

循环载荷下表面强化工业纯铝残余应力释放研究

张聪惠, 宋薇, 朱姗姗, 王耀勉, 王洋

(西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

摘要:对工业纯铝进行表面机械研磨处理(SMAT),实现其表面纳米化,并引入残余压应力场。采用偏光显微镜(PM)、透射电子显微镜(TEM)对SMAT处理试样显微组织进行表征,利用X射线应力仪测试不同循环加载周次下距试样表面不同深度处宏观残余应力。研究不同循环加载周次下距表层不同深度处X射线衍射峰半高宽的变化特征,并采用Voigt函数拟合X射线衍射峰,得到微观应变和位错密度的分布特征。结果表明:循环加载初期残余应力释放率最大,约为25%,随着循环加载周次增加残余应力释放率趋于稳定;不同循环加载周次下,随距表层深度增加,X射线衍射峰半高宽、微观应变和位错密度逐渐降低后趋于稳定;随着位错密度降低,残余压应力逐渐增加,位错密度值稳定于约 $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 时所对应的深度,和最大残余压应力对应的深度基本一致。循环载荷下残余应力释放是通过微观塑性变形过程中位错运动来实现。

关键词:工业纯铝;循环加载;残余应力释放;半高宽;位错密度

中图分类号: TG171

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)10-2513-06

SMAT处理技术操作方便、效果显著、适应面广,是在材料表面引入残余压应力的有效手段。该技术通过弹丸反复、多角度冲击金属表面,使其发生剧烈塑性变形,在表层形成纳米晶的同时引入残余压应力,实现对材料表层性能的强化,进而提高其整体服役性能。

铝及铝合金具有良好的耐腐蚀和高温力学性能,其热中子吸收截面小,广泛用于核动力反应堆中的燃料包壳和堆内结构材料。SMAT处理工业纯铝可实现其表面纳米化,并在其表面引入残余压应力^[1,2],改善该结构材料的综合性能。

引入工件表面的残余压应力可以显著提高其疲劳性能^[3,4]。然而,工件在循环加载过程中残余压应力将部分甚至全部释放^[5-9],降低残余压应力对疲劳性能的改善效果。因此,分析工件循环加载过程中的残余压应力及其释放特征,对零件设计及零件寿命预测具有重要的意义。

影响残余应力释放的因素较多也较为复杂,研究表明,残余应力释放与平均应力、加载方式、循环加载周次^[2,10-17]、初始残余应力等级^[18]、材料性质^[19,20]、织构^[21]和表面状态^[22]等因素有关。国内外对SMAT处理铝及铝合金在循环加载下残余应力释放的研究较少,本实验采用半高宽定峰方法测定不同循环加载周次下SMAT处理工业纯铝残余应力分布规律,研究其

应力释放特征。

1 实验

试验用材料为100 mm×100 mm×4 mm的热轧退火态工业纯铝,平均晶粒尺寸约为30 μm,其化学成分(质量分数,%)为0.25Fe, 0.13O, 0.08C, 0.05N, 0.012H。本实验用SMAT装置为SNC-I型金属材料表面纳米化试验机。对试样进行除锈、去油、磨边等处理后,在室温、真空条件下进行SMAT处理。初始频率:50 Hz,弹丸为铸钢丸,其直径为3 mm,密度为7.8 g/cm³,对板材进行单面SMAT处理30 min。

采用正交偏光显微镜对SMAT处理试样横截面金相组织进行观察,利用JEM 2100对SMAT处理工业纯铝表层进行透射电子显微镜观察。采用Instron 8801型疲劳机对SMAT处理试样进行四点弯曲疲劳实验,在平均应力210 MPa,载荷比R=0.1条件下,获得不同循环加载周次的疲劳试样。疲劳试样尺寸为:厚度3.3 mm,宽度7.1 mm,长度25.4 mm,上表面棱角采用倒角处理,防止应力集中导致试样沿棱断裂。

取经过不同循环加载周次的疲劳试样中间部分7.1 mm×7.1 mm,利用XSTRESS3000 X射线应力仪测定SMAT处理试样在疲劳加载前后残余应力沿深度方向

收稿日期: 2014-10-22

基金项目: 国家自然科学基金青年基金(51104114);国家自然科学基金(51274160);碑林区科技局科技计划项目;陕西省教育厅科技项目(13JS061)

作者简介: 张聪惠,女,1974年生,博士,教授,西安建筑科技大学冶金工程学院,陕西 西安 710055,电话:029-82202547, E-mail: jiandazhang2010@hotmail.com

的分布特征。采用电解抛光技术获得距表层不同深度表面，应力测定采用 Ti 靶特征 X 射线，衍射峰 $2\theta=136^\circ$ ；特征晶面 (211)。采用半高宽法定峰，应力采用 $\sin^2\Psi$ 法计算，并对实验结果进行多项式拟合分析。

对应力测试获得的单峰进行 Voigt 函数拟合分析，根据拟合参数计算疲劳加载前后试样的晶块尺寸、微观应变及位错密度。

2 结果与分析

2.1 SMAT 处理工业纯锆的微观组织

采用正交偏光显微镜对 SMAT 处理工业纯锆横截面微观组织进行观察，如图 1 所示。可以看到：SMAT 处理后材料组织发生明显改变：从表层到基体晶粒尺寸由小到大呈梯度分布，大致可以描述为晶粒完全细化的剧烈变形区、存在大量孪晶，且孪晶严重交割的形变孪晶过渡区、形貌与基体相似的等轴晶区 3 个区域。由于锆为密排六方结构金属，独立滑移系少于 5 个，塑性变形初始，少数有利位向滑移系开启，当滑移受阻时，位错塞积产生内应力，内应力达到孪晶变形所需临界分切应力时，孪生变形开始，形成孪晶^[23]。同时由图 1 可以看到，越接近表层，形变孪晶越多，越细小，且多方向互相重叠交割，最表层晶粒完全碎化，分辨不清。

图 2 给出 SMAT 处理工业纯锆最表层的 TEM 像及选区电子衍射花样(图 2a)及 (101) 晶面的暗场像(图 2b)。从图 2a 可以看出，SMAT 处理后，工业纯锆表层晶粒尺寸达到纳米量级。在 200 nm 选区内，电子衍射斑点呈环形，即多个晶粒共存，且晶粒等轴。图 2b 是 (101) 晶面的暗场组织，可以看到该晶面上组织分布状况，表明 SMAT 处理实现了工业纯锆表面纳米化。

2.2 循环加载前后残余应力分布

图 3 为 SMAT 处理工业纯锆试样在不同循环加载周次下残余应力沿深度方向的分布特征。由图可知，

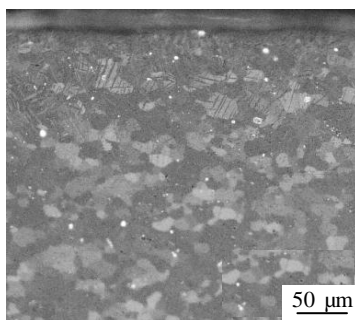


图 1 SMAT 处理工业纯锆横截面金相组织

Fig.1 Cross-sectional polarized microstructures of SMATed CP-Zr

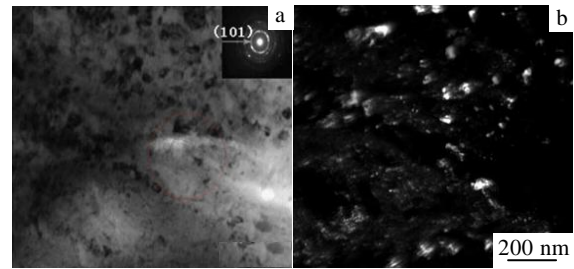


图 2 SMAT 处理工业纯锆最表层 TEM 照片

Fig.2 TEM image corresponding SAED (a) and dark field image of (101) (b) of the top surface for SMATed CP-Zr

SMAT 处理引入显著的残余压应力场，表 1 列举出表征残余压应力场的 4 个特征参量。由表可知：SMAT 处理试样经不同循环周次加载，残余压应力出现不同程度释放：循环 200 周次后表面残余压应力 (σ_{srs}) 由 -424.8 MPa 降至 -374.7 MPa，循环 2×10^5 周次后 σ_{srs} 降至 -245.9 MPa，循环 8×10^5 周次后 σ_{srs} 降至 -164.5 MPa，相对于未循环试样 σ_{srs} 分别降低 11.8%、42.1% 和 61.3%；最大残余压应力 (σ_{mrs}) 相对于未循环试样分别降低 27.5%，39.7% 和 53.2%，最大残余压应力距表面深度 Z_m 和残余压应力场深度 Z_0 都随着循环次数的增加逐渐减小。

计算得出循环加载 200 周次、 2×10^5 周次和 8×10^5 周次下的残余压应力释放率，分别为 25%、0.064% 和 0.014%。可以看出，在循环加载初期，残余压应力释放较快，随着循环次数的增加，残余压应力释放速率降低并趋于稳定。循环加载初期残余压应力释放为静载松弛，当施加载荷与材料内残余应力之和大于材料的屈服强度时，多于屈服强度部分释放，而在连续循环加载时，材料发生循环硬化并趋于稳定，使屈服强度增大，因而残余压应力释放率逐渐减小后趋于稳定。

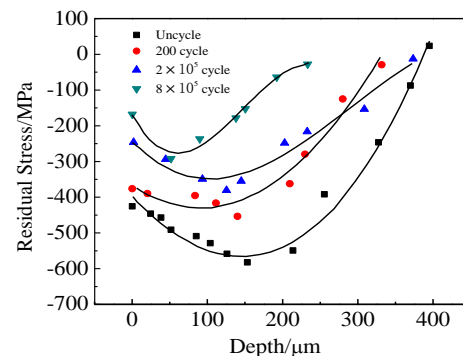


图 3 不同循环加载周次下残余应力与距表层深度变化关系

Fig.3 Variation of residual stress with depth from the top surface for different cycle numbers

X 射线衍射峰的半高宽是微观组织、晶格畸变和仪器宽化等信息的综合反映。以标准曲线将仪器宽化扣除后，通过对 X 射线衍射峰进行分析，研究其半高宽与距表层深度变化关系，估算出不同深度处晶块尺寸、微观应变和位错密度大小。图 4 给出不同循环加载周次下半高宽与距表层深度变化关系曲线，由图可以看出，随距表层距离增加半高宽显著降低，直至约 200 μm 处，降低趋势趋于平缓。同时可以看出，随着循环加载周次增加，半高宽也逐渐降低。

采用 Voigt 函数分别对 XRD 衍射峰进行拟合，得到参数柯西分量和高斯分量，通过以下公式^[24]求得晶块尺寸(D)及微观应变(e):

$$D = \frac{\lambda}{\cos \theta \times \beta_C^f} \quad (1)$$

$$e = \frac{\beta_G^f}{4 \tan \theta} \quad (2)$$

式中，β 表示积分宽度，下标 C 和 G 分别表示 Voigt 函数拟合得到的柯西分量和高斯分量，上标 f 表示结构衍射信息，λ 和 θ 分别表示波长和衍射角大小。不同循环加载周次下，距表面不同深度处的晶块尺寸及微观应变如图 5 所示。

从图 5 可以看出，不同循环加载周次下，试样的晶块尺寸基本保持一致，由表层约 28 nm 逐渐增加到基体组织晶粒大小，这与图 1 所示结果一致。在此情

表 1 表面纳米化工业纯锆残余应力场的特征参数

Table 1 Characteristic parameters of compressive residual stress of SMATed CP-Zr

Cycle number	σ_{sr}/MPa	σ_{mrs}/MPa	$Z_m/\mu\text{m}$	$Z_0/\mu\text{m}$
0	-424.8	-618.1	182	382
200	-374.7	-448.1	140	330
2×10^5	-245.9	-372.7	125	284
8×10^5	-164.5	-289.4	52	232

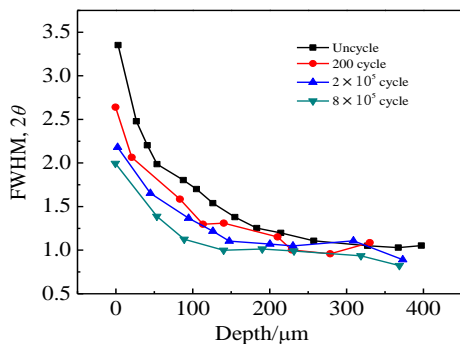


图 4 不同循环加载周次下 X 射线衍射峰半高宽随距表层不同深度变化关系

Fig.4 Variation of FWHM with depth from the top surface for different cycle numbers

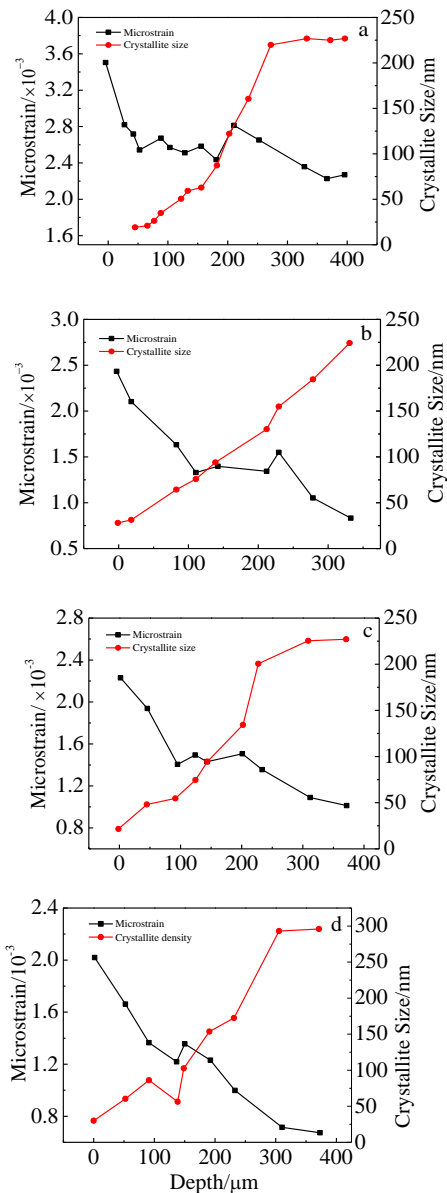


图 5 不同循环加载周次下微观应变和晶块尺寸随距表层不同深度变化关系

Fig.5 Change of crystallite size and microstrain in different depth for the samples loaded under different cycle numbers: (a) uncycle, (b) 200, (c) 2×10^5 , and (d) 8×10^5

况下，X 射线衍射峰半高宽的变化主要由微观应变和位错密度变化引起。

微观应变随距表层深度的变化表现出与半高宽相同的趋势：距表层深度增加，微观应变持续降低，且随循环加载周次增加，试样表层微观应变显著降低。

循环加载前后试样的位错密度采用 Williamson 和 Smallman^[25]提出的模型来计算：

$$\rho = \frac{2\sqrt{3}}{Db} \langle \xi^2 \rangle^{1/2} \quad (3)$$

其中, $\langle \xi^2 \rangle^{1/2}$ 为公式(2)计算得到的微观应变, b 是柏氏矢量的绝对值。在本研究中, 只考虑 $\langle a \rangle$ 型柱面滑移, 因此, 取 $b=0.3232 \text{ nm}^{[26-28]}$, 得到不同循环加载周次下距表层不同深度处的位错密度, 如图 6 所示。

不同循环加载周次下, 位错密度变化趋势一致: 在最表层处有最大位错密度, 约为 $(8\sim 16) \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$, 随距表层深度增加, 位错密度迅速降低, 然后趋于稳定。可以看到, 不同循环加载周次下位错密度趋于稳定时对应的深度和最大残余压应力对应的深度 Z_m 基本一致, 也就是说, 位错密度是影响残余应力的一个重要因素。图 7 给出了不同循环加载周次下残余应力与位错密度之间的关系曲线。该曲线表现为非线性关系, 随着位错密度降低, 对应的残余压应力增加, 在位错密度降至约为 $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 时得到最大残余压应力, 此后, 位错密度在 $(1\sim 2) \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 范围内波动, 残余压应力逐渐减小。

3 讨论

循环载荷下残余应力释放是通过微观塑性变形积累实现的。当外加载荷产生滑移面内滑移方向上的切应力, 且该应力大于其临界分切应力时, 滑移启动, 晶粒发生塑性变形, 部分晶粒沿垂直表面扩展^[29], 在连续循环载荷下, 不同取向晶粒塑性变形积累, 促使残余应力释放。

在循环加载过程中, 材料内部残余弹性应变转化为微观塑性变形, 使残余应力发生松弛, 该过程主要通过位错运动来完成。SMAT 处理后, 材料表面位错密度增大, 且相互缠结。在外加载荷下材料发生塑性变形, 塑性变形过程中位错滑移使位错重新组合及异号位错抵消, 位错密度降低后趋于稳定。

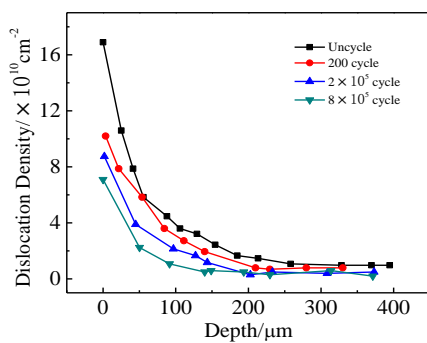


图 6 不同加载周次下不同深度处位错密度

Fig.6 Distributions of dislocation density as a function of depth from the top surface subjected to different cycle number

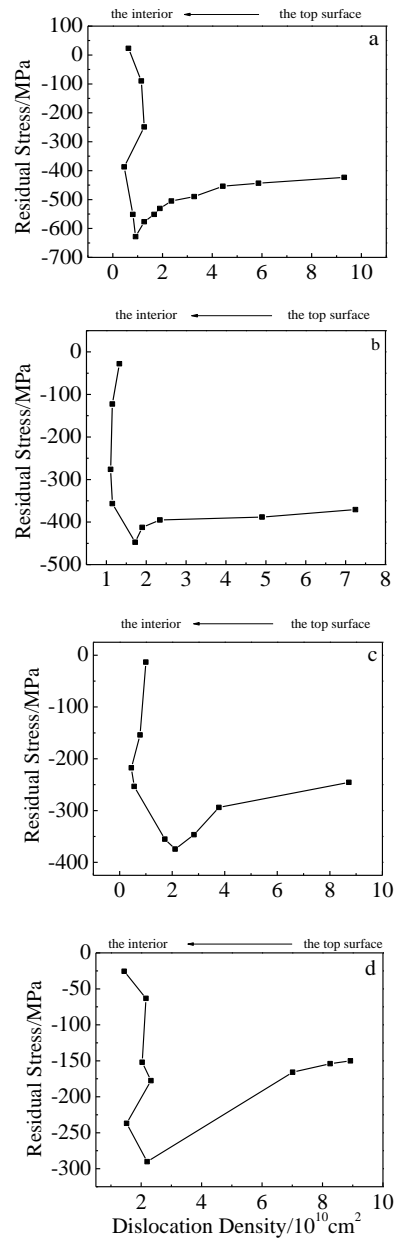


图 7 不同循环加载周次下残余压应力与位错密度的关系

Fig.7 Relationship between residual stress and dislocation density for the samples loaded under different cycle numbers: (a) uncycle, (b) 200, (c) 2×10^5 , and (d) 8×10^5

4 结论

1) 不同循环加载周次下, 残余应力有不同程度释放, 循环加载初期残余应力释放率最高, 随着循环次数增加释放率趋于稳定。

2) 不同循环加载周次下, X 射线衍射峰半高宽随距表层深度增加而降低, 随后趋于稳定, 微观应变、位错密度与距表层深度的关系表现为与半高宽相似的趋势。

3) 不同循环加载周次下, 试样的晶块尺寸基本保持一致, X 射线衍射峰半高宽的变化主要由微观应变和位错密度变化引起。

4) 不同循环加载周次下, 位错密度趋于稳定时对应的深度和最大残余压应力对应的深度 Z_m 基本一致。

5) 循环载荷下残余应力释放是通过微观塑性变形过程中位错运动来实现。

参考文献 References

- [1] Zhang Conghui (张聪惠), Yu Fei (于飞), Xie Gang (解钢) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(9): 2147
- [2] Gloguen D, Francois M, Guillen R. *Journal of Applied Crystallography*[J], 2004, 37(6): 934
- [3] Webster G A, Ezeilo A N. *International Journal of Fatigue*[J], 2001, 23(1): 375
- [4] Withers P J. *Reports on Progress in Physics*[J], 2007, 70(12): 2211
- [5] Torres M A S, Voorwald H J C. *International Journal of Fatigue*[J], 2002, 24(8): 877
- [6] Sidhom N, Laamouri A, Fathallah R et al. *International Journal of Fatigue* [J], 2005, 27(7): 729
- [7] Nikitin I, Besel M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 491(1): 297
- [8] Dalaei K, Karlsson B, Svensson L E. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(3): 1008
- [9] Denkena B, Köhler J, Breidenstein B et al. *Procedia Engineering*[J], 2011, 19(1): 88
- [10] Zhuang W Z, Halford G R. *International Journal of Fatigue*[J], 2001, 23(1): 31
- [11] Zarog O S, Ali A, Sahari B B et al. *International Journal of Fatigue* [J], 2011, 33(2): 279
- [12] Foss B J, Gray S, Hardy M C et al. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(7): 2548
- [13] Gao Y K. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(10-11): 3823
- [14] Kim J C, Cheong S K, Noguchi H. *International Journal of Fatigue*[J], 2013, 56(11): 114
- [15] Lee H, Mall S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 366(2): 412
- [16] Liu J X, Huang Y, Liao R D. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(21-22): 5962
- [17] Lee C H, Van Do V N, Chang K H. *International Journal of Plasticity*[J], 2014, 62(1): 17
- [18] Cao Z W, Xu H Y, Zou S K et al. *Chinese Journal of Aeronautics*[J], 2012, 25(4): 650
- [19] Wawszczak R, Baczański A, Braham C et al. *Philosophical Magazine*[J], 2011, 91(17): 2263
- [20] Fornell J, Concustell A, Greer A L et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2014, 586(1): s36
- [21] Wang J S, Hsien C C, Lai H H et al. *Materials Characterization*[J], 2015, 99(1): 248
- [22] Laamouri A, Sidhom H, Braham C. *International Journal of Fatigue*[J], 2013, 48(3): 109
- [23] Zhang Conghui (张聪惠), Lan Xinzhe (兰新哲), Zhao Xicheng(赵西成) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(3): 512
- [24] De Keijser T H, Langford J I, Mittemeijer E J et al. *Journal of Applied Crystallography*[J], 1982, 15(3): 308
- [25] Williamson G K, Smallman R E. *Philosophical Magazine*[J], 1956, 1(1): 34
- [26] Ungár T, Castelnau O, Ribárik G et al. *Acta Materialia*[J], 2007, 55(3): 1117
- [27] Dini G, Ueji R, Najafizadeh A et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(10): 2759
- [28] Ni S, Wang Y B, Liao X Z et al. *Scripta Materialia*[J], 2011, 64(4): 327
- [29] Li Jinkui (李金魁), Yao Mei (姚枚), Wang Renzhi (王仁智). *Aeronautical Materials*(航空材料)[J], 1988, 8(2): 51

Residual Stress Relaxation of Surface Strengthened Commercial Pure Zirconium under Cycle Load

Zhang Conghui, Song Wei, Zhu Shanshan, Wang Yaomian, Wang Yang
(Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

Abstract: The commercial pure zirconium samples were processed by surface mechanical attrition treatment (SMAT) to realize the surface nanocrystallization, and the compressive residual stress was induced at the same time. The microstructure was studied by PM and TEM after SMAT. The macroscopic residual stress at different depths from surface was evaluated by XRD after different cycles. The distribution characteristics of FWHM were investigated. Fitting the peaks from XRD by Voigt function, microstrain and dislocation density at different

depths from top surface after different cycles were obtained. The results indicate that the biggest relaxation rate (about 25%) is found at initial stage, and the more cycles, the less residual stress relaxation. Under different cycles, with the increase of the depth from the top surface, the FWHM decreases rapidly, and then reaches to a steady state. The distribution characteristics of the microstrain and dislocation density at different depths from surface are similar to FWHM after different cycles. Along with the decrease of dislocation density, the residual stress increases gradually. The depth where the dislocation density value is about $2 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ is similar to that of the maximum compressive residual stress. The residual stress relaxation is achieved by the accumulation of plastic deformation in the process of dislocation motion under cyclic loading.

Key words: commercial pure zirconium; cyclic loads; residual stress relaxation; FWHM; dislocation density

Corresponding author: Zhang Conghui, Professor, School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, P. R. China, Tel: 0086-29-82202547, E-mail: jiandazhang2010@hotmail.com