

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105200226 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 30

---

(21) 申请号 201510519940. 6

(22) 申请日 2015. 08. 21

(71) 申请人 江苏大学

地址 212013 江苏省镇江市京口区学府路  
301 号

(72) 发明人 任旭东 黄晶晶 周王凡 罗春晖  
任云鹏 佟艳群 孙建荣 徐士东  
吴教义

(51) Int. Cl.

C21D 10/00(2006. 01)

---

权利要求书1页 说明书4页

---

(54) 发明名称

一种提高金属材料疲劳寿命的方法

(57) 摘要

本发明提供了一种提高金属材料疲劳寿命的方法，经过硅化物陶瓷涂层之后的材料表面再进行激光冲击强化处理，使其表面形成高幅残余压应力和高的位错密度，改善表面涂层的致密性以及涂层与基体的结合强度，同时也可以预防裂纹的产生和降低已经产生裂纹的扩展速率，金属材料同时具有高耐磨性、抗蚀性、抗高温氧化性能，从而提高了高温条件下金属材料的疲劳寿命。

1. 一种提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,包括如下步骤:
  - (1) 首先对金属进行清洗,然后进行热处理,在所述金属表面形成金属氧化膜;
  - (2) 将硅酸酯加至醇和水混合溶液中,以酸或碱做为催化剂,搅拌使其形成溶胶,将所述溶胶涂覆在步骤(1)得到的金属上,干燥,形成溶胶膜,热处理后得到陶瓷涂层金属表面,将得到硅化物陶瓷涂层金属表面进行打磨、抛光处理;
  - (3) 将步骤(2)得到的硅化物陶瓷涂层金属进行清洗,干燥后涂上吸收层,吸收层表面覆盖透明材料作为约束层进行激光冲击,将冲击区表面清洗,干燥。
2. 如权利要求1所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,步骤(1)所述热处理方式为:通过x射线衍射分析测定该所述金属材料的 $\beta$ 相转变温度,进行双重退火热处理,在所述金属材料表面形成一层连续的 $TiO_2$ 与 $Al_2O_3$ 混合氧化膜。
3. 如权利要求1所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,步骤(2)所述硅酸酯为正硅酸乙酯,所述醇为乙醇,所述酸为盐酸、硫酸或硝酸,所述碱为氢氧化钠。
4. 如权利要求1所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,步骤(2)所述溶胶的涂覆厚度为0.3~0.4mm。
5. 如权利要求1所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,步骤(3)所述的吸收层厚度为0.1~0.15mm,所述约束层厚度为3~4mm。
6. 如权利要求5所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,步骤(3)所述的吸收层为黑漆或铝箔;所述的约束层为水。
7. 如权利要求1所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,步骤(3)所述激光的输出波长1.064um,脉冲宽度为20ns,激光脉冲能量约为30J。
8. 如权利要求1~7中任意一项所述的提高金属材料疲劳寿命的方法,其特征在于,所述金属材料为Fe、Mg、Mg合金、Al、Al合金、Ti、Ti合金、Cu、Cu合金、Ni、Ni合金、钢。

## 一种提高金属材料疲劳寿命的方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于激光加工领域，尤其是一种提高金属材料疲劳寿命的方法。

### 背景技术

[0002] 激光冲击强化 (LSP) 是一种利用激光冲击波对材料表面进行改性，提高材料的抗疲劳、磨损和应力腐蚀等性能的技术。其原理是高能量短脉冲激光诱导的冲击波与材料相互作用，在金属材料表面形成塑性变形层，从而使金属材料的疲劳强度与硬度等性能得以提高，尤其是疲劳寿命。这一技术已在航空、船舶、机械工程、微电子等各行各业中得到了广泛应用，目前该技术主要用于材料改性、金属冲击强化和成形，以及无损检测等方面。

[0003] 目前表面改性处理来提高材料的抗氧化能力的方法有很多，如 MCrAlY 包覆涂层、渗铝涂层、硅化物陶瓷涂层、低氧压下的预氧化层等。而硅化物陶瓷涂层属于高分子涂层材料的一种。高分子涂层材料是近几年来在机械制造业和机械修理业当中，快速迅猛发展起来的意向新型材料和新技术。它能够将单一材料的机械零件转化成为复合型材料结构，以金属为基体以便可以承受零件设计的强度，以高分子材料涂层为表面用来改善零件的耐磨性、防震性和抗腐蚀性等。

[0004] 专利号为 CN102463130A 的中国专利公开了一种溶胶 - 凝胶法制备改性  $TiO_2$  涂层的方法。该方法是将  $TiO_2$  溶胶对材料进行 5 次涂膜，然后高温保温后冷却，最后再进行退火处理得到的  $TiO_2$  涂层。这种方法获得的  $TiO_2$  涂层具有较好的热稳定性，腐蚀性和耐磨性，但是存在致密性较差，易出现微裂纹、涂层与基体结合强度较低的问题。即使多次进行改进涂层，也无法避免这样的问题。

### 发明内容

[0005] 针对现有技术中存在不足，本发明提供了一种提高金属材料疲劳寿命的方法，经过硅化物陶瓷涂层之后的材料表面再进行激光冲击强化处理，使其表面形成高幅残余应力和高的位错密度，改善表面涂层的致密性以及涂层与基体的结合强度，同时也可以预防裂纹的产生和降低已经产生裂纹的扩展速率，金属材料同时具有高耐磨性、抗蚀性、抗高温氧化性能，从而提高了高温条件下金属材料的疲劳寿命。

[0006] 本发明是通过以下技术手段实现上述技术目的的。

[0007] 一种提高金属材料疲劳寿命的方法，包括如下步骤：

[0008] (1) 首先对金属进行清洗，然后进行热处理，在所述金属表面形成金属氧化膜；

[0009] (2) 将硅酸酯加至醇和水混合溶液中，以酸或碱做为催化剂，搅拌使其形成溶胶，将所述溶胶涂覆在步骤 (1) 得到的金属上，干燥，形成溶胶膜，热处理后得到陶瓷涂层金属表面，将得到硅化物陶瓷涂层金属表面进行打磨、抛光处理；

[0010] (3) 将步骤 (2) 得到的硅化物陶瓷涂层金属进行清洗，干燥后涂上吸收层，吸收层表面覆盖透明材料作为约束层进行激光冲击，将冲击区表面清洗，干燥。

[0011] 适当的热处理不仅可获得较高的强度和塑性，同时在热处理时材料表面形成一层

氧化物薄膜,它可以提高材料与涂层的相容性,从而在高温氧化过程中能够提高涂层的抗裂纹和剥落能力,提高硅化物陶瓷涂层的抗氧化能力。

[0012] 进一步,步骤(1)所述热处理方式为:通过x射线衍射分析测定该所述金属材料的 $\beta$ 相转变温度,进行双重退火热处理,在所述金属材料表面形成一层连续的 $TiO_2$ 与 $Al_2O_3$ 混合氧化膜。

[0013] 退火时在材料表面形成一层氧化物薄膜,这层氧化薄膜在硅化物陶瓷涂层处理时起到过渡层的作用,增加基体与硅化物陶瓷涂层的结合能力。

[0014] 在上述方案中,步骤(2)所述硅酸酯为正硅酸乙酯,所述醇为乙醇,所述酸为盐酸、硫酸或硝酸,所述碱为氢氧化钠。

[0015] 在上述方案中,步骤(2)所述溶胶的涂覆厚度为0.3~0.4mm。

[0016] 在上述方案中,步骤(3)所述的吸收层厚度为0.1~0.15mm,所述约束层厚度为3~4mm.

[0017] 在上述方案中,步骤(3)所述的吸收层为黑漆或铝箔;所述的约束层为水。

[0018] 在上述方案中,步骤(3)所述激光的输出波长1.064um,脉冲宽度为20ns,激光脉冲能量约为30J。

[0019] 在上述方案中,所述金属材料为Fe、Mg、Mg合金、Al、Al合金、Ti、Ti合金、Cu、Cu合金、Ni、Ni合金、钢。

[0020] 本发明的有益效果:

[0021] 本发明表面处理方法的创新,在于充分结合了激光冲击强化和硅化物陶瓷涂层处理工艺的特点;硅化物陶瓷涂层处理能明显改善材料的热疲劳性能,但由于处理后的硅化物陶瓷涂层硬度较高,粗糙度增加,韧性低,影响了材料的微动疲劳抗力,而激光冲击强产生的高幅残余应力层能有效提高材料的微动疲劳寿命,而且与传统喷丸相比形成的残余应力大,且不受零件结构尺寸的限制,对于光滑零件表面强化后基本不改变其粗糙度。因此,这种处理方法可以综合提高材料耐磨性、抗蚀性及抗高温氧化性能,从而提高高温条件下零件的微动疲劳寿命。

## 具体实施方式

[0022] 下面结合具体实施例对本发明作进一步的说明,但本发明的保护范围并不限于此。

[0023] 实施例1

[0024] 以TC11钛合金为例(TC11为近 $\alpha+\beta$ 型两相钛合金,是一种重要的航空和宇航材料,该合金具有比强度高,中温性能好,耐腐蚀性能好,重量轻等优点,已用于航空发动机的压气机盘、叶片和鼓筒等零件以及飞机结构件上)。

[0025] 1、用超声波清洗器对无水乙醇中的TC11钛合金表面进行清洗,然后将TC11钛合金放入热处理炉中调节适当的温度后进行热处理。通过x射线衍射分析测定该合金的 $\beta$ 相转变温度为1000±20℃,进行双重退火热处理,即950℃保温1h,空冷。580℃保温6h,空冷。在其表面可形成了一层连续的 $TiO_2+Al_2O_3$ 混合氧化膜,该薄膜可增强硅化物涂层与基体的结合能力。

[0026] 2、溶胶-凝胶法制备硅化物陶瓷薄膜。将正硅酸乙酯融入水和乙醇中,并添加盐

酸作为催化剂,之后搅拌使其形成均匀的溶液,待其形成溶胶之后,涂覆在材料的表面,厚度大约在 0.3mm。然后把材料放置在干燥箱内调节合适的温度进行干燥 2-6h,形成凝胶膜,最后经过热处理得到硅化物陶瓷涂层。

[0027] 3、用无水乙醇洗掉表面粘附的粉末,然后对进行过硅化物陶瓷涂层之后的表面进行打磨、抛光处理。

[0028] 4、激光冲击处理:用无水乙醇或丙酮清洗要冲击的表面,干燥后涂上厚度 0.1mm 黑漆作为吸收层,3mm 的水流作为约束层进行激光冲击。然后用无水乙醇或丙酮清洗冲击区的黑漆,并放置在干燥箱干燥;在采用激光冲击强化过程中,激光输出波长 1.064um,脉冲宽度为 20ns,激光脉冲能量约为 30J,经激光强化处理后在材料表层产生残余压应力,由于残余压应力在疲劳载荷中起着负平均应力的作用,延缓了疲劳裂纹的萌生,从而增加了钛合金的微动疲劳抗力。表面未制备硅化物陶瓷涂层的样品经激光冲击后的表面残余应力是 -238MPa,而表面制备硅化物陶瓷涂层的样品经激光冲击后的表面残余应力是 -627MPa。相比较之下,硅化物陶瓷涂层有效地提高了残余压应力,因此采用本发明所述方法能有效提高 TC11 钛合金在高温疲劳环境中的使用寿命。

[0029] 实例 2

[0030] 以 AZ91D 镁合金为例 (AZ91D 镁合金为近  $\alpha + \beta$  型两相镁合金,用于航空发动机部件、飞机框架、起落架和导弹部件以及汽车上的方向盘、仪表盘、传动箱等汽车部件,还有电子产品的外壳。具有较高的比强度、比刚度,是工程应用中最轻的结构材料;并具有良好的铸造和切削性能以及很高的吸振性和电磁屏蔽特性)。

[0031] 1、用超声波清洗器对无水乙醇中的 AZ91D 镁合金表面进行清洗,然后将 AZ91D 镁合金放入热处理炉中调节适当的温度后进行热处理;即在 300°C 的温度下保温 2 小时,之后空冷,在其表面可形成了一层氧化膜,该氧化膜可增强硅化物涂层与基体的结合能力。

[0032] 2、溶胶-凝胶法制备硅化物陶瓷薄膜。将正硅酸乙酯融入水和乙醇中,并添加氢氧化钠 (NaOH) 作为催化剂,之后搅拌使其形成均匀的溶液,待其形成溶胶之后,涂覆在材料的表面,厚度大约在 0.4mm,然后把材料放置在干燥箱内调节合适的温度进行干燥 2-6h,形成凝胶膜,最后经过热处理得到硅化物陶瓷涂层。

[0033] 3、用无水乙醇洗掉表面粘附的粉末,然后对进行过硅化物陶瓷涂层之后的表面进行打磨、抛光处理。

[0034] 4、激光冲击处理:用无水乙醇或丙酮清洗要冲击的表面,干燥后涂上厚度 0.15mm 铝箔作为吸收层,4mm 的水流作为约束层进行激光冲击;然后揭掉铝箔,用无水乙醇或丙酮清洗铝箔区域,并放置在干燥箱干燥;在采用激光冲击强化过程中,激光输出波长 1.064um,脉冲宽度为 20ns,激光脉冲能量约为 30J,经激光强化处理后在材料表层产生残余压应力,由于残余压应力在疲劳载荷中起着负平均应力的作用,延缓了疲劳裂纹的萌生,从而增加了镁合金的微动疲劳抗力。表面未制备硅化物陶瓷涂层的样品经激光冲击后的表面残余应力是 -152MPa,而表面制备硅化物涂层的样品经激光冲击后的表面残余应力是 -345MPa。相比较之下,硅化物陶瓷涂层有效地提高了残余压应力,因此采用根本发明所述的方法能有效提高 AZ91D 镁合金在高温疲劳环境中的使用寿命。

[0035] 所述实施例为本发明的优选的实施方式,但本发明并不限于上述实施方式,在不背离本发明的实质内容的情况下,本领域技术人员能够做出的任何显而易见的改进、替换

或变型均属于本发明的保护范围。