

纯钨单层铺粉激光选区熔化/凝固行为

周鑫^{1,2} 刘伟¹

¹清华大学材料学院, 北京 100084

²空军工程大学等离子体动力学重点实验室, 陕西 西安 710038

摘要 为了满足纯钨块体激光选区熔化致密成型的要求, 开展了纯钨基板/粉体单层激光熔化/凝固实验, 探索了参数窗口, 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。纯钨熔滴具有较高的粘度和表面张力, 铺展过程较慢, 且钨的热导率和熔点较高, 凝固过程十分迅速, 熔滴来不及完成铺展而具有快速凝固球化的倾向。增强基板/粉体对激光的吸收有助于提高熔滴峰值温度并延长凝固时间, 从而减弱球化倾向。脉冲激光作用下, 相对于扫描速度, 调整激光作用时间更加合理。当激光作用时间为 300 μs 时, 由于平衡的熔滴体积和温度梯度, 可以形成较为良好的熔化轨迹。

关键词 激光技术; 激光材料处理; 增材制造; 钨; 球化; 凝固; 润湿铺展

中图分类号 TG47

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201643.0503006

Melting and Solidifying Behavior in Single Layer Selective Laser of Pure Tungsten Powder

Zhou Xin^{1,2} Liu Wei¹

¹School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China

²Key Laboratory of Science and Technology on Plasma Dynamics, Air Force Engineering University, Xi'an, Shaanxi 710038, China

Abstract In order to realize the densification behavior of pure tungsten processed by selective laser melting, the single layer laser melting and solidifying of pure tungsten substrate and powder experiments are conducted to find the optimal processing parameters, and the balling phenomenon is observed. The balling process is explained with spreading and solidifying of the molten droplets competition model. The pure tungsten droplets spread at a low speed for their high viscosity and surface tension, but they solidify simultaneously at a high speed driven by the existing steep temperature gradient. Due to their higher thermal conductivity and melting point, the molten droplets solidify entirely before spreading completely and keep their globular geometry instead of creating a flat layer. Increasing the laser absorptivity of powder and substrate helps reduce the balling tendency at the higher peak temperature. Compared with scan speed, adjusting the laser exposure time is more appropriate under pulse laser control. Favorable melt tracks can be fabricated with exposure time of 300 μs , for the balanced melt volume and temperature gradient.

Key words laser technique; laser materials processing; additive manufacture; tungsten; balling; solidification; wetting and spreading

OCIS codes 140.3390; 160.3900; 350.2660

收稿日期: 2016-01-04; 收到修改稿日期: 2016-02-18

基金项目: 国家磁约束核聚变能发展研究专项(2014GB117000)

作者简介: 周鑫(1983—), 男, 博士研究生, 主要从事激光增材制造等方面的研究。

E-mail: zhouxin12@mails.tsinghua.edu.cn

导师简介: 刘伟(1965—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事核聚变辐照损伤、激光增材制造等方面的研究。

E-mail: liuw_tsinghua@126.com

1 引 言

受控核聚变被认为是可以最终解决人类能源及环境问题的最重要途径之一^[1]。受控核聚变最可能的实现方式是一种环形磁约束聚变容器—托卡马克,如我国的全超导托卡马克(EAST)装置,国际上着力建设的国际热核实验反应堆(ITER)装置等^[2]。偏滤器是托卡马克的关键组成部分,可以控制杂质和排除氦灰,更重要地,可以排出边缘等离子体产生的热量,从而使内壁上热负载均匀化,避免热量局部集中。托卡马克偏滤器要具备承受稳态热负荷 30 MW/m^2 的能力,必须采用带有内部散热结构的全钨偏滤器模块,因传统方法无法加工制备,需要研究新型制造工艺^[3-5]。

激光选区熔化(SLM)是一种基于粉床铺粉的增材制造技术^[6-7]。利用直径约为 $100 \mu\text{m}$ 的微束激光快速扫描、熔化预先铺设的粉体薄层,粉体受激光辐照区域发生熔化/凝固。通过重复逐层铺粉、逐层熔凝堆积,可以成型任意形状高致密度三维零件。国内外对铝合金、钛合金、不锈钢、镍基合金等材料的激光选区熔化成形研究较多且相对成熟^[8-11]。但对难熔金属,尤其是钨,受其熔点、密度、热导率、熔体张力和粘度等固有物理性能影响,成型过程中熔滴不稳定、球化现象显著、致密度不高、成型难度较大,国内外报道较少^[12]。

为实现托卡马克全钨偏滤器模块增材制造的目标,本文在钨基板上单层铺粉,开展了单层激光熔化/凝固实验,观察了钨熔体的铺展、凝固特性,探索了纯钨激光选区熔化的参数窗口。在此基础上,研究了纯钨激光成型中的球化现象,并运用熔滴铺展/凝固竞争模型进行了机制分析,为下一步改进工艺措施、提高纯钨成型致密度提供参考。

2 实验材料、设备与实验方法

2.1 实验材料

研究使用的钨基板为轧制纯钨板材,由安泰中科金属材料有限公司及中国科学院等离子体物理研究所联合生产提供,钨纯度大于 99.9% 。纯钨粉体由安泰科技难熔材料分公司提供,为非球形粉体(图1),粒径分布 d_{10} 、 d_{50} 、 d_{90} 分别为 9.0 、 19.4 、 $48.2 \mu\text{m}$ (Mastersizer 2000 激光粒度仪,英国)^[13]。

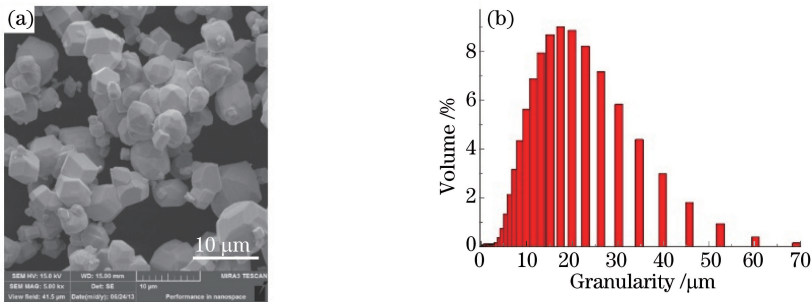


图1 (a) 纯钨粉体形貌; (b) 粒径分布

Fig. 1 (a) Morphologies of pure tungsten particles; (b) size distribution

2.2 实验设备

实验设备型号为 Renishaw AM250(英国),配备 SPI redPOWER 200 W 光纤激光器,波长为 1071 nm ,光斑直径为 $75 \mu\text{m}$,调制脉冲输出模式。可以调控的参数有激光功率、扫描行距、光斑点距、激光脉冲作用时间以及扫描策略。由于采用脉冲输出模式,激光速度可以由光斑点距除以激光作用时间计算得到。

2.3 实验方法

纯钨基板的两种表面处理方式为:1)打磨抛光;2)可增强激光吸收能力的黑漆处理(主要成分为碳)。铺粉层厚度为 $30 \mu\text{m}$,成型舱内经多次抽真空—氩气回填过程,初始氧含量降至 10^{-4} (体积分数)以下。

采用打磨抛光纯钨基板时,固定激光功率为 200 W ,扫描间距为 $50 \mu\text{m}$,光斑点距为 $50 \mu\text{m}$ 。主要调整激光作用时间为 $100 \sim 900 \mu\text{s}$,形成 17 个不同激光作用时间的扫描区域,如图 2 所示。

采用表面黑漆处理纯钨基板时,固定激光功率为 200 W ,扫描间距为 $50 \mu\text{m}$ 。主要调整光斑点距为 $10 \sim 50 \mu\text{m}$,激光作用时间为 $250 \sim 350 \mu\text{s}$,形成 25 个参数不同的扫描区域,如图 3 所示。

纯钨粉体熔化/凝固后的微观形貌特征采用 TESCAN MIRA 3LMH 扫描电子显微镜(捷克)观察。

laser power: 200 W
point distance: 50 μm
exposure time: 100~900 μs

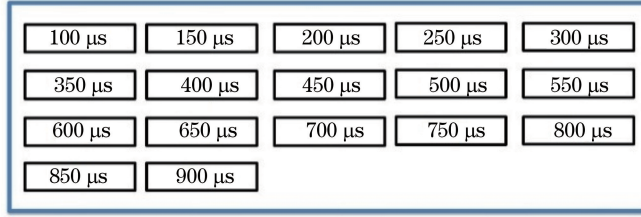


图 2 打磨抛光基板的激光熔化实验参数设计

Fig. 2 Parameters for laser melting experiments with polished substrate

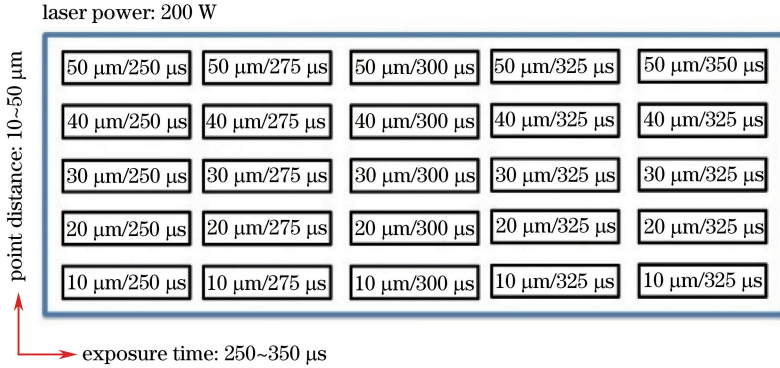


图 3 黑漆基板的激光熔化实验参数设计

Fig. 3 Parameters for laser melting experiments with black painted substrate

3 实验结果与分析

3.1 抛光打磨钨基板

激光束辐照于金属表面时,一般存在较为强烈的反射现象,金属对激光的反射能力与其所含的自由电子密度有关。自由电子密度越大,电导率越大,反射本领越强。激光成型性能良好的钛合金,电导率约为 $2.38 \times 10^6 \text{ S/m}$,而难以激光成型的铝、铜、金、钨等金属的电导率分别为 3.5×10^7 、 5.96×10^7 、 4.1×10^7 、 $1.79 \times 10^7 \text{ S/m}$ (293 K),比钛的电导率高一个数量级,说明这些金属对激光存在强烈的反射效应。

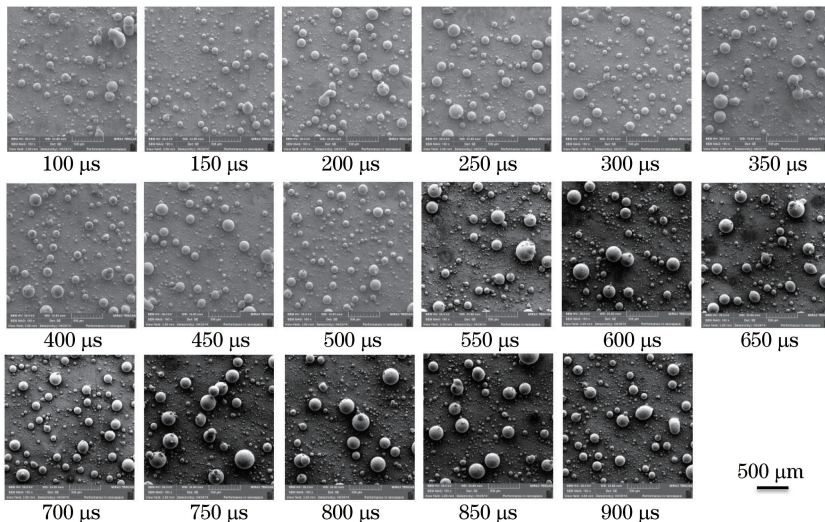


图 4 打磨抛光钨基板的激光单层熔化/凝固形貌

Fig. 4 Morphologies of single layer laser melting and solidifying with polished substrate

图 4 为采用抛光钨基板时激光单层扫描实验结果,激光功率为 200 W,扫描间距为 50 μm ,光斑点距为 50 μm ,激光作用时间为 100~900 μs ,激光扫描速度为 0.5~0.06 m/s,所有参数下钨粉熔化、凝固后的形貌类似,均呈明显球化现象,说明此种实验条件(基板条件)下不能通过调整激光扫描速度(逐点作用时间)而抑制球化。

图 5 为采用打磨抛光钨基板时激光单线扫描情况,随着激光逐点作用时间增长(激光扫描速度降低),球化现象在一定程度上加剧,聚球直径可达 200 μm 左右,远大于初始粉体粒径,说明纯钨粉体在激光作用下发生了熔化,但熔滴未在基板上很好铺展反而汇聚成球。这应与打磨抛光纯钨基板表面对激光的强烈反射有关,此时激光功率并未被完全吸收,形成的熔池深度不足以使基板部分重熔而促进熔滴润湿、铺展和凝固外延生长,因而熔滴在张力作用下因表面能减少而球化,后文将对此进行详细讨论。

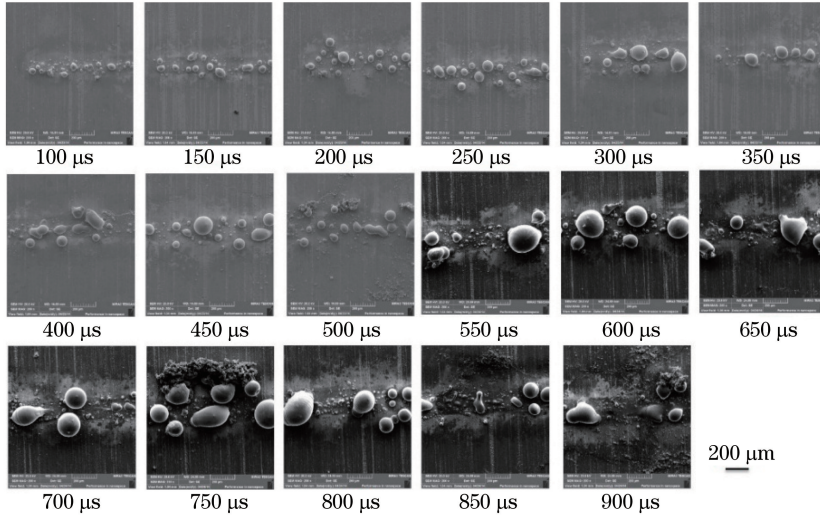


图 5 打磨抛光钨基板的激光单线熔化/凝固形貌

Fig. 5 Morphologies of single track laser melting and solidifying with polished substrate

3.2 黑漆处理钨基板

为了提高激光吸收率而对钨基板表面进行黑漆处理,此时单层钨粉激光熔化/凝固实验结果如图 6 所示。

1) 当光斑点距设置为 10 μm ,激光作用时间为 250~350 μs ,激光扫描速度为 0.04~0.028 m/s 时,熔化表面均出现明显球化现象,球形颗粒直径较小,弥散分布。

2) 当光斑点距设置为 20 μm ,激光作用时间为 250~350 μs ,激光扫描速度为 0.08~0.057 m/s 时,熔滴球化现象也较为明显,但在 300 μs 条件下却表现出铺展行为。激光作用时间增加或者减少(偏离 300 μs)都会减弱熔滴铺展而加剧球化,这说明熔滴的铺展行为不仅与激光扫描速度相关,还受控于脉冲模式下的激光作用时间。

3) 当光斑点距设置为 30 μm ,激光作用时间为 300 μs ,激光扫描速度为 0.1 m/s 时,熔滴铺展情况良好,形成了明显的熔化轨迹和较为平整的凝固表面,如图 7(a)所示。偏离这个时间窗口,熔化表面虽未明显球化,但鼓包现象增多。

4) 当光斑点距设置为 40 μm ,激光作用时间为 300 μs ,激光扫描速度为 0.13 m/s 时,熔滴铺展情况得到显著改善,如图 7(b)所示。激光作用时间为 325 μs ,激光扫描速度为 0.123 m/s 时,熔滴铺展也较好,说明光斑点距增大后激光作用时间调整的容许窗口有所增大。

5) 当光斑点距设置为 50 μm ,激光作用时间为 250~350 μs ,激光扫描速度为 0.2~0.14 m/s 时,几乎都可以形成较为明显的熔化轨迹,熔滴铺展良好,如图 7(c)所示,这与图 4 所示的情况形成明显对比。但是当激光作用时间小于 300 μs 时,由于激光扫描速度相对较快,在钨基板上形成了较大热裂纹,这也是后续钨块体成型中需要着重解决的问题。

根据以上实验结果,钨熔滴球化的形成和抑制主要取决于两个因素:1)粉层/基板吸收的有效激光功率,这对应于熔滴在激光作用下可以达到的峰值温度。只有在对激光有效吸收的前提下,调整其他激光参数才

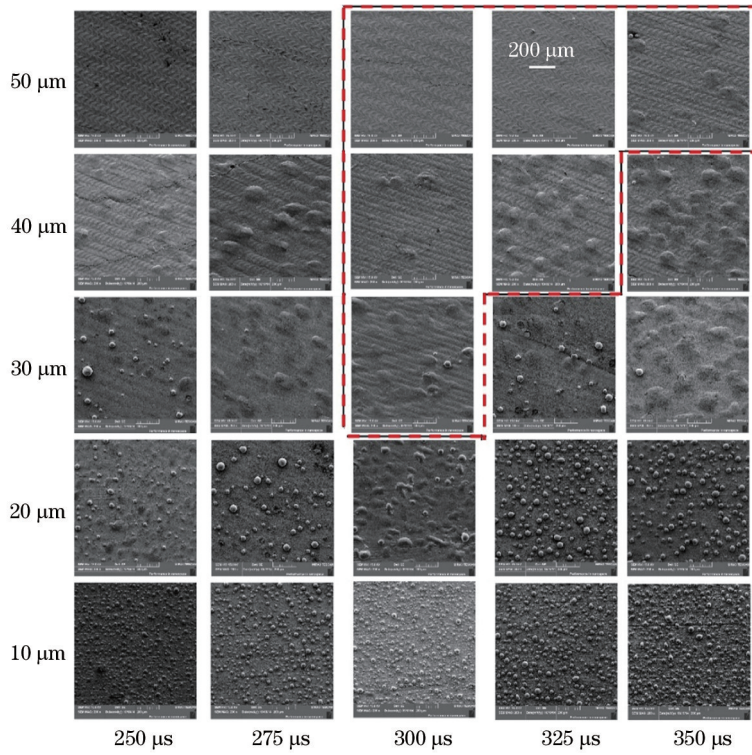


图 6 表面黑漆处理钨基板钨粉激光单层熔化/凝固形貌

Fig. 6 Morphologies of single layer laser melting and solidifying with black painted substrate

有作用;2)激光作用时间,对应于熔滴在激光作用下处于峰值温度的时间和体积大小,这也将直接影响熔滴铺展行为。由于所用激光为调制脉冲输出,熔滴的铺展、凝固对单个光斑作用下的激光作用时间更敏感。如图 7 所示,在相同的激光作用时间(300 μ s)下,采用不同的扫描点距 30、40、50 μ m,对应不同的扫描速度 0.1、0.13、0.16 m/s,表面熔化质量均较优,说明熔滴铺展行为的调控不仅需要考虑扫描速度,而且要综合平衡选择光斑点距和激光作用时间。

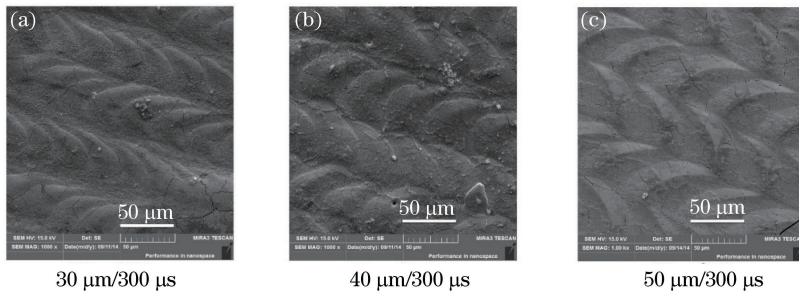


图 7 激光点距不同且激光作用时间为 300 μ s 时熔化/凝固的扫描电子显微镜形貌

Fig. 7 Morphologies of melting and solidifying with exposure time of 300 μ s and different point distances by scanning electron microscopy

4 讨 论

激光选区熔化的物理过程为:激光辐照金属粉末形成熔滴,熔滴在同种材料的基板上润湿铺展(同源润湿)并凝固^[14-15],形成搭接良好的相邻熔化轨迹和熔化层,层层堆积形成致密体。但是在实际成型过程中,熔滴的铺展行为相当复杂,铺展过程既是毛细驱动力与惯性阻力竞争,也是铺展与高温梯度下的快速凝固竞争。

首先讨论毛细驱动力与惯性阻力竞争。假设熔滴在等温基板上铺展,其铺展行为可用无量纲数 We (韦伯数,用于描述驱动力)和 Z (奥内佐格数,用于描述铺展阻力)进行分析^[16],其表达式为

$$We = \frac{\rho_m V^2 a}{\sigma} \sim 0, \quad (1)$$

$$Z = \frac{\mu}{(\rho_m \sigma a)^{1/2}} = 0.00392, \quad (2)$$

式中 ρ_m 为熔体密度, V 为熔滴相对速度, a 为液滴初始尺寸, σ 为熔体表面张力, μ 为熔体粘度。对于纯钨激光选区熔化的情况, $V \approx 0$, $a \approx 100 \mu\text{m}$ (光斑尺寸), $\rho_m = 17600 \text{ kg/m}^3$, $\sigma = 2.361 \text{ N/m}$, $\mu = 0.008 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 。经计算 $We \approx 0$, 说明铺展过程的重力影响可以忽略, 主要由毛细力驱动; $Z = 0.00392$, 说明铺展的主要阻力是惯性作用。因此, 完全铺展时间 τ_{spr} 和铺展速度 U_{spr} 可以计算为^[16-17]

$$\tau_{\text{spr}} = \left(\frac{\rho_m a^3}{\sigma} \right)^{1/2} = 86.3 \mu\text{s}, \quad (3)$$

$$U_{\text{spr}} = \left(\frac{\sigma}{\rho_m a} \right)^{1/2} = 1.15 \text{ m/s}. \quad (4)$$

如上, 在等温基板和不考虑凝固的条件下, 钨熔滴在经历一定长时间后可以在同种材料基板上良好铺展 (同源润湿)。但激光选区熔化激光选区熔化成型中由于熔滴与基板存在较大温度梯度, 熔滴的铺展和凝固成为一种竞争性关系, 如图 8(a) 所示。如果铺展过程快于凝固过程, 熔滴可实现良好的润湿和铺展, 出现相互搭接良好的熔化轨迹。如果凝固过程优先于铺展过程, 铺展界面被凝固约束, 毛细驱动力丧失, 则熔滴来不及铺展而迅速凝固, 呈明显球形化现象, 如图 8(b) 所示。凝固时间估算公式为^[17]

$$\tau_{\text{sol}} = 2 \left(\frac{a^2}{3\alpha} \right) \ln \left(\frac{T_0 - T_t}{T_f - T_t} \right), \quad (5)$$

式中 α 为热扩散系数, T_0 为熔体温度, T_f 为液固相线温度 (无间隔), T_t 为基板温度, 其值为 288 K 。不同熔体温度 T_0 下, 纯钨熔滴的凝固时间 τ_{sol} 如图 8(c) 所示。可见, 由于钨熔体本身的高密度、高张力和高粘度, 其铺展动力学行为受限, 铺展速度较慢, 铺展所需时间较长。此外, 由于钨的熔点、热导率极高, 激光热源移走后熔滴凝固速度极快, 凝固所需时间远远小于铺展所需时间。经计算, 尺寸为 $100 \mu\text{m}$ 的熔滴完全铺展需要时间为 $86.3 \mu\text{s}$, 如果 T_0 接近沸点时其凝固时间为 $46 \mu\text{s}$, 如果 T_0 在钨熔点附近时其凝固时间仅为 $7.6 \mu\text{s}$, 说明液滴未完成铺展已经凝固, 且液滴底部宽度小, 呈明显的球形化。

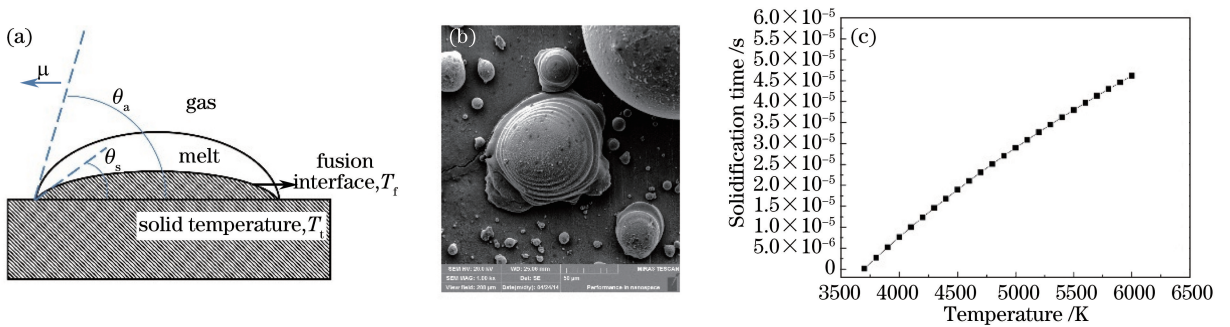


图 8 (a) 熔滴铺展/凝固竞争性关系; (b) 熔滴形貌; (c) 温度与熔滴凝固时间 τ_{sol} 的关系

Fig. 8 (a) Competitive relationship of molten droplet spreading and solidifying; (b) arrested droplets;

(c) calculated solidification time τ_{sol} plotted versus temperature

5 结 论

激光选区熔化中, 熔滴的铺展过程受毛细力控制, 与表面张力、粘度等材料本征特性有关; 熔滴的凝固过程受温度梯度控制, 与熔体/基底温度差、材料热导率有关。纯钨熔滴粘度和表面张力较高, 流动性不佳, 铺展过程较慢; 同时钨又具有较高的热导率和熔点 (熔体/基底温度差), 因此凝固过程十分迅速, 钨熔滴来不及完成铺展即具有快速凝固球化的倾向。

在抛光基板上, 由于强烈反射作用使有效吸收激光能量较低, 熔滴峰值温度较低, 激光辐照结束后钨熔滴将迅速凝固, 球形化倾向更加显著。经表面黑漆处理的基板由于激光能量吸收较为理想, 通过综合调整激光

点距和激光作用时间可以抑制钨熔滴球形化现象。

激光作用时间可以作为调控纯钨成型质量的关键参数,针对本文所用的设备、初始原材料和实验条件,最佳值为 300 μs 左右。激光作用时间小于 300 μs ,激光速度过快,能量输入不足致使熔滴快速凝固球形化;激光作用时间大于 300 μs ,能量输入较高,激光熔池/熔滴体积增大,在惯性力和自身粘性力作用下熔滴铺展速度进一步降低,加剧球形化倾向。

参 考 文 献

- 1 Ongena J, van Oost G. Energy for future centuries: Prospects for fusion power as a future energy source[J]. Fusion Sci Technol, 2010, 57(2T): 3-15.
- 2 Pironti A, Walker M. Fusion, tokomaks and plasma control: An introduction and tutorial[J]. IEEE Control Systems, 2005, 25(5): 30-43.
- 3 Pintsuk G. Tungsten as a plasma-facing material[J]. Comprehensive Nuclear Materials, 2012, 4.
- 4 Hirai T, Escourbiac F, Carpentier-Chouchana S, *et al.*. ITER full tungsten divertor qualification program and progress [J]. Phys Scripta, 2014, 159(4): 014006.
- 5 Visca E, Cacciotti E, Komarov A, *et al.*. Manufacturing, testing and post-test examination of ITER divertor vertical target W small scale mock-ups[J]. Fusion Eng Des, 2011, 86(9-11): 1591-1594.
- 6 Zeng Guang, Han Zhiyu, Liang Shujin, *et al.*. The application and progress of manufacturing of metal parts by 3D printing technology[J]. Materials China, 2014, 33(6): 376-382.
曾 光, 韩志宇, 梁书锦, 等. 金属零件 3D 打印技术的应用研究[J]. 中国材料进展, 2014, 33(6): 376-382.
- 7 He J J, Zhong M L, Liu W J. Materials research based on laser direct manufacturing technology[J]. Heat Treat Met, 2006, 31(1): 4-8.
- 8 Wang Di, Liu Ruicheng, Yang Yongqiang. Clearance design and process optimization of non-assembly mechanisms fabricated by selective laser melting[J]. Chinese J Lasers, 2014, 41(2): 0203004.
王 迪, 刘睿诚, 杨永强. 激光选区熔化成型免组装机机构间隙设计及工艺优化[J]. 中国激光, 2014, 41(2): 0203004.
- 9 Ding Li, Li Huaixue, Wang Yudai, *et al.*. Heat treatment on microstructure and tensile strength of 316 stainless steel by selective laser melting[J]. Chinese J Lasers, 2015, 42(4): 0406003.
丁 利, 李怀学, 王玉岱, 等. 热处理对激光选区熔化成形 316 不锈钢组织与拉伸性能的影响[J]. 中国激光, 2015, 42(4): 0406003.
- 10 Yang Xiongwen, Yang Yongqiang, Liu Yang, *et al.*. Study on dimensional accuracy of typical geometric features manufactured by selective laser melting[J]. Chinese J Lasers, 2015, 42(3): 0303004.
杨雄文, 杨永强, 刘 洋, 等. 激光选区熔化成型典型几何特征尺寸精度研究[J]. 中国激光, 2015, 42(3): 0303004.
- 11 Gu D D, Meiners W, Wissenbach K, *et al.*. Laser additive manufacturing of metallic components: Materials, processes and mechanisms[J]. Int Mater Rev, 2012, 57(3): 133-164.
- 12 Dai Donghua, Gu Dongdong, Li Yali, *et al.*. Numerical simulation of metallurgical behavior of melt pool during selective laser melting of W-Cu composite powder system[J]. Chinese J Lasers, 2013, 40(11): 1103001.
戴冬华, 顾冬冬, 李雅莉, 等. 选区激光熔化 W-Cu 复合体系熔池熔体运动行为的数值模拟[J]. 中国激光, 2013, 40(11): 1103001.
- 13 Zhou X, Liu X, Zhang D, *et al.*. Balling phenomena in selective laser melted tungsten[J]. J Mater Process Tech, 2015, 222: 33-42.
- 14 Zhou X, Li K, Zhang D, *et al.*. Textures formed in a CoCrMo alloy by selective laser melting[J]. J Alloy Compd, 2015, 631: 153.
- 15 Das S. Physical aspects of process control in selective laser sintering of metals[J]. Adv Eng Mater, 2003, 5(10): 701-711.
- 16 Schiaffino S, Sonin A A. Molten droplet deposition and solidification at low Weber numbers[J]. Phys Fluids, 1997, 9(11): 3172-3187.
- 17 Gao F Q, Sonin A A. Precise deposition of molten microdrops: The physics of digital microfabrication[J]. Proc Roy Soc A, 1994, 444: 533-554.