

喷嘴结构对气雾化激光熔覆专用合金粉末的影响

Effects of Structure of Nozzle on Gas Atomization for Laser Cladding Alloy Powders

郭士锐^{1,2}, 姚建华^{1,2}, 陈智君^{1,2}, 楼程华^{1,2}, 吴涵锋^{1,2}

(1 浙江工业大学 特种装备制造与先进加工技术教育部重点实验室, 杭州 310014; 2 浙江工业大学 激光加工技术工程研究中心, 杭州 310014)

GUO Shi-rui^{1,2}, YAO Jian-hua^{1,2}, CHEN Zhi-jun^{1,2}, LOU Cheng-hua^{1,2}, WU Han-feng^{1,2}

(1 Key Laboratory of Special Purpose Equipment and Advanced Manufacturing Technology (Ministry of Education), Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China; 2 Research Center of Laser Processing Technology and Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014, China)

摘要: 针对气雾化制备激光熔覆专用粉末的问题, 调整粉末材料配比, 采用改进后的超音速气雾化喷嘴, 对比原喷嘴进行气雾化制取激光熔覆专用镍基合金粉末的实验。结果表明, 喷嘴是影响雾化粉末的重要因素。随着喷嘴结构的改进, 粉末的平均粒度 d_m 越小、体积四次矩平均径 d_{V_m} 和 Sauter 平均直径 d_{V_s} 越小, 即颗粒越细。与此同时, 粉末的流动性更好, 松装比更大, 粉末的有效雾化率高, 符合激光熔覆的要求。

关键词: 激光熔覆; 气雾化; 镍基粉末; 喷嘴; 粒径

doi: 10.3969/j.issn.1001-4381.2013.07.010

中图分类号: TG156.99; TF801.3 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2013)07-0050-04

Abstract: Focus on the question of producing specific powers for laser cladding by gas atomization, adjusted the ratio of powder material, compared to the original nozzle, the atomization experiments were carried on to produce nickel-based powder of laser cladding by improved supersonic nozzle. The results show that the gas-atomizing nozzle is an important factor in the process of gas atomization. With the improvement of structure of nozzle, the particle mean diameters, volume mean diameters and Sauter mean diameters decrease. In other words, the particle size decreases. Meanwhile, the powders have better fluidity, larger apparent density and efficient atomization efficiency, which meet the requirements of laser cladding.

Key words: laser cladding; gas atomization; nickel-based powder; nozzle; particle size

激光熔覆技术可以显著提高金属材料的表面耐磨、耐蚀、耐高温、抗氧化等性能。它是一种经济效益较高的表面改性技术, 可以大幅度降低材料成本, 并节约贵重稀有金属材料, 具有非常广阔的工程应用前景^[1-6]。激光熔覆是一个复杂的物理、化学冶金过程, 是一种对裂纹敏感的工艺, 在考察各因素对激光熔覆层裂纹敏感性的影响时, 发现熔覆材料的影响排在首位^[7]。激光熔覆材料所用的粉末体系一直都是沿用热喷涂粉末, 热喷涂合金由于元素含量等问题, 由于在激光熔覆时激光熔池寿命短, 低熔点的硼硅酸盐往往来

不及浮到熔池表面而残留在涂层内, 在冷却过程中形成液态薄膜, 加剧涂层的开裂, 所以说热喷涂粉末用于激光熔覆是不科学的^[7-10]。

气体雾化技术是生产合金粉末的主要方法。雾化粉末具有球形度高、粉末粒度可控、氧含量低以及适应生产多种金属合金粉末的优点, 已成为特种合金粉末制备技术的主要发展方向^[11]。但是气雾化制取适于激光熔覆专用粉末的粒径范围等参数的研究却很少有人涉及过。因此本工作选用实验室粉末配比体系, 利用气雾化制取激光熔覆粉末, 研究喷嘴结构对粉末粒

径范围的影响,目的是制备有合适的粒度、球形度高与流动性好、松装比大的激光熔覆专用粉末。

1 实验

1.1 实验设备

分别在实验室原有喷嘴与自行改进设计的超音速限制式雾化喷嘴和雾化装置上,采用垂直向下喷粉的方法制备镍基合金粉末。本实验原喷嘴及改进后的喷嘴结构如图 1 所示,它们的主要区别为原喷

嘴是自由落体式喷嘴,喷嘴中无导液管,喷嘴雾化角度为 46°。改进后喷嘴为限制式超音速喷嘴,采用 Laval 型出口,缝隙为 0.5mm,超音速雾化气体从环缝处喷出。另外改进后的喷嘴加入了陶瓷导液管(导液管末端直径 6mm)和辅助风孔(通孔直径 0.5mm),气体可通过通孔向下流动,维持喷嘴出口附近气压平衡,减少紊流作用,使超音速喷嘴的增压和吸动现象导致雾化不充分的问题得到解决。改进后喷嘴雾化角度为 44°,解决了原有喷嘴在制粉中由于高压压堵嘴的问题。

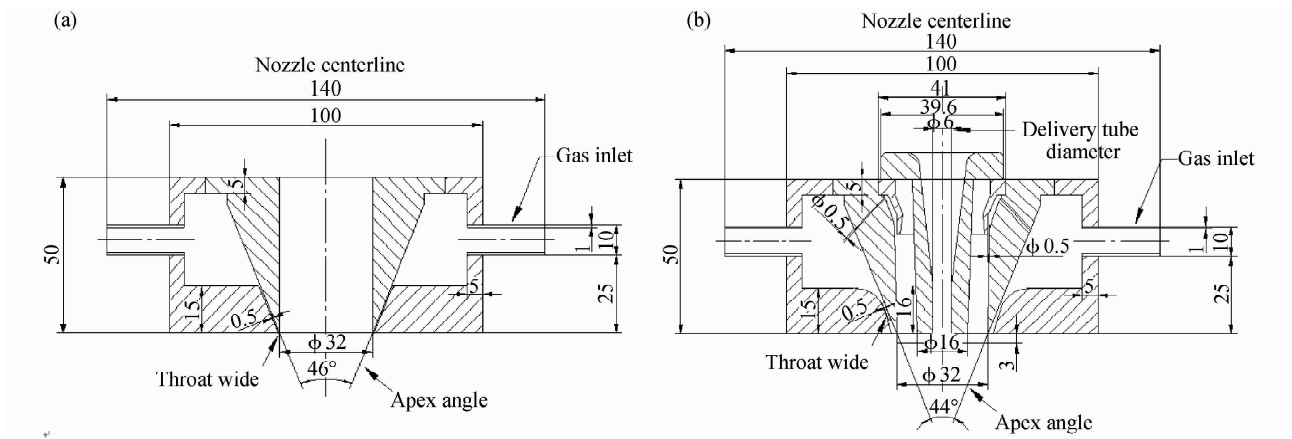


图 1 雾化喷嘴示意图 (a)原雾化喷嘴;(b)改进后的喷嘴
Fig. 1 Schematic of atomizing nozzle (a)original nozzle;(b)developed nozzle

1.2 实验材料

自开展激光熔覆技术研究以来,最先选用的熔覆材料就是铁基、钴基和镍基自熔性合金粉末。镍基自熔性合金粉末以其良好的润湿性、耐蚀性、高温自润滑作用和适中的价格在激光熔覆材料中研究最多、应用最广^[12]。因此,本实验选取镍基自熔性合金材料作为气雾化制备激光熔覆专用粉末的首选材料。

由于激光熔覆材料的粉末体系沿用热喷涂粉末是不科学的,现有的解决办法之一是在通用的热喷涂粉末基础上调整成分,在保证使用性能的要求下,尽量降低 B、Si、C 的含量,减少熔覆层及基材表面过渡层中产生裂纹的可能性^[8]。鉴于此,本实验将使用自行研制的镍基自熔性合金材料的配比,用于气雾化制取激光熔覆专用粉末。其材料成分如表 1 所示。

1.3 雾化实验

为了研究喷嘴参数对雾化粉末的影响,在工艺参数一定的条件下,分别用原有喷嘴与改进后的喷嘴进行气雾化实验。首先称取经过配比且质量一定的镍基合金,配成炉料放入中频感应炉中,电炉的温度用热电偶测量,经过 2h 的熔化升温,当合金完全熔融且恒定在过热度 150℃,雾化压力稳定在 7MPa 时,进行气雾化实验。实验采用氮气雾化法制备粉末。微观观察主要是通过 JSM-5610 型扫描电镜来观察粉末的表面光滑度、球形度。用霍尔流量计与松装密度仪分别测量粉末的流动性与松装比。

2 结果与讨论

2.1 喷嘴结构对粉末粒度的影响

将各喷嘴所生产的 1kg 镍基粉末分别利用 50、100、140、320、500 目系列标准筛对雾化粉末进行筛分,得出筛分结果,如图 2 所示。图 2 是质量频率-颗粒直径曲线,其中横轴为颗粒直径,纵轴为任意尺寸范围单位尺寸的质量百分率,也即

表 1 合金材料化学成分(质量分数/%)

Table 1 Chemical composition of alloy material
(mass fraction/%)

C	Mn	B	W	Fe	Cr	Ni
0.5	0.5	1.2	3.5	9	16	Bal

$$m(D_j) = \frac{M_j}{\Delta D_j M} \tag{1}$$

式中： D_j 为此尺寸范围粉末的平均直径； M_j 为此尺寸范围粉末的质量； ΔD_j 为粒径最大值与最小值的差值； M 为粉末的总质量。图 3 所示是镍基合金粉末筛下累积百分数对粉末粒径对数的圆滑曲线，其中横轴为对数坐标，纵轴为概率坐标。

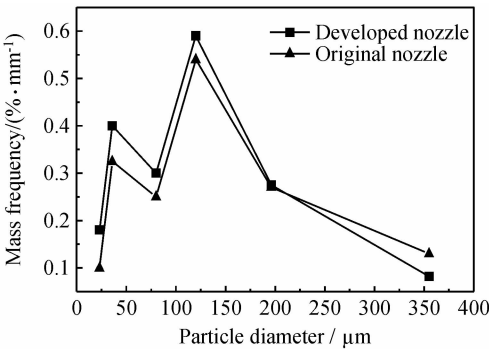


图 2 不同喷嘴下镍基粉末的频率曲线
Fig. 2 Frequency curves for nickel-based powder by different nozzle

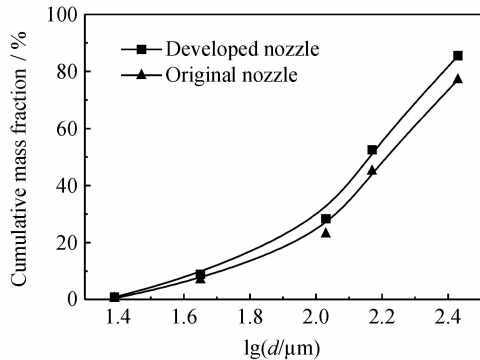


图 3 不同喷嘴筛下累积百分率对粒径的曲线
Fig. 3 Cumulative mass fraction under sieve vs nickel-based powder diameters by different nozzle

在图 2 中，都出现两条具有 2 个峰的曲线，符合气雾化制取粉末两次破碎的机理。从图 2 容易看出改进后喷嘴制得的粉末频率峰值大于原喷嘴制得的粉末频率，说明改进后喷嘴的两次破碎的雾化效率都明显大于原喷嘴。同时在粉末颗粒直径小于 200 μm 时，改进后喷嘴在相同颗粒下对应质量分数也大于原喷嘴，说明改进后的喷嘴所制得的粉末更细。从图 3 可以看出，粉末颗粒粒度的分布基本上呈直线。这说明颗粒粒度的分布服从对数正态分布规律，同气雾法制备粉末的一般规律相符合^[13]。同时，由图 3 易看出，当喷嘴结构改变后，相同筛下累积百分数所对应的颗粒直径依次增大，这表明随着雾化喷嘴结构的改变，镍基合

金粉末粒径依次减小。

用平均粒度大小即中位径 d_m ，体积四次矩平均径 d_{V_m} 和 Sauter 平均直径 d_{V_s} 来表示颗粒的粗细。中位径 d_m 是筛下累积质量分数为 50% 相对应的颗粒直径， d_{V_m} 和 d_{V_s} 的值可通过公式计算，公式中对粉末中的粗颗粒比较敏感为 d_{V_m} ， d_{V_s} 为表面积体积平均径，对粉末的细颗粒比较敏感，对粉末作一个全面的评估可采用这两个参数 d_{V_m} 和 d_{V_s} ^[14]， w 为粉末的质量， d 为筛取粉末各粒度范围的平均直径。其表达式为：

$$d_{V_m} = \frac{\sum (nd^4)}{\sum (nd^3)} = \frac{\sum (wd)}{\sum w} = \frac{\sum (wd)}{1000} \tag{2}$$

$$d_{V_s} = \frac{\sum (nd^3)}{\sum (nd^2)} = \frac{\sum w}{\sum (w/d)} = \frac{1000}{\sum (w/d)} \tag{3}$$

原喷嘴与改进后喷嘴所制得的粉末的结果分别列于表 2 中，从表 2 明显看出，随着喷嘴结构的改进， d_{V_m} ， d_{V_s} 和 d_m 的值均减小，即镍基合金粉末颗粒越细。

通过对比相同工艺参数下，不同喷嘴所制的粉末发现，改进后的喷嘴在激光熔覆适用粉末粒度范围内（-140~+320 目）^[15] 的粉末收得率提高，其原因是熔体在限制式喷嘴流出前通过导液管，而受气流紊流的影响较少，并且流出后与气体碰撞的距离缩短，熔体流出导液管就被气体冲击雾化，大大降低了气体的能量损耗，因此气体的能量转换效率得到提高，熔融的金属也越容易破碎。

表 2 不同喷嘴下镍基粉末颗粒尺寸

Table 2 Particle size of nickel-based powders by different nozzle

Nozzle	$d_{V_m}/\mu\text{m}$	$d_{V_s}/\mu\text{m}$	$d_m/\mu\text{m}$
Original nozzle	179.21	122.25	158.46
Developed nozzle	162.00	108.93	143.75

2.2 粉末微观分析

分别选取原有喷嘴与和改进后的喷嘴所制取的 -140~+320 目镍基粉末在扫描电镜下放大 200 倍，由图 4(a) 可以看出喷嘴在改进之前，粉末只是近球形，有异形粉末的出现，但是在喷嘴改进之后，如图 4(b) 所示，粉末几乎全呈规则的球形。其原因是改进后的喷嘴雾化过程更稳定，雾化介质进入雾化器集流腔，然后绕集流腔壁高速旋转，在喷嘴出口处通过 Laval 喷嘴，雾化介质的速度超过音速，压力大大降低，形成负压，熔化炉内的液态金属通过导液管被吸入雾化室，与高速气流撞击而被粉碎成小液滴。同时，超音速流动的气体产生的激波，对吸入的液态金属流也有粉碎作用，从而产生的粉末球形度比较高，由于喷嘴内部增加

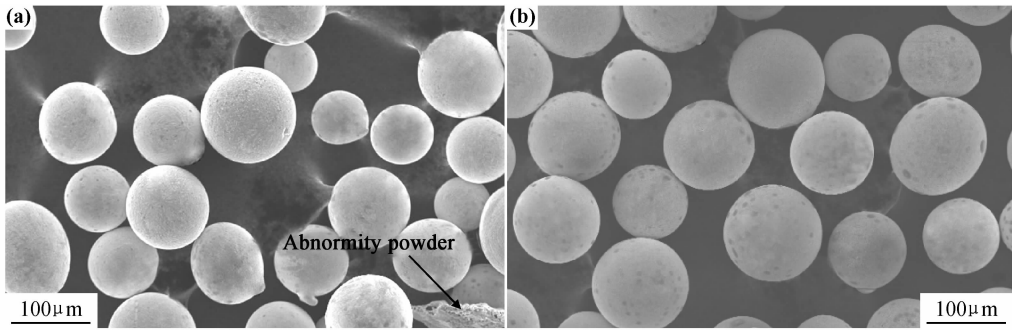


图4 镍基粉末形貌 (a)原喷嘴所制粉末;(b)改进喷嘴所制粉末
Fig. 4 Morphology of nickel-base powder (a)original nozzle;(b)developed nozzle

导液管,气体作用在熔体上的能量更多,加强了雾化气流和金属液流的动力交互作用,使得雾化效果更好,从而粉末的形状更均匀、更规则。

2.3 流动性及松装比

用霍尔流量计来分别测量 5 次 50g—140~+320 目的原喷嘴和改进后喷嘴所制粉末全部流失所需的时间,取平均值。另用松装密度仪分别测量每个参数下制得粉末的松装比 5 次,取平均值。测试结果如表 3 所示。

表 3 不同喷嘴下的粉末测定

Table 3 The determination of powder by different nozzle

Nozzle	Flowability/ (g · s ⁻¹)	Apparent density/ (g · cm ⁻³)
Original nozzle	24.3	3.91
Developed nozzle	17.2	4.25

激光熔覆合金粉末要求流动性好,松装比大。从表 3 中可以看出,随着喷嘴结构的改进,粉末有更好的流动性,松装比也更大。

3 结论

(1)喷嘴结构是影响雾化粉末的重要因素。雾化喷嘴结构的改进,粉末的粒度分布有较大的变化,适合激光熔覆粒度分布内的粉末收得率增大,即雾化效率提高。

(2)通过喷嘴结构的改进,所制得的适于激光熔覆粉末具有球形度高、流动性好和松装比大等优点,满足激光熔覆专用粉末的要求。

参考文献

[1] 徐滨士,刘世参.表面工程新技术[M].北京:国防工业出版社,2002.208—212.
[2] 程广萍,何宜柱.激光熔覆镍基合金与铝反应合成 Ni-Al 金属间化合物覆层的研究[J].材料工程,2010,(3):29—33.
CHENG Guang-ping, HE Yi-zhu. Ni-Al intermetallic coatings

prepared by laser-cladding synthesize with Ni-based alloy and Al [J]. Journal of Materials Engineering, 2010,(3):29—33.
[3] MANNA I,MAJUMDAR J D,CHANDRA B R, et al. Laser surface cladding of Fe-B-C, Fe-BC-Si-Al-C on plain carbon steel[J]. Surface and Coatings Technology, 2006,201(12):434—440.
[4] YAO Jian-hua, KOVALENKO V, ZHANG Qun-li, et al. Modeling of laser cladding with diode laser robotized system[J]. Surface Engineering and Applied Electrochemistry,2010,46(3):266—270.
[5] PARTES. Analytical model of the catchment efficiency in high speed laser cladding[J]. Surface and Coatings Technology, 2009, 204(10):366—371.
[6] LI Qiang,ZHANG Da-wei,LEI Ting-quan, et al. Comparison of laser-clad and furnace-melted Ni-based alloy microstructures[J]. Surface and Coatings Technology, 2001,137(3):122—135.
[7] 李春彦,张松,康煜平,等.综述激光熔覆材料的若干问题[J].激光杂志,2002,23(3):5—9.
LI Chun-yan, ZHANG Song, KANG Yu-ping, et al. Comment on material system for laser cladding[J]. Laser Journal, 2002, 23(3): 5—9.
[8] 董世运,马运哲,徐滨士,等.激光熔覆材料研究现状[J].材料导报,2006,20(6):5—9.
DONG Shi-yun, MA Yun-zhe, XU Bin-shi, et al. Current status of material for laser cladding[J]. Materials Review, 2006,20(6): 5—9.
[9] 赵栋.镍基合金激光熔覆技术若干问题研究[D].郑州:郑州大学,2003.
[10] 吴健.影响激光熔覆层品质的主要因素分析[J].机械制造及自动化,2004,33(4):52—56.
WU Jian. The analysis of main factors affecting the quality of laser cladding layer and the optimizing measures [J]. Machine Building & Automation, 2004, 33(4): 52—56.
[11] DOWSON A G. Atomization dominates powder production[J]. Metal Powder Report,1999, 54(1):15—17.
[12] 姜德元,贺春林,陈江,等.激光熔覆镍、钴基涂层性能比较研究[J].热加工工艺,2009,38(4):52—54.
LOU De-yuan, HE Chun-lin, CHEN Jiang, et al. Study on performance of three nickel/cobalt coatings by laser cladding[J]. Hot Working Technology, 2009, 38(4): 52—54.

- behavior[J]. *Materials Protection*, 2008, 41(11): 1—4.
- [4] 魏云鹤, 主沉浮, 于萍, 等. 暂态线性极化技术研究 Galfan 与 Galvalume 的耐蚀性能 [J]. *材料工程*, 2003, (7): 17—19.
WEI Y H, ZHU C F, YU P, et al. Study on the corrosion-resistance of Zinc, Galfan and Galvalume coating with transient linear galvanostatic polarization method[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2003, (7): 17—19.
- [5] SCHÜRZ S, LUCKENEDER G H, FLEISCHANDERL M. Chemistry of corrosion products on Zn-Al-Mg alloy coated steel [J]. *Corrosion Science*, 2010, 52: 3271—3279.
- [6] KOMATSU A, TSUJIMURA T, WATANABE K, et al. Hot-dip Zn-Al-Mg coated steel sheet excellent in corrosion resistance and surface appearance and process for the production thereof[P]. USA Patent: US6235410B1, 1999.
- [7] MORIMOTO Y, HONDA K, NISHIMURA K, et al. Excellent corrosion-resistant Zn-Al-Mg-Si alloy hot-dip galvanized steel sheet Super Dyma[J]. *Nippon Steel Tech*, 2006, 87: 24—26.
- [8] TANO K, HIGUCHI S. Development and properties of zinc-aluminum alloy coated steel sheet with high corrosion resistance(Super Zinc)[J]. *Nippon Steel Tech*, 1985, 25: 29—37.
- [9] SHINDO H, NISHIMURA K, OKADO T, et al. Developments and properties of Zn-Mg galvanized steel sheet “Dymazine” having excellent corrosion resistance[J]. *Nippon Steel Tech*, 1999, 79: 63—67.
- [10] 孔纲, 刘仁彬, 车淳山, 等. 锌浴温度对 0.49%Si 活性钢热浸镀锌层组织的影响[J]. *材料工程*, 2010, (1): 81—86.
KONG G, LIU R B, CHE C S, et al. Effects of zinc bath temperature on microstructure of hot dip galvanized 0.49%Si reactive steel[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2010, (1): 81—86.
- [11] DUTTA M, HALDER A K, SINGH S B Morphology and properties of hot dip Zn-Mg and Zn-Mg-Al alloy coatings on steel sheet[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2010, 205(7): 2578—2584.
- [12] SUGIMARU S, TANKA S. Zinc alloy coated steel wire with high corrosion resistance[J]. *Nippon Steel Technical Report*, 2007, 96(7): 34—38.
- [13] BRUYCKER E D. Zn-Al-Mg alloy coatings: thermodynamic analysis and microstructure-related properties[D]. Belgium: Gent University, 2005.
- [14] SCHUERZ S, FLEISCHANDERL M, LUCKENEDER G H. Corrosion behavior of Zn-Al-Mg coated steel sheet in sodium chloride-containing environment[J]. *Corrosion Science*, 2009, 51: 2355—2363.
- [15] MORIMOTOE Y, MCDEVITT, MESHLL M. Characterization of the Fe-Al inhibition layer formed in the initial stages of Hot dipped galvannealing[J]. *ISIJ International*, 1997, 37(9): 906—913.
- [16] 庞建超, 马瑞娜, 温鸣, 等. 钢丝单镀 Galfan 合金耐蚀性能研究 [J]. *河北工业大学学报*, 2006, 35(1): 78—80.
PANG J C, MA R N, WEN M, et al. Study on the anticorrosion of Galfan alloy coating with one-step hot-dipping on steel wire [J]. *Journal of Hebei University of Technology*, 2006, 35(1): 78—80.
- [17] 宋人英, 王兴杰, 唐宝骥, 等. RE 对锌基合金镀层耐腐蚀性能的影响[J]. *中国稀土学报*, 1991, (4): 315—318.
- [18] TIM E, PAPADIMITRIOU G. Cracking mechanisms in high temperature hot-dip galvanized coatings[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2001, 145(12): 176—178.
- [19] MANDAL G K, BALASUBRAMANIAM R, MEHROTRA S P. Theoretical investigation of the interfacial reaction during hot-dip galvanizing of steel[J]. *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*, 2009, 40A: 637—645.
- [20] HEN L, FOURMENTIN R, MCDERMID J R. Morphology and kinetics of interfacial layer formation during continuous hot-dip galvanizing and galvannealing[J]. *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*, 2008, 39A: 2128—2142.
- [21] TANG N-Y, ADAMS G R. The Physical Metallurgy of Zinc Coated Steel[C]//Warrendale PA: TMS, 1994. 41—45.
- [22] 苏旭平, 李智, 尹付成, 等. 热浸镀中硅反应性研究[J]. *金属学报*, 2008, 44(6): 718—722.
SU X P, LI Z, YIN F C, et al. A study of the silicon reactivity in galvanizing[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2008, 44(6): 718—722.
- 基金项目:**国家自然科学基金(51271041, 50971110, 51201023);
收稿日期:2012-04-03; **修订日期:**2012-06-26
作者简介:童晨(1986—), 男, 硕士研究生, 主要从事材料热力学及材料表面改性研究, E-mail: myfc623@gmail.com
通讯作者:苏旭平(1961—), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事材料热力学及材料表面改性研究, 联系地址: 江苏省常州市常州大学材料科学与工程学院(213164), E-mail: sxping@cczu.edu.cn
- *****
- (上接第 53 页)
- [13] UNAL A. Production of rapidly solidified aluminum alloy powders by gas atomization and their applications [J]. *Powder Metallurgy*, 1990, 33(1): 53—54.
- [14] UNAL A. Gas atomization of fine zinc powders[J]. *The International Journal of Powder Metallurgy*, 1990, 26(1): 11—21.
- [15] 唐英, 杨杰. 激光熔覆镍基粉末涂层的研究[J]. *热加工工艺*, 2004, 33(2): 16—22.
TANG Ying, YANG Jie. Study on laser cladding Ni-based alloy power of coating[J]. *Hot Working Technology*, 2004, 33(2): 16—22.
- 基金项目:**国家国际科技合作项目(2011DFR1030); 浙江省公益技术应用研究国际科技合作项目(2011C24006)
收稿日期:2012-05-02; **修订日期:**2012-09-25
作者简介:郭士锐(1986—), 男, 博士研究生, 主要从事激光加工技术研究, E-mail: j10312@163.com
通讯作者:姚建华(1965—), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事激光加工技术研究, 联系地址: 浙江省杭州市潮王路 18 号浙江工业大学激光加工技术工程研究中心(310014), E-mail: laser@zjut.edu.cn