

扫描策略对激光粉末床熔融 W-Ti 重合金致密化、残余应力及力学性能的影响

郭蒙^{1,2}, 刘凯^{1,2}, 孙婧佳^{1,2}, 顾冬冬^{1,2*}

¹南京航空航天大学材料科学与技术学院, 江苏 南京 210016;

²江苏省高性能金属构件激光增材制造工程实验室, 江苏 南京 210016

摘要 采用激光粉末床熔融(LPBF)增材制造技术在不同扫描策略(岛状、之字形、重熔扫描策略)下制备了 W-Ti 重合金,研究了扫描策略对 W-Ti 合金致密化行为、残余应力分布及纳米硬度、抗压强度、断裂应变等力学性能的影响规律。研究表明:使用岛状扫描策略可以有效抑制试样内部的孔隙、裂纹等冶金缺陷,且成形件层间冶金结合良好,致密度可达 99.4%;岛状扫描策略下成形试样的残余应力分布较均匀,纳米硬度为 8.44 GPa,极限抗压强度和断裂应变可达 1906 MPa 和 20.4%,均为三种扫描策略下的最高值。本实验研究明晰了激光扫描策略与 LPBF 成形 W-Ti 合金力学性能之间的关系,优化了难加工 W-Ti 重合金的激光增材制造工艺。

关键词 激光技术; 激光粉末床熔融; 扫描策略; W-Ti 重合金; 残余应力; 力学性能

中图分类号 TG146.4+11

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL220797

1 引言

激光粉末床熔融(LPBF)是一种近年来快速发展起来的激光增材制造技术。LPBF 技术依据计算机辅助设计(CAD)模型,利用高能聚焦激光束选择性熔融粉末床中的材料,通过逐层熔凝、逐层堆叠获得最终构件^[1-2]。在 LPBF 加工过程中,熔池与粉末床之间发生强烈的热交换作用,熔池冷却速率可达 $10^2 \sim 10^6$ K/s^[3]。激光增材制造骤热骤冷的特性导致 LPBF 熔池中存在着一系列复杂的物理化学现象,包括液相表面张力及其引发的熔体非稳态流动行为、熔池高温引发的溶质元素蒸发、超高温度梯度和液相成分梯度等^[4]。LPBF 打印件晶粒细小,具有优异的综合力学性能。此外,LPBF 技术的近净成形能力可以大幅降低复杂构件的制造难度,使其在航空航天^[5]、生物医疗^[6]等领域具有广阔的应用前景。目前,LPBF 技术已被用来制造多种材料体系,包括钛合金^[7]、铝合金^[8]、镍基高温合金^[9]、钢^[10]、高熵合金^[3]和难熔金属^[11]。

钨(W)及钨合金具有高熔点、高热导率、高抗蠕变性能、高抗物理溅射率及低氢滞留等优点,在核工业、火箭喷嘴及医疗防护等领域得到了广泛应用^[12-14]。但钨的韧脆转变温度(DBTT)较高(200~400 °C),而且

室温脆性较大^[15],在制备过程中仍存在一系列挑战亟待解决。采用传统加工方法(如粉末冶金、等离子体烧结和热等静压等)对钨进行加工时,因成形温度较低,钨的致密化程度有限,易形成孔隙、裂纹等冶金缺陷,而且传统加工方法很难实现钨复杂构件的制备,限制了钨材料的工程应用^[16]。

激光增材制造技术为钨材料的制备提供了新思路^[17],同时基于合金改性原则对钨进行性能调控近年来引起了国内外研究人员的高度关注^[18-19]。相关研究表明,通过与 IV 或 V 族过渡金属元素实现合金化,可增加钨内部的位错密度,并可细化晶粒,从而改善钨的室温脆性^[20]。一方面,钛元素具有较高的熔点、较低的密度,并具有与钨相近的热膨胀系数,是钨的良好合金化元素;另一方面,LPBF 过程中富钨相在熔池冷却过程中首先凝固,合金元素钛的添加可以补偿凝固带来的体积收缩,从而降低熔池的热应力^[21-22]。W-Ti 合金是一种新型的高密度钨合金体系,目前已有的关于 LPBF 成形 W-Ti 合金的研究报道主要集中在基于激光功率及扫描速度优化对 W-Ti 合金的显微组织和力学性能进行调控上^[23],但尚未涉及激光扫描策略对 LPBF 成形 W-Ti 合金冶金缺陷及成形质量的影响。激光扫描策略是 LPBF 成形过程中的重要工艺参数之

收稿日期: 2022-04-27; 修回日期: 2022-05-16; 录用日期: 2022-05-19; 网络首发日期: 2022-06-01

基金项目: 科学挑战专题项目(TZ2018006-0301-02, TZ2018006-0303-03)、基础加强计划技术领域基金项目(2019-JCJQ-JJ-331)、江苏省第十五批“六大人才高峰”创新人才团队项目(TD-GDZB-001)、国家自然科学基金创新研究群体项目(51921003)、江苏省研究生科研创新计划项目(KYCX20_0193)

通信作者: *dongdonggu@nuaa.edu.cn

一,对 LPBF 试样的组织和性能具有显著影响^[24]。Wang 等^[25]采用不同的扫描策略通过 LPBF 成形纯钨,研究后发现:相邻层间激光扫描方向旋转 67°会使晶界缠结,有助于增加裂纹延展阻力,进而控制裂纹生长;激光重熔策略通过干扰晶粒长大使裂纹形态发生改变,但对裂纹的抑制效果不明显。Chen 等^[26]针对 LPBF 成形 WC 增强铁基复合材料开展了一系列研究,并指出:S 形策略(之字形平行扫描)可以缓解构件的球化效应,提高成形质量;岛状扫描策略可以通过减小扫描线长度来降低构件内部的应力水平,从而提高层间的冶金结合能力。因此,基于不同的激光扫描策略研究 LPBF 成形 W-Ti 合金的致密化行为、残余应力分布及力学性能,对于明晰激光扫描策略、显微组织、力学性能之间的映射关系具有重要意义,可为高密度 W-Ti 合金增材制造工艺优化以及复杂构件的成形与工业应用提供理论指导和科学依据。

本团队在岛状、之字形、重熔三种不同激光扫描策略下成形 W-Ti 合金试样,分析不同扫描策略下试样的致密化行为以及冶金缺陷的形成和抑制机理,揭示

LPBF 成形试样的显微组织、力学性能调控方法,以期优化激光增材制造新型 W-Ti 合金的激光扫描策略及工艺参数。

2 实验材料与方法

2.1 实验材料

本实验采用球形钨粉末(纯度为 99.9%, $D_{50}=14.52\ \mu\text{m}$)和球形钛粉末(纯度为 99.9%, $D_{50}=15.85\ \mu\text{m}$)为原材料,通过机械球磨得到激光增材制造专用 W-Ti 粉末。球磨设备为 Fritsch Pulverisette 6 型行星球磨机。球磨前先对淬硬铬钢材质球磨罐进行清洗及预球磨,以消除杂质的影响;随后按照 2:1 的球料比向罐中加入 300 g 磨球和 150 g 原始粉末(钨粉和钛粉的质量比为 94:6)。机械球磨过程在氩气氛围下进行,以避免粉末氧化,球磨转速设为 250 r/min,球磨时间设为 4 h。球磨后 W-Ti 复合粉末的形貌如图 1(a)和图 1(b)所示,可以发现复合粉末经球磨后球形度保持良好,变形程度较小,且粉末之间混合得较为均匀。

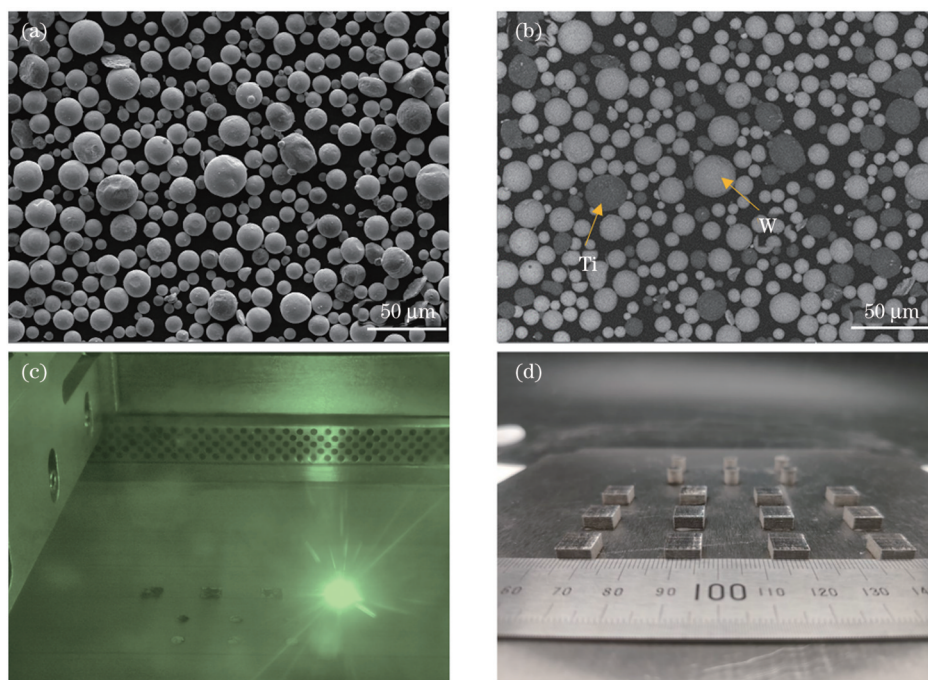


图 1 LPBF 实验过程。(a)W-Ti 复合粉末的 SEM 形貌;(b)背散射电子(BSE)模式下的粉末形貌;(c)LPBF 成形过程;(d)不同扫描策略下的 W-Ti 合金成形试样

Fig. 1 LPBF process of W-Ti. (a) SEM image of W-Ti powder; (b) back-scattered electron (BSE) image of powder morphology; (c) LPBF printing process; (d) LPBF-printed W-Ti alloy samples at different scan strategies

2.2 成形过程

本实验采用的 LPBF 设备由南京航空航天大学自主设计研发,该设备主要包括 YLR-500-WC 掺镜光纤激光器、自动铺粉装置、惰性气体循环保护系统及计算机过程控制系统。开始实验前,先将基板固定在成形腔内,并向密闭腔体内通入体积分数为 99.9% 的高纯氩气,保证成形腔体内氧的体积分数低于 2×10^{-5} ;随

后,利用铺粉装置在成形基板上均匀铺放一层粉末,高能激光束在计算机系统控制下根据 CAD 模型对粉末进行选择性的熔化成形。重复上述沉积/熔化过程,得到尺寸为 $8\ \text{mm} \times 8\ \text{mm} \times 6\ \text{mm}$ 的块体试样及 $\phi 6\ \text{mm} \times 8\ \text{mm}$ 的圆柱压缩试样。成形过程及成形构件如图 1(c)及图 1(d)所示。在本实验中,采用岛状、之字形、重熔三种扫描策略成形 W-Ti 合金,成形策略如图 2 所示。

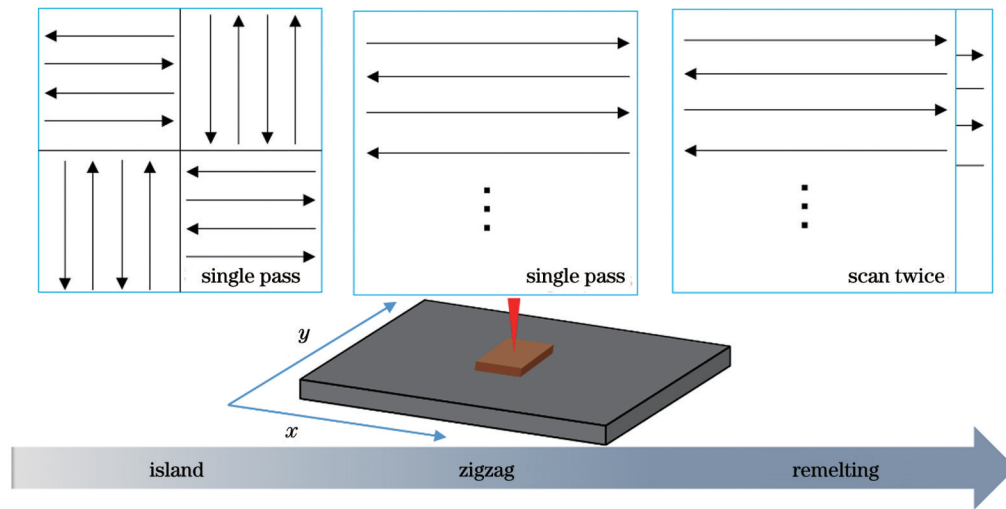


图 2 LPBF 实验中采用的不同激光扫描策略

Fig. 2 Schematic diagrams of different scan strategies in LPBF experiment

在岛状扫描策略下,岛的尺寸为 $4\text{ mm} \times 4\text{ mm}$,相邻层间旋转 67° ,以降低残余应力水平。其余 LPBF 加工参数保持一致,其中铺粉厚度设为 $20\ \mu\text{m}$,扫描间距设为 $50\ \mu\text{m}$,优化后的激光功率及扫描速度分别为 $350\ \text{W}$ 和 $275\ \text{mm/s}$ 。

2.3 表征分析方法

将 LPBF 成形试样从基板上切下,根据钨和钛的密度及质量比计算复合粉体的理论密度,然后利用 Archimedes 排水法测定试样的致密度。用砂纸对试样进行打磨,然后用 W0.25 金刚石研磨膏抛光试样。采用 PMG3 型光学显微镜(OM)分析试样的显微组织及致密化行为。采用 Bruker D8 Advance 型 X 射线衍射仪(XRD)进行物相分析,靶材为铜靶,电压为 $40\ \text{kV}$,电流为 $40\ \text{mA}$, 2θ 范围为 $25^\circ \sim 95^\circ$,扫描速度为 $2\ (^{\circ})/\text{min}$ 。采用 PMG3 光学显微镜观察横截面的显微组织;采用 FEI Quanta 200 型扫描电子显微镜(SEM)观察试样的组织形貌,并采用能量散射型光谱仪(EDS)检测试样中的化学元素分布。采用 X 射线衍射仪对试样上表面的残余应力进行检测,在表面取 25 个检测点,对检测点的 x 、 y 方向进行检测。采用 CMT5205 万能试验机在室温下对试样进行压缩性能测试,采用 S-4800 场发射扫描电子显微镜观察断口形貌,以分析压缩试样的断裂机制。采用纳米压痕仪对试样的侧面进行纳米压痕测试,压入位移为 $300\ \text{nm}$,压入速度为 $10\ \text{nm/s}$,保压时间为 $10\ \text{s}$ 。

3 分析与讨论

3.1 扫描策略对 W-Ti 合金表面形貌及致密度的影响规律

图 3 为岛状、之字形及重熔三种扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 合金的表面形貌。采用岛状扫描策略时,成形试样的表面较为光滑平稳,且具有清晰的扫描轨迹,如图 3(a)所示;此时试样表面没有明显的微裂纹,

也没有球化效应产生,但附着有细小的飞溅,如图 3(d)所示。采用之字形扫描策略时,试样表面的扫描轨迹仍清晰可见,如图 3(b)所示。相较于岛状扫描策略下的成形试样,之字形扫描策略下成形试样的表面粗糙度有所增大,且飞溅有所增多,同时在道与道之间的部分区域可以观察到一些细小的微裂纹,如图 3(e)所示。采用重熔策略时,试样的表面形貌发生显著变化,此时激光扫描轨迹变得模糊不清晰,出现粗化倾向,且在试样表面可以观察到明显的熔体的不规则流动前沿,如图 3(c)所示。相较于前两种扫描策略,重熔扫描策略下的成形试样表面的微裂纹沿扫描轨迹方向延展,尺寸和密度都显著增大。可见,扫描策略对 LPBF 成形 W-Ti 合金的表面形貌影响显著。采用岛状策略制备 W-Ti 合金时,高能激光束将粉末床的待熔化区域分成若干小岛并按一定次序逐级逐渐熔化,使熔化凝固产生的热应力均匀分布在岛的边界,降低了残余应力集中释放的倾向,具有抑制裂纹生长的作用。采用之字形扫描策略时,连续不分区的激光扫描使熔池处于连续传热模式,在熔池出现难以避免的凝固收缩的条件下,连续传热有助于抑制裂纹扩展。采用重熔扫描策略时,加工过程中的较高能量输入导致熔池中产生了强烈的 Marangoni 流,加剧了熔池液相的扰动行为,导致试样表面球化明显,且凝固过程中裂纹沿着扫描轨迹方向扩展。

图 4 为不同扫描策略对 LPBF 成形 W-Ti 合金冶金缺陷形成及致密化行为的影响。可见,采用岛状和之字形扫描策略时,试样中基本不存在孔隙及裂纹等冶金缺陷[如图 4(a)和图 4(b)所示],致密度分别达到了 99.4% 和 99.3% [如图 4(d)所示],层间结合整体良好。这表明在岛状和之字形扫描策略下试样能够实现近乎全致密化水平制备。采用重熔扫描策略时,试样内部产生了贯穿材料堆积方向的裂纹,并伴有较多空洞缺陷[如图 4(c)所示],试样的致密度降至 98.1% 。

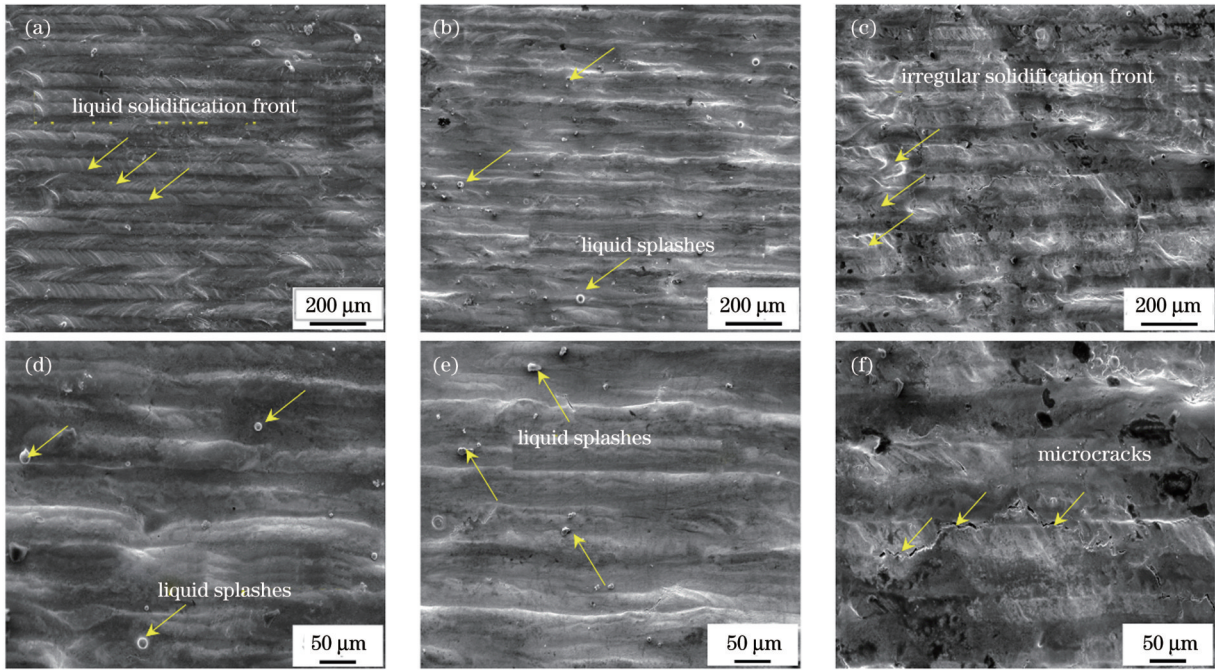


图 3 不同扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 试样的表面形貌。(a)(d)岛状扫描策略;(b)(e)之字形扫描策略;(c)(f)重熔扫描策略
 Fig. 3 Surface morphologies of LPBF-printed W-Ti samples using different scan strategies. (a)(d) Island scan strategy; (b)(e) zigzag scan strategy; (c)(f) remelting scan strategy

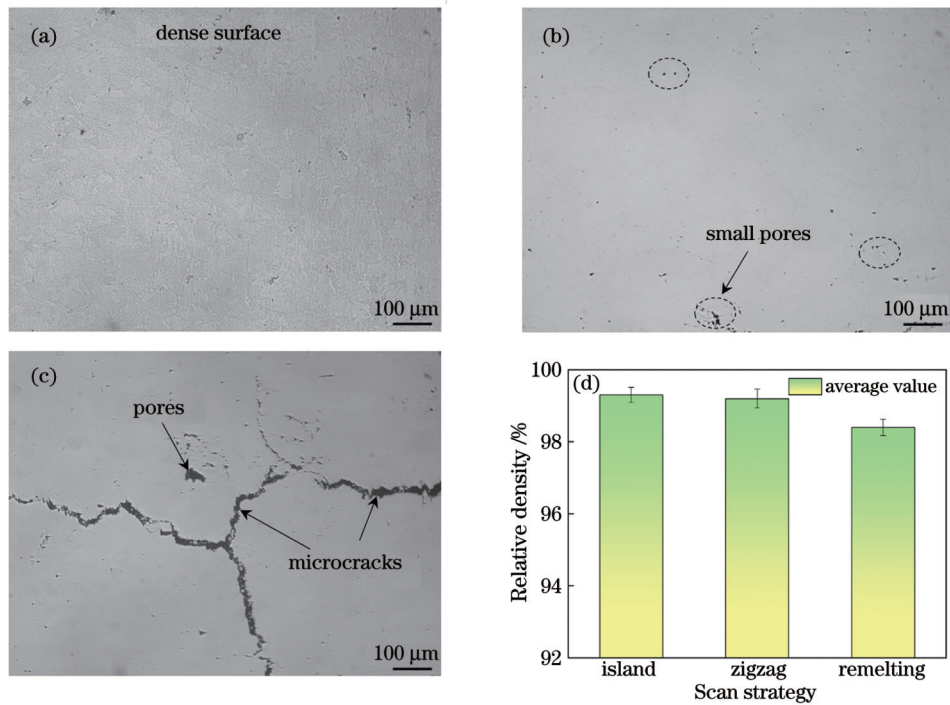


图 4 不同激光扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 试样的致密化行为。(a)岛状扫描策略;(b)之字形扫描策略;(c)重熔扫描策略;(d)致密度对比
 Fig. 4 Densification behavior of LPBF-printed W-Ti samples using different scan strategies. (a) Island scan strategy; (b) zigzag scan strategy; (c) remelting scan strategy; (d) relative density comparison

对于激光增材制造而言,孔隙和裂纹是成形过程中产生的主要冶金缺陷^[27]。在优化的激光能量密度条件下,采用岛状和之字形扫描策略时,熔池内部液相润湿性良好,并可快速均匀铺展,同时低熔点富钛液相可以填充至不完全熔化的高熔点富钨相间隙,形成致密化

程度较高的 W-Ti 连续凝固组织。在重熔扫描策略下,粉末床上的熔池体积进一步膨胀,导致熔池内部在随后凝固过程中存在更大程度的残余应力,难以完全释放的残余应力对晶界具有弱化作用,使萌生于晶粒内部的裂纹易于沿晶界扩展,并形成沿堆积方向的贯

穿裂纹。此外,由于汽化蒸发带来的元素烧损行为增强,低熔点富钛液相体积减少,富钨相之间的孔隙难以被低熔点液相填充,因此会出现孔洞等缺陷。

3.2 扫描策略对 W-Ti 合金物相组成及残余应力分布的影响规律

由 W-Ti 二元合金相图可知,W-Ti 合金体系主要形成 (β -Ti, W) 无限固溶体,无其他金属间化合物形成,如图 5(a) 所示。图 5(b) 为不同扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 合金的典型 XRD 图谱。可见,三种扫描策略下试样的 XRD 图谱均具有对应于 $2\theta=40.264^\circ$ 的钨的标准衍射峰,且图谱中不存在合金元素钛的衍射峰。这表明,在激光增材制造高温环境下,钛原子与钨原子发生置换反应,生成了连续置换固溶体。为进一步揭示试样组织及化学元素分布情况,对岛状扫描策略下成形试样的组织和元素分布进行了表征,图 5(c)、(d) 为该试样的 SEM 图及相应的 EDS 分析结果。可见,LPBF 成形的 W-Ti 合金组织为均匀的块状,试样内部的元素分布较为均匀。这表明在 LPBF 过程中钛原子可以充分扩散到基体中,从而获得相对均匀的固溶结

构。不同扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 合金试样的具体 XRD 衍射峰信息如表 1 所示。相较于标准衍射峰,LPBF 成形 W-Ti 合金试样中钨的特征衍射峰移到更小的 2θ 位置。根据布拉格定律, 2θ 减小对应于晶格间距增大。这表明 LPBF 成形 W-Ti 合金的晶格间距存在增大的趋势。这是由于钛原子半径较钨原子半径大,发生固溶反应后会使得钨晶格发生晶格畸变,从而增大晶格间距。重熔扫描策略下成形试样的 2θ 最小 (39.754°),之字形扫描策略下成形试样的 2θ 最大 (39.871°),表明重熔试样内部的合金元素钛可以更加充分地发生固溶反应,晶格畸变程度相对较大。此外,由表 1 还可以发现,当扫描策略由之字形变为岛状及重熔时,W-Ti 合金的衍射主峰强度逐渐降低,半峰全宽逐渐增大。根据 Scherrer 公式,半峰全宽的增加与晶粒尺寸减小呈正相关关系。这说明在岛状及重熔扫描策略下熔池的冷却速率更大,可以通过增加原子扩散速率来限制凝固过程中的晶粒生长行为,因此岛状和重熔扫描策略对 LPBF 成形 W-Ti 合金具有晶粒细化作用。

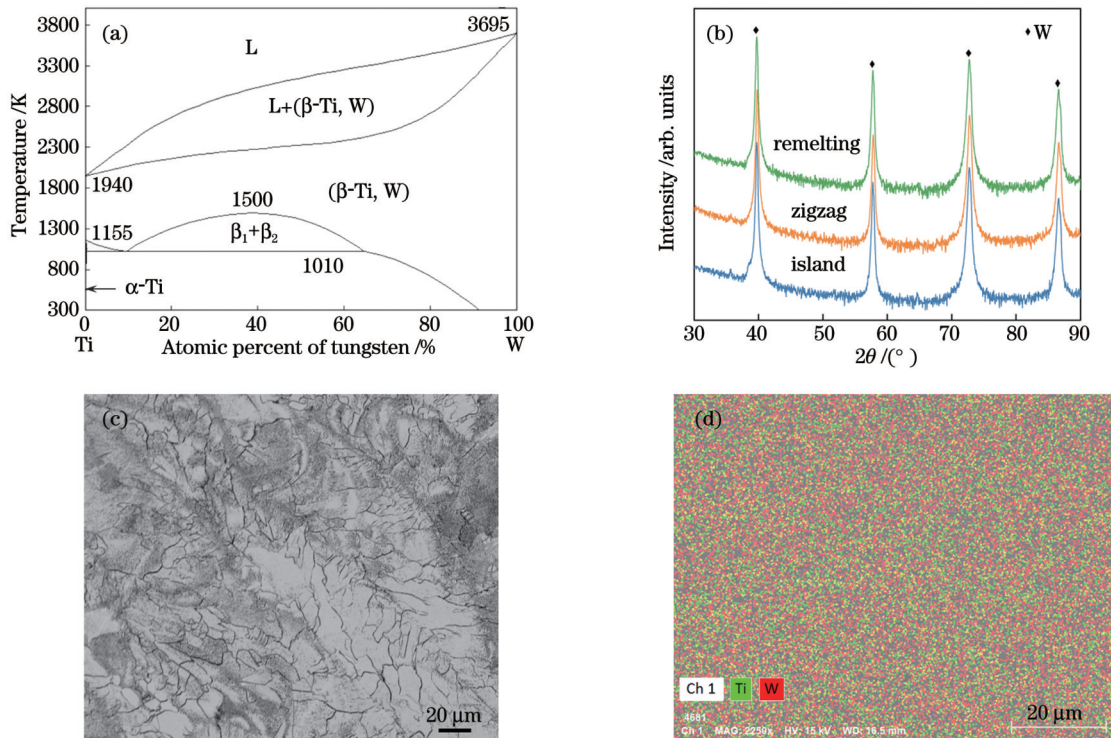


图 5 LPBF 成形 W-Ti 的组织分析。(a) W-Ti 体系的二元合金相图;(b) 不同激光扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 试样的典型 XRD 图谱;(c) 岛状扫描策略下试样的 SEM 图;(d) 岛状扫描策略下试样的 EDS 分析结果

Fig. 5 Microstructure analysis of LPBF-printed W-Ti. (a) Binary alloy phase diagram of W-Ti alloy; (b) typical XRD patterns of LPBF-printed W-Ti samples at different scan strategies; (c) SEM image of W-Ti samples printed at island scan strategy; (d) EDS analysis result of W-Ti samples printed at island scan strategy

激光增材制造过程中熔池的超高温梯度(通常超过 10^7 K/m)^[9] 导致试样内部存在较高的应力水平。熔池冷却凝固时,温度立即下降,凝固组织由完全塑性状态变为不完全塑性状态,此时熔池体积收缩行为受到熔池下方热影响区的抵抗作用,从而产生残余拉应

力。相应地,熔池热影响区产生残余压应力,且沿远离熔池凝固区方向的残余压应力逐渐增大^[28],如图 6(a) 所示。图 6(b) 是采用 $\cos \alpha$ 方法测定试样残余应力的示意图。德拜环的颜色表示特定入射角下衍射峰的强度,试样中若存在织构或粗晶组织,就会降低德拜

表 1 LPBF 成形试样的 XRD 衍射峰定量分析

Table 1 Quantitative analysis of XRD diffraction peaks of LPBF-printed samples

Scan strategy	$2\theta / (^\circ)$	Intensity / arb. units
Island	39.833	36837
Zigzag	39.871	38164
Remelting	39.754	31735
JCPDS Card #04-0806	40.264	

环衍射强度,并导致德拜环的颜色深度不一致^[29]。图 6(c)、(d)分别为岛状和重熔扫描策略下成形试样的德拜环,前者的德拜环分布相较于后者更加不均匀,这表明前者内部可能存在织构或粗晶组织。

图 7 为岛状和重熔扫描策略下成形试样上表面残余应力(σ)沿 x 、 y 方向的分布云图,两种试样表面产生的内应力均为残余拉应力。其中岛状扫描策略下成形试样的 σ_x 和 σ_y 最大值在 450 MPa 上下浮动,而重熔扫

描策略下成形试样的 σ_x 最大值为 617 MPa, σ_y 最大值为 510 MPa。相较于岛状扫描策略,重熔扫描策略下成形试样的残余应力明显增大且分布更不均匀。结果表明,扫描策略对试样残余应力分布具有显著影响。采用岛状扫描策略时,多分区扫描机制使激光单次扫描路径变短,促使扫描路径上不同位置粉体的熔化凝固速率趋于一致,从而导致残余应力水平较低。同时,岛状边界也降低了应力集中水平,使试样内残余应力的分布较为均匀。而采用重熔策略时,较长的激光扫描路径使熔池不同区域的传热速率不一致,导致残余应力累积和集中。另外,重复熔化带来的高激光能量输入也会使熔池液相的热收缩效应更为显著,导致残余应力水平提高。为释放较高的残余应力,重熔扫描策略下的成形试样更易产生裂纹、翘曲等冶金缺陷。由上述分析可知岛状扫描策略可有效降低试样中的残余应力,减少冶金缺陷形成,从而提高试样的成形质量及力学性能。

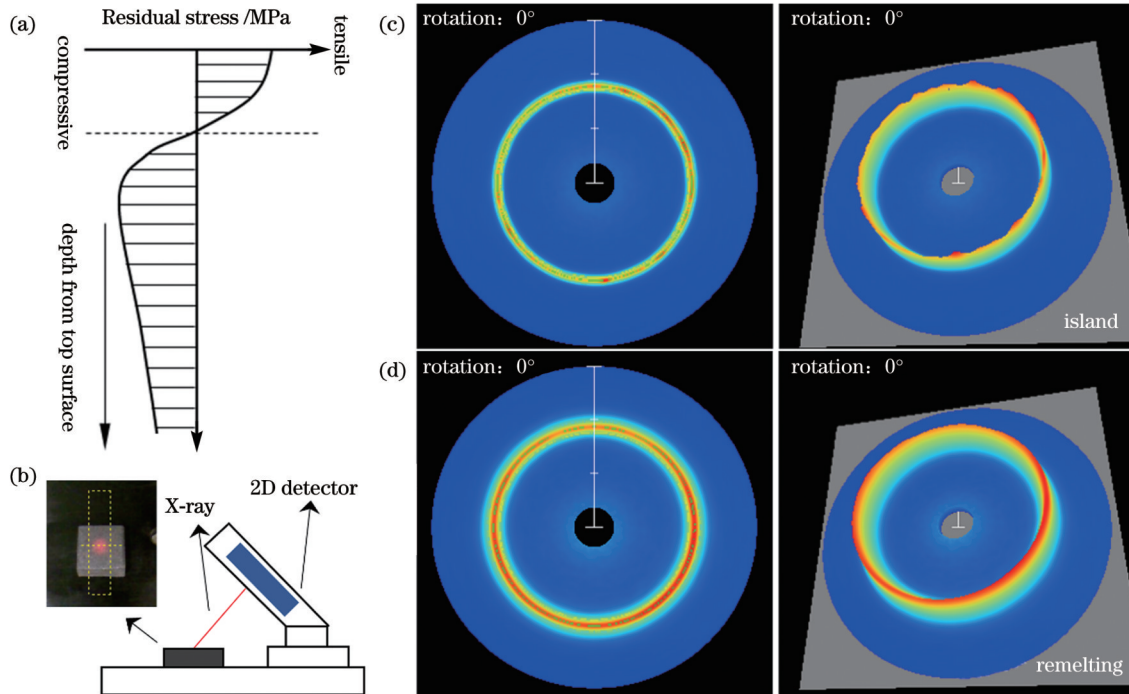


图 6 LPBF 成形 W-Ti 试样的残余应力测试。(a)残余应力沿成形方向的理论分布;(b)采用 $\cos \alpha$ 法测量残余应力示意图;(c)岛状扫描策略下成形试样的二维、三维德拜环;(d)重熔扫描策略下成形试样的二维、三维德拜环

Fig. 6 Residual stress measurement of LPBF-printed W-Ti samples. (a) Theoretical distribution of residual stress along building direction; (b) schematic of $\cos \alpha$ method for residual stress test; (c) two-dimensional and three-dimensional Debye rings of LPBF-printed sample using island scan strategy; (d) two-dimensional and three-dimensional Debye rings of LPBF-printed sample using remelting scan strategy

3.3 扫描策略对 W-Ti 合金纳米硬度及压缩性能的影响规律

图 8(a)为不同扫描策略下成形试样纳米压痕测试的力-位移曲线,图 8(b)为试样相应的弹性模量及硬度值。可见,不同扫描策略下成形试样纳米压痕测试的力-位移曲线走势相同,但数值有所差异:采用岛状

扫描策略时,试样的弹性模量和纳米硬度分别为 400.9 GPa 和 8.44 GPa;当扫描策略变为之字形时,弹性模量和纳米硬度分别降至 341.5 GPa 和 7.98 GPa;采用重熔扫描策略时,试样的弹性模量和纳米硬度则变为 418.6 GPa 及 8.28 GPa。弹性模量是单向应力状态下应力与该方向应变的比值,表征物体抵抗弹性变

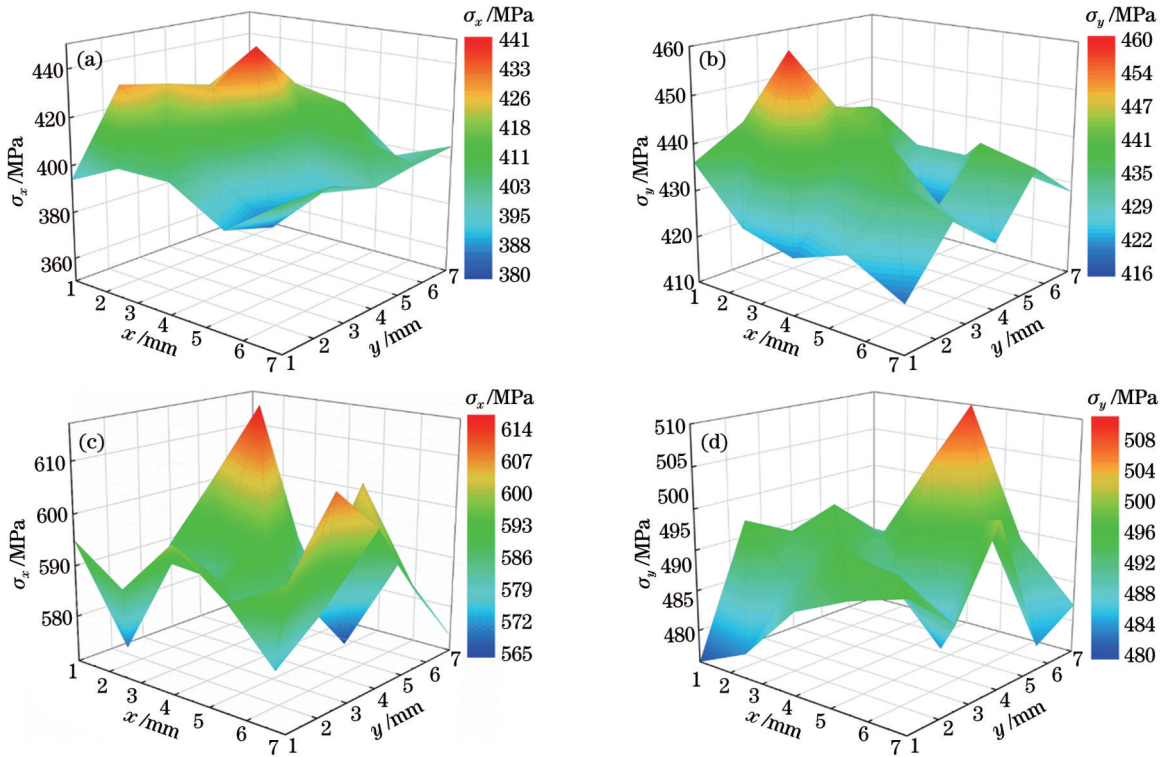


图 7 LPBF 成形试样表面沿 x 、 y 方向的残余应力分布。(a)~(b) 岛状扫描策略；(c)~(d) 重熔扫描策略

Fig. 7 Surface residual stress distribution of LPBF-printed samples along x and y directions. (a)~(b) Island scan strategy; (c)~(d) remelting scan strategy

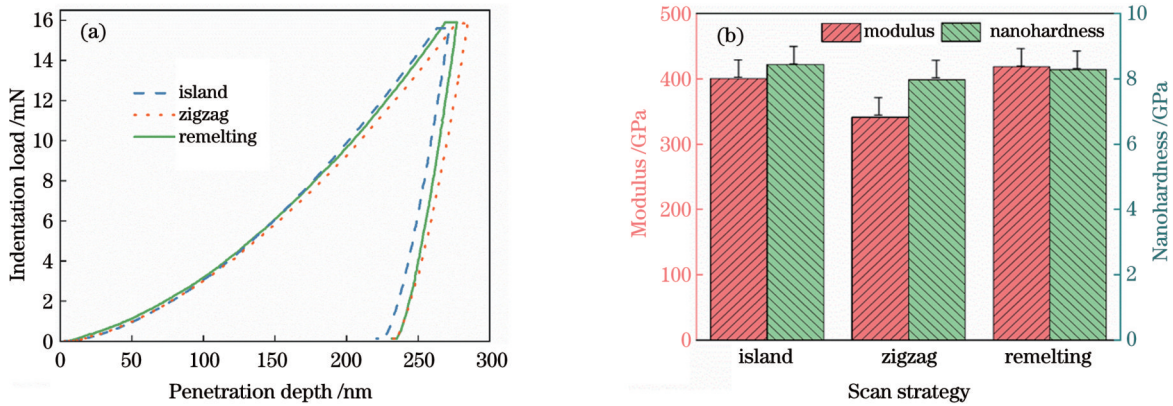


图 8 不同激光扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 试样的纳米压痕结果。(a) 力-位移曲线；(b) 弹性模量和纳米硬度

Fig. 8 Nano-indentation results of LPBF-printed W-Ti samples under different laser scan strategies. (a) Force-displacement curves; (b) elastic modulus and nanohardness

形能力的大小。从微观角度来说,弹性模量反映了试样内部分子、原子或离子之间的键合强度。与岛状及之字形扫描策略相比,重熔扫描策略下成形试样的弹性模量更高,这说明该试样在应力状态下的变形程度较小、刚度和室温脆性较大。这是由于重复熔化使得 W-Ti 熔池内的固溶反应进行得较为充分,晶格畸变程度增加,因此重熔扫描策略下的成形试样具有较大的弹性模量(418.6 GPa)。对比不同扫描策略下成形试样的纳米硬度可以发现,岛状扫描策略下成形试样的纳米硬度最大,重熔扫描策略下成形试样的纳米硬度次之,之字形扫描策略下成形试样的纳米硬度最小。

实验结果表明,纳米硬度与弹性模量没有直接的对应关系,而是受致密度、显微组织及材料物性等因素的综合影响。岛状扫描策略下成形试样的致密度最高(99.4%),且岛状边界的存在使得试样内部的残余应力均匀分布,故该试样的纳米硬度最高(8.44 GPa);重熔扫描策略下成形试样的致密度相对较低(98.1%),且试样内部有孔洞、裂纹等冶金缺陷,但固溶反应进行得较为充分,故该试样的纳米硬度低于岛状扫描策略成形试样并高于之字形扫描策略成形试样。之字形扫描策略下成形试样的致密度较高(99.3%),但相较于边界重熔的岛状扫描策略成形试样及重复熔化的重熔

扫描策略成形试样来说,其合金化水平有所降低,因此其纳米硬度与弹性模量相对较低。

图 9(a)为不同扫描策略下 LPBF 试样的压缩应力-应变曲线,相应的极限抗压强度(σ_{bc})和断裂应变(δ)如图 9(b)所示。采用岛状扫描策略时,试样的 σ_{bc} 和 δ 为三种策略中的最高值,分别达到了 1906 MPa 和 20.4%。改变扫描策略为之字形时,试样的 σ_{bc} 和 δ 变为 1856 MPa 和 16.6%。采用重熔扫描策略时,试样的 σ_{bc} 为最低值 1785 MPa, δ 为 17.8%。图 10 为不同扫

描策略下成形试样的压缩断口形貌。岛状扫描策略下成形试样的断口上可以观察到明显的解理面和解理台阶[如图 10(a)所示],符合脆性解理断裂特征。之字形扫描策略下成形试样的断口上呈现出解理台阶特征,同时存在少量微裂纹,如图 10(b)所示。重熔扫描策略下成形试样的断口上也表现出解理断裂特征,但裂纹尺寸及密度明显增大[如图 10(c)所示],表明此时晶界难以抵抗试样的开裂倾向,导致裂纹沿晶界进一步扩展。

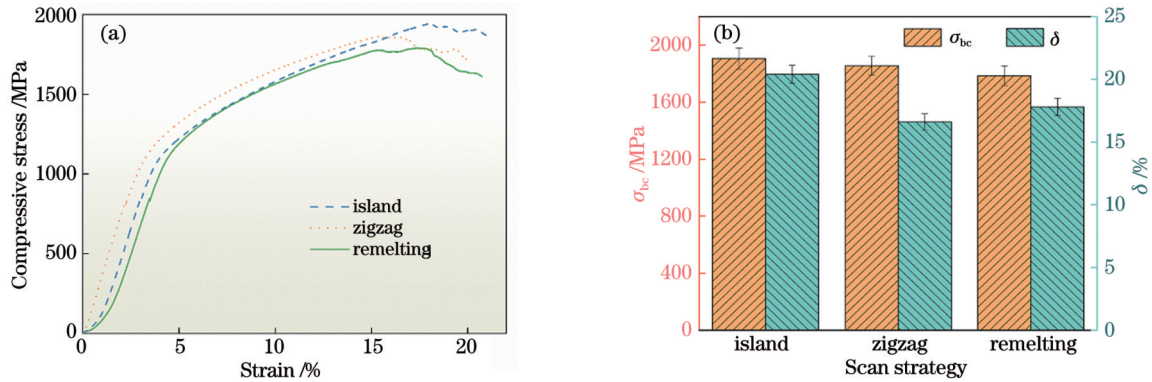


图 9 不同激光扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 试样的压缩性能。(a)应力-应变曲线;(b)极限抗压强度(σ_{bc})和断裂应变(δ)
Fig. 9 Compression performance of LPBF-printed W-Ti samples under different laser scan strategies. (a) Stress-strain curves; (b) ultimate compressive strength (σ_{bc}) and fracture strain at break (δ)

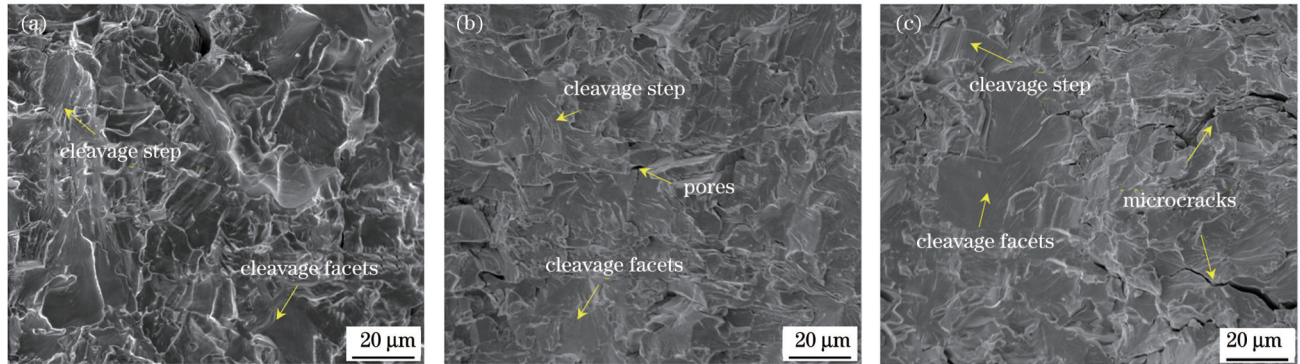


图 10 不同激光扫描策略下 LPBF 成形 W-Ti 试样的压缩断口形貌。(a)岛状扫描策略;(b)之字形扫描策略;(c)重熔扫描策略
Fig. 10 Fracture morphologies of LPBF-printed W-Ti samples at different scan strategies. (a) Island scan strategy; (b) zigzag scan strategy; (c) remelting scan strategy

综上所述,不同扫描策略下成形试样的断口均表现为脆性解理断裂,但压缩过程中裂纹的萌生、扩展情况有所不同。试样的压缩性能与其致密度具有正相关关系,较高的致密度水平可以提高试样的压缩性能。岛状扫描策略下成形试样的致密度为 99.4%,其极限压缩强度可达 1906 MPa,而致密度为 98.1%的重熔扫描策略下成形试样的极限压缩强度仅为 1785 MPa。结合残余应力实验结果可知:岛状扫描策略下成形试样的残余应力较小且分布均匀,试样内部裂纹扩展阻力较大,断口上不存在微裂纹,如图 10(a)所示;重熔扫描策略下成形试样的残余应力较大且分布不均匀,裂纹扩展阻力较小且裂纹易于沿晶界扩展,降低了试样的压缩性能。

4 结 论

采用 LPBF 技术在岛状、之字形和重熔三种扫描策略下成形了 W-Ti 合金试样,研究了扫描策略对 LPBF 成形 W-Ti 合金致密化行为、内部残余应力分布和力学性能的影响,得到的结论如下:

1) 采用岛状和之字形扫描策略制备试样时,试样的显微组织中基本无孔隙和微裂纹等冶金缺陷,致密度分别可达 99.4% 和 99.3%;重熔扫描策略下成形试样的显微组织中存在孔隙、裂纹等冶金缺陷,导致试样的致密度降至 98.1%。

2) 岛状扫描策略特有的多分区扫描机制使得激光的扫描路径变短,不同位置处金属粉末的熔化、凝固

速率趋于一致,从而降低了应力集中水平;重熔扫描策略下时间过长的激光扫描使得粉末层熔化后散热不均匀,易于形成应力集中和累积残余应力,导致试样产生裂纹、翘曲等缺陷(以释放应力)。

3) 重熔扫描策略下成形试样的弹性模量较岛状及之字形扫描策略下成形试样的高,表明其在应力状态下的变形程度较小而且刚度和室温脆性较大。由于岛状扫描策略下成形试样的致密度和固溶程度相对较高,且岛状边界的存在使得试样内部的残余应力分布更加均匀,故纳米硬度最高,达到 8.44 GPa。

4) 岛状扫描策略下成形试样的极限抗压强度和断裂应变最高,分别为 1906 MPa 和 20.4%。之字形扫描策略下成形试样的极限抗压强度和断裂应变为 1856 MPa 和 16.6%。采用重熔扫描策略时,试样的极限抗压强度为 1785 MPa,断裂应变为 17.8%;这是由于重熔扫描策略下成形试样的残余应力较大且分布不均匀,从而导致裂纹的扩展阻力较小且易于沿晶界扩展,试样的压缩性能较低。

参 考 文 献

- [1] Gu D D, Shi X Y, Poprawe R, et al. Material-structure-performance integrated laser-metal additive manufacturing[J]. Science, 2021, 372(6545): eabg1487.
- [2] Khairallah S A, Martin A A, Lee J R I, et al. Controlling interdependent meso-nanosecond dynamics and defect generation in metal 3D printing[J]. Science, 2020, 368(6491): 660-665.
- [3] Yang X G, Zhou Y, Xi S Q, et al. Additively manufactured fine grained $\text{Ni}_6\text{Cr}_4\text{WFe}_3\text{Ti}$ high entropy alloys with high strength and ductility[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 767: 138394.
- [4] 张嘉, 龙连春, 吴奇. Inconel718 微环形零件激光增材制造残余应力数值分析[J]. 机械工程学报, 2021, 57(18): 172-181.
Zhang J, Long L C, Wu Q. Simulation of residual stress of SLM additive manufactured micro-annular Inconel718 components[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2021, 57(18): 172-181.
- [5] 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.
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.
- [6] 杨永强, 宋长辉, 王迪. 激光选区熔化技术及其在个性化医学中的应用[J]. 机械工程学报, 2014, 50(21): 140-151.
Yang Y Q, Song C H, Wang D. Selective laser melting and its applications on personalized medical parts[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2014, 50(21): 140-151.
- [7] Huo P C, Zhao Z Y, Du W B, et al. Deformation strengthening mechanism of *in situ* TiC/TC4 alloy nanocomposites produced by selective laser melting[J]. Composites Part B: Engineering, 2021, 225: 109305.
- [8] Cao Y, Wei H L, Yang T, et al. Printability assessment with porosity and solidification cracking susceptibilities for a high strength aluminum alloy during laser powder bed fusion[J]. Additive Manufacturing, 2021, 46: 102103.
- [9] 潘爱琼, 张辉, 王泽敏. 镍基单晶高温合金选区激光熔化成形工艺及组织[J]. 中国激光, 2019, 46(11): 1102007.
Pan A Q, Zhang H, Wang Z M. Process parameters and microstructure of Ni-based single crystal superalloy processed by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(11): 1102007.
- [10] Wang Y M, Voisin T, McKeown J T, et al. Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility[J]. Nature Materials, 2018, 17(1): 63-71.
- [11] Philips N R, Carl M, Cunningham N J. New opportunities in refractory alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2020, 51(7): 3299-3310.
- [12] Bose A, Schuh C A, Tobia J C, et al. Traditional and additive manufacturing of a new tungsten heavy alloy alternative[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2018, 73: 22-28.
- [13] Xue J Q, Feng Z, Tang J G, et al. Selective laser melting additive manufacturing of tungsten with niobium alloying: microstructure and suppression mechanism of microcracks[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 874: 159879.
- [14] 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): 370-380.
- [15] Vrancken B, Ganeriwala R K, Matthews M J. Analysis of laser-induced microcracking in tungsten under additive manufacturing conditions: experiment and simulation[J]. Acta Materialia, 2020, 194: 464-472.
- [16] Veverka J, Vilémová M, Chlup Z, et al. Evolution of carbon and oxygen concentration in tungsten prepared by field assisted sintering and its effect on ductility[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2021, 97: 105499.
- [17] 周鑫, 刘伟. 纯钨单层铺粉激光选区熔化/凝固行为[J]. 中国激光, 2016, 43(5): 0503006.
Zhou X, Liu W. Melting and solidifying behavior in single layer selective laser of pure tungsten powder[J]. Chinese Journal of Lasers, 2016, 43(5): 0503006.
- [18] 闫岸如, 杨恬恬, 王燕灵, 等. 钨粉粒度和形状对选区激光熔化 W-xCu 成形与显微组织的影响[J]. 中国激光, 2016, 43(2): 0203007.
Yan A R, Yang T T, Wang Y L, et al. Effect of tungsten powder particle size and shape on consolidation and microstructure of W-xCu composites by selective laser melting[J]. Chinese Journal of Lasers, 2016, 43(2): 0203007.
- [19] 陈金瀚, 赵聪聪, 李恺伦, 等. 激光粉末床熔化钨-5% 碳化钽的成形与裂纹控制[J]. 中国激光, 2021, 48(15): 1502006.
Chen J H, Zhao C C, Li K L, et al. Formability and controlling of cracks in laser powder bed fusion of tungsten-5% tantalum carbide alloys[J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(15): 1502006.
- [20] Vrancken B, King W E, Matthews M J. *In-situ* characterization of tungsten microcracking in selective laser melting[J]. Procedia CIRP, 2018, 74: 107-110.
- [21] Chookajorn T, Schuh C A. Nanoscale segregation behavior and high-temperature stability of nanocrystalline W-20 at.% Ti[J]. Acta Materialia, 2014, 73: 128-138.
- [22] Dai W L, Liang S H, Luo Y T, et al. Effect of W powders characteristics on the Ti-rich phase and properties of W-10 wt.% Ti alloy[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2015, 50: 240-246.
- [23] Liu K, Gu D D, Guo M, et al. Effects of processing parameters on densification behavior, microstructure evolution and mechanical properties of W-Ti alloy fabricated by laser powder bed fusion[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 829: 142177.
- [24] Yamamoto T, Hara M, Hatano Y. Effects of fabrication conditions on the microstructure, pore characteristics and gas retention of pure tungsten prepared by laser powder bed fusion[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2021, 95: 105410.
- [25] Wang D Z, Li K L, Yu C F, et al. Cracking behavior in additively manufactured pure tungsten[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2019, 32(1): 127-135.
- [26] Chen H Y, Gu D D, Ge Q, et al. Role of laser scan strategies in defect control, microstructural evolution and mechanical properties

- of steel matrix composites prepared by laser additive manufacturing [J]. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2021, 28(3): 462-474.
- [27] 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.
- [28] Liu Y, Yang Y Q, Wang D. A study on the residual stress during selective laser melting (SLM) of metallic powder[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2016, 87(1/2/3/4): 647-656.
- [29] Zhu P F, Gou G Q, Li Z F, et al. Study of residual stresses in A7N01 aluminum alloy with X-ray diffraction Debye ring analysis[J]. *International Journal of Modern Physics B*, 2019, 33(01n03): 1940032.

Effects of Laser Scan Strategies on Densification, Residual Stress, and Mechanical Properties of W-Ti Heavy Alloy Fabricated by Laser Powder Bed Fusion

Guo Meng^{1,2}, Liu Kai^{1,2}, Sun Jingjia^{1,2}, Gu Dongdong^{1,2*}

¹*College of Materials Science and Technology, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, Jiangsu, China;*

²*Jiangsu Provincial Engineering Laboratory for Laser Additive Manufacturing of High-Performance Metallic Components, Nanjing 210016, Jiangsu, China*

Abstract

Objective Owing to the high melting point, high thermal conductivity, high creep resistance, high physical sputtering rate, and low hydrogen retention of tungsten (W) and its alloys, W has been widely used in the nuclear industry as well as rocket nozzles, medical protection, and other industrial fields. However, W is difficult to process, with a high ductile-brittle transition temperature (DBTT, 200–400 °C). Traditional processing methods, such as powder metallurgy, plasma sintering, and hot isostatic pressing, are unable to realize the formation of complex components from W, limiting its engineering application. Fortunately, the development of laser powder bed fusion (LPBF) additive manufacturing provides a feasible method for fabricating W. In this study, we design a W-Ti heavy alloy and successfully fabricate it using LPBF. We investigate the effects of laser scan strategies on the densification, residual stress, and mechanical properties of LPBF-printed W-Ti heavy alloys, and further optimize the laser scan strategy. We hope that these findings can promote the optimization of laser additive manufacturing of difficult-to-process W-Ti heavy alloys by elaborating the relationship between the laser scan strategy and the properties of the LPBF-fabricated W-Ti alloy.

Methods Pure W and Ti spherical powders were used in this study. First, W and Ti powders were mixed uniformly by mechanical milling under an argon atmosphere. Then, the mixed powder was processed using self-developed LPBF equipment according to a CAD model. After printing, the samples were cut from the substrate and subjected to ultrasonic cleaning. The relative density of W-Ti was measured using the Archimedes method. The microstructure and densification behavior were characterized using an optical metallographic microscope (PMG3). The phase composition and residual stress were analyzed using an X-ray diffractometer (Bruker D8 Advance). An FEI Quanta 200 scan electron microscope equipped with an energy-scattering spectrometer was used to observe the surface morphology. To characterize the mechanical properties, a CMT5205 testing machine (MTS Industrial System, China) was used at room temperature, and subsequently, an S-4800 field emission scan electron microscope was used to observe the fracture morphology. The nanohardness was determined using a nano-indenter (DUH-W201S, Japan).

Results and Discussions The LPBF-printed W-Ti sample obtained using the island scan strategy has a smooth surface morphology with a clear scan track (Fig. 3). Meanwhile, microcracks and balling phenomena are reduced (Fig. 3). Highly dense W-Ti (99.4%) is obtained using the island strategy because of its sound wettability in the molten pool (Fig. 4). When the island scan strategy is applied, the island feature can reduce the residual stress during the LPBF process, thereby inhibiting crack growth. The maximum surface residual stress along the x - and y -directions is approximately 450 MPa, which is the smallest among the applied scan strategies (Fig. 7). The LPBF-processed W-Ti sample using the island strategy has the highest nanohardness, which is due to the uniformly distributed residual stress (Fig. 8). Finally, an ultimate compressive strength of 1906 MPa and fracture strain of 20.4% are obtained using the island strategy (Fig. 9). The enhancement of the mechanical properties results from reduced defects and residual stress.

Conclusions In the present study, a W-Ti heavy alloy is fabricated by LPBF under three scan strategies: island, zigzag, and remelting. When island and zigzag scan strategies are used to prepare the W-Ti alloy, the microstructures of

the W-Ti alloy are almost free of metallurgical defects such as pores and microcracks, resulting in densities of 99.4% and 99.3%, respectively. The W-Ti alloy using the remelting strategy has some metallurgical defects, such as pores and cracks, which leads to a reduction in density to 98.1%. The unique multizone scan mechanism of the island strategy can shorten the laser scan path, reducing the stress concentration level by making the melting and solidification rates of metal powders at different positions more uniform. Owing to the high density and relatively high solid-solution degree of the island sample, the distribution of residual stress is more uniform, resulting in the highest nanohardness (8.44 GPa). The ultimate compressive strength and fracture strain of the sample formed using the island strategy are the highest, reaching 1906 MPa and 20.4%, respectively. The ultimate compressive strength and fracture strain of the zigzag specimens are 1856 MPa and 16.6%, respectively. However, the ultimate compressive strength of the sample is the lowest at 1785 MPa, and the fracture strain is 17.8% when the remelting scan strategy is adopted. This is due to the large and uneven distribution of residual stress in the remelted sample, which leads to a low resistance to crack propagation and the resultant propagation along grain boundaries.

Key words laser technique; laser powder bed fusion; scan strategy; W-Ti heavy alloy; residual stress; mechanical properties