

文章编号: 0258-7025(2005)07-1006-05

激光冲击奥氏体不锈钢表面的亚结构变化

朱向群, 周 明, 戴起勋, 蔡 兰, 丁 华, 袁 润

(江苏大学材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212013)

摘要 采用高能短脉宽激光冲击加载技术(LSP),利用扫描电子显微镜(SEM),X射线衍射(XRD)和透射电子显微镜(TEM)等手段,研究了在激光诱导的超高应变率和高于材料动态屈服强度冲击加载条件下,2Cr17Mn15Ni2N奥氏体不锈钢表面亚结构的转变特征和机制。结果表明,冲击区表面结晶度降低,形成大小为 $0.1\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 的等轴亚晶区以及规则排列的龟裂区;表面硬度显著增加,形变层深 $0.25\ \text{mm}$;此外,在冲击区表层观察到形变滞后退火孪晶、显微带、位错胞、条形亚晶、滑移型层错等亚结构,未发现形变孪晶和 $\epsilon(\alpha)$ 马氏体相。分析认为,激光诱导的超高应变率是产生奥氏体不锈钢表面特殊亚结构的主要原因。

关键词 激光技术;激光冲击;奥氏体不锈钢;亚结构

中图分类号 TN 249 **文献标识码** A

Substructural Modification of Austenitic Stainless Steel Induced by Laser Shock

ZHU Xiang-qun, ZHOU Ming, DAI Qi-xun, CAI Lan, DING Hua, YUAN Run

(School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China)

Abstract In current study, the laser shock processing (LSP) technique of high energy and short pulse duration is adopted. The substructural transformation characteristics and mechanisms of 2Cr17Mn15Ni2N austenitic stainless steel, subjected to ultra-high strain-rate and impact stress in excess of dynamic yield strength of the target, are investigated by scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscope (TEM) technology. It is found that the crystallinity in the treated zone is declined, and the size of subgrains ranging from 0.1 to $0.5\ \mu\text{m}$ and the regular arrangement of chapped substructures are formed in the treated region. The hardness in the impacted zone increases apparently and the deformation depth reaches $0.25\ \text{mm}$. Meanwhile, the deformation-lagged annealing twins, microbands, dislocation blocks, streak-like subgrains, slip-type stacking faults, and so on, have been observed in the subsurface of the treated regions. No deformation twin and $\epsilon(\alpha)$ martensite phase are identified. It shows that the ultra-high strain rate induced by LSP plays the crucial role accounting for the unique substructures of the impacted austenitic stainless steel.

Key words laser technique; laser shock; austenitic stainless steel; substructure

1 引 言

自 Hopkinson^[1]压杆和 Taylor^[2]冲击装置问世以来,已成为研究高应变率加载条件下材料动态响应、本构关系和显微亚结构的主要手段。利用这些装置,不少学者研究了材料的动态响应和亚结构的高应变率转变规律和机理^[3~7],加载的应变率为 $10^4\ \text{s}^{-1}$ 级^[4]。象弹道武器对航空器的冲击破坏、穿甲、爆

破、超声喷丸、冲蚀等都属于这一应变率范围,所以在此范围内的冲击加载研究受到人们的广泛关注。

自从 1963 年, R. M. White^[8]和 C. A. Askaryon^[9]发现高能短脉冲激光能在金属表面形成冲击波和塑性形变以来,利用激光诱导的冲击波实施材料表面改性、强化和材料表面工程应用的研究不断开展和深入^[10~13],但长期以来,还缺乏利用

收稿日期:2004-06-10;收到修改稿日期:2004-11-18

基金项目:国家自然科学基金(50375068)资助项目。

作者简介:朱向群(1970—),男,江苏扬州人,江苏大学材料科学与工程学院博士研究生,主要从事金属材料表面强化的研究。E-mail:zxqsoar@126.com

这一加载技术对材料本构关系和亚结构的转变机理和特征的系统研究,近年来, M. A. Meyers^[14], P. Peyre^[15]等学者在此领域开始了相关研究。本文借助于高功率短脉冲激光器所诱导的冲击波冲击 2Cr17Mn15Ni2N 不锈钢表面。与 Hopkinson 压杆和 Taylor 冲击法相比,实验应变率达 $10^6 \sim 10^7 \text{ s}^{-1}$ 级^[11,14]。利用扫描电子显微镜(SEM),X 射线衍射(XRD)和透射电子显微镜(TEM)等手段表征和分析了处理区的亚结构特征。结果表明,在激光诱导的冲击波冲击加载下,材料表面晶粒发生了超细化并出现不同于低应变率加载的显微亚结构,为寻求新的材料表面强化方式和研究材料亚结构转变与应变率的关系提供了思路。

2 实验材料和方法

2.1 实验材料

材料为 2Cr17Mn15Ni2N 奥氏体不锈钢,热轧后经 1050 °C 固溶处理,平均晶粒大小 30 μm ,板厚 1 mm。化学成分如表 1 所示。

表 1 2Cr17Mn15Ni2N 的化学成分 w(%)

Table 1 Composition of 2Cr17Mn15Ni2N w(%)

C	Cr	Mn	Ni	N	Si
0.17	17.36	14.90	1.41	0.39	0.42
Cu	V	Mo	Co	S	P
0.02	0.15	<0.01	0.02	<0.01	<0.016

2.2 实验方法

2.2.1 激光诱导冲击波

采用有 86-1 黑色涂料为牺牲层,K9 玻璃为约束层的激光冲击模式;黑色涂料厚 30~40 μm ;使用 Nd:YAG 脉冲激光器;冲击参数为:激光单脉冲能量 $E = 1.6 \text{ J}$;激光波长 $\lambda = 1.064 \mu\text{m}$;激光脉宽 $\tau = 7 \text{ ns}$;光斑直径 $D = 3 \text{ mm}$;材料表面对激光能量的吸收系数 $\alpha = 0.8$ 。

1) 激光功率密度计算

$$I = \frac{4\alpha \cdot E}{\tau \cdot \pi \cdot D^2}, \quad (1)$$

代入参数, $I = 2.59 \text{ GW/cm}^2$ 。

2) 激光诱导的峰值压力计算^[11]

$$P = 0.01 \left(\frac{\beta}{2\beta + 3} \right)^{0.5} Z^{0.5} I^{0.5}, \quad (2)$$

Z 为不锈钢靶和 K9 玻璃的声阻抗 $1.80 \times 10^6 \text{ g/(cm}^2 \cdot \text{s)}$; β 为与激光波长、脉宽有关的系数,取 $\beta = 0.1$ ^[11]。代入参数, $P = 3.82 \text{ GPa}$ 。

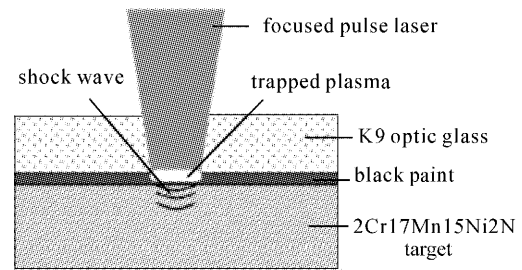


图 1 激光冲击材料表面示意图

Fig. 1 Schematic of LSP experimental set-up

3) 靶材动态屈服强度计算

由 Symonds 动态塑性本构过应力模型^[16]

$$\dot{\epsilon} = \eta \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} - 1 \right)^\chi, \quad (3)$$

$\dot{\epsilon}$ 为应变率, η, χ 为材料常数,对不锈钢 $\eta = 100 \text{ s}^{-1}$, $\chi = 10$ ^[17]; σ_0 为 2Cr17Mn15Ni2N 准静态屈服强度,由强度随温度和合金成分变化规律的公式^[18]

$$\begin{aligned} \sigma_{0.2}^{300}(\sigma_0) = & \sigma_{0.2}^0 + 372(C + 1.2N)^{1/2} + 3.21Cr - \\ & 0.70Mn - 0.036Cr^2 - 1.32Ni - \\ & 2.46Mo - 5.16Si - 13.4Cu - 3.15Al - \\ & 34.3(Ti + Nb + V) + 4.40 \end{aligned}$$

$\sigma_{0.2}^{300}$ 表示常温下(300 K)材料准静态屈服强度,其中 $\sigma_{0.2}^0$ 为 130 MPa^[18],因 2Cr17Mn15Ni2N 的化学成分中未测到 Al, Ti 和 Nb 的含量,计算时它们的含量取 0%。经计算, $\sigma_{0.2}^{300}(\sigma_0) = 454.1 \text{ MPa}$ 。因本实验激光脉宽为纳秒级(7 ns),故应变率 $\dot{\epsilon}$ 取 10^6 s^{-1} 级^[11,14]。当应变率取 $1 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ 和 $10 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ 时,经计算,动态屈服强度 σ 分别为 1.59 GPa 和 1.89 GPa,所以本实验靶材动态屈服强度在 1.59~1.89 GPa 之间。

理论计算表明,激光诱导冲击波的峰值压力高于靶材的动态屈服强度,在冲击应力和高应变率作用下靶材发生了塑性流变。因采用有涂层和约束层的冲击模式,激光脉冲的绝大部分能量被涂层等离子体的形成和打开界面做功所消耗,形成的等离子体继续吸收激光能量导致等离子体的喷射,从而在试样表面形成冲击波,致使靶材形变。经光镜和扫描电子显微镜观察,试样表面光亮平整,未见有烧蚀、熔化和重凝等受热影响的痕迹。

2.2.2 检测和分析

冲击前试样经研磨抛光,冲击后用金刚玉抛光液手工轻抛数秒钟并酸蚀(VHNO₃:VHCl:V甘油=1:2:2)。扫描电镜为 JXA-840AEPMA;X 衍射仪为 D/max-rC。实验采用 Cu 靶,射线波长 $\lambda_{k_{\alpha 1}} =$

0.15406 nm, 测量晶格常数和亚晶时分别用标准 SiO₂ 和 Si 样品校对仪器线宽, 管压 40 kV, 管流 100 mA, 扫描速度 3°/s; 透射电镜观察之前, 手工减薄试样的冲击背面到 0.1 mm, 然后用 Gatan 623 型研磨机减薄试样冲击背面到 50 μm, 在 -20~-30 °C 温度下用 HClO₄ (体积分数 5%) 酒精溶液电解双喷, 最后在 4 kV 电压下用 Gatan 600 离子研磨仪处理 1 h, 透射电镜型号为 JEM-2000EX 型, 电压 160 kV。显微硬度计型号为 Hv-1000, 加载载荷 0.49 N, 加载时间 10 s。

3 结果和分析

3.1 扫描电子显微镜观察

2Cr17Mn15Ni2N 奥氏体不锈钢在超高应变率和大于其动态屈服强度的激光诱导的应力波冲击下, 靶面形貌较冲击前发生显著变化。激光处理区的形变很不均匀, 这和激光脉冲能量呈高斯型分布以及实验采取单次冲击加载有关。图 2(a) 是处理区宏观形貌。图 2(b) 显示, 原始晶界清晰完整, 同一个晶粒内部出现等轴亚晶区和龟裂区, 而且它们呈规则分布, 部分相邻晶粒的细化区以晶界对称出现。还不清楚同个晶粒内等轴亚晶区和龟裂区呈规则分布的原因及它们形成的条件。从图 2(c) 可见, 在发生碎化的基体上存在形变滞后的退火孪晶(图 3(c) 也体现这一现象)。可能的解释是, 退火孪晶是堆垛层错的结果。虽然孪晶和基体的晶体结构完全一样, 但是其和周围基体存在位向差, 孪晶界为非共格关系, 在相同的应力场和温度场作用下, 退火孪晶和基体有着不同步的形变行为。此外, 在退火孪晶

中看到大体平行的滑移线。图 2(d) 中紧邻相排的(箭头部分)是显微带, 显微带和形变显微孪晶在外形上很相似^[19], 扫描电子显微镜对它们难以区分。从内因上讲, 晶粒越大、层错能越低, 形变孪晶越容易形成; 从外因上讲, 加载应力越大、形变温度越低, 形变孪晶越容易形成; 形变孪晶生成和形变时间(或应变率大小)的关系还存在争议^[20]。研究证实, 对于多数金属材料都存在临界孪生应力, 奥氏体钢的孪生应力为 12 GPa 左右^[19], 远大于本文实验激光诱导的峰值压力 3.82 GPa。透射电子显微镜观察结果和理论分析是一致的。

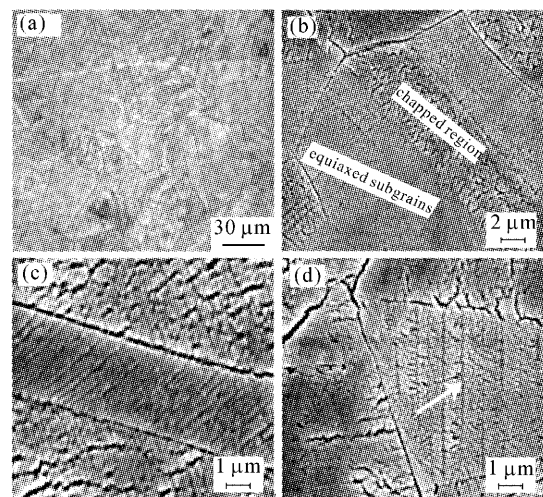


图 2 LSP 之后试样表面的扫描电子显微镜形貌

(a) 处理区宏观形貌; (b) 龟裂区和等轴亚晶区;
(c) 退火孪晶; (d) 显微带

Fig. 2 Morphologies of specimen after LSP

(a) overall morphology of treated zone; (b) the chapped and equiaxed subgrains; (c) annealing twin in the impacted region; (d) compacted minute microbands

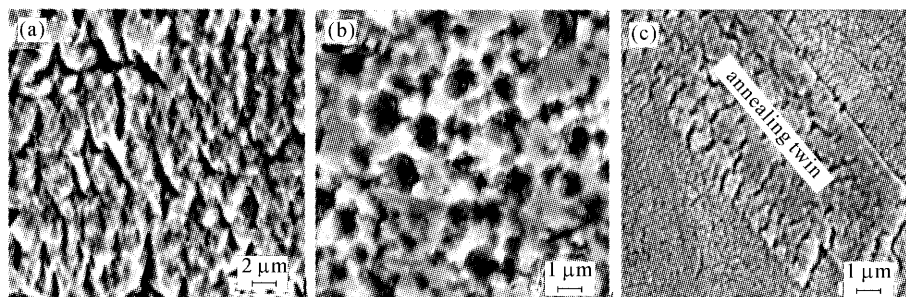


图 3 激光冲击形变高度局域化区域的扫描电子显微镜形貌

(a) 垂直于应力方向拉长的亚晶; (b) 等轴亚晶; (c) 超细化晶粒与龟裂退火孪晶

Fig. 3 SEM micrographs of the heavily deformed zones after LSP

(a) elongated subgrains perpendicular to the direction of stress; (b) equiaxed subgrains;
(c) submicron grains and chapped annealing twin coexisting

在形变高度局域化区域产生接近纳米级的、晶

粒大小在 0.1~0.5 μm 的亚晶(图 3(c))。关于高

应变率加载条件下超细晶的形成机理目前还存在争议。超细晶的形成过程可由图 3(a)~(c)的三个阶段来解释。晶粒在垂直于切应力方向先被拉成条形状,条形亚晶局部缩颈断裂(图 3(a));为了滞留应变,形成大小与条形亚晶宽度相等的近似等轴晶(图 3(b));在应力和高应变率作用下,亚晶进一步细化形成超细晶(图 3(c))。此晶粒超细化过程与文献[4,21]等提出的高应变率加载下晶粒细化模型能较好地吻合。

3.2 X 射线衍射和显微硬度检测

X 射线衍射谱(图 4)显示,冲击后布拉格衍射峰强度降低,衍射峰宽化,表明样品表面晶粒细化,结晶度降低。经计算,等轴细晶区的平均晶格常数为 0.3612 nm,非处理区晶格常数 0.35723 nm,增加 1.12%。垂直于(111)晶面“晶粒”平均大小为 67 nm,小于扫描电子显微镜目测晶粒。其原因是,前者测的是晶粒内由小角度位错墙隔开的镶嵌块的大小,而非真正意义上的晶粒。

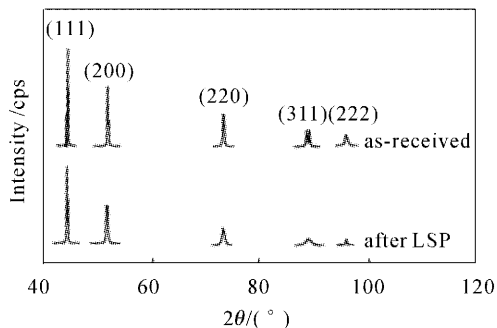


图 4 2Cr17Mn15Ni2N 不锈钢表面 LSP 前后的 X 射线衍射谱

Fig. 4 XRD patterns for 2Cr17Mn15Ni2N sample surface before and after LSP

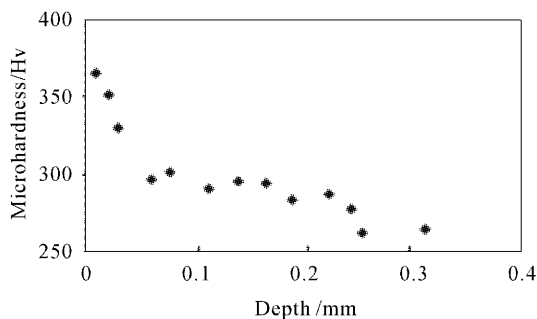


图 5 LSP 处理区冲击剖面显微硬度随距离的变化
Fig. 5 Variation of microhardness in the LSP region with the distance

试样处理区剖面硬度测试(图 5)表明,处理区

表面硬度显著增加,塑性变形层深约 0.25 mm。晶粒细化、位错密度增加以及显微带、层错等都为硬度的增加作了贡献。

3.3 透射电子显微镜观察

因技术原因未能实现透射电镜样品离子单喷,透射电子显微镜观察部位约离处理表面下 20 μm 处。

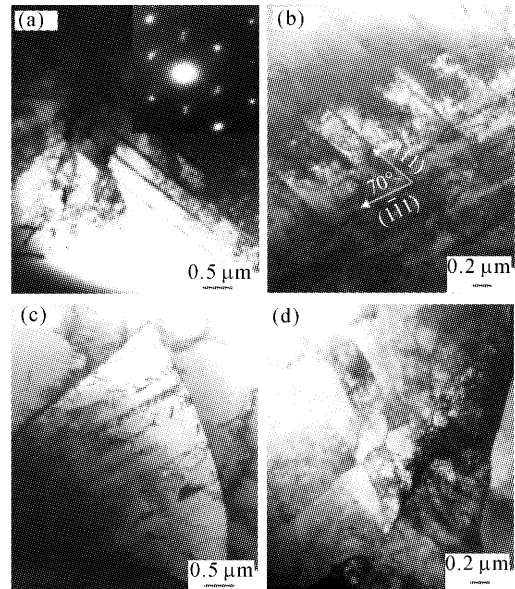


图 6 LSP 区域的透射电子显微镜形貌

(a) 显微带束;(b) 长条形亚晶;
(c) 滑移型层错;(d) 位错胞和高密度位错

Fig. 6 TEM micrographs of the treated regions after LSP

(a) microband bundles; (b) streak-like subgrains; (c) deformation stacking faults; (d) dislocation blocks and tangles

图 6(a)是显微带束,外形和显微孪晶相似,选区花样证明不是显微孪晶。电子花样有两套,之间存在 7° 夹角,显微带在高速冲击应力下形成,为滞留应变,其相对于基体转动了一定的角度。图 6(b)为互成 $1^\circ\sim 2^\circ$ 近似平行的小角度的长条形亚晶,该种亚结构在视场下出现的几率很大,此外还出现两束条形亚晶相交的区域,相交锐角约为 70° ,这正好是相交(111)面之间的夹角,基体上主要分布着平面型位错。和同等实验条件的 304L 不锈钢相比,2Cr17Mn15Ni2N 的位错密度要低,这和该材料的高 Mn,低 Ni 有关。Mn 降低层错能,Ni 使层错能增加,所以 2Cr17Mn15Ni2N 的层错能要低于 304L (1Cr18Ni9),层错能低的材料螺型位错交滑移难度加大,位错密度降低。图 6(c)可见滑移型层错。图 6(d)显示大小 0.2 μm 左右的晶界接近平直的位错

胞以及高密度位错。实验条件下,透射电子显微镜和 X 射线衍射均未检测到 $\epsilon(\alpha)$ 形变马氏体相,这和文献[15]研究结论一致。

4 结 论

利用高能短脉冲激光诱导的超高应变率和大于材料动态屈服强度的冲击加载技术,单次冲击 2Cr17Mn15Ni2N 奥氏体不锈钢表面,获得了特殊的表层亚结构;在冲击区表面获得了晶粒尺寸为 0.1~0.5 μm 的超细晶,认为超细晶的形成是由拉长的亚晶缩颈破碎而来;从孪生应力理论和透射电子显微镜选区花样证实了实验条件下形成的是显微带,而非形变孪晶;在相同的应力场和温度场下,由于退火孪晶与基体存在位向差,使得其出现形变滞后;冲击区出现大量宽约 0.5 μm 长条状小角度亚晶以及一定数量的层错和少量的位错胞,未发现 $\alpha(\epsilon)$ 形变马氏体相;处理区表面硬度显著提高,形变影响层深 0.25 mm。

下一步的工作应该从加载能量和冲击模式上开展激光冲击材料表面晶粒超细化工艺性研究;探讨超高应变率加载条件下材料亚结构的转变机理和规律,如超细晶(纳米晶)形成机理、形变马氏体相、孪生应力与应变率的关系等。

参 考 文 献

- 1 B. Hopkinson. A method of measuring the pressure produced in the detonation of high explosives or by the impact of bullet [J]. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 1914, **213A**:437~456
- 2 G. I. Taylor. The use of flat-ended projectiles for determining dynamic yield stress [J]. *Proc. Royal Society of London*, 1948, **194A**:289~299
- 3 Wang Lili, Yu Tongxi, Li Yongchi. Shock Dynamics Progress [M]. Hefei: University of Science and Technology of China Press, 1992
王礼立,余同希,李永池. 冲击动力学进展[M]. 合肥:中国科学技术大学出版社, 1992
- 4 M. A. Meyers, Y. B. Xu, Q. Xue *et al.*. Micro-structural evolution in adiabatic localization in stainless steel [J]. *Acta Materialia*, 2003, **51**:1307~1325
- 5 M. C. Mataya, M. J. Carr, G. Krauss. Flow localization and shear band formation in a precipitation strengthened austenitic stainless steel [J]. *Metallurgical Transactions A*, 1982, **13A**:1263~1274
- 6 J. A. Hines, K. S. Vecchio. Recrystallization kinetics within

- adiabatic shear bands [J]. *Acta Materialia*, 1997, **45**(2):635~649
- 7 U. Andrade, M. A. Meyers, K. S. Vecchio *et al.*. Dynamic recrystallization in high-strain-rate plastic deformation of copper [J]. *Acta Materialia*, 1994, **42**(8):3183~3195
- 8 R. M. White. Elastic wave generation by electron bombardment or electromagnetic wave absorption [J]. *J. Appl. Phys.*, 1963, **34**:2123~2124
- 9 C. A. Askaryon, E. M. Morez. Pressure on evaporation of matter in a radiation beam [J]. *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters*, 1963, **16**:1638~1644
- 10 Zhang Hong, Tang Yaxin, Yu Chengye *et al.*. Effects of laser shock processing on the fatigue life of fastener holes [J]. *Chinese J. Lasers*, 1996, **A23**(12):1112~1116
张宏,唐亚新,余承业等. 激光冲击处理对紧固件疲劳寿命的影响[J]. 中国激光, 1996, **A23**(12):1112~1116
- 11 P. Peyre, R. Fabbro, P. Merrien *et al.*. Laser shock processing of aluminum alloys. Application to high cycle fatigue behaviour [J]. *Materials Science and Engineering*, 1996, **A210**:102~113
- 12 Hua Yinqun, Chen Ruifang, Lu Miao *et al.*. Study on the experiment of 40Cr steel by laser shock processing [J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(4):495~498
花银群,陈瑞芳,路森等. 激光冲击强化处理 40Cr 钢的实验研究[J]. 中国激光, 2004, **31**(4):495~498
- 13 Zhou Ming, Zhang Yongkang, Zhang Xiaorong *et al.*. Finite element simulation of laser-induced film spallation [J]. *J. Appl. Phys.*, 2003, **94**(5):2968~2975
- 14 M. A. Meyers, F. Gregori, B. K. Kad *et al.*. Laser-induced shock compression of monocrystalline copper: characterization and analysis [J]. *Acta Materialia*, 2003, **51**:1211~1228
- 15 P. Peyre, X. Scherpereel, L. Berthe *et al.*. Surface modifications induced in 316L steel by laser peening and shot-peening. Influence on pitting corrosion resistance [J]. *Materials Science and Engineering*, 2000, **A280**:294~302
- 16 Wang Ren, Huang Kezhi, Zhu Zhaoxiang. Plastic Mechanics Progress [M]. Beijing: China Railway Press, 1988
王仁,黄克智,朱兆祥. 塑性力学进展[M]. 北京:中国铁道出版社, 1988
- 17 Zhao Yapu, Liu Sheng. On the definition of coefficient of strain-rate sensitivity [J]. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2001, **14**(2):78~82
- 18 Q. X. Dai, A. D. Wang, X. N. Cheng *et al.*. Effect of alloying elements and temperature on strength of cryogenic austenitic steel [J]. *Materials Science and Engineering*, 2001, **A311**(1/2):205~210
- 19 L. E. Murr, E. A. Trillo, A. A. Bujanda *et al.*. Comparison of residual microstructures associated with impact craters in fcc stainless steel and bcc iron targets: the microtwin versus microband issue [J]. *Acta Materialia*, 2002, **50**:121~131
- 20 J. P. Chu, J. M. Rigsbee, G. Banas *et al.*. Laser-shock processing effects on surface microstructure and mechanical properties of low carbon steel [J]. *Materials Science and Engineering*, 1999, **A260**:260~268
- 21 V. F. Nesterenko, M. A. Meyers, J. C. LaSalvia *et al.*. Shear localization and recrystallization in high-strain, high-strain-rate deformation of tantalum [J]. *Materials Science and Engineering*, 1997, **A229**:23~41