

## 表面质量控制及检测

## 基于表面形貌的裂纹萌生阶段滑移带表征

孙伶俐, 何声馨, 李延民, 张二亮

(郑州大学 机械工程学院, 郑州 450001)

**摘要:** **目的** 研究 Waspaloy™ 镍基高温合金在裂纹萌生阶段的表面形貌特征, 找出最优表面形貌参数用以表征此阶段的滑移带特征。**方法** 对 Waspaloy™ 镍基高温合金试样先机械抛光, 然后采用标准金相技术分别进行电解抛光和化学蚀刻, 得到两种不同的表面状态。对试样进行低周疲劳试验获得疲劳寿命, 并采用透射电子显微镜 (TEM) 和三维表面轮廓仪, 观测分析 Waspaloy™ 镍基高温合金在电解抛光和化学蚀刻处理后的表面形貌以及裂纹萌生阶段的表面形貌和滑移带特征。对测得的表面形貌参数进行方差分析和自助抽样统计计算, 找出最优参数。**结果** 试样在经过电解抛光和化学蚀刻后, 三维表面形貌  $S_a$  (表面算术平均偏差) 分别是 0.72 nm 和 13.3 nm, 试样疲劳寿命分别为 800 和 700。两种制备状态下的样品, 算术平均高度增量 ( $\Delta S_a = S_a(N) - S_a(N_0)$ ) 的差异非常小, 且  $\Delta S_a$  随疲劳加载周期 ( $N$ ) 的增加而增加, 当  $N > 100$  后,  $\Delta S_a$  随  $N$  增加的速率减小。**结论** 电解抛光后的表面质量更好, 且表面质量越好, 疲劳寿命越高。 $\Delta S_a$  与表面制备方法无关,  $\Delta S_a$  越大, 表面越粗糙。经方差分析和自助抽样法计算分析, 表面最大峰值 ( $S_p$ ) 是最优表面形貌参数, 该参数可用于区分滑移带内的损伤晶粒和未损伤晶粒。

**关键词:** 表面形貌; 滑移带; 塑性变形; 裂纹萌生; 镍基高温合金

**中图分类号:** TG580.692 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2017)09-0240-05

**DOI:** 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2017.09.038

Surface Roughness Based Characterization of Slip Band for  
Damage Initiation

SUN ling-li, HO Hsin-shen, LI Yan-min, ZHANG Er-liang

(School of Mechanical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

**ABSTRACT:** To investigate surface roughness resulting from damage initiation of a Ni-base superalloy, and find out a most relevant roughness parameter that can extract the salient features of slip bands. The specimens of Waspaloy™ nickel based superalloy are mechanically polished, then chemically-etched and electro-polished respectively using standard metallographic techniques to obtain two different surface states. The fatigue life is obtained by performing low-cycle fatigue tests. The surface morphology and topographical features of fatigue-induced slip bands are investigated by the transmission electron microscope (TEM) and 3D surface profiler. The most relevant roughness parameter for describing the fatigue-induced surface damage is searched using the variance analysis integrated with the bootstrap method. The surface roughness  $S_a$  (Surface arithmetic mean

收稿日期: 2017-03-17; 修订日期: 2017-04-20

Received: 2017-03-17; Revised: 2017-04-20

基金项目: 河南省高等学校重点科研项目 (15A460030); 国家自然科学基金 (51650110502)

Fund: Supported by the Education Bureau of Henan Province with Grant Number (15A460030) and NSF of China (51650110502)

作者简介: 孙伶俐 (1991—), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为抗疲劳制造。

Biography: SUN Ling-li (1991—), Female, Master student, Research focus: anti-fatigue manufacturing.

通讯作者: 何声馨 (1982—), 女, 博士, 副教授, 主要研究方向为抗疲劳制造。

Corresponding author: HO Hsin-shen (1982—), Female, Doctor, Associate professor, Research focus: anti-fatigue manufacturing.

deviation) of electrolytic polishing and chemical etching the is 0.72 nm and 13.3 nm respectively, and the fatigue life of the sample is 800 and 700 after chemical etching and electrochemical polishing. The difference of the increment of the arithmetic mean height ( $\Delta S_a=S_a(N)-S_a(N_0)$ ) is very small for both surface states, and  $\Delta S_a$  is exhibited to be monotonically increasing with the number of cycles ( $N$ ), the rate at which  $\Delta S_a$  is increased is found to decrease gradually especially when  $N>100$ . The electro-polished surface is found to be smoother compared to the chemically-etched one, which offers a slightly greater fatigue crack initiation life.  $\Delta S_a$  does not depend on the surface preparation method and the surface roughness is increasing with  $\Delta S_a$ . Based on a variance analysis integrated with the bootstrap method, the maximum peak height ( $S_p$ ) is shown to be the most relevant parameter enabling the discrimination of damaged and undamaged grains in slip bands.

**KEY WORDS:** surface roughness; slip bands; plastic deformation; damage initiation; WaspaloyTM superalloy

材料的疲劳损伤具有局部流动性,这与材料的表面特征有关<sup>[1]</sup>。塑性变形局部化会导致材料的挤入或挤出,随之形成滑移带,而疲劳裂纹通常在这些滑移带处产生<sup>[2-4]</sup>。研究表明局部塑性变形是滑移带的前期形式,是疲劳裂纹萌生过程必不可少的阶段<sup>[7-8]</sup>。因此研究滑移带的形貌特征及其与疲劳裂纹萌生的关系是十分有意义的<sup>[1]</sup>。

表面形貌参数通常用以表征材料的表面形貌特征,是研究材料局部不可逆性的直接参数<sup>[8-11]</sup>。一般研究通常使用平均挤压高度( $R_a$ )来表征滑移带高度。在这些研究中,当达到材料疲劳极限时, $R_a$ 也在某一特定值达到饱和。但是  $R_a$  仅包含了关键表面的凹槽或凸起的特征<sup>[13]</sup>,不适合评估损伤萌生阶段的滑移带结构的复杂性。因此,本文主要研究可以表征滑移带特征的最优表面形貌参数,并通过此参数区分已损伤晶粒和未损伤的晶粒,进而评估材料表面的破坏程度。

本文的主要工作是确定一个可以表征滑移带主要特征的形貌参数,最终目的是从三维的角度理解为什么有的晶粒会损伤,而有的晶粒不会损伤。为解决这一问题,本文采用方差分析与自助抽样法,统计分析 ISO 25178—2012 标准下的振幅表面形貌参数<sup>[15]</sup>,此参数是测量表面偏差的垂直特性的最重要参数<sup>[13]</sup>。此方法在表面经化学蚀刻和电解抛光处理的镍基高温合金上得到应用。

1 材料和方法

1.1 材料

试验所用材料是经球形颗粒( $\gamma'$ ,  $Ni_3Al$ )强化的镍基高温合金 Waspaloy<sup>TM</sup>,其平均晶粒尺寸为 100  $\mu m$ ,析出相的平均尺寸为 17 nm,其化学成分(以质量分数计)为:Al 1.8%,Ti 3.33%,Co 12.64%,Cr 19.45%,Mo 7.36%,Ni 55.42%。

1.2 试验过程

试验样品分为两组。样品首先用 180<sup>#</sup>、320<sup>#</sup>、800<sup>#</sup>、

1200<sup>#</sup>、2000<sup>#</sup>金相砂纸依次机械抛光,然后用金刚石研磨膏研磨,再采用标准金相技术进行化学腐蚀(WC组)和电解抛光(WE组)。化学腐蚀(WC)方法:盐酸溶液和硝酸溶液按体积比为 2:1 混合,在混合溶液中对样品进行 90 s 的化学抛光。电解抛光(WE)方法:80 mL 高氯酸、700 mL 酒精、100 mL 乙二醇单丁醚和 120 mL 水混合,在混合溶液中进行 2 min 的电解抛光。然后在 Instron 伺服液压试验机上进行疲劳试验,试验加载的频率为 0.5 Hz,应变幅是  $\Delta\epsilon_p/2=0.3\%$ ,波形为三角波形。

1.3 表面形貌参数测量

对疲劳试验前后的样品,用 Contour GT-X8 三维光学显微镜测量三维表面形貌,然后使用 Mountains Maps<sup>®</sup> 7 分析处理得到的表面形貌图片。试样内部结构使用 JEOL jem2011 透射电子显微镜(TEM)在 200 kV 电压下观测。本文所测表面形貌参数如表 1 所示,这些参数用以表明表面偏差的垂直特性,是表征表面形貌的重要参数<sup>[12]</sup>。

表 1 表面形貌参数  
Tab.1 Surface roughness parameters

Amplitude parameters	Means
$S_a$	Arithmetic mean height
$S_q$	Root mean square height
$S_{ku}$	Kurtosis
$S_{sk}$	Skewness
$S_z$	Maximum height
$S_p$	Maximum peak height
$S_v$	Maximum pit height

1.4 统计分析

根据 ISO 25178—2012<sup>[11]</sup>标准进行表面形貌参数的计算,结合方差分析<sup>[12]</sup>和自助抽样法<sup>[20]</sup>评估表征滑移带特征的最优参数。将有限的实验数据假定为一个独立而恒定分布的合集,采用一个置信区间将形

貌数据的多样性纳入方差分析,以此来确定所得结果的相关性。自助法是一种对原始样本“再抽样”的方法,即从试验数据总集中抽取容量为  $K$  ( $K=16$ ) 的样本,则这个样本带有试验数据的总体信息,对总体试验数据进行有放回的抽样,且每次样本容量都是  $K$ ,就可以获得大小为  $M$  ( $M=1000$ ) 的自助样本。对每一个形貌参数,其自助样本的数据用来构建一个概率密度函数(PDF),此函数用于方差分析。对于已受损和未受损的晶粒,在方差分析中,都使用统计量  $F$  来计算其形貌参数。统计量  $F$  是指组间方差和组内方差的比值。根据  $F$  平均值的排序确定该形貌参数区分已损伤晶粒和未损伤晶粒的能力,其中排序第一的参数是表征裂纹萌生和表面形貌的相关性的最优参数。

## 2 结果与讨论

### 2.1 初始表面形貌对裂纹萌生寿命 ( $N_i$ ) 的影响

两种制备方法下的样品表面状态都使用  $S_a$  来表征。 $S_a$  是三维尺度下的表面形貌,与二维尺度下的  $Ra$  相比, $S_a$  通常用于描述整个表面的纹理形貌<sup>[9-12]</sup>。电解抛光的样品表面 ( $S_a \approx 0.72 \text{ nm}$ ,  $N_i \approx 800$ ) 比化学

刻蚀的样品表面 ( $S_a \approx 13.3 \text{ nm}$ ,  $N_i \approx 700$ ) 更光滑,疲劳裂纹萌生寿命也稍长。这一结果表明,样品表面制备方法影响表面状态,表面状态又可以影响疲劳裂纹萌生寿命 ( $N_i$ )。通常裂纹更可能在由表面形貌形成的缺口处萌生,这是因为缺口处存在的应力集中会加速裂纹的萌生过程<sup>[14,21]</sup>。

### 2.2 滑移带形成

图 1 是算术平均高度增量 ( $\Delta S_a = S_a(N) - S_a(N_0)$ ) 随周期数 ( $N$ ) 的变化情况。由图 1 可以看出,在达到裂纹萌生周期  $N_i$  前,即在晶内裂纹形成之前, $\Delta S_a$  随周期数  $N$  的增加而单调增加,也就是样品表面变得越来越粗糙(如图 1b 和图 1c),这与铁素体不锈钢 X10CrAl24 实验所得的结果相吻合<sup>[13]</sup>。此外,经化学刻蚀(WC)和电解抛光(WE)处理的样品表面,其  $\Delta S_a$  的差异非常小,这表明  $\Delta S_a$  并不取决于表面的制备方法。

$\Delta S_a$  随加载周期  $N$  的增加而增加,但是其增加速率却逐渐减少,尤其是  $N > 100$  后。这是因为在持续的疲劳循环中,滑移带内空缺集中程度和缺陷类型都明显减少,尤其在成对出现的位错中,这种现象更明显。图 2 是透射电镜下的位错结构,位错运动变得困难,无法产生塑性变形,降低了滑移的可逆性,使挤压的产生速度受到限制<sup>[11]</sup>。

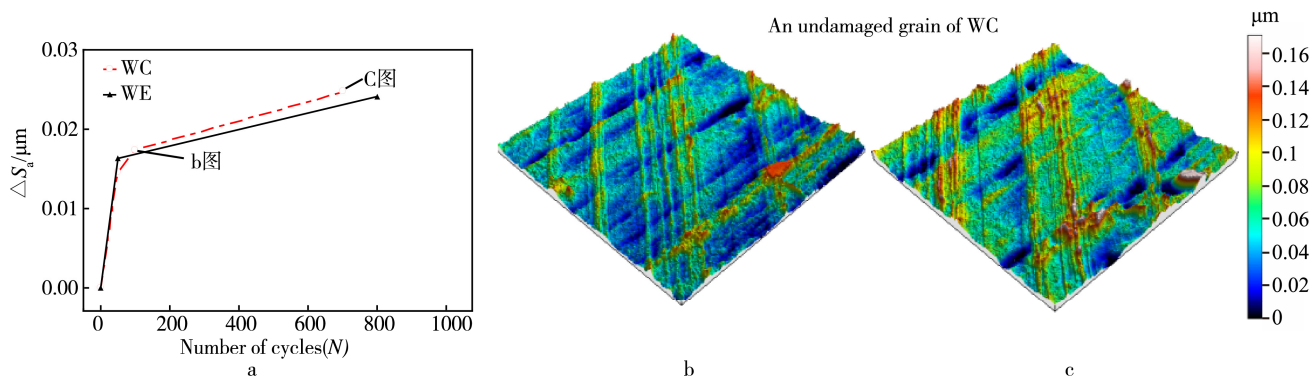


图 1 算术平均高度增量 ( $\Delta S_a$ ) 随周期数 ( $N$ ) 的变化

Fig.1 Evolution of the increment of the arithmetic mean height ( $\Delta S_a$ ) versus the number of cycles ( $N$ )

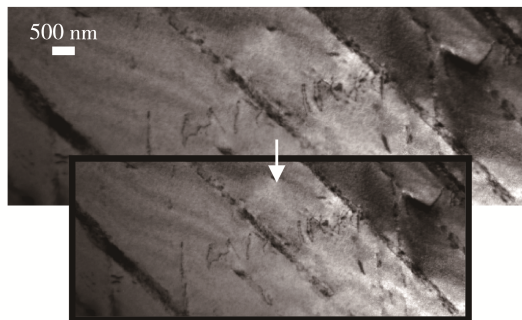


图 2 疲劳中成对出现的位错 (图中明亮处)

Fig.2 Deformation bands with paired dislocations in fatigued specimens (Bright-field TEM micrographs)

### 2.3 最优形貌参数

采用方差分析确定描述表面损伤的最优形貌参数。根据图 3a 中统计量  $F$  平均值对形貌参数进行排序。排序第一的参数是表面最大峰高 ( $S_p$ ), 表明  $S_p$  是表征表面损伤特征的最优参数, 能够提取裂纹萌生阶段滑移带的特征。

图 3b 显示损伤晶粒和未损伤晶粒的  $S_p$  值分布情况, 可知损伤晶粒和未损伤晶粒的  $S_p$  值完全不同, 这表明  $S_p$  表征滑移带特征的能力, 因此可以用来区分已损伤晶粒和未损伤晶粒。由图 3b 还可以看出,  $0.11 \mu\text{m}$  是个临界值, 超过该值, 晶粒全部发生损伤。

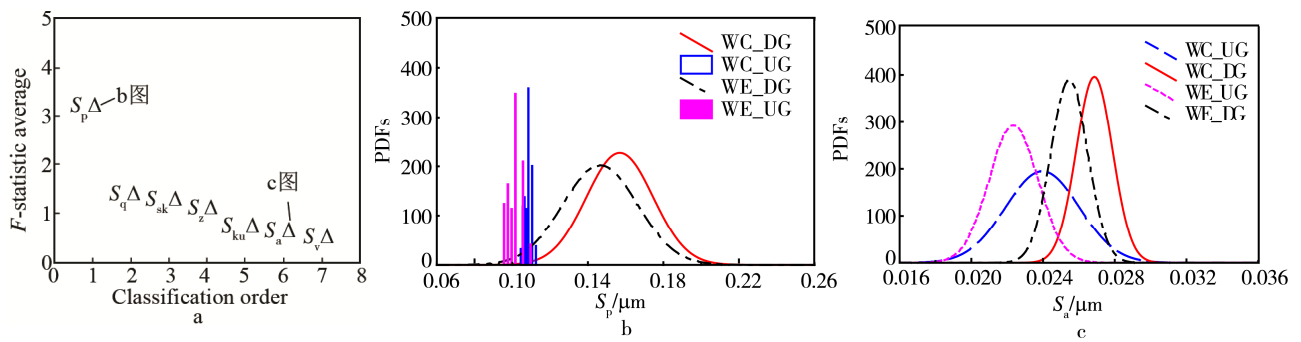


图 3 表征裂纹萌生与滑移带相关性的形貌参数的排序

Fig.3 Classification order of the relevance of a roughness parameter to describe the salient feature of slip band associated with crack initiation

这一发现表明,  $S_p$  达到临界值时, 裂纹萌生开始, 即滑移带内局部塑性变形累计到临界值, 滑移带内的位错结构不能容纳进一步的塑性变形, 从而沿滑移带产生强烈的裂纹<sup>[1,11]</sup>。当  $S_p > 0.11 \mu\text{m}$  时, WC 和 WE 表面状态下的损伤晶粒分布有足够互相重叠的部分, 说明损伤晶粒形貌特征与表面状态无关。图 3b 所显示损伤晶粒的概率密度分布相当宽, 这表明  $S_p$  值具有很大的可变性, 这种可变性主要依赖于所观测晶粒的局部微观结构(如析出物尺寸和晶粒取向)和环境(如氧原子)<sup>[1,24-25]</sup>。局部微观结构和环境作为影响疲劳裂纹萌生的主要因素, 对循环荷载作用下的位错不可逆运动和自由滑动也起到了不可忽略的作用。

表面形貌参数  $S_a$  排第六位, 图 3c 显示损伤晶粒和未损伤晶粒的概率密度分布明显相互重叠, 说明此参数不能区分已损伤晶粒和未损伤晶粒, 所以  $S_a$  不适合表征滑移带的特征。

### 3 结论

1) 对表征滑移带形貌特征的 7 个不同表面参数, 使用方差分析法和自助抽样法计算排序, 结果表明表面最大峰高  $S_p$  是最优参数, 能够很好地表征滑移带局部塑性变形导致的表面损伤程度。

2) 表面初始状态影响材料疲劳寿命, 经过电解抛光处理的材料疲劳寿命比化学抛光试样的寿命长。

3) 两组样品的表面形貌变化量 ( $\Delta S_a$ ) 相差很小, 即表面初始状态不影响  $\Delta S_a$ ,  $\Delta S_a$  越大, 表面越粗糙。

### 参考文献:

[1] SURESH S. Fatigue of Materials[M]. Seconded. Cambridge: Cambridge University Press, 1998: 232-233.  
 [2] 朱荣, 李守新, 李勇, 等. Cu 单晶体驻留滑移带的形成与消失[J]. 金属学报, 2004, 40(5): 467-470.  
 ZHU Rong, LI Shou-xin, LI Yong, et al. Formation and Annihilation of Persistent Slip Bands in Fatigued

Copper Single Crystals[J]. ACTA Metallurgica SINICA, 2004, 40(5): 467-470.  
 [3] ESSMANN U, GOSELE U, MUGHRABI H. A Model of Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals I. Point-defect Production and the Growth of Extrusions[J]. Philos Mag A, 1981(44): 405-426.  
 [4] BASINSKI Z S, PASCUAL R, BASINSKI S J. Low Amplitude Fatigue of Copper Single Crystals-I. The Role of the Surface in Fatigue Failure[J]. Acta Metall, 1983(31): 591-602.  
 [5] 刘哲, 佟振峰, 梁政强. 国产 A508-3 钢的低周疲劳性能研究[J]. 原子能科学技术, 2014, 48(1): 127-133.  
 LIU Zhe, TONG Zhen-feng, LIANG Zheng-qiang. Investigation on Low-cycle Fatigue Property of Domestic A508-3 Steel[J]. Atomic Energy Science and Technology, 2014, 48(1): 127-133.  
 [6] 李志强. 表面微观形貌的测量及其表征[D]. 重庆: 重庆大学, 2006.  
 LI Zhi-qiang. Measurement and Characterization of Surface Morphology[D]. Chongqing: Chongqing University, 2006.  
 [7] MUGHRABI H. Cyclic Slip Irreversibilities and the Evolution of Fatigue Damage[J]. Metall Mater Trans B, 2009(40): 431-453.  
 [8] ANTOLOVICH S D, ARMSTRONG R W P. Lastic Strain Localization in Metals: Origins and Consequences[J]. Prog Mater Sci, 2014(59): 1-160.  
 [9] VILLECHAISE P, SABATIER L, GIRARDJ C. On Slip Band Features and Crack Initiation in Fatigued 316L Austenitic Stainless Steel: Part 1: Analysis by Electron Back-scattered Diffraction and Atomic Force Microscopy [J]. Mater Sci Eng A, 2002(323): 377-385.  
 [10] MAN J, PETRENEC M, OBRTLIK K, et al. AFM and TEM Study of Cyclic Slip Localization in Fatigued Ferritic X10CrAl24 Stainless Steel[J]. Acta Mater, 2004(52): 5551-5561.  
 [11] RISBET M, FEAUGAS X. Some Comments about Fatigue Crack Initiation in Relation to Cyclic Slip Irreversibility[J]. Eng Fract Mech, 2008(75): 3511-3519.  
 [12] WANG Y, MELETIS E I, HUANG H. Quantitative

- Study of Surface Roughness Evolution during Low-cycle Fatigue of 316L Stainless Steel Using Scanning Whitelight Interferometric (SWLI) Microscopy[J]. *Int J Fatigue*, 2013 (48): 280-288.
- [13] GADELMAWL A E S, KOURA M M, MAKSOUD T M A, et al. Roughness Parameters[J]. *J Mater Process Technol*, 2002(123): 133-145.
- [14] 杨茂奎, 李雅卿, 冯学廉, 等. 加工表面粗糙度及其对 GH4169 高温合金疲劳寿命的影响[J]. *航空工艺技术*, 1997, 6(3): 11-13.  
YANG Mao-kui, LI Ya-qing, FENG Xue-lian, et al. Surface Roughness and Its Effect on Fatigue Life of Superalloy GH4169[J]. *Aviation Technology*, 1997, 6(3): 11-13.
- [15] ISO25178-2, Geometrical Product Specifications (GPS)—Surface Texture: Areal—Part 2: Terms, Definitions and Surface Texture Parameters[S].
- [16] 胡兆稳, 刘小君, 王静, 等. 多尺度表面形貌的功能评定与控制[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2009.  
HU Zhao-wen, LIU Xiao-jun, WANG Jing, et al. Functional Assessment and Manufacturing Control of Multi-scale Surfaces[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2009.
- [17] 童小燕, 李洪旭, 姚磊江, 等. 纯铜低周疲劳表面显微形貌的特征提取与分析[J]. *机械科学与技术*, 2015, 34(9): 1446-1450.  
TONG Xiao-yan, LI Hong-xu, YAO Lei-jiang, et al. Feature Extraction and Analysis of Surface Microscopic Image of Pure Copper Subjecting Low Cycle Fatigue[J]. *Mechanical Science and Technology for Aerospace Engineering*, 2015, 34(9): 1446-1450.
- [18] 鱼滨涛, 佟振峰, 钟巍华, 等. 表面粗糙度对国产 316LN 钢低周疲劳性能的影响[J]. *原子能科学技术*, 2015, 49(9): 1660-1665.  
YU Bin-tao, TONG Zhen-feng, ZHONG Wei-hua, et al. Effect of Surface Roughness on Low Cycle Fatigue Behavior of 316LN Steel[J]. *Atomic Energy Science and Technology*, 2015, 49(9): 1660-1665.
- [19] KEPPE L G, SAUFFLEY W H. Introduction to Design and Analysis[M]. New York: W H Freeman and Company, 1980: 199-201.
- [20] EFRON B, TIBSHIRANI R. An Introduction to the Bootstrap[M]. New York: Chapman and Hill, 1993: 41-45.
- [21] MUGHRAB I H. Introduction to the Viewpoint Set on: Surface Effects in Cyclic Deformation and Fatigue[J]. *Scr Metall Mater*, 1992(26): 1499-1504.
- [22] 张慧君, 过馨葆. 表面粗糙度评定参数的发展与分析[J]. *质量与标准化*, 2001(3): 52-53.  
ZHANG Hui-jun, GUO Xin-bao. Development and Analysis of Surface Roughness Parameters[J]. *Quality and Standardization*, 2001(3): 52-53.
- [23] 刘仲侠, 宋谋胜, 李继文. A356 合金的低周疲劳行为及塑性应变能[J]. *中国有色金属学报*, 2006, 16(2): 260-267.  
LIU Zhong-xia, SONG Mou-sheng, LI Ji-wen. Low-cycle Fatigue Behavior and Plastic Strain Energy of A356 Alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(2): 260-267.
- [24] CHAN K S. Roles of Microstructure in Fatigue Crack Initiation[J]. *Int J Fatigue*, 2010(32): 1428-1447.
- [25] SRIRAM T S, FINE M E, CHUNG Y W. TM and Surface Analytical Study of the Effect of Environment on Fatigue Crack Initiation in Silver Single Crystals II: Effects of Oxygen Partial Pressure[J]. *Scr Metall Mater*, 1990(24): 279-284.