

WE43 镁合金激光粉末床熔融工艺研究

尹洪兆¹, 刘金戈¹, 刘冰川², 彭勃¹, 温鹏^{1*}, 田耘², 郑玉峰³, 王彩梅⁴, 马小林⁴, 裴浩同⁵¹清华大学机械工程系, 北京 100083;²北京大学第三医院骨科, 北京 100191;³北京大学材料科学与工程学院, 北京 100871;⁴爱康宜诚医疗器材有限公司, 北京 102200;⁵铂力特增材技术股份有限公司, 陕西 西安 710117

摘要 增材制造镁合金个性化复杂结构在航空航天、交通运输和医疗器械等领域有着广泛的应用前景。然而, 镁具有活性高、易蒸发、液体流动性好、热膨胀系数高等特性, 镁合金增材制造面临着诸多工艺挑战。系统研究了 WE43 镁合金的激光粉末床熔融(L-PBF)增材制造工艺, 通过调控激光能量输入和扫描策略, 获得了熔合质量和力学性能良好、成形精度高的 WE43 镁合金实体和多孔支架。致密度在较大工艺窗口内超过了 99.50%, 拉伸强度和断裂延伸率分别达到 275 MPa 和 15%, 多孔结构的实际孔隙率与设计值相差 10% 以内, 表明所提 WE43 镁合金激光粉末床熔融工艺具有工业应用潜力。

关键词 激光技术; 增材制造; 激光粉末床熔融; WE43 镁合金; 工艺优化

中图分类号 TH164

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL202249.1402107

1 引言

镁合金具有高的比强度、良好的抗震减噪和电磁屏蔽性能, 在航空航天、交通运输和消费电子等领域得到广泛应用。WE43 含有质量分数约为 4% 的 Y, 质量分数约为 3% 的 Nd 和 Gd 以及质量分数约为 0.5% 的 Zr^[1], 是一种耐热耐蚀的高强镁合金, 最初被应用于航空航天领域。由于良好的生物相容性和生物可降解性, WE43 也被用于制造可降解医疗植入物, 其制造的血管支架和骨固定植入物已实现了临床应用^[2-4]。激光粉末床熔融(L-PBF)是一种将离散化粉体材料熔融并逐层堆积成形的增材制造技术, 在计算机控制下可精确高效地实现个性化复杂结构的制造, 相较于其他金属增材制造方法, L-PBF 工艺具有高质量、高精度和高柔性等优势, 在航空航天、精密仪器和医疗器械等领域具有广阔的发展前景^[5-6]。

随着镁合金材料和增材制造技术的发展, 镁合金 L-PBF 工艺得到研究者的关注, 但面临着诸多挑战^[7]: 首先, 镁的高化学活性给 L-PBF 制造流程的安全管理提出了极高的要求^[8]; 其次, 镁具有高蒸发倾向, 易在 L-PBF 过程中形成金属蒸气和烟尘, 遮挡和散射激光, 使能量输入发生波动, 进而形成气孔或未熔

合缺陷^[9]; 此外, 镁合金的高热膨胀系数、高流动性以及部分镁合金中含有的低熔点共晶成分也会造成热变形、热裂纹、表面质量差等问题^[10-14]。

近年来, 国际上对增材制造 WE43 镁合金的 L-PBF 工艺、微观组织、力学性能和生物降解性能开展了初步的研究。Kniffka 等^[15-16]较早地发现 WE43 比 AZ91D 和 MgCa 镁合金粉体材料有更好的 L-PBF 工艺性能。Suchy 等^[17]研究了激光热输入对 WE43 镁合金单道扫描成形的影响, 制造了薄壁零件。Hyer 等^[18]通过优化激光能量获得了致密度为 99% 的 WE43 块体, 打印态的最大拉伸强度为 251 MPa, 断后延伸率仅为 2.6%。Zumdieck 等^[16]研究了打印态的微观组织和力学性能, 发现打印态的晶粒细密, 力学性能优于铸造态, 与粉末挤压态相当。Bär 等^[19]通过急冷的方式, 研究了 L-PBF 多道多层扫描熔化对微观组织的影响, 分析了析出相的生成原因。Kopp 等^[20]发现打印态多孔支架的表面粘粉严重, 经过酸洗后才能获得与设计值接近的几何结构。Li 等^[21]对 WE43 镁合金多孔支架的力学性能、体外降解行为和生物相容性进行了表征。

然而, 目前国外研究者获得的增材制造 WE43 零件性能存在较大差异, 性能不稳定成为镁合金增材制

收稿日期: 2021-12-20; 修回日期: 2022-01-13; 录用日期: 2022-02-11

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFE0104200)、国家自然科学基金(51875310, 52175274, 82172065)

通信作者: *wenpeng@tsinghua.edu.cn

造应用的主要瓶颈。例如, L-PBF 制备的 WE43 零件的熔合质量参差不齐, 最高致密度从 99% 到 99.9% 不等; Zumdick 等^[16]报道的 WE43 块体金属的拉伸强度和延伸率分别为 308 MPa 和 12.2%, 明显高于其他研究; Li 等^[21]报道的 WE43 多孔支架在模拟体液浸泡 28 天后, 体积仅减少了 20%, 降解速率明显低于其他研究; Xie 等^[22]报道多孔支架打印态的孔隙率为 32.1%, 而设计值为 80%, 成形误差高达 60%。本文采用国产 WE43 粉末材料和 L-PBF 设备, 对 WE43 镁合金的增材制造工艺进行了系统研究, 获得了稳定良好的熔合质量和成形精度, 为镁合金增材制造实现产业应用提供了理论支持和试验数据。

2 试验材料和方法

2.1 粉末材料和 L-PBF 设备

WE43 镁合金粉末材料采用旋转等离子体雾化工艺制备, 粒径为 15~50 μm, 平均粒径为 28.9 μm, 粉末粒度分布均匀, 具有较好的球形度, 内部致密无气

孔, 如图 1 所示。表 1 为使用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定的合金成分, 受 Mg 蒸发的影响, 与粉体材料相比, 除 Mg 以外, 其他合金元素在 L-PBF 成形件中的含量具有不同程度的上升。采用 BLT S210 设备进行激光粉末床熔融工艺研究, 最大成形尺寸为 105 mm×105 mm×210 mm, 搭载最大功率为 500 W 的光纤激光器, 光斑直径为 70 μm。如图 2 所示, 通过垂直于铺粉方向的可调风速的循环惰性气流系统, 对激光熔化镁合金产生的烟尘进行吹除, 成形零件的摆放打印顺序和气流流动方向相反, 避免蒸发烟尘中的大颗粒飞溅到未打印区域, 抑制蒸发的不良影响。采用轧制 WE43 镁合金块体作为基板, 基板下配有电阻加热装置, 激光熔化粉末前将基板预热至 200 °C, 通过热传导对粉末床进行预热, 抑制局部加热和冷却导致的热应力和变形。采用纯度(体积分数)超过 99.99% 的氩气对成形舱室进行充气, 待氧气含量(体积分数)降低到 120×10^{-6} 以下时, 开启激光进行熔化, 打印过程中保持成形舱室的氧含量(体积分数)低于 120×10^{-6} 。

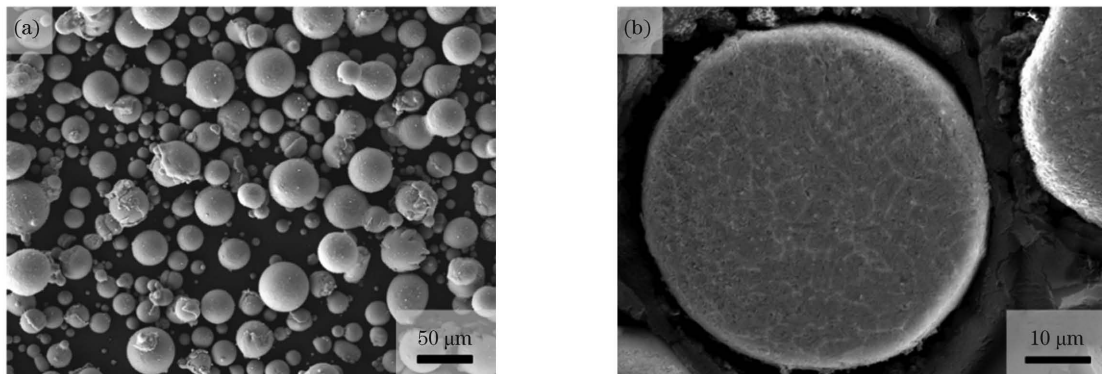


图 1 WE43 粉末材料。(a) WE43 粉末颗粒表面形貌; (b) WE43 粉末颗粒截面

Fig. 1 WE43 powder material. (a) Surface morphology of WE43 powder particles; (b) cross section of WE43 powder particle

表 1 WE43 合金粉末材料和 L-PBF 零件的化学成分(质量分数, %)

Table 1 Chemical compositions of WE43 alloy powder and L-PBF parts (mass fraction, %)

Element	Y	Nd	Gd	Zr	Mg
Powder	3.87	2.24	1.16	0.39	Bal.
L-PBF sample	4.26	2.46	1.28	0.43	Bal.

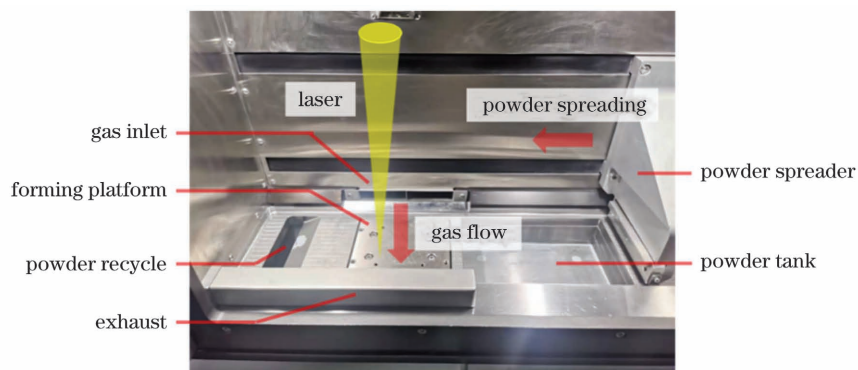


图 2 L-PBF 成形舱室及辅助气流系统

Fig. 2 L-PBF formation chamber and auxiliary gas flow system

2.2 L-PBF 工艺

激光光斑直径(d)、激光功率(P)、扫描速度(v)、道间距(h)和层厚(t)是决定 L-PBF 激光能量输入最重要的 5 个参数。激光体能量密度 E_v (J/cm^3) 表示单位体积粉体材料接受的能量密度,是评价 L-PBF 能量输入常用的参量:

$$E_v = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \quad (1)$$

激光热输入 E_L (J/cm) 对熔池形状和冷却速度有决定性作用,是热应力和变形的主要影响因素:

$$E_L = \frac{P}{v} \quad (2)$$

激光功率密度 E_I (W/cm^2) 对激光能量与粉体材料的相互作用有决定性影响:

$$E_I = \frac{4P}{\pi d^2} \quad (3)$$

道间距 h 和层厚 t 决定了熔池在粉体材料和已凝固零件中的分布比例, h 的选取主要考虑熔池宽度,取决于 E_L 和 d , t 的选取主要考虑粉末直径和熔池深度。较小的 h 和 t 有利于提高熔合质量和尺寸精度,但增加了熔化时间,不仅牺牲了成形效率,而且增加了材料的蒸发。根据预试验结果,固定 h 和 t 分别为

70 μm 和 20 μm , 改变 P 和 v 研究激光能量输入对熔合质量和成形精度的影响,使用表 2 中的参数组合打印边长为 8 mm 的立方体,并测量其致密度,选择致密度最高的三组参数用于制造下述细杆和多孔结构。

当 E_L 增加时, L-PBF 的熔池宽度增加,反之,熔池宽度则缩小,熔池宽度决定了可实现的成形精度。对于特征尺寸在 1 mm 以下的细杆(直径)或薄壁(壁厚),通常采用内部线填充配合外轮廓扫描。内部线填充采用之字形扫描,每层扫描方向旋转 67° 。镁合金的表面张力较低,热膨胀系数较高,如果采用设计的截面尺寸进行外轮廓扫描,实际得到的零件截面尺寸较设计值有较大的正向偏差。为了避免这种情况,在设计截面尺寸基础上将外轮廓扫描路径向内缩进,以消除熔池宽度和粉末粘附带来的尺寸偏差。采用图 3(a) 所示的细杆成形试验确定不同参数组合和设计杆径下对应的轮廓缩进量 Δ_n (n 为对应的工艺参数编号),设计杆径 d_1 为 0.3 ~ 2.0 mm, 长度均为 10 mm, 将初始轮廓缩进量 Δ_0 设置为 0.05 mm, 每种杆径制备 4 个样品, 测量其实际直径 d_0 并求平均值。如图 3(b) 所示, 优化的轮廓缩进量 Δ_n 为

$$\Delta_n = \Delta_0 + \frac{1}{2}(d_0 - d_1) \quad (4)$$

表 2 工艺窗口试验中不同参数下样品的相对致密度

Table 2 Relative density of samples processed with different parameters in process experiment

unit: %

Laser power / W	Scanning speed of 400 mm·s ⁻¹	Scanning speed of 600 mm·s ⁻¹	Scanning speed of 800 mm·s ⁻¹	Scanning speed of 1000 mm·s ⁻¹	Scanning speed of 1200 mm·s ⁻¹
40	99.76	99.63	99.38	98.68	
60	99.77	99.82	99.73	99.72	99.69
80	99.75	99.81	99.91	99.71	99.59
100		99.71	99.81	99.75	99.60
120		99.53	99.65	99.54	99.40

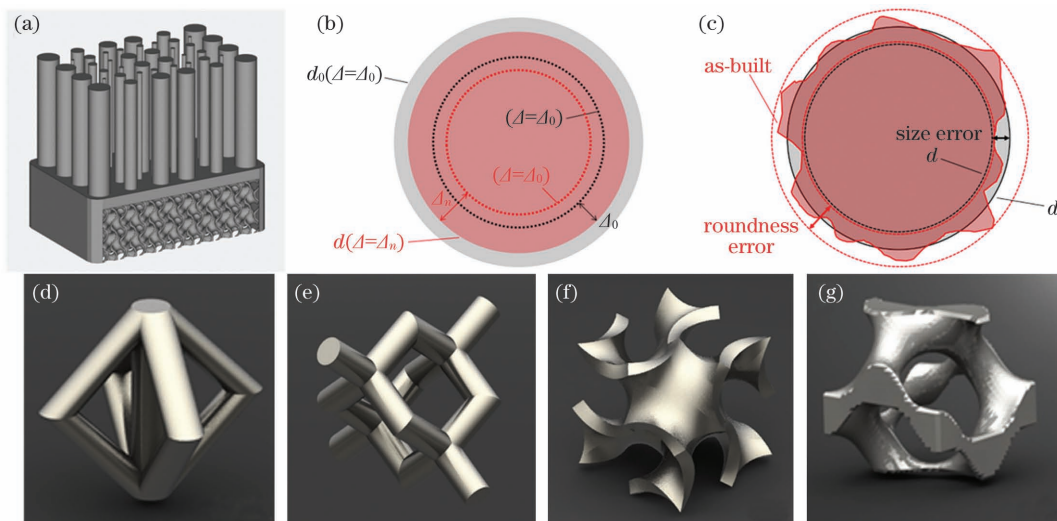


图 3 零件设计与扫描策略示意图。(a)不同直径细杆设计图;(b)轮廓缩进示意图;(c)尺寸和圆度误差计算示意图;(d)~(g)多孔支架结构单元设计图

Fig. 3 Part design and scanning strategy sketches. (a) Design of thin rods with different diameters; (b) sketch of contour indentation; (c) sketch of size error and roundness error calculation; (d)~(g) design of porous scaffold units

利用由工艺窗口试验获得的优化热输入和细杆试验获得的优化缩进量,制备具有 4 种典型孔隙单元的多孔支架,如图 3(c)~(f)所示,其中 BCC 为体心立方晶格,D 为钻石晶格,SG 为基于曲面的螺旋二十四面体,LG 为基于支杆的螺旋二十四面体。每一种孔隙单元均为边长为 2 mm 的立方体,调整设计杆径,使单元孔隙率均为 80%。

2.3 成形质量、微观组织和力学性能测试

将由表 2 参数制造的 WE43 块体侧面(与堆积方向平行)打磨抛光,观测块体的熔合质量。打磨深度均超过 1 mm,消除粉末粘附等表面缺陷对熔合质量的影响。使用数字光学显微镜(OM)10 倍物镜在观测面随机拍摄 5 个不重合区域的图像,每个区域的尺寸为 2.0 mm×1.5 mm,分辨率为 1360 pixel×1024 pixel。采用最小二乘法计算每张图像的二值化阈值,将图像二值化后,统计其中的黑色像素(成形缺陷)所占百分比,对 5 个区域的结果求平均,用 1 减去缺陷百分比表征块体的相对致密度,相对致密度越高说明熔合质量越好。使用 OM 观测细杆横截面(与堆积方向垂直),提取横截面形状和尺寸,计算相对致密度、尺寸误差和圆度误差。尺寸误差表示实际成形截面的等效圆直径和设计直径的相对偏差,该等效圆由最小二乘法对成形截面形状进行拟合得到。圆度误差为实际成形截面的最大内接圆半径和最小外切圆半径之差,考虑到不同设计尺寸的差异,本文以实际误差值相对设计尺寸的百分比表示。尺寸误差越小,表明成形尺寸越接近设计尺寸;圆度误差越小,表明成形轮廓越接近设计形状。这两个指标共同表征细杆的成形精度。采用阿基米德法,将多孔支架悬垂浸入乙醇,根据容器的质量变

化 Δm 和乙醇的密度 ρ 计算出其实际体积 V :

$$V = \frac{\Delta m}{\rho} \quad (5)$$

多孔支架的成形精度用实际体积 V 和设计体积 V_0 的相对误差 e_r 表示:

$$e_r = \frac{V - V_0}{V_0} \quad (6)$$

将抛光的样品用体积分数为 4% 的硝酸乙醇溶液腐蚀约 10 s,在乙醇中清洗后吹干,采用 OM 观察熔池形状,采用扫描电子显微镜(SEM)观察表面形貌和微观组织,采用配套能谱仪对元素分布进行分析。采用电子万能试验机对块体进行拉伸试验,对多孔支架进行压缩试验,测量应力-应变曲线,获得强度、延伸率和弹性模量等力学性能。在激光功率为 80 W,扫描速度为 800 mm/s 时,使用电子显微硬度计测量块体样品的硬度,测量位置位于块体中心部,在与堆积方向平行的测量面上随机选取 10 个测量点,测量载荷为 200 g,加载时间为 10 s。

3 试验结果与分析

3.1 成形质量

由 25 个参数组合打印的实心立方体的相对致密度如表 2 所示。对于所采用的 L-PBF 设备和 WE43 粉体材料,在较大的参数空间内($60 \text{ W} \leq P \leq 100 \text{ W}$, $600 \text{ mm/s} \leq v \leq 800 \text{ mm/s}$),均可获得高的熔合质量,样品的相对致密度超过 99.50%。如图 4(a)所示。当激光热输入适中,能够将离散的粉末熔化并可靠地熔合在一起时,可形成致密的零件。当激光热输入过低时,即激光功率过小或扫描速度过快时,不足以形成良

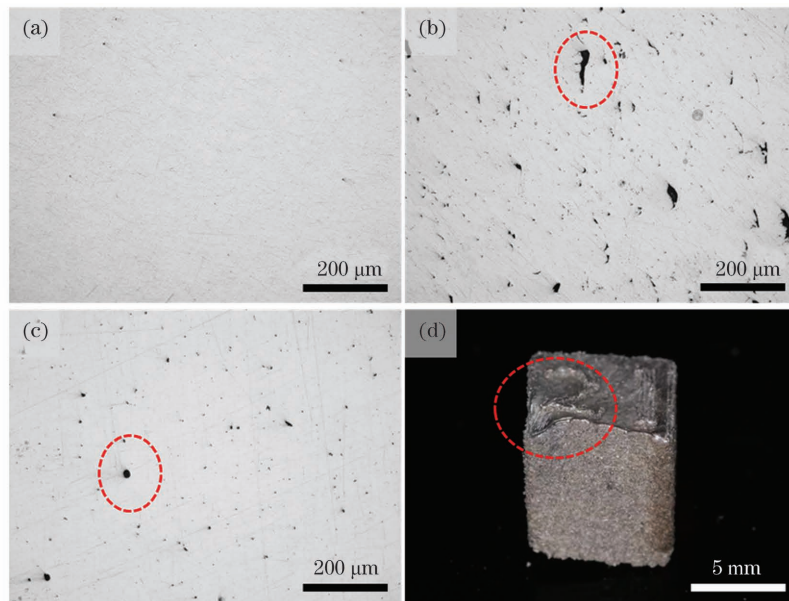


图 4 不同 L-PBF 参数下所获的 WE43 块体截面。(a) $P=80 \text{ W}$, $v=800 \text{ mm/s}$; (b) $P=40 \text{ W}$, $v=1000 \text{ mm/s}$; (c) $P=120 \text{ W}$, $v=600 \text{ mm/s}$; (d) 热输入过大导致的零件变形

Fig. 4 Cross sections of WE43 as-built parts under different L-PBF parameters. (a) $P=80 \text{ W}$, $v=800 \text{ mm/s}$; (b) $P=40 \text{ W}$, $v=1000 \text{ mm/s}$; (c) $P=120 \text{ W}$, $v=600 \text{ mm/s}$; (d) part deformation caused by immense energy input

好的熔合,零件内部出现较多的未熔合缺陷,这些缺陷形状不规则,多集中在道与道或层与层之间,如图 4(b)所示。当激光热输入过高时,熔池的蒸发加剧,熔池内部由金属蒸气形成的小孔容易失稳,将保护气体卷入熔池内部,零件内部出现较多的气孔缺陷,这些缺陷多为随机分布的圆孔,如图 4(c)所示。镁合金的熔点和沸点低,蒸发倾向高,热膨胀系数高,因此熔化 WE43 粉末材料所需的激光能量相对较小。当激光功率超过 120 W 时,过高的能量密度 E_l 加剧了蒸发,蒸发反冲力导致熔池失稳;同时,过高的热输入 E_v 导致应力和变形增加;两者共同作用,导致成形件

外观出现较大的坍塌,如图 4(d)所示。因此,镁合金 L-PBF 适合采用较低激光功率和适中的扫描速度,并配合一定的预热温度。

选用块体相对致密度最高的三组激光能量参数,分别为 7 # ($P = 60 \text{ W}, v = 600 \text{ mm/s}$)、13 # ($P = 80 \text{ W}, v = 800 \text{ mm/s}$)、18 # ($P = 100 \text{ W}, v = 800 \text{ mm/s}$)。采用上述三组参数,并以初始轮廓缩进量 Δ_0 ($50 \mu\text{m}$) 制备细杆,测量细杆成形件的相对致密度、尺寸误差和圆度误差,如图 5 所示。参数 13 # 下制造的各直径细杆的相对致密度为 $(99.90 \pm 0.06)\%$,参数 7 # 和 18 # 下制造的样品的相对致密度也均超过

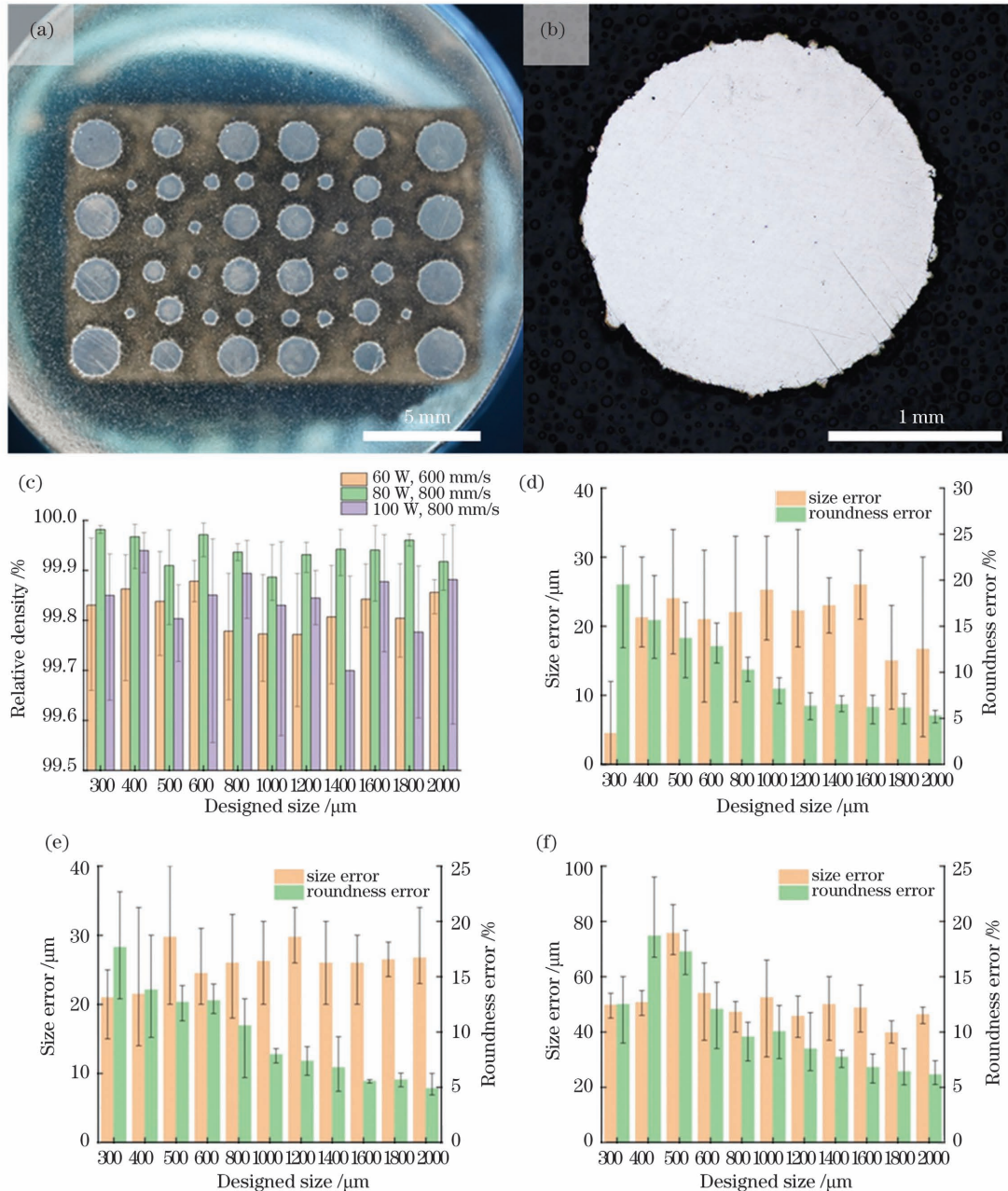


图 5 细杆零件的成形质量。(a)打印获得的细杆;(b)细杆截面;(c)不同参数下加工得到的各直径细杆的相对致密度;

(d) 7 #, (e) 13 #, (f) 18 # 参数下细杆的直径误差和圆度误差

Fig. 5 Formation quality of thin rods. (a) As-built thin rods; (b) cross section of thin rod; (c) relative density of each thin rode under different process parameters; size errors and roundness errors of rods under parameters of (d) 7 #, (e) 13 #, and (f) 18 #

99.70%，表明零件特征尺寸在 0.3~2 mm 范围内的变化对成形质量的一致性无明显影响，因此，可以采用块体工艺试验优化得到的激光能量来制造由细杆组成的多孔支架。从尺寸误差来看，对于 7# 和 13# 参数，它们具有相同的激光热输入 E_L ，所得的等效直径与设计值的偏差较为接近，分别为 $(20 \pm 5) \mu\text{m}$ 和 $(25 \pm 5) \mu\text{m}$ 。18# 参数使用的 E_L 更高，尺寸误差更大，为 $(50 \pm 10) \mu\text{m}$ 。从圆度误差来看，三种参数下的误差分布没有明显差别，设计直径越小，圆度误差越大。上述结果说明，当采用 L-PBF 工艺成形 WE43 镁合金多孔支架时，应该根据相对致密度（熔合质量）的要求优化激光能量输入，当确定激光能量输入后，则应根据多孔支架的杆径（特征尺寸）进一步确定轮廓扫描缩进量，从而提高成形精度。

将优化的参数 ($P=80 \text{ W}$, $v=800 \text{ mm/s}$) 和轮廓缩进量 ($\Delta_{13}=65 \mu\text{m}$) 用于制备具有四种孔隙单元的多孔支架，其直径为 5 mm，长度为 6 mm，如图 6 所示。利用排水法测量实际孔隙率，BCC 型为 $(71.7 \pm 3.3)\%$ ，D 型为 $(71.5 \pm 2.8)\%$ ，SG 型为 $(73.2 \pm 2.2)\%$ ，LG

型为 $(74.7 \pm 1.9)\%$ ，与设计值 (80%) 的误差均在 10% 以内，实现了较高的成形精度。如需进一步减低成本和提高表面质量，则可采用酸洗或电解抛光等后续工艺方法。由支架表面照片看出，采用 SG 和 LG 单元的多孔支架，表面的粘粉和粗糙度分布较为均匀，即成形误差的空间分布较为一致，更有利于后续工艺去除粘粉，提高表面质量；采用 D 型和 BCC 型单元的多孔支架的成形误差空间分布有较大偏差，在支杆连接处和悬垂角较小的表面粘粉情况较为严重，酸洗或电解抛光虽然可以提高多孔支架的整体孔隙率，但是可能出现局部承载面积不足的隐患。特别是对于支杆连接节点，容易产生表面质量不佳导致的应力集中，大幅削减成形件的力学性能。因此，在进行增材制造镁合金结构设计时，必须提前考虑几何构型对成形工艺的影响和制约，尽量选择成形工艺性能好的结构。当 L-PBF 设备条件、粉体材料和拟成形结构确定后，可通过本文提出的方法对激光能量输入和轮廓扫描缩进量进行重点优化，同时提高熔合质量和成形精度。

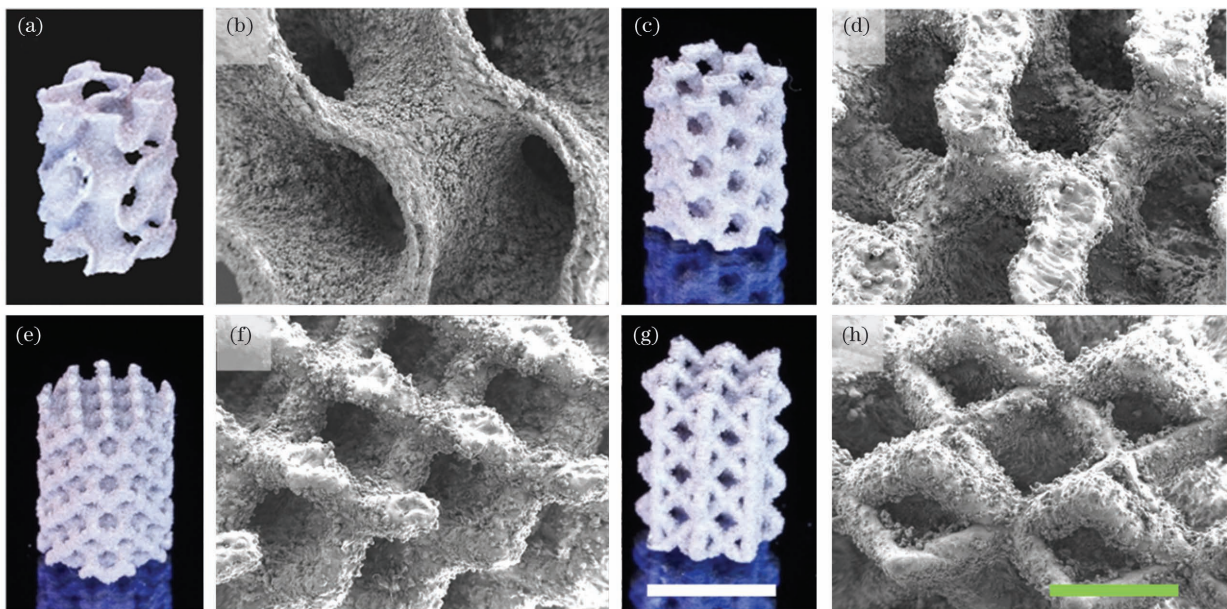


图 6 多孔支架的宏观外形和表面形貌(光学照片中标尺为 5 mm, SEM 图像中的标尺为 1 mm)。(a)(b)SG; (c)(d)LG; (e)(f)D; (g)(h)BCC

Fig. 6 Macro morphologies and surface morphologies of porous scaffolds (scale plate in optical photograph is 5 mm, and that in SEM image is 1 mm). (a)(b) SG; (c)(d) LG; (e)(f) D; (g)(h) BCC

3.2 微观组织

图 7 为参数 13# ($P=80 \text{ W}$, $v=800 \text{ mm/s}$) 和 18# ($P=100 \text{ W}$, $v=800 \text{ mm/s}$) 下获得的成形件的横截面熔池形貌，该截面和堆积方向平行。尽管两种参数组合均可以获得良好的成形质量，具有较高热输入的参数 18# 得到的熔池宽度和深度较参数 13# 有明显增加，较大的熔池也提示参数 18# 下的冷却速度相对较低。以表面最后一层激光扫描形成的熔池为例，参数 13# 和 18# 下获得的平均熔深分别为 $(52 \pm 9) \mu\text{m}$ 和 $(77 \pm 12) \mu\text{m}$ ，平均熔宽分别为

$(118 \pm 20) \mu\text{m}$ 和 $(151 \pm 31) \mu\text{m}$ 。上述熔池形貌差别一方面说明了扫描轮廓缩进量应根据激光能量进行定制化调整，因为在缩进量一定的情况下，更宽的熔池将可能造成更大的成形误差。另一方面，熔池形貌和冷却速度的差别对微观偏析和显微组织亦有重要影响，例如冷却速度的增加导致晶粒细化和析出相减少，因此，即使成形质量类似，工艺参数变化对性能的影响也需要关注和分析。

WE43 所含的稀土元素 Y、Nd 和 Gd 的氧化活性比 Mg 更高，加上粉体材料较大的比表面积，因此

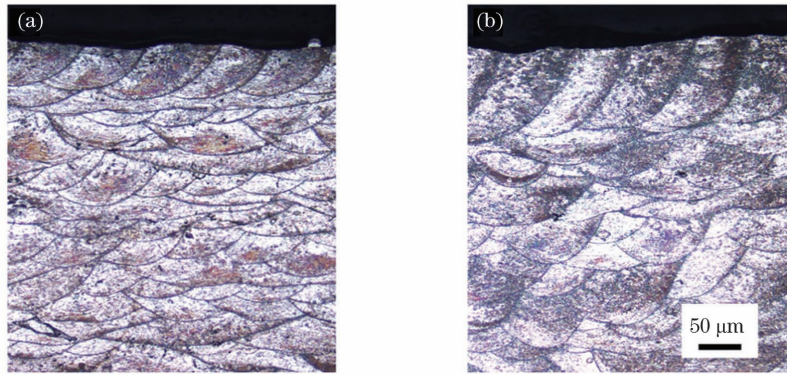


图 7 不同参数下 L-PBF WE43 零件内的熔池形貌和分布情况。(a) 13# 参数; (b) 18# 参数

Fig. 7 Morphologies and distributions of molten pools in L-PBF WE43 parts under different parameters. (a) Parameter of 13#; (b) parameter of 18#

WE43 粉末表面会出现自然钝化, 形成一层氧化膜。该氧化膜一方面提高了粉体材料的燃点, 降低了操作过程中可能的燃爆风险^[16]; 另一方面, Y_2O_3 和 MgO 的熔点分别为 $2410\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $2852\text{ }^\circ\text{C}$, 远高于 Mg 的沸点 $1091\text{ }^\circ\text{C}$, 在蒸发潜热的冷却作用下, L-PBF 熔池的温度不会比 $1091\text{ }^\circ\text{C}$ 高很多, 因此 WE43 粉体材料表面的氧化物无法被熔化。如图 8 所示, 加工过程中粉体

周围的氧化壳被打碎, 形成了不规则的片状氧化物, 主要由 Y_2O_3 构成。Zr 的氧化活性较强, 且容易和 Y 富集在一起。需要指出的是, 无论是铸造还是挤压成形的 WE43 镁合金^[16, 23], 或者是 L-PBF 成形的 AZ91 和 ZK60 等其他镁合金^[7, 24-25], 均未发现图 8 所示的明显氧化物, 故可认为, 氧化物的行为主要与粉体材料和稀土元素密切相关。

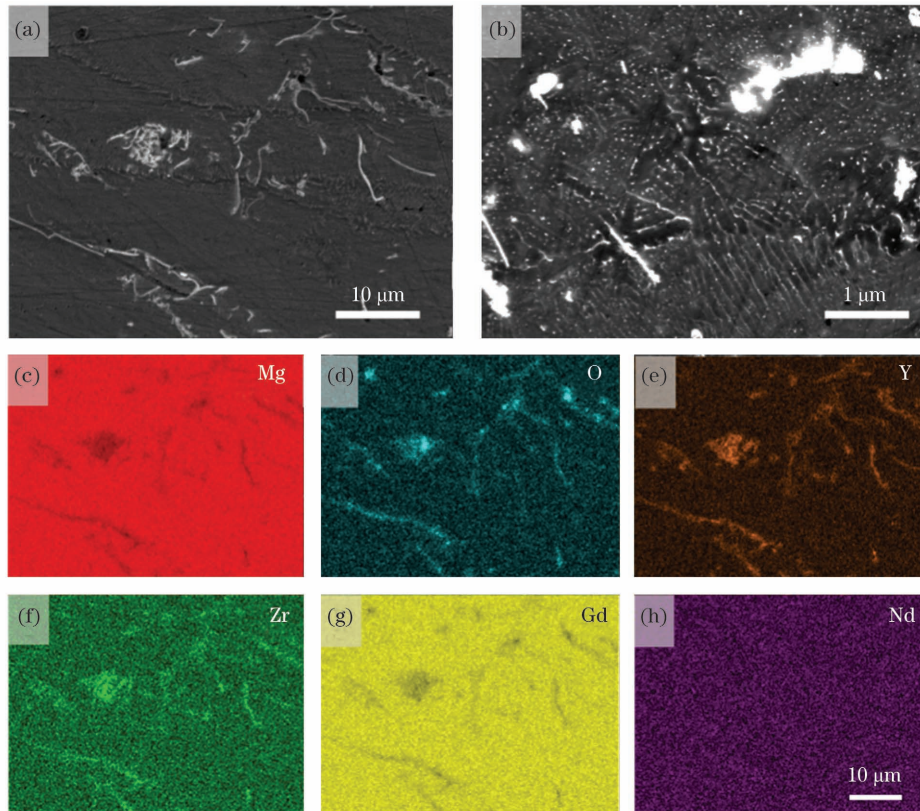


图 8 L-PBF 打印态 WE43 的微观组织。(a) 较低放大倍率下观察到的氧化物; (b) 较高放大倍率下观察到的析出相;

(c)~(h) 图 8(a) 对应的元素分布图

Fig. 8 Microstructures of L-PBF as-built WE43. (a) Oxides observed at low magnification; (b) precipitated phase observed at high magnification; (c)~(h) element distributions corresponding to Fig. 8 (a)

稀土元素(RE)的原子结构和离子半径相近, 因此通常表现出伴生或相互置换, 同时 Y、Nd 和 Gd 的原子尺寸和 Mg 相近, 给精确分析 Mg-RE 析出相的构成带来影响。Mg-RE 析出相主要由晶界析出的球状

Mg_3RE 和晶内析出的片状 $Mg_{41}RE_5$ 构成^[19, 23]。L-PBF 多道多层的堆积和熔化导致了反复的加热, 形成了类似焊接热影响区的组织形貌, 如图 8(b) 所示。此外, 根据 Mg-RE 相图可知, Mg 和稀土元素发生共晶

反应的温度较高,因此 WE43 的凝固温度区间相对较窄,与 ZK60、AZ91 等镁合金 L-PBF 成形过程中明显的热裂纹相比^[24, 26],本文中并没有发现 WE43 的热裂纹问题。

3.3 力学性能

采用参数 13 # 下制备的块体试样进行硬度和拉伸试验,制备多孔支架进行压缩试验。打印态 WE43 的维氏硬度为 (86.11 ± 3.85) HV。如图 9 所示,WE43 块体的拉伸强度为 (272.96 ± 2.81) MPa,断后延伸率为 $(15.6 \pm 1.3)\%$ 。三个样品的变形行为比较

一致,表现出稳定而良好的成形质量,拉伸断口表面较粗糙,没有发现明显的成形缺陷,可观察到一定数量的韧窝,呈现出部分塑性断裂的特征,但没有观察到明显的颈缩。文献报道的常规铸造态和挤压态 WE43 的拉伸强度分别为 189 MPa 和 306 MPa, L-PBF 制备的 WE43 的拉伸强度为 251~308 MPa,断后延伸率为 2.6%~11.9%^[16-19]。需要指出的是,WE43 镁合金的力学性能受析出相行为的影响较大,通过后续的热处理工艺可以对其强度和塑性进行较大范围的调整。

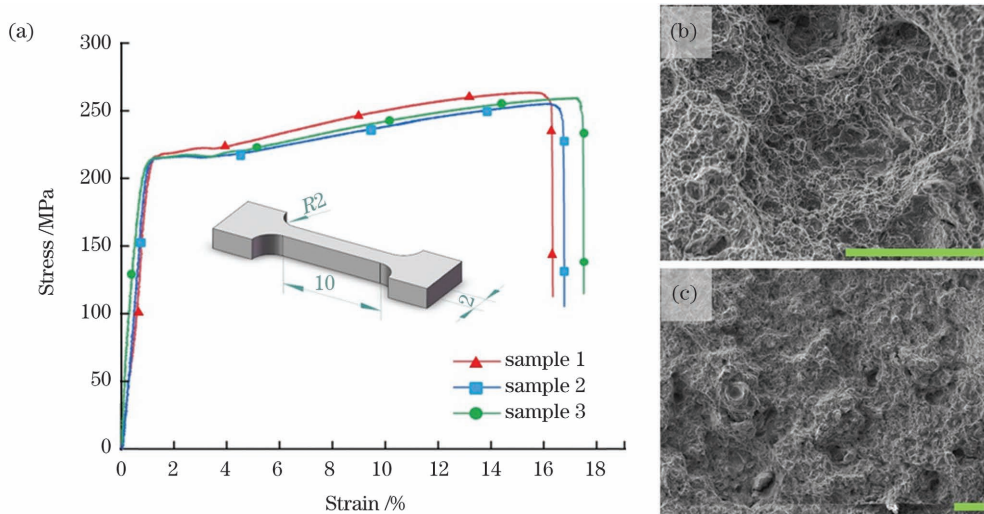


图 9 L-PBF WE43 的拉伸试验结果。(a)拉伸曲线图和试件尺寸示意图;(b)(c) WE43 拉伸试件的断口形貌,标尺均为 50 μm
Fig. 9 Tensile test results of L-PBF WE43. (a) Tensile curves and diagram of sample size; (b)(c) fracture surface morphologies of WE43 tensile samples (scale plate is 50 μm)

采用参数 13 # 和相应缩进量下的多孔支架进行压缩试验,测定其弹性模量和压缩强度,如图 10 所示。在整个压缩过程中,多孔支架未出现劈裂,直至被压缩为饼状,表现出较好的变形能力。四种具有不同单元类型的多孔支架的设计孔隙率均为 80%,通过工艺优化,实际孔隙率为 71.5%~74.7%,孔隙率的最大误差约为 10%。WE43 多孔支架的压缩强度和刚度分别降至 17.6~37.6 MPa 和 325~619 MPa,远远低于

实体结构,与松质骨的压缩性能相当^[27]。根据 Gibson-Ashby 公式,多孔支架的强度和刚度与孔隙率呈指数关系,孔隙率的增加将显著降低力学性能^[27]。如果成形误差导致实际孔隙率与设计孔隙率出现较大的偏差和波动,也必将导致更大的力学性能偏差和波动。在孔隙率相近的条件下,不同孔隙单元类型仍旧能够造成强度和刚度接近 2 倍的变化,例如, BCC 多孔支架由于设置了较多与压缩方向平行的支杆(图 3),

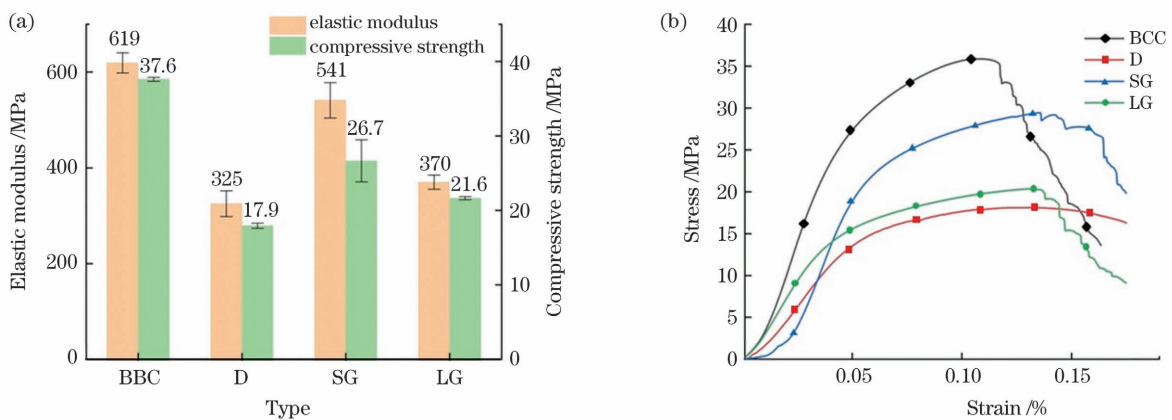


图 10 不同类型多孔支架的压缩性能对比。(a)压缩强度和弹性模量;(b)压缩曲线

Fig. 10 Compression properties of different porous scaffolds. (a) Compression strength and elastic modulus; (b) compression curves

因此具有最高的压缩强度和弹性模量。因此,通过设计不同形状、尺寸、孔隙率和分布的孔隙单元,相同外观尺寸的多孔支架的力学性能可以实现大范围的调整,从而获得最有利于应用场景的力学行为,而良好的工艺性能和成形质量则是实现设计意图的根本保障。

4 结 论

利用国产 WE43 镁合金粉末材料和 L-PBF 设备,开发了镁合金激光增材制造工艺及优化方法,获得了成形质量良好的块体和多孔支架,并表征了微观组织和力学性能,探讨了工艺对组织和性能的影响,主要结论如下。

镁合金 L-PBF 成形工艺需要辅助气流、激光能量和扫描策略的协同作用,据此建立了 WE43 镁合金成形工艺窗口。通过优化激光能量输入,获得了致密度超过 99.50% 的良好熔化质量,根据能量输入和截面特征尺寸确定了轮廓扫描缩进量,所制备的螺旋体多孔支架的实际孔隙率和设计值的误差控制在 10% 以内。打印态 WE43 的微观组织含有大量二次相,与传统加工方式获得的 WE43 存在较大差异。打印态 WE43 块体的硬度为 $(86.11 \pm 3.85) \text{HV}$, 拉伸强度和断裂延伸率分别达到 $(275 \pm 2.81) \text{MPa}$ 和 $(15.6 \pm 1.3)\%$, 不同单元类型的多孔支架的压缩强度和弹性模量范围分别为 $17.6 \sim 37.6 \text{MPa}$ 和 $325 \sim 619 \text{MPa}$, 通过孔隙单元设计可以大范围调控 WE43 多孔支架的力学性能。

参 考 文 献

- [1] Sivashanmugam N, Harikrishna K L. Influence of rare earth elements in magnesium alloy—a mini review [J]. Materials Science Forum, 2020, 979: 162-166.
- [2] Zheng Y F, Gu X N, Witte F. Biodegradable metals [J]. Materials Science and Engineering: R: Reports, 2014, 77: 1-34.
- [3] Witte F. The history of biodegradable magnesium implants: a review [J]. Acta Biomaterialia, 2010, 6(5): 1680-1692.
- [4] Zhao D W, Witte F, Lu F Q, et al. Current status on clinical applications of magnesium-based orthopaedic implants: a review from clinical translational perspective [J]. Biomaterials, 2017, 112: 287-302.
- [5] Manufacturing ITA. ISO/ASTM 52900: 2015 additive manufacturing: general principles: terminology [EB/OL]. [2021-02-03]. <https://www.iso.org/standard/69669.html>.
- [6] 王勇, 周雪峰. 激光增材制造研究前沿与发展趋势 [J]. 激光技术, 2021, 45(4): 475-484.
Wang Y, Zhou X F. Research front and trend of specific laser additive manufacturing techniques [J]. Laser Technology, 2021, 45(4): 475-484.
- [7] Zhang W N, Wang L Z, Feng Z X, et al. Research progress on selective laser melting (SLM) of magnesium alloys: a review [J]. Optik, 2020, 207: 163842.
- [8] 曹杭, 程道来, 张志凯, 等. 铝镁合金粉尘安全特性实验研究 [J]. 消防科学与技术, 2015, 34(10): 1324-1332.
Cao H, Cheng D L, Zhang Z K, et al. Experimental research on physical properties of aluminum magnesium alloy powder [J]. Fire Science and Technology, 2015, 34(10): 1324-1332.
- [9] Ladewig A, Schlick G, Fisser M, et al. Influence of the shielding gas flow on the removal of process by-products in the selective laser melting process [J]. Additive Manufacturing, 2016, 10: 1-9.
- [10] Zhang X B, Cao Z Y, Zhao P F. Investigation on solidification cracks in pulsed laser spot welding of an AZ31 magnesium alloy [J]. Optics & Laser Technology, 2020, 126: 106132.
- [11] 丁文兵, 童彦刚, 邓德安, 等. AZ91D 变形镁合金激光焊接头的微观组织与机械性能 [J]. 中国激光, 2014, 41(2): 0203003.
Ding W B, Tong Y G, Deng D A, et al. Microstructure and mechanical properties of laser welded AZ91D wrought magnesium alloy [J]. Chinese Journal of Lasers, 2014, 41(2): 0203003.
- [12] Mukherjee T, Zuback J S, De A, et al. Printability of alloys for additive manufacturing [J]. Scientific Reports, 2016, 6: 19717.
- [13] 宋剑锋, 宋有年, 王文武, 等. 金属粉末选区激光熔化成形表面粗糙度预测及控制方法研究 [J]. 中国激光, 2022, 49(2): 0202008.
Song J F, Song Y N, Wang W W, et al. Prediction and control on the surface roughness of metal powder using selective laser melting [J]. Chinese Journal of Lasers, 2022, 49(2): 0202008.
- [14] 饭田孝道, 罗格里克·格里斯. 液态金属的物理性能 [M]. 洗爱平, 王连文, 译. 北京: 科学出版社, 2006.
Takamichi I, Guthrie R I L. The physical properties of liquid metals [M]. Xian A P, Wang W L, Transl. Beijing: Science Press, 2006.
- [15] Kniffka W, Eichmann M, Witt G, et al. Selektives laserstrahlschmelzen von Elektron © MAP 43 magnesiumpulver/selective laser melting of Elektron © MAP 43 magnesium powder [EB/OL]. [2021-05-06]. <https://www.hanser-elibrary.com/doi/10.3139/9783446450608.020>.
- [16] Zumdieck N A, Jauer L, Kersting L C, et al. Additive manufactured WE43 magnesium: a comparative study of the microstructure and mechanical properties with those of powder extruded and as-cast WE43 [J]. Materials Characterization, 2019, 147: 384-397.
- [17] Suchy J, Horynova M, Klakurková L, et al. Effect of laser parameters on processing of biodegradable magnesium alloy WE43 via selective laser melting method [J]. Materials, 2020, 13(11): 2623.
- [18] Hyer H, Zhou L, Benson G, et al. Additive manufacturing of dense WE43 Mg alloy by laser powder bed fusion [J]. Additive Manufacturing, 2020, 33: 101123.
- [19] Bär F, Berger L, Jauer L, et al. Laser additive manufacturing of biodegradable magnesium alloy WE43: a detailed microstructure analysis [J]. Acta Biomaterialia, 2019, 98: 36-49.
- [20] Kopp A, Derra T, Müther M, et al. Influence of design and postprocessing parameters on the degradation behavior and mechanical properties of additively manufactured magnesium scaffolds [J]. Acta Biomaterialia, 2019, 98: 23-35.
- [21] Li Y, Jahr H, Zhang X Y, et al. Biodegradation-affected fatigue behavior of additively manufactured porous magnesium [J]. Additive Manufacturing, 2019, 28: 299-311.
- [22] Xie K, Wang N Q, Guo Y, et al. Additively manufactured biodegradable porous magnesium implants for elimination of implant-related infections: an *in vitro* and *in vivo* study [J]. Bioactive Materials, 2022, 8: 140-152.
- [23] Esmaily M, Zeng Z, Mortazavi A N, et al. A detailed microstructural and corrosion analysis of magnesium alloy WE43 manufactured by selective laser melting [J]. Additive Manufacturing, 2020, 35: 101321.
- [24] Liu J G, Yin B Z, Sun Z R, et al. Hot cracking in ZK60 magnesium alloy produced by laser powder bed fusion process [J]. Materials Letters, 2021, 301: 130283.
- [25] Wei K W, Zeng X Y, Wang Z M, et al. Selective laser melting of Mg-Zn binary alloys: effects of Zn content on densification behavior, microstructure, and mechanical property [J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 756: 226-236.
- [26] Wang Y C, Fu P H, Wang N Q, et al. Challenges and solutions

for the additive manufacturing of biodegradable magnesium implants[J]. *Engineering*, 2020, 6(11): 1267-1275.

[27] Wang X J, Xu S Q, Zhou S W, et al. Topological design and

additive manufacturing of porous metals for bone scaffolds and orthopaedic implants: a review [J]. *Biomaterials*, 2016, 83: 127-141.

Process Optimization on Laser Powder Bed Fusion of WE43 Magnesium Alloy

Yin Bangzhao¹, Liu Jing¹, Liu Bingchuan², Peng Bo¹, Wen Peng^{1*}, Tian Yun²,
Zheng Yufeng³, Wang Caimei⁴, Ma Xiaolin⁴, Pei Haotong⁵

¹ *Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100083, China;*

² *Department of Orthopedics, Peking University Third Hospital, Beijing 100191, China;*

³ *School of Materials Science and Engineering, Peking University, Beijing 100871, China;*

⁴ *AK Medical Co., Ltd., Beijing 102200, China;*

⁵ *Bright Additive Manufacturing Co., Ltd., Xi'an 710117, Shaanxi, China*

Abstract

Objective Additive manufacturing of magnesium alloys has broad application prospects for customized and complicated structures used in the fields of aerospace, transportation, and medical devices. However, magnesium has the characteristics of high reactive activity, high vaporization, susceptibility, high molten fluidity, and high thermal expansion. Thus, the additive manufacturing of magnesium alloys faces many process challenges. This paper systematically investigates the process optimization during laser powder bed fusion (L-PBF) of WE43 alloys.

Methods WE43 powder has a diameter range of 15–50 μm and an average grain diameter of 28.9 μm (Fig. 1). The BLT S210 equipment for the L-PBF processing of WE43 is equipped with a customized auxiliary gas flow system (Fig. 2). The WE43 bulk parts are built with a set of parameter windows (Table 2), and the relative density of the parts is measured with optical methods. To enhance the forming accuracy of porous structures, the influence of laser parameters on the size of as-built parts is studied, and the thin rods with different diameters are built using different optimized parameters. The four types of porous scaffolds are designed and manufactured: body centered cubic (BCC) lattice, diamond (D), sheet-gyroid (SG) and lattice-gyroid (LG) (Fig. 3). The tensile test for bulk parts, compression test for porous structures, and optical and scanning electron microscope (SEM) morphologies are done.

Results and Discussions For the adopted L-PBF equipment and the WE43 powder materials, high fusion quality can be obtained in a large parameter range ($60\text{ W} \leq P \leq 100\text{ W}$, $600\text{ mm/s} \leq v \leq 800\text{ mm/s}$), and the relative density of the sample exceeds 99.50% (Fig. 4). The micro-hardness of as-built bulk parts is $(86.11 \pm 3.85)\text{ HV}$, while the tensile strength and elongation reach $(275 \pm 2.81)\text{ MPa}$ and $(15.6 \pm 1.3)\%$, respectively. The tensile fracture surface is rough, no obvious forming defects are found, and a certain number of dimples can be observed, showing that the characteristics of partial plastic fractures show good ductility (Fig. 9).

The accumulation and melting of multiple layers of L-PBF lead to repeated heating, forming a microstructure similar to that of the welding heat affected zone (Fig. 8). Oxides are found in the EDS mapping of WE43 as-built parts, which may come from the oxide shell of powders. During the processing, the oxide shell around the powder is broken to form irregular flakes, which is enriched with elements of O, Y and Zr and mainly composed of Y_2O_3 . The behavior of oxides is closely related to powder materials and rare earth elements.

The thin rods built by three optimized parameters all have high relative density, indicating that the change of part feature size in the range of 0.3–2.0 mm has no obvious impact on the consistency of forming quality (Fig. 5). Therefore, the laser energy optimized by the block process test can be used to manufacture the porous support composed of thin rods. However, the laser energy input influences the size of a thin rod. When a higher energy input is applied, the molten pool gets wider and deeper (Fig. 7). If the scanning contour is the same, the part built by high laser energy expands in size perpendicular to the building direction. The above results show that when the porous support with WE43 magnesium alloy is formed by the L-PBF process, the laser energy input should be optimized according to the requirement of relative density (fusion quality). When the laser energy input is determined, the contour scanning indentation should be further determined according to the rod diameter (characteristic size) of the porous support, so as to improve the forming accuracy.

The geometrical error of porosity between the designed and fabricated porous scaffolds is within 10%. For the porous scaffolds with SG and LG units, the powder adhesion and roughness distribution on the surface are relatively uniform, and

the spatial distribution of forming error is relatively consistent, which is more conducive to the subsequent process to remove the powder adhesion and improve the surface quality. There is a large deviation in the spatial distribution of the forming error of the porous scaffolds with Diamond and BCC units. The powder sticking is more serious at the connection of the support rod and the surface with a small suspension angle (Fig. 6). The compressive strength and modulus of elasticity of porous scaffolds are 17.6–37.6 MPa and 325–619 MPa, respectively, far lower than those of solid WE43 and equivalent to those of cancellous bone (Fig. 10). By designing the pore units with different shapes, sizes, porosity, and distributions, the mechanical properties of the porous scaffolds with the same appearance and size can be adjusted in a wide range so as to obtain the mechanical behavior most conducive to the application scene. Good process performance and forming quality are the fundamental guarantee to realize the design intention.

Conclusions The results indicate that the L-PBF process for WE43 alloys has a promising prospect for the industrial application. Laser parameters and scanning strategy are optimized to achieve high formation quality and accuracy. The microstructures of the WE43 as-built parts show a great difference with those of the traditional manufactured ones.

Key words laser technique; additive manufacturing; laser powder bed fusion; WE43 magnesium alloy; process optimization