

激光增材制造 FeNi 坡莫合金及其磁性能研究

高硕洪¹, 卢冰文², NOUREDINE Fenineche¹, LIAO Hanlin^{1*}

1. ICB UMR 6303, CNRS, Univ. Bourgogne Franche-Comté, UTBM, F-90010 Belfort, France 2. 广东省科学院新材料研究所, 广东省现代表面工程技术重点实验室, 现代材料表面工程技术国家工程实验室, 广东 广州 510650



摘要: 以 Fe-50%Ni 预合金粉末为原材料, 并采用激光选区熔化 (Selective laser melting, SLM) 技术制备坡莫合金, 通过光学显微镜、X 射线衍射、扫描电子显微镜等对采用不同工艺参数制备的 SLM Fe-50%Ni 合金的微观组织进行观察表征, 分别在直流及交流条件下采用磁性能测试仪对其稳态磁性能及动态磁性能进行测试分析, 其中直流测试中最大外磁场强度为 5000 A/m。同时, 研究了在交流条件下外磁场强为 10 mT 时不同频率下的铁损变化。研究结果表明: 随着扫描速度的降低, 即激光体积能量密度的增加, 合金样品的孔隙率降低, 显微硬度升高, 但是过高的能量密度也使得热应力增加而产生微裂纹, 晶粒尺寸也较大; 合金样品的主相均为 γ -(Fe-Ni) 相, 微观组织主要为沿打印方向的柱状晶组织, 但在其熔池边界附近也存在少量的等轴晶, 晶粒大小呈现微观不均匀性; 选择适合的能量密度对合金的内部质量及性能至关重要, 在使用较适合的体积能量密度制备的 SLM 合金样品的相对孔隙率低于 0.5%、矫顽力为 270 A/m、饱和磁感应强度为 1.2 T、剩余饱和磁感应强度为 0.4 T; 当磁场强度为 10 mT 时, 随着频率从 10 kHz 增加至 100 kHz, 铁损随着频率的升高而升高。

关键词: 激光选区熔化; 扫描速度; 坡莫合金; 显微组织; 磁性能

中图分类号: TB34

文献标识码: A

引文格式: 高硕洪, 卢冰文, NOUREDINE Fenineche, 等. 激光增材制造 FeNi 坡莫合金及其磁性能研究[J]. 材料研究与应用, 2021, 15(4): 341-349.

GAO Shuohong, LU Bingwen, NOUREDINE Fenineche, et al. Study on the laser additive manufacturing of FeNi permalloy and its magnetic properties[J]. Materials Research and Application, 2021, 15(4): 341-349.

软磁合金是最具经济性和科技性的磁性材料之一, 已被广泛应用于变压器、发电机和电动机等各种工业电子设备中, 以及用于家用电器和科学设备等产品器件中^[1-2]。至今, 人们已经研究和生产了不同类型的软磁材料, 包括纯铁、铁基合金 (Fe-Si, Fe-Ni, Fe-Co 和 Fe-Si-Al 等) 及 Ni-Zn, Mn-Zn 和 Co-Zn 等一系列铁氧体^[3]。坡莫合金是一种具有不同 Ni 含量的 Fe 基软磁合金, 其用于制造变压器铁芯、磁放大器、扼流圈、磁导体和其他电子器件等。随

着电子设备的多样化和自动化, 迫切需要开发具有良好可靠性的高性能软磁材料^[4]。此外, 传统的加工工艺如铸造、冲压或粉末冶金等加工方法, 它们受限于复杂的几何形状, 难以精确制备具有复杂形状的零件。因此, 探索和开发新型软磁合金制造技术的必要性也是显而易见的。

近年来, 金属增材制造 (Additive Manufacturing, AM) 技术因其具有数字化灵活性而引起了广泛的关注。对于具有复杂形状的零件, 通

收稿日期: 2021-09-22

基金项目: 广州市产学研协同创新重大专项“燃气轮机关键零部件表面处理及维修”; National Nature Science Foundation of China (52005113); China Postdoctoral Science Foundation (2021T140140)

作者简介: 高硕洪 (1992-), 博士研究生, 研究方向为金属增材制造技术, Email: gaoshuohong@163.com

通讯作者: LIAO Hanlin, 法国贝尔福-蒙贝利亚技术大学 (UTBM) 特级教授, 研究方向为热喷涂和材料增材制造

过传统的铸造、铣削和机加工等方法制造,存在相对困难或更昂贵等问题^[5],而AM这种技术方便于设计并制造更轻、更复杂的零部件^[6-7]. 选择性激光熔化技术(Selective laser melting, SLM),是最具吸引力的AM技术之一^[8]. 在SLM的加工过程中,粉末被分散成薄层,并通过高密度激光源逐层快速熔融,每层薄层凝固成形后获得具有设计形状的产品^[9]. 因此,SLM技术在制造设计具有复杂几何形状的零件、改进性能和简化制造过程方面都展现出巨大的潜力^[10]. 由于激光光源的高能量密度,通过SLM技术不仅可以使市售的预合金粉末(如镍基、钴基、铁基粉末)制造普通合金^[11-13],还可以制造高熔点难熔金属(钼、钽、钨及其合金等)^[14-16]. 此外,对于功能材料,SLM提供了轻松获得具有独特微观结构的复杂几何组件的潜力^[17-18]. 因此,SLM被视为一种可以直接从原材料制备金属部件的新兴技术^[19-20].

目前,国内外对于SLM制造软磁功能性材料的研究也已有一些报道,而且国外对此的研究比国内明显更多,特别是对于SLM Fe-50Ni坡莫合金的研究,国内还鲜有报道. Zhang等人^[21-22]采用Fe与Ni的混合粉末为原材料,研究了SLM制造的质量分数为Fe-30%Ni和Fe-80%Ni坡莫合金的微观结构和磁性,发现该SLM坡莫合金的磁学性能受工艺参数的影响. Zou等人^[23]以气体雾化合金粉末为原料,通过调整SLM扫描策略及工艺参数,得到了低孔隙率的SLM Fe-80Ni坡莫合金,并在设计打印样品时

将立方体样品设置为相对于基板倾斜一定的角度打印成形,结果表明在特定的倾斜角度下SLM合金具有特定织构,当该织构与合金的易磁化轴一致时展现出最优的磁性能. Mazeeva等人^[24]同样以气雾化预合金粉末为原料,采用SLM成功成形了具有相同化学成分的Fe-50Ni坡莫合金样品,并研究了其微观结构、热处理参数及磁性能之间的关系. 结果表明,该SLM合金样品具有多晶结构,由于部分热应力的释放,适当的热处理可降低矫顽力,但没有对样品的铁损进行评估. 为了进一步加强对SLM制造功能性材料的研究,研究了激光扫描速度对SLM制造Fe-50Ni坡莫合金的内部缺陷、微观组织及硬度的影响,同时对较优参数下制造的合金样品的磁性能进行了探索研究,并总结阐述了合金的内部缺陷对磁性能影响的理论.

1 实验材料与方法

1.1 粉末材料

实验选用从湖南骅骝新材料有限公司购买的Fe-50%Ni预合金粉末作为原料,运用扫描电子显微镜(SEM JEOL-5900 LV,日本)研究粉末的形貌及化学成分,并利用激光衍射粉末粒度仪(Mastersizer 2000, Malvern Instruments Ltd., UK)测量粉末的粒度分布,图1为粉末表征. 从图1(a)粉末粒径分布可见,粉末的 $D_v(10)$ 、 $D_v(50)$ 和 $D_v(90)$ 分别

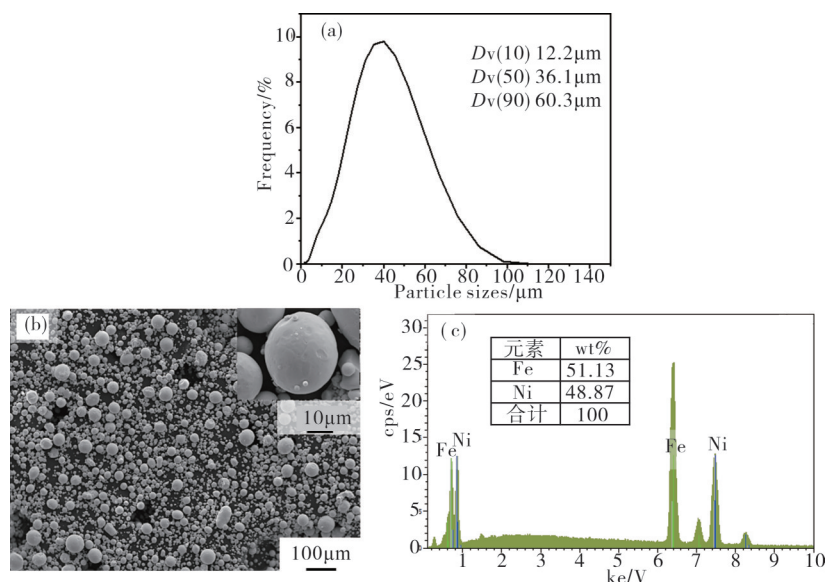


图1 粉末表征

(a) 粉末粒径分布; (b) Fe-50%Ni粉末宏观形貌; (c) 粉末成分组成EDS

Fig. 1 Powder characterization

(a) particle size distribution; (b) Macroscopic morphology of the original feedstock; (c) EDS analysis result

为 12.2、36.1 和 60.3 μm 。从图 1(b)粉末颗粒的形貌可见,粉末颗粒以球形和近球形为主,表面光滑。从图 1(c)EDS 分析结果可见,粉末中镍的含量约为 50%。

1.2 样品制备

选用 316L 不锈钢板为基板,在打印前用酒精清洗基板。打印样品的三维模型(图 2(a)~图 2(b)),其中立方体样品尺寸为 8 mm $\times$ 8 mm $\times$ 8 mm,环形样品高度 $H=4$ mm,外径 $D_1=26$ mm,内径 $D_2=18$ mm。使用选择性激光熔化设备 EOS M290 增材制造系统制造样品,其光斑直径为 100 μm 。在立方体样品中定义扫描平面,即与打印基板平行的平面

为 XY 平面,定义垂直于基板水平面且垂直于 Y 轴的平面为 XZ 平面(图 2(c))。在 SLM 成形过程中,相邻激光轨道旋转 67°,呈现锯齿形扫描模式,打印方向均为垂直于基板水平面的竖直方向。采用四种不同的激光扫描速度 V 制造不同的合金样品,其中激光功率 P 、激光光斑、扫描间距 h 和层厚 d 保持恒定,参数和样品编号列于表 1。为避免氧化,在打印过程中工作室与氩气管道密闭连通,以不断通入足够的氩气,使其氧含量保持在 0.9% 以下。此外,激光体积能量密度 $LVED$ 定义为材料体积单位内获得的平均加工能量,其计算公式为 $LVED = P/Vhd$ 。

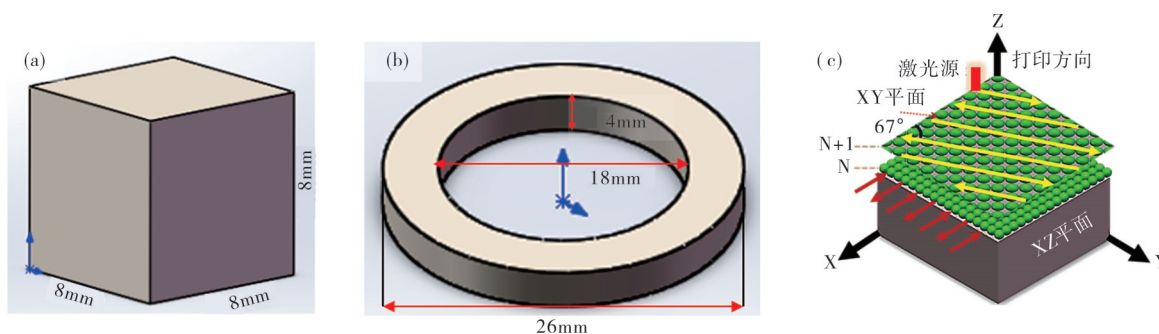


图 2 样品模型及扫描策略

(a)立方体三维模型及尺寸;(b)环形样品三维模型及尺寸;(c)扫描策略

Fig. 2 3D model and SLMed scanning strategy used to fabricate the samples

(a) 3D model and dimension cubic specimen; (b) 3D model and dimension cubic ring sample; (c) SLMed scanning strategy used to fabricate the samples

表 1 试验详细参数

Table 1 Details of manufacturing parameters

编号	功率/W	扫描速度/(mm $\cdot$ s $^{-1}$)	扫描间距/mm	层厚/mm	能量密度/(J $\cdot$ mm $^{-3}$)
1	150	1200	0.1	0.03	41.7
2	150	900	0.1	0.03	55.6
3	150	700	0.1	0.03	71.4
4	150	500	0.1	0.03	100

1.3 微观组织及性能表征

图 3 为制备完成后的立方体样品及环形样品。采用电火花线切割机将样品与基体切割分离,粉末和样品的相组成均通过 X 射线衍射($\text{Cu-K}_{\alpha 1}$, $k=0.1540598$ nm)表征。将立方体样品镶样抛光,使用光学显微镜(OM, Leica)进行观察并拍摄显微图像,以进一步观察样品内部结构特征,并通过图像分析方法使用 Image J 软件从 OM 照片计算相对孔隙率。为了提高准确性,对每个样品的 XZ 平面的不同区域进行分析,即在七个不同区域交替采集得到 7 张 OM

图片,再利用 Image J 软件分析计算,最终算取平均值。用 Nital 溶液(30% 硝酸+70% 乙醇)将样品腐蚀 10~15 s,分别采用 OM 和 SEM 系统观察微观结构及微观组织。分别在 XY 平面和 XZ 平面的不同位置进行硬度测量,使用维氏显微硬度计(Leitz-Wetzlar, 德国)在载荷为 100 g 和加载时间为 25 s 的条件下测量,为确保准确性,硬度的平均值通过 10 个不同位置的测量值计算而得。分别采用直流(DC)磁性测试仪及交流(AC)磁性测试仪(MATS-2010SA)测试环形样品的稳态磁滞回线

和铁损(P_L)。稳态磁性能测试最大磁场强度为5000 A/m,基于磁滞回线得出其矫顽力(H_c)、饱和磁感应强度(B_s)和剩余磁感应强度值(B_r)。交流磁性能测试在恒定磁场强度为10 mT及交变频率为10,20,50,70和100 kHz的条件下,测试其铁损磁性能,每个样品重复多次测量,直到测量值保持相对稳定。

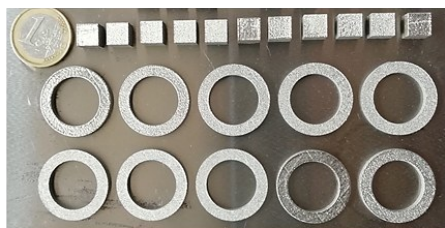


图3 立方体样品及环形样品

Fig. 3 The SLM cubic samples and ring samples

2 结果与讨论

2.1 内部缺陷及孔隙率

SLM金属样品中的孔隙率和微裂纹是衡量其

内部质量的重要标准,低孔隙率代表更高的致密度。功能材料的特性是结构敏感特性,例如磁性能与孔隙率和微裂纹有直接的关系^[25]。图4所示为不同样品的XZ平面具有代表性的OM图像。经过计算之后可知,样品的孔隙率随着扫描速度的减小而降低。从图4可见,在较低激光体积能量密度的1号和2号样品中存在较大尺寸的不规则钥匙孔和小尺寸的球形孔,在具有较高体积能量密度(LVED)的3号和4号样品中几乎没有发现明显的钥匙孔,但仍然能够观察到小尺寸的球形孔,但在4号样品中观察到了明显的微裂纹。这是由于在较大的扫描速度下,激光体积能量密度较低且作用于粉末的时间较短,部分粉末未能充分熔融,粉末之间无法熔融结合而存在空隙,层层重叠之后形成了不规则的钥匙孔。采用较小的扫描速度时,由于高激光能量密度可使熔池具有高温,因此可使其粘度较低而具有很好的流动性和润湿性,粉末可以在足够的熔池体积下完全熔化,确保在凝固过程中的相邻熔池及相邻薄层能够紧密结合,从而减少界面间的孔隙^[26-27]。但是过低的扫描速度会使得激光能量密度过大,从而使成形过程中的热应力过大而导致形成微裂纹。

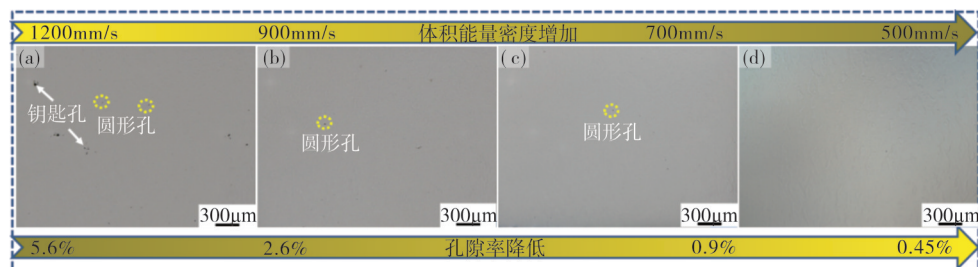


图4 不同扫描速度制备的SLM合金样品XZ平面结构OM图

(a)1200 mm/s;(b)900 mm/s;(c)700 mm/s;(d)500 mm/s

Fig. 4 Optical microscopy images of XZ planes for the SLM samples fabricated using different scanning speeds

2.2 微观组织与物相分析

为了研究扫描速度对SLM Fe-50%Ni合金样品的微观组织的影响,经腐蚀后的样品的XZ平面微观组织OM图像如图5所示。从图5可见,样品的微观组织主要为沿打印方向的柱状晶组织,此外在柱状晶之间也可以观察到细小的等轴晶,在较大的扫描速度下1号样品中的等轴晶较多,而在较小的扫描速度下4号合金样品的等轴晶较少,随着扫描速度的降低等轴晶的数量减少、晶粒大小及分布更加均匀。晶粒大小不均匀可能与冷却速

度有关,特别是熔池边界处的冷却速度较大,晶粒来不及长成枝状结构而形成等轴晶。随着扫描速度的降低,体积激光能量密度增加,熔池中的形核晶粒可以有充足的时间长大,粉末也可以获得更高的温度,凝固时其原子运动增强,这也有助于晶体的进一步生长。

图6为腐蚀后的合金样品XZ平面SEM图。从图6可以观察到,在打印方向上的层与层之间近似半圆形的搭接痕迹,以及明显的熔池边界,整体呈现鱼鳞状。

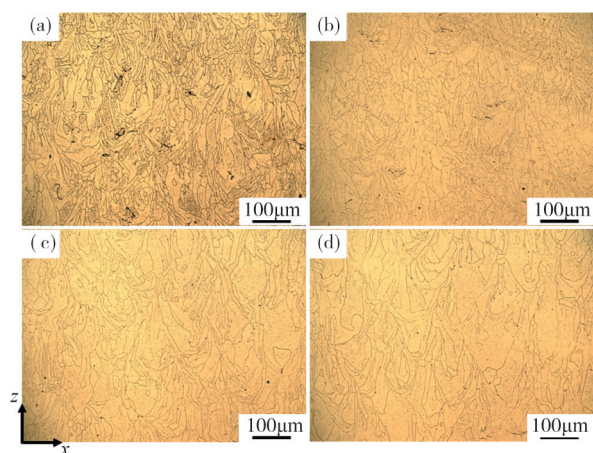


图5 不同扫描速度制备的SLM合金样品XZ平面腐蚀后的微观结构OM图像

(a)1200 mm/s;(b)900 mm/s;(c)700 mm/s;(d)500 mm/s

Fig. 5 Optical microscopy images of XZ planes after etching for the SLM samples fabricated using different scanning speeds

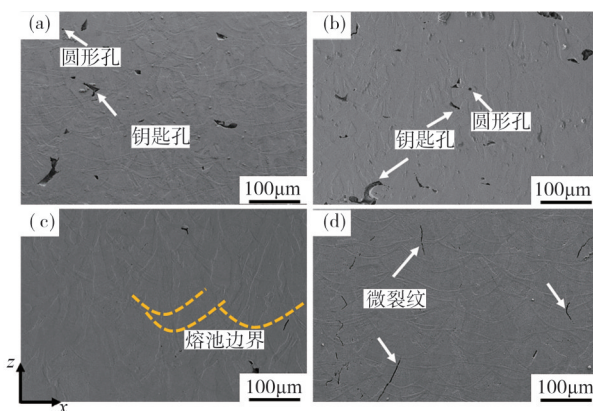


图6 不同扫描速度制备的SLM合金样品XZ平面腐蚀后的微观结构SEM图像

(a)1200 mm/s;(b)900 mm/s;(c)700 mm/s;(d)500 mm/s

Fig. 6 SEM images of XZ planes after etching for the SLM samples fabricated using different scanning speeds

图7为Fe-50%Ni预合金粉末及SLM块体的X射线衍射图谱。从图7可以发现,粉末与块体样品的主晶相均为 γ -(Fe-Ni)相,没有发现明显的氧化物相。这是由于SLM成形过程中的冷却速度极快,没有明显的相变发生,在氩气气氛的保护下也没有发生明显的氧化现象。

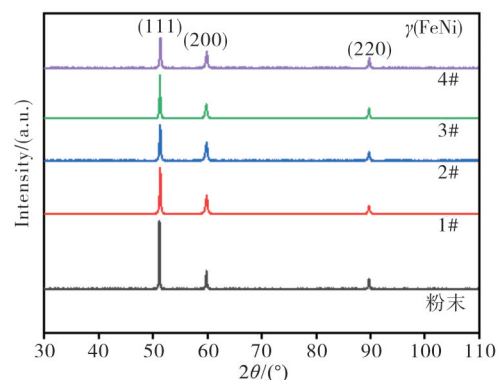


图7 Fe-50%Ni粉末与合金样品的X衍射图谱

Fig. 7 XRD patterns of the powder and SLM samples

2.3 显微硬度

坡莫软磁合金除了对磁性能的要求外,对力学性能也有一定的要求,高硬度是保证合金具有优良力学性能的基础。对于不同合金样品的XY及XZ平面的平均显微硬度值如图8所示。从图8可以看出,两个平面的显微硬度值大小几乎一致,均随着扫描速度的变化而变化,当扫描速度从1200 mm/s降低至700 mm/s时,其两平面的显微硬度值分别从168 HV_{0.1}和166 HV_{0.1}增加至198 HV_{0.1}和200 HV_{0.1},高于Parastoo等人^[28]采用冷轧并经过退火处理后得到的Fe-48Ni坡莫合金的显微硬度值(大约为60~110 HV)。不同样品之间平均显微硬度值的变化主要归因于相对孔隙率和显

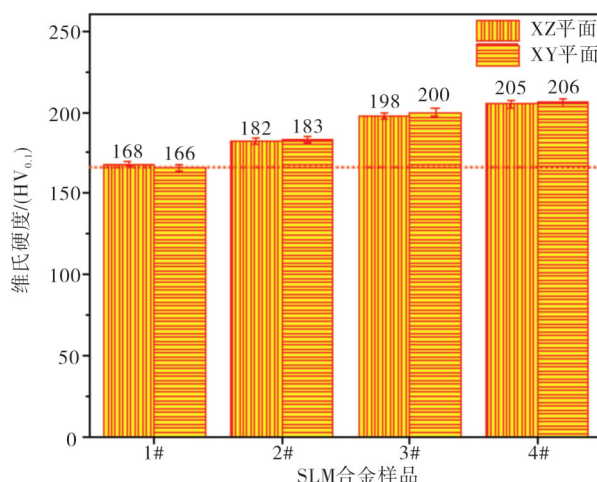


图8 SLM合金样品的维氏显微硬度平均值

Fig. 8 Microhardness of the SLM samples

微结构特征的变化. 当扫描速度从 1200 mm/s 降低至 900 mm/s 时 XY 与 XZ 平面的平均显微硬度值略有增加, 当扫描速度降至 700 mm/s 时增加更为明显. 这是因为当扫描速度从 1200 mm/s 降至 700 mm/s 时, 样品的相对孔隙率降低和显微组织的均匀化最为显著, 虽然晶粒也呈现出变粗大的趋势, 但其变化对显微硬度增加的贡献不大. 当扫描速度进一步降低至 500 mm/s 时, 样品的显微硬度值只有比较微小的变化, 这主要是因为孔隙率略有下降, 此时在高激光体积能量下样品中也出现微裂纹及晶粒变粗大, 这导致相对孔隙率降低带来的硬度提高效果并不明显^[29].

2.4 磁性能

结合上述试验结果及分析可知, 当扫描速度为 700 mm/s 时 SLM 合金样品的内部缺陷最少、微观组织相对均匀, 因此对采用该参数制备的合金样品进行磁性能研究. 图 9 为 SLM 合金的磁性能图. 从图 9(a) DC 磁滞回线可见, 磁滞曲线狭窄, 表明该合金具备软磁性.

矫顽力是磁性合金最基础的特性之一, 一般定义矫顽力小于 1000 m/A 的合金为软磁合金, 降低矫顽力是软磁合金提高软磁性能的目标之一, 此外较高的饱和磁感应强度和较低的剩余磁感应

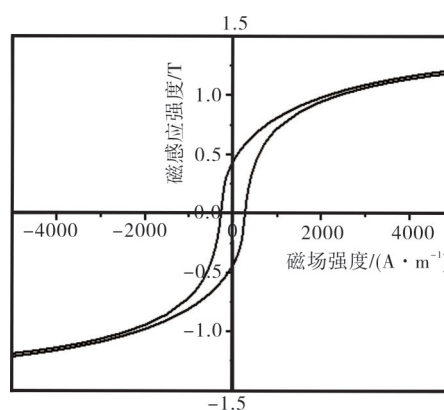


图9 SLM合金的DC磁滞回线

Fig. 9 DC hysteresis loop of the SLM samples

强度同样也是高性能软磁合金应具备的特性^[1]. 基于磁滞回线得到的平均矫顽力、饱和磁感应强度和剩余磁感应强度值列于表2. 由表2可知, 该合金的矫顽力为 270 A/m, 这再次证实了该合金具有软磁性, 其矫顽力低于报道^[30]中采用类似方法制备得到的坡莫合金的矫顽力最小值 400 A/m, 而稍高于文献^[31]中的 200 A/m. 饱和磁感应强度和剩余磁感应强度分别为 1.2 T 及 0.4 T, 其中饱和磁化强度与 Tasovac^[32], Miura^[33]等人报道的采用粉末注射制备的坡莫合金的磁感应强度值 (1.33 T, 1.37 T) 相差不大, 表明该合金综合磁性能良好.

表2 SLM合金的磁性能

Table 2 Properties of the SLM samples

$H_c/(A \cdot m^{-1})$	B_s/T	B_r/T	铁损 $P_L/(W \cdot kg^{-1})$				
			10 kHz	20 kHz	50 kHz	70 kHz	100 kHz
270 ± 3.6	1.2 ± 0.04	0.4 ± 0.02	5.8 ± 0.6	15.3 ± 0.8	54.8 ± 2.3	87.1 ± 3.5	143.6 ± 4.6

当磁场施加到磁性合金上时, 电子的内部自旋和轨道运动会响应磁场, 从而使合金被磁化, 此时的磁畴会沿外加磁场的方向移动或变化. 而当移去磁场时磁畴也会产生相应的响应, 这个过程被称为退磁. 在这两个过程中, 畴壁均随着磁畴的运动而移动. 图 10 为磁化和退磁过程中缺陷对畴壁移动的影响. 从图 10 可见, 明显的孔隙或裂纹缺陷会导致磁化或退磁过程中出现磁畴的运动受到局部钉扎, 从而阻碍畴壁的移动. 如上所述, 由于畴壁运动的钉扎位点, 损害了如矫顽力和铁

损等相关的磁特性, 使矫顽力和铁损升高^[3, 34]. 因此, 合金表现出的较优的综合磁性能, 得益于该合金样品中没有明显的宏观缺陷及微裂纹.

图 11 为在外磁场强度恒为 10 mT 时不同频率下的 AC 铁损测试结果. 从图 11 可以看出, 其铁损随着频率的升高而增加. 坡莫合金的铁损主要由磁滞损耗和涡流损耗组成, 除了本身材料与化学成分之外, 铁损也与材料在交变磁场中的频率有关. 当频率较高时, 产生的涡流损耗较大, 因此总铁损也随之增大^[3].

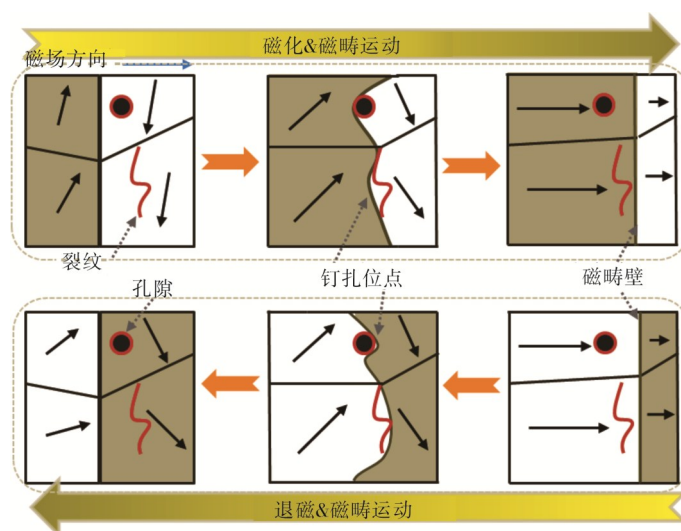


图10 磁化与退磁过程中合金样缺陷对磁性能的影响原理描绘

Fig. 10 Schematic effect of defects on the magnetic properties

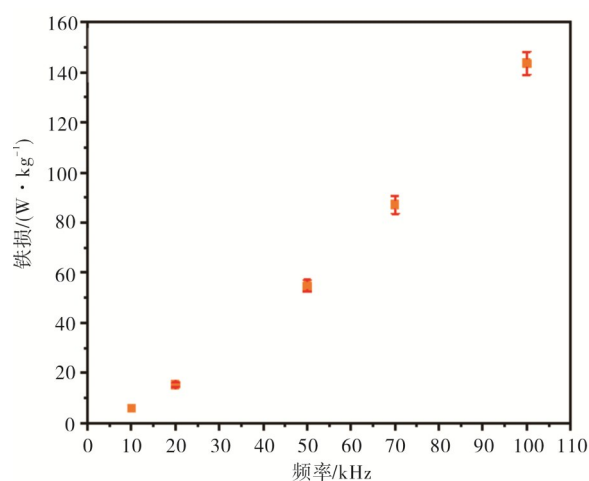


图11 SLM合金不同频率下的AC铁损

Fig.11 AC power loss of the SLM samples in different frequency under a magnetic field with 10 mT

3 结论

以Fe-50%Ni预合金粉末为原材料,采用激光选区熔化技术成功地制备了无明显宏观缺陷的块体及环形软磁合金,并且研究了扫描速度对SLM合金的微观结构及硬度的影响,以及较优参数下制备的Fe-50%Ni合金的磁性能。

(1)随着激光扫描速度的降低,即激光体积能量密度的增加,SLM Fe-50%Ni合金样品的孔隙率降低,但是过低的扫描速度下也会使得能量密度

过高而导致热应力增加,从而导致合金内部产生微裂纹及晶粒尺寸变大. 随着激光能量密度的增加,合金样品的显微硬度值显现出升高的趋势。

(2)合金样品的主相为 γ -(Fe-Ni)相,显微组织以柱状晶为主,但在其熔池边界附近也存在少量的等轴晶,晶粒大小呈现微观不均匀性。

(3)在较适合的体积能量密度下,合金样品的相对孔隙率低于0.5%、矫顽力为270 A/m,合金表现出软磁性,其饱和磁感应强度为1.2 T、剩余饱和磁感应强度为0.4 T. 当磁场强度为10 mT时,随着频率从10 kHz增加至100 kHz,铁损从5.8 W/kg升高至143.6 W/kg。

参考文献:

- [1] SHOKROLLAHI H, JANGHORBAN K. Soft magnetic composite materials (SMCs) [J]. J Mater Process Technol, 2007, 189(1-3): 1-12.
- [2] SILVEYRA J M, FERRARA E, HUBER D L, et al. Soft magnetic materials for a sustainable and electrified world [J]. Science, 2018, 362(6413): eaao0195.
- [3] CHEN C W. Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials [M]. North Holland: Courier Corporation, 2013.
- [4] SUDHOFF S D. Power magnetic devices: A multi-objective design approach [M]. IEEE: John Wiley & Sons, 2014.
- [5] 杨强, 鲁中良, 黄福享, 等. 激光增材制造技术的研究

- 现状及发展趋势[J]. 航空制造技术, 2016, 59(12): 26-31.
- [6] BANDYOPADHYAY A, BOSE S. Additive manufacturing [M]. Boca Raton: CRC press, 2019.
- [7] YAN X, HUANG C, CHEN C, et al. Additive manufacturing of WC reinforced maraging steel 300 composites by cold spraying and selective laser melting [J]. Surf Coat Technol, 2019, 371:161-171.
- [8] 赵志国, 柏林, 李黎, 等. 激光选区熔化成形技术的发展现状及研究进展[J]. 航空制造技术, 2014, 463(19): 46-9.
- [9] GUNASEKARAN J, SEVVEL P, SOLOMON I J. Metallic materials fabrication by selective laser melting: a review [J]. Mater Today: Proc, 2021, 37:252-256.
- [10] YAN X, YIN S, CHEN C, et al. Fatigue strength improvement of selective laser melted Ti6Al4V using ultrasonic surface mechanical attrition [J]. Mater Res Lett, 2019, 7(8): 327-33.
- [11] RIIPINEN T, METS-KORTELAINE S, LINDROOS T, et al. Properties of soft magnetic Fe-Co-V alloy produced by laser powder bed fusion [J]. Rapid Prototyping J, 2019:699-707.
- [12] YAP C Y, CHUA C K, DONG Z L, et al. Review of selective laser melting: Materials and applications[J]. Appl Phys Rev, 2015, 2(4): 041101.
- [13] 任虔弘, 陈超越, 卢战军, 等. 激光选区熔化制备镍钛合金的研究进展[J]. 材料研究与应用, 15(3): 276-86.
- [14] YAN X, CHEN C, CHANG C, et al. Study of the microstructure and mechanical performance of CX stainless steel processed by selective laser melting (SLM)[J]. Mater Sci Eng: A, 2020, 781:139227.
- [15] LU Y, GUO S, YANG Y, et al. Effect of thermal treatment and fluoride ions on the electrochemical corrosion behavior of selective laser melted CoCrW alloy [J]. J Alloys Compd, 2018, 730:552-562.
- [16] YAN X, GAO S, CHANG C, et al. Effect of building directions on the surface roughness, microstructure, and tribological properties of selective laser melted Inconel 625[J]. J Mater Process Technol, 2021, 288: 116878.
- [17] GARIBALDI M, ASHCROFT I, LEMKE J, et al. Effect of annealing on the microstructure and magnetic properties of soft magnetic Fe-Si produced via laser additive manufacturing [J]. Scr Mater, 2018, 142: 121-5.
- [18] KOO B, JANG M S, NAM Y G, et al. Structurally-layered soft magnetic Fe-Si components with surface insulation prepared by shell-shaping selective laser melting[J]. Appl Surf Sci, 2021, 553:149510.
- [19] HIGASHI M, OZAKI T. Selective laser melting of pure molybdenum: Evolution of defect and crystallographic texture with process parameters [J]. Mater Des, 2020, 191:108588.
- [20] 邓朝阳, 郭一帆, 褚清坤, 等. 基于响应面优化法激光选区熔化 AlMgScZr 研究[J]. 材料研究与应用, 15(3): 210-219.
- [21] ZHANG B, FENINECHE N E, LIAO H, et al. Magnetic properties of in-situ synthesized FeNi₃ by selective laser melting Fe-80% Ni powders[J]. J Magn Magn Mater, 2013, 336:49-54.
- [22] ZHANG B, FENINECHE N E, LIAO H, et al. Microstructure and magnetic properties of Fe-Ni alloy fabricated by selective laser melting Fe/Ni mixed powders [J]. J Mater Sci Technol, 2013, 29(8): 757-760.
- [23] ZOU J, GABER Y, VOULAZERIS G, et al. Controlling the grain orientation during laser powder bed fusion to tailor the magnetic characteristics in a Ni-Fe based soft magnet [J]. Acta Mater, 2018, 158: 230-238.
- [24] MAZEEVA A, STARITSYN M, BOBYR V, et al. Magnetic properties of Fe-Ni permalloy produced by selective laser melting [J]. J Alloys Compd, 2020, 814:152315.
- [25] GAO S, YAN X, CHANG C, et al. Effect of laser energy density on surface morphology, microstructure, and magnetic properties of selective laser melted Fe-3wt.% Si alloys[J]. J Mater Eng Perform, 2021, 30: 5020-5030.
- [26] XIA M, GU D, YU G, et al. Porosity evolution and its thermodynamic mechanism of randomly packed powder-bed during selective laser melting of Inconel 718 alloy [J]. Int J Mach Tools Manuf, 2017, 116: 96-106.
- [27] 李卿, 赵国瑞, 闫星辰, 等. 选区激光熔化成形多孔 Ti-6Al-4V 合金力学性能研究[J]. 激光与光电子学进展, 2019, 56(1):011403.
- [28] YEKTA P V, GHASEMI A, SHARIFI E M. Magnetic and mechanical properties of cold-rolled permalloy [J]. J Magn Magn Mater, 2018, 468: 155-163.
- [29] CUI X, ZHANG S, ZHANG C, et al. Additive manufacturing of 24CrNiMo low alloy steel by selective

- laser melting: Influence of volumetric energy density on densification, microstructure and hardness [J]. *Mater Sci Eng, A*, 2021, 809:140957.
- [30] MIKLER C, CHAUDHARY V, BORKAR T, et al. Laser additive manufacturing of magnetic materials [J]. *JOM*, 2017, 69(3): 532-543.
- [31] ZHANG B, FENINECHE N E, LIAO H, et al. Microstructure and magnetic properties of Fe-Ni alloy fabricated by selective laser melting Fe/Ni mixed powders [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, 29:757-760.
- [32] TASOVAC M. Magnetic properties of metal injection molded (MIM) materials [J]. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, 1993(5):189-204.
- [33] MIURA H, FUJITA S, FUJITA M, et al. Improvement of magnetic properties of Fe-50% Ni in MIM process [J]. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 2000, 47(12): 1261-1266.
- [34] YAMAZAKI T, FURUYA Y, NAKAO W. Experimental evaluation of domain wall dynamics by barkhausen noise analysis in Fe₃₀Co₇₀ magnetostrictive alloy wire [J]. *J Magn Magn Mater*, 2019, 475: 240-248.

Study on the laser additive manufacturing of FeNi permalloy and its magnetic properties

GAO Shuohong¹, LU Bingwen², NOUREDINE Fenineche¹, LIAO Hanlin¹

1. ICB UMR 6303, CNRS, Univ. Bourgogne Franche-Comté, UTBM, F-90010 Belfort, France; 2. The Key Lab of Guangdong for Modern Surface Engineering Technology, National Engineering Laboratory for Modern Materials Surface Engineering Technology, Institute of New Materials, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China

Abstract: This study focuses on the microstructure and magnetic properties of Fe-50wt. % Ni permalloy be processed from the pre-alloyed powder by selective laser melting (SLM). SLM alloys were characterized by an optical microscope, scanning electron microscopy, X-ray diffraction, etc. The effects of the scanning speed on porosity, microstructure, and microhardness were evaluated and discussed. The magnetic properties were analyzed by magnetic property tester under DC and AC conditions, respectively. The evolution of iron losses at different frequencies with an external magnetic field of 10 mT under the AC condition was also studied. The results show that the relative porosity of SLM samples decreases with the decrease of scanning speed. And the microhardness of the SLM specimens increases with the decrease of scanning speed. However, very low scanning speed also leads to very high energy density, resulting in microcracks and large grain size due to the increase of thermal stress. Only the γ -(FeNi) phase was detected in the XRD patterns of the SLM permalloys manufactured from the different scanning speeds. The microstructure of the SLM parts is a typical columnar structure with an oriented growth of building direction. Also, there are a small number of equiaxed grains, especially near the boundary of the molten pool. In the SLM samples prepared with more suitable energy density, the relative porosity of the samples is less than 0.5%, the coercivity is about 270 A/m, the saturated magnetic induction intensity is 1.2 T, the residual saturated magnetic induction is 0.4 T, and the iron loss increases with the increase of frequency when the magnetic field intensity is 10 mT.

Key words: selective laser melting; scanning speed; permalloy; microstructure; magnetic properties