

基于激光诱导击穿光谱的 D2 钢硬度研究

贾皓月^{1,2}, 郭古青^{3*}, 赵富强^{1,2}, 胡勇³, 李传亮³

1. 太原科技大学机械工程学院, 山西 太原 030024
2. 太原科技大学重型机械教育部工程研究中心, 山西 太原 030024
3. 太原科技大学应用科学学院, 山西 太原 030024

摘要 表面硬度是表征钢铁特性的重要参量之一, 表面硬度的检测可以把关工业生产质量。在自行搭建的 LIBS 实验平台获取激光诱导击穿光谱(LIBS), 控制激光能量为 30 mJ, 比较了基体元素 Fe I 404.58 nm 和合金元素 Mn I 403.07 nm 的光谱强度与 6 个不同 D2 钢硬度的样品(经过不同热处理得到不同硬度)之间的相关性, 发现合金元素 Mn 的光谱强度与硬度的决定系数(0.934)高于基体元素 Fe 的决定系数(0.916)。采用 LIBS 中 Fe 的离子与原子光谱强度比及激光诱导等离子体温度表征不同热处理的 D2 钢硬度, 选择 Fe II 275.57 nm 和 Fe I 276.75 nm 的两条特征谱线作为分析谱线, 建立了表面硬度与光谱信号之间的关系(决定系数为 0.964); 激光诱导等离子体温度作为等离子体重要参数与硬度建立了很强的正相关性(决定系数为 0.977)。D2 钢表面硬度可以通过不同热处理改变组织进而改变硬度, 同时加入合金元素(例如通过加入 Mn 可以细化晶粒改善钢的硬度)也可以改变硬度。实验同时建立了不同含量 Mn 的 D2 钢硬度与光谱强度(Mn I 403.07 nm)之间的相关性, D2 钢的硬度不随 Mn 含量的增加而单调增加, 而光谱强度却随硬度有一致性变化。实验结果表明利用基体元素 Fe、合金元素 Mn, Fe 元素离子与原子光谱强度比和等离子体温度可以与不同硬度 D2 钢建立正比关系, 光谱强度有效地表征了不同热处理得到的 D2 钢硬度; 不同 Mn 含量得到的 D2 钢硬度有效地验证了光谱强度表征硬度的可行性。因此, LIBS 光谱技术表征钢铁材料硬度特性得到了实验验证, 展现了工业现场控制中的应用前景。

关键词 激光诱导击穿光谱; D2 钢; 硬度; 等离子体温度

中图分类号: O433.4 **文献标识码:** A **DOI:** 10.3964/j.issn.1000-0593(2020)12-3895-06

引言

D2 钢是一种含碳量高、合金元素多的高碳高铬莱氏体型冷作模具钢, 因其含有大量的碳化物, 所以具有硬度高、耐磨性高、韧性好及机械加工性能优良等优点。目前 D2 钢主要用于制作各种冷镦、冷冲、冷挤压等模具, 同时也是时速 350 公里动车组车轮的钢材料^[1-2]。由于 D2 钢中存在大量的共晶碳化物, 且偏析严重, 不同的热处理工艺对钢的硬度等性能产生很大影响。因为在工作状态下冷作模具钢需要承受较大的压力、摩擦力、冲击力和弯曲力等, 对冷作模具钢的硬度和耐磨性提出了严格的要求^[3-4]。因此, D2 钢的硬度

是冷作模具行业的一个重要研究课题。2016 年 Jahazi^[5]使用 STATGRAPHICS 和方差分析方法统计分析了低温工艺对 D2 钢微观结构和硬度的影响。2017 年 Grinkevych^[6]等建立了 D2 钢微观结构与硬度和耐磨性之间的关系, 在准静态和动态条件下, 观察到的显微组织特征和相组成对 D2 钢表面耐磨性有影响。

激光诱导击穿光谱(laser induced breakdown spectroscopy, LIBS)可实时原位操作, 并具有对样品损伤小等优点, 被广泛应用于定性和定量元素分析^[7-9]。分析了不同硬度的 D2 钢样品的激光诱导击穿光谱数据, 建立了不同 D2 钢硬度与 Fe 元素离子与原子光谱强度比和等离子体温度之间的联系。Mn 元素浓度对钢铁的硬度具有很大影响, 而目前钢铁中

收稿日期: 2019-09-27, 修订日期: 2020-01-12

基金项目: 国家自然科学基金项目(U1810129, U1610117, 11904252), 山西省科技成果转化引导专项项目(201904D131025), 山西省高等学校优秀青年学术带头人(2018), 山西省重点研发计划(201803D31077, 201803D121090), 山西省“1331 工程”重点创新团队建设计划(1331KIRT), 太原科技大学博士启动金 20162039 和山西省重点学科建设经费资助

作者简介: 贾皓月, 女, 1989 年生, 太原科技大学机械工程学院博士研究生 e-mail: haoyuejia@stu.tyust.edu.cn

* 通讯联系人 e-mail: GuQingGuo@tyust.edu.cn

Mn 元素的浓度测量主要是采用 GB/T223《钢铁及合金化学分析》的滴定法及光度法等离线方法,无法实时在线检测。本文使用 LIBS 方法测量了不同 Mn 浓度的 D2 钢样品的光谱,通过选择优化后的实验数据,建立样品硬度和 Mn 元素浓度关系及样品硬度和光谱强度之间的关联性,对现场控制硬度有重要的应用价值。

1 实验部分

1.1 样品制备

实验选用 D2 钢成品棒料为原材料,其主要化学成分如表 1 所示。样品分为两组,第一组经过不同热处理得到不同硬度的 D2 钢,第二组通过增加不同含量的 Mn 得到不同硬度的 D2 钢。第一组实验样品在钨极非自耗真空电弧炉(北京物科光电技术有限公司)中对原材料进行熔炼,为了确保熔炼出的合金成分均匀且不受氧化污染,熔炼过程中用纯 Ti 消耗真空电弧炉中的氧气,反复熔炼 4 次(在高纯氩气保护条件下)得到原始样品,编号为 1 号样品。将原始样品进行 850 °C 退火,得到 2 号样品。将原始样品在实验室马弗炉中进行 850 °C 淬火,保温 1 h,取出水冷,编号为 3 号样品。将得到的 3 号样品分成三组进行回火,放入马弗炉中分别设置回火温度为 200, 500 和 600 °C,保温 0.5 h 后取出空冷,得到 4, 5 和 6 号样品。将得到的 6 个样品分别用 XQ-1 型金相试样镶嵌机(上海金相机械设备有限公司)制样,制成直径均为 20 mm,厚度均为 15 mm 的样品。

表 1 D2 钢主要化学成分含量(质量分数, %)

Element	Mass fraction/%	Element	Mass fraction/%
C	1.59	Si	1.00
S	0.015	Cr	11.68
P	0.02	Mo	0.71
Mn	0.65		

采用 HR-150A 型洛氏硬度计对打磨后的上述 6 个样品进行硬度测试,按照国标 GB/T230—91 规定测量样品的洛氏硬度(HRC),得到样品硬度如表 2 所示。使用光学显微镜(重庆重光实业有限公司, MA2001 型号)观察放大 400 倍的样品显微组织,图 1 显示了其金相组织。1 号样品为铸态马氏体,2 号样品为珠光体和铁素体,3 号样品是淬火马氏体,4 号样品为回火马氏体,5 号样品是回火屈氏体,6 号样品是回火屈氏体和回火索氏体。

Mn 是影响钢抗变形能力的主要元素,为了研究钢铁中的 Mn 含量在与钢铁硬度之间的关系,制备了第二组实验样品,是总质量为 20 g 的样品 5 个,用 METTLER TOLEDO 的电子天平(AB135-S,精度 10 μ g)称取,其中上述原始样品为 1# 样品(成分如表 1 所示),其余 4 个样品分别在 1# 样品 Mn 含量的基础上再分别添加总质量的 0.5%, 1%, 1.5% 和 2% 的 Mn(总质量保证为 20 g),将称取好的 5 个样品经由北京物科光电技术有限公司的真空电弧炉熔炼成合金(标记为

1#, 2#, 3#, 4# 和 5# 号样品)。HR-150A 型洛氏硬度计测量的第二组样品硬度如表 3 所示。

表 2 第一组实验样品的金相组织和洛氏硬度(HRC)

Number	Thermal treatment	Microstructure	Rockwell hardness (HRC)
1	raw material	Lath martensite	51
2	850 °C annealing	Pearlite+ferrite	20
3	850 °C quenching	Lath martensite	59.9
4	200 °C tempering	Martensite	58.3
5	500 °C tempering	Troostite	40.8
6	600 °C tempering	Troostite+Sorbite	35.5

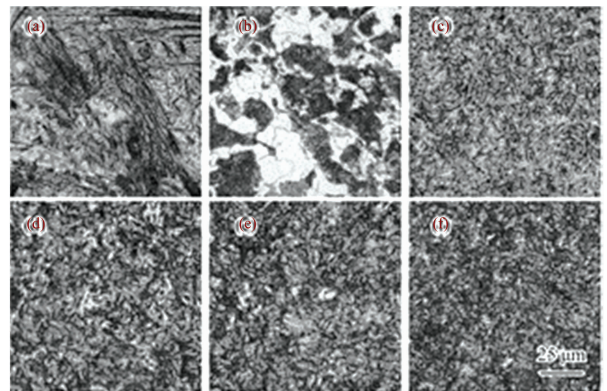


图 1 第 1 组 6 个样品的金相组织图

(a): 铸态马氏体; (b): 珠光体+铁素体; (c): 淬火马氏体; (d): 回火马氏体; (e): 回火屈氏体; (f): 回火屈氏体+回火索氏体

Fig. 1 The microstructure of 6 samples for group 1

(a): Martensite in as-cast; (b): Pearlite+ferrite; (c): Martensite in quenching; (d): Martensite in tempering; (e): Tempered troostite+tempering

表 3 5 个不同 Mn 增量的样品及其对应硬度

Table 3 Five samples with different content of manganese and their hardness respectively

Sample	The added content of Mn/%	The content of Mn /g	Rockwell hardness (HRC)
1#	—	0.13	51
2#	0.50	0.229 4	52.5
3#	1	0.328 7	61.7
4#	1.50	0.428 1	63.6
5#	2	0.527 4	62.2

1.2 仪器及参数

实验系统如图 2 所示。烧蚀光源为脉冲 Nd:YAG 激光器(Quantel, Ultra 120),其输出波长为 1 064 nm,脉宽为 8 ns。测量中设置激光输出能量为 30 mJ,重复频率为 2 Hz。样品放置在匀速旋转台上(转速 0.5 rad · s⁻¹),使样品均匀

受到激光冲击烧蚀。激光束从激光器射出后, 经由 45° 平面反射镜和焦距为 50 mm 的平凸透镜聚焦到样品表面下 2 mm (避免击穿空气影响最佳信号采集), 聚焦光斑直径为 0.15 mm。光纤收集器放在样品上方 3 cm 且与样品表面成 45° , 用于收集烧蚀过程中的等离子体光谱信号。光纤另一端对准光栅光谱仪(Andor, Model SR-500i), 光谱仪用于光信号的分光和采集。光谱仪连接的 CCD(Andor, DV401A-BVF)将光信号转换成电信号, CCD 的信号采集时序由延时脉冲发生器(Quantum, 9500^{Plus} series)控制。实验设置 CCD 积分时间为 0.05 s, 延迟时间 1 200 ns(最佳延迟时间条件)触发 CCD 采集信号。为了降低背景噪声, 用半导体制冷 CCD 到 -50°C 。PC 软件 Andor SOLIS 实现光谱仪与 CCD 的自动控制。

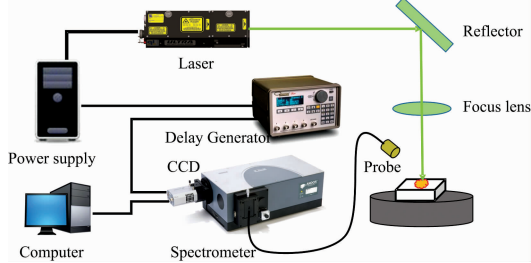


图 2 激光诱导击穿光谱应用于 D2 钢检测实验原理图

Fig. 2 The experimental setup of LIBS for the detection of D2 steel

2 结果与讨论

2.1 谱线强度法测量结果

波长 273~280 和 370~410 nm 范围内采集的 1 号样品特征谱线如图 3 所示。根据 NIST 原子光谱数据库和激光烧蚀样品的等离子体光谱图, 表 4 列出了所选分析元素的原子与离子特征谱线参数。

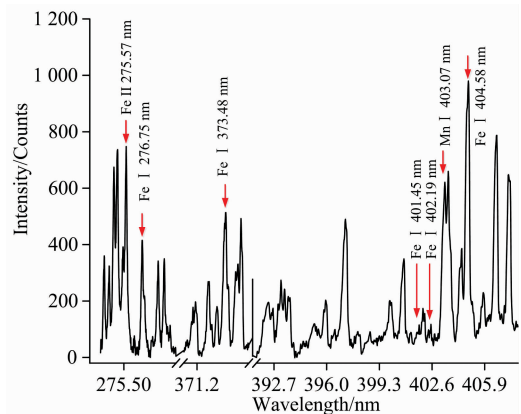


图 3 1 号样品材料的特征谱线强度图

Fig. 3 Typical LIBS spectrum of sample 1

表 4 所选分析元素的原子与离子特征谱线参数

Table 4 Atomic and ionic spectral lines of the analyzed elements

Wavelength/nm	Lower level E_i/eV	Upper level E_k/eV	Transition probability $A_{ki}/(10^8 \text{ s}^{-1})$	Statistical weight g_k
Fe I 373.48	0.858 995 75	4.177 696 75	0.901	11
Fe I 401.45	3.046 868 88	6.134 381 88	0.153	7
Fe I 402.19	2.758 577 60	5.840 459 61	0.085 5	9
Fe I 404.58	1.484 864 38	4.548 506 09	0.862	9
Fe II 275.57	0.986 333 79	5.484 135 95	2.15	10
Mn I 403.07	0.0	3.075 087	0.17	8

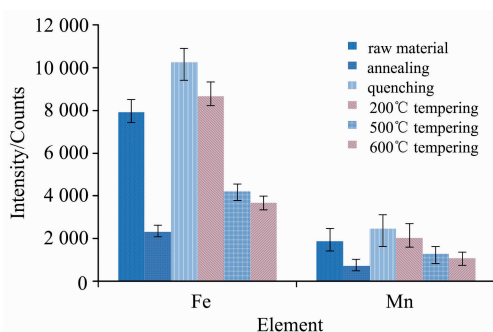


图 4 不同硬度的 6 个样品的 Fe 和 Mn 元素谱线强度图

Fig. 4 Spectral line intensities of Fe, Mn element for 6 samples

为了分析不同硬度的 D2 钢与激光烧蚀等离子体光谱特性之间的差异, 实验分析了不同硬度样品的基体元素 Fe 和合金元素 Mn 的谱线强度, 利用了 Fe I 404.58 nm 和 Mn

I 403.07 nm 特征谱线作为研究对象。测量结果如图 4 所示。

根据表 2 给出的洛氏硬度结合图 4 可以看出, 洛氏硬度越强对应的基体元素 Fe 和合金元素 Mn 的光谱强度越大, 从而硬度与光谱强度两者表现出了相关性。3 号样品的淬火马氏体硬度最高, 表现出的 Fe 和 Mn 的光谱强度最强。4 号样品的回火马氏体硬度次之, 对应的 Fe 和 Mn 的光谱强度为第二。之后硬度依次由 1 号样品的马氏体、5 号样品的回火屈氏体、6 号样品的回火屈氏体和回火索氏体、2 号的珠光体和铁素体递减, Fe 和 Mn 的光谱强度也呈现一致的递减规律。从图 5 可以看出由于 Fe 和 Mn 谱线的激发特性和自吸收效应不同, 所以光谱强度斜率不同。不同金相结构的样品光谱强度存在一定的差异, 且这种差异与硬度有很好的关联性。铁元素的直线决定系数为 0.916, 锰元素的直线决定系数为 0.934; 这种相关性更好地体现在合金元素(Mn)的谱线强度与硬度之间。

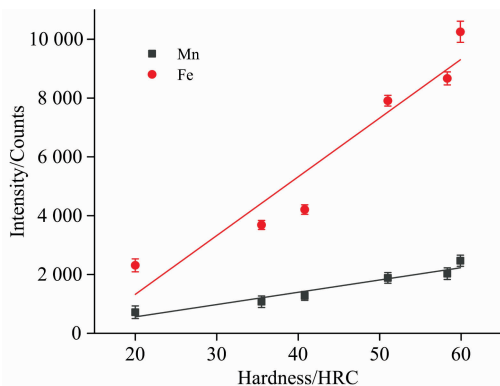


图 5 6 个样品的 Fe 和 Mn 元素谱线强度与样品硬度的关系

Fig. 5 Spectral line intensities of Fe, Mn elements for 6 samples versus hardness

2.2 不同硬度 D2 钢的 Fe 离子与原子谱线强度比

激光与物质相互作用产生等离子体, 通过 LIBS 烧蚀材料激发出的等离子体火花的特征光谱线可以检测元素含量、硬度和材料纯度等物理特性^[10]。通过分析 Fe 元素离子谱线和原子谱线的强度比, 建立起元素谱线与硬度之间的关系。样品的物理化学性质影响着基体效应, 而基体效应显著影响 LIBS 各项参数, 这种相互影响决定了等离子体光谱可以表征基体材料的特性^[11]。图 6 为选择 Fe 元素的离子谱线和原子谱线强度比与样品硬度所建立的关系。Fe 化学性质活泼、激发电位低、易电离, 光谱强度高, 所以选择 Fe II 275.57 nm 和 Fe I 276.75 nm 的两条特征谱线作为分析谱线。图 6 描述的材料表面硬度可以用等离子体的离子和原子光谱信号强度表征是因为材料硬度对等离子体冲击波有很大影响。材料硬度越大, 辐照样品表面会产生更强的排斥力, 激光诱导等离子体的冲击波速度越快, 导致电离效率增强, 离子谱线强度升高, 离子与原子光谱强度比也增加^[12]。

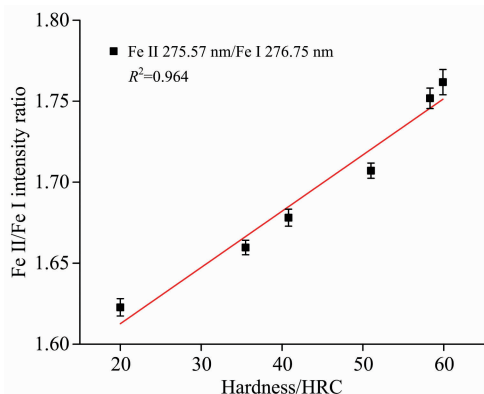


图 6 Fe 离子与原子谱线强度比与 D2 钢表面硬度的关系

Fig. 6 Ferrum Ionic to atomic intensity ratio versus the surface hardness of D2 steel

2.3 等离子体温度表征样品硬度

LIBS 检测受到基体效应影响, 基体内晶粒大小、元素间相互作用影响都会对基体效应产生影响, 所以不同金相组织的 D2 钢可以被 LIBS 激发的等离子体温度区别。LIBS 反映

出研究对象不同的物理化学性质, 实验利用基体效应通过等离子体信号定性表征材料的基本特性。

Aberkane 等证实了 Fe-V-C 合金的表面硬度不仅与原子离子谱线强度相关, 还与等离子体温度相关^[13]。激光烧蚀引起的等离子体是由等离子体温度、电子密度、等离子体中不同物种的数量密度这些主要参数表征的。等离子体温度作为最重要的参数通常由光谱方法确定, 在大气压下的高电子密度状态下通常允许假设局部热平衡态 (LTE), 在 LTE 态下 Fe 离子与原子谱线强度比如式 (1)^[14]

$$\frac{I_{\text{Fe II}}}{I_{\text{Fe I}}} = \frac{4.83 \times 10^{15}}{n_e} \left(\frac{g_q A_{qp}}{\lambda_{qp}} \right)_{\text{Fe II}} \times \left(\frac{\lambda_{qp}}{g_q A_{qp}} \right)_{\text{Fe I}} \times T^{3/2} \exp \left[-\frac{(E_i + E_q^+ - E_q)}{kT} \right] = f(T, n_e) \quad (1)$$

其中 $I_{\text{Fe II}}$ 代表 Fe 的离子谱线强度, $I_{\text{Fe I}}$ 代表 Fe 的原子谱线强度, n_e 是电子密度, λ_{pq} 是能级 p 到能级 q 的发射波长, g_q 是上能级 q 的统计权重, A_{pq} 是能级 p 到 q 的跃迁几率, T 是等离子体温度, E_i 是电离能, E_q 是原子的上能级, E_q^+ 是离子的上能级, k 是玻尔兹曼常数。由式 (1) 可知, Fe 离子与原子谱线的强度比与等离子体温度和电子密度有关。使用玻尔兹曼平衡方程求解等离子体温度^[15]

$$\ln \left(\frac{I \lambda}{g A} \right) = -\frac{E_k}{kT} - \ln \left(\frac{4\pi Z}{hc N_0} \right) \quad (2)$$

其中 I 是光谱强度, λ 是波长, E_k 是上能级的激发能量, Z 是基态统计权重的分配函数, h 是普朗克常数, c 是光速, N_0 是基态的总粒子数。当式 (2) 中的左式与 E_k 绘制出一个平面图, 等离子体温度从直线的斜率 ($-1/kT$) 推导出来, 如图 7 所示, 图中给出了不同金相组织样品使用 4 条 Fe I 光谱线在 373.48, 401.45, 402.19 和 404.58 nm (参数如表 4 所示) 处获得的玻尔兹曼平面图, 可知 6 个样品的等离子体温度分别是 21 481, 17 939, 22 366, 22 300, 20 428 和 19 044 K。

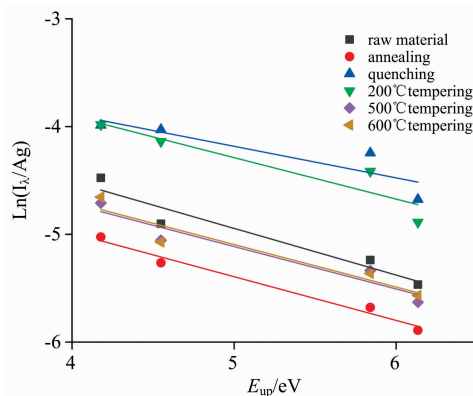


图 7 6 个不同金相结构样品的玻尔兹曼图

Fig. 7 Boltzmann plots of the studied samples

从图 8 可以看出等离子体温度与硬度相关拟合度极高, 呈正相关关系。硬度越大的材料抵抗外界破坏的能力越强; 当受到高能激光冲击时, 硬度越大的样品, 表面对激光能量的吸收效率越低; 吸收效率的降低导致等离子体形成的气化过程受阻。在相同的激光能量作用条件下, 硬度越大的样品, 由于抵抗外界破坏能力越强, 气化过程受阻大, 烧蚀质

量越小。等量的激光能量作用在更少的烧蚀质量上, 热电离增加使离子增多, 与离子碰撞发生逆韧致吸收机率增大, 激发形成的等离子体温度就更高^[16]。与使用离子与原子光谱强度比表征硬度相比, 等离子体温度具有误差小的优势。

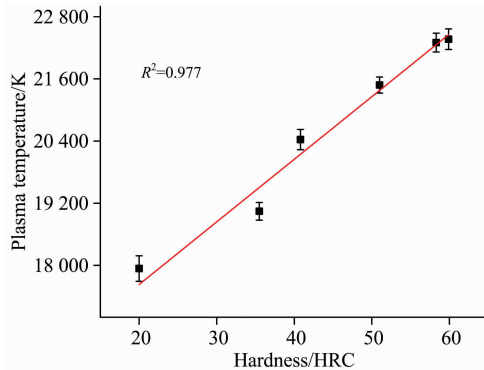


图 8 等离子体温度与样品洛氏硬度的关系

Fig. 8 Plasma excitation temperatures versus sample hardness

2.4 Mn 元素浓度对钢铁硬度及光谱的影响

使用 HR-150A 洛氏硬度计对第二组实验样品的 5 个样品进行硬度测量, 测量结果如表 3 所示。1# 样品为原始样品, 2#—5# 样品分别递增 0.5% 的 Mn 含量, 随着 2#, 3# 和 4# 样品 Mn 含量的增大, 其硬度逐步增大。5# 样品的 Mn 含量最高, 但是硬度比 4# 样品低, 比其他样品硬度高。

标识了波长为 403.07 nm 的合金元素 Mn 的特征谱线, 将其作为所选分析谱线进行定性定量分析。对 1# 到 5# 样品进行激光诱导击穿烧蚀实验, 将获得的光谱和硬度值与样品 Mn 含量进行对比处理, 如图 9 所示。

由图 9 可知, D2 钢 1# 样品的洛氏硬度为 51HRC, 其 Mn I 403.07 nm 处的光谱强度为 577.65, 随着 2#, 3# 和 4# 样品 Mn 含量的增大, 其硬度逐步增大, 光谱强度同时递增。5# 样品的 Mn 含量最高, 但是硬度比 4# 样品低, 比其

他样品硬度高, 光谱强度也对应的减小。同样验证了不同浓度 Mn 导致的不同硬度与光谱强度之间有很好的相关性。

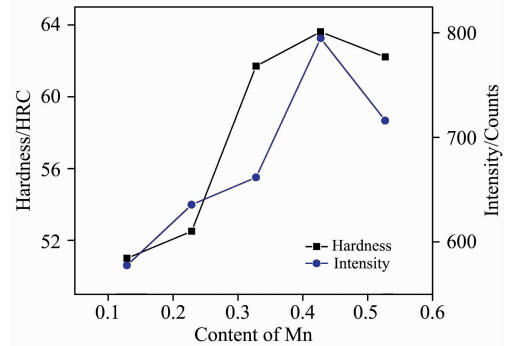


图 9 不同 Mn 含量的 5 个样品对应的硬度及 LIBS 光谱强度

Fig. 9 The hardness and LIBS spectrum versus different increment of manganese samples

3 结 论

金属热处理是赋予或改善工件使用性能的重要工艺之一, 同时加入适量的 Mn 也可以改变 D2 钢的物理化学性质。激光诱导击穿光谱 (LIBS) 不仅可用于元素分析, 还可以用于估算钢铁的表面硬度。表面硬度是钢铁的一个非常重要的特性, 鉴别硬度的应用之一是检测不同的机械运动部件以诊断其磨损状态。利用 LIBS 研究了不同热处理后的 D2 钢样品与光谱之间的关系, 不同金相结构的样品光谱强度存在一定的差异, 且这种差异与硬度有很好的关联性。同时研究了不同含量 Mn 与激光光谱之间的关联性, 发现光谱强度与 Mn 含量变化导致的硬度高低呈一致性变化。还发现样品硬度可以与离子原子光谱强度比建立起相关性, 决定系数为 0.964。并且样品硬度还与等离子体温度直接相关, 决定系数为 0.977。可以通过测量等离子体温度来确定表面硬度, 表明了 LIBS 作为一种工业生产应用现场的原位诊断技术来估计钢铁表面硬度是可行的, 具有很大的应用前景和潜力。

References

- [1] Chinchani S, Choudhury S K. Int. J. Mach. Tools Manuf., 2015, 89: 95.
- [2] Singh K, Khatirkar R K, Sapate S G. Wear, 2015, 328: 206.
- [3] Jiang C, Shan Z, Zhuang B, et al. Int. J. Precis. Eng. Manuf., 2012, 13(7): 1101.
- [4] Podgornik B, Paulin I, Zajec B, et al. J. Mater. Process. Technol., 2016, 229: 398.
- [5] Nanasa H G, Touazine H, Jahazi M. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2016, 85(1-4): 881.
- [6] Lesyk D A, Martinez S, Mordyuk B N, et al. Surf. Coat. Technol., 2017, 328: 344.
- [7] Ruan F Q, Qi J, Yan C H, et al. J. Anal. At. Spectrom., 2017, 32(11): 2194.
- [8] Lu S Z, Dong M R, Huang J W, et al. Spectrochim Acta Part B: At. Spectrosc., 2018, 140: 35.
- [9] LIU Yu-feng, ZHANG Lian-shui, HE Wan-lin, et al (刘玉峰, 张连水, 和万霖, 等). Acta Phys. Sin. (物理学报), 2015, 64(4): 201.
- [10] ElFaham M M, Alnozahy A M, Ashmawy A. Mater. Chem. Phys., 2018, 207: 30.
- [11] Li J, Lu J D, Dai Y, et al. Appl. Surf. Sci., 2015, 346: 302.
- [12] Yao S C, Dong M R, Lu J D, et al. Laser Phys., 2013, 23(12): 125702.
- [13] Aberkane S M, Bendib A, Yahiaoui K, et al. Appl. Surf. Sci., 2014, 301: 225.
- [14] Tognoni E, Hidalgo M, Canals A, et al. Spectrochim Acta Part B: At. Spectrosc., 2007, 62(5): 435.

[15] Sabsabi M, Cielo P. *Appl. Spectrosc.*, 1995, 49(4): 499.

[16] ElFaham M M, Okil M, Mostafa A M. *Opt. Laser Technol.*, 2018, 108: 634.

Investigation on Hardness of D2 Steel Based on Laser-Induced Breakdown Spectroscopy

JIA Hao-yue^{1, 2}, GUO Gu-qing^{3*}, ZHAO Fu-qiang^{1, 2}, HU Yong³, LI Chuan-liang³

1. School of Mechanical Engineering, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China

2. Engineering Research Center Heavy Machinery, Ministry of Education, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China

3. School of Applied Science, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China

Abstract Surface hardness is a critical parameter to characterize steel properties. Its monitoring plays a key role in Industry. In the present paper, the spectral line intensities between element Fe I 404.58 nm and Mn I 403.07 nm was compared with 6 different hardness samples by using laser induced breakdown spectroscopy (LIBS) in self-built device in which laser energy was 30 mJ. The coefficient of determination for Mn (0.964) was better than Fe (0.916). The ratio of the Ferrum ionic to atomic spectral lines intensities (Fe II /Fe I) and laser induced plasma temperature have been characterized by the hardness of D2 steel for different heat treatments. The relationship has been obtained between surface hardness and the ratio of the Ferrum ionic to atomic spectral lines intensities (the coefficient of determination was 0.964). Fe II 275.57 nm and Fe I 276.75 nm were selected as analytical spectral lines. The relationship between surface hardness and laser induced plasma temperature has been established too (the coefficient of determination was 0.977). The hardness of D2 steel could be changed by different heat treatments, as well as the addition of alloying elements. For example, adding manganese into D2 steel could improve the hardness by refining grains. The correlation between Rockwell hardness of D2 steel for different content of manganese and Spectral signal intensity (Mn I 403.07 nm) was established. The hardness of D2 steel does not increase monotonically with the increase of Mn content, but the spectral intensity changes consistently with the hardness. The experimental results validated that the element Fe and Mn, the Fe II /Fe I spectral lines intensities and laser induced plasma temperature had a good linear correlation with the hardness of D2 steel. And the different hardness obtained by different addition of Mn in D2 steel had a good linear correlation with a spectral intensity which verified the relation between hardness and spectral intensity. The determination of the surface hardness via LIBS shows the feasibility of using LIBS as a reliable method for in situ industrial application for production control.

Keywords Laser induced breakdown spectroscopy; D2 steel; Hardness; Plasma excitation temperature

(Received Sep. 27, 2019; accepted Jan. 12, 2020)

* Corresponding author