

ICS 25.030;77.160
CCS H 71



中华人民共和国国家标准

GB/T 41978—2022

增材制造 金属粉末空心粉率检测方法

Additive manufacturing—Test method for hollow particle ratio of metal powders

2022-10-12 发布

2022-10-12 实施



国家市场监督管理总局
国家标准管理委员会发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 样品	2
6 试验方法	2
7 试验数据处理	5
8 试验报告	5

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国机械工业联合会提出。

本文件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技术委员会(SAC/TC 243)共同归口。

本文件起草单位：上海材料研究所、国合通用测试评价认证股份公司、无锡市检验检测认证研究院、中国机械科学研究总院集团有限公司、北京理工大学、中航迈特粉冶科技(北京)有限公司、中机生产力促进中心有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、北京科技大学、西北有色金属研究院、西安增材制造国家研究院有限公司、中天上材增材制造有限公司、西北工业大学、中国航发商用航空发动机有限责任公司、钢铁研究总院有限公司、宁波众远新材料科技有限公司、西安赛隆金属材料有限责任公司、国标(北京)检验认证有限公司、浙江亚通焊材有限公司、盘星新型合金材料(常州)有限公司、西安欧中材料科技有限公司、有研增材技术有限公司、华南理工大学、中国航发北京航空材料研究院、湖南华曙高科股份有限公司、中国机械制造工艺协会、珠海天威飞马打印耗材有限公司、中机新材料研究院(郑州)有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、星尘科技(广东)有限公司、辽宁增材制造产业技术研究院有限公司、安徽相邦复合材料有限公司。

本文件主要起草人：杨启云、张丽民、冒浴沂、毕然、雷红帅、高正江、薛莲、崔妍、孔德成、谈萍、侯颖、张亮、顾孙望、林鑫、雷力明、王长军、赵文军、邱沙、刘淑凤、翁子清、肖海波、宋嘉明、刘英杰、王迪、梁家誉、徐峰、战丽、乔怀信、王森辉、董超芳、吴文恒、刘英坤、毛新华、刘常升、王磊、夏雯。

增材制造 金属粉末空心粉率检测方法

1 范围

本文件描述了增材制造用金属粉末空心粉率检测方法的原理、样品、试验方法、试验数据处理和试验报告。

本文件适用于增材制造用金属粉末空心粉率的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 13298 金属显微组织检验方法

GB/T 16594 微米级长度的扫描电镜测量方法通则

GB/T 29070—2012 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

3 术语和定义

GB/T 35351 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

空心粉 hollow particle

内部含有封闭或半封闭气孔的金属粉末。

3.2

空心粉率 hollow particle ratio

空心粉颗粒数量占粉末颗粒总数量的比例。

注: 空心粉率以百分数(%)表示。

4 原理

4.1 显微镜法

采用金相镶嵌方法将金属粉末进行镶嵌、磨抛,得到粉末金相试样,然后利用光学显微镜或扫描电子显微镜-背散射电子成像观察粉末颗粒的截面图像,统计出图像中的粉末颗粒总数量和空心粉颗粒数量,经计算得出该批次粉末样品的空心粉率。

4.2 工业计算机层析成像(CT)法

利用工业计算机层析成像(CT)系统,对金属粉末进行断层扫描,得到粉末的二维断层图像,通过三维重构软件,重构出粉末颗粒的三维立体图像,统计出二维或三维图像中的粉末颗粒总数量和空心粉颗粒数量,经计算得出该批次粉末样品的空心粉率。

5 样品

- 5.1 样品应为干燥的金属粉末,质量不少于 30 g。
- 5.2 为避免粉末发生污染,取样前应对取样、装样容器进行清洁。
- 5.3 将样品充分混合均匀,摊成等厚的正方形,并划两条对角线,分成四个三角形,取出其中两个对顶三角形的样品,剩下的样品再按上述方法反复分取,直至最后剩下的样品接近所需的取样数量为止。
- 5.4 每份样品的取样数量不少于所采用试验方法规定的统计数量。

6 试验方法

6.1 显微镜法

6.1.1 试验设备及辅助材料

试验仪器设备及辅助材料包括:

- a) 金相镶嵌设备;
- b) 金相磨抛机;
- c) 光学显微镜或扫描电子显微镜;
- d) 具有颗粒识别、统计功能的图像分析软件系统;
- e) 金相镶嵌材料、砂纸、抛光磨料。

6.1.2 试验步骤

- 6.1.2.1 取金属粉末样品,加入镶嵌材料,并将二者充分混合。
- 6.1.2.2 将混合后的粉末混合料采用热镶嵌法或冷镶嵌法,制备得到粉末金相试样。
- 6.1.2.3 将制备好的粉末金相试样,利用金相磨抛机进行研磨、抛光,试样磨下量宜不小于 0.5 mm,磨抛至肉眼可见粉末颗粒的金属光泽,清洗、干燥试样。
- 6.1.2.4 根据试验设备条件,按照 GB/T 13298 的规定,采用光学显微镜或按照 GB/T 16594 的规定,采用扫描电子显微镜对粉末金相试样进行观察,在试样磨抛面的不同位置观察并拍摄颗粒截面图像,不同粒度粉末的推荐图像放大倍数见表 1。对于在推荐放大倍数下无法判断是否为空心颗粒的粉末,可适当放大观察倍数,确认是否为空心颗粒。

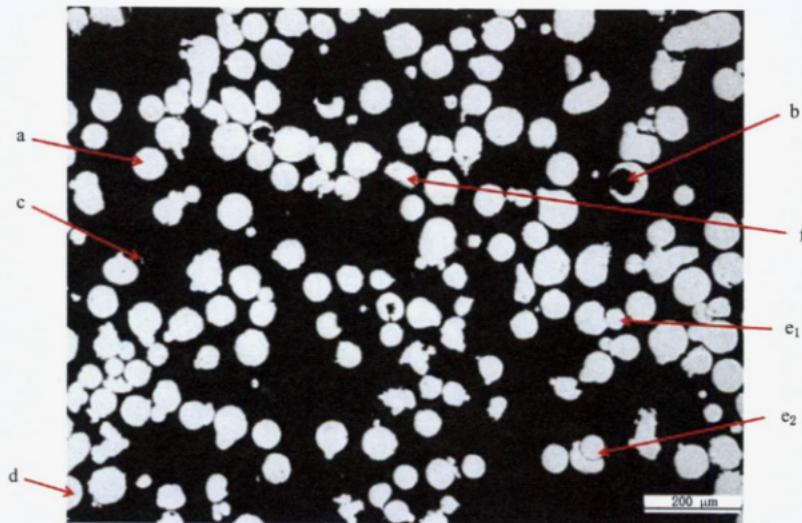
表 1 不同粒度粉末的推荐放大倍数

粉末粒度(D) μm	放大倍数
$15 < D \leq 53$	150~200
$53 < D \leq 150$	70~100
$150 < D \leq 270$	50

注: 其他粒度范围的粉末样品适当放大或缩小倍数。

- 6.1.2.5 按以下要求分别统计粉末颗粒显微镜图像(见图 1)中的粉末颗粒总数量和空心粉颗粒数量:

- a) 具有灰白色截面的颗粒均判定为金属粉末颗粒；
- b) 具有灰白色截面的颗粒出现封闭或半封闭暗色区域，判定为空心粉颗粒；
- c) 根据显微镜法的特点，截面最大尺寸不大于 $5 \mu\text{m}$ 且不存在空心的颗粒不计入粉末颗粒总数量；
- d) 对于所有的粉末颗粒，只要存在空心，均计入空心粉颗粒数量；对于不存在空心的颗粒，位于图像边缘无法显示整个截面的颗粒不计入粉末颗粒总数量；
- e) 对于团聚的“卫星粉”，如果颗粒之间没有相互嵌入，则分别统计数量，如果颗粒之间相互嵌入，则判定为一个颗粒；
- f) 磨抛时发生破损的非完整颗粒，判定为一个颗粒。



标引符号说明：

- a —— 金属粉末颗粒；
- b —— 空心粉颗粒；
- c —— 截面最大尺寸不大于 $5 \mu\text{m}$ 且不存在空心的颗粒；
- d —— 不存在空心且位于图像边缘无法显示整个截面的颗粒；
- e₁ —— 颗粒之间没有相互嵌入的团聚的“卫星粉”；
- e₂ —— 颗粒之间相互嵌入的团聚的“卫星粉”；
- f —— 磨抛时发生破损的非完整颗粒。

图 1 粉末颗粒显微镜图像示例

6.1.2.6 图像中的颗粒总数量可利用图像分析软件进行统计，对于 6.1.2.5 中的 b)、e)，采用人工识别、统计。

6.1.2.7 统计的粉末颗粒总数量推荐不少于 3 000 颗(或个)，或由供需双方协定。

6.2 工业计算机层析成像(CT)法

6.2.1 试验人员、设备及辅助工具

6.2.1.1 试验人员、设备应分别符合 GB/T 29070—2012 中 4.1 和 5.1 的规定。

6.2.1.2 辅助工具包括低密度圆柱形试管、装具、夹具等，不同粒度粉末的推荐试管直径见表 2。

表 2 不同粒度粉末的推荐试管直径

粉末粒度(D) μm	试管直径 mm
$15 < D \leq 53$	0.5
$53 < D \leq 150$	1~2
$150 < D \leq 270$	2~4

注：根据粉末粒度范围适当调整试管直径。

6.2.2 试验步骤

6.2.2.1 按照 GB/T 29070—2012 中 6.1~6.3 的规定进行试验准备。

6.2.2.2 根据金属粉末粒度大小,选取试管规格和夹具,并进行清洗处理,将粉末样品装入试管中,试管两端进行封堵,进行适当振实,避免检测过程中,粉末出现相对移动。

6.2.2.3 利用夹具将试管装在设备转台中心位置,使试管保持垂直且居中,以减少转台旋转引起的尺寸变化对成像精度造成影响,试管水平旋转 360°以确保样品在检测视场内。

6.2.2.4 通过调节 X 射线源电流、电压值得到二维断层图像最佳的灰度值区间,宜选用低电压、高电流工作模式,在确保图像清晰度的情况下,选用最大的放大倍数。

6.2.2.5 扫描试管的中间区域,获取粉末颗粒的二维断层图像,可利用三维重构软件将二维断层图像重构为三维立体图像信息,并调整图像对比度、亮度等,过滤掉干扰图像的因素,如空气等。

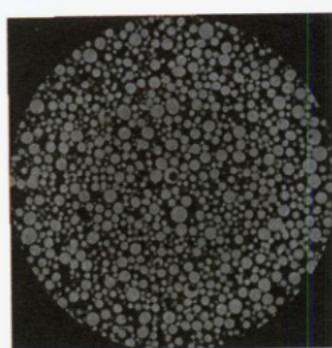
6.2.2.6 采用分析软件对粉末样品的二维图像和三维图像分别进行粉末颗粒和空心粉颗粒数量统计,根据工业计算机层析成像(CT)法的特点,空心部分最大尺寸不大于 $10 \mu\text{m}$ 的颗粒不计入空心粉颗粒数量,可根据需要选择二维图像分析或三维图像分析,具体要求如下:

a) 二维图像分析:

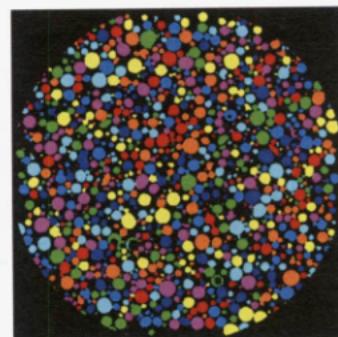
- 1) 二维图像切片扫描时,切片厚度应大于粉末颗粒的最大直径[见图 2 a)];
- 2) 利用设备的图像分析软件自动识别样品中所有的空心粉颗粒;
- 3) 颗粒总数量、空心粉颗粒的统计按照 6.1.2.5 的规定执行。

b) 三维图像分析:

- 1) 统计前应采用分水岭算法将粘附的粉末颗粒进行分离,分别统计颗粒数量,不同颜色代表独立的颗粒[见图 2 b)];
- 2) 统计前应去除由于 CT 切片导致的非完整的颗粒[见图 2 c)、图 2 d)];
- 3) 颗粒内部出现封闭或半封闭暗色区域即为空心颗粒[见图 2 e)]。



a) 二维切片



b) 粉末颗粒分离

图 2 粉末颗粒工业计算机层析成像(CT)示例

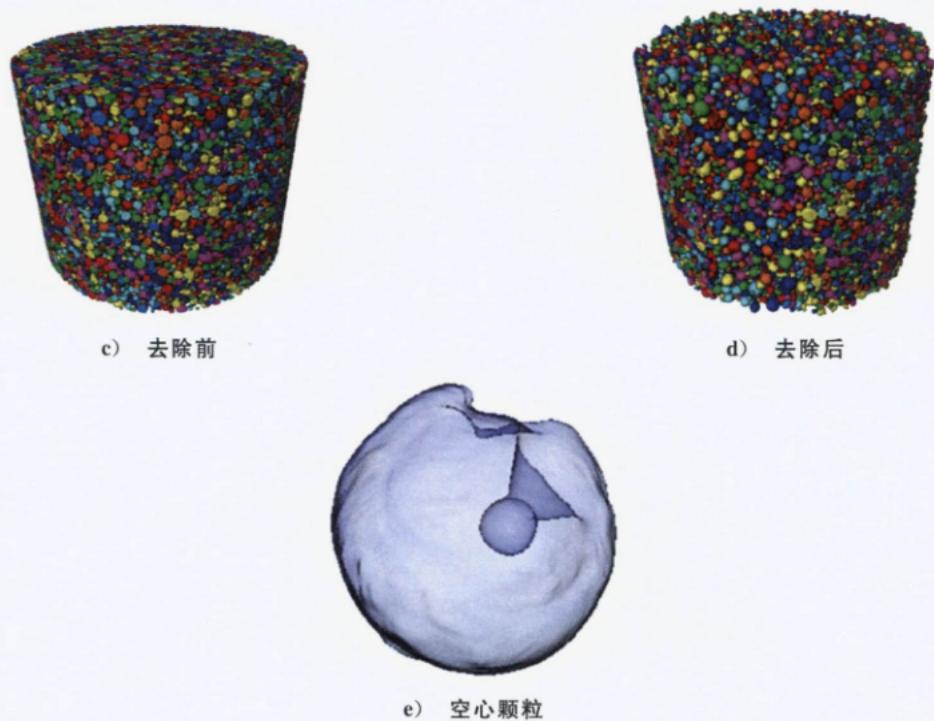


图 2 粉末颗粒工业计算机层析成像(CT)示例(续)

6.2.2.7 统计的粉末颗粒总数量不少于 20 000 颗(或个),或由供需双方协定。

7 试验数据处理

按式(1)计算金属粉末的空心粉率:

$$K = \frac{n}{N} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:

K ——空心粉率,以百分数(%)表示,保留小数点后两位有效数字;

n ——统计的空心粉颗粒数量,单位为颗或个;

N ——统计的粉末颗粒总数量,单位为颗或个。

8 试验报告

试验报告应包含但不限于下列内容:

- a) 本文件编号及检测方法;
- b) 测试样品所需的详细说明;
- c) 所用仪器设备类型、检测参数、试验人员、试验日期;
- d) 试验结果;
- e) 本文件未做规定的操作和选项;
- f) 任何可能影响试验结果的因素。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
增材制造 金属粉末空心粉率检测方法
GB/T 41978—2022

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2022年10月第一版 2022年10月第一次印刷

*
书号: 155066 · 1-71389 定价 26.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 41978-2022



码上扫一扫 正版服务到