

激光功率对选区激光熔化 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ 缺陷与力学性能分析

张凤明,程崇旗,范立成,刘庆壮,许路佳
(苏州大学 机电工程学院,江苏 苏州 215137)

摘要:利用选区激光熔化技术对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ 陶瓷粉末进行 3D 打印试验研究,分析在不同激光功率条件下的缺陷与力学性能。试验结果表明:激光功率对打印过后陶瓷样品缺陷的生成有重要影响。在一定条件下随着激光功率的增加,气孔、裂纹等缺陷减少,并在激光功率为 300 W 时表现最好,且此时显微维氏硬度最大值约为 17.5 GPa。

关键词:激光功率;选区激光熔化;氧化铝;氧化锆

中图分类号:TB303 **文献标志码:**B **文章编号:**1671-5276(2023)03-0033-04

Analysis of Defects and Mechanical Properties of Laser Power on $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ by SLM

ZHANG Fengming, CHENG Chongqi, FAN Licheng, LIU Qingzhuang, XU Lujia

(School of Mechanical and Electric Engineering, Soochow University, Suzhou 215137, China)

Abstract: Selective laser melting technique was applied to carry out 3D printing test of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ ceramic powder, and the defects under different laser power conditions were analyzed. The experimental results show that laser power has a significant impact on the generation of the defects of printed ceramic samples. Under certain conditions, as the laser power increases, the defects such as pores, and cracks reduce, and at 300 W, the laser power displays its best performance with the maximum microscopic hardness around 17.5 GPa.

Keywords: laser power; selective laser melting; alumina; zirconia

0 引言

从工业革命至今,传统的零件制造方式主要是使用各种机床对型材进行去除加工,而这种方式随着生产力的不断发展和新型制造方式的产生而优势渐无,3D 打印技术作为一种新型的材料成型方式催化了这种变革^[1]。氧化铝具有良好的耐磨性、抗腐蚀性、生物惰性、高硬度、低密度等物理性能以及高温下(甚至接近熔点)的显微稳定性,以氧化铝为基体制备的零部件具有优秀的力学性能,因此利用 3D 打印技术制备氧化铝/氧化锆($\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$)共晶陶瓷吸引了众多科研工作者的关注^[2]。流程一般先由计算机辅助建模(CAD)软件建立三维实体模型,用有限元分析软件分析其结构可行性,再由算法生成轨迹,通过 3D 打印平台打印^[3]。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ 共晶陶瓷材料的高熔点使传统熔化粉粒粘合在一起的方法行不通,故使用选区激光熔化技术(SLM)^[4],而且不需要黏合剂,完全依靠熔化粉末形成零部件并获得致密的显微结构^[5-7]。目前对金属 SLM 技术的研究较为成熟,但陶瓷 SLM 技术相对来说处于起步阶段^[8]。

在打印的过程中,每用激光熔化陶瓷粉末打印一层厚度后,再通过铺粉机构铺设下一层粉末。许多研究者研究 Al_2O_3 与 ZrO_2 比例为 58.5 wt% : 41.5 wt% 时共晶组织分布更多,且具有较好的力学性能^[9]。在 ZrO_2 中掺入氧化钇(Y_2O_3)对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ 共晶陶瓷的韧性和强度都有明

显的提高^[10],大连理工大学的研究者^[11]用不同摩尔百分比的 Y_2O_3 实验后发现,当 Y_2O_3 含量为 3 mol% 时综合力学性能最优。LI C 等^[12]发现打印层间方向交错有利于残余应力均匀分布,减少零件变形。因受激光功率、打印速度、打印方式、材料的成分比例等因素影响,打印的产品会产生一些缺陷,如翘曲、裂纹、气孔等。这些缺陷会直接影响产品的质量。南京理工大学的研究者^[13]发现在打印过程中激光功率和打印速度是众多影响打印效果的两个重要因素,而激光功率直接影响粉末表面所吸收的能量,显得更为重要。CHEN Q 等^[4]基于比尔-朗伯定律利用有限元分析方法建立考虑材料吸收的体积热源模型,模拟出热力学数据库,有助于研究裂纹形成机理。

在国内外现有研究基础上,本次试验使用 SLM 技术打印 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ 共晶陶瓷,主要研究在打印方式和材料成分比例一定的条件下,保持其他工艺参数不变,通过改变激光功率,观察打印产品形成的缺陷。对比改变条件后缺陷的差异,分析缺陷形成的原因。深入了解缺陷,有利于后续改进工艺,进而提高产品质量。

1 试验材料、设备与方法

1.1 试验材料

本次试验使用平均粒径均为 $30\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 、 $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$,纯度均为 99.9%。粉末混合后 Al_2O_3 与

$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ 的质量百分比为 58.5 wt% : 41.5 wt%, 其中 Y_2O_3 在 ZrO_2 中所占摩尔百分比为 3 mol%。因 Y_2O_3 近乎不溶于 Al_2O_3 相中, 故 Y_2O_3 主要出现在固化后的 ZrO_2 固溶体相中^[14-15]。

1.2 试验设备

打印设备: 选用瑞通品牌, 型号为 LWS-300F 光纤激光器, 并由本实验室自行搭建的打印平台, 激光波长 1.064 μm , 输出功率可达 300 W。

扫描电子显微镜 (SEM): 日立品牌, 型号为 S-4700。

电子天平: 凯丰品牌, 型号为 KFS-C, 精度 0.1 g。

金相磨抛机: 三思永恒品牌, 型号为 MP-1。

搅拌器: 金坛大地品牌, 型号为 DJ1C-40W。

显微维氏硬度计: 欧波同品牌, 型号为 Cratos W50。

1.3 试验方法

在做试验之前先将 Al_2O_3 与 $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ 用搅拌器以 $1\ 000\ \text{r} \cdot \text{min}^{-1}$ 的转速搅拌 6 h, 使组分材料充分混合。打印方式采用蛇形层间交错, 即打印时激光连续并在打印完一层后旋转 90° 再打印下一层, 如图 1 所示。控制打印速度为 $2.0\ \text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$, 层厚为 $50\ \mu\text{m}$, 激光光斑约为 $60\ \mu\text{m}$, 打印间隔为 $50\ \mu\text{m}$, 打印 50 层, 最终成形样品的理想尺寸为 $6.0\ \text{mm} \times 6.0\ \text{mm} \times 2.5\ \text{mm}$ 。

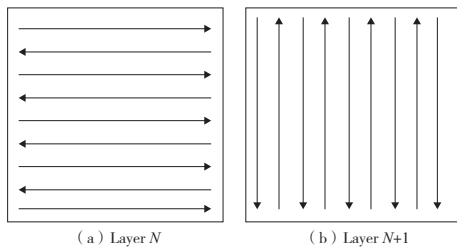


图 1 蛇形交错打印方式

本次试验控制激光功率为变量, 保持其他工艺参数恒定, 激光功率选取如表 1 所示。观察、分析不同参数下是否出现明显的缺陷, 使用镶嵌料将打印出的样品均制作成镶嵌样品, 在研磨、抛光镶嵌样品等工序后, 通过使用 SEM 观察在不同激光功率下样品的显微缺陷, 综合分析产生缺陷的原因。使用显微维氏硬度计对不同激光功率下的样品分别选 5 个点进行维氏硬度测量, 并进行对比分析。

表 1 打印速度为 $2.0\ \text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ 时激光功率选取

序号	激光功率/W
1	150
2	200
3	250
4	300

2 试验结果与分析

2.1 样品对比与缺陷现象分析

在不同激光功率下 4 个打印样品如图 2 所示, 沿打印方向均出现一道道熔池痕迹, 发生球化现象。球化现象是

指在成形过程中, 激光照射熔化后的液体会形成大量相互分开的液滴而不能均匀平铺在基板或前一形成层上。分析认为球化主要包括两个方面: 一方面, 粉末熔化后的液体与基板或与上一形成层的浸润性差, 导致表面收缩成球形, 因而在基板或上一形成层形成不连续、高低起伏的球状凸起, 从而导致下一层的层厚不均, 同时在下一层成形时, 球状凸起因直径较大, 难以熔化, 也可能导致孔隙等缺陷的产生; 另一方面, 在激光熔化时, 从飞熔池飞溅出的细小液滴会收缩成球状落在粉末上, 而且飞溅的球状颗粒难以重熔, 影响下一层的铺粉质量。陶瓷粉末熔化后的扩散时间比凝固时间短, 由于较低的表面张力和高黏度, 即使粉末完全熔化, 也会发生球化现象, 这与华中科技大学研究者的研究结果一致^[16]。

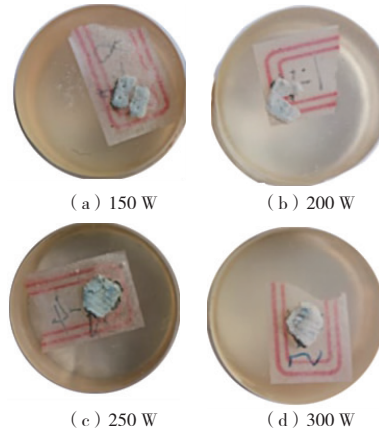


图 2 激光功率不同时样品图

从图 2 可以直观地看出, 在激光功率为 150 W 和 200 W 时的样品有明显的断裂缺陷。分析认为, 激光功率较低时, 激光能量较低, 粉末熔化度偏低使粉末粘结在一起的作用力小于粉末间热张力, 粉末粘结不充分, 导致样品出现明显断裂。随着功率的增加, 样品出现翘曲凸起, 是由于粉末对激光的吸收率比反射率高很多, 激光功率越高时表面粉末被激光过度烧毁, 发生严重的气化现象, 从而剩下的表面粉末分布不均匀造成的。

2.2 不同激光功率的显微样品缺陷分析

如图 3 所示, 在激光功率很低时, 由于激光能量较低, 粉末未熔化部分比较多, 与裂纹结合在一起, 导致样品的熔体破碎比较严重。随着激光功率的增加, 从不同激光功率下样品的裂纹分布来看, 激光功率较大的样品裂纹数量越来越少, 由此可见激光功率对裂纹形成有重要影响。在裂纹扩展过程中, 激光功率越高, 熔道越容易通过变形释放内应力, 因此, 裂纹扩展的驱动力被迅速消耗, 可以有效地抑制裂纹的扩展速度, 导致裂纹扩展的长度大大减少。显微上的长裂纹会减少, 晶体生长过程变快, 产生更小的晶粒, 在高激光功率下粉末熔化比较完全, 对裂纹的形成有一定抑制作用, 不过高激光功率下仍有裂纹的主要原因是粉末中的氧化锆晶体结构在熔化后凝固时从立方晶体向四方晶体转变有较大的体积收缩率, 凝固过程中的体积变化, 引起裂纹的生成, 这在不同激光功率下都会存在。

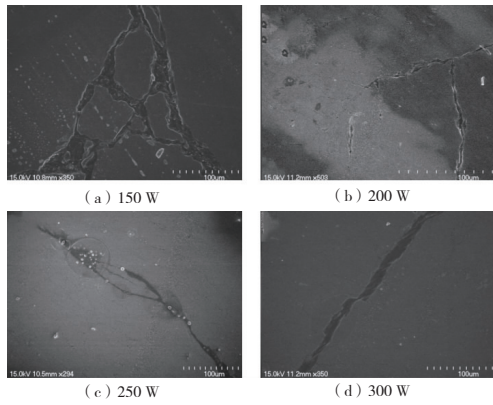


图3 不同激光功率下的裂纹分布

气孔、未熔化颗粒等局部缺陷在数量上有明显的差别。如图4所示,激光功率为150 W时,样品有大块区域缺少粉末未熔化完全并形成一个孔洞,与纵向裂纹相叠加,并且周围分布有较多的小型气孔。激光功率提高到200 W、250 W、300 W时,粉末熔化越来越充分,形成的气孔在尺寸上比150 W时要小很多。

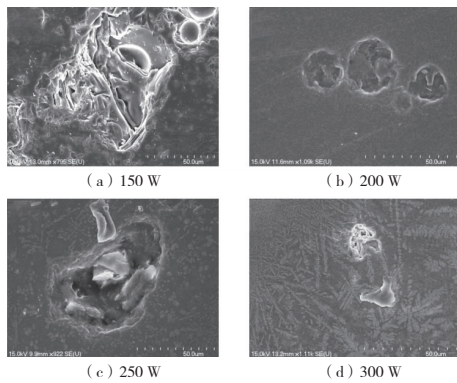


图4 不同激光功率下的气孔和未熔颗粒

分析认为,在粉末凝固过程中,因空气的逃逸速度小于凝固速度来不及从熔体中逸出,导致气孔生成。激光功率越高,相应的熔化区的温度越高,液相区凝固速度就越慢,空气有时间逃逸出熔体表面,故气孔越少和越小。在粉末熔化的过程中,激光功率越高,有更多的固体粉末熔化为液相,未熔化的部分就减少,在激光功率为150 W时粉末有较多未完全熔化部分,激光功率达到300 W时,粉末完全熔化,粉末中较少的 ZrO_2 、 Y_2O_3 先熔化后由毛细管力的作用,颗粒重新排列,如图5所示,能清晰地看到晶体组织,晶粒生长成树枝状向外生长,提高了陶瓷的力学性能,致密度增加。

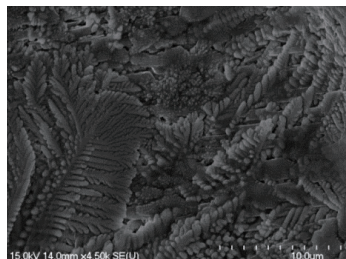


图5 激光功率300 W时晶粒生长

2.3 不同激光功率的显微硬度分析

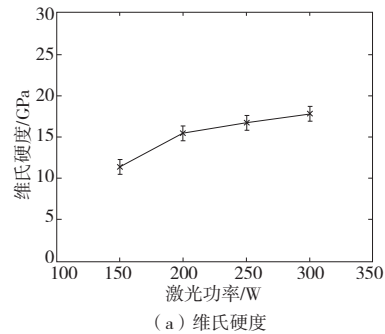
将上述4个样品分别用显微维氏硬度计测量,在加载载荷 P 为98 N、加载时间为15 s的基础上,根据LIU Z等^[16]给出的显微维氏硬度与断裂韧性的计算公式,如式(1)、式(2)所示。

$$H_v = 0.4636 \cdot P/a^2 \quad (1)$$

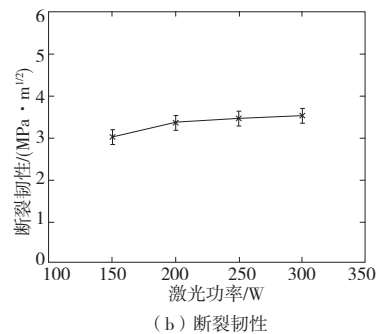
$$K_{IC} = 0.035 \cdot (E/H_v)^{2/5} \cdot (a/l)^{1/2} \cdot H_v \cdot a^{1/2} \cdot \Phi^{3/5} \quad (2)$$

式中: H_v 为维氏硬度; a 为压痕对角线的1/2; K_{IC} 为断裂韧性; E 为弹性模量,取350 GPa; l 为裂纹长度; Φ 为常数,取3。

由测量的值计算得到结果如图6所示。随着激光功率的增加,样品的显微维氏硬度从激光功率为150 W时到200 W时增长迅速,随后激光功率继续增长而样品的显微维氏硬度增速放缓,在激光功率为300 W时达到最大值,约为17.5 GPa。对应的样品断裂韧性随着激光功率的增加而缓慢增长,变化趋势并不显著,在激光功率为300 W时达到最大值,约为 $3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。



(a) 维氏硬度



(b) 断裂韧性

图6 不同激光功率下的维氏硬度及断裂韧性

3 结语

本试验在打印速度为 $2.0 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ 时,激光功率分别为150 W、200 W、250 W、300 W的样品成形差异中,得到以下结论:

1) 激光功率低的时候,样品有明显断裂,随激光功率的增加,样品成形效果提高;

2) 样品显微表面像气孔、未熔化等缺陷,在功率为150 W时很多,随着激光功率的增加而减少,但是裂纹在数量上有所减少但仍较长;

3) 当激光功率达到300 W时,样品的显微维氏硬度达到最大值约为17.5 GPa,此时晶粒以树枝状向外生长,样品有较高致密度,而断裂韧性随功率增加虽也在增大但变

化不显著。

如何减少在这些缺陷的同时提高样品的力学性能需要进一步研究。

参考文献:

- [1] BERMAN B. 3-D printing: the new industrial revolution [J]. Business Horizons, 2012, 55(2): 155-162.
- [2] MESA M C, OLIVIERO P B, LARREA A. Microstructural stability at elevated temperatures of directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Er}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ eutectic ceramics [J]. Journal of Crystal Growth, 2012, 360: 119-122.
- [3] 纪宏超, 张雪静, 裴未迟, 等. 陶瓷3D打印技术及材料研究进展[J]. 材料工程, 2018, 46(7): 19-28.
- [4] CHEN Q, GUILLEMOT G, GANDIN C A, et al. Three-dimensional finite element thermomechanical modeling of additive manufacturing by selective laser melting for ceramic materials[J]. Additive Manufacturing, 2017, 16: 124-137.
- [5] ZHANG L C, ATTAR H, CALIN M, et al. Review on manufacture by selective laser melting and properties of titanium based materials for biomedical applications[J]. Materials Technology, 2016, 31(2): 66-76.
- [6] ZHENG Y, ZHANG K, LIU T T, et al. Cracks of alumina ceramics by selective laser melting [J]. Ceramics International, 2019, 45(1): 175-184.
- [7] HE R X, LIU W, WU Z W, et al. Fabrication of complex-shaped zirconia ceramic parts via a DLP-stereolithography-based 3D printing method[J]. Ceramics International, 2018, 44(3): 3412-3416.
- [8] 张凯, 刘婷婷, 廖文和, 等. 氧化铝陶瓷激光选区熔化成形实验[J]. 中国激光, 2016, 43(10): 126-132.
- [9] LI F Z, ZHANG X W, SUI C Y, et al. Microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ceramic deposited by laser

direct material deposition [J]. Ceramics International, 2018, 44(15): 18960-18968.

- [10] LAIDOUNE A, LEBBOU K, BAHLOUL D. Microstructure of the yttria doped $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ eutectic fibers grown by the laser heated pedestal growth (LHPG) method[J]. Journal of Crystal Growth, 2013, 380: 224-227.
- [11] FU L S, WANG Z, FU X S, et al. Microstructure and mechanical properties of Y_2O_3 -doped melt-grown $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ eutectic ceramic[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 703: 372-379.
- [12] LI C, LIU Z Y, FANG X Y, et al. On the simulation scalability of predicting residual stress and distortion in selective laser melting[J]. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2018, 140(4): 1-10.
- [13] ZHANG K, LIU T T, LIAO W H, et al. Influence of laser parameters on the surface morphology of slurry-based Al_2O_3 parts produced through selective laser melting [J]. Rapid Prototyping Journal, 2018, 24(2): 333-341.
- [14] LLORCA J, PASTOR J Y, POZA P, et al. Influence of the Y_2O_3 content and temperature on the mechanical properties of melt-grown $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ Eutectics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2004, 87(4): 633-639.
- [15] QIU Y D, WU J M, CHEN A N, et al. Balling phenomenon and cracks in alumina ceramics prepared by direct selective laser melting assisted with pressure treatment [J]. Ceramics International, 2020, 46(9): 13854-13861.
- [16] LIU Z, SONG K, GAO B, et al. Microstructure and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ directionally solidified eutectic ceramic prepared by laser 3D printing[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2016, 32(4): 320-325.

收稿日期: 2021-11-26

(上接第19页)

刚度、综合误差、动态齿侧间隙、动态中心距和动态压力角等相关参数,建立了齿轮传动系统的10自由度弯扭耦合非线性振动模型。

2) 推导了齿轮啮合副的动态中心距计算过程,并以此进一步得出了动态齿侧间隙和动态压力角的计算方法。

3) 利用Lyapunov指数法、分岔图方法计算了保证系统稳定运行的齿侧间隙范围,并利用Poincaré映射和相图分析法验证了齿侧间隙取值的正确性。

4) 齿侧间隙的安装范围应控制在 $[0.046, 0.258]$ mm之内,以保证系统的平稳运行。

参考文献:

- [1] COMPARIN R J, SINGH R. Non-linear frequency response characteristics of an impact pair [J]. Journal of Sound and Vibration, 1989, 134(2): 259-290.
- [2] KAHRAMAN A, SINGH R. Non-linear dynamics of a spur gear pair[J]. Journal of Sound and Vibration, 1990, 142(1): 49-75.
- [3] ÖZGÜVEN H N. A non-linear mathematical model for dynamic analysis of spur gears including shaft and bearing dynamics[J]. Journal of Sound and Vibration, 1991, 145(2): 239-260.
- [4] KAHRAMAN A, SINGH R. Interactions between time-varying mesh stiffness and clearance non-linearities in a geared system[J]. Journal of Sound and Vibration, 1991, 146(1): 135-156.
- [5] WALHA L, FAKHFAKH T, HADDAR M. Nonlinear dynamics of a two-stage gear system with mesh stiffness fluctuation, bearing flexibility and backlash [J]. Mechanism and Machine Theory, 2009, 44(5): 1058-1069.

2009, 44(5): 1058-1069.

- [6] BLANKENSHIP G W, SINGH R. A new gear mesh interface dynamic model to predict multi-dimensional force coupling and excitation[J]. Mechanism and Machine Theory, 1995, 30(1): 43-57.
- [7] ERITENEL T, PARKER R G. Three-dimensional nonlinear vibration of gear pairs [J]. Journal of Sound and Vibration, 2012, 331(15): 3628-3648.
- [8] SONDKAR P, KAHRAMAN A. A dynamic model of a double-helical planetary gear set[J]. Mechanism and Machine Theory, 2013, 70: 157-174.
- [9] 盛冬平, 朱如鹏, 陆凤霞, 等. 多间隙弯扭耦合齿轮非线性振动的分岔特性研究[J]. 振动与冲击, 2014, 33(19): 116-122.
- [10] LI S, KAHRAMAN A. A tribo-dynamic model of a spur gear pair[J]. Journal of Sound and Vibration, 2013, 332(20): 4963-4978.
- [11] KIM W, YOO H H, CHUNG J. Dynamic analysis for a pair of spur gears with translational motion due to bearing deformation [J]. Journal of Sound and Vibration, 2010, 329(21): 4409-4421.
- [12] CHEN S Y, TANG J Y, LUO C W, et al. Nonlinear dynamic characteristics of geared rotor bearing systems with dynamic backlash and friction [J]. Mechanism and Machine Theory, 2011, 46(4): 466-478.
- [13] 王成, 刘辉, 项昌乐. 波动转矩下渐开线直齿轮传动齿廓修形研究[J]. 振动与冲击, 2014, 33(24): 32-38, 53.
- [14] 刘延柱, 陈立群. 非线性振动[M]. 北京: 高等教育出版社, 2001: 150-156.
- [15] LU J W, CHEN H, ZENG F L, et al. Influence of system parameters on dynamic behavior of gear pair with stochastic backlash [J]. Meccanica, 2014, 49(2): 429-440.

收稿日期: 2022-01-05