

电化学剥层在齿轮钢残余应力测量中的应用

董大林, 王刚, 王栋

(郑州大学 机械工程学院 抗疲劳制造技术河南省工程实验室, 郑州 450001)

摘要: **目的** 用电化学抛光法对 18CrNiMo7-6 齿轮钢进行台阶式剥层, 研究残余应力沿深度层的分布。**方法** 为了达到剥层效果并保证表面质量, 选取了适用于钢材的三种电解液, 通过试验结果分析, 选定一种电解液用于本试验。选定电解液后, 以表面粗糙度和光亮度作为评判标准, 通过单因素试验法确定适用于 18CrNiMo7-6 齿轮钢的电流密度、最佳剥层时间。运用三维表面形貌测量系统测量试样微观台阶结构, 运用 X 射线残余应力分析仪测量每层台阶残余应力值, 得到残余应力沿深度层的分布。**结果** 测得的原始表面残余应力为 -243 MPa, 随着剥层深度 (每层约 15 μm) 的增加, 残余应力由压应力逐渐变为拉应力, 深度达到 85 μm 时, 残余应力稳定在 50 MPa 左右。优选出适用于 18CrNiMo7-6 齿轮钢的电化学剥层参数: 电解液组成为 20% H_2SO_4 +60% H_3PO_4 +20% H_2O , 电流密度为 0.49 A/ cm^2 , 抛光时间为 25 min。**结论** 利用电化学抛光可实现对齿轮钢试样进行台阶式剥层, 该方法相较于传统电化学剥层的优势在于每层表面均有保留, 有利于对任意层的残余应力进行反复测试以及对其他性能的研究。

关键词: 电化学抛光; 台阶式剥层; 电解液筛选; 18CrNiMo7-6 齿轮钢; 抛光参数; 残余应力

中图分类号: TG175 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2018)10-0315-06

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2018.10.043

Application of Electrochemical Stripping in the Residual Stress Measurement in a Gear Steel

DONG Da-lin, WANG Gang, WANG Dong

(Henan Key Engineering Laboratory for Anti-fatigue Manufacturing Technology, School of Mechanical Engineering, Zhengzhou University, Zhengzhou 450001, China)

ABSTRACT: The work aims to strip 18CrNiMo7-6 gear steel by step with electrochemical polishing method and study the distribution of residual stress along the depth layer. In order to achieve the stripping effect and ensure the surface quality simultaneously, three kinds of electrolyte applicable to steel were selected and an electrolyte was determined to be used for this experiment according to the test analysis. After the electrolyte was selected, the surface roughness and brightness were used as the criterion to determine the applicable current density and optimal stripping time for 18CrNiMo7-6 gear steel by a single factor test method. The three-dimensional surface topography measurement system was used to measure the micro-step structure of samples and the X-ray residual stress analyzer were applied to study the residual stress of each step so as to obtain the distribution of

收稿日期: 2018-02-12; 修订日期: 2018-05-27

Received: 2018-02-12; Revised: 2018-05-27

基金项目: 河南省高等学校重点科研项目 (17A460026)

Fund: Supported by the Key Scientific Research Projects of Henan Province (17A460026)

作者简介: 董大林 (1992—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为抗疲劳制造。

Biography: DONG Da-lin (1992—), Male, Master graduate student, Research focus: anti-fatigue manufacture.

通讯作者: 王刚 (1984—), 男, 博士, 讲师, 主要研究方向为抗疲劳制造、氢脆与失效分析。邮箱: wanggang@zzu.edu.cn

Corresponding author: WANG Gang (1984—), Male, Doctor, Lecturer, Research focus: anti-fatigue manufacture, hydrogen embrittlement, failure analysis. E-mail: wanggang@zzu.edu.cn

residual stress along the depth layer. The residual stress at the original surface of the sample was -243 MPa and increased as the stripping depth ($15\text{ }\mu\text{m}$ per layer). The residual stress gradually changed from the compressive stress to the tensile stress and then stabilized at about 50 MPa when the depth reached $85\text{ }\mu\text{m}$. The electrochemical stripping parameters suitable for 18CrNiMo7-6 gear steel were optimized: the electrolyte composition was $20\%\text{H}_2\text{SO}_4+60\%\text{H}_3\text{PO}_4+20\%\text{H}_2\text{O}$, the current density was 0.49 A/cm^2 , and the polishing time was 25 min . The electrochemical polishing method can be used to strip the surface of gear steel sample by step. Compared with traditional electrochemical stripping methods, the advantage lies in the reservation of each layer surface, so we can retest the residual stress of any layer and study other properties.

KEY WORDS: electrochemical polishing; step stripping layer; electrolyte selection; 18CrNiMo7-6 gear steel; polishing parameters; residual stress

18CrNiMo7-6 齿轮钢是制造轴和齿轮等核心零部件的材料,国内牌号为 17Cr2Ni2Mo,该材料经过渗碳、淬火、低温回火和精加工后,其表面具有高耐磨性、高强度及较高的冲击韧性,被广泛应用于减速器齿轮和高速机车齿轮等领域。在工件制造过程中,热处理和各种加工工艺易引起不均匀塑性变形、温度变化和相变等,由此产生的残余应力对工件性能和使用寿命有很大影响。因此有必要对残余应力的状态和分布进行研究,从而更好地理解残余应力对工件使用性能的影响。为了研究残余应力在试样深度方向上的分布,从目前最常用的技术来说,需要对试样进行剥层处理,而目前最常用的剥层方法为电化学剥层方法。

电化学抛光技术是利用阳极溶解原理对金属表面进行抛光的一种表面技术,能同时达到去除表面材料^[1]、降低显微粗糙程度、提高表面质量的效果。人们对电化学抛光的原理、工艺参数、电解液配比等各个方面进行了大量研究,并将此技术推广到化工、航空、航天、军工等领域^[2-3],利用 X 射线衍射法对残

余应力沿厚度方向的分布进行测量时,通常采用电化学剥层的方法对试样进行全面剥层,其缺点在于剥下一层结构时会将测量过的上层表面全部剥离,试验完成后无法对之前的测试层进行再次测试及其他性能的研究。因此,本文在传统电化学抛光方法的基础上,通过设计新型台阶式剥层夹具,实现了试样沿深度方向上的剥层,同时研究了适用于 18CrNiMo7-6 齿轮钢的电化学抛光工艺参数、不同抛光工艺参数对表面粗糙度的影响以及残余应力沿深度层的分布。

1 试验

1.1 样品制备

试验材料选用经过热处理的 18CrNiMo7-6 齿轮钢,热处理工艺为 $920\text{ }^\circ\text{C}$ 渗碳+ $800\text{ }^\circ\text{C}$ 淬火+ $180\text{ }^\circ\text{C}$ 回火^[4],其化学成分如表 1 所示。用线切割将试验块切成直径为 25 mm 、厚度为 5 mm 的圆柱试验样品,经去油污处理后,放入酒精或丙酮溶液中超声清洗。

表 1 18CrNiMo7-6 齿轮钢化学成分
Tab.1 Chemical composition of 18CrNiMo7-6 gear steel

wt%										
C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Al	Cu	N
0.165	0.59	0.24	0.006	0.008	1.56	1.71	0.28	0.034	0.15	0.0129

用金相砂纸对试样进行预磨,之后在 UNIPOL-820 型金相研磨抛光机上使用无绒毛织物配合金刚石研磨膏进行抛光,直到表面达到镜面效果。

试验中用到的电化学剥层原理如图 1 所示,试验装置包括直流电源、阳极 18CrNiMo7-6 齿轮钢、阴极 304 不锈钢、DP-60 微型隔膜泵、电解槽、试验夹具等。其中,阴极面积应大于阳极试样的 2~3 倍^[5]。为了防止阴极与阳极间因为局部温度升高而产生的潜在危险,本试验采用阳极固定悬空于电解液上方,即阳极材料固定于专用夹具内部并悬空固定放置于支架上^[6],为了防止溶液回流电解槽时因距离过远产生电流断路,阳极试样悬空距离应尽量靠近电解液上表面。利用隔膜泵抽取电解液,对悬空的阳极表面直接进行冲蚀,此方法不仅可以解决局部温升,而且可

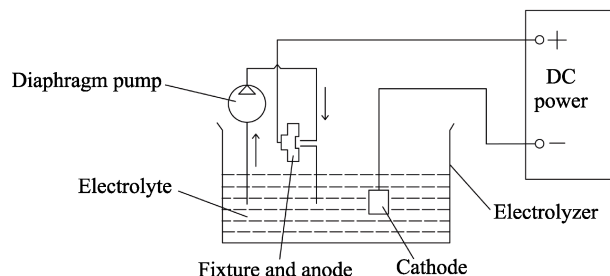


图 1 电化学剥层原理图
Fig.1 Schematic diagram of electrochemical stripping

以增加溶液的流动性,使阳极溶解产物更容易剥离。

1.2 电解液选取

首先选取 3 种电解液配方,分别为高氯酸乙醇混

合溶液^[7] (80%无水乙醇 + 12% H_2O + 8% HClO_4)、饱和 NaCl 溶液、硫酸磷酸混合溶液^[8] (20% H_2SO_4 + 60% H_3PO_4 + 20% H_2O)。经过以下试验对比, 选用硫酸磷酸混合溶液作为 18CrNiMo7-6 齿轮钢的电化学抛光液:

1) 电解液为高氯酸乙醇混合溶液时, 因为夹具是用尼龙材料通过 3D 打印制作, 当把试样放入夹具中进行试验时, 发现电解液对尼龙材料有较强的腐蚀性, 因此舍弃此种电解液。

2) 电解液为饱和 NaCl 溶液时, 试样表面被溶解形成的溶解产物难以被冲走或自动剥离, 需人为擦拭, 影响抛光效果。当溶解产物层足够厚时, 容易使电流断开, 形成断路。

3) 电解液为硫酸磷酸混合溶液时, 抛光效果较好, 表面光亮且抛光后表面粗糙度值较低。

1.3 表面形貌观察与残余应力测试

用基恩士超景深显微镜观察剥层后的试样表面。用 NPFLEX 三维表面形貌测量系统测量试样的几何形貌, 同时可以测出每层深度与总剥层深度。残余应力通过 Proto LDR 标准型高速 X 射线残余应力分析仪测量, 每层测量区域内选取三个测试点的应力平均值作为本层的残余应力值。

2 试验结果与分析

2.1 电化学抛光电流密度对表面粗糙度的影响

电流密度的大小是影响抛光效果的主要参数之

一。图 2 是 18CrNiMo7-6 试样表面粗糙度随电流密度的变化曲线, 每次抛光时间固定为 3 min。当电流密度小于 0.01 A/cm^2 时, 随着电流密度的增加, 表面粗糙度由原来的 $0.24 \mu\text{m}$ 降低到 $0.23 \mu\text{m}$ 。此时, 由于电流密度过小, 试样表面仅处于活化状态, 金属溶解速度极小, 仅发生轻微的腐蚀, 抛光效果差, 表面粗糙度变化不明显。当电流密度从 0.15 A/cm^2 增大到 0.65 A/cm^2 时, 表面粗糙度 R_a 值快速降低, 从 $0.2 \mu\text{m}$ 下降到 $0.098 \mu\text{m}$ 。在这个电流密度区间内, 有利于表面溶解和钝化膜^[9]产生, 具有较好的抛光效果。当电流密度进一步增大且略高于 0.7 A/cm^2 时, 表面粗糙度反而开始增大。此时随着电流密度的不断增大, 电解液温度上升较快, 之前形成的钝化膜被击穿, 产生表面过腐蚀现象。

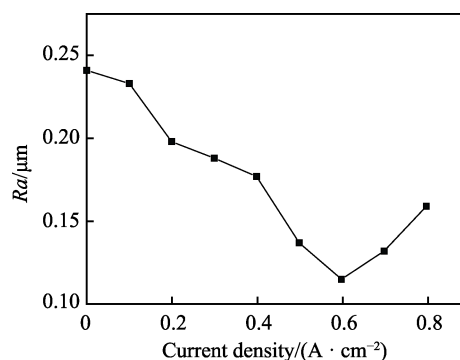


图 2 表面粗糙度随电流密度的变化
Fig.2 Change of surface roughness along with current density

试样在超景深显微镜下的表面形貌如图 3 所示。原始表面 (图 3a) 由于仅经过粗磨的原因, 划痕较

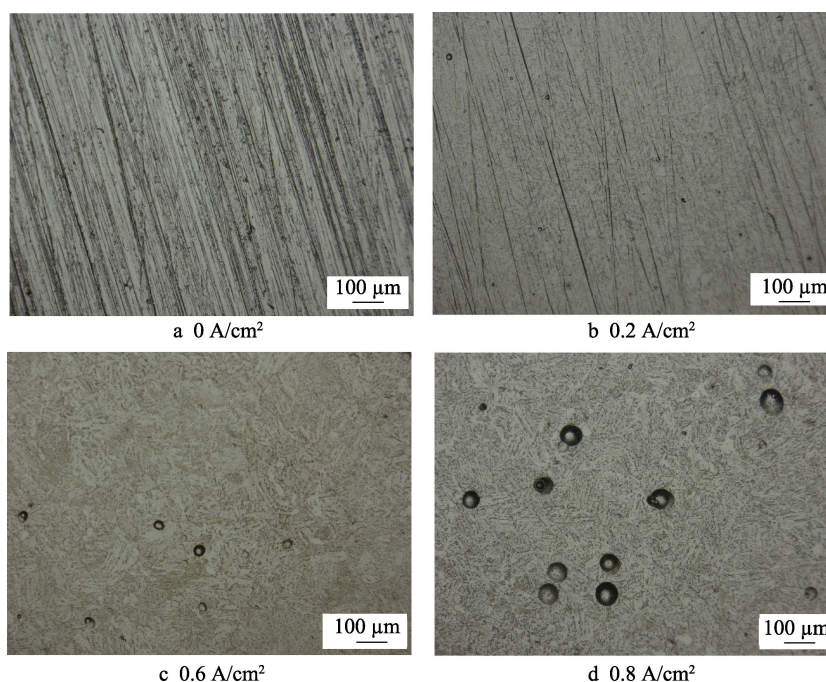


图 3 经不同电流密度抛光后的表面形貌

Fig.3 Surface morphology of the specimen polished by different current densities

多且明显;当电流密度为 0.2 A/cm^2 时,如图 3b 所示,试样表面的划痕去除效果明显;当电流密度为 0.6 A/cm^2 时,如图 3c 所示,划痕去除效果十分明显;当电流密度大于 0.8 A/cm^2 时,由于电流密度过大,钝化膜被击穿,同时大量气体析出,产生局部腐蚀现象,如图 3d 中的黑色点状区域,严重影响抛光效果,表面粗糙度反而增加。

2.2 电化学抛光时间对表面粗糙度的影响

根据电流密度对表面粗糙度的影响,选定最佳电流密度为 0.49 A/cm^2 ,研究抛光时间对表面粗糙度的影响。图 4 给出了表面粗糙度随抛光时间的变化曲线。在电流密度固定的情况下,时间对表面粗糙度的影响在最初几分钟内较为明显,然后逐渐趋于平缓。这是由于在 0.49 A/cm^2 电流密度的作用下,表面钝化膜形成于最初的几分钟内,直到钝化膜被击穿前一直处于平稳状态^[10]。由图 4 还可以看出,在 0.49 A/cm^2 的电流密度作用下,抛光时间位于 18~25 min 范围内时,表面粗糙度 Ra 值普遍较小,在 21 min 时, Ra 值最小。

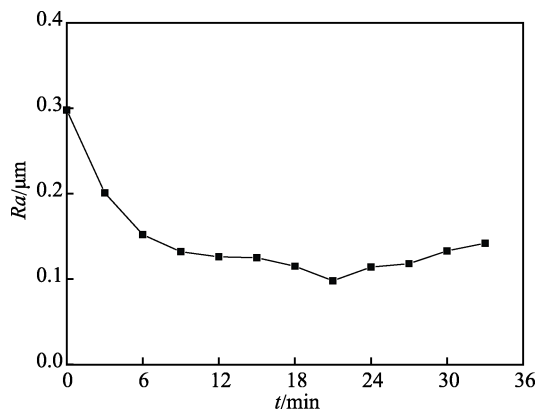


图 4 表面粗糙度随时间的变化

Fig.4 Change of surface roughness along with polishing time

从图 4 可以看出,并不是抛光时间越长,粗糙度越低。过长时间的电化学抛光会给材料表面带来较多的负作用。图 5 是抛光不同时间后试样的表面形貌,可知当抛光时间为 21 min 时,试样的表面质量最好;当抛光时间为 33 min 时,表面出现了比较明显的过腐蚀现象。

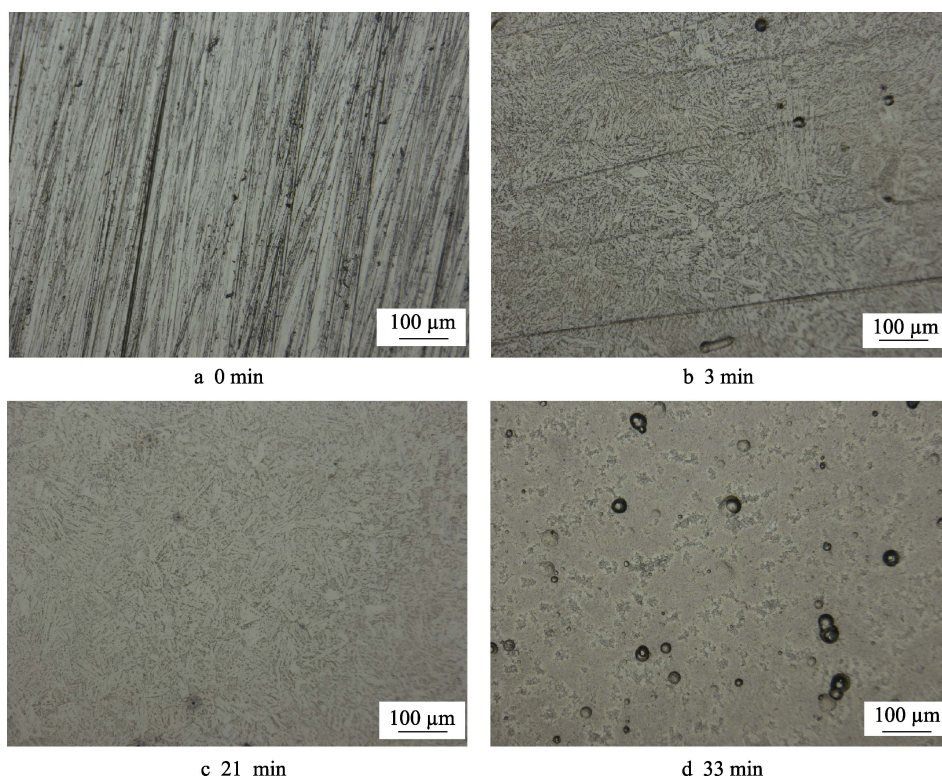


图 5 试样经不同抛光时间后的表面形貌

Fig.5 Surface morphology of specimen polished for different time

2.3 电化学剥层试验

根据电流密度和抛光时间对表面粗糙度的影响,选取电流密度为 0.49 A/cm^2 ,单次剥层时间为 5 min,进行电化学剥层试验。为此试验设计有专用剥层夹

具,利用夹具剥层后的效果图与实物图见图 6,设计效果图与实物图相符。根据已定抛光参数,进行 5 次剥层,即剥层完毕后出现 6 层台阶状结构。

测量图 6b 试样的三维形貌,测量长度为 12.5 mm,测量宽度为 1 mm,测得的表面形貌如图 7

所示,呈均匀台阶状分布。此种方法相较于传统的电化学剥层法,主要特点表现在:当前层的结构在下次剥层时只有部分参与剥层,外围区域被保留下来,有利于试验完成后对任意层进行反复测量及其他性能的研究。

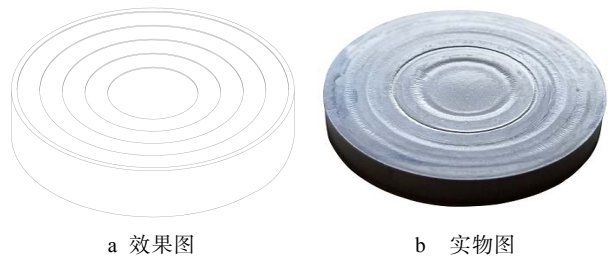


图 6 剥层效果图与实物图
Fig.6 Working sketches (a) and physical (b) map of the specimen after electrochemical stripping

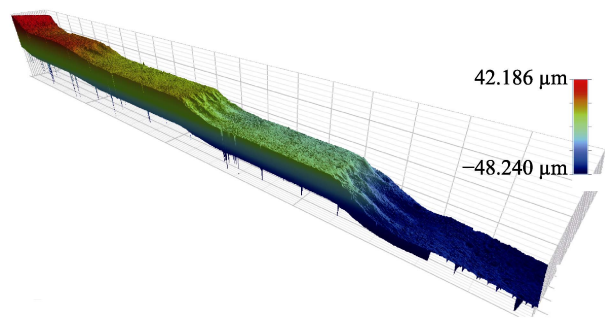


图 7 台阶状试样的表面三维形貌
Fig.7 Three-dimensional morphology of the step specimen

根据三维形貌得出的深度图如图 8 所示。理想状态下层与层之间的过渡为垂直过渡(图 6a),但由于抛光过程中夹具密封和选择性溶解的问题,实际层间过渡呈现斜坡状。

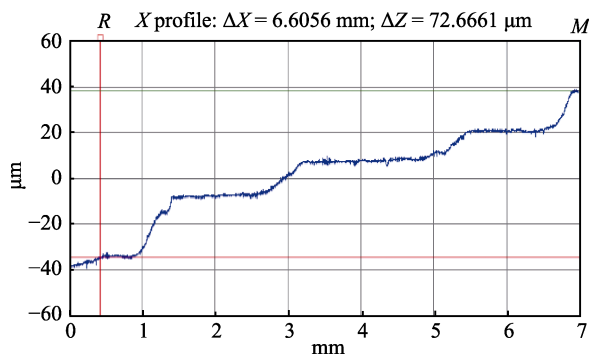


图 8 台阶状剥层深度测量
Fig.8 Depth measurement of the step shape

第 1 层到第 5 层的剥层深度通过移动图 8 中的 R 线和 M 线读取 ΔZ 值获得,剥层深度数值见表 2,可以看出,此方法可以得到 10~30 μm 剥层深度,可用于深度方向的组织结构、残余应力、硬度等表面变质层结构的研究。

表 2 18CrNiMo7-6 齿轮钢电化学剥层深度
Tab.2 Electrochemical stripping depth of 18CrNiMo7-6 gear steel

Layer	1	2	3	4	5	Total
Value/ μm	12.45	17.430	13.131	16.561	26.287	85.859

2.4 残余应力沿深度方向的分布

目前在残余应力测量中应用最广泛的方法主要有两种:一种是通过射线衍射测晶格应变,然后通过应力应变之间的关系求得残余应力,如 X 射线衍射法^[11];另一种方法是通过应力释放的方法获取残余应力,如钻孔法^[12]等。相对于钻孔法等应力释放法,X 射线衍射法具有方法成熟、理论严谨、不改变原始应力状态等优点,在表面残余应力的测量中应用广泛。但是因为 X 射线的穿透能力非常有限,用这种方法测量残余应力仅反映表面层很薄一层的残余应力,例如利用 X 射线衍射测量钢材的残余应力,其穿透深度仅有几微米,很大程度上限制了 X 射线法在较厚构件测试中的应用和深度方向上残余应力的研究。要测量金属材料中残余应力沿深度方向的分布,可以采用电化学方法对金属材料进行剥层^[13-14],再配合 X 射线衍射法测量剥层后的表面应力,得到残余应力沿深度方向的分布。在剥层过程中,由于材料的边界条件发生变化,导致残余应力场变化,使实测的残余应力值与真实值存在一定的误差,对于残余应力的修正方法^[15]本文不作赘述。

在电解液和抛光电流密度不变的情况下,通过控制剥层时间,得到不同的剥层深度,对剥层之后获得的微观台阶试样进行残余应力测试。测量时在每层测量区域内均匀选取三个测试点,取三次测量值的平均值作为本层的残余应力值,得到残余应力随剥层深度的变化曲线,如图 9 所示。试样表层的残余应力为 -230 MPa,在最表层的 15 μm 内,残余应力变化幅度较大,由压应力(-230 MPa)变为拉应力(132 MPa),随着层深的继续增加,拉应力降低,最后稳定在 50 MPa 左右。

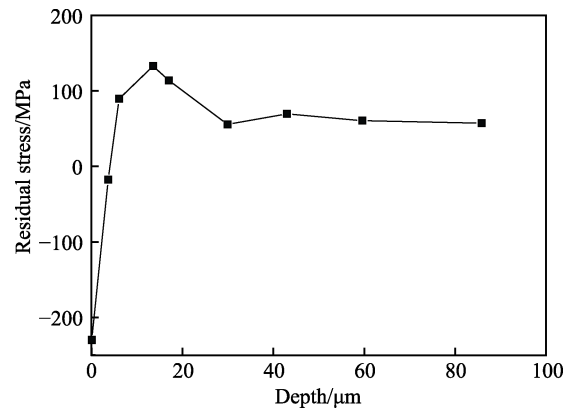


图 9 残余应力沿层深方向的分布
Fig.9 Distribution of residual stress along the depth of the layer

3 结论

1) 通过试验得到适用于 18CrNiMo7-6 齿轮钢的电化学抛光工艺参数, 电解液为磷酸硫酸混合溶液, 组成成分为 20% H_2SO_4 +60% H_3PO_4 +20% H_2O , 电流密度为 0.49 A/cm², 抛光时间在 18~25 min 范围内。该条件下, 光亮度较高, 效果较好。

2) 电化学抛光可以改善表面质量, 但过长时间的试验将导致钝化膜击穿, 粗糙度反而增大。

3) 对剥层后的残余应力结果进行分析表明, 试样表层残余应力为-230 MPa, 随着层深的增加, 残余应力由压应力逐渐变为拉应力, 最后稳定在 50 MPa 左右。

4) 用电化学抛光的方法对 18CrNiMo7-6 齿轮钢进行深度方向的剥层, 可以通过控制抛光参数保证表面质量, 同时利用专用夹具完成台阶状深度方向的剥层。台阶状剥层相对于传统电化学剥层的优势在于每层结构均有保留, 有利于对任意层进行再次测试以及对其他性能的研究, 为深度方向上残余应力的测量提供了一种新的思路。

参考文献:

- [1] YANG G, WANG B, TAWFIQ K, et al. Electropolishing of surfaces: Theory and applications[J]. Surface engineering, 2016, 33(2): 149-166.
- [2] 杜贵平, 姜立新. 电镀电源的现状与展望[J]. 新技术新工艺, 2005(6): 68-70.
DU Gui-ping, JIANG Li-xin. Present state and perspective of plating power source[J]. New technology & new process, 2005(6): 68-70.
- [3] 张素银, 杜凯, 湛加军, 等. 电解抛光技术研究进展[J]. 电镀与涂饰, 2007, 26(2): 48-50.
ZHANG Su-yin, DU Kai, CHEN Jia-jun, et al. Research progress of electropolishing technology[J]. Electroplating & finishing, 2007, 26(2): 48-50.
- [4] 吴政协, 马泳涛, 龚军振, 等. 后混合水射流喷丸工艺对 18CrNiMo7-6 渗碳钢表面性能的影响[J]. 表面技术, 2017, 46(9): 147-152.
WU Zheng-xie, MA Yong-tao, GONG Jun-zhen, et al. Effects of post-mixed water jet shot peening process on surface properties of 18CrNiMo7-6 carburizing steel[J]. Surface technology, 2017, 46(9): 147-152.
- [5] 王春芳, 王毛球. 钢铁材料 EBSD 样品电解抛光制备方法[J]. 物理测试, 2011(6): 55-58.
WANG Chun-fang, WANG Mao-qiu. Preparation of electrolytic polishing method for electron backscatter diffraction[J]. Physics examination and testing, 2011(6): 55-58.
- [6] LONG L, BAO M A. Effect of magnetic field on anodic dissolution in electrochemical machining[J]. International journal of advanced manufacturing technology, 2018, 94(1-4): 1-11.
- [7] 杜炳志, 漆红兰. 电化学抛光技术新进展[J]. 表面技术, 2007, 36(2): 56-58.
DU Bing-zhi, QI Hong-lan. Development of electrochemical polishing technology[J]. Surface technology, 2007, 36(2): 56-58.
- [8] 商执亿. 电解腐蚀在高速钢残余应力测量中的应用[J]. 工具技术, 2015, 49(7): 104-106.
SHANG Zhi-yi. Application of electrolytic corrosion in HSS residual stress measurement[J]. Tool engineering, 2015, 49(7): 104-106.
- [9] 魏泽飞, 马宁, 徐文骥. S304 不锈钢电化学加工钝化膜特性研究[C]//全国特种加工学术会议论文集. 厦门: 出版者不详, 2015.
WEI Ze-fei, MA Ning, XU Wen-ji. Study on the characteristics of passivating membrane for electrochemical machining of S304 stainless steel[C]//National symposium on special processing. Xiamen: [s. n.], 2015.
- [10] MAMUN A, SCHENNACH R, PARGA J R, et al. Passive film breakdown during anodic oxidation of zirconium in pH 8 buffer containing chloride and sulfate[J]. Electrochimica acta, 2001, 46(22): 3343-3350.
- [11] MONIN V I, GUROVA T, CASTELLO X, et al. Analysis of residual stress state in welded steel plates by X-ray diffraction method[J]. Reviews on advanced materials science, 2009, 20(2): 172-175.
- [12] 张铁浩, 王洋, 方喜凤, 等. 残余应力检测与消除方法的研究现状及发展[J]. 精密成形工程, 2017, 9(5): 122-127.
ZHANG Tie-hao, WANG Yang, FANG Xi-feng, et al. Research status and development of residual stress detection and elimination methods[J]. Netshape forming engineering, 2017, 9(5): 122-127.
- [13] HU Y H, WU Y X, WANG G Y, et al. Surface yield strength gradient versus residual stress relaxation of 7075 aluminum alloy[J]. Advanced materials research, 2010, 160-162: 241-246.
- [14] 赵洁, 聂祥樊, 臧顺来. 逐层剥离对激光诱导残余应力场影响的数值模拟[C]//2013 中国力学大会. 西安: [s. n.], 2013.
ZHAO Jie, NIE Xiang-fan, ZANG Shun-lai. Numerical simulation of the effect of layer stripping on the laser-induced residual stress field[C]//2013 China mechanics conference. Xi'an: [s. n.], 2013.
- [15] 刘金艳. X 射线残余应力的测量技术与应用研究[D]. 北京: 北京工业大学, 2009.
LIU Jin-yan. Residual stress measurement technology by X-ray and the applied research[D]. Beijing: Beijing University of Technology, 2009.