

激光选区熔化成形 316L 循环使用粉末特性演变机理研究

路超¹, 肖梦智¹, 屈岳波¹, 尹燕^{2,3}, 张瑞华^{1,2*}

¹钢铁研究总院, 北京 100081;

²阳江市五金刀剪产业技术研究院, 广东 阳江 529533;

³兰州理工大学, 甘肃 兰州 730050

摘要 在激光选区熔化技术中, 激光-粉末的相互作用会对粉末特性产生重大影响, 而在粉末循环使用过程中粉末特性的变化规律和演变机理尚不明确。本文利用激光粒度仪、扫描电子显微镜、能量色散型光谱仪研究了激光选区熔化粉末的粒径、物理特性、表面形貌、元素含量、微观组织在循环使用过程中的变化规律。研究表明: 随着 316L 不锈钢粉末循环使用次数的增加, 粉末的粒径分布、形貌、表面成分、表面微观组织和氧化程度都发生了较大变化; 粉末的堆积特性如松装密度、振实密度、流动性也发生了不同程度的变化; 另外, 循环使用的粉末颗粒表面生成了富含硅、锰元素的圆形氧化斑点。本文将循环粉末中的异形颗粒分为两类——激光诱导熔池溅射颗粒和气体夹带诱导异形颗粒, 并详细讨论了两类异形颗粒的形成机理。本文研究结果表明 316L 奥氏体不锈钢在循环使用过程中会产生弱磁性粉末颗粒。

关键词 激光技术; 激光选区熔化; 循环使用; 氧化斑点; 粉末特性; 演变机理

中图分类号 TG665; TF112

文献标志码 A

doi: 10.3788/CJL202148.1402009

1 引言

增材制造技术是指基于离散-堆积原理, 由零件三维数据驱动, 通过连续添加薄层材料的方法制备零件的一种技术。该技术在制备形状复杂的金属构件时具有成本低、效率高等优点, 在过去 30 多年得到了快速发展^[1-2]。激光选区熔化(SLM)技术是增材制造技术的一种, 其制备的零件具有精度高、致密度高、复杂程度高等优点, 是航空航天、医疗、汽车、模具等领域最具潜力的高性能终端零件制备技术之一。但是, SLM 成形件有可能存在微气孔、微裂纹、未熔合、力学性能各向异性等缺陷, 导致成形件的疲劳性能达不到锻件水平, 这些缺点限制了该技术在工业领域的产业化^[3-5]。虽然人们已开发多种材料的成形工艺, 如 Ti6Al4V、CoCr、GH4169、GH3625、316L 等, 但可用于 SLM 的材料种类仍然非常有限,

远低于传统加工材料的种类, 且材料的成本较高^[6]。在 SLM 技术中, 未熔化的粉末材料可以循环再利用, 大大提高了材料的有效利用率。粉末材料在循环利用过程中经历了复杂的激光加热、热传导、热辐射等作用, 其特性会发生改变, 最终可能导致 SLM 成形件的性能不稳定^[7]。

目前, 针对 SLM 使用的金属粉末循环利用问题的研究相对较少。Ardila 等^[8]首先开展了 IN718 粉末循环利用与成形件质量相关性的研究, 并指出循环使用 14 次后粉末特性的变化不大, 且对成形件的质量几乎无影响。O'Leary 等^[9]和 Tang 等^[10]研究了 Ti6Al4V 粉末特性在循环使用过程中的演变规律, 结果表明, 随着循环使用次数增加, 粉末的氧含量升高, 成形件的力学性能提高。Asgari 等^[11]指出, 循环使用的 AlSi10Mg_200C 粉末对力学性能的影响不大。Gorji 等^[12]、Heiden 等^[13]和路超等^[14]

收稿日期: 2020-10-18; 修回日期: 2020-10-24; 录用日期: 2021-02-07

基金项目: 阳江市科技计划项目(2018057, 2018002, SDZX2020009)

*E-mail: 391079595@qq.com

在研究 316L 不锈钢粉末循环利用时都指出氧含量随着循环使用次数的增加而升高,且粉末形貌变化较大。王维等^[15]认为,随着 TC4 钛合金粉末循环利用次数的增加,粉末形貌和粒径分布的变化较为明显,振实密度、松装密度先减小后增大,SLM 成形件孔隙率出现先升高后降低的变化。综合分析后可知,目前对 SLM 粉末循环利用的相关研究仍然较少,且粉末表面氧化斑点的形成机理少有报道。316L 粉末是使用最广泛、应用最多的材料,因此有必要进一步研究其特性随 SLM 循环使用次数的变化规律,揭示循环粉末的氧化机理,这有助于理解 SLM 在固定加工参数下制备成形件时质量不稳定的原因。

本研究选用 316L 不锈钢粉末作为 SLM 的原材料,研究了其在试验和生产中循环使用时物理特性、表面成分和微观组织的变化规律,以期揭示粉末表面氧化斑点的形成机理;此外,对异形颗粒进行了分类,并详细讨论了它的形成机理。本研究结果有助于人们更好地理解 316L 粉末特性在循环使用过程中的演变规律,判断粉末的可循环利用特性以及制定粉末循环使用的标准,同时对提高 SLM 成形件的质量稳定性有一定的参考价值。本研究方法同样适用于其他粉末床熔融增材制造技术。

2 试验材料及方法

2.1 试验材料与方法

试验材料选用国内粉末生产厂商河北敬业增材制造科技有限公司利用真空感应熔炼氩气雾化方法制备的 316L 不锈钢粉末,粉末粒径主要分布区间为 15~53 μm (粉末粒径是通过筛分法得到的,因此存在少量直径小于 15 μm 或者大于 53 μm 的颗

粒),粉末中氧的质量分数为 3.5×10^{-4} ,粉末形状大部分呈球形,也含有少量近球形和卫星球颗粒。粉末在试验和生产过程中循环使用,每次试验完成后,都用 250 目网筛对粉末进行严格筛分,分离出较大尺寸的团聚颗粒、飞溅物及夹渣颗粒;在下一使用之前对粉末进行烘干处理,去除粉末表面的水分,烘干时的保温温度为 120 $^{\circ}\text{C}$,烘干时长为 1 h。循环使用过程中不添加新粉末。取未使用的初始粉末 200 g,将其作为分析表征的样品,并记录为 R0;以后每次使用完后对粉末进行筛分、烘干处理,取样品 200 g 进行分析,第一次使用之后标记为 R1,第 10 次使用之后标记为 R10,其他依次类推。

2.2 试验设备

用于试验的 SLM 设备为本单位自主研发的具有双向铺粉结构的大尺寸成形设备 SLM-280,该设备的最大成形尺寸为 250 mm \times 250 mm \times 280 mm,铺粉层厚为 20~100 μm 。设备外形及成形仓内部结构分别如图 1(a)和图 1(b)所示,该设备配备有 IPG 500 W 单模光纤激光器,其发射激光的波长为 1070 nm,成形平面上的激光光斑直径为 100 μm ,激光功率的可调范围为 5%~95%。试验时成形室内氧的体积分数低于 5×10^{-4} 。成形前先用纯度为 99.99% 的氩气置换成形室内的空气,直至成形室内氧的体积分数低于 5×10^{-4} 。在打印过程中成形室内的氧含量由氧气传感器实时监测,如检测到氧气的体积分数高于 5×10^{-4} ,则进行充入氩气置换成形室内气体的操作,直至成形室内氧气的体积分数低于设定值(5×10^{-4})。整个成形过程需确保成形室内氧气的体积分数低于 5×10^{-4} ,以防止工件在成形过程中发生氧化。

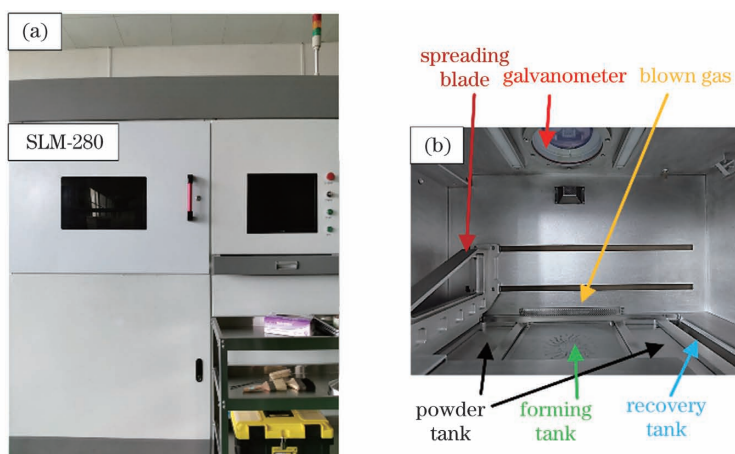


图 1 成形设备 SLM-280。(a)设备外观照片;(b)成形室的内部结构

Fig. 1 SLM-280 forming equipment. (a) Equipment appearance; (b) indoor structure of forming chamber

粉末的粒径分布采用珠海真理光学仪器有限公司的 LT2200E 激光粒度仪进行测量,LT2200E 设备配有波长为 638 nm、功率为 20 mW 的超高稳定固体激光器。该设备基于全量程米氏理论的光学模型进行测量,测量粒径范围为 0.1~1200 μm ,测量精度优于 $\pm 0.6\%$,测量重复性优于 $\pm 0.5\%$,所有测量值都取 6 次测试的平均值。316L 不锈钢粉末松装密度和振实密度分别采用仪器 BT-200 和 BT-301 进行测量,测量方法分别符合国家标准 GB/T 1479—1984 和 GB/T 5162—2006,测量值取测量 6 次的平均值。粉末流动性测试采用型号为 BT-200 的设备进行,测量方法符合国家标准 GB/T 1482—2010。

初始粉末和循环粉末的表面形貌、微观组织和表面元素分析利用德国蔡司扫描电子显微镜 (SEM) EVO-18 进行,同时利用该设备配备的 OXFORD 能量色散型光谱仪 (EDS) 对粉末颗粒的表面成分进行定性和定量分析,利用 EDS-Mapping 对粉末表面的元素偏析进行表征。采用无磁性的镊子靠近堆积的 316L 不锈钢初始粉末和循环使用粉末对其磁性进行测量,若镊子粘连金属粉末颗粒,则证明粉末带有弱磁性 (316L 为奥氏体不锈钢,本身无磁性)。

3 试验结果与分析

3.1 粉末粒径分布的变化

循环使用的 316L 不锈钢粉末粒径的变化规律如图 2 所示。对于循环使用 10 次和 30 次的粉末,

其粒径的微分分布曲线有明显的向右偏移且粒度更加集中的特征 (相对于初始粉末),这种趋势预示着粉末颗粒粗化,即尺寸较小的粉末所占比例降低,尺寸较大粉末所占比例升高。表征粉末粒径分布的 D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 如表 1 所示 (D_{10} 、 D_{50} 、 D_{90} 指粉末直径小于某值所占的百分比分别为 10%、50% 和 90%)。循环使用 10 次和 30 次的粉末,其 D_{90} 比初始粉末分别增大了 5.75% 和 14.5%, D_{10} 分别增大了 9.7% 和 26.5%,进一步说明粉末粒径随着循环使用次数增加呈增大的趋势。 D_{50} 由初始粉末的 30.0 μm 增大到循环使用 30 次之后的 35.5 μm ,且循环粉末尺寸在 30.0~35.5 μm 范围内的占比高于初始粉末,这表明循环使用的粉末粒度更加集中。本文的这一研究结果与 Heiden 等^[13]、Tang 等^[10] 的研究结果一致,表明在粉末循环使用过程中,粉末粒径会发生严重粗化,且粒度更加集中。

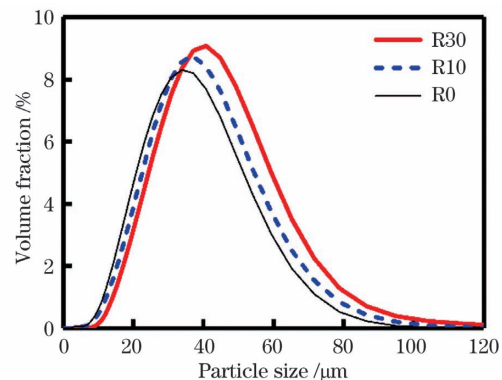


图 2 316L 不锈钢循环使用粉末的粒径分布
Fig. 2 Particle size distribution of recycled 316L stainless steel powder

表 1 316L 不锈钢循环使用粉末的物理特性

Table 1 Physical properties of recycled 316L stainless steel powder

| Powder | $D_{10}/\mu\text{m}$ | $D_{50}/\mu\text{m}$ | $D_{90}/\mu\text{m}$ | Apparent density / ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$) | Tap density / ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$) | Flow rate / [$\text{s} \cdot (50 \text{g})^{-1}$] |
|--------|----------------------|----------------------|----------------------|---|--|--|
| R0 | 15.5 | 30.0 | 50.4 | 4.52 | 5.12 | 19.2 |
| R10 | 17.0 | 32.3 | 53.3 | 4.50 | 5.08 | 18.9 |
| R30 | 19.6 | 35.5 | 57.7 | 4.47 | 5.02 | 18.0 |

分析认为造成这种现象的原因有三个方面:第一,在 SLM 过程中,粉末的铺展是通过铺粉刮刀实现的,由于较小尺寸的粉末具有填充大尺寸粉末间隙的作用,再加上不同粒度的粉末具有渗滤效应^[16],因此在铺粉过程中细粉末容易沉积在堆积粉末层的下部,优先沉积到已成形层的上表面;随着粉末循环使用次数的增加,尺寸较小的粉末优先耗尽,所占比例会降低。第二,在激光-熔池-金属蒸气相互作用过程中,熔

池表面温度最高的地方产生剧烈的向上喷射的金属蒸气^[17-18],在金属蒸气拖拽力的作用下,熔池周围的氩气形成涡流,涡流对熔池周围自由堆积的粉末产生水平的拖拽力,尺寸较小的粉末具有较小的拖拽力和较大的加速度,以较高的水平运动速度向熔池/金属蒸气快速运动;当这些细小的粉末运动至熔池/金属蒸气后,就会被吸入熔池或者被向上的金属蒸气喷射出去,形成高速飞行的飞溅颗粒^[18-19];再加上成形室

内部横向氩气流的作用,飞溅颗粒很容易聚集到氩气流出口处或者进入循环系统,最终导致粉末床上的细粉减少。第三,小尺寸粉末具有较大的比表面积,且完全熔化所吸收的总能量较低,在相同的激光参数下能够吸收更多的能量,导致熔池内部具有过高的温度^[20],且小尺寸粉末颗粒在热传导作用下也能被熔化^[21]。另外,熔池附近的小尺寸粉末颗粒易在熔池表面张力的作用下被拖拽进入熔池,熔化后使熔池尺寸增大^[20]。在激光辐射、热传导、蒸气喷射、激光羽流的共同作用下,小尺寸粉末会优先被消耗,最终导致小尺寸粉末的占比有所下降。

大尺寸粉末占比有所增加的主要原因是在激光-粉末-熔池-羽流相互作用过程中会产生大尺寸飞溅物,如团聚颗粒、球形颗粒、不规则颗粒等。虽然本试验分析测试的粉末是经过严格筛分和烘干的,但是当飞溅颗粒的长径比不同时,也会有一部分不能被网筛分离,从而混入循环粉末中,最终导致大尺寸粉末占比有所增加。

3.2 粉末堆积特性的变化

松装密度、振实密度和流动性等粉末堆积特性会对 SLM 成形零件的质量产生重要影响。松装密度和振实密度的大小会影响粉末在基板/已成形层上表面的堆积排列形式,即粉末薄层的致密程度。具有较高松装密度和振实密度的粉末在铺粉后能够获得较为致密的粉末薄层,降低粉末颗粒间的空隙,在合适的激光加工参数下,能够形成连续的、无球化缺陷的熔道^[20,22]。流动性是指一定量的粉末连续流动穿过一定大小的孔径所需要的时间,反映了堆积粉末的动态流变特性,是粉末形状、表面状态、粒径分布等指标的综合反映。具有良好流动性的粉末的铺展性能较好,有利于形成致密的粉末薄层。但是流动时间并不是越短越好,因为流动性受粒径分布的影响较大,大尺寸的粉末颗粒群具有良好的流动性,但同时具有较大尺寸的空隙,不能形成致密

的粉末薄层。因此,必须综合考虑粒径分布、松装密度、振实密度和流动性等指标^[23-24]。

由表 1 可以看出,随着粉末循环使用次数的增加,粉末的松装密度和振实密度都有一定程度的降低,但粉末流动性有所增加(粉末流经霍尔流速计的时间减少)。粉末的松装密度、振实密度和流动性与粒径分布、表面粗糙度、湿度等因素有关,且与粉末的动态流变性能紧密相关(动态流变性能直接影响堆积粉末在粉末床/已成形层上表面的铺展行为)。粉末粒径发生变化,尤其是细粉末占比减少,会降低粉末颗粒之间的范德瓦耳斯力并减弱架桥现象,从而提高循环使用粉末的流动性^[20]。但是较大尺寸的不规则颗粒会使堆积粉末具有较多的空隙和架桥现象,这会降低堆积粉末的松装密度和振实密度。本文试验结果也表明,将不同粒度的粉末进行合理搭配,即尽可能使用球形金属粉末,在不影响粉末流动性的前提下,添加一定比例的细粉末以填充粗粉末形成的空隙,可以提高粉末的松装密度、振实密度,从而提高粉末床上粉末薄层的致密程度。

3.3 粉末形貌的变化

在 SLM 过程中,激光-粉末-熔池-羽流相互作用会导致成形室内未熔粉末颗粒的表面形貌发生较大变化。图 3 所示为初始粉末和循环使用粉末的宏观表面形貌。从图 3(a)中可以看出,初始粉末大部分呈球形,只含有少量的卫星球,这是真空气雾化粉末的固有属性。随着循环使用次数的增加,粉末中除了含有少量卫星球外,还含有大量的大尺寸颗粒、不规则颗粒、棒状颗粒和破碎颗粒,如图 3(b)、(c)中圆圈、方框和矩形框所示颗粒(不同图形代表不同类型的粉末颗粒)。对比图 3(a)、(b)、(c)可以发现,循环使用 30 次后的粉末中几乎不存在小尺寸的粉末颗粒,这一点和 3.1 节粒径分布分析中小尺寸粉末占比减小是一致的。循环使用的粉末中含有较大尺寸的颗粒,且粉末表面光滑(如图 3 中虚线圆圈

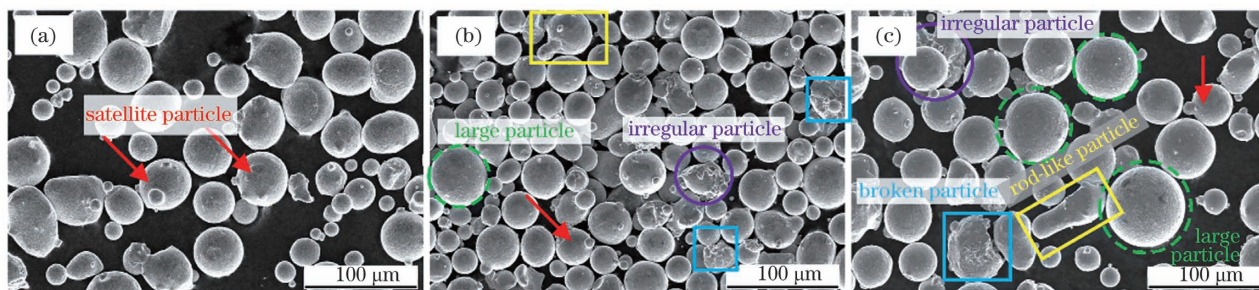


图 3 316L 不锈钢循环使用粉末的表面形貌。(a)初始粉末;(b)循环使用 10 次;(c)循环使用 30 次

Fig. 3 Surface morphologies of recycled 316L stainless steel powder. (a) Virgin powder; (b) 10 times recycle; (c) 30 times recycle

所示),这些颗粒是由激光诱导熔池溅射产生的,产生过程类似于气雾化过程(这部分将在 3.5 节进行讨论);也可能是粉末颗粒表面经历了激光加热的快速表面热处理,导致其表面改性。随着循环次数的增加,大尺寸粉末颗粒表面出现了黑色斑点,即生成氧化物,如图 3(c)中虚线圆圈所示颗粒。

3.4 粉末表面的氧化物

图 4 所示是循环使用 30 次后表面带有圆形黑色斑点的粉末颗粒的 EDS 谱。从图中可以看出,带有黑色斑点的粉末颗粒的直径大于 $50\ \mu\text{m}$,推断这些大尺寸颗粒是 SLM 过程中产生的附加产物。在初始粉末和循环使用 10 次的粉末中未发现带有黑色斑点的颗粒。使用 ImageJ 软件测量圆形黑色斑点的直径,直径分布范围为 $3.2\sim 16.1\ \mu\text{m}$ 。对粉末

颗粒表面的黑色斑点及其邻近区域进行 EDS 点扫描,定性分析元素含量,扫描结果如图 4(c)、(d)、(e)所示。由 EDS 谱可以看出,黑色斑点富含 Si、Mn 和 O 元素,同时还含 Fe、Cr、Ni 元素。黑色斑点的元素含量如表 2 所示,可以看出,黑色斑点富集 Si、Mn 和 O 三种元素,且 Fe、Cr、Ni 元素的含量远低于 316L 初始粉末,Mn、Si 元素含量是初始粉末的 $8\sim 10$ 倍,O 元素含量是初始粉末的数百倍。由 EDS 定性分析和定量分析可知:黑色斑点为 Si 和 Mn 的氧化物。由图 4(a)、(b)还可以发现,在氧化斑点之间出现了条带状氧化物以及斑点与斑点相连的现象。这说明粉末经过多次循环使用之后,富含 Si、Mn 的氧化物斑点有可能相互连接,在粉末颗粒表面形成一层氧化物薄膜。

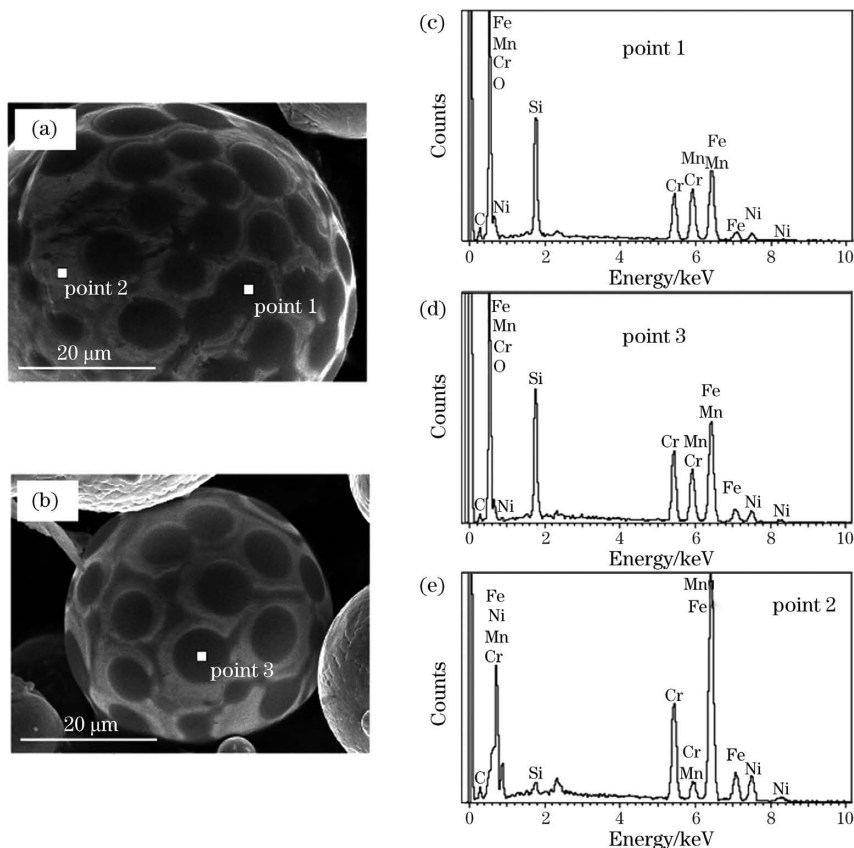


图 4 循环使用 30 次粉末颗粒表面氧化斑点的 EDS 谱。(a)(b)带有氧化斑点的粉末颗粒;(c)~(e)各点 EDS 谱
Fig. 4 EDS spectra of oxidation spots on the surface of powder with 30 times recycle. (a)(b) Powder with oxidation spots; (c)~(e) EDS spectra of each point

表 2 循环使用 30 次粉末颗粒表面氧化斑点的 EDS 分析结果

Table 2 EDS analysis of oxidation spots on the surface of powder with 30 times recycle

| Position | Mass fraction / % | | | | | | | |
|----------|-------------------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|
| | Fe | Cr | Ni | Mo | Mn | Si | C | O |
| Point 1 | 20.55 | 8.99 | 3.45 | — | 11.99 | 9.63 | 7.71 | 37.68 |
| Point 3 | 25.83 | 12.43 | 4.78 | — | 10.52 | 9.32 | 4.78 | 32.34 |
| Point 2 | 56.16 | 14.66 | 9.66 | 2.71 | 1.20 | 1.20 | 14.41 | — |

图 5 为循环使用 30 次粉末颗粒表面圆形黑色斑点的 EDS-Mapping 结果,该结果进一步证实了氧

化斑点富集 Si、Mn 和 O 三种元素,并含有少量 Fe、Cr、Ni 元素,且不含 Mo 元素。

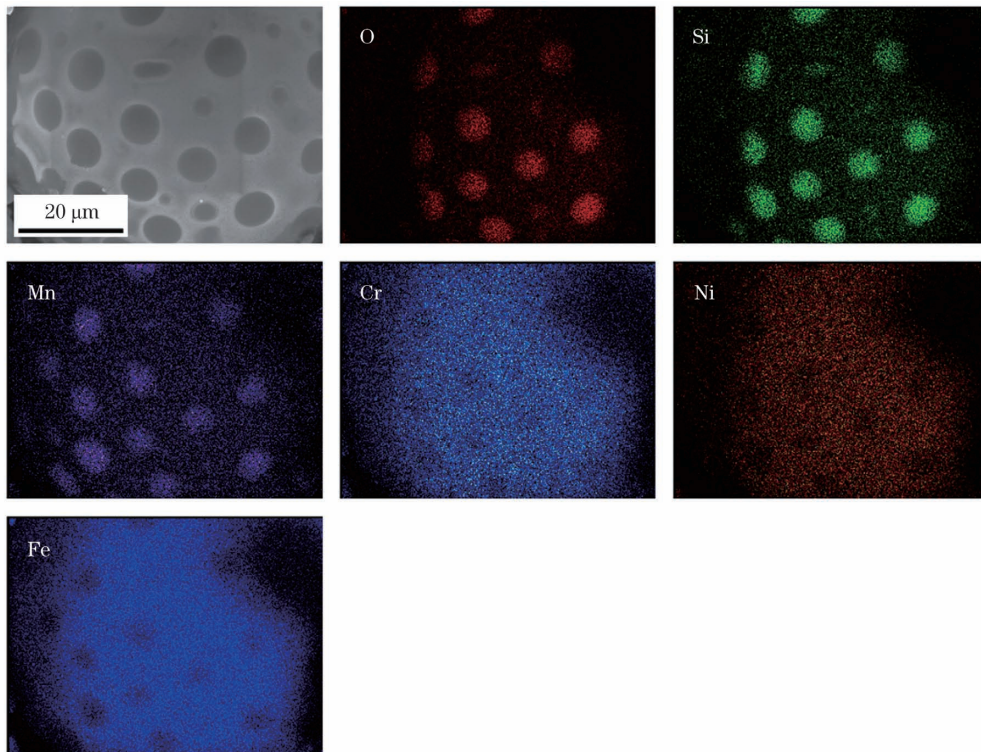


图 5 循环使用 30 次粉末颗粒表面圆形黑色斑点的 EDS-Mapping 结果

Fig. 5 EDS-Mapping of round and black oxidation spots on the surface of powder with 30 times recycle

圆形氧化斑点的形成机理如下:激光-粉末相互作用产生高温液态熔池,介观尺度的熔池具有较高的温度梯度,会产生剧烈的马兰戈尼对流,使得熔池急剧不稳定;熔池周围由伯努利效应引起的气体横向流动以及保护气流(氩气),进一步增加了微小熔池的不稳定性;不稳定的高温液态熔池在蒸气反冲压力作用下产生液态熔滴飞溅,熔滴飞溅物在飞行过程中有可能发生氧化。316L 不锈钢中含有易挥发性元素 Mn、Si,且 Si、Mn 元素对 O 元素具有较强的亲和力,在高温熔滴飞溅物飞行过程中, Si、Mn 元素向颗粒表面扩散的速率比较快,进一步增加了高温飞溅颗粒表面形成氧化物斑点的可能性^[25]。

另外,根据埃林厄姆图(Ellingham diagram)^[26]可知, Mn、Si 的氧化势能远低于 Fe、Cr 的氧化势能,虽然成形室内氧气的体积分数控制在 5×10^{-4} 以下,但 Mn、Si 元素仍然具有较高的局部氧分压,因此在成形室内部 316L 仍然能够发生氧化,导致飞行的高温溅射颗粒表面形成 Mn、Si 的氧化斑点。氧化斑点的形状是圆形,这是因为圆形具有最小的表面能,更有利于氧化斑点的形核和长大。

Morrow 等^[27]和 Schaller 等^[28]在激光粉末床

熔融成形件晶界处发现了大量纳米尺寸的 Si、Mn 的氧化物,而且 Heiden 等^[13]和 Zhao 等^[29]也发现,氧化物的形成对成形件的力学性能是不利的。李瑞迪^[30]在成形件表面也发现了类似的氧化物斑点,并指出粉末中氧含量的增加不利于成形过程并会产生球化缺陷。粉末颗粒表面氧化物的增加会增加熔池中的氧含量,从而进一步改变高温熔池的润湿行为^[30]和高温熔池的表面张力温度系数^[31],改变熔液的流动方向^[31-32],继而促进成形件内部气孔、未熔合、裂纹等缺陷的形成^[33]。

3.5 粉末表面的微观组织

在 SLM 成形过程中,为了更容易分析高温加热对粉末颗粒表面微观组织的影响,分别从初始粉末、循环使用 10 次粉末、循环使用 30 次粉末中挑选具有代表性的大尺寸(直径 $> 50 \mu\text{m}$)粉末颗粒进行表面微观组织分析,分析结果如图 6 所示。从图 6(a)、(b)中可以观察到,初始粉末和循环使用 10 次的粉末表面均包含大量的树枝晶和胞状晶,且后者含有更多的胞状晶。循环使用 30 次后的粉末表面几乎全为胞状晶,只含有极少量的树枝晶,如图 6(c)所示,且其表面变得更加光滑,如图 6(c)中方块内部及其附近

区域所示。循环使用粉末的表面微观组织发生了转变,这与 SLM 过程中激光热辐射、激光羽流、热传导等密切相关,本课题组分析后认为循环使用的粉末颗粒经历了一次快速的表面热处理。不同于真空雾化制粉过程,激光加热具有加热/冷却速度极

快、加热温度高的特点,因此粉末颗粒在冷却过程中具有更高的温度梯度 G 和冷却速率 v ,这会促使微观组织由树枝晶转变为胞状晶^[34]。图 6(b)、(c)所示颗粒都经历了快速的加热与冷却过程(表面热处理),最终形成了含有更多胞状晶的微观组织。

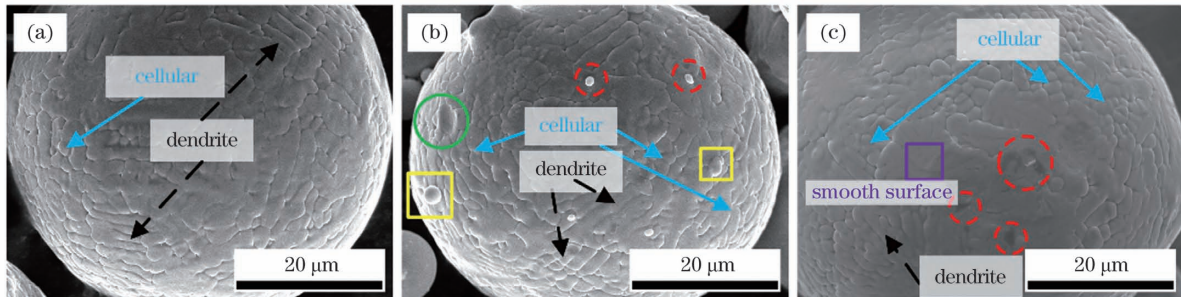


图 6 316L 不锈钢循环使用粉末表面的微观组织。(a)初始粉末;(b)循环使用 10 次;(c)循环使用 30 次
Fig. 6 Surface microstructures of recycled 316L stainless steel powder. (a) Virgin powder; (b) 10 times recycle;
(c) 30 times recycle

图 6(b)所示粉末颗粒表面含有直径约为 $4.3 \mu\text{m}$ 的圆形凹坑(实线圆圈内)以及直径约为 $2.5 \mu\text{m}$ 的球状颗粒(方框内),凹坑和球状颗粒的形成原因可以理解为:由气体夹带现象引起的亚微米颗粒在成形室内飞行,与飞行的高温颗粒发生碰撞,碰撞速率的不同导致形成了亚微米球状颗粒和凹坑^[35]。图 6(b)所示粉末颗粒表面还含有 $1 \mu\text{m}$ 左右的亮白色球状颗粒(虚线圆圈内),这种亚微米颗粒的形成可以理解为:在熔池形成过程中会发生金属元素的烧损,气化的金属元素弥漫于整个成形室内部,在粉末颗粒表面冷凝形成亚微米颗粒甚至是纳米颗粒^[13-14]。一些学者也在成形室内侧壁和顶部收集到了纳米颗粒的冷凝物^[13]。图 6(c)所示粉末颗粒表面未发现球形亚微米颗粒,这可能是由于该颗粒被加热后,在与飞行的亚微米颗粒碰撞之前已经落入粉末床(速度为零)。另外,在图 6(c)所示的粉末颗粒表面发现了黑色斑点,如虚线圆圈所示,该黑色斑点是高温溅射颗粒在成形室内飞行过程中发生氧化形成的。

3.6 粉末颗粒的演变机理

SLM 过程是微观尺度(微观组织的形成)-介观尺度(粉末熔化形成熔池)-宏观尺度(力学性能)相互耦合的多尺度过程,会发生各种物理、化学、冶金等反应^[36-37]。为了区分粉末颗粒的形貌,本文按照异形颗粒的形成机理将颗粒分为两类,第一类是激光诱导熔池溅射颗粒,第二类是气体夹带诱导异形颗粒。

激光诱导熔池溅射颗粒的形成机理:在激光与粉末颗粒相互作用形成熔池的过程中,高能量密度

的激光加热包含低熔点金属元素的粉末,在熔池上方产生大量金属蒸气以及强烈向下的反冲压力。同时,高温熔池内部具有的极高的温度梯度会产生强烈的沿径向向外流动的马兰戈尼对流。在表面张力、反冲压力和马兰戈尼对流的共同作用下,高温液态熔池处于平衡稳定状态。当马兰戈尼对流和反冲压力对高温熔液产生的拖拽力超过表面张力的作用时,就会促进高温液态熔池的不稳定,熔化材料将从高温熔池中溅射出来^[38-39],形成溅射的高温液态熔滴。飞行的高温液态熔滴在表面张力的作用下形成尺寸较大的球形颗粒,如图 7 所示的 A 颗粒,或图 3 虚线圆圈所示的颗粒。高温熔滴在飞行过程中以较高的速度与尺寸较大的低温颗粒碰撞后,就会形成不规则的颗粒 B 和 B+,如图 3 实线圆圈所示颗粒。高温熔滴在飞行过程中以较低的速度与尺寸较小的低温颗粒碰撞后,会形成 A-颗粒,如图 6(b)实线方框所示颗粒。若溅射的液态熔滴颗粒在凝固前落到粉末床上,就会粘连周围的低温粉末颗粒,形成尺寸较大的团聚颗粒。由于试验中使用的循环粉末经过了严格的筛分,因此未观察到尺寸较大的团聚颗粒。

气体夹带现象诱导异形颗粒的形成机理:在激光-粉末相互作用过程中,极短的时间内就会产生液态熔池,当熔池表面温度足够高,达到 316L 不锈钢粉末的沸点时就会产生蒸发现象,而且熔池表面温度最高的地方蒸发程度最剧烈,会产生强烈的金属蒸气;当向上的蒸气压力超过由熔池周围环境施加的压力时,金属蒸气就会爆破形成蒸气喷射。蒸气喷射诱导熔池周围环境气体产生水平方向的压力

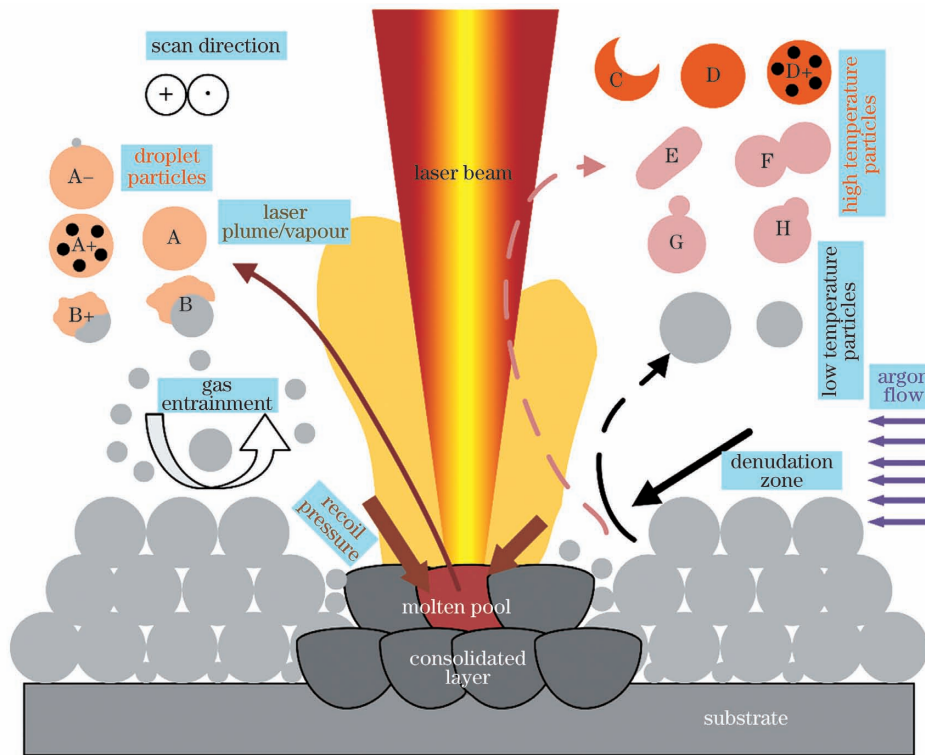


图 7 激光-粉末-熔池相互作用示意图

Fig. 7 Schematic of laser-powder-molten pool interaction

差,由伯努利效应可知,熔池周围的气流将向高温熔池流动,形成横向流动的氩气流(横向氩气流的速度远小于向上喷射金属蒸气的速度^[18-19]),这种蒸气诱导的横向气流可拖拽熔池周围的低温粉末颗粒向熔池运动,形成蒸气诱导横向气流夹带粉末颗粒的现象^[19,40],最终在熔道附近形成剥蚀区域^[41]。

当横向氩气流夹带粉末颗粒进入熔池正上方区域时,低温粉末颗粒就会被激光束、金属蒸气或激光羽流^[17]加热并熔化,还会被高速向上喷射的金属蒸气/激光羽流以较高的速度向上溅射,形成高温溅射颗粒,在成形室内可以飞行较长时间和较远距离。当高温溅射颗粒部分熔化时,就会形成破碎颗粒 C,如图 7 所示,或如图 3 中实线方框所示。若高温飞溅物完全熔化为液态小熔滴,且在飞行过程中或完全凝固之前未与其他颗粒发生碰撞,就会在表面张力作用下形成尺寸与初始粉末相当的球形颗粒;若液态小熔滴在高温时发生碰撞,则会合并长大,在表面张力作用下形成尺寸较大的球形颗粒 D;若颗粒 A 和 D 的温度足够高,且成形室内部氧含量较高时,就会在颗粒表面形成带有圆形氧化物斑点的颗粒 A+ 和 D+,如图 4 和图 5 所示。若飞行的高温液态小熔滴在完全凝固前与其他颗粒碰撞,则会形成棒状颗粒 E、烧结颗粒 F、卫星球 G 或者泪滴状颗粒 H。虽然高温液态小熔滴在飞行过程中发生碰

撞的概率很低,但是当飞行的高温液态熔滴数量足够多时,发生碰撞的可能性就会大大增加。关于 SLM 飞溅颗粒在飞行过程中发生碰撞的现象,已有多位学者利用高速 X 射线成像^[19,42]或者高清摄影成像技术进行了研究^[43-44]。

当横向氩气流夹带粉末颗粒的速度较低不能进入熔池上方高速高温蒸气喷射区域时,粉末颗粒不会被明显加热,但是粉末横向运动形成的剥蚀区域会破坏粉末床上致密堆积的粉末薄层,在下一道或者下一层进行 SLM 时,可能会形成不连续的熔道或者最终形成未熔合等缺陷^[19,41]。当位于熔池后方的横向氩气流夹带的粉末颗粒运动至高温熔池时,可能会被吸入熔池或者在熔池边缘呈半熔化状态,影响熔道的连续性,最终可能影响下一层铺粉的均匀性或成形件的质量^[19]。当氩气流夹带颗粒运动至已凝固但处于高温态的熔道上表面时,可能粘连在熔道上表面,这也会影响下一层铺粉的均匀性。

3.7 粉末磁化过程

图 8 显示了初始粉末和循环使用 30 次 316L 不锈钢粉末的磁性测试结果。图 8(a)、(c) 为初始粉末磁性测试前后的结果,图 8(b)、(d) 为循环使用 30 次的粉末在磁性测试前后的结果。可以看出,粉末循环使用 30 次之后,有少量 316L 不锈钢粉末粘在

无磁性的镊子尖端,如图 8(d)所示,说明 316L 粉末在使用过程中产生了弱磁性。弱磁性粉末颗粒的产生可理解为:成形室内未熔化的粉末颗粒经历着复杂多变的激光辐射、等离子体辐射、熔池辐射、熔池热传导等交互作用,经过加热的粉末颗粒在快速冷却过程中会发生再结晶,晶粒的形状、大小会发生变化,粉末材料的微观组织结构和相组成也会发生变化,在再结晶过程中可以生成 δ 铁素体,从而提高了粉末材料的磁性^[13]。关于循环使用次数和有效使

用时间对 316L 不锈钢粉末磁化强度和矫顽力的定量分析有待于进一步研究。

循环使用的粉末颗粒带有弱磁性,这会严重影响 SLM 增材制造过程中铺粉的均匀性。粉末颗粒还有可能与成形室内的一些金属零部件相互作用,影响粉末颗粒的自由堆积特性以及粉末床上粉末薄层的均匀性,进而影响激光与粉末颗粒的相互作用,在成形件内部产生较多的气孔和未熔合等缺陷。

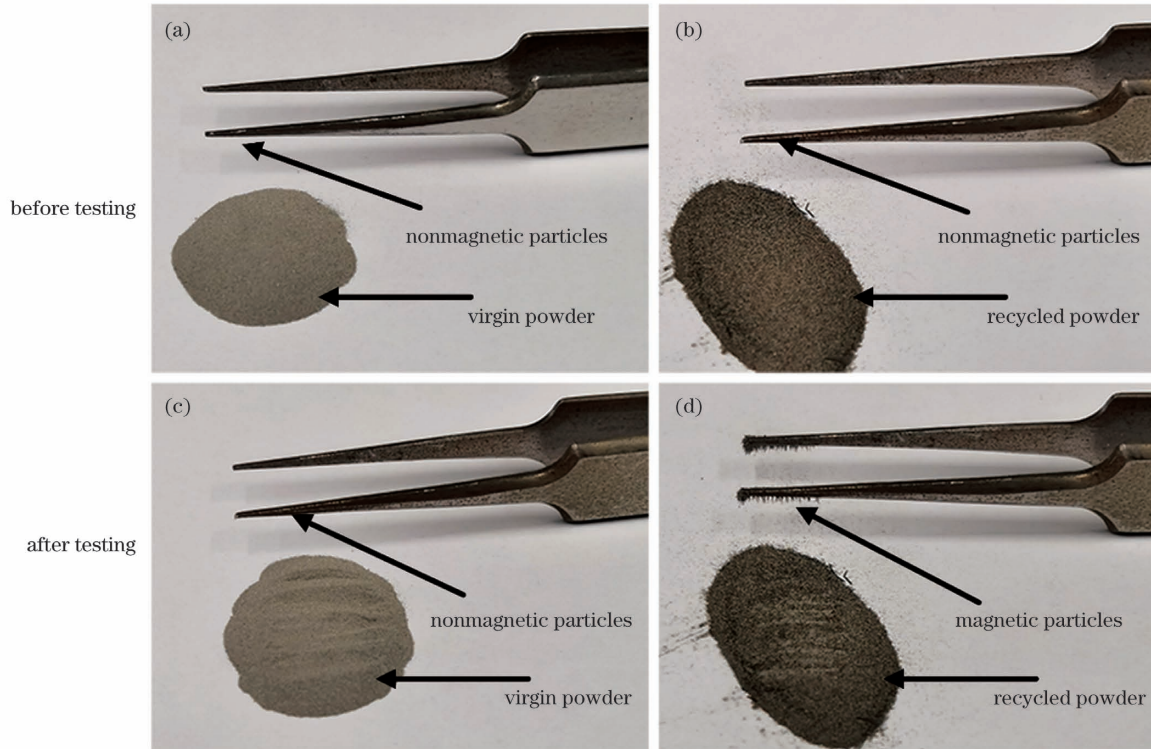


图 8 316L 不锈钢粉末在循环使用过程中的磁化。(a)(c)初始粉末测试前后的照片;(b)(d)循环使用 30 次粉末测试前后的照片

Fig. 8 Magnetization of 316L stainless steel powder during recycle. (a)(c) Photos before and after the test for initial powder; (b)(d) photos before and after the test for 30 times recycled powder

4 结 论

在 SLM 过程循环使用 30 次的 316L 不锈钢金属粉末的 D_{90} 值比初始粉末增加了 14.5%, D_{10} 值增加了 26.5%, 粉末粒径随着循环使用次数的增多而粗化,且循环粉末中出现了较多的棒状颗粒、破碎颗粒和不规则颗粒。循环粉末中直径较大的球形颗粒表面会形成富集 Mn、Si 元素的氧化斑点,氧化斑点的形成主要由元素种类、亲氧性、高温扩散速率和氧化势共同决定。对于循环使用的粉末,其表面微观组织中的树枝晶含量大大降低。本文将异形颗粒分为两类:激光诱导熔池溅射颗粒和气体夹带诱导异形颗粒。两种颗粒的形成机理都与成形室内部紊乱的气

流、熔池内部的对流、激光-粉末相互作用、激光羽流及反冲压力有着密不可分的关系。循环使用的 316L 不锈钢粉末由于发生再结晶而表现出了弱磁性。

SLM 技术使用的金属粉末的特性在循环使用过程中发生了重大变化,而粉末特性对铺粉均匀性、粉末在粉末床上的堆积排列模式都有决定性作用,会影响成形件的质量稳定性。因此,研究循环使用的粉末对成形件静态力学性能和动态力学性能的影响将是本课题组下一步的工作内容。另外,本文的研究方法也适用于其他粉末床熔融技术。

参 考 文 献

- [1] Gu D D, Zhang H M, Chen H Y, et al. Laser

- additive manufacturing of high-performance metallic aerospace components[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(5): 0500002.
- 顾冬冬, 张红梅, 陈洪宇, 等. 航空航天高性能金属材料构件激光增材制造[J]. 中国激光, 2020, 47(5): 0500002.
- [2] Lu B H, Li D C. Development of the additive manufacturing(3D printing) technology[J]. Machine Building & Automation, 2013, 42(4): 1-4.
卢秉恒, 李涤尘. 增材制造(3D打印)技术发展[J]. 机械制造与自动化, 2013, 42(4): 1-4.
- [3] Li D C, He J K, Tian X Y, et al. Additive manufacturing: integrated fabrication of macro/microstructures [J]. Journal of Mechanical Engineering, 2013, 49(6): 129-135.
李涤尘, 贺健康, 田小永, 等. 增材制造: 实现宏微结构一体化制造[J]. 机械工程学报, 2013, 49(6): 129-135.
- [4] Wang H M. Materials' fundamental issues of laser additive manufacturing for high-performance large metallic components [J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2014, 35(10): 2690-2698.
王华明. 高性能大型金属构件激光增材制造: 若干材料基础问题[J]. 航空学报, 2014, 35(10): 2690-2698.
- [5] Yang Y Q, Wang D, Wu W H, et al. Research progress of direct manufacturing of metal parts by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2011, 38(6): 0601007.
杨永强, 王迪, 吴伟辉, 等. 金属零件选区激光熔化直接成型技术研究进展[J]. 中国激光, 2011, 38(6): 0601007.
- [6] 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.
- [7] Wang D, Ou Y H, Dou W H, et al. Research progress on spatter behavior in laser powder bed fusion[J]. Chinese Journal of Lasers, 2020, 47(9): 0900001.
王迪, 欧远辉, 窦文豪, 等. 粉末床激光熔融过程中飞溅行为的研究进展[J]. 中国激光, 2020, 47(9): 0900001.
- [8] Ardila L C, Garcíandia F, González-Díaz J B, et al. Effect of IN718 recycled powder reuse on properties of parts manufactured by means of selective laser melting[J]. Physics Procedia, 2014, 56: 99-107.
- [9] O'Leary R, Setchi R, Prickett P, et al. An investigation into the recycling of Ti-6Al-4V powder used within SLM to improve sustainability[C]//SDM 2015: 2nd International Conference on Sustainable Design and Manufacturing, April, 12-14, 2015, Seville, Spain. Wales: ORCA Online Research, 2015: 377-388.
- [10] Tang H P, Qian M, Liu N, et al. Effect of powder reuse times on additive manufacturing of Ti-6Al-4V by selective electron beam melting[J]. JOM, 2015, 67(3): 555-563.
- [11] Asgari H, Baxter C, Hosseinkhani K, et al. On microstructure and mechanical properties of additively manufactured AISi10Mg_200C using recycled powder [J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 707: 148-158.
- [12] Gorji N E, O'Connor R, Mussatto A, et al. Recyclability of stainless steel (316 L) powder within the additive manufacturing process [J]. Materialia, 2019, 8: 100489.
- [13] Heiden M J, Deibler L A, Rodelas J M, et al. Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process [J]. Additive Manufacturing, 2019, 25: 84-103.
- [14] Lu C, Xiao M Z, Qu Y B, et al. Evolution mechanism of SS316L stainless steel powder in selective laser melting process [J]. Electric Welding Machine, 2020, 50(7): 1-8, 147.
路超, 肖梦智, 屈岳波, 等. 激光选区熔化成型 SS316L 不锈钢粉末演变机理[J]. 电焊机, 2020, 50(7): 1-8, 147.
- [15] Wang W, Liu B Y, Li C F, et al. Aging behavior of TC4 titanium alloy powder recycled in selective laser melting process [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2019, 48(1): 279-285.
王维, 柳宝元, 李长富, 等. TC4 钛合金粉末在 SLM 工艺中的循环老化行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2019, 48(1): 279-285.
- [16] Chen H, Wei Q S, Zhang Y J, et al. Powder-spreading mechanisms in powder-bed-based additive manufacturing: experiments and computational modeling[J]. Acta Materialia, 2019, 179: 158-171.
- [17] Bidare P, Bitharas I, Ward R M, et al. Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion[J]. Acta Materialia, 2018, 142: 107-120.
- [18] Chen H, Yan W T. Spattering and denudation in laser powder bed fusion process: multiphase flow modelling[J]. Acta Materialia, 2020, 196: 154-167.
- [19] Guo Q L, Zhao C, Escano L I, et al. Transient dynamics of powder spattering in laser powder bed fusion additive manufacturing process revealed by *in-situ* high-speed high-energy X-ray imaging[J]. Acta Materialia, 2018, 151: 169-180.
- [20] Gu D D, Xia M J, Dai D H. On the role of powder flow behavior in fluid thermodynamics and laser

- processability of Ni-based composites by selective laser melting [J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2019, 137: 67-78.
- [21] Spierings A B, Levy G. Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades [C] // *Proceedings of 20th Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin: University of Texas at Austin, 2009: 342-353.
- [22] Lee Y S, Zhang W. Mesoscopic simulation of heat transfer and fluid flow in laser powder bed additive manufacturing [C] // *Proceedings of 26th Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin: University of Texas at Austin, 2015: 1154-1165.
- [23] Averardi A, Cola C, Zeltmann S E, et al. Effect of particle size distribution on the packing of powder beds: a critical discussion relevant to additive manufacturing [J]. *Materials Today Communications*, 2020, 24: 100964.
- [24] Vock S, Klöden B, Kirchner A, et al. Powders for powder bed fusion: a review [J]. *Progress in Additive Manufacturing*, 2019, 4(4): 383-397.
- [25] Wilson P R, Chen Z. The effect of manganese and chromium on surface oxidation products formed during batch annealing of low carbon steel strip [J]. *Corrosion Science*, 2007, 49(3): 1305-1320.
- [26] Ellingham H J T. Transactions and communications [J]. *Journal of the Society of Chemical Industry*, 1944, 63(5): 125-160.
- [27] Morrow B M, Lienert T J, Knapp C M, et al. Impact of defects in powder feedstock materials on microstructure of 304L and 316L stainless steel produced by additive manufacturing [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2018, 49(8): 3637-3650.
- [28] Schaller R F, Mishra A, Rodelas J M, et al. The role of microstructure and surface finish on the corrosion of selective laser melted 304L [J]. *Journal of the Electrochemical Society*, 2018, 165(5): C234-C242.
- [29] Zhao C, Fezzaa K, Cunningham R W, et al. Real-time monitoring of laser powder bed fusion process using high-speed X-ray imaging and diffraction [J]. *Scientific Reports*, 2017, 7(1): 3602.
- [30] Li R D. Research on the key basic issues in selective laser melting of metallic powder [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2010.
李瑞迪. 金属粉末选择性激光熔化成形的关键基础问题研究 [D]. 武汉: 华中科技大学, 2010.
- [31] Zhang R H, Fan D, Seiji K. Numerical simulation of heat process of the laser welding [J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2007, 31(2): 71-74.
张瑞华, 樊丁, 片山聖二. 深熔激光焊接熔池温度场的数值模拟 [J]. *机械工程材料*, 2007, 31(2): 71-74.
- [32] Guo Q L, Zhao C, Qu M L, et al. *In-situ* full-field mapping of melt flow dynamics in laser metal additive manufacturing [J]. *Additive Manufacturing*, 2020, 31: 100939.
- [33] Wu X Y, Xu J X, Gao X S, et al. Numerical simulation of thermal process and fluid flow field in laser-MIG hybrid weld pools [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2019, 46(9): 0902003.
吴向阳, 徐剑侠, 高学松, 等. 激光-MIG 复合焊接热过程与熔池流场的数值分析 [J]. *中国激光*, 2019, 46(9): 0902003.
- [34] Kurz W, Fisher D J. *Fundamentals of solidification* [M]. [S.l.]: Trans Tech Publications, 1998: 71-92.
- [35] Gasper A N D, Szost B, Wang X, et al. Spatter and oxide formation in laser powder bed fusion of Inconel 718 [J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 24: 446-456.
- [36] Gu D D, Dai D H, Xia M J, et al. Cross-scale physical mechanisms for structure and performance control of metal components processed by selective laser melting additive manufacturing [J]. *Journal of Nanjing University of Aeronautics & Astronautics*, 2017, 49(5): 645-652.
顾冬冬, 戴冬华, 夏木建, 等. 金属构件选区激光熔化增材制造控形与控性的跨尺度物理学机制 [J]. *南京航空航天大学学报*, 2017, 49(5): 645-652.
- [37] Gu D D, Ma C L, Xia M J, et al. A multiscale understanding of the thermodynamic and kinetic mechanisms of laser additive manufacturing [J]. *Engineering*, 2017, 3(5): 220-239.
顾冬冬, 马成龙, 夏木建, 等. 激光增材制造的热力学和动力学多尺度理解 [J]. *工程*, 2017, 3(5): 220-239.
- [38] Khairallah S A, Anderson A T, Rubenchik A, et al. Laser powder-bed fusion additive manufacturing: physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones [J]. *Acta Materialia*, 2016, 108: 36-45.
- [39] Ly S, Rubenchik A M, Khairallah S A, et al. Metal vapor micro-jet controls material redistribution in laser powder bed fusion additive manufacturing [J]. *Scientific Reports*, 2017, 7(1): 4085.
- [40] Parab N D, Zhao C, Cunningham R, et al. Ultrafast X-ray imaging of laser-metal additive manufacturing processes [J]. *Journal of Synchrotron Radiation*,

- 2018, 25(5): 1467-1477.
- [41] Matthews M J, Guss G, Khairallah S A, et al. Denudation of metal powder layers in laser powder bed fusion processes[J]. *Acta Materialia*, 2016, 114: 33-42.
- [42] Young Z A, Guo Q L, Parab N D, et al. Types of spatter and their features and formation mechanisms in laser powder bed fusion additive manufacturing process [J]. *Additive Manufacturing*, 2020, 36: 101438.
- [43] Nassar A R, Gundermann M A, Reutzel E W, et al. Formation processes for large ejecta and interactions with melt pool formation in powder bed fusion additive manufacturing[J]. *Scientific Reports*, 2019, 9(1): 5038.
- [44] Yin J, Yang L L, Yang X, et al. High-power laser-matter interaction during laser powder bed fusion[J]. *Additive Manufacturing*, 2019, 29: 100778.

Evolution Mechanism of Powder Properties of Recycled 316L Stainless Steel in Selective Laser Melting

Lu Chao¹, Xiao Mengzhi¹, Qu Yuebo¹, Yin Yan^{2,3}, Zhang Ruihua^{1,2*}

¹Central Iron & Steel Research Institute, Beijing 100081, China;

²Hard-Ware Knife Cut Industrial Technology Research Institute Yangjiang, Yangjiang, Guangdong 529533, China;

³Lanzhou University of Technology, Lanzhou, Gansu 730050, China

Abstract

Objective The interaction between laser and powder particles has a significant influence on the characteristics of the powders during the selective laser melting (SLM) process. However, the understanding of the transformation and evolution mechanism of the recycled powder in SLM is limited. The physical and chemical properties of powder change significantly with the increase in powder recycling times in the SLM process. Nevertheless, research on the variation of powder properties with the increase in recycling times is inadequate. Some researchers have studied the recycling of 316L stainless steel (SS), Ti6Al4V, AlSi10Mg, and CoCr alloy powders, but no consistent regulation has been obtained owing to the differences in recycling methods, forming equipment, forming processes, and the number of uses. The 316L SS powder is a widely used material owing to excellent corrosion resistance and good weldability. Therefore, studying the variation regulation of 316L SS powder characteristics with the increase in SLM recycling times is necessary to understand the variation and oxidation mechanism of the recycled powder, which helps to elucidate the reason for the unstable quality of SLM parts. The findings of this study can help understand the evolution of powder characteristics during the 316L SS powder recycling process better, judge recycling characteristics, and develop recycling standards. The study method is also applicable to other powder bed melting additive manufacturing technologies.

Methods The raw material selected was 20 kg 316L SS powder. In the early SLM experiment and small-batch processing, argon (Ar) with a purity of 99.99% was continuously filled to keep the oxygen (O₂) content in the forming chamber below 5×10^{-4} (volume fraction) to prevent material oxidation during the forming process. After each test or production, the SS powder was strictly screened and then dried to remove water vapor. Some dried SS powder was taken as the sample for detection and analysis, and the physical and chemical characteristics were analyzed. The characteristics of the SS powder, such as particle size distribution, bulk density, tap density, fluidity, morphology, composition, O₂ content, and surface microstructure, were comprehensively studied. No new powder was added to the sample powder during recycling. The particle size, physical properties, surface morphology, microstructure, and element content of SLM recycled powder were analyzed using a laser particle size analyzer, physical property tester, scanning electron microscope, and energy dispersive spectrometer.

Results and Discussions The proportion of fine and coarse SS powders, respectively, decreases and increases with increase in SLM recycling times, indicating that the particle size distribution of the SLM recycled powder was coarser and more concentrated. Owing to the formation of irregular coarse particles inducing more voids and bridging between the stacked powders, the bulk and tap densities of the recycled powders showed decreasing trends, and fluidity improved. The recycled powder had more irregular, sintered, broken, rod-shaped, and spherical particles

than the virgin powder, which is owing to laser-powder-molten pool interaction. Large size powder particles with black circular spots on the surface were found in the powder that was recycled many times. EDS analysis showed that the circular oxidation spots were rich in silicon (Si) and manganese (Mn). The formation of circular spots on the surface of large particles was closely related to O affinity, high-temperature diffusion rate, and O_2 partial pressure. The surface microstructure of the powder gradually changed from coarse dendrites to cellular crystals owing to the thermal radiation of the laser. In this study, the irregular particles in the recycled powders were divided into two categories: laser-induced melt ejection particles and gas entrainment-induced irregular particles. The different formation mechanisms of these two types of irregular particles were discussed in detail, respectively. The weak magnetic particles of 316L austenitic SS powders produced by phase transformation in SLM were also revealed.

Conclusions The D_{90} and D_{10} of 316L SS powder increased by 14.5% and 26.5%, respectively, after 30 recycling times in SLM. The particle size distribution of the powder coarsens with the increase in recycling times, with more rod-shaped, broken, and irregular particles in the recycled powder. The oxidation spots formed on the surface of spherical particles with larger diameters were rich in Si and Mn. The formation mechanism of oxidation spots was mainly determined by element type, O affinity, high-temperature diffusion rate, and oxidation potential. Dendrite content in the surface microstructure of the recycled powders significantly reduced. The irregular particles in the recycled powders were divided into two categories: laser-induced melt ejection particles and gas entrainment-induced irregular particles. The formation mechanisms of the two irregular particle categories were related to the molten pool instability and Ar vortex, respectively. The recycled powders also exhibited weak magnetism owing to recrystallization.

Key words laser technique; selective laser melting; recycling; oxidation spot; powder properties; evolution mechanism

OCIS codes 140.3390; 160.3900; 350.3390