

超声喷丸对工业纯锆拉拉疲劳性能的影响

张聪惠^{1,2}, 杨 军¹, 宋国栋¹, 任海涛¹

(1. 西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

(2. 陕西省冶金工程技术研究中心, 陕西 西安 710055)

摘 要: 采用超声喷丸 (USSP) 对工业纯锆进行处理, 就其拉拉疲劳性能展开研究, 并利用光学显微镜 (OM) 和显微硬度计分别对试样的微观组织和由表层到基体的硬度分布进行表征; 利用 X 射线衍射仪 (XRD) 分析其表层晶粒尺寸、微观畸变以及残余应力。结果表明: USSP 处理后, 其晶粒尺寸细化到纳米级别, 表层残余压应力、表面粗糙度、硬度随着处理时间的增加而增加; 原始工业纯锆的疲劳极限为 355 MPa, USSP 处理可显著提高其疲劳极限, USSP 处理 45 min 后工业纯锆的疲劳极限达到 400 MPa, 较原始工业纯锆提高 11.2%; 疲劳加载过程中的应力越低, USSP 处理对疲劳寿命的提高越明显。

关键词: USSP; 粗糙度; 疲劳性能; 断口形貌

中图分类号: TG113.25⁺5; TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)06-1954-07

锆是一种高温难熔金属, 熔点为 1852 °C, 其密度为 6.49 g/cm³, 具有优良的耐腐蚀性能和导热性能, 膨胀系数低、弹性模量小、无毒、生物相容性好、兼具良好的强度和塑性配比^[1]。在冶金、核电、石油化工和生物医疗等方面有广泛的用途^[2,3]。作为重要的结构材料, 其综合力学性能的提高有助于降低行业成本, 同时扩大其应用范围。

疲劳一直是金属材料的主要研究课题之一, 在材料失效分析、材料性能与发展和工程设计中有着重要作用与影响^[4]。金属材料失效行为大多发生在材料的表面^[5], 对材料表面的结构和性能极其敏感, 自 1999 年 Ke Lu 提出表面纳米化^[6]的概念以来, 金属材料的表面纳米化一直是各国学者研究的焦点。表面纳米化可以改变材料表面的组织形态, 通过强化表层性能, 提高其整体服役性能^[7,8]。提高材料的疲劳强度、微动疲劳强度和抗应力腐蚀能力^[9,10], 已在很多金属如钛合金^[11]、镁合金^[12]、不锈钢^[13,14]等材料中广泛采用。超声喷丸 (USSP) 是一种是由普通喷丸改进而来的材料表面改性方法, 它采用弹丸以超声频率撞击材料表面, 达到改变材料表面组织形态, 提高材料性能的目的。其工艺成熟, 成本较低, 是金属材料重要的表面纳米化手段之一^[15]。

本实验以密排六方结构金属工业纯锆为研究对

象, 通过 USSP 实现了表面纳米化, 观察测试了表面纳米化表层的组织结构、显微硬度、表面粗糙度, 分析了 USSP 处理不同时间对工业纯锆的拉拉疲劳性能的影响, 通过扫描电子显微镜对疲劳断口形貌进行观察与分析。

1 实 验

本实验的研究对象为退火态工业纯锆, 平均晶粒尺寸约为 30 μm, 其化学成分如表 1 所示。首先, 对试样进行除锈、去油、磨边、超声清洗等处理。实验采用的超声喷丸设备为美国生产的 DT1480 数控喷丸机, 弹丸材质 ZG30 (铸钢丸); 弹丸直径 0.3 mm; 超音速喷嘴, 喷射角 85°, 工作压力 0.4 MPa。本实验采用双面喷丸, 喷丸时间分别选取 15、30、45、60 min。

采用 OLYMPUSGX51 显微镜对 USSP 处理的和原始试样进行金相观察, 沿横截面截取金相试样, 腐蚀剂为 2HF+9HNO₃+9H₂O, 腐蚀时间为 10 s; 采用岛津 XRD-7000 型 X 射线衍射仪 (XRD) 对处理表面的晶粒

表 1 工业纯锆的化学成分
Table 1 Chemical composition of industrial pure zirconium (ω/%)

Zr+Hf	Fe+Cr	Hf	C	N	H	O
≥99.2	0.2	4.5	0.050	0.010	0.005	0.10

收稿日期: 2018-06-09

基金项目: 国家自然科学基金 (51674187)

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

尺寸、微观畸变及残余应力进行测试，所用靶材为 Cu K α ，扫描角度为 20°~80°，扫描速度为 3°/min，管电压 40 kV，管电流 40 mA；采用 401-MVD 维氏硬度计对表面强化处理工业纯锆横截面各区域进行显微硬度测定，沿试样横截面深度方向从表面到距表层不同深度进行测试，测试间距为 30 μm ，测试施加载荷为 0.98 N，保压 10 s，然后完全卸载，每个深度测量 5 次并取平均值；采用 LextolS4000 激光共聚焦扫描显微镜，分析表面粗糙度；采用 Instron8801 液压伺服疲劳机测试其疲劳极限，加载方式为正弦加载，载荷比为 $R=0.1$ ，加载频率为 10 Hz，改变加载应力以确定疲劳极限（定义工业纯锆的疲劳寿命为 2×10^6 次）；采用 S-2700 型扫描电镜观测疲劳断口；环境条件：室温，湿度 58%。疲劳试样尺寸如图 1 所示，试样厚度为 2 mm，为避免试样在喷丸过程中变形，先将试样切割为 2 cm 进行双面喷丸，再切成 2 mm 厚的薄片。

2 结果与讨论

2.1 超声喷丸对工业纯锆微观组织的影响

图 2 为 USSP 处理不同时间工业纯锆试样的横截面显微组织。从图 2 可以看出：USSP 处理时间达 15 min 时，表层已出现孪晶，即表层晶粒已经明显细化；喷丸 30 min 后表层晶粒发生强烈的塑性变形，纳米层以下产生大量孪晶，距表面深度越深，变形程度越小，

强烈塑性变形区厚度随着喷丸时间的增加而增加，但是变形层厚度会达到饱和值。

图 3 为塑性变形层与纳米层厚度随 USSP 处理时间的变化曲线。本实验以观察不到孪晶定义为未发生塑性变形^[16]。由图 3 可知，经过 15、30、45 和 60 min 处理的试样，其表层塑性变形层厚度分别为 20、120、140 和 180 μm ，纳米层厚度分别为 20、35、40、50 μm 。变形层深度和纳米层深度随着 USSP 处理时间的增加而增加。

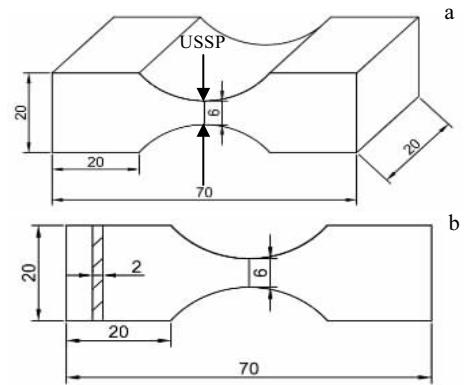


图 1 拉拉疲劳试样的制样方式及形状尺寸

Fig.1 Sample preparation method and shape size of tensile-fatigue specimen (mm): (a) sample preparation diagram and (b) sample size diagram

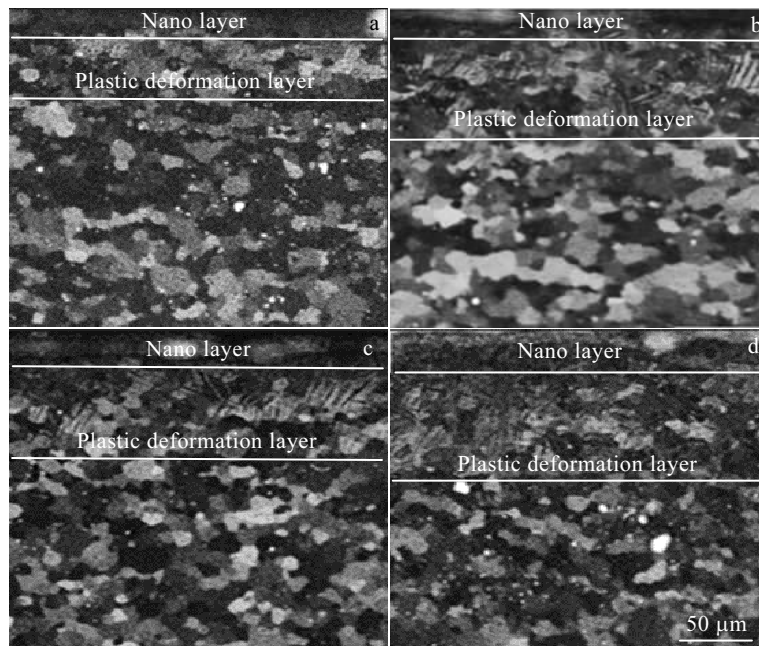


图 2 USSP 处理不同时间工业纯锆试样的横截面显微组织

Fig.2 Cross section microstructures of commercially pure zirconium treated by USSP for different time: (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, and (d) 60 min

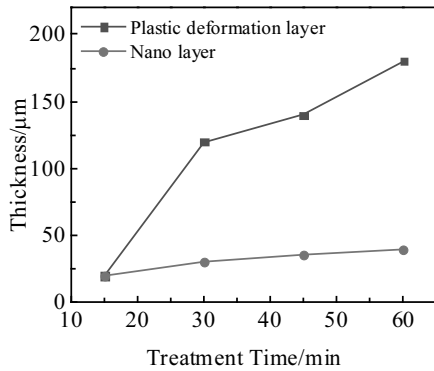


图 3 塑性变形层及纳米层厚度随 USSP 处理时间的变化曲线
Fig.3 Variation of thickness of plastic deformation layer and nano layer with USSP treatment time

图 4 为 USSP 处理不同时间和原始试样的 X 射线衍射图谱。从图可知，工业纯锆经过 USSP 处理，(10 $\bar{1}$ 0)、(10 $\bar{1}$ 1)、(0002)、(10 $\bar{1}$ 3)和(0004)晶面衍射峰强度均有明显增强。

采用谢乐公式，计算不同时间喷丸处理的试样表层晶粒尺寸、微观畸变；采用虎克定律计算其表层残余应力，结果如表 2 所示。由表可知，工业纯锆经 USSP 处理 15 min 后表层晶粒尺寸已达到纳米化，随着 USSP 处理时间的增加，其晶粒尺寸逐渐减小至 37.9 nm，微观畸变从 0.313%增加至 0.708%，残余应力从-197.6±12.6 MPa 增加至-397.2±19.7 MPa。

2.2 超声喷丸对工业纯锆显微硬度及粗糙度的影响

2.2.1 超声喷丸对工业纯锆显微硬度的影响

工业纯锆在 USSP 处理后会产强烈的塑性变形，其表层晶粒细化，晶界密度提高，同时在塑性变

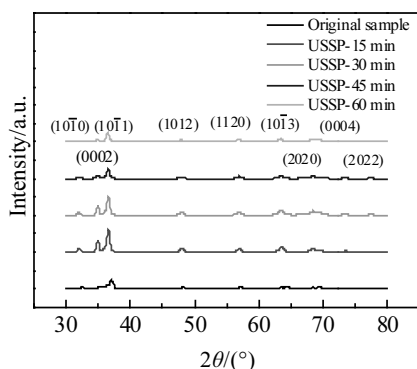


图 4 USSP 处理不同时间工业纯锆和原始试样的 X 射线衍射图谱

Fig.4 X-ray diffraction patterns of original sample and commercially pure zirconium treated by USSP for different time

表 2 USSP 处理不同时间工业纯锆的表层晶粒尺寸、微观畸变及残余应力

Table 2 Surface grain size, microdistortion and residual stress of commercially pure zirconium treated by USSP for different treatment time

USSP treatment time/min	Grain size/nm	Microdistortion/%	Residual stress/MPa
15	61.9±12.6	0.313±0.0284	-197.6±12.6
30	55.2±8.6	0.434±0.0279	-273.2±21.1
45	40.2±7.4	0.711±0.0449	-314.1±11.4
60	37.9±3.9	0.708±0.0222	-397.2±19.7

形影响区域还会存在大量位错和孪晶结构，产生明显的加工硬化。图 5 为 USSP 处理不同时间工业纯锆的显微硬度随距试样表层深度的变化曲线。由图可知，经 USSP 处理，材料表层显微硬度大幅度提高，随处理时间增加，表层的显微硬度逐渐增大，而在相同处理时间下，距表层深度越小，表层显微硬度越大。

不同处理工艺下各区域显微硬度随深度的变化趋势基本一致。即随深度的增加，硬度值降低，最终大约在 275 μm 处达到基体硬度（1600 MPa），而且硬度曲线下落的趋势随着深度的增大而减小，并趋于基体的硬度。这与 USSP 处理工业纯锆表层的梯度纳米组织的晶粒细化趋势一致。经过 15、30、45 和 60 min 处理，试样表层显微硬度值分别为 3500、4600、4900 和 5500 MPa。而基体的显微硬度为 1600 MPa，USSP 处理 60 min 工业纯锆的表层硬度值是基体硬度值的 3.3 倍。

2.2.2 超声喷丸对工业纯锆粗糙度的影响

USSP 处理试样和原始试样的粗糙度如图 6 所示。每个试样测试 5 个点的粗糙度并取平均值。原始试样的粗糙度 R_a 为 0.41 μm，经过 15、30、45 和 60 min

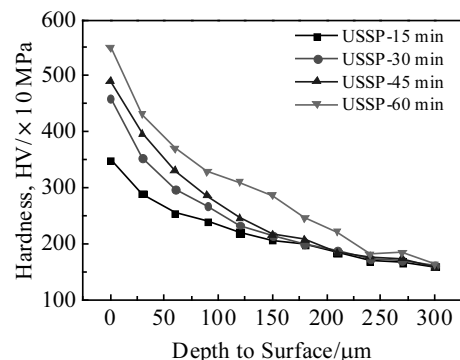


图 5 USSP 处理不同时间工业纯锆试样的横截面显微硬度随深度变化曲线

Fig.5 Variation curves of microhardness with depth to surface of commercially pure zirconium treated by USSP for different time

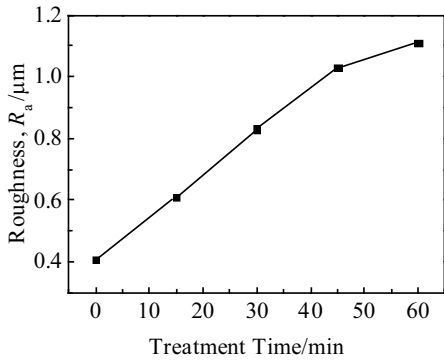


图 6 USSP 处理不同时间工业纯锆试样的粗糙度

Fig.6 Surface roughness of commercially pure zirconium samples treated by USSP for different time

处理，试样粗糙度值 R_a 分别为 0.63、0.82、1.04 和 1.1 μm ；粗糙度随着喷丸时间的增加而增加，增加速度逐渐变低。USSP 处理不同时间工业纯锆的表面形貌如图 7 所示。在喷丸前期表面硬度较低，在表面容易留下凹坑，使表面粗糙度升高。当处理时间延长后，表面硬度提高使表面抗冲击性能提高，弹丸会使原来凸起部分剥落，粗糙度逐渐稳定。

2.3 超声喷丸对工业纯锆疲劳性能的影响

2.3.1 超声喷丸对工业纯锆疲劳极限的影响

表 3 为 USSP 处理不同时间工业纯锆和原始试样的疲劳数据。由表 3 可以看出，疲劳加载过程中最大加载应力为 500 MPa 时，USSP 处理对疲劳寿命的影响特别小，疲劳加载过程中的最大加载应力越低，USSP 处理试样的疲劳寿命提高越明显。

众所周知，疲劳应力与疲劳寿命(S-N)曲线虽不能全面反映出材料疲劳加载中具体的损伤程度，但 S-N 法用唯象的方法可直接反映材料的疲劳特性。因此，该方法仍是表征材料宏观疲劳性能最有效的方法。基于此，本研究采用 S-N 法对粗晶或超细晶工业纯锆的疲劳特性进行表征。

S-N 曲线拟合按拉伸疲劳三参数的对数模型式

(1) 进行：

$$\log N = a + b \cdot \log(\sigma_{\max} - \sigma_0) \tag{1}$$

式中， N —应力循环次数（周）； a 、 b —常数； σ_{\max} —在应力循环中的最大应力（MPa）； σ_0 —当 $N \rightarrow \infty$ 时的应力（MPa）。

图 8 为 USSP 处理不同时间工业纯锆的 S-N 曲线。由图可知，USSP 处理后工业纯锆疲劳曲线特性与原始试样类似，加载应力较大时，试样经过较少周次的循环载荷作用即发生疲劳断裂。随着加载应力的降低，疲劳寿命增加，并最终达到疲劳极限。按常规，当循环次数为 2×10^6 时所对应的加载应力为疲劳极限。经 USSP 处理试样的拉拉疲劳寿命与原始试样相比均有

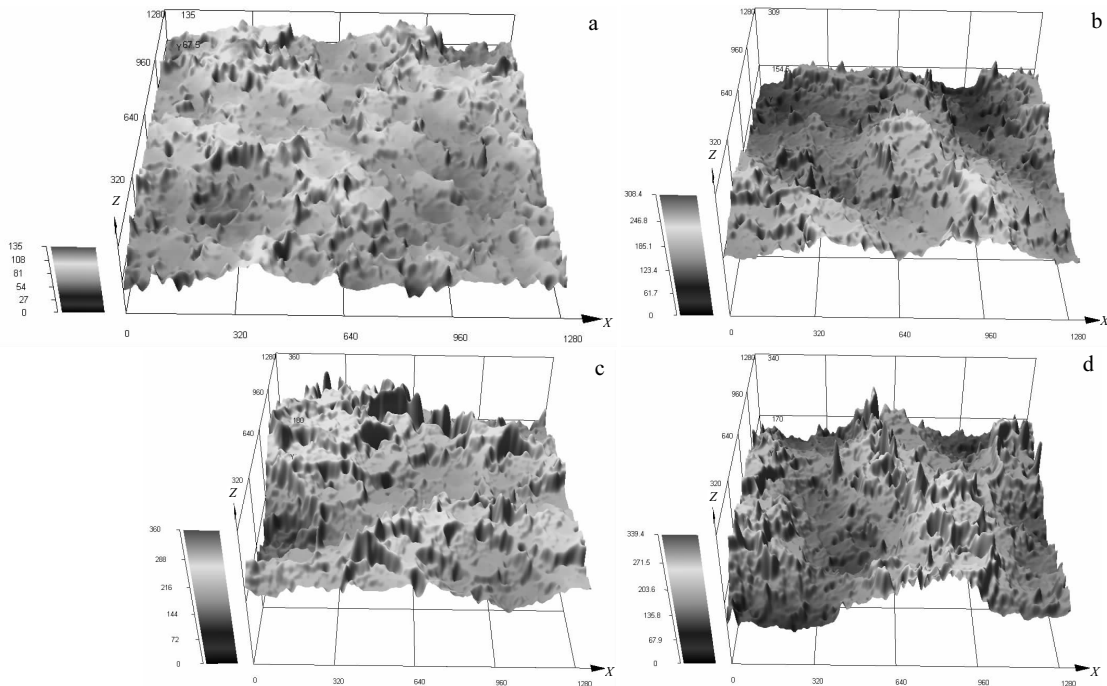


图 7 USSP 处理不同时间工业纯锆试样的表面形貌

Fig.7 Surface morphologies of zirconium samples treated by USSP for different time: (a) 15 min, (b) 30 min, (c) 45 min, and (d) 60 min

表 3 USSP 处理不同时间工业纯锆试样和原始试样的疲劳数据

Table 3 Fatigue data of original samples and commercially pure zirconium samples treated by USSP for different time

$\sigma_{max} / \text{MPa}$	Fatigue life, N/cycle				
	Original specimen	USSP-15 min	USSP-30 min	USSP-45 min	USSP-60 min
355	2 000 000	-	-	-	-
372	607 510	2 000 000	-	-	-
390	421 732	754 234	2 000 000	-	2 000 000
400	362 103	453 201	812 301	2 000 000	1 123 544
410	306 173	361 234	542 123	923 541	893 245
418	-	-	462 468	791 434	-
427	-	-	413 568	655 961	-
445	220 154	251 246	375 412	543 251	432 565
464	155 047	172 451	265 741	351 244	283 213
482	132 434	168 312	135 421	151 452	144 364
500	112 050	124 855	104 235	135 014	125 176

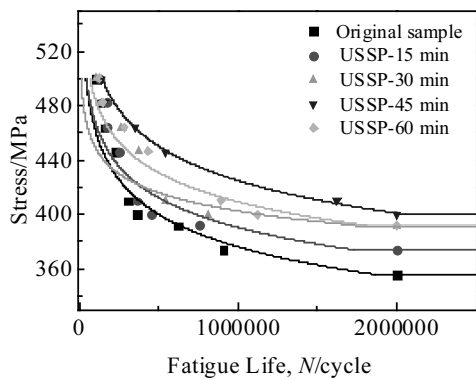


图 8 USSP 处理不同时间工业纯锆与原始试样的 S-N 曲线
Fig.8 S-N curves of original sample and zirconium treated by USSP for different time

所增加，这可能是由于 USSP 使工业纯锆表层晶粒得到显著细化和产生微观畸变、残余压应力、硬化的综合作用所致。一般来说，金属材料的疲劳断裂多起源于其表层，表层晶粒越小，其晶界越多，金属发生塑性变形的阻力也越大，金属材料在循环载荷作用下抵抗塑性变形的抗力也就越大。与此同时，残余压应力的存在减少了循环载荷作用下的应力集中，可有效抑制微裂纹的萌生。硬度和微观畸变的增加也会使裂纹扩展的闭合合力得到加强，阻碍裂纹的扩展，从而使工业纯锆的疲劳性能得到改善。此外，梯度纳米组织中还存在大量晶格畸变和孪生，这些晶面也会阻碍位错的运动，在这些因素的综合作用下，工业纯锆的疲劳寿命得到显著提高。

原始试样的疲劳极限为 355 MPa，随着 USSP 处

理时间的增加，工业纯锆的疲劳极限先增大后减小，USSP 处理 45 min 后工业纯锆的疲劳极限最大，为 400 MPa，比原始工业纯锆的疲劳极限提高 11.2%。普遍认为，表面纳米化对金属材料疲劳极限的影响因素有：残余压应力增加、表面粗糙度增大，硬度增大以及晶粒细化等^[12,17,18]，其中残余压应力增加、硬度增加、组织细化为有利因素，粗糙度增大为不利因素。已知，USSP 处理后，其晶粒尺寸细化到纳米级别，残余压应力、粗糙度、硬度随着处理时间的增加而增加。当疲劳加载过程中的最大加载应力较高时，USSP 处理试样与原始试样疲劳寿命相近，USSP 处理并没有显现出明显的优势，这是由于 USSP 处理之后，试样表面的粗糙度增大，这一疲劳极限的不利因素在最大加载应力增大时被放大，抵消了表层微观组织细化、残余压应力增加及硬度增大等有利因素的影响。

2.3.2 加载应力对工业纯锆疲劳寿命的影响

图 9 为在不同加载应力下 USSP 处理不同时间工业纯锆的疲劳寿命曲线。由图可知，疲劳加载过程中的应力越低，USSP 处理试样的疲劳寿命提高越明显。当加载应力较大时（482 和 500 MPa），USSP 并没有提高工业纯锆的疲劳寿命，经过不同时间 USSP 处理的工业纯锆的疲劳寿命并没有提高；随着加载应力减小至 445 和 464 MPa，USSP 虽然可以提高工业纯锆的疲劳寿命，但效果并不明显，工业纯锆的疲劳寿命从原始试样的 20 万次左右提升至 40 万次。同时发现 USSP 处理 45 min 对疲劳寿命的提升效果最为显著，USSP 处理 60 min 工业纯锆的疲劳寿命相较于 45 min 已有轻微下降；当加载应力减小至 410 和 400 MPa 时，USSP 处理对疲劳寿命的提高最为显著，加载应力为 400 MPa 时，USSP 处理 45 min 工业纯锆的疲劳寿命从 36 万次提升至 200 万次。

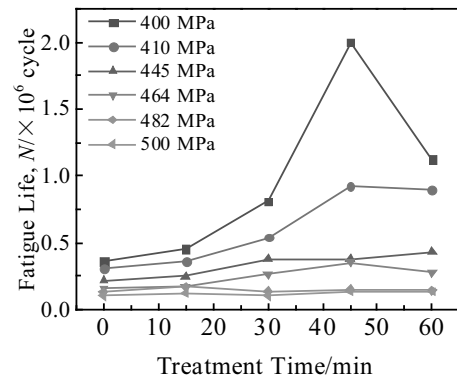


图 9 在不同加载应力下工业纯锆的疲劳寿命
Fig.9 Fatigue life of zirconium under different average loading stress

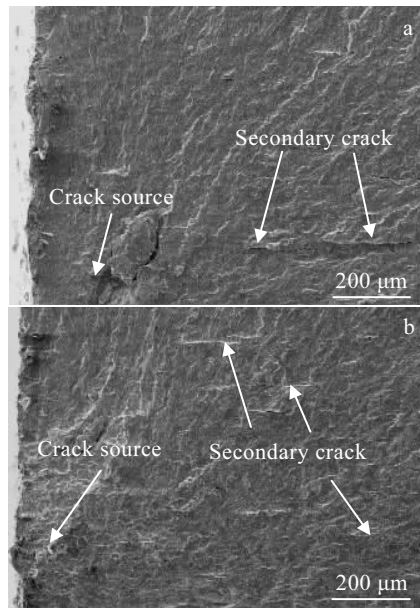


图 10 工业纯锆疲劳断口形貌

Fig.10 Fatigue fracture morphologies of commercially pure zirconium: (a) USSP-45min and (b) original sample

2.4 疲劳断口形貌

从表 3 可知, 当加载应力为 400 MPa 时, USSP 处理可显著提高工业纯锆的疲劳寿命, 且 USSP 处理时间为 45 min 时, 其疲劳寿命提升最为明显。故本研究将加载应力确定为 400 MPa, 并对比分析 USSP 处理 45 min 试样与原始试样的疲劳断口形貌。图 10a、10b 分别为 USSP 处理 45 min 与原始试样疲劳断口形貌。

通过观察疲劳断口, 可以分析裂纹萌生与扩展形态、裂纹性质与疲劳断裂的影响因素^[19,20]。与原始试样相比, USSP 处理 45 min 试样的断口形貌有以下特点: 裂纹源从表面转移到次表面, 并由多裂纹源转化为单一裂纹源; 断口相对粗糙, 表面起伏较大, 疲劳条带相对较少且呈长条状分布。尽管均有二次裂纹产生, 但相对于原始试样, USSP 处理 45 min 工业纯锆二次裂纹产生的位置距表层的深度更深, 数量也有所减少。对比分析发现, USSP 处理形成的梯度纳米组织有效地抑制了裂纹的萌生; 在裂纹扩展的初期, USSP 处理试样表现出更强的抗裂纹扩展能力, 最终导致 USSP 处理试样疲劳寿命的提高。

3 结论

1) USSP 处理可以在工业纯锆表层形成梯度纳米组织, 其塑性变形层厚度、表层残余压应力、硬度、

表面粗糙度均随着处理时间的增加而增加。

2) USSP 可显著提高工业纯锆疲劳极限, 随着处理时间的增加, 工业纯锆的疲劳极限先增大后减小; USSP 处理 45 min 的工业纯锆的疲劳极限最大, 达 400 MPa, 较原始试样提高了 11.2%。疲劳加载过程中的加载应力越低, USSP 处理对疲劳寿命的提高越明显。

3) 与原始试样相比, USSP 处理 45 min 试样的裂纹源从表面转移到次表面, 断口相对粗糙, 二次裂纹产生的位置距表层的深度更深, 数量也有所减少。更强的抗裂纹萌生与初期扩展的能力, 是 USSP 处理试样疲劳寿命提高的主要原因。

参考文献 Reference

- [1] Li Xianjun(李献军), Wang Gao(王 镐), Wen Zhigang(文志刚) *et al.* *World Nonferrous Metals*(世界有色金属)[J], 2012(7): 57
- [2] Li Peizhi(李佩志), Tian Zhenye(田振业), Shi Yufeng(石玉峰). *Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1984(1): 65
- [3] Zhang Conghui(张聪惠), Yu Fei(于 飞), Wang Yaomian(王耀勉) *et al.* *Rare Metal*(稀有金属)[J], 2013, 37(1): 1
- [4] Suresh S. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*[J], 1998, 28(12): 1153
- [5] Krupp Ulrich. *Materials Today*[J], 2007, 10(7): 53
- [6] Lu Ke, Lu Jian. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 1999, 15(3): 193
- [7] Wang Xin, Li Siqing, Meng Zhenwei *et al.* *Journal of Aeronautical Materials*[J], 2013, 33(3): 34
- [8] Wen Ailing, Wang Shengwu, Ren Ruiming *et al.* *Advanced Materials Research*[J], 2010, 97(101): 2217
- [9] Wang Renzhi, Ru Jilai. *Chinese Journal of Mechanical Engineering*[J], 2015, 28(2): 416
- [10] Xing Y M, Lu K, Lu J. *Apefs & Atem*[J], 2017, 2: 863
- [11] Lainé Steven J, Knowles Kevin M, Doorbar Phillip J *et al.* *Acta Materialia*[J], 2017, 123: 350
- [12] Ren X D, Huang J J, Zhou W F *et al.* *Materials & Design*[J], 2015, 86: 421
- [13] Roland T, Reirant D, Lu K *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2006, 54(11): 1949
- [14] Huang H W, Wang Z B, Yong X P *et al.* *Materials Science & Technology*[J], 2013, 29(10): 1200
- [15] Wu X, Tao N, Hong Y *et al.* *Acta Materialia*[J], 2002, 50(8): 2075
- [16] Yu Fei(于 飞). *Dissertation for Master*(硕士学位论文)[D]. Xi'an: Xi'an University of Architecture and Technology, 2014
- [17] Xin Chao(辛 超), Xu Wei(徐 巍), Sun Qiaoyan(孙巧艳) *et*

- al. Rare Metal Materials & Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(7): 1954
- [18] Yang Qi, Zhou Wenlong, Gai Pengtao *et al. Wear*[J], 2017, 372-373: 81
- [19] Cui Yuexian(崔约贤), Wang Changli(王长利). *Metal Fracture Analysis*(金属断口分析)[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1998: 76
- [20] Ralph B. *Materials Characterization*[J], 2008, 59(3): 348

Effect of Ultrasonic Shot Peening on Tensile-Tensile Fatigue Properties of Commercially Pure Zirconium

Zhang Conghui^{1,2}, Yang Jun¹, Song Guodong¹, Ren Haitao¹

(1. Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(2. Metallurgical Engineering Technology Research Center of Shaanxi Province, Xi'an 710055, China)

Abstract: Ultrasonic shot peening (USSP) was used to treat commercially pure zirconium and its tension-tension fatigue properties were studied. The microstructure and surface hardness of the samples were characterized by optical microscopy (OM) and microhardness tester, respectively. The grain size, micro distortion and residual stress of sample surface were analyzed by X-ray diffractometer (XRD). The results show that after USSP treatment, the grain size is refined to the nano scale, and the residual compressive stress, surface roughness and hardness of the surface increase with prolonging the USSP time. USSP treatment can significantly increase the fatigue limit, which increases to the maximum 400 MPa of the sample treated by USSP for 45 min from 355 MPa of original commercially pure zirconium, with the increment of 11.2%. The lower the loading stress is during fatigue loading, the more obviously the fatigue life increases by USSP treatment.

Key words: USSP; roughness; fatigue property; fracture morphology

Corresponding author: Zhang Conghui, Ph. D., 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