

红外光热辐射法测定激光表面硬化层深度

马天驰 安德煜 刘颂豪

(华南师范大学量子电子学研究所, 广州 510631)

提要 介绍了一种用激光诱发红外光热辐射法对金属材料激光表面硬化层进行深度剖析的新技术。用这种技术,对经激光表面处理的锆合金(Zr-2.5Nb)表面硬化层的厚度进行无损检测,所得结果与常规的破坏性检验方法(剖面显微硬度测量)一致。

关键词 红外光热辐射,热扩散深度剖析,激光表面硬化,锆合金

1 引言

金属材料激光表面处理能显著提高其表面硬度、耐磨性、抗腐蚀性和疲劳强度。锆合金是工业上有着重要应用的材料,研究结果^[1~4]表明,锆合金经激光热处理后,其表层形成了带有弥散金属间沉淀物的细晶组织,以至实现马氏体转变,大大改善其耐磨性和抗蚀性能。

光热辐射(PTR)探测是近年来发展很快的一种新技术。与常规的无损检测方法:X射线吸收与衍射、超声波、电磁、涡流等相比,PTR技术具有更高的灵敏度和分辨率,更适合于检测近表面(例如<1 mm)的结构变化和缺陷,是对激光表面处理效果实施无损检测的一种理想的新方法。

光热辐射探测的基本原理是,一个强度调制的热源(例如激光束)辐射到材料表面时,材料表面会产生一个周期性的温度场分布,即“热波”。热波在材料内部的传播衰减得很快,其传播距离与调制频率有关:

$$\mu = (\alpha/\pi f)^{1/2}$$

其中, μ 为热波的扩散长度,通过这段距离之后,其振幅降至原有的 e^{-1} 倍, α 为材料的热扩散系数, f 为调制频率。热波在材料内部传播过程中受到不断的反射和散射,可用不同的方法^[5]在材料的表面探测热波的这种传播特性,从而了解材料内部(近表面)的结构—缺陷特征。

本文采用红外光热探测技术,研究了经激光热处理的锆合金(Zr-2.5Nb)表面受到强度调制的激光束照射时产生的红外辐射情况,通过热扩散性的剖面重建,得出激光表面硬化层深的定量数据。这种方法的一个重要特点,就是能实现完全非接触的无损检测。因此,它可应用于任意尺寸和形状的试样,也可对使用于恶劣工作环境(高温、高压、真空、放射性等)的材料进行检测。这就克服了早先用光声探测技术^[6]的不足,后者需要把试样加工成小尺寸,放置到光声盒内。

2 实验

实验装置如图 1 所示。用氩离子激光器(波长 514 nm)作泵浦光源, 光束经声—光调制后照射到试样表面。调制后的光功率为 300 mW。试样表面的热辐射通过两个椭球反射镜收集并聚焦。其中一个反射镜的焦点放置试样, 另一个反射镜的焦点放置红外接收器。实验用液氮冷却的 HgCdTe 红外探测器, 其有效接收面积为 1 mm^2 , 光谱灵敏区为 $2 \sim 24 \mu\text{m}$ 。用锗片作窗口, 透过波段为 $2 \sim 13 \mu\text{m}$ 。试样表面的泵浦光斑直径为 2 mm, 比要探测的硬化层深度(不大于 0.5 mm)要大很多, 这就满足了一维热扩散方程的边界条件。探测器接收到的信号经预放后用锁相放大器放大, 放大器内部的振荡器用于调制激光强度。用微机进行频率扫描及数据采集。

实验用材料为含 2.5%Nb 的锆合金, 试样尺寸为 $50 \text{ mm} \times 25 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ 。用 1.5 kW CW- CO_2 单模激光器作表面硬化处理, 光束通过 ZnSe 柱面透镜聚焦成 $8 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ 的矩形光斑。为避免氧及氮污染, 处理时试样放置在真空盒内, 真空度为 0.133 Pa。光束扫描速度为 1.7 cm/s, 扫描带有 25% 的叠加, 使硬化层复盖整个表面。试样表面的预处理情况如表 1 所示。

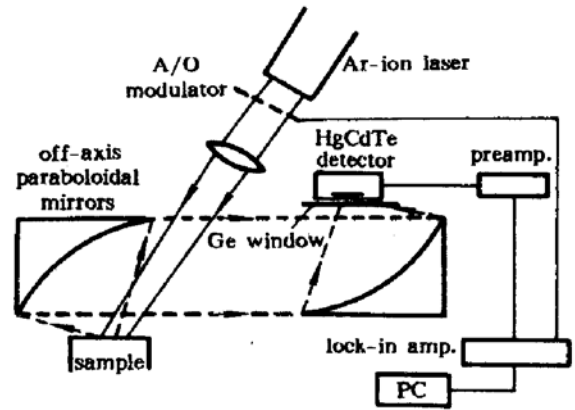


Fig. 1 Schematic diagram of the experimental set-up

Table 1 Description of the Zr-2.5Nb alloy samples used in this work

Sample number	Description
1	Laser processed in a vacuum using 1.5 kW CO_2 laser. No surface preparation before processing
2	Blasted with $8 \mu\text{m}$ glass beads before laser processing. Processing parameters same as sample 1
3	Glass blasted as in sample 2 but no laser processing
4	Laser processed in air. No surface preparation before processing. Processing parameters unknown

每个试样均在 5 Hz~125 kHz 调制频率范围内进行光热辐射探测并记录其信号的振幅和相位。调制频率的增量是这样设定的, 使每一频率增量对应于热波的不同穿透厚度间隔。频率下限受预放大器带宽(5 Hz~1 MHz)限制, 而上限则受锁相放大器带宽(0.5 Hz~125 kHz)限制。每个试样在相同条件下测试三次而取平均值以减少噪声的影响。同时对一个未经任何处理的同样材料的试样(参考试样)在相同条件下进行测试。参考试样的测试需在每个试样测试之后立即进行, 以减少仪器参数漂移所引入的误差。

为获得定量的深度剖析图, 需要知道所用材料的热扩散数据。为此, 先把一个参考试样加工成 0.8 mm 厚的薄片, 用相同的测试设备, 把散焦的泵浦激光照射到试样背面, 而从另一面测量其光热辐射。试样的热扩散系数可以从所得的 $\ln(\text{振幅}) - f^{1/2}$ 直线斜率中求出^[7]。用这种方法, 我们求得 Zr-2.5Nb 合金的热扩散系数为 $6.2 \times 10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$ 。

最后, 用试样剖面显微硬度测量(用 100 g 负荷)所得的结果与光热辐射探测数据进行比较。

3 结果与讨论

3.1 频率响应数据

把试样的光热辐射信号振幅与参考试样的信号振幅相除,而其相位则相减。振幅比、相位差随频率的变化是与试样由于激光处理引起热扩散系数的变化相联系的。图 2 为振幅比(a)、相位差(b)与调制频率的关系。数据清楚表明,经激光处理(试样 1,2,4)及玻璃丸毛化处理(试样 3),光热辐射信号有很大的差异。图 3 为相应的试样剖面显微硬度测量数据。其中,试样 2 的硬化层延深至大约 300 μm 处。

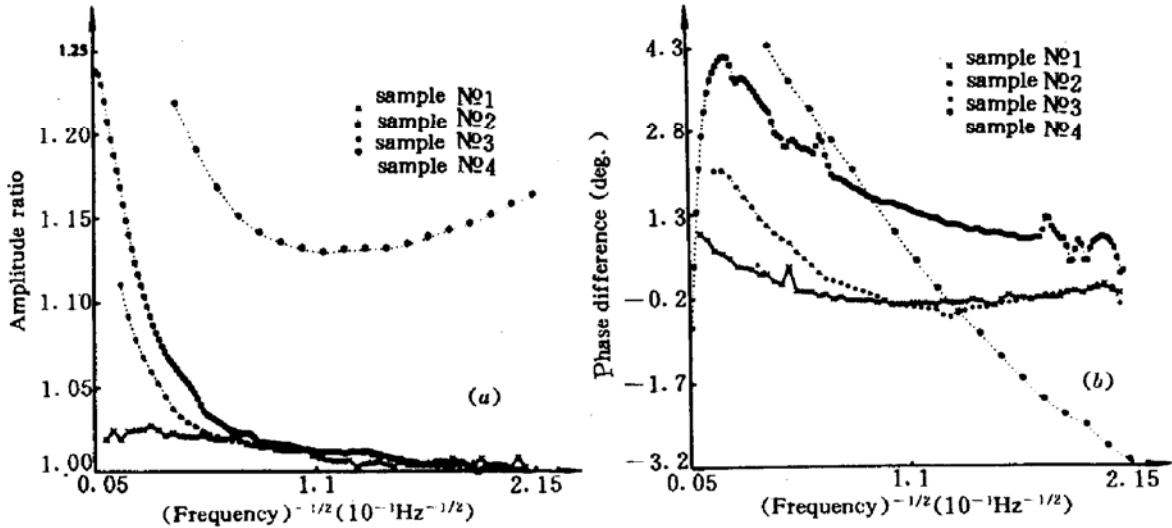


Fig. 2 PTR signal (a) amplitude ratio and (b) phase difference between samples 1, 2, 3, 4 and the unprocessed reference sample as a function of $(\text{frequency})^{-1/2}$

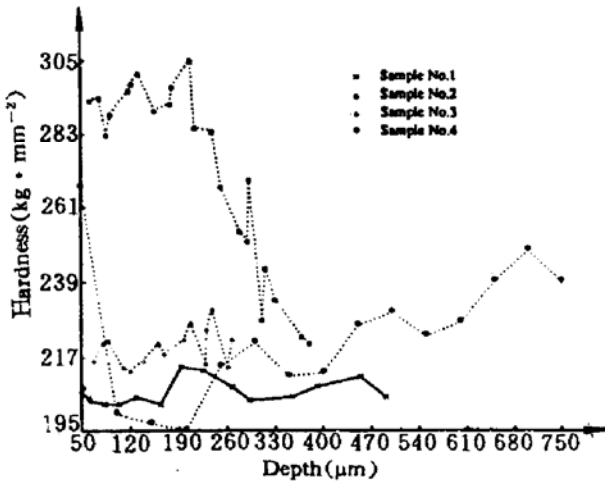


Fig. 3 Hardness obtained from the Vickers hardness test vs, depth for cross-sections of samples 1, 2, 3 and 4

3.2 热扩散性的剖面重建

对均质的金属材料,与角频率 ω 及深度 x 有关的交变温度场 $T_s(x, \omega)$ 由下式给出^[8]

$$T_s(x, \omega) = \frac{I_0 \eta}{2K_s \sigma_s} \exp(-\sigma_s x) \equiv T(o, \omega) \exp(-\sigma_s x) \quad (1)$$

其中 I_0 为调制光强度的振幅, K_s 为试样的热传导系数, σ_s 为复合的热扩散系数, η 为光—热转换系数。

红外探测器接收到的试样表面热辐射信号 $S_B(\omega)$ 为^[9]

$$S_B(\omega) = \eta K T(o, \omega) \quad (2)$$

对非均质材料, $T(o, \omega)$ 仍保留其定义并且非均质试样 $S_{B \text{ in}}(\omega)$ 与均质的参考试样 $S_{B \text{ ref}}(\omega)$ 的信号比为

$$\frac{S_{B \text{ in}}(\omega)}{S_{B \text{ ref}}} = \frac{T(o, \omega)}{T_{\text{ref}}(o, \omega)} \equiv |M(\omega)| \exp[i\Delta\phi(\omega)] \quad (3)$$

其中 $|M(\omega)|$ 为光热辐射强度的振幅比, $\Delta\phi(\omega)$ 为光热辐射强度的相位差。

把(3)式分离为实数部分及虚数部分,就得出热波振幅比和相位差的准确表达式

$$|M(\omega)|^2 = \frac{1}{R^2(\infty)} \left[1 - \frac{1}{2} R^{1/2}(\infty) e^{-c\sqrt{\omega}} \times \cos(c\sqrt{\omega}) + \frac{1}{16} R(\infty) e^{-2c\sqrt{\omega}} \right] \quad (4a)$$

$$\Delta\phi(\omega) = \tan^{-1} \left[\frac{\frac{1}{4} R^{1/2}(\infty) e^{-c\sqrt{\omega}} \sin(c\sqrt{\omega})}{1 - \frac{1}{4} R^{1/2}(\infty) e^{-c\sqrt{\omega}} \cos(c\sqrt{\omega})} \right] \quad (4b)$$

由实验所得的对应于每个频率的 $|M(\omega)|$ 和 $\Delta\phi(\omega)$ 值, 对(4a), (4b) 式作数值解即可求出试样不同深度的热扩散系数。详细方法可参阅文献[5, 6]。

图 4 是对实验所用的四种试样的频率响应数据作出的热扩散深度剖析。试样 1 的剖析图显示, 未经表面预处理的试样, 激光热处理很难产生什么硬化效果, 原因是材料表面对 $10.6 \mu\text{m}$ 波长的激光能量吸收率很低。试样 2 给出一个从表至里热扩散性单调上升的剖析。在表皮下约 $20 \mu\text{m}$ 处曲线形状发生变化, 然后在大约 $90 \mu\text{m}$ 处上升速度变慢, 并一直延伸到深度大约 $300 \mu\text{m}$ 处。这种剖析特性与显微组织的变化有关。光学及透射电镜分析表明, 试样在近表面约 $15 \mu\text{m}$ 层内存在 $\alpha\text{-Zr}$ 晶粒, 而马氏体组织则延深到约 $100 \mu\text{m}$ 厚度。这一数据与显微硬度测量结果很一致。热扩散剖析更能真实地反映材料的显微组织及晶粒尺寸的变化关系。试样 2 的剖析也显示出表面毛化预处理改善了对激光能量的吸收, 收到良好的激光硬化效果。试样 3 显示出。单独的玻璃丸毛化处理也会导致材料表面热扩散性的改变, 但显微硬度测量未能检测出这种变化。这表明光热辐射探测比显微硬度测量具有更高的灵敏度。试样 4 给出一个非单调变化的热扩散剖析, 这表明, 本检测方法可以对不同形态的热扩散性变化进行深度剖析。

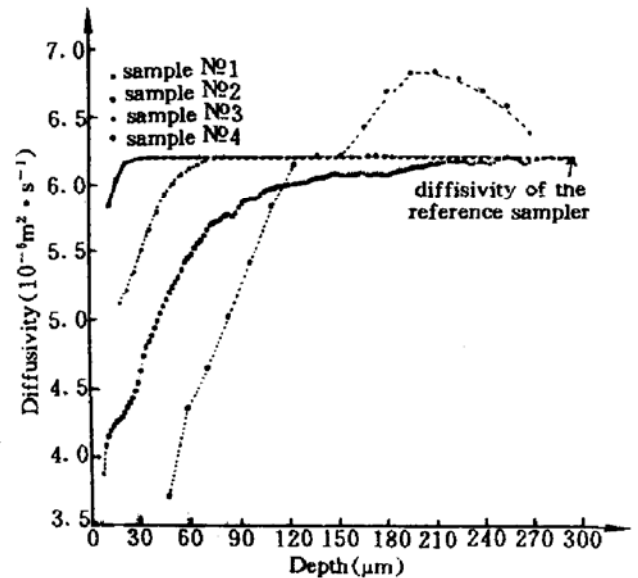


Fig. 4 Reconstructed thermal diffusivity profiles of samples 1, 2, 3 and 4

参 考 文 献

- 1 K. F. Amouzouvi *et al.*, in S. A. Meguid ed., *Surface Engineering*, London: Elsevier, 1990. 270
- 2 G. P. Sabol *et al.*, in R. B. Adamson, L. F. P. Van Swam eds. *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 1987, **939**: 168
- 3 J. Rawers *et al.*, *Corrosion*, 1991, **47**: 769
- 4 T. R. Anthony, H. E. Cline, US Patent 4294631. October 13, 1981
- 5 M. Munidasa, A. Mandelis, in A. Mandelis ed. *Progress in Photoacoustic and Photothermal Science and Technology*, Vol. 1, Elsevier, New York: Elsevier, 1991. 313
- 6 Tian-Chi Ma, M. Mucedosa, A. Mandelis. *J. Appl. Phys.*, 1992, **71**: 6029
- 7 S. B. Peralta *et al.*, *J. Res. Non-destruct. Eval.*, 1991, **3**: 69
- 8 A. Mandelis, S. B. Peralta, J. Thoen. *J. Appl. Phys.*, 1991, **70**: 1761
- 9 W. P. Leung, A. C. Tam. *J. Appl. Phys.*, 1984, **56**: 153

Determination of Laser Processed Hardened Depth

by IR Photothermal Radiometry

Ma Tianchi An Deyu Liu Songhao

(South China Normal University, Guangzhou 510631)

Abstract A non-destructive remote technique for obtaining depth profile of laser processed metals by laser-induced IR photothermal radiometry is reported. Applications to the inspection of laser processed Zr-2.5Nb alloy samples are presented. Depth profiles obtained from this method are consistent with the profiles obtained from destructive methods such as microhardness testing.

Key words IR photothermal radiometry, thermal diffusivity depth profile, laser surface hardening, zirconium alloy

CHINESE JOURNAL OF LASERS B

Vol. B3, No. 1 (Series No. 13), February 20, 1994

(January/February)

CONTENTS

LASER DEVICES

- Vertical-cavity surface-emitting lasers fabricated twice by implantation using tungsten wire as mask and zinc diffusion JIANG Xiuying, DU Guotong, LIU Suping, ZHAO Fanghai, LIU Ying (1)
- Diode-pumped monolithic Nd : LMA laser
..... LU Jiang, HUANG Zhaoming, JIN Zhenhong, WANG Yangjun, ZHOU Fuzheng *et al.* (5)
- Studying the mode-spectra characteristics of an above-threshold biased semiconductor laser
..... XIA Guangqiong, WU Zhengmao, CHEN Jianguo, LU Yucun (11)
- Single-mode cw 532nm output of 1.3W by internal frequency doubling with Ti : MgO : LiNbO₃
..... LI Jian, WU Ling-An (17)
- A 0.98 μ m laser diode pumped erbium-doped fiber amplifier with 40nm bandwidth
..... LI Jinghui, PENG Jiangde, JIANG Xin, YAO Minyu, WU Gengsheng *et al.* (21)

LASER PHYSICS AND LASER CHEMISTRY

- Nonlinear evolution of driven electron plasma oscillations in inhomogeneous plasmas
..... SHENG Zhengming, XU Zhizhan, YU Wei, MA Jinxiu (29)
- Absorption in dichromated gelation
..... ZHAO Feng, ZHANG Yun, JIANG Lingzhen, LI Chengjiang, GENG Wanzhen, *et al.* (43)

LASER TECHNOLOGY AND ELEMENTS

- Soliton propagation in optical fibers with random polarization dispersion TANG Xionyan, YE Peida (49)
- Traveling-wave electrooptical modulator on polymeric film with reversal poling structure
..... ZHOU Yi, CHEN Yixin, SUN Shiping (57)
- 3-methyl-4-methoxy-4'-nitrostilbene(MMONS) crystal growth and studies of its second nonlinear optical properties
..... CAO Yang, ZHU Zhidong, HUANG Fang (63)
- Fabrication and thickness measurement of the thin films deposited by planar magnetron sputtering
..... SHAO Jianda, FAN Zhengxiu, YI Kui, YIN Gongjie, YUAN Lixiang (69)

HOLOGRAPHY AND INFORMATION PROCESSING

- Some problems on reconstruction of soft X-ray hologram with visible light
..... CHEN Jianwen, XU Zhizhan, ZHU Peiping, XIAO Tiqiao, KOU Leigang *et al.* (77)
- Hybrid optical-electronic implementation of morphological edge detection
..... YUAN Shifu, ZHANG Xueru, ZHAO Shijie, LI Yan, CHEN Lixue (83)

LASER APPLICATIONS

- The hardness properties of carbon steels after laser processing
..... ZHU Zuchang, WANG Weixiang, LI Xiuqian, YU Shaoluo (91)

BRIEF REPORT

- 110 kilowatt Q-switched pulse diode pumped Nd : YAG slab laser
..... ZHOU Fuzheng, CHEN Youming, HU Wentao, LI Zhishen, SHEN Liqing *et al.* (27)
- A copper laser with flowing Ne-HBr buffer gas
..... JI Ying, LIANG Peihui, SHEN Qimin, ZHANG Guiyan, LIN Fucheng (96)