

doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.20180626001

激光冲击催渗快速离子渗氮技术

唐 磊¹, 贾蔚菊², 孙 斐³, 胡 静¹

(1. 常州大学 江苏省材料表面科学与技术重点实验室, 常州 213164; 2. 西北有色金属研究院, 西安 710016; 3. 常州轻工职业技术学院 机械工程系, 常州 213164)

摘要: 采用常用 42CrMo 钢为研究材料, 探索激光冲击预处理对离子渗氮的催渗效果与作用机理, 提升离子渗氮效率。采用光学显微镜、粗糙度仪、扫描电镜、维氏显微硬度计研究激光冲击及离子渗氮后表层特性。结果表明, 激光冲击对于离子渗氮具有显著的催渗效果。相同离子渗氮条件下, 化合物层厚度和有效扩散层厚度都提高到传统离子渗氮的 2 倍左右。同时激光冲击预处理可显著提高试样表面硬度, 并平缓截面硬度的下降趋势。激光冲击预处理对离子渗氮产生的显著作用源于: 激光冲击预处理使试样表面粗糙度从 0.015 μm 提高到 0.454 μm, 有利于 N 原子吸附和氮化物形成; 表层形成了厚度约 200 μm 的变形层, 为 N 原子提供扩散通道, 有利于提高扩散层氮浓度。

关键词: 激光冲击; 离子渗氮; 预处理; 渗氮效率

中图分类号: TG156.82

文献标志码: A

文章编号: 1007-9289(2018)06-0009-05

Rapid Plasma Nitriding Technology Catalyzed by Laser Shock Peening

TANG Lei¹, JIA Weiju², SUN Fei³, HU Jing¹

(1. Jiangsu Key Laboratory of Materials Surface Science and Technology, Changzhou University, Changzhou 213164, China;
2. Northwest Institute for Non-ferrous Metal Research, Xi'an 710016, China; 3. Department of Mechanical Engineering,
Changzhou Institute of Light Industry Technology, Changzhou 213164, China)

Abstract: 42CrMo steel was used in this research, and the effect and mechanism of laser shock peening (LSP) pretreatment on plasma nitriding were primarily investigated. The aim was to obtain a novel rapid plasma nitriding technology. Optical microscope, surface roughness tester, scanning electron microscope and Vickers micro-hardness tester were used to observe and evaluate the surface characteristics. Results show that laser shock peening has obvious catalysis effect on plasma nitriding. The thickness of the compound layer and effective diffusion layer can be effectively enhanced by laser shock peening under the same plasma nitriding condition, which is about twice thicker than that of the conventional plasma nitriding. Meanwhile, LSP pretreatment can significantly improve the surface hardness and slow down the decreasing trend of cross-sectional hardness. The significant effect of LSP pretreatment on plasma nitriding is that LSP pretreatment increases the surface roughness of the sample from 0.015 to 0.454 μm, which is beneficial to the adsorption of N atoms and the formation of nitrogen compounds. Additionally, a deformation layer (about 200 μm) was formed by LSP pretreatment on the surface, providing a diffusion channel for N atoms, which is beneficial to the increase of nitrogen concentration in the diffusion layer.

Keywords: laser shock peening; plasma nitriding (PN); pre-treatment; nitriding efficiency

收稿日期: 2018-06-26; 修回日期: 2018-10-13

网络出版日期: 2018-11-30 11:01; 网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20181130.1101.004.html>

通信作者: 胡静 (1966—), 女 (汉), 教授, 博士; 研究方向: 金属材料表面改性; E-mail: jinghoo@126.com

基金项目: 国家自然科学基金 (51774052); 江苏省第三期优势学科建设项目 (PAPD-3); 江苏高校品牌专业建设工程资助 (TAPP)

Fund: Supported by National Natural Science Foundation of China (51774052), Priority Academic Program Development of Jiangsu Higher Education Institutions (PAPD-3) and Top-notch Academic Programs Project of Jiangsu Higher Education Institutions (TAPP)

引用格式: 唐磊, 贾蔚菊, 孙斐, 等. 激光冲击催渗快速离子渗氮技术[J]. 中国表面工程, 2018, 31(6): 9-13.

TANG L, JIA W J, SUN F, et al. Rapid plasma nitriding technology catalyzed by laser shock peening[J]. China Surface Engineering, 2018, 31(6): 9-13.

0 引言

离子渗氮 (plasma nitriding, PN) 是一种应用较为广泛的表面改性技术，能够显著提高金属零部件的耐磨性和服役寿命，具有渗氮温度较低、渗层均匀、绿色环保等诸多优点^[1-2]，但渗速低和工艺周期长是制约该技术广泛应用的瓶颈，需要探索和改进相关技术来提高离子渗氮效率。近年来，将喷丸（喷砂）与离子渗氮进行复合的表面处理技术得到了快速发展。工件经过喷丸（喷砂）处理后，表层产生的晶格畸变有利于促进随后离子渗氮中 N 原子的吸附与扩散，从而有效提高了离子渗氮效率^[3-5]。

激光冲击强化 (Laser shock peening, LSP) 是通过强激光诱导的冲击波在金属表层产生塑性变形，使表层位错密度增加，从而产生残余应力，提高工件的硬度和抗疲劳性的新型表面强化技术。与喷丸、超声冲击等表面强化技术相比，激光冲击强化能量大、作用时间短、应变率高，其超高应变率带来的强化效果使表层位错、亚晶界等微观缺陷更多、微变形层更深；其次，激光冲击强化不与材料直接接触，可避免表面损伤，因此表面完整性更好；同时，激光冲击强化可控性更强，通过精准控制激光冲击位置和工艺参数，能够处理其它方法难以强化的复杂部件/部位^[6-9]。

结合已开展的研究，课题组认为，激光冲击处理产生的微结构变化可能十分有利于后续离子渗氮中 N 原子的吸附与扩散，从而达到显著提高离子渗氮效率、缩短工艺周期的效果。为此，文中研究采用激光冲击作为预处理，探索其对离子渗氮效率及相关性能的影响，旨在获得效率显著提升的高效快速离子渗氮新技术。

1 材料与方法

试验材料为调质态 42CrMo 钢，其化学成分（质量分数）为：0.38%~0.43% C, 0.15%~0.35% Si, 0.15%~0.25% Mo, 0.75%~1.0% Mn, 0.8%~1.01% Cr，其余为 Fe；基体硬度为 320 HV_{0.05}。原材料经线切割加工成尺寸为 5 mm×10 mm×10 mm 的方形试样，然后采用 180~2000 号的砂纸逐步进行打磨，再经超声波清洗 15 min 后吹干待用。

激光冲击试验在 Nd: YAG 高功率激光冲击强化装置上完成，该装置由激光器、六关节机械

臂和电脑操作平台构成。具体试验参数为：激光波长 1064 nm，激光能量 5 J，脉冲宽度 15 ns，光斑直径 3 mm，以流动水介质为约束层，以 0.1 mm 厚碳黑胶带为吸收层，光斑搭接率为 50%。[图 1](#) 为激光冲击原理及路径示意图。

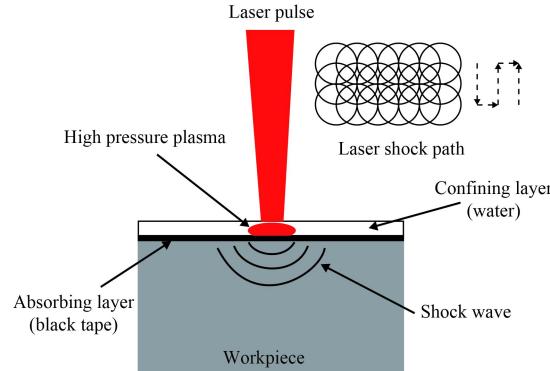


图 1 激光冲击原理及路径示意图

Fig.1 Schematic of mechanism and shock path of LSP

将试样放置在 LD-8CL 型直流等离子体渗氮炉内，进行离子渗氮，主要分如下 2 步：首先通入氢气，对试样表面进行溅射加热和清洁处理；达到设定温度后进行离子渗氮，之后随炉冷却。文中研究选择的离子渗氮工艺参数与课题组之前报道的一致，为 500 °C, 4 h^[10]。

采用 DMI-3000M 型光学显微镜观察试样渗层的组织形貌；TIME®3200 手持式粗糙度仪对激光冲击处理前后的试样分别进行了表面粗糙度测量，取样长度 L 为 0.8 mm，评定长度为 5L，量程为 ±80 μm；JSM-6510 型扫描电镜观察激光冲击处理前后试样的表面形貌；HxD-1000TMC 型显微硬度计用 50 g 载荷和 15 s 保持时间的维氏压头对激光冲击处理前后的试样进行了硬度测量，并测量了渗氮试样的截面硬度，高于基体硬度 50 HV_{0.05} 的层深即为有效扩散层厚度^[11]。

2 结果与分析

2.1 LSP 对表面粗糙度和硬度的影响

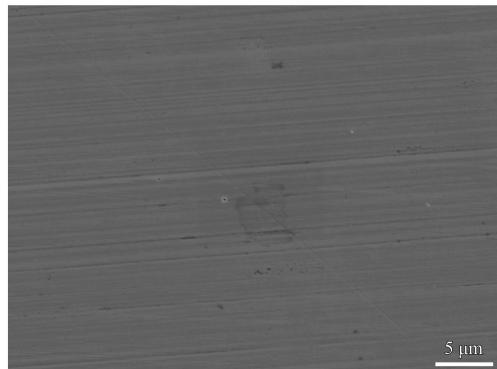
激光冲击处理后试样表面完整性发生变化，表层产生塑性变形，改变了表面微观形貌。[表 1](#) 为不同工艺条件下试样的表面粗糙度，[图 2](#) 为激光冲击处理前后试样的表面形貌。

[表 1](#) 中，Ra 为算术平均偏差，Rq 为轮廓均方根偏差，两者可说明整体粗糙度的变化情况。结

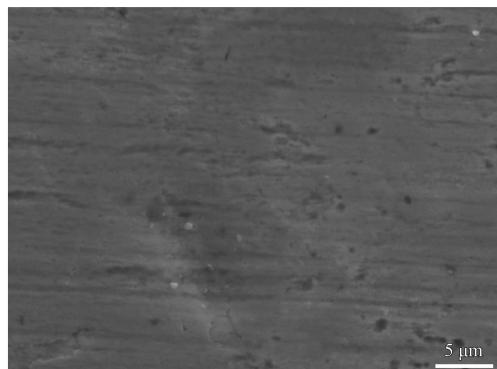
表 1 不同工艺条件下试样的表面粗糙度

Table 1 Surface roughness of the samples under different conditions

Sample	$R_a / \mu\text{m}$	$R_q / \mu\text{m}$
As-received	0.015	0.018
LSP-treated	0.454	0.497
4hPN (without LSP)	0.286	0.342
LSP+4hPN	0.295	0.353



(a) As-received



(b) LSP-treated

图 2 激光冲击处理前后试样的表面形貌

Fig.2 Surface morphologies of as-received and LSP-treated samples

合图 2 表面形貌, 从 R_a 和 R_q 值来看, 激光冲击前试样表面粗糙度仅为 0.015 和 0.018 μm , 表面比较平整; 经过激光冲击处理后试样表面整体粗糙度显著增大, R_a 和 R_q 分别达到 0.454 和 0.497 μm 。表面粗糙度的显著增加可能是因为激光冲击导致的位错滑移、孪晶等微缺陷, 在表面形成非常明显的凹凸微结构, 降低了表面光洁度。

对渗氮之后的表面粗糙度进行分析, 可以看出, 只进行氮化处理的试样粗糙度为 0.286 和 0.342 μm , 而经过激光冲击预处理的氮化试样粗糙度为 0.295 和 0.353 μm , 可见, 在渗氮处理后,

两者得到的粗糙度相差无几, 没有明显差异。经过氮化处理后试样表面粗糙度发生明显变化, 原因是氮化时离子轰击试样表面具有强烈的溅射作用, 对于粗糙度较低的原始试样, 会对试样表面产生蚀刻导致粗糙度增大, 而对于粗糙度较高的激光冲击试样由于溅射作用加上表面形成的均匀渗层, 粗糙度反而稍有下降^[12]。因此, 在离子渗氮前进行激光冲击基本上不影响齿轮产品粗糙度、不会影响工件的寿命及运行状态。

图 3 为激光冲击处理试样及原始试样的截面硬度曲线。从截面硬度曲线可以看出, 与未经激光冲击处理试样相比, 激光冲击试样表层得到强化, 表面硬度明显提高, 比基体提高约 90 HV_{0.05}; 同时, 厚度约 200 μm 区域内硬度都不同程度高于基体, 说明激光冲击处理使表层约 200 μm 深度范围产生了塑性变形, 且越靠近表面, 塑性变形程度越大, 位错密度越高, 因而显微硬度越高; 随着距表面距离增加, 显微硬度缓慢降低, 超过变形层区域后硬度下降为基体硬度。

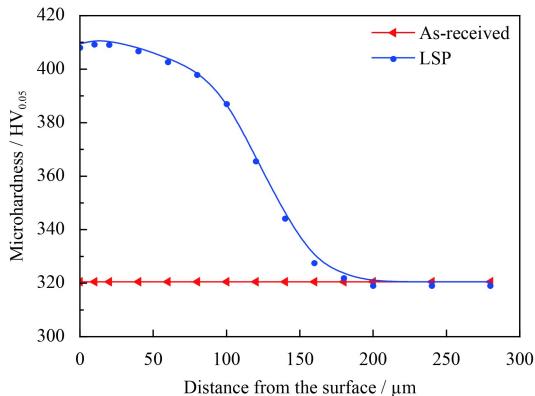


图 3 激光冲击处理及原始试样的截面硬度曲线

Fig.3 Microhardness profile of as-received and LSP-treated samples

2.2 LSP 对离子渗氮显微组织和渗氮层厚度影响

图 4 为不同工艺处理后试样的截面显微组织, 图中标注了对应的化合物层厚度。在相同渗氮工艺条件下, 传统离子渗氮得到的化合物层厚度仅为 6.25 μm ; 经激光冲击预处理后试样渗层厚度显著增加, 化合物层达到 13.04 μm , 即相同离子渗氮工艺条件下, 激光冲击预处理后渗氮得到的化合物层厚度提高了 2 倍左右。由此表明, 激光冲击预处理能显著提高离子渗氮效率, 获得更深的渗氮层。

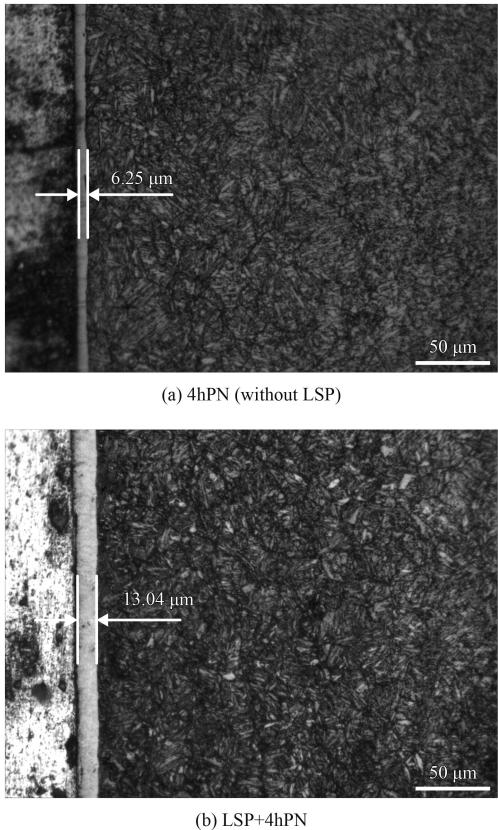


图4 不同工艺处理后的截面显微组织

Fig.4 Cross-sectional microstructure of PN-treated samples with and without LSP

2.3 渗层硬度及有效扩散层厚度分析

图5为不同工艺处理后试样的截面硬度曲线，图中标注了对应的有效扩散层厚度。激光冲击后渗氮处理，试样表层硬度得到显著提高，从传统离子渗氮的 $520 \text{ HV}_{0.05}$ 提高到 $652 \text{ HV}_{0.05}$ ，提高约25%，并且有效扩散层厚度达到 $230 \mu\text{m}$ ，远远高于传统离子渗氮的有效扩散层，提高了将近

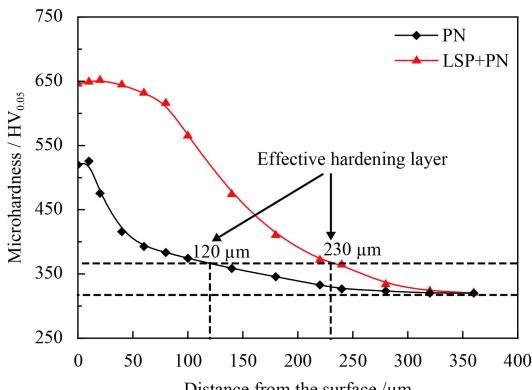


图5 不同工艺处理后试样的截面显微硬度曲线

Fig.5 Microhardness profile of PN-treated samples with and without LSP

2倍。同时，值得引起关注的是，激光冲击预处理使截面硬度梯度明显平缓，说明激光冲击后表面粗糙度提高，有利于N原子吸附，同时产生的变形层对N原子的扩散有显著的促进作用，从而使塑性变形区域内都具有较高的N浓度，即N原子浓度降低较为缓慢，对应截面硬度下降平缓。

3 分析与讨论

激光冲击处理采用高功率密度、短脉冲的激光通过透明约束层作用于试样表面涂覆的吸收保护涂层上，保护涂层吸收激光能量，诱导产生高强度的等离子体运动波，作用于试样表面。当轰击应力超过金属的屈服强度时，将在试样表面形成微凹坑及高硬度塑性变形层，凹坑区域内表面粗糙度增加，变形层内位错密度增加，是实现快速渗氮的条件^[12]。喷丸(喷砂)是渗氮预处理最常用的表面强化技术，与喷丸(喷砂)相比，激光冲击强化能量大、作用时间短、应变率高，其超高应变率带来的强化效果使表层位错、亚晶界等微观缺陷更多、微变形层更深，提供的氮原子扩散通道更多，更有利于氮原子向基体内扩散，由此对离子渗氮形成更佳的催渗条件。在钟厉^[3]、范航京^[12]、汪新衡^[13]、陈玉华^[14]等人的研究中，喷丸作为渗氮预处理有效提高了渗氮效率，使得渗层厚度分别增加了43%、46%、66%和69%，可以看出，喷丸对渗层的增厚效果在40%~70%。

而上述结果表明，在相同离子渗氮工艺条件下，激光冲击预处理后试样渗层厚度显著增加，能达到93%，化合物层和有效扩散层厚度比传统离子渗氮提高约2倍左右，则激光冲击催渗效果更佳。同时，激光冲击后渗氮处理，试样表层硬度从传统离子渗氮的 $520 \text{ HV}_{0.05}$ 增至 $652 \text{ HV}_{0.05}$ ，提高约25%。尤其是激光冲击预处理使截面硬度梯度下降平缓，可提升渗层与基体结合力。

激光冲击预处理对离子渗氮具有的显著催渗作用，源于以下主要原因：①激光冲击使表面粗糙度提高，因而表面自由能增加，有利于N原子吸附和氮化层形成^[15-16]。②激光冲击产生的变形层内位错密度增多，N原子沿亚晶界及位错等缺陷进行扩散的激活能比体扩散激活能低^[14-17]，因而有利于N原子向基体内快速扩散，从而使变形层内都具有较高的N浓度，达到了N原子浓度平缓降低的有益效果，由此实现了截面硬度下降平缓。

4 结 论

(1) 激光冲击使试样表面粗糙度提高, 从0.015增大到 $0.454\text{ }\mu\text{m}$, 有利于N原子吸附和氮化物形成。

(2) 激光冲击处理后表层产生厚约 $200\text{ }\mu\text{m}$ 的变形层, 变形层有利于N原子向内扩散。

(3) 激光冲击对于离子渗氮具有显著的催渗效果。相同离子渗氮条件下, 化合物层厚度和有效扩散层厚度都提高到传统离子渗氮的2倍左右。

(4) 激光冲击预处理可显著提高试样表面硬度, 平缓截面硬度的下降趋势。

参考文献

- [1] BELL T, SUN Y, SUHADI A. Environmental and technical aspects of plasma nitrocarburising[J]. *Vacuum*, 2000, 59(1): 14-23.
- [2] LIU H, LI J C, CHAI Y T, et al. Kinetics and enhancement mechanism of plasma oxynitriding for AISI 1045 steel[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2016, 302: 22-26.
- [3] 钟厉, 杨再强, 韩西. 喷砂预处理与离子氮碳氧硫复合工艺[J]. *金属热处理*, 2013, 38(2): 112-115.
ZHONG L, YANG Z Q, HAN X. Complex process of shot-blasting pretreatment and plasma oxysulpho-nitrocarburizing[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2013, 38(2): 112-115 (in Chinese).
- [4] 周潘兵, 周浪, 万立皓, 等. 预喷丸对H13钢气体渗氮行为的影响[J]. *金属热处理*, 2006, 31(2): 34-37.
ZHOU P B, ZHOU L, WAN L H, et al. Effects of pre-shot-peening on gaseous nitriding of H13 steel[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2006, 31(2): 34-37 (in Chinese).
- [5] 王仁智. 金属材料的喷丸强化原理及其强化机理综述[J]. *中国表面工程*, 2012, 25(6): 1-9.
WANG R Z. Overview on the shot peening principle and its strengthening mechanisms for metallic materials[J]. *China Surface Engineering*, 2012, 25(6): 1-9 (in Chinese).
- [6] 张兴权, 何广德, 汪世益, 等. 激光喷丸强化对调质40Cr钢组织及耐磨性的影响[J]. *材料热处理学报*, 2011, 32(5): 138-142.
ZHANG X Q, HE G D, WANG S Y, et al. Effect of laser shot peening on microstructure and wear resistance of quenched and tempered 40Cr steel[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2011, 32(5): 138-142 (in Chinese).
- [7] 朱有利, 王燕礼, 边飞龙, 等. 金属材料超声表面强化技术的研究与应用进展[J]. *机械工程学报*, 2014, 50(20): 35-45.
- [8] MANFRIDINI A P A, GODOY C, WILSON A B, et al. Surface hardening of IF steel by plasma nitriding: Effect of a shot peening pre-treatment[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2014, 260: 168-178.
- [9] JIA W J, HONG Q, ZHAO H Z, et al. Effect of laser shock peening on the mechanical properties of a near- α titanium alloy [J]. *Materials Science & Engineering: A*, 2014, 606: 354-359.
- [10] LI J C, YANG X M, WANG S K, et al. A rapid D. C. plasma nitriding technology catalyzed by pre-oxidation for AISI4140 steel[J]. *Materials Letters*, 2014, 116(2): 199-202.
- [11] PODGORNIK B, VIZINTIN J, LESKOVSEK V. Wear properties of induction hardened, conventional plasma nitrided and pulse plasma nitrided AISI 4140 steel in dry sliding conditions[J]. *Wear*, 1999, 232: 231-242.
- [12] 范航京, 梁益龙, 邹雄, 等. 42CrMo钢等离子氮化和水射流喷丸复合处理[J]. *中国表面工程*, 2016, 29(6): 23-29.
FAN H J, LIANG Y L, ZOU X, et al. Composite treatment of water jet shot peening combined with plasma nitriding on 42CrMo steel[J]. *China Surface Engineering*, 2016, 29(6): 23-29 (in Chinese).
- [13] 汪新衡, 李淑英, 匡建新. 强力喷丸对4Cr5MoSiV1钢离子渗氮的影响[J]. *热加工工艺*, 2010, 39(22): 182-184.
WANG X H, LI S Y, KUANG J X. Influence of powerful shot-peening on plasma nitriding of 4Cr5MoSiV1 steel[J]. *Hot Working Technology*, 2010, 39(22): 182-184 (in Chinese).
- [14] 陈玉华, 吴晓春, 汪宏斌. 喷丸对H13钢等离子渗氮处理的影响[J]. *金属热处理*, 2008, 33(6): 47-49.
CHEN Y H, WU X C, WANG H B. Influence of shot-peening on plasma nitriding of H13 steel[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2008, 33(6): 47-49 (in Chinese).
- [15] UNAL O, MALEKI E, VAROL R. Effect of severe shot peening and ultra-low temperature plasma nitriding on Ti-6Al-4V alloy[J]. *Vacuum*, 2018, 150: 69-78.
- [16] EI-HOSSARY F M. The influence of surface microcracks and temperature gradients on the rf plasma nitriding rate[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2002, 150: 278-281.
- [17] HASSANI-GANGARAJ S M, MORIDI A, GUAGLIANO M, et al. The effect of nitriding, severe shot peening and their combination on the fatigue behavior and micro-structure of a low-alloy steel[J]. *International Journal of Fatigue*, 2014, 62(2): 67-76.