

增材制造的金相学



DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE



Struers
Ensuring Certainty

应用 说明

什么是增材制造？

顾名思义，增材制造是通过添加材料来创造物体。术语“增材制造”也称为 3D 打印，是指一次使 3D 物体增加一个超精细层的技术。每一个连续的层与前一层的熔化或部分熔化的材料结合在一起，形成部件、零件，甚至完整的产品。

增材制造可以被称为减材制造的反面。增材制造不是削掉大块的碎片以呈现里面“隐藏”的部分，而是将材料“碎片”组装成一个新的部分。

增材制造的优势

对于制作样品和模型而言，增材制造的优势显而易见。您可以轻松地设计做一个一次性的 3D 展示，甚至制作一个可以用来测试设计性能的功能性样品。其成本往往是传统制造方法制造一次性产品的成本的一个零头。然而，今天，增材制造对于某些产品或应用的优势是如此之大，以至于它们正在取代传统制造业的零部件批量生产。推动向增材制造转型的优势是：

设计改进

增材制造可以将复杂形状的部件制作成为一个单一部件。因此，在设计阶段可以将多个部件整合成一个部件，从而增加强度、减轻重量并提高耐用度。作为生产工具，增材制造可以在改进工作流程、提高产量和生产更好的零件方面发挥作用。图 1 所示的 Danfoss 公司的定心工具就是一个例子，重量的减轻使操作人员不用再每天举起额外的公斤数。图 3 中的 Marel 案例也说明了一个情况，在工业肉类生产中使用的支撑件在设计上得到了改进，在食品接触特性方面有更好的表现。

图 4 中的 DanSTAR 案例是另一个使用增材制造进行设计改进的例子，它确保了高性能的运行。3D 火箭喷嘴利用了增材制造提供的设计自由。

图 5 的 Hydrauvision 案例中也使用了设计改进，以提高优化后的液压块的性能。



图 1. 制造工具和辅助

Danfoss: 定心工具

Danfoss 已经开始 3D 打印用于在该公司的一台压缩机中组装电动马达的定心工具。3D 打印工具的背景是希望去除所有不必要的材料，以减轻重量和价格 - 但同时保留足够的质量，使工具足够坚固。

重新设计为增材制造时的事实和经济性：

-  有了增材制造，这个工具变得更轻了：从 1100 克（铝）变为了 382 克（钛）。
-  设计为复杂的几何形状，以便能够减轻重量
-  用钛粉的 SLM 技术进行 3D 打印
-  减轻的重量让每天要将其提起 180 次的操作人员更容易操纵。
-  但是 3D 打印工具的使用寿命明显更长，因此每年的价格降低了 63%

节省成本

生产近净成形，减少了材料的浪费，对高价值的零件来说尤其具有吸引力。消除传统制造的昂贵工具以及因零件组装而节省劳动密集型装配工作，这些也都在推动增材制造的制造成本下降。

Bühler-Meincke 公司为其饼干机使用的饼干挤压机，这是劳动密集型的手工作业可以换成增材制造方面的一个例子，见图 6。

缩短交货时间

由于采用了近净成形技术，制造的零件可以在机器上直接使用，或只需进行有限的后加工。在设计阶段，这可以促进快速的推向市场，在制造过程中可以节省时间和成本或生产独特的零件，而在寿命终止服务中有助于备件的交付，而无需为售后销售储存零件。



增材制造的历史

3D 打印的诞生要归功于Kodama，他在 1981 年发明了 3D 打印的概念，并在 1983 年获得专利，后来由 Charles Hull 实现了该技术的商业化。虽然其他基本的制造形式早在工业革命之前就已为人所知，并将制造业加速到我们今天所知道的程度，而增材制造是一个仍在追赶的数字新秀。

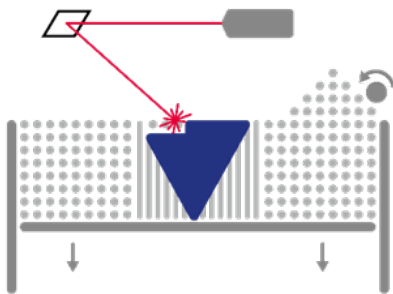


图 2. 激光粉床熔融 (L-PBF)

第一批 3D 打印机使用光来激活光聚合物树脂，这就产生了聚合物部件。EOS 公司在 1994 年推出了第一台商业化的金属打印机——EOSINT M250，但该机只能烧结由青铜和镍组成的混合材料。在几十年的时间里，增材制造已经从制造模型和原型的工具发展为大批量的零件生产。今天，金属增材制造组件在高度关键的功能中运行，例如：F1 赛车的扭簧、布加迪 Chiron 超跑的制动卡钳、大部分Czinger C21 汽车、LEAP 和 GE9X 喷气发动机的燃料喷嘴和涡轮叶片、SpaceX Dragon 火箭的推进器、医疗植入物，以及最近登陆火星的“毅力号”探测器。金属增材制造已经进入各种关键应用，在这些地方质量控制和保证是关键。虽然增材制造已经进入了关键的高性能部件市场，但这并不是今天唯一的应用领域。增材制造也被用于具有异型冷却的工具和模具、机器零件和工业应用的抓手，以及高端留声机拾音器和赛车自行车滑轮等消费品。



Marel: 工业肉类切割用途的支撑元件

对于一个新的工业部分切割模块，Marel需要一个支撑件，以将肉停在传送带上，在刀切割时保持住，随后将切割的肉块向前移动。我们的愿望是重量轻，而且组件少以防止积聚细菌。选择增材制造的原因有几个。

重新设计为增材制造时的事实和经济性：

-  从 42 个组件到一个组件
-  从 45 个组件到 6 个组件
-  以前是用不锈钢 316L 加工 - 现在采用钛打印
-  重量从 600 g 减轻到了 250 g
-  价格与之前相同

图 3. 获得食品接触认证的机器部件

增材制造流程

增材制造领域内充斥着不同的工艺缩写 – 主要是因为不同的机器制造商以不同的品牌名称为相同的工艺注册商标。虽然存在众多的品牌名称和缩写，但 ISO/ASTM 52900:2017 定义了增材制造的通用术语以及一个框架，从而将不同的过程分为七个主要类型的增材制造：光固化、材料挤压、片材复合、粉床熔融、粘合剂喷射、材料喷射和直接能量沉积。

本应用说明侧重于激光粉床熔融 (L-PBF) – 也称为直接金属激光熔融 (DMLM) 和选择性激光熔融 (SLM)。该技术基本上包括用激光将细微的金属粉末颗粒焊接在一起，一次一层。见图 2。
L-PBF 技术包括无数的工艺参数，这些参数会影响最终部件的性能和质量。

激光扫描

最初，球形颗粒的精细金属粉末（直径为 15-60 微米）会被均匀地散布在一个由与成形粉末兼容的材料组成的基础平台上。当粉末被散布成只有 30-90 微米厚的薄层时，激光就会在粉末上扫描，将其加热并焊接在一起，同时也将其焊接到正下方的层上。对于最初的几层，这也意味着将零件焊接到成形平台上。在激光扫描该层后，平台向下移动一层增量，并分配下一层细金属粉末，之后激光扫描并焊接新层。因此，这个过程会重复无数次，直到往往是成千上万的堆叠层构成了最终的组件。

激光功率、扫描速度、激光扫描之间的舱口距离或间隔、粉末层厚度和扫描策略。这些都是影响部件中各层构建方式的工艺参数。为了增加足够的能量并创造一个完整的熔化，激光功率和扫描速度都要进行调整。激光扫描的间距通常会设置得低于熔池的宽度，以确保相邻激光扫描的重叠。层厚度通常是由金属粉末的大小和熔池与底层材料充分渗透的必要性决定。

气体环境

该过程是在一个封闭的室内进行，根据所处理的打印材料的反应性，可以是真空，也可以是更常见的氮气或氩气的保护气体环境。保护性气体被吹过成形表面，也有助于从即将使用的焊接区域清除焊接过程中的熔渣和飞溅物。成形平台被加热，以便在焊接时调整成形材料的冷却速度。这有助于控制在打印过程中在零件中形成的冶金，并减少残余应力的形成。

在成形室中，通常可以控制与大气有关的参数，如惰性气体类型及其纯度、室压和温度。成形过程通常是在较小的超压下进行，以避免在会有泄漏的情况下发生氧化，并通过一个额外的力来稳定熔池。



DanSTAR: 3D 打印火箭喷嘴

DanSTAR 项目的学生们用不锈钢打印了一个 3D 不锈钢燃烧室，用于学生从头开始设计和开发的火箭。由于燃烧室是由非常复杂的内部几何形状组成，3D 打印是其而易见的解决方案，而其他生产技术几乎不可能做到。

增材制造设计案例：



欧洲唯一一款经过点火验证的学生制造液体火箭发动机，其设计飞行高度可达 30000 英尺



设计自由度成就了一种智能设计，即燃料在注入燃烧室之前，在承压墙本身的通道中循环通过整体式增材制造发动机



该发动机是用 316L 不锈钢打印，重量为 5.7 千克 - 而且在 3D 打印和初始后处理之后不需要加工。



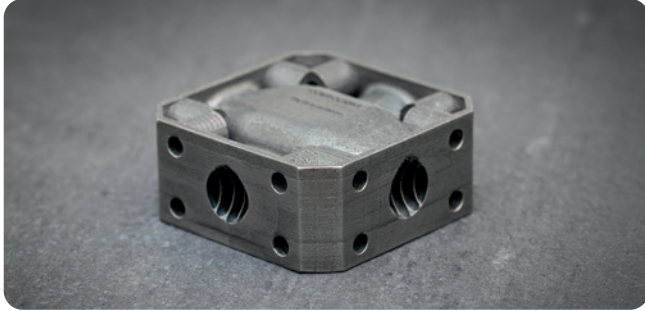
增材制造和再生冷却原理也被大型空间发动机制造商所采用 - 例如 SpaceX 和 Orbex

图 4. 学生项目的火箭喷嘴

去应力和热处理

在成形过程结束后，部件通常会在气体保护环境接受数小时的去应力处理。如果不消除应力，一些材料和几何形状在从成型板上切割下来后会由于残余应力而开裂和变形。由于使用 L-PBF 制造的部件都是大型焊接

件，因此它们本身就具有非常精细的微观结构，可以快速冷却。在大多数情况下，这将产生一个高强度、低延展性的零件。然而，通过热处理，L-PBF 部件的机械性能可以被定制为特定的机械性能或耐腐蚀性。



Hydrauvision: 紧凑型液压块

在欧盟资助的 Compolight 项目中，DTI 为荷兰公司 Hydrauvision 打印了一个更加紧凑和优化的液压块。新型 3D 打印液压块改善了液压系统中的流量，从而消除了巨大的能量损失，同时显著降低了重量和尺寸

重新设计为增材制造时的事实：



显著减小尺寸和重量 - 从 20.15 kg 和 230x230x54 mm 到 0.95 kg 和 80x80x50 mm



更高的功率，同时压力损失降低 25% - 通过降低系统中的压力损失，您无需像以前那样大的型液压系统来处理任务



设计自由度实现了没有直角度和更复杂结构的全新解决方案，可实现无限制的油和空气流动

图 5. 流动阻力降低的高压部件



Bühler-Meincke: 用于饼干生产的喷嘴

Bühler-Meincke 从其饼干喷嘴开始使用金属增材制造。这为他们赋予了极大的设计自由，他们可以制造出传统制造方式无法实现的几何形状——以前生产是手工完成，依靠一个人将几个零件焊接在一起的喷嘴。

重新设计为增材制造时的事实和经济性：



极致的设计自由 - 无需花费大工具成本进行重新设计



没有细菌可能积聚的接头或焊缝



通过生产和多种材料打印能力实现完全的可追溯性 - 全部经过食品接触认证



简化生产，结果无变化



以较低的价格实现更快的生产

图 6. 复杂部件的批量生产

增材制造材料

目前，关于 L-PBF 合金可用性的主要限制因素是所需的加工参数。必须使用不同的定制参数来加工不同的合金，以确保材料完全致密，尽量减少残余应力的积累，获得最佳的表面，并优化生产速度以限制机器时间，从而降低成本。在某些情况下，还需要进行定制的热处理，以确保最终的微观结构和机械性能。

在某些情况下，硬件可能成为一个限制性因素。一些合金的制造需要一个加热的成形室、特殊的气体环境条件和/或较高的激光功率。

可用的金属合金最初是从推动增材制造发展的行业中移植而来 - 主要

是汽车工业、航空航天工业和医疗行业。这意味着，合金和增材制造合金的生产参数方面的最初开发集中在用于航空航天的 TiGr5，用于植入物的 Ti Gr1 或 Gr23。汽车行业内知名的铸造合金 AlSi10Mg、诸如 H13 的工具钢、铬镍铁合金的一些变体和其他镍基合金，以及 316L 不锈钢也被采纳用于增材制造。多种新的和重新开发的合金不断进入市场。Senvol 材料数据库在 2021 年包含了 1200 多个 L-PBF 金属合金的材料条目。

材料特点

一般来说，增材制造零件的机械性能和密度与传统制造的零件相当或更好。

需要对与 L-PBF 工艺有关的大量工艺参数进行仔细控制和调整，以避免引发缺陷并确保最终零件质量。描述与 L-PBF 有关的最常见的缺陷和偏差，并将之分为 3 个主要类别。

表面质量

在没有后加工的情况下，最明显的区别是增材制造零件的表面非常粗糙，通过加工、抛光、玻璃喷砂等方式改变表面是制造的一个综合部分。粗糙度及其形态等与表面有关的缺陷受过程中的参数和激光器规格（如扫描速度、扫描策略、舱口距离和光斑大小）的影响很大。

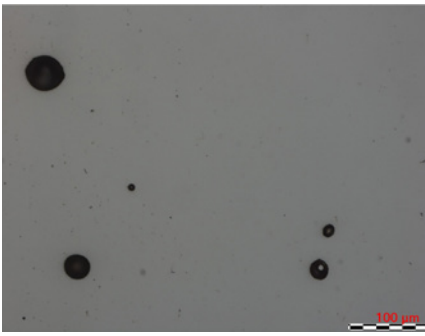


图 7. L-PBF 部件的抛光横截面。气体孔隙率示例 (顶部)。熔融孔隙缺失的示例 (底部)。

几何学和尺寸偏差

循环加热引起的热收缩可能会导致与 CAD 模型相比的尺寸偏差。收缩可能在 X、Y 和 Z 方向发生，通常可以通过调整激光功率和扫描策略等参数来减少。

微观结构缺陷

孔隙是一种与 L-PBF 有关的常见的、众所周知的微观结构缺陷。孔隙的数量、大小和形状会直接影响到密度和机械性能。孔隙度的类型通常分为熔融孔隙和气体孔隙缺失。缺乏熔融孔隙通常是由于过程中的参数（如激光功率、扫描速度和舱口距离之间）的不平衡，导致热输入过低，缺乏穿透力，或激光扫描之间缺少重叠。熔融孔隙通常形状不规则，并可能作为应力集中导致疲劳性能下降，见图 7 下。气体孔隙是球形的，通常可能与原金属粉末颗粒中夹带的气体或 L-PBF 制造过程中夹带的惰性气体有关，见图 7 上。

当打印材料经历了垂直热传导、反复熔化和快速凝固的循环序列时，可能同时在微观结构中出现异质性。此外，打印件的几何形状可能会影响凝固条件，从而导致微观结构的变化。

由 L-PBF 工艺形成的各向异性会在相对于构建方向的不同角度上引入了机械性能的差异。这意味着在开始打印过程之前，应考虑零件的方向。



图 8. 通过增材制造（激光熔化工艺）制备多种金属样品。

用于增材制造材料的微观结构研究的金相制备

增材制造样品

在某些情况下，需要对原料粉的粒度分布、形状或结构进行研究。最终打印的工件没有被破坏，因此用于微观结构分析的测试样品是与工件打印在一起的小棒条或立方体，以反映每个单层中的激光熔化条件和微观结构特性。图 8。

当金相研究的目的是分析孔隙、裂纹、杂质或任何其他微观属性或缺陷时，样品会被归类为目标样品。

增材制造准备工作概述

对于所有 3 种类型的增材制造样品；原料粉末、打印工件或目标样品，要求与我们所知的一样；表面必须是平面和无划痕，所有结构元素必须清晰

可见，制备后的微观结构最好没有变形和人工痕迹。一般来说，常规制造材料的所有步骤都适用，金相制备规则总是由材料特性本身决定。这些特性主要是硬度、延展性和耐化学性。金相制样过程遵循传统的切割、镶嵌、研磨、机械或电抛光顺序，必要时进行最终的蚀刻。根据样品的类型，工艺步骤将有不同的重要性，并将根据样品类型和金相研究的目的来选择所使用的设备。

原料粉末的材相制备

当需要研究粉末时，环氧树脂冷镶嵌是最好的方法。可将粉末慢慢搅拌到树脂中，以便可以研究更多的粉末。

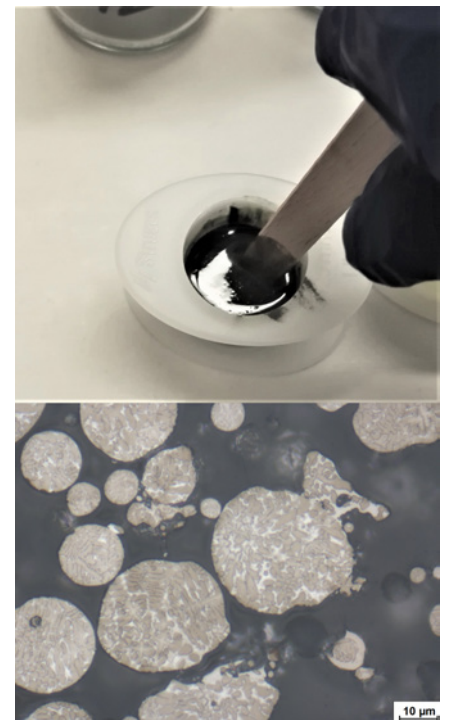


图 9. 在FixiForm中用CaldoFix-2搅拌的金属钢粉 (顶部)。使用改良的Klemm蚀刻剂 (底部) 进行抛光和蚀刻。明场。

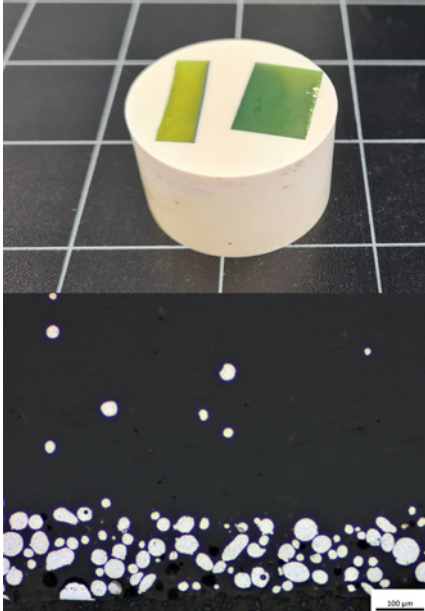


图 10. 在 EpoFix 中使用 AlSiMg10 粉末镶嵌的横截面，在 DuroCit-3 中重新镶嵌（顶部）。抛光样品显示了粉末材料的微观分布、尺寸和形状（底部）。

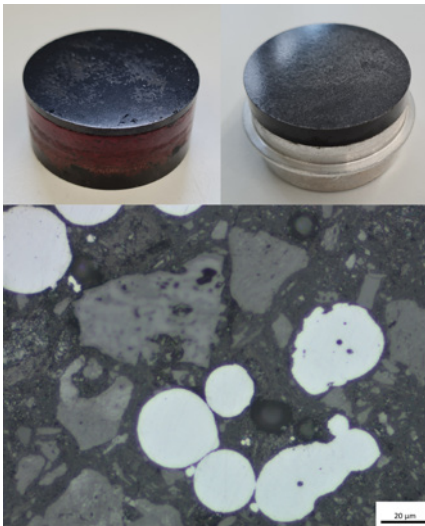


图 11. 在 CitoPress 中压制的富含金属粉末的 PolyFast 块，临时粘在 MultiFast 模拟样品上（左上）。粘在金属支撑块上的树脂块（右上），用于稍后在 PolyFast 中研究钢粉末颗粒（底部）的 SEM 显微图像。明场。

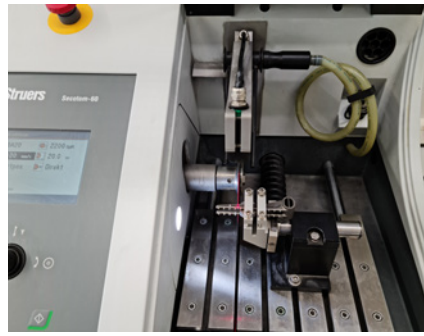


图 12. 在 Secotom-60 中夹持增材制造钛样品

(图 9)。根据颗粒大小、结块状态、材料密度和树脂粘度，较大的粉末组分可能会作为一层沉下去或保持平衡。当需要沉降小尺寸的粉状物或轻质材料时，将树脂加热几分钟可以使小尺寸粉状物或轻质材料更容易沉降。为了检查完整的粒度分布，实用的方法是对镶样做一个纵向切割，然后以 90° 的角度重新镶嵌。(图 10)。粉末可进行热镶嵌，需要没有金属填料的树脂，除非额外的蚀刻可以帮助区分粉末和树脂。在某些情况下，压制富含粉末的树脂块可能会有帮助。树脂块本身可以暂时粘在一个模拟样品或相同直径的金属支撑块上(图 11)。

增材制造测试样品的材相制备

必须在切割样品前设置和定义打印工件的目标区域。

在切割开始之前，必须考虑到所谓的成形方向。

最常用的方向平行于成形方向，即“纵向截面”。观察微观结构的另一个重要视角是垂直于成形方向，即“横截面”(图 13)。

所有其他定义的成形过程角度也可行，但不常见。在这种情况下，必须定义切割角度。

由于增材制造测试样品是代表大型工件的小零件，它们需要精确的切割，因此首选精密切割方案。该解决方案还需要包括用于方形、圆形或长形样品的夹持工具，以及用于将样品固定在精确位置的适配器，例如与切割轮的特定角度或距离。在图 12 中，一个 Secotom-60 显示了用于精确定位小工件的夹持方案。定位是由激光线辅助完成。精密切割设备有助于使用相对较小和较薄的切割轮进行精确切割，而切割轮是根据材料和材料硬度选择。如果需要切割非常小的样品或几何形状非常复杂，在透明环氧树脂

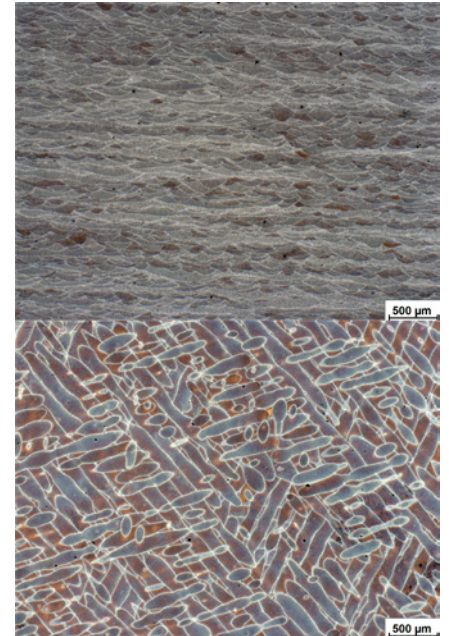


图 13. 用 Fuss 蚀刻剂蚀刻的 AlSi10Mg 合金的纵向截面（顶部）和横截面（底部）。明场。

脂 (EpoFix, CaldoFix-2) 中镶嵌后切割样品有助于固定和保护样品。对于增材制造，测试样品的镶样过程将不像粉末或靶材制备那样重要。树脂的特性（如透明或导电）以及材料的硬度将是选择树脂的参数。根据初始切割后的样品材料、尺寸和几何形状，热镶嵌和冷镶嵌过程都可进行。如果样品较脆、很小或形状复杂，则建议采用冷镶嵌。下一节将介绍增材制造中使用的 4 组典型材料的标准表面制备方法。

钛

由于其极高的韧性，钛在金相制备过程中容易产生机械变形和划痕。应避免使用金刚石抛光，特别是纯钛，因为它会带来划痕和污点。一旦引入，这个变形层就很难去除。为了避免这个问题，可以在粗磨和精磨后直接使用化学机械抛光。表 2 中的三步法是一个行之有效的程序，对钛和钛合金来说可以得到极佳的可重复结果。电抛光是一个快速和低变形的选择，对合金化程度较低的钛合金尤其有

用。样品可以在几秒钟后被打磨成镜面状，为研究做好准备。表 1 中显示了一种电解抛光的方法。在进行电解抛光之前，建议使用预磨或预抛光的表面。进行电解抛光所需的时间取决于表面粗糙度，即精细的表面需要较少的时间。表 1 中的方法适用于像 Struers LectroPol-5 这样的设备。图 15 显示的是增材制造的钛的电抛光样品的显微结构。

为了揭示钛样品更具体的信息，在机械或电解制备之后需要进行蚀刻。钛的耐化学特性导致需要用含有氢氟酸的蚀刻剂进行强烈的化学蚀刻。氢氟酸的用量变化不定，常用的试剂有 Keller、Kroll 或 Fuss，见图 16。偏振光是一种光学蚀刻方法，特别适用于所有六角形结构的材料，如钛。可在氧化抛光后使用（见图 14）或在诸如 Keller 的特殊附加蚀刻方法后使用（见图 17）。

设备:	LectroPol-5
电解液:	A3
掩膜尺寸:	1 cm ²
温度:	室温 18-20°C
流速:	10-15
电压:	34-45 V
时间:	20-30 秒

表 1.
钛电解抛光的制备方法。

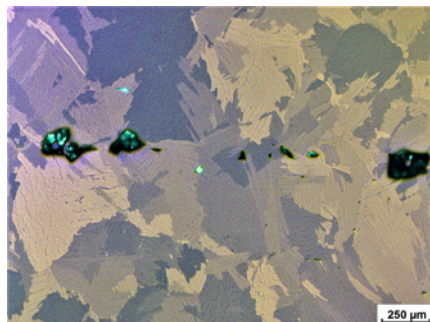


图 14. 带孔的最终抛光钛样品。在 MD-Chem 上抛光，使用 OP-S 不干型悬浮液和添加剂，微观结构在偏振对比中可见。

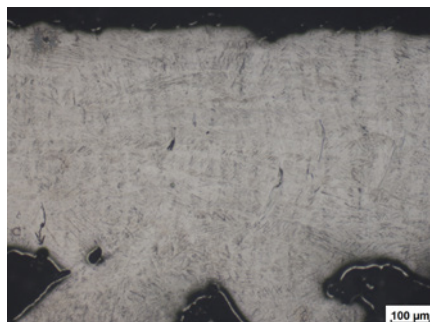


图 15. 明场模式下的钛合金。使用 A3 进行电解制备，未镶嵌，明场。

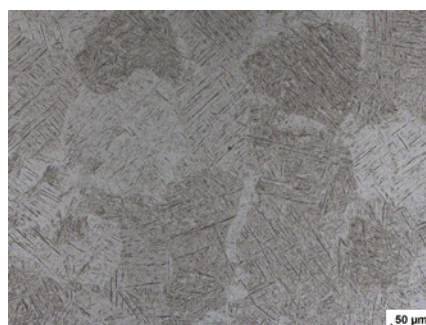


图 16. 使用 Fuss 蚀刻剂对钛合金进行电解抛光和化学蚀刻。明场。

步骤		PG	FG	OP
表面		MD-Mezzo	MD-Largo	MD-Chem
磨料	类型	金刚石	金刚石	硅胶
	尺寸	#220	9 μm	0.25 μm
悬浮液/润滑剂		水	DiaPro Allegro/Largo 9	OP-S*
转速		300	150	150
力(N)/试样		40***	30	15
时间(分钟)		直到成平面为止	5	5**

表 2. 对未镶嵌的 30 mm 钛样品进行研磨和抛光的制备方法。

* 将 70-90% OP-S 与 10-30% H₂O₂ (30% 浓度) 混合。

** 抛光时间取决于样品面积。非常大的样品比小样品需要更长的抛光时间。

*** 降低到 25 N，以避免在镶嵌样品的单个样品制备中产生铅笔形状。

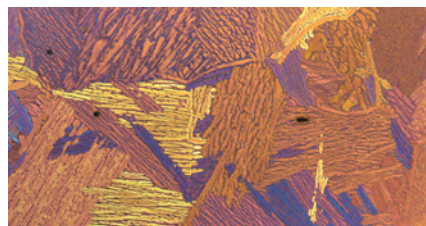


图 17. 使用 Keller 蚀刻剂蚀刻后的钛合金。偏振光。

铝

铝总体质地柔软，但合金元素可以极大地改变机械性能。制备铝的挑战是在研磨过程中引入深层变形，或在研磨或抛光过程中嵌入坚硬的磨料。如果选择的制备表面太硬或太过侵蚀性，则可能发生这种情况。抛光结果的质量对于铝也是一个挑战，因为需要一个良好的抛光表面来为微观结构分析创造充分的对比。

表 3 中显示了铝的制备方法。MD-Molto 刚性平面研磨表面是专为 50 HV1 以上的铝合金开发的。MD-Molto 具有良好的去除率，可以避免使用碳化硅研磨纸或箔时可能出现的圆边角风险。对于精磨，MD-Largo 与 9 μm 的金刚石悬浮液（如 DiaPro Allegro/Largo）适用于多种类型的材料，并被选择用于铝，以解决变形和划痕的难题以及将金刚石颗粒嵌入软材料中的风险。这种温和的精磨的代价是去除率低，这会导致精磨时间更长。

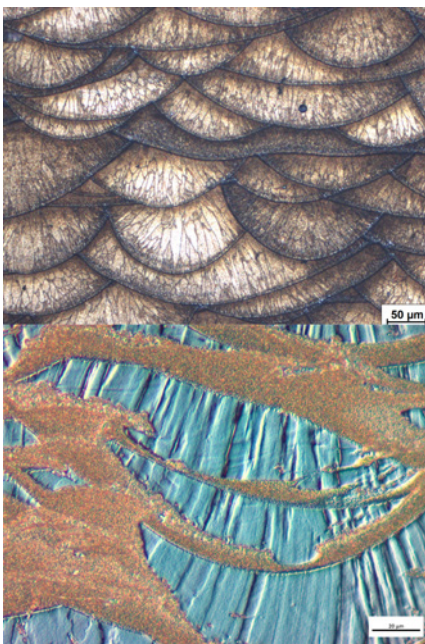


图 18. 在明场 (上) 和微分干涉对比 DIC (下) 中，经过 Barker 蚀刻的不同铝合金。

步骤		PG	FG	DP 1	OP
表面		MD-Molto	MD-Largo	MD-Mol	MD-Chem
磨料	类型	金刚石	金刚石	金刚石	硅胶
	尺寸	#220	9 μm	3 μm	0.25 μm
悬浮液/润滑剂		水	DiaPro Allegro / Largo 9	DiaPro Mol R3	OP-S NonDry
转速		300	150	150	150
力 (N) / 试样		25	30	25	15
时间 (分钟)		直到成平面为止	4	3	1

表 3. 针对未镶嵌的 30 mm 铝样品的研磨和抛光方法。

铝需要彻底的抛光过程，这是通过金刚石和氧化物抛光步骤的结合来解决的。使用软毛布，MD-Mol，用 3 μm 金刚石悬浮液，然后用胶体二氧化硅的抛光步骤，OP-U。最终的抛光悬浮液应该用在诸如 MD-Chem 的表面上。为了获得更好的平整度和边缘保持，可以使用其他弹性较低的布 (MD-Nap)。

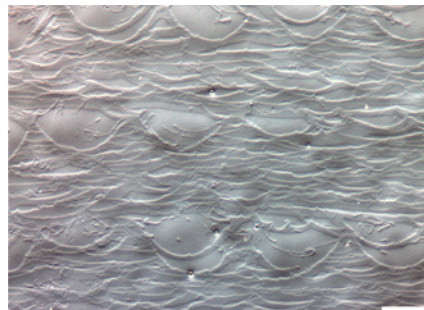


图 19. 铝合金的精细抛光表面。使用 MD-Chem 和 OP-S 抛光。微分干涉对比 (DIC)，未蚀刻。

为了揭示铝结构中的更多或具体的细节，可以使用化学、电化学和光学蚀刻方法，或结合使用多种方法。在图 19 中，使用微分干涉对比法显示了一个抛光的样品。通过这种技术，强调了试样表面的状况信息。在图 18 中，显示了用 Barker 试剂进行电化学蚀刻的样品。在图 22 中，显示了偏振光下的经过 Barker 试剂蚀刻的样品。在表 5 中，显示了用 Barker 试剂对铝进行电解蚀刻的方法。该方法适用于 Struers LectroPol-5，见图 20。



图 20. Struers 电解制备设备，LectroPol-5。

步骤	PG	FG	DP 1	OP
表面	MD-Alto	MD-Largo	MD-Dac	MD-Chem
磨料	类型	金刚石	金刚石	硅/铝
	尺寸	#180 / 220	9 μm	3 μm
悬浮液/润滑剂	水	DiaPro Allegro/Largo 9	DiaPro Dac 3	OP-S NonDry L OP-A
转速	300	150	150	150
力(N) / 试样	25	40	20	15
时间(分钟)	根据需要	5	4	2-3

表 4. 针对未镶嵌的 30 mm 不锈钢样品的研磨和抛光方法。

设备:	LectroPol-5
电解液:	200 ml 水 + 10 ml 氟硼酸 (35%) (Barker 产品)
掩膜尺寸:	2 cm ²
电压:	24V
流速:	8
时间:	1-2 分钟

表 5. 铝的电解抛光和蚀刻制备方法。

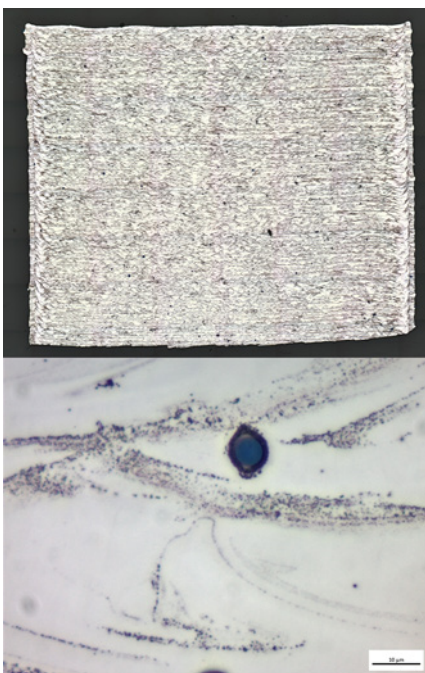


图 21. 使用 Barker 蚀刻的增材制造铝合金概览 (顶部)。铝合金详图, 高放大倍下的沉积 (底部)。明场。

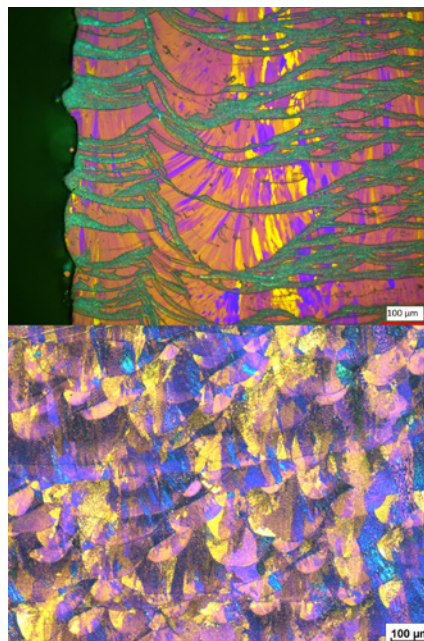


图 22 Barker 蚀刻后的铝合金 (顶部)。用 Adler 蚀刻的铬镍铁合金 (底部)。偏振光。

不锈钢和镍基合金

不锈钢和镍基合金通常较软且延展性好。因此, 应避免使用非常粗糙的研磨表面和高压。为了解决这个问题, 可以使用这些材料的专用平面研磨盘——MD-Alto (表 4)。精磨是在刚性圆盘 (MD-Largo) 上用金刚石悬浮

液进行, 或者作为某些类型不锈钢的替代方法, 在 MD-Plan 布上进行。精磨后, 在中等软布上进行彻底的金金刚石抛光, MD-Dac, 最后用胶体二氧化硅 (OP-S), 或氧化铝 (OP-A) 进行抛光以去除细微的划痕。此步骤应非常彻底, 可能需要几分钟的时间。良好的最终抛光能够增加改善对比度的几率。在对增材制造的样品进行孔隙率评估时, 也可将该方法用于样品。在这种情况下, 不需要最终的氧化抛光步骤, 因为在中/硬质醋酸纤维布 (MD-Dac) 上进行的 3 μm 抛光会在样品上留下真正的孔隙, 见图 23。

机械抛光的一个替代方法是电解抛光, 该方法是用基于高氯酸 (A3) 的电解质进行。表 6 中显示了 Struers LectroPol-5 的方法。

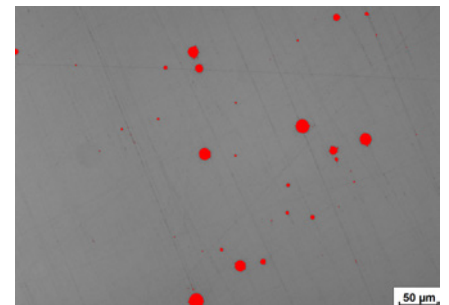


图 23. 在 MD-Dac 上经过 3 微米抛光步骤后的增材制造的不锈钢的测量孔隙率; 未经蚀刻, 明场。可见划痕来自 3 μm 金刚石抛光悬浮液。

设备:	LectroPol-5
电解液:	A3
面积:	1 cm ²
电压:	35V
流速:	13
时间:	25 秒

表 6. 不锈钢电解抛光的制备方法。碳化硅箔/砂纸 #320、#500 和 #1000 上的初步研磨。



奥氏体和耐腐蚀钢以及镍超合金可以用 V2A 碱液、Adler 蚀刻剂 (图 25) 等酸类或 Beraha II 或 III 或 Lichtenegger 和 Bloech 等彩色蚀刻剂进行蚀刻。对于不锈钢, 用微分干涉对比 (DIC) 对比滤光片进行光学蚀刻是一种实用的方法。见氧化抛光后的图 24 和电解蚀刻后的图 26。使用 10% 草酸水溶液的电解蚀刻法是很常见的工艺, 见图 26 和表 8。对于二联钢, 用 NaOH (20% 水溶液) 进行电解蚀刻会产生良好的效果。偏振光是一种光学蚀刻方法, 可以在诸如奥氏体钢用草酸、镍基超合金用 Adler 等特殊附加蚀刻后使用, 见图 25。

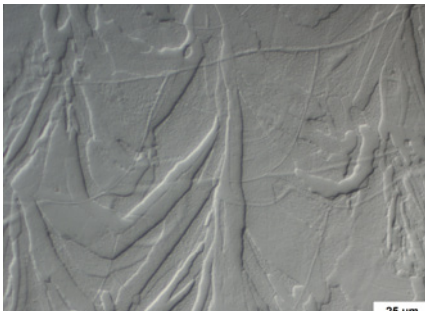


图 24. 在 MD-Chem 上用 OP-S 抛光后的奥氏体钢。无需化学蚀刻即可看到结构。微分干涉对比 (DIC)。



图 25. 铬镍铁合金 718, 用 Adler 蚀刻剂蚀刻。明场。

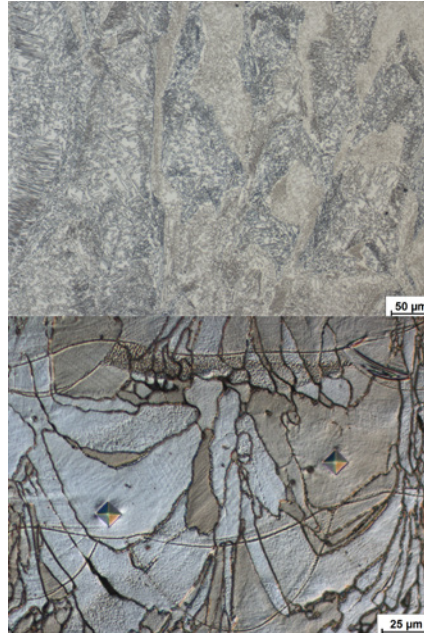


图 26. 用草酸 (10%) 电解蚀刻后的二联钢 1.4462。明场 (顶部)。用 20% 的 NaOH 水溶液进行电解蚀刻后, 带微硬度压痕的二联钢 1.4410, DIC (底部)。

设备:	LectroPol-5
电解液:	10% 草酸水溶液
电压:	15 V
时间:	60 秒

表 8. 不锈钢电解蚀刻制备方法。

工具钢

工具钢是一种高合金钢, 含有大量的合金元素, 如铬、镍、钒、钨或钼。高合金工具钢研磨和抛光过程中的主要困难在于确保保留碳化物和非金属夹杂物。根据微观结构的状态, 碳化物要么可能在研磨过程中断裂, 要么可能在研磨或抛光过程中被从较软的基体中拉出。

对于这类铁类金属, 必须考虑到延展性或易于掩盖孔隙或划痕的问题, 见表 7。可以使用 MD-Piano 等材料去除率高的金刚石平面研磨盘。对于精磨步骤, 在进行金刚石抛光

步骤		PG	FG	DP 1	DP 2	OP
	表面	MD-Piano 220	MD-Allegro	MD-Dac	MD-Nap	MD-Chem
	磨料	类型	金刚石	金刚石	金刚石	铝
		尺寸	#220	9 μm	3 μm	1 μm
	悬浮液/润滑剂	水	DiaPro Allegro / Largo 9	DiaPro Dac 3	DiaPro Nap B 1	OP-A
	转速	300	150	150	150	150
	力(N) / 试样	35	35	35	25	15
	时间 (分钟)	根据需要	9	6	1	1

表 7. 针对未镶嵌的 30 mm 工具钢样品的研磨和抛光方法。



图 27. 用改性的 Klemm (10/3) 和盐酸添加剂蚀刻后的工具钢 1.2709。

步骤之前, 使用金属粘结金刚石盘 MD-Allegro 和 9 μm 金刚石悬浮液。对于高合金工具钢, 可以使用经过改性的 Klemm 蚀刻剂。(见图 27)

目标制备

对于增材制造材料，研究微观结构中的微观属性往往具有特殊的意义。这些目标可能是激光烧结过程中的孔隙、裂缝或夹杂物，以及来自粉末等不同原料材料的杂质，见图 29。

如果需要观察表面的孔隙和裂缝，则使用在真空中镶嵌有荧光粉的环氧树脂是一个实用的解决方案，见图 28。将环氧树脂加热到 50-60°C 以增加粘度，并在固化过程中使用主动冷却，可以得到非常好的浸渍效果以及极低的收缩量和间隙形成。荧光染料的使用需要显微镜的一个特殊功能。

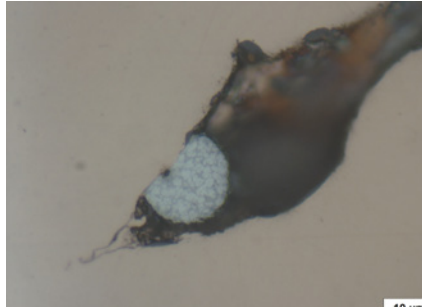


图 29. 铝硅粉末颗粒对 CuCrZr1 样品的污染。明场。

在对目标进行 X 射线检测之前，目标样品会被固定在一个特殊的样品夹具座上，见图 31。研磨和抛光设备 (图 30) 使用定义的目标位置并使用去除率一致的耗材的特殊方法来达到所需的兴趣点，见图 32。

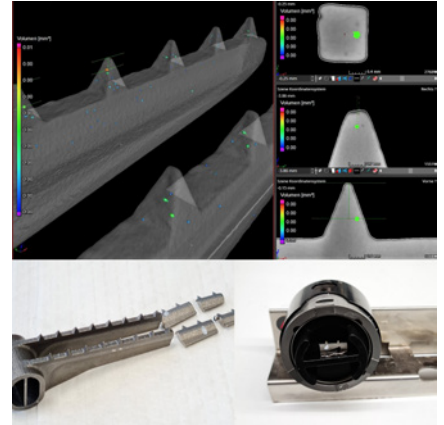


图 31. 顶部位置：最大体积孔隙的 X 射线检测 (顶部)。来自固定在 Target Grip 中且可进行制备的部件的切割样品 (底部)。

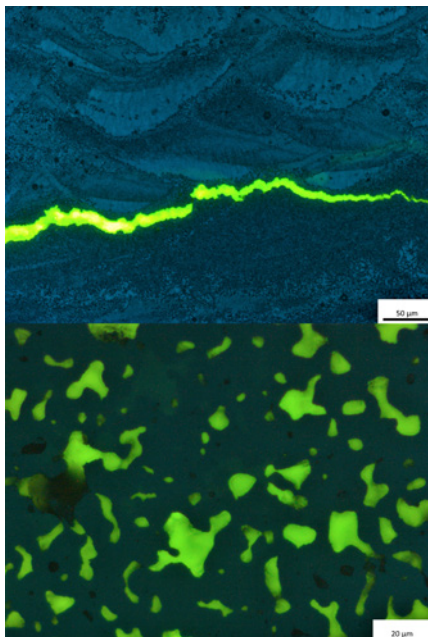


图 28. 用荧光树脂填充铝合金的裂缝 (顶部)。奥氏体钢的开放孔隙率 (底部)。



图 30. 用于受控材料磨削的 Struers Target Master。

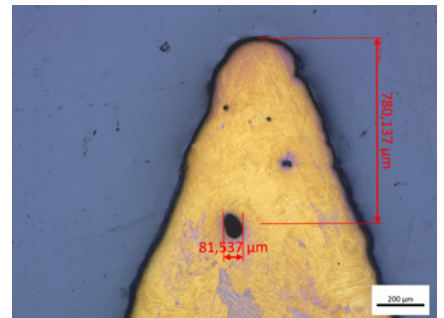


图 32. 钛合金中最大孔的光学显微镜图像，使用 Target System 制备。样品经过蚀刻，蚀刻剂为 100 ml 乙醇、10 g NaOH 和 10 ml H₂O₂。



DANISH
TECHNOLOGICAL
INSTITUTE

 **Struers**
Ensuring Certainty

Struers ApS

Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup, Denmark
电话 +45 44 600 800
传真: +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

应用说明

增材制造材料的金相学

Nikolaj Kjelgaard Vedel-Smith, 丹麦奥胡斯丹麦技术研究所

Søren Jepsen Mark, 丹麦奥胡斯丹麦技术研究所

Holger Schnarr, 德国维利希 Struers GmbH

Ólafur Magnús Ólafsson, 丹麦 Ballerup

Struers ApS

鸣谢

1. 感谢 Bärtl 先生、Palm 先生
(Airbus München)、
Binczycki 先生 (FHG ILT Aachen)、
Hengsbach 先生 (University Paderborn)、
Mark 先生 (Dansk Teknologisk Institut,
DTI) 提供材料。
2. 图 1、3、4、5 和 6 中的所有案例均由丹麦技术研究所提供。
3. 所有微观结构图像均由 Struers GmbH 的
Holger Schnarr 博士提供