

# 纳米晶镍疲劳行为的实验研究

谢季佳 洪友士

(中国科学院力学研究所非线性力学国家重点实验室, 北京)

**摘要:** 本文选择纳米晶与粗晶镍为实验材料, 对其疲劳行为进行了实验研究。结果表明, 纳米晶镍具有比粗晶镍更高的疲劳极限。AFM 结果表明纳米晶疲劳后表面出现胞状起伏, 晶粒尺寸没有发生明显改变。压痕硬度结果表明疲劳过程材料的力学性能没有发生明显变化。

**关键词:** 疲劳; 纳米晶; 裂纹起源; 镍

## 1 前言

对于金属粗晶材料, 疲劳裂纹一般萌生在材料的表面, 主要有驻留滑移带机制。对于纳米晶材料, 位错机制被极大抑制, 而晶界滑动可能是主要的变形机制, 所以疲劳裂纹的萌生机制必然有所不同。Hanlon 等<sup>[1,2]</sup>介绍了对电解沉积纳米镍、ECAP 钛以及超细铝合金的疲劳实验结果。发现晶粒细化导致更高的疲劳抗力, 而在裂纹扩展实验则表明晶粒细化导致更快的裂纹扩展。Moser 等<sup>0</sup>对电解沉积法制备的纳米晶 Ni 做拉拉疲劳变形, 观察到循环应变硬化和频率相关的疲劳寿命变化。但这些研究还不能就纳米晶疲劳裂纹萌生的机制给出直接证明。分子动力学模拟<sup>[4,5]</sup>表明在特定条件下疲劳过程可能导致晶粒的生长。Witney 等<sup>[6]</sup>对纳米晶铜的研究结果表明, 疲劳几十万周后, 样品的晶粒尺寸长大了约 30%。进一步观察到样品表面出现与粗晶材料中驻留滑移带类似的平行突起。

本文拟对纳米晶镍的疲劳行为进行实验研究, 通过疲劳实验、原子力显微镜表面形貌观察和纳米硬度测试对纳米晶材料的疲劳裂纹萌生机制以及疲劳过程材料组织与性能的变化进行探讨。

## 2 实验材料与方法

选择电解沉积方法制备的纳米晶镍板为实验材料, 纯度为 99.9%, TEM 图像测量的平均晶粒尺寸为 26nm, 板的厚度为 120 $\mu\text{m}$ 。与之对比的粗晶电解沉积镍纯度为 99.6%, 实验前做 400 $^{\circ}\text{C}$ , 5 小时的真空退火处理, 平均晶粒尺寸为 42 $\mu\text{m}$ 。

疲劳样品设计为平板沙漏型, 如图 1(a)所示, 最小宽度横截面尺寸为 2mm $\times$ 0.1mm。实验前对样品表面进行抛光处理。疲劳实验在 MTS810 材料试验机上进行, 采用正弦波加载, 应力比 0.2。选择 1000MPa–350MPa 为实验的载荷范围。频率 35Hz。环境温度为室温 20–25 $^{\circ}\text{C}$ 。样品断裂后采用 SEM 对断口进行分析。

实验中利用 AFM 对样品的表面在疲劳实验前后进行了形貌对比, 并对样品晶粒尺寸的变化进行测量。利用纳米压痕仪检测样品疲劳前后压痕硬度的变化。取原始状态的纳米晶样品和发生高周疲劳断裂的两个样品, 测量压痕硬度及应变率硬化指数。实验在 MTS Nanoindenter XP 系统进行, 每个样品测量 5 个压痕。选择蠕变测量程序, 加载到 400mN 后保载 300 秒后卸载。

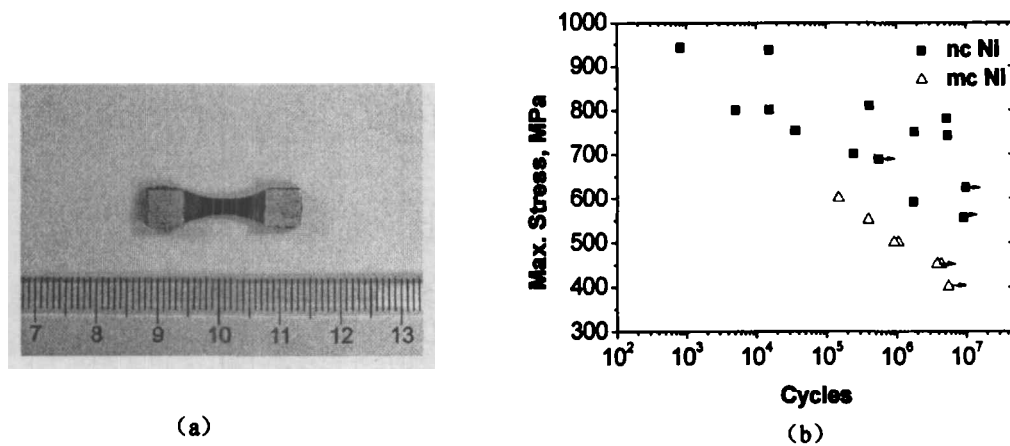


图 1 (a)用于应力—寿命曲线测量的疲劳样品照片 (b) 纳米晶镍与粗晶镍的疲劳 S-N 曲线,箭头表示样品未断

### 3 实验结果

疲劳实验获得的应力—寿命曲线如图 1(b)所示。由图中数据可以看出, 纳米晶镍的疲劳极限对应的最大载荷约为 700MPa, 而粗晶镍约为 400MPa。根据单拉实验结果, 纳米晶镍屈服强度是 1030MPa, 粗晶镍屈服强度是 568MPa。可见, 对纳米晶镍, 样品的疲劳极限与屈服强度的比值为 0.68, 对粗晶镍, 这一比值为 0.70。归一化结果显示二者的疲劳极限对应相同的载荷条件。

取一个纳米晶镍样品疲劳  $5 \times 10^5$  周后中途停机, 用 AFM 对样品表面进行了扫描分析。结果如图 2 所示, 疲劳前纳米晶样品表面较光滑, 而在疲劳加载一定周次后, 样品表层出现了明显的胞状起伏。利用图像分析软件对图中 47 个胞状起伏进行测量, 结果表明, 这种胞状起伏的尺寸为  $73 \pm 17 \text{nm}$ 。疲劳断裂后, 取 9# (断裂周次  $4.1 \times 10^5$ ), 11# (断裂周次  $9.5 \times 10^6$ ) 样品及未经疲劳加载的纳米镍样品做电解抛光处理, 而后用 AFM 对抛光表面进行扫描分析。获得样品疲劳实验后晶粒尺寸结果如图 3 所示: 9#样品统计 3 个  $560 \text{nm} \times 560 \text{nm}$  的视野共 289 个晶粒, 晶粒尺寸为  $32.3 \pm 8.3 \text{nm}$ 。11#样品统计 3 个  $560 \text{nm} \times 560 \text{nm}$  的视野共 284 个晶粒, 晶粒尺寸为  $33.1 \pm 8.5 \text{nm}$ 。对比原始态纳米晶镍的分析结果 ( $35.8 \pm 7.2 \text{nm}$ ), 表明晶粒尺寸在疲劳加载后没有发生明显的改变。

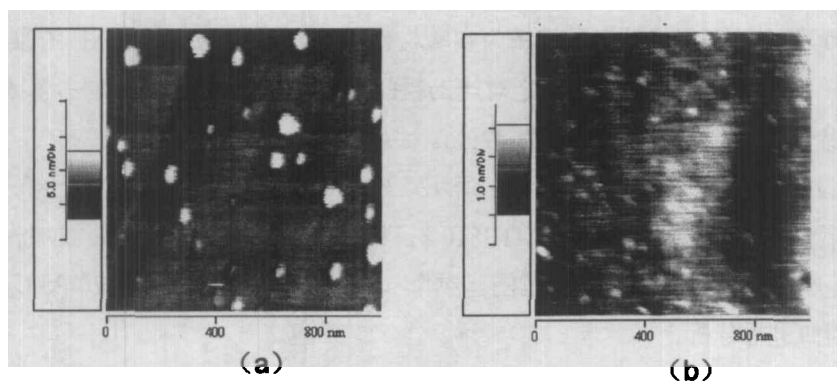


图 2 纳米镍样品疲劳实验前后表面形貌的 AFM 扫描结果, 轻敲模式 扫描范围  $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$   
(a) 疲劳实验前机械抛光表面 (b) 疲劳后样品表面

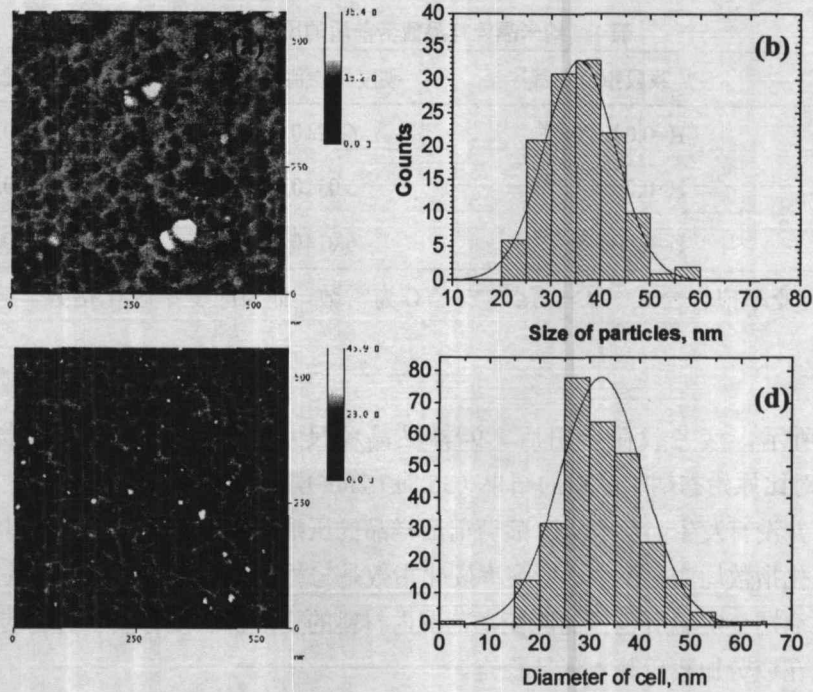


图3 疲劳样品做AFM扫描结果。断裂后表面电解抛光，扫描范围550nm×550nm  
 (a) 原始样品轻敲模式相位图 (b) 原始样品AFM扫描结果的颗粒统计分析结果  
 (c) 9#样品轻敲模式相位图 (d) 9#样品AFM扫描结果的颗粒统计分析结果

纳米晶样品疲劳前后的压痕硬度测量结果如图4所示。对压痕曲线做曲线拟合的结果见表1，其中列出了疲劳前的样品结果以及经过疲劳实验断裂后的两个样品的实验结果。从表1中可以看出，疲劳实验前后，样品的硬度没有发生明显变化，测量得到的应变率硬化指数也基本一致。

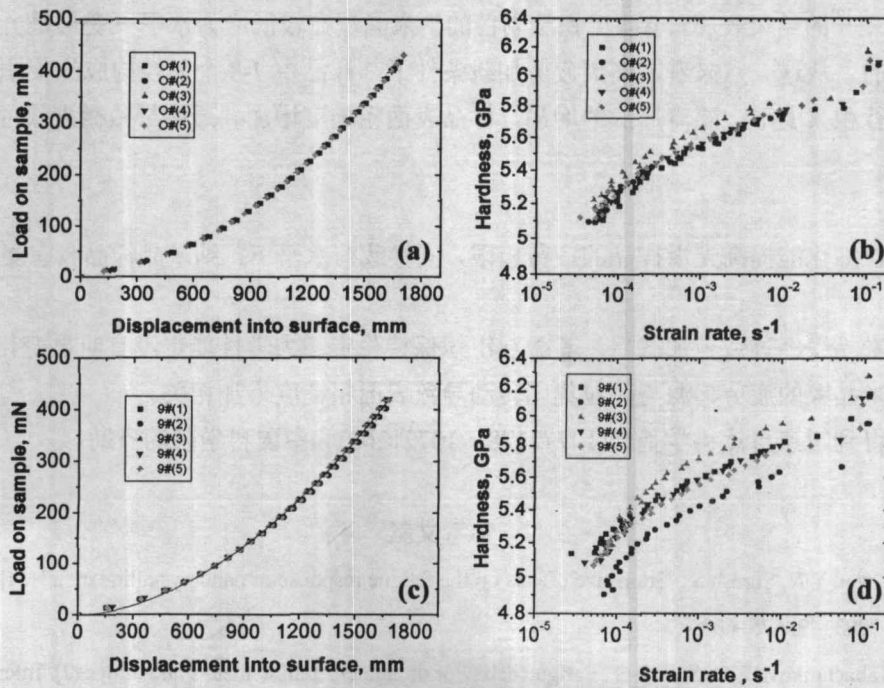


图4 纳米晶镍样品的压痕硬度加载曲线和硬度-应变率曲线  
 (a)(b) 疲劳实验前纳米镍样品 (c)(d) 9#疲劳样品，断裂周次 $4.1 \times 10^5$

表 1 纳米晶镍样品疲劳前后的压痕硬度结果

样品编号	加载段拟合曲线	硬度平均值, GPa	应变率硬化指数 m
0	$H=0.00047h^{1.84}$	$6.12\pm 0.08$	$0.0198\pm 0.0006$
9#	$H=0.00049h^{1.84}$	$6.03\pm 0.13$	$0.0217\pm 0.0009$
11#	$H=0.00048h^{1.84}$	$6.01\pm 0.12$	$0.0215\pm 0.0002$

注: 硬度—应变率拟合公式  $H = C\dot{\epsilon}^m$  C 为常数, m 为应变率硬化指数。

#### 4 分析讨论

如图 3 所示, 疲劳载荷作用后, 9#样品晶粒尺寸为  $32.3\pm 8.3\text{nm}$ , 11#样品晶粒尺寸为  $33.1\pm 8.5\text{nm}$ 。对比原始态纳米晶镍的结果 ( $35.8\pm 7.2\text{nm}$ ), 可见晶粒尺寸与原始样品基本相等, 表明疲劳过程中并没有发生晶粒长大。疲劳前后样品的压痕实验结果(表 1)表明样品疲劳后硬度值和应变率硬化指数均变化不大。应变率硬化指数是与材料的微观变形机制相关的量, 所以实验结果表明在压痕蠕变实验所包括的应变率范围内材料的变形机制没有发生明显的变化, 即纳米晶镍的微观组织在疲劳加载后基本保持稳定。

对高周疲劳后样品表面形貌 AFM 扫描的结果观察到尺寸约为晶粒尺寸的 2-3 倍的胞状起伏, 而抛光样品的晶粒测量以及纳米硬度的结果表明样品的微观组织并没有发生变化, 这说明这种胞状起伏是疲劳加载后样品累积变形的结果。更精细的 AFM 观察没有发现在胞状起伏中存在晶粒尺寸的变形特征, 所以这种累积变形可能是以一种晶粒集团运动的形式出现。Kumar 等<sup>[7]</sup>在纳米晶镍拉伸断口上观察到韧窝状特征, 韧窝尺寸约为晶粒尺寸的 7 倍, 提出晶粒集团转动的观点。因此, 这种晶粒集团运动的形式可能是纳米晶材料的一种本征的变形模式。

在应变率  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  以下, 压痕实验测得的应变率硬化指数有明显增加, 此时对应于载荷较低的情况。Wang 等<sup>[8]</sup>的结果表明, 电解沉积法制备的纳米晶镍在较低应力水平下变形是一种晶界滑动机制来进行的。从这一点来看, 高周疲劳加载条件下, 样品中 7-8 个晶粒构成的集团可能以晶界滑动机制进行积累变形。随着周次的增加, 样品表面粗糙度增加并最终导致微裂纹的萌生。

#### 5 结论

(1) 晶粒细化能提高光滑样品的疲劳极限, 同样载荷水平下, 纳米晶样品具有更长的疲劳寿命。

(2) 纳米晶镍经过疲劳加载后, 其微观组织保持稳定, 力学性能也没有明显变化。

(3) 纳米晶镍的疲劳起源与晶粒集团转动导致表面粗糙度增加相关。

致谢: 本文得到国家自然科学基金(10772178, 10721202)和中国科学院的资助。

#### 参考文献

- Hanlon T, Kwon Y N, Suresh S. Grain size effects on the fatigue response of nanocrystalline metals [J]. *Scripta Materialia*, 2003, 49: 675-680
- Hanlon T, Tabachnikova E D, Suresh S. Fatigue behavior of nanocrystalline metals and alloys [J]. *International Journal of Fatigue*, 2005, 27:1147-1158

- 3 Moser B, Hanlon T, Kumar K S, Suresh S . Cyclic strain hardening of nanocrystalline nickel [J]. Scripta Materialia, 2006, 54: 1151-1155
- 4 Haslam A J, Moldovan D, Yamakov V, Wolf D, Phillpot S R, Gleiter H . Stress-enhanced grain growth in a nanocrystalline material by molecular-dynamics simulation [J]. Acta Materialia, 2003, 51: 2097-2112
- 5 Schiøtz Jakob . Strain-induced coarsening in nanocrystalline metals under cyclic deformation [J]. Materials Science and Engineering A , 2004, 375-377: 975-979
- 6 Witney B, Sanders P G, Weertman J R . Fatigue of nanocrystalline copper [J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1995, 33(12): 2025-2030
- 7 Kumar K S, Suresh S, Chisholm M F, Horton J A, Wang P . Deformation of electrodeposited nanocrystalline nickel [J]. Acta Materialia, 2003, 51: 387-405
- 8 Wang Ning, Wang Zhirui, Aust K T, Erb U . Room temperature creep behavior of nanocrystalline nickel produced by an electrodeposition technique [J]. Materials Science and Engineering A , 1997, 237(2): 150-158

## Experimental Investigation on Fatigue of Nanocrystalline Nickel

Xie Jijia, HongYoushi

(State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics,  
Chinese Academy of Sciences, Beijing , China)

**Abstract:** Fatigue of nanocrystalline nickel was experimentally investigated in this paper. The results of S-N curve indicated that the nanocrystalline samples have a higher fatigue limit than coarse grain samples. The AFM images indicated that cell pellet morphology appeared on sample surface after high cycles fatigue testing and the grain size is the same as those before the fatigue testing. From the results of nanoindentation, the mechanical properties of samples also keep no change after fatigue.

**Key words:** fatigue; nanocrystalline; crack initiation; nickel

### 作者简介:

谢季佳(1973-)男, 助研, 博士, 主要研究方向为材料的力学性能与微观结构。

Email: xiejj@lnm.imech.ac.cn

邮编: 100190

洪友士(1951-)男, 研究员, 博士, 主要研究方向为材料的力学性能与微观结构。

Email: hongys@imech.ac.cn

邮编: 100190