

# 射频等离子体球化制备钨粉的 选区激光熔化成形研究

杜文豪<sup>1,2,3,4</sup>, 施麒<sup>2,3,4</sup>, 吴安如<sup>1</sup>, 刘辛<sup>2,3,4</sup>, 周凡<sup>1</sup>

(1. 湖南工程学院, 湖南 湘潭 411100)

(2. 广东省科学院材料与加工研究所, 广东 广州 510650)

(3. 国家钛及稀有金属粉末冶金工程技术研究中心, 广东 广州 510650)

(4. 广东省金属强韧化技术与应用重点实验室, 广东 广州 510650)

**摘要:** 以不规则的钨粉为原材料, 采用射频等离子体球化技术制备了球形钨粉, 重点研究了选区激光熔化制造纯钨零件, 系统研究了工艺参数(激光功率、扫描速度)对制备的纯钨样品致密化、显微组织、显微硬度和压缩性能的影响, 从而反馈指导钨粉球化工艺参数的优化。结果表明: 球化后钨粉形状规则且球化率高于98%, 钨粉的振实密度和松装密度增大, 流动性增强。同时球化后的钨粉具有良好的选区激光熔化适用性, 打印样品件的致密度在84.15%~95.65%之间。研究发现, 随激光功率的增大, 打印件的致密度、显微硬度和抗压强度呈先上升后下降的趋势, 裂纹和孔洞呈先减少后增多的趋势。随着扫描速度的增大, 打印件的致密度和硬度降低, 裂纹增多。因此, 探究合适的打印参数对钨粉的选区激光熔化成形有着重要意义。

**关键词:** 钨粉; 射频等离子体球化; 选区激光熔化; 显微硬度

**中图分类号:** TG146.4<sup>†11</sup>

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2021)12-4457-08

钨具有熔点高(3380 ℃)、耐腐蚀、高硬度、低热膨胀系数、及优异的辐射屏蔽性能等特点, 被广泛应用于航空航天、电子、矿山开采、石油钻探、国防军工及核聚变<sup>[1-3]</sup>等领域。传统钨及钨合金零部件制造通常采用粉末冶金方法, 其主要流程是以粉末为原料, 经过压制成形和高温烧结得到钨及钨合金的零部件。然而, 在实际生产过程中, 有些部件有曲面、微孔、沟槽等复杂特征, 传统的粉末冶金工艺和机加工难以实现。

近年来, 以选区激光熔化(selective laser melting, SLM)为代表的增材制造技术为钨零部件制造提供了新的成形路径。选区激光熔化以激光为能量源, 按照三维切片模型中规划好的路径在金属粉末床进行逐层扫描, 将选定区域内的金属粉末熔化并凝固, 然后逐层堆积, 进而实现形状复杂的精细零部件成形<sup>[4-6]</sup>, 如CT机中X射线准直器<sup>[7,8]</sup>等。近几年来, 研究人员已对SLM成形纯钨开展了相关研究。Enneti等人<sup>[9]</sup>以不规则的钨粉为原料, 研究了扫描距离和扫描速度对纯钨致密化的影响, 研究发现, 钨的致密度随能量密度

的增加而增加, 当能量密度为1000 J/mm<sup>3</sup>时, 样品的最大致密度为75%。Zhou等人<sup>[10]</sup>以不规则钨粉为原料, 对钨选区激光熔化成形过程中的球化机理进行了分析。分析表明, 钨的SLM过程是熔体扩散和凝固相互竞争的过程, 最终结果取决于钨的固有特性和设定的激光加工参数。Tan等人<sup>[11]</sup>以球形钨粉为原料, 通过优化工艺参数, 采用SLM工艺制备了密度为19.01 g/cm<sup>3</sup>(致密度98.50%)的纯钨制品, 并系统地阐明了样品中孔隙的形成机理。

值得注意的是, 选区激光熔化要求原料粉末具有良好的球形度和流动性。而传统化学还原法制得的钨粉多呈团聚状, 球形度不高, 难以满足选区激光熔化成形要求。射频等离子体具有加热温度高、冷却速度快、无电极污染等优点。粉末在通过射频等离子体炬时, 快速熔融, 并在表面张力作用下缩聚成球形, 在离开等离子体高温区域后, 迅速冷凝, 从而形成球形粉末。该技术已广泛应用难熔金属和陶瓷球形粉末制备, 如W<sup>[12]</sup>、Mo<sup>[13]</sup>、Ta<sup>[14]</sup>、Ti<sup>[15]</sup>、SiO<sub>2</sub><sup>[16]</sup>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>[17]</sup>等。

收稿日期: 2021-03-15

基金项目: 湖南省自然科学基金(2019JJ60035); 广州市重点领域研发计划(202007020008)

作者简介: 杜文豪, 男, 1996年生, 硕士生, 湖南工程学院, 湖南 湘潭 411100, E-mail: war891230@163.com

本研究以化学还原钨粉为原料,采用射频等离子体球化技术制备球形钨粉,并开展球形钨粉选区激光熔化成形研究。采用控制变量的试验方法,着重探究激光功率和扫描速度对打印件致密化行为、微观形貌和显微硬度的影响。本研究旨在加深选区激光熔化成形关键参数对钨材料成形性能的影响规律的理解,进而探索射频等离子体球化钨粉的选区激光熔化成形适用性。

### 1 实验

本实验原料粉末为化学还原钨粉,单个钨粉颗粒呈多面体,颗粒细小(2~10 μm),若干颗钨粉在范德华力作用下呈团聚状(图 1)。原料钨粉在载气携带下,经送粉探针进入射频等离子体炬,在等离子体高温和高热传导作用下,团聚状的钨粉颗粒迅速发生表面熔融,并快速进入球化反应室,而后在鞘气的极冷作用与自身表面张力作用下,熔融状态的钨粉自然收缩球化,制得球形钨粉<sup>[18]</sup>。工艺参数如表 1 所示。

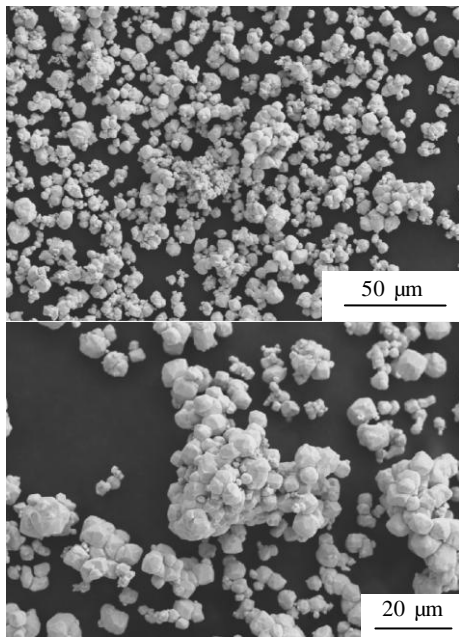


图 1 球化前原料钨粉形貌

Fig.1 SEM morphologies of tungsten powder before spheroidization

表 1 射频等离子体球化处理的实验参数

Table 1 Experimental parameters of radio frequency induction plasma spheroidization

Parameter	Value
Sheath gas flow rate (Ar/H <sub>2</sub> )/L min <sup>-1</sup>	50/7
Center gas flow rate (Ar)/L min <sup>-1</sup>	19.5
Carrier gas flow rate (Ar)/L min <sup>-1</sup>	3
Powder feed rate/g min <sup>-1</sup>	35
Pressure of reactor/kPa	15
Plasma power/kW	40

以球化后的钨粉为原料,采用 316L 不锈钢为基板,预热温度 180 °C,层间夹角 67°,使用高纯氦气为保护气氛。打印件尺寸为 10 mm×10 mm×5 mm(图 2),具体工艺参数如表 2 所示。激光体能量密度  $E$  (J/mm<sup>3</sup>)可由以下公式计算得到:

$$E = P / (vhd) \tag{1}$$

式中,  $P$  为激光功率 (W),  $v$  为扫描速度 (mm/s),  $h$  为扫描间隔 (mm),  $d$  为铺粉厚度 (mm)。

选用 BT-200 型金属粉末流动性测试仪、BT-101 型金属粉末松装密度测试仪、BT-301 型振实密度测试仪分别检测球化前后钨粉的流动性、松装密度和振实密度。采用 Mastersizer-v3.63 型粉末粒度分析仪对球化前后钨粉的粒度分布进行表征;采用 OHN836 型氧氮氢分析仪测量球化前后钨粉的氧氢含量。

采用 Smartlab9kW 型 X 射线衍射仪对粉体样进行物相组成分析。样品经过机械研磨、抛光和用标准的金相方法用溶剂 (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: NH<sub>3</sub> H<sub>2</sub>O=1:3, 体积比) 腐蚀 60 s 后观察。采用 JXA-8100 型扫描电镜观察钨粉球化前后的粉末形貌和样品微观结构。密度由排水法测得,每组样品测 3 次后取平均值。显微硬度由 ZHU-S 显微硬度仪测得,施加载荷为 0.5 kg,保持时间为 25 s,每组样品测 10 次后取平均值。使用 Instron8801 试验机对 SLM 处理的样品进行压缩试验,长径比 ( $L/D$ ) 为 2.5。

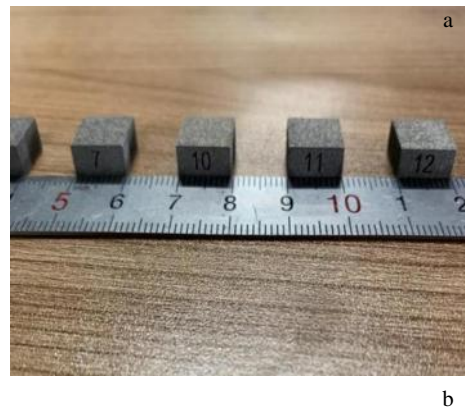


图 2 SLM 打印样品图和三维立体图

Fig.2 Pure tungsten samples prepared by SLM (a) and 3D diagram (b)

表 2 球形钨粉选区激光熔化成形工艺参数

Table 2 Experimental parameters of selective laser melting

Sample No.	Laser power/W	Laser speed/mm s <sup>-1</sup>	Hatch space/mm	Layer thickness/mm	Energy density/J mm <sup>-3</sup>
S1	150	400	0.08	0.03	156
S2	180	400	0.08	0.03	188
S3	200	400 0.08</td <td>0.03</td> <td>208</td>	0.03	208	
S4	250	400	0.08	0.03	260
S5	300	400	0.08	0.03	313
S6	350	400	0.08	0.03	365
S7	200	300	0.08	0.03	278
S8(S3)	200	400	0.08	0.03	208
S9	200	500	0.08	0.03	167

## 2 结果与讨论

### 2.1 射频等离子体球化分析

射频等离子体球化前后钨粉的 XRD 图谱如图 3 所示。由图可知，球化处理前后图谱基本一致，粉末均为单质钨粉，晶体结构为体心立方（bcc），特征衍射峰分别对应（110）、（200）、（211）、（220）晶面。这说明在射频等离子体球化过程中未有第二相或氧化物生成。

钨粉球化前后的激光粒度分布如图 4 所示。由图可知，球化处理后钨粉的  $D_{10}$ 、 $D_{50}$  和  $D_{90}$  均增大，且粒度分布变窄。类似现象在 Hao 等人<sup>[19]</sup>的研究中也有报道。这是由于原料粉末在球化过程中发生团聚，而在等离子高温区域发生融合，进而形成大颗粒钨粉。此外，原料粉末中的细小颗粒在球化过程中的气化也是导致粉末统计粒径变大的原因之一。

表 3 为钨粉球化前后部分物化性能。可见，射频等离子体球化过程使原料粉末中的氧含量和氢含量大幅降低（均下降 1 个数量级），其中氧含量由 650  $\mu\text{g/g}$  降至 60  $\mu\text{g/g}$ 。这是因为原料中的氧元素和氢元素主要吸附在颗粒表面。球化过程中，粉末表面氧化物随着细小颗粒气化。此外，鞘气中的氢气在高温下对原料粉末的还原作用也能促使粉末氧含量降低。由表 3 还可以看出，球化处理可显著改善钨粉的流动性能，并提高钨粉的松装密度与振实密度，使松装密度由 6.05  $\text{g/cm}^3$  提高到 10.65  $\text{g/cm}^3$ ，振实密度由 8.27  $\text{g/cm}^3$  提高到 11.56  $\text{g/cm}^3$ 。这是因为原料钨粉不规则，存在团聚和搭桥现象，不易流动。而随着粉末球化率的提高，颗粒之间接触面积减小，摩擦力降低，因此粉末流动性能、松装密度、振实密度同时改善。

图 5 为经射频等离子体球化后的扫描电镜照片。由图 5 可见，粉末球化率高于 98%、大部分颗粒表面光滑、无卫星球，且团聚现象消失。此外，如图 5b 中箭头所示，部分颗粒表面出现纹路，这是粉末在通过等离子体炬时获得热量不足而未能完全熔化导致的<sup>[20]</sup>。

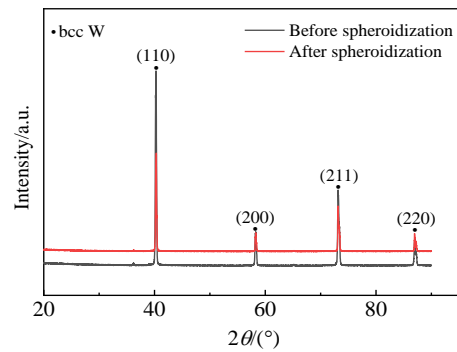


图 3 球化处理前后钨粉的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of tungsten powder before and after spheroidization

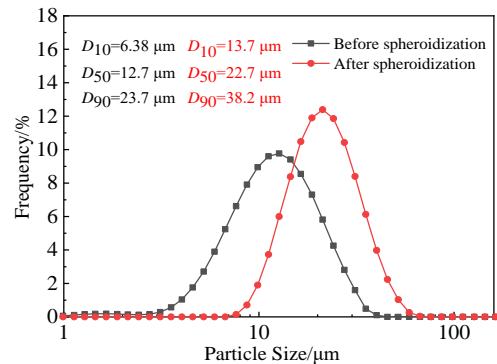


图 4 球化处理前后钨粉的粒度分布

Fig.4 Particle size distribution of tungsten powder before and after spheroidization

### 2.2 球形钨粉选区激光熔化成形性能

#### 2.2.1 激光功率的影响

固定扫描速度（400 mm/s），通过改变激光功率制备了样品 S1~S6，探究了激光功率对样品致密度、形貌、显微硬度和抗压强度的影响。

图 6 为样品 S1~S6 的致密度变化。可以看到，当激光功率为 150 W 时，样品 S1 的致密度为 84.15%。

表 3 钨粉球化前后的粉体特性

Table 3 Physical-chemical properties of tungsten powders before and after spheroidization

Tungsten powder	Oxygen content/ $\mu\text{g g}^{-1}$	Hydrogen content/ $\mu\text{g g}^{-1}$	Apparent density/ $\text{g cm}^{-3}$	Tap density/ $\text{g cm}^{-3}$	Flowability/s (50 g) $^{-1}$
Raw powder	650	18	6.05	8.27	-
Spherical powder	60	<5	10.65	11.56	5.77

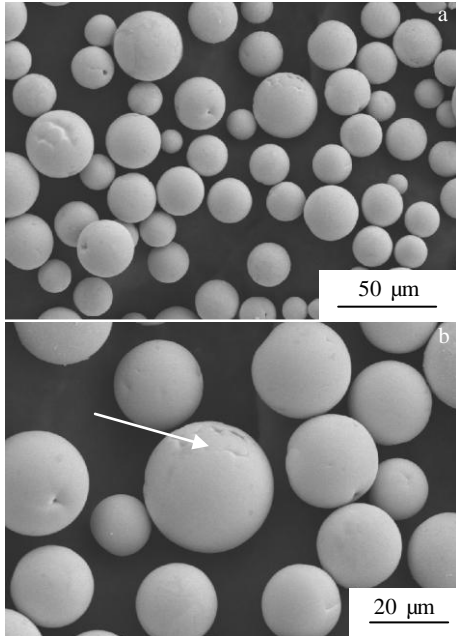


图 5 球化后钨粉的表面形貌

Fig.5 SEM morphologies of tungsten powder after spheroidization

随着激光功率的增加,样品的致密度提高,这是因为对样品 S1~S5 而言,激光输入的体积能量密度逐渐增大。高的能量密度使熔池区域的温度升高,金属熔体流动性增强,重熔区域增加,气孔和球化现象减弱<sup>[21]</sup>,从而提高样品的致密度,当激光功率为 300 W 时,样品 S5 的致密度达到最大值(95.65%)。继续增大激光功率至 350 W,样品 S6 的致密度反而略有降低(95.23%),这是因为当激光功率进一步增大时,过高的体能量密度容易形成熔池湍流,造成强烈的气体滚动,会使熔池沸腾,导致熔池内产生大量气泡<sup>[22]</sup>,从而降低样品的致密度。Gu 等人<sup>[22]</sup>研究了纯钨零件的孔隙率与激光体积能量密度的关系。研究发现:较高的能量密度有利于致密化和降低孔隙,但过高的体能量密度反而会导致孔隙率的上升,从而降低样品的致密度,因而要合理控制体能量密度,避免因能量输入不足或能量过高导致孔隙等成形缺陷。

图 7 为样品 S1~S6 的微观结构。由图可见,在本实验参数条件下,裂纹和孔隙难以避免。由图 7a 和图 7b 可以看到:在样品 S1 和 S2 中,存在贯穿式的裂纹和大量尺寸较大且不规则的孔洞,这些裂纹几乎都沿

着样品制备方向(building direction, BD)扩展,有些裂纹与孔洞交叉后穿过孔洞沿着 BD 方向继续扩展,部分大裂纹在扩展过程中产生了小尺寸的裂纹,此外在样品内部还可以看到大量呈网状形态的微裂纹,这些微裂纹长度小于 150  $\mu\text{m}$ ,宽度小于 2  $\mu\text{m}$ 。此现象可能与激光成形过程的球化现象(balling effect)有关<sup>[23]</sup>。Almangour 等人<sup>[24]</sup>研究表明,较低的激光能量密度会导致金属熔融不充分,熔池粘度增大,进而导致金属凝固无序,引起严重的球化现象。而球化现象使得金属粉末难以均匀铺展,而使得新层难以与前一层形成良好结合,进而产生大量裂纹和孔隙。SLM 成形熔池凝固过程由于温度梯度大,冷却速度快,在样品内部会产生大量的残余拉应力,当残余应力超过样品的抗拉强度时,就会形成裂纹,以此释放出残余应力<sup>[25]</sup>,此外 SLM 加工过程中容易产生热收缩,引起残余热应力,由于残余热应力<sup>[26]</sup>,样品表面会产生微裂纹。在样品 S3~S4 中,样品表面裂纹的长度减小到 100  $\mu\text{m}$  以内、宽度变窄,大尺寸的孔洞几乎消失,仅保留少量的小孔洞(图 7c、图 7d),当激光功率为 300 W 时,可以看到贯穿式的裂纹完全消失,只能分辨出少量的微裂纹和规则状的小孔洞(图 7e)。这是因为随着激光功率的增大,能量密度得到进一步提高,带来更多的热输入,使熔池温度继续升高,熔池粘度进一步降低,延长液态钨的凝固时间,球化现象有所减弱<sup>[22]</sup>,从而减少裂纹和孔洞的数量。当能量密度达到一定值,此时粉末完全熔化,大的孔洞由于得到充足的能量收缩变小,样品表面裂纹完全消失。当激光功率继续增大到 350 W 时,样品 S6 表面的微裂纹数量较前增多,并沿 BD 方向扩展(图 7f),这是由于过高的能量密度会导致在凝固过程中熔池内温度差较大,从而在凝固金属内部产生较大的内应力,不断增加的内应力超过样品的极限强度时使样品表面产生更多的微裂纹<sup>[27]</sup>。此外,更高的能量密度加剧 Marangoni 现象,使更多的气体被裹挟进入熔池,从而形成气孔。

图 8 为样品 S1~S6 的显微硬度变化曲线。可以看到,在样品 S1~S5 中,样品的显微硬度随着激光功率的增加而增加,当激光功率为 300 W 时,样品 S5 的显微硬度(HV)达到峰值(4500 $\pm$ 120) MPa,这是因为随着激光功率的增加,样品的致密化程度得到提高,其表面承受载荷的能力增强,从而样品的显微硬

度得到提高。继续增加激光功率至 350 W，样品 S6 的显微硬度 (HV) 略有下降 ( $4410 \pm 170$ ) MPa。此规律与样品致密度的变化相一致，这是因为当激光能量过高时，由于样品的致密度降低，样品内部孔隙增多，其表面承受载荷的能力减弱，导致样品的显微硬度降低。此外，也可能是由于过高的激光功率造成激光体积能量密度过大，引起热积累和过热，导致样品组织粗大，从而降低了显微硬度<sup>[22]</sup>。

图 9 为样品 S1~S6 的极限抗压强度。随着激光功率从 150 W 增加到 300 W，样品的抗压强度有显著提高。当激光功率 300 W 时，样品的抗压强度达到最高值 ( $\sim 902$  MPa)。当激光功率继续增加到 350 W，样品 S6 的抗压强度下降 ( $\sim 786$  MPa)，样品抗压强度变化规律与致密度规律基本一致。这是因为样品中孔隙作为应力集中区域，在压应力作用下，裂纹容易由此萌生扩展，直至样品压溃。

图 10 为经过 SLM 处理的纯钨件压缩试验后的典型断口形貌。可以清楚地看到，样品内部存在许多微裂纹和未熔的颗粒，断口表现为典型的脆性断裂，具有明显的解理面。

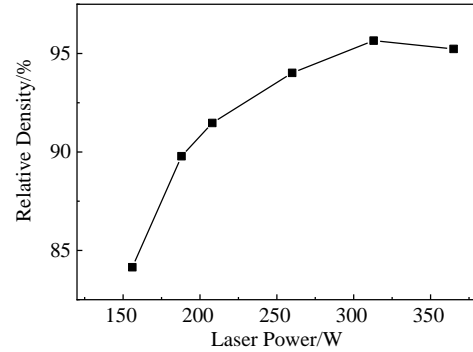


图 6 致密度随激光功率的变化

Fig.6 Variation of relative density with the laser power

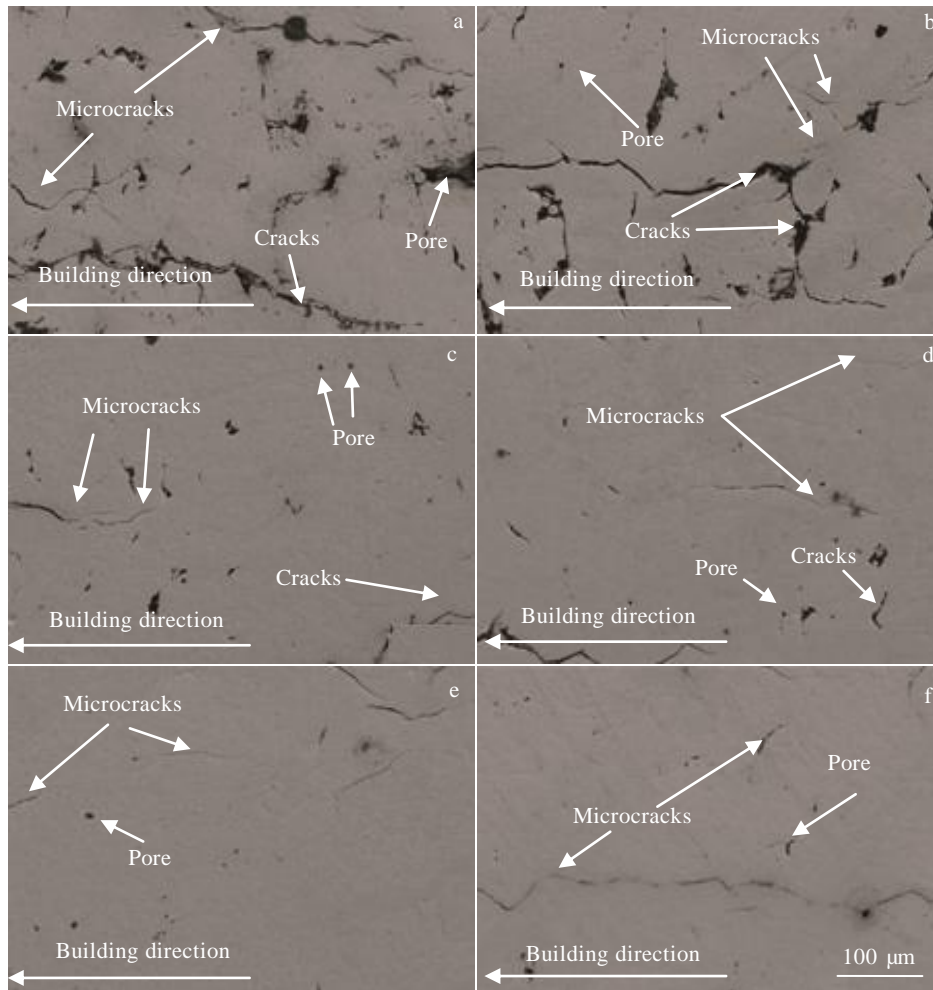


图 7 不同激光功率下选区激光熔化成形制备纯钨试样微观结构

Fig.7 Microstructures of pure tungsten samples prepared by selective laser melting under different laser powers: (a) 150 W, (b) 180 W, (c) 200 W, (d) 250 W, (e) 300 W, and (f) 350 W

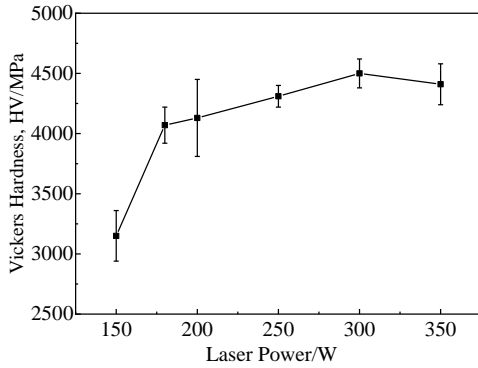


图 8 显微硬度随激光功率的变化

Fig.8 Variation of microhardness with the laser power

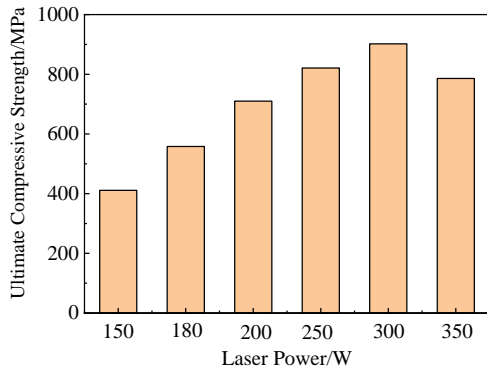


图 9 不同激光功率下 SLM 纯钨的抗压强度

Fig.9 Ultimate compressive strength of the SLM-processed pure tungsten under different laser powers

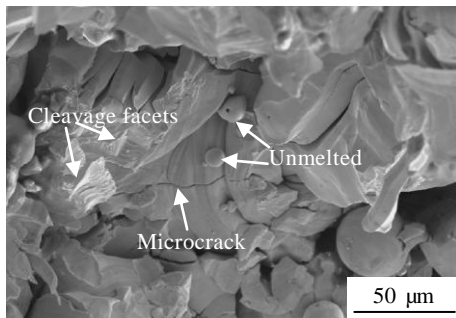


图 10 SLM 加工纯钨件的典型断口形貌

Fig.10 Typical fracture morphology of SLM-processed pure tungsten

### 2.2.2 扫描速度的影响

固定激光功率 (200 W)，通过改变扫描速度制备了样品 S7~S9，探究了扫描速度对样品致密度、形貌和显微硬度的影响。

图 11 为样品 S7~S9 的致密度变化曲线。当扫描速度为 300 mm/s 时，样品 S7 的致密度最高，为

91.84%。这是由于扫描速度较小时，激光在粉末表面停留的时间相对较长，液态钨在表面张力的作用下具有良好的流动性，可以填充固相间的孔隙<sup>[26]</sup>，有利于减少缺陷，从而获得较大致密度的样品。当扫描速度逐渐增大时，样品的致密度明显下降。一方面因为扫描速度的增加使得激光的体积能量密度减小，从而降低了熔池的温度，导致激光熔池固-液润湿的降低，铺展性能恶化<sup>[28]</sup>，由于能量密度不足，粉末由于不能吸收足够的能量导致在扫描间隔处存在未熔区，在样品内部会形成孔隙，随着孔隙的增多，样品的致密度会降低<sup>[29]</sup>；另一方面是过快的扫描速度导致激光在粉床上停留的时间较短，通入的保护气体在熔池内剧烈翻涌，导致熔池内有大量未逸出的气体和未熔化的颗粒<sup>[26]</sup>，也降低了样品的致密度。

图 12 为样品 S7~S9 的微观结构。可以看到，当扫描速度为 300 mm/s 时，在样品 S7 内部存在数条长度约为 50 μm 的裂纹，这些裂纹有沿着 BD 方向扩展的趋势，并且在其周围存在少量尺寸较小的规则状孔洞，样品表面还存在一条长度约为 50 μm 的微裂纹，这可能是由于当扫描速度较低时，单位面积粉末吸收的瞬时能量密度较大，熔池较深，金属气化和凝固过程中收缩不一致，加上冷却速率较快，样品残余应力增大，因此出现了细小裂纹<sup>[30]</sup> (图 12a)。当扫描速度为 400 mm/s 时，样品 S8 表面的裂纹长度和宽度变长，孔洞的数量增多、尺寸变大，形状由规则状变得不规则，微裂纹的数量也逐渐变多 (图 12b)，这是因为此时熔池温度较低，冷却速度较大，液相经快速冷却凝固后体积收缩且内应力较大而产生裂纹缺陷<sup>[28]</sup>。当扫描速度为 500 mm/s 时，粉末熔化状态进一步恶化，样品 S9 的表面出现大量贯穿式的裂纹，有些裂纹延伸出几条小裂纹，同时这些裂纹在扩展方向上交叉着大小不同的孔洞，大的孔洞直径约为 25 μm (图

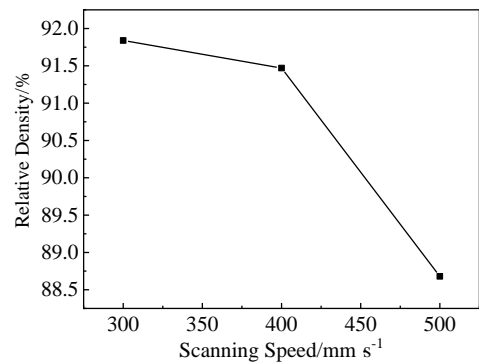


图 11 致密度随扫描速度的变化

Fig.11 Variation of relative density with the scanning speed

12c)。这可能是扫描速度过大，激光在粉末上停留的时间较短，能量密度不足造成熔池温度过低，部分粉末不能完全吸收能量而无法完全熔化，导致在裂纹的扩展方向上出现大小不同的孔洞。同时由于熔池内温度差较大，残余内应力导致裂纹会扩展延伸，裂纹在扩展的方向上遇到未完全熔化的孔洞会在孔洞周围分裂出次一级的裂纹<sup>[31]</sup>。

图 13 样品 S7~S9 的显微硬度变化曲线。可以看到，样品的显微硬度随着扫描速率的增大而降低。当

扫描速度为 300 mm/s 时，样品 S7 的硬度(HV)为(4350 ± 90) MPa。这可能是在较低的扫描速度下，激光能量相对较高，金属凝固部分和熔融部分温差较大，冷却后存在高的残余应力，从而造成样品内部晶格畸变严重，产生硬化效应，因此样品的显微硬度相对较高<sup>[28]</sup>。结合图 12 分析可知，随着扫描速率的增加，激光体积能量密度减小，导致样品的致密化程度降低，当载荷作用于样品表面时，会导致样品发生明显的坍塌，从而使样品的显微硬度降低。

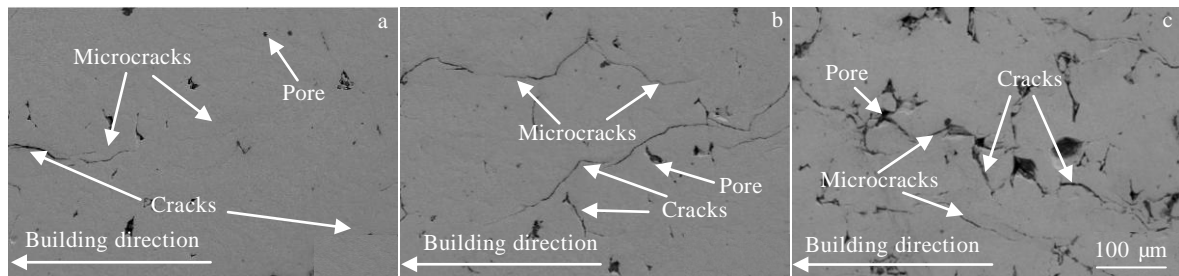


图 12 不同扫描速度下选区激光熔化制备纯钨试样表面形貌

Fig.12 Surface morphologies of pure tungsten samples prepared by selective laser melting at different scanning speeds: (a) 300 mm/s, (b) 400 mm/s, and (c) 500 mm/s

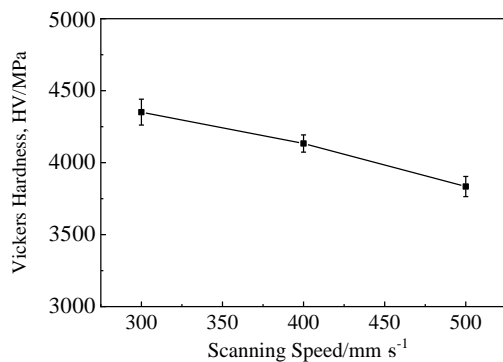


图 13 显微硬度随扫描速率的变化

Fig.13 Variation of microhardness with the scanning speed

### 3 结 论

1) 以不规则形貌钨粉为原料，采用射频等离子体球化技术制备球形钨粉：球化处理后，钨粉粒度分布更窄，钨粉霍尔流速提高到  $5.77 \text{ s } (50 \text{ g})^{-1}$ ，松装密度由  $6.05 \text{ g/cm}^3$  提高到  $10.65 \text{ g/cm}^3$ ，振实密度由  $8.27 \text{ g/cm}^3$  提高到  $11.56 \text{ g/cm}^3$ ，氧含量由  $650 \text{ } \mu\text{g/g}$  降低至  $60 \text{ } \mu\text{g/g}$ 。

2) 选区激光熔化成形件的致密度、显微硬度和抗压强度随激光功率的增大呈先上升后降低的趋势。成形件的致密度、显微硬度随扫描速度的增大呈下降的趋势，裂纹数量呈增多趋势，说明适当的激光功率和

扫描速度可以促进致密化过程，提高 SLM 加工纯钨零件的密度，同时使样品具有良好的力学性能。

3) 射频等离子体制备的球形钨粉具有良好的选区激光熔化成形适用性。选区激光熔化过程中的微裂纹是无法避免的，但通过调整工艺参数可以减少微裂纹的数量和长度。

4) 当功率为 300 W，扫描速度为 400 mm/s，体积能量密度为  $313 \text{ J/mm}^3$  时，获得的试样致密度、显微硬度 (HV) 和抗压强度分别为 95.65%、(4500 ± 120) MPa 和 902 MPa。

### 参考文献 References

- [1] Fu Jie(付 洁), Li Zhongkui(李中奎), Zheng Xi(郑 欣) *et al.* *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2005(7): 11
- [2] Liu Xixing(刘希星). *World Nonferrous Metals*(世界有色金属)[J], 2019(15): 142
- [3] Ma Yunzhu(马运柱), Huang Boyun(黄伯云), Liu Wensheng(刘文胜). *Power Metallurgy Industry*(粉末冶金工业)[J], 2005(5): 46
- [4] Khairallah S A, Martin A A, Lee J *et al.* *Science*[J], 2020, 368(6491): 660
- [5] Tuan D N, Alireza K, Gabriele I *et al.* *Composites Part B: Engineering*[J], 2018, 143: 172
- [6] Kang N, Ma W Y, Heraud L *et al.* *Additive Manufacturing*[J], 2018, 22: 104
- [7] Zhong M L, Liu W J, Ning G Q *et al.* *Journal of Materials*

- Processing Technology*[J], 2004, 147(2): 167
- [8] Deprez K, Vandenberghe S, Audenhaege K V *et al. Medical Physics*[J], 2012, 40(1): 012 501
- [9] Enneti R K, Morgan R, Atre S V. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2017, 71: 315
- [10] Zhou X, Liu X H, Zhang D D *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2015, 222: 33
- [11] Tan C L, Zhou K S, Ma W Y *et al. Science and Technology of Advanced Materials*[J], 2018, 19(1): 370
- [12] Song C H, Yang Y Q, Liu Y *et al. International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2015, 78(5-8): 885
- [13] Sun S H, Hagihara K, Nakano T. *Materials & Design*[J], 2018, 140: 307
- [14] Liu S H, Zhang J B. *Material Sciences*[J], 2019, 9(9): 849
- [15] Shi W T, Liu Y D, Shi X Z *et al. Materials*[J], 2018, 11(7): 1237
- [16] Rotaru H, Armencea G, Sprchez D *et al. Morphologie et Embryologie*[J], 2013, 54(3): 791
- [17] Han Q, Setchi R, Lacan F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 698: 162
- [18] Mao Xinhua(毛新华), Liu Xin(刘辛), Lei Chao(雷超) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(6): 2076
- [19] Hao Z H, Fu Z H, Liu J T *et al. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2019, 82: 15
- [20] Qin Q, Yang F, Shi T *et al. Advanced Powder Technology*[J], 2019, 30(8): 1709
- [21] Huang J C, Li M, Wang J W. *Journal of Manufacturing Processes*[J], 2021, 61(1): 296
- [22] Guo M, Gu D D, Li X X. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2019, 84: 105 025
- [23] Larimian T, Kannan M, Grzesiak D *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 770(7): 138 455
- [24] Almangour B, Grzesiak D, Borkar T *et al. Materials & Design*[J], 2018, 138: 119
- [25] Yang Yi(杨益), Dang Mingzhu(党明珠), Li Wei(李伟) *et al. Chinese Journal of Mechanical Engineering*(机械工程学报)[J], 2020, 56(3): 181
- [26] Zhu H H, Lu L, Fuh J. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part B Journal of Engineering Manufacture*[J], 2006, 220(2): 183
- [27] Li Ruidi(李瑞迪). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2010
- [28] Ma Yinyi(马英怡), Liu Yude(刘玉德), Shi Wentian(石文天) *et al. Laser & Optoelectronics Progress*(激光与光电子进展)[J], 2019, 56(10): 210
- [29] Zhang Danqing(张丹青). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2011
- [30] Jiang Xiyi(姜夕义), Xia Weilong(夏维龙), Lou Dianjun(娄殿军) *et al. Materials for Mechanical Engineering*(机械工程材料)[J], 2020, 44(11): 41
- [31] Montero-Sistiaga M L, Miguel G M, Kurt B *et al. Additive Manufacturing*[J], 2018, 23: 402

## Study on Selective Laser Melting Forming of Tungsten Powder Prepared by Radio Frequency Plasma Spheroidization

Du Wenhao<sup>1,2,3,4</sup>, Shi Qi<sup>2,3,4</sup>, Wu Anru<sup>1</sup>, Liu Xin<sup>2,3,4</sup>, Zhou Fan<sup>1</sup>

(1. Hunan Institute of Engineering, Xiangtan 411100, China)

(2. Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China)

(3. National Engineering Research Center of Powder Metallurgy of Titanium & Rare Metals, Guangzhou 510650, China)

(4. Guangdong Provincial Key Laboratory of Metal Toughening Technology and Application, Guangzhou 510650, China)

**Abstract:** Using irregular tungsten powder as the raw material, spherical tungsten powder was prepared by radio frequency (RF) plasma spheroidization technique. The pure tungsten parts fabricated by selective laser melting was studied. The effects of process parameters (including laser power and scanning speed) on the densification, microstructure, microhardness and compressive properties of the pure tungsten samples were studied. The results show that after spheroidization, the tungsten powder has regular shape and its spheroidization rate reaches more than 98%. Besides, the tap density and loose density of the tungsten powder increase and its flowability is also improved. Meanwhile, the spheroidized tungsten powder is well-adapted to selective laser melting, and the density of printed samples is between 84.15% to 95.65%. The study also finds that with the increase of laser power, the density, microhardness and compressive strength of printed samples increase first and then decrease, while the cracks and holes decrease. Furthermore, with the increase of the scanning speed, the density and hardness of the printed samples reduce while the amount of cracks increase. Therefore, it is of great significance for the selective laser melting of tungsten powder to explore the appropriate printing parameters.

**Key words:** tungsten powder; RF plasma spheroidization; selective laser melting; microhardness

Corresponding author: Liu Xin, Ph. D., Professor, Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, P. R. China, Tel: 0086-20-61086128, E-mail: liuxin@gimp.gd.cn