

激光冲击诱导的奥氏体不锈钢表层纳晶化

罗新民¹ 马 辉¹ 张静文¹ 陈康敏^{1,3} 张永康² 罗开玉²

(¹ 江苏大学材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212013
² 江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013; ³ 江苏大学分析测试中心, 江苏 镇江 212013)

摘要 采用输出波长 1064 nm、脉冲宽度 20 ns、光斑直径 5 mm 的调 Q 钕玻璃激光, 对 AISI-201 不锈钢表层进行激光冲击, 用热场发射扫描电镜 (TESEM) 和透射电镜 (TEM) 分析了激光冲击后样品表面的微结构演变, 分析了激光冲击诱导的纳晶化行为与形成机理及其对表面性能的影响。结果表明, 在距表面 300 μm 的冲击区范围内, 激光冲击在 AISI-201 奥氏体不锈钢表面形成了直径为 20~50 nm 的纳米晶, 在纳米晶周围观察到非晶组织; 表面纳晶层的硬度比基体提高 36%。分析认为纳晶化过程是激光冲击超高应变率和超高能量共同作用下的晶粒碎化与晶内缺陷交互作用的结果。

关键词 激光技术; 纳晶化; 激光冲击; 奥氏体不锈钢; 超高应变率

中图分类号 TG142.1⁺1; TN249 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201138.0603028

Surface Nano-Crystallization of Austenitic Stainless Steel Induced by Laser Shocking

Luo Xinmin¹ Ma Hui² Zhang Jingwen¹ Chen Kangmin^{1,3} Zhang Yongkang² Luo Kaiyu²

¹ School of Material Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China
² School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China
³ Analysis and Test Center, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China

Abstract The stainless steel sheet of AISI-201 is shocked by means of Q-switched Nd: glass laser setup with the 1064 nm output wavelength, 20 ns short pulse and 5 mm beam spot in diameter. The microstructure evolution of the shocked layer is analyzed by using the thermo-field emission scanning electron microscope (TESEM) and transmission electron microscope (TEM). The nano-crystallization behavior induced by laser shock and the mechanism are analyzed, as well as the effect on surface hardness. The experimental results demonstrate that the nano-crystalline grains with 20~50 nm in diameter are obtained on the surface layer up to the depth of 300 μm of the shocked stainless steel AISI-201, and the amorphous phase is also observed around some nano-crystalline grains. The hardness of the nano-crystallized surface is increased by 36% in comparison with the matrix of the stainless steel. It is considered that nano-crystallization process results from the co-action of grain's smashing up and crystal's defects of original austenite grains under the combination effect of the super strain rate and super-high power of laser shocking.

Key words laser technique; nano-crystallization; laser shock; austenitic stainless steel; super-high strain rate

OCIS codes 100.2960; 140.3390; 140.3530; 160.3900; 240.6700

1 引 言

由于表面纳晶化能够明显地提高材料表面性能, 从而可能提高零件整体的服役性能, 可望在一些特殊领域开发应用。利用强烈塑性变形在材料中获得纳米晶 (或超细晶) 组织的方法基本上可归纳为两类:

1) 使材料整体发生强烈塑性变形, 如等通道转角挤压法 (ECAP)、高压扭转法、多向锻造法和反复冷轧法等, 利用这些方法可以获得块体纳米晶 (或超细晶) 材料, 但受到材料外形尺寸、内部孔隙缺陷等因素的制约; 2) 使材料表面发生强烈塑性变形, 如采用超声

收稿日期: 2010-12-07; **收到修改稿日期**: 2011-02-18

基金项目: 国家自然科学基金重点项目 (50735001) 资助课题。

作者简介: 罗新民 (1951—), 男, 教授, 硕士生导师, 主要从事金属材料表面工程及微结构与性能等方面的研究。

E-mail: luoxm@ujs.edu.cn

喷丸法、表面机械研磨法和冲击法等,可以在材料的表面获得一定厚度的纳米晶组织^[1]。原理是利用外加载荷使金属块体材料的局部发生塑性变形,引入大量的非平衡缺陷和界面使常规粗大晶粒细化成纳米晶粒。采用该方法制备出的纳米晶粒的化学成分与基体相同,不存在界面污染、孔洞等缺陷,同时,纳米层和基体之间呈良好的冶金过渡型结合,不易裂脱。

近年来,激光冲击作为一种全新的表面强化技术在航空航天等特殊领域首先获得应用,其极高的应变率和极高的能量,通过调整入射角度和光斑大小,非常容易在工件表面局部产生强烈的应变强化效应^[2~4]。目前主要用于表面抗疲劳强化^[5~7]和微成形制造领域^[8,9],而利用其在纳秒时间内的超强能量对金属表面进行纳晶化的研究却鲜见报道。为此,本文采用调Q钕玻璃激光器对 AISI-201 不锈钢板进行激光冲击,对其纳晶化行为和形变后的微结构演变及其对力学性能的影响进行了研究。

2 试验材料与方法

采用厚度为 2 mm 的 AISI-201 不锈钢板材,化学成分为: $w(C) \leq 0.15\%$, $w(Cr) = 16.00\%/18.00\%$, $w(Mn) = 5.50\%/7.50\%$, $w(Ni) = 3.50\%/5.50\%$, $w(Si) \leq 1.00\%$, $w(P) \leq 0.060\%$, $w(S) \leq 0.030\%$, $w(N) \leq 0.25\%$ 。将板材切成 50 mm × 50 mm 的样品,经过 1080 °C × 1 h 的固溶处理后,获得均匀的奥氏体组织。

激光冲击强化处理试验在江苏大学强激光实验室 Nd:glass 激光冲击强化装置上进行,激光冲击光斑直径为 5 mm,脉冲能量为 20 J,激光波长为 1064 nm。图 1 为激光冲击装置示意图。激光冲击前,采用厚度为 0.1 mm 的美国 3M 公司产激光冲击专用铝箔,粘贴于试样表面作为激光能量吸收层。采用厚度为 1~2 mm 流水作为激光冲击时的约束层^[10]。

分别采用 JSM-7001F 场发射扫描电镜 (TESEM) 和 JEM-2100 (HR) 高分辨透射电镜 (TEM) 观察冲击样品的横截面和冲击面薄膜样品的微观组织。TEM 薄膜样品的制备先用线切割制成 0.5 mm 薄片,用手工研磨减薄,最后用离子减薄。用 HVS-1000 型数字显微硬度计测量激光冲击后的试样,测试载荷为 0.49 N,保压时间为 20 s。

3 试验结果与分析

3.1 激光冲击层微观结构的 SEM 分析

微观组织演变与激光冲击能量和应变速率密切

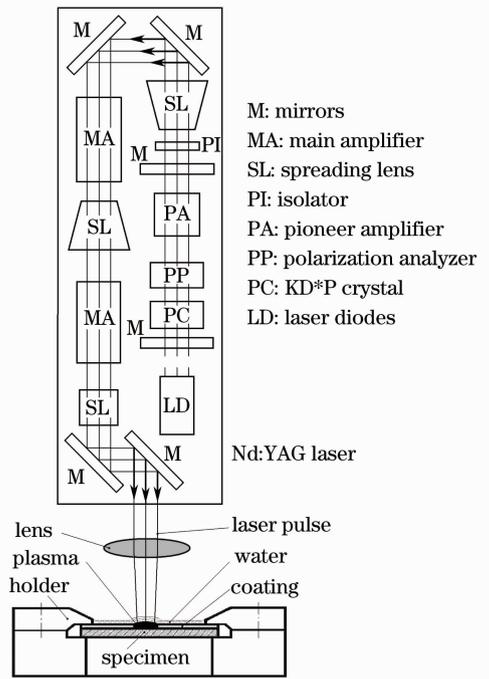


图 1 激光冲击试验装置示意图

Fig. 1 Setup of the laser shock experiment

相关, AISI-201 不锈钢仅在冲击能量和应变速率均较高的表层获得了形变组织,形变层厚度约为 300 μm。由于激光冲击能量和变形速率沿厚度方向衰减,这种组织梯度分布特征与用其他塑性变形方法获得表面纳米晶的对应关系基本一致。

图 2 为激光冲击 AISI-201 不锈钢板的横截面 SEM 照片。由图可见,在变形层内,由于激光冲击的应变屏蔽效应^[11],其微观组织仍为等轴状,但奥氏体晶粒内部发生了变化,在腐蚀剂的作用下,原先白亮的奥氏体均发生了均匀腐蚀,表明材料在微观结构方面发生了强烈塑性变形。

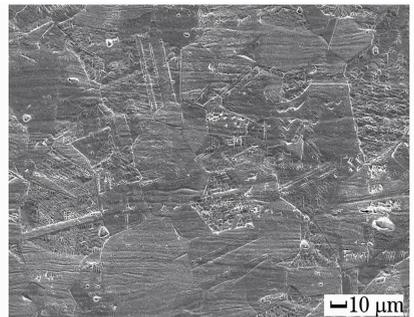


图 2 激光冲击 AISI-201 不锈钢微观组织的 SEM 照片

Fig. 2 SEM image of laser shocked AISI-201 stainless steel

3.2 激光冲击层微观结构的 TEM 分析

为了深入探讨激光冲击奥氏体的纳晶化机理,在试样表面纳晶层内取样进行 TEM 观察。图 3 为

AISI-201 不锈钢板激光冲击后的 TEM 形貌及选区衍射花样。如图 3(a)所示,冲击变形区内原始组织的形貌不复存在,而是形成了许多等轴状纳米尺度的微细亚晶粒,且比较均匀一致,照片不同衬度源自

样品厚度的差异;图 3(b)为相应的选区电子衍射图像,由一系列不同半径的同心圆组成多晶衍射环,说明选区内的晶粒为大角度晶界,由大量取向杂乱无章的微小晶体所组成。

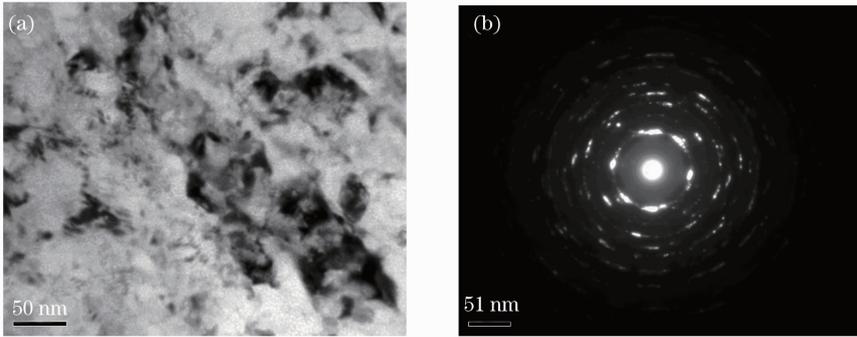


图 3 激光单次冲击 AISI-201 不锈钢的纳米晶形貌(a)及其衍射花样(b)

Fig. 3 TEM image of AISI-201 stainless steel by single laser-shock (a) and its electronic diffraction pattern (b)

为了获取样品中原子排布的更多信息,拍摄了高分辨电镜(HREM)图像。图 4 为激光冲击 AISI-201 不锈钢板的 HREM 图。如图 4(a)所示,纳米晶由等轴状晶粒组成,晶粒内的亚结构取向差十分显著,晶粒边界清晰,不同取向的亚结构表明它们是由两个或两个以上不同的滑移系共同启动而形成的。TEM 观察表明这种纳米晶粒尺寸在 $20\sim 50\ \mu\text{m}$ 之间。图 4(b)为单个纳米晶粒的形貌,由图可见,激

光冲击后在纳米晶周边还形成了非晶组织。HREM 图揭示纳米晶尺度和非晶的范围都很小,纳米晶和非晶组织呈镶嵌结构,非晶多出现在纳米晶粒之间,有的出现在边界,发育不完全的非晶也可以在较大的纳米晶粒内观察到,这种纳米晶和非晶的镶嵌机制反映了在应变屏蔽^[11]条件下,激光冲击的超高应变率和超高能量对原奥氏体晶粒内原子排列和晶内缺陷的强烈作用。

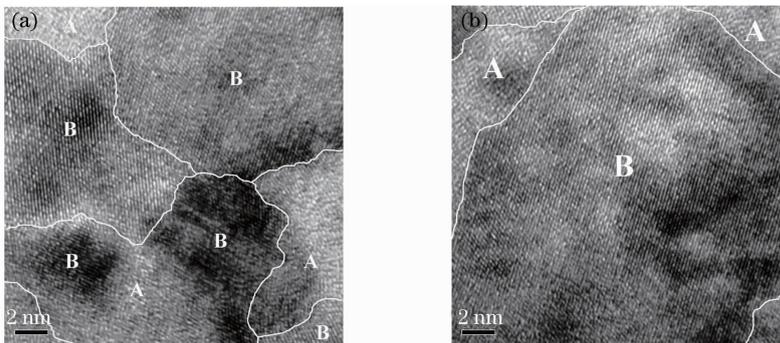


图 4 激光冲击 AISI-201 不锈钢(a)与单个纳米晶粒(b)的高分辨电镜图像。A 为非晶组织,B 为纳米晶

Fig. 4 HREM images of AISI-201 stainless steel (a) and single nano-crystal (b) by laser-shocked. A is amorphous,

B is nano-crystalline

3.3 激光冲击表面的硬度变化

图 5 为单次冲击试样激光冲击区域截面硬度测量结果。由图可见,激光冲击表面纳晶化明显地提高了试验材料表面的硬度,硬度值自基体向表面线性增加。冲击区硬度最大值为 340 HV,随着距冲击区表面距离的增加,硬度逐渐降低为基体硬度。两者相比,提高幅度为 36%。硬度分布与表面冲击变形深度相关,表明在本试验所获得的晶粒尺度范围内,Hall-Petch 公式依然适用^[12],故纳晶化是材料硬度提高的主要原因。

4 讨 论

图 6 为激光冲击形变区域和能量分布示意图,激光冲击存在着许多不同于其他塑性变形方式的微观因素^[13]。

1)激光冲击局部加载方式造成的周边约束使材料内部的应力分布和微观塑性变形不均匀,中心强烈而周边受阻;2)激光冲击的应变速率大,同时开动的位错源将大大增加;3)激光冲击作用时间短,冲击形变区内有可能产生绝热剪切;4)类似于 ECAP 挤

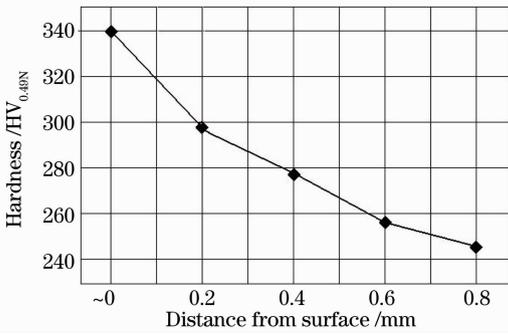


图 5 激光冲击试样截面的显微硬度

Fig. 5 Micro-hardness distribution of shocked zone of austenitic steel from surface

压过程中,样品的横截面积始终保持不变那样,在激光冲击中,冲击区域内塑性变形体积保持不变。所以根据激光冲击的约束状态,冲击形变区整体上可视为处于三向应力状态的不可压缩体,但由于实际材料的多晶结构,冲击区内各晶粒处于不同的位向,其施密特因子各不相同,在达到或超过临界分切应力的那些晶粒中将发生滑移(变形)或旋转,这样在微观上形变区内的各晶粒实际处于三向不等应力状态,于是有可能有的晶粒局部受拉,有的就局部受压,还有相互倾动和旋转摩擦。此时,原奥氏体晶粒内的微观缺陷如小角度晶界、层错、位错和孪晶等对纳晶化有着重要的分化和调适作用。图 7 为 AISI-201 奥氏体不锈钢激光冲击前的 TEM 微观组织,可见其中包括孪晶、层错和位错等,而且单元都十分细小,位向差亦较大,无疑为激光冲击纳晶化提供了有利的结构条件。由此可见,不同的严重塑性变形方式 (SPD) 将导致材料不同机理的晶粒分化和纳晶化过程。

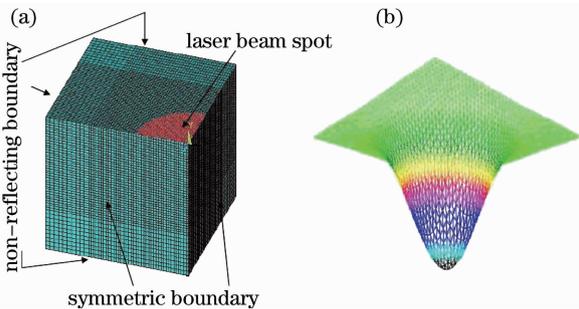


图 6 激光冲击的局部形变示意图。(a) 冲击微元, (b) 激光脉冲的能量分布模式

Fig. 6 Schematic illustration of laser shock processing. (a) laser shocked element, (b) energy distribution model of laser pulse

由 HREM 图揭示的微纳米多晶化和非晶结构表明,激光冲击纳晶化过程不属于动态再结晶范畴,

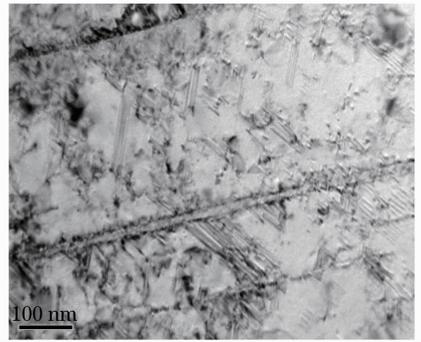


图 7 AISI-201 奥氏体不锈钢激光冲击前晶粒内的微观形貌
Fig. 7 TEM image of a grain of austenitic stainless steel

AISI-201 before laser shocking

应为激光冲击的超高应变率和超高能量共同作用下的晶粒分化机制。动态再结晶必然涉及 Z 因子 (Zener-Hollomon 参数),它通过影响形变储存能来改变动态再结晶后的晶粒尺寸 D ,所以,提高形变储存能是动态再结晶的重要前提和途径。许多学者通过对 Fe, C-Mn 钢, Ni 和奥氏体不锈钢等一系列金属与合金进行热变形动态再结晶实验研究,发现稳定动态再结晶晶粒尺寸 D 取决于 Z 因子^[14]

$$Z = \epsilon' \exp[Q/(RT)], \quad (1)$$

式中 ϵ' 为应变速率, Q 为形变激活能, R 为气体常数, T 为变形热力学温度。 Z 因子将应变率和温度有机结合起来,其应用有两种典型的经验公式:

1) Sellars 的幂指数模型^[15]:

$$D = C' Z^{-nD}, \quad (2)$$

式中 C' , nD 为实验常数。

2) Sekine 的半对数模型^[16]:

$$D = (\lg a) \cdot Z^{-b}, \quad (3)$$

式中 a, b 均为实验常数。

由于激光冲击的应变速率和作业温度显著不同于轧制变形过程,所以激光冲击纳晶化后的晶粒尺寸 D 与形变参数 Z 因子无关。分析认为,1) 激光冲击不是如连续形变过程那样,被冲击材料先由较低应变条件下形成大量的晶粒变形从而储存足够的能量以促发再结晶,而是冲击和晶粒分化同时进行;2) Zener-Hollomon 参数的物理意义中包括用温度 T 修正形变速率,以表征形变储存能的大小,动态再结晶温度一般需在 $(0.6 \sim 0.8) T_m$ (实验材料的熔化温度) 之间,但激光冲击常规被认为是冷变形过程,在激光冲击的主要影响因素中基本不涉及温度的作用,而温度在动态再结晶过程中是至关重要的;3) 激光冲击超高应变率条件下的纳晶化不存在形核和长大过程,是借助外场冲击的一种“外能量激活”条件

下的自组织分化机制。因为在固溶处理后均匀的奥氏体晶粒内,虽不可避免地依然存在成分(浓度)、结构和能量起伏,但这些起伏处的原子在激光冲击的非连续形变瞬态作用下,不可能完成形核和长大所需要的扩散过程,均匀的奥氏体晶粒内部产生的大量纳米晶也无法解释依附杂质或晶界的外来非均匀形核,故只能瞬时由自组织分化而原位形成更小的晶粒以抗衡冲击能量;从这个意义上来说,激光冲击为纳晶化提供了有利的能量条件。

所以,在激光冲击的超高能量和超高应变率的共同作用下,冲击区发生瞬态应变。原奥氏体晶粒在分化成纳米晶的同时,其中处于较高能量状态的

缺陷如位错和层错等,亦将发生交互作用。有的产生位错的扩展,形成不全位错;有的诱发新的位错,使其附近的晶格发生畸变或扭折;在原子排列序列较好的区域,形成清晰的亚晶界;而在一些高能原子积聚的区域,由于纳晶化时晶粒旋转造成晶界之间剧烈的摩擦^[17],从而使纳晶界附近的原子排列无序化,这就是为什么非晶组织大多围绕在纳米晶周围的缘故。图 8 为激光冲击纳晶化层的 HREM 图像,证实了上述微结构的演变,这些现象均可视为在激光冲击超高应变率作用下材料纳晶化的重要微观特征。

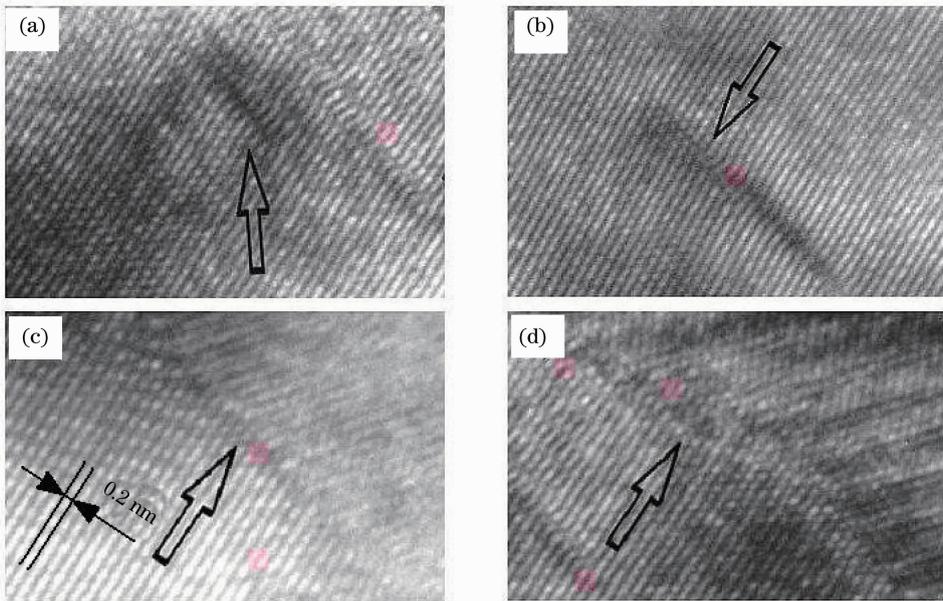


图 8 激光冲击纳晶化层微结构的 HREM 图像。(a)不全位错,(b)位错与晶格扭折,(c)亚晶界,(d)纳晶界上原子的无序排列

Fig. 8 HREM images of microstructures of nano-crystalline grains induced by laser shock. (a) partial dislocations, (b) dislocations and site lattice kink, (c) sub-grain boundary, (d) disordered arrangement of atoms between nano-crystalline grain boundaries

研究表明,在激光冲击条件下,奥氏体不锈钢的纳晶化行为与形变方式有密切关系,对其中一些现象和微观机制的假设将有助于推动对材料纳晶化行为的深入研究。同时说明,材料表面纳晶化是多途径的,激光冲击为在不同的材料和零件表面获得这种组织和性能的改变提供了新的机会。

5 结 论

1) 通过激光冲击 AISI-201 不锈钢可以实现表面纳晶化。由表面到约 300 μm 深度,微观组织由单一奥氏体相演变为平均晶粒尺寸为 20~50 nm 的纳米尺寸的奥氏体和非晶组织;

2) AISI-201 不锈钢的表面纳晶化是通过激光冲击的超高应变率和超高能量作用下的冲击碎化方式实现的,是纳米尺度新相及非晶组织瞬时共同形成的结果,纳晶组织中包含位错、扩展位错、晶格畸变、扭折和亚晶界等;

3) 表面纳晶化使材料的表层硬度明显提高,与基体硬度相比,提高幅度达 36%。

参 考 文 献

- 1 Xu Yunhua, Chen Yumei, Xiong Jianlong *et al.*. Mechanism of strain-induced nanocrystallization of hardfield steel under high energy impact load[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2001, **37**(2): 165~170
- 许云华, 陈渝眉, 熊建龙等. 冲击载荷下应变诱导高锰钢表层组

- 织纳米化机制[J]. 金属学报, 2001, **37**(2): 165~170
- 2 Wu Bian, Wang Shengbo, Guo Dahao *et al.*. Research of material modification induced by laser shock processing on aluminum alloy [J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(10): 1352~1356
吴 边, 王声波, 郭大浩 等. 强激光冲击铝合金改性处理研究[J]. 光学学报, 2005, **25**(10): 1352~1356
 - 3 Zou Shikun, Tan Yongsheng, Guo Dahao *et al.*. Effect of laser shock processing on mechanical properties of Al-Li alloy [J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(3): 371~373
邹世坤, 谭永生, 郭大浩 等. 激光冲击处理对铝锂合金力学性能的影响[J]. 中国激光, 2004, **31**(3): 371~373
 - 4 Wang Shengbo, Fan Yong, Wu Hongxing *et al.*. Research of strengthening 7050 aerial aluminum alloy structural material with laser shock processing [J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(1): 125~128
王声波, 范 勇, 吴鸿兴 等. 7050 航空铝合金结构材料激光冲击强化处理研究[J]. 中国激光, 2004, **31**(1): 125~128
 - 5 Luo Xinmin, Zhang Jingwen, Zhao Guangzhi *et al.*. Effect of laser shock strengthening on fatigue behaviors of 2A02 aluminum alloy [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(12): 3323~3328
罗新民, 张静文, 赵广志 等. 激光冲击强化对 2A02 铝合金疲劳行为的影响[J]. 中国激光, 2009, **36**(12): 3323~3328
 - 6 Zhou Jianzhong, Huang Shu, Zhao Jianfei *et al.*. Numerical analysis on fatigue properties of aluminum alloy induced by laser shock peening [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(11): 1735~1740
周建忠, 黄 舒, 赵建飞 等. 激光喷丸强化铝合金疲劳特性的数字化分析[J]. 中国激光, 2008, **35**(11): 1735~1740
 - 7 Y. K. Zhang, J. Z. Lu, X. D. Ren *et al.*. Effect of laser shock processing on the mechanical properties and fatigue lives of the turbojet engine blades manufactured by LY2 aluminum alloy [J]. *Materials and Design*, 2009, **30**(5): 1697~1703
 - 8 Zhang Xingquan, Zhang Yongkang, Zhou Jianzhong *et al.*. Characteristics of deformation of plate by laser peening under the elastic pre-loading condition [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(7): 1095~1100
张兴权, 张永康, 周建忠 等. 弹性预加载下板料激光喷丸成形特性[J]. 中国激光, 2008, **35**(7): 1095~1100
 - 9 Zhang Yongkang, Zhang Xingquan, Zhou Jianzhong *et al.*. Deformation of aluminum alloy LY12CZ plate by laser shot peening [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, **33**(10): 1417~1421
张永康, 张兴权, 周建忠 等. LY12CZ 铝合金激光喷丸变形[J]. 中国激光, 2006, **33**(10): 1417~1421
 - 10 Zhou Yijun, Zhang Yongkang, Zhou Jianzhong *et al.*. Study on properties of overlay in laser shock forming [J]. *Laser Technology*, 2005, **29**(6): 626~628
周益军, 张永康, 周建忠 等. 激光冲击成形约束层性能的研究[J]. 激光技术, 2005, **29**(6): 626~628
 - 11 Luo Xinmin, Ma Hui, Zhang Jingwen *et al.*. "Strain-screening" and "constraint breakdown" in laser shock processing [J]. *Materials Review*, 2010, **24**(3): 11~15
罗新民, 马 辉, 张静文 等. 激光冲击中的“应变屏蔽”和“约束击穿”[J]. 材料导报, 2010, **24**(3): 11~15
 - 12 Lu Ke, Liu Xuedong, Hu Zhuangqi. The Hall-Petch relation in nanocrystalline materials [J]. *Chinese J. Materials Research*, 1994, **8**(5): 385~391
卢 柯, 刘学东, 胡壮麒. 纳米晶体材料的 Hall-Petch 关系[J]. 材料研究学报, 1994, **8**(5): 385~391
 - 13 Guo Naiguo, Luo Xinmin, Hua Yingqun. The effects of laser shock processing on microstructure and properties of metal [J]. *Materials Review*, 2006, **20**(6): 11~13
郭乃国, 罗新民, 花银群. 激光冲击处理对金属微结构及其性能的影响[J]. 材料导报, 2006, **20**(6): 11~13
 - 14 He Yizhu, Chen Dahong, Lei Tingquan *et al.*. Mathematical modeling of the dependence of grain size on Zener-Hollomon parameter during dynamic recrystallization [J]. *J. Iron and Steel Research*, 2000, **12**(1): 26~30
何宜柱, 陈大宏, 雷廷权 等. 形变 Z 因子与动态再结晶晶粒尺寸间的理论模型[J]. 钢铁研究学报, 2000, **12**(1): 26~30
 - 15 C. M. Sellars. The physical metallurgy of hot working [C]. Proceedings of the Conference of Hot Working and Forming Processes, 1980: 3~11
 - 16 H. Sekine, T. Maruyama, H. Kageyama *et al.*. Grain refinement through hot rolling and cooling after rolling [C]. Thermo-Mechanical Processing of Micro-Alloyed Austenite, 1982: 141~162
 - 17 Sui Manling, Wang Yanbo, Cui Jingping *et al.*. In situ TEM/HRTEM investigations on deformation mechanisms in metals [J]. *J. Chinese Electron Microscopy Society*, 2010, **29**(3): 219~229
隋曼龄, 王艳波, 崔静萍 等. 透射电镜原位拉伸研究金属材料形变机制[J]. 电子显微学报, 2010, **29**(3): 219~229