



中华人民共和国国家标准

GB/T 39251—2020

增材制造 金属粉末性能表征方法

Additive manufacturing—Methods to characterize performance of metal powders

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国增材制造标准化技术委员会(SAC/TC 562)和全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:无锡市产品质量监督检验院、中机生产力促进中心、上海材料研究所、西安欧中材料科技有限公司、西安增材制造国家研究院有限公司、成都先进金属材料产业技术研究院有限公司、西北有色金属研究院、华中科技大学、华南理工大学、机械科学研究总院集团有限公司、有色金属技术经济研究院、西安赛隆金属材料有限责任公司、珠海天威飞马打印耗材有限公司、沈阳铸造研究所有限公司、北京机科国创轻量化科学研究院有限公司、西北工业大学、广东省工业分析检测中心、北矿新材料科技有限公司、国合通用测试评价认证股份公司、冀凯河北机电科技有限公司、山东建筑大学、山东创瑞增材制造产业技术研究院有限公司、哈尔滨福沃德多维智能装备有限公司。

本标准主要起草人:冒浴沂、薛莲、杨启云、李晨夕、侯颖、范亚卓、华若绮、谈萍、史玉升、王迪、单忠德、蒋威、白智辉、车倩颖、张涛、唐骥、孙福臻、宋波、于君、高银涛、李海斌、伍超群、刘海飞、张丽民、冯帆、苗庆东、景财年、吕忠利、刘锦辉。

增材制造 金属粉末性能表征方法

1 范围

本标准规定了增材制造用金属粉末性能表征的检测项目及取样、检测方法和检测报告。
本标准适用于增材制造用金属粉末。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 223(所有部分) 钢铁及合金
- GB/T 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分:漏斗法
- GB/T 1479.2 金属粉末 松装密度的测定 第2部分:斯柯特容量计法
- GB/T 1480 金属粉末 干筛分法测定粒度
- GB/T 1482 金属粉末 流动性的测定 标准漏斗法(霍尔流速计)
- GB/T 3500 粉末冶金 术语
- GB/T 4698(所有部分) 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法
- GB/T 5121(所有部分) 铜及铜合金化学分析方法
- GB/T 5161 金属粉末 有效密度的测定 液体浸透法
- GB/T 5162 金属粉末 振实密度的测定
- GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法
- GB/T 13748(所有部分) 镁及镁合金化学分析方法
- GB/T 16418 颗粒系统术语
- GB/T 16913 粉尘物性试验方法
- GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法
- GB/T 20975(所有部分) 铝及铝合金化学分析方法
- GB/T 21649.2—2017 粒度分析 图像分析法 第2部分:动态图像分析法
- GB/T 29070 无损检测 工业计算机层析成像(CT)检测 通用要求
- GB/T 35351 增材制造 术语
- YS/T 539(所有部分) 镍基合金粉化学分析方法
- YS/T 1297 钛及钛合金粉末球形率测定方法

3 术语和定义

GB/T 3500、GB/T 16418、GB/T 35351 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出了 GB/T 16418 中的一些术语和定义。

3.1

空心粉 hollow particle

内部含有封闭气孔的金属粉末。

3.2

夹杂物 inclusion

金属粉末中含有非成分及非性能所要求的物质,有金属夹杂、非金属夹杂、混合夹杂。

注: 在金属粉末制备、包装、运输、贮存以及增材制造循环使用过程中可能引入。

3.3

球形度 degree of sphericity

颗粒接近球体的程度。

[GB/T 16418—2008,定义 2.2.2.16]

4 检测项目及取样

4.1 总则

4.1.1 为避免粉末交叉污染,取样前应先将取样器及总样容器清洁(如使用酒精清洗并干燥)。

4.1.2 不同生产批次的粉末材料、不同循环使用次数的粉末材料,用于检测时需分别抽取样品。

4.1.3 为避免粉末吸潮,取出待检粉末样品后应及时检测,若不能及时检测,需对待检样品做好防护措施,如干燥密封等。

4.1.4 根据检测项目应将样品装于干净、干燥的容器中密封并粘贴标签,注明生产厂家、样品名称、批次号和生产日期。

4.2 检测项目及取样方法

粉末的检测项目和取样应符合表 1 的规定,若供需双方在合同中另有规定,应按照合同执行。

表 1 金属粉末检测项目与取样要求 单位为克

检测项目	每批取样质量	取样规定
外观质量	≥200	GB/T 5314
化学成分	≥50	
粒度及粒度分布	≥100	
颗粒形状	≥50	
流动性	≥200	
密度	≥600	
夹杂物	≥100	
空心粉	≥50	
5 kg 及以内独立包装粉末的取样方法除按 GB/T 5314 规定外,也可由供需双方协商确定,如按以下的方法进行: 同一生产批次随机抽取 1 个~2 个容器,取样器依次在容器的上、中、下位置取样,保证不同深度取出的质量相同。将 取样器中所抽取的同一生产批次粉末倒入总样容器,充分混合后检测,取样数量符合表 1 规定。		

5 检测方法

5.1 外观质量

目视检查,观察粉末的颜色和均匀性,是否存在团粒和粉块。

5.2 化学成分

金属粉末材料检测元素数量应按供需双方合同执行。表 2 列出了部分增材制造用金属粉末的化学成分检测方法。

表 2 增材制造常用金属粉末化学成分检测方法

金属粉末类型	检测方法
钢铁及合金金属粉末	GB/T 223(所有部分)
铝及铝合金金属粉末	GB/T 20975(所有部分)
铜及铜合金金属粉末	GB/T 5121(所有部分)
钛及钛合金金属粉末	GB/T 4698(所有部分)
镍及镍合金金属粉末	YS/T 539(所有部分)
镁及镁合金金属粉末	GB/T 13748(所有部分)
未提及的金属粉末材料可采用其对应的国家标准、行业标准等进行化学成分分析。	

5.3 粒度及粒度分布

粒度及粒度分布检测按照表 3 进行。

表 3 粒度及粒度分布检测方法

粒度范围	检测方法及规定
0.1 μm~3 000 μm	激光衍射法:GB/T 19077
>45 μm	激光衍射法:GB/T 19077 干筛分法:GB/T 1480
激光衍射法适用于所有增材制造用金属粉末的粒度分布检测,对于粒度大于 45 μm 的金属粉末,也可以使用干筛分法,可以根据实验室实际条件任选一种方法。	

5.4 颗粒形状

5.4.1 总则

粉末的微观形貌、球形度的表征方法有动态颗粒图像分析法和显微镜法,供需双方可根据实际情况自行选择。

粉末球形度以一定数量粉末颗粒投影截面的圆形成度检测值的平均值进行近似表征。

5.4.2 动态颗粒图像分析法

粉末颗粒投影截面的球形度检测宜采用粉末颗粒图像分析仪,即光学显微镜配备测量软件的方法进行。

样品制备按 GB/T 21649.2—2017 中第 6 章的规定执行,测试操作步骤按 GB/T 21649.2—2017 中 5.1~5.5 执行,根据仪器所采集数据利用测量软件按照截面积等效直径/截面周长等效直径的方法计算粉末颗粒投影截面的球形度值。

5.4.3 显微镜法

按 YS/T 1297 的规定进行检测。

5.5 流动性

5.5.1 总则

流动性的表征方法有安息角法和漏斗法,供需双方可根据实际情况自行选择。

影响粉末流动性的因素有很多,而水分含量起着决定性作用,测量流动性前的干燥条件应在检测报告中体现。

5.5.2 安息角法

按 GB/T 16913 的规定进行检测。

5.5.3 漏斗法

粉末能自由通过孔径 2.5 mm 漏斗时,按 GB/T 1482 的规定进行检测。粉末无法自由通过孔径 2.5 mm 漏斗时,改用孔径 5.08 mm 的卡尼漏斗,参照 GB/T 1482 的规定进行检测。

5.6 密度

5.6.1 松装密度

5.6.1.1 粉末能自由通过孔径 5.0 mm 的漏斗时,按 GB/T 1479.1 的规定进行检测。

5.6.1.2 粉末不能自由通过孔径 5.0 mm 的漏斗时,按 GB/T 1479.2 的规定进行检测。

5.6.2 振实密度

按 GB/T 5162 的规定进行检测。

5.6.3 有效密度

按 GB/T 5161 的规定进行检测。

5.7 夹杂物

5.7.1 总则

夹杂物的表征方法有显微镜法、扫描电镜法和工业 CT 扫描法,供需双方可根据实际情况自行选择。

5.7.2 显微镜法

通过目视和体视显微镜进行检查。取待测粉末 100 g,放入直径为 50 mm~100 mm 的玻璃器皿中(可分批放入,以单层平铺为原则),首先通过目视检查,然后用体视显微镜对粉末样品夹杂进行仔细检查。

5.7.3 扫描电镜法

取少量待测粉末,单层均匀平铺在导电胶上,清除多余粉末,然后用扫描电镜对粉末样品进行观察,对检查出的疑似夹杂物进行能谱成分分析,确认其是否为异质夹杂。

5.7.4 工业 CT 扫描法

5.7.4.1 夹具

夹具应符合以下要求：

- a) 形状：空心圆管；
- b) 材料：选用低密度材料，如：碳纤维、玻璃钢等；
- c) 尺寸： $\phi 1.0\text{ mm}$ 、 $\phi 1.5\text{ mm}$ 、 $\phi 2.0\text{ mm}$ ，长度小于 500 mm（根据客户要求选择）；
- d) 夹具不重复使用。

5.7.4.2 试样预处理

试样预处理应符合以下要求：

- a) 在 GB/T 29070 规定的检测环境中预处理不少于 12 h；
- b) 填充粉末前对夹具进行清理，防止夹具中有夹杂物影响检测结果；
- c) 填充粉末时戴一次性手套和使用一次性填充工具；
- d) 粉末填充量大于或等于 10 mm^3 或根据客户要求确定粉末数量。

5.7.4.3 工艺参数的选择及控制

工艺参数的选择及控制应符合以下要求：

- a) 在 X 射线焦点未散焦状态，通过调节 X 射线源电流、电压值得到 CT 二维图像最佳的灰度值区间。宜选用低电压、高电流以增加对比度。
- b) 采用前准直器对 X 射线的形状进行控制，以减少散射线。
- c) 条件允许时可采用同等材料或近似材料滤片放在 X 射线源出口端，以减少 X 射线能谱中低能射束硬化和散射线的影响。
- d) 几何放大倍数：保证测试图片清晰度的情况下，选用最大的放大倍数，几何放大倍数 = FDD/FOD ，其中：
 - 1) FDD：X 射线焦点到探测器的距离；
 - 2) FOD：X 射线焦点到样品的距离。
- e) 被测粉末样品水平旋转 360° 以确保样品在检测视场内。被测样品二维图像宜占显示器总视场的 $2/3$ 以上。
- f) 选用最佳的探测器模式来控制获取 X 射线信号速度。
- g) 选用最佳的积分时间来采集足够的 CT 图像。

5.7.4.4 图像后处理及夹杂物分析

图像后处理应符合以下要求：

- a) 采用重构软件将 CT 所采集的二维图像重构为三维立体信息；
- b) 采用处理软件对图像进行全局和局部的对比度、亮度等调整，使图像便于观察；
- c) 采用分析软件对样品的三维立体信息表面测定，过滤不必要的物质，如空气等；
- d) 采用分析软件对样品的三维立体信息进行分层观察；
- e) 选定粉末样品的灰度值，采用分析软件识别样品中夹杂物。

5.8 空心粉

5.8.1 总则

空心粉的表征方法有工业 CT 扫描法和金相法，供需双方可根据实际情况自行选择。

5.8.2 工业 CT 扫描法

5.8.2.1 检测步骤

按 5.7.4.1～5.7.4.3 的规定进行试验。

5.8.2.2 图像后处理

图像后处理应符合以下要求：

- a) 采用重构软件将 CT 所采集的二维图像重构为三维立体信息；
- b) 采用处理软件对图像进行全局和局部的对比度、亮度等调整,使图像便于观察；
- c) 采用分析软件对样品的三维立体信息表面测定,过滤不必要的物质,如空气等；
- d) 采用分析软件对样品的三维立体信息进行分层观察；
- e) 选定空心粉的灰度值,采用分析软件自动识别样品中所有空心粉的数量；
- f) 采用分析软件对样品中粉末总数和空心粉数量进行统计,统计分层截面数量不少于 10 张,或根据客户需求商定具体数量；
- g) 根据客户需求可对空心粉进行后处理。

5.8.2.3 结果计算和表示

结果计算和表示应符合以下要求：

- a) 采用分析软件,对采样粉末空心粉率进行分析；
- b) 统计的空心粉数量(个)；
- c) 空心粉率(%)：对采样粉末空心粉数量和采样粉末总数之比,自动得出空心粉率,结果小数点后保留 3 位有效数字,统计粉末数量不少于 2 万颗或体积不小于 3 mm³。

5.8.3 金相法

将粉末样品压实镶嵌,进行打磨、抛光、侵蚀,使得空心粉内部暴露出来,使用光学显微镜或扫描电镜观察,统计数量不少于 2 万颗粉末。

6 检测报告

检测报告应包含但不限于下列内容：

- a) 供应商名称和地址；
- b) 产品信息,如合金牌号、主要技术参数、循环使用次数、包装、贮存条件等；
- c) 检测结果；
- d) 采用的标准编号；
- e) 本标准未做规定的操作和选项；
- f) 任何可能影响实验结果的情况。

