

DOI: 10.16410/j.issn1000-8365.2024.4122

激光粉末床熔融 M2052 合金成形特性及组织性能研究

彭艺杰^{1,2}, 周凡^{1,2}, 冯恩昊^{1,2}, 范伟^{1,2}, 冯喆^{1,2}, 党铭吉^{1,2}, 谭华^{1,2}, 张凤英³, 林鑫^{1,2}
(1. 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西西安 710072; 2. 西北工业大学高性能金属增材制造工信部重点实验室, 陕西西安 710072; 3. 长安大学材料科学与工程学院, 陕西西安 710064)

摘要: M2052 合金能够吸收外部振动能量, 实现对机械系统减振降噪。利用激光粉末床熔融制备 M2052 合金有望满足航空航天精密设备的服役需求。本研究系统探究了 M2052 合金的基础成形工艺特性, 揭示其缺陷形成原因, 分析其显微组织和物相组成并在此基础上对拉伸性能进行评价。结果表明, 激光粉末床熔融 M2052 合金成形工艺窗口极窄, 欠熔合的产生归因于激光输入能量不足, 裂纹的产生与不当的工艺参数组合有关。沉积态合金呈现出精细的胞状枝晶微观结构及柱状晶生长趋势, 具有明显的[100]晶粒取向, 并形成了单一 γ -(Mn, Cu) 固溶体。室温拉伸的屈服强度为 (345±5) MPa, 抗拉强度为 (404±2) MPa, 伸长率为 5.21%±0.57%, 表现出脆性断裂特征, 大量微裂纹和孔洞形成是 M2052 合金脆性断裂的主要原因。

关键词: 激光粉末床熔融; Mn-Cu 合金; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG145

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2024)08-0772-11

Research on the Forming Characteristics, Microstructure and Properties of M2052 Alloy via Laser Powder Bed Fusion

PENG Yijie^{1,2}, ZHOU Fan^{1,2}, FENG Enhao^{1,2}, FAN Wei^{1,2}, FENG Zhe^{1,2}, DANG Mingji^{1,2},
TAN Hua^{1,2}, ZHANG Fengying³, LIN Xin^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Key Laboratory of Metal High Performance Additive Manufacturing and Innovative Design, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 3. School of Material Science and Engineering, Chang'an University, Xi'an 710064, China)

Abstract: M2052 alloys can absorb external vibrational energy, thereby reducing machine system vibration and noise. The utilization of laser powder bed fusion for the preparation of M2052 alloys holds promise for meeting the service requirements of aerospace precision equipment. The fundamental forming process characteristics of the M2052 alloy were systematically investigated, the factors leading to defect formation were explained, and the microstructure and phase composition of the M2052 alloy were analysed. An evaluation of the tensile properties was then conducted on the basis of these findings. These results indicate that the process window for the laser powder bed fusion of the M2052 alloy is exceedingly narrow. A lack of fusion occurs because of insufficient laser input energy, whereas the occurrence of cracks is attributed to inappropriate parameter combinations. The as-deposited alloy displays fine cellular dendrites, along with a trend of columnar crystal growth, exhibiting a pronounced [100] grain orientation and forming a single γ -(Mn, Cu) solid solution phase. The yield strength is (345±5) MPa, the ultimate tensile strength is (404±2) MPa, and the elongation is

收稿日期: 2024-06-14

基金项目: 国家重点研发计划(2022YFB4600300, 2022YFB4600301); 西工大特色学科基础研究项目(G2022WD); 国家自然科学基金(52175364); 凝固技术国家重点实验室自主研究课题(2023-QZ-04)

作者简介: 彭艺杰, 2000 年生, 硕士生. 研究方向为高性能金属激光增材制造. Email: yijiepeng@mail.nwpu.edu.cn

通讯作者: 谭华, 1979 年生, 博士, 教授. 研究方向为高性能金属激光增材制造与再制造技术的基础与应用研究.

Email: tanhua@nwpu.edu.cn

引用格式: 彭艺杰, 周凡, 冯恩昊, 范伟, 冯喆, 党铭吉, 谭华, 张凤英, 林鑫. 激光粉末床熔融 M2052 合金成形特性及组织性能研究[J]. 铸造技术, 2024, 45(8): 772-782.

PENG Y J, ZHOU F, FENG E H, FAN W, FENG Z, DANG M J, TAN H, ZHANG F Y, LIN X. Research on the forming characteristics, microstructure and properties of M2052 alloy via laser powder bed fusion[J]. Foundry Technology, 2024, 45(8): 772-782.

5.21%±0.57% at room temperature, demonstrating characteristics of brittle fracture. The primary reasons for M2052 alloy brittle fracture are the formation of numerous microcracks and holes.

Key words: laser powder bed fusion; Mn-Cu alloy; microstructure; mechanical properties

随着现代工业技术的迅猛发展,设备中的振动和噪音问题日益突出,这不仅会影响设备的运行和寿命,甚至会对人体健康造成威胁^[1]。据相关报道中,对火箭和卫星的失效分析证明,超过60%的故障与振动存在关联^[2]。尤其是对于精密设备而言,其正常运行通常需要高稳定性作为基础。因此,如何有效抑制振动成为亟需解决的问题。阻尼合金(damping alloy)能够通过各种减振机制(复相型、位错型、孪晶型、铁磁型)吸收外部的振动能量,将其转化成热能进而实现对系统减振降噪。Mn-Cu合金是一类孪晶型阻尼合金,其出色的阻尼性能主要来源于反铁磁转变和面心立方到面心四方(FCC-FCT)的转变过程^[3-5],这种转变引起{110}孪晶界和相界的形成,赋予Mn-Cu合金有效吸收外部能量的能力。在众多的Mn-Cu合金中,M2052合金(Mn-20Cu-5Ni-2Fe,原子分数)因兼具优良的阻尼性能、机械性能及较低的制造成本脱颖而出^[6-7],在航空航天、船舶、车辆等领域的减振方面有着广阔的应用前景^[8]。

然而,M2052合金(Mn>70%)在高温制造时易氧化,延伸性能较差且易脆,轧制、锻造等传统加工手段实现M2052合金制备较为困难,使用真空熔炼技术等传统加工手段能够实现M2052合金制备^[9]。其次,受传统加工手段的限制,难以制备具有点阵、薄壁等复杂结构的M2052合金零件,并且生产周期较长。因此,传统加工手段难以满足复杂结构M2052合金制造需求。激光粉末床熔融(laser powder bed fusion, LPBF)技术通过光斑细小的高能激光束逐层熔化二维粉末床来最终实现三维零件的沉积,能够满足金属构件快速、无模具及近终成形制造^[10],已成为制备复杂结构高性能部件的一个有效途径。此外,LPBF过程中惰性气体的保护能极大程度地降低M2052合金氧化问题。因此,通过LPBF技术制备M2052合金复杂结构有望在相关领域的减振方面实现更加广阔的应用。

目前,关于M2052合金的研究依赖于传统加工手段,研究内容主要包括合金元素添加和不同热处理制度对M2052合金阻尼性能及力学性能的影响^[11-14]。其中,关于LPBF制备M2052合金的研究尚处于初期探索阶段^[15-17]。汪承杰^[18]和马聪慧^[19]较为全面地比较了在不同工艺处理状态下M2052合金的力学性能和阻尼性能,通过改变激光功率、扫描速度及扫描间距来探寻M2052合金最佳工艺窗口,在

此基础上对比了沉积态与不同热处理态试样的力学和阻尼性能。汪承杰的研究结果表明,当激光能量密度超过1.80 J/mm²时,无论激光扫描速度和激光功率如何变化均有裂纹形成。固溶时效态样品具有良好综合力学性能的同时具有较大的高阻尼温度区间和较高的阻尼峰值温度。马聪慧^[19]通过真空感应熔炼气体雾化法制备了球形度较好的M2052合金粉末,并在此基础上探究了M2052合金的成形工艺和不同工艺处理状态下的力学性能和阻尼性能。结果表明,沉积态样品激光能量密度低于1.5 J/mm²或高于1.7 J/mm²的情况下会产生大量孔洞或裂纹,经过后续处理缺陷数量极大减少,并且马聪慧同样得出固溶时效态样品具有最佳组合性能的结论。以上研究对于LPBF制备M2052合金的发展具有一定程度的指导和借鉴意义。然而,M2052合金成形过程中所出现的缺陷问题引起基础工艺的改变并没有得到进一步关注,这并不利于M2052合金的性能提升,并且会阻碍M2052合金高性能复杂部件的发展和应用。因此,有必要针对M2052合金LPBF成形过程中的缺陷问题和基础工艺特性进行探究,从而更好地调控其性能。

本研究通过LPBF技术采用正交实验制备了一系列M2052合金样品,深入探究其基础成形工艺特性,以揭示成形过程中缺陷的形成原因,在此基础上提出缺陷控制手段。此外,分析了不同成形质量样品的显微组织变化规律,并探究了LPBF过程M2052合金的物相变化情况以及沉积态M2052合金的力学性能,为后续研究提供一定的借鉴。

1 实验材料与方法

实验采用的M2052合金粉末通过气雾化技术制备,其化学成分如表1所示。图1a展示了粉末的微观形貌,可以看出绝大多数粉末的球形度良好,能够满足LPBF的打印需求。图1b表明了粉末的粒径分布,粒径范围基本处于15~50 μm且 $D_{50} \approx 31.5 \mu\text{m}$ 。在实验开始前,将粉末在120 °C的真空干燥箱中干燥6 h以去除水分对最终结果的影响。

表1 M2052合金粉末化学成分
Tab.1 Chemical composition of the M2052 alloy powder (mass fraction/%)

Element	Cu	Ni	Fe	O	C	Mn
Content	22.09	4.87	2.02	0.09	0.019	Bal.

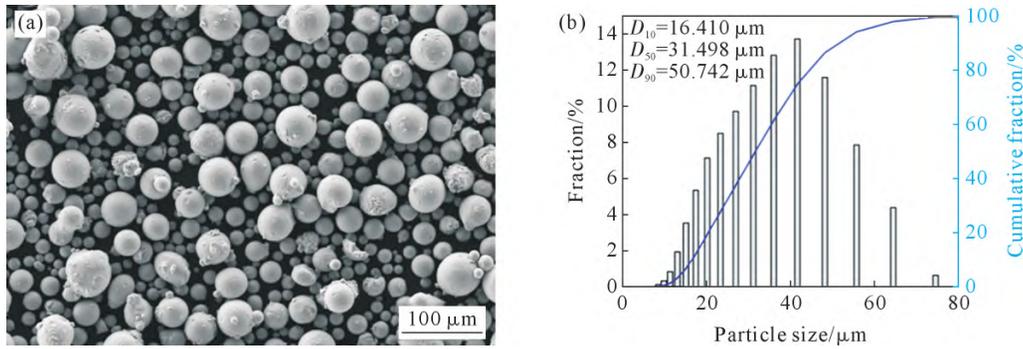


图 1 M2052 合金粉末特性:(a) 粉末形貌;(b) 粉末粒径分布

Fig.1 The characteristics of the M2052 alloy powders: (a) powder morphology; (b) size distribution

通过商用LPBF设备(BLT-S210)进行样品制备。该设备配备了波长为1 060 nm、光斑直径为60 μm的光纤激光器，激光功率和扫描速度的上限分别为500 W和7 000 mm/s。使用105 mm×105 mm×200 mm的不锈钢基材作为实验基材，用酒精对基材进行彻底清洗。在实验开始前将基板预热至80 °C以提高整体的成形质量，整个实验在富含氩气(纯度99.99%)的保护气氛中进行。首先通过正交实验制备尺寸为10 mm×10 mm×10 mm的M2052合金立方体样品来探究成形工艺窗口，在此基础上以最佳工艺参数组合制备60 mm×10 mm×12 mm的块体试样，并从中切割拉伸样品来检查其力学性能。正交实验中激光功率和扫描速度的变化情况如表2所示。在LPBF工艺设计中，通常使用体积能量密度(volumetric energy density, VED)作为激光能量输入的度量，其计算公式如下：

$$VED = \frac{P}{vhd} \quad (1)$$

式中， P 为激光功率； v 为扫描速度； h 为扫描间距； d 为层厚。其余打印工艺参数均保持不变，具体数值为：扫描间距0.09 mm、层厚0.03 mm、层间旋转角67°。

表 2 激光功率与扫描速度变化
Tab.2 Changes in the laser power and scanning speed during the experiment

Laser power/W	Scanning speed/(mm·s ⁻¹)					
	400	600	800	1 000	1 200	1 400
100	92.59	61.73	46.30	37.04	30.86	26.46
150	138.89	92.59	69.44	55.56	49.30	39.68
200	185.19	123.46	92.59	74.07	61.73	52.91
250	231.48	154.32	115.74	92.59	77.16	66.14
300	277.78	185.19	138.89	111.11	92.59	79.37
350	324.07	216.05	162.04	129.63	108.02	92.59

使用电火花线切割将所有样品切割并进行镶嵌，采用标准金相制备方法进行样品制备。抛光后未经腐蚀的所有正交样品首先在VHX-2000光学显微镜(optical microscope, OM)下拍摄图像，并采用

Image-Pro Plus软件来统计所有样品的孔隙率。随后在每个样品上选择5个随机点进行维氏硬度试验，求出平均值后得到正交样品的硬度变化规律。块体样品和粉末分别进行XRD测试(X'Pert PRO)，用于分析物相的转变情况，扫描范围为20°~120°，步长为2(°)/min，管电压为40 kV，管电流为40 mA。沉积态块体样品的化学成分检测利用电感耦合等离子体(inductively coupled plasma, ICP)进行(iCAP PRO XP)，在块体样品内部中心区域取少许后碾成金属碎屑以完成测试。沉积态块体样品在体积分数为4%的硝酸酒精溶液中腐蚀10 s完成微观组织观察样品的制备。采用VHX-2000光学显微镜和配备能谱仪(energy dispersive spectroscopy, EDS)的TESCAN VEGA 3 LMU、ZEISS Sigma 300扫描电镜(scanning electron microscope, SEM)进行组织观察和能谱分析。电子背散射衍射(electron back scatter diffraction, EBSD)在Apreo 2 C HiVac设备上，电压为20 kV，电流为13 nA，步长为0.5 μm。室温拉伸试验在INSTRON 3382仪器上进行，加载速率为1 mm/min。将拉伸样品加工成板状，标距长度为16 mm，厚度为2 mm，宽度为4 mm。平行于片层方向施加载荷，拉伸测试重复3次以获得平均数据。

2 实验结果及讨论

2.1 M2052合金工艺特性分析及工艺窗口优选

图2展示了所有正交实验样品的成形质量。根据样品的相对密度是否大于99%，以及是否有裂纹产生作为依据，可将所有正交实验样品的成形质量分为3种典型的类型：优良成形质量(excellent quality)、欠熔合(lack of fusion, LOF)及开裂(cracks)。从结果中可以发现，只有2个样品在激光功率为100 W、扫描速度为400和600 mm/s的工艺参数组合下获得了优良成形质量。相反，在100 W的激光功率条件下，随着扫描速度的增加，孔洞的尺寸增大且数量增多。在激光功率超过100 W的情况下，样品中均观察到

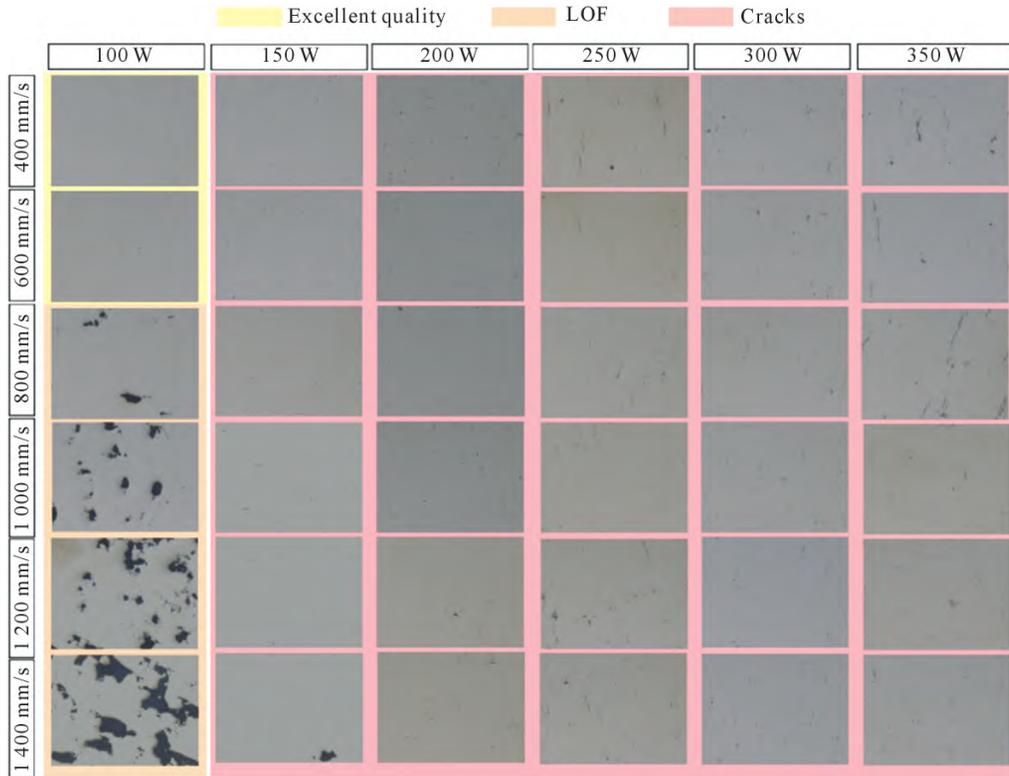


图 2 不同参数组合下 M2052 合金的成形质量

Fig.2 The forming quality of the M2052 alloy under different parameter combinations

裂纹的存在,特别是当激光功率继续增加时,裂纹更加明显,这与汪承杰^[18]和马聪慧^[19]关于激光功率对M2052合金成形质量的研究结论吻合。

图3展示了所有样品的维氏硬度和相对密度的变化规律。经统计,在激光功率为100 W的条件下随着扫描速度增加,孔隙率从0.06%增加至15.19%,最佳成形质量的样品相对密度达99.94%,这与图2中观察到的结果吻合良好。值得注意的是,激光功率提高后存在裂纹的样品同样表现出较低的孔隙率,这可以归因于激光输入能量的提高促进M2052合金粉末的熔化进而降低了孔隙率。此外,正交实验样品的维氏硬度表现出相对稳定的变化趋势,在150~170 HV范围内波动变化,激光功率和扫描速度的

变化对于M2052合金硬度变化基本没有影响。综上,在M2052合金LPBF打印过程中工艺参数组合的合理选择至关重要,其中实现优良成形质量的加工窗口非常狭窄,M2052合金制备难度较大。

激光功率及扫描速度等工艺参数对于熔池的动态行为具有显著影响,而熔池的动态行为影响合金最终的质量,然而缺陷的产生阻碍了优异成形工艺的选取和材料性能的提升。通过上述结果可知M2052合金对工艺参数极为敏感,因此有必要厘清M2052合金的缺陷形成原因,进而明晰M2052合金成形最佳工艺组合的选取原则。从式(1)可知,VED与工艺参数密切相关,因此VED的变化可以从另一方面对熔池的动态行为进行评价。这项研究在M2052合金中观察到欠熔合、孔洞及裂纹缺陷,接下来将依次分析M2052合金所观察到的3类缺陷形成原因。

(1)欠熔合 根据式(1)计算得知,产生欠熔合的样品中VED范围为26.46~49.30 J/mm³,优良成形质量的样品中VED范围为61.73~92.59 J/mm³。可见,当VED不足即激光功率较低或扫描速度过快时,会导致单道熔池的宽度和深度变窄,进而无法在相邻两道熔池之间形成良好的重叠,从而导致相邻两道熔池之间M2052合金粉末熔化不充分,难以在相邻沉积层之间形成紧密结合。并且后续的沉积过程导致欠熔合缺陷逐渐沿着沉积方向扩展,最终导致形成

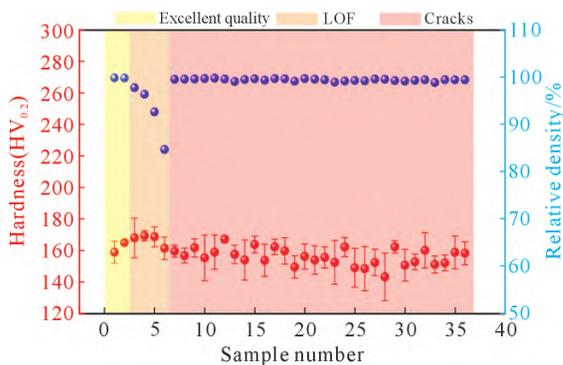


图 3 M2052 合金相对密度及硬度变化规律

Fig.3 Variation in the relative density and hardness of the M2052 alloy

较大的层间欠熔合形成^[20]。适当提高VED即提高激光功率或降低扫描速度能够增加单道熔池的宽度和深度,促进M2052合金粉末充分熔化,进而改善或消除LPBF过程中M2052合金的欠熔合现象。其次,欠熔合与孔洞相比尺寸通常较大且不规则,粉末中的空心粉对于欠熔合缺陷的形成不具显著影响。所有的样品均在同一气氛条件下制备,因此气氛条件对于欠熔合缺陷的形成同样不具显著影响。此外值得注意的是,出现裂纹的样品具有与优良成形质量的样品相同的VED,例如150 W与600 mm/s以及200 W与800 mm/s的工艺参数组合。这表明VED不能作为评价M2052合金成形质量的唯一标准,因为在相同的VED条件下,同时产生了优良成形质量样品和裂纹样品。因此,适当提高VED有助于缓解M2052合金的欠熔合缺陷,并且在避免VED过低的前提下,激光功率和扫描速度的合理组合更应被重视。

(2)孔洞 孔洞是LPBF过程中所产生的一类微观缺陷,通常形状较为规则且尺寸较小,较高的孔隙率会显著缩短构件的服役寿命,是对力学性能影响较大的一类缺陷^[21]。研究采用的M2052合金粉末通过气雾化方法制备,在粉末制备的过程中环境的气体可能被包含在凝固的球形粉末内,随后在激光作用下合金粉末熔化形成熔池,若熔池中的气体无法在快速冷却的过程中成功逃逸,那么就会最终保留在熔池中形成孔洞^[22]。此外,由于Marangoni对流、表面效应及反冲压力的综合作用,导致熔池产生快速流动捕获成形室内的气体形成孔洞,孔洞之间相互聚集进而形成更大的孔洞并最终保留下来^[23-24]。更重要的是,LPBF过程中各工艺参数之间的不合理组合也会引起孔洞的出现。Gong等^[25]通过改变工艺参数组合来探究激光功率和扫描速度对孔隙率的影响,结果表明不同工艺参数组合会显著影响熔池形状的变化,进而导致熔池中流动模式的改变,最终形成孔洞。在这项研究中,M2052合金孔洞的产生

受到上述多方面因素的影响。然而,基于LPBF技术特点可以发现,完全消除沉积态构件中的孔洞是一项极具挑战性的工作,但是合理地控制各工艺参数之间的组合有利于获得相对密度较高的沉积态构件。

(3)裂纹 M2052合金在较宽的工艺范围内均观察到裂纹存在,因此明晰M2052合金开裂原因有助于进行后续调控和性能提升。根据以往的研究表明,在LPBF过程中裂纹的形成通常与有害的第二相物质、残余应力、温度分布及熔合不良有关^[26]。

如图4a所示,只观察到与沉积方向平行的裂纹,没有观察到垂直于沉积方向的裂纹。如图4b所示,裂纹两侧枝晶的取向存在明显差异,这表明裂纹存在于晶界处,并且具有沿晶开裂的特征。由于LPBF过程的固有特征,即在打印时具有沿沉积方向显著的热流,M2052合金裂纹的扩展与热流方向一致,因此M2052合金的开裂被认为属于热裂纹。LPBF热裂纹的形成主要由凝固特点导致。首先,凝固后期的糊状区被相互穿插的枝晶干封锁,导致液态金属无法及时补缩,进而产生孔隙。其次,微量元素在晶界和枝晶间富集,加剧阻碍液态金属流动,二者共同作用,造成液态金属补缩能力严重下降。若此时热应力和凝固应力足够大,则诱发裂纹萌生,并在残余应力的持续作用下不断扩展,最终形成热裂纹^[27]。Liu等^[28]深入研究了相同VED条件下不同工艺参数组合与熔池动态行为之间的关系。结果表明,在相同VED条件下激光功率和扫描速度的同步增加会导致激光束暴露于外部环境的时间减少,从而最大限度地减少能量损失,延长液相停留时间。熔池的最高温度和最大冷却速率随着液相停留时间的延长而增大,更快的冷却速率带来更大的热应力。因此,不合理的工艺参数组合会导致过量的热应力和残余应力积累^[29-30]。在热应力和残余应力的作用下裂纹萌生并沿晶界扩展,最终导致M2052合金呈现出沿晶开裂的特点。

对M2052合金适成形工艺窗口探索的结果强调了M2052合金对热输入的高敏感性,适成形工艺窗

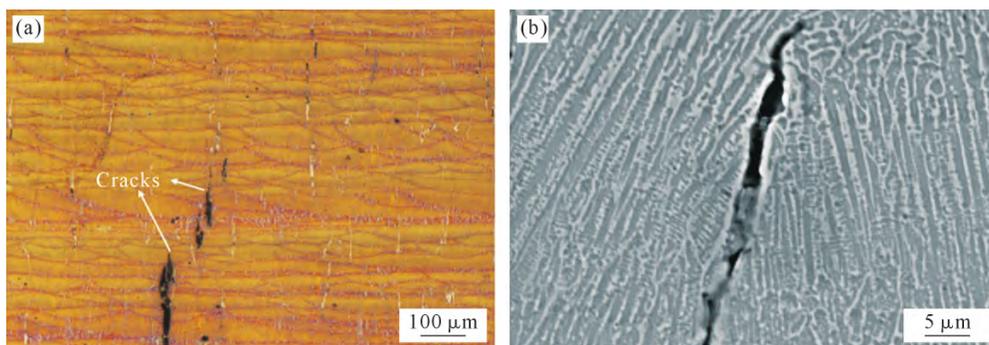


图4 裂纹 OM 和 SEM 照片:(a) OM 图像;(b) SEM 图像
Fig.4 OM and SEM images of cracks: (a) OM image; (b) SEM image

口被证明相对较窄。适当地提升VED有助于缓解M2052合金欠熔合现象和尺寸较大孔洞的产生,但是在提升VED的同时应注意到较大的激光功率同样会带来尺寸细小的孔洞和裂纹,因此较大的激光功率工艺组合并不适用于M2052合金成形。值得注意的是,采用VED设计加工参数存在一定的局限性。各工艺参数间良好地组合尤其是激光功率和扫描速度之间的合理组合更应该被重视。在此基础上,适当地使用激光重熔处理能够有效抑制合金裂纹和孔洞的形成^[31-32],并且进一步提高基板的预热温度,在一定程度上有效降低温度梯度,从而更大程度地释放应力以避免裂纹的产生。

综上,较低的激光功率和较低的扫描速度的组合被证明适合M2052合金成形,优选后的工艺组合为:基板预热温度150℃、激光功率100 W、扫描速度600 mm/s、扫描间距0.09 mm及层厚0.03 mm。该工艺参数组合不仅保证了熔化粉末所需的热量,使得球形孔洞代替欠熔合孔洞在一定程度上缓解了应力集中现象^[33]。同时最大程度降低了熔池的冷却速率,延长了熔池的冷却时间,避免了裂纹的产生。

2.2 M2052合金物相及组织分析

2.2.1 M2052合金物相组成及成分变化

基于上述工艺参数优化结果,制备了沉积态块体M2052合金用于进一步研究和分析。如图5所示,分别给出了M2052合金粉末以及沉积态样品的XRD检测结果。在原始粉末中分别检测到 α -Mn相以及 γ -(Mn, Cu)固溶体,而在沉积态样品中仅检测到 γ -(Mn, Cu)固溶体,这表明M2052合金发生了明显的物相转变,并且在沉积态样品中没有观察到(220)衍射峰分裂出的(202)衍射峰。通过进一步分析Mn-Cu二元合金相图^[34],发现在室温下 α -Mn相是Mn-Cu合金的稳定相并且其形成需要原子扩散,缓慢的冷却过程有利于充分进行原子扩散^[35]。 γ -(Mn, Cu)固溶体存在于整个相图范围内,并且在高温下为稳定相。通过添加Cu、Fe、Ni等合金元素可以将 γ -(Mn, Cu)固溶体稳定至室温^[36]。因此,由Mn-Cu二元合金相图可知,若合金冷却过程中的冷却速率不够快时,在 γ -(Mn, Cu)固溶体中能够析出 α -Mn相并稳定至室温,这与粉末的XRD检测结果吻合较为良好。而在LPBF过程中冷却速率最高可达 $10^5 \sim 10^6$ K/s^[37-38],粉末在激光的作用下熔化的同时使得室温稳定相 α -Mn相消失,随后快速冷却的过程将 γ -(Mn, Cu)固溶体稳定至室温并且阻碍 α -Mn相析出,这与沉积态的XRD检测结果吻合较为良好。此外,发现沉积态样品中 γ -(Mn, Cu)固溶体的特征衍射峰(111)、(200)、(220)以

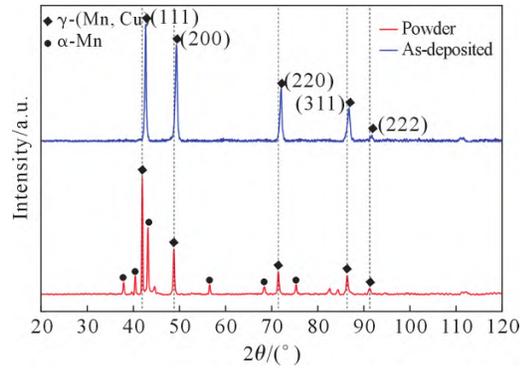


图5 粉末及沉积态 M2052 合金 XRD 图谱

Fig.5 XRD patterns of powder and as-deposited M2052 alloys

及(311)等相比于粉末而言均发生右移,根据布拉格方程可知沉积态M2052合金晶格常数减小,表明M2052合金产生一定程度的晶格畸变。

表3给出了沉积态样品ICP测试结果。相比于原始粉末而言,沉积态样品Mn元素和Fe元素含量降低,Cu元素和Ni元素含量提高。在左阳等^[35]的研究中发现,LPBF成形M2052合金存在严重的Mn元素烧蚀现象,由粉末态的74.69%锐减至沉积态的31.14%(质量分数)。但在本研究中没有发现Mn元素存在明显的烧蚀现象,这可能是由于适当的VED并未引起Mn元素烧蚀。此外,值得注意的是O元素的含量达到了0.178%(质量分数),相比于粉末提升了约200%。这对于LPBF所制备的M2052合金而言是一个较高的氧含量水平,Mn元素是一种亲氧性极强的金属元素,而M2052合金中Mn元素的理论含量高于70%。尽管实验在富氩环境下进行,但仍存在氧气,这样的结果表明在沉积态样品中形成了氧化物。

表3 沉积态M2052合金ICP测试结果

Tab.3 ICP test results for the as-deposited M2052 alloy (mass fraction/%)

Element	Cu	Ni	Fe	O	C	Mn
Content	23.36	5.78	1.84	0.178	0.022	68.55

2.2.2 M2052合金显微组织分析

利用EBSD获取沉积态M2052合金的晶粒形貌、尺寸及晶粒取向等信息,如图6所示。在图6a中,红色、绿色和蓝色分别对应平行于[100]、[110]及[111]的晶粒取向,可以发现沉积态M2052合金具有明显的[100]晶粒取向。图6b展示了沉积态M2052合金晶界取向差的分布,其中红色表示小角度晶界(low-angle grain boundaries, LAGB, $2^\circ \leq \theta \leq 10^\circ$),蓝色表示大角度晶界(high-angle grain boundaries, HAGB, $\theta \geq 10^\circ$)。LAGB的占比为16.7%,而HAGB的占比为83.3%。可以明显看出沉积态M2052合金呈柱状晶生长趋势,并且在部分柱状晶内部存在小角度晶界。图6c展示了沉积态M2052合金的核平均取向差(kernel

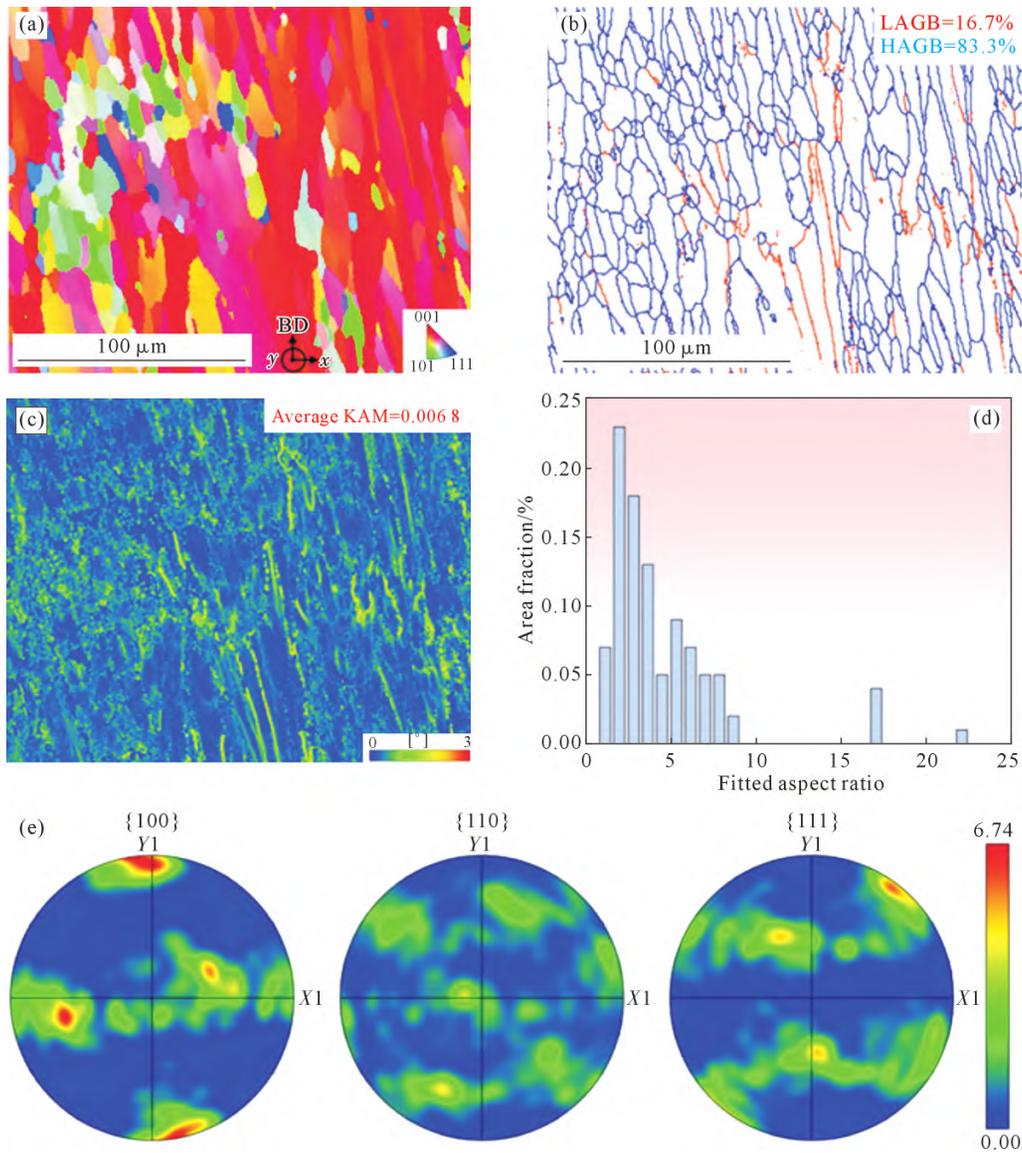


图6 M2052合金EBSD分析结果:(a)反极图;(b)晶界取向差分布;(c)核平均取向差;(d)晶粒长宽比分布;(e)极图
Fig.6 EBSD analysis results of the M2052 alloy: (a) inverse pole figure; (b) misorientation distributions; (c) KAM figure; (d) grain aspect ratio distributions; (e) pole figures

average misorientation, KAM), 该图通常可以用来表示合金存储的能量和位错密度, 进而反映合金变形的均匀性^[39]。经计算, 沉积态M2052合金的平均KAM值为0.006 8。结合图6b可以发现, 在沉积态M2052合金内部位错密度的分布存在差异。具体来说, 等轴晶区域的晶粒内位错密度大, 而柱状晶区域晶界处位错密度大于柱状晶晶粒内位错密度。图6d给出了沉积态样品的晶粒长宽比分布, 平均晶粒长宽比为3.53, 并且长宽比在1.8~2.7之间占据了约23%, 这与图6b吻合良好。图6e显示了沉积态样品在3个不同晶粒取向上的极图, 同样可以发现沉积态M2052合金具有很强的[100]晶粒取向。通常来说, 织构指数和织构强度可以表征晶粒的择优取向, 其中织构指数的计算公式为^[40]:

$$\text{Texture index} = \int \text{Euler space}(f(g))^2 dg \quad (2)$$

式中, g 为欧拉坐标系; $f(g)$ 为取向分布函数。根据式(2)可以计算出沉积态合金的织构指数为6.74。织构强度是织构指数的平方根, 用来表示晶粒取向。经过计算, 沉积态合金的织构强度为2.596。由于LPBF制备的沉积态M2052合金的织构指数和织构强度均大于1, 表明沉积态M2052合金的显微组织呈现出明显的各向异性^[41]。

图7展示了沉积态M2052合金中柱状晶区域沿沉积方向的SEM显微组织。图7a中的黄色虚线表示熔池边界, 可以发现部分柱状晶穿过多个熔池生长, 即明显的外延生长特性, 这可归因于LPBF过程沿沉积方向的强烈热流方向。此外, M2052合金呈现出精细的胞状枝晶微观结构。具体来说, 胞状枝晶沿着沉

积方向向熔池中心生长,以及部分胞状枝晶可以穿透熔池和侧边的多层熔池,这与熔池中心和边缘的温度梯度和传热速率相关。其次,由于层间旋转角被设置为 67° ,每层的热流方向均发生变化,破坏了熔池中心沿着沉积方向的温度梯度,这会促进熔池内的随机枝晶成核^[42]。

2.3 M2052合金力学性能

M2052合金室温拉伸曲线如图8a所示,通过拉伸曲线可以看出M2052合金没有发生明显的颈缩现象。经观察,样品的断裂方向与加载方向近乎垂直,呈现出典型的脆性断裂特征。图8b展示了铸造M2052合金与本研究中M2052合金拉伸性能对比^[43],LPBF制备的M2052合金屈服强度为 (345 ± 5) MPa、抗拉强度为 (404 ± 2) MPa、伸长率为 $5.21\% \pm 0.57\%$ 。本研究M2052合金的屈服强度高于铸造的屈服强度,抗拉强度基本持平,但伸长率偏低。铸造M2052合金的高伸长率可以归因于铸造过程相对于LPBF过程缓慢的冷速而形成的粗大晶粒组织^[44]。

沉积态M2052合金拉伸断口形貌如图9所示,在图9a和b的断口中同时观察到韧窝和解理台阶的存在,表明M2052合金属于准解理断裂,并且在断口中观察到大量微裂纹和孔洞,微裂纹和孔洞的存在降低了M2052合金的塑性,这与本研究中M2052合金呈现出的脆性断裂特征吻合较为良好。图9c和d更加

清晰地展示了解理台阶和韧窝的特征,在解理台阶和韧窝内部均观察到大量纳米级夹杂物颗粒。结合沉积态样品的ICP测试结果,纳米级夹杂物颗粒被认为是氧化夹杂物颗粒,这与Lou等^[45]关于增材制造316L不锈钢的研究结果类似,其研究表明大量细小的氧化夹杂物的存在促进了早期微孔的形成,并且导致其在一个较大的范围内产生裂纹。有害的氧化夹杂物导致大量微裂纹和孔洞形成,微裂纹和孔洞的存在成为了组织中的薄弱区域,这些薄弱区域更容易在拉伸应力的作用下扩展,最终导致拉伸试样的过早断裂,呈现出脆性断裂特征。

3 结论

(1) LPBF制备M2052合金难度大,适成形工艺窗口狭窄,极易出现裂纹和欠熔合等缺陷。采用VED设计M2052合金工艺参数存在一定局限性,各工艺参数之间的合理组合更应被重视。低激光功率-低扫描速度的组合被证明适用于M2052合金成形,最佳相对密度达99.94%。

(2) 严重的欠熔合缺陷形成与较低的VED有关,适当地提高VED有助于缓解或消除欠熔合缺陷;孔洞的形成与粉末、成形过程熔池捕获气体及工艺参数的选取有关;裂纹被认为是热裂纹并且具有沿晶开裂的特征,在过量积累的热应力作用下裂纹沿着

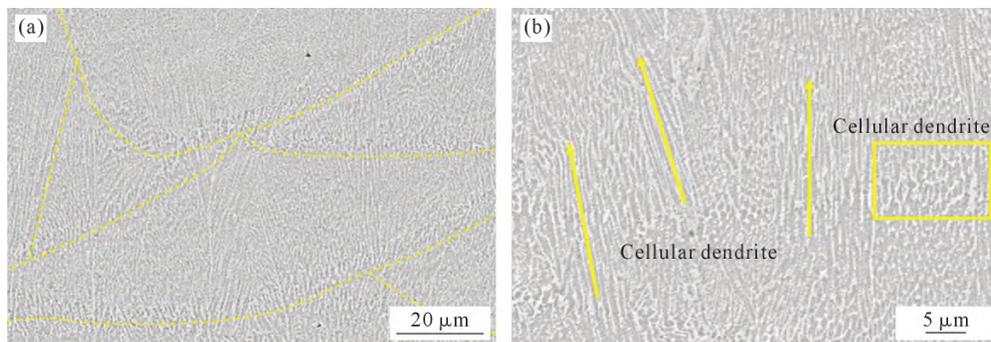


图7 M2052合金显微组织:(a~b)沿沉积方向SEM照片

Fig.7 The microstructure of the M2052 alloy: (a~b) SEM images along the building direction

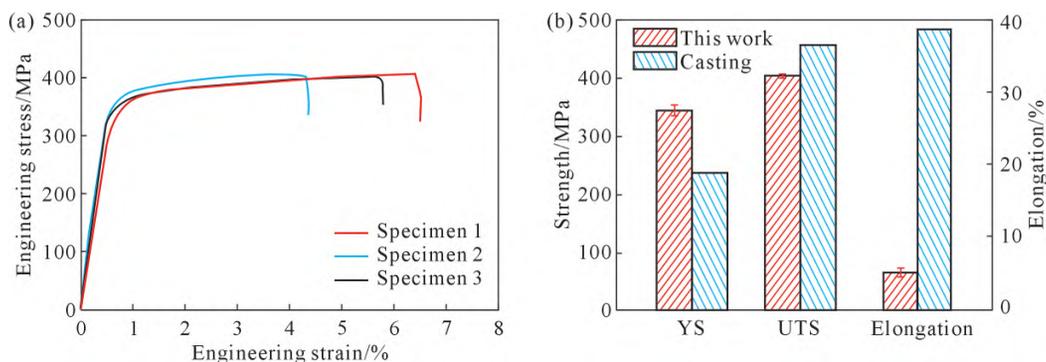


图8 M2052合金室温拉伸结果:(a)工程应力应变曲线;(b)不同工艺的M2052合金拉伸性能对比

Fig.8 Room-temperature tensile results of the M2052 alloy: (a) engineering stress-strain curves; (b) tensile performance comparison of the M2052 alloy under different processes

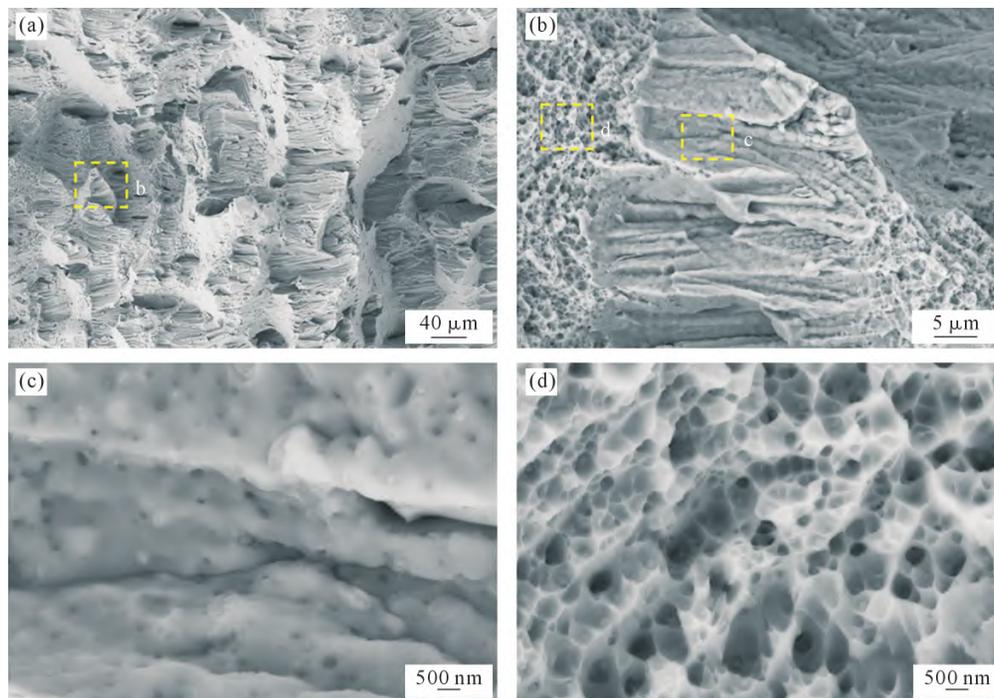


图9 M2052合金的室温拉伸断口形貌:(a~d)不同倍率下断口形貌

Fig.9 Room-temperature tensile fracture morphology of the M2052 alloy: (a~d) fracture morphology at different magnifications

晶界扩展。避免使用高激光功率的工艺组合、提高基板预热等处理有利于减少或消除M2052合金裂纹的形成。

(3)由于LPBF的高冷却速率导致沉积态M2052合金形成单一 γ -(Mn, Cu)固溶体并形成一定程度的晶格畸变,没有观察到Mn元素明显的烧蚀现象。LPBF制备的M2052合金呈现出明显的柱状晶生长趋势,具有明显的[100]晶粒取向。此外,M2052合金呈现出精细的胞状枝晶微观结构特征。

(4)沉积态M2052合金室温屈服强度为 (345 ± 5) MPa、抗拉强度为 (404 ± 2) MPa、伸长率为5.21% \pm 0.57%,呈现出脆性断裂特征。断口分析表明,氧化夹杂物导致大量微裂纹和孔洞的形成是脆性断裂的主要原因。

参考文献:

- [1] 李沛勇,戴圣龙,刘大博,柴世昌,李裕仁.材料阻尼及阻尼合金的研究现状[J].材料工程,1999(8):44-48.
LI P Y, DAI S L, LIU D B, CHAI S C, LI Y R. Status of research on material damping and damping alloys[J]. Journal of Materials Engineering, 1999(8): 44-48.
- [2] 赵稼祥.加强发展军用功能材料[J].材料工程,1995(3):3-11.
ZHAO J X. Strengthening to develop military functional materials [J]. Journal of Materials Engineering, 1995(3): 3-11.
- [3] YIN F X, OHSAWA Y, SATO A, KAWAHARA K. Phase decomposition of the γ phase in a Mn-30 at.% Cu alloy during aging[J]. Acta Materialia, 2000, 48(6): 1273-1282.
- [4] ZHONG Z Y, LIU W B, LI N, YAN J Z, XIE J W, LI D, LIU Y, ZHAO X C, SHI S Q. Mn segregation dependence of damping

capacity of as-cast M2052 alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 660: 97-101.

- [5] WORRELL F T. Erratum: Twinning in tetragonal alloys of copper and manganese[J]. Journal of Applied Physics, 1948, 19(12): 1139.
- [6] ZHONG Y, YIN F, SAKAGUCHI T, NAGAI K, YANG K. Dislocation structure evolution and characterization in the compression deformed Mn-Cu alloy[J]. Acta Materialia, 2007, 55(8): 2747-2756.
- [7] 施瑞鹤,华瑞起,盛宗毅.锰铜高阻尼合金的熔炼[J].热加工工艺,1987(5):44-47.
SHI R H, HUA R Q, SHENG Z Y. Melting of manganese copper high damping alloy[J]. Hot Working Technology, 1987(5): 44-47.
- [8] 卢凤双,芮永岭,田宇鹏,张建福,冯强,赵栋梁.M2052高阻尼合金的研究及应用[J].金属功能材料,2013,20(4):43-48.
LU F S, RUI Y L, TIAN Y P, ZHANG J F, FENG Q, ZHAO D L. Research and application of M2052 high damping alloys[J]. Metallic Functional Materials, 2013, 20(4): 43-48.
- [9] 张溢辉,魏童博,苏晨昱,杨晶晶,王泽敏.SLM工艺和循环热处理对Mn-30%Cu合金显微组织和硬度的影响[J/OL].中国激光,2024. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1339.tn.20240412.1047.054.html>.
ZHANG Y H, WEI T B, SU C Y, YANG J J, WANG Z M. Effect of cyclic heat treatment on microstructure and hardness of Mn-30%Cu alloy by selective laser melting[J/OL]. Chinese Journal of Lasers, 2024. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1339.tn.20240412.1047.054.html>.
- [10] FENG Z, WANG G, HAO Z W, WANG Y X, TAN H, FAN W, DANG M J, ZHANG S Y, CHEN Y G, PENG Y J, ZHANG T C, SHI S Q, WEI L, ZHANG F Y, LIN X, HUANG W D. Influence of scale effect on surface morphology in laser powder bed fusion technology[J]. Virtual and Physical Prototyping, 2024, 19(1): e2336157.
- [11] 殷福星,岩崎智,坂口琢哉,长井寿.Mn-Cu系高阻尼合金的凝固

- 组织控制及阻尼特性的改善(英文)[J]. 物理学进展, 2006, 26(3-4): 323-331.
- YIN F X, IWASAKA S, SAKAGUCHI T, NAGAI K. The improved damping behavior of Mn-Cu high damping alloy obtained by solidification process control[J]. Progress in Physics, 2006, 26(3-4): 323-331.
- [12] 谢晋武, 刘文博, 李宁, 颜家振, 钟珍玉, 刘颖, 赵修臣. 枝晶偏析对MnCu合金阻尼性能的影响[J]. 功能材料, 2015, 46(13): 13087-13090, 13094.
- XIE J W, LIU W B, LI N, YAN J Z, ZHONG Z Y, LIU Y, ZHAO X C. Effect of dendritic segregation on the damping property of MnCu alloy[J]. Journal of Functional Materials, 2015, 46(13): 13087-13090, 13094.
- [13] 卢凤双, 吴滨, 张建福, 李平, 赵栋梁. 时效温度对Mn20Cu5Ni2FeCe合金组织性能的影响[J]. 功能材料, 2016, 47(9): 9163-9165.
- LU F S, WU B, ZHANG J F, LI P, ZHAO D L. Effect of aging temperature on the microstructure and properties of Mn20Cu5Ni2-FeCe alloy[J]. Journal of Functional Materials, 2016, 47(9): 9163-9165.
- [14] WU Y Q, YIN F X, HONO K. The decomposed γ -phase microstructure in a Mn-Cu-Ni-Fe alloy studied by HRTEM and 3D atom probe[J]. Scripta Materialia, 2002, 46(10): 717-722.
- [15] 马聪慧, 王长军, 沈韬, 胡家齐, 梁剑雄. VIGA法制备的M2052锰铜合金粉末及其SLM打印件的性能[J]. 金属热处理, 2020, 45(10): 140-147.
- MA C H, WANG C J, SHEN T, HU J Q, LIANG J X. Properties of M2052 Mn-Cu alloy powder prepared by VIGA method and its SLM prints[J]. Heat Treatment of Metals, 2020, 45(10): 140-147.
- [16] 马聪慧, 王长军, 沈韬, 胡家齐, 梁剑雄. 选区激光熔化法制备的M2052锰铜合金的组织与性能[J]. 金属热处理, 2020, 45(8): 97-104.
- MA C H, WANG C J, SHEN T, HU J Q, LIANG J X. Microstructure and properties of M2052 Mn-Cu alloy prepared by selective laser melting method[J]. Heat Treatment of Metals, 2020, 45(8): 97-104.
- [17] 康梓铭, 张冬云, 汪承杰, 李岭山, 曹明. 热处理对选区激光熔化成形M2052合金组织性能的影响[J]. 表面技术, 2019, 48(5): 132-138, 152.
- KANG Z M, ZHANG D Y, WANG C J, LI L S, CAO M. Effect of heat treatment on microstructure and properties of M2052 alloy by selective laser melting[J]. Surface Technology, 2019, 48(5): 132-138, 152.
- [18] 汪承杰. M2052高阻尼合金SLM成形工艺及组织性能研究[D]. 北京: 北京工业大学, 2018.
- WANG C J. Study on the process, microstructure and properties of M2052 high damping alloy [D]. Beijing: Beijing University of Technology, 2018.
- [19] 马聪慧. 基于SLM技术成形M2052锰铜合金及其后处理工艺研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2020.
- MA C H. Research on forming M2052 manganese copper alloy based on SLM technology and its aftertreatment process[D]. Kunming: Kunming University of Science and Technology, 2020.
- [20] LIU Q C, ELAMBASSERIL J, SUN S J, LEARY M, BRANDT M, SHARP P K. The effect of manufacturing defects on the fatigue behaviour of Ti-6Al-4V specimens fabricated using selective laser melting[J]. Advanced Materials Research, 2014, 891-892: 1519-1524.
- [21] HOJJATZADEH S M H, PARAB N D, GUO Q L, QU M L, XIONG L H, ZHAO C, ESCANO L I, FEZZAA K, EVERHART W, SUN T, CHEN L Y. 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.
- [22] 房冬青, 严振宇, 黄超, 王磊, 卢东宁. 5056铝合金激光-TIG电弧复合焊接接头气孔特性的研究[J]. 电加工与模具, 2015(5): 52-53, 57.
- FANG D Q, YAN Z Y, HUANG C, WANG L, LU D N. Study on pore characteristics of 5056 aluminum alloy joints welded by laser-TIG hybrid[J]. Electromachining & Mould, 2015(5): 52-53, 57.
- [23] KHAIRALLAH S A, ANDERSON A T, RUBENCHIK A, KING Y E. Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones[J]. Acta Materialia, 2016, 108: 36-45.
- [24] ZHAO C, PARAB N D, LI X X, FEZZAA K, TAN W D, ROLLETT A D, SUN T. Critical instability at moving keyhole tip generates porosity in laser melting[J]. Science, 2020, 370(6520): 1080-1086.
- [25] GONG H J, RAFI K, GU H F, STARR T, STUCKER B. Analysis of defect generation in Ti-6Al-4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes[J]. Additive Manufacturing, 2014, 1-4: 87-98.
- [26] 曹龙超, 周奇, 韩远飞, 宋波, 聂振国, 熊异, 夏凉. 激光选区熔化增材制造缺陷智能监测与过程控制综述[J]. 航空学报, 2021, 42(10): 192-226.
- CAO L C, ZHOU Q, HAN Y F, SONG B, NIE Z G, XIONG Y, XI A L. Review on intelligent monitoring of defects and process control of selective laser melting additive manufacturing[J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2021, 42(10): 192-226.
- [27] 王楠, 李金国, 刘纪德, 徐伟. 选区激光熔化镍基高温合金组织及缺陷研究进展[J]. 稀有金属材料与工程, 2024, 53(1): 257-269.
- WANG N, LI J G, LIU J D, XU W. A review of research of microstructure and defects in Ni-based superalloys fabricated by selective laser melting[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2024, 53(1): 257-269.
- [28] LIU W, XIE Q S, CAO Y, WANG J H, BAI P K. Optimization of processing parameters for LPBF-manufactured CoCr alloys based on laser volume energy density[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 27: 4053-4063.
- [29] JONAET A M, PARK H S, MYUNG L C. Prediction of residual stress and deformation based on the temperature distribution in 3D-printed parts[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2021, 113: 2227-2242.
- [30] CHAKRABOTRY A, TANGESTANI R, MUHAMMAD W, SABISTON T, MASSE J P, BATMAZ R, WESSMAN A, MARTIN É. Micro-cracking mechanism of RENÉ 108 thin-wall components built by laser powder bed fusion additive manufacturing[J]. Materials Today Communications, 2022, 30: 103139.

- [31] 邓国威,谭超林,王迪,杨永强. 增材制造高体积陶瓷增强马氏体钢缺陷抑制与机理研究[J]. 机械工程学报, 2021, 57(17): 243-252.
DENG G W, TAN C L, WANG D, YANG Y Q. Defects suppression and mechanism in additive manufacturing high-volume SiC reinforced maraging steel[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2021, 57(17): 243-252.
- [32] DEMIR A G, PREVITALI B. Investigation of remelting and pre-heating in SLM of 18Ni300 maraging steel as corrective and preventive measures for porosity reduction[J]. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2017, 93: 2697-2709.
- [33] KASPEROVICH G, HAUBRICH J, GUSSONE J, REQUENA G. Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting[J]. Materials & Design, 2016, 105: 160-170.
- [34] ADACHI K, YAMASHITA T, TANEDA Y, FARKAS D M, PERKINS J. Dynamical transmission electron microscopy microstructure associated with electron-phonon interaction in high-damping Cu-Mn alloys[J]. Philosophical Magazine A, 1996, 73(4): 1009-1034.
- [35] 左阳,彭华备,陈捷,杨琴. 后处理对选区激光熔化成型MnCu合金阻尼性能的影响[J]. 金属功能材料, 2023, 30(6): 25-32.
ZUO Y, PENG H B, CHEN J, YANG Q. Effect of post-processing on damping property of MnCu alloy formed by selective laser melting[J]. Metallic Functional Materials, 2023, 30(6): 25-32.
- [36] BACON G E, DUNMUR I W, SMITH J H, STREET R. The anti-ferromagnetism of manganese copper alloys [J]. Proceedings of the royal society of london. Series A. Mathematical and physical sciences, 1957, 241(1225): 223-238.
- [37] FENG Z, WANG X M, TAN H, ZHANG F Y, FAN W, WANG Y X, FANG Y B, WANG J L, WU F, LIN X, HUANG W D. Effect of heat treatment patterns on porosity, microstructure, and mechanical properties of selective laser melted TiB₂/Al-Si-Mg composite [J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 855: 143932.
- [38] FENG Z, TAN H, FANG Y B, LIN X, HUANG W D. Selective laser melting of TiB₂/AlSi10Mg composite: Processability, microstructure and fracture behavior[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 299: 117386.
- [39] CALCAGNOTTO M, PONGE D, DEMIR E, RAABE D. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527(10-11): 2738-2746.
- [40] THIJSS L, KEMPEN K, KRUTH J P, VAN HUMBEEK J. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder[J]. Acta Materialia, 2013, 61(5): 1809-1819.
- [41] 宗学文,刘文杰,张树哲,陈楨,杨雨蒙. 激光选区熔化GH3536镍基高温合金的微观组织和晶体取向[J]. 稀有金属材料与工程, 2020, 49(9): 3182-3188.
ZONG X W, LIU W J, ZHANG S Z, CHEN Z, YANG Y M. Microstructure and crystal orientation of nickel-based superalloy GH3536 by selective laser melting [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(9): 3182-3188.
- [42] ZHAO J M, SUN L Y, JI P G, YU X Q, CHEN L, LIU S, ZHENG K H, YIN F X. The effect of scanning strategies on the microstructure and mechanical properties of M2052 alloy manufactured by selective laser melting[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 27: 7084-7093.
- [43] 郝顺平. 高锰阻尼合金的制备及性能研究[D]. 镇江: 江苏大学, 2018.
HAO S P. Study on preparation and properties of high manganese damping alloy[D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2018.
- [44] CÁ CERES C H, SELLING B I. Casting defects and the tensile properties of an AlSiMg alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 1996, 220(1-2): 109-116.
- [45] LOU X Y, ANDRESEN P L, REBAK R B. Oxide inclusions in laser additive manufactured stainless steel and their effects on impact toughness and stress corrosion cracking behavior[J]. Journal of Nuclear Materials, 2018, 499: 182-190.