

表面纳米化对工业纯锆四点弯曲疲劳性能的影响

王耀勉, 成佳鹏, 张聪惠

(西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

摘要: 采用表面机械研磨工艺对工业纯锆进行处理, 利用四点弯曲疲劳试验对试样的疲劳性能进行测试。通过对试样微观组织观察、显微硬度和残余应力表征, 并结合有限元方法对四点弯曲试样应力分布的模拟, 分析表面纳米化对工业纯锆四点弯曲疲劳性能的影响机理。研究表明, 表面纳米化工业纯锆相对于原始试样疲劳极限提高约 23%。这是由于原始工业纯锆在加载时最大拉应力位于试样表层, 导致疲劳裂纹在表层萌生, 而表面纳米化工业纯锆由于组织强化及残余压应力作用, 使疲劳强度得到提高, 并且使裂纹在次表层萌生, 从而获得较好的疲劳性能。

关键词: 表面纳米化; 工业纯锆; 疲劳性能; 有限元

中图分类号: TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)08-2574-06

金属的疲劳失效大多源于表面且对表面的微观结构和性能极其敏感。因此, 表面组织和性能的优化是提高材料整体性能和服役行为的有效途径。表面纳米化技术利用弹丸的冲击在金属表层产生剧烈塑性变形, 可改善表层微观组织和性能^[1]。研究表明, 经过表面纳米化处理, 钢^[2,3]、铸铁^[4]、镍基合金^[5]、纯钛^[6]、TC4 合金^[7]等材料的疲劳性能得到明显提高。

表面纳米化处理后, 一方面材料表层晶粒细化至纳米量级^[8], 而纳米晶具有较高的强度, 另一方面, 表面纳米化处理时弹丸的冲击作用类似喷丸但是由于弹丸尺寸较大因而可获得更为显著的残余压应力^[9,10], 同时, 在冲击作用下表层位错密度^[9,11]、孪晶界^[12]等晶格缺陷增加, 将产生明显的加工硬化, 这些因素均有利于材料疲劳性能的改善^[10,13]。Roland 等^[14]针对 316L 不锈钢的研究认为表层纳米组织能够延缓裂纹萌生, 内部粗晶降低裂纹扩展速率, 因而梯度纳米组织是疲劳性能提高的主要原因。利用有限元分析, Dai 等^[15]认为 C-2000 镍基合金表面纳米层和加工硬化层在提高疲劳极限方面的作用大于残余压应力。为了进一步优化表面纳米化材料的性能, 针对表层纳米组织、残余应力和加工硬化对疲劳性能的协同影响机理还需深入研究。

本研究针对工业纯锆进行表面纳米化处理, 然后测试疲劳性能, 结合微观组织观察、硬度和残余应力测试, 并利用有限元方法分析四点弯曲载荷下的应力分布, 研究表面纳米化对工业纯锆疲劳性能的影响,

进一步揭示表面纳米化产生的各强化因素对疲劳性能影响规律。

1 实验

实验选取尺寸为 100.0 mm×100.0 mm×4.0 mm 的热轧退火态工业纯锆试样, 平均晶粒尺寸约为 30 μm, 其化学成分(质量分数, %)为 0.25 Fe, 0.13 O, 0.08 C, 0.05 N, 0.012 H, 其余为 Zr。对试样进行除氧化层、去油、磨边等处理。试样的表面纳米化加工采用表面机械研磨处理 (SMAT) 工艺, 所用弹丸为直径 3 mm 的铸钢丸, 振动频率 20 kHz, 处理时间 45 min。实验采用单面处理。

微观组织观察采用 OLYMPUS GX51 金相显微镜, 腐蚀剂为 HF:HNO₃:H₂O=2:9:9(体积比)。并利用 JEM-3010 高分辨透射电子显微镜分析表层微观结构。

宏观残余应力测试在 XSTRESS 3000 X 射线应力仪上进行, 结合电解抛光剥层处理, 测定试样沿深度方向的残余应力。电解抛光液为 CH₃OH:HClO₄:C₆H₁₄O₂=3:1:1(体积比)。应力测试时采用 Ti 靶特征 X 射线, 衍射晶面为 {211}, 扫描角度 130°~160°。采用半高法定峰, 应力采用 sin²ψ 法计算。

利用 Agilent Nano Indenter G200 纳米压痕仪在试样横截面上测量从表层到基体的纳米压痕硬度。测试间距为 20 μm, 所用最大载荷为 0.05 N。测试时试样在 15 s 内加载到最大载荷并保持 10 s, 随后卸载 10%

收稿日期: 2018-08-15

基金项目: 国家自然科学基金 (51674187); 陕西省重点研发计划 (2017GY-115)

作者简介: 王耀勉, 男, 1983 年生, 博士, 副教授, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, 电话: 029-82202923, E-mail: ymwang@xauat.edu.cn

的载荷并保持 15 s，然后完全卸载。

四点弯曲疲劳实验采用 Instron 8801 型疲劳机，载荷比 $R=0.1$ 。疲劳试样尺寸如图 1 所示。上表面棱角采用倒角处理，避免应力集中导致试样沿棱断裂。

2 有限元模型

四点弯曲试样的应力分析采用 ABAQUS 6.14 商业软件，建立的三维有限元模型如图 2 所示，其中辊子为解析刚体，试样为变形体。工业纯铝的变形行为用 Johnson-Cook 模型描述^[16]，模拟时所用材料参数如表 1 所示。

为提高计算精确度，对试样整体网格进行细化，网格长度为 0.2 mm，单元类型为 8 节点六面体线性缩减积分单元 C3D8R。模型中 2 个加载辊与试样下表面的接触、2 个支承辊与试样上表面的接触及 2 个加载

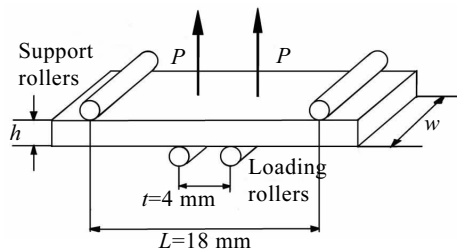


图 1 四点弯曲疲劳试样的尺寸和加载状态

Fig.1 Geometry and loading state of the four-point bending fatigue specimen

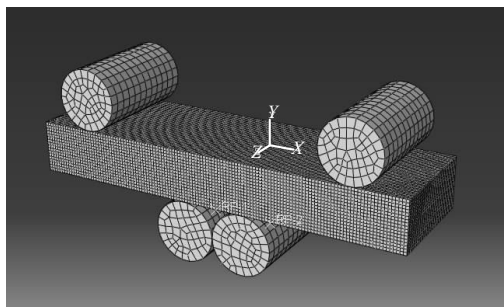


图 2 四点弯曲加载有限元模型

Fig.2 Finite element model of the four-point bending

辊之间的接触，均设为面面接触，其中两加载辊和两支承载辊为主面，试样上下表面为从面，主从面的法线方向相反。定义摩擦条件为无摩擦状态。在初始分析步中约束所有辊子在 6 个方向的自由度。在加载分析步中，释放加载辊在 Y 方向的位移自由度，2 个支承辊仍约束 6 个方向的自由度。

3 结果与讨论

3.1 表层微观组织

表面纳米化工业纯铝的微观组织如图 3 所示。由图 3a 可以看出，在弹丸的撞击下，试样表层大约 10 μm 深度范围内原始晶粒发生碎化。图 3b 是该区域相应的 TEM 照片，可以发现大量尺寸小于 100 nm 的晶块。环状的选区电子衍射花样也表明该区域晶粒尺寸细化到了纳米量级。另外，TEM 照片也表明剧烈塑性变形在表层区域产生了高密度位错。

随深度增加，由图 3a 可以看到试样中有大量孪晶形成，并且孪晶之间存在交割现象（如圆环区域所示）。孪晶大约存在于距表层约 120 μm 深度范围内。随深度进一步增加，则为试样原始的等轴晶组织。显然，经过表面纳米化处理，工业纯铝形成了从表层到基体梯度分布的微观组织。

3.2 疲劳性能

图 4 为表面纳米化试样和原始试样的四点弯曲疲劳实验 $S-N$ 曲线。可以看出，原始工业纯铝的疲劳极限为 159 MPa。表面纳米化处理 45 min 后试样的疲劳极限为 195 MPa，相比原始试样提高了 23%。这表明，表面纳米化处理使工业纯铝的疲劳极限得到较为明显的提高。

图 5 为应力幅 210 MPa 时原始试样和表面纳米化试样的疲劳断口形貌，可以看出，原始试样的裂纹源萌生于表层，经表面纳米化处理后，疲劳裂纹萌生于距试样表面 100 μm 的次表层。

3.3 四点弯曲试样在外载荷下的应力分布

四点弯曲加载时，试样表面的应力可由公式（1）给出^[17]：

$$\sigma = \frac{6Pa}{ot^2} \tag{1}$$

表 1 有限元模拟所用的材料参数

Table 1 Material parameters used in finite element simulation

	Density/ $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	Elastic modulus/GPa	Poisson's ratio	Johnson-Cook model					
				A	B	C	n	m	ϵ_0
Target	6520	94.5	0.31	283	338.2	0.027	0.48439	1	3.3×10^{-4}
Shot	7800	210	0.26	-	-	-	-	-	-

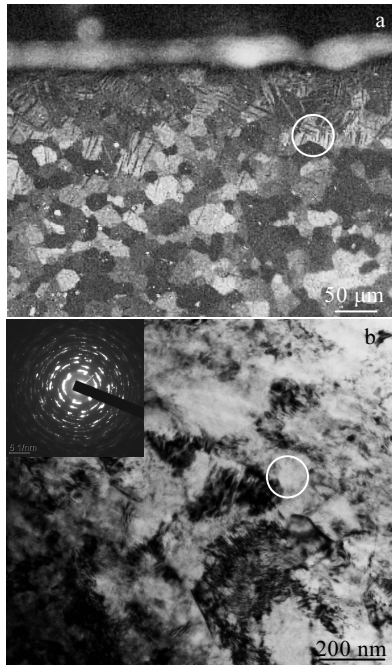


图 3 表面纳米化工业纯锆微观组织

Fig.3 Optical (a) and TEM images (b) of surface nanostructured CP-Zr (the inset in Fig.3b is SAED pattern of the circle)

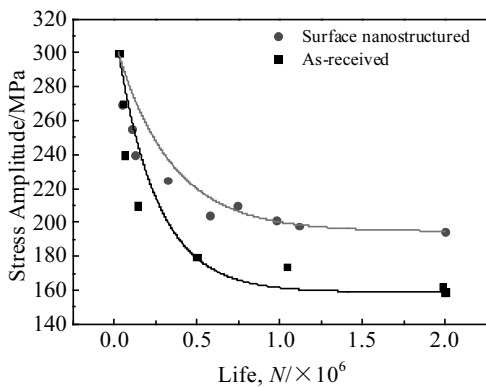


图 4 表面纳米化和原始试样的四点弯曲疲劳 S-N 曲线
Fig.4 Four point bending fatigue S-N curves of surface nanostructured and original specimens

式中： σ 为试样表面所受应力， a 为上下辊距差的一半， ω 为试样宽度， t 为试样厚度， P 为疲劳试验机载荷。不同应力水平下由公式(1)计算值与有限元模拟值(试验设定值)如图 6 所示，受拉侧表面的最大拉应力与理论计算值最大误差为 34 MPa ($100\sigma_s$ ， σ_s 为原始试样的屈服强度)，这是由于实际试验中压辊与试样间的摩擦影响，模拟结果与理论值接近，说明模型较为可靠。

为进一步保证模型可靠性，计算分析受拉侧试样表面(疲劳表面)的应力分布，模拟计算给出了不同

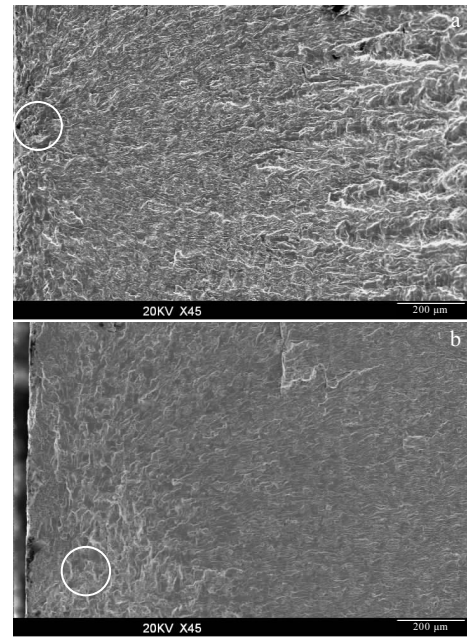


图 5 表面纳米化和原始试样的疲劳断口形貌

Fig.5 Fatigue fracture morphologies of original specimen (a) and surface nanostructured specimen (b)

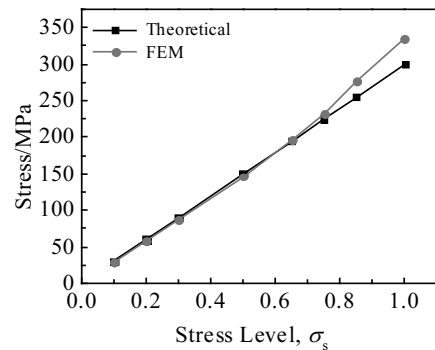


图 6 不同加载条件下的应力值

Fig.6 Stress values under different loading states

加载力水平下该表面的等效拉应力，如图 7 所示。图中横坐标 0 位置表示试样中心对称面，负数和正数分别为对称面左侧和右侧位置。图中横坐标 -2，2 位置处代表加载辊的位置，试样左右两端应力沿中心对称面成对称分布。由支撑辊内侧至加载辊处，试样表面所受拉应力逐渐增大，在两加载辊之间，试样表面所受拉应力较为均匀，符合公式(1)的预测。当外加载荷较大时，试样中心处所受应力略大于加载辊处。

图 8 给出了不同应力水平下试样中心对称面自表面至内部沿厚度方向的等效拉应力分布。可以得出，沿厚度方向试样所受拉应力逐渐减小，最大拉应力出

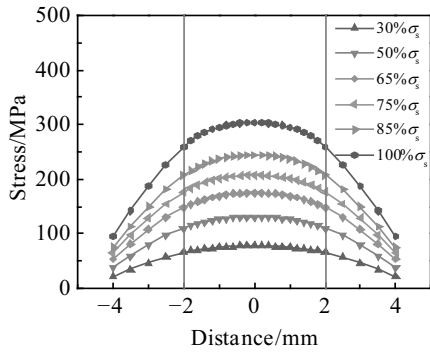


图 7 试样表面的应力分布

Fig.7 Stress distribution on the specimen surface

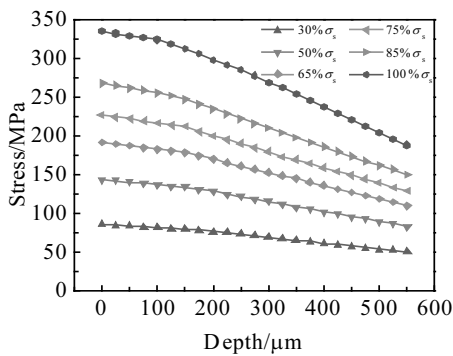


图 8 沿厚度方向的应力分布

Fig.8 Stress distribution along thickness direction

现在试样表面。另外，可以发现在距表层大约 100 μm 内曲线平缓，拉应力减小缓慢。当深度进一步增加后，拉应力快速降低，并且随载荷增加拉应力降低越明显。

对于工业纯铝原始试样，在疲劳加载过程中，其支撑辊一侧表面产生拉应力，并且在试样表层产生最大的拉应力。不同疲劳载荷下原始试样承受的峰值应力分布如图 8 所示。由于试样表层承受最大的拉应力，同时由于材料各向异性的存在，交变载荷下试样表层区域将会首先发生微区塑性变形。表层区域塑性变形发生时位错很容易沿滑移面移出试样形成滑移台阶，从而以挤出挤出机制在试样表层诱发微裂纹，使试样呈现较低的疲劳性能。

3.4 表面纳米化处理对四点弯曲试样应力状态的影响

表面纳米化处理在试样内部产生了显著的残余压应力，图 9 为表面纳米化试样在疲劳加载前后沿深度方向从表层到基体的残余应力分布。可以看出，疲劳前试样最表层的残余压应力约为 -425 MPa，随强化层深度的增加，残余压应力逐渐增大。在距表面 150 μm 处获得最大残余压应力，约为 -580 MPa。随着深度的

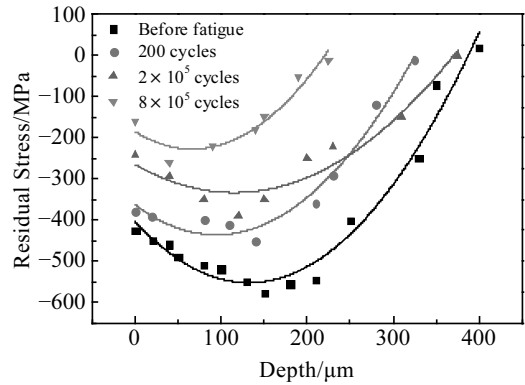


图 9 疲劳前后表面纳米化工业纯铝残余应力分布

Fig.9 Residual stress distribution of surface nanostructured specimens before fatigue test and fatigued for different cycles

进一步增加，残余压应力的值逐渐减小，直到距表面距离 370 μm 处残余压应力消失。

在交变载荷作用下，表面纳米化处理所引入的残余压应力会发生松弛，在最初的几个循环周次内残余应力会发生大幅度的松弛，且松弛的速率很高^[18,19]。由图 9 可得，在疲劳加载 200 周次后残余应力发生了较明显的释放，随加载周次增加至 2×10⁵ 及 8×10⁵ 周次，残余应力进一步释放，但释放速率已明显降低。

在四点弯曲疲劳试验中，外载荷下试样表层呈现拉应力，其最大应力分布如图 8 所示。叠加图 8 所示外载下试样中的应力与松弛后的残余应力，则为四点弯曲试样在疲劳加载时内部所受的最大应力。几种不同外载荷下试样的最大应力分布如图 10 所示。

由图 10 可以看出，当施加应力幅小于 75%σ_s 时，表面纳米化试样在循环加载 8×10⁵ 次后试样表层区域为压应力，随深度增加在大约 150 μm 处变为拉应力。而当应力幅增加为 75%σ_s 时，循环加载 8×10⁵ 次后试样表层区域几乎全为拉应力，但仍低于未处理试样。

表面纳米化处理后试样的表层纳米压痕硬度分布如图 11 所示。可以发现基体硬度大约为 1.5 GPa，表面纳米化处理使表层 250 μm 深度范围内的硬度得到提高，其中表层硬度高达 4.6 GPa，是基体硬度的 3 倍。随深度增加，硬度逐渐降低。表面纳米化材料表层的高硬度阻止了疲劳载荷下表层区域局部塑性变形的发生，而在其次表层区域（50~150 μm 深度处），尽管所受的名义应力低于表层，但其硬度显著低于表层，因而更容易发生局部塑性变形。当次表层发生局部塑性变形后，由于表面纳米化所带来的表层高强度和高畸变，使内部局部塑性变形时位错难以越过表面纳米

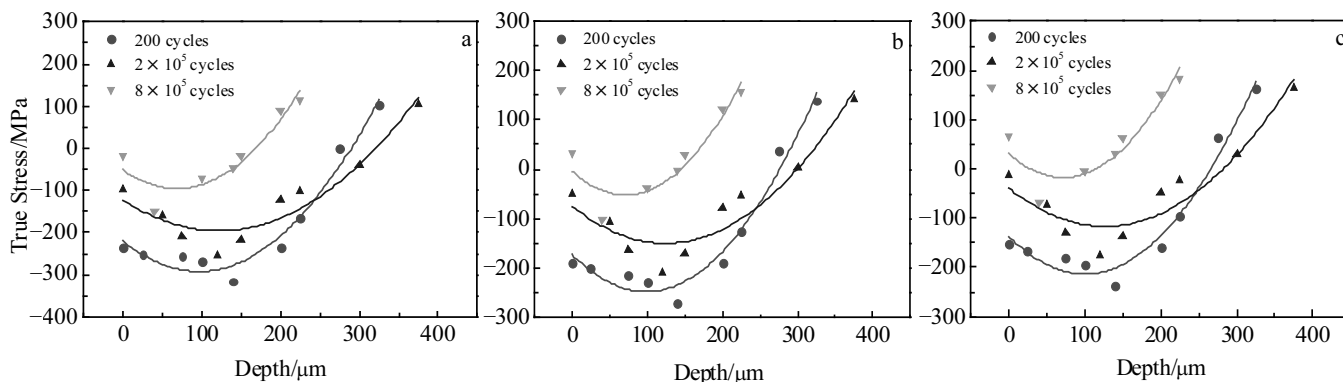


图 10 表面纳米化试样疲劳时的最大应力分布

Fig.10 Maximal stress distribution of surface nanostructured specimens during fatigue with different stress amplitudes: (a) 50%σ_s, (b) 65%σ_s, and (c) 75%σ_s

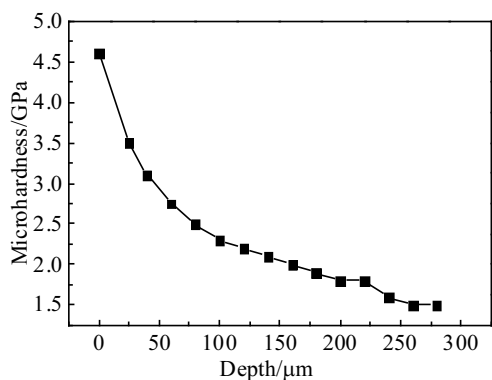


图 11 表面纳米化试样的纳米压痕硬度

Fig.11 Nano-indentation hardness of surface nanostructured specimen

层，使其在次表层区域不断累积^[20]，从而产生较大的应力集中，进而萌生裂纹。这样，一方面由于残余压应力对外载荷的部分抵消，另一方面是高强度表面纳米层对塑性变形较强的阻碍作用，并且使疲劳裂纹萌生位置移至次表层，因此，表面纳米化材料呈现出较高的疲劳性能。

4 结 论

1) 工业纯锆经表面机械研磨处理后，表层 10 μm 深度范围内晶粒尺寸细化至纳米量级，表层硬度提高到基体的 3 倍。相对于原始试样，表面纳米化试样的四点弯曲疲劳极限提升了约 23%。

2) 四点弯曲疲劳载荷下，尽管表面纳米化工业纯锆表层的残余应力发生了释放，但其实际承受的应力仍低于未处理试样。同时，表面纳米层的高硬度和表

层的高畸变，使其具有较高的变形抗力，也使得裂纹萌生发生在次表层，从而使表面纳米化工业纯锆获得了较高的疲劳性能。

参考文献 References

[1] Lu Ke, Lu Jian. *Journal of Materials Science and Technology* [J], 1999, 15(3): 193

[2] Bagherifard S, Fernandez-Pariente I, Ghelichi R et al. *Materials and Design*[J], 2013, 45: 497

[3] Wang Yu, Huang Min, Zhou Lei et al. *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2009, 25(4): 513

[4] Bagherifard S, Fernandez-Pariente I, Ghelichi R et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2014, 65: 64

[5] Zhou Liucheng, Long Changbai, He Weifeng et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 744: 156

[6] Wang Q, Xin C, Sun Q et al. *Material Science and Engineering A*[J], 2017, 702: 125

[7] Kumar S A, Raman S G S, Narayanan T S N S. *Transactions of the Indian Institute of Metals*[J], 2014, 67(1): 137

[8] Feng Gan, Shi Lianjie, Lu Jian et al. *Acta Metallurgica Sinica* [J], 2000, 9(7): 767

[9] Wang Yaomian, Yang Huanping, Zhang Conghui et al. *Metals and Materials International*[J], 2015, 21(2): 260

[10] Shaw L L, Tian J W, Ortiz A L et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(4-5): 986

[11] Zhang K, Alexandrov I V, Lu K. *Nanostructured Materials*[J], 1997, 9(1-8): 347

[12] Lv A Q, Zhang Y, Li Y et al. *Acta Metallurgica Sinica* [J], 2006, 19(3): 183

[13] Li D, Chen H N, Xu H. *Applied Surface Science*[J], 2009,

- 255(6): 3811
- [14] Roland T, Rehrig D, Lu K *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2016, 54(11): 1949
- [15] Dai K, Shaw L. *International Journal of Fatigue*[J], 2008, 30(8): 1398
- [16] Li Yinghua(李英华), Cai Lingcang(蔡灵仓), Zhang Lin(张林) *et al.* *Chinese Journal of High Pressure Physics*(高压物理学报)[J], 2007, 21(2): 188
- [17] Zhai T, Xu Y G, Martin J W *et al.* *International Journal of Fatigue*[J], 1999, 21(9): 889
- [18] Gao Yukui(高玉魁). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2004, 33(11): 1209
- [19] Zhuang W Z, Halford G R. *International Journal of Fatigue* [J], 2001, 23(1): 31
- [20] Zhang Conghui(张聪惠), Song Wei(宋薇), Zhu Shanshan(朱珊珊) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(10): 2513
- [17] Zhai T, Xu Y G, Martin J W *et al.* *International Journal of*

Effect of Surface Nanocrystalline on Four-Point Bending Fatigue Properties of Commercial Pure Zirconium

Wang Yaomian, Cheng Jiapeng, Zhang Conghui

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

Abstract: The surface mechanical attrition treatment was used to process the commercial pure zirconium and the fatigue properties of the samples were examined by four-point bending fatigue test. By observing the microstructure, characterizing the microhardness and residual stress, and combining the finite element method simulation of the stress distribution in the four-point bending specimen, the effect of surface nanocrystalline on the fatigue property was analyzed. The results show that the fatigue limit of the surface nanostructured commercial pure zirconium increases by about 23% compared with the original sample. This is due to the fact that the maximum tensile stress of the original sample under loading is located at the surface region, which leads to the initiation of fatigue cracks in the surface layer. For the surface nanostructured sample, the microstructure strengthening effect and residual compressive stress are beneficial for the fatigue performance. In addition, crack source is shifted to the subsurface layer because of the high strength of the surface layer. Therefore, the surface nanostructured commercial pure zirconium samples possess better fatigue properties.

Key words: surface nanocrystalline; commercial pure zirconium; fatigue property; finite element method

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