

文章编号: 0258-702X(2002)02-0181-04

真空激光快速扫描/蒸发沉积装置的研制

袁伟东, 邵天敏, 周 明, 陈大融

(清华大学摩擦学国家重点实验室, 北京 100084)

提要 介绍一种在真空环境下利用激光快速扫描或激光蒸发沉积等工艺手段, 在金属、半导体和陶瓷材料表面, 制备非晶、准晶和纳米晶等新型材料的装置。并报道了利用本装置对高速钢 W18Cr4V 进行真空激光熔凝硬化处理以及真空激光熔凝生成 Al-Cu-Fe 非晶态合金相的实验结果。

关键词 激光, 真空, 非晶态合金, 高速钢 W18Cr4V

中图分类号 TG 665 文献标识码 A

Development of Equipment for Laser High Speed Scanning & Vaporizing-deposition under Vacuum Condition

YUAN Wei-dong, SHAO Tian-min, ZHOU Ming, CHEN Da-rong

(The State Key Laboratory of Tribology, Tsinghua University, Beijing 100084)

Abstract This paper introduces an equipment for preparation of amorphous alloys, quasicrystal and nanocrystal on the surface of metals, semi-conductors and ceramics by use of laser under vacuum condition. The results of laser hardening high speed steel W18Cr4V and laser melting-solidifying Al-Cu-Fe alloys with the employment of it are also reported.

Key words laser, vacuum, amorphous alloys, high speed steel W18Cr4V

激光技术在工业加工领域有其独特的优势, 如激光高速切割、激光深熔焊、激光钻微孔等。利用激光束的快速加热特性使表层金属或表面涂层瞬时升温—冷却甚至熔化—凝固, 从而改变表层金属的相结构, 改善表层材料的力学、热学、化学, 乃至磁学和电学等性能。此种以激光作为热源的热处理工艺, 即为激光表面强化。目前, 传统的激光表面强化工艺均是在大气环境下进行的, 为防止氧化所采取的措施仅仅是用保护气体(如氮气或氩气、氦气等惰性气体)在激光束作用于金属表面的同时, 将激光作用区的空气“吹走”, 不能完全避免激光处理过程中氧化作用的影响^[1~4]。工件只是在保护气体与空气的混合气体的气氛环境中受激光作用而得到表面强化, 对于诸如非晶态合金、准晶态合金和纳米材料这类性能优良但需要在高真空环境下快速冷却方可生

成的亚稳相几乎无法生成。

本文介绍一种可用于高真空环境下利用激光快速扫描或激光蒸发沉积的新型激光加工装置。利用该装置可望在金属、半导体和陶瓷材料表面, 制备传统激光表面强化工艺和常规真空炉热处理方法均较难以获得的非晶、准晶、纳米晶等新型材料的涂层或薄膜。

1 装置结构

本装置利用波长为 1064 nm 的 YAG 激光对石英玻璃有良好透射特性这一优点, 在真空室的顶部刻一个矩形石英玻璃窗口, 使 YAG 激光透过石英玻璃直接照射到处于真空环境下的工件表面。真空室内的旋转工作台由真空室外的驱动电机(交直流变速电机或者步进电机)驱动, 可作高速旋转, 带动工

收稿日期 2000-12-11; 收到修改稿日期 2001-03-19

基金项目 国家自然科学基金(50075042)资助项目。

作者简介 袁伟东(1975—)男, 河南浉池人, 清华大学摩擦学国家重点实验室博士研究生, 主要从事表面非晶和准晶/薄膜制备技术的研究。E-mail: yuanwd@post.pim.tsinghua.edu.cn

件作圆周运动,从而使激光束在工件表面获得一个大范围变化的切向扫描速度,以使工件在高真空或预定反应气体的气氛环境下与高能量的激光光子发生作用。旋转工作台上可固定一个多靶材夹具,真空室内顶盖上可固定基体夹具。激光束可以垂直照射或以一定角度斜射到母相金属靶表面,实施激光蒸发沉积制备非晶、准晶和纳米晶薄膜。旋转工作台通过动密封系统与真空室外的驱动电机连接。动密封系统因真空度的要求,可采用O型圈动密封和感应磁传动动密封。真空室外的驱动电机可以根据需要实现快速扫描或蒸发沉积不同功能,而采用交流、直流调速电机或由计算机控制的步进电机。

1.1 用作真空激光快速扫描熔凝装置

图1(a)是本装置用作激光快速扫描装置的示意图。如图所示,由激光器产生的高功率激光束,经聚焦透镜组聚焦后透过矩形石英玻璃窗口直接照射到真空室内的工件上,驱动电机(作激光高速扫描处理时用直流或交流变速电机)驱动旋转工作台可以在较大的速度范围内旋转。在旋转工作台带动工件

作圆周运动时,固定不动的激光束与工件表面有一个切向扫描速度,其大小可以通过调节驱动电机的转速无级获得。这样就实现了激光束在工件表面的快速扫描。在旋转工作台带动工件转过激光作用区的几个毫秒的时间内,X-Y数控工作台驱动模块接受计算机发出的脉冲信号,驱动X-Y数控工作台向右平移一个光斑直径的距离(大约1mm),从而实现激光扫描道的搭接,以获得大面积的激光处理区。通过计算机控制激光器电源,从而控制激光输出功率。通过改变离焦量以改变光斑直径,最终改变激光作用区的功率密度。激光在工件上的扫描速度可以通过改变旋转工作台的转速获得。其具体转速可由光电测速器获得。激光快速扫描的过程中计算机输出电脉冲,打开与喷嘴相连的电磁阀,冷却介质(如液氮、液氦等)由喷嘴直接喷射到工件上激光作用区的基体侧面。综合调整激光功率、光斑直径、扫描速度、冷却介质喷速这四个工艺参数即可在工件表面获得适当的冷却速度。从而可在基体材料表面形成微晶、非晶、纳米晶等亚稳相。

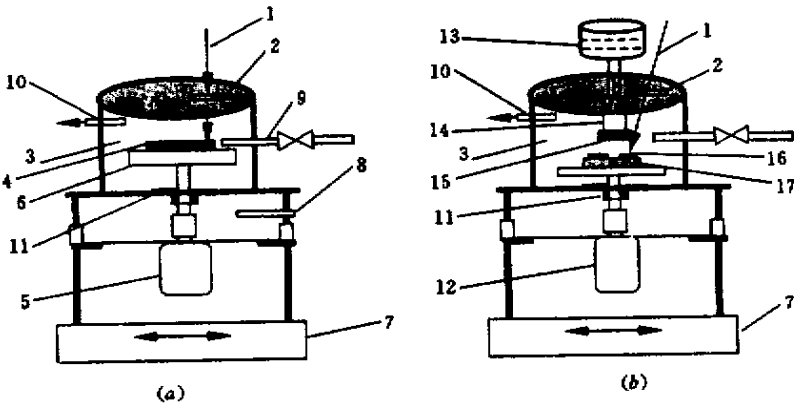


图1 激光真空加工装置示意图

(a)真空激光快速扫描装置 (b)真空激光蒸发沉积装置

1:激光束;2:石英玻璃窗;3:真空室;4:试件夹具;5:驱动电机;6:旋转工作台;7:X-Y二维数控工作台;8:光电测速计;9:冷却气体喷嘴;10:真空抽气口;11:动密封系统;12:步进电机;13:液氮槽;14:基体夹具;15:基体;16:靶材金属;17:靶材夹具

Fig.1 Schematic graphic of vacuum laser processing rig

(a) vacuum laser re-melting equipment ;(b) vacuum laser deposition equipment

1: laser beam ; 2: quartz window ; 3: vacuum chamber ; 4: specimen holder ; 5: drive motor ; 6: rotating worktable ; 7: X-Y CNC worktable ; 8: photoelectric velocity-meter ; 9: cooling gas inlet ; 10: to vacuum pump ; 11: dynamic seal system ; 12: step motor ; 13: liquid nitrogen slot ; 14: substrate holder ; 15: substrate ; 16: target metal ; 17: target holder

1.2 用作真空激光蒸发沉积装置

图1(b)为本装置用作真空激光蒸发沉积装置的示意图。如图所示,将真空室外驱动电机由交流(直)流变速电机换为步进电机,在真空室的顶盖上装基体夹具,在旋转工作台的上面换上靶材夹具及

与之相连的冷却介质容器。靶材夹具上有四个靶位,可同时固定多个母相金属靶。譬如,要在铝基体上沉积Al-Cu-Fe准晶态合金薄膜,先将经过充分抛光和清洗处理的铝试样固定在基体夹具上,再将高纯度的Al,Cu,Fe母相金属靶分别固定在靶材夹具

的三个靶位上。考虑三种金属的熔点、饱和蒸气压以及对激光的吸收率不同的影响,激光束在每种靶材上的作用时间比应在具体工艺中探索。通过对步进电机的控制模块预先编程,使之按如下规律驱动真空室内的旋转工作台:母相金属靶经过激光束作用区时,步进电机以缓慢的速度驱动旋转工作台使激光束能有充分的时间作用于靶材而使之蒸发;当一个金属靶移出激光作用区,步进电机快速驱动旋转工作台使下一个金属靶立即移入激光作用区,以实现快速换靶。这样,既提高蒸发效率,又节省激光资源。在换靶的瞬间,X-Y 数控工作台接受计算机发出的一个脉冲信号,使整个装置沿径向有一个很小的位移。从而使激光束在下一个金属靶上获得新的作用区。蒸发过程中,可由喷嘴通入气体作为载气或反应气体。整个蒸发过程,真空泵不断从抽气口抽走气体。控制激光输出功率、靶材移动速度、载气流速和抽气速度等工艺参数,便可使激光蒸发产生的金属蒸气在基体表面冷却凝固,形成所要制备的薄膜材料。基体可通过冷却介质(液氮、液氦等)冷却以保持低温,从而提高薄膜的沉积质量。

2 功能介绍

本装置用作高真空环境下对金属材料表面实施激光快速扫描形成非晶、准晶、纳米晶研究的科研设备,可以用来研究高真空环境下,激光与材料作用形成非晶、准晶、纳米晶等亚稳相成分的热力学和动力学机理。通过计算机控制真空室外的驱动电机(激光蒸发沉积时用步进电机),可以对均布于旋转工作台上的多个母相金属靶,按特定时间交替用高功率激光束照射蒸发,从而在高真空乃至超高真空的环境下,沉积得到特定成分的非晶或准晶态合金系。由于该装置可在高真空环境下获得很高的激光扫描

速度,对实际零件表面作高真空激光热处理,可获得极高的冷却速度。因此,可在工件表面生成非晶、准晶和纳米晶等力学、热学、电学、化学等性能优良的新型材料,以赋予实际工程零件所需要的特殊功能。也可吸取传统真空炉热处理的优点,在真空或者有其他保护气体的环境气氛下,用高功率密度的激光束瞬时加热-冷却或熔化-凝固表层金属或其他涂层。也可在工件表层进行真空激光元素扩渗处理(渗碳、渗氮、渗硼、渗硫等)以及真空相变硬化等激光真空热处理。

利用本装置时,可以先在基体材料表面用 PVD, CVD, 真空热喷涂等手段涂覆一层特定成分的合金,诸如 Al-Cu-Fe, Fe-B, Al-Mn 等,通过控制驱动电机低速驱动旋转工作台作低扫描速度的激光合金化处理,使熔融合金充分均匀化。最后,使旋转工作台高速旋转作激光高速扫描熔凝处理,从而得到形成诸如非晶、准晶、纳米晶等亚稳态相所需的高冷却速度。以激光输出功率 500 W 为例,当光斑直径聚焦到 0.5 mm 时,由公式 $F = 4P/\pi d^2$ 得,功率密度可达到 10^6 W/cm²。工件在如此高的扫描速度下,并以液氮冷却基体,可使表层材料获得极高的冷却速度,从而在材料表面形成力学、热学、电学、磁学以及化学等性能优良的非晶、准晶和纳米晶等亚稳态薄膜,以满足工程实际中的特殊要求。

另外,本装置还可用作微米、纳米级微机械的激光真空加工和热处理装置。

3 应用实例

3.1 真空激光熔凝硬化高速钢 W18Cr4V 的研究

从图 2(a)可以看出,在真空激光熔凝高速钢 W18Cr4V 的过程中,原始组织中的不规则碳化物发生了熔化再分布现象,碳化物的颗粒大小及含量发

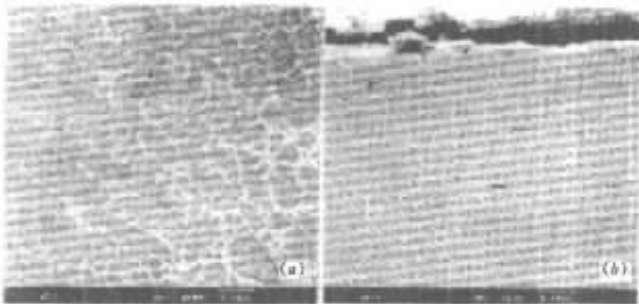


图 2 真空激光熔凝硬化高速钢 W18Cr4V 的熔凝层表面扫描电子显微像(a)和剖面扫描电子显微像(b)

Fig. 2 Surface SEM image(a) and section SEM image(b) of the high speed steel W18Cr4V re-melted

by YAG laser under vacuum conditions

生了明显的变化。由图 2(a)所示的激光熔凝区表面组织扫描电子显微像和图 2(b)所示激光熔凝层剖面组织的扫描电子显微像可以发现,真空激光熔凝硬化后,高速钢 W18Cr4V 中的碳化物颗粒得到了明显的细化。相同功率密度的激光束在真空环境中,熔凝处理高速钢 W18Cr4V 熔凝层的碳化物颗粒相应于大气环境下处理所得熔凝层的碳化物颗粒更加细小,碳化物的带状分布规律更加明显。EDS 分析结果表明,碳化物的含量在熔凝层表面有所增加,真空环境的存在使熔凝表面免于氧化和脱碳。表面碳含量的增加使熔凝过程中有更多的具有复杂结构的碳化物间隙相生成,从而使表层显微硬度提高。显微硬度测试结果表明,激光熔凝层的维氏硬度 Hv_{50g} 最高可达 1410。

3.2 激光真空熔凝制备 Al-Cu-Fe 非晶态合金

利用本装置对 Al-Cu-Fe 合金作真空激光非晶化处理。真空度为 1.33 kPa,激光功率为 300 W,光斑直径为 0.1 mm,扫描速度为 15 mm/s。试样是 Al、Cu、Fe 三种金属粉末机械混合后冷压所得的压坯,三种金属的原子成分比为 63.7% : 23.6% : 12.7%。图 3 为熔凝层的 X 射线衍射(XRD)测试结果,衍射角 2θ 范围取 $30^\circ \sim 90^\circ$ 。从图 3 可以看出在 2θ 为 $40^\circ \sim 50^\circ$ 的范围内隐约出现了表征非晶态成分的“馒头包”状轮廓。同时,上面又叠加着较强的晶态和准晶态(正二十面体相)衍射峰,说明熔凝层中除含有少量的非晶态组织外,还有大量的晶态和准晶态组织存在。这可能是由于机械混合金属粉末,经过激光熔化-凝固后有的区域合金成分偏离非晶态合金形成所需的共晶或过共晶成分很远,致使非晶的形成受到抑制。

为了进一步验证激光熔凝层中的非晶态组织,

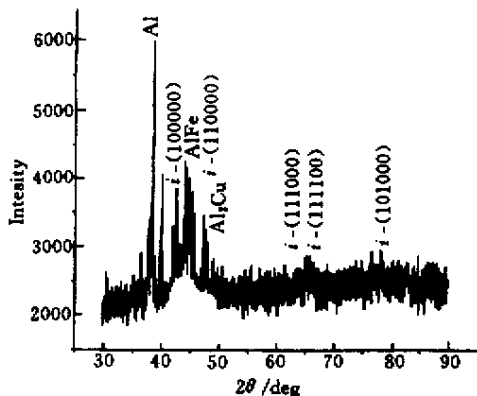


图 3 激光处理 Al-Cu-Fe 合金熔凝层的 X 射线衍射

Fig.3 XRD of laser melting layer of Al-Cu-Fe alloys

对熔凝层进行透射电镜(TEM)观察和相应的选区电子衍射(SAED)分析。图 4 为激光熔凝层的明场透射电镜像和相应的电子衍射图样。可以看出,同 X 射线衍射的分析结果一致,在激光熔凝层中晶态、准晶态和非晶态组织共存。透射电镜观察中,发现有非晶态白亮层组织外,其相应的电子衍射为漫散的、宽化了的晕环。选区电子衍射的观察中还发现存在二次、三次、四次和六次对称轴,对应于具有面心立方结构的铝单晶,以及其他中间相化合物如 Al_2Cu , AlFe 等。

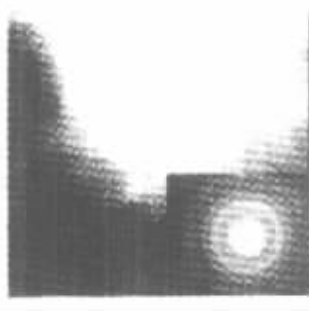


图 4 激光熔凝层非晶态区域的明场透射电镜像及相应的电子衍射图样

Fig.4 TEM bright field image of amorphous phase in laser melting layer and their SAED

4 结 论

1) 成功研制了一套激光加工装置,该装置用作真空激光快速扫描,其作高速旋转运动时的动平衡性能良好,用作真空激光蒸发沉积装置,具有良好的高真空保持性能。

2) 初步利用本装置进行了真空激光熔凝硬化处理高速钢 W18Cr4V 试验和真空激光快速扫描制备非晶态合金试验。

参 考 文 献

- 1 H. L. Tsai, P. C. Tsai, D. C. Tu. Characterization of laser glazed plasma sprayed Ytria stabilized Zirconia coatings [J]. *Materials Science Engineering*, 1993, **A161**:145 ~ 155
- 2 Y. Longa, M. Takemoto. Yttrium effect on the corrosion resistance of CO_2 -laser processed MCrAlY coatings [J]. *Oxidation of Metals*, 1994, **41**(5 ~ 6): 301 ~ 321
- 3 Zhong Minlin, Liu Wenjin, Ren Jialie. Investigation on CW laser glazing on FeCrSiB Alloys [J]. *Transactions of Metal Heat Treatment* (金属热处理学报), 1998, **19**(1):42 ~ (in Chinese)
- 4 Chen Lanying, Chui Jixiu, Chen Zhexing *et al.*. Laser treated amorphous state of carbonitrided layers [J]. *Chinese J. Lasers* (中国激光), 1992, **19**(4): 316 ~ 320 (in Chinese)