

激光增材制造 CoCrFeNi 高熵合金激光抛光工艺研究

周宇航^{1,2,3}, 张咪娜^{2*}, 陈晓晓^{2**}, 张群莉^{1,3}, 张文武²¹浙江工业大学机械工程学院, 浙江 杭州 310023;²中国科学院宁波材料技术与工程研究所, 浙江省航空发动机极端制造技术研究重点实验室, 浙江 宁波 315201;³浙江工业大学激光先进制造研究院, 浙江 杭州 310023

摘要 激光增材制造技术可实现高熵合金零部件的快速制造,但增材件存在表面质量差、难加工等问题。对此,笔者采用激光抛光工艺来改善 CoCrFeNi 高熵合金增材件的表面质量。首先通过筛选实验法和单因素实验法,研究了激光功率、扫描速度、扫描间距、离焦量、扫描轨迹和扫描次数等因素对表面粗糙度的影响规律,而后探讨了激光抛光对合金表面元素分布和微观组织的作用机制。结果表明:激光抛光技术可以有效降低增材件的表面粗糙度,离焦量和激光功率对表面质量的影响相对较大,表面粗糙度随着扫描速度、离焦量、扫描次数的增加呈现先减小后增大的趋势;经激光抛光后的高熵合金增材件表面 O 元素和 Cr 元素含量显著降低,Co 元素、Fe 元素及 Ni 元素含量略有提升,表面粗糙度较初始表面粗糙度降低了约 90%;连续激光对增材件表面的作用机制主要是重熔,对表层氧化物的去除机制主要是汽化。

关键词 激光技术; 连续激光抛光; CoCrFeNi 高熵合金; 表面粗糙度; 表面形貌

中图分类号 TN249 文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL230616

1 引言

高熵合金是由 5 种或 5 种以上元素按等原子比或近等原子比组成的新型多组元合金,具有高强度、耐腐蚀、抗疲劳等优异的综合性能,因而应用前景十分广阔^[1]。目前,高熵合金的制备方法主要有真空电弧熔炼法、粉末冶金法及激光增材制造。相较于传统制造方法,激光增材制造技术具有加工柔性好和加工精度高等优点。但是,受激光能量分布和马兰戈尼反向对流的影响,凝固的金属颗粒在相邻轨道之间聚集,增材件易出现表面球化,这将严重影响增材件的可靠性和耐久度^[2]。

为解决高熵合金增材件表面存在的沟壑、球化以及凹坑等缺陷^[3-6],改善其表面粗糙度,国内外学者对高熵合金增材件的可加工性进行了系统研究。东北大学的巩亚东团队^[7-9]对 FeCoCrNi 基高熵合金的磨削机理、特性及工艺进行了系统研究;Guo 等^[10]采用铣磨复合工艺提高了选择性激光增材制造 CoCrFeMnNi 高熵合金的表面质量;Litwa 等^[11]比较了不同铣削参数下 CrMnFeCoNi 高熵合金增材件的表面粗糙度和刀具磨损情况;Lindner 等^[12]进一步对车削加工激光增材制造高熵合金涂层的表面形貌和性能进行了研究。目前,

高熵合金增材件表面的加工工艺仍以传统的机械加工为主,这种加工方式存在刀具磨损、表面易划伤、复杂件难加工等问题。

激光抛光技术是一种新型的材料表面抛光技术,具有加工质量高、材料适应性广以及加工效率高等优点^[13],可有效解决以上问题,已被广泛应用于 Inconel 718、铝合金及 Ti6Al4V 等传统合金增材件的表面加工上。Liu 等^[14]采用脉冲与连续复合激光抛光工艺,将 Inconel 718 合金增材件表面粗糙度降低至 0.23 μm ;Temmler 等^[15]采用多步连续激光抛光工艺对 H11 钢表面进行重熔抛光,结果表明,使用多步抛光工艺可将试样的表面粗糙度降至 0.05 μm ;Tian 等^[16]采用连续激光抛光工艺将 Ti6Al4V 增材件的表面粗糙度从原始的 21.46 μm 降至 0.51 μm ,同时,改善了增材件表面高应力集中现象;Rombouts 等^[17]研究了连续激光抛光过程中表面倾角与扫描策略对 316L 增材件表面粗糙度的影响,结果表明,采用一定的倾角和扫描策略可以显著提升增材件的表面质量,使其表面粗糙度由 5 μm 减小至 1.5 μm 。此外,Zhang 等^[18]采用双低功率激光抛光系统进行了抛光实验,双低功率激光抛光在提高抛光质量的同时避免了表面材料的蒸发,进一步拓展了激光抛光技术的材料适应性。

收稿日期: 2023-03-14; 修回日期: 2023-03-31; 录用日期: 2023-05-15; 网络首发日期: 2023-05-25

基金项目: 宁波市“科技创新 2025”重大项目(2022Z073)、浙江省自然科学基金(LY20E050004)、宁波市自然科学基金重点项目(2022J291)、浙江省重点研发计划(2020C01036)

通信作者: *zhangmina@nimte.ac.cn; **chenxiaoxiao@nimte.ac.cn

综上所述,激光抛光技术对增材结构件表面质量具有明显的改善效果,但鲜有对高熵合金增材件表面质量进行研究的公开报道。鉴于此,笔者采用连续激光对 CoCrFeNi 高熵合金增材件表面进行抛光实验,研究了工艺参数对高熵合金增材件表面粗糙度的影响规律,分析了抛光后高熵合金表面微观组织结构变化的机理。本研究可为高熵合金增材件激光抛光工艺参数优化提供工艺支撑。

2 实验

2.1 激光增材制造高熵合金

实验原料为 CoCrFeNi 高熵合金预合金粉末。采用扫描电子显微镜(SEM)观察 CoCrFeNi 高熵合金粉

末的微观形貌,粉末颗粒呈典型的球状,如图 1(a)所示。粉末颗粒的截面如图 1(b)所示,粉末中各元素的含量如表 1 所示。CoCrFeNi 高熵合金粉末的粒径统计分析表明粒径具有正态分布特征,粒径分布在 45~105 μm 之间,平均粒径为 77.12 μm ,如图 1(c)所示。激光增材制造系统包括连续光纤激光器(Rofin FI040,最大激光功率 $P_L=4000\text{ W}$,激光波长 $\lambda=1060\text{ nm}$)、六轴 KuKa 机器人及激光熔覆头,如图 2(a)所示。图 2(b)为激光增材制造过程示意图。实验前,先将合金粉末置于干燥箱中干燥 3 h,并使用角磨机对基板进行打磨。采用优化后的工艺参数制备尺寸为 50 mm \times 60 mm \times 5 mm 的 CoCrFeNi 高熵合金试样,合金试样的表面粗糙度为 21.52 μm 。

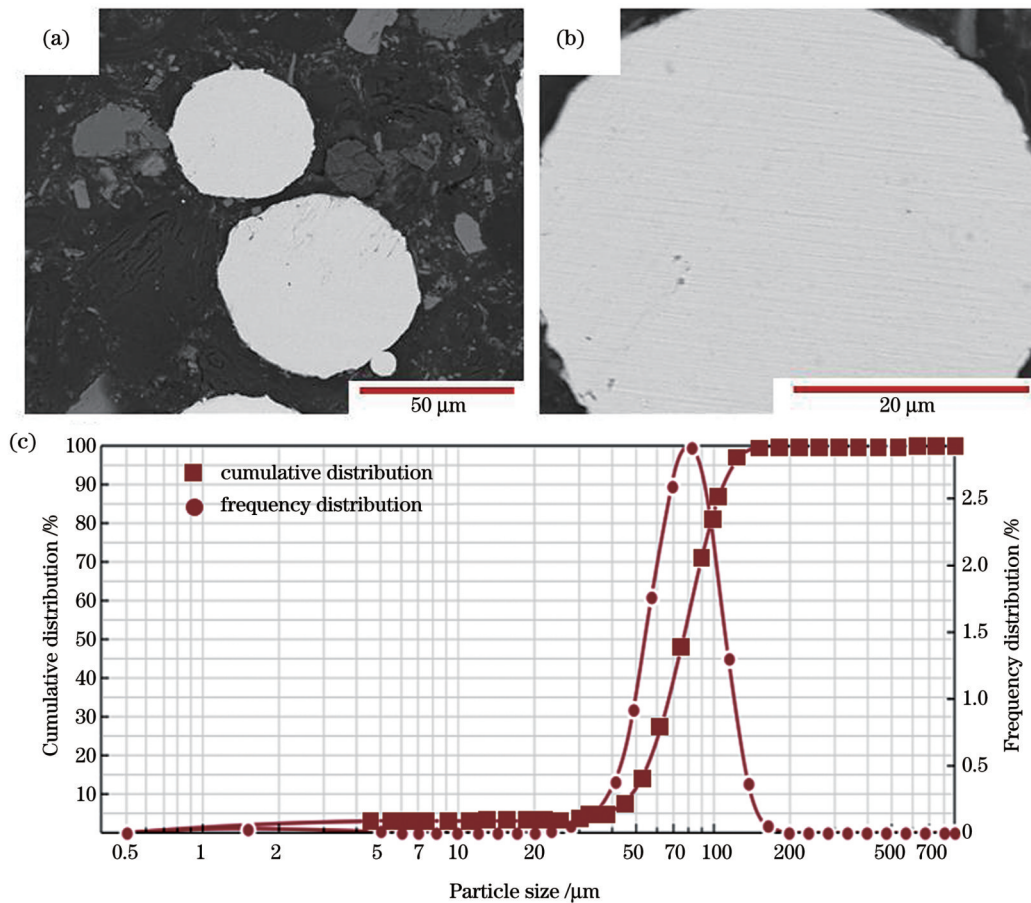


图 1 CoCrFeNi 高熵合金粉末的形貌与粒径分布图。(a)SEM 图;(b)粉末颗粒剖面图;(c)粒径分布图

Fig. 1 Morphology and particle size distribution of CoCrFeNi high-entropy alloy powder. (a) SEM image; (b) profile of high-entropy alloy powder particle; (c) particle size distribution

表 1 CoCrFeNi 高熵合金粉末中各元素的含量

Table 1 Content of each element in CoCrFeNi high-entropy alloy powder

Element	Atomic fraction / %
Cr	26.12
Fe	24.63
Co	24.59
Ni	24.65

2.2 连续激光抛光实验

激光抛光实验使用的实验平台为连续光纤激光加工系统,如图 2(c)所示。连续光纤激光加工系统由一台连续激光器(RFL-C1000W,最大激光功率 $P_L=1000\text{ W}$,激光波长 $\lambda=1060\text{ nm}$,光斑直径 $D=100\text{ }\mu\text{m}$)和一台扫描振镜组成。抛光之前,先将 CoCrFeNi 高熵合金增材件固定在运动平台上,并向气氛保护舱内充入氩气,使舱内氧气含量降至 714.3 mg/m^3 以

下。图 2(d)为连续激光抛光示意图。在激光抛光过程中,激光束沿预设路径移动(单向或正交),如图 3 所

示。抛光后采用 VK 200 激光共聚焦显微镜观察表面形貌并统计表面粗糙度。

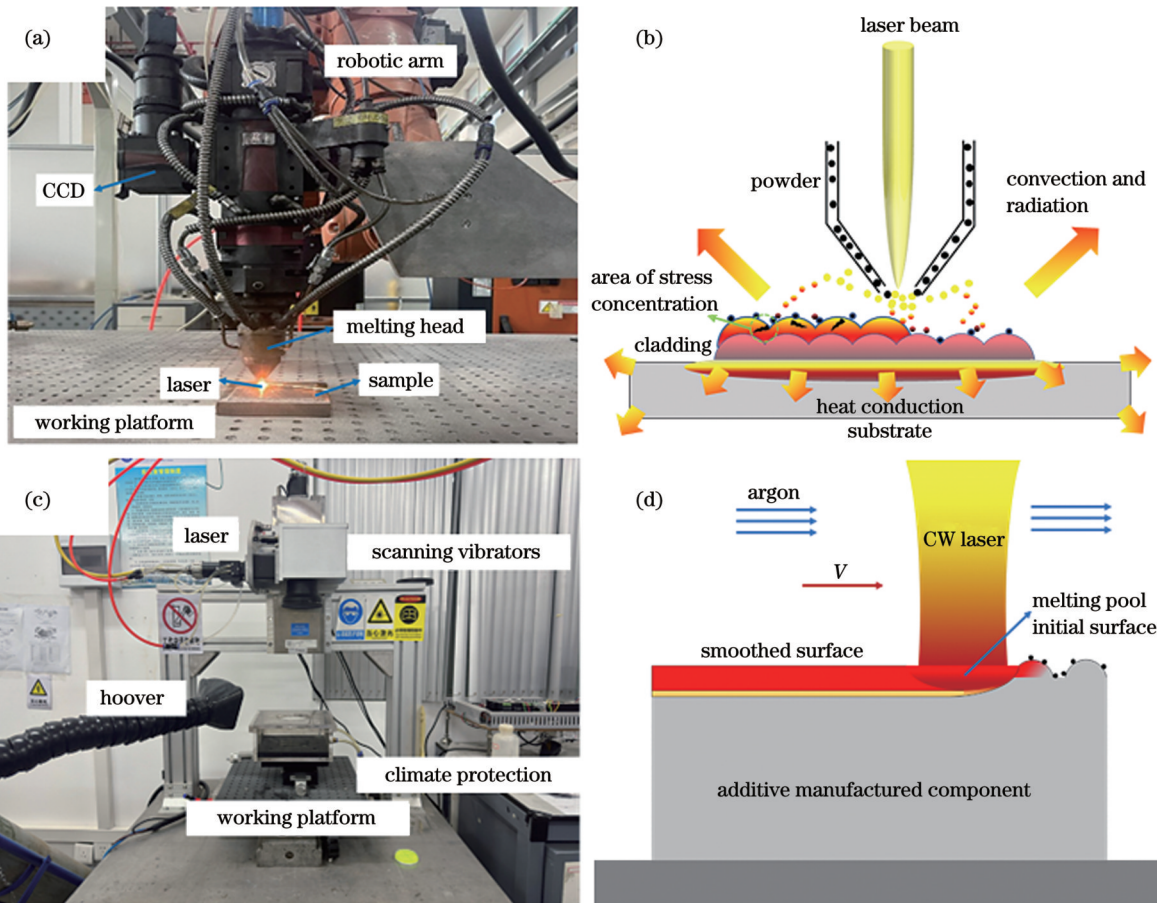


图 2 激光增材制造及连续激光抛光。(a)激光增材制造系统;(b)激光增材制造过程示意图;(c)连续激光抛光系统;(d)连续激光抛光过程示意图

Fig. 2 Laser additive manufacturing and continuous-wave (CW) laser polishing. (a) Laser additive manufacturing system; (b) schematic diagram of laser additive manufacturing process; (c) continuous-wave laser-polishing system; (d) schematic diagram of continuous-wave laser-polishing process

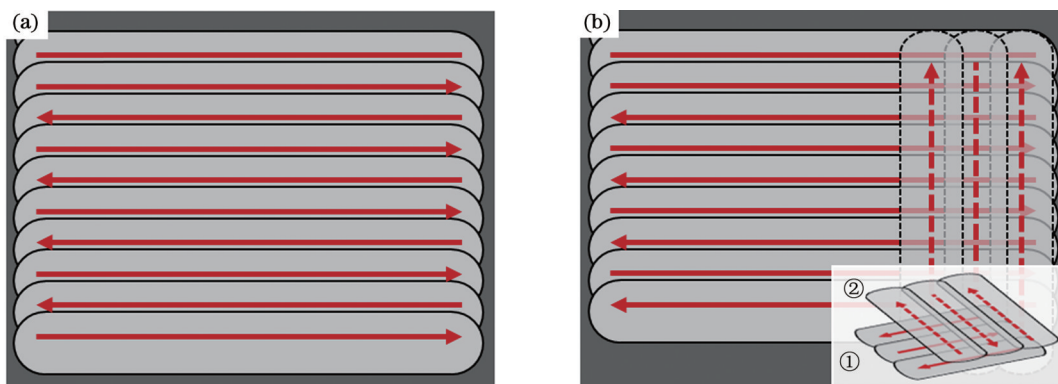


图 3 扫描策略。(a)单向扫描;(b)正交扫描

Fig. 3 Scanning strategies. (a) Uni-directional scanning; (b) orthogonal scanning

首先采用因素筛选实验法分析各因素对 CoCrFeNi 高熵合金增材件表面粗糙度的影响程度,而后基于因素筛选实验结果进行单因素实验。影响 CoCrFeNi 高熵合金增材件表面加工质量的因素主要有激光功率(P_L)、扫描速度(V)、扫描间距(d)、离焦

量(z)、加工次数(n)以及扫描策略(S_p)。选择以上 6 个因素作为筛选实验因素,在每个因素的取值范围内各取 2 个水平,各因素在两个水平下的具体情况如表 2 所示。采用 Minitab 软件选取 1 个仿行和 2 个中心点创建明确筛选设计。

表 2 实验因素与水平
Table 2 Experimental factors and levels

Factor	Level	
	1	2
Laser power P_L /W	150	300
Scanning speed V /($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)	300	1000
Scanning pitch d / μm	5	150
Defocus z /mm	0	10
The number of scanning n	2	8
Scanning strategy S_p	Uni-directional scanning	Orthogonal scanning

3 结果与讨论

3.1 影响因素筛选实验

参照表 2 设置的实验参数进行连续激光抛光实验,使用激光共聚焦显微镜测量每个参数下高熵合金增材件的表面粗糙度(R_a),测量结果如表 3 所示。采用方差分析法对实验结果进行分析,分析结果如表 4 所示。从表 4 中可以看出,模型主效应是显著的(显著水平取 0.10,主效应 P 值为 0.002,2-因子交互效应 P 值为 0.001)。从单个因子效应的检验可以看出,主效应中的因子 V (扫描速度)效应不显著(P 值为 0.12),因子 S_p (扫描策略)效应不显著(P 值为 0.234),因子 n (扫描次数)效应不显著(P 值为 0.773),其余因子效应均为显著。但是,激光功率与离焦量、激光功率与扫描次数、扫描速度与扫描间距之间存在显著的交互作用,如图 4 所示。从图 4 可以看出,离焦量 z 的影响程度最大,之后依次为激光功率 P_L 、扫描间距 d 、扫描速度 V 、扫描策略 S_p 、扫描次数 n 。因此,在单因素实验中不考

表 3 筛选实验结果
Table 3 Screening test results

Number	Surface roughness R_a / μm	Standard error / μm
1	12.95	1.30
2	13.76	0.72
3	15.99	1.38
4	15.43	0.62
5	5.29	0.42
6	12.54	1.10
7	4.51	0.35
8	16.15	0.76
9	9.88	0.65
10	19.48	0.54
11	9.00	0.63
12	11.42	1.16
13	20.20	1.06
14	10.92	0.57

表 4 CoCrFeNi 高熵合金方差分析
Table 4 Variance analysis of CoCrFeNi high-entropy alloy

Item	Degree of freedom	Adj SS	Adj MS	F value	P value
Model	9	278.76	30.9733	36.51	0.002
Linear	6	124.492	20.7487	24.46	0.004
P_L	1	10.873	10.8727	12.82	0.023
V	1	3.3	3.3001	3.89	0.12
d	1	7.717	7.7165	9.1	0.039
z	1	97.68	97.6799	115.15	0
S_p	1	1.667	1.6669	1.97	0.234
n	1	0.081	0.0807	0.1	0.773
2-factor interaction	3	154.267	51.4225	60.62	0.001
$P_L \cdot z$	1	87.873	87.8727	103.59	0.001
$P_L \cdot n$	1	63.021	63.0206	74.29	0.001
$V \cdot d$	1	10.392	10.3918	12.25	0.025
Error	4	3.393	0.8483		
Summation	13	282.153			

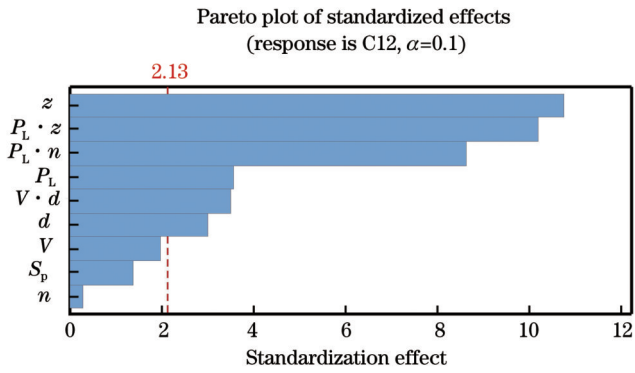


图 4 连续激光抛光 CoCrFeNi 高熵合金筛选实验的 Pareto 图
Fig. 4 Pareto diagram of screening test of CoCrFeNi high-entropy alloy in continuous-wave laser polishing

考虑扫描策略对表面粗糙度的影响,将其统一为单向扫描,如图 3(a)所示。

3.2 离焦量对表面粗糙度的影响

离焦量指的是激光焦点到样品表面的距离。如图 5 所示,当焦点在样品表面时,离焦量为 0;当焦点在样品表面以上时,为正离焦;当焦点在样品内部时,为负离焦。离焦量越大,样品表面的光斑直径也就越大,两者之间的关系^[19]为

$$D = D_0 \sqrt{1 + \left(\frac{z}{z_R}\right)^2}, \quad (1)$$

表 5 实验工艺参数

Table 5 Experimental process parameters

Number	Laser power P_L /W	Scanning speed V /($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$)	The number of scanning n	Scanning pitch d /mm	Defocus z /mm
1	400	300	6	0.05	0
2					2
3					4
4					6

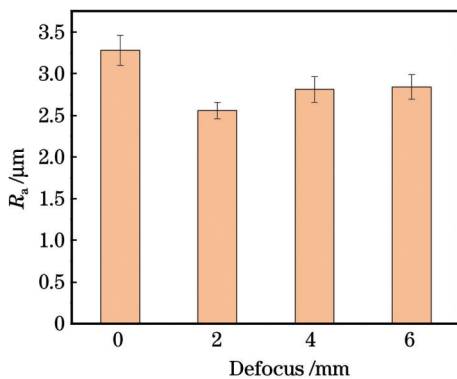


图 6 离焦量对 CoCrFeNi 高熵合金增材件表面粗糙度的影响规律

Fig. 6 Influence of defocus on surface roughness of CoCrFeNi high-entropy alloy additive samples

由图 6 可知,抛光样品的表面粗糙度随离焦量的增加呈先减小后增大的趋势。研究发现,在抛光过程

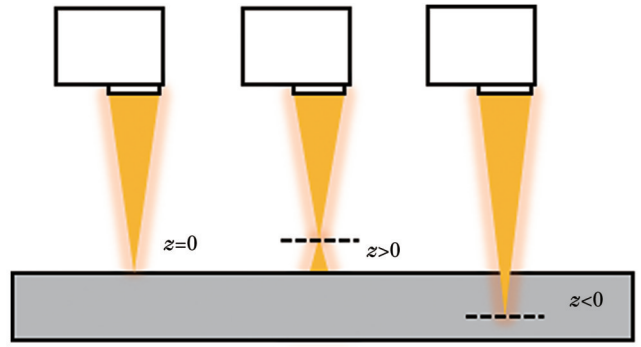


图 5 离焦量示意图

Fig. 5 Defocus schematic

其中,

$$z_R = \frac{\pi D_0}{4\lambda}, \quad (2)$$

式中: D 为光斑直径; D_0 为腰斑直径; z 为离焦量; z_R 为瑞利长度; λ 为激光波长。

为探究离焦量对激光抛光效果的影响,在 $P_L=400$ W、 $V=300$ mm/s、 $n=6$ 、 $d=0.05$ mm 的条件下,改变离焦量,如表 5 所示。离焦量对 CoCrFeNi 高熵合金增材件表面粗糙度的影响规律如图 6 所示。激光抛光表面在激光共聚焦显微镜下的形貌如图 7 所示。

中,毛细管力的作用是平滑熔池表面,而热毛细管力的作用是驱动熔池中熔体流动^[20]。当离焦量较小时,激光能量密度较为集中,热毛细管力对流体的驱动作用大于毛细管力,使熔池内的熔融材料从熔池周边向熔池中心流动,从而形成部分凸起。在高能量密度的激光束作用下,熔池内的熔体受热蒸发,产生金属蒸气,在金属蒸气压力的作用下部分熔体向外喷溅,在熔道两侧形成堆积物,如图 7(a)所示。当扫描间距一定时,离焦量的改变会影响激光光斑的有效重叠率。因此,当离焦量适中时,激光光斑能量密度分布更为均匀,熔道两侧形成的堆积物减少,凸起高度减小,表面粗糙度较低,如图 7(b)所示;当离焦量过大时,光斑搭接处的表面材料吸收的激光能量较少^[21],材料不足以充分熔化和流动,在搭接处形成新的凸起,抛光轨迹更为清晰,从而使得表面粗糙度较大,如图 7(d)所示。

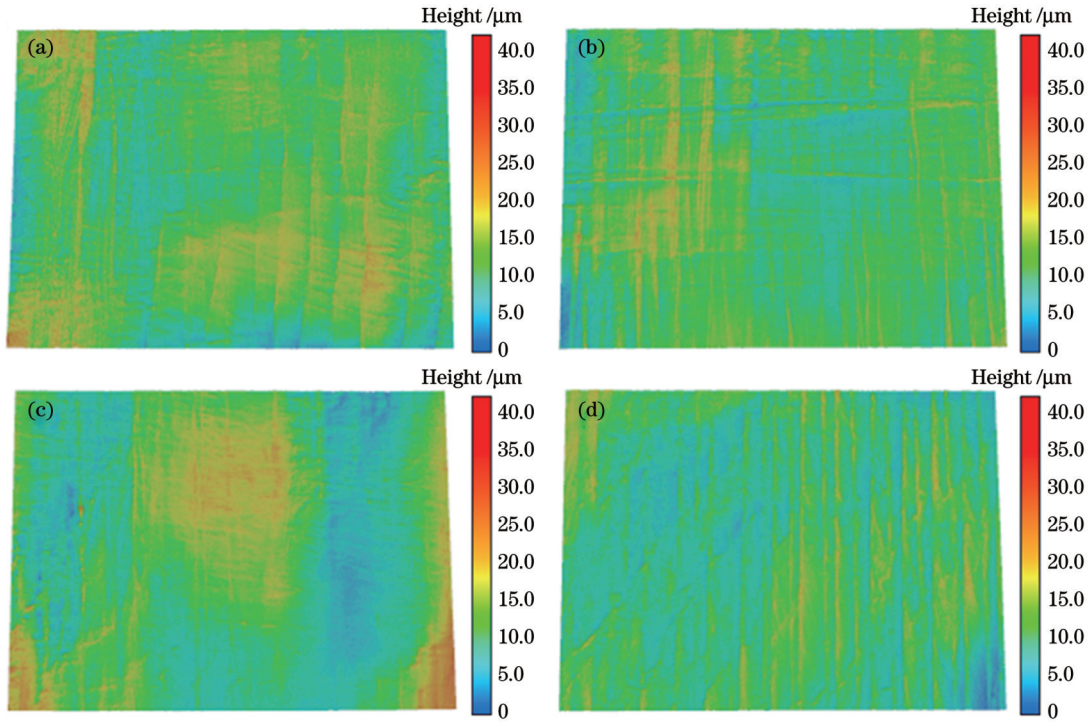


图 7 不同离焦量下激光抛光表面的三维形貌图。(a)0 mm;(b)2 mm;(c)4 mm;(d)6 mm

Fig. 7 Three-dimensional morphologies of laser-polished surface at different defocuses. (a) 0 mm; (b) 2 mm; (c) 4 mm; (d) 6 mm

3.3 激光功率与扫描速度对表面粗糙度的影响

激光能量密度 (L_{ed}) 指熔融过程中激光能量传递的多少^[22], 主要与激光功率、扫描速度及激光光斑直径相关, 可表示为

$$L_{ed} = \frac{P_L}{V \times D} \quad (3)$$

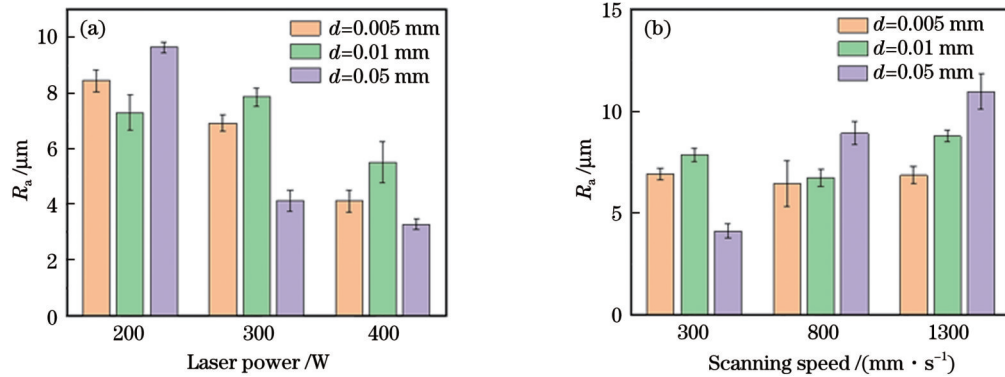


图 8 表面粗糙度随激光功率和扫描速度的变化规律。(a)表面粗糙度随激光功率的变化;(b)表面粗糙度随扫描速度的变化

Fig. 8 Variation of surface roughness with laser power and scanning speed. (a) Variation of surface roughness with laser power; (b) variation of surface roughness with scanning speed

由图 8(a)可知:在扫描速度 ($V=300 \text{ mm/s}$) 不变的条件, 当扫描间距为 0.005 mm 时, 样品表面粗糙度随着激光功率的增加而减小; 当扫描间距为 0.01 mm 时, 样品表面粗糙度随着激光功率的增加呈先增大后减小的趋势; 当扫描间距为 0.05 mm 时, 随着激光功率从 200 W 增加至 400 W 时, 样品表面粗糙度的变化幅度较大, 降幅约为 66% 。由式 (3) 可知, 当光斑直径不变时, 激光功率与能量密度成正比, 扫描速度与能量密

度成反比。因此, 结合图 8 中表面粗糙度的变化规律可知: 当扫描间距为 0.01 mm 时, 样品表面粗糙度随着能量密度的增加呈先增大后减小的趋势; 当扫描间距为 0.05 mm 时, 样品表面粗糙度随着能量密度的增加而减小。

为探究激光功率与扫描速度对激光抛光表面粗糙度的影响, 在 $z=0 \text{ mm}$ 、 $d=0.005 \text{ mm}/0.01 \text{ mm}/0.05 \text{ mm}$ 、 $n=2$ 次时, 改变激光功率与扫描速度, 进行抛光实验。得到了激光抛光样品表面粗糙度的变化规律, 如图 8 所示。不同激光功率与扫描速度下抛光表面的三维形貌如图 9 和图 10 所示。

如图 9(a)、(b) 所示, 当激光功率 ($P_L=200 \text{ W}$) 较小时, 熔覆的波纹特征明显, 表面并未得到有效平滑。随着激光功率增加, 熔覆轨迹逐渐消除, 表面起伏程度减

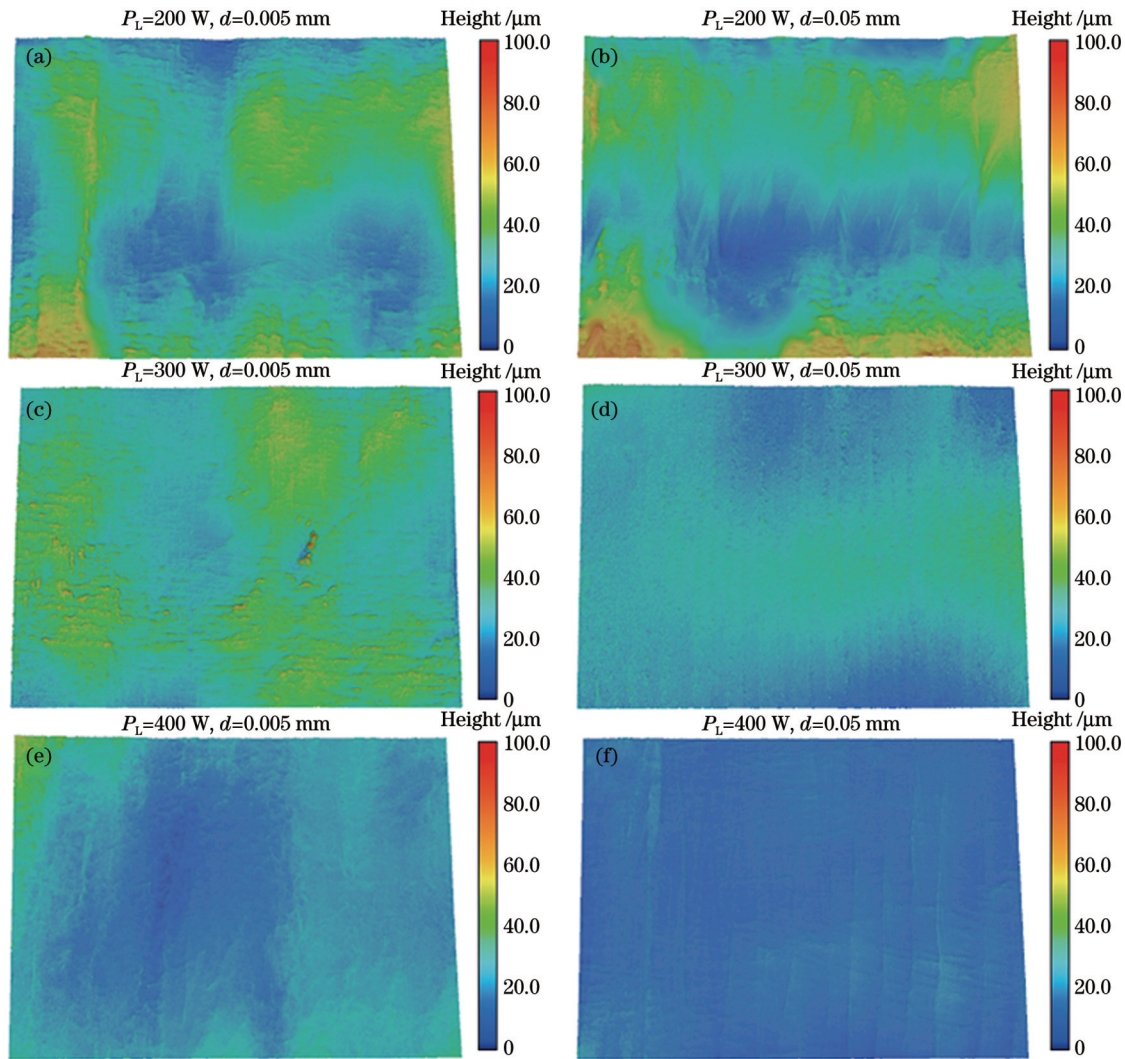


图 9 不同激光功率下的三维形貌

Fig. 9 Three-dimensional topography at different laser powers

小。这主要是因为随着激光功率增加,热效应熔融表层材料实现平滑的机制由表面浅熔融逐渐转变为表面过熔融。当激光功率较小时,作用在样品表面的能量密度较小,熔池较浅,熔融金属在重力、表面张力的作用下向凹陷处流动,但因温度低和快速冷却作用,熔体无法充分流动,导致样品表面形成了新的凸起。随着激光功率增加,材料表面熔池温度升高且熔池深度增大,熔融金属在短时间内得到充分流动,样品表面趋于光滑平整。图 9(c)、(e)显示,抛光表面的波峰高度明显下降,粉末黏附现象消失,形成了离散的凸起与大面积凹陷,该凹陷的宽度大于原始表面熔覆道沟壑的宽度,但其深度小于原始表面熔覆道沟壑的深度。图 9(d)显示,激光作用后,样品表面形成了新的连续性大面积凸起,凸起高度大幅度降低。产生该现象的主要原因是初始表面熔融金属粉末流动不充分。在激光作用下,增材件表面的材料吸收激光能量,实现“熔峰去谷”效应。表面黏附的金属粉末吸收激光能量后熔化,在重力的作用下于抛光表面流动铺展,趋于平整,并快速熔于抛光后的表面。但是在凝固过程中,熔

融金属会受到黏性力的影响,难以在材料凝固之前完全平整,从而导致了新的大面积凸起。

由图 8(b)可知:在激光功率($P_L=300\text{ W}$)不变的条件,当扫描间距为 0.005 mm 时,随着扫描速度增大,样品表面粗糙度变化不显著;当扫描间距为 0.01 mm 时,样品表面粗糙度随着扫描速度的增大呈现出先减小后增大的趋势;当扫描间距为 0.05 mm 时,样品表面粗糙度随着扫描速度的增大而增大,增幅约为 166%;当扫描速度为 300 mm/s 时,样品表面粗糙度随着扫描间距的增加呈先增大后减小的趋势;当扫描速度大于 300 mm/s 时,样品表面粗糙度随着扫描间距的增加而增大,且增幅随着扫描间距增大而逐渐增大。由图 10 可知,随着扫描速度和扫描间距增大,初始表面黏附粉末和波纹度的去除效果较弱。当扫描速度从 300 mm/s 提升至 800 mm/s 时,激光能量密度减少至初始的 37.5%,样品表面材料吸收的激光能量不足,导致热量无法传导至材料内部,熔池深度减小^[23],表面波峰与凸起首先熔融,然后在重力、表面张力的作用下流向波谷,未流至波谷时快速凝固

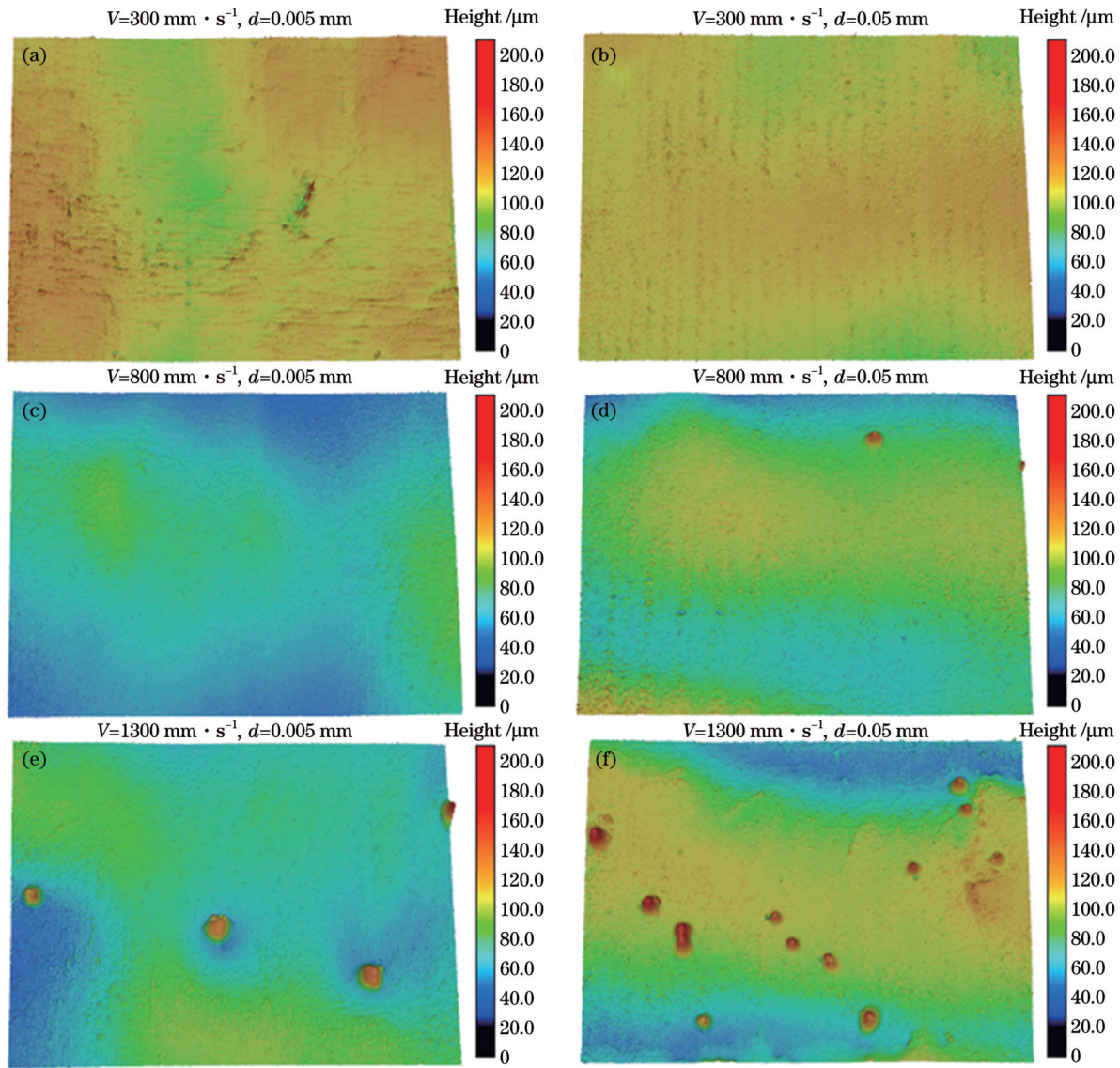


图 10 不同扫描速度下的三维形貌图

Fig. 10 Three-dimensional topography at different scanning speeds

形成新的凸起,如图 10(c)所示;当扫描速度升至 1300 mm/s 时,随着扫描间距从 0.005 mm 增大至 0.05 mm,材料表面吸收的激光能量不足,熔融金属材料的黏性增大,不易发生马兰戈尼效应驱动的热毛细流动^[24],导致熔覆路径去除不明显;如图 10(b)、(d)所示,激光扫描路径搭接处的激光能量不足,无法形成有效熔池,导致搭接区域凸起;在较小的激光能量下,搭接处粉末的外部首先开始熔融,并在重力作用下熔入抛光表面,粉末在尚未完全熔融时凝固,形成新的半球形凸起,如图 10(e)、(f)所示。

3.4 扫描次数对表面粗糙度的影响

为探究扫描次数对激光抛光效果的影响,在 $P_L=400$ W、 $V=300$ mm/s、 $d=0.05$ mm、 $z=+2$ mm 的条件下,改变扫描次数进行实验。扫描次数对增材件表面粗糙度的影响规律如图 11 所示,图 12 为不同扫描次数下激光抛光表面的三维形貌图。

由图 11 可知,激光抛光后增材件表面粗糙度随扫

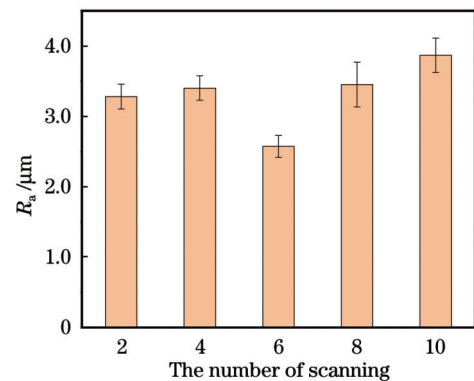


图 11 扫描次数对 CoCrFeNi 高熵合金增材件表面粗糙度的影响规律

Fig. 11 Influence of the number of scanning on surface roughness of CoCrFeNi high-entropy alloy additive samples

扫次数的增加呈先增大后减小然后再增大的趋势。如图 12 所示,抛光表面存在明显的激光扫描轨迹。当扫

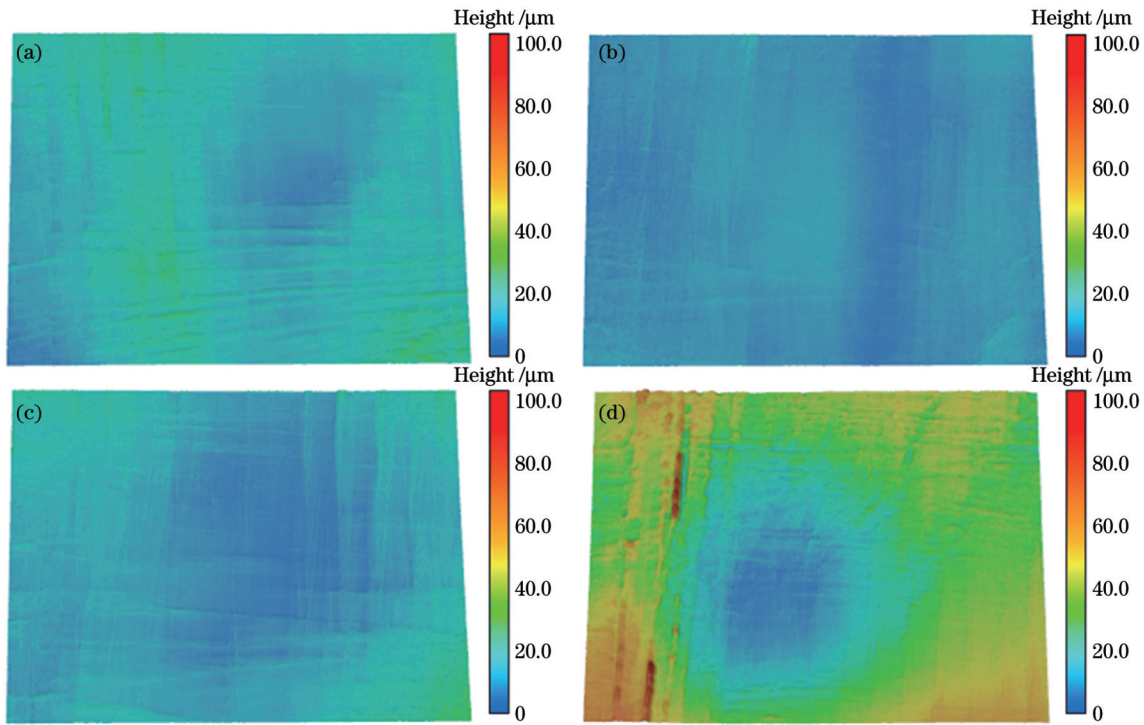


图 12 不同扫描次数下的三维形貌图。(a) $n=4$;(b) $n=6$;(c) $n=8$;(d) $n=10$

Fig. 12 Three-dimensional topography at different numbers of scanning. (a) $n=4$; (b) $n=6$; (c) $n=8$; (d) $n=10$

描次数为 2 次 ($n=2$) 时,在激光的作用下,增材件表面的波纹与粉末被消除,粗糙度大幅度下降,但扫描次数较少,熔融材料无法充分流动并在激光扫描轨迹两侧堆积,激光扫描轨迹明显,如图 9(f) 所示。当扫描次数增加至 4 次 ($n=4$) 时,熔融道两侧凸起材料受热熔化,并在表面张力、重力的作用下向凹槽处流动,部分熔融金属材料未能得到充分流动,在凹槽中形成新的横向台阶,表面部分区域的粗糙度小幅度上升(约为 $0.12 \mu\text{m}$),如图 12(a) 所示。当扫描次数为 6 次 ($n=6$) 时,材料表面得到了充分的平滑,抛光效果最佳。随着扫描次数继续增加,之后的多次扫描在光滑表面上进行,部分飞溅物在光滑表面堆积,并且激光能量不断累积导致材料表面温度分布不均^[25],部分区域出现过热现象,温度从激光扫描路径中心向两端降低。

对于大多熔融的液态金属来说,表面张力随着温度的升高而降低,因此扫描路径两端材料的表面张力较大,熔融金属材料倾向于向外流动,在扫描路径中心处形成凹陷^[26],导致抛光表面局部区域存在明显的大面积凹陷,如图 12(d) 所示。

3.5 激光抛光前后的微观结构分析

使用 Quanta 250 场发射扫描电镜 (SEM) 和 X 射线衍射仪 (XRD) 对 CoCrFeNi 高熵合金增材件原始表面与抛光表面 ($P=400 \text{ W}$, $V=300 \text{ mm/s}$, $d=0.05 \text{ mm}$, $z=6 \text{ mm}$, $n=6$) 进行微观形貌、能谱 (EDS) 分析以及物相表征,结果如图 13 和图 14 所示。由图 13(a) 可知,样品初始表面存在不规则的凸起,增材过程形成了沟壑以及未熔金属粉末。经激光抛光后,样品表面光滑平整,改变了原始表面形貌。由图 13(b) 可知,

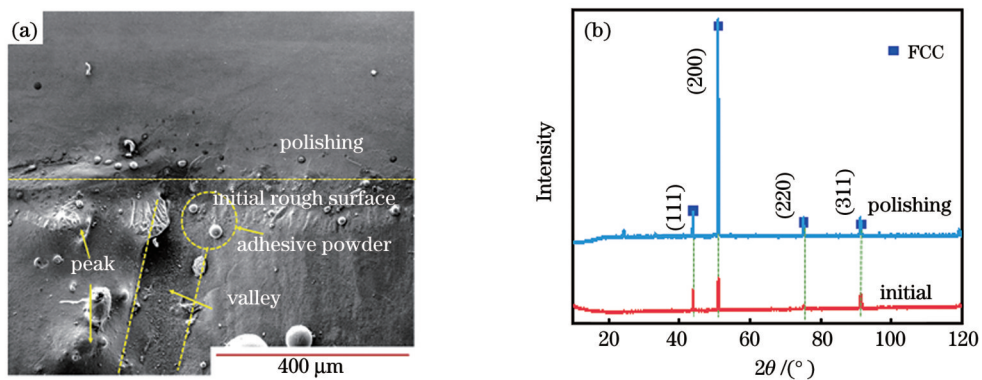


图 13 样品的表面形貌及 X 射线衍射谱。(a) 样品原始表面;(b) 抛光前后样品的 X 射线衍射谱

Fig. 13 Surface morphology and X-ray diffraction patterns of the samples. (a) Initial surface of the sample; (b) X-ray diffraction patterns of the sample before and after polishing

CoCrFeNi 高熵合金抛光前后衍射峰角度相同, 原始表面和抛光表面均为面心立方(FCC)结构, 未产生新的固溶体结构。激光抛光后, 抛光层出现晶体择优取向。

增材件原始表面各元素的分布较为均匀, 存在部分氧化现象, 但 CoCrFeNi 高熵合金增材件的氧化行为仅局限于近表面区域。对原始表面与抛光表面进行线扫描分析, 扫描结果如图 14 所示。结果显示,

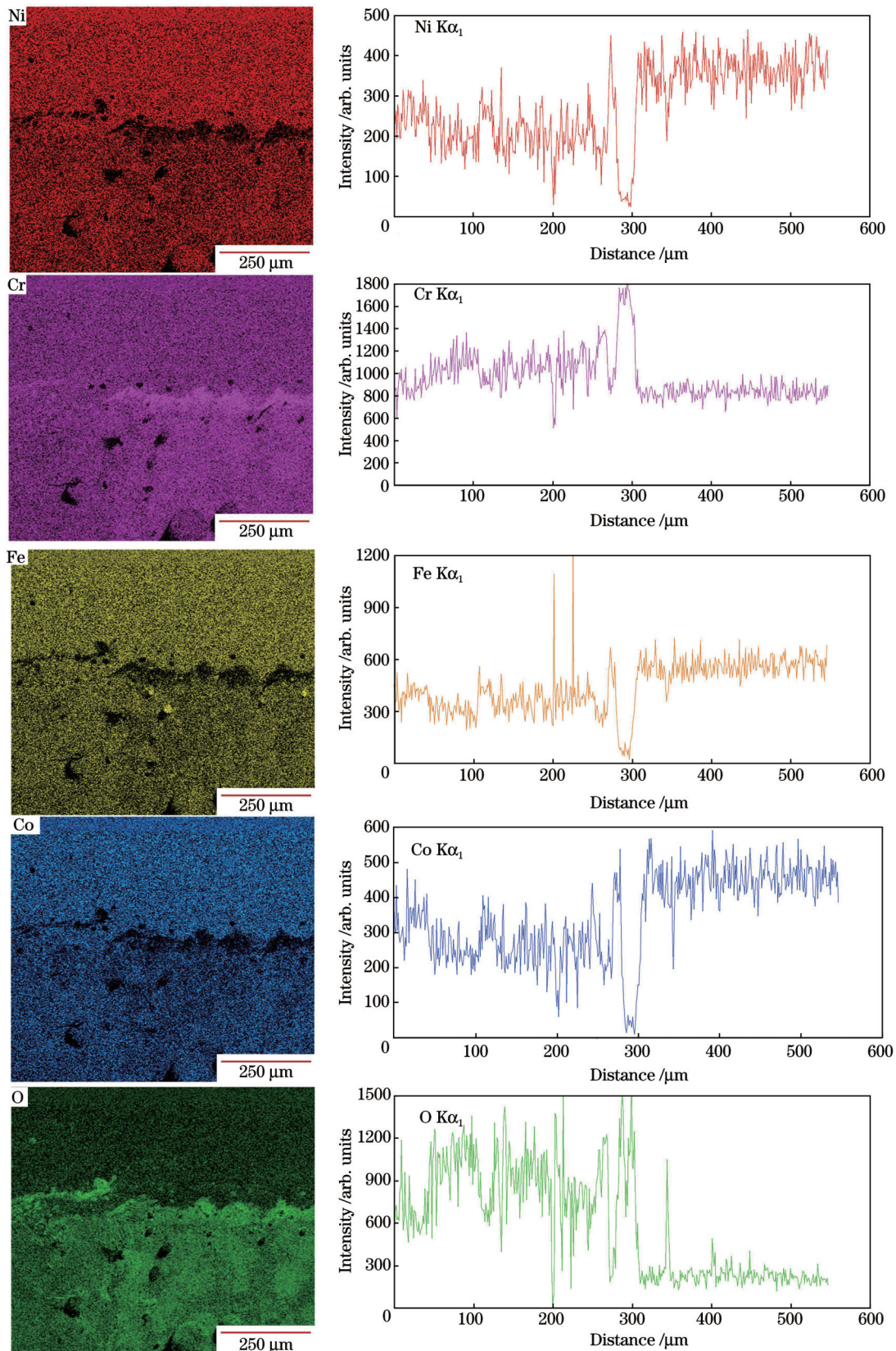


图 14 样品表面上的各元素分布

Fig. 14 Distribution of each element on the sample surface

CoCrFeNi 高熵合金增材原始表面富集 O 元素和 Cr 元素, Co 元素和 Fe 元素的含量居中, Ni 元素含量较少。研究显示^[27], 在 Co、Cr、Fe、Ni 这 4 种元素中, O 元素与 Cr 元素的亲和力最大, 与 Ni 元素的亲和力最小, 与 Fe、Co 的亲和力相似且亲和力居于上述两者之间。在激光增材制造过程中, 由于热量的累积, 即使是在氩气环境中, 气体的对流作用也会使少量的氧气流向材料表面, 在激光的作用下与材料表面的 Cr 元素反应, 生成铬类氧化物, 如图 15(a) 所示。由此可以推测, 在

激光作用下, 材料表面可能生成了 Cr_xO_y 和 FeO 等金属氧化物, 且主要以 Cr_xO_y 为主。而对于抛光后的材料表面, O 元素和 Cr 元素含量出现了明显的下降, 这是由于激光作用过程中钝化膜遭到了破坏^[28]。抛光表面元素分布得更均匀, 无元素偏析现象, 表面平整度得以提升。如图 15(b) 所示, 在高能量密度的激光束作用下, 原始表面的大部分氧化物快速蒸发, 少量未蒸发的氧化物发生分解或是在熔池的涌动下被掩盖于材料近表层中。

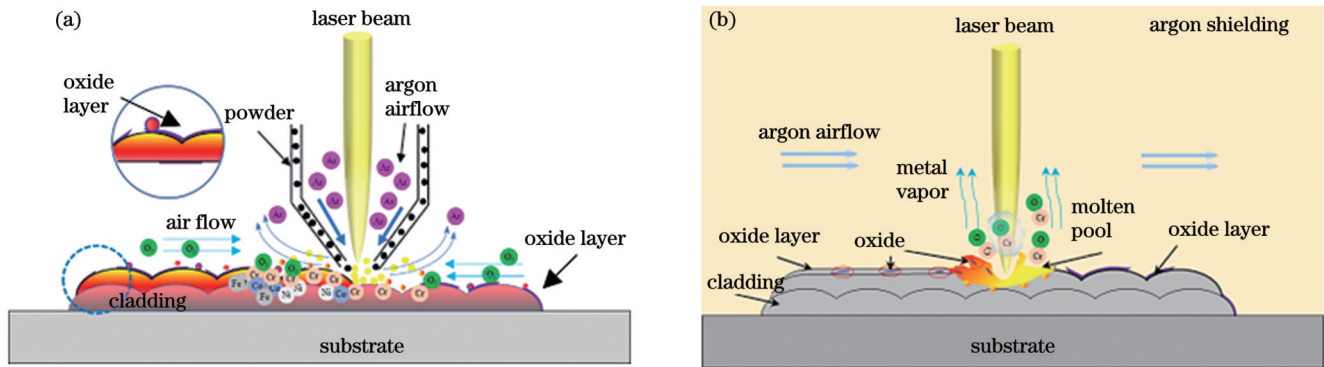


图 15 样品表面氧化层形成和去除示意图。(a) 氧化层形成示意图; (b) 氧化层去除示意图

Fig. 15 Schematic diagrams of oxide layer formation and removal on sample surface. (a) Schematic diagram of oxide layer formation; (b) schematic diagram of oxide layer removal

4 结 论

采用连续激光对 CoCrFeNi 高熵合金增材表面进行抛光实验, 以提高表面平整度, 研究了激光功率、扫描速度、扫描间距、离焦量以及扫描次数对抛光效果的影响, 同时分析了连续激光抛光对表面形貌、元素分布的影响。

连续激光对 CoCrFeNi 高熵合金增材表面材料的主要作用机制是: 样品表面黏附的粉末、凹凸部分材料吸收激光能量后瞬间熔化, 熔融金属在重力、表面张力的作用下向凹陷处流动, 实现“削峰填谷”; 材料表层氧化层在高能量密度激光作用下瞬间汽化, 少部分熔融氧化物在熔池的涌动下被填埋于重铸层中或是残留在材料表面。

影响 CoCrFeNi 高熵合金增材表面抛光效果的因素主要有激光功率、扫描速度、扫描间距、离焦量以及扫描次数, 这 5 个因素中的离焦量对表面粗糙度的影响程度最大, 之后依次是激光功率、扫描间距、扫描速度、扫描次数。

激光功率与扫描速度改变了激光能量密度, 使熔池状态发生改变, 最终影响了表面粗糙度。表面粗糙度随着激光功率的增大而减小, 随着扫描速度、离焦量、扫描次数的增加总体呈先减小后增大的趋势。当 $P_L=200\text{ W}$ 时, 表面粗糙度随着扫描间距增加呈先减小后增大的趋势; 当 $P_L>300\text{ W}$ 时, 表面粗糙度随着扫描间距增加呈先增大后减小的趋势。CoCrFeNi 高熵

合金增材初始表面存在部分氧化, 形成了以铬化物为主的氧化物, 抛光后材料表面的 O 元素和 Cr 元素含量明显降低, 而 Co 元素、Fe 元素、Ni 元素含量有所提升, 氧化层被去除, 表面粗糙度降低。当 $P_L=400\text{ W}$ 、 $V=300\text{ mm/s}$ 、 $d=0.05\text{ mm}$ 、 $z=+2\text{ mm}$ 、 $n=6$ 次时, 表面粗糙度最小, 相比原始表面粗糙度降低了 90%。

参 考 文 献

- [1] Zhang W R, Liaw P K, Zhang Y. Science and technology in high-entropy alloys[J]. Science China Materials, 2018, 61(1): 2-22.
- [2] Yue H T, Lü N, Guo C G, et al. Microstructure evolution and defect characteristics of multilayer Fe-Cr alloy coatings fabricated by laser melting deposition[J]. Optics & Laser Technology, 2023, 158: 108802.
- [3] Oyelola O, Crawforth P, M'Saoubi R, et al. Machining of additively manufactured parts: implications for surface integrity[J]. Procedia CIRP, 2016, 45: 119-122.
- [4] 陈路林, 王成, 刘强, 等. 工艺参数对 H13 钢表面激光熔覆高熵合金成型和性能的影响[J]. 焊管, 2022, 45(3): 13-19.
Chen L L, Wang C, Liu Q, et al. Effect of process parameters on forming and properties of laser cladding high-entropy alloy on H13 steel surface[J]. Welded Pipe and Tube, 2022, 45(3): 13-19.
- [5] Shang F M, Chen S Y, Zhou L, et al. Effect of laser energy volume density on wear resistance and corrosion resistance of 30Cr15MoY alloy steel coating prepared by laser direct metal deposition[J]. Surface and Coatings Technology, 2021, 421: 127382.
- [6] Guo C, Li S, Shi S, et al. Effect of processing parameters on surface roughness, porosity and cracking of as-built IN738LC parts fabricated by laser powder bed fusion[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2020, 285: 116788.
- [7] 张唤. 高熵合金的机械加工及实验研究[D]. 沈阳: 东北大学,

2017.
Zhang H. Research on the mechanical processing and experiment of high-entropy alloy[D]. Shenyang: Northeastern University, 2017.
- [8] 刘寅. 块体金属玻璃与高熵合金微磨削特性及工艺基础实验研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2018.
Liu Y. Experimental investigations on micro grinding characteristics and technological basis of bulk metallic glasses and high-entropy alloys[D]. Shenyang: Northeastern University, 2018.
- [9] 于兴晨. 高熵合金的磨削机理及磨削表面质量研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2020.
Yu X C. Research on grinding mechanism and surface quality of high-entropy alloys[D]. Shenyang: Northeastern University, 2020.
- [10] Guo J, Goh M H, Zhu Z G, et al. On the machining of selective laser melting CoCrFeMnNi high-entropy alloy[J]. *Materials & Design*, 2018, 153: 211-220.
- [11] Litwa P, Hernandez-Nava E, Guan D K, et al. The additive manufacture processing and machinability of CrMnFeCoNi high-entropy alloy[J]. *Materials & Design*, 2021, 198: 109380.
- [12] Lindner T, Liborius H, Töberling G, et al. High-speed laser metal deposition of CrFeCoNi and AlCrFeCoNi HEA coatings with narrow intermixing zone and their machining by turning and diamond smoothing[J]. *Coatings*, 2022, 12(7): 879.
- [13] 刘二举, 徐杰, 陈曦, 等. 激光抛光技术研究进展与发展趋势[J]. *中国激光*, 2023, 50(16): 1602202.
Liu E J, Xu J, Chen X, et al. Advancements and developments of laser polishing technology[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2023, 50(16): 1602202.
- [14] Liu Y F, Ouyang W T, Wu H C, et al. Improving surface quality and superficial microstructure of LDED Inconel 718 superalloy processed by hybrid laser polishing[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2022, 300: 117428.
- [15] Temmler A, Liu D, Preußner J, et al. Influence of laser polishing on surface roughness and microstructural properties of the remelted surface boundary layer of tool steel H11[J]. *Materials & Design*, 2020, 192: 108689.
- [16] Tian Y T, Gora W S, Cabo A P, et al. Material interactions in laser polishing powder bed additive manufactured Ti6Al4V components[J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 20: 11-22.
- [17] Rombouts M, Maes G, Hendrix W, et al. Surface finish after laser metal deposition[J]. *Physics Procedia*, 2013, 41: 810-814.
- [18] Zhang W X, Wong K, Morales M, et al. Implications of using two low-power continuous-wave lasers for polishing[J]. *International Journal of Extreme Manufacturing*, 2020, 2(3): 035101.
- [19] 车科, 刘俨后, 秦继鹏, 等. 连续激光抛光 9CrWMn 模具钢工艺参数研究[J]. *工具技术*, 2022, 56(8): 25-29.
Che K, Liu Y H, Qin J P, et al. Research on process parameters of continuous laser polishing of 9CrWMn mould steel[J]. *Tool Engineering*, 2022, 56(8): 25-29.
- [20] Xu J L, Zou P, Kang D, et al. Theoretical and experimental study of bulge formation in laser polishing of 304 stainless steel[J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2021, 66: 39-52.
- [21] 黄旭东, 王涛, 胡少武, 等. 基于正交试验和响应面法的激光抛光参数优化[J]. *激光与光电子学进展*, 2022, 59(11): 1114004.
Huang X D, Wang T, Hu S W, et al. Optimization of laser polishing parameters based on orthogonal experiment and response surface methodology[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2022, 59(11): 1114004.
- [22] He R, Wu M P, Cui C, et al. Effects of laser energy density on microstructure and corrosion resistance of FeCrNiMnAl high-entropy alloy coating[J]. *Optics & Laser Technology*, 2022, 152: 108188.
- [23] 王梁, 姜柯, 范思远, 等. 低粗糙度表面的连续激光抛光形貌演化机制研究[J]. *中国激光*, 2023, 50(12): 1202106.
Wang L, Jiang K, Fan S Y, et al. Morphology evolution mechanism of low-roughness surface polished by continuous laser[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2023, 50(12): 1202106.
- [24] Vadali M, Ma C, Duffie N A, et al. Pulsed laser micro polishing: surface prediction model[J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2012, 14(3): 307-315.
- [25] 陈先游, 陈晓晓, 章玄华, 等. 镍基高温合金光束耦合纳秒激光铣削表面成型质量研究[J]. *中国激光*, 2023, 50(8): 0802203.
Chen X Y, Chen X X, Zhang X H, et al. Formed quality of milled surfaces of nickel-based superalloy by beam-coupled nanosecond laser[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2023, 50(8): 0802203.
- [26] Ma C, Vadali M, Li X C, et al. Analytical and experimental investigation of thermocapillary flow in pulsed laser micropolishing [J]. *Journal of Micro and Nano-Manufacturing*, 2014, 2(2): 021010.
- [27] McKay F, Ismael T, Robinson A, et al. Surface oxidation mechanism of CoCrFeNi high-entropy alloy[J]. *Surface Science*, 2022, 723: 122124.
- [28] 李道齐, 王涛, 杨紫璠, 等. 304 不锈钢激光抛光的参数优化及抛光层性能分析[J]. *中国激光*, 2023, 50(4): 0402021.
Li D Q, Wang T, Yang Z F, et al. Optimization of laser polishing parameters of 304 stainless steel and performance analysis of polishing layer[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2023, 50(4): 0402021.

Surface Laser Polishing of High-Entropy CoCrFeNi Alloy Prepared by Laser Additive Manufacturing

Zhou Yuhang^{1,2,3}, Zhang Mina^{2*}, Chen Xiaoxiao^{2**}, Zhang Qunli^{1,3}, Zhang Wenwu²

¹College of Mechanical Engineering, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310023, Zhejiang, China;

²Ningbo Institute of Materials Technology and Engineering, Chinese Academy of Sciences; Zhejiang Provincial Key Laboratory of Aero Engine Extreme Manufacturing Technology, Ningbo 315201, Zhejiang, China;

³Institute of Laser Advanced Manufacturing, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310023, Zhejiang, China

Abstract

Objective High-entropy alloy additive parts face certain difficulties in maintaining surface quality and machining. As a new class of materials, their processing is inevitably different from that of conventional alloys in terms of material removal mechanisms and surface processing methods. To investigate the material removal mechanism of laser-polished high-entropy alloys and to solve the technical problems encountered in their processing and expand the scope of the laser processing system, this study investigated the continuous laser polishing of high-entropy alloy additive parts. The material removal mechanism and the influence of the laser-polishing parameters on the surface quality are analyzed to provide process support for the optimization of the laser-polishing process.

Methods A high-entropy CoCrFeNi alloy was used as the experimental material. First, the high-entropy alloy additive parts were prepared via laser additive manufacturing and then polished using a continuous laser under different processing parameters. Subsequently, their surface roughness was evaluated through laser confocal microscopy. The screening test method was used to determine the contribution of each influencing factor on the surface roughness, followed by the single-factor test method to analyze the influence of the process parameters such as defocus, laser power, scanning pitch, scanning speed, and the number of scanning on the surface roughness of the polished specimen. Finally, scanning electron microscopy (SEM) and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS) were used to analyze the material removal mechanism and the effect of laser polishing on the surface micromorphology and elemental distribution.

Results and Discussions The main factors that affect the surface polishing of the high-entropy CoCrFeNi alloy additive parts are defocus, laser power, scanning pitch, scanning speed, and the number of scanning (Fig. 4). The surface roughness of the polished sample tended to decrease at first and then increase with increasing defocus (Fig. 6). At a constant scanning speed ($V=300$ mm/s) and scanning pitch of 0.005 mm, the surface roughness decreased progressively with increasing laser power. At a scanning pitch of 0.01 mm, the surface roughness tended to increase and then decrease with increasing laser power, whereas it tended to decrease and then increase with increasing scanning speed (Fig. 8). At a scanning pitch of 0.05 mm, the surface roughness of the sample increased by approximately 166% with increasing scanning speed. Further, at $V=300$ mm/s, the surface roughness tended to increase and then decrease with increasing scanning pitch. At $V>300$ mm/s, the surface roughness exhibited a progressively larger increase with increasing scanning pitch. Furthermore, the surface roughness of the laser-polished specimen tended to increase, then decrease, and then increase again as the number of scanning increased (Fig. 11). The O and Cr contents of the polished material decreased significantly, whereas the Co, Fe, and Ni contents increased (Fig. 15), and no new solid-solution structures were generated (Fig. 13). The surface roughness of the sample was reduced by 90% at the optimized polishing parameters ($P_L=400$ W, $V=300$ mm/s, $d=0.05$ mm, $z=+2$ mm, and $n=6$).

Conclusions In this study, laser polishing of a high-entropy alloy was performed using a continuous laser to investigate the influence of the process parameters on its roughness. And the study analyzes the mechanism of laser removal of high-entropy alloy surface materials. The surface material removal under continuous laser illumination mainly occurs through instantaneous melting or the evaporation of the surface material after the absorption of the laser energy, resulting in “peak and valley reduction.” Some metal solutes form new protrusions on the surface under surface tension and gravity. The surface roughness of the sample decreases as the laser power increases, and it tends to decrease and then increase with increasing scanning speed, defocus, and scan cycles. During the laser-polishing process, the material surface undergoes complex physical and chemical reactions, and the surface elemental distribution changes.

Key words laser technique; continuous-wave lasers polishing; CoCrFeNi high-entropy alloy; surface roughness; surface topography