表面失效及防护

脉冲激光辐照对 316L 不锈钢重位点阵晶界的影响

曲晓健[1]，杨占兵[1]，杨苏冰[2]
（1.北京科技大学 冶金与生态工程学院，北京 100083；2.北海道大学，日本 札幌 060-8628）

摘 要：目的 提高 316L 不锈钢的重位点阵晶界比例，减少随机晶界的比例，改善材料的抗晶间腐蚀性能。**方法** 选择合适的辐照温度，利用 Nd:YAG 激光器对 SUS316L 奥氏体不锈钢表面进行飞秒和纳秒激光辐照。通过电子背散射衍射技术分析辐照样品的晶界特征分布，研究不同激光辐照条件对试样晶界的影响。此外，在透射电镜下，观察脉冲激光辐照样品中的晶体缺陷和 $\Sigma 3$ 晶界。**结果** 相比于未辐照试样，723 K 下飞秒激光辐照使试样的 $\Sigma 3$ 晶界比例增加 2.88%，R 晶界比例减少 4.24%；723 K 下纳秒激光辐照使试样的 $\Sigma 3$ 晶界比例增加 10.78%，R 晶界比例减少 9.97%；773 K 下纳秒激光辐照使试样的 $\Sigma 3$ 晶界比例增加 12.52%，R 晶界比例减少 10.68%。在透射电镜下观察到，773 K 下脉冲激光辐照试样中存在大量的堆垛层错四面体，但在孪晶形核的"台阶"内部没有发现该类缺陷。**结论** 重位点阵晶界比例的变化主要与晶界迁移和孪晶形成有关，其中脉冲激光辐照产生的能量为试样趋肤层的晶界迁移提供有利的条件，而辐照引起的晶体缺陷会促进晶界迁移过程中孪晶的形核和生长。

关键词：脉冲激光辐照；晶界迁移；孪晶；$\Sigma 3$ 晶界；层错四面体；晶界特征分布
中图分类号：TG178 **文献标识码：**A **文章编号：**1001-3660(2019)05-0201-08
DOI：10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2019.05.030

Effect of Pulsed Laser Irradiation on the Coincidence Site Lattice Grain Boundary of 316L Stainless Steel

QU Xiao-jian[1], YANG Zhan-bing[1], YANG Su-bing[2]
(1.School of Metallurgical and Ecological Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China;
2.Hokkaido University, Sapporo 060-8628, Japan)

ABSTRACT: The work aims to improve the intergranular corrosion resistance by increasing the proportion of coincidence site lattice (CSL) grain boundaries and reducing the proportion of random grain boundaries in 316L stainless steel. The surface of SUS316L austenitic stainless steel was irradiated by femtosecond and nanosecond laser with Nd:YAG laser at suitable temperature. The grain boundary character distributions of irradiated samples were analyzed by electron backscatter diffraction (EBSD) to study the effect of different laser irradiation conditions on the grain boundary. In addition, the crystal defects and $\Sigma 3$ grain boundaries in the pulsed laser irradiation sample were observed under a transmission electron microscope (TEM). Compared with non-irradiated specimens, the proportion of the $\Sigma 3$ grain boundary of specimens under femtosecond laser irradiation at 723 K increased by 2.88% and random grain boundary decreased by 4.24%; Compared with non-irradiated specimens, the propor-

收稿日期：2018-09-29；修订日期：2018-12-17
Received：2018-09-29；**Revised：**2018-12-17
基金项目：国家自然科学基金资助项目（51471027）
Fund：Supported by the National Natural Science Foundation of China (51471027)
作者简介：曲晓健（1995—），男，硕士研究生，主要研究方向为晶界工程。
Biography：QU Xiao-jian (1995—), Male, Master, Research focus: grain boundary engineering.
通讯作者：杨占兵（1977—），男，博士，副教授，主要研究方向为材料的辐照损伤。邮箱：yangzhanbing@ustb.edu.cn
Corresponding author：YANG Zhan-bing (1977—), Male, Doctor, Associate professor, Research focus: the irradiation damage of materials. E-mail: lyangzhanbing@ustb.edu.cn

tion of the $\Sigma3$ grain boundary of specimens under nanosecond laser irradiation at 723 K increased by 10.78% and random grain boundary decreased by 9.97%; The proportion of the $\Sigma3$ grain boundary of specimens under nanosecond laser irradiation at 773 K increased by 12.52% and random grain boundary decreased by 10.68%. TEM images showed that there were a large number of stacking fault tetrahedrons in the pulsed laser irradiated sample at 773 K, but few such defects were found in the "step" of twin nucleation. The change of CSL grain boundary ratio is mainly related to grain boundary migration and twin formation, in which the energy generated by the pulse laser irradiation provides favorable conditions for the grain boundary migration in the skin layer of specimens, and the crystal defects caused by pulsed laser irradiation might promote the nucleation and growth of twins during grain boundary migration.

KEY WORDS: pulsed laser irradiation; grain boundary migration; twin; $\Sigma3$ grain boundary; stacking fault tetrahedron; grain boundary character distribution

316L 奥氏体不锈钢具有优异的耐腐蚀性、耐热性、焊接性和良好的机械性能，因此常作为结构材料应用于核能、电力和化工等产业领域。然而在核电站各类型轻水反应堆中使用时，辐照会造成晶界处贫铬，其次在温度、压力及腐蚀介质联合作用下，会引起奥氏体不锈钢产生晶间腐蚀开裂[1]。这类腐蚀与晶界特征有关，因为不同结构和成分的晶界对形成裂纹的难易程度不同[2]。“晶界工程”可以通过提高材料中抗裂性较强的特殊晶界比例，提升材料的抗晶间腐蚀性能[3-5]。

1984 年，Watanabe[6]首次提出“晶界设计与控制”（Grain Boundary Design and Control, GBDC）的概念。1995 年，Lin 等人[7]通过实验研究，评估 GBDC 对块体材料抗晶间腐蚀性能的影响，将其发展为“晶界工程”（Grain Boundary Engineering, GBE）。晶界工程基于重合位置点阵模型，将晶界分为重合位置点阵（Coincidence Site Lattice, CSL）晶界和随机（Random, R）晶界。研究表明，低 Σ（$\Sigma\leqslant29$）的 CSL 晶界比 R 晶界具有更高的晶界失效抗力，因此也被称为“特殊晶界”，尤其是 $\Sigma3^n$（n=1,2,3）晶界具有特殊的化学、机械、电子、动力学和能量特性[8-11]。晶界工程主要通过优化形变和热处理工艺，改变材料中特殊晶界的数量和分布，从而改善材料与晶界相关的宏观性能，如晶间腐蚀[5]。然而，大型器件和复杂零件具有不易变形的特点，晶界工程常用的形变热处理工艺难以在其应用，因此需要有可替代的处理工艺来改善该类材料的晶界特征分布（Grain Boundary Character Distributions, GBCD）。

目前，已有研究利用 Nd:YAG 激光器产生的连续激光对 304 不锈钢表面进行激光重熔，使激光重熔区域的 $\Sigma\leqslant19$ 的 CSL 晶界比例达到 84.1%，实现激光在晶界工程中的应用[12]。相比于持续性输出的连续激光，脉冲激光具有峰值激光强度高、热影响区域小和加工精度高的特点，常用于材料的微加工[13]。目前关于脉冲激光辐照对材料晶界特征分布影响的研究较少，主要是因为脉冲激光辐照的能量密度太高，会使材料产生烧蚀，破坏材料表面[14]。此外，脉冲激光辐照由于具有使材料表面快速加热和冷却的特性，会在材料中产生大量点缺陷，并导致晶界特征分布产生变化，因此有必要选择适当的能量条件，研究脉冲激光辐照对重位点阵晶界的影响。

本研究以 SUS316L 奥氏体不锈钢为研究对象，选用较低能量密度的脉冲激光进行辐照。利用电子背散射衍射（Electron backscatter diffraction, EBSD）表征脉冲激光辐照试样的晶界特征分布，探讨不同脉冲激光辐照条件对试样晶界的影响。这有利于进一步揭示 GBCD 变化的机制、探索新的晶界工程处理工艺。

1 实验材料及方法

本试验所用材料为 SUS316L 奥氏体不锈钢，其主要化学成分如表 1 所示。首先由线切割机获得厚度为 0.3 mm 的片状样品，将其机械研磨至 0.15 mm，再冲制成直径为 3 mm 的圆形薄片，随后利用双喷电解的方法制备成透射电镜薄膜试样。电解液成分为 5%高氯酸+95%醋酸，环境温度为 283 K。

表 1 SUS316L 奥氏体不锈钢化学成分
Tab.1 Chemical composition of SUS316L austenitic stainless steel

%

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Al	N	Fe
0.013	0.20	1.28	0.024	0.0010	13.32	17.24	2.04	0.04	0.014	0.0396	Bal.

利用日本北海道大学的激光-超高压电子显微系统进行激光辐照实验，脉冲激光器为 Nd:YAG laser，分别对样品进行飞秒激光（Femtosecond laser, FSL）和纳秒激光（Nanosecond laser, NSL）辐照，具体参数如表 2 所示。脉冲激光辐照结束后，首先利用装配有 EBSD 探头的扫描电子显微镜（ZEISS EVO®18）

对每个样品中随机选取的 4-5 个视场做 EBSD，获取辐照表面区域的晶体学数据。然后，由软件 HKL Channel5 中的 Tango 程序对数据进行处理和分析，将得到的结果进行统计，并求取平均值。晶界的结构用 CSL 晶界表征，分类依据 Brandon 标准（$\Delta\theta=15°\Sigma^{-1/2}$）[15]。

表 2 脉冲激光辐照参数

Tab.2 Pulse laser irradiation parameters

Parameters	Wavelength/nm	Energy density/(mJ·cm^{-2})	Pulse width	Pulse repetition rate/Hz	Irradiation temperature/K	Irradiation time/min
723 K, FSL	800	24	40 fs	1000	723	20
723 K, NSL	532	24	5~6 ns	2	723	30
773 K, NSL	532	24	5~6 ns	2	773	30

2 结果及讨论

2.1 脉冲激光辐照对试样趋肤层温度的影响

脉冲激光与金属相互作用时，由于金属中自由电子的热容低，吸收能量的自由电子迅速升温。随后自由电子以热扩散的形式将热流传入金属材料内部，并通过电子-晶格耦合过程，将能量传递给周围晶格，从而使材料趋肤层的温度上升。目前，常用“双温模型”对脉冲激光辐照的试样进行热力学计算，估算趋肤层达到最高的温度[16-17]。

$$C_e\left(T_e\right)\frac{\partial T_e}{\partial t}=K\nabla^2T_e-G\left(T_e-T_i\right)+S \tag{1}$$

$$\frac{C_i\partial T_i}{\partial t}=G(T_e-T_i) \tag{2}$$

$$S=I(t)A\alpha\exp(-\alpha z) \tag{3}$$

$$\delta\approx 2/\alpha \tag{4}$$

$$l\approx\frac{1}{2}(D\cdot t_L)^{1/2} \tag{5}$$

式中：S 为脉冲激光的热源项；K 为导热系数；C_i 是单位体积的晶格热容；T 为温度；t 为特征时间；C_e 为电子热容（$C_e=C_e{'}T_e$）；T_e 为电子温度；T_i 为晶格温度；G 为电子和声子的耦合系数；$I(t)$为激光强度；$A=1-R$ 为表面透过率；α 为材料吸收系数；δ 和 l 分别为飞秒和纳秒激光热穿透深度；D 是热扩散系数。

式（1）—（3）的“双温模型”中有三个特征时间，分别为电子冷却时间 t_e、晶格加热时间 t_i 和脉冲持续时间 t_L，根据特征时间参数，分别定义了飞秒和纳秒两种不同激光-金属相互作用模型。目前的研究表明，电子冷却的时间尺度为 1 ps，对于飞秒激光而言，脉冲持续时间 $t_L<<t_e$，电子和晶格达不到热平衡，尽管晶格中的热扩散仍存在，但可忽略不计，故式（4）的趋肤层厚度计算仅与材料吸收系数有关；而纳秒激光的脉冲持续时间 $t_L>>t_e$，电子和晶格可以达到热平衡，其式（5）的趋肤层厚度计算需要考虑热扩散的作用，并与热扩散系数和脉冲持续时间呈正相关[17]。本研究计算所用的物理常数如表 3 所示。

表 3 计算所用物理常数[18-20]

Tab.3 Physical constants used for the calculations[18-20]

C_e/(J·m^{-3}·K^{-2})	C_i/(J·m^{-3}·K^{-1})	G/(W·m^{-3}·K^{-1})	k_0/(W·m^{-1}·K^{-1})	D/(m^2·s^{-1})	R	α
1411.96	3.53×10^6	18.5×10^{17}	23.5	4.367×10^{-6}	0.561	8.5×10^7

由式（4）、（5）分别估算出飞秒激光辐照试样的趋肤层厚度约为 23.53 nm，纳秒激光辐照试样的趋肤层厚度约为 80.94 nm。利用 Matlab 计算飞秒激光在 723 K 下，辐照试样的趋肤层温度变化，如图 1 所示。可以看出，趋肤层厚度内的自由电子吸收激光能量后，电子温度迅速上升至 2300 K，随后吸收能量的电子通过热扩散将能量传递给晶格，使晶格温度上升至 1050 K。图 1 表明，自由电子温度传递给晶格所需时间小于 2 ps，而纳秒激光辐照的脉冲持续时间远大于电子将能量传递给晶格的时间。因此，在纳秒激光辐照试样时，趋肤层的电子和晶格具有相同的温度。图 2 表示纳秒激光在 723 K 下，辐照试样的趋肤层温度变化。在一个脉冲结束后，趋肤层温度达到 1080 K。同理，计算出 773 K 下纳秒激光在一个脉冲

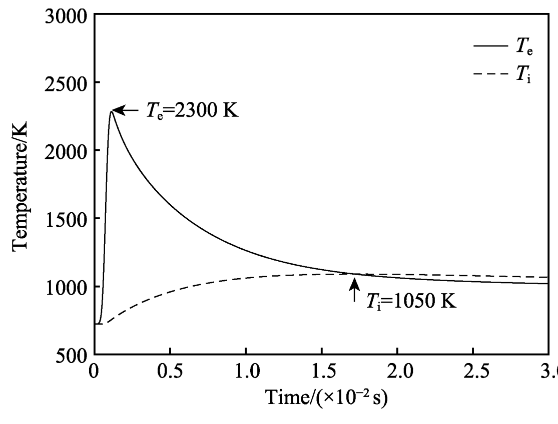


图 1 723 K 飞秒激光辐照下试样趋肤层的电子温度 T_e 和晶格温度 T_i 分布

Fig.1 Electron (T_e) and lattice temperature distribution (T_i) of sample surface during the femtosecond laser irradiation at 723 K

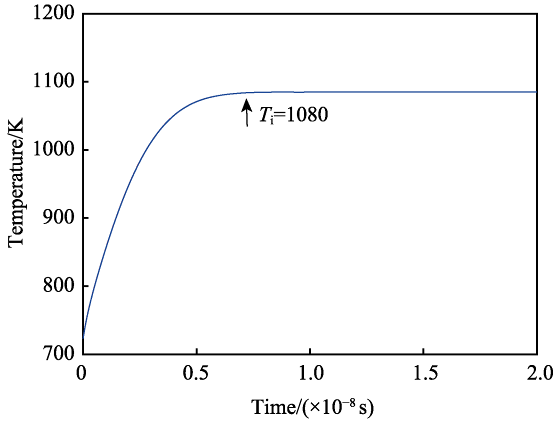


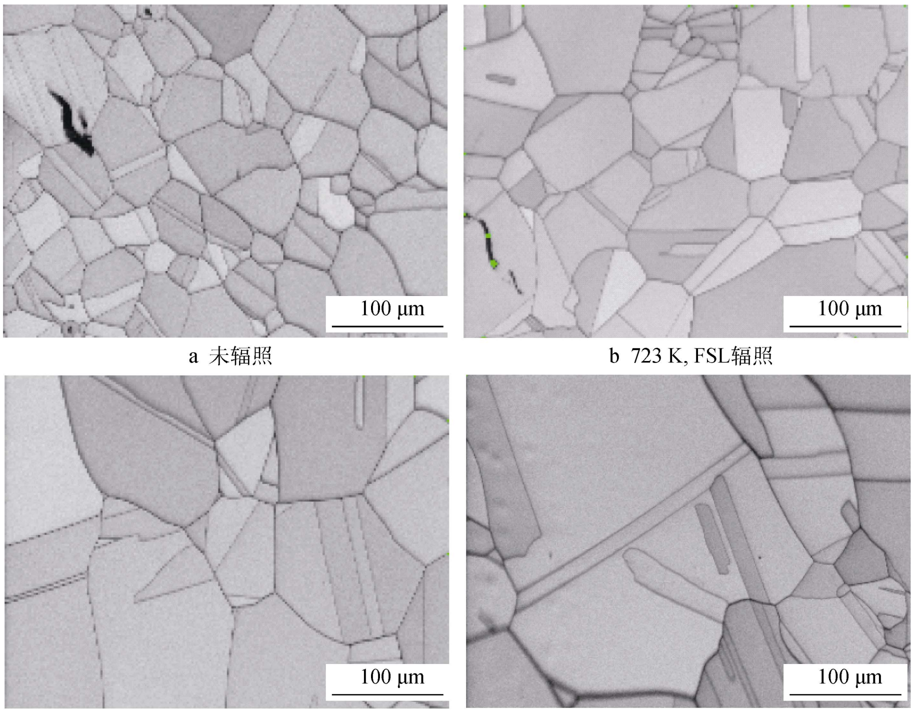
图 2　723 K 纳秒激光辐照下试样趋肤层的晶格温度 T_i 分布

Fig.2 Lattice temperature distribution (T_i) of sample surface during the nanosecond laser irradiation at 723 K

结束后，试样趋肤层温度达到 1126 K。计算结果表明，趋肤层温度变化主要跟试样辐照初始温度和脉冲激光辐照产生的能量有关，脉冲激光每隔一段时间的辐照方式对试样表面趋肤层有着急冷急热的作用，相同能量密度的纳秒激光比飞秒激光辐照对试样的热作用明显。

2.2　脉冲激光辐照对试样晶粒尺寸和孪晶密度的影响

脉冲激光辐照对试样趋肤层产生的热效应，可能会使趋肤层的晶界发生迁移，导致晶粒尺寸发生改变。图 3a—d 分别为未经脉冲激光辐照（简称未辐照）和三种不同参数下脉冲激光辐照试样的质量衬度图。可以看出，经过脉冲激光辐照后，试样的晶粒尺寸发生明显改变。其中，723 K 下飞秒激光辐照后，晶粒尺寸增加较小，如图 3b 所示；相同温度下，纳秒激光辐照后，晶粒尺寸进一步增大，如图 3c 所示；同为纳秒激光辐照，773 K 时晶粒尺寸最大，如图 3d 所示。以上结果表明，辐照方式和初始温度均对晶粒尺寸有影响。



a　未辐照　　b　723 K, FSL辐照

c　723 K, NSL辐照　　d　773 K, NSL辐照

图 3　试样的质量衬度

Fig.3 Band contrast images of specimens: a) unirradiated; b) 723 K, FSL irradiation; c) 723 K, NSL irradiatio; d) 773 K, NSL irradiation

除了晶粒尺寸发生变化之外，还发现样品中均存在大量孪晶，这些孪晶有着细化晶粒的作用[21]。为了研究脉冲激光辐照对孪晶密度的影响，将晶粒尺寸的统计方式分为不包含孪晶界（No Twin Boundaries, NTB）和包含孪晶界（Include Twin Boundaries, ITB），并采用 EBSD 后处理程序中的等效圆直径法对平均晶粒尺寸进行统计，结果如图 4 所示。相比于未辐照试样 NTB 的平均晶粒尺寸，723 K 下飞秒激光辐照试样的平均晶粒尺寸增加了 10.35 μm，723 K 和 773 K 下纳秒激光辐照试样的平均晶粒尺寸分别增加了 38.25 μm 和 46.34 μm。由结果得知，同一能量密度下，纳秒激光比飞秒激光更有利于试样趋肤层处的晶界迁移。相比于未辐照试样 ITB 的平均晶粒尺寸，723 K 下飞秒激光辐照试样的平均晶粒尺寸增加了 8.97 μm，723 K 和 773 K 下纳秒激光辐照试样的平均晶粒尺寸分别增加了 13.82 μm 和 17.77 μm。相比于 NTB 的晶

粒统计，纳秒激光辐照试样 ITB 的平均晶粒尺寸增加趋势较小，说明晶粒内部的孪晶密度增加。

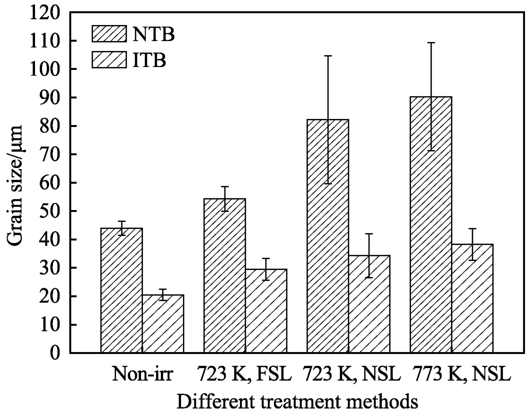


图 4　不同处理方式下的平均晶粒尺寸统计
Fig.4 Average grain size statistics under different treatments

2.3　脉冲激光辐照对试样趋肤层处孪晶形态分布的影响

晶粒尺寸和孪晶密度的变化，可能会使趋肤层处孪晶形态分布发生改变。图 5 为面心立方晶体内部三种不同形态的孪晶，分别为晶界交角处孪晶（Grain-corner twin，简称 G-Twin）、贯穿晶粒的完整孪晶（Complete twin，简称 C-Twin）以及一端终止于晶内的不完整孪晶（Incomplete twin，简称 I-Twin）[22]。

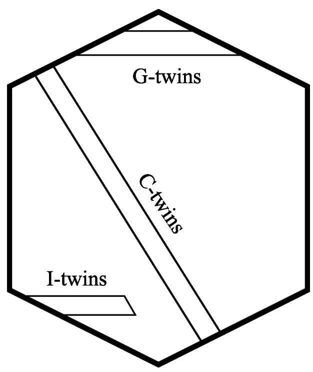


图 5　三种不同形态的孪晶
Fig.5 Schematic diagram of three different characteristic twins

孪晶的形态分布与孪晶的形核和生长有关。假设晶界交角处三条晶界的能量相同，那么孪晶在晶界上的形核势垒至少是晶界交角处的 4 倍[23]。因此，在正常晶粒生长过程中，孪晶优先在晶界交角处形核。为了研究脉冲激光辐照对孪晶形态分布的影响，统计未辐照和脉冲激光辐照下，趋肤层处三种形态孪晶数目的比例，得到统计结果如图 6 所示。结果表明，相比于未辐照的试样，723 K 下飞秒激光辐照试样晶界交角处的孪晶比例增加 5.27%，而 723 K 和 773 K 下纳秒激光辐照试样的晶界交角处的孪晶比例分别减少 3.43%和 13.73%，说明纳秒激光辐照下，孪晶形核方式不同于正常生长的孪晶。三种不同条件下，脉冲激光辐照试样的不完整孪晶比例均增加，说明脉冲激光辐照有利于孪晶在晶界上形核，可能是因为脉冲激光辐照产生的晶格缺陷与迁移的晶界相遇，促使孪晶在晶界上形核。

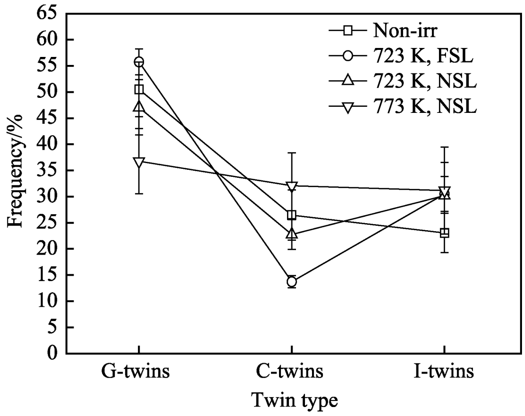
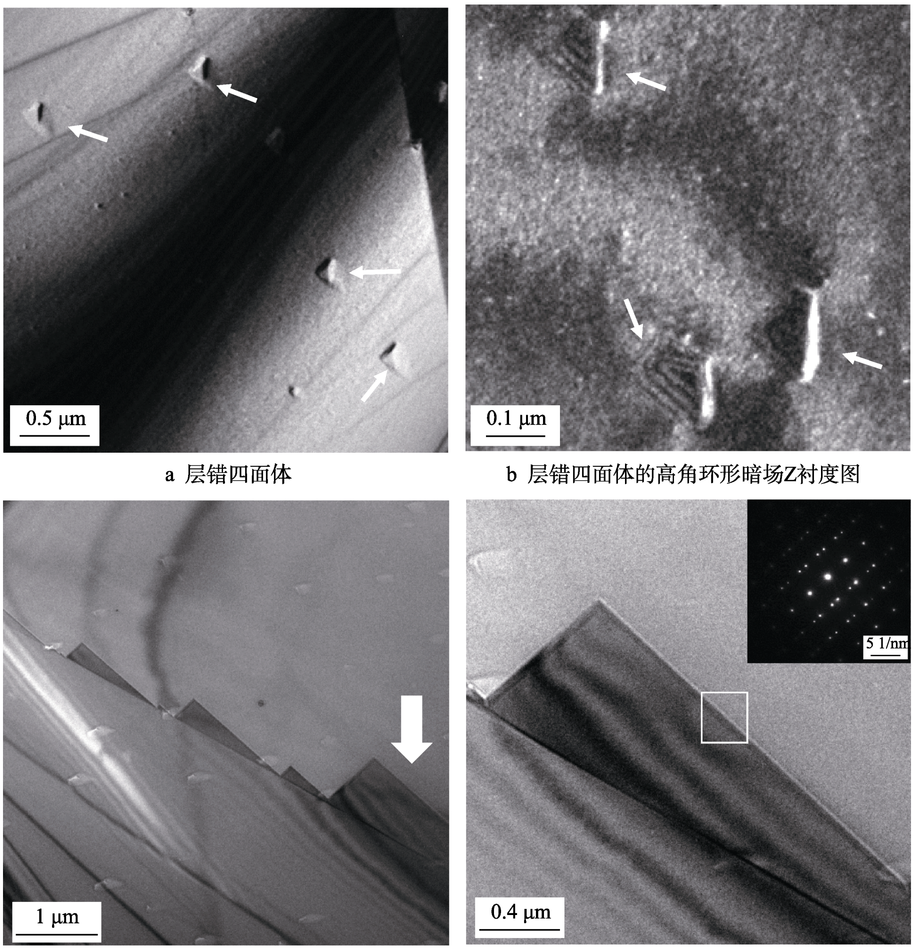


图 6　未辐照和脉冲激光处理方式下试样趋肤层处三种形态孪晶的比例
Fig.6 Proportions of three types of twins in the skin layer under non-irradiated and pulsed laser treatment

脉冲激光辐照作用下，试样趋肤层处孪晶的形态更接近于退火孪晶。该类孪晶形成机制仍未有统一的观点，目前普遍适用的退火孪晶形成机制主要有三类：①晶粒通过晶界迁移而生长，由于迁移过程中的某种“意外”原因，原子层在{111}面上的堆垛次序发生错误，从而产生共格孪晶界[24-25]。②受肖克利不全位错的影响产生不连续的边界并在晶界处突出，突出的边界即为非共格孪晶界，并通过晶界迁移在晶粒内部生长[22]。机制③结合机制①和②的观点，认为在一条迁移的晶界上，由于“生长事故”，肖克利不全位错环在连续的{111}面上形核，随后由于不全位错之间互相排斥，使层错长大形成退火孪晶[26]。由此得出结论，孪晶形核是由于迁移晶界上发生堆垛层错。

在辐照过程中，由于脉冲激光辐照的急热急冷作用，会使试样趋肤层处产生过饱和空位，这些不稳定的空位会在晶体内部聚集形成空位型晶体缺陷，如位错环[27]，在 fcc 晶体中，还会出现堆垛层错。在晶体生长过程中，原子以不正常顺序堆积时的能量和以正常顺序堆积时的能量相差很小，很容易造成错误堆积，从而形成层错。此外，空位簇聚集到{111}密排面，随后崩塌也会成为堆垛层错[28]。图 7a—d 为 773 K 下 NSL 辐照试样的透射电镜观察结果。由图 7a 中可以看出，通过透射电镜观察 773 K 下 NSL 辐照试样的形貌，可以看到样品表层中的缺陷结构。此外，还可以发现，脉冲激光辐照的试样表面出现大量尺寸约为 0.2 μm 左右的三角型缺陷（如箭头所示），这种三角型缺陷为典型的堆垛层错四面体（stacking fault tetrahedral，SFT）。图 7b 为选用不同的衍射操作对其进行高角度环形暗场 Z 衬度分析，确定该缺陷为

SFT。由图 7c 中可以看出，一条晶界上形成多个锯齿状的“台阶”，这种“台阶”尺寸不一，最小尺寸在 0.2 μm 左右，选择其中较大尺寸“台阶”的边界做选区电子衍射分析，得到孪晶的衍射斑点。研究发现，相比于晶界两侧晶体，孪晶形核的“台阶”内部很少存在 SFT，仅在孪晶界的边缘存在。这一结果表明，脉冲激光辐照条件下，孪晶形成方式可能是迁移的晶界吸收辐照产生的晶体缺陷，促使孪晶在晶界上形核。随后，形核的孪晶吸收周围的晶体缺陷进行生长，使“台阶”逐渐长大成为孪晶，这与上述机制③相符。



a 层错四面体　　b 层错四面体的高角环形暗场Z衬度图

c 晶界上形成连续“台阶”　　d “台阶”边界的选区电子衍射分析

图 7　773 K 下 NSL 辐照试样的 TEM 图

Fig.7 TEM image of NSL irradiated sample at 773 K: a) stacking fault tetrahedron; b) Z-contrast diagram of high angle annular dark field of stacking fault tetrahedron; c) continuous "steps" formed at grain boundaries; d) selected area electron diffraction analysis of "step" boundary

2.4　脉冲激光辐照试样的晶界特征分布

孪晶密度和形态分布的改变，可能会影响试样趋肤层处的晶界特征分布。图 8 给出未辐照和脉冲激光辐照试样的晶界特征分布，$\Sigma1$、$\Sigma3$（孪晶界）、$\Sigma9$ 和 $\Sigma27$ 分别用深绿色、红色、蓝色和紫色线条表示，其余 $\Sigma\leqslant29$ 的 CSL 晶界用黄色线条表示，R 晶界用黑线表示。图 8a 为未辐照试样的 GBCD 图，可以看出，R 晶界和 $\Sigma3$ 晶界所占比例较大，其余类型晶界所占比例较小。图 8b—d 为脉冲激光辐照试样的 GBCD 图，相比于未辐照试样，R 晶界比例减少，$\Sigma3$ 晶界比例增加，从图 8d 中能明显看出这一变化。

图 9 给出了未辐照和脉冲激光辐照下，各类型晶界的比例。统计结果表明，相比于未辐照试样，脉冲激光辐照试样的 $\Sigma1$、$\Sigma9$、$\Sigma27$ 和其他 CSL 晶界（图 8 中黄线表示的晶界）的变化幅度均小于 1.5%，认为脉冲激光辐照对这些晶界的分布及比例影响较小。脉冲激光辐照对试样 $\Sigma3$ 和 R 晶界比例影响较大，相比于未辐照试样，723 K 下 FSL 辐照试样的 $\Sigma3$ 晶界比例增加了 2.88%，R 晶界比例减少了 4.24%；723 K 下 NSL 辐照试样的 $\Sigma3$ 晶界比例增加了 10.78%，R 晶界比例减少了 9.97%；773 K 下 NSL 辐照试样的 $\Sigma3$ 晶界比例增加了 12.52%，R 晶界比例减少了 10.68%。纳秒激光辐照比飞秒激光辐照更有利于试样的 $\Sigma3$ 晶界比例增加。主要因为纳秒激光辐照的热作用大于飞秒激光辐照，产生的能量更有利于孪晶在晶界迁移过程中形核和生长。

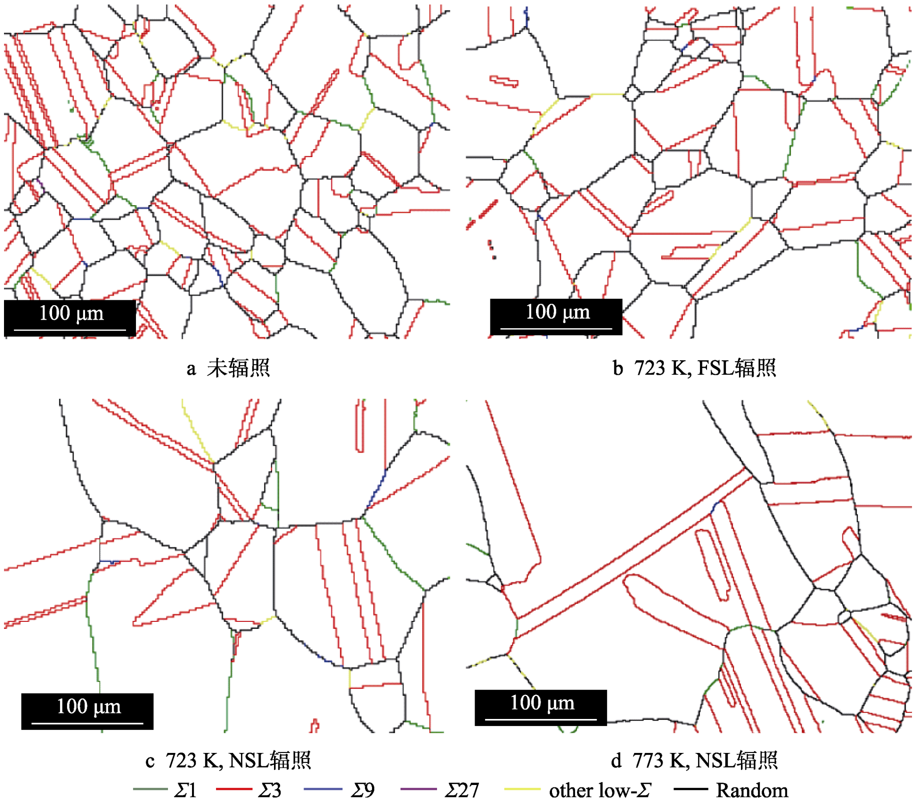


图 8　试样的晶界特征分布图

Fig.8 Grain boundary characteristic distribution of the samples: a) unirradiated; b) 723 K, FSL irradiation; c) 723 K, NSL irradiatio; d) 773 K, NSL irradiation

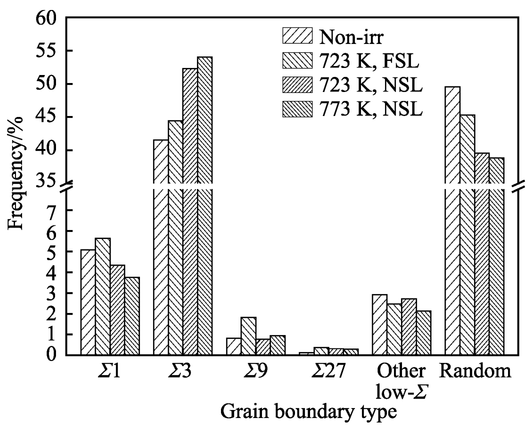


图 9　不同处理方式下各类型晶界的比例

Fig.9 Proportion of various types of grain boundaries under different treatments

3　结论

1）脉冲激光辐照会使试样趋肤层温度上升，促使晶粒通过晶界迁移而长大，在晶界迁移过程中吸收辐照产生的空位型晶体缺陷，使晶界上形成“台阶”，随后“台阶”继续吸收周围的晶体缺陷生长成为孪晶，从而使试样 $\Sigma3$ 晶界比例增加。

2）在辐照温度同为 723 K 下，纳秒激光比飞秒激光辐照更有利于 $\Sigma3$ 晶界比例的增加。将纳秒激光辐照温度提升至 773 K，$\Sigma3$ 晶界比例增加至 54.05%。

3）脉冲激光辐照的试样在增加 $\Sigma3$ 晶界比例的同时，会降低 R 晶界比例，这有益于材料抗晶间腐蚀性能的提高。

参考文献：

[1] TEYSSEYRE S, JIAO Z, WEST E, et al. Effect of irradiation on stress corrosion cracking in supercritical water [J]. Journal of nuclear materials, 2007, 371(1-3): 107-117.

[2] GERTSMAN V Y, BRUEMMER S M. Study of grain boundary character along intergranular stress corrosion crack paths in austenitic alloys[J]. Acta materialia, 2001, 9(49): 1589-1598.

[3] SHIMADA M, KOKAWA H, WANG Z J, et al. Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering[J]. Acta materialia, 2002, 50(9): 2331-2341.

[4] LEHOCKEY E M, PALUMBO G, LIN P, et al. On the relationship between grain boundary character distribution and intergranular corrosion[J]. Scripta materialia, 1997, 36(10): 1211-1218.

[5] MICHIUCHI M, KOKAWA H, WANG Z J, et al. Twin-induced grain boundary engineering for 316 austenitic stainless steel[J]. Acta materialia, 2006, 54(19): 5179-5184.

[6] WATANABE T. An approach to grain boundary design of strong and ductile polycrystal[J]. Res mechanica, 1984, 11(1): 47-84.

[7] LIN P, PALUMBO G, ERB U, et al. Influence of grain boundary character distribution on sensitization and intergranular corrosion of alloy 600[J]. Scripta metallurgica et materialia, 1995, 33(9): 1387-1392.

[8] KOKAWA H, SHIMADA M, SATO Y S. Grain-boundary structure and precipitation in sensitized austenitic stainless steel[J]. Research summary alloy science, 2000, 52 (7): 34-37.

[9] ZHUO Z, XIA S, BAI Q, et al. The effect of grain boundary character distribution on the mechanical properties at different strain rates of a 316L stainless steel[J]. Journal of materials science, 2018, 53(4): 2844-2858.

[10] MA H, LA M F, SHORUBALKO I, et al. Engineering the grain boundary network of thin films via ion-irradiation: Towards improved electromigration resistance[J]. Acta materialia, 2017, 123: 272-284.

[11] SONG K H, CHUN Y B, HWANG S K. Direct observation of annealing twin formation in a Pb-base alloy[J]. Materials science and engineering: A, 2007, 454: 629-636.

[12] YANG S, WANG Z, KOKAWA H, et al. Reassessment of the effects of laser surface melting on IGC of SUS 304[J]. Materials science and engineering: A, 2008, 474(1-2): 112-119.

[13] 贾威, 王清月, 傅星, 等. 飞秒激光在材料微加工中的应用[J]. 量子电子学报, 2004, 21(2): 194-200.
JIA Wei, WANG Qing-yue, FU Xing, et al. Progress of femtosecond laser micromachining[J]. Chinese journal of quantum electronics, 2004, 21(2): 194-200.

[14] 刘春生, 李明星, 齐立涛. 飞秒激光烧蚀不锈钢的实验研究[J]. 机械设计与制造, 2015, (1): 117-120.
LIU Chun-sheng, LI Ming-xing, QI Li-tao. Experimental investigation on femtosecond laser ablation of stainless steel[J]. Machinery design & manufacture, 2015(1): 117-120

[15] BRANDON D G. The structure of high-angle grain boundaries[J]. Acta metallurgica, 1966, 14(11): 1479-1484.

[16] ANISIMOV S I, KAPELIOVICH B L, PERELMAN T L. Electron emission from metal surfaces exposed to ultrashort laser pulses[J]. Soviet physics, 1974, 39: 776-781.

[17] CHICBKOV B N, MOMMA C, NOLTE S, et al. Femtosecond, picosecond and nanosecond laser ablation of solids[J]. Applied physics A (materials science processing), 1996, 63(2): 109-115.

[18] GRAY D E. American institute of physics handbook[M]. Palo Alto: Mcgraw-hill, 1972.

[19] HATTA I. Heat capacity per unit volume[J]. Thermochimica acta, 2006, 446(2): 176-179.

[20] AHMMED K M T, LING E J Y, SERVIO P, et al. Introducing a new optimization tool for femtosecond laser-induced surface texturing on titanium, stainless steel, aluminum and copper[J]. Optics and lasers in engineering, 2015, 66: 258-268.

[21] LI Y, WU S, BIAN H, et al. Grain refinement due to complex twin formation in rapid hot forging of magnesium alloy[J]. Scripta materialia, 2013, 68(3-4): 171-174.

[22] MEYERS M A, MURR L E. A model for the formation of annealing twins in fcc. metals and alloys[J]. Acta metallurgica, 1978, 26(6): 951-962.

[23] LIN B, JIN Y, HEFFERAN C M, et al. Observation of annealing twin nucleation at triple lines in nickel during grain growth[J]. Acta materialia, 2015, 99: 63-68.

[24] FULLMAN R L, FISHER J C. Formation of annealing twins during grain growth[J]. Journal of applied physics, 1951, 22(11): 1350-1355.

[25] GLEITER H. The formation of annealing twins[J]. Acta metallurgica, 1969, 17(12): 1421-1428.

[26] MAHAJAN S, PANDE C S, IMAM M A, et al. Formation of annealing twins in f.c.c. crystals[J]. Acta materialia, 1997, 45(6): 2633-2638.

[27] YANG Z B, SAKAGUCHI N, WATANABE S, et al. Dislocation loop formation and growth under in situ laser and/or electron irradiation[J]. Scientific reports, 2011, 1: 2054-2322.

[28] KIRITANI M. Story of stacking fault tetrahedra[J]. Materials chemistry and physics, 1997, 50(2): 133-138.