



RRPB88010621 (7).P

PB 8801-0621

高強度硬化鋼雷射表面退火處理研究

Laser Surface Annealing of High Strength Hardened Steel

計劃編號: NSC 88-2216-E-019-001

執行日期: 87/08/01-88/07/31

主持人: 蔡履文 國立台灣海洋大學 教授

摘要

本研究是針對超高強度麻時效鋼，施以雷射處理以改善氫脆抵抗能力。時效硬化的試片經雷射表面退火處理後，形成特殊之複合區域，由外圍表面軟化的雷射退火區域及內部硬化母材區所組成。實驗結果顯示：在大氣中，母材有較佳的拉伸性質，但在硫化氫環境中，雷射表面退火試片的強度反而比母材高。另一方面，由於殘留應力作用，雷射退火處理試片在複合區域其疲勞裂縫成長速率均較母材為低，另一方面，材料之氫脆敏感性亦可獲得改善。

關鍵詞：複合區，雷射退火區，疲勞裂縫成長速率，氫脆。

ABSTRACT

This paper shows that laser beam irradiation improves resistance to hydrogen embrittlement (HE) in a T-250 maraging steel. Localized laser irradiation of a peak-aged steel plate resulted in the formation of a soft surface layer called the laser-annealed zone (LAZ). A composite region (CR) was formed when both the top and bottom surfaces of a specimen were laser-annealed (L-A) to leave an interior layer of untransformed base metal (BM) sandwiched between the two LAZs. Slow strain rate tensile (SSRT) tests showed that the soft LAZs showed less susceptibility to HE than the BM. The fatigue crack growth rates (FCGRs) in the CR were lower than those in the BM regardless of testing environment and stress (R) ratio. The retarded crack growth in the CR was attributed to the presence of residual compressive stress in the soft LAZs.

Keywords: composite region, laser-annealed zone, fatigue crack growth rates, hydrogen embrittlement.

1、前言

麻時效鋼兼具高強度、高韌性和良好成形性。T-250 鈦強化麻時效鋼之降伏強度可達 1724MPa，而其破壞韌性值(K_{Ic})在時效(peak-aged)處理狀態可大於 $99\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ [1, 2]。然而 18Ni 麻時效鋼經時效後，有較高的氫脆敏感性[3, 4]，導致準劈裂(quasi-cleavage)的破壞模式。在氫環境中，一般結構用鋼均顯示較高的疲勞裂縫成長速率(FCGRs) [5-8]。T-250 麻時效鋼的疲勞裂縫成長速率隨時效溫度的升高而降低[9]。氫環境中，其疲勞裂縫成長速率則有異常加速現象[9]。

慢速率拉伸試驗廣泛地被應用於各種材料對應力腐蝕(SCC)的敏感性[10, 11]。硫化應力腐蝕試驗可顯示材料之氫脆效應[12, 13]，可使各種結構鋼導致嚴重之脆化。

本實驗主要是針對T-250麻時效鋼施以雷射表面退火處理(Laser Surface Anneal)，評估此一製程如何影響並增加材料抵抗氫脆化能力，和減少疲勞裂縫成長速率。實驗一方面在室溫飽和硫化氫水溶液中進行慢速率拉伸，另一方面藉著疲勞參數的改變，量測疲勞試片在大氣及氫環境中疲勞裂縫成長速率，當裂縫生長到雷射退火試片的複合區域時，可得知雷射退火處理製程對於疲勞裂縫成長速率的影響。實驗並觀察試片破斷面以顯示機械性質的改變與破壞型式的相互關係。

2、實驗方法

本實驗所使用之材料為 T-250 鈦強化麻時效鋼板材 (厚 5 mm)，其化學成份 (wt.%) 為 18.8Ni, 3.06Mo, 1.33Ti, 0.008C, 0.001S, 0.004P, 其餘為 Fe。試片之熱處理程序為 816°C (1500°F) 固溶 1 小時後空冷至室溫，再經 482°C (900°F) 時效 4 小時。所使用雷射系統為 Rofin-Sinar RS850 CO₂ 雷射加功機，最大功率為 5KW，為橫流式雷射，配有三軸向之 CNC 工作台。固溶時效後試片進行雷射表面退火處理，處理前先以丙酮將表面擦拭乾淨，再均勻噴覆一層平光黑漆。T-250 板材雷射處理參數：為雷射功率 2000W，處理速度 800 mm/min 及 1200 mm/min。

圖 1(a) 所示為拉伸測試用試片尺寸，其拉伸試片之 gage length 為 25 mm，拉伸試驗使用 10 噸慢速率拉伸試驗機，拉伸環境則可分為二種，(1) 在大氣環境，採用之拉伸速率 (strain rate) 為 $5 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ 。(2) 在硫化氫環境，採用之拉伸應變速率則為 $5 \times 10^{-6} \text{ sec}^{-1}$ ，實驗環境為 NACE TM-01-77/86 所規定之標準溶液，實驗試片安裝在 5%NaCl + 0.5% CH₃COOH 溶液的密閉容器內，先通以氮氣除氧 1 小時，然後再通以硫化氫至達飽和狀態，再開始進行慢速率拉伸試驗。而衝擊試驗則依據 ASTM E23 的規定，如圖 1(b) 所示，均於室溫下進行測試。

將經時效及雷射表面退火之試片，沿橫向截面方向 (垂直雷射處理區域) 切割鑲埋後以砂紙研磨至 No. 1000，經拋光及腐蝕後進行硬度試驗。實驗使用 Mitutoyo MVK-GI Vicker 試驗機進行微硬度量測，負荷為 300g，時間 15 秒。沿處理區域中心線，每隔 0.2mm 量測雷射處理試片在不同區域的硬度分布。

疲勞裂縫成長試片依 ASTM E647-91 標準規範製作，單邊開口 CT (Compact Tension) 試片如圖 2 所示，所有 CT 試片均以線切割加工方式成型，實驗採用 10 噸 MTS 油壓伺服動態試驗機。其裂縫成長方向與雷射處理方向成垂直，分別於大氣中與將試片置於一不銹鋼容器 2 大氣壓的氫環境下，進行疲勞裂縫成長測試。

殘留應力的量測，採用鑽孔法利用應變規量測 (ASTM E837-92)，應變規採用 Micro-Measurement "CEA-06-062UL-120"，其三元應變規黏於雷射退火區 (LAZ) 的正中央，並以高速空氣渦輪的碳化鎢銑刀鑽一直徑 1.6 mm 的孔徑，然後從應變指示器讀出應變值，量得應變值經公式換算可得殘留應力值。破斷面觀察方面，則使用 HITACHI 4100 之掃描式電子顯微鏡 (SEM) 進行破損分析。

3、結果與討論

3.1 硬度試驗

T-250 麻時效鋼板材，經固溶處理後其洛氏硬度值約為 H_{RC}29.7 (Hv320)，482°C/4 hr 時效處理後，其硬度值約為 H_{RC}50.4 (Hv520)。圖 3 所示為 T-250 時效板材經雷射退火處理其硬度分佈情形，固定雷射功率為 2KW，處理速度從 800mm/min 增加為 1200mm/min，雷射處理深度約由 1.5mm 降至 1.0mm。原始母材顯微組織，是由微細介金屬的析出物均勻地分佈在基材中所構成。析出硬化鋼材經雷射表面退火處理後，由於析出粒子將重新固溶回基地，表面硬度由原來的 H_{RC}50.4 (Hv520) 下降至 H_{RC}29.7 (Hv320)，此一表面硬度值與上述固溶狀態相當。遠離表面區域因受熱溫度較低，析出粒子不完全固溶入基地中，故硬度僅略低於時效硬化基材。

3.2 衝擊試驗及其破斷面觀察

T-250 時效 (H900) 狀態板材以及經雷射退火處理試片，其 Charpy 衝擊韌性值分別為 17 和 18 焦耳 (Joule)。先前所研究之數據顯示，17-4PH 經 482°C/1 hr 的時效硬化，其衝擊韌性值為 9.5 焦耳，但再施以雷射退火處理後，衝擊韌性值則增加至 33.4 焦耳。反觀 T-250 經雷射退火後，其衝擊韌性值與 H900 比較，僅有小幅升高。經固溶退火 T-250 麻時效鋼因其強度低，所以通常不在固溶狀態使用，但其衝擊韌性值可達 85 焦耳，比時效和雷射退火處理之試片高出很多。

觀察衝擊試片破斷面，如圖 4 所示。破斷面外觀是由內部的平坦破裂區和在表

面的傾斜破裂區所構成，傾斜破裂區是因剪應力所產生，代表著延性破壞具高韌性。T-250 固溶處理的試片比其他試片有較大的塑性變形和較小的平坦破裂區(圖 4)，由此可知經固溶處理試片應有較高的衝擊韌性值。另一方面，時效試片比雷射退火處理的試片有較大的平坦破裂區，但其衝擊韌性值僅略低於後者。使用 SEM 觀察破斷面，固溶的衝擊破斷面比經雷射退火處理和 H900 有較深及較寬的窩穴(Dimple)組織，但三者均顯示為延性破壞。

3.3 拉伸機械性質及破斷面觀察

表 1 為 T-250 板材經時效處理和雷射退火處理試件，於大氣中和 H₂S 環境中的拉伸性質。在大氣中，雷射表面退火處理試件的破斷位置在雷射退火複合區域，抗拉強度及其延性則比時效處理試件下降一些。但在硫化氫環境中，雷射退火試件其破斷位置在母材區，顯示由於雷射退火處理使析出粒子固溶回基地，原始硬度較高的母材比複合區域有較高之氫脆敏感性。雷射退火處理試件在硫化氫環境中，抗拉強度的提升歸因於複合區域抗氫脆性較高，所以裂縫並不在複合區域生成。

在大氣環境中，拉伸試片均產生局部頸縮而斷裂，經雷射退火處理試片，其斷裂位置均在複合區域，所有試片之破斷面均顯示窩穴的延性破斷特徵。在飽和硫化氫水溶液環境中，時效處理母材及經雷射表面退火之試片，其破斷面經 SEM 觀察，均顯示沿著先前沃斯田鐵晶界引發沿晶破裂特徵，如圖 5 所示。

3.4 疲勞裂縫成長試驗

在大氣環境中，針對不同雷射處理速度及實驗應力比，T-250 時效板材和雷射退火處理試片之疲勞裂縫成長特性曲線影響如圖 6 所示，實驗裂縫成長方向與雷射處理方向成垂直(圖 2)。T-250 雷射處理速度 800mm/min 所產生的固溶區域較 1200mm/min 為深，而能更有效阻擋裂縫的成長，如圖 6(a)所示。圖 6(b)顯示實驗應力比(R)從 0.1 增加至 0.4 時，裂縫成長速率愈快。圖 7 所示為 T-250 時效試片及雷

射處理試片，在氫環境中與大氣中之疲勞裂縫成長特性所作的比較。在氫環境中，其裂縫成長速率有明顯加速的趨勢，雷射退火複合區一樣有效阻擋裂縫成長，上述結果證實，針對麻時效鋼進行雷射表面退火處理，可以有效的降低疲勞裂縫成長速率。

3.5 殘留應力的量測

雷射退火處理試片，以鑽孔法量測雷射退火區殘留應力。在平行於雷射處理方向其最大壓應力值約達 236MPa。一般而言，高韌性材料有較佳抵抗疲勞裂縫成長的能力，且殘留應力的存在能夠阻擋裂縫成長，在雷射退火複合區的殘留壓應力，故能降低疲勞裂縫成長速率。

大氣環境中的疲勞破斷面，如圖 8 所示。T-250 經 482°C/4 hr 時效處理試片為穿晶疲勞破壞(圖 8(a))。經雷射退火處理後，在複合區中，疲勞裂縫成長速率下降，亦呈現明顯的穿晶破裂(圖 8(b))。圖 9 顯示在氣態氫環境的疲勞破斷面，H900 試片在低 ΔK 範圍時($\Delta K \approx 12\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)時呈現沿晶與準劈裂混合破壞特徵，如圖 9(a)所示，而在高 ΔK 時主要為準劈裂的破壞模式(圖 9(b))。對於在氫環境中測試的雷射退火處理試片而言，在複合區的軟化位置內亦為穿晶疲勞破裂(圖 9(c))。然而，在複合區中母材部份之破斷面則為準劈裂破裂。雷射退火試片之複合區相對於母材而言，有較高的延性破壞，因此，在複合區有較低的疲勞裂縫成長速率。

4、結論

1. T-250 麻時效鋼經雷射退火處理導致退火區域表面軟化，但並沒有改善其衝擊韌性值。由慢速率拉伸試驗結果得知，經雷射退火試片處理能降低材料對氫脆之敏感性，當拉伸環境由大氣轉變為飽和硫化氫水溶液中時，經雷射退火處理試片，其拉伸破斷位置由原來的雷射退火複合區域改變為母材區。
2. 疲勞裂縫成長試驗顯示，不論在大氣或氫環境中，雷射退火試片之複合區

域有較原始母材為低之裂縫成長速率。增加 R 值或在氫環境中測試，大體上會升高其裂縫成長速率，但裂縫成長到複合區域時，卻有明顯的延遲裂縫成長的現象，此一現象可歸因於複合區表面軟化作用以及殘留壓應力效應。

3. SEM 觀察拉伸試片破斷面，於硫化氫測試環境中，破斷面顯示明顯的沿晶破裂特徵。而在氣態氫環境中，雷射退火處理試片，在其複合區域之上、下表層軟化區，疲勞破斷面顯示為穿晶疲勞破裂特徵，相對於內部母材區則為準劈裂破裂模式。

5、參考文獻

1. S. Floreen and A.M. Bayer (1988) 'Development and commercialization of cobalt-free maraging steels', Maraging Steel Recent Development and Applications, Symposium of TMS Annual Meeting. (Phoenix, AZ), TMS, 39-54.
2. C.F. Hickey, Jr. and T.S. Thomas (1988) Mechanical Property Characterization of Vascomax T-250, Symposium of TMS Annual Meeting. (Phoenix, AZ), TMS, 73-91.
3. L.W. Tsay, W.B. Huang, Y.M. Li and C. Chen (1997) Hydrogen Embrittlement of a Ti-strengthened 250 Grade Maraging Steel. J. Mat. Eng. Perform 6 (2), 177-181.
4. L.W. Tsay, W.B. Huang and C. Chen (1997) Gaseous Hydrogen Embrittlement of T-250 Laser Welds. J. Mat. Eng. Perform 6 (2), 182-186.
5. W.A. Spitzig, P.M. Talda and R.P. Wei (1968) Fatigue-crack propagation and fractographic analysis of 18Ni(250) maraging steel tested in argon and hydrogen environments. Eng. Fract. Mech. 1, 155-166.
6. R. Brazill, G.W. Simmons and R.P. Wei (1979) Fatigue crack growth in 2.25Cr-1Mo steel exposed to hydrogen containing gases. J. Eng. Mat. Tech., 101(3), 199-204.
7. C.A. Hipsley and C.E. Lane (1990) Hydrogen embrittlement, thermal aging, and role of carbides in fatigue of high strength steel. Mat. Sci. Tech., 6(8), 735-742.
8. P.J. Cotterill and J.E. King (1991) Hydrogen embrittlement contributions to fatigue crack growth in a structural steel. Int. J. Fat., 13(6), 447-452.
9. L.W. Tsay, W.B. Huang and C. Chen (1997) Assisted crack growth in maraging steel welds by gaseous hydrogen. Fat. Fract. Eng. Mat. Struc., 20(7), 1033-1041.
10. A. Ikeda, T. Kaneko and Y. Ando (1987) On the evaluation method of sulfide stress cracking susceptibility of carbon and low alloy steels. Corr. Sci., 27(10/11) 1099-1115.
11. J.A. Beavers and G.H. Koch (1992) Limitations of the slow strain rate test for stress corrosion cracking testing. Corr., 48(3), 256-264.
12. B.J. Berkowitz and F.H. Heubaum (1984) The role of hydrogen in sulfide stress cracking of low alloy steels. Corr., 40(5), 240-245.
13. R. Gee and Z. Y. Chen (1995) Hydrogen embrittlement during the corrosion of steel by wet elemental sulphur.

誌謝

本研究承蒙國科會經費支助(NSC 88-2216-E-019-001)，特此致謝。

表 1. T-250 板材拉伸試片在大氣及硫化氫環境中不同條件之拉伸性質

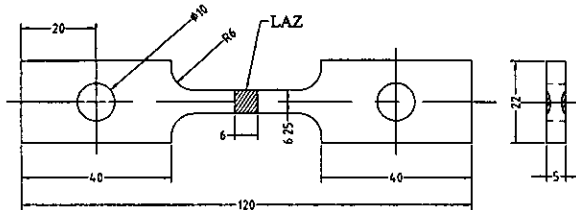
Materials	H900		H900+Laser-annealed	
	In Air	in H ₂ S	in Air	in H ₂ S
UTS (MPa)	1747	908	1600	994
Elongation (%)	12.2	2.2	9.4	2.4
Reduction in area (%)	44.8	0.5	35.7	0.2
Fracture location	—	—	CR	BM

UTS: 最大抗拉強度

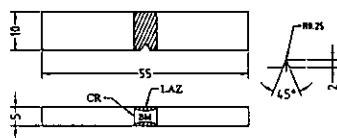
CR: 複合區 BM: 母材

in Air: 拉伸速率 $5 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$

in H₂S: 拉伸速率 $5 \times 10^{-6} \text{sec}^{-1}$



(a)



(b)

圖 1. (a) 拉伸試片 (b) 衝擊試片尺寸圖(單位 mm)。

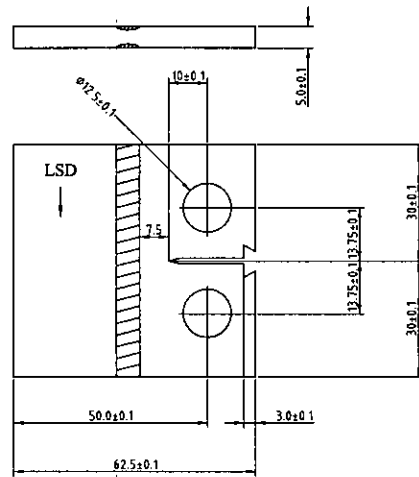


圖 2. CT 試片尺寸圖。

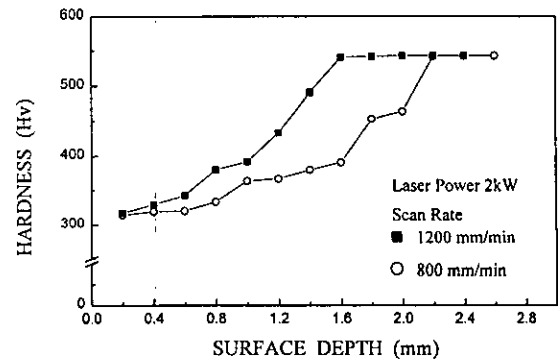


圖 3. 雷射退火試片微硬度分佈圖。

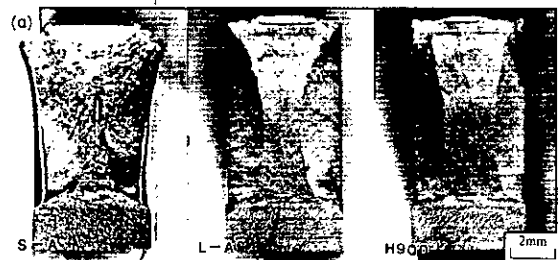


圖 4. 衝擊試片破斷面之巨觀圖。



圖 5. T-250 經 H900 時效處理於硫化氫環境拉伸破斷面。

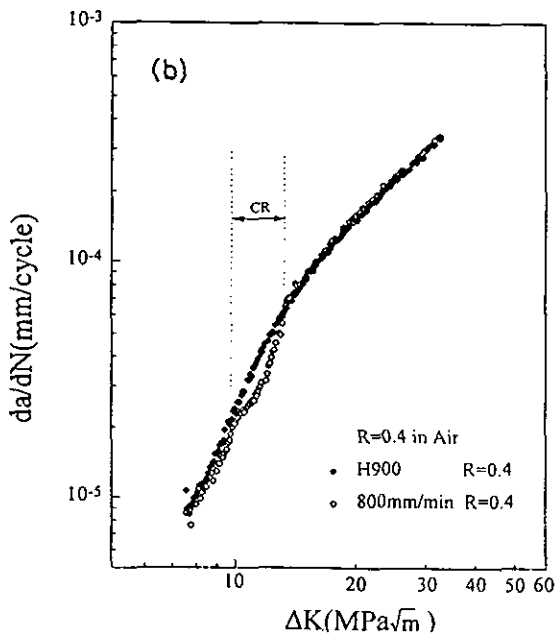
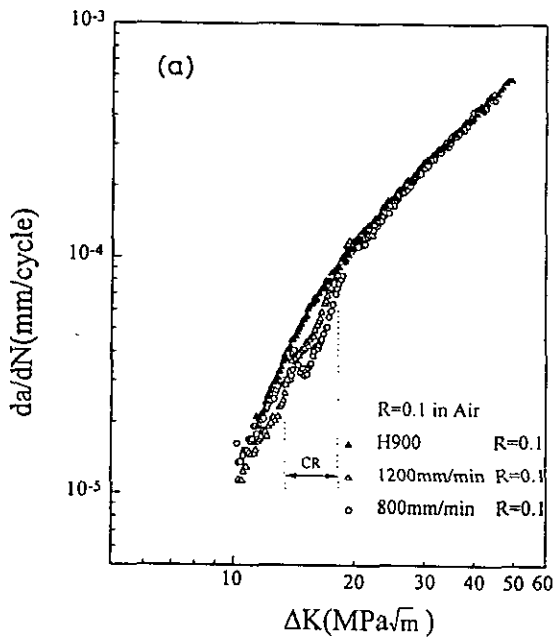


圖 6. H900 試片和雷射退火處理試片於大氣環境中之疲勞裂縫成長行為 (a) $R=0.1$ (b) $R=0.4$ 。

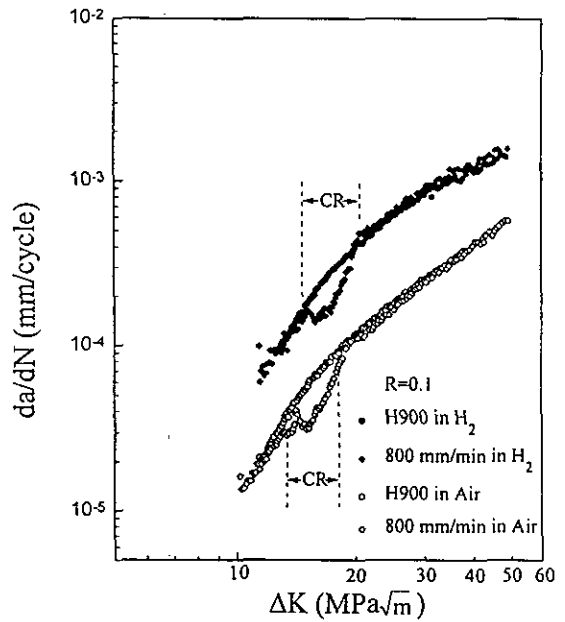


圖 7. H900 試片和雷射退火處理試片於氫環境中之疲勞裂縫成長行為。



圖 8. CT 試片於大氣中的 SEM 破斷面觀察，顯示穿晶疲勞特徵(a) H900 試片(b) 雷射退火試片之雷射退火區。

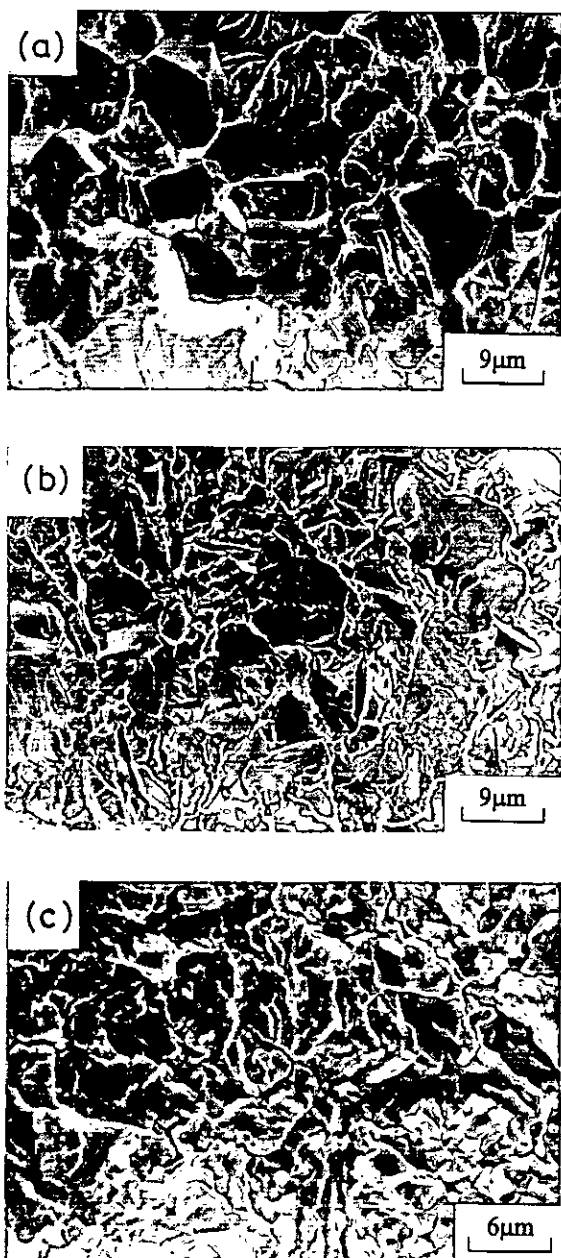


圖 9. CT 試片於大氣中的 SEM 破斷面觀察，顯示(a) 在低 ΔK 值下，H900 呈現混合破壞模式(b) 在高 ΔK 值下，H900 主要成呈現準劈裂破壞 (c)雷射處理試片之雷射退火區呈現穿晶疲勞破壞。