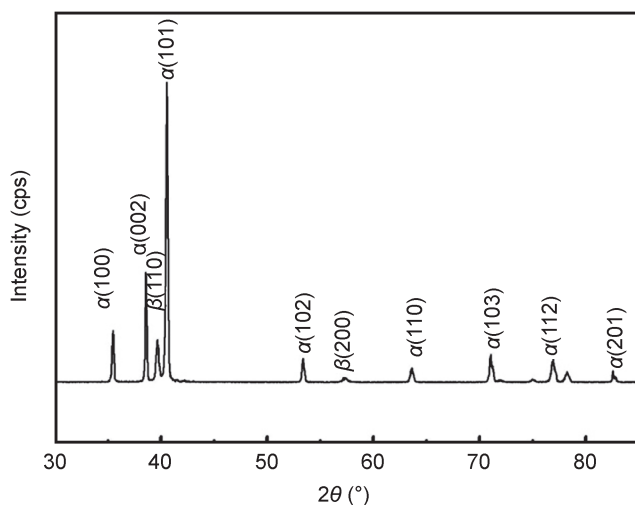
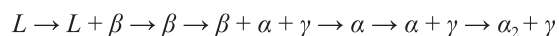


图 9. Ti6Al4V 的 XRD 图像。

4.2 Ti47Al2Cr2Nb 的微观组织

图 10 是 EBSM 成形的 Ti47Al2Cr2Nb 的 BSE 显微图像。在试样的顶部区域可见枝晶结构，可以观察到凝固组织的一次枝晶臂与二次枝晶臂具有垂直的特征，枝晶干上亮白点状相为残余 B_2 相，因此可以判断出试样凝固的初生相为 β 相，根据 TiAl 二元相图可知，其凝固过程为



一次枝晶的方向与试样成形高度方向平行，主要是由于在成形过程中，熔池的热量主要通过基板散失，温度梯度沿成形高度方向最大，形成定向的枝晶，枝晶主轴方向与成形高度方向平行。

图 11 为试样的 XRD 图谱，TiAl 合金试样中包含大量 γ 相，还有少量 α_2 和 B_2 相，与普通全片层 TiAl 合金相比，该组织中含有少量的 B_2 相，主要是由于电子束快速成形冷却速度快，造成残余 B_2 相的存在。从图 12 可以看出

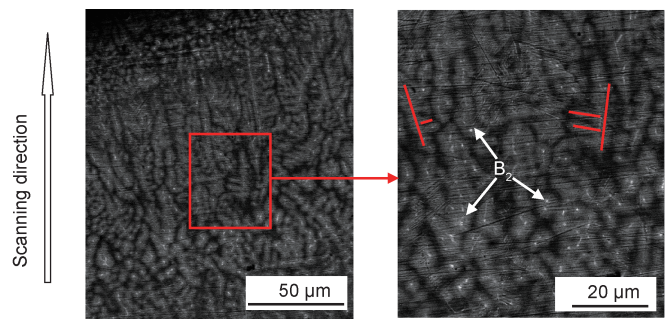


图 10. EBSM 成形 Ti47Al2Cr2Nb 合金的微观组织。

电子束快速成形 TiAl 合金的组织为典型的全片层组织，片层团的尺寸为 $5\sim 20\ \mu\text{m}$ ，与锻造组织相比，片层集束得到细化。TEM 显微组织形貌如图 13 所示，全片层组织中 γ 相片层尺寸约为 $0.5\ \mu\text{m}$ ， α_2 片层尺寸约为 $0.1\ \mu\text{m}$ ，细小的 α_2 相片层与 γ 相片层交替排列。

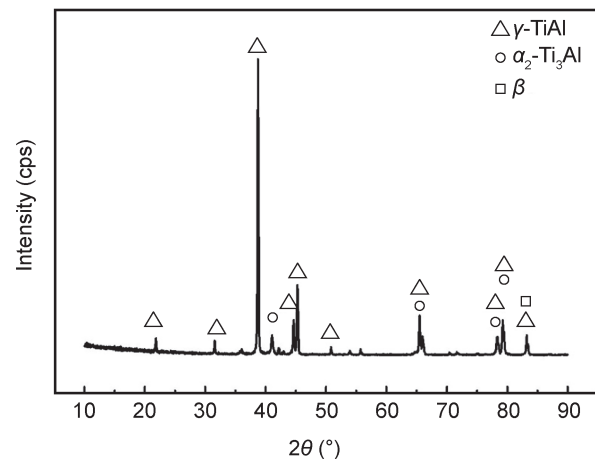


图 11. EBSM 成形 Ti47Al2Cr2Nb 合金 XRD 图谱。

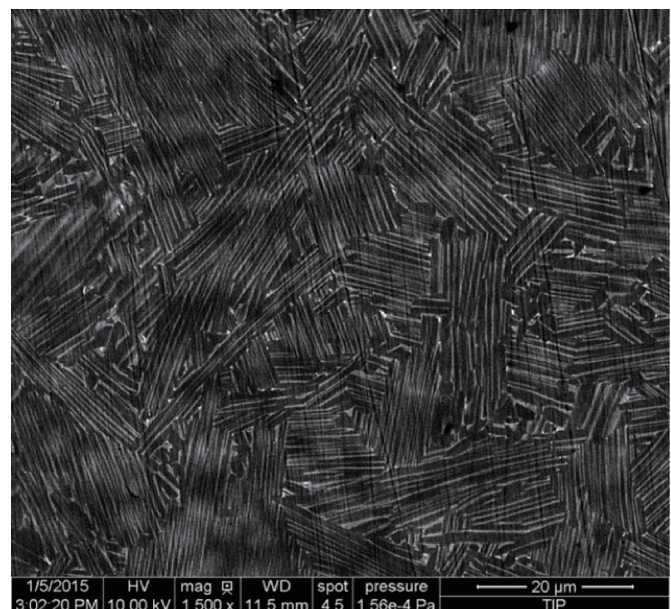


图 12. Ti47Al2Cr2Nb 合金片层组织形貌。

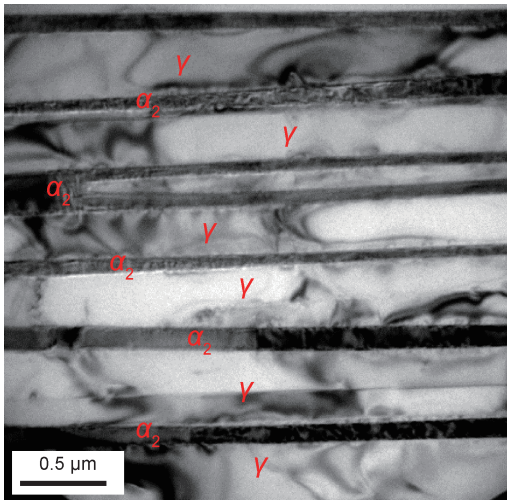


图 13. Ti47Al2Cr2Nb 合金的 TEM 形貌。

4.3 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度结构

利用 EBSM 工艺成功制备了 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度材料。底部 10 层的材料为 Ti47Al2Cr2Nb，之后的 20 层材料为 Ti6Al4V。图 14 是梯度结构垂直截面的宏观照片，在界面处没有裂纹。

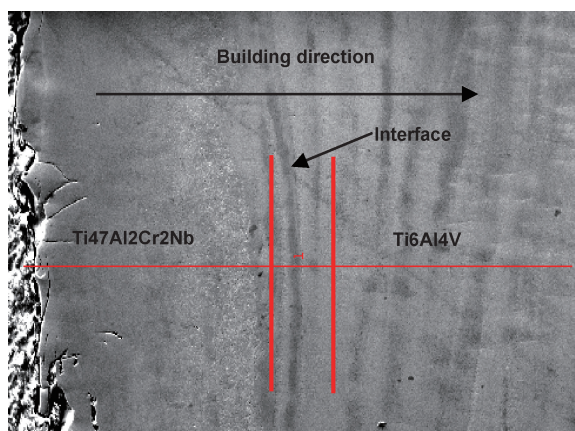


图 14. 梯度结构垂直截面的宏观照片。

利用电子微探针进行线扫描分析，得到试样中材料成分沿着成形高度方向的变化曲线，如图 15 所示。结果显示，界面厚度约为 300 μm 。在界面处，材料成分由

Ti47Al2Cr2Nb 过渡为 Ti6Al4V。材料成分的变化并不是直接阶跃变化，在 Ti 和 Al 元素的含量变化曲线中可见两个波浪，波浪的宽度约为 100 μm ，恰好等于一个粉末层的厚度。这表明，在新的粉末层成形过程中，上一层的材料会被重新熔化，导致相邻层的成分熔合，得到阶梯式的变化曲线。

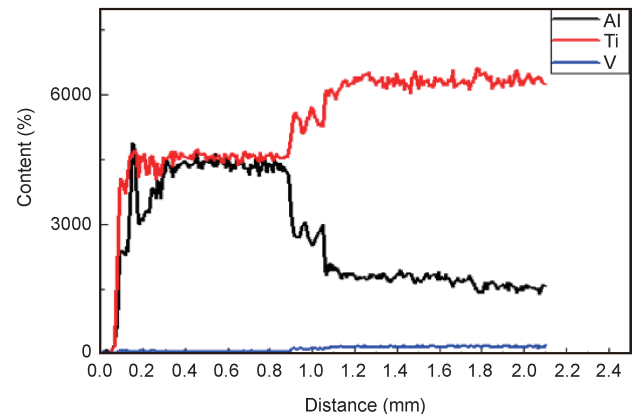


图 15. 试样化学成分沿成形高度方向的变化。

图 16 所示为 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度结构中不同区域的微观组织。结果表明，在 Ti47Al2Cr2Nb 侧，微观组织为 α_2 -Ti₃Al 和 γ -TiAl 组成的全片层状组织。在 Ti6Al4V 侧的大部分区域，微观组织为粗化的网篮组织，其中的 α 相片层厚度约为 2 μm 。而 Ti6Al4V 侧顶部的 5 层范围内，微观组织为细针状 α' 板条马氏体，板条宽度约为 1 μm 。

5 结论

本文提出了一种新的能够使用两种金属粉末成形梯度结构的 EBSM 工艺。提出基于振动的粉末供给方法，实现了两种不同粉末的独立供给和混合。为避免铺粉梳子的屈服和折断，设计了一种小变形的铺粉装置。分别用 Ti6Al4V 和 Ti47Al2Cr2Nb 成形了单材料试样。

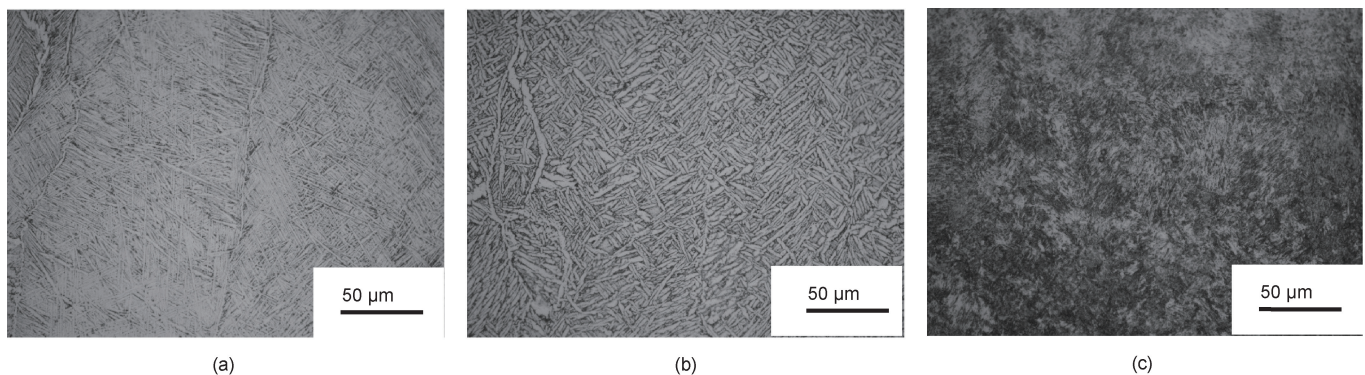


图 16. 梯度材料的微观组织。(a) Ti6Al4V 侧的顶部区域；(b) Ti6Al4V 侧的主要区域；(c) Ti47Al2Cr2Nb 侧。

Ti6Al4V 成形试样的微观组织主要为 α/β 相, 并在距离顶部的小距离范围内发现 α' 马氏体。Ti47Al2Cr2Nb 成形试样的微观组织为 α_2 -Ti₃Al 和 γ -TiAl 组成的全层片状组织。成功制备了 Ti6Al4V/Ti47Al2Cr2Nb 梯度材料。界面厚度约为 300 μm , 界面无裂纹, Ti 和 Al 含量在界面处呈阶梯式变化。

致谢

2013 年北京市科技计划 (D13110400300000, D131100003013002) 为本研究提供了经费支持, 特此致谢。

Compliance with ethics guidelines

Chao Guo, Wenjun Ge, Feng Lin declare that they have no conflict of interest or financial conflicts to disclose.

References

1. Y. N. Yan, H. B. Qi, F. Lin, W. He, H. R. Zhang, R. J. Zhang. Produced three-dimensional metal parts by electron beam selective melting. *Chin. J. Mech. Eng.*, 2007, 43(6): 87–92 (in Chinese)
2. D. Cormier, O. L. A. Harrysson, T. Mahale, H. A. West. Freeform fabrication of titanium aluminide via electron beam melting using prealloyed and blended powders. *Adv. Mater. Sci. Eng.*, 2008, 2007: 6822–6825
3. L. E. Murr, et al. Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *J. Mater. Sci. Technol.*, 2012, 28(1): 1–14
4. L. E. Murr, et al. Microstructures of Rene 142 nickel-based superalloy fabricated by electron beam melting. *Acta Mater.*, 2013, 61(11): 4289–4296
5. S. H. Sun, Y. Koizumi, S. Kurosu, Y. P. Li, H. Matsumoto, A. Chiba. Build direction dependence of microstructure and high-temperature tensile property of Co-Cr-Mo alloy fabricated by electron beam melting. *Acta Mater.*, 2014, 64: 154–168
6. Y. Chen, C. Zeng, M. Yan. Research process of Ti base functional gradient materials. *Mater. Rev.*, 2012, 26(S1): 267–270 (in Chinese)
7. R. Banerjee, D. Bhattacharyya, P. C. Collins, G. B. Viswanathan, H. L. Fraser. Precipitation of grain boundary α in a laser deposited compositionally graded Ti-8Al-xV alloy—An orientation microscopy study. *Acta Mater.*, 2004, 52(2): 377–385
8. H. Sahasrabudhe, R. Harrison, C. Carpenter, A. Bandyopadhyay. Stainless steel to titanium bimetallic structure using LENSTM. *Addit. Manuf.*, 2015, 5: 1–8
9. Y. Liang, X. Tian, Y. Zhu, J. Li, H. Wang. Compositional variation and microstructural evolution in laser additive manufactured Ti/Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V graded structural material. *Mater. Sci. Eng. A*, 2014, 599: 242–246
10. H. P. Qu, P. Li, S. Q. Zhang, A. Li, H. M. Wang. Microstructure and mechanical property of laser melting deposition (LMD) Ti/TiAl structural gradient material. *Mater. Des.*, 2010, 31(1): 574–582
11. Z. H. Liu, D. Q. Zhang, S. L. Sing, C. K. Chua, L. E. Loh. Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy. *Mater. Charact.*, 2014, 94: 116–125
12. N. Hrabe, T. Quinn. Effects of processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy (Ti-6Al-4V) fabricated using electron beam melting (EBM), part 1: Distance from build plate and part size. *Mater. Sci. Eng. A*, 2013, 573: 264–270