

# 超音速微粒轰击 38CrSi 钢表面纳米化的研究

## Investigation of Surface Nanocrystallization of 38CrSi Steel by SFPB

巴德玛<sup>1</sup>, 马世宁<sup>1</sup>, 李长青<sup>1</sup>, 熊天英<sup>2</sup>

(1 装甲兵工程学院 装备再制造技术国防科技重点

实验室, 北京 100072; 2 中国科学院 金属研究所, 沈阳 110016)

BA De-ma<sup>1</sup>, MA Shi-ning<sup>1</sup>, LI Chang-qing<sup>1</sup>, XIONG Tian-ying<sup>2</sup>

(1 National Key Laboratory of Remanufacture Technology,

Armored Force Engineering Institute, Beijing 100072, China;

2 Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**摘要:** 采用超音速微粒轰击技术(Supersonic Fine Particles Bombarding, SFPB)对调质态合金钢 38CrSi 进行表面纳米化处理;利用 X 射线衍射、扫描电镜、透射电镜等分析技术研究不同工艺条件下表面纳米化层的微观组织结构特征。结果表明:经 SFPB 处理后,材料表层组织严重细化,并形成了纳米结构层(晶粒尺寸 $< 100\text{nm}$ ),随处理时间的延长,最表面纳米晶的尺寸变化不大,纳米结构层的厚度有所增加;当处理时间为 240s 时,在最表面层形成了平均晶粒尺寸约为 16nm 的具有随机取向的等轴纳米晶。纳米结构层的晶粒尺寸随着距表面距离的增加而增大。在距表面约 25  $\mu\text{m}$  处,存在着大量的由位错线和高密度的位错缠结分割的胞块,尺寸为 80~100nm;分析表明位错运动是表面纳米化的主要原因。

**关键词:** 超音速微粒轰击技术;表面纳米化;纳米结构表层;38CrSi 钢

中图分类号: TG142 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2006)12-0003-05

**Abstract:** A nanocrystalline surface layer was fabricated on a quenched and tempered 38CrSi steel by using Supersonic Fine Particles Bombarding (SFPB). The microstructural evolution of SFPB-treated specimens under different processing conditions was characterized by using X-ray diffraction, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy. The results showed that obvious grains refinement was observed and a nanocrystalline surface layer (grain size $< 100\text{nm}$ ) was found after SFPB treatment. The thickness of nanostructured surface layer increased depending upon the treatment duration, but the grain size of the top surface layer varied slightly. For the sample peened for 240s, the average size of equiaxed nanocrystallites with random crystallographic orientations on the top surface layer was approximately 16nm. The average grain size in the nanostructured layer increased with an increase of the distance from the top surface layer. In the region about 25  $\mu\text{m}$  depth from the top surface, large numbers of cell structures with size of 80-100nm separated by dense dislocation walls were formed. Experimental analysis indicated that grain refinement can be attributed to the movement of dislocation.

**Key words:** supersonic fine particles bombarding; surface nanocrystallization; nanocrystalline surface layer; 38CrSi steel

金属材料表面自身纳米化技术<sup>[1,2]</sup>,即采用非平衡处理方法,增加多晶体金属材料表面的自由能,通过位错的运动使材料表层的粗晶组织细化至纳米量级,纳米结构表层与基体之间没有明显的界面。该技术解决了其他表面纳米化技术所制备的纳米表层(例如,涂覆或沉积表面纳米化)与基体结合强度较低的问题,克服了三维大尺寸纳米晶体材料难以制备的困难,为纳

米技术在工程材料中的应用提供了新的途径。目前研究较多的金属材料表面自身纳米化的方法是表面机械处理法,即外加载荷重复作用于材料表面,增加多晶体金属材料表面的自由能,使表面组织产生不同方向的强烈塑性变形而逐渐将材料表层的粗晶组织细化至纳米量级。而其中最常用的方法为表面机械研磨法(Surface Mechanical Attrition Treatment,

SMAT)<sup>[2,3]</sup>, 该方法适用于实验室研究, 不适于对大面积复杂形状的金属零件进行表面处理, 限制了其在工业上的进一步应用。目前表面自身纳米化的研究主要集中于一些硬度相对较低并经退火处理的材料, 如纯金属(铁、铜、钛)、低碳钢、不锈钢等材料<sup>[4-6]</sup>。而对于机械零件中常用的综合性能较好的热处理合金钢的表面纳米化的研究却报道很少。超音速微粒轰击技术(Supersonic Fine Particles Bombarding, SFPB)<sup>[7]</sup>是一种利用气固双相流作为载体, 用超音速气流(气流速达 300~ 1200m/s)携带硬质固体微粒以极高的动能轰击金属表面使金属表面发生强烈的塑性变形, 将晶粒细化到纳米量级的新的表面纳米化技术。其细化晶粒的机理与其他表面机械处理法相类似。该设备灵活度较强, 工作效率高, 可用于复杂形状和面积金属构件的表面纳米化处理, 为表面自身纳米化的工业应用奠定了基础。本工作利用 SFPB 技术对调质态的

38CrSi 合金钢进行表面纳米化研究。利用 X 射线衍射、扫描电镜、透射电镜等分析技术研究表面纳米层的微观组织结构特征, 并对晶粒细化机理做简单分析。

1 实验材料及方法

材料选用 38CrSi 合金钢, 试样尺寸为 25mm 6mm, 化学成分(质量分数/%) : C 0.4, Mn 0.47, P 0.017, S 0.005, Si 1.15, Cr 1.44。材料经过调质处理, 热处理工艺: 910 保温 1.5h 油冷淬火, 650 保温 2h 水冷回火。调制处理后组织为保持原有马氏体针叶状位相的回火索氏体, 特征为针叶状铁素体(宽度约为 0.5~ 10 μm, 长度约为 2~ 20 μm)上分布着颗粒状渗碳体的机械混合物, 材料硬度 HRC 为 24。

材料表面自身纳米化设备采用超音速微粒轰击设备<sup>[7]</sup>, 实验的具体工艺参数如表 1 所示。

表 1 SFPB 工艺参数及严重变形层厚度

Table 1 Processing parameters of SFPB and thickness of severe deformation layers

Specimen code	Pressure of airflow / MPa	Bombard particles	Diameter of particles / mm	Treated time / s	Thickness of severe deformation layer / μm
A1	1.5	Steel shot	0.4~ 0.6	80	About 5
A2				160	About 10
A3				240	About 25
A4				400	About 30

采用 QUANTA200 型扫描电镜观察处理前后试样横截面的组织结构变化, 扫描电镜试样经过研磨、抛光后, 用 4%(体积分数)的硝酸酒精进行腐蚀。用 D/MAX2400 X 射线衍射仪对样品进行结构分析, 管压为 50kV, 管流为 150mA, 并用 Scherrer-Wilson 方程<sup>[8]</sup>, 通过衍射线宽度计算晶粒尺寸以及微观应变。利用 JEOL-2000FX 型透射电镜观察纳米结构层的微观结构, 工作电压为 160kV, 距处理表面不同深度的纵截面金属薄膜样品经过机械研磨和离子减薄制成。

2 结果与分析

图 1 为 38CrSi 钢 SFPB 处理前后横截面 SEM 形貌, 图 1b~ e 的下侧为处理表层。由图 1 可以看出, 试样经过 SFPB 处理后, 处理表面的附近区域均发生了一定厚度的塑性变形, 并形成了波纹状的流变形(见图 1b~ e); 最表层塑性变形最为剧烈, 并由表及里逐渐减弱到无变形区, 结构呈现出梯度变化的特点; 当处理时间较短时, 塑性变形首先发生在处于晶体取向有利于滑移的晶粒中, 距表面相同位置的塑性变形呈现出均匀性(见图 1b, c 中虚线); 随着处理时间的增加, 应

变量逐渐增加, 晶粒间的变形相互协调, 试样表面附近的塑性变形趋于均匀, 变形层的厚度逐渐增加, 如 A3 和 A4 试样(见图 1d, e)。表面波纹状塑性变形层的形成与 38CrSi 钢的层错能较高、塑性变形以滑移运动为主有关。应变量及应变速度随深度的增加逐渐减小是产生结构梯度变化的主要原因。最表面的严重变形层组织结构发生了明显细化, 组织形态也与原材料明显不同。图 1f 为 A3 试样表面严重变形层组织与原始组织的对比, 通过 SEM 已不能分辨出晶粒边界及原始试样的回火索氏体针叶状位相组织。随着处理时间的增加, 这种细化层的厚度也逐渐增加, 当处理时间达到 240s 后, 细化层的厚度增加缓慢, 并趋于稳定(见表 1)。

经 SFPB 处理后, 样品表面的 Bragg 衍射峰均明显宽于原始样品, 图 2 为其中的(110)和(211)两个晶面的 X 射线衍射峰, 从图 2 可以看出, 处理后样品的衍射峰宽化效果比较明显。扣除衍射背底, 并经过仪器宽化修正后, 利用物理宽化峰的积分宽度, 根据 Scherrer-Wilson 方程可以近似计算出样品表面层的晶粒尺寸和微观应变(见表 2)。结果显示 4 个试样的处理表面均形成了纳米晶, 纳米晶粒的大小随处理时间的增加变化不大; 经 SFPB 处理后试样表面都存在

一定程度的微观应变,并随着处理时间的增加而上下波动。晶粒内含有大量较高储能的高密度位错和位错缠结是产生微观应变的主要原因。而微观应变波动可能是由于当位错发展到一定程度,为了降低结构的能量,位错将发生湮灭和重排形成亚晶界和晶界使微观

应变下降引起的<sup>[9]</sup>。利用 XRD 测量的晶粒尺寸反映的是 X 射线穿透深度内的平均值(穿透深度在 5~10 m 左右),且其准确度受衍射线宽化程度影响较大。因此表面层的晶粒尺寸以及随深度的变化还需要通过 TEM 进行进一步的分析和证实。

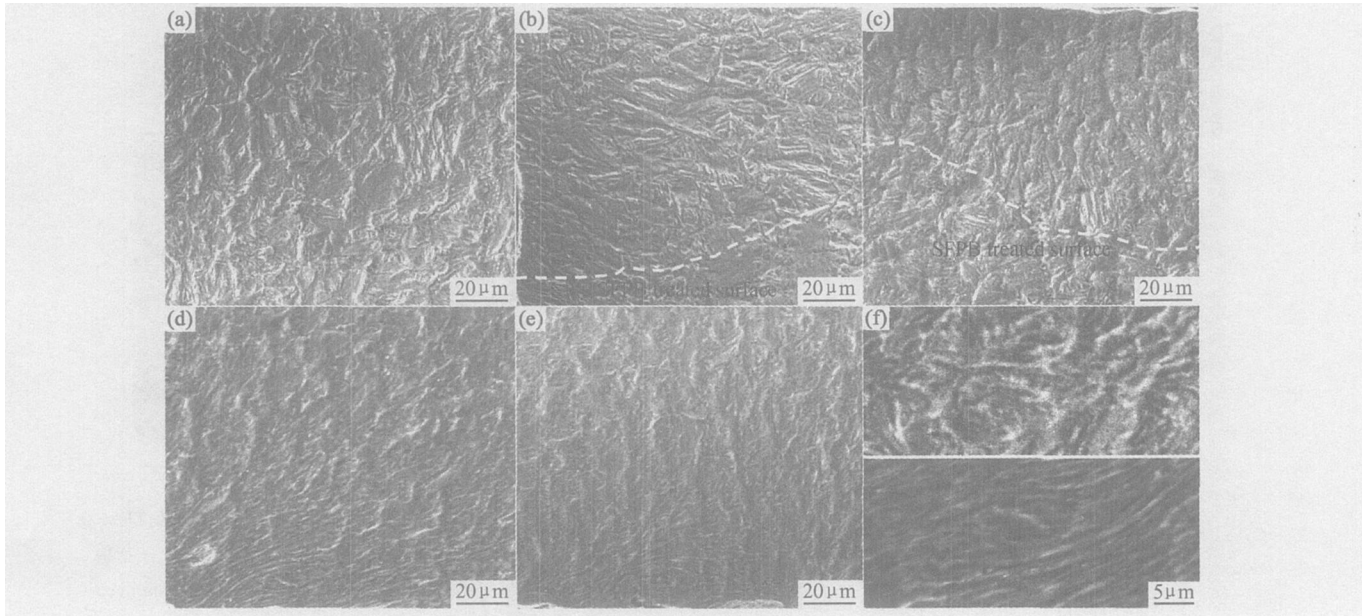


图 1 38CrSi 样品 SFPB 处理前后横截面 SEM 形貌 (a)原始样品 A; (b) A1; (c) A2; (d) A3; (e) A4; (f) A3 样品严重塑变形形层(下)与原始组织(上)对比

Fig. 1 Cross sectional SEM observation of the SFPBed 38CrSi sample and original sample (a) original sample A; (b) A1; (c) A2; (d) A3; (e) A4; (f) a close observation of sever plastic deformation layer in A3 (downside) and original structure (upside)

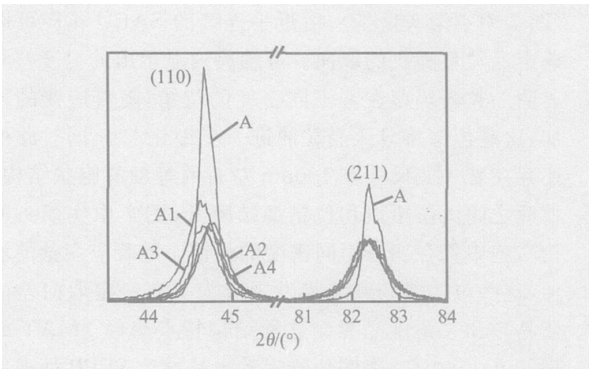


图 2 SFPB 处理前后样品表面(110)和(211)晶面 X 射线衍射谱

图 3 为经过 80s SFPB 处理的 A1 样品距处理表面约 3 m 处的 TEM 像和相应的选区电子衍射谱(SAED)。由图 3 可知,在试样表面形成了等轴状的纳米晶;晶粒细化较均匀,晶粒尺寸分布在几纳米至 20nm 左右的范围内。连续的 SAED 图谱表明,表面形成的纳米晶具有晶体学随机的取向。图 4 为 A1 试样距表面约 10 m 的 TEM 像,此处存在着大量的高密度的位错和位错缠结,这些位错缠结将晶粒分成了尺寸在 200~300nm 左右的胞块结构,胞块结构内仍存在一般的位错胞状结构,但位错密度相对较低。

图 5-7 分别是经过 240s SFPB 处理的 A3 样品距处理表面约 3, 10, 25 m 处的 TEM 像和相应的 SAED 谱。由图 5 可以看出,在试样表面形成了晶粒尺寸较为均匀取向随机的等轴纳米晶,晶粒尺寸在 10~20nm 左右,平均晶粒尺寸在 16nm 左右,与 XRD 的测试结果相近似。利用连续的 SAED 的衍射环对表面纳米结构层的组织进行标定,结果表明包含有铁素体和渗碳体两相组织(见表 3),说明原回火索氏体组织中的铁素体和渗碳体均被细化。在距表面 10 m 左右形成了等轴的取向随机的纳米晶。与最表面层晶粒

表 2 XRD 实验结果

Table 2 The results of XRD measurement

Specimen code	Diameter of grain / nm	Microstrain/ %
A1	15.5	0.191
A2	18.5	0.218
A3	16.7	0.198
A4	18.5	0.226

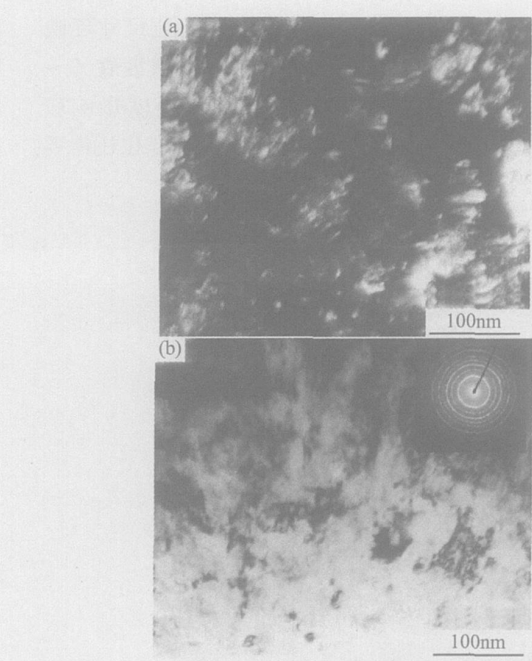


图3 SFPB处理的A1样品距处理表面约3 m处的TEM像  
(a)TEM暗场像; (b)TEM明场像以及选区电子衍射  
Fig.3 TEM images of the layer at about 3 m deep  
from the treated surface in the A1 sample (a) dark-field  
image; (b) bright-field image and corresponding SAED pattern

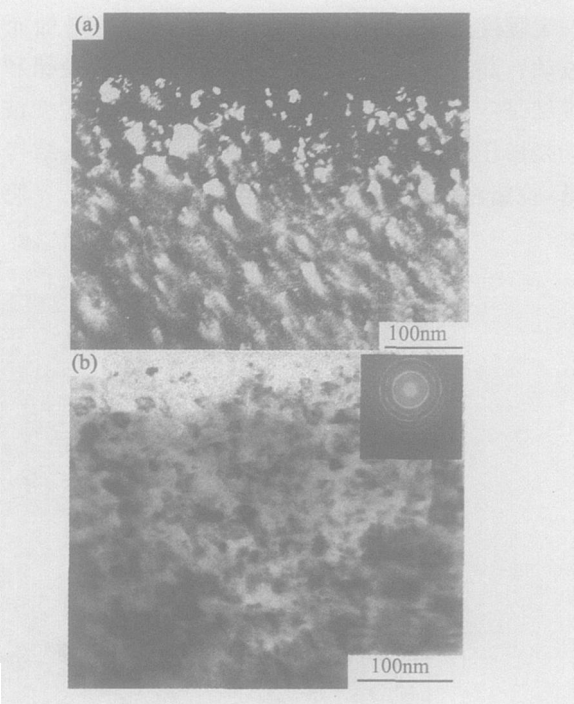


图5 SFPB处理的A3样品距表面约3 m处的TEM像  
(a)TEM暗场像; (b)TEM明场像以及选区电子衍射  
Fig.5 TEM images of the layer at about 3 m deep  
from the treated surface in the A3 sample (a) dark-field  
image; (b) bright-field image and corresponding SAED pattern

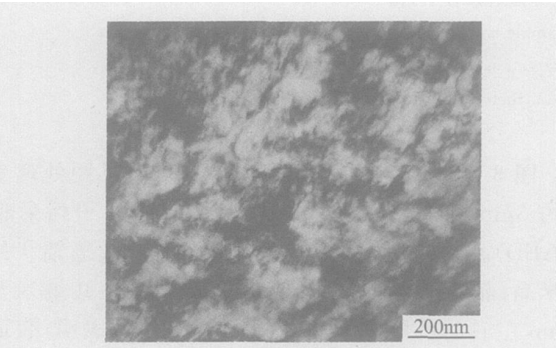


图4 SFPB处理的A1样品距表面约10 m处的TEM像  
Fig.4 TEM images of the layer at about 10 m deep  
from the treated surface in the A1 sample

相比尺寸增大, 分布在10~ 50nm左右的范围内。  
随着距表面距离的增加, 应变量和应变速度逐渐

降低, 组织结构也在发生着变化。在距表面25 m处, 晶粒尺寸明显长大, 分布在60~ 100nm左右的范围内(图7中空箭头所指), 由近乎连续的SAED花样可以确定晶粒呈随机的取向。等轴晶内显示出的衬度差异表明晶粒内仍存在着不同密度的位错, 随着应变的增加, 这些位错将导致晶粒的进一步细化<sup>[10]</sup>。同时此处还存在着一些尺寸在100nm左右的等轴的胞状结构, 彼此之间由位错墙和位错缠结隔开(图7中实箭头所指), 胞中仍存在着不同密度的位错。随着应变量的增加, 这些位错墙和缠结将发展成为具有一定取向差的亚晶界和大角度晶界。这种结构特点与经SMAT处理的Fe<sup>[10]</sup>相似, 表明位错运动也是导致SFPB处理的38CrSi钢表面纳米化的主要原因。

表3 衍射环标定  
Table 3 Indexation of diffraction rings

Code	Diameter of ring/mm	Interplanar distance/ nm	Ferrite crystal-plane	Cementite crystal-plane
Ring 1	16.5	2.54		(020)
Ring 2	20~ 21	2~ 2.1	(110)	(103), (022), (210), (121)
Ring 3	28	1.5		(222)
Ring 4	29.2	1.438	(200)	
Ring 5	35.8	1.173	(211)	
Ring 6	41.4	1.014	(220)	
Ring 7	46.2	0.909	(310)	

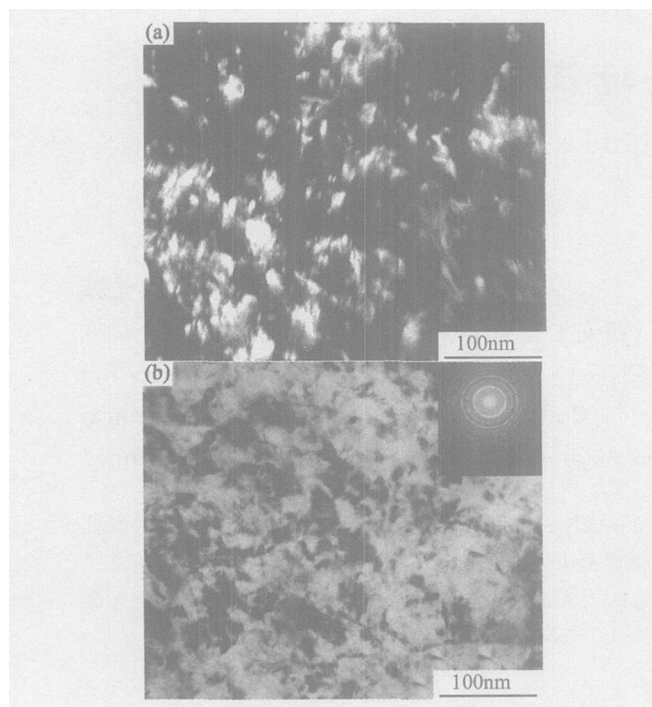


图6 SFPB处理的A3样品距表面约10 μm处的TEM像  
(a) TEM 暗场像; (b) TEM 明场像以及选区电子衍射

Fig. 6 TEM images of the layer at about 10 μm deep from the treated surface in the A3 sample  
(a) dark-field image; (b) bright-field image and corresponding SAED pattern

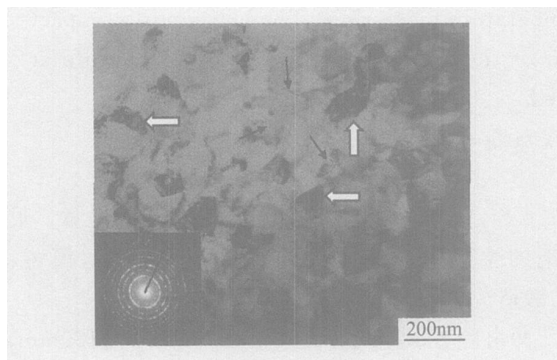


图7 SFPB处理的A3样品距表面约25 μm处的TEM像

Fig. 7 TEM images of the layer at about 25 μm deep from the treated surface in the A3 sample

对A1试样和A3试样组织结构变化的分析可以看出, 纳米结构层的结构梯度变化特点与应变量和应变速度由表及里逐渐减小密切相关, 同时试样由深层到表层不同的结构变化特点反映了晶粒细化的过程。在最表面的应变量和应变速度较大的严重塑形层, 形成了纳米结构层。随着应变量和应变速度随深度的减小, 晶粒尺寸逐渐增加到微米级直至与基体相同。当处理时间由80s增加到240s时, 随着严重变形层厚度的增加, 纳米结构层的厚度也由几微米增加到了

25 μm左右。

### 3 结论

(1) 利用SFPB技术, 在调质处理的38CrSi合金钢表面制备具有纳米结构的表层。

(2) 随着处理时间的增加, 表层纳米晶粒的尺寸变化不大, 在一定的时间范围内, 增加处理时间可以增加纳米结构层的厚度。

(3) 当喷射时间为240s时, 表层形成了晶体学取向呈随机分布的等轴状的纳米晶, 晶粒大小为16nm左右; 纳米结构表层的厚度大约有25 μm左右(晶粒尺寸<100nm), 晶粒尺寸随着距表面距离的增加而增大; 表层组织由铁素体和渗碳体双相组织组成。表面结构的梯度变化主要由应变量的梯度变化引起。位错运动是导致晶粒细化的主要原因。

#### 参考文献

- [1] LU K, LU JIAN. Surface nanocrystallization(SNC) of metallic materials presentation of the concept behind a new approach [J]. J Mater Sci Technol, 1999, 15(3): 193- 197.
- [2] LU K, LU J. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment [J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 375- 377: 38- 45.
- [3] 刘刚, 雍兴平, 卢柯. 金属材料表面纳米化的研究现状[J]. 中国表面工程, 2001, (3): 1- 5.
- [4] TAO N R, SU I M L, LU J, et al. Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening[J]. Nanostructured Materials, 1999, 11(4): 433- 440.
- [5] 雍兴平, 刘刚, 吕坚, 等. 低碳钢表面纳米化处理及结构特征[J]. 金属学报, 2002, 38(2): 157- 160.
- [6] 张洪旺, 刘刚, 黑祖昆, 等. 表面机械研磨诱导 AISI304 不锈钢表面层纳米化. 晶粒细化机理[J]. 金属学报, 2003, 39(4): 347- 350.
- [7] 熊天英, 刘志文, 李智超. 超音速微粒轰击金属表面纳米化新技术[J]. 材料导报, 2003, 17(3): 69- 71.
- [8] KLUG H P, ALACANDER L E. X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials[M]. New York: Wiley, 1974.
- [9] 余永宁. 金属学原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.
- [10] TAO N R, WANG Z B, TONG W P, et al. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment [J]. Acta Materialia, 2002, 50: 4603- 4616.

基金项目: 装备维修科研发资助项目 (2004. 1541)

收稿日期: 2006-06-06; 修订日期: 2006-08-21

作者简介: 巴德玛(1971-), 女, 博士研究生, 研究方向为表面纳米技术, 联系地址: 北京市丰台区杜家坎21号装甲兵工程学院表面工程研究所(100072)。