

多道次超声纳米表面改性技术对 304 不锈钢 表面完整性的影响研究*

EFFECT OF MULTIPLE ULTRASONIC NANOCRYSTAL SURFACE MODIFICATION ON SURFACE INTEGRITY OF 304 STAINLESS STEEL

马云瑞**¹ 连阳² 李志坤² 叶中飞¹ 李阳***²

(1. 国网河南省电力公司电力科学研究院, 郑州 450052)

(2. 郑州大学机械与动力工程学院, 郑州 450001)

MA YunRui¹ LIAN Yang² LI ZhiKun² YE ZhongFei¹ LI Yang²

(1. State Grid Henan Electric Power Research Institute, Zhengzhou 450052, China)

(2. School of Mechanical and Power Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

摘要 超声纳米表面改性(Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification, UNSM)技术可在金属表面制备出表面完整性较好的强化层,该强化层可有效地提高金属材料的力学性能。探讨多道次 UNSM 技术对 304 不锈钢表面完整性的影响,同时获得性能优良的表面强化层。利用多道次 UNSM 技术对 304 不锈钢试样进行了表面强化处理,在材料表面制备出了不同深度的强化层。利用显微硬度计、X 射线残余应力分析仪、三维形貌仪、金相显微镜,测试了试样的硬度梯度、残余应力梯度、组织梯度,以及表面形貌。结果表明,304 不锈钢经过多道次 UNSM 处理后,晶粒尺寸明显细化,强化层的厚度随加工道次的增加而增加;与未处理试样相比较,UNSM 处理 2 次后,试样表面的残余应力从 -156 MPa 达到 -425 MPa,残余压应力深度达到 0.7 mm,材料表面显微硬度从 185 HV_{0.2} 增大到 350 HV_{0.2}。研究结果表明,UNSM 技术可构筑出较深的强化层,但需要进行工艺优化。

关键词 超声纳米表面改性 表面粗糙度 显微硬度 残余应力 强化层

中图分类号 TG176

Abstract The ultrasonic nanocrystal surface modification (UNSM) technique can build a strengthened layer with good surface integrity on the metal surface, and this layer improves the mechanical properties of metals. The effect of multiple UNSM on the surface integrity of 304 stainless steel was investigated, and a good strengthened layer was obtained. The surface of 304 stainless steel sample was strengthened by multiple UNSM technique, and the strengthened layers with different depths were prepared on the surface of the material. The hardness gradient, residual stress gradient, microstructure gradient and surface morphology of the sample were measured by using the microhardness tester, X-ray residual stress analyzer, 3D morphometer and metallographic microscope. The results show that the grain size of 304 stainless steel is obviously refined after multiple UNSM treatment, and the thickness of the strengthened layer increases with the increase of treatment times. Comparing with the untreated sample, after two times of UNSM treatment, the residual stress on the surface of the sample increased from -156 MPa to -425 MPa, the depth of residual compressive stress reached 0.7 mm, and the surface microhardness increased from 185 HV_{0.2} to 350 HV_{0.2}. The results show that the UNSM technology can build a deeper strengthening layer, but it needs to be optimized.

Key words Ultrasonic nanocrystal surface modification; Surface roughness; Microhardness; Residual stress; Strengthened layer

Corresponding author: LI Yang, E-mail: yangli@zhu.edu.cn, Tel: +86-371-67781235, Fax: +86-371-67781235

The project supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 51705470), and the Henan Provincial Department of Science and Technology-Henan Province Key Research and Development and Promotion Project (No. 222102220025).

Manuscript received 20220922, in revised form 20221209.

* 20220922 收到初稿, 20221209 收到修改稿。国家自然科学基金项目 (51705470), 河南省科技厅-河南省重点研发与推广专项 (222102220025) 资助。

** 马云瑞, 男, 1990 年生, 河南郑州人, 汉族, 国网河南省电力公司电力科学研究院高级工程师, 博士, 主要研究方向为电网设备材料性能检测与评估技术。

*** 李阳, 男, 1988 年生, 河南温县人, 汉族, 郑州大学副教授, 博士, 硕士研究生导师, 主要研究方向为无损检测与评价。

0 引言

表面完整性对金属材料的抗疲劳性能、摩擦磨损性能、耐腐蚀性能等有重要的影响。现阶段,提高金属材料表面完整性的方法主要是通过材料表面构筑出有效的强化层。常用的表面机械强化方法有:喷丸^[1]、超声纳米表面改性(Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification, UNSM)^[2]^[127012]、超音速微粒轰击法^[3]、水射流^[4]、激光冲击强化^[5]等。这些强化手段的主要目的是在金属表面构筑出有一定层深的梯度纳米结构强化层,该强化层的晶粒尺寸经过细化达到纳米尺度,并具备一定深度残余压应力和硬度。不同的强化方法有不同的强化效果,同样也有不同的适用范围。近十年来兴起的 UNSM 技术,由于可以构筑出较深的强化层,且强化层具备较好的表面完整性,受到了研究人员的广泛关注。

UNSM 技术通过静压力将超声振动的钢球作用于被加工工件表面,同时钢球在行走机构的控制下沿表面进行滚动加工;在不断的超声振动冲击下,钢球将超声波振动能量传递到材料内部,进而将材料内的晶粒进行细化^[6]。根据 Hall-Petch 关系可知,在材料表面晶粒细化的同时,材料也会得到比较高的表面硬度。于是,UNSM 技术就在金属表面构筑出一层强化层,这个强化层不仅具有较高的硬度,同时具有一定深度的残余压应力,可有效提高金属的疲劳强度、摩擦磨损性能等。与其他技术相比,该技术具有工艺过程可控性好、加工效率高、操作方便等特点。

UNSM 已在多个领域进行了应用,例如:用于提高材料的摩擦磨损性能。本课题组^[7]通过对 316L 不锈钢进行了 UNSM 处理后,发现材料表面构筑出了一层约 200 μm 深的强化层,该强化层可显著降低 316L 不锈钢的表面摩擦系数。另外,还通过 UNSM 技术在 DZ2 车轴钢表面构筑出了一层强化层,该强化层中有较高的残余压应力、硬度,良好的表面完整性提高了高铁车轴的摩擦磨损性能^[2]^[127012]。

同样,UNSM 技术可用于提高金属材料的耐腐蚀性能。部分金属材料使用超声纳米表面改性技术加工后,使得材料的耐腐蚀性能得到大幅度提高。如:本课题组^[8]采用超声纳米表面改性技术处理了镁锂合金,结果表明,经过 UNSM 处理后,晶粒尺寸得到了明显

的细化,试样的拉伸性能得到明显改善,表面耐腐蚀性大幅度提高。另外,UNSM 技术对 LA106 和 LA361 镁锂合金处理后,LA361 镁锂合金表面的腐蚀电流密度提高约 29.3%,LA106 镁锂合金表面的腐蚀电流密度提高约 189.7%^[9]。YE C 等^[10]在 MgCl_2 溶液中对 UNSM 处理后的 304 不锈钢进行了耐腐蚀性能测试,发现 304 不锈钢经过 UNSM 处理后,其耐腐蚀性能大幅提高,主要归功于强化层中的晶粒细化和残余压应力的存在引起的。

另外,UNSM 技术还可用于提高金属材料的抗疲劳性能。对于 UNSM 处理后的 304 不锈钢,由于其强化层中存在马氏体转变且产生了较大的残余压应力,故 304 不锈钢在 90 N 静载条件下的旋转弯曲疲劳强度提高了 81%^[11]。CHERIF A 等^[12]对比了喷丸、深滚和 UNSM 在 304 不锈钢表面强化的效果,发现 UNSM 技术可在 304 不锈钢表面构筑出性能良好的强化层,可大幅提高力学性能和疲劳强度。

本文以 UNSM 技术为强化手段,探讨了多道次 UNSM 处理对 304 不锈钢表面完整性的影响。通过一系列表征测试手段,评价 UNSM 处理后的表面形貌和粗糙度、硬度场、残余应力场和显微组织场。

1 实验材料及方法

1.1 实验材料

本实验采用的样品为 304 不锈钢钢板,其化学成分如表 1 所示。

表 1 304 不锈钢的化学成分

Tab. 1 Chemical compositions of the 304 stainless steel							%
元素 Element	C	Si	Mn	Cr	Ni	P	S
含量 Content	0.036	0.452	1.024	18.14	8.03	0.023	0.001

利用电火花线切割将 304 不锈钢钢板切成 $20 \times 15 \times 2 \text{ mm}^3$ 大小的试样,随后将试样打磨至 2 000 目。最后,在超声波清洗仪中进行清洗,供 UNSM 处理用。

1.2 UNSM 加工

本文采用自主研发的 UNSM 设备,可参见文献^[2]^[127012]。表 2 给出了 UNSM 处理参数。将未经处理的试样标记为 S_0 ,分别将 UNSM 处理 1 次、2 次、3 次、4 次的试样标记为 S_1, S_2, S_3, S_4 。表 2 列出了 UNSM 加工的详细工艺参数。

表 2 UNSM 加工参数

Tab. 2 Process parameters of UNSM

振幅 Amplitude/ μm	移动速度 Moving speed/(mm/s)	静压力 Static load/N	振动频率 Vibration frequency/kHz	滚压间距 Rolling gap/mm
7	25	100	28	0.1

1.3 表面完整性表征

采用三维表面形貌测量系统 (NPFLEX, Bruker Nano Inc) 测量试样的三维形貌及表面粗糙度 R_a 。测试前, 将试样在超声波清理仪中用酒精清洗, 然后用吹风机吹干, 以确保样品表面清洁。粗糙度测量采用点测的方式, 单点覆盖面积为 $2.5 \text{ mm} \times 1.9 \text{ mm}$, 每样测量 5 个点, 取平均值。

采用 X 射线残余应力分析仪 (LXRD, PROTO) 测量试样强化层中的残余应力, 参照测试 ASTM: E915-10 标准^[13], 采用 $\sin^2 \psi$ 方法。参数选取为工作电压 30 kV、工作电流 25 mA、使用 Cr 靶 K-Alpha 辐射、准直器直径为 0.5 mm、波长为 2.291 nm、X-ray 弹性常数为 $5.92 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ 。为了获得残余应力沿深度方向变化的趋势, 采用电解抛光的方法获得不同的层深, 并使用千分表获得剖层的深度。电解抛光过程中使用的抛光溶液为饱和的 NaCl 溶液, 电压为 30 V。

采用显微硬度仪 (HV-1000 型) 测量试样截面的

显微硬度。首先, 通过制样、研磨和机械抛光, 将样品的横截面抛光至镜面。然后, 用无水乙醇超声波清洗并吹干。在 2 N 载荷和 10 s 保载时间下, 测量了 UNSM 处理前后的试样显微硬度, 每个深度下测量 3 个数据点, 平均后得到不同深度下的平均硬度值。

利用线切割制作 UNSM 处理前后的横截面试样, 并将试样的横截面打磨至 2 000 目, 然后进行机械抛光; 随后, 用王水将试样横截面进行腐蚀处理, 腐蚀时间为 25 s。腐蚀前要用无水乙醇对试件进行超声波清洗, 然后用吹风机吹干, 以确保样品干净, 再用金相显微镜 (IE500M 型) 观察试样横截面的组织图像。

2 结果与讨论

2.1 表面形貌和粗糙度

图 1 所示为不同道次 UNSM 处理前后试样表面的三维形貌。由图 1 可清楚地看到, 试样 S_0 表面有很多明显的砂纸打磨的痕迹。通常, 试样表面的加工痕迹

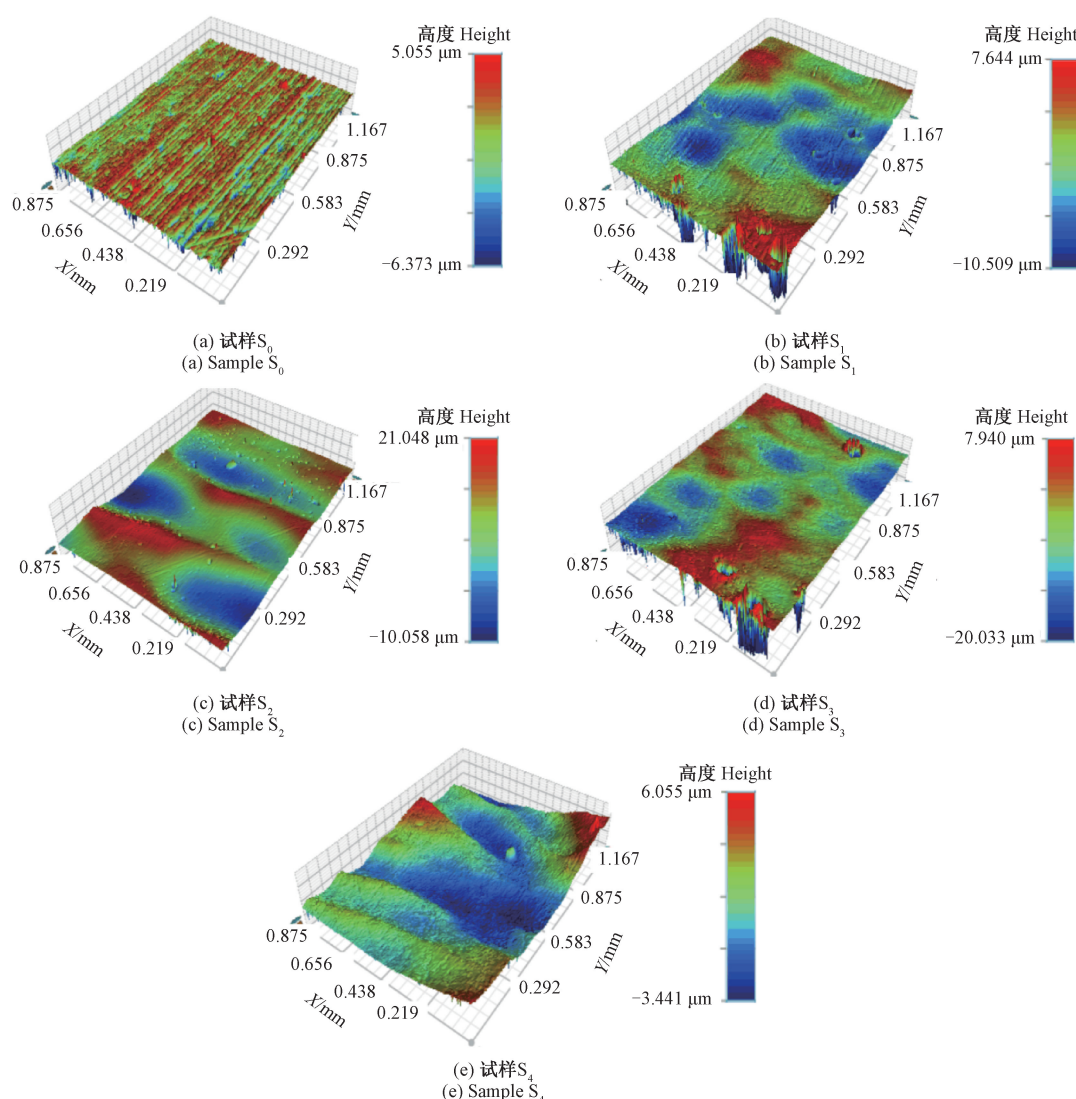


图 1 不同 UNSM 处理次数试样的三维形貌

Fig. 1 3D topography of samples with different UNSM treatment times

对疲劳性能有着显著影响,材料的疲劳强度随表面粗糙度的增大而降低,疲劳裂纹通常会从磨痕处萌生。经过一次 UNSM 处理后,试样 S_1 表面的磨痕明显减少,但由于钢球在表面形成的加工痕迹,导致表面呈现出高低起伏的形貌,进而恶化了表面粗糙度。随着 UNSM 处理次数的增加至两次,试样 S_2 表面几乎看不到磨痕,但是出现了较多的钢球加工痕迹。随着 UNSM 处理次数的继续增加,试样表面形貌逐渐平稳,且表面粗糙度值有所下降。

图 2 所示为 UNSM 处理前后试样表面的粗糙度。由于试样 S_0 经过砂纸打磨至 2 000 目,故表面粗糙度在 $0.28\text{ }\mu\text{m}$ 左右。经过 UNSM 处理后,表面粗糙度明显增加。试样表面经过 1 次、2 次、3 次、4 次加工后,粗糙度分别增加至 0.88 、 0.94 、 0.84 、 $0.83\text{ }\mu\text{m}$ 。从上述结果可以看出,UNSM 处理过的试样表面粗糙度明显增加;当处理道次为 2 次时,表面粗糙度值最大;且随着处理次数的增加,表面粗糙度值逐渐稳定。在一些 UNSM 研究过程中,金属材料表面的粗糙度不会增加,而且有部分研究还可以使表面达到镜面效果^[14]。但是,本研究中粗糙度增加过大,其主要原因是硬质合金钢球与 304 不锈钢试样接触时,由于过大的静载荷产生了大量的热,进而钢球在试样表面产生黏着磨损形成凹坑。另外,由于 304 不锈钢试样的初始硬度较低,施加较大静压力的钢球在试样表面极易形成加工痕迹。但经过一次或两次 UNSM 处理后,试样表面硬度极大提高,随后的 UNSM 处理则不会再次恶化粗糙度。

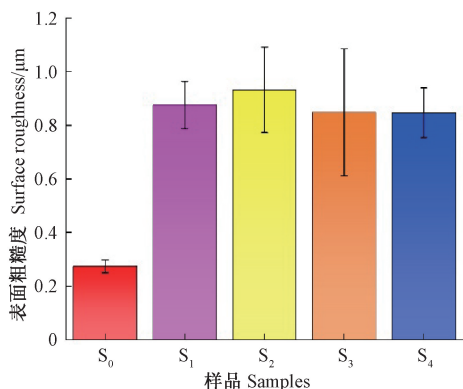


图 2 不同道次 UNSM 处理后试样的粗糙度

Fig. 2 Roughness of samples treated by using multiple UNSM technology

由于本次实验中的多道次 UNSM 采用的是相同的静压力,较大的静压力导致表面粗糙度值在第一道次时就形成了恶化效果,随后道次中才进一步得到了改善。在未来的实验设计中,应该在第一道次中采用较小的静压力,在保证粗糙度的前提下提高表面硬度,然后在随后道次中采用较大的静压力,在提高强化层

的深度同时获得较好的表面粗糙度。

2.2 显微组织

图 3 为试样经过多道次 UNSM 处理前后的横截面金相组织。从图 3(b)中可以看出,经过一次 UNSM 处理后,试样 S_1 表面的晶粒发生了一定程度的变形,根据表面变形层的晶粒变化程度,将变形层分为三个区域^{[2]127012}:①严重变形区:该区域的晶粒经严重的塑性变形后,晶粒尺寸达到纳米级别,在光学显微镜下很难被观察到;②过渡层:该区域的晶粒受到的应力较小,晶粒在外应力的作用下被压缩或拉长,产生较为明显的变形;③基体边界:在此区域中,晶粒保留原始的奥氏体粗晶组织。

经过粗略测量,经 UNSM 处理 1、2、3、4 道次后,变形层的厚度依次为 51 、 60 、 123 、 $178\text{ }\mu\text{m}$ 。随 UNSM 处理次数增加,变形层厚度增加,也直接说明了表面强化效果逐渐增加。

2.3 显微硬度

图 4 显示了经过不同加工道次 UNSM 处理后试样的显微硬度沿深度的分布情况。可以看出,未处理试样表面显微硬度在 $200\text{ HV}_{0.2}$ 左右,显微硬度沿样品深度变化不大,这表明试样内部组织分布较为均匀。经过一次 UNSM 处理后,试样表面的显微硬度达到 $319\text{ HV}_{0.2}$,有效深度约为 $450\text{ }\mu\text{m}$ 。经 2 次 UNSM 处理之后,试样表面的显微硬度达到 $348\text{ HV}_{0.2}$,有效深度增加到约 $540\text{ }\mu\text{m}$ 。但是,当加工道次增加到三次时,显微硬度却出现了反常现象,表面显微硬度和有效深度均没有增加反而出现降低的现象。通常对于表面机械强化方法,随着表面塑性变形程度的增加,材料表面的硬度和有效深度也会随着增加,但是试样 S_3 和 S_4 出现了降低的现象。另外,图 3 可以看出,晶粒尺寸在过渡区域变化不大。因此仅从横截面微观组织上来看,变形层随处理道次增加而增加,但是其硬度并未呈现相同的趋势。由以上实验结果可以看出,随着 UNSM 处理次数的增加,试样表面的强化效果并不会越来越好。

2.4 残余应力

图 5 所示为不同道次 UNSM 处理后,残余应力沿试样深度方向上的分布状态。基体试样 S_0 经过砂纸打磨处理后,在浅表层分布一层约 $50\text{ }\mu\text{m}$ 的残余压应力,表面的残余压应力值约为 -162 MPa 。由此可以看出,砂纸打磨可引入残余压应力,且可能影响表面机械强化的残余应力分析。经多道次 UNSM 处理后,试件表面残余压应力值分别为 -300 、 -425 、 -363 、 -362 MPa 。随着处理道次的增加,表面残余压应力值先增大后减小,在处理两次时达到最大。同样,最大残余压应力值和残余应力层深也呈现相同的趋势,并且

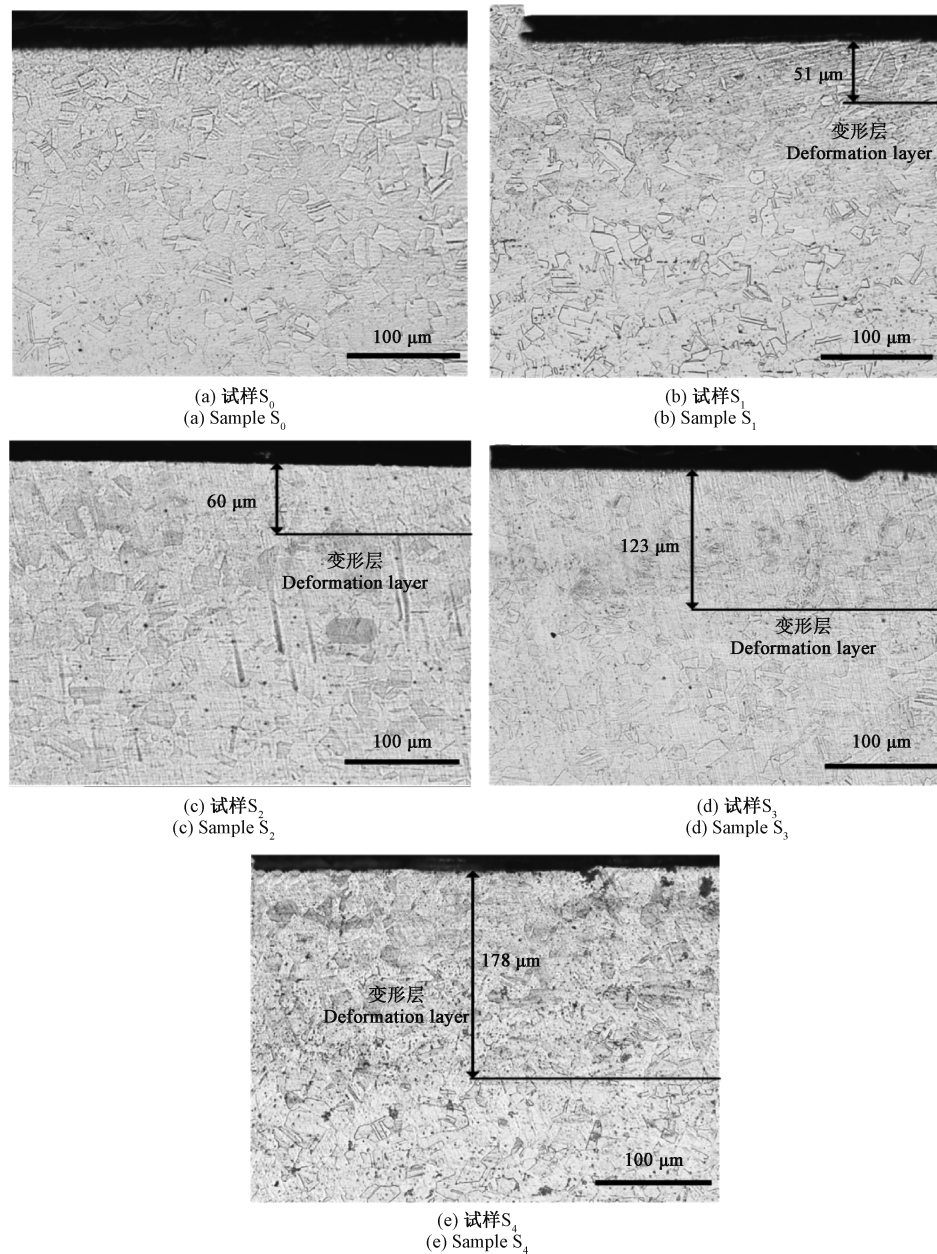


图 3 不同 UNSM 处理次数试样的横截面金相图

Fig. 3 Cross-sectional metallographic diagram of samples with different UNSM treatment times

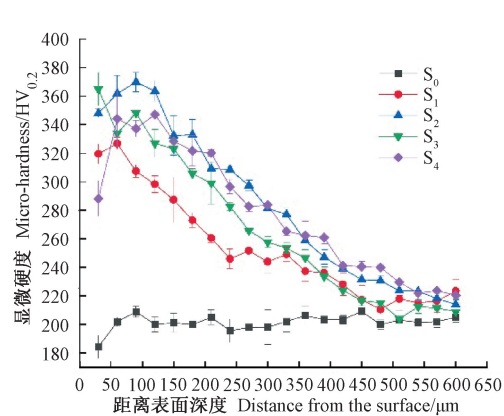


Fig. 4 Microhardness changes rule of samples

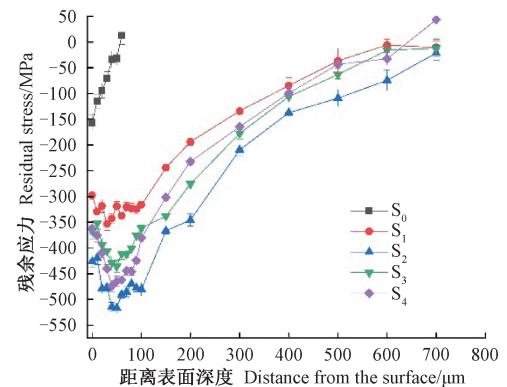


Fig. 5 Effect of different UNSM treatment times on residual stress

都是在 UNSM 处理两道次后达到了最大。

以上的残余应力场和硬度场的分布有相同的趋势,其深度和数值并不会随着加工道次的增加而增加,而是在加工两次时,残余应力和硬度达到了最佳状态。但是,多数的已有研究^{[2][127012][7]49-54}发现:随着加工道次的增加,残余压应力的深度和数值均会增加,并在一定道次后达到峰值。在今后的加工过程中应根据不同的加工对象,优化 UNSM 加工工艺,这样才能构筑出表面完整性良好的强化层^[15]。

3 结论

本文探讨了不同道次 UNSM 处理对 304 不锈钢表面完整性的影响,分别从表面形貌和粗糙度、显微组织梯度、硬度梯度和残余应力梯度 4 个方面进行了表征与研究,得到了如下结论:

1) UNSM 处理在 304 不锈钢表面构筑了一层较深的强化层,并且随加工次数的增加在一定范围内可得到更深的强化层。

2) 随着 UNSM 处理次数的增加,变形层深度增大,但是残余应力场和硬度场的深度并未得到提高,因此在进行多道次 UNSM 处理时应优化工艺参数。

参考文献 (References)

- [1] ZHAN K, JIANG C H, JI V. Surface mechanical properties of S30432 austenitic steel after shot peening[J]. Applied Surface Science, 2012, 258(24): 9559-9563.
- [2] ZOU Y, LI J K, LIU X, et al. Effect of multiple ultrasonic nanocrystal surface modification on surface integrity and wear property of DZ2 axle steel[J]. Surface and Coatings Technology, 2021(412): 127012.
- [3] LI Y, LIAN Y, LI J K, et al. Effect of supersonic fine particle bombardment on the surface integrity and wear performance of DZ2 axle steel[J]. Surface and Coatings Technology, 2022, 435: 128250.
- [4] ZOU Y, SANG Z K, WANG Q L, et al. Improving the mechanical properties of 304 stainless steel using waterjet peening[J]. Materials Science, 2019, 26(2): 161-167.
- [5] GUAN L, YE Z X, YANG X Y, et al. Pitting resistance of 316 stainless steel after laser shock peening: determinants of microstructural and mechanical modifications[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2021(294): 117091.
- [6] KISHORE A, JOHN M, RALLS A M, et al. Ultrasonic nanocrystal surface modification: processes, characterization, properties, and applications[J]. Nanomaterials (Basel, Switzerland), 2022, 12(9): 1415.
- [7] 李 阳, 李净凯, 邹 云, 等. 超声纳米表面改性对 316L 不锈钢耐磨性能的影响[J]. 郑州大学学报(工学版), 2021, 42(6): 49-54.
- LI Yang, LI JingKai, ZOU Yun, et al. Effect of ultrasonic nanocrystal surface modification on wear property of 316L stainless steel[J]. Journal of Zhengzhou University (Engineering Science Edition), 2021, 42(6): 49-54 (In Chinese).
- [8] 邹 云, 王起龙, 李 阳, 等. 基于超声纳米表面改性的镁锂合金强化研究[J]. 郑州大学学报(工学版), 2020, 41(5): 26-30.
- ZOU Yun, WANG QiLong, LI Yang, et al. Strengthening research of Mg-Li alloy based on ultrasonic nanocrystal surface modification[J]. Journal of Zhengzhou University (Engineering Science Edition), 2020, 41(5): 26-30 (In Chinese).
- [9] ZOU Y, LIU S H, WANG Q L, et al. A comparative study on mechanical and corrosion behaviours of $\alpha/(\alpha + \beta)$ Mg-Li alloys subjected to ultrasonic nanocrystal surface modification[J]. Metals, 2022, 12(4): 681.
- [10] YE C, TELANG A, GILL A, et al. Effects of ultrasonic nanocrystal surface modification on the residual stress, microstructure, and corrosion resistance of 304 stainless steel welds[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2018, 49(3): 972-978.
- [11] ZHANG K, PYOUN Y, CAO X, et al. Fatigue properties of SUS304 stainless steel after ultrasonic nanocrystal surface modification (UNSM) [J]. International Journal of Modern Physics: Conference Series, 2012(6): 330-335.
- [12] CHERIF A, PYOUN Y, SCHOLTES B. Effects of ultrasonic nanocrystal surface modification (UNSM) on residual stress state and fatigue strength of AISI 304 [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2010, 19(2): 282-286.
- [13] ASTM International. Standard test method for verifying the alignment of X-Ray diffraction instrumentation for residual stress measurement [J]. West Conshohocken, 2010: 5-10.
- [14] CHEN R, XUE H Q, LI B. Comparison of SP, SMAT, SMRT, LSP, and UNSM based on treatment effects on the fatigue properties of metals in the HCF and VHCF regimes[J]. Metals, 2022, 12(4): 642.
- [15] 李光辉, 林有希, 蔡建国. 静压力对超声滚压铍铜合金表面完整性的影响[J]. 机械强度, 2022, 44(5): 1069-1074.
- LI GuangHui, LIN YouXi, CAI JianGuo. Effect of static pressure on surface integrity of beryllium copper alloy treated by ultrasonic rolling [J]. Journal of Mechanical Strength, 2022, 44(5): 1069-1074 (In Chinese).