

分类号：TG141

单位代码：10363

密 级：公开

学 号：2210220110

选择性激光熔化制备纯钨块体材料的研究
Study on the Preparation of Pure Tungsten Bulk
Materials by Selective Laser Melting

学生姓名：_____苏玉东_____

指导教师：_____朱协彬_____

校外导师：_____吴杰峰_____

专 业：_____材料与化工_____

研究方向：_____金属材料及其先进技术_____

论文答辩日期：2024 年 5 月 29 日

二、安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：苏永东

日期：2024年6月3日

三、安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 ____ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☒。

学位论文作者签名：苏玉东

日期：2024 年 6 月 3 日

指导教师签名：朱琳

日期：2024 年 6 月 3 日

选择性激光熔化制备纯钨块体材料的研究

摘 要

钨（W）熔点高，是聚变堆第一壁部件制造的首选材料。但其高硬度、脆性特性，使得具备曲面、孔槽以及复杂流道特征的钨合金零件难以采用常规的加工技术来制备。选择性激光熔化（Selective Laser Melting, SLM）技术可以实现高质量、高精度、高复杂度的金属零部件的一次成型，是近年来发展较快的一种新型加工技术。本文以等离子球化工艺制备的高球形度和流动性纯钨粉为原料，开展了小尺寸钨块选择性激光熔化成形工艺优化和组织性能的研究。具体研究内容和所取得的成果有：

首先，开展了纯钨块选择性激光熔化成形工艺优化研究。以表面形貌、致密度、力学性能为技术指标，对比分析了不同激光扫描速度、激光功率下小尺寸钨块的形貌、致密度、力学性能，结合微观组织表征手段，分析了扫描速度、激光功率与钨块微观组织、力学性能的内在关联。试验表明：晶粒尺寸显著变小，缺陷显著降低，激光扫描速率从 800mm/s 提高到 900mm/s；当激光扫描速率继续增加时，由于受热时间短，熔池金属粉末易产生未熔合、熔道不连续等缺陷。当激光功率从 300W 增加到 400W 时，纯 W 试样内部较大尺寸的晶粒逐渐减少，且孔隙和微裂纹等缺陷明显减少；同时发现当激光功率增加到一定数值时晶粒尺寸变得粗大，主要因为打印上一层熔池经二次加

热发生了重熔现象，使晶粒再次生长。结果表明：以激光功率 400W、激光扫描速率 900mm/s、激光扫描间距 0.07mm 和铺粉厚度 0.025mm 为最优工艺，获得了相对密度高达 97.2% 的纯 W 试样，其显微硬度达 $413.6 \text{ HV} \pm 5$ ，抗压强度达 1255.28MPa，与传统的制备方法相比性能有明显的提升。

其次，开展了选择性激光熔化过程中缺陷类型及其形成机理研究。试验表明：由于粉末的球形度不规则、成形环境的不稳定、表面应力的不均匀及工艺参数的不匹配等因素，造成成形纯 W 块体内部出现球化现象、孔隙及微裂纹等缺陷对组织和性能有着显著影响。实验结果表明通过改变工艺参数，即选择合适的激光工艺参数对缺陷的抑制有很大作用，相对密度和力学性能显著提高。

最后，开展了选择性激光熔化成型钨块的热等静压（Hot Isostatic Pressing, HIP）后处理研究。选择性激光熔化成型纯钨试样的组织和力学性能的影响是在最优的工艺参数下经过热等静压技术处理后研究出来的。试验表明：（1）经热等静压处理后纯钨试样的相对密度由 97.2% 提高到 98.8%，主要由于热等静压处理后样件的内部发生了晶粒变化，内部气孔和微裂纹减少，相对密度提高。经热等静压处理的纯钨试样内部晶粒纵横截面两个方向晶粒形貌都呈等轴晶，这是由于热等静压处理过程中高温和高压为试样内部晶粒的再结晶和各向同性生长提供足够驱动力的缘故。（2）经热等静压技术处理后选择性激光熔化成型钨块体的显微硬度从原来的 $413.6 \text{ HV} \pm 5$ 提高到 $433.6 \text{ HV} \pm 5$ ；极限抗压强度 1255.28MPa 提高到 1528.83MPa，主要由

于经热等静压处理后纯钨试样的孔隙或微裂纹等缺陷消失或减少，提高该试样的相对密度；经热等静压处理时可以有效地释放处理前样品内部存在的残余应力，提高材料的韧性。结果表明：选择性激光熔化制备的纯钨试块通过热等静压技术热处理后其微观组织发生的变化，引起其致密度和力学性能明显提高和增强。

关键词：纯钨，选择性激光溶化，热等静压，致密度，微观组织，力学性能

STUDY ON THE PREPARATION OF PURE TUNGSTEN BULK MATERIALS BY SELECTIVE LASER MELTING

ABSTRACT

Tungsten is the preferred material for the manufacture of the first wall component of the fusion reactor because of the high melting point. However, due to its high hardness and brittleness, tungsten alloy parts with curved surface, hole groove and complex flow channel characteristics are difficult to be prepared by conventional processing technology. Selective Laser Melting (SLM) technology can realize the one-time forming of metal parts with high quality, high precision and high complexity, which is a new processing technology that has developed rapidly in recent years. The high sphericity and fluidity pure tungsten powder used as raw material was prepared by plasma spheroidization process, and the SLM forming process optimization and microstructure and properties of small size tungsten block investigation were carried out in this paper. The specific research contents and achievements are as follows :

Firstly, the optimization of SLM forming process of pure W blocks

was studied. The morphology, density and mechanical properties of small-sized tungsten blocks under different laser scanning speeds and laser powers were analyzed by technical indicators like surface morphology, density and mechanical properties tests. Besides, the internal relationship between scanning speed, laser power and microstructure, mechanical properties of W blocks was analyzed combined with microstructure characterization methods. The results show that the grain size and defects are significantly reduced with the laser scanning rate increases from 800 mm/s to 900 mm/s. When the laser scanning rate continues to increase, the metal powder in the molten pool is prone to defects such as incomplete fusion and discontinuous melting due to the short heating time. When the laser power increases from 300W to 400W, the larger grains in the pure W sample gradually decrease, and the defects such as pores and microcracks are obviously reduced. At the same time, it was found that when the laser power increased to a certain value, the grain size became coarse, mainly because the re-melting phenomenon occurred in the upper layer of the molten pool after secondary heating, so that the grains grew again. The results show that the laser power is 400W, the laser scanning speed is 900mm/s, the laser scanning spacing is 0.07mm and the powder thickness is 0.025mm. The pure W sample with a density of 97.2 % is obtained. The microhardness is $413.6 \pm 5\text{HV}$, and the compressive strength is 1255.28MPa, which is significantly improved

compared with the traditional preparation method.

In addition, the type and formation mechanism of defects in SLM process were studied. The results show that due to the irregular sphericity of the powder, the instability of the forming environment, the non-uniformity of the surface stress and the mismatch of the process parameters, the defects such as spheroidization, pores and microcracks in the forming pure W block have a significant effect on the microstructure and properties. The experimental results show that by changing the process parameters, that is, selective the appropriate laser process parameters has a great effect on the suppression of defects, and the relative density and mechanical properties are significantly improved.

Finally, the hot isostatic pressing post-treatment of SLM-formed tungsten block was studied. Under the optimal process parameters, the effects of HIP treatment on the microstructure and mechanical properties of SLM-formed pure W samples were studied. The results show that: (1) After hot isostatic pressing treatment, the relative density of pure tungsten samples increased from 97.2 % to 98.8 %, which was mainly due to the change of grains inside the samples after hot isostatic pressing treatment, the decrease of internal pores and microcracks, and the increase of relative density. The grain morphology of the pure tungsten sample treated by hot isostatic pressing is equiaxed in both directions of the longitudinal and transverse sections of the grains. This is due to the high

temperature and high pressure during the hot isostatic pressing process, which provides sufficient driving force for the recrystallization and isotropic growth of the grains inside the sample. (2) After HIP treatment, the microhardness of SLM-formed tungsten bulk increased from $413.6 \pm 5\text{HV}$ to $433.6 \pm 5\text{HV}$; the ultimate compressive strength increased from 1255.28MPa to 1528.83MPa , which was mainly due to the disappearance or reduction of defects such as pores or microcracks in pure W samples after HIP treatment, and the relative density of the samples was improved. HIP treatment can effectively release the residual stress in the sample before treatment and improve the toughness of the material. The results show that the microstructure of the pure W test block prepared by SLM is changed after heat treatment by HIP technology, which causes the density and mechanical properties to be significantly improved and enhanced.

KEY WORDS: Pure tungsten, Selective Laser Melting, Hot Isostatic Pressing, Density, Microstructure, Mechanical properties

目录

摘 要	I
ABSTRACT	IV
第 1 章 绪论	1
1.1 引言	1
1.2 钨的性能	2
1.2.1 钨的物理、化学性质	2
1.2.2 钨的力学性能	3
1.3 选择性激光熔化(selective laser melting)	3
1.4 选择性激光熔化成形纯钨的研究进展	6
1.5 热等静压 (HIP) 技术对 SLM 成形部件的研究进展	8
1.6 本文研究目的及意义	9
第 2 章 实验材料及研究方法	11
2.1 研究内容及路线	11
2.2 实验材料	12
2.3 实验设备	13
2.3.1 样品打印设备	13
2.3.2 热等静压 (HIP) 设备	14
2.3.3 真空干燥设备	14
2.4 实验方法	15
2.5 选择性激光熔化技术制备过程	18
2.6 表征测试	19
2.6.1 光学显微表征	19
2.6.2 扫描电子显微和背散射电子衍射表征	20
2.6.3 物相分析	21

2.7 性能测试.....	21
2.7.1 致密度测试.....	21
2.7.2 力学性能测试.....	22
第 3 章 选择性激光熔化成形纯钨块材料的工艺参数调控.....	24
3.1 激光扫描速率对纯钨样件致密度及组织性能的影响.....	24
3.1.1 表面形貌与致密度的研究.....	24
3.1.2 微观组织与物相分析.....	26
3.1.3 力学性能的影响.....	28
3.2 激光功率对 SLM 成形纯钨试样组织性能影响.....	30
3.2.1 表面形貌与致密度.....	30
3.2.2 微观组织与物相分析.....	32
3.2.3 力学性能的影响.....	34
3.3 其他工艺参数对 SLM 制备纯钨块体致密度和成形性研究.....	37
3.4 本章小结.....	39
第 4 章 选择性激光熔化成形过程中缺陷及形成机理.....	41
4.1 球化现象的产生与抑制.....	41
4.2 孔隙与微裂纹形成机理.....	43
4.2.1 孔隙形成机理.....	43
4.2.2 气孔形成的机理.....	44
4.2.3 微裂纹形成的机理.....	45
4.3 本章小结.....	47
第 5 章 热等静压处理对 SLM 成形纯钨组织性能的影响.....	49
5.1 纯钨 HIP 致密化机理研究.....	49
5.2 热等静压（HIP）技术对成形件组织性能的影响规律.....	51
5.2.1 微观组织和物相分析.....	51
5.2.2 力学性能.....	53
5.3 本章小结.....	55
第 6 章 结论.....	56
参考文献.....	58

攻读硕士学位期间发表的论文	67
致谢	68

第 1 章 绪论

1.1 引言

自从国家提出“加快建设制造强国，加快发展先进制造业”的发展战略以来。我国先后出台了包括增材制造(Additive manufacturing, AM)技术在内的重大部署文件，全面提升了我国制造业发展的质量和水平^[1]。AM 技术是近年来发展最快的新型制造技术之一，特别在金属增材制造技术方面，在航空航天、医疗生物、国防工业和文物保护等领域前景广阔^[2-6]。与减材制造等传统制备方法相比，AM 技术具有高度定制、快速构建、成本低和快速制备小批量个性的成形零部件优点等^[7-11]，尤其是自由设计度高的特点，在制备相对复杂结构的零部件方面具有明显的优势^[12-13]。

金属增材制造技术是一种新型的三维打印技术，它通过将金属粉末加工成物体的方式，以逐层叠加的方式构建三维物体。金属增材制造工艺发展时间较短，但在生产制造领域应用潜力巨大。粉末床熔化技术（Powder Bed Fusion, PBF）和定向能量沉积技术（Directed Energy Deposition, DED）成形工艺最丰富、市场化应用最多的金属增材制造技术^[14]。其中，粉末床熔融技术以选择性激光烧结（selective laser sintering, SLS）技术、选择性激光熔化（Selective Laser Melting, SLM）技术和电子束选区熔化（Electron Beam Melting, EBM）技术最具有代表性，也是当前先进制造技术领域的重要部分。当前，对于制备高熔点和难加工材料采用选择性激光熔化（selective laser melting, SLM）技术是一个理想的方案。对于难熔金属钨(W)而言，其高熔点和高韧脆转变温度（DBTT），传统上钨材料的制造主要采用粉末冶金（PM）、火花等离子烧结（SPS）和化学气相沉淀(CVD)等方法制备^[15-18]，由于制钨材料在制造过程中产生高熔点钨的熔点，使其受欢迎程度受到很大限制。对于制造复杂架构的钨材料零部件，如有弯曲、孔洞等特殊结构的零部件，以往传统的制备方法难以实现。SLM 技术现在越来越受到重视，以制造周期短、成型尺寸精度高、力学性能接近甚至超过锻件、表面冶金质量好等优点下，能够在制备复杂精密结构中得到广泛应用。

因此，采用 SLM 技术为钨产品的制备提供了一种新的备选途径，利于推动 SLM 技术在难熔金属领域的应用。

1.2 钨的性能

金属钨（W）早期应用于电光源的灯丝材料^[19]，后被用于核能、航天航空、医疗器械等领域^[20-22]，是一种极硬的、耐腐蚀的和耐高温的金属，具有很强的抗腐蚀性。特别在磁约束核聚变装置中，钨具有高熔点、高硬度、高模量和好的高热导率等特点，而且钨的化学性质十分稳定，是面向等离子体材料中最具应用前景的^[23-25]。

1.2.1 钨的物理、化学性质

钨的物理、化学性质如表 1-1 所示。钨是一种金属元素，化学元素符号是 W，原子序数为 74，在元素周期表中排在第六周期的 VIB 族。钨(W)的化学性质比较稳定，特别是抗腐蚀性较好，在常温和大气中极不易生锈，甚至比不锈钢还要耐腐蚀。纯(W)具有较好的阳极氧化性能，可以制作高温热电偶和温度控制器^[26]。钨具有很高的导电性，在极端的温度和电场下仍能保持较高的电导率，能够承受较高的温度，且不会发生变形和熔化。因此，钨被认为为面向等离子体的首选材料。

表 1-1 钨的物理化学性能

物理性质	数值
密度	19.35 g/cm ³
熔点	3422±10℃
沸点	5660 °C~6000 °C
摩尔质量	183.85 g/mol
熔化热	35.3 kJ/mol
汽化热	806.7 kJ/mol
比热容	24.27 J·mol ⁻¹ ·K ⁻¹
杨氏模量	411 GPa
热导率	173 W·m ⁻¹ ·K ⁻¹

1.2.2 钨的力学性能

钨的部分力学性能见表 1-2。钨是一种重金属，他有极高的硬度和熔点。从表 1-2 中可知它的硬度非常高，接近于钻石，因此钨常被用于制造高硬度的工具。在高温高压下，纯 W 块材料的抗蠕变特性比较强，这意味着它可以在长时间的使用中保持原来的形状和结构。简单地说，纯 W 块料具有优异的机械性能，使其成为一种理想的选择，在许多高强度、耐磨性和高温环境下得到广泛应用，如航空航天、电子加工和核能等。

表 1-2 纯钨块体材料部分力学性能

性能	数值
维氏硬度	3430 MPa
布氏硬度	2570 MPa
弹性模量	300~500 GPa
拉伸强度	1600 MPa
屈服强度	800~1300 MPa
韧性转变温度	200~500 °C

1.3 选择性激光熔化 (selective laser melting)

选择性激光熔化 (Selective Laser Melting) 技术，简称 SLM 技术。它最早由德国 Fraunhofer Institute of Laser Technology 研究院首先提出，是基于激光熔化粉末材料的三维打印 (3D 打印) 技术。它能够将粉末材料加热至熔点，然后用激光束在三维空间中构建物体。发展 SLM 技术要追溯到 80 年代中期。初期阶段，SLM 技术主要是为了制造原型，尤其是用于快速制作小批量、复杂形状的原型。由于技术限制，制造出来的原型材质质量较差。2000 年至 2010 年，SLM 技术开始研究材料科学，尝试使用更多种类、更高质量的材料以满足工业应用需求，同时，提高技术稳定性，减少制造成本。如 Caravella Ilaria^[27]等人利用 SLM 工艺参数对制备 CuCrZr 样件表面质量的影响进行了实验分析，在保持能量密度不变的情况下，以不同的扫描层厚、激光光斑和扫描速度的组合对样品表面质量的影响作进行比较，结果表明：激光光斑对表面质量的影响在不同的组合参数下是微乎其微的。2010 年至今，SLM 技术广泛应在航空航天、汽车、医疗器械和船舶工

业等各个领域^[28-30], 如图 1-1(a)钛合金髋关节。同时, SLM 技术正在从制造原型逐步转向生产零部件的领域, 如图 1-1(b)铝合金零件。但直到近年来才得到广泛的应用和发展。粉末熔化成形主要技术分类及适用材料如表 1-3 所示。

表 1-3 粉末床熔化成形技术主要技术分类及适用材料

热源	分类	适用材料
激光	SLS 技术	尼龙、聚苯乙烯、聚碳酸酯、各种金属复合材料等
激光	SLM 技术	钛合金、高温合金、铝合金、不锈钢等
电子束	EBM 技术	CoCrMo 合金、TiAl 基合金、金属铌、镍基合金等

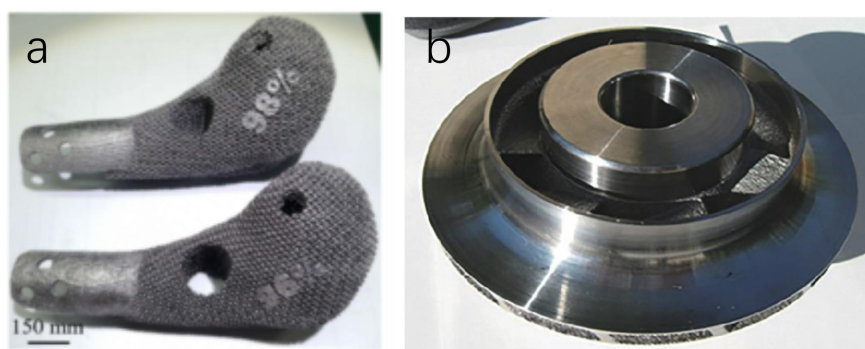


图 1-1 SLM 技术制备的(a)钛合金髋关节和(b)铝合金零件^[31-32]

SLM 工艺原理示意图如图 1-2 所示, 整个工艺装置由粉末缸、成形缸和激光器三个部分组成, 工作前用计算机根据将零件进行切片, 形成切片模型。工作时粉末缸下面的活塞向上推动粉末缸, 使铺粉刷将粉末缸中的粉末均匀铺在成形缸上, 然后根据切片模型控制激光束的二维扫描轨迹, 使粉末有选择地熔化, 从而形成零件的层次。粉末完成一层成形后, 成形仓中的活塞往下降一个厚度, 粉末缸中的活塞往上升一个层厚, 铺粉系统铺设新粉, 控制激光束扫描新层。如此周而复始, 层层叠加, 最终形成一个有立体感的完整零部件。在制备工作前需做一下准备: 为防止因氧化粉末影响零件的成形质量, 整个舱室需排除氧气; 成型仓内的基板为了减少热变形, 需要加热温度比粉体熔融温度低, 同时对于上一层的结合也有一定的益处。

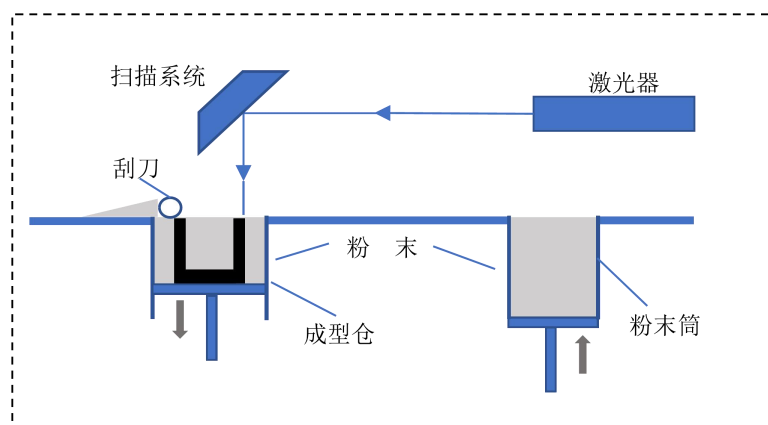


图 1-2 SLM 工艺原理示意图

SLM 技术是在 SLS 技术的基础上发展而来的，在成型设备和成形工艺方面有很多相似之处，都有充满惰性气体的成型仓、激光束装置、铺粉装置、成形平台装置和逐层铺粉系统。两种技术的不同之处就是 SLM 技术可以通过铺设好的金属粉末能够一次性成形，只需要经过简单的喷砂，抛光等表面处理，得到高致密度、高精度以及良好力学性能的金属零件，而不需像 SLS 技术制备的产品零件做较为复杂的后处理，如排胶、烧结等^[33-35]。

尽管 SLM 技术与 SLS 技术相比优势很多，但也存在不足的地方。在 SLM 制备的过程中对金属粉末球形度和对成形环境的含氧量要求高，加上原材料比较贵，提高了制造成本；另外，在 SLM 制备的成形产品中极易存在孔隙、微裂纹、球化现象和翘边现象等缺陷，阻碍了 SLM 技术应用于更多领域的 SLM 制备的成型产品，这也是我们目前急需解决的课题。由于 SLM 技术具有制造周期短、成形精度高、力学性能好和可制备“一体化”复杂的零件等优点，因此 SLM 技术得到了国内外研究者的广泛关注和研究。在国外，许多专家学者对 SLM 成形材料的特性、成形试样的缺陷和力学性能等基础性问题展开了大量的研究工作。Agapovichev^[36]等人研究了钛合金经选择性激光熔化后的力学性能和微观组织，通过拉伸试验和 X 射线衍射测定了钛合金(Ti 2 级粉末)的微观结构和力学性能，研究了选择性激光熔化后钛合金的力学性能和微观组织，发现用 SLM 制备的合金相对传统的制备方法具有明显的组织均匀性和较高的机械强度。Aljaž^[37]等人研究工艺参数对钨重合金(WHA)在 SLM 制备中组织和性能的影响，发现 W 枝晶的数量和 W 晶粒的邻近接度随能量密度的变化而变化，并通过适当的后处理工

艺得到更优化微观组织的材料,获得了微观组织更加优化的材料,其性能与传统粉末冶金(UTS 为 850 ± 21 MPa,伸长率为 $10.2 \pm 1.0\%$)生产的 WHAs 相当。在国内,也有不少科研院校对 SLM 技术进行了大量研究。Wen^[38]等人通过 SLM 技术制备的高密度钨。对致密化、微观结构、机械和热性能的研究,首次获得了接近全致密的 W 样品,相对密度为 98.71%,并发现较粗的柱状晶粒在激光扫描速度由 50mm/s 提高到 400mm/s 的情况下,发生连续变化的水平面和垂直面典型微观结构,转变为均匀的较细晶粒。最佳 SLM 样品的抗压强度、显微硬度和热导率分别提高到 1523MPa、428HV3 和 $148\text{W/m} \cdot \text{K}$, 优于传统方法制备的样品。Guo^[39]等人通过对 SLM 技术制备的纯 W 零件的体积能量密度、致密化行为、微观结构演变和力学性能的影响进行了研究。研究发现在 1000J/mm^3 的最佳能量密度下获得了 19.0g/cm^3 的最大密度(理论密度的 98.4%), 并且其微观结构没有孔隙和球化现象。由 SLM 制备的纯 W 零件,显微硬度可达 474HV, 抗压强度可达 902MPa, 可与传统制程所制造的样品相匹敌。

综上所述,通过 SLM 技术制备成形,其材料的特性、成形试样的缺陷和力学性能相对于传统的制造方法明显得到改善,随着 SLM 技术从制造原型的阶段逐步转向制造零部件的阶段,并在不同领域得到广泛应用。未来,随着技术的进一步创新和完善,SLM 技术将会在更多的领域中发挥重要作用,这也为采用 SLM 技术制备纯钨块体材料提供了技术指导意义。

1.4 选择性激光熔化成形纯钨的研究进展

由于钨具有较高的熔点和低温脆性,纯 W 产品传统主要制备工艺是熔铸和粉末冶金(PM)的方法。但纯 W 的熔铸过程耗能严重、成本较高,尤其是在制备具有复杂外形和大尺寸产品时致密度低,且存在较大的残余应力,很难通过常规的铸造和机加工方法进行制备(通常大部分钨材料零件采用 PM 方法制备)。即使采用常规烧结态钨产品,也因存在密度低、强度低、塑性差和杂质含量难以控制等缺点,应用范围受到很大限制^[40]。同时,在实际应用中,钨材料零部件的结构往往较复杂,通常有曲面、弯曲管道、孔和槽等特征,传统粉末冶金方法也难以实现。目前,增材制造技术在国内外已经非常成熟,由于具有近净成形、材料利用率高、制造周期短等优点,被广大研究学者所青睐。但选择性激光熔化(SLM)

是一种局部熔融连续多层粉末以制备形状和结构复杂的三维金属零件的加工工艺，作为激光增材制造技术的一种，相比其他粉末床熔化技术，具有：(1)尺寸精度高；(2)表面冶金质量良好等优点，这种技术能够制造出传统的铸造、锻造和机械加工无法制造的复杂形状。

目前，美国、欧洲等发达国家在选择性激光熔化成形的粉末制备、成形设备、软件与工艺等领域处于领先地位，SLM 技术在航空航天、医疗生物、汽车及模具、建筑等领域广泛应用，如应用在航空发动机上的涡轮叶片、应用在生物医疗上的股骨结构及口腔植入物。SLM 技术在国内还处于研究阶段，应用相比国外尚存在一定差距，我国在 SLM 设备、制造工艺、过程控制等方面关键技术取得显著进展。钛合金 SLM 基础研究由北京航空制造工研院进行，如 TC4 性能达到锻件标准等。铂力特引进国外先进 SLM 设备，实现镍基高温合金、不锈钢在内的多种复杂形状零件的制造。华中科技大学、西北工业大学、哈尔滨工业大学等^[41-42]单位在以主要研究成果的 SLM 工艺和机制研究方面开展了各具特色的工作。

现阶段选择性激光熔化技术主要针对 AlSi10Mg、TC4、不锈钢、镍基高温合金、CoCr 合金进行研究及应用^[43-46]，但在研究和应用选择性激光熔化制备纯 W 材料方面鲜有报道。选择性激光熔化可以熔化高熔点金属并制备复杂形状零件，这使得在聚变反应器中为优化 SLM 纯 W 性能而具有较高研究价值并探索其进一步应用的可能性。

纯 W 材料由于具有良好的导电性、高温稳定性等，在现代电子、半导体、光伏产业等中扮演十分重要的角色。但 SLM 制备过程中由于钨的熔点高、密度大、导热率低、熔体表面张力大、粘度大等原因，产生了不稳定的微小熔滴和显著的球化现象，使 SLM 难以成形。周鑫^[47]等人开展纯 W 选择性激光熔化成形工艺研究探索，利用激光扫描单层粉末的方式，开展了纯 W 粉体激光熔化-凝固过程研究，探索了成形加工窗口，观察了熔滴球化现象。并运用熔滴铺展-凝固竞争模型解释了球化机制，提出为了减弱球化倾向，以增强基板与粉体对激光的吸收来提高熔滴峰值温度和延长凝固时间。张丹青^[48]观察纯 W 样品的选择性激光熔化成形的微组织，发现其尺寸在 500nm 左右，且具有一定方向性的激光熔化凝固形成针状组织，形成这种微组织，一方面是由于在逐层熔融过程中，层与层

之间的热流加工方向互相垂直，从而引起晶体组织的定向生长；另一种则是由于金属粉末上的激光热源作用，在熔体表面张力的作用下，形成了一个微小的熔池 (microsolutionpool)。同时得出，随着扫描层数的增加，成形试样的显微硬度呈下降趋势，当扫描厚度由第一层增加至第六层时，试样的显微硬度由 826HV 下降到 353HV，随后显微硬度在试样高度方向上，显微硬度呈波动分布。

综上可知，采用 SLM 成形技术制备纯 W 块体试验是可行性的，为本试验的提供了借鉴和参考。通过本试验也可验证 SLM 成形技术在制备纯 W 块体材料性能方面有没有提高的空间。为采用 SLM 技术在难溶金属方面的发展提供有价值的意义。

1.5 热等静压（HIP）技术对 SLM 成形部件的研究进展

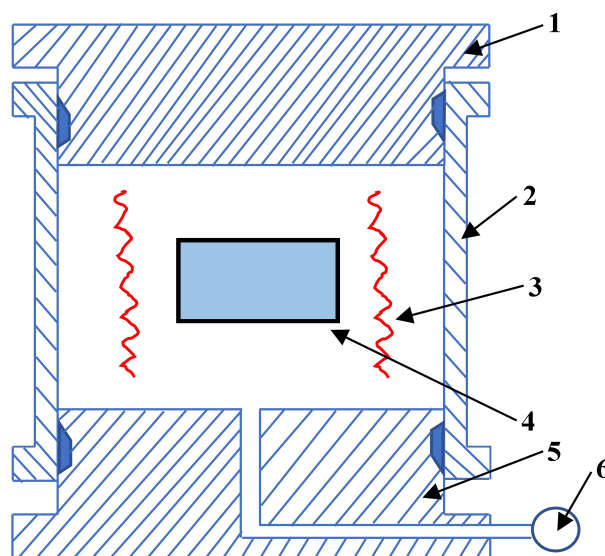


图 1-3 热等静压技术基本图解

1-上盖；2-高压缸；3-发热体；4-工件；5-下盖；6-泵

热等静压机工作原理是根据帕斯卡原理，在密封的超高压容器中，将温度和压力均匀同时作用于所处理的零件，使它们的性能明显好于其它方法的一种工艺过程，压力介质通常是氩气和氮气。合理的温度和压力可以更好的控制晶粒的增长和结构及性能的统一性，使热等静压机处理过的零件性能优越。热等静压技术基本图解如图 1-3 所示。

采用选择性激光熔化（SLM）技术生产的零件并非完美无瑕，其中经常会伴随着许多孔洞、微小裂纹等缺陷的存在。尤其是对 SLM 成型样的成形质量和组

织性能造成严重影响的微裂纹缺陷的存在。热等静压(Hot Isostatic Pressing, HIP)技术是提高材料性能的一种致密化工艺,也是一种集高温、高压于一体的热处理工艺^[49]。该技术可作为后处理工艺(SLM 成型件),能够改善 SLM 成形件中的缺陷和提高 SLM 成形件综合性能。热等静压技术最突出的功能是可以消除金属零件内部的孔洞缺陷,使零件致密度提高。

国内外许多学者对 SLM 成形后采用 HIP 技术作后处理方法研究颇多。Konečná^[50]等人在研究 SLM Ti6Al4V 构件时发现经热等静压处理后,抗拉强度从打印态的 1300MPa 下降到 1000 MPa,但大幅度提高了塑性,实验结果显示样件内部发生晶粒细化使强度增高。杨磊^[51]在对 SLM 成形 CLF-1 钢组织及性能研究时,发现通过热等静压处理后,固熔时效试样平均抗拉强度为 693.7MPa,热等静压试样抗拉强度平均为 771MPa,具有较高的冲击性能。实验表明,热等静压处理后样件内部的孔隙大量减少,试样的拉伸性能和冲击性能有了一定的提高。田辰^[52]在研究选择性激光熔化 TC1 合金并实施热等静压时发现,热处理后垂直于打印方向的抗拉强度由 1365MPa 下降到 1180MPa,而平行于打印方向的抗拉强度却从 887MPa 提高到 1060MPa,说明热处理后对样件的力学性能有明显的提高。

可知采用热等静压(HIP)技术作为选择性激光熔化(SLM)成形后处理的方法,无论对成形件组织还是力学性能都有明显改善和显著的提升。由于国内外对 SLM 成形纯 W 材料采用热等静压作为后处理的介绍较少,本文采用纯 W 材料作为研究对象,将 SLM 成形纯 W 块试样的组织和性能的影响与 HIP 工艺前后对比研究,采用 SLM 技术对纯 W 块试样进行成形,并对其进行 HIP 工艺后处理。对 SLM 成型型纯 W 零部件的组织调控和性能优化,可提供试验参考和理论依据。

1.6 本文研究目的及意义

目前主要围绕 AlSi10Mg、TC4、不锈钢、镍基高温合金、CoCr 合金等材料进行选择性激光熔化技术的研究,对难熔金属特别是纯 W 材料采用 SLM 技术制备的方法研究较少,另外由于纯 W 独特的物理和化学特性,在一些特定的领域(例如在聚变堆中第一壁材料和偏滤器零部件上)是无法被取代的。并且在传统方法制备上,由于密度低、强度低、塑性差和杂质含量高等缺点,而大大的限制了它的广泛应用。SLM 技术是现阶段大家普遍关注的一种金属增材技术,它可

以直接制备“一体化”复杂结构的金属部件，所以传统的加工方法很难制备的钨材料都是采用 SLM 技术来制备的。

第 2 章 实验材料及研究方法

2.1 研究内容及路线

1、主要研究内容

(1) 选择性激光熔化(SLM)技术制备纯 W 块体材料的成形机理研究

组织、密度和力学性能是选择性激光熔化技术制备纯 W 块体材料重点考量的参数，且这几个参数相互影响，因此对块体材料的研究首先在大参数范围内对所制备块体材料的密度进行研究，在此基础上针对单参数对块体成形过程的影响进行了深入分析。

(2) SLM 成形过程中缺陷及形成机理

SLM 成形过程中的缺陷及形成机理主要讨论 SLM 成形纯 W 块体成形件内部冶金缺陷的影响因素，然后继续对 SLM 成形件内部冶金缺陷的形成机理及控制手段进行揭示。

(3) 热等静压(HIP)致密化处理对性能的影响

热等静压(HIP)致密化处理对性能的影响主要对比 HIP 致密化处理前后，致密度、微观组织和机械性能的实验对比，确定 SLM 成形纯钨材料通过 HIP 技术致密化后的最佳工艺参数。

2、研究路线

本文通过 SLM 成形技术，研究其对纯 W 成形件及 HIP 处理后密度、表面形貌、微观组织及力学性能的影响，探索通过选择性激光熔化技术制备难熔金属钨的可行性，制订如图 2-1 所示的研究路线：

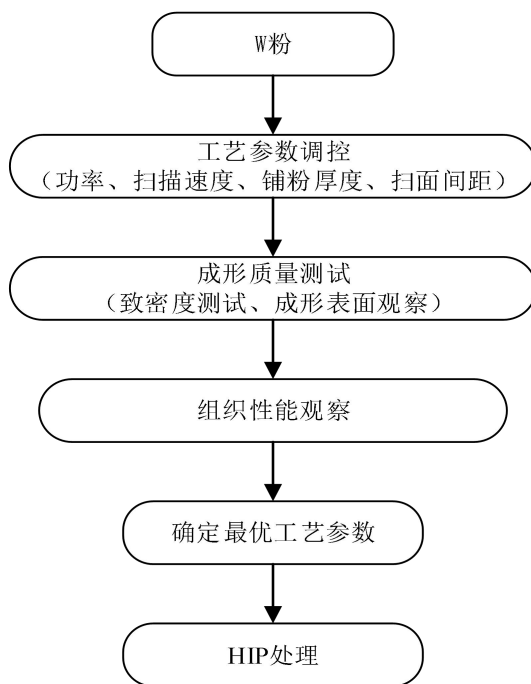


图 2-1 课题研究路线

2.2 实验材料

本实验将使用等离子球化制备纯度为 99.9% 的纯 W 粉末，由西安塞隆金属材料有限公司提供原料支持。通过如图 2-2 所示 Sigma300 型高分辨场发射扫描电子显微镜，观察了粉末的形貌，纯 W 粉末为球形粉末，表面光滑、无聚团和无杂质的球状粉末，如图 2-1 (b) 所示。通过 M9alvern Instruments 软件测试粉末属性，粒径范围为 $15\text{-}53\mu\text{m}$ ，霍尔流速 $5.24\text{s}/50\text{g}$ ，松装密度 $10.84\text{g}/\text{cm}^3$ 和振实密度 $12.74\text{g}/\text{cm}^3$ ，以上数据均保证了较好的流动性和较低的孔隙率。若粉末粒径过大，粉末成形后孔隙率大，易产生气孔；粒径过小，易出现颗粒之间相互黏合且之间的流动性差等现象。粉末的主要化学元素 (%) 列于表 2-1 中。

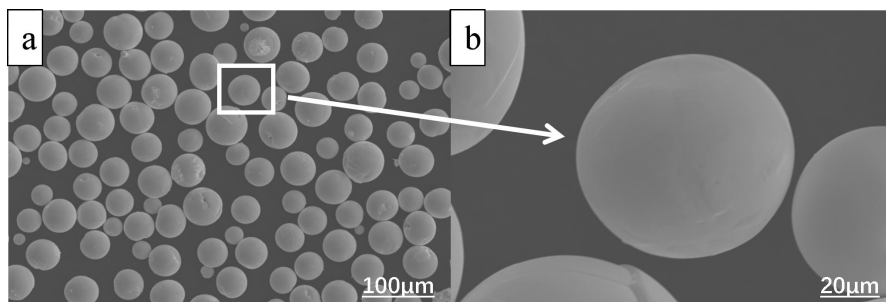


图 2-2 纯 W 粉末形态的 SEM 图像

表 2-1.W 粉的化学成分（wt%）

元素	C	O	Cu	Fe	Mo	Ni	Si	W
wt%	0.005	0.006	<0.010	<0.010	<0.010	<0.005	<0.010	Bal

在正式实验前，将粉末置于 100℃ 下干燥 2 小时，以降低粉末的湿度，改善粉末流动性及打印质量。

2.3 实验设备

2.3.1 样品打印设备

本实验全程采用北京易加三维科技有限公司生产的EP-M260金属3D打印机为成型设备，用于选择性激光熔化实验样品的制备，该设备搭载了波长为1060~1090nm(IV 级激光器)的 500W 水冷光纤激光器的光纤激光器，如图 2-3 所示。主要参数可调节的设备有激光光斑；扫描间隔；激光扫描仪测速；散粉层厚度区间；基板预热温度，表 2-2 所示为设备主要可调参数数值范围。SLM 工艺原理见第一章。



图 2-3 EP-M260 金属 3D 打印设备

表 2-2 EP-M260 设备的主要参数可调范围

主要参数	数值范围
激光功率	最大 500 W
激光波长	1060~1090 nm
激光光斑直径	70 -100 μm
激光扫描速度	$\leq 8 \text{ m/s}$
铺粉厚度	20 -120 μm
基板预热温度	最高 200°
最大成形尺寸	260×260×350 mm

2.3.2 热等静压（HIP）设备

SLM 成形钨的致密化设备采用四川航空工业川西机器有限公司生产的 RDJ500/1500-200.2000(1400)热等静压机设备(如图 2-4)。该设备主要由等静压装置、真空系统、气体系统、液压驱动系统、冷却系统、电气系统和加热系统等组成。搭载最大安装功率为 1200W、压力测量精度达到 0.5 级、最高工作压力达 200MPa 和最高工作温度 2000℃等。该设备在含有 99.99%高纯氩气的氛围下，无需制件即可达到最高 1600 摄氏度($\leq 1\text{h}$)的冷却时间，主要参数为可供设备调节的加热温度，气体压力，保温时间，气体介质等。



图 2-4 热等静压设备及控制室

2.3.3 真空干燥设备

采用功率为 1400W、温度范围为 RT+10-200℃的 DZF-6050 真空干燥设备对纯 W 粉末进行干燥，该设备搭载功率为 0.56Kw 和极限真空为 $6 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$

的 ZXZ-4 旋片式真空泵，如图 2-5 所示。



图 2-5 DZF-6050 真空干燥设备

2.4 实验方法

本实验采用前文介绍的等离子球化制备的细颗粒纯 W 粉进行钨块样品的制备。粉末的微观形貌如图 2-2 所示。

本文中的纯 W 试样均是在波长为 1060~1090nm(IV 级激光器)的 500W 水冷光纤激光器上，在聚焦光斑为 80 μm 的光纤激光束上制备的型号为 EP-M260 的金属 3D 打印设备上制备的。本文中所有的试样都是在充满氩气的氛围中，通过控制舱内氧气含量降低钨粉的氧化现象来确保 SLM 制备纯 W 块的成型质量，以保证舱内的含氧量小于 0.05%。

为深入研究选择性激光熔化制备纯 W 块试样激光工艺参数对密度、表面形貌、微观组织和力学性能的影响，采用多组试验的方法对 SLM 制备纯 W 试样进行研究分析。具体参数设置见表 2-3。采用的打印基板温度为 160°，合理的预热温度有助于提高钨材料的热传导，使激光加热的区域更平整、更均匀，从而改善纯 W 块材料的成型质量，也有助于减少纯 W 块材料的裂纹和缺陷风险，并提高其力学性能。但预热温度不能过高，以免引起基板材料的热膨胀和形变，导致工艺难度增加和制备质量降低。为了保证打印的质量，本实验采用相邻层间旋转角度增加 90°，如图 2-6 所示的长直线扫描策略，以保证打印质量。

表 2-3 SLM 制备样品参数设置

样品编号	激光功率/ (W)	扫描速率/ (mm/s)	扫描间距/ (mm)	铺粉厚度/ (mm)	扫描策略
#1	400	1100	0.07	0.025	1
#2	400	1000	0.07	0.025	1
#3	400	900	0.07	0.025	1
#4	400	800	0.07	0.025	1
#5	450	1100	0.07	0.025	1
#6	400	1100	0.07	0.025	1
#7	350	1100	0.07	0.025	1
#8	300	1100	0.07	0.025	1
#9	400	1100	0.07	0.015	1
#10	400	1100	0.07	0.020	1
#11	400	1100	0.07	0.025	1
#12	400	1100	0.07	0.030	1
#13	400	1100	0.06	0.025	1
#14	400	1100	0.07	0.025	1
#15	400	1100	0.08	0.025	1
#16	400	1100	0.09	0.025	1
补 17	400	1100	0.04	0.025	1
补 18	400	1100	0.05	0.025	1

注：表中扫描策略中的“1”代表长直线扫描策略。

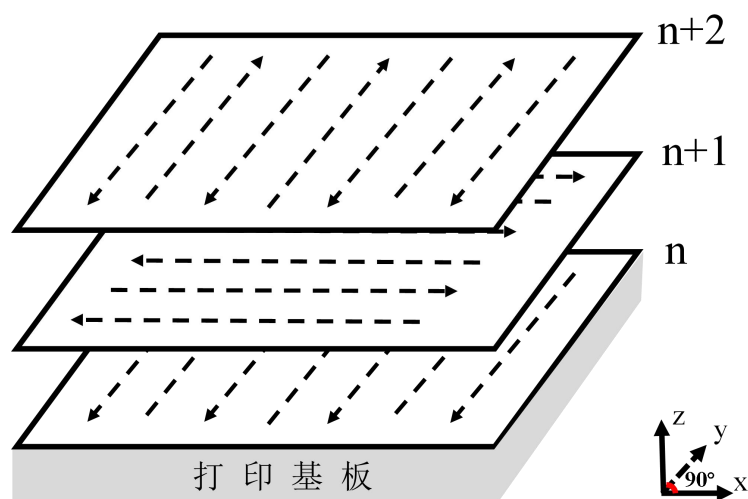


图 2-6 扫描策略

HIP 技术热处理采用 EP-M260 型选择性激光熔化成形设备制备 8 个尺寸为 $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的纯钨方块，用于微观组织分析，制备了 6 个尺寸为 $\phi 6\text{mm} \times 9\text{mm}$ 纯 W 圆柱体用于压缩性能测试，实物如图 2-7 所示。为了获得具有代表性的微观组织和力学性能，实验采用前期 SLM 成形工艺较好的实验数据，具体工艺参数为：采用 99.999% 的高纯氩气作为保护气体，以保证舱内的含氧量小于 0.05%，基板温度设定为 160°C ，激光功率 400 W，扫描速度 900 mm/s，扫描间距 0.07mm，铺粉厚度 0.025mm，激光的扫描路径为长直线扫描策略，相邻层之间有一个 90° 旋转的夹角。SLM 成形得到的试样标记为 NO HIP 样件。

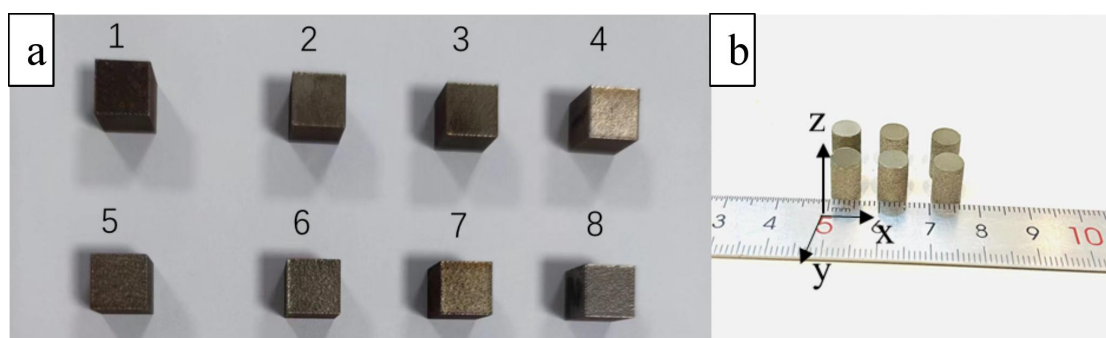


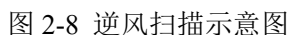
图 2-7 SLM 工艺制备的样件：（a）钨块体；（b）钨圆柱

采用 RDJ500/1500-200.2000(1400)型热等静压机（如图 2-5）设备对 SLM 成形纯 W 块体和圆柱样件进行热等静压后处理，HIP 工艺选取前期实验优化的最佳工艺参数，具体 HIP 工艺参数为：温度 1580°C ，压力 180MPa，保温包压时间 3h 后随真空炉自然冷却，保护气体为高纯氩气。经过热等静压技术热处理得到

选用选择性激光熔化(SLM)技术制备纯 W 试块主要分为三个步骤：打印前准备；正式打印和清理样品。

打印前需在成形缸中安装打印基板并进行水平校准,安装基板前和安装完成后,将沾适量无水乙醇的无尘布对打印基板表面进行擦拭,保证打印基板表面清洁。打印前需准备充足的氩气(纯度 $\geq 99.999\%$),保证打印过程能够全程通入循环氩气作为保护气体,防止材料在成型过程发生氧化和影响打印成形件的质量。然后对打印模型进行数据处理,首先通过 CATIA 软件绘制该实验需要打印样品的数字模型,然后导入计算机切片软件中,根据实验所需要的切片厚度进行模型切片,然后通过 U 盘导入打印设备中的打印设备数据处理软件进行位置调整,然后通过 U 盘导入到打印设备中的打印设备。

前期准备工作完成后，开启打印设备的冷却系统、烟尘循环净化系统、保护气循环系统、基板预热系统和过程监控系统，为正式的打印工作做准备。其中基板预热系统中预热温度的调节是在设备操作页面中进行设置，打印的其他主要参数，如激光功率、扫描间距、扫描速率、铺粉厚度及扫描策略等在设备配备的电脑软件中进行设置。待设备舱内的空气排除完全后和舱内氧含量达到 200ppm、基板预热温度达到预设的值时即可启动激光器、开启打印程序。在打印过程中使用逆风扫描方向，如图 2-8 所示，防止未熔化的纯 W 材质粉末落入未成形的区域，影响后续层打印成形质量。



(3) 清理样品

打印完成后，关闭保护气循环系统，打开舱门，清理多余粉末，待基板温度自然冷却下来后取出基板，防止打印基板温度过高取出时烫伤，也是为了防止基板温度高变形，后由专用吸尘器吸出表面多余的粉料。通过电火花线切割机割下 SLM 制备的成形样件，使用无水乙醇清理样品并烘干保存备用。SLM 制备纯 W 样品的过程如图 2-9 所示。

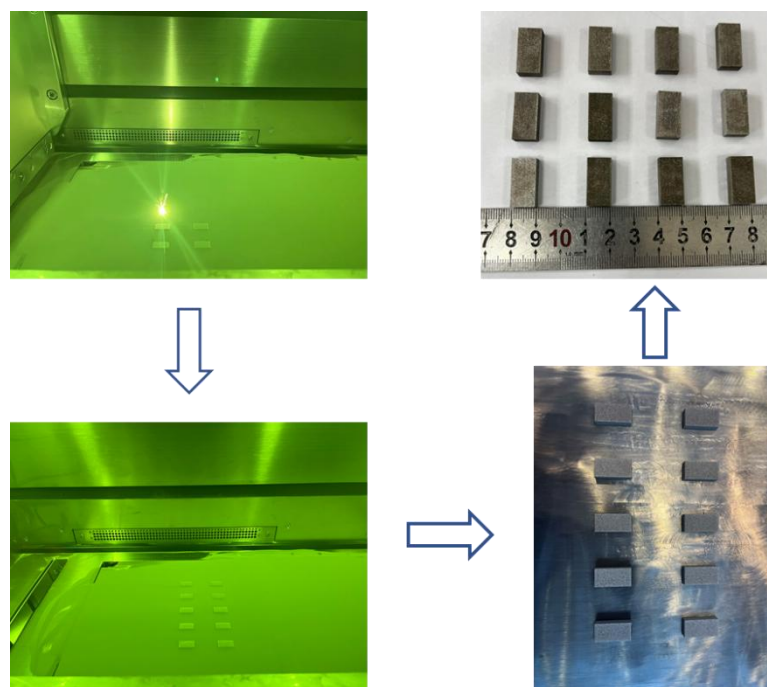


图 2-9 SLM 制备纯 W 样品的过程

2.6 表征测试

2.6.1 光学显微表征

在 SLM 工艺成形后，使用电火花线切割将样品从打印基板上割下来，对样品进行金相试样的制备，先分别用 240#、320#、400#、600#、800#、1000#和 2000#的砂纸进行表面打磨，再采用 $0.5\mu\text{m}$ 的 SO_2 悬浮液对试样进行机械抛光，直至划痕消失为止。最后，用显微镜观察表面是否达到金相实验的要求。将抛光后的试样通过 $\text{NaOH}:\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]:\text{H}_2\text{O}$ （配比为 1:1:10）的熔液进行腐蚀，腐蚀时间为 15~20s，腐蚀时样品表面显现出均匀气泡即可用酒精清洗并烘干，采用型号为 Olympus BX51M 的光学显微镜（如图 2-10 所示）对腐蚀后的样件进行组织观察。

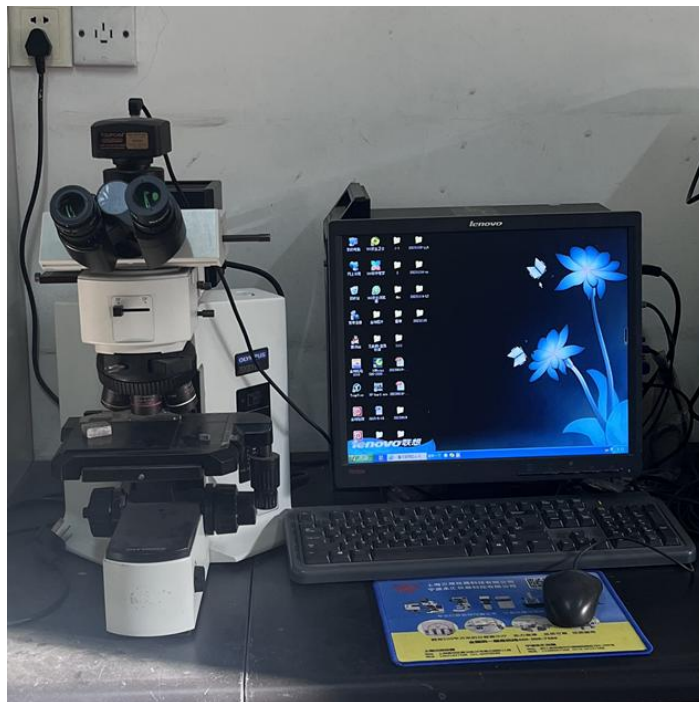


图 2-10 Olympus BX51M 型号的光学显微镜

2.6.2 扫描电子显微和背散射电子衍射表征



图 2-11 Sigma300 型蔡司高分辨场发射扫描电子显微镜

表征样品制备的方法和金相实验样品的方法相同，但是它利用电压设置为 20V、电流设置为 3mA/cm 的方法对样品进行腐蚀，电解液采用浓度为 100g·L-1.5% 的 NaOH 水溶液进行电化学腐蚀。采用高分辨场发射扫描电子显微镜（如图 2-11 所示），由德国蔡司公司生产，型号为 Sigma300 的对样品的表面形貌进行观察及进行 EBSD 分析。获得的 EBSD 原始数据是通过 Channel 5 软件进行处理的。EBSD 的测试参数包括：扫描步长为 500nm 和测试区域为 400μm×300μm。并对试样表面的化学元素进行分析，设备采用高分辨场发射扫描电子显微镜配备的电制冷能谱仪进行。

2.6.3 物相分析

X 射线衍射(XRD)是在 40kV 和 40mA 条件下，在 20~90°的 2θ范围内，以步长 0.02°的日本理学中的高库·斯马特·拉巴斯(Gaku·SmartLabse)在 CuK α辐射下运行。在不同参数下形成表征原粉和 SLM 制备的纯 W 试样。

2.7 性能测试

2.7.1 致密度测试

致密度是检验 3D 打印成品是否合格的重要性能指标之一，与选择性激光熔化体积能量密度（Volumetric Energy Density, VED）密切相关，零件致密度随体积能量密度的增大先升高后降低，表达式如公式 2.1 所示：

$$VED = P/SDV \quad (2.1)$$

式中：P：激光功率；S：铺粉厚度；D：扫描间距；V：激光扫描速率；VED：体积能量密度。

本实验采用型号为上海上平仪器有限公司生产的 JA1003 密度仪(如图 2-12)。测致密度方法是阿基米德排水法，其原理是利用物体在液体产生浮力的原理，通过测量物体放在液体中的排水量和重量，得到样品的密度和体积，再计算与物体标准完全致密度样品的密度的比值，从而得到物体的致密度。这个实验测得致密度大致步骤是这样的：为了减少测量带来的误差影响实验结果，需要多次测量才能从 SLM 制备的成形钨块中分别取相同形状大小的小样进行致密度测量。先将钨试样磨平再进行测试，并用超声波进行清洗和干燥，以避免表面氧化物及孔洞对致密度结果的影响。阿基米德排水法如公式 2.2 所示：

$$\rho = \frac{m_0 \rho_s}{(m_0 - m_1) \rho_w} \quad (2.2)$$

式中： m_0 为干重， m_1 为湿重， ρ_s 为蒸馏水密度（ 1g/cm^3 ）；纯 W 的标准密度值 ρ_w 为 19.35 g/cm^3 。



图 2-12 JA1003 密度仪

2.7.2 力学性能测试



图 2-12 BUEHLER VH-3100 型显微维氏硬度计

显微硬度是用上海尚材试验机有限公司的 DHV-1000Z 型显微维氏硬度仪(如图 2-12 所示)测量 $10\times 10\times 300\text{GF}$ 常温下载荷, 保持时间 15s, 硬度测试点抽取 20 个点进行硬度测量的成形部件。以每点 0.5 毫米为间隔, 取其等级分的平均值。检测前需要将样品面打磨至光滑后再进行检测。

压缩设备由美国 MTS 公司生产, 型号为 MTS809 的万能测试仪上进行测试(如图 2-14)。该装备最大压力为 100KN。本次实验设定的参数为压缩率 0.0035m/s(执行标准为 GB/T7314-2017), 压缩件为圆柱试样, 直径 6mm, 高 9mm, 如图 2-15 所示。在测试前所有样品两端均需打磨光滑保证两端粗造度一样, 避免实验误差。



图 2-14 MTS809 万能试验机

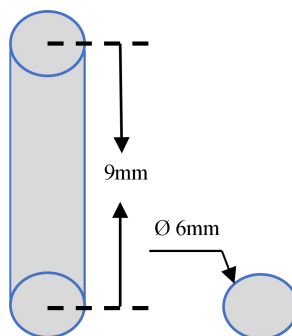


图 2-15 压缩实验样品尺寸示意图(单位: mm)

第3章 选择性激光熔化成形纯钨块材料的工艺参数调控

难熔金属钨由于具有较高的熔点、良好的导热性和较大的强度等特点，广泛应用于医疗领域、军事应用、航空航天工业等领域，钨作为未来核聚变装置（如国际热核实验堆（ITER）和性能火箭喷嘴）中面向等离子体材料（PFM）的一种有前途的候选材料，受到核工业的关注^[53-56]。

由于纯 W 相对较高的韧性-脆性转变温度，采用选择性激光熔化技术制备纯 W 零部件相对于传统的制备方法如粉末冶金（PM）、火花等离子体烧结（SPS）、化学气相沉积（CVD）、热等静压（HIP）和铸造等方法^[57-58]等具有很多优点，如节省材料和生产成本，能做出传统技术无法一次性成形的复杂形状的零部件。因此采用选择性激光熔化技术制备纯 W 零部件具有极为重要的研究意义。

3.1 激光扫描速率对纯钨样件致密度及组织性能的影响

3.1.1 表面形貌与致密度的研究

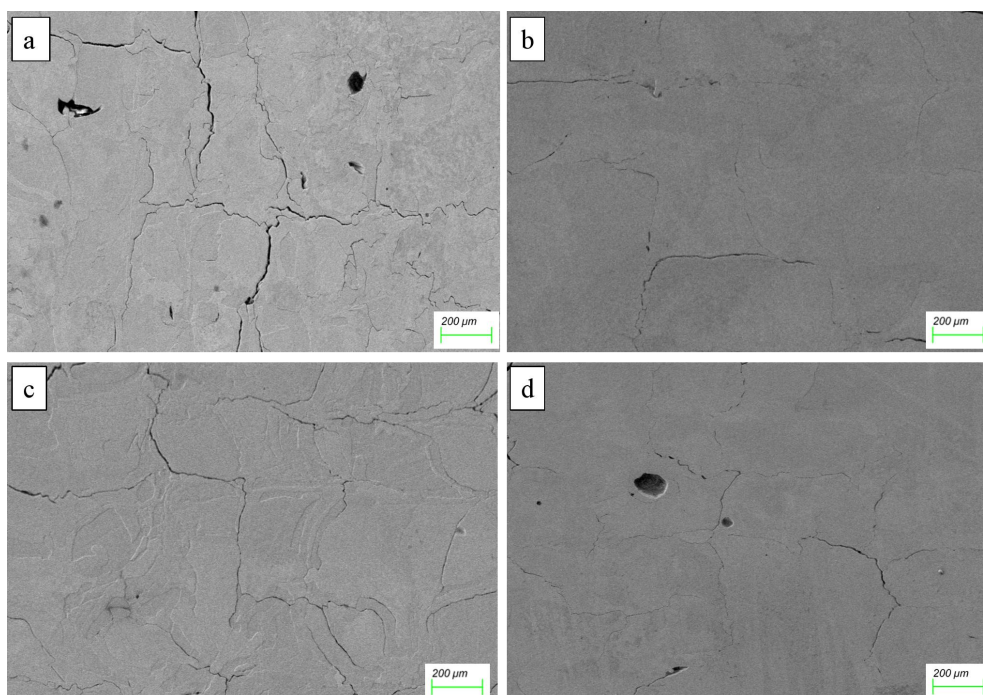


图 3-1 不同扫描速度下 SLM 成形钨的表面形貌

(a) 800mm/s; (b) 900mm/s; (c) 1000mm/s; (d) 1100mm/s.

在其他工艺参数不变的条件下，通过改变激光功率制备样件#1~#4，对不同

激光功率对 SLM 成形纯 W 样件表面形貌的影响进行了研究。SLM 成形纯 W 试块样品在 SEM 下的表面形貌，如图 3-1 所示。从图中观察到不同激光速率下样件的表面较为光滑，在样件表面几乎没有熔化的细小颗粒和较为严重的球化现象。

由前面的公式 2-1 可知，激光能量密度与激光扫描速率在其他工艺参数一定条件下成反比，即激光扫描速率数值升高时，激光能量密度随之降低。从图 3-1 (a) 看出，SLM 制备的纯 W 块在激光扫描速率为 800mm/s 时，表面虽较为光滑，但孔洞裂纹较多，当激光扫描速率为 900 mm/s 时，它的样件表面变得光滑平整，孔洞几乎观察不到，并且出现如图 3-1 (b) 所示微裂纹缩小，这是因为较低的激光扫描速率会导致熔池停留时间更长，使得熔池更容易受到周围温度梯度的影响，从而导致熔池的形状或者尺寸不稳，从而引起样件孔洞和微裂纹的增加。

当激光扫描率超过 900mm/s 时，从图 3-1(c)和(d)可以看出微裂纹和孔洞增加了，这是因为当过快的激光扫描率使得体积能量密度下降，使熔池周围的粉末无法充分吸收到足够得能量而未熔化，也使样件的内层与层结合能力下降，从而导致了样品的孔洞和微裂纹的产生。

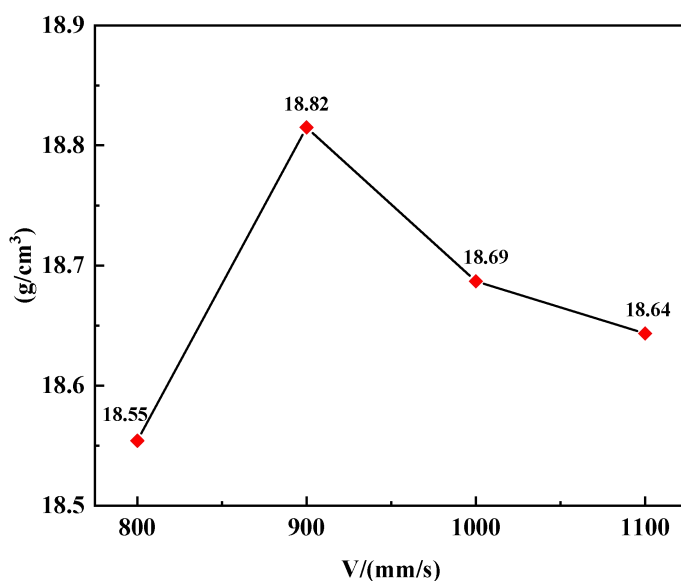


图 3-2 致密度随激光扫描速度的变化曲线

本节试验主要是研究在激光功率 400W、扫描间距 0.07mm、粉体厚度 0.025mm 的条件下，不同激光扫描速率对 SLM 成形纯 W 试块致密度的影响。密度随激光扫描速率的变化曲线如图 3-2 所示，实验结果显示，纯 W 块试样在激

光扫描速率 900 mm/s 的情况下，其致密度数值在其他工艺参数不变的情况下是最大的。

如图 3-2 所示，SLM 制备成形纯 W 试样在不同激光扫描速率下的致密度有明显差异。当激光扫描速率从 800mm/s 升到 900mm/s 时，致密度也随之上升达到 18.82g/cm³；激光扫描速度从 900mm/s 升至 1100mm/s 的过程中，致密度也从原来的 18.82g/cm³ 降至 18.64g/cm³。这是因为在 SLM 过程中，激光照射能量的大小和扫描速度会直接影响到熔池的形成和凝固过程。在其他参数不变的条件下，较高的扫描速度可以导致较短的熔池停留时间，可能会产生较少的热传导和较少的材料固态相变，导致相对较低的致密度。但当扫描速度过低时，也有可能对致密度产生负面影响。如果扫描速度过低，熔池停留时间过长，可能会导致过多的热传导和固态相变，使得选择性激光熔化区域内的金属结晶过程更加复杂，可能会产生缺陷和孔洞，从而使致密度下降。

3.1.2 微观组织与物相分析

在其他工艺参数不变的情况下，由公式 2.1 我们可以得到激光能量密度随激光扫描速率增大而减少，而激光扫描速率的大小直接影响熔池宽度尺寸的大小，从而导致样品的成形质量。图 3-3 是不同激光扫描速率下纯 W 块样件水平截面的金相图像。

从图 3-3 中可以观察到随着激光扫描速率的增大，熔敷道的边界变得越来越模糊，孔洞和微裂纹也逐渐增多。激光扫描速度(laser scanning speed)是指在物体表面上进行激光光束扫描运动的速度。在 SLM 制备纯 W 试块样品时，激光扫描速度对晶粒的形成和大小可能产生影响。晶粒在纯 W 粉末材料凝固过程中形成，其大小和形状取决于凝固速度和细化机制。

从图 3-3 中也可以观察到不同激光扫描速率下晶粒尺寸的变化，除了一些较大尺寸的晶粒外，还有一些细小的条状晶粒。这种条状晶粒的产生是由于熔池周围的粉末在熔池边缘优先凝固形成晶核，而熔池的凝固是由边缘向中心凝固导致晶粒往熔池中心生长，形成条状晶粒。如图 3-3 (a) 和 (b) 当激光扫描速率低于 800mm/s 时，晶粒尺寸明显大于激光扫描速度 900mm/s 时的晶粒尺寸，较低的激光扫描速度使得纯 W 粉末在熔池周围温度升高导致凝固速度降低，从而导

致晶核各个方向的生长速率没太大的差距，往各个方向生长，然后形成比较大的颗粒，这个时间是比较充足的。当激光扫描速率大于 900mm/s 时，由于 SLM 制备纯 W 块过程中熔池周围粉末温度降低及凝固速度加快，形成温度差。极易在钨的高韧性脆性转化温度（200℃~400℃）下产生微裂^[59]。过高的激光扫描速度也导致粉末的流动性和铺展形变差始粉末不能完全熔合形成孔洞，如图 3-3（b）（c）和（d）。

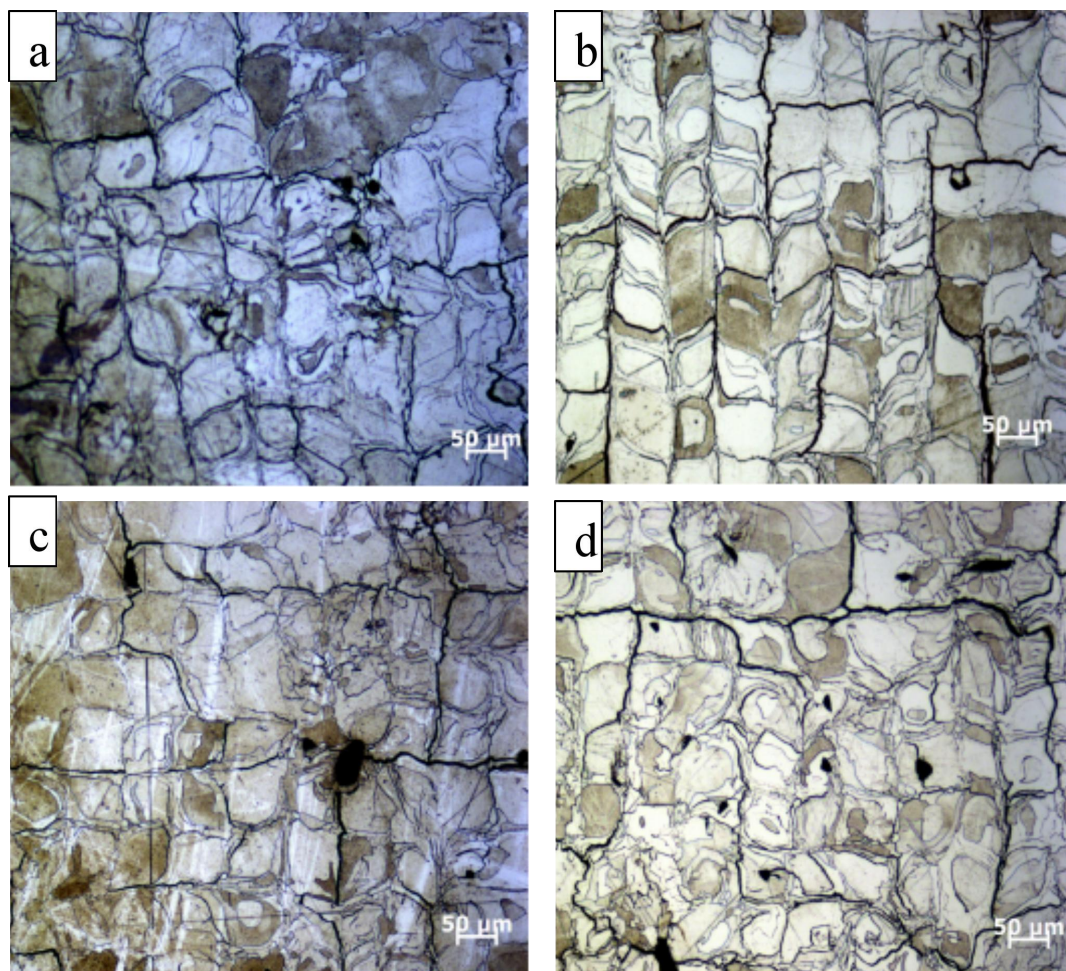


图 3-3 不同激光扫描速率下 SLM 成形纯 W 水平横截面的微观组织：

（a）800mm/s；（b）900mm/s；（c）1000mm/s；（d）1100mm/s.

图 3-4 显示了原始纯 W 粉末和不同激光扫描速率下的 XRD 图谱。从图中可知所有试样均有四个衍射峰，分别是（110）、（200）、（211）和（220），符合纯 W 标准(JCPDS 卡#0040806)的具有体心立方(BCC)晶格结构的衍射图。SLM 纯 W 的衍射峰明显比原材料钨粉的衍射峰宽且向左移动。根据 Debye-Scherrer

公式

$$D = \frac{K\lambda}{B \cos \theta} \quad (3.1)$$

K 为 Scherrer 常数, $K=0.89$; 一般 K 取数字 1 为宜; B 为实测样品衍射峰半高宽,在计算的过程中需转化为弧度(rad)度; λ 为 X 射线的波长(0.154056 nm); D 为晶粒垂直于晶面的平均厚度,类似于颗粒大小,此处假设晶粒为规则的球形。

根据上述公式,说明衍射峰的强度与晶粒尺寸和衍射角密切相关,更小的衍射角度意味着更大的晶面间距。SLM 钨的衍射峰左移表明其具有更小的衍射角度,晶格常数增加,一方面由于 SLM 钨在成形过程中有较多细化晶粒存在;另一方面,由于存在的残余应力过大,引起了晶格发生畸变。

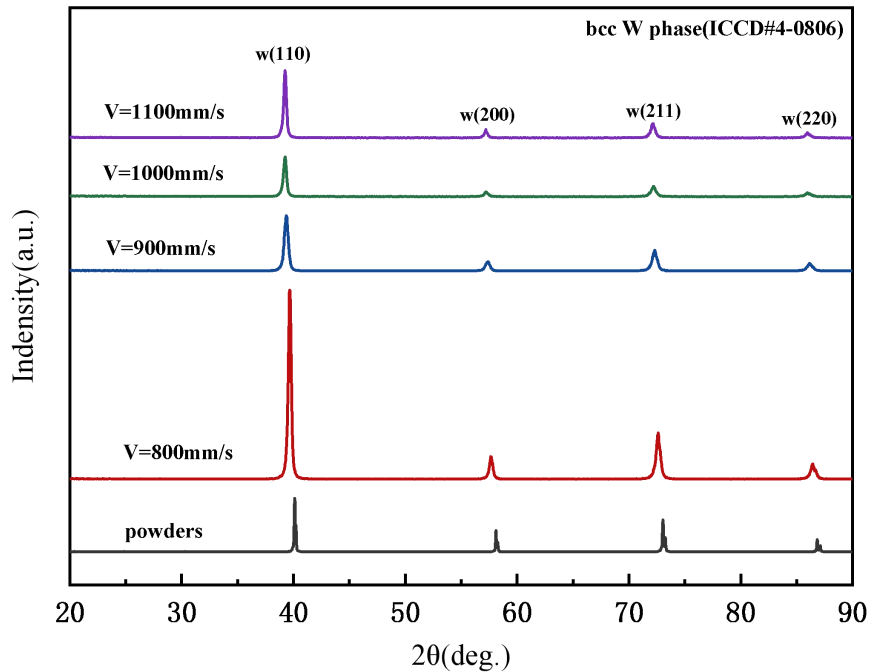


图 3-4 原始纯 W 粉末和不同激光扫描速率下的 XRD 图谱

3.1.3 力学性能的影响

图 3-5 显示了不同激光扫描速率对 SLM 成形纯 W 显微硬度的影响,其显微硬度是从 SLM 处理的纯 W 样品的水平面进行测量的。样品的显微硬度约为 $391.2 \sim 413.6 \text{ HV} \pm 5$, 其中激光扫描速率为 900 mm/s 和 1000 mm/s 时显微硬度均超过 400 HV 。与传统粉末冶金 (PM) 或火花等离子烧结 (SPS) 制备的钨相比, SLM 制备的钨样件的显微硬度更大^[60-61]。这是因为 SLM 制备纯 W 样件中内部或表面的残余应力对显微硬度会产生一定的影响。由于 SLM 制备过程是快速加

热和凝固的过程，内部的残余应力可以导致微观组织结构变形和位错堆积，而表面残余应力会导致样件的表面硬度的降低或者裂纹的形成，进而影响显微硬度。残余应力也不是都是不有利的，在没有大规模的微裂纹和在致密度相对较高的情况下，SLM 加工时合理的残余应力可能会导致位错强化使硬度增强^[53]。

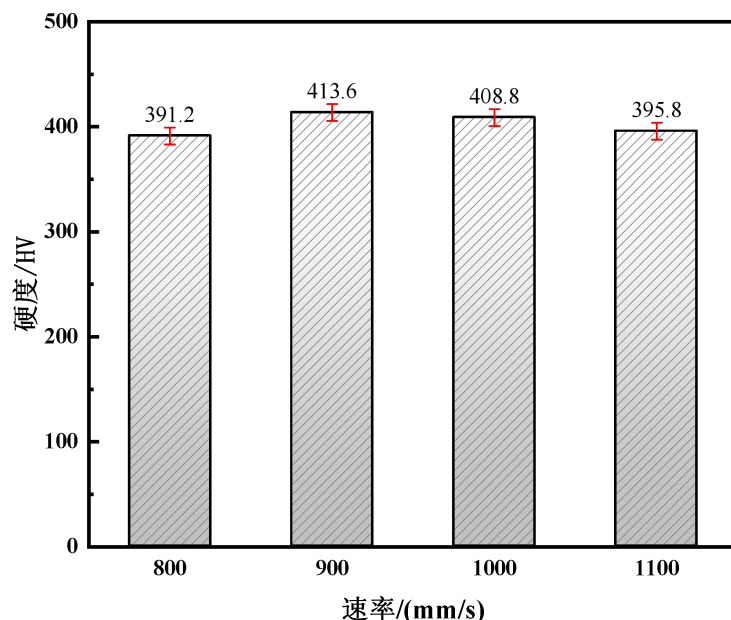


图 3-5 不同激光扫描速率对 SLM 成形纯 W 样件显微硬度

图 3-6 显示了不同激光扫描速率下 SLM 成形纯 W 的极限抗压强度及压缩应力-应变曲线。所有压缩实验均在室温条件下进行，在激光扫描速率为 900mm/s 时样件的数值最高，其极限抗压强度为 1255.28MPa，压缩屈服应力为 1194.83MPa。在扫描速度为 800mm/s 时抗压强度最低，其极限抗压强度和压缩屈服应力分别为 1173.35MPa 和 1096.81MPa。结合图 3-3 压缩结果和相对密度结果一致。SLM 制备方法与传统制备方法（化学气相沉积（CVD）的 780MPa、火花等离子烧结（SPS）的 980 MPa 及传统粉末冶金（PM）的 1000~1200MPa^[62-64]的抗压强度相比相当，甚至更好。同时此实验结果表明，SLM 是一种可用于制造具有理想性能纯 W 零件新的可行方法。

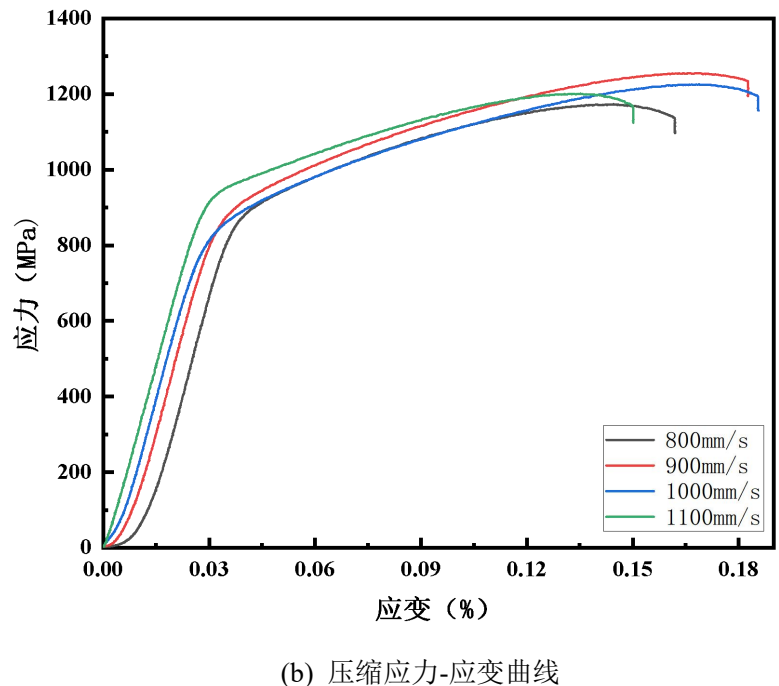
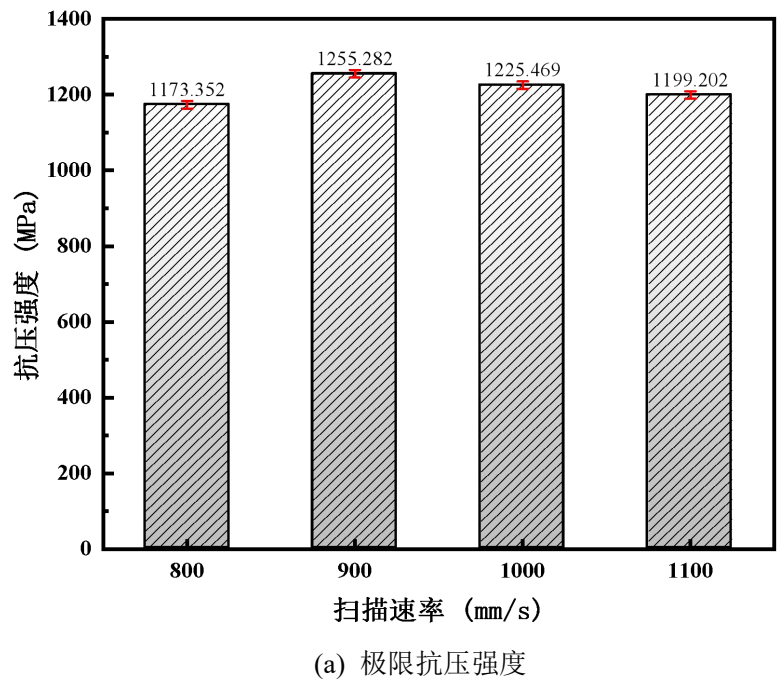


图 3-6 不同激光扫描速率对 SLM 成形纯 W 样件的极限抗压强度 (a) 比较及压缩应力-应变曲线(b)

3.2 激光功率对 SLM 成形纯钨试样组织性能影响

3.2.1 表面形貌与致密度

通过改变激光功率制备样品#5~#8（样品#6 和#1 为同一参数），在其他工艺参数不变的条件下，研究了不同激光功率对纯 W 块样品表面形貌的影响。SLM 成形纯 W 试块样品在 SEM 下的表面形貌，如图 3-7 所示。

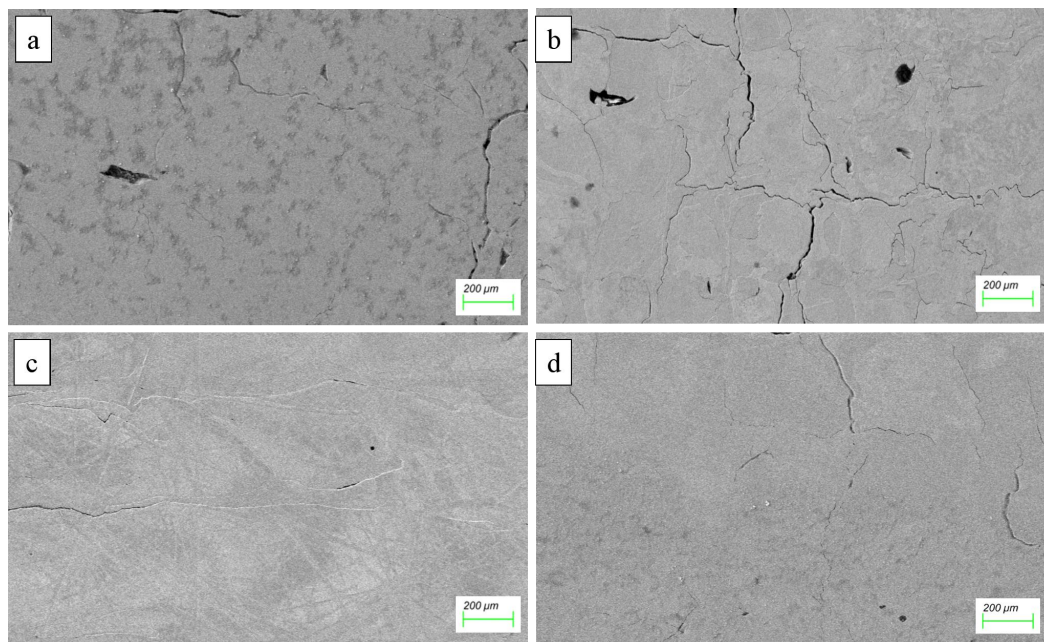


图 3-7 不同功率下 SLM 成形钨的表面形貌：

（a）300W；（b）350W；（c）400W；（d）450W.

由公式 2-1 可知，激光能量密度与激光功率成正比关系，前提在其他参数不变的情况下。当激光功率较小时，激光能量密度也随之下落，在激光功率为 300W 时，如图 3-7（a）所示表面不光滑，有许多小颗粒附着在表面，同时也出现大量空洞和微裂纹。如图 3-7（c）所示，孔隙裂纹减少，有的甚至消失。这是由于随着激光功率的增加，粉末吸收的能量越大，粉末熔化时就能完全铺展开来，样品表面也变得光滑。

当激光功率增大到 450W 时，样品表面再次出现许多附着在表面的细小颗粒，且孔洞和微裂纹明显增大，这是由于 SLM 技术是一种金属粉末在激光束的作用下快速熔化和凝固的技术，激光功率在其他参数一定的条件下，由于过大会导致熔化深度的增大，从而导致过热的熔化和凝固过程发生，从而在表面形成许多小颗粒、孔洞和微裂纹。

本节试验主要是对在激光扫描速率为 1100 mm/s、扫描间距为 0.07mm 和铺粉厚度为 0.025mm 的条件下，不同激光功率对 SLM 成形纯 W 块致密度的影响。

图 3-3 显示了密度随激光功率的变化曲线，实验结果显示在其他工艺参数保持不变的条件下，随激光功率的不同，纯 W 块试样的致密度数值也不同。

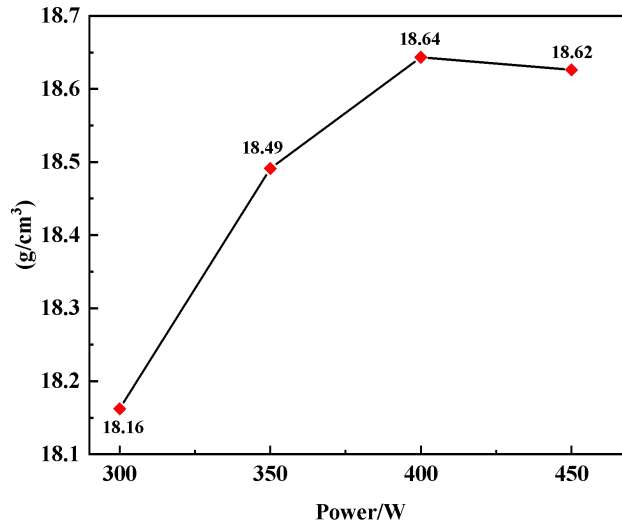


图 3-8 致密度随激光功率的变化曲线

从图 3-8 可以看出 SLM 成形纯 W 块试样的致密度随激光功率的增大而逐渐增大：当激光功率为 300W 时纯 W 块试样的致密度为 18.16g/cm^3 ，随着激光功率的增大到 400W 时，纯 W 块试样的致密度达到 18.64g/cm^3 ，而在激光功率持续增加到 450W 时，纯 W 块试样的致密度反而下降，这是由于在其他参数不变的情况下，纯 W 粉末吸收的能量随着激光功率的增加，使其纯 W 粉末得到更加充分的熔化，同时也能使熔池快速铺展开，从而提高纯 W 试块的致密化程度^[65]。相反，W 粉吸收的能量也会随着激光功率过大而提高，从而引起试样致密度的降低。

3.2.2 微观组织与物相分析

如图 3-9 是激光扫描速率为 1100 mm/s，激光功率分别为 300W、350W、400W 和 450W 时，SLM 成形纯 W 样件的金相图片。有前面的公式 2.1 可知，激光功率和激光能量密度成正比在其他工艺参数一定的条件下，激光功率的增加，激光能量密度也随之增加，熔池内粉末熔化的体积也随之增大，造成激光束扫描的熔池也加宽。

当激光功率低于 400W 时，从图 3-9 (a)、(b) 和 (c) 中可以观察到，由于单道激光扫描的熔池宽度小于设定的激光扫描间隔 (0.07mm)，导致一道熔

池的边界和另一道熔池的边界没有完全熔合，即存在有未完全熔合的区域。这部分区域如果在随后的铺粉熔化过程中没有得到有效的覆盖和熔化极易在熔池内部产生如孔洞和微裂纹等缺陷，从而影响成形质量，导致纯 W 样件相对密度的下降。

当激光功率增大时，样品晶粒尺寸也会增大，且生长方向在扫描方向上也会比较明显。这是因为在 SLM 制备的过程中随着激光功率的增加对上一层形成的熔池发生了二次加热和重熔，使得晶粒重新生长，并且由于已经打印好的金属块部分比金属粉末的导热系数要大^[66]，所以在激光扫描方向在冷却凝固过程中，晶粒生长更快，在晶粒生长方向与熔池边界垂直的晶粒将更容易长大，并将那些取向不好的晶粒合并或排挤出去，形成尺寸更宽的晶粒^[67]。

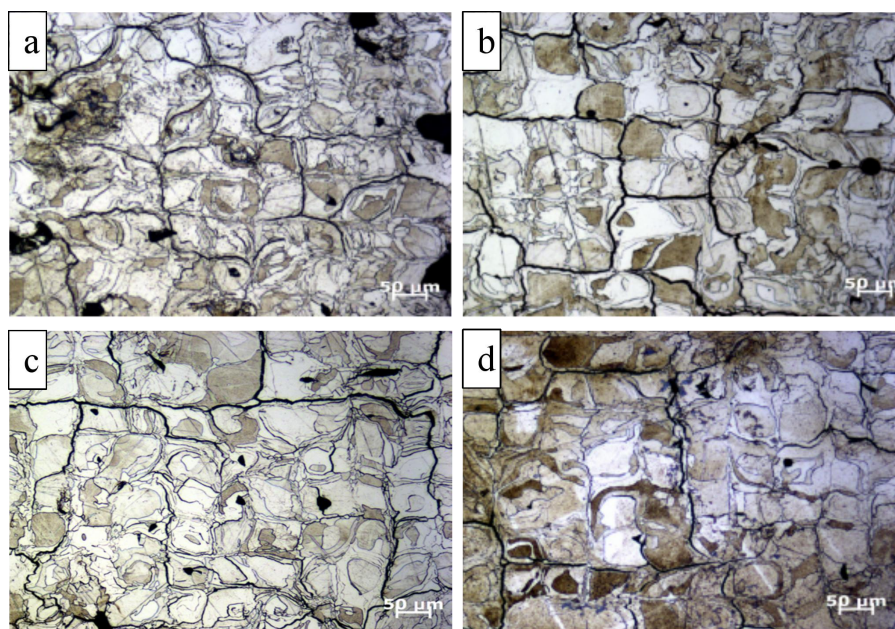


图 3-9 不同激光功率下 SLM 成形纯 W 水平横截面的微观组织：

(a) 300W; (b) 350W; (c) 400W; (d) 450W.

图 3-10 为原始纯 W 粉末和不同激光功率下的 XRD 图谱。从图中可知所有试样均有 (110)、(200)、(211) 和 (220) 四个衍射峰，同样符合纯 W 标准 (JCPDS 卡#0040806) 具有体心立方 (bcc) 晶格结构的衍射图。不同激光功率和纯 W 原始粉末也和不同激光扫描速率下的 XRD 图谱一样也发生了 SLM 成形纯 W 的衍射峰明显比原材料钨粉的衍射峰宽且向左移动。由 3.1 公式，可知衍射峰的强度与晶粒尺寸和衍射角密切相关，说明在 SLM 成形钨制备过程中也

有较多的细化晶粒和较大的残余应力导致了晶格发生畸变,发生向左移动现象的出现。另外,也与在 SLM 制备过程中仓体内环境不干净导致,参与了其他合金元素影响了衍射峰的位置。

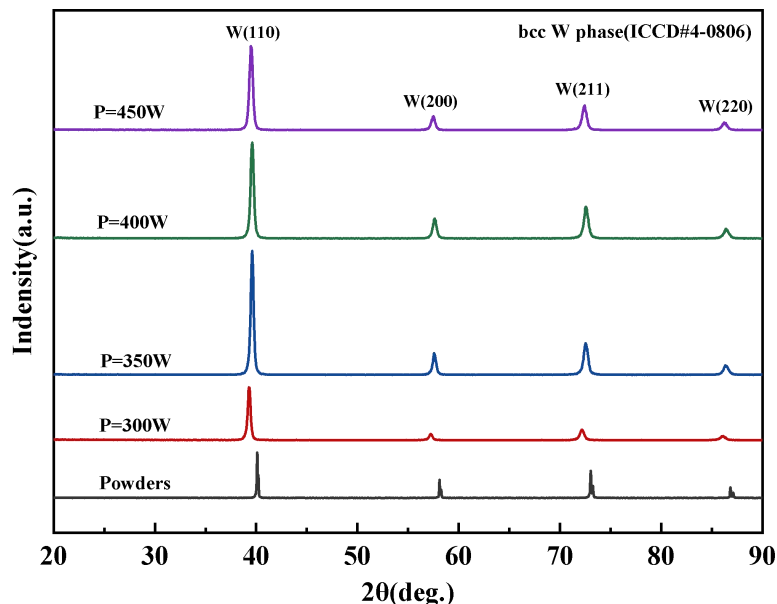


图 3-10 原始纯 W 粉末和不同激光功率下的 XRD 图谱

3.2.3 力学性能的影响

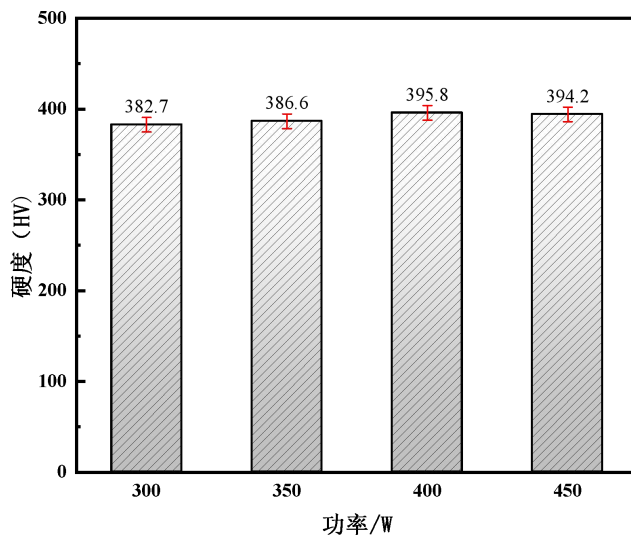
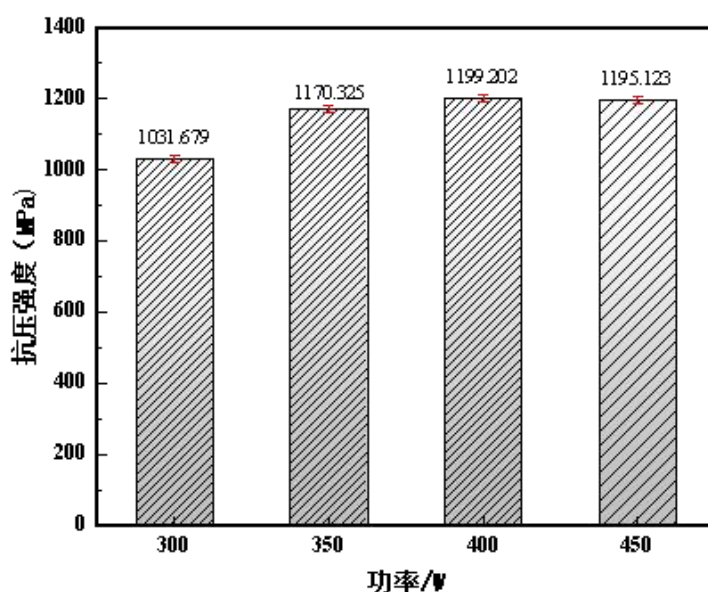


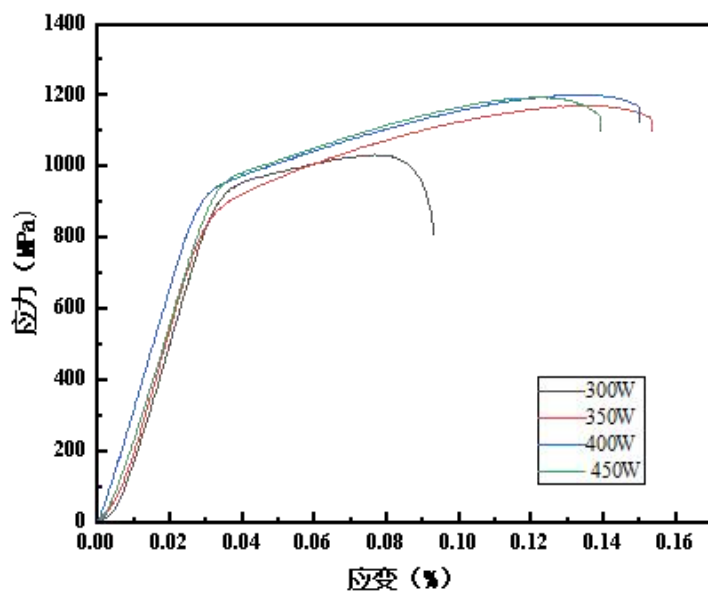
图 3-11 不同激光功率对 SLM 成形纯 W 的显微硬度

不同激光功率对 SLM 成形纯 W 显微硬度的影响如图 3-11 所示,其显微硬度也是从 SLM 处理的纯 W 样品的水平面进行测量的。从图上看,当激光功率为 400W 时,其显微硬度最大 ($395.8\text{HV} \pm 5$)。随着激光功率的改变显微硬度的数

值也会随之改变,这与样品测得的致密度结果一致。当激光功率提高到 450W 以上时,其显微硬度有所降低。造成这种结果的原因不仅与前面 3.1.3 章节讲的残余应力有关,还与微观组织晶粒的尺寸变化有关。因为在一定条件下,激光功率与激光能量密度成正比。当激光功率增加时,激光能量密度的升高容易引起热积聚和过热,导致晶粒尺寸变大显微硬度降低。



(a)抗压强度



(b)压缩应力-应变曲线

图 3-12 不同激光功率下 SLM 成形纯 W 的极限抗压强度(a)比较及压缩应力-应变曲线(b)

不同激光功率下 SLM 成形纯 W 的极限抗压强度及压缩应力-应变曲线，如图 3-12 所示。本样品的压缩实验也均在室温条件下进行的，在激光功率为 400W 时样件的数值为高，其极限抗压强度为 1199.20MPa 和压缩屈服应力为 1124.38MPa。在扫描速度为 300W 时抗压强度最低，其极限抗压强度和压缩屈服应力分别为 1031.67MPa 和 808.09MPa。由前面公式 2-1 我们可知道，随着激光功率的增加激光能量密度也会上升，纯 W 粉末得到充分的熔化使制备的样品相对密度也会增高，即抗压强度也会随致密度的增加而提升。但超过一定的激光能量密度会使样品内部出现缺陷（如孔洞和微裂纹等）及晶粒尺寸变得粗大导致抗压强度的降低。

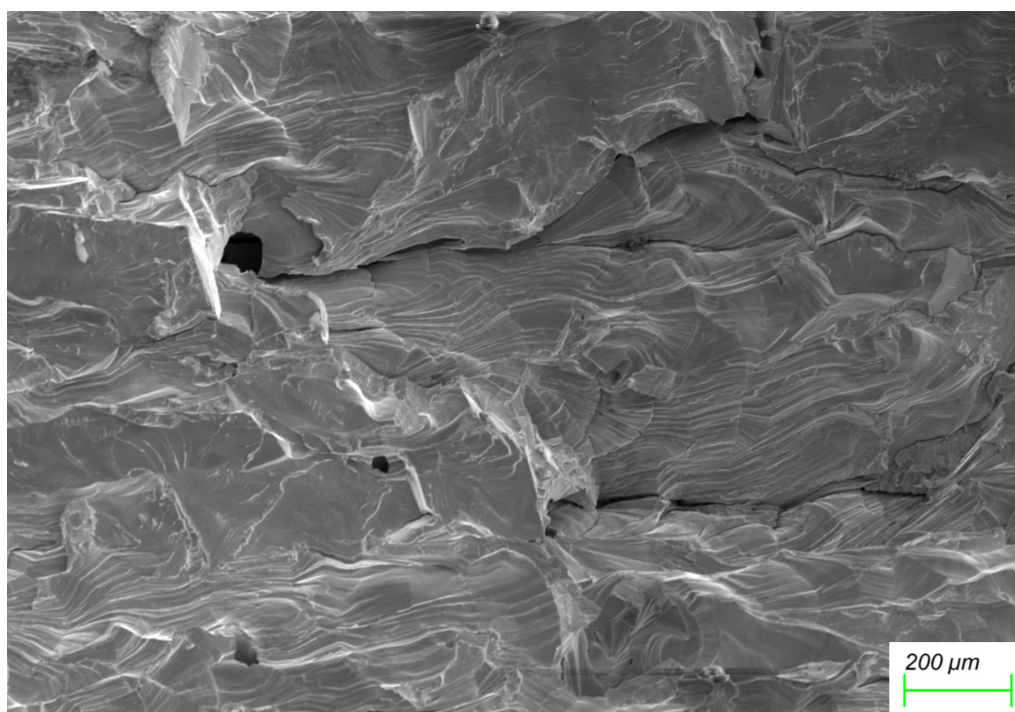


图 3-13 激光功率为 400W 时典型断裂形态

图 3-13 显示的是收集激光功率为 400W 断裂的 SEM 图片。从图中可以看出孔洞和微裂纹等缺陷，这也是导致断裂的一大原因。同时观察到明显河流花样样式，有明显的解理台阶和解理面，脆性断裂特征比较典型。由于高韧脆变温度导致晶界强度变低，导致压缩过程中颗粒之间的相互挤压，裂纹倾向于在晶界处萌生。由于纯 W 固有的物理属性，微裂纹避免不了，但微裂纹对压缩性能影响不大。

3.3 其他工艺参数对 SLM 制备纯钨块体致密度和成形性研究

表 3-2 样品#9~#16 致密度及变化趋势

样品编号	致密度 (g/cm^3)	变化趋势
#9	18.16	↓
#10	18.72	↑
#11	18.64	↑
#12	18.58	↑
#13	18.65	↑
#14	18.64	↑
#15	18.56	↑
#16	18.37	↑

表 3-3 补充样品工艺参数

样片编号	激光功率/ (W)	扫描速率/ (mm/s)	扫描间距/ (mm)	铺粉厚度/ (mm)	相对密度 (g/cm^3)
补 17	400	1100	0.04	0.025	/
补 18	400	1100	0.05	0.025	17.83

在其他参数下的致密度也做了测致，结果如表 3-2 所示。样品编号#9~#12 是在一定激光功率、扫描速度、扫描间距等条件下，致密度随铺粉厚度变化趋势，当铺粉厚度从 0.030mm 下降到 0.015mm 时，其总体致密度值呈先升后降的趋势，当铺粉厚度为 0.020mm 时，致密度值最大 ($18.62\text{g}/\text{cm}^3$)。样品编号#13~#16 是在一定激光功率、扫描速度、铺粉厚度等条件下，随着扫描间距的变化而测得的致密度规律，从表中可知随着扫描间距减少其密度值持续增加，说明这组工艺参数没有达到最理想参数，需补充实验数据，表 3-3 为补充的 SLM 制备纯 W 块的工艺参数。结合表 3-2 可知，致密度随扫描间距变化也是到达到一定密度值然后数值下降。从整个实验样品测得的致密度值可知，当激光功率：400W、扫描速度：900mm/s、扫描间距：0.07mm 和铺粉厚度：0.025mm 时，其密度值最大

($18.82\text{g}/\text{cm}^3$)。

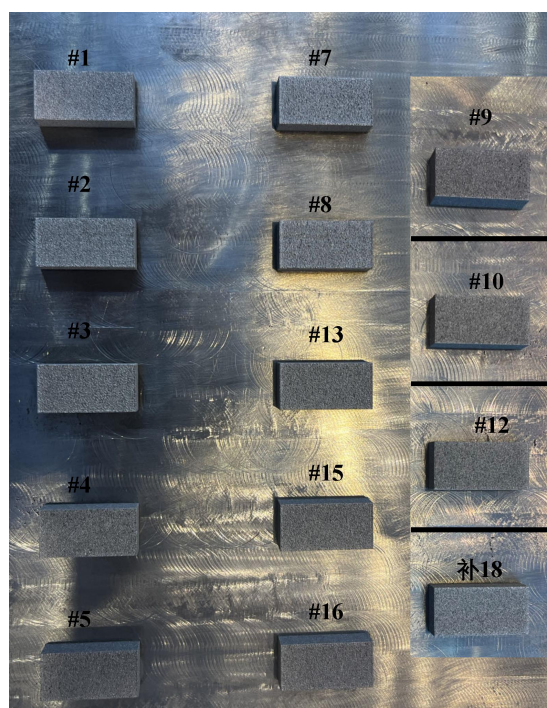


图 3-14 SLM 制备的纯 W 块样品照片

图 3-14 是 SLM 制备的纯 W 块样品照片，由于编号#1、#6、#11、#14 工艺参数为同一参数，所以只打印一个样品。编号补 17 即激光功率：400W；扫描速度：1100mm/s；扫描间距：0.04mm；铺粉厚度：0.025mm 时，虽制备出样品但表面的粗糙度过大，对打印设备铺粉刮刀损伤较大，中途舍弃该打印工艺参数。这是由于材料熔化和凝固过程中的不稳定造成的。钨是一种高熔点材料，其熔化和凝固过程可能存在不稳定性，如果激光能量过大或扫描速度过快，可能导致材料表面的不均匀熔化和凝固，从而产生表面粗糙度较大不能继续打印。但可以通过调节合理的打印工艺参数、优化材料的熔化和凝固过程，来减少材料表面的粗糙度。

为了进一步研究造成这种结果的原因，对该样品进行表面氧含量测试，其结果如图 3-15 所示，可以看出在该参数下制备的样品表面含氧量较高(为 4.69wt.%)。主要与工艺参数有关，如与激光功率密度有关，是控制材料熔化和凝固行为的重要参数，在选择性激光熔化过程中，如果激光功率密度过高，熔池中的钨可能会与大量的氧气反应，生成氧化钨，从而导致材料表面氧含量较高；与激光扫描速度也有关，它是控制激光照射时间的重要参数。如果在制备过程中激光扫描速度

过快，激光能量可能没有足够的时间与氧气反应，导致氧含量较高；反之，如果扫描速度过慢，激光能量可能过长时间地与氧气反应，从而导致氧含量较高。以上原因都导致在 SLM 制备纯 W 块材料过程中金属液表面氧化，也导致熔化液表面的张力增大^[68]，使得在熔化下一层时不能很好的均匀铺展在上一层，从而表面不光滑，粗造度较大，不能形成完整的打印过程。

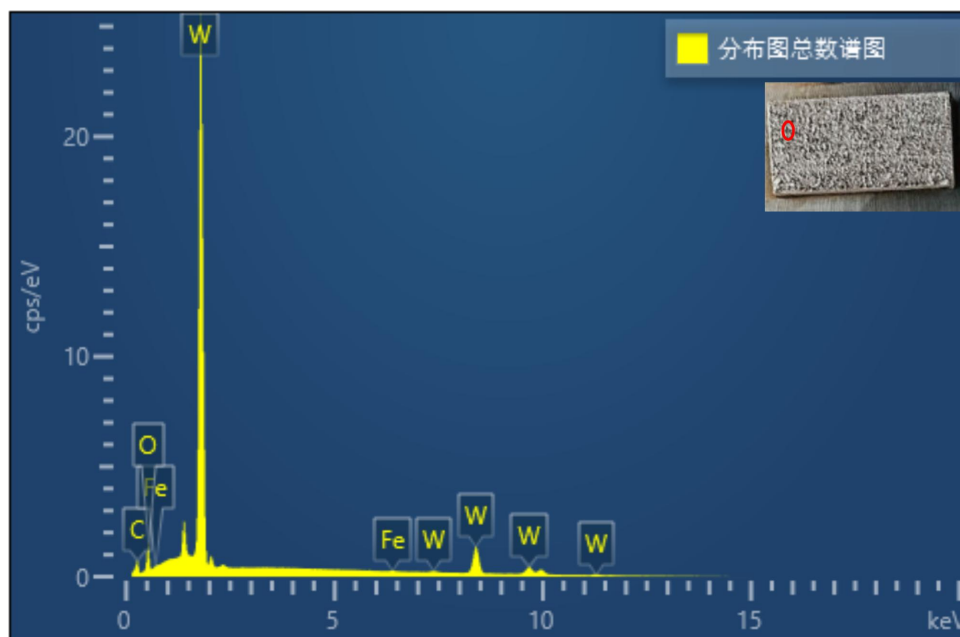


图 3-15 样品#17 表面氧含量

Fig. 3-15 Surface oxygen content of sample # 17

3.4 本章小结

本章主要研究了 SLM 成形纯 W 块试样工艺参数中的激光扫描速率 V 和激光功率 P 对成形样件质量和力学性能的影响，主要研究结论如下：

(1) 通过改变激光扫描速率和激光功率确定了选择性激光熔化成形纯 W 块体试样较好的工艺参数：激光功率 400W、激光扫描速率 900mm/s、激光扫描间距 0.07mm、铺粉厚度 0.025mm。在该工艺参数下试样的致密度最高，能达到 18.82g/cm^3 (97.2%)。

(2) 在使用最佳的工艺参数下，获得了较为光滑表面，内部孔洞和微裂纹等缺陷明显较少的 SLM 成形纯 W 块体；同时获得了相当高的显微硬度达到 $413.6\text{HV}\pm 5$ 和比较高的抗压强度达到 1255.28MPa，与传统的制备方法相比性能

有明显的提升。通过对压缩断口的观察发现有明显的河流花样，脆性断裂特性比较典型。

(3) 当激光扫描速率从 800mm/s 增加到 900mm/s 时，晶粒尺寸由大变小，缺陷明显减少；当激光扫描速率继续增加时，由于受热时间短，熔池金属粉末易产生未熔合、熔道不连续等缺陷。当激光功率 300W 增加到 400W 时，纯 W 试样内部较大尺寸的晶粒逐渐减少或均匀化，且如孔隙和微裂纹等缺陷明显减少；同时发现当激光功率增加到一定数值时晶粒尺寸变得粗大，主要因为打印上一层熔池经二次加热发生了重熔现象，使晶粒再次生长。

(4) 通过不同激光扫描速率、激光功率和纯 W 原始粉末 XRD 图谱可知，在图谱上都显示出衍射峰都有向左偏移的现象，根据 Debye-Scherrer 公式可知，衍射峰的强度与晶粒尺寸和衍射角息息相关，造成衍射峰向左偏移主要有两方面的原因：一方面是由于纯 W 粉末在 SLM 成形过程中有较多的细化晶粒的产生；另一方面是由于试样内部存在较大的残余应力而发生了晶格畸变。

(5) 通过试验研究表明，调整工艺参数可以优化对 SLM 制备成形纯 W 块体的性能和致密度提供一种有效的方法。这项研究也为难熔金在增材制造中的应用提供新的见解。

第4章 选择性激光熔化成形过程中缺陷及形成机理

4.1 球化现象的产生与抑制

由于选择性激光熔化（SLM）是一种直接快速成形的技术，在 SLM 成形过程中球化现象是指材料表面在激光照射下形成球状熔池，如图 4-1 所示，是一种常见的缺陷。这种球化现象会引起零部件表面粗糙度增高、机械性能下降等问题。国内外许多学者从各个方面对球化进行分类和解释形成的机理，查阅文献^[69-72]可将球化现象的产生可以归结为以下两个方面：（1）表面张力；（2）由于表面能量密度分布不均匀形成的液滴飞溅行为。下面主要介绍这两方面在 SLM 成形过程中形成的原因和抑制的方法。

（1）表面张力

激光照射材料表面时，高能量的激光束会迅速加热材料，使其表面熔化。在熔化过程中，由于金属粉末能在较高温度下得到充分的熔化，并能减少球化现象的出现，从而使熔滴获得更好的流动性和可扩展性，使其在熔池中获得具有动力学粘度的较低表面张力的熔滴和熔滴；如图 4-2 所示的金属液滴面铺展行为，池面流动性差，当池面张力和动力学粘度较大时也易形成球形。根据杨氏方程^[73]，熔化的液滴在上一层表面湿润时，其湿润角度 θ 与固-气间的表面张力 δ_{GS} ，固-液间的表面张力 δ_{GL} ，液-气间的表面张力 δ_{SL} 之间的关系如下：

$$\delta_{GS} - \delta_{SL} = \delta_{GL} \cdot \cos \theta \quad (4.1)$$

其 $\cos\theta$ 值介于 1 和 -1 之间。

当湿润角 θ 越小时，其湿润性和粉末铺展性越好；反之，湿润角 θ 越大湿润性越差，当湿润角 $\theta=180^\circ$ 时最差，无法完全铺开粉末而产生球化现象。为了保证公式(4.1)平衡，当 $\theta=0^\circ$ 且 δ_{GL} 的值为最小时，熔滴可以得到最小表面张力的良好湿润性和扩展性，此时液滴的表面张力最小。为获得较低的表面张力，应使熔滴具有较高的温度，温度越高的原子热运动越强，其位于液体内的质点与液体表面的质点间的相互作用力减少，表面张力随之减小，在 SLM 制备过程中熔化的液滴越能充分完全铺展，越能获得良好的润湿性和铺展性，从而减少球化现象的出现，

其表面张力就越强，其表面张力越强，当材料界面无氧化物等杂质时，其表面张力越小，也可减少球化现象。

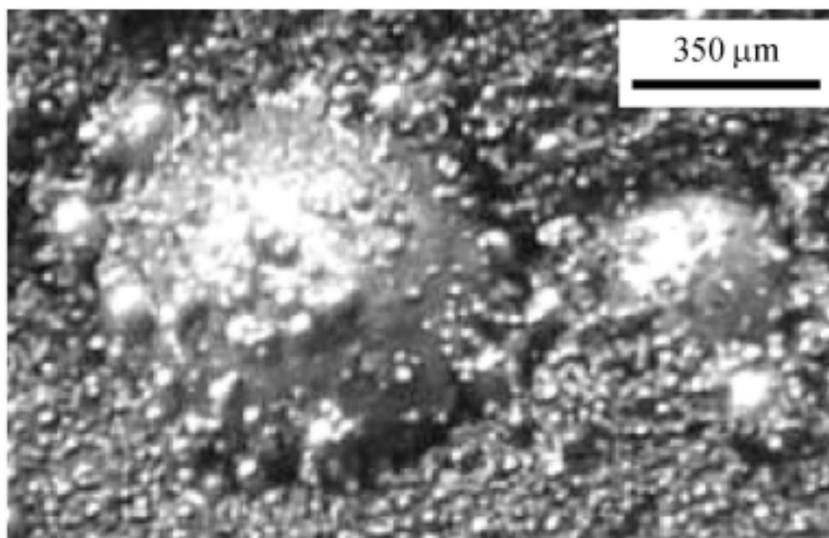


图 4-1 SLM 成形过程中“球化”现象^[74]

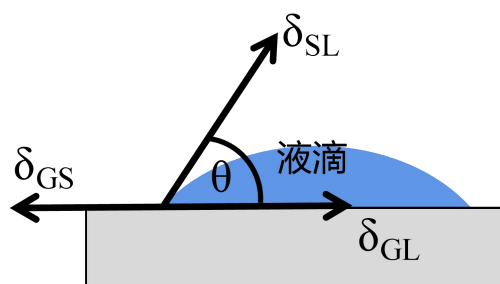


图 4-2 金属液滴表面铺展行为

(2) 表面能量密度分布不均

当激光束在照射材料表面时，由于光束的特性和材料的吸收特性，激光能量在材料表面的分布可能不均匀。这种不均匀的能量密度分布会导致熔池表面的温度不均匀，从而引起球化现象。Wang^[75]等人对激光成型参数对球化现象的影响进行分析后发现，激光成型工艺参数对球化现象有明显的影响，且是金属粉末形成熔池后产生而产生的。

当激光功率较低时，热量积累不足使熔池内部温度较低，因为激光能量密度较低，金属粉末未能充分熔化，且液滴凝固时间也较短。在第一道激光束扫描形成熔池后，由于激光扫描间距一定，第二道激光束扫描后两道没有充分的覆盖，导致部分粉末没有完全熔化，极易出现球化现象；当激光功率过快时，少数金属

粉末在激光束的作用下而升温、熔化，最后汽化形成金属蒸汽，熔池受到金属蒸汽的压力作用而形成金属液柱，金属液柱穿过激光辐射区域时受到冲击作用，形成微小的液滴从熔池中飞出^[76]，最终形成飞溅导致球化现象。另一方面，扫描速度的增加将增加液滴的冷却速率，这促进了液滴的凝固行为阻碍了扩散行为，从而加剧了球化现象；而过快的激光扫描速率，极易使熔池形态产生不稳定的现象。熔池的形状会受到惯性力的影响，容易发生形状变化。形状的改变会使球状现象增多，从而引起熔池表面张力分布不均。在凝固和扩散的过程中，液滴在没有完全扩散的情况下已经凝固，因此会出现大量的球化现象。

综上可知选择合适的激光工艺参数有助于减少或者避免球化现象的出现，有助于获得更好的成型质量和力学性能较优异的零件。另外，Wang^[77]等人通过实验证明，与不规则体粉末相比，球形粉末更容易形成连续的熔融轨迹，球化现象明显减少，说明粉末的不规则在成形过程中也会对球化现象的产生有很大影响。

4.2 孔隙与微裂纹形成机理

4.2.1 孔隙形成机理

匙形孔隙（简称匙孔）呈现楔形或带状，两侧有尖端，尺寸比气孔大，其内部存在大量未熔化的纯 W 粉末（如图 4-3 所示），未熔化的钨粉粉末簇拥在一起形成粉末团，将严重影响 SLM 制备纯 W 块材料的成型质量和性能。

孔隙的形成主要有两个原因，一是在制备的过程中腔体内的保护气体不纯，易导致气孔的形成，制备时 SLM 受能量密度高的作用，制备时熔池的流动易形成端流，产生 Marangoni 效应，使保护气体产生强烈的滚动作用。熔池的流动受 Marangoni 效应的动力学的影响很大，强烈的 Marangoni 效应会使气体在凝固的熔池中形成孔隙，从而增加进入熔池的机会；二是钨粉的球化现象也会导致孔隙形成。在 SLM 制备纯 W 过程中，钨熔化时液滴扩散时间为 $86.3\mu\text{s}$ ，而凝固时间仅为 $46\mu\text{s}$ ，固化时间仅为扩散时间的一半，就造成了未完成扩散过程而固化的熔点熔化，是后续粉末未均匀沉积受阻，也严重干扰甚至中断钨粉在激光熔化过程中熔滴向前运动。故很难完全填充前一层表面上的层间间隙，导致层间孔隙形成^[78]。通过前面做的 SEM 图片可知（见第三章 SEM 图片），通过调节激光工艺参数，可以达到控制孔隙数量减少对力学性能影响的目的。

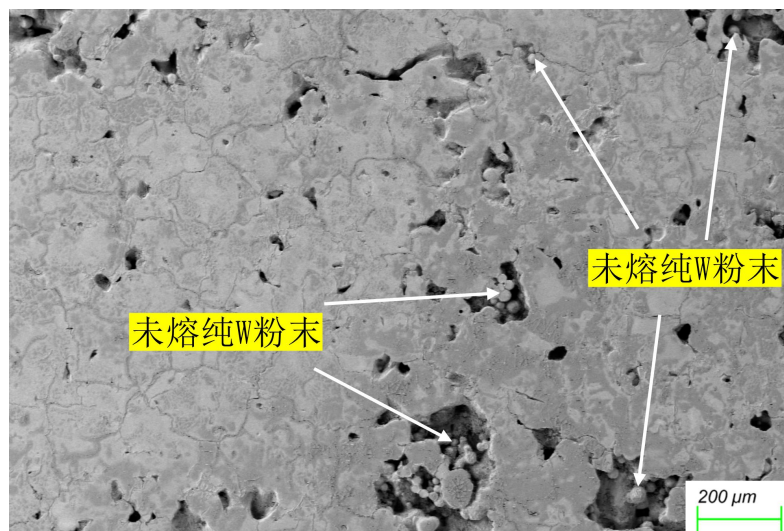


图 4-3 未熔化的纯 W 粉末颗粒

4.2.2 气孔形成的机理

在 SLM 成形纯 W 块体过程中也会出现第二种孔隙，但由于尺寸较小，分布较为随机，形状呈球形或椭圆形，是由于成形过程中内部气体造成的缺陷，即称为气孔缺陷，即在选择性激光熔化（SLM）过程中较为常见的一种缺陷。图 4-4 显示的是 SLM 成形纯 W 块体中的气孔。

气孔的形成需要满足液态金属中含有过饱和气体和能量消耗的两个条件^[79]。由于 SLM 成形是层层叠加的过程，每层之间很可能在其表面形成气孔，影响成形的致密性和组织性能。而气孔的形成需满足如下条件：

$$P_1 > P_0 \quad (4.2)$$

其中 P_1 为气孔内气体压力； P_0 为阻碍气孔长大的外部压力。在 SLM 技术中，在已经打印完成的成型层上有许多现成的表面，这些成型层表面有高低不平的平面，当现成的表面打印完成现在的一层时，如果两层之间的粉末没有充分熔合而留有空隙，就会给气体留下栖息的地方，而这些气体由于层数的叠加而没有及时排出，因此，当现成的表面打印完成后或者熔池中的熔液没有被及时捕捉到，导致 $P_1 > P_0$ 最后形成更大的气孔。

高能量的激光束可以熔化一部分金属粉末，但同时有一部分形成金属蒸气，这部分金属蒸气不能完全排出存在层与层之间，随着制备工作不断进行，极易在产品内部产生气孔，从而使成形质量的降低。由此可知，选择激光的工艺参数，对于气孔的形成，有着特别重要的意义。同时粉末含氧量也会增加气孔增加，所

以在试验前对粉末含氧量的控制也同为重要。

综上可知,如果我们能选择合适的激光工艺参数和控制好金属粉末的含氧量,可以有效降低或者消除气孔缺陷。

4.2.3 微裂纹形成的机理

选择性激光熔化 (SLM) 工艺是一种快速扩散凝固的成形工艺,在 SLM 成形时会有较大的残余应力和收缩应力,通常这种应力稳定,因为样品内部的冷速快,温度梯度高。当处于钨的高韧性-脆性转变温度 (DBTT) ($200\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$) 时,裂纹的敏感性变高,易产生微裂纹^[80]。

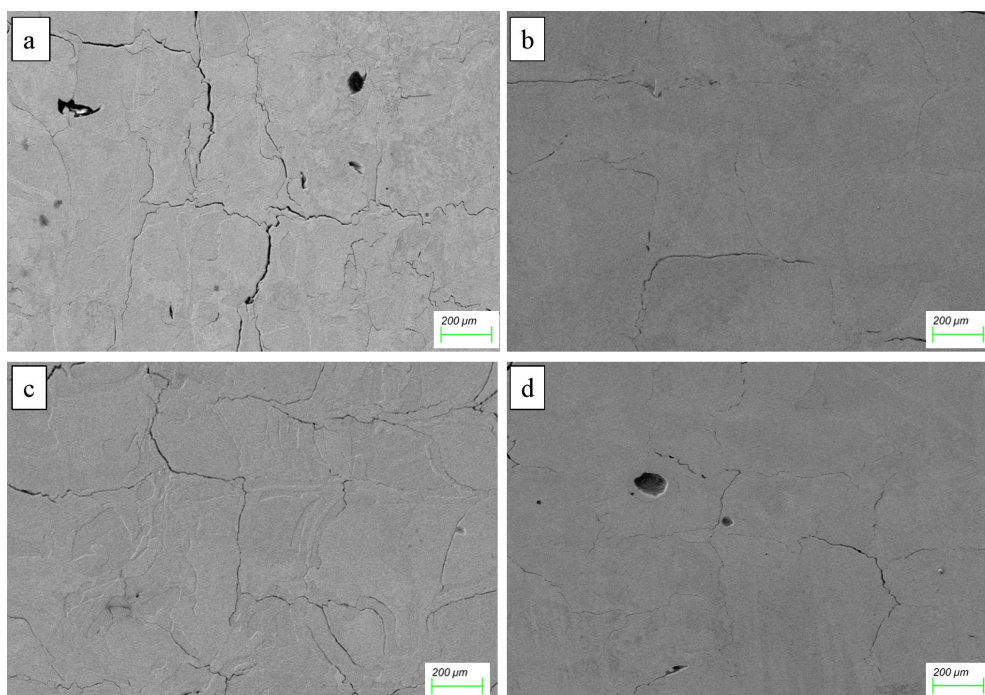


图 4-4 不同扫描速度下 SLM 成形钨的表面形貌

(a) 800mm/s; (b) 900mm/s; (c) 1000mm/s; (d) 1100mm/s.

以改变激光扫描速率的 SEM 图为例 (图 4-4 所示)。从图中可以看出,由于钨 (W) 的固有的物理属性-低温脆性和低断裂韧性所决定的样品表面的微小裂纹会随着激光扫描速率的变化而变化,裂纹主要表现为样品中的横向裂纹。当脆性材料的残余应力接近甚至超过材料本身的屈服强度时,由于快速的冷却速度,SLM 成形过程中造成每层之间存在巨大的温度差,较快的冷却速度产生大的热残余应力,从而促使裂纹萌生并扩展^[81]。通过图 4-4 (b)、(c) 和 (d) 可知,随着激光能量密度的升高,熔池温度升高,温度梯度和每层间热残余应力增加,

产生裂纹倾向也随之增大。可见，对于裂纹的影响，激光工艺参数是十分显著的。

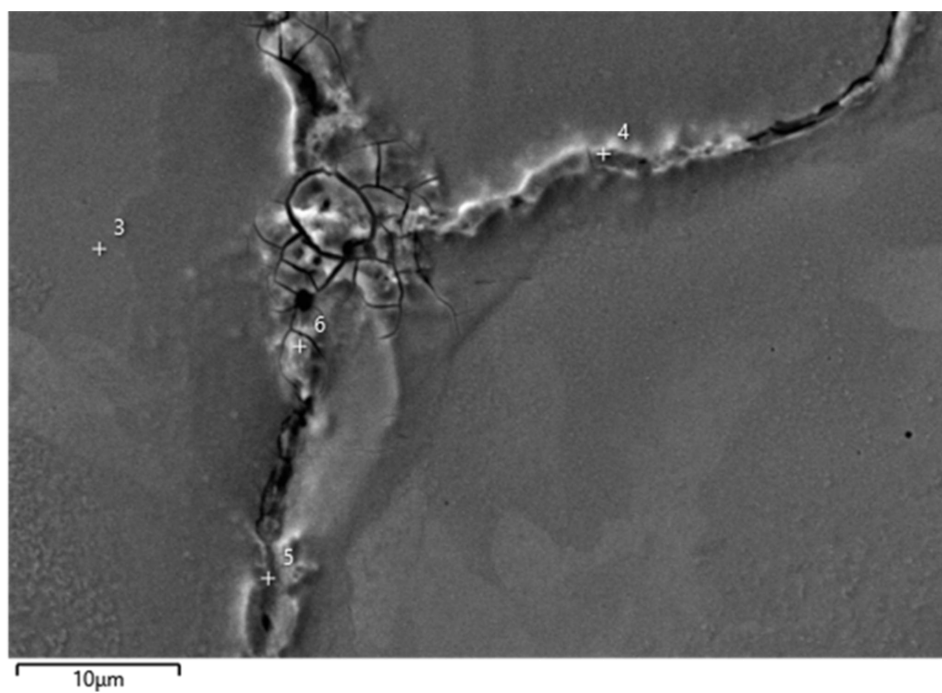


图 4-4 裂纹放大处的电子图像

Fig.4-4 Electronic image of crack amplification

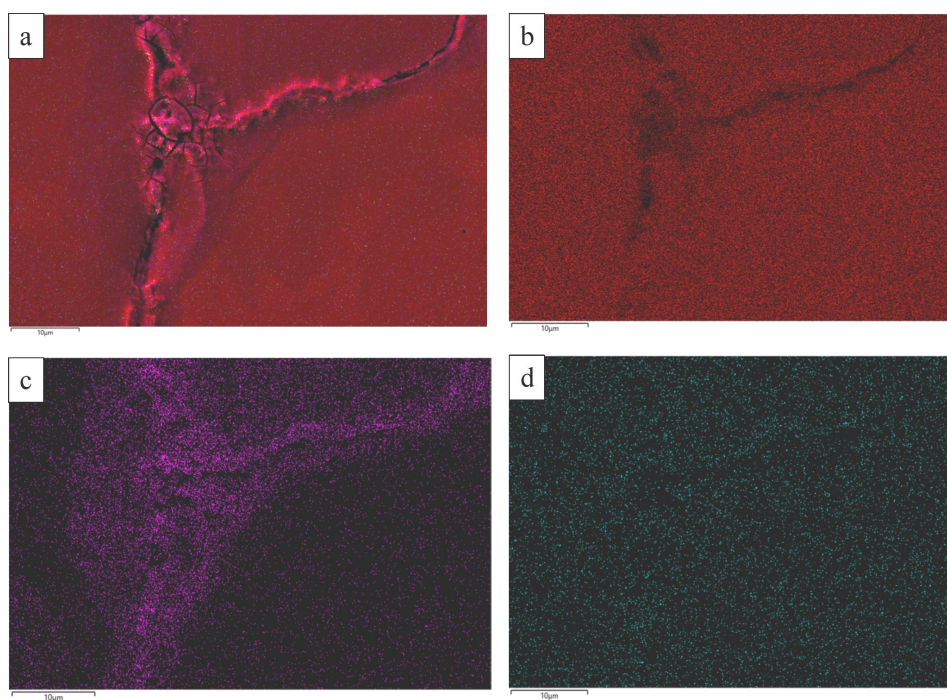


图 4-5 裂纹处能谱分析图:

(a) EDS 分层图像; (b) W 元素分布图; (c) O 元素分布图; (d) C 元素分布图

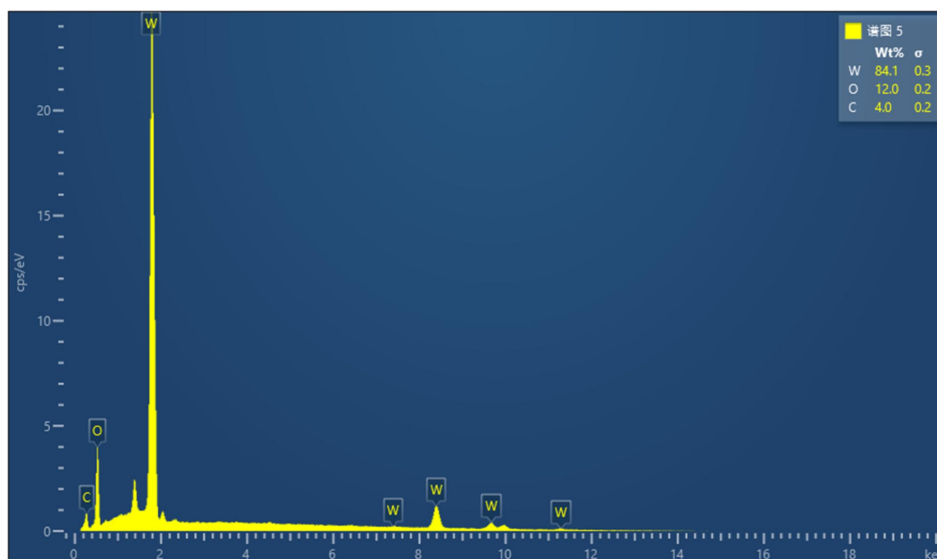


图 4-6 裂纹处图谱分布图

图 4-5 和图 4-6 分别显示的是裂纹放大的电子图像和裂纹处能谱分析图，从图 4-5 中观察到裂纹处的两侧有细小呈白色的针状颗粒，结合图 4-6 和图 4-7 分析可知其成分为钨。这是因为在 SLM 成形过程中，当晶粒间相互接触时，阻碍了晶粒再次长大，在凝固过程中的收缩应力拉开了晶粒，使其不能完全闭合，从而产生裂纹，这也是为什么裂纹两侧会形成针状颗粒的原因。

尽管纯 W 的固有延展性很难提高，但可以调整热残余应力。实验表明，虽然可以通过调节合适的激光工艺参数和增加基板的预热温度来降低打印样品中的温度梯度，从而减小热残余应力对微裂纹产生的数量，但完全消除微裂纹尚有待进一步研究^[82]。

4.3 本章小结

本章主要研究了 SLM 成形过程中缺陷及形成机理，着重分析了缺陷中的球化现象、孔隙（气孔）和微裂纹等缺陷。主要结论如下：

（1）球化现象的出现主要由于表面应力和能量分布不均匀导致，可以通过选择合适的激光工艺参数减少或者避免球化现象的出现，有助于获得更好的成型质量和力学性能较优异的零件。同时，与粉末的球形度也有关，球形度较好的粉末明显比不规则的粉末在 SLM 成形过程中球化现象要好。

（2）孔隙缺陷的形成，主要与成形过程腔内产生了 Marangoni 效应的气体不稳定有关，也与制备过程中出现球化现象有关。也与不合适的激光工艺参数导

致成型过程中道与道之间粉末颗粒没有充分融合有关,可以通过工艺参数的合理匹配来减少或消除孔隙。

(3) 气孔缺陷的形成主要与成型仓内气流不稳定和能量消耗有关。选择合适的激光工艺参数和控制好金属粉末的含氧量,可以有效降低或者消除气孔缺陷。

(4) 微裂纹缺陷的形成主要与在 SLM 成形过程中产生了较大且不稳定的热收缩力,可以通过调节合适的激光工艺参数和增加基板的预热温度来降低打印样品中的裂纹。

第 5 章 热等静压处理对 SLM 成形纯钨组织性能的影响

由于 SLM 制备的成形产品内部不可避免存在各种缺陷(如气孔,微裂纹等),使得产品各项性能大大降低。致密化处理对产品的性能至关重要,对于产品的致密化处理我们一般采用热等静压技术进行后处理。热等静压(Hot Isostatic Pressing, HIP)技术是一种高效的固体致密化技术,主要用于材料成型、复合材料制备和表面改性等方面。在材料科学领域,粉末块体的致密化研究中广泛应用了热等静压技术。

5.1 纯钨 HIP 致密化机理研究

SLM 成形纯 W 产品中采用热等静压技术致密化研究的非常少,其内部的气孔和其他缺陷与粉末冶金产品致密化最后阶段的孔隙残余有着本质上相似,两者均为互不干涉的独立个体,都有自己完全封闭边界;随着致密化过程的进行,这些孔隙的尺寸缩小或者消失,从而达到彻底致密化。当纯 W 样件内部存在较大尺寸孔隙时,外压超过孔洞处所能承受的屈服强度时,塑性变形快速发生,使得较大孔隙尺寸变小或消失,由于塑性屈服是一个快速过程,在较大的应力作用下会发生塑性屈服过程,这一过程在学术界认可程度很高,用壳层模型可以导出孔洞周围的金属发生塑性流动的最低外加应力满足^[83]:

$$p_{lim} = -\frac{2p_y}{3} \ln \rho \quad (5.1)$$

式中 p_{lim} 为外加临界应力; p_y 为合金的屈服强度; ρ 为孔隙率。当实际施加的应力 p 满足 $p \geq p_{lim}$ 时,金属内部会发生塑性流动且孔隙率降低,相对密度增加。但当施加的外在压力、温度和屈服强度给定时,孔隙率低到:

$$\rho = e^{\frac{-3p}{2p_y}} \quad (5.2)$$

金属不在发生塑性流动变形。

塑性流动变形停止后,气孔等缺陷在压应力作用下消除途径包括^[84]:在晶界内经晶格扩散或晶界扩散而湮灭,沿位错管道向晶界扩散,经刃型位错攀移而消失,此过程一般比较缓慢。晶格和晶界扩散一般在应力作用下称为扩散性蠕变,主要是由于在压应力的作用下物质的定向流动造成的,而与位错移动关系不大。

Coble^[85]认为在次过程中,压应力会引起平衡空位浓度变化,造成空位浓度梯度,使空位扩散进而产生空位流动,形成扩散蠕变。位错蠕变主要是通过位错爬移来实现的,而位错爬移则靠原子的晶格扩散和位错中心管道扩散来完成^[86]。在高压力和内部存在孔洞条件下,位错会移到内部孔洞的内表面,由于位错逸出使原子产生空缺,而空缺两侧的原子由于所受到的力不能保持平衡,微孔将逐渐压缩减小甚至消失,致使产品的相对密度增大。

SLM 制备的纯 W 块体在热等静压过程中,还有以下因素可以提高致密度。一、在高压压力和高温环境作用在纯 W 块体上,使得块体中的晶粒发生塑性变形,从而实现晶粒的重新排列和分布,且热应力使得纯 W 块体中的晶粒发生热膨胀和收缩,从而实现晶粒的重新排列和分布。同时,在高压压力和高温环境作用下也使得块体中的气体和孔隙得到有效压缩,提高了纯 W 块体的致密度。二、在高温环境促使纯 W 块体中的元素发生扩散传质。元素扩散造成晶粒间的成分分布更加均匀,从而影响晶粒的生长和形核。同时,元素扩散还促进了块体中气体的逸出和孔隙的闭合,进一步提高了纯 W 块体的致密度。三、在高温环境下也会引发纯 W 块体中的固态相变。固态相变造成晶粒结构发生改变,从而影响晶粒的生长和形核。此外,固态相变还促进了块体中气体的逸出和孔隙的闭合,进一步提高了纯 W 块体的致密度。

综上所述,热等静压技术通过静态压应力和热应力的作用,以及扩散传质和固态相变的影响,实现了纯 W 块体的致密化。

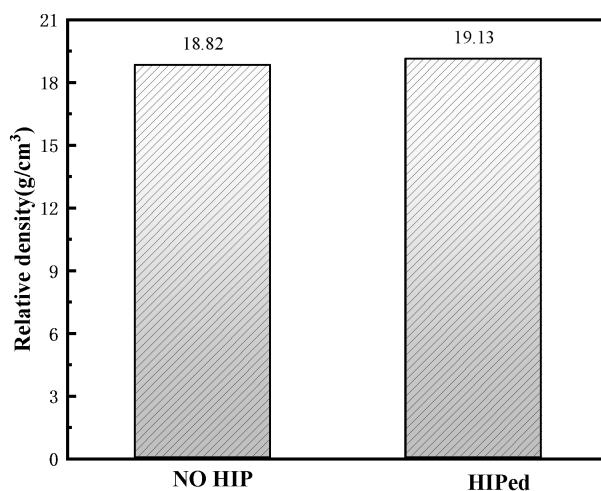


图 5-1 HIP 处理前后样件的致密度值对比

本章采用阿基米德排水法测得通过热等静压技术热处理后 SLM 成形纯 W 块体样件的相对密度, 通过图 5-1 可以观察到 HIP 前后的值密度变化。从图中可以看出经过 HIP 处理前后样件的相对密度明显增加, 经计算知相对密度从原来的 97.2% 增加到 98.8%, 相对密度明显增加。说明 HIP 处理后使得相对密度提高。

5.2 热等静压 (HIP) 技术对成形件组织性能的影响规律

5.2.1 微观组织和物相分析

图 5-2 为纯 W 粉末经 SLM 成形和 HIP 处理后, 不同沉积方向腐蚀后的金相显微组织图片。沉积方向用 BD 表示。从图中可以看出不同沉积方向的 SLM 纯 W 试样内部残留许多孔隙和裂纹; 而经过热等静压技术热处理后, 孔隙数量明显减少, 微裂纹也随之减少如图 5-2 (a)、(b) 和 (d)、(c) 所示, 说明经 HIP 技术热处理后对 SLM 纯 W 试样内部的孔隙和微裂纹等缺陷有明显作用, 有效降低甚至消除部分缺陷, 通过上文知采用阿基米德排水法测量两种状态下的相对密度值的变化, 可以看出经 HIP 技术处理后的纯 W 试样内部缺陷的减少提高了致密度。造成这种结果主要是由于在 HIP 处理过程中, 高温和高压的作用下, SLM 纯 W 样品内部的气孔被有效的排挤出去, 部分微裂纹得到消除。但从图 5-4 中也可以看到, 部分孔隙和微裂纹没有完全排除和愈合, 这是因为在 SLM 制备纯 W 块体过程中部分惰性气体存在样品内部, 不能完全排除^[87]。

对于 HIP 处理前后晶粒形貌的变化, 从横截面和纵截面两个方向进行分析。从图 5-2 (a) 观察到未经 HIP 处理的纯 W 试样横截面呈等轴晶特征, 这主要是 SLM 是一个快速冷却和凝固的过程, 当材料处于高温状态, 这使得晶粒容易长大; 当材料冷却时, 由于冷却速度很快, 晶粒来不及长大, 从而形成了等轴晶结构。然而, 从 5-2 (c) 观察到未经 HIP 处理的纯 W 试样纵截面呈长条柱状晶特征, 这是由于晶粒沿温度梯度方向生长, 形成柱状晶。因为 SLM 成形过程是自下而上堆积的过程, 在成形堆积过程中会产生巨大的温度梯度。

图 5-2 (b) 和图 5-2 (d) 分别是经 HIP 处理后截面和纵截面两个方向的金相图片。纵截面方向的柱状晶完全转变为等轴晶, 同时晶粒均质化也显著改善。这是由于热等静压处理过程中高温和高压为晶粒的再结晶和各向同性生长提供了足够的驱动力^[88]。

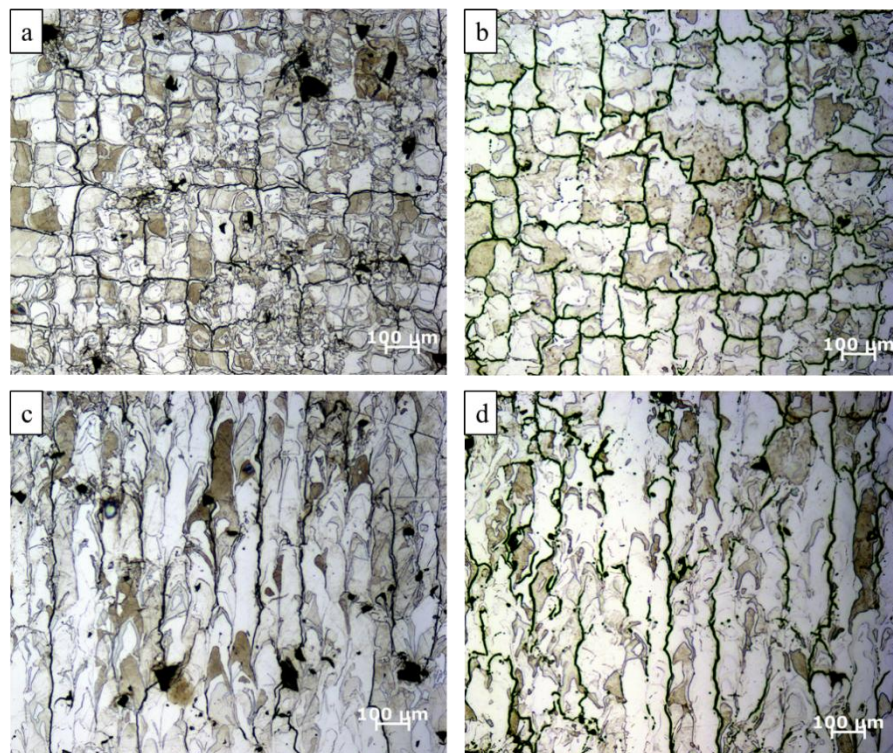


图 5-2 HIP 处理前后金相微观组织:

(a) (b): 横截面; (c) (d): 纵截面

为了进一步研究不同状态试样的相组成情况,对 HIP 处理前后纯 W 试样和原始粉末进行了 XRD 分析,如图 5-3 所示。可以看出,三种状态下均有四个衍射峰 (110)、(200)、(211)、和 (220) 出现,符合具有体心立方 (bcc) 晶格结构的纯 W 标准 (JCPDS 卡#0040806) 衍射图。未经 HIP 处理的 SLM 样件与 HIP 处理后的 XRD 图谱中的衍射峰明显比原材料钨粉的衍射峰宽且向左移动。由 3.1 公式,衍射峰的强度与晶粒尺寸和衍射角密切相关,说明在 SLM 成形钨在热等静压处理过程中细化钨的晶粒,使得晶界增多,从而导致衍射峰向左偏移。这是因为衍射峰的位置与晶粒的大小和形状有关,晶粒越细小,衍射峰就越向左偏移;另外,热等静压处理可能导致钨块内部的应力得到释放,这也可能会影响 XRD 衍射峰的位置。应力可能会对晶界的位置和形状产生影响,从而影响衍射峰的位置。

从 XRD 图谱中也发现,经 HIP 处理的 SLM 成形钨的衍射峰强度比未经 HIP 处理的衍射峰强度要高,这主要因为热等静压处理过程中发生了晶粒细化,使晶界增多,提高了材料的强度和韧性,从而使得 XRD 衍射峰的强度增加。另一个

原因就是在处理过程中纯 W 样品内部的应力得到了释放，提高材料的性能，也会增强 XRD 衍射峰的强度。

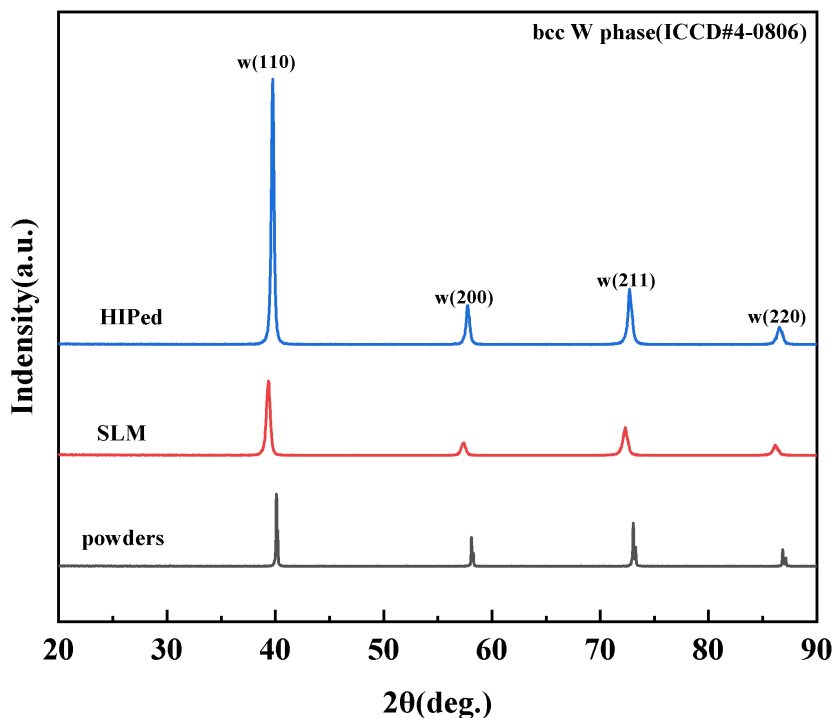


图 5-3 HIP 处理前后和原始粉末的 XRD 图谱

5.2.2 力学性能

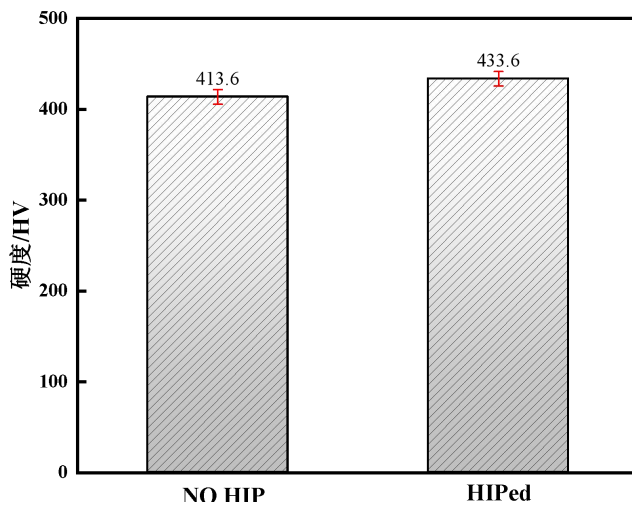


图 5-4 HIP 处理前后对 SLM 成形纯 W 块体试样维氏硬度

图 5-4 显示的是热等静压处理前后对 SLM 成形纯 W 块体试样维氏硬度的影响。显微硬度是从 SLM 成形纯 W 样品的横截面进行测量的，从图中可以看出 SLM 样件经热等静压技术处理后其维氏硬度从原来的 $413.6\text{HV}\pm 5$ 提高到

433.6HV $\pm$ 5, 说明 HIP 技术热处理对 SLM 技术制备纯 W 试块的显微硬度有显著影响。热等静压处理可以细化钨的晶粒, 提高晶粒的均匀性, 从而改善材料的显微组织。这可能会提高钨的显微硬度, 因为细晶结构通常具有更高的强度和硬度。此外, 热等静压处理还可以提高合金元素在晶格中的固溶度, 进一步优化钨的微观结构, 从而提高其显微硬度。总的来说, 热等静压技术热处理使 SLM 成形纯 W 晶粒细化, 结构均匀, 使其显微硬度提高。

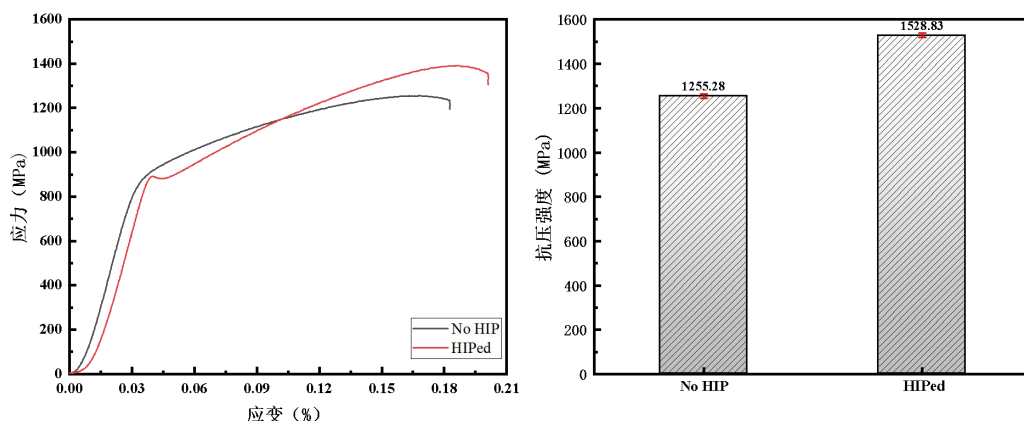


图 5-5 HIP 处理前后纯 W 块体的压缩应力-应变曲线及抗压强度对比

图 5-5 为热等静压处理前后的 SLM 成形纯 W 试样进行室温压缩试验得到的横截面压缩应力-应变曲线和抗压强度对比图。从不同处理状态下抗压强度数值对比图中可以观察到, 未经 HIP 技术热处理的 SLM 成形钨的极限抗压强度明显低于 HIP 处理后的极限抗压强度, 数值分别是 1255.28MPa 和 1528.83MPa; 同时从图中也发现经 HIP 技术热处理的 SLM 成形钨的压缩屈服应力明显高于未经 HIP 处理后的压缩屈服应力, 数值分别是 1304.86MPa 和 1194.83MPa。结果表明, HIP 处理后对 SLM 制备纯 W 试块的压缩性能有显著影响。这主要有以下原因:

(1) 相对密度的提高, 在高温和高压作用下试样内部孔隙和微裂纹等缺陷明显减少, 提高了原试样的相对密度, 进而增加了抗压强度; (2) 残余应力的释放, SLM 制备的成形钨在未经过热等静压处理前样品内部通常存在一定的残余应力, 经 HIP 处理时可以有效地释放这些残余应力, 从而提高材料的韧性; (3) 相变强化, SLM 成形钨在经 HIP 技术热处理过程中可能发生相变, 相变可能导致材料的微观结构进一步优化 (例如细化晶粒), 从而提高强度。这些都是造成 SLM

成形钨经 HIP 技术处理后抗压强度提高的原因,说明采用 HIP 技术处理 SLM 成形钨对其力学性能的提高有显著效果。

5.3 本章小结

本章主要研究了经 HIP 技术处理前后对 SLM 成形纯 W 样件显微组织和力学性能的影响规律,着重分析了 HIP 处理前后不同沉积方向显微组织变化和处理前后样件横截面力学性能的影响。主要结论如下:

(1) SLM 成形纯 W 块体样件经热等静压处理后,相对密度由未处理前的 97.2% 提高到处理后的 98.8%,试样的孔洞和微裂纹明显减少或者消失,晶粒更加均匀。

(2) 未经 HIP 处理的纯 W 试样横截面和纵截面的晶粒形貌分别呈等轴晶特征和柱状晶特征,经 HIP 处理后纯 W 试样纵横截面的晶粒形貌都呈等轴晶,这是由于 HIP 处理过程中高温和高压为试样内部晶粒的再结晶和各向同性生长提供足够驱动力的缘故。

(3) 经 HIP 技术处理后 SLM 成形钨块体的显微硬度从原来的 $413.6\text{HV}\pm 5$ 提高到 $433.6\text{HV}\pm 5$; 极限抗压强度 1255.28MPa 提高到 1528.83MPa ,由于目前对这方面的介绍较少,对其应用具有指导意义。

第 6 章 结论

本文主要采用选择性激光熔化（SLM）技术对成形纯 W 块体材料的研究，采用扫描电镜（SEM）、光学显微镜（OM）、X 射线衍射（XRD）、硬度仪和 MTS809 型万能试验机等实验手段，对从不同激光扫描速率和不同激光功率等激光工艺参数下 SLM 成形纯 W 块体的致密度、微观组织及力学性能等进行详细分析。对 SLM 成形纯 W 块体材料的显微组织进行了表征，研究了激光扫描速度和激光功率对 SLM 成形纯 W 块体组织及力学性能的影响规律，并讨论了 SLM 成形过程中各种缺陷的形成机理。采用热等静压（HIP）技术对 SLM 成形纯 W 块体进行热处理，获得了致密度高且力学性能较好的成形纯 W 块体，对比分析了 HIP 前后的致密度、微观组织和力学性能的影响。研究结论如下：

（1）在 SLM 成形纯 W 块体过程中，通过改变不同激光参数（如激光扫描速率和激光功率）获得了不同的相对密度，发现随着工艺参数的改变，试样的相对密度也发生变化。SLM 成形纯 W 块体水平横截面的显微组织主要由条形片状晶粒组成，成形过程中，主要由于制样内的缺陷（如孔隙、微裂纹和气孔）对试样的致密度有着很大的影响。通过 SLM 成形钨块体和原始粉末 XRD 对比可知，在 SLM 成形过程中明显发现有较多的细化晶粒和残余应力，使成形钨的衍射峰相对于原始粉末向左发生偏向。最佳工艺参数：激光功率 400W、激光扫描速率 900mm/s、激光扫描间距 0.07mm 和铺粉厚度 0.025mm。在该工艺参数下试样的相对密度最高，能达到 97.2%，经 HIP 热处理后获得了更高的相对密度达到 98.8%。

（2）在 SLM 成形纯 W 块体过程中使用最佳工艺参数的条件下，获得了相当高的显微硬度达到 $413.6\text{HV}\pm 5$ 和比较高的抗压强度达到 1255.28MPa，与传统的制备方法相比性能有明显的提升。经 HIP 热处理后其显微硬度和抗压强度达到更高，分别达到 $433.6\text{HV}\pm 5$ 和 1528.83MPa，说明通过 HIP 技术处理 SLM 成形钨内部发生了晶粒变化，提高了致密化和各项力学性能。

（3）在 SLM 成形纯 W 块体过程中，由于粉末的球形度不规则、成形环境的不稳定、表面应力的不均匀及工艺参数的不匹配等因素，造成成形纯 W 块体内部出现球化现象、孔隙及微裂纹等缺陷对组织和性能有着显著影响。实验表明：

可以通过改变工艺参数，即选择合适的激光工艺参数对缺陷的抑制有很大作用；通过采用 HIP 技术对 SLM 成形钨作热处理，发现同一参数下上述各种缺陷明显减少，且相对密度和力学性能显著提高。

（4）采用 HIP 技术对 SLM 成形钨作热处理，发现试样的微观组织晶粒尺寸发生明显的变化，这是由于热处理后使晶粒发生细化，晶粒尺寸变小，造成了各项力学性能的变化原因。对比热处理前后力学性能明显提高，这也是热处理后晶粒变化的结果。

参考文献

- [1] 李礼, 戴煜. 中国增材制造技术现状及发展趋势[J]. 新材料产业, 2018 (08):30-33.
- [2] 吴开明, 沈佳彬, 柯达威, 章陈忠. 增材制造技术在文物保护中的应用[J]. 科技与创新, 2023(10): 154-156+159.
- [3] Tan K, Markovych S, Hu W J, et al. Review of manufacturing and repair of aircraft and enging partis based on cold spraying technology and additive manufacturing technology[J]. Aerospace Technic and Technology, 2020, 3(163):2663-2217.
- [4] Enara Zarrabeitia-Bilbao, Izaskun Alvarez-Meaza, Rosa-María Río-Belver, et al. Additive manufacturing technologies for biomedical engineering applications: Research trends and scientific impact[J]. EI Profesional de la Información, 2019, 28(2):1699-2407.
- [5] Revilla Leon Marta, Meyer Matthew J, Zandinejad Amirali, et al. Additive manufacturing technologies for processing zirconia in dental applications A literature review on current status and future perspectives[J]. Interntional Journal of Computerized Dentistry, 2020, 23(1):27-37.
- [6] 骆冬智, 孙智富. Ti 合金增材制造技术在军工领域的研究应用[J]. 兵器装备工程学报, 2019, 40(07): 253-260.
- [7] Oh Y, Zhou C, Behd Ad S. Part decomposition and assembly-based design for additive manufacturing: A review[J]. Additive Manufacturing, 2018, 22(2): 230-242.
- [8] Bajaj P, Hariharan A, Kini A, et al. Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties[J]. Materials ence & Engineering A, 2019(772): 138633-1386.
- [9] Debroy T, Wei H L, Zuback J, et al. Additive manufacturing of metallic

- components process, structure and properties[J]. Progress in Materials Science, 2018 (92): 112-224.
- [10] Sallica-Leva E ,Jardini A ,Fogagnolo J . Microstructure and mechanical behavior of porous Ti6Al-4V parts obtained by selective laser melting [J]. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2013, 26(30):98-108.
- [11] Debroy T. Wei H L, Zuback J S, et al. Additive manufacturing of metallic components-Process, structure and properties[J]. Progress in Materials Science, 2018(92): 112-224.
- [12] Wauthle R, Vrancken B, Beynaerts B, et al. Effects of build orientation and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V lattice structures[J]. Additive Manufacturing, 2015(5): 77-84.
- [13] Chlebus E, KuNicka B, Kurzynowski T, et al. Microstructure and mechanical behaviour of Ti6Al7Nb alloy produced by selective laser melting[J]. Materials Characterization, 2011, 62(5):488-495.
- [14] 于忠斌, 张中标, 尹婷婷, 郭松. 金属 3D 打印技术概述[J]. 机械管理开发, 2022,37(01): 266-268.
- [15] Debata. M, Acharya. T. S, Sengupta. P, et al. Effect of high energy ball milling on structure and properties of 95W-3.5Ni-1.5Fe heavy alloys[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2017(69): 170-179.
- [16] Lee J, Kim S, Ott R T, et al. Effect of reinforcement phase on the mechanical property of tungsten nanocomposite synthesized by spark plasma sintering [J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2015 (54): 14-18.
- [17] Ma J, Zhang J Z, Liu W, et al. Suppressing pore-boundary separation during spark plasma sintering of tungsten[j]. Journal of Nuclear Materials, 2013 (438): 199–203.
- [18] Lu Y W, Yu X D, Tan C W, et al. Effect of the β phase on compressive mechanical property of CVD tungsten[J]., Rare Metal Materials and Engineering, 2011 (40) :1138–1140.

- [19] 郭东红, 高能效卤素灯用钨丝的研发[D]. 厦门, 厦门大学, 2017.
- [20] 刘凤, 罗广南, 李强, 等. 钨在核聚变反应堆中的应用研究[J]. 中国钨业, 2017, 32(02): 41-48+55.
- [21] 康昊, 罗忠, 武生茂, 等. 固体火箭发动机喷管材料烧蚀仿真及分析[J/OL]. 机械设计与制造, 2023(004): 1001-3997.
- [22] 藤井博史, 大貫和信, 武田伸一郎, 等. 3D プリンタ技術を用いた純タングテン製 ^{211}At 核医学治療評価用コリメータの開発[J]. RADIOISOTOPES, 2022, 71(2): 141-151.
- [23] 殷为宏, 汤慧萍. 难熔金属材料深加工技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2015.
- [24] 黄伯云, 等. 中国材料工程大典·有色金属材料工程[J]. 材料导报, 2006, (04): 148.
- [25] 程杨洋, 余龙, 刘文斌, 等. 钨塑性变形与断裂行为及其辐照效应的研究综述[J]. 固体力学学报, 2022(053): 1-42.
- [26] 查美生, 仲朔平, 陈仁鋈. 10MW 高温气冷实验堆反应堆压力容器热电偶贯穿件[J]. 核动力工程, 2001(01): 30-35.
- [27] Ilaria C, Daniele C, Luca D A, et al. Experimental Data Collection of Surface Quality Analysis of CuCrZr Specimens Manufactured with SLM Technology: Analysis of the Effects of Process Parameters[J]. Materials, 2022, 16(1): 98-98.
- [28] Ma D W, Zhang W B. Integrated Design and Manufacturing of Aviation Aluminum Alloy Support Based on SLM Technology[J]. Key Engineering Materials, 2022(6555): 39-44.
- [29] Damian G, Tomasz K, Pawei Z, et al. Morphology of Models Manufactured by SLM Technology and the Ti6Al4V Titanium Alloy Designed for Medical Applications[J]. Materials, 2021, 14(21): 6249-6249.
- [30] Nahmany M, Stern A, Aghion E, et al. Structural Properties of EB-Welded AlSi10Mg Thin-Walled Pressure Vessels Produced by AM-SLM Technology[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2017, 26(10): 4813-4821.

-
- [31] Gao B W, Zhao H J, Peng L Q, et al. A Review of Research Progress in Selective Laser Melting (SLM)[J]. *Micromachines*, 2022,14(1): 57-57.
 - [32] Seabra M, Azevedo J, Araújo A, et al. Selective laser melting (SLM) and topology optimization for lighter aerospace components. *Procedia Struct. Integr.*, 2016(1): 289–296.
 - [33] Osakada K, Masanori M, Flexible manufacturing of metallic products by selective laser melting of powder [J], *International Journal of Machine Tools & Manufacturing*, 2006(46): 1188-1193.
 - [34] Mumtaz K A, Erasenthiran P, Hopkinson N, High density selective laser melting of Waspaloy (R) [J], *Journal of Materials Processing Technology*, 2008(195): 77-87.
 - [35] Mumtas K, Hopkinson N, Top surface and side roughness of Inconel 625 parts processed using selective laser melting [J], *Rapid Prototyping Journal*, 2009(15): 96-103.
 - [36] Agapovichev A V, Kokareva V V, Smelov V G, et al. Selective laser melting of titanium alloy: investigation of mechanical properties and microstructure[J]. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016,156(1): 012-031.
 - [37] Iveković A, Montero-Sistiaga M L, Vanmeensel K, et al. Effect of processing parameters on microstructure and properties of tungsten heavy alloys fabricated by SLM[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2019(82):23-30.
 - [38] Wen S F, Wang C, Zhou Y, et al. High-density tungsten fabricated by selective laser melting: Densification, microstructure, mechanical and thermal performance[J]. *Optics and Laser Technology*, 2019(116):128-138.
 - [39] Guo M, Gu D D, Xi L X, et al. Selective laser melting additive manufacturing of pure tungsten: Role of volumetric energy density on densification, microstructure and mechanical properties[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2019 (84):105-025.

- [40] 邓澄,蒋梦龙,周圣丰.激光增材制造纯 W 及钨铜复合材料的组织与性能[J].特种铸造及有色合金,2022,42(7): 804-808.
- [41] 赵志国,柏林,李黎,等.选择性激光熔化成形技术的发展现状及研究进展[J].航空制造技术, 2014,463(19): 46-49.
- [42] 姜海燕,林卫凯,吴世彪,等. 选择性激光熔化技术的应用现状及发展趋势[J].机械工程与自动化, 2019(5): 4.
- [43] Brandl E, Heckenberger U, Holzinger V, et al. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior[J]. Materials & Design, 2012(34): 159-169.
- [44] Kobryn P A, Semiatin S L. The laser additive manufacture of Ti-6Al-4V[J]. JOM,2001,53(9): 40-42.
- [45] 闫岸如,杨恬恬,王燕灵,等.变能量选择性激光熔化 IN718 镍基超合金的成形工艺及高温机械性能[J].光学精密工程, 2015,23(6): 1695-1704.
- [46] Pupo Y, Monroy K P, Ciurana J. Influence of process parameters on surface quality of CoCrMo produced by selective laser melting[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2015(80): 985-995.
- [47] 周鑫,刘伟.纯 W 单层铺粉选择性激光熔化/凝固行为[J].中国激光, 2016,43(5): 1-7.
- [48] 张丹青.钨及钨合金的选择性激光熔化过程中微观组织演化研究[D].武汉:华中科技大学, 2011.
- [49] 刘凯,王荣,祁海等.热等静压工艺对 SLM 成形 K4536 合金组织与性能的影响[J].航空材料学报,2018,38(03):46-51.
- [50] Konečná R, Medvecká D, Nicoletto G. Structure, Texture and Tensile Properties of Ti6Al4V Produced by Selective Laser Melting[J].PRODUCTION ENGINEERING ARCHIVES,2019,25:60.
- [51] 杨磊. 选择性激光熔化 CLF-1 钢组织结构及力学性能研究[D].北京工业大学, 2020.37-50.
- [52] 田辰. TC11 合金 3D 打印粉末制备及其打印件力学性能[D].沈阳工业大学,

2022.

- [53] Tan C L, Zhou K S, Ma W Y, et al. Selective laser melting of high-performance pure tungsten: parameter design, densification behavior and mechanical properties[J]. Science and Technology of Advanced Materials, 2018,19(1): 1878-5514.
- [54] Şahin Y, Recent progress in processing of tungsten heavy alloys [J]. Journal of Powder Technology. 2014 (2014) 1-22.
- [55] Zhang X, Yan Q, Lang S, et al. Preparation of pure tungsten via various rolling methods and their influence on macro-texture and mechanical properties [J]. Materials & Design. 2017 (126) 1–11.
- [56] Ma J, Zhang J, Liu W, Shen Z. Suppressing pore-boundary separation during spark plasma sintering of tungsten. Journal of Nuclear Materials. 2013(438): 199-203.
- [57] 赵秦生.国外高纯 W 粉和钨材制备[J].稀有金属与硬质合金,2003(04):56-57.
- [58] 刘国辉,王玲,刘桂荣,等.热等静压方法制备细晶钨合金及其动态力学性能研究[J].粉末冶金技术,2013,31(1):40-42,52.
- [59] VRANCKEN B, KING W E, MATTEWS M J. In-situ Characterization of Tungsten Microcracking in Selective Laser Melting[C].10th CIRP Conference on Photonic Technologies, 2018(74): 107-110.
- [60] Wei Q, Jiao T, Ramesh KT, et al. Mechanical behavior and dynamic failure of high-strength ultrafine grained tungsten under uniaxial compression. Acta Materialia. 2006;54:77-87.
- [61] Lee J-K, Kim S-Y, Ott RT, et al. Effect of reinforcement phase on the mechanical property of tungsten nanocomposite synthesized by spark plasma sintering. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2016;54:14-8.
- [62] L. Yanwei, Y. Xiaodong, T. Chengwen, et al. Effect of the β phase on compressive mechanical property of CVD tungsten, Rare Metal Mater. Eng. 40

- (2011) 1138–1140.
- [63] Zhang, X. Yan, Q. Lang, S, et al. Preparation of pure tungsten via various rolling methods and their influence on macro-texture and mechanical properties, *Mater. Des.* 126 (2017) 1–11.
- [64] N. Senthilnathan, A.R. Annamalai, G. Venkatachalam, Synthesis of tungsten through spark plasma and conventional sintering processes, *Mater. Today Proc.* 5(2018) 7954–7959.
- [65] 吴慧敏, 罗志强, 金胜然. 激光功率和扫描速度对选区激光熔化成形 TC4 钛合金组织和性能的影响[J]. *机械工程材料*, 2021, 45(09): 51-57.
- [66] Lu, L. Fuh, J. Y. H. Wong, Y.S. *Laser-induced Materials and Processes for Rapid Prototyping*, 1st edition., Springer Science+Business Media, New York, 2001.
- [67] S. Kou. *Welding Metallurgy*, 2nd edition. John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, New Jersey, 2003.
- [68] 谢琰军. 选择性激光熔化制备纯 W 材料的成形机理研究[D]. 北京: 钢铁研究总院, 2018, 62-65.
- [69] Kruth J P, Froyen L, Van Vaerenbergh J ,et al. Selective laser melting of iron-based powder[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, 149(1): 616-622.
- [70] Nikolay K. Tolochko, Sergei E. Mozzharov, Igor A. Yadroitsev, et al. Balling processes during selective laser treatment of powders [J]. *Rapid Prototyping Journal*, 2004, 10(2): 78-87.
- [71] Gu D, Shen Y. Balling phenomena during direct laser sintering of multi-component Cu-based metal powder[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2007, 432(1): 163-166.
- [72] Gu D, Wang H, Zhang G. Selective laser melting additive manufacturing of Ti-based nanocomposites: The role of nanopowder [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2014, 45(1): 464-476.
- [73] NG G K L, JARFORS A E W, BI G, et al. Porosity Formation and Gas Bubble

- Retention in Laser Metal Deposition[J]. *Applied Physics A*,2009,97(3):641-649.
- [74] 吴伟辉,杨永强,王迪.选区激光熔化成型过程的球化现象[J].*华南理工大学学报(自然科学版)*,2010,38(05):110-115.
- [75] Wang W L, He L, Yang X, et al. Research on the formation process of selective laser melting Mg-Y-Sm-Zn-Zr alloy[J].*Materials Science and Technology*, 2021, 37(2):174-181.
- [76] 张格,王建宏,张浩.金属粉末选区激光熔化球化现象研究[J].*铸造技术*,2017,38(02):262-265.DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2017.02.002.
- [77] Wang D, Yu C, Zhou X, et al. Dense Pure Tungsten Fabricated by Selective Laser Melting[J]. *Appl. Sci.* 2017 ,7(4) .
- [78] 苏玉东,汪志勇,范小松等.选择性激光熔化 (SLM) 成形纯 W 的微观组织与力学性能研究[J].*精密成形工程*,2023,15(09):168-174.
- [79] 杜则裕.材料连接原理[M].北京: 机械工业出版社, 2011.
- [80] VRANCKEN B, KING W E, MATTEWS M J. In-situ Characterization of Tungsten Microcracking in Selective Laser Melting[C].10th CIRP Conference on Photonic Technologies, 2018(74): 107-110.
- [81] 陈慧,董静,资旭辉等.SLM 和 SEBM 成形纯 W 组织与缺陷的对比研究[J].*稀有金属材料与工程*,2022,51(09):3282-3288.
- [82] Wen S F, Wang C, Zhou Y et al. *Optics and Laser Technology*[J], 2019, 116: 128.
- [83] 果世驹. 粉末烧结理论[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1998.
- [84] 张善勇,隋玉俭.铸造高温合金的热等静压致密化机理[J].*钢铁研究学报*,1985,5(S1):77-83.
- [85] Coble R L.A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials[J].*Journal of Applied Physics*,1963,34(6):1679-1682.
- [86] 阳志安.位错蠕变理论的现状和发展[J].*材料科学与工程学报*,1987(3): 26-32.
- [87] GOEL S, SITTIHO A, CHARIT I, et al. Effect of PostTreatments under Hot Isostatic Pressure on Microstructural Characteristics of EBM-Built Alloy 718[J].

Additive Manufacturing, 2019, 28: 727-737.

- [88] ZHOU Zhi-jie, XU Lei, DU Yan-bin, et al. Microstructure and Properties of Laser Cladding Fe/Ni Base Alloy Coating on 20Cr13 Surface Steel[J]. Journal of Chongqing Technology and Business University (Natural Science Edition), 2021, 38(2): 69-74.

攻读硕士学位期间发表的论文

- 1、苏玉东,汪志勇,范小松,等. 选择性激光熔化 (SLM) 成形纯钨的微观组织与力学性能研究[J]. 精密成形工程,2023, 15(9): 168-174. (通讯作者: 朱协彬教授)
- 2、范小松,苏玉东,王锐,等.聚变堆钨铜部件及其选择性熔化成形制造工艺[P]. 安徽省: CN202410084338.3,2024-04-19.

致谢

行文至此，落笔有情。时光荏苒，岁月如梭，在安徽工程大学的三年求学生涯即将落下帷幕，回望来时路，在校园的点点滴滴都在脑海中一幕幕浮现，我深知这一路走来有多么不容易，也深深地为在读研期间遇到了很多可爱善良的人而感到幸运！在即将完成学位论文之际，我要感谢所有给予我关心、帮助和支持的所有人。

首先，我要衷心地感谢我的恩师朱协彬教授和吴杰峰研究员，过去三年给我提供了非常多学业上的指导和生活上的帮助，在学习上不断敦促我、提点我，在生活中不断帮助我、疏导我。两位老师渊博的学识、严谨的作风和宽厚的品德也鼓励我认真做好科研工作，努力提升个人专业素养和道德品行，受益匪浅。在整个研究过程中，老师们丰富的专业知识和深刻见解对我影响深远，使我能够顺利完成本论文的研究工作，他们的建议和意见使我的论文更加严谨和完善。

感谢合肥聚能电物理高技术开发有限公司的同事、中国科学院等离子体物理研究所的老师和同学们在学习、工作和生活中对我的关照和指导，尤其感谢刘志宏老师、马建国博士、范小松博士、吉海标博士、王锐博士、博士生汪志勇、李成文、陶嘉、张勇，硕士生钟亚奇、邓浩祥等在实验设计、电镜观察和数据分析方面提供的巨大帮助。

此外，我要感谢中国科学院合肥物质科学研究院院长基金提供的资金支持，没有这些支持，我的研究工作将无法顺利进行。

我亦要对我的家人表示深深的感激之情，感谢他们的理解、鼓励和无条件的爱。尤其是我的父母，他们始终相信我并给予我力量去追求我的学术梦想。

最后，再次感谢所有关心和帮助过我的所有老师、同事、朋友和亲人，祝愿大家身体健康，工作顺利，生活愉快！