

脉冲激光辐照 ZrO_2 涂层的 18-8 不锈钢 快凝组织与精细结构*

武晓雷 洪友士

(中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京 100080)

摘要 利用脉冲激光辐照研究超高温梯度下表层预置 ZrO_2 纳米颗粒涂层的 18-8 奥氏体不锈钢的快凝组织形态、微结构特征及力学性质, 结果表明, 在表层约 $15 \mu m$ 范围内形成 Zr 的合金化微区, Zr 最大含量 (原子分数) 为 43.3%, 但 Zr 成分分布存在不连续特征; 预置纳米 ZrO_2 陶瓷涂层明显提高了激光作用深度. 超高温梯度和高冷却速率显著细化了快凝亚组织并得到超细枝晶及胞晶, 并观察到位错胞及栅栏孪晶两类亚晶, 而激光熔区的外延生长机制未使晶粒细化. 激光辐照后, 合金化区硬度增加而弹性模量降低, 其余部分硬度增加而弹性模量无变化.

关键词 脉冲激光, 快速凝固, 微观组织, 亚结构

中图分类号 TG142.71, TG111.4 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2000)03-0239-04

RAPIDLY SOLIDIFIED MORPHOLOGY AND MICRO-STRUCTURE OF 18-8 STAINLESS STEEL WITH ZrO_2 COATING BY PULSED LASER

WU Xiaolei, HONG Youshi

State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, The Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080

Correspondent: WU Xiaolei, associate professor, Tel: (010)62545533-3018, Fax: (010)62561284,

E-mail:xlwu@cc5.imech.ac.cn

Manuscript received 1999-08-09, in revised form 1999-11-11

ABSTRACT A coating was synthesized on an austenite stainless steel surface by laser alloying of nano-particle using a pulsed laser. The rapidly solidified morphology, microstructure, hardness, and modulus were investigated. The existence of Zr-alloying, with non-uniform distribution of Zr composition, was seen in a scope of $15 \mu m$ just below the surface. The rapidly solidified sub-grain, i.e., is refined significantly and cell of austenite, is refined significantly due to the ultra-high temperature gradient and high cooling rate. In addition, two fine structures, i.e., cellular dislocation and paling twins, were observed. However, the grain in laser remelted zones is not fined because of epitaxial growth. The effect of laser radiation on hardness and modulus was analyzed.

KEY WORDS pulsed laser, rapid solidification, austenite stainless steel, microstructure, sub-structure

脉冲激光辐照可在材料表层形成超高温梯度及极快冷却速度^[1], 作用于材料时产生剧烈的加热与冷却瞬态过程, 熔池温度场随激光脉冲频率而周期性强烈起伏振荡, 这种极端条件下的热物理和材料结构性能研究是目前重要研究课题^[2,3]. 脉冲激光作用下材料发生快速非平衡凝固及固态相变, 新相的形核率极高而长大过程受到强烈抑制, 可望获得超细及新颖组织结构. 本文研究了脉冲激光作用下 18-8 不

锈钢的快凝特征、微观组织结构及力学性质.

1 实验方法

选取 18-8 不锈钢为实验材料, 试样形状为 $20 mm \times 20 mm \times 15 mm$, 化学成分 (质量分数, %): C 0.06, Cr 18.95, Ni 8.85, Mn 1.82, P 0.028, S 0.023, 余为 Fe. 利用声光调制 Nd:YAG 激光器进行单脉冲加工, 加工参数为: 频率 10 kHz, 脉宽 300 ns, 平均功率 90 W, 光束直径 $200 \mu m$, 氩气保护. 在试样表层预置 ZrO_2 涂层, 颗粒直径为 4—8 nm, 粘结剂为酚醛树脂, 由测厚仪测量预置涂层厚度. 利用 Neuphot-21 光学显微镜、KYKY2800 型扫描电子显微镜 (SEM/EDX) 及 H-800、JEOL-2000 透射

* 国家自然科学基金重大项目 19704100 及中国科学院基金资助
收到初稿日期: 1999-08-09, 收到修改稿日期: 1999-11-11
作者简介: 武晓雷, 男, 1965 年生, 副研究员, 博士

电子显微镜 (TEM) 进行成分测量并观察激光作用区的快凝组织生长形态及微观结构. 沿表面平行方向制备熔区次表层 TEM 薄膜样品, 机械减薄去掉表层厚度约 $15\ \mu\text{m}$, 利用电火花切割 $0.2\ \text{mm}$ 厚样品, 环氧树脂保护激光作用面, 从基体向表层方向进行化学减薄至 $0.04\ \text{mm}$, 最后离子减薄及穿孔. 利用 CSEM NHT 纳米硬度仪测量激光作用区弹性模量及硬度.

2 实验结果与讨论

2.1 激光熔凝深度

图 1 为预置 ZrO_2 涂层厚度对激光熔凝区深度的影响. 实验观察到具有预涂层的熔区深度为 $50\text{--}70\ \mu\text{m}$, 表层汽化程度较轻, 而无涂层的激光熔凝区深度为 $20\text{--}30\ \mu\text{m}$, 表层存在明显的汽化现象. 同时, 预置涂层厚度存在最佳范围, 厚度小作用不明显, 厚度太大将使作用深度减小. 实验结果表明适当厚度的预置涂层可有效地增加脉冲激光辐照深度, 这可归因于纳米陶瓷颗粒较高的热量吸收与传导性能.

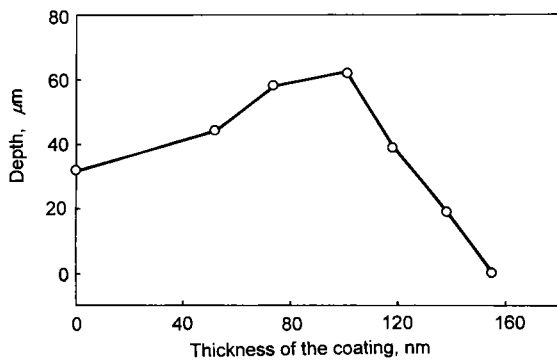


图 1 预涂层厚度对激光作用区深度的影响

Fig.1 Laser remelted depth vs thickness of ZrO_2 coating

图 2 为 $100\ \text{nm}$ 厚涂层激光作用区 Zr 成分的 SEM/EDX 分析结果, 3 次线扫描分析结果表明在表层约 $15\ \mu\text{m}$ 内已存在 Zr, 因而所选择的激光加工条件下可形成一定程度的激光合金化效果. 但 Zr 的成分分布呈现不连续的非均匀特征^[4], 与连续 YAG 激光均匀合金化的结果不相同.

2.2 快凝生长形态

图 3 为预涂 $100\ \text{nm}$ 厚 ZrO_2 涂层激光作用区的一组光学显微图像. 图 3a 为熔池横截面的光学显微图. 图 3b—d 为距表层 $20\ \mu\text{m}$ 处熔池正截面的光学显微图, 图 3b 对应于熔池边缘区域, 图 3c, d 均对应于熔池的中心区域.

虽然脉冲激光的作用过程具有超高温梯度及极快冷却速度, 但熔区晶粒生长沿热流方向和熔池边界晶粒取向仍呈现典型的外延生长特征 (图 3a), 新生成的晶粒在熔池边界优先形核, 并沿该处的热流方向与晶粒取向朝熔池心部凝固生长. 由于相邻晶粒间存在一定的位向差, 熔区内可形成多

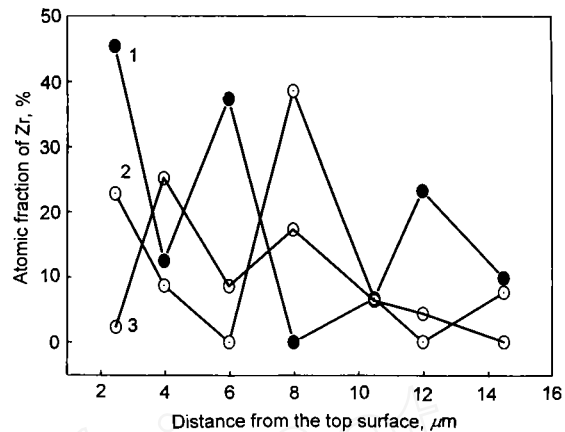


图 2 激光作用区元素线扫描谱

Fig.2 Zr distribution by EDAX

Curves 1, 2, and 3 correspond to different zones

种形态外延生长的枝晶.

激光辐照区存在两类界面 (图 3b—d), 即晶粒边界以及快凝亚晶粒 (枝晶) 边界. 可以看出即使在脉冲激光作用下熔区的晶粒并未明显细化, 与基体原始晶粒尺度相当. 这是由于快凝组织为外延生长机制, 其晶粒尺寸受基体原始晶粒尺寸所制约. 而激光熔区的枝晶亚组织则显著细化, 最大、最小及平均枝晶间距分别为 2.01 、 0.66 及 $1.49\ \mu\text{m}$. 亚组织的尺度主要取决于冷却速度. 冷速 (v) 与特征尺度 (d) 的关系符合 $d = \alpha v^{-\beta}$, 其中 α 与 β 为常数, β 一般取值在 0 与 1 之间. 冷速愈大, 溶质扩散路程愈短, 快凝组织愈细. 同时, 热流方向对晶体生长方向的影响随温度梯度 / 凝固速度值的增大而增大^[5], 枝晶形核长大受结晶学各向异性与热传导两个条件的相互制约^[6], 有时使生长方向偏离这两个方向, 某些枝晶并非严格沿热流方向生长 (图 3c, d). 因此, 脉冲激光快凝实现了快凝枝晶亚组织的超细化, 而晶粒没有细化, 在连续激光快凝研究中亦观察到类似的结果^[7].

2.3 快凝组织精细结构

图 4 为快凝组织的 TEM 明场像. 图 4a, b 均为超细胞晶形貌, 内部分别具有高密度的微变形孪晶及位错缠结精细结构. 脉冲激光作用具有超高温梯度和较快凝固速度, 在熔区的上部区域发生高速生长时溶质扩散距离显著减小, 毛细作用长度增大. 温度梯度和毛细作用的共同影响显著增加枝晶尖端后溶质浓度, 形成从根部至端部的显著溶质流, 使具有 Ivantsov 解的枝晶尖端受到干扰并抑制了侧向分枝的发展, 枝晶生长不稳定, 侧向分枝逐步退化从而形成新的超细胞晶组织. 在激光辐照区还观察到尺度更小的两类精细亚晶结构. 一是位错胞, 如图 4c 所示, 可观察到较为完整的胞状形态, 胞的整体结构及胞壁厚度变化不大, 胞内亦为高密度位错, 还可观察到位错胞与运动位错存在交互作用. 二是孪晶栅栏结构, 如图 4d 所示, 多为两方向交叉排列, 同

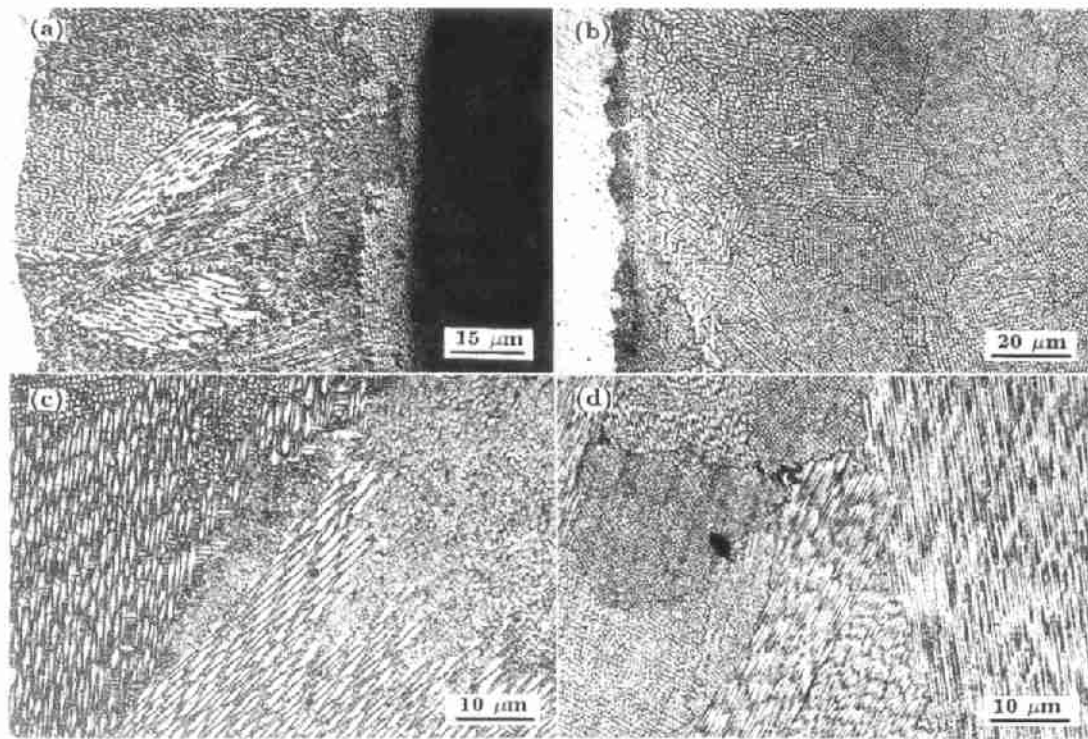


图 3 激光熔区的快凝生长形貌

Fig.3 Optical morphologies of the molten pool in 18—8 stainless steel with ZrO_2 pre-coating of 100 nm thickness treated by laser
(a) cross-section view (b) top view at the pool boundary (c),(d) top view in the interior region of the pool

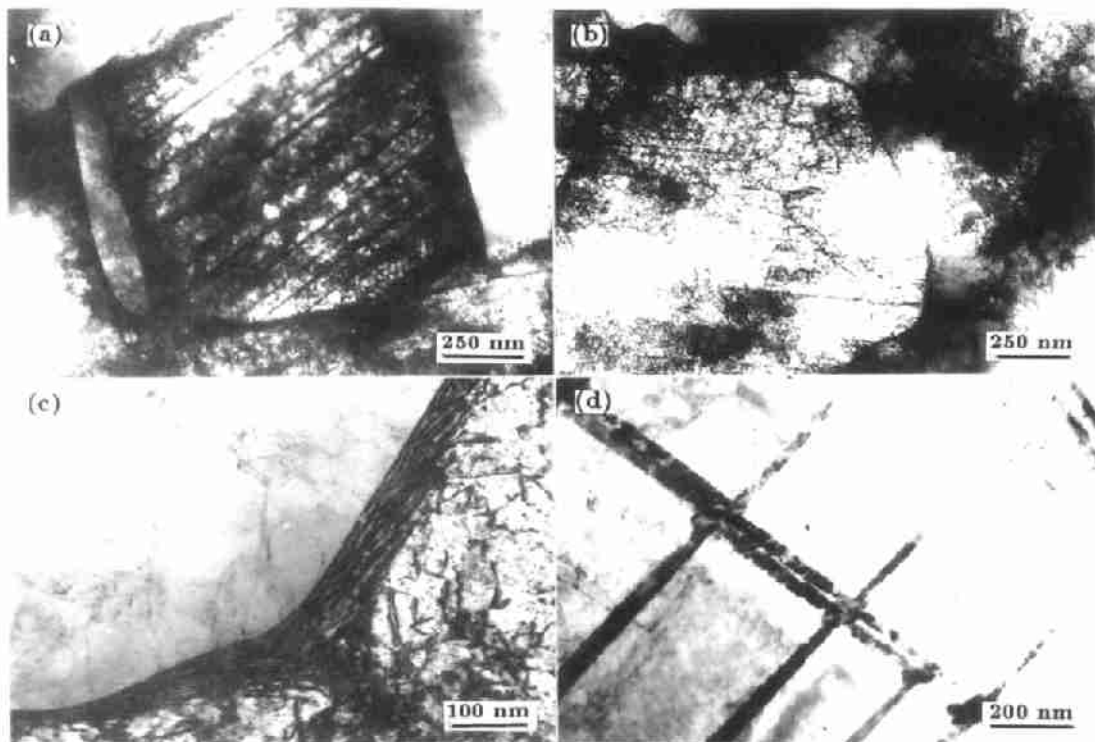


图 4 激光熔区的微观结构

Fig.4 TEM micrographs of the laser molten pool in 18—8 stainless steel
(a) cell with twins (b) cell with dislocations (c) cellular dislocation (d) paling twins

时栅栏状变形孪晶包围的区域内亦存在缠结位错。

脉冲激光处理后形成了由位错胞和栅栏孪晶构成的大量亚晶粒,亚晶粒内部亦是高密度的位错,这种亚晶结构的形成与脉冲激光作用下熔区高变形速度及大的变形量有关^[8]。激光冲击强化^[8]和表面爆炸强化^[9]奥氏体组织均可形成位错胞和孪晶栅栏,位错胞是激光作用引起的快速变形所造成的,与低周应变疲劳过程中形成位错胞的机制不相同。

2.4 快凝组织的力学性质

图5为基体及激光作用区弹性模量 E 及硬度 H 的实验结果。由于纳米硬度仪的载荷作用区域远小于晶粒尺度,弹性模量存在各向异性,因而在不同区域均进行多点测量。可以看出从熔池与基体界面至距表层 $15\mu\text{m}$ 的范围内,硬度明显增加,快凝组织细化以及形成胞状位错及栅栏孪晶等精细亚结构是主要的强化机制。模量没有变化,这是由于不存在成分变化。

在熔池最表层约 $15\mu\text{m}$ 范围内硬度显著增大而模量降低,这是由于多脉冲激光使表层产生微合金化效应,使该区

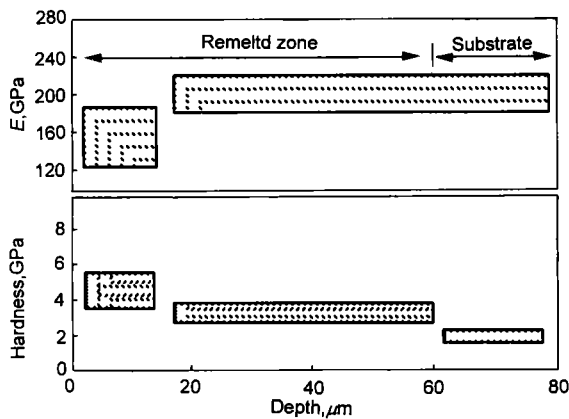


图5 激光熔区纳米硬度及模量(E)

Fig.5 Hardness and modulus (E) of the remelted zone measured by nanoindentation

域化学成分和相应微结构均发生变化,该区域的微结构研究结果将另文报道。

3 结论

(1) 脉冲激光辐照具有 ZrO_2 涂层的18-8钢可实现钢表层Zr的合金化,合金化深度为 $15\mu\text{m}$,Zr最大含量(原子分数)为43.3%,Zr成分分布存在不连续特征。

(2) 激光熔区为外延生长机制,熔区晶粒无明显细化。在超高温度梯度和极快凝固速度的共同作用下,快凝亚组织显著细化,得到超细枝晶及胞晶。

(3) 快凝组织存在位错胞及栅栏孪晶两类亚晶,均为稳定精细亚结构。

(4) 在整个激光辐照区,Zr合金化区的硬度显著提高而模量降低,其余区域硬度提高而模量无变化。

参考文献

- [1] Jacobson L A, McKittrick J. *Mater Sci Eng*, 1994; 11 R: 355
- [2] Araki N, Tang D W. *Abstract Proc Materials Research and Thermophysics in Extreme Cases (II)*, 117th Xiangshan Science Conference, Beijing, 1999: 13
- [3] Mazumder J, Mohanty P S, Kar A. *Int J Mater Product Technol*, 1996; 11: 193
- [4] Brandt M, Scott D A, Emms S B, Yellup J M. *J Laser Appl*, 1997; 9: 67
- [5] Huang W D, Mao Z Y, Zhou Y H. *Acta Metall Sin*, 1986; 22: B240
(黄卫东, 毛志英, 周尧和. 金属学报, 1986; 22: B240)
- [6] Jiang M, Jiang X P, Huang J G, Sun X F, Ge Y L, Hu Z Q. *Mater Sci Progr*, 1989; 3: 199
(姜明, 江晓平, 黄建国, 孙晓峰, 葛云龙, 胡壮麒. 材料科学进展, 1989; 3: 199)
- [7] Jiang M, Huang J G, Jiang X P, Sun X F, Ge Y L, Hu Z Q. *Mater Sci Progr*, 1989; 3: 348
(姜明, 黄建国, 江晓平, 孙晓峰, 葛云龙, 胡壮麒. 材料科学进展, 1989; 3: 348)
- [8] Chu J P, Rigsbee J M, Banas G, Lawrence F V, Elsayed-Ali H E. *Metall Mater Trans*, 1995; 26A: 1507
- [9] Tan Y X, Ren L P, Li G. *Int J Fatigue*, 1989; 25: A36