

DOI: 10.16410/j.issn1000-8365.2024.4038

金属激光粉末床熔融成形缺陷及其原位表征研究进展

李 杰, 万 杰, 李金山, 王 军

(西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

摘 要: 金属激光增材制造过程中熔池处于超高温梯度、超快凝固速率、循环热载荷的极端非平衡凝固环境中, 复杂的材料冶金、热力耦合行为容易导致孔隙、裂纹等缺陷的产生, 影响构件的内部质量与力学性能。受限于材料的不透明性, 传统的材料表征方法难以实现金属激光增材制造过程中的实时信息捕捉。相比之下, 同步辐射 X 射线成像具有高时空分辨率, 可以实现金属激光增材制造过程中熔池动力学及缺陷衍化的原位表征。论文综述了同步辐射 X 射线成像在金属激光粉末床熔融增材制造领域的研究进展, 总结了增材构件中常见的缺陷类型及其表征手段, 详细介绍了增材制造过程中熔池动力学行为及缺陷衍化机制, 最后对同步辐射 X 射线成像在增材制造领域的未来发展方向进行了展望。

关键词: 增材制造; 缺陷; 原位表征; 同步辐射; X 射线成像

中图分类号: TB31; TG115.28

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2024)03-0228-21

Research Progress on Defects in Metals Fabricated via Laser Powder Bed Fusion and Their In Situ Characterization

LI Jie, WAN Jie, LI Jinshan, WANG Jun

(State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: In the process of metal laser additive manufacturing, the extreme nonequilibrium solidification environment with ultrahigh temperature gradients, ultrafast solidification rates and cyclic thermal loads of the melting pool can easily lead to the generation of defects such as pores and cracks, which affect the internal quality and mechanical properties of the components. Traditional material characterization methods are limited by the opacity of materials, making it difficult to capture real-time information during metal laser additive manufacturing. In contrast, synchrotron X-ray imaging has high spatiotemporal resolution and can be used to realize in situ characterization of melting pool dynamics and defect evolution during metal laser additive manufacturing. This article reviews the research progress of synchrotron X-ray imaging in the field of metal laser powder bed fusion additive manufacturing, summarizes common types of defects in additive components and their characterization methods, and provides a detailed introduction to the melting pool dynamics and defect evolution mechanisms during additive manufacturing. Finally, the future research trend of synchrotron X-ray imaging in the field of additive manufacturing is discussed.

Key words: metal additive manufacturing; defects; in situ characterization; synchrotron radiation; X-ray imaging

增材制造技术通过计算机辅助(computer aided design, CAD) 逐层构建来实现材料一体化近净成形, 具有生产周期短、材料利用率高的优点^[1-2]。根据原材

料输送方式的不同, 可以将激光增材制造技术分为铺粉式与送粉式两种, 其中铺粉式的激光粉末床熔融(laser powder bed fusion, LPBF)因具有良好的表面质

收稿日期: 2024-02-29

基金项目: 国家重点研发计划(2022YFB3707103); 重庆市自然科学基金面上项目(CSTB2022NSCQ-MSX0945); 陕西省自然科学基金研究计划(2023-JC-QN0421)

作者简介: 李 杰, 1999 年生, 博士生。研究方向为金属增材制造缺陷形成机理。Email: nwpujiejie@nwpu.edu.cn

通讯作者: 万 杰, 1992 年生, 博士, 副教授。研究方向为先进金属材料激光增材制造。Email: wan@nwpu.edu.cn

王 军, 1984 年生, 博士, 教授。研究方向为凝固科学与技术。Email: nwpuwj@nwpu.edu.cn

引用格式: 李杰, 万杰, 李金山, 等. 金属激光粉末床熔融成形缺陷及其原位表征研究进展[J]. 铸造技术, 2024, 45(3): 228-248.

LI J, WAN J, LI J S, et al. Research progress on defects in metals fabricated via laser powder bed fusion and their in situ characterization [J]. Foundry Technology, 2024, 45(3): 228-248.

量与尺寸成形精度,广泛应用于航空航天、生物医疗等诸多领域,具有广阔的发展前景^[3-4]。

金属 LPBF 成形过程中熔池处于极端热力学条件之下,冷却速率可达 10^6 K/s,温度梯度可达 10^3 K/mm^[5]。制造过程中涉及的诸多高动态、瞬态的热力耦合现象,例如激光-粉末-熔池间交互作用、超高温梯度下移动熔池的快速凝固、缺陷衍化动力学行为等^[6],容易导致气孔、未熔合等特有冶金缺陷的产生^[7],从而影响构件的成形质量与服役性能^[8-9]。目前对增材构件中缺陷的防止与消除是解决增材技术应用制约的关键^[10]。因此,深入研究熔池动力学行为、阐明内部缺陷形成机制,对于提升构件力学性能,解决实际生产问题具有重要指导意义。

受限于材料的不透明性,光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)、透射电子显微镜(TEM)等传统的离位表征方法仅限于凝固后熔池组织结构及缺陷二维特征的评定^[11]。高速热成像、可见光成像等准原位表征方法适合集成到制造装备中,但也仅限于提供制造过程中样品的表面信息^[12-13]。X 射线具有强穿透性及高时空分辨率,衍生出的 X 射线计算机断层扫描(X-CT)技术可无损检测样品内部结构、精确表征缺陷三维特征^[14-15],X 射线衍射技术可以实现对固态

相变及残余应力的分析^[16],X 射线成像技术可以原位再现打印过程中的熔池动力学及缺陷演变过程^[17]。

与常规 X 射线相比,同步辐射光源亮度高出 4~12 个数量级^[18],具有高通量、宽频谱、强穿透性、高时空分辨率等显著优势。同步辐射 X 射线成像在增材制造材料表征领域已显现出巨大的应用潜力及广阔的应用前景,研究的材料包括钛合金、镍基高温合金、铝合金等^[19]。本文综述了 LPBF 制造金属构件中常见的缺陷种类及缺陷评定方法,详细介绍了同步辐射 X 射线在熔池动力学行为追踪、缺陷形成机理上的研究进展,并对其未来发展进行了展望。

1 金属激光粉末床熔融成形中常见缺陷种类

金属 LPBF 成形过程是一个多尺度、多物理场的耦合过程,在循环的快速加热冷却环境下,熔池及其周围材料在极端非平衡凝固过程中容易产生各种缺陷^[20-21]。LPBF 制造中常见缺陷尺度分布从纳米级到毫米级,分为翘曲变形、表面粗糙等外部缺陷及裂纹、孔隙等内部缺陷,具体情况如图 1 所示^[11,22-27]。

1.1 外部缺陷

翘曲变形及分层主要由宏观残余应力引起。热

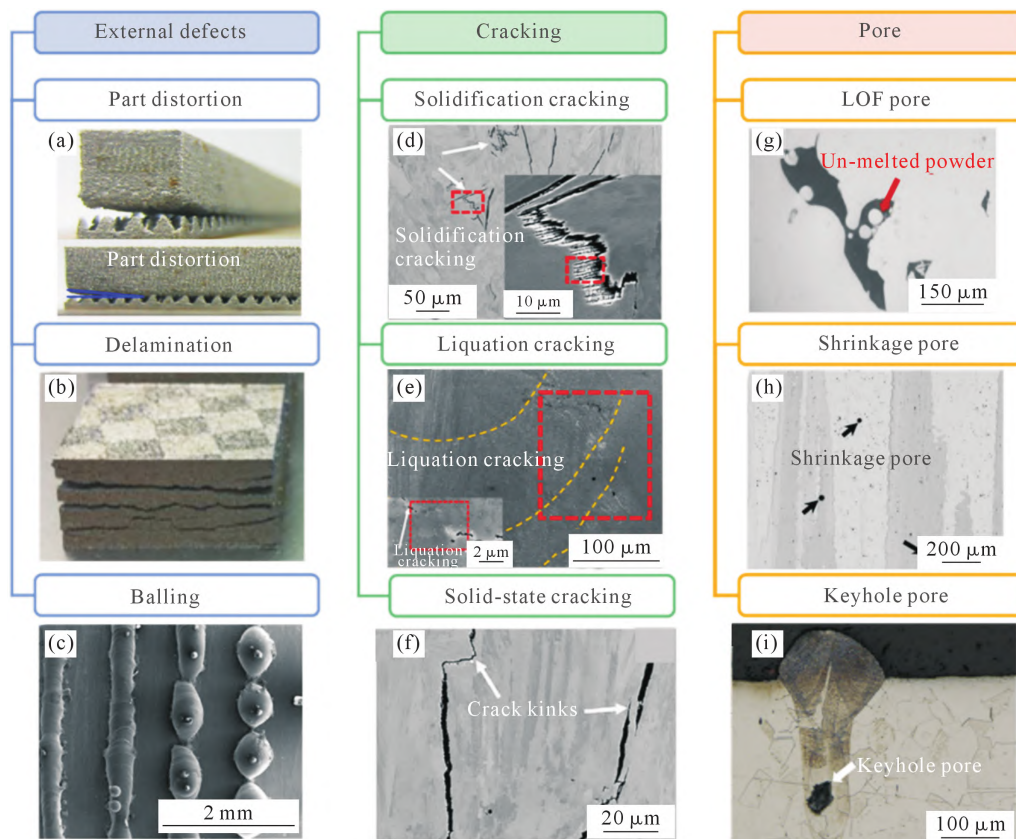


图 1 金属增材制造缺陷分类:(a) 翘曲变形,(b) 分层开裂,(c) 轨道球化,(d) 凝固裂纹,(e) 液化裂纹,(f) 冷裂纹,(g) 未熔合,(h) 气孔,(i) 匙孔气泡^[11,22-27]

Fig.1 Classification of metal additive manufacturing defects: (a) part distortion, (b) delamination, (c) balling, (d) solidification cracks, (e) liquation cracks, (f) solid-state cracks, (g) lack of fusion (LOF) pores, (h) shrinkage pores, (i) keyhole pores^[11,22-27]

循环过程中较高温度梯度引起的热应力、瞬时非平衡固态相变引起的相变组织应力、强约束下熔池快速凝固收缩引起的约束应力均会导致残余应力产生^[28]。当零件内部残余应力低于抗拉强度但高于屈服强度时,可以通过翘曲变形来释放残余应力^[29],否则零件开裂分层,如图 1a 和 b 所示^[22-23]。长薄壁件及零件支撑处容易发生翘曲变形。翘曲变形会导致打印表面不平整,影响成形件尺寸精度,甚至会损害刮刀导致打印失败。

表面粗糙指零件表面不平整不规则。影响表面粗糙度的因素主要有:粉末未完全熔化、球化效应及阶梯效应^[30]。当能量输入密度不足时,部分未完全熔化的粉末黏附于零件表面,此时粉末粒径同粗糙度处于一个数量级^[31]。不同表面取向、粉末粒径会造成不同的表面粗糙度,侧表面粗糙度高于顶表面,大尺寸粉末颗粒更难熔化,光洁度更差^[12]。球化效应是造成表面粗糙的另一重要原因,指高扫描速率下形成的狭长熔池为了降低表面能,熔池分裂并在两侧凝固成球形,如图 1c 所示^[24]。球化效应冶金行为复杂,主要由低能量密度下熔池较差的润湿性及高扫描速率下液滴飞溅引起^[12,30]。球化效应不仅导致表面粗糙及粉末沉积不均匀,严重的话会造成孔隙甚至分层。材料逐层叠加形成零件表面或斜面时会形成阶梯效应,此时表面粗糙度取决于层厚及相对于构造方向的倾斜角度,层厚越大阶梯效应越明显,粗糙度越大^[32]。

1.2 内部缺陷

裂纹是增材制造金属构件中一类常见的缺陷,根据其产生时金属的温度,可以分为热裂纹及冷裂纹两类。其中热裂纹又可以分为凝固裂纹、液化裂纹,冷裂纹可以进一步分为应变时效裂纹及延展浸渍裂纹^[30]。热裂纹发生在较高温度范围下,存在树枝晶间液膜及较高热应力是产生热裂纹的两个必要条件^[27]。如图 1d 所示^[25],凝固裂纹是指在凝固末期糊状区时,枝晶间高熔点碳化物及枝晶间搭接阻碍液相流动,致使枝晶间液相补缩不足,又因凝固收缩及热收缩产生的残余应力集中于液膜附近,最终导致沿枝晶开裂。凝固裂纹间隙较大,可见明显胞状或树枝状形貌^[25,27]。液化裂纹发生在热影响区(图 1e)^[25],在热循环过程中热影响区处于较高温度时,低熔点相重熔形成液相薄膜,液膜在残余应力作用下沿晶界开裂,裂纹扩展路径曲折且裂纹附近常见有元素偏析,液化裂纹常见于镍基高温合金中^[33]。

冷裂纹一般发生在 LPBF 制造结束后材料应力集中的部位,主要由金属脆性及热收缩中产生的较

大残余应力导致。打印过程中,激光束的循环加热冷却使得残余应力不断累积,同时激光束分解水分产生的氢原子,在应力梯度的作用下扩散到应力集中区域,并与金属原子作用降低金属原子间结合力,导致冷裂纹的产生、扩展(氢脆理论)。图 1f 所示冷裂纹在晶界处无液相、枝晶痕迹,扩展路径更直且常伴有尖锐的转折^[25]。冷裂纹长度可能远大于熔池尺寸,可沿着之前存在的热裂纹缝隙扩展^[34]。冷裂纹的产生具有一定延时性,但是一旦产生会立即扩展并发生脆性断裂,对生产带来灾难性破坏。成形材料室温塑性越低、结构尺寸越大、过渡圆角越小,结构截面突变,越容易产生冷裂纹。在马氏体含量高的合金中,较高的硬度及较低的塑性使得残余应力难以释放,容易导致冷裂纹的产生,如 M2 高速钢^[23]。根据成因可进一步将冷裂纹分为应变时效裂纹(strain-age cracking, SAC)及延展浸渍裂纹(ductility dip cracking, DDC)^[30]。应变时效裂纹常见于沉淀硬化镍基高温合金中,当热循环过程中热影响区处于实效温度时产生析出相,晶格不匹配导致应力集中及热影响区延展性降低,导致沿晶裂纹产生^[35]。延展浸渍裂纹常见于奥氏体合金及镍基高温合金中,是指在热循环过程中,较高温度区间($0.5\sim 0.7 T_m$,其中 T_m 为合金熔点温度)时晶界塑性下降,晶界在残余应力及相变应力作用下滑动形成沿晶裂纹^[33]。有学者认为延展浸渍裂纹的形成跟蠕变状晶界有关,大角度晶界及较大晶粒更容易诱发延展性浸渍开裂^[30]。

孔隙分为未熔合孔、气孔及匙孔气泡。未熔合是指输入能量密度较低时,形成的小而浅的熔池轨道搭接不足,从而引起层间结合不良或层内熔合不充,如图 1g 所示^[26]。低能量输入密度下引发的球化效应导致当前层扫描轨迹不连续,进而阻碍下一层粉末铺展,加剧了层间未熔合的产生。未熔合孔形状不规则,多呈细长空腔状,腔内一般伴有未熔化粉末出现,大小从 $50\ \mu\text{m}$ 至几毫米不等^[36]。未熔合缺陷容易在残余应力作用下或服役过程中成为裂纹的起源,损害构件性能。气孔是熔池在熔化过程中捕获了保护气或者粉末中夹杂的气体,且在后续凝固过程中来不及排除形成的。此外,由于气体在高温金属液中溶解度高更容易富集,在金属固化过程中析出也会形成气孔。气孔大多为规则的小圆孔,尺寸在 $5\sim 20\ \mu\text{m}$ 左右^[29],如图 1h 所示^[27]。匙孔气泡是熔池不稳定导致的,随着输入能量密度提高,熔池变得深而窄,金属蒸气产生的反冲压力使得熔池震荡波动,熔池失稳坍塌后将金属气体包裹,凝固后形成匙孔气泡。如图 1i 所示^[11],匙孔气泡位于熔池底部,形态不

一、体积较大,尺寸为 10~50 μm 左右^[36]。

2 缺陷表征、统计与调控

2.1 缺陷表征方法

缺陷的表征与统计聚焦于缺陷种类、形态、尺寸、数量、位置分布等信息,表征方法一般分为离位方法、准原位方法及原位方法 3 种。OM、SEM 等离位表征方法快速方便,可提供缺陷的二维形态,但应尽可能选择大范围区域进行表征以获取更加准确的结果^[29]。X-CT 可无损检测样品内部结构,精确表征缺陷三维特征^[14-15],但也仅限于凝固后缺陷的评定。高速热成像、可见光成像等准原位表征方法可以捕捉打印过程中样品表面或以上的信息,如表面温度、颗粒飞溅、金属射流等^[10]。然而,增材制造过程中许多重要物理现象都在表面以下,同步辐射 X 射线成像可以克服材料不透明性,原位再现打印过程中内部的熔池动力学行为及缺陷演变过程^[17]。同步辐射 X 射线衍射及中子衍射可以无损地测量构件内部残余应力和晶相、晶粒尺寸、位错及织构等

晶体结构信息的三维分布,除此之外,X 射线衍射及中子衍射可以原位研究材料在制备及加载过程中的力学行为及晶体取向。同步辐射 X 射线表征及中子衍射表征技术在增材制造机理及服役行为研究方面具有不可替代的优越性。图 2 对上述表征方法进行了简单总结^[5,39-44]。

2.1.1 离位表征方法

OM 广泛应用于缺陷分布、组织结构及熔池形状等方面的表征^[29]。OM 可以直观的分辨孔隙、裂纹等缺陷,而不造成失真。为了克服表面凹凸造成的不聚焦问题,也有学者利用共聚焦光学显微镜来表征表面缺陷^[37]。但是光学显微镜是一种离位、破坏性观测方法,无法获得材料内部缺陷的三维信息。

SEM、TEM 等方法因具有高的空间分辨率,成为离位表征材料微观结构使用最广泛的技术。SEM 中收集的电子背散射衍射(EBSD)图像可以获得晶粒的形态和方向,能谱仪或波谱仪可以获得不同结构的化学成分。TEM 可以通过明场、暗场成像可视化的展示晶粒结构及位错网^[38]。值得注意的是,动态

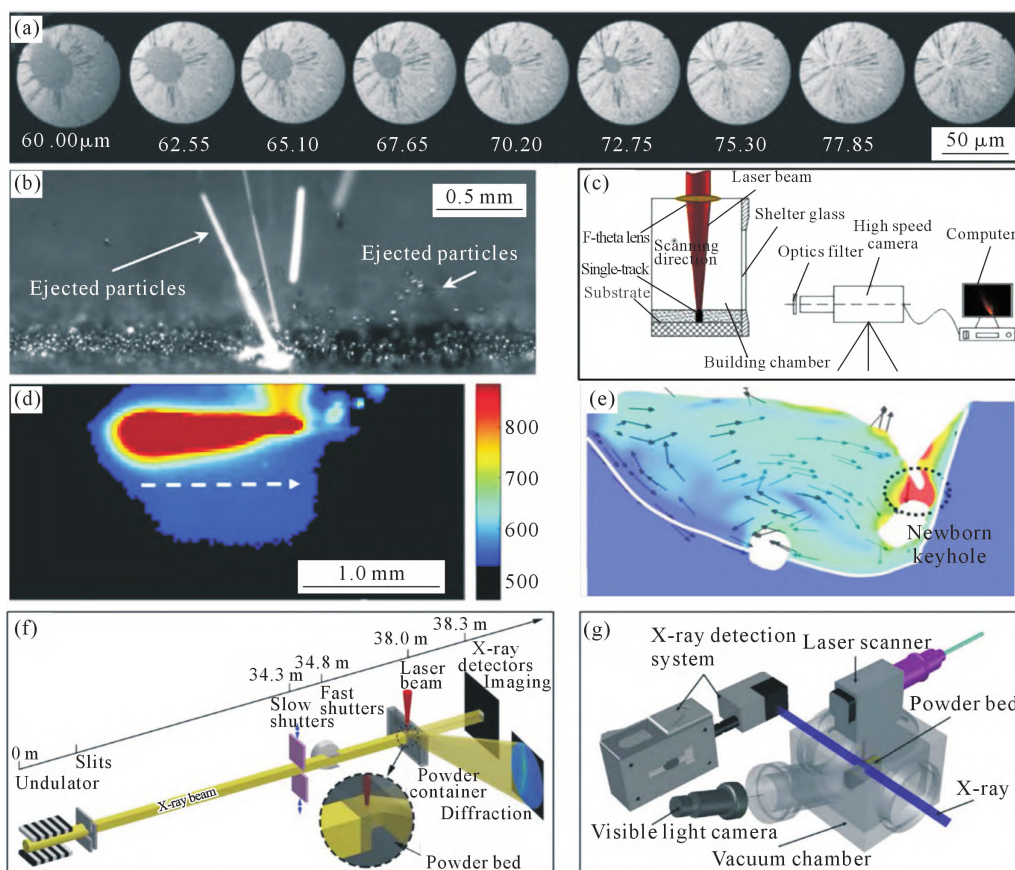


图 2 典型表征方法示意图:(a) DTEM 表征 Al-11%Cu(原子分数)合金凝固过程,(b) 高速可见光成像表征 316L 在增材制造过程中的颗粒飞溅行为,(c) 高速可见光成像原理图,(d) 高速红外热成像表征 Ti-6Al-4V 增材制造过程中的熔池热信息,(e) 匙孔形成过程数值模拟,(f) 同步辐射 X 射线成像原理图—APS 32-ID-B,(g) 同步辐射 X 射线成像原理图—钻石光源 I13-2^[5,39-44]

Fig.2 Schematic diagram of a typical characterization method: (a) DTEM movie mode bright-field image series showing the solidification of Al-11at. %Cu alloy, (b) high-speed imaging to characterize the particle splash behavior of 316L stainless steel during additive manufacturing, (c) schematic diagram of a high-speed camera, (d) infrared red imaging to characterize the melt pool heat information of Ti-6Al-4V during additive manufacturing, (e) numerical simulation of keyhole formation process, (f) fixed-point heating at the 32-ID-B beamline of the Advanced Photon Source(APS), (g) the I13-2 beamline of the Diamond Light Source^[5,39-44]

透射电子显微镜(DTEM)拥有与同步辐射 X 射线成像相似的时间、空间分辨率(MHz 帧速率、ns 曝光时间),却拥有近似 TEM 的高空间分辨率,允许以纳米级的时空分辨率定量测量凝固界面移动速度,如图 2a 所示^[39],是研究金属增材构件在特定条件下快速熔化凝固行为的有效手段。

X-CT 是目前研究增材构件尺寸精度及内部孔隙的主要手段,可以非破坏性的获取内部缺陷类型、数量、位置分布及形态取向等信息^[45],被用来研究粉末粒径形态、打印工艺参数、后热处理等条件参数对构件内部质量的影响,及内部缺陷与构件拉伸、疲劳等力学性的关系^[46]。X-CT 的数据质量受制于图像的分辨率及对比度,由于 X 射线的穿透有限,观测样品的尺寸及密度要求严格,其空间分辨率约为其像素尺寸的 3 倍^[12]。

2.1.2 准原位表征方法

增材构件中许多缺陷起源于分层制造过程,准原位/原位观测增材制造过程中粉末铺展、激光-粉末相互作用、熔池特征等物理过程,有助于分析缺陷的形成机理,为控制工艺参数调控缺陷提供基础。目前常见的准原位表征手段有高速可见光成像、高速红外热成像及数值模拟^[47]。

高速可见光成像采用 380~800 nm 波长的相机进行高分辨率、高扫描速率成像,粉末异常、飞溅、熔池特征、表面质量等表面信息被表征^[46]。高速可见光成像受到成形室压强及气体种类的影响,氧化性气体及较高的压力会产生更强的光信号。Bidare 等^[40]借助高速可见光成像研究了 316L 增材制造过程中金属射流与蒸汽飞溅之间的关系,发现高激光功率下金属射流对粉末床的破坏严重,并促进了大颗粒飞溅的形成与喷射,如图 2b 所示。可以通过调整激光功率、扫描速率等加工参数,改变蒸汽凹陷形状尺寸,进而改变蒸汽射流的方向,减少飞溅的发生^[48]。

高速红外热成像强调了增材过程对热条件的依赖性,集中于温度场的监控。红外测量可用来获得熔池温度、形貌以监测增材制造过程中的相变温度^[46]。Gould 等^[42]利用高速红外热成像实现了蒸汽射流、粉末飞溅及表面热历史与点冷却速率的动态监测,如图 2d 所示^[42],熔池温度场可实时监测,发现熔池峰值温度可达 7 000 K,冷却速率在 10^6 K/s 数量级。熔池温度异常可以判定为此处缺陷可能形成,结合离位测试结果,可以有效分析缺陷形成机理。高速红外热成像无需接触试样,工作温度范围宽,但其需要高速数据采集(10 kHz),并需要校准材料的发射率及背景温度以保证实验结果的准确性,且检

测的视场范围有限^[49]。

LPBF 增材制造过程数值模拟是涉及多物理场的跨尺度模拟。宏观尺度下的温度场及残余应力模拟常用有限元法(finite element method, FEM),介观尺度下的粉末颗粒及熔池行为模拟常用格子玻尔兹曼法(lattice Boltzmann method, LBM)及有限体积法(finite volume method, FVM),微观尺度下凝固行为的模拟常用相场法(phase field method, PFM)、蒙特卡洛法(Monte Carlo method, MCM)及元胞自动机法(cellular automata method, CAM)。LPBF 制造过程模拟首先要选择热源模型来模拟激光对粉床的作用方式,以预测熔池温度曲线、熔体流动,获得缺陷形成、析出相成分及晶体取向转变等信息,并用作微观结构模型的输入源,获得凝固组织结构及残余应力等信息。PFM、MCM 及 CAM 是典型的微观模型建模方法,其中 PFM 可以捕获凝固组织中的亚晶粒特征,MCM 在模拟晶粒生长行为,特别是再结晶行为方面简单高效,CAM 在凝固组织模拟中应用最为广泛。由于 LPBF 制造过程涉及多尺度多物理场,要求数值模拟从多角度尽可能全面地对增材制造过程进行研究,从宏观尺度上模拟温度和应力,介观尺度上揭示粉末床上所发生的热演变过程,微观尺度上揭示组织、应力、缺陷等衍化机理,图 2e 所示为数值模拟匙孔形成过程示意图^[43]。

2.1.3 原位表征方法

同步辐射 X 射线成像使得增材制造过程中的许多重要现象可以用微米空间分辨率及亚纳秒时间分辨率进行观测,如熔池动力学、匙孔动力学、粉末与熔池的相互作用等,是目前最直观反映增材制造过程中缺陷形成原因的原位手段^[13,45,50]。X 射线衍射与中子衍射可以获得点阵应变信息,在无损伤检测构架内部残余应力方面具有显著优势,尤其是具有更强穿透力的中子衍射。除此之外,X 射线衍射和中子衍射技术也可以高分辨获得晶相、晶粒尺寸、位错及织构等晶体结构信息的三维分布,还可以原位研究材料在制备及加载过程中的力学行为及晶体取向^[51]。目前,同步辐射 X 射线表征及中子衍射表征技术主要应用于原位观测打印过程中熔池动力学及内部缺陷形成过程、相变动力学行为及微观结构衍化、内应力的累积及成形件残余应力的测量、内部缺陷在服役测试(拉伸、疲劳)中对构件力学性能的影响等方面^[51]。

2017 年,Zhao 等^[5]在美国阿贡实验室先进光子源(advanced photon source, APS)首次实现激光增材制造与同步辐射 X 射线成像的结合,通过自制 LPBF 实验平台进行定点原位加热,实现熔池结构衍化、粉

末运动及凝固动力学行为的原位观测,获得了第一批增材制造过程原位监测数据,如图 2f 所示^[5],X 射线依次通过慢门、快门、粉末床,作用在碳玻璃板与基板组成的微型粉末床上,闪烁体将 X 射线信号转变为可见光并由高速摄像机记录下来。这项工作的开展推动增材制造从试错模式转变为机理研究模式^[10],学者们可以依托原位过程信息,探究熔池传热模式^[17,43,52-54]、熔池动力学行为^[48,50,55]、缺陷产生机理^[43,50,56]等,来推动增材制造技术的发展。而在世界范围内,越来越多的科研机构开始应用同步辐射 X 射线成像来研究增材制造过程中的关键问题,除阿贡实验室外还有斯坦福大学、卡内基梅隆大学、清华大学等^[10]。

2.2 缺陷特征统计

增材制造缺陷的统计与表征是优化工艺参数、探索缺陷形成机理及预测成形件性能的基础。通过

OM、SEM 等可以获得缺陷的二维形貌,X-CT 可以实现缺陷的三维可视化,获取缺陷数量、位置、尺寸、形态和取向等规律信息。如图 3a 所示^[57],利用 X-CT 三维重构 Ti-6Al-4V 构件中的气孔及未熔合缺陷,发现气孔尺寸小、数量多、形貌规则、多分布于熔池内部,未熔合数量少、尺寸大、形貌复杂、多分布于熔池边缘。利用 X-CT 还可以更方便的研究缺陷形态细节,如图 3b 所示^[58]。体积、等效直径、Feret 直径、Murakami 参数 $(area)^{1/2}$ 等特征参量用来表征缺陷尺寸。其中等效直径为与缺陷具有相同体积的圆球直径,Feret 直径为缺陷轮廓上最远两点的直线距离, $(area)^{1/2}$ 是三维缺陷在垂直于加载方向上的投影面积平方根值,有效解决了不规则缺陷尺寸定义问题^[15,58-59]。

球度、长宽比是表征缺陷形态的几何参数。球度定义为与缺陷具有相同体积的标准球表面积与缺

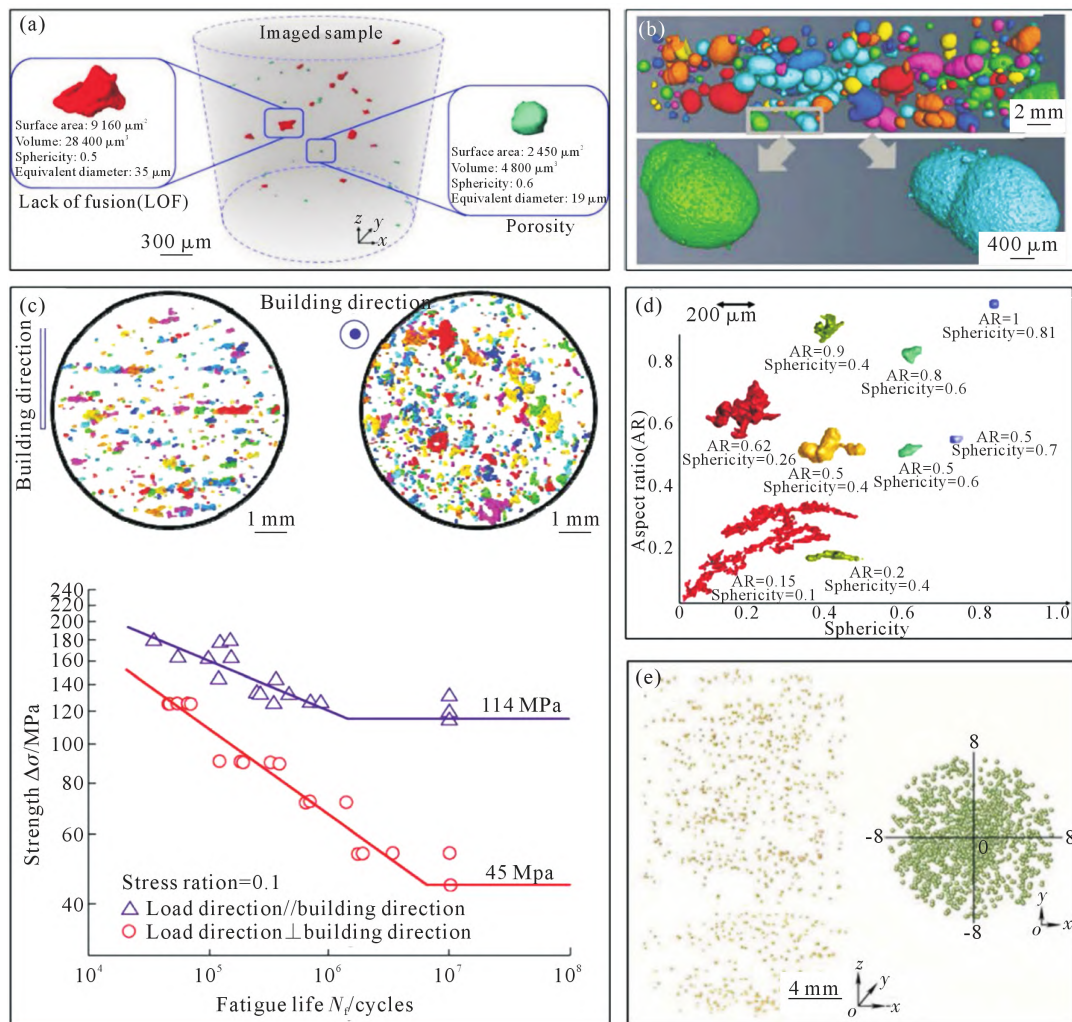


图 3 缺陷代表性统计结果:(a) X-CT 三维重构 Ti-6Al-4V 构件中的气孔及未熔合缺陷,(b) X-CT 表征丝弧增材钼金属中缺陷细节放大图,(c) AlSi10Mg 合金内部缺陷分布对疲劳寿命的影响,(d) Ti-6Al-4V 合金内部缺陷的长宽比与球度,(e) Ti-6Al-4V 圆柱构件内部缺陷空间分布^[12,57-59]

Fig.3 Representative statistical results of defects : (a) X-CT reconstructed representative porosity and LOF defects of Ti-6Al-4V, (b) X-CT characterization of defect detail in wire arc additive molybdenum metal, (c) effect of internal defect distribution on fatigue life of AlSi10Mg alloy, (d) aspect ratio and sphericity of internal defects in Ti-6Al-4V alloy, (e) spatial distribution of defects in Ti-6Al-4V cylindrical components^[12,57-59]

陷面积的比值,标准球体球度为 1,大多数气孔的球度分布在 0.5~0.7,未熔合球度分布在 0.4~0.6,增材制造球度分布符合正态分布,拟合优度为 0.93^[57]。长宽比表征缺陷的扁平程度,是将缺陷等效为椭球形,取短轴与长轴的数值比,取值 0~1,数值越小表明缺陷越狭长^[59-60]。图 3d 展示了 Ti-6Al-4V 合金内部缺陷的长宽比与球度^[59],发现当球度与长宽比数值均较小时,缺陷为形状不规则、细长的相互连接的未熔合缺陷,当二者数值均较大时,缺陷衍变为球形的气孔。

采用缺陷中心至材料表面的最短距离来表征缺陷的分布位置。当试样为圆柱状时,圆柱半径与缺陷中心对应截面到圆心的距离差值叫做径向距离,是量化圆柱形构件内部缺陷位置的重要参量。图 3e 展示了 Ti-6Al-4V 圆柱构件内部缺陷空间分布^[57],可见缺陷沿着构建方向均匀分布。将三维缺陷外接椭球等效为缺陷模型,椭球长半轴与中半轴所在平面法向与加载方向夹角 θ 作为特征角度来表征缺陷取向性, θ 介于 0°~90°,随着 θ 的增加,缺陷投影面积逐渐减小,(area)^{1/2} 也减小。缺陷具有明显的取向性,平行于构建方向的缺陷投影面积较小,缺陷多为狭长形;垂直于构建方向的缺陷投影较大,多为不规则饼状,如图 3c 所示^[12]。缺陷空间取向性差异会导致力学性能各向异性^[61-63],当加载方向与堆积方向平行时,材料的高周疲劳性能显著高于加载方向与堆积方向垂直时的情况,这是因为在垂直堆积方向上较大的缺陷投影面积促进了疲劳裂纹的扩展。

2.3 缺陷的调控方式

增材制造构件缺陷的影响因素众多,学者们将缺陷的调控方式分为加工环境、粉床环境、工艺参数、扫描策略、后处理五类^[29]。

激光增材制造发生在一个充满氩气或其他保护气的密闭腔室中,通过控制气压、气流及含氧量等加工环境可以调控缺陷的形成。腔室内风场气流大小及气流方向影响液滴飞溅程度,亦会导致局部压力改变影响熔池的稳定性。气流过大液滴飞溅激烈,未熔合缺陷增多^[44];气流风向与激光束运动方向一致时会引发熔池的不稳定性,最好采用循环向下输送气体的环流系统^[64]。亚大气压下熔池表面反冲压力增加,这使得熔池内气体溢出能力提升,熔池不易塌陷,抑制匙孔气泡生成^[65]。由于氧化物会降低熔池的润湿性,成形室氧含量的降低可以减小氧化物形成的可能性,进而抑制球化的发生^[24]。

粉末粒径、粉床铺展疏松度、基板温度等也会影响增材制造缺陷的产生。柔性刮刀可以增加粉床的

致密度,提升打印效果^[66]。基板预热可以降低打印过程中的温度梯度,减小残余应力^[67]。Escano 等^[68]在 316L 粉末扩散动力学研究中,通过对比两种粒径粉末的坡面速度、坡面粗糙度及粉末前沿的动态变化,发现粒度是影响粉末流动性的重要参数,大尺寸粉末坡面流速更大,而粉末团簇因坡面流动困难阻碍扩散行为,容易导致缺陷产生。Asherloo 等^[69]在激光-粉末交互作用的研究过程中发现,与雾化球形粉末相比,非球形氢化物-脱氢(hydrogenation-dehydrogenation, HDH)粉末堆积密度低,对激光的遮蔽效应更大,容易形成匙孔气泡降低零件的致密度。

激光功率、扫描速率、扫描间距及铺粉层厚是影响增材制造的主要工艺参数^[4,29]。过高的能量密度输入会引发熔池不稳定、飞溅严重及较大的温度梯度,进而造成匙孔气泡、未熔合、裂纹等缺陷增加。能量输入过低则会导致粉末熔化不完全,形成未熔合、球化等缺陷^[70]。扫描间距为相邻扫描轨道间间距,会影响熔池的搭接率,适当增加扫描间距可以减少熔池的重熔次数,减小残余应力^[71],也使得缺陷分布更加规律化^[72]。不同铺粉层厚下可以调控工艺参数形成致密度良好的成形件,但是在相同的成形质量下,厚粉层的成形效率为薄粉层厚度的 2.7 倍^[29]。

扫描策略包括扫描方向、扫描顺序及扫描分区,不同扫描策略下缺陷的位置及孔隙率差异较大。交错排列的扫描方向有利于改变熔道的重叠状态,与之字形扫描策略相比,交叉策略制造的零件致密度更高^[71]。Stef 等^[14]利用 X-CT 表征了不同扫描策略下 Ti-6Al-4V 局部缺陷分布情况,发现未熔合缺陷更倾向于分布在上下沉积层间扫描路径的交叉区域,且集中分布的复杂形貌大尺寸缺陷严重降低了构件的拉伸性能。合理的扫描策略可以减少缺陷的产生,有利于提高材料服役性能^[14]。

后处理可以改变打印完成构件的组织微观结构及残余应力分布,改善外部表面粗糙度及内部孔隙缺陷。表面抛光、喷丸强化等方法可以降低表面粗糙度,同时喷丸强化会在试样表面产生高压残余应力,提高构件抗疲劳性能^[73]。加工处理去除粗糙表面后,亚表面缺陷被带到试样表面,这些缺陷处容易产生应力集中,发展成裂纹萌生部位,降低构件疲劳寿命,甚至比粗糙表面的危害程度更大^[74]。热等静压(hot isostatic pressing, HIP)及后续热处理是减少内部缺陷,降低孔隙率,改善组织结构的常用方法,在惰性气体氛围中对零件进行高温高压处理,高温使得屈服强度降低但扩散率提高,高压导致小规模塑性流动,致使缺陷坍塌,从而达到降低孔隙率的目的^[75-76]。

对镍基高温合金、不锈钢等材料,HIP 处理可以降低裂纹敏感性,减少热裂纹的产生,但 HIP 会导致结构粗化,降低构件力学性能^[77],随后的热处理又可能导致缺陷再次产生^[78]。值得注意的是,HIP 并无法消除所有孔隙,对表面粗糙度没有明显改善作用^[76]。

3 原位表征熔池动力学行为及缺陷形成机理

激光-粉末、激光-熔池以及激光-金属蒸汽之间具有复杂的交互作用,影响熔体流动及熔化模式,导致缺陷的产生及缺陷位置的改变。同步辐射 X 射线成像可以原位表征激光增材制造过程中熔池动力学行为及内部缺陷形成过程、相变动力学行为及微观结构衍化、内应力的累积及成形件残余应力的测量、内部缺陷在服役测试(拉伸、疲劳)中对构件力学性能的影响等物理学过程^[51]。本节详细介绍了同步辐射 X 射线成像在研究金属激光增材制造过程中熔池动力学行为及缺陷形成机理上的研究进展。

3.1 熔池动力学行为

熔池的动力学行为与金属汽化息息相关,金属汽化是激光-粉末相互作用过程中的重要物理现象,是熔池形状特性的关键影响因素。高能激光束熔化粉末床形成熔池,当加热温度接近材料沸点时金属汽化,产生的金属蒸汽作用在熔池表面形成反冲压力并在熔池上形成蒸汽凹陷,称为匙孔,匙孔将金属蒸汽包裹在内塌陷后形成匙孔缺陷,同时金属汽化产生的蒸汽射流及作用在熔体上的强烈反冲压力是造成熔体流动不稳定并引起飞溅的关键因素。热毛细管力比反冲压力小几个数量级,沿着界面切线方向驱动 Marangoni 对流,倾向于抑制气液界面的不平整且在局部温度低于材料沸点时作用显著^[21]。图 4 为反冲压力、Marangoni 对流等涉及熔池动力学行为的物理机制间作用关系^[79]。

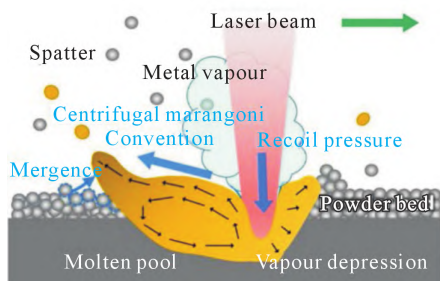


图 4 影响熔池动力学行为的物理现象^[79]

Fig.4 Physical phenomena that affect the dynamic behavior of a melt pool^[79]

3.1.1 熔化模式

金属激光增材制造过程涉及金属汽化、Marangoni

对流及熔池失稳等诸多高动态物理现象,这诸多因素对实际生产来说过于复杂。人们以熔化模式作为连接桥梁,将激光-物质相互作用微观物理现象、加工参数等外部条件与缺陷衍化、组织分布及服役行为等宏观特性连接起来^[53],对增材制造生产具有重要指导意义。

熔化模式分为传导模式、匙孔模式及介于两者之间的过渡模式。当局部温度超过材料沸点时为匙孔模式,后来的研究中发现这一定义过分夸大金属汽化的作用,引入过渡模式,将反冲压力克服表面张力的温度定义为匙孔模式与过渡模式的判定温度^[53]。

熔化模式主要依据熔池形貌来判定,传导模式产生的熔池多为半圆形,当能量输入密度超过某一阈值时转变为匙孔模式,此时熔池窄而深,熔池深度由金属液汽化产生反冲压力控制^[80]。判定方法主要分为基于凝固后熔池横截面的测量及基于凝固过程中熔池及蒸汽凹陷形态的表征两种。在过去十几年间,由于人们缺乏有效的表征手段,基于凝固后熔化模式的确定往往依赖于经验模型或者数值模拟。常将熔池截面宽深比小于 0.5 的定义为传导模式,将宽深比大于 0.8 的定义为匙孔模式,介于二者之间的为过渡模式^[80]。同步辐射 X 射线成像可以观测到熔池的熔化模式转变过程,学者们开始用蒸汽凹陷形貌来重新定义熔化模式,这种可捕获动态激光吸收、蒸汽动力学的原位表征手段使得熔化模式之间的转变界限及转变机理更加明晰^[17,43]。

2017 年 Zhao 等^[5]利用高时空分辨率 APS 光源,首次实现了 LPBF 制造 Ti-6Al-4V 过程中的熔池动力学行为原位监测,通过获得的熔池形状、纵横比等尺寸信息确定了传导模式、匙孔模式这两种典型的熔化模式。Marangoni 对流与反冲压力的竞争决定了传热程度,当激光功率从 340 W 增加到 520 W 时,熔池底部较高的温度使金属蒸汽反冲形成的匙孔更早发生且更深更窄,熔池的纵横比从 0.5 增加到 1.3,从传导模式变成匙孔模式,图 5 所示为原位观测到的匙孔模式衍变全过程^[5]。

熔池形状变化涉及到能量耗散与能量吸收的变化。Guo 等^[81]对相同能量输入密度下 LPBF 增材制造 AlSi10Mg 过程中熔池形貌、尺寸变化进行直接观察与量化,发现 4 种熔池状态,分别为熔池与凹陷区均未出现的无熔池状态,仅出现熔池的传导状态,熔池与凹陷区均出现但凹陷区半宽与深度比($w/2D$)大于 1 的过渡状态及凹陷区半宽与深度比小于 1 的匙孔状态。同时还发现扫描速率主要影响熔池宽度,而激光功率对熔池深度影响较大,导致相同能量输



图5 Ti-6Al-4V 激光粉末床熔融过程中匙孔模式衍变的动态 X 射线图像:(a) 传导模式,(b) 匙孔模式^[5]

Fig.5 Dynamic X-ray imaging of the keyhole mode evolution during the melting of Ti-6Al-4V: (a) conduction mode, (b) keyhole mode^[5]

入密度下材料对能量吸收不同。且相同激光-物质间相互作用时间的差异,导致能量耗散不同,所以同一能量输入密度下也无法获得相同的熔池体积,这也是增材构件最终性能差异较大的原因。

考虑到激光束宽度的影响,研究人员希望在熔池深度与激光功率间建立函数关系来定量表征熔化模式转变。2019年 Cunningham 等^[82]观察到 Ti-6Al-4V 在激光增材制造过程中从粉末/基板熔化、蒸汽凹陷形成与增长、蒸汽凹陷变得不稳定、匙孔形成与生长到熔池形状变化等阶段的全过程,并揭示了随功率密度改变,熔池从传导模式到锁孔模式的转变动力学,表明了匙孔深度及匙孔壁倾角与功率密度的定量关系。忽略激光吸收率的情况下,功率密度表达式为:

$$P = \frac{2P}{\pi D^2} \quad (1)$$

式中, P 为激光功率; D 为激光束直径。沿着扫描方向上匙孔的气液界面倾角 θ 称为前匙孔壁倾角,可以判定匙孔稳定性。在不考虑激光多次反射和吸收

的情况下,Fabbro 等^[83]提出前匙孔壁倾角与穿透深度的简单模型:

$$\tan\theta = \frac{V_d}{V_w} \quad (2)$$

式中, V_w 为扫描速率; V_d 为静止激光束在平面上的钻孔速率。光束强度相等时,匙孔深度为:

$$d = D \times \tan\theta \quad (3)$$

随着扫描速率的增加,前匙孔壁倾角减小,匙孔深度减小^[21]。如图6所示^[83],前匙孔壁角度随功率密度变化具有明显规律性,匙孔深度与前匙孔壁倾角具有线性关系,这对研究者依据功率密度预测前匙孔壁倾角及匙孔深度具有重要意义。

激光吸收与匙孔壁稳定性息息相关,前匙孔壁上主要对激光进行直接吸收,倾角更小的匙孔壁对激光吸收更稳定,气液界面波动不大,当改变工艺参数使得前匙孔壁倾角增加,激光入射角度与匙孔壁近乎平行时,激光吸收变得不稳定,前壁形成驼峰并呈波浪形向池底波动。后匙孔壁主要由前匙孔壁上

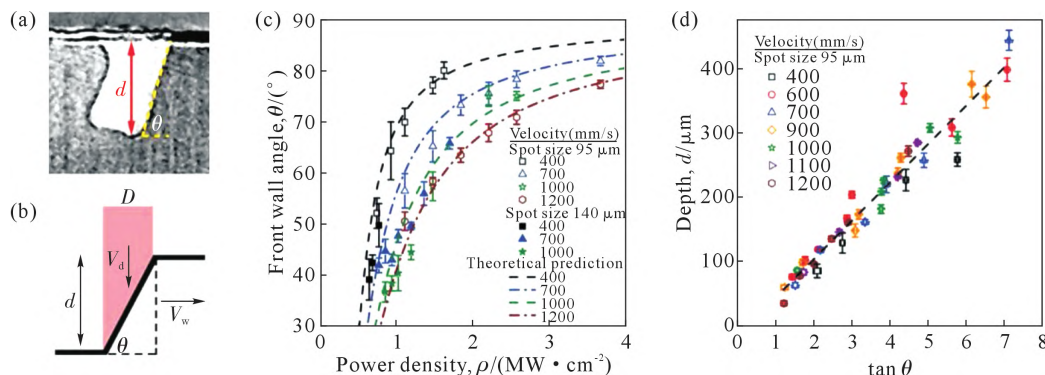


图6 锁孔深度及前匙孔壁角度:(a)实物图,(b)计算示意图,(c)前匙孔壁角度和激光功率密度之间的关系,(d)匙孔深度与前匙孔壁角度关系^[83]

Fig.6 Keyhole depth and front keyhole wall angle: (a) physical diagram, (b) schematic diagram of the calculation of keyhole depth and front keyhole wall angle, (c) the relationship between the angle of the front keyhole wall and the laser power density, (d) the relationship between the depth of the keyhole and the angle of the front keyhole wall^[83]

引发的流体动力学决定,对反射激光的不稳定吸收是后匙孔壁发生波动的根本原因^[21]。增材制造中常用的高激光吸收材料有 Ti-6Al-4V、316L 等,低激光吸收材料有 AlSi10Mg^[80]。

Hann 等^[11]提出依赖加工参数来预测熔化模式转变阈值的归一化模型将蒸汽凹腔深度作为激光功率的线性函数来判定熔化模式转变,如式(4)所示:

$$\frac{\Delta H}{h_m} = \frac{AP}{\rho C T_m \sqrt{\pi D \nu \sigma^3}} \quad (4)$$

式中, $\frac{\Delta H}{h_m}$ 为比焓与熔化焓的比值; A 为材料激光吸收率; P 为激光功率; ρ 为密度; C 为比热容; T_m 为熔点; D 为材料热扩散系数; ν 为扫描速率; σ 为光斑尺寸。Martin 等^[20]利用该模型计算了激光在转折点处匙孔动力学特征,发现稳态扫描过程中归一化焓数值为 12.4,转折点处增大至 31.6,保持归一化焓在转折点处的稳定,可以有效减小匙孔气泡缺陷的产生。但是该模型忽略了金属汽化的影响,对传导模式的预测具有较高精度,但不适用于金属汽化严重的匙孔模式。

Patel 等^[80]进行修正后提出一个依据温度变量及熔池深度变量预测熔化模式转变阈值的分析模型,发现低反射率材料(Ti-6Al-4V、316L)传导模式与过渡模式之间前匙孔壁倾角阈值为 75.96° ,匙孔模式与过渡模式之间前匙孔壁倾角阈值 68.2° 。还发现激光吸收率随着热输入的增加而增加,但在热量输入增加一定量后,无论光束光斑大小如何,大多数材料的激光吸收率在 0.8 左右饱和,达到稳定的匙孔状态。Huang 等^[50]修正后提出归一化焓积 $\frac{\Delta H}{h_m} \cdot L_{th}^*$,定义了稳定匙孔传导模式与不稳定匙孔传导模式间阈值,其中 L_{th}^* 为归一化热扩散长度,测得 Ti-6Al-4V 稳定匙孔与不稳定匙孔间转变时前匙孔壁倾角

为 60° 。

熔化模式的定义探索对实际生产具有重要的指导意义,与其他熔化模式相比,稳定的匙孔模式因良好的层间重熔效果可以有效避免未熔合及匙孔气泡缺陷导致的构件致密度低等问题;窄而深的匙孔存在热毛细管作用,可以捕获并排出后匙孔壁及熔体表面的气孔缺陷;稳定匙孔模式下其匙孔深度宽度基本不受激光、粉末等外在条件突变的影响,保持稳定形貌向前推进;且激光在匙孔内多次反射吸收增加了激光利用率。所以稳态匙孔模式是打印致密构件的最优选择^[53],图 7 为总结出的熔化模式与加工窗口间关系图,加工窗口位于 P - V 空间的中心,周围环绕着几个常见的缺陷区域,只有部分稳定锁孔模式和过渡模式构成加工窗口。

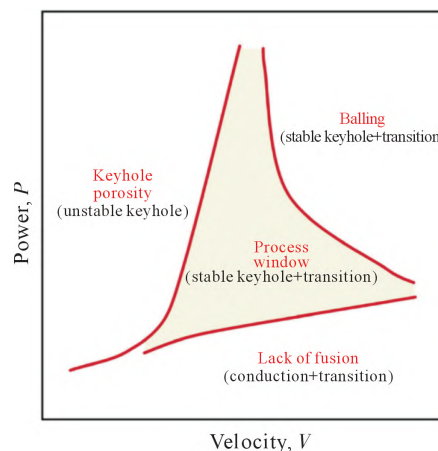


图7 熔化模式与加工窗口关系图^[53]

Fig.7 Diagram of the melting mode and the processing window^[53]

3.1.2 熔池流场

Guo 等^[33]通过在 AlSi10Mg 中添加钨示踪剂,利用同步辐射 X 射线成像首次全流场的揭示了传导模式及匙孔模式下熔池特定位置的流动模式,如图 8 所示。其中图 8a~d 为传导模式下的熔体流动,在激光束前端熔体呈顺时针流动,主要受熔体汽化驱

动,激光束后端逆时针流动,在熔池横截面上也呈现两个方向相反的漩涡,主要受 Marangoni 运动控制。图 8e~l 为匙孔模式,熔体流动内部驱动力作用复杂,平均流速也高于传导模式,作者将熔池分为头部、主体及尾部进行讨论,发现头部存在蒸汽凹陷区,驱动力也以熔体汽化为主,呈顺时针从高压区流向低压区。激光束后方的主体区与尾部区呈逆时针流动,与激光前进方向相反,在主体区主要受到熔体惯性及热对流驱动,在尾部区域则主要为表面张力及热传导驱动熔体流动,且从头部到尾部熔体流动速度逐渐降低。Clark 等^[84]也用钨示踪剂原位观测到熔体内 Marangoni 对流现象,发现钨颗粒不是通过蒸汽凹陷进入熔池后半部分,而是通过凹陷顶部复杂的蒸汽射流,在 Marangoni 作用下向熔池尾部流动并开始往熔池底部沉积,这一发现为利用元素粉原位制造新型合金提供了新思路。

熔体流场内浮力、流动阻力及热毛细管力驱动孔隙运动及孔隙消除。Leung 等^[85]发现在激光闭合熔池凝固之前,由于熔体温度下降流速减慢,浮力占主导地位,孔隙上浮并在熔体表面聚集,通过破裂逃逸消除孔隙。Hojjatzadeh 等^[86]深入研究发现熔体阻力远大于浮力,孔隙会随熔体运动,漂浮或逸出的机会有限,但熔池头部垂直于前匙孔壁方向存在较大的温度梯度,其产生的热毛细管力约为熔体阻力的 3 倍,使得孔隙沿着温度梯度方向从前孔壁逸出。由于孔隙尺寸限制,浮力在稳定激光加热期间发挥的作用微乎其微,孔隙运动主要受到熔体阻力及热毛细管力竞争控制,在熔池头部,热毛细管力驱动孔隙消除,在熔池尾部,熔体阻力控制孔隙循环移动。

反冲压力、表面张力及 Marangoni 对流的动态平衡使得熔池周期性震荡,在蒸汽凹陷形状周期性波动形成表面波,Marangoni 对流将表面波向熔池尾部推进,凝固后在熔轨上形成鱼鳞状波纹。Martin 等^[87]发现前匙孔壁上的驼峰周期性向匙孔底部波动,后匙孔壁的膨胀与之相匹配,也在深度方向波动,导致了熔道表面波形成。在熔体中添加纳米颗粒可以通过增加流体粘度显著降低熔体流动速度,抑制表面波产生,从而改善熔池表面粗糙度^[55]。熔池震荡也会使得熔池边缘润湿捕获新生成的熔珠,这是实现轨道生长的主要机制,同时润湿行为也是实现层间结合的主要机制^[85]。

3.1.3 飞溅行为

熔池内金属蒸汽射流、反冲压力、Marangoni 效应及表面张力间复杂交互作用是飞溅产生的根本原因^[21]。激光作用会在蒸汽凹陷底部产生反冲压力,反冲压力压缩底部金属液加剧热对流效应,当熔体局部动能大于表面张力时就会从熔池中逃逸形成飞溅液滴^[88]。

Zhao 等^[5]首次原位观察到 5 种具有代表性的粉末运动,揭示了反冲压力、Marangoni 对流及氩气流之间复杂的相互作用。如图 9 中 P1 所示,金属蒸汽射流将未熔化粉末颗粒喷溅。P2、P4 所示为粉末颗粒向光斑中心移动,受到蒸汽射流作用发生飞溅,二者溅射角度略有不同,P3 还可以观察到溅射的粉末熔化聚集成一个团块。在打印最后阶段,激光关闭后蒸汽通量较低,P5 所示粉末不会飞溅被吸收进熔池。

Young 等^[89]进一步明晰了这 5 种飞溅的特征,并通过对飞溅速度、大小及方向的量化统计揭示了

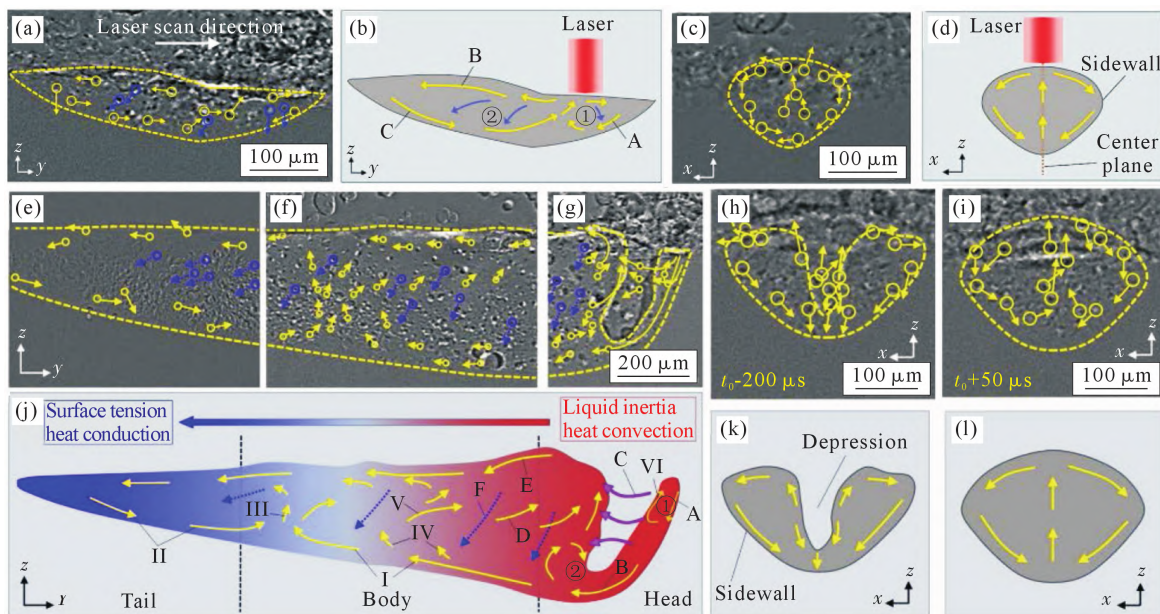


图 8 不同熔化模式下熔体流动示意图:(a~d) 传导模式,(e~l) 匙孔模式^[33]

Fig.8 Schematic diagram of melt flow in different melting modes: (a~d) conduction mode, (e~l) keyhole mode^[33]

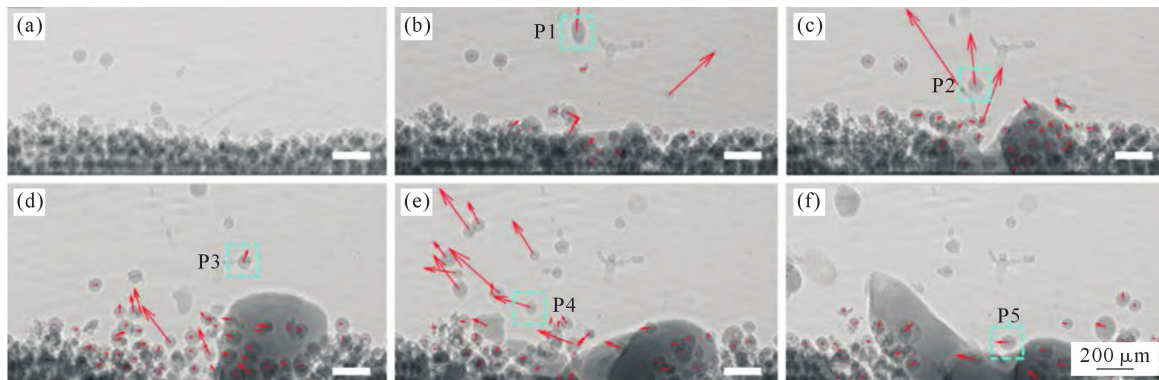


图 9 Ti-6Al-4V 激光粉末床熔融过程中粉末运动跟踪:(a) 0 μs , (b) 200 μs , (c) 400 μs , (d) 600 μs , (e) 800 μs , (f) 1 000 μs ^[5]
Fig.9 Powder motion tracking during the melting of the Ti-6Al-4V laser powder bed: (a) 0 μs , (b) 200 μs , (c) 400 μs , (d) 600 μs , (e) 800 μs , (f) 1 000 μs ^[5]

不同类型飞溅的形成机理。作者将飞溅分为固体飞溅、金属射流飞溅、团聚飞溅(液/固团聚、液/液团聚)、夹带熔化飞溅及缺陷引起的飞溅五种,其形成原理如图 10 所示。固体飞溅一般发生在激光加热初期,如图 10a 所示,金属蒸汽射流导致激光光斑附近未熔化的固体粉末颗粒发生飞溅。激光稳定加热阶段,由于伯努利效应及表面张力驱动,附近粉末颗粒向光斑中心移动,熔池内部 Marangoni 对流及反冲压力驱动金属液从激光束中心向外部流动,润湿并熔化熔池附近的粉末,一部分在表面张力作用下进入熔池,未被熔池捕获的液/固粉末团块在蒸汽射

流作用下飞溅出熔池,发生液/固团聚飞溅,熔池内多个飞溅出的金属液在表面张力作用下合并成更大的液/液团块,称为液/液团聚飞溅(图 10c)。反冲压力导致蒸汽凹陷区熔体不稳定,部分金属液会克服表面张力从熔池中喷出,如图 10b 所示,发生金属射流飞溅。蒸汽射流夹带未熔化粉末经过激光加热区,粉末熔化团聚并喷射,这一现象称为夹带熔化飞溅(图 10d)。当打印层内部存在孔隙等较大缺陷时,熔体流动不稳定,导致飞溅发生,这一现象称为缺陷引起的飞溅(图 10e)。

飞溅行为与匙孔动力学息息相关,Zhao 等^[21]原

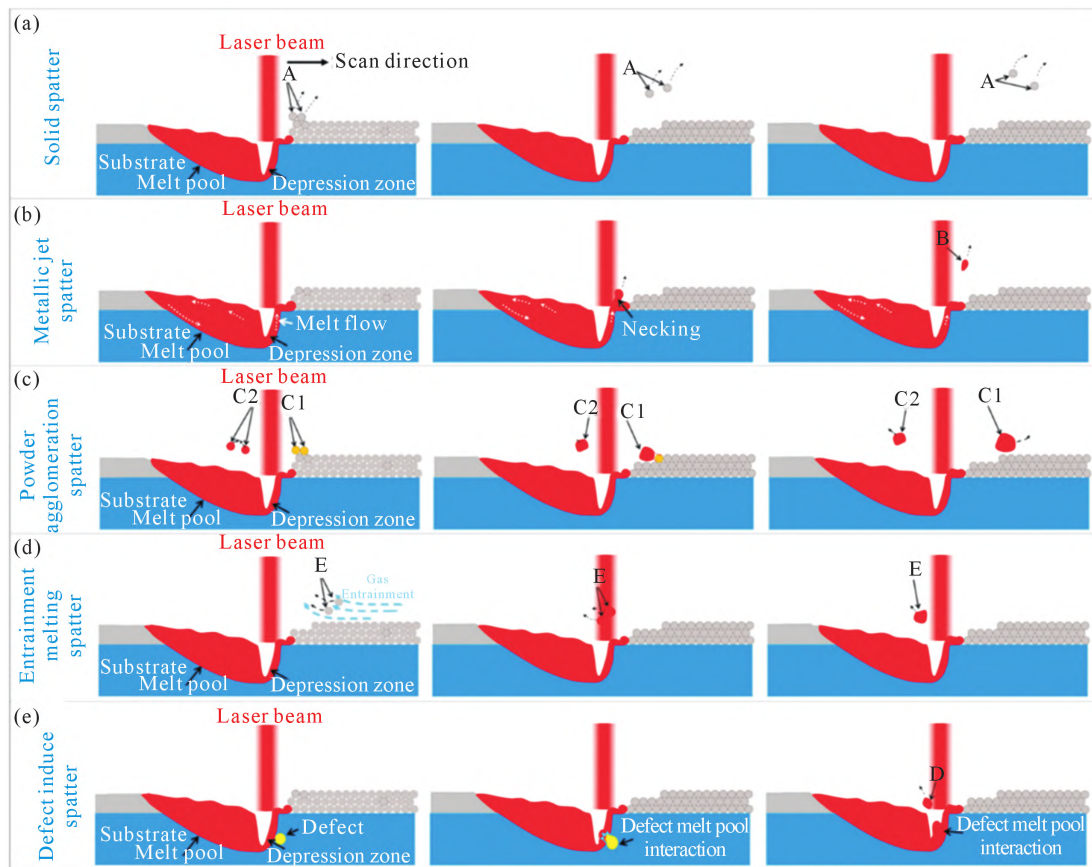


图 10 5 种飞溅形成机理示意图:(a) 固体飞溅,(b) 金属射流,(c) 团聚飞溅,(d) 夹带熔化飞溅,(e) 缺陷引起的飞溅^[89]
Fig.10 Schematic diagram of the formation mechanism of five types of spatter: (a) solid spatter, (b) metal jet spatter, (c) agglomeration spatter, (d) entrained melt spatter, (e) defect induced spatter^[89]

位捕获了匙孔失稳诱导飞溅形成的全过程,揭示了一种新的溅射机制:匙孔状态下,前后匙孔壁间反复反射蒸汽射流,匙孔壁震荡形成舌状突起,舌状突起增加激光吸收,引发内部热结构及舌状结构的不规则波动,失稳后舌状突起爆炸分解为金属蒸汽或者更小的金属液滴逃逸出熔池形飞溅。金属液滴能否从熔池中喷射出取决于蒸汽射流强度与表面张力的竞争,匙孔狭长度不足时,团聚的金属液滴更大可能被熔池重新捕获而不是溅射出^[90]。飞溅的粉末也会阻挡激光路径产生“阴影效应”导致熔池形貌改变及匙孔深度减小,使得局部冷却速率降低进而引起微观组织改变^[69]。蒸汽射流裹挟未熔化粉末进入熔池可以促进轨道生长,飞溅行为也是形成熔池剥蚀区(无粉末区)的主要原因^[85,90]。

飞溅方向对加工参数的依赖性源于加工参数对蒸汽凹腔形状的影响,在高能量密度下蒸汽凹陷从匙孔状转变为低能量密度下的浅圆碗状,蒸汽射流方向从几乎平行于前匙孔壁变为几乎垂直于前匙孔壁,飞溅方向也由此改变^[89]。由于前后匙孔壁倾斜程度差异,匙孔壁上反射的蒸汽射流强度不同,使得在

激光束前后端的飞溅物具有不同的速度^[21]。对其他加工参数,较小的激光功率下熔池流动更加稳定,粉末运动更加温和,飞溅程度缓解,飞溅角度更接近正态分布^[5];扫描速率对飞溅的影响程度不大;层厚增加会导致飞溅分散角减小;激光束尺寸的增加对飞溅物的尺寸、方向没有明显影响,但是飞溅总量增加,小尺寸粉末可以减少飞溅^[91]。

环境压力通过控制蒸汽射流和氩气流的发散角来影响粉末飞溅行为。环境压力的降低会导致固体飞溅程度增加,增加环境压力后,蒸汽射流变窄,可以有效减轻飞溅程度,如图 11 所示^[44],但环境压力增加会使得夹带熔化飞溅恶化^[89]。氩气流晚于蒸汽射流出现,主要作用在激光束后方,二者均在激光束两侧不对称分布。蒸汽射流驱动的粉末运动速度为氩气流的 3 倍,加速度大了一个数量级。蒸汽射流是影响飞溅行为的主要因素,但是可以通过改变环境压力,协同氩气流调控蒸汽射流发散角来改善飞溅程度。纳米颗粒的添加不仅可以通过稳定熔体来提高成形精度,还可以控制激光-粉末作用的不稳定性来消除大的飞溅。Qu 等^[48]发现了两种消除大飞溅

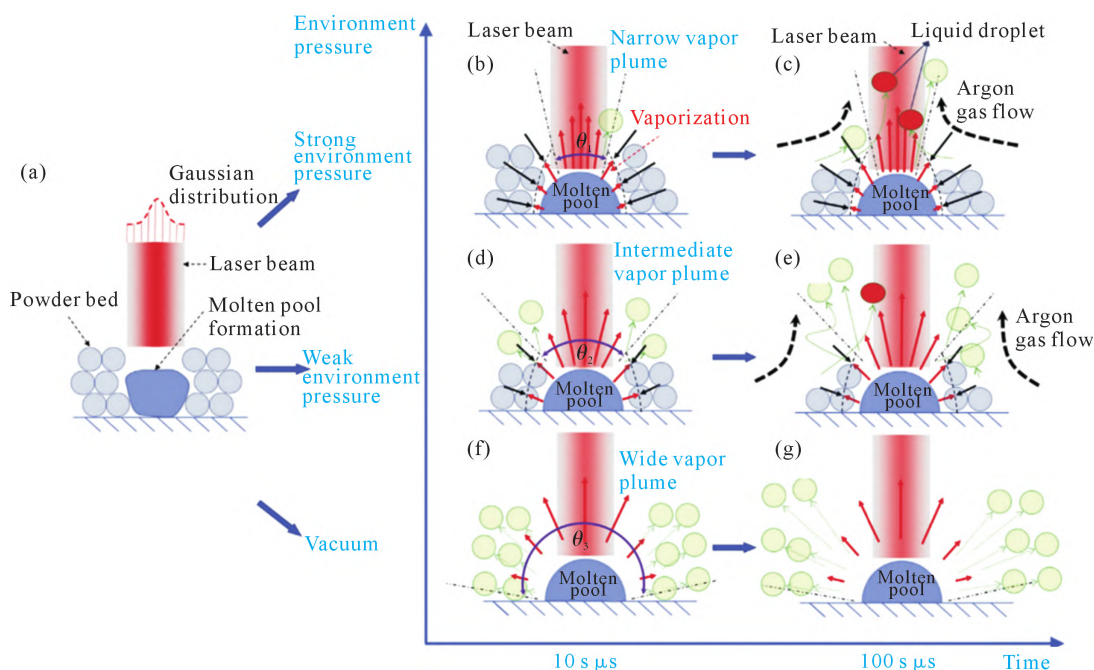


图 11 粉末飞溅行为随时间和环境压力变化示意图,沿横轴显示了粉末飞溅随时间的变化,沿纵轴显示了环境压力对粉末飞溅行为的影响:(a) 高斯激光束熔化粉末的示意图,(b) 强环境压力下的窄蒸汽射流,(c) 弱环境压力下的中间蒸汽射流,(d) 真空环境下的宽蒸汽羽流,(e~f) 在蒸汽射流形成一定时间后,在强环境压力和弱环境压力下产生蒸汽射流诱导的氩气流,(g) 真空环境下自由膨胀的蒸汽羽流驱动粉末喷射。图中红色箭头、黑色箭头分别表示蒸汽压和环境压力的影响,箭头长度表示相对压力强度。粉末移动轨迹用绿色箭头表示^[44]

Fig.11 Schematic diagram of powder splash behavior over time and ambient pressure, showing the change in powder splash over time along the horizontal axis and the effect of ambient pressure on powder splash behavior along the vertical axis: (a) schematic diagram of melting powder by Gaussian laser beam, (b) narrow steam jet at strong ambient pressure, (c) intermediate steam jet under weak ambient pressure, (d) wide steam plume under vacuum. (e~f) after vapor jet formation for a certain time period, the argon gas flow induced by the steam jet is generated under strong ambient pressure and weak ambient pressure, respectively, (g) powder injection driven by a freely expanding vapour plume in a vacuum. The red arrows and black arrows in the figure represent the effects of vapour pressure and ambient pressure, respectively, and the length of the arrows indicates the relative pressure intensity. The powder movement trajectory is indicated by a green arrow^[44]

的协同作用机制:稳定熔池消除液滴破碎引起的大飞溅;阻碍液滴聚集成大尺寸飞溅,为消除飞溅引起的缺陷提供了一种新的思路。

3.2 缺陷形成机理

增材制造过程中熔池处于循环快速加热冷却的非平衡凝固状态,容易产生孔隙、裂纹等缺陷,进而影响增材构件的强度、耐蚀性及疲劳寿命等性能,利用同步辐射 X 射线成像可以原位获得缺陷形成过程信息,深入研究缺陷形成机理。

3.2.1 匙孔

匙孔是由于匙孔壁气液界面周期性震荡失稳,匙孔坍塌后包裹的金属蒸汽未及时排除凝固后形成^[5]。Hojjatzadeh 等^[92]原位观测到增材制造过程中出现的 6 种孔隙并揭示了其形成机理。如图 12 所示,6 种孔隙分别为原料粉末造成的孔隙、匙孔失稳产生的孔隙、熔化过程中挥发物质被熔池捕获造成的孔隙、表面波波动捕获的孔隙、较浅的蒸汽凹陷区波动形成孔隙、裂纹诱导形成的孔隙。其中,原料粉末造成孔隙是因为气体雾化法生产的粉末中夹带着气体孔隙,粉末被熔池润湿捕获后孔进入熔池后壁,凝固后被围在轨道中形成孔隙。匙孔失稳产生的孔隙可分 3 种:①蒸汽凹陷气液界面波动导致匙孔局部宽度减小,失稳坍塌包裹的气体向熔池后端运动,冷却收缩并球形化形成匙孔气泡。②匙孔后壁产生的舌状突起在表面张力作用下球化成气泡,但大部分会立即再次移向后壁消除。以及在轨道末端激光关闭后,蒸汽凹陷气压骤降坍塌形成尺寸较大的匙孔气泡。③熔体表面在突起-平整的波动过程中捕获

气体形成空袭,同时熔池顶部形成的舌状突起失稳飞溅,飞溅物回落熔池后截留部分气体也会形成孔隙。孔隙不仅在匙孔模式下产生,作者还观察到在蒸汽凹陷区较浅的过渡模式下,凹陷区底部波动失稳,气液界面包裹蒸汽也会引起孔隙,但是该现象常见于铝合金,Ti-6Al-4V 中没有观测到这种孔隙形成机制。熔道热撕裂产生的裂纹在下一层打印遇到熔池时会产生大量气孔,在凝固后形成多个球形孔隙。打印过程中挥发性物质汽化被熔池吸收后也会形成孔隙,但是这类机制与原料种类有关。

有学者研究了在激光入射、转折及激光关闭后等不稳定状态下孔隙产生的动力学行为。Simonds 等^[52]发现在激光入射的初始阶段存在较深的匙孔,这是金属汽化与流体动力学共同作用的结果。在熔池形成之前,汽化占主导地位,激光照射前匙孔壁产生较高的反冲压力,作用在后匙孔壁上反射使得匙孔加深,匙孔壁上 Marangoni 对流驱动金属液向与扫描速度相反的较冷区域扩散。二者的协同作用减小了匙孔深度,但是由于热滞后,匙孔深度的改变容易在激光入射点之后形成孔隙。Zhao 等^[5]发现在激光关闭后,匙孔内部产生局部负压,金属板液向熔池中心流动,但高反冲压力扩散出的金属液大部分位于熔池顶部,温度较高流动性好而熔池底部金属液则因糊状无法快速填充型腔,导致匙孔气泡产生,这一过程可以在 50 μs 内完成,之后匙孔气泡进入熔池跟随熔体运动,在凝固前无法逸出则会保留在熔池底部附近,形成匙孔气泡缺陷。Martin 等^[87]提出了激光关闭后轨道末端产生孔隙的两种机制:蒸汽凹

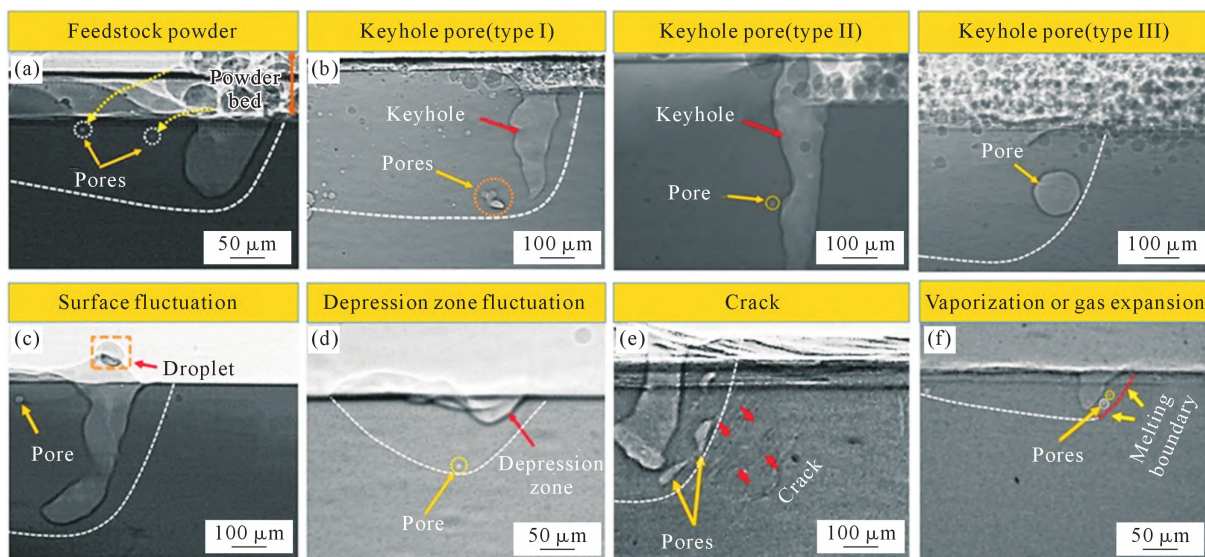


图 12 增材制造过程中产生的 6 种孔隙:(a) 原料粉末造成的孔隙,(b) 匙孔失稳产生的孔隙,(c) 表面波波动捕获的孔隙,(d) 较浅的蒸汽凹陷区波动造成的孔隙,(e) 裂纹诱导形成的孔隙,(f) 挥发物质被熔池捕获形成的孔隙^[92]

Fig.12 Six types of pores created in the additive manufacturing process: (a) pore formation from feedstock powders, (b) keyhole-induced pores, (c) pores trapped by surface fluctuations in the molten pool, (d) pore formation due to depression zone fluctuations in the transition regime, (e) pore formation from cracks, (f) pore formation along the melting boundary^[92]

陷形成的球形孔隙被熔体对流夹带,克服浮力作用凝固在构件中,之后蒸汽凹陷形成的非球形孔隙在小于 $10\ \mu\text{s}$ 的时间内被凝固在生成位置。同时,Martin 等^[20]在原位研究了激光转折点处的匙孔动力学行为后,提出了一种新的匙孔气泡形成机制。发现 87% 的匙孔气泡主要聚集在距激光转折处 $200\ \mu\text{m}$ 范围内,且在转折处的匙孔气泡分布更深,无论扫描速率如何改变,89% 的匙孔气泡均在激光转过匝点后 $500\ \mu\text{s}$ 内形成,如图 13 所示。这是因为扫描速率在匝点附近时接近零使得瞬态能量密度增加,瞬时增大的蒸汽压驱动反冲压力向熔池更深处扩张,但由于热滞后性,在激光经过匝点之后产生的匙孔更深。当激光快速恢复到稳态扫描速率后,凹陷区温度降低,表面张力克服反冲压力导致匙孔失稳坍塌。稳定转折点处的激光功率可以维持熔池的稳定性,减少转折点处匙孔气泡缺陷的产生。

匙孔稳定性是获得高质量零件的先决条件,但在稳定匙孔状态下,也会有孔隙产生。在高功率速率下,匙孔存在稳定、不稳定及过渡 3 种状态,过渡状态下气泡主要在后匙孔壁形成,而在不稳定状态下,气泡主要在匙孔根部产生^[50]。对比两种状态下的匙孔动力学发现,过渡状态下前匙孔壁倾向于将激光及蒸汽流反射到后匙孔壁,导致后匙孔壁气液界面膨胀,当表面张力与反冲压力间平衡破坏,约在匙孔深一半位置的后匙孔壁上产生气泡,并在 Marag-
oni 作用下推向熔池后端。而在不稳定匙孔状态下,匙孔根部激光、蒸汽反射剧烈,“J”形蒸汽凹陷容易出现毛细管不稳定,坍塌后匙孔根部的尖峰波动,驱动气泡移向熔池后端。最初气泡内包裹着金属蒸汽与保护气体氩气,凝固过程中,枝晶生长扭曲气泡,当氢气扩散进气泡后可以减缓气泡的收缩。Zhao 等^[93]揭示了驱动匙孔不稳定的两种机制,一种为高能量

输入下的声波冲击机制,匙孔根部失稳产生的声波驱动孔隙产生,分为 4 个过程:匙孔底部膨胀,气液界面变粗糙,匙孔失稳塌陷后底部变为针状,针状匙孔底部产生声波并驱动孔形成尺寸较小的球状气孔。另一种为低能量输入下的匙孔深度波动机制,飞溅物遮挡激光造成瞬时的匙孔深度变化,导致气液界面波动形成孔隙。

令人意想不到的是,真空环境下也发现了孔隙的存在。Martin 等^[87]对比了氩气环境及真空环境下的匙孔动力学行为,发现氩气环境下,后匙孔壁上气液界面膨胀失稳导致孔隙生成,匙孔对激光吸收的瞬时急剧减少是导致匙孔震荡失稳坍塌的根本原因^[52]。但在真空环境下,在近熔池表面区域仍观察到孔隙生成,如图 14 所示。Martin 等认为可能是汽化金属液随气液界面波动形成孔隙,并通过表面张力维持;也可能是粉末中的空隙卷入或其他的表面缺陷不稳定产生。真空环境下的匙孔气泡缺陷远少于氩气环境下。

3.2.2 裂纹

裂纹的生成受凝固速率与裂纹敏感性的影响,常见于宽凝固温度范围合金,如铝合金及镍基合金^[94]。Miyagi 等^[95]首次利用同步辐射 X 射线成像原位观测到铝合金中裂纹扩展行为,在激光关闭位置由于凝固收缩,会在熔道上产生凹痕,热裂纹先在熔池底部产生,后扩展到熔道表面,位于熔道凹痕的正下方。孔隙可以释放部分凝固应力,所以裂纹晚于孔隙出现。晶界处的偏析使得裂纹从柱状晶边界开始沿着等轴晶晶界开裂,扩展至熔道表面凹痕处。Martin 等^[87]在 6016 铝合金的熔池凝固动力学研究中发现类似现象,在激光关闭的轨道末端处熔池的凝固速度远小于蒸汽凹陷坍塌速度,裂纹起源于凝固前沿交汇处并扩展至表面凹痕。

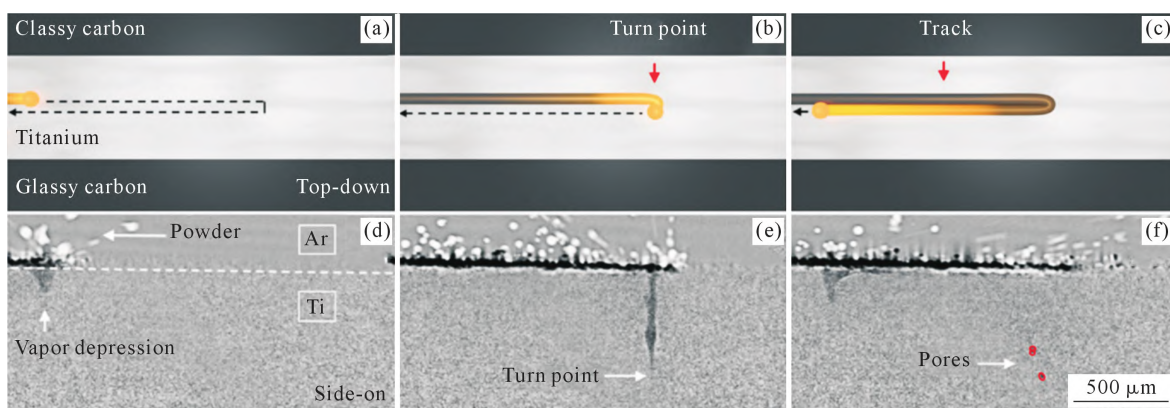


图 13 激光转折点附近 LPBF 制造过程:(a~c) 激光到达轨道末端后减速,移动一个扫描间距后呈 180° 夹角开始新的轨道, (d~f) Ti-6Al-4V 在转折点附近的 X 射线图像^[20]

Fig.13 LPBF manufacturing process near the laser turning point: (a~c) the laser decelerates after reaching the end of the orbit, moves one scan spacing and starts a new orbit at an angle of 180° , (d~f) X-ray images of Ti-6Al-4V near the turning point^[20]

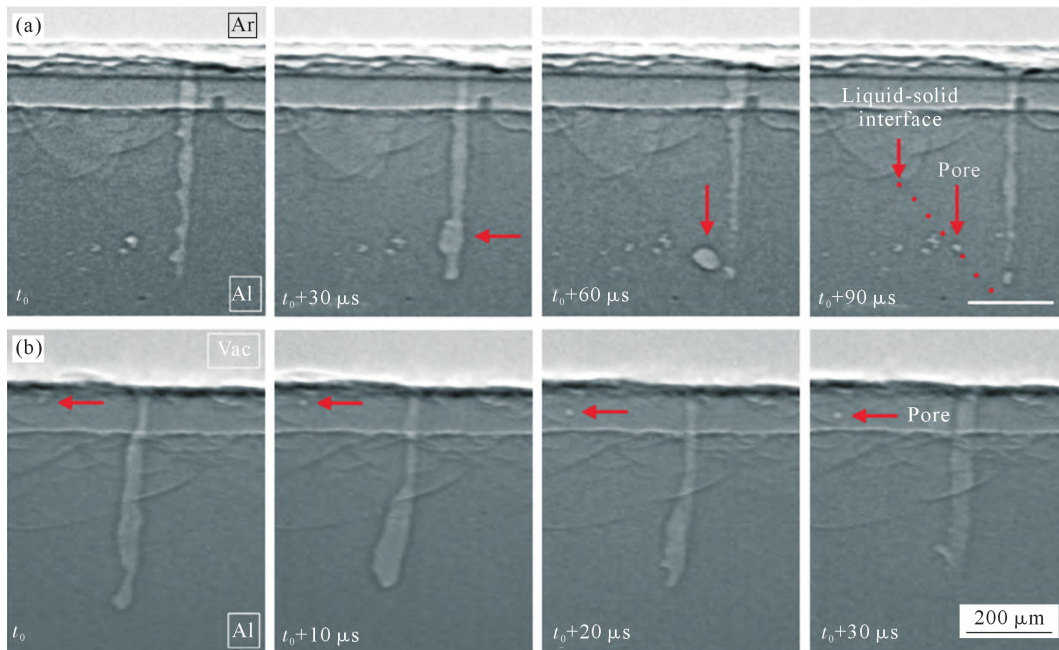


图 14 激光诱导加热过程中的匙孔动力学:(a) 氩气环境下,(b) 真空环境下^[87]

Fig.14 Laser-induced keyhole dynamics under different environments: (a) argon environment, (b) vacuum^[87]

裂纹与孔隙息息相关,一方面孔隙处容易诱导裂纹产生,另一方面当构件中出现裂纹时,滞留在熔池中的气体会优先在裂纹表面形成孔隙^[94]。Kouraytem等^[96]发现在传导模式下无裂纹生成,匙孔模式下,随着热能量密度的提升,裂纹从一束垂直子裂纹演变为一簇纠缠网络,裂纹束的长度宽度均增加,但均在熔池内部发生。由于 6016 铝合金较宽的凝固范围,固液界面处的化学偏析严重,糊状区枝晶在凝固收缩热应力的作用下沿晶间开裂,而金属液缓慢的流速不足以快速填充枝晶间裂缝使得裂纹扩展。被熔池边缘固定的气孔处发现裂纹萌生并沿着熔池深度方向上下快速扩展,可达到 1 m/s,远超过熔池凝固速率。当重熔预先存在裂纹的部位,裂纹表面的气体无法通过熔池逸出,容易形成截留的气体孔隙,如

图 15 所示。

Ghasemi-Tabasi 等^[97]利用同步辐射 X 射线成像对镍基高温合金 CM247LC 中凝固行为进行原位观测,发现与熔池作用后形成凝固裂纹及与热影响区作用后形成的液化裂纹,如图 16 所示。凝固最后阶段,富溶质液体截留在凝固界面前沿,凝固收缩及热梯度引起的残余应力导致凝固裂纹产生,高角度晶界在较低温度下保持润湿状态又进一步促进裂纹扩展。合金元素的微观偏析导致晶界熔点降低,在热影响区温度升高时溶液液化撕裂形成液化裂纹。

合金成分及加工参数是影响裂纹产生的关键因素,合金元素影响凝固范围及晶粒尺寸、形状,加工参数决定冷却速率及熔池形貌。裂纹的产生与残余应力相关,同时也涉及到多道沉积的问题,这对同步

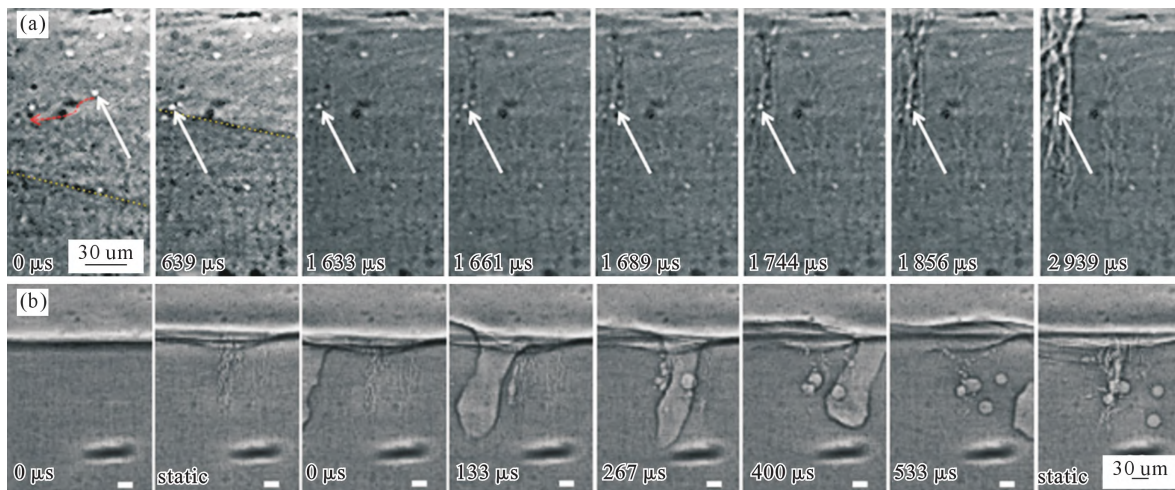


图 15 6016 铝合金熔池凝固动力学行为:(a) 气泡诱导裂纹产生,(b) 裂纹位置处重熔产生气泡^[96]

Fig.15 Solidification kinetics of the molten pool for the 6016 aluminum alloy: (a) bubble-induced crack generation, (b) remelting at the crack location produces bubbles^[96]

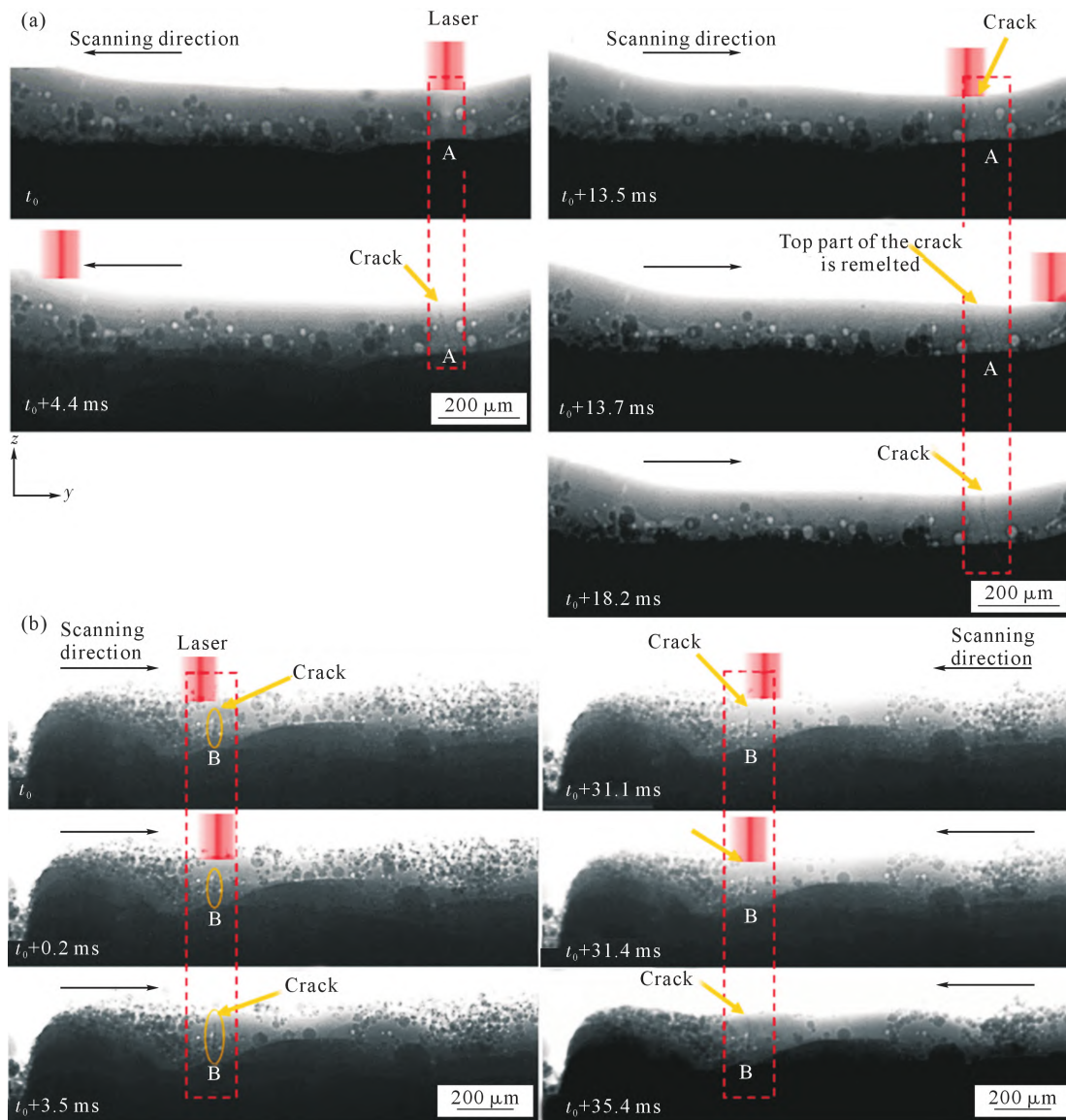


图 16 CM247LC 高温合金裂纹扩展动力学行为:(a)凝固裂纹,(b)液化裂纹^[97]

Fig.16 Kinetic behavior of crack propagation in CM247LC superalloys: (a) solidification cracks, (b) liquefaction cracks^[97]

辐射 X 射线成像来说是一个难点,目前关于裂纹形成动力学研究主要集中在铝合金、镍基高温合金,裂纹的形成机理还需要进一步探究。

4 结论及展望

近 30 年间,增材制造已经从最初的设计理念到如今逐渐应用于航空航天、生物医疗等领域。但增材制造中不可避免的孔隙、裂纹等缺陷限制了增材构件在尖端领域的应用。长期以来,受制于表征技术,学者们对增材制造过程中物理现象的研究停留在打印结束后的物理图像上,这种基于事后分析的方法由于缺乏过程细节,限制了人们对缺陷形成原因等本质机理的探索。随着同步辐射 X 射线成像技术的发展,学者们可以对飞溅行为、孔隙衍化及熔体流动等物理过程进行原位观察,这些过程信息为揭示缺陷形成本质提供事实依据,为微观结构和缺陷的精

细调控提供理论支撑。基于以上研究背景,本文综述了激光增材制造金属材料中常见的缺陷类型及其表征评价方法,详细介绍了同步辐射 X 射线成像技术在增材制造过程中对熔池动力学行为及缺陷形成机理的研究进展。根据国内外研究现状,作者认为未来研究方向可从以下方面进行。

(1)扩展增材制造材料体系,完善材料设计开发理论。目前应用于增材制造研究的材料体系包含钛合金、铝合金及高温合金,应用于同步辐射 X 射线表征的材料体系也多为 6016 铝合金、AlSi10Mg、Ti-6Al-4V、In718 及 316L,均限于传统合金牌号。由于增材制造极端非平衡凝固环境,目前的材料体系普遍面临裂纹敏感性高、组织各向异性严重等问题,亟须基于非平衡凝固过程开发材料体系,完善材料设计理论。

(2)将原位表征与仿真模拟相结合。同步辐射 X

射线成像可以原位动态捕获制造过程的真实数据,而仿真模拟作为一种预测手段,可以减少实验时间及成本,但是缺少模型的真实性和准确性。利用原位表征获得的缺陷衍化、熔体流动等过程真实数据来修正仿真模型,并进一步通过仿真模型来指导实验设计,可以实现对工艺性能的低成本高效预测。

(3)进一步完善同步辐射 X 射线成像装备。受限于 X 射线穿透深度,目前的同步辐射 X 射线成像研究多集中在单轨的孔隙形成动力学、飞溅形成动力学方面,对多层成形信息的表征困难,而裂纹通常经过多层打印内应力累积形成,这也是目前关于裂纹形成机理及多轨道物理现象研究较少的原因。所以应完善同步辐射 X 射线成像原位表征装备,满足多物理现象研究需求并用以指导实际生产。

参考文献:

- [1] SCHRÖDER J, EVANS A, MISHUROVA T, et al. Diffraction-based residual stress characterization in laser additive manufacturing of metals[J]. *Metals*, 2021, 11: 1830.
- [2] 龚来凤, 帅三三, 李雅莉, 等. X 射线超快成像原位表征激光增材制造过程研究进展[J/OL]. *中国有色金属学报*, 2023. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/43.1238.tg.20230923.0357.007.html>.
GONG L F, SHUAI S S, LI Y L, et al. X-ray ultrafast imaging in situ characterization of laser additive manufacturing processes: A review[J/OL]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2023. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/43.1238.tg.20230923.0357.007.html>.
- [3] GU D D, SHI X Y, POPRAWA R, et al. Material-structure-performance integrated laser-metal additive manufacturing[J]. *Science*, 2021, 372(6545): eabg1487.
- [4] 陈泽坤, 蒋佳希, 王宇嘉, 等. 金属增材制造中的缺陷、组织形貌和成形材料力学性能[J]. *力学学报*, 2021, 53(12): 3190-3205.
CEHN Z K, JIANG J X, WANG Y J, et al. Defects, microstructures and mechanical properties of materials fabricated by metal additive manufacturing[J]. *Chinese Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, 2021, 53(12): 3190-3205.
- [5] ZHAO C, FEZZA 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: 3602.
- [6] 吴正凯, 张杰, 吴圣川, 等. 同步辐射 X 射线原位三维成像在金属增材制造缺陷评价中的应用[J]. *无损检测*, 2020, 42(7): 46-50.
WU Z K, ZHANG J, WU S C, et al. Application of in situ three-dimensional synchrotron radiation X-ray tomography for defects evaluation of metal additive manufactured components[J]. *Nondestructive Testing*, 2020, 42(7): 46-50.
- [7] SANAEI N, FATEMI A. Defects in additive manufactured metals and their effect on fatigue performance: A state-of-the-art review [J]. *Progress in Materials Science*, 2021, 117: 100724.
- [8] HORNÁŠ J, BĚHAL J, HOMOLA P, et al. A machine learning based approach with an augmented dataset for fatigue life prediction of additively manufactured Ti-6Al-4V samples[J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2023, 293: 109709.
- [9] TRIDELLO A, CIAMPAGLIA A, BERTO F, et al. Assessment of the critical defect in additive manufacturing components through machine learning algorithms[J]. *Applied Sciences*, 2023, 13(7): 4297.
- [10] 赵沧, 杨源祺, 师博, 等. 金属激光增材制造微观结构和缺陷原位实时监测[J]. *科学通报*, 2022, 67(25): 3036-3053.
ZHAO C, YANG Y Q, SHI B, et al. Operando monitoring microstructures and defects in laser fusion additive manufacturing of metals[J]. *Chinese Science Bulletin*, 2022, 67(25): 3036-3053.
- [11] KING W E, BARTH H, CASTILLO V, et al. Observation of key-hole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, 214(12): 2915-2925.
- [12] 吴圣川, 胡雅楠, 杨冰, 等. 增材制造材料缺陷表征及结构完整性评定方法研究综述[J]. *机械工程学报*, 2021, 57(22): 3-34.
WU S C, HU Y N, YANG B, et al. Review on defect characterization and structural integrity assessment method of additively manufactured materials[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2021, 57(22): 3-34.
- [13] RAHMAN M A, SALEH T, JAHAN M P, et al. Review of intelligence for additive and subtractive manufacturing: Current status and future prospects[J]. *Micromachines*, 2023, 14(3): 508.
- [14] STEF J A, POULON-QUINTIN A, REDJAIMIA A, et al. Mechanism of porosity formation and influence on mechanical properties in selective laser melting of Ti-6Al-4V parts[J]. *Materials & Design*, 2018, 156: 480-493.
- [15] AN N Y, SHUAI S S, HU T, et al. Application of synchrotron X-ray imaging and diffraction in additive manufacturing: A review [J]. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2022, 35: 25-48.
- [16] DASS A, TIAN C X, PAGAN D C, et al. Dendritic deformation modes in additive manufacturing revealed by operando X-ray diffraction[J]. *Communications Materials*, 2023, 4: 76.
- [17] KÖNIG H H, PETTERSSON N H, DURGA A, et al. Solidification modes during additive manufacturing of steel revealed by high-speed X-ray diffraction [J]. *Acta Materialia*, 2023, 246: 118713.
- [18] 张楠, 王森辉, 张书彦, 等. 基于同步辐射和中子衍射分析的金属增材制造关键共性问题研究进展[J]. *稀有金属材料与工程*, 2022, 51(7): 2698-2708.
ZHANG N, WANG M H, ZHANG S Y, et al. Review on key common technologies of metal additive manufacturing based on synchrotron radiation and neutron diffraction analysis[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2022, 51(7): 2698-2708.
- [19] 倪江涛, 周庆军, 衣凤, 等. 激光增材制造技术发展及在航天领域的应用进展[J]. *稀有金属*, 2022, 46(10): 1365-1382.
NI J T, ZHOU Q J, YI F, et al. Development of laser additive manufacturing technology and its application progress in aerospace field[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2022, 46(10): 1365-1382.
- [20] MARTIN A A, CALTA N P, KHAIRALLAH S A, et al. Dynamics of pore formation during laser powder bed fusion additive manufacturing[J]. *Nature Communications*, 2019, 10: 1987.

- [21] ZHAO C, GUO Q L, LI X X, et al. Bulk-explosion-induced metal spattering during laser processing[J]. *Physical Review X*, 2019, 9: 021052.
- [22] LIU Y, YANG Q Y, 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: 647-656.
- [23] KEMPEN K, THUIS L, VRANCKEN B, et al. Producing crack-free, high density M2 HSS parts by selective laser melting: Pre-heating the baseplate[J]. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, 2014, 136(6): 061026.
- [24] LI R D, LIU J H, SHI Y S, et al. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2012, 59: 1025-1035.
- [25] TANG Y B T, PANWISAWAS C, GHOUSSOUB J N, et al. Alloys-by-design: Application to new superalloys for additive manufacturing[J]. *Acta Materialia*, 2021, 202: 417-436.
- [26] WANG D, YE G Z, DU W H, et al. Influence of spatter particles contamination on densification behavior and tensile properties of CoCrW manufactured by selective laser melting[J]. *Optics & Laser Technology*, 2020, 121: 105678.
- [27] CHAUVET E, KONTIS P, JÄGLE E A, et al. Hot cracking mechanism affecting a non-weldable Ni-based superalloy produced by selective electron beam melting[J]. *Acta Materialia*, 2018, 142: 82-94.
- [28] BASTOLA N, JAHAN M P, RANGASAMY N, et al. A review of the residual stress generation in metal additive manufacturing: Analysis of cause, measurement, effects, and prevention[J]. *Micro-machines*, 2023, 14(7): 1480.
- [29] 宋长辉, 付厚雄, 严仲伟, 等. 激光粉末床熔融成形内部质量缺陷及其调控方法[J]. *中国激光*, 2022, 49(14): 261-277.
- SONG C H, FU H X, YAN Z W, et al. Internal defects and control methods of laser powder bed fusion forming[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2022, 49(14): 261-277.
- [30] FU J, LI H, SONG X, et al. Multi-scale defects in powder-based additively manufactured metals and alloys[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, 122: 165-199.
- [31] 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.
- [32] QIU C L, PANWISAWAS, WARD M, et al. On the role of melt flow into the surface structure and porosity development during selective laser melting[J]. *Acta Materialia*, 2015, 96: 72-79.
- [33] 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.
- [34] LIU J W, HU P F, KOU S D. A CFD study on intergranular liquid feeding and cracking during solidification in welding[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2023, 54: 4342-4355.
- [35] ZHOU Z P, HUANG L, SHANG Y J, et al. Causes analysis on cracks in nickel-based single crystal superalloy fabricated by laser powder deposition additive manufacturing[J]. *Materials & Design*, 2018, 160: 1238-1249.
- [36] BRENNAN M C, KEIST J S, PALMER T A. Defects in metal additive manufacturing processes[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, 30: 4808-4818.
- [37] GRIMM T, WIORA G, WITT G. Characterization of typical surface effects in additive manufacturing with confocal microscopy [J]. *Surface Topography: Metrology and Properties*, 2015, 3 (1): 014001.
- [38] MORRIS WANG Y, VOISIN T, MCKEOWN J T, et al. Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility[J]. *Nature Materials*, 2018, 17: 63-71.
- [39] BATHILA V, LIU C, ZWEIACKER K, et al. Interface velocity dependent solute trapping and phase selection during rapid solidification of laser melted hypo-eutectic Al-11at.%Cu alloy[J]. *Acta Materialia*, 2020, 195: 341-357.
- [40] 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.
- [41] WANG D, WU S B, FU F, et al. Mechanisms and characteristics of spatter generation in SLM processing and its effect on the properties[J]. *Materials & Design*, 2017, 117: 121-130.
- [42] GOULD B, WOLFF S, PARAB N, et al. In situ analysis of laser powder bed fusion using simultaneous high-speed infrared and X-ray imaging[J]. *JOM*, 2021, 73: 201-211.
- [43] WANG L, ZHANG Y, CHIA H Y, et al. Mechanism of keyhole pore formation in metal additive manufacturing[J]. *npj Computational Materials*, 2022, 8: 22.
- [44] 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.
- [45] RENZO D A, CROCCO M C, MALETTA C, et al. X-ray computed μ -tomography analysis to evaluate the crack growth in an additive manufactured Ti-6Al-4V alloy sample stressed with in-phase axial and torsional loading [J]. *International Journal of Fatigue*, 2023, 175: 107727.
- [46] MOSTAFAEI A, ZHAO C, HE Y N, et al. Defects and anomalies in powder bed fusion metal additive manufacturing [J]. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2022, 26(2): 100974.
- [47] WU B, JI X Y, ZHOU J X, et al. In situ monitoring methods for selective laser melting additive manufacturing process based on images-A review[J]. *China Foundry*, 2021, 18: 265-285.
- [48] QU M L, GUO Q L, ESCANO L I, et al. Controlling process instability for defect lean metal additive manufacturing [J]. *Nature Communications*, 2022, 13: 1079.
- [49] MA H, MAO Z Z, FENG W, et al. Online in situ monitoring of melt pool characteristic based on a single high-speed camera in laser powder bed fusion process[J]. *Applied Thermal Engineering*, 2022, 211: 118515.
- [50] WU Z H, TANG G N, CLARK S J, et al. High frequency beam oscillation keyhole dynamics in laser melting revealed by in situ X-ray imaging[J]. *Communication Materials*, 2023, 4: 5.
- [51] 邓鸿文, 张仪, 权澳冬, 等. 同步辐射及中子衍射技术在增材制造领域的应用[J]. *中国激光*, 2022, 49(19): 1902002.
- DENG H W, ZHANG Y, QUAN A D, et al. Application of syn-

- chrotron radiation and neutron diffraction technologies in additive manufacturing[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(19): 1902002.
- [52] SIMONDS B J, TANNER J, ARTUSIO-GLIMPSE A, et al. The causal relationship between melt pool geometry and energy absorption measured in real time during laser-based manufacturing[J]. Applied Materials Today, 2021, 23: 101049.
- [53] ZHAO C, SHI B, CHEN S L, et al. Laser melting modes in metal powder bed fusion additive manufacturing[J]. Reviews of Modern Physics, 2022, 94: 045002.
- [54] SCIME L, FISHER B, BEUTH J. Using coordinate transforms to improve the utility of a fixed field of view high speed camera for additive manufacturing applications[J]. Manufacturing Letters, 2018, 15: 104-106.
- [55] QU M L, GUO Q L, ESCANO L I, et al. Controlling melt flow by nanoparticles to eliminate surface wave induced surface fluctuation[J]. Additive Manufacturing, 2022, 59: 103081.
- [56] HUANG Y Z, FLEMING T G, CLARK S J, et al. Keyhole fluctuation and pore formation mechanisms during laser powder bed fusion additive manufacturing[J]. Nature Communications, 2022, 13: 1170.
- [57] HU Y N, WU S C, WITHERS P J, et al. The effect of manufacturing defects on the fatigue life of selective laser melted Ti-6Al-4V structures[J]. Materials & Design, 2020, 192: 108708.
- [58] WANG J C, CUI Y N, LIU C M, et al. Understanding internal defects in Mo fabricated by wire arc additive manufacturing through 3D computed tomography[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 840: 155753.
- [59] SANAEI N, FATEMI A, PHAN N. Defect characteristics and analysis of their variability in metal L-PBF additive manufacturing[J]. Materials & Design, 2019, 182: 108091.
- [60] BAUMGÄRTNER B, HUSSEIN J, HAUSOTTE T. Investigation of the shape and detectability of pores with X-ray computed tomography[J]. Journal of Manufacturing and Materials Processing, 2023, 7(3): 103.
- [61] BAUMGÄRTNER B, ROTHFELDER R, GREINER S, et al. Evaluation of additively-manufactured internal geometrical features using X-ray-computed tomography[J]. Journal of Manufacturing and Materials Processing, 2023, 7(3): 95.
- [62] GARCIA-MORENO F, NEU T R, KAMM P H, et al. X-ray tomography and tomoscopy on metals: A review[J]. Advance Engineering Materials, 2023, 25(8): 2201355.
- [63] ZIABARI A, VENKATAKRISHNAN S V, SNOW Z, et al. Enabling rapid X-ray CT characterisation for additive manufacturing using CAD models and deep learning-based reconstruction[J]. npj Computational Materials, 2023, 9: 91.
- [64] ZHOU X, WANG D Z, LIU X H, et al. 3D-imaging of selective laser melting defects in a Co-Cr-Mo alloy by synchrotron radiation micro-CT[J]. Acta Materialia, 2015, 98: 1-16.
- [65] TAN P F, KIRAN R, ZHOU K. Effects of sub-atmospheric pressure on keyhole dynamics and porosity in products fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2021, 64: 816-827.
- [66] JING G Y, WANG Z M. Defects, densification mechanism and mechanical properties of 300M steel deposited by high power selective laser melting[J]. Additive Manufacturing, 2021, 38: 101831.
- [67] MOTIBANE L P, TSHABALALA L C, MATHE N R, et al. Effect of powder bed preheating on distortion and mechanical properties in high speed selective laser melting[J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2019, 655: 012026.
- [68] ESCANO L I, PARAB N D, XIONG L H, et al. Revealing particle-scale powder spreading dynamics in powder-bed-based additive manufacturing process by high-speed X-ray imaging[J]. Scientific Reports, 2018, 8: 15079.
- [69] ASHERLOO M, WU Z H, SABISCH J E C, et al. Variant selection in laser powder bed fusion of non-spherical Ti-6Al-4V powder[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2023, 147: 56-67.
- [70] OKO O E, MBAKAA C, BARKI E. Experimental investigation of the effect of processing parameters on densification, microstructure and hardness of selective laser melted 7075 aluminium alloy[J]. Materials Research Express, 2020, 7(3): 036512.
- [71] SHIPLEY H, MCDONNELL D, CULLETON M, et al. Optimisation of process parameters to address fundamental challenges during selective laser melting of Ti-6Al-4V: A review[J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2018, 128: 1-20.
- [72] ABOULKHAIR N T, EVERITT N M, ASHCROFT I, et al. Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting[J]. Additive Manufacturing, 2014, 1-4: 77-86.
- [73] ALMANGOUR B, YANG J M. Improving the surface quality and mechanical properties by shot-peening of 17-4 stainless steel fabricated by additive manufacturing[J]. Materials & Design, 2016, 110: 914-924.
- [74] YADOLLAHI A, SHAMSAEI N. Additive manufacturing of fatigue resistant materials: Challenges and opportunities[J]. International Journal of Fatigue, 2017, 98: 14-31.
- [75] CHEN J K, WU M W, CHENG T L, et al. Continuous compression behaviors of selective laser melting Ti-6Al-4V alloy with cuboctahedron cellular structures[J]. Materials Science and Engineering: C, 2019, 100: 781-788.
- [76] 姚讯杰, 王佳玮, 杨雁程, 等. 金属构件激光增材制造缺陷产生机理及控制机制探究[J]. 中国激光, 2022, 49(14): 278-288.
- YAO X J, WANG J W, YANG Y C, et al. Review on defect formation mechanism and controlling method of metallic components during laser additive manufacturing process[J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(14): 278-288.
- [77] LEWANDOWSKI J J, SEIFI M. Metal additive manufacturing: A review of mechanical properties[J]. Annual Review of Materials Research, 2016, 46: 151-186.
- [78] KATIKIREDDI S V, GREEN M J, TAYLOR A E, et al. Assessing causal relationships using genetic proxies for exposures: An introduction to Mendelian randomization[J]. Addiction, 2018, 113(4): 764-774.
- [79] LIU J Q, WEI B, CHANG H J, et al. Review of visual measurement methods for metal vaporization processes in laser powder bed fusion[J]. Micromachines, 2023, 14(7): 1351.
- [80] PATEL S, VLASEA M. Melting modes in laser powder bed fusion[J]. Materialia, 2020, 9: 100591.
- [81] GUO Q L, ZHAO C, QU M L, et al. In situ characterization and

- quantification of melt pool variation under constant input energy density in laser powder bed fusion additive manufacturing process [J]. Additive Manufacturing, 2019, 28: 600-609.
- [82] CUNNINGHAM R, ZHAO C, PARAB N, et al. Keyhole threshold and morphology in laser melting revealed by ultrahigh-speed X-ray imaging[J]. Science, 2019, 363(6429): 849-852.
- [83] FABBRO R, CHOUEF K. Keyhole modeling during laser welding [J]. Journal of Applied Physics, 2000, 87: 4075-4083.
- [84] CLARK S J, LEUNG C L A, CHEN Y, et al. Capturing marangoni flow via synchrotron imaging of selective laser melting[J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2020, 861: 012010.
- [85] LEUNG C L A, MARUSSI S, ATWOOD R C, et al. In situ X-ray imaging of defect and molten pool dynamics in laser additive manufacturing[J]. Nature Communications, 2018, 9: 1355.
- [86] HOJJATZADEH S M H, PARAB N D, YAN W, et al. Pore elimination mechanisms during 3D printing of metals[J]. Nature Communications, 2019, 10: 3088.
- [87] MARTIN A A, CALTA N P, HAMMONS J A, et al. Ultrafast dynamics of laser-metal interactions in additive manufacturing alloys captured by in situ X-ray imaging [J]. Materials Today Advances, 2019, 1: 100002.
- [88] 袁美霞, 柳校可, 华明. 选区激光熔化中飞溅行为的研究进展[J]. 精密成形工程, 2023, 15(6): 163-173.
YUAN M X, LIU X K, HUA M. Research progress of splashing behavior in selective laser melting[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2023, 15(6): 163-173.
- [89] 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.
- [90] CHEN Y H, CLARK S J, LEUNG C L A, et al. In-situ synchrotron imaging of keyhole mode multi-layer laser powder bed fusion additive manufacturing [J]. Applied Materials Today, 2020, 20: 100650.
- [91] YOUNG Z A, CODAY M M, GUO Q L, et al. Uncertainties induced by processing parameter variation in selective laser melting of Ti6Al4V revealed by in-situ X-ray imaging[J]. Materials, 2022, 15(2): 530.
- [92] HOJJATZADEH S M H, PARAB N D, GUO Q L, et al. Direct observation of pore formation mechanisms during LPBF additive manufacturing process and high energy density laser welding [J]. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2020, 153: 103555.
- [93] ZHAO C, PARAB N D, LI X B, et al. Critical instability at moving keyhole tip generates porosity in laser melting[J]. Science, 2020, 370(6520): 1080-1086.
- [94] FENG S, LIOTTI E, GRANT P S. X-ray imaging of alloy solidification: Crystal formation, growth, instability and defects[J]. Materials, 2022, 15(4): 1319.
- [95] MIYAGI M, KAWAHITO Y, WANG H Z, et al. X-ray phase contrast observation of solidification and hot crack propagation in laser spot welding of aluminum alloy[J]. Optics Express, 2018, 26(18): 22626-22636.
- [96] KOURAYTEM N, CHIANG P J, JIANG R B et al. Solidification crack propagation and morphology dependence on processing parameters in Al6061 from ultra-high-speed x-ray visualization [J]. Additive Manufacturing, 2021, 42: 101959.
- [97] GHASEMI-TABASI H, DE FORMANOIR C, VAN PETEGEM S, et al. Direct observation of crack formation mechanisms with operando laser powder bed fusion X-ray imaging[J]. Additive Manufacturing, 2022, 51: 102619.