强流脉冲电子束表面改性 1.2344 钢的显微组织和性能

宋小放[1,2]，周志明[1,2]，王祥[1,2]，范红山[1,3]，张宝亮[1,3]

（1. 重庆理工大学 材料科学与工程学院，重庆 400054；2. 重庆市模具工程技术研究中心，重庆 400054；
3. 重庆建设工业集团有限责任公司，重庆 400054）

摘 要：目的 在 1.2344 钢表面获得一层硬度较高的强化层。**方法** 利用强流脉冲电子束技术，在相同的加速电压下，采用不同的脉冲次数对 1.2344 钢表面进行改性处理，研究处理前后样品的表层显微组织和性能变化规律。**结果** 经强流脉冲电子束处理后，试样表面形成了形状各异、大小不一、分布不均的熔坑，并且随着脉冲次数的增加，熔坑数量逐渐减少，熔坑的直径变大。当脉冲次数大于 50 次时，试样表面出现奥氏体相，表面显微硬度提高了 14.5%。**结论** 强流脉冲电子束处理可使试样表层的晶粒变小，晶粒细化和表面宏观残余应力的共同作用促使试样显微硬度增加。

关键词： 1.2344 钢；强流脉冲电子束；表面改性；硬度

中图分类号： TG156.9 **文献标识码：** A **文章编号：** 1001-3660(2014)06-0075-04

Microstructure and Properties of 1.2344 Steel Modified by High-current Pulsed Electron Beam

SONG Xiao-fang[1,2], *ZHOU Zhi-ming*[1,2], *WANG Xiang*[1,2], *FAN Hong-shan*[1,3], *ZHANG Bao-liang*[1,3]

(1. School of Material Science and Engineering, Chongqing University of Technology, Chongqing 400054, China;
2. Chongqing Research Center for Mould Engineering Technology, Chongqing 400054, China;
3. Chongqing Jianshe Industrustry Co. Ltd, Chongqing 400054, China)

ABSTRACT: Objective To obtain a strengthened layer with high hardness on the surface of 1.2344 steel. **Methods** 1.2344 steel was irradiated with uniform accelerating voltage and different pulses using high-current pulsed eletron beam. The variation rules of surface microstructure and performance of the sample before and after modification were studied. **Results** It turned out that the surface of the samples formed some crater-like defects which had different shapes, sizes and nonuniform distruction after irradiation by HCPEB. The number of crater-like defects was decreased and the diameter was increased with the increasing irradiating pulse. Austenite appeared on the surface of the irradiated samples, and the surface microhardness was increased by nearly 14.5% when the pulse frequency exceeded 50. **Conclusion** After processing with high-current pulsed electron beam, the size of the grain was re-

收稿日期： 2014-07-18；**修订日期：** 2014-08-25

Received: 2014-07-18; **Revised**: 2014-08-25

基金项目： 国家自然科学基金(51101177,51171146,51171216)；重庆市自然科学基金(cstc2012jjA245,cstc2014yykfB0187)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51101177, 51171146, 51171216) and the Natural Science Foundation of Chongqing City (cstc2012jjA245, cstc2014yykfB0187)

作者简介： 宋小放(1989—)，男，重庆人，硕士研究生，主要研究材料精密成形。

Biography: SONG Xiao-fang(1989—), Male, from Chongqing, Master student, Research focus: material precision forming.

通讯作者： 周志明(1976—)，男，湖南人，博士，教授，主要从事材料精密成形及材料表面工程方面的研究。

Corresponding author: ZHOU Zhi-ming(1976—), Male, from Hunan, Ph. D., Professor, Research focus: material precision forming & material surface engineering.

duced in the surface layer of the sample. The microhardness of the specimen was increased due to the grain refinement and the generation of macroscopic residual stress.

KEY WORDS: 1.2344 steel; high current pulsed electron beam; surface modification; hardness

1.2344 钢具有较高的韧性、耐冷热疲劳性能以及良好的综合力学性能,作为模具钢广泛应用于工业中。模具在服役过程中,往往会从表面或亚表层开始发生磨损、开裂等失效,进而使用寿命大大降低[1]。传统的表面化学热处理工艺(渗碳、渗氮)等表面改性技术在质量改善、工作条件、环境污染、生产效率、成本和可控性等方面存在明显不足[2—3]。强流脉冲电子束(HCPEB)技术是一种新型高能束技术,具有清洁环保、能量利用率高、工件变形小和处理方式灵活等特点,近年来在材料表面改性领域得到越来越多的关注和研究[4—7]。

强流脉冲电子束具有极高的能量密度,在高真空条件下对材料表面进行脉冲处理,能于极短时间内在材料表面凝聚很高的能量,使材料表面发生极快的加热、熔化,形成极大的温度梯度,引发热应力耦合作用。脉冲停止时,通过向基体内部传热,材料表面实现快速凝固(10^9 K/s),从而表层晶粒细化,形成亚稳态的组织与相结构。在不同的脉冲条件下,材料表面状态的变化情况也不尽相同[4,6,8—11]。同时,由于电子束轰击材料表面时产生的相互作用,材料表层(数微米)甚至更深层(数百微米)的范围内会产生冲击动量,形成一系列复杂的冲击波、应力波等物理现象,从而表面的硬度、强度、耐蚀性和耐磨性增强[8,12—13]。文中采用强流脉冲电子束对 1.2344 钢表面进行改性处理,主要研究材料表层和截面的显微组织、相结构及表面硬度变化规律,以期对工业应用研究提供参考。

1 实验

1.2344 钢的成分见表 1。将实验材料切割成尺寸为 15 mm×15 mm×4 mm 的试样,打磨抛光后放入强流脉冲电子束(HCPEB)设备中进行表面改性处理,加速电压为 30 keV,脉冲次数分别是 1, 10, 25, 50,75,100 次。采用 JSM-6460LV 扫描电子显微镜、金相显微镜、X 射线衍射仪、HVS-1000 显微硬度计等分别对试样脉冲前后的显微组织形貌、相组成及显微硬度变化情况进行测试。

表 1 1.2344 钢的化学成分

Tab.1 Chemical composition of 1.2344 steel

元素	C	Si	Mn	Cr
质量分数/%	0.38 ~ 0.42	0.8 ~ 1.2	0.3 ~ 0.5	4.8 ~ 5.5
元素	Mo	V	S	P
质量分数/%	1.2 ~ 1.5	0.9 ~ 1.1	<0.002	<0.015

2 结果与讨论

2.1 组织形貌分析

2.1.1 表面形貌

1.2344 钢经过淬火回火后的显微组织如图 1 所示,可见其主要由回火马氏体和碳化物组成,分布于基体上的白色点状物为碳化物颗粒。

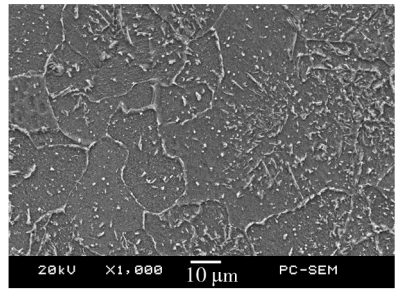


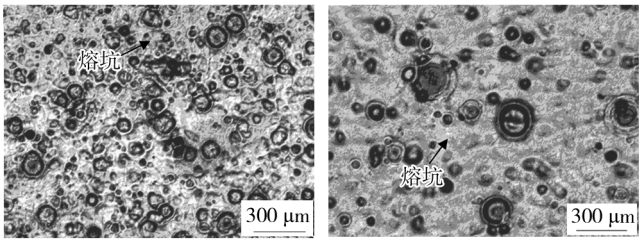
图 1 1.2344 钢原始组织照片

Fig. 1 Metallographic image of initial structure of 1.2344 steel

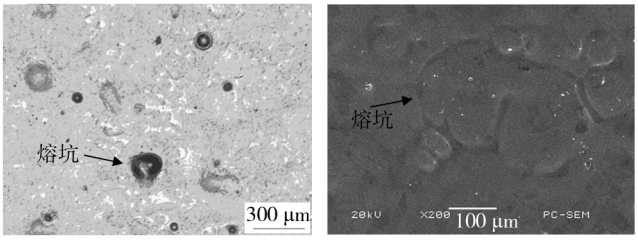
脉冲次数分别为 1,25,50 次的试样表面光学显微组织见图 2。可以看到,经过脉冲处理后,钢的表面产生了形状各异、大小不一的“熔坑”。如图 2a 所示,1 次脉冲处理后的试样表面熔坑较多且尺寸较小,各熔坑的轮廓清晰可见。如图 2b,c 所示,随着脉冲次数的增加,熔坑的直径变大,数量减少,且试样表面逐渐变得光滑。25 次脉冲处理后的显微组织如图 2d 所示,可以看到许多大的熔坑周围分布着小熔坑。

根据前人研究[4,6,8],熔坑的形成主要有以下两方面原因:

1) 入射电子束在材料内的能量沉积。材料密度和入射电子束的加速电压共同决定了电子束在材料内的射程,在其射程内,电子束的大部分能量会转变成热能由表及里地逐渐沉积在材料中,并且能量沉积会呈现出非线性分布,故获得能量最高的位置出现在



a 1次脉冲　　b 25次脉冲



c 50次脉冲　　d 25次脉冲(SEM)

图 2　HCPEB 处理后试样的表面显微形貌

Fig. 2 Surface microstructure of 1.2344 steel after HCPEB treatment

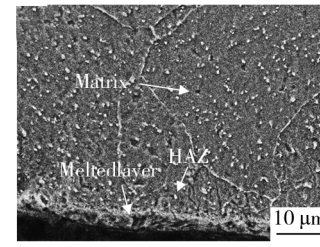
材料的亚表层而非表面,所以首先被加热熔化的位置是试样的亚表层。

2) 材料内部微观组织的熔点差异。在试样的亚表层内存在着碳化物、晶界和各种晶体学缺陷,与周围基体相比,它们的熔点更低,所以在相同的加热温度下,这些碳化物、晶界和晶体学缺陷会率先达到各自的熔点,进而熔化形成液滴。液滴的形成使得该区域体积不断膨胀,当液滴周围基体的约束力不能制约液滴的膨胀时,液滴便从试样亚表层喷发出来,随后又以极快的速度(10^8 ~ 10^9 K/s)冷却,使喷发后产生的坑状结构保留原来的形貌而被保存下来。

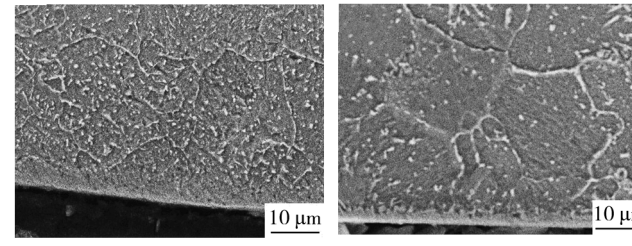
因此,随着脉冲次数的增加,亚表层碳化物等熔坑形成点的不断减少,试样表面的熔坑数量减少。与此同时,经过多次脉冲处理后,一方面熔坑间的轮廓被不断熔化和凝固,使尺寸较小的熔坑逐渐组成尺寸较大的熔坑;另一方面,试样温度不断增加,冷却和凝固速度变慢,熔坑变大。

2.1.2　截面形貌

脉冲次数分别为 1,25,50 次的试样截面显微形貌见图 3 。可以看出,试样表面到基体出现了分层现象,分为重熔层(Melted layer)、热影响区(HAZ)和基体(Matrix)。当电子束轰击试样表面时,电子束脉冲的能量在极短的时间内转变为热能,使试样表面被加热熔化;随后又以极快的速度(10^8 ~ 10^9 K/s)冷却,晶粒的长大和第二相的析出都受到抑制,晶粒得以细化,因此在试样表面出现了 2.5 ~ 5 μm 厚的重熔层。随着脉冲次数的增加,重熔层厚度有一定程度的增加。这是脉冲次数增加,脉冲能量不断增强的结果。



a 1次脉冲



b 25次脉冲　　c 50次脉冲

图 3　HCPEB 处理后试样的截面显微形貌

Fig. 3 Cross-sectional microstructure of 1.2344 steel after HCPEB treatment

2.2　相结构

强流脉冲电子束处理 1.2344 钢表层的相结构变化见图 4。可以看出,原始试样主要含有回火马氏体 α-Fe 相。当脉冲次数为 50 时,试样中开始出现奥氏体 γ-Fe 相。随着脉冲次数的增加,α-Fe 相的含量减少,γ-Fe 相的含量增加。当脉冲次数达到 100 次时,奥氏体 γ-Fe 相的含量达到最高。奥氏体的出现是由于极快速的加热使 α-Fe 相转变为奥氏体 γ-Fe 相,在随后极快速的冷却过程中,高温态的奥氏体 γ-Fe 相被保留下来。此外,由于强流脉冲电子束处理后,试样表面产生了宏观残余应力,导致 α-Fe 相的衍射峰发生了偏移[14]。

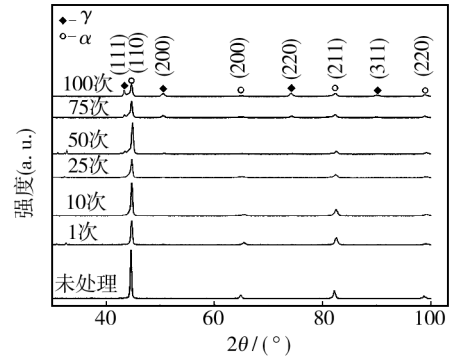


图 4　HCPEB 处理前后 1.2344 钢的 XRD 图

Fig. 4 XRD patterns of 1.2344 steel before and after HCPBE treatment

2.3 显微硬度

HCPEB 处理前后的 1.2344 钢表面显微硬度如图 5 所示。1 次脉冲处理后,试样表面重熔不明显,显微硬度增加较小。10 次脉冲处理后,试样表面出现了明显的重熔层,表面硬度迅速增加。25 次脉冲处理后,试样显微硬度从原始的 214HV 增加到 245HV。当脉冲次数继续增加时,试样表面显微硬度逐渐趋于平稳,这主要是由于经过多次脉冲处理后,表面重熔层的厚度增加并不明显。试样表面显微硬度的提高是经 HCPEB 处理后表层晶粒细化及表面宏观残余应力共同作用的结果[15]。

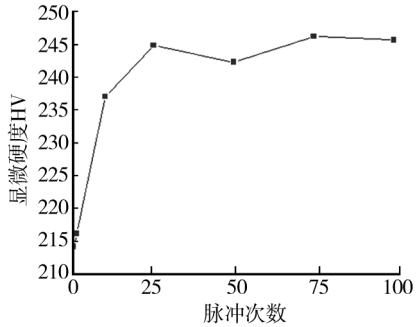


图 5 HCPEB 处理前后 1.2344 钢的表面显微硬度

Fig. 5 Surface microhardness of 1.2344 steel before and after HCPEB treatment

3 结论

1) 强流脉冲电子束处理 1.2344 钢,能使其表面产生熔坑,随着脉冲次数的增加,熔坑数量减少,熔坑直径变大。

2) 1.2344 钢经强流脉冲电子束处理后,由于极快的加热和冷却作用,表面重熔层的晶粒来不及长大,故表层晶粒得以细化。

3) 强流脉冲电子束轰击 1.2344 钢表面可使试样表面发生相变。当脉冲次数大于 50 次时,试样表面开始产生奥氏体,并且奥氏体相随着脉冲次数的增加而增多。

4) 强流脉冲电子束处理 1.2344 钢可使试样表面硬度得到提高。

参考文献

[1] 周永权,赵洋,王璞. 表面强化技术的研究及其应用[J]. 机械管理开发,2010,25(5):104—105.
ZHOU Yong-quan, ZHAO Yang, WANG Pu. Research and Application of Surface Strengthening Technology[J]. Mechanical Management and Development, 2010, 25(5): 104—105.

[2] 樊东黎. 中国热处理的过去、现状和未来[J]. 热处理,2004,19(3):1—11.
FAN Dong-li. China's Heat Treatment in the Past, at the Present and in the Future[J]. Heat Treatment, 2004, 19(3):1—11.

[3] 李茂山,赵宝荣,吴光英,等. 我国热处理的现状及发展方向[J]. 兵器材料科学与工程,1999,22(2):48—55.
LI Mao-shan, ZHAO Bao-rong, WU Guang-ying, et al. Heat-treatment Situation and Development of China[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 1999, 22(2): 48—55.

[4] 郝胜智,吴平生,张向东,等. 强流脉冲电子束表面处理[J]. 金属热处理,2008,33(1):77—81.
HAO Sheng-zhi, WU Ping-sheng, ZHANG Xiang-dong, et al. Surface Modification by High Current Pulsed Electron Beam[J]. Heat Treatment of Metals, 2008, 33(1): 77—81.

[5] 李刚,况军,相珺,等. AZ31 镁合金强流脉冲电子束表面改性研究[J]. 材料保护,2009,42(2):49—51.
LI Gang, KUANG Jun, XIANG Jun, et al. Surface Modification of AZ31 Magnesium Alloy by High Current Pulsed Electron Beam[J]. Material Protection, 2009, 42(2): 49—51.

[6] PROSKUROVSKY D I, ROTSHTEIN V P, OZUR G E, et al. Pulsed Electron-beam Technology for Surface Modification of Metallic Materials[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A, 1998, 16(4): 2480—2488.

[7] STIPPICH F, VERA E, WOLF G K, et al. Enhanced Corrosion Protection of Magnesium Oxide Coatings on Magnesium Deposited by Ion Beam-assisted Evaporation[J]. Surface and Coatings Technology, 1998, 103: 29—35.

[8] PROSKUROVSKY D I, ROTSHTEIN V P, OZUR G E, et al. Physical Foundations for Surface Treatment of Materials with Low Energy, High Current Electron Beams[J]. Surface and Coatings Technology, 2000, 125(1): 49—56.

[9] 赵铁钧,田小梅,高波,等. 电子束表面处理的研究进展[J]. 材料导报,2009,23(5):89—91.
ZHAO Tie-jun, TIAN Xiao-mei, GAO Bo, et al. Research Development of Electron Beam Surface Treatment[J]. Materials Review, 2009, 23(5): 89—91.

[10] OZUR G E, PROSKUROVSKY D I, ROTSHTEIN V P, et al. Production and Application of Low-energy, High-current Electron Beams[J]. Laser and Particle Beams, 2003, 21(2): 157—174.

[11] 陈元芳,胡建军,许洪斌,等. 强流脉冲电子束处理下 40Cr 的摩擦磨损性能研究[J]. 材料导报,2009,23(24):60—62.

(下转第 83 页)

mospheric Corrosion of Aerospace Aluminum Alloys[J]. Equipment Environmental Engineering,2013,10(3):26—30.

[3] YU H,CHEN B,WU H,et al. Improved Electrochemical Performance of Trivalent-chrome Coating on Al 6063 Alloy Via Urea and Thiourea Addition[J]. Electrochimica Acta,2008,54(2):720—726.

[4] 张军军,李文芳,杜军. 铝合金表面铈锰化学转化[J]. 材料保护,2012,45(6):39—42.
ZHANG Jun-jun,LI Wen-fang,DU Jun. Preparation of Ce-Mn Composite Conversion Coatings on Aluminum Alloy[J]. Materials Protection,2012,45(6):39—42.

[5] 李红玲,刘双枝. 金属表面无铬替代处理技术的研究进展[J]. 表面技术,2013,42(2):112—115.
LI Hong-ling,LIU Shuang-zhi. Research Progress of Non-chrome Alternative Technology on Metal Surface Treatment [J]. Surface Technology,2013,42(2):112—115.

[6] 王秋景,唐耀胜. 弱碱性介质中钼酸盐系缓蚀剂的研制[J]. 电镀与涂饰,2002,24(6):22—26.
WANG Qiu-jing,TANG Yao-sheng. Development of Molybdate System Corrosion Inhibitor in Weak Alkaline Medium [J]. Plating and Finishing,2002,24(6):22—26.

[7] 易俊兰,吴松林,刘明辉,等. 前处理对化学转化处理铝锂合金耐蚀性的影响[J]. 表面技术,2013,42(1):42—45.
YI Jun-lan,WU Song-lin,LIU Ming-hui,et al. Influence of Pretreatment on Corrosion Resistance of Chromate Conversion Coated Aluminum-Lithium Alloy[J]. Surface Technology,2013,42(1):42—45.

[8] 严伟强,杨文忠. 3A21 型铝合金高效复合型表面处理液的工艺研究[J]. 表面技术,2014,43(1):109—113.
YAN Wei-qiang,YANG Wen-zhong. Study of Efficient Compound Surface Pretreatment on 3A21 Aluminum Alloy[J]. Surface Technology,2014,43(1):109—113.

[9] 侯建明. Cl^-作为促进剂的铝合金 Ce-Mn 转化膜制备工艺及性能研究[D]. 广州:华南理工大学,2012.
HOU Jian-ming. Preparation and Characterization of Ce-Mn Conversion Coating on Aluminum Alloy with Cl^- as Promoting Agents [D]. Guangzhou: South China University of Technology,2012.

[10] 张军军,李文芳,杜军. 常温时添加剂对 Ce-Mn 转化膜的影响[J]. 华南理工大学学报(自然科学版),2010,38(4):76—81.
ZHANG Jun-jun,LI Wen-fang,DU Jun. Influence of Additives on Ce-Mn Conversion Coating at Room Temperature [J]. Journal of South China University of Technology(Natural Science Edition),2010,38(4):76—81.

[11] 路长青. 钼酸盐的缓蚀机理[J]. 材料保护,1996,29(10):21—23.
LU Chang-qing. Inhibition Mechanism of Molybdate [J]. Materials Protection,1996,29(10):21—23.

[12] 王成,江峰,林海潮. LY12 铝合金钼酸盐转化膜研究[J]. 稀有金属材料与工程,2003,32(2):130—133.
WANG Cheng,JIANG Feng,LIN Hai-chao. Research of Molybdate Composite Conversion Coatings on LY12 Aluminum Alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering,2003,32(2):130—133.

[13] HUGHES A E. XPS and SEM Characterization of Hydrated Cerium Oxide Conversion Coating[J]. Surface and Interface Analysis,1995,23(7/8):540—550.

[14] HUGHES A E,GORMAN J D,MILLER P R,et al. Development of Cerium-based Conversion Coatings on 2024-T3 Al Alloy after Rare Earth Desmutting[J]. Surface and Interface Analysis,2004,36(4):290—303.

[15] NORDLIEN J H,WALMSLEY J C,ØSTERBERG H,et al. Formation of a Zirconium-Titanium Based Conversion Layer on AA 6060 Aluminum[J]. Surface and Coatings Technology,2002,153(1):72—78.

(上接第 78 页)

CHEN Yuan-fang,HU Jian-jun,XU Hong-bin,et al. Friction and Wear Properties of 40Cr with HCPEB Surface Treatment[J]. Materials Review,2009,23(24):60—62.

[12] 关庆丰,安春香,秦颖,等. 强流脉冲电子束应力诱发的微观结构[J]. 物理学报,2005,54(8):3927—3933.
GUAN Qing-feng,AN Chun-xiang,QIN Ying,et al. Microstructure Induced by Stress Generated by High-current Pulsed Electron Beam[J]. Acta Physica Sinica,2005,54(8):3927—3933.

[13] SHULOV V A,NOCHOVNAYA N A,REMNEV G E,et al. High-power Ion Beam Treatment Application for Properties Modification of Refractory Alloys[J]. Surface and Coatings Technology,1998,99(1):74—81.

[14] 梅显秀,马腾才,王秀敏,等. 强流脉冲离子束辐照 W6Mo5Cr4V2 高速钢表面改性研究[J]. 金属学报,2003,39(9):926—931.
MEI Xian-xiu,MA Teng-cai,WANG Xiu-min,et al. Surface Modification of W6Mo5Cr4V2 High-speed Steel by High-intensity Pulsed Ion Beam [J]. Acta Metallurgica Sinica,2003,39(9):926—931.

[15] 李生志,李玉海,许婷婷. 高速钢 M2 强流脉冲电子束表面改性研究[J]. 表面技术,2009,38(6):24—26,59.
LI Sheng-zhi,LI Yu-hai,XU Ting-ting. Surface Modification of High-speed Steel M2 by HCPEB[J]. Surface Technology,2009,38(6):24—26,59.