(19)中华人民共和国国家知识产权局



(12)发明专利



(10)授权公告号 CN 108913854 B (45)授权公告日 2020.08.14

C22F 1/08(2006.01)

审查员 卫晓燕

(21)申请号 201811038663.7

(22)申请日 2018.09.06

(65)同一申请的已公布的文献号 申请公布号 CN 108913854 A

(43)申请公布日 2018.11.30

(73)专利权人 中国科学院金属研究所 地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路 72号

(72)发明人 卢磊 龙建周 潘庆松 陶乃镕

(74)专利代理机构 沈阳科苑专利商标代理有限 公司 21002

代理人 于晓波

(51) Int.CI.

C21D 7/04(2006.01)

C22F 1/02(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页 附图4页

(54)发明名称

一种具有优异综合高周和低周疲劳性能的 梯度纳米结构

(57)摘要

本发明公开了一种具有优异综合高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,属于金属材料疲劳性能强化技术领域。具体是通过施加表面塑性加工,在金属材料表面引入一种梯度纳米结构,其微观组织为最表层的纳米晶结构、亚表层的超细晶/变形孪晶结构和芯部原始粗晶结构。其中,梯度纳米结构层整体厚度大于50微米,介于50和300微米之间。与相同成分的均匀粗晶结构相比,具有表层梯度纳米结构的纯Cu样品的应力控制高周疲劳极限提高2倍,高周疲劳寿命提高15倍以上;并且应变控制低周疲劳寿命较普通粗晶样品提高1倍。本发明获得的表层梯度纳米结构金属材料同时改善金属材料的高周和低周疲劳性能。

1.一种具有优异高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,其特征在于:对金属材料进行表面机械处理,使其表层粗晶产生塑性变形并形成梯度纳米结构;所形成的梯度纳米结构 使金属材料的高周和低周疲劳性同步提高,梯度纳米结构的厚度大于50微米且小于等于220微米;所述金属材料为纯铜;

采用表面机械处理系统对金属材料进行表面塑性变形,所述表面机械处理系统包括处理刀具和冷却系统,刀具的刀头部分为硬质合金球;处理过程采用液氮气氛冷却,以减小处理过程中样品表面的温升;

所述表面机械处理的过程为:金属材料回转件沿自身轴向旋转,处理刀具的硬质合金球与金属材料表面接触并压入一定深度,然后沿金属材料回转件表面从工件的一端运动到另一端,完成一个道次处理;重复上述过程若干道次后,在金属材料表面形成梯度纳米结构层;所述表面机械处理的过程中,金属材料回转件的转速为400-800r/min,处理刀具沿金属材料回转件轴向的进给速度为40-80mm/min,每个处理道次中硬质合金球刀头在材料表面的压入深度为20-60μm,加工道次为1-12。

- 2.根据权利要求1所述的具有优异高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,其特征在于: 所述金属材料经表面机械处理后,表面为纳米晶,芯部为原始粗晶,表面与芯部之间的过渡 区域为变形结构,金属材料晶粒尺寸由最表面的纳米尺度梯度过渡为芯部微米尺度。
- 3.根据权利要求1所述的具有优异高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,其特征在于: 在垂直于金属材料表面方向上,该梯度纳米结构的显微硬度由外至内呈现出由高到低的连 续梯度变化。
- 4.根据权利要求1所述的具有优异高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,其特征在于: 所述硬质合金球为WC-Co合金材质,硬质合金球的直径为4-10mm。
- 5.根据权利要求1所述的具有优异高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,其特征在于: 所述金属材料表层形成梯度纳米结构后在室温条件下拉伸,屈服强度达到均匀粗晶Cu的两倍,均匀延伸率与粗晶Cu相同;应力控制高周疲劳寿命为粗晶Cu的15倍以上;应变控制低周疲劳寿命为粗晶Cu的2倍。

一种具有优异综合高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构

技术领域

[0001] 本发明涉及金属材料疲劳性能强化技术领域,具体涉及一种具有优异综合高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构。

背景技术

[0002] 实际应用中金属工程构件大多在交变载荷(应力幅远小于材料屈服强度)下服役,即处于高周疲劳阶段(疲劳寿命高于104周次),而工程构件局部如孔或缺口位置或者截面形状不断变化的轴类和连杆类零件由于应力/应变集中却处于低周疲劳阶段(疲劳寿命小于104周次)。统计表明,约90%失效破坏事故由疲劳失效占所有,造成巨大社会经济损失和大量人身伤亡。因此同时具有优异高周与低周疲劳性能对保证工程构件的安全服役至关重要。

[0003] 研究表明,金属材料的应力控制高周疲劳性能(如疲劳极限)主要取决于其强度:强度提高,疲劳裂纹萌生阻力增加,疲劳极限提高。应变控制低周疲劳性能(如疲劳寿命)主要与材料塑性相关。塑性越好,可累计更大塑性变形,且降低疲劳裂纹扩展速率,有利于低周疲劳寿命提高。但是金属材料的强度和塑性往往具有明显"倒置"关系,高强度和良好塑性很难同时兼得。例如,目前工程金属材料多为粗晶结构,塑性好,但强度低,具有优异的低周疲劳寿命,但高周疲劳性能较差。

[0004] 由于近年来日趋加剧的能源消耗和环境污染,工程机械不断向高速重载、节能环保方向发展,这对金属材料的疲劳性能和安全可靠性提出愈来愈高的要求。而传统工程用粗晶金属较低的强度和高周疲劳性能严重限制了其在更苛刻工况环境下的应用。

[0005] 在不改变材料成分的前提下,将多晶体材料的晶粒尺寸细化至纳米量级可以大幅度提高其强度和硬度,但并不能保证其抗疲劳性能的提高。实验结果表明,具有超细晶结构(晶粒尺寸在亚微米量级)的纯Cu样品,其应力控制的高周疲劳性能优于粗晶样品而应变控制的低周疲劳疲劳寿命却显著低于粗晶材料,并且发生连续循环软化。对于纳米晶粒结构纯Ni样品,在应力控制的疲劳实验中其裂纹扩展阻力明显低于超细晶结构样品,表明当晶粒细化至纳米尺度时,其抗疲劳性能明显恶化。传统粗晶和纳米结构金属的高周疲劳性能与低周疲劳性能之间不可调和的"倒置"关系已经成为制约金属构件安全服役的关键瓶颈问题。

发明内容

[0006] 为了解决现有技术中均匀结构金属材料的高周和低周疲劳性能倒置问题,本发明的目的是提供一种具有优异综合高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,该种结构通过表面纳米晶抑制疲劳裂纹萌生和芯部粗晶抑制裂纹扩展,同时具有优异的高周和低周疲劳性能。

[0007] 为实现上述目的,本发明所采用的技术方案如下:

[0008] 一种具有优异高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构,对金属材料进行表面机械处

理,使其表层粗晶产生塑性变形并形成梯度纳米结构:所形成的梯度纳米结构使金属材料的高周和低周疲劳性同步提高,梯度纳米结构的厚度大于50微米。

[0009] 所述金属材料经表面机械处理后,表面为纳米晶,芯部为原始粗晶,表面与芯部之间的过渡区域为变形结构(超细晶/变形孪晶结构),金属材料晶粒尺寸由最表面的纳米尺度梯度过渡为芯部微米尺度。

[0010] 所述金属材料为铜或304不锈钢;在垂直于金属材料表面方向上,该梯度纳米结构的显微硬度由外至内呈现出由高到低的连续梯度变化。

[0011] 所述梯度纳米结构的厚度(纳米晶层+变形结构层)为50微米-300微米。

[0012] 采用表面机械处理系统对金属材料进行表面塑性变形,所述表面机械处理系统包括处理刀具和冷却系统,刀具的刀头部分为硬质合金球,所述硬质合金球为WC-Co合金材质,硬质合金球的直径为4-10mm。对于纯铜样品,处理过程采用液氮气氛冷却,以减小处理过程中样品表面的温升。对于低层错能合金如304不锈钢,表面机械处理过程不需要冷却。

[0013] 所述表面机械处理的过程为:金属材料回转件沿自身轴向旋转,处理刀具的硬质合金球与金属材料表面接触并压入一定深度,然后沿金属材料回转件表面从工件的一端运动到另一端,完成一个道次处理;重复上述过程若干道次后,在金属材料表面形成梯度纳米结构层;所述表面机械处理的过程中,金属材料回转件的转速为200-800r/min,处理刀具沿金属材料回转件轴向的进给速度为40-80mm/min,每个处理道次中硬质合金球刀头在材料表面的压入深度为20-60μm,加工道次为1-12。

[0014] 所述的梯度纳米结构纯Cu样品具有如下性质:室温条件下拉伸,其屈服强度达到均匀粗晶材料的两倍,均匀延伸率与粗晶态材料相同;应力控制高周疲劳寿命为粗晶材料的15倍以上;应变控制低周疲劳寿命为粗晶材料的2倍,循环变形过程中不出现循环软化。

[0015] 本发明具有如下优点:

[0016] 1、在循环载荷作用下,疲劳裂纹通常萌生于样品表面,本发明将样品表面层结构细化到纳米尺寸,而芯部保持粗晶结构,晶粒尺寸由表及里呈梯度变化,则表层纳米晶层由于其高强度可有效阻止疲劳裂纹的萌生,而芯部的粗晶结构由于其高塑性可阻碍裂纹扩展,两种机制的共同作用可同时阻碍疲劳裂纹的萌生和扩展。因此,本发明通过改变金属材料的三维微观结构,制备的表层梯度纳米结构实现了金属材料的高周和低周疲劳性能的同步优化。

[0017] 2、本发明提出通过表面塑性变形的方法,制备出具有表层梯度纳米结构金属,其微观结构包含纳米晶层、超细晶层、变形粗晶层和芯部粗晶结构,其晶粒尺寸和微观硬度在距离表面深度方向梯度变化,不同于传统方法制备的均匀结构材料。其中表层梯度纳米结构层的厚度大于50微米、小于300微米。

[0018] 3、现有技术中一般通过增加变形层的厚度以提高金属材料综合性能,本发明在试验过程中,结合基材的特点并优化表面机械处理过程中的各项参数以及刀具参数等,使得在制备出较薄的变形层时,仍然能够实现兼顾材料的综合性能。

[0019] 4、本发明提出的具有优异综合高周和低周疲劳性能的梯度纳米结构已经在纯铜材料中得到实现。在应力控制条件下,表层梯度纳米结构Cu的高周疲劳寿命为粗晶Cu疲劳寿命的15倍以上;在应变控制条件下,其低周疲劳寿命约为粗晶铜疲劳寿命的2倍。梯度纳米结构可使材料高周和低周疲劳性能同步改善。

[0020] 5、本发明应用范围广:本发明涉及具有优异的高周和低周综合疲劳性能的表层梯度纳米结构,仅需要施加简单的表面机械变形便可获得。通过改进传统的车床、喷丸或喷砂设备,便可用于在疲劳载荷下服役的传动轴类、齿轮类、承力梁等工件表面引入梯度纳米结构。通过改变表面机械变形工艺,可灵活控制梯度结构中的晶粒尺寸、梯度纳米结构层厚度等,从而获得具有不同高周和低周综合疲劳性能匹配的梯度纳米结构金属,以满足工件服役要求,对于机械设备轻量化和节能减排具有重要的意义。

附图说明

[0021] 图1为实施例1中,沿与表面垂直方向,表层梯度纳米结构Cu#1样品微观结构扫描和透射电子显微图片。

[0022] 图2为实施例2中,沿与表面垂直方向,表层梯度纳米结构Cu#2样品微观结构扫描和透射电子显微图片。

[0023] 图3为实施例1和2中,表层梯度纳米结构Cu#1和#2样品微观硬度随距离表面的深度的分布。

[0024] 图4为实施例1和2中,表层梯度纳米结构Cu#1和#2及粗晶Cu单向拉伸工程应力-应变曲线。

[0025] 图5为实施例1和2中,表层梯度纳米结构Cu#1和#2及粗晶Cu高周疲劳应力幅-疲劳寿命关系。作为对比,文献中超细晶Cu的疲劳数据也在图中标出。

[0026] 图6为实施例1和2中,表层梯度纳米结构Cu#1和#2、均匀粗晶Cu的疲劳比-抗拉强度关系。作为对比,文献中超细晶Cu的疲劳数据也在图中标出。

[0027] 图7为实施例1和2中,表层梯度纳米结构Cu#1和#2及均匀粗晶Cu低周疲劳应变幅-疲劳寿命关系。作为对比,文献中超细晶Cu的疲劳数据也在图中标出。

[0028] 图8为实施例3中,表层梯度纳米结构304不锈钢样品的微观结构透射电子显微图片。

具体实施方式

[0029] 下面通过实施例详述本发明

[0030] 实施例1

[0031] 表层梯度纳米结构Cu#1样品,利用普通车床对样品表面机械处理获得。表面机械处理的工艺参数选择为:铜棒材料直径为6mm,转速为600r/min;处理刀头为直径为6mm的WC-Co硬质合金球,其进给速度为40mm/min,每个处理道次中硬质合金球刀头在材料表面的压入深度为40µm,处理道次为8。处理温度为液氮气温度~173K。

[0032] 随距离表面深度的增大,该材料中的晶粒尺寸呈现出单调增大的梯度变化趋势, 平均晶粒尺寸由最表层的42nm逐渐增大到芯部的21μm,如图1所示。表层纳米晶和超细晶层 厚度分别为20μm和200μm。

[0033] 本实施例中,随距离材料表面深度增大,表层梯度纳米结构Cu#1样品显微硬度由1.9GPa逐渐降低到0.8GPa,具有梯度变化的特征,如图3所示。

[0034] 本实施例中,表层梯度纳米结构Cu#1样品在室温条件进行单向拉伸实验,工程应力-应变曲线如图4所示,其单向拉伸屈服强度为144MPa,抗拉强度为248MPa,均匀延伸率为

28%。

[0035] 本实施例中,表层梯度纳米结构Cu#1样品,应力控制高周疲劳极限达到98MPa,疲劳比为0.4。应力幅112MPa时,高周疲劳寿命为3×10⁶周次,为均匀粗晶Cu的34倍,如图5及图6。在塑性应变幅0.32%时,低周疲劳寿命达到2.6×10³周次,为均匀粗晶Cu的2倍,如图7。梯度纳米结构同时改善了高周和低周疲劳性能。

[0036] 实施例2

[0037] 与实施例1不同之处在于:

[0038] 利用表面机械处理获得表层梯度纳米结构Cu#2样品。表面机械处理的工艺参数选择为:铜棒材料直径为6mm,转速为400r/min;处理刀头为直径为6mm的WC-Co硬质合金球,其进给速度为40mm/min,每个处理道次中硬质合金球刀头在材料表面的压入深度为40μm,处理道次为3道次。处理温度为液氮气温度~173K。

[0039] 沿距离表面深度的增大,该材料中的晶粒尺寸呈现出单调增大的梯度变化趋势, 平均晶粒尺寸由58nm逐渐增大到21μm,如图2所示。表层纳米晶和超细晶层厚度分别为5μm 和60μm,比表层梯度纳米结构Cu#1样品的纳米晶和超细晶层的厚度小。

[0040] 本实施例中,随着距离材料表面深度增大,表层梯度纳米结构Cu#2样品显微硬度由1.9GPa逐渐降低到0.6GPa,呈现出梯度变化的分布,如图3所示。

[0041] 本实施例中,表层梯度纳米结构Cu#2样品在室温条件进行单向拉伸实验,工程应力-应变曲线如图4所示,其单向拉伸屈服强度为123MPa,抗拉强度为246MPa,均匀延伸率为32%。

[0042] 本实施例中,表层梯度纳米结构Cu#2样品,应力控制高周疲劳极限达到88MPa,对应的疲劳比为0.36,应力幅112MPa时,高周疲劳寿命为2×10⁶周次,为均匀粗晶铜的23倍,如图5及图6。在塑性应变幅0.32%时,低周疲劳寿命达到2.1×10³周次,为均匀粗晶铜的1.6倍,如图7所示。

[0043] 实施例3

[0044] 与实施例1不同之处在于:

[0045] 利用表面机械处理在304不锈钢材料表面获得梯度纳米结构。表面机械处理的工艺参数选择为:304不锈钢材料直径为6mm,转速为300r/min;处理刀头为直径为6-8mm的WC-Co硬质合金球,其进给速度为10mm/min,每个处理道次中硬质合金球刀头在材料表面的压入深度为20μm,处理道次为6道次。处理温度为室温。

[0046] 随距离表面深度的增大,该材料中的晶粒尺寸呈现出单调增大的梯度变化趋势,平均晶粒尺寸由最表层的30nm(图8)逐渐增大到芯部的46μm。表层梯度纳米结构厚度为400μm。

[0047] 本实施例中,随距离材料表面深度增大,表层梯度纳米结构304不锈钢材料显微硬度由最表层的4.7GPa逐渐降低到芯部粗晶的1.3GPa。

[0048] 本实施例中,表层梯度纳米结构304不锈钢材料在室温条件进行单向拉伸实验,其单向拉伸屈服强度为294MPa,抗拉强度为500MPa,均匀延伸率为50%。

[0049] 本实施例中,表层梯度纳米结构304不锈钢样品,应力控制高周疲劳极限达到300MPa,应力幅300MPa时,高周疲劳寿命为 1×10^7 周次,为均匀粗晶304的100倍。在塑性应变幅0.32%时,低周疲劳寿命达到 5×10^4 周次,为均匀粗晶铜的1.3倍。

[0050] 比较例1

[0051] 普通退火态粗晶Cu (晶粒尺寸约为21μm) 在室温下拉伸,屈服强度56MPa,抗拉强度231MPa,均匀延伸率37%,见图4灰色曲线。应力控制条件下,在10⁷周次时的高周疲劳极限50MPa,应力幅112MPa时,高周疲劳寿命8.7×10⁴周次,见图5灰色方框符号;应变控制条件下,在塑性应变幅0.32%时,低周疲劳寿命1.3×10³周次(图7灰色方框符号)。因此,粗晶Cu虽然在应变疲劳时具有较长的疲劳寿命,但应力控制疲劳性能较差。

[0052] 比较例2

[0053] 美国科学家S.R.Agnew等人利用等通道转角挤压技术制备出均匀超细晶Cu材料,平均晶粒尺寸约为200-300nm,纯度为99.9w.t.%。应力控制条件下,超细晶Cu具有优异的高周疲劳性能(见图5三角符号)。例如,高周疲劳极限80MPa;应力幅为112MPa时,高周疲劳寿命8.2×10⁵周次。但是应变控制条件下,疲劳寿命较短。例如,在塑性应变幅0.32%时,其低周疲劳寿命1×10³周次(见图7三角符号)。

[0054] 比较例3

[0055] 日本科学家M.Goto等人通过等通道转角挤压技术制备出均匀超细晶Cu材料,平均晶粒尺寸约为295nm,纯度为99.99%。该材料高周疲劳极限78MPa,应力幅为112MPa时,高周疲劳寿命1.6×10⁶周次,明显高于粗晶结构(见图5三角符号)。但是在应变疲劳时,具有较短的低周疲劳寿命。在塑性应变幅0.32%时,其低周疲劳寿命500周次,见图7三角符号。因此,超细晶Cu的高周和低周疲劳性能具有明显的倒置关系。

[0056] 比较例4

[0057] 中国科学院金属研究所安祥海等人利用等通道转角挤压技术,制备出晶粒尺寸200nm的均匀超细晶Cu材料,纯度为99.99w.t.%。该材料高周疲劳极限100MPa,在塑性应变幅0.32%时,低周疲劳寿命600周次,并出现低周疲劳循环软化,应力幅由380MPa迅速降低到198MPa,见图5和图7三角符号。因此,纳米结构金属较差的低周疲劳性能严重限制了其实际应用。

[0058] 结果表明,本发明提出的通过施加表面塑性加工,在金属材料表面引入一种梯度纳米结构,其微观组织为最表层的纳米晶结构、亚表层的超细晶结构和芯部原始粗晶结构。其中,梯度纳米结构层(包括纳米晶和超细晶结构)整体厚度大于50微米,介于50和300微米之间。本发明提出的一种梯度纳米结构能够同时改善金属材料的高周和低周疲劳性能。

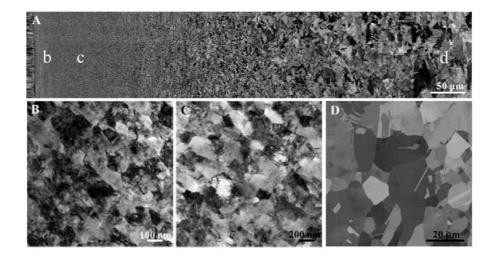


图1

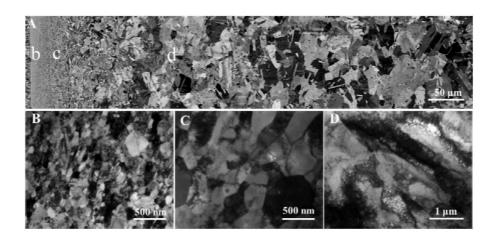


图2

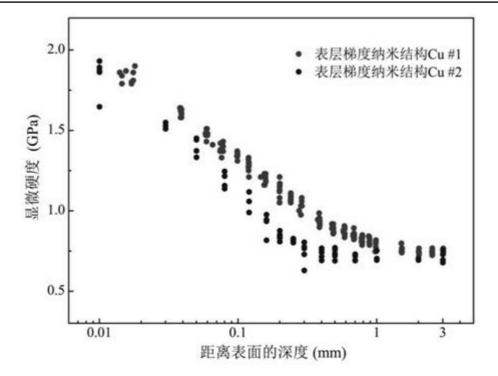


图3

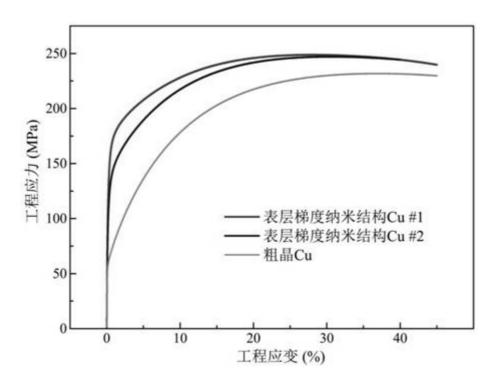


图4

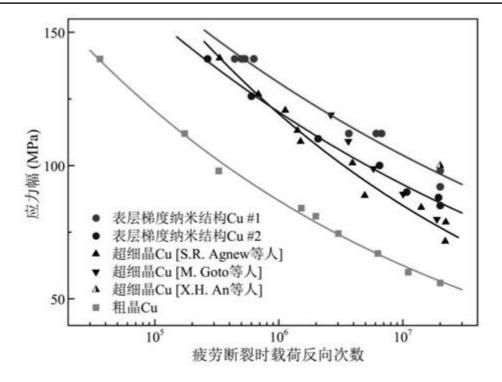


图5

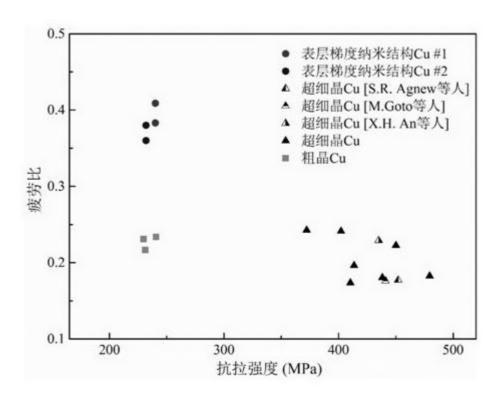


图6

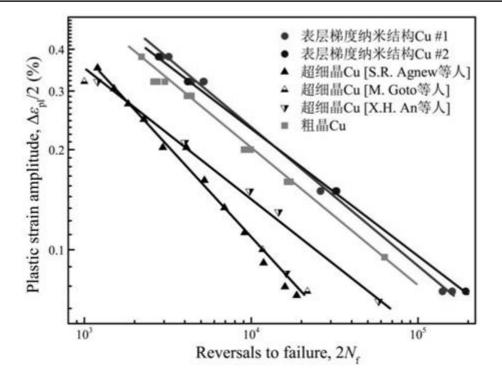


图7

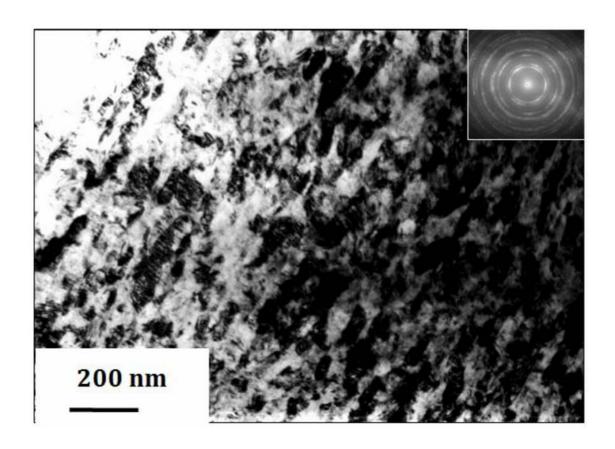


图8