

文章编号: 1001-4888(2017)02-0145-07

喷丸镍基合金材料微区残余应力的切槽法测量研究^{*}

朱荣华, 尹元杰, 谢惠民, 刘应华

(清华大学航天航空学院应用力学教育部重点实验室, 北京 100084)

摘要: 本文结合聚焦离子束-电子束(Focused ion beam-electron beam, 简称 FIB-EB)双束系统和真空镀膜工艺, 进行微区散斑的制备工艺研究, 并将所发展的微散斑制备工艺应用于喷丸镍基合金材料表面制斑, 进而结合切槽法进行残余应力高温释放规律的测量研究。在 FIB-EB 双束系统下记录切槽前后制斑微区的图像, 利用数字图像相关法计算切槽后的位移, 结合 Inglis-Muskhelishvili 理论公式可计算得到残余应力。文中研究了不同温度及保温时间对残余应力释放的影响规律。结果表明, 残余应力随保温时间的增长释放速度逐渐减小, 最后残余应力趋于稳定值。同时, 温度越高, 残余应力释放越彻底, 800℃ 下近乎完全释放。该工艺具有适用性好, 效率高等优点, 可望在材料微区变形测量中得到进一步应用。

关键词: 聚焦离子束; 微散斑; 微区变形; 残余应力

中图分类号: O348.5

文献标识码: A

DOI: 10.7520/1001-4888-16-158

0 引言

残余应力作为材料在外部作用力或者温度作用下产生的留在材料内部的应力, 可显著影响材料的力学行为, 主要体现在疲劳寿命、变形、尺寸稳定性、耐蚀性和脆性断裂等方面^[1]。表征残余应力并掌握其发生和影响规律, 可有助于了解材料及结构的属性, 评估其失效情况, 为材料和设计及失效分析提供有价值的实验数据。

从已有的文献来看, 残余应力测量方法一般分为两大类, 即有损法和无损法, 而其中有损法又分为破坏法和半破坏法^[2], 无损法一般包括 X 射线衍射^[3]、中子衍射^[4]、超声方法^[5]、电磁方法等。分析表明, 这些方法均具有一定的局限性。例如 X 射线衍射方法只适用于晶体材料的表面测量; 中子衍射分辨率最高, 但需要较为昂贵的设备; 超声方法简单快捷, 但分辨率较低; 破坏法则分为截面法^[6]以及切割-轮廓法^[7], 这些方法测量范围大、操作也相对简单, 但对于试样会造成不可恢复的破坏, 限制了其应用范围。与破坏法相比半破坏法破坏区域较小, 释放的残余应力也仅限于破坏区域周边, 一般包括钻孔法^[8]、环芯法^[9]、切槽法^[10]等, 其释放的位移可由光学方法测量得到, 结合弹性力学理论可计算得出对应的残余应力。光学方法测量位移时具有全场性、可实时测量等优点, 已在半破坏法中得到了广泛应用。

微区残余应力是微制造工程中广泛关注的问题, 近年来结合 FIB-EB 双束系统的微区残余应力测量方法发展迅速^[11-14], 这些方法主要结合光测技术测量钻孔、环芯、切槽后的释放位移, 而后利用弹性

^{*} 收稿日期: 2016-08-28; 修回日期: 2016-10-10

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(批准号: 11672153, 11232008)

通讯作者: 谢惠民(1965—), 男, 教授/博士生导师。主要研究领域: 微纳米光测力学。Email: xiehm@mail.tsinghua.edu.cn

力学理论计算残余应力。测量中,微区变形载体是位移测量的关键元件,其质量可直接影响变形测量的精度,进而影响残余应力的计算结果。

在基于数字图像相关方法的微区变形测量中,主要采用微散斑载体并结合显微光学系统进行变形测量。Scrivens^[15]等提出了利用化学气相沉积和紫外线光刻技术制备随机散斑的方法,并将之应用于纳米、微米量级的薄膜残余应力的测量。Sun^[16]等应用颗粒喷涂法制备散斑,并结合数字图像相关方法实现微观变形的测量。Tanaka^[17]等利用电子束曝光方法制备散斑并实现了多尺度变形的测量。而随后发展的离子束刻蚀以及沉积等方法均是基于 FIB 的微散斑制备方法^[18-20],并通过典型实验验证了其可行性。但采用聚焦离子束沉积刻蚀的方法散斑制作效率较低,且沉积薄膜成本较高,因而不适合在宏观大尺寸范围制作变形载体。同时,研究表明,沉积材料多为化合物,在高温下易氧化、脱落,无法应用于高温变形测量。

本文结合真空镀膜技术和 FIB-EB 双束系统,开展在喷丸镍基合金试样表面制作微散斑工艺的研究,并利用所制作的微散斑进行喷丸区域的残余应力测量,结合微区切槽法研究了温度和保温时间等参数对喷丸区域残余应力的影响,获得了在 800℃、10 小时范围内的残余应力释放的规律。

1 FIB-EB 双束系统

FIB-EB 双束系统将聚焦离子束与电子束系统集成在一起,可实现微尺度加工和高分辨率观测等多种功能。离子束系统用于微区加工,可实现切割、刻蚀、沉积等功能,电子束系统可用于采集高分辨率图像。典型的双束系统分布图如图 1 所示。电子束系统一般沿铅垂方向放置,离子束系统一般倾斜放置(与电子枪呈 55°夹角)。

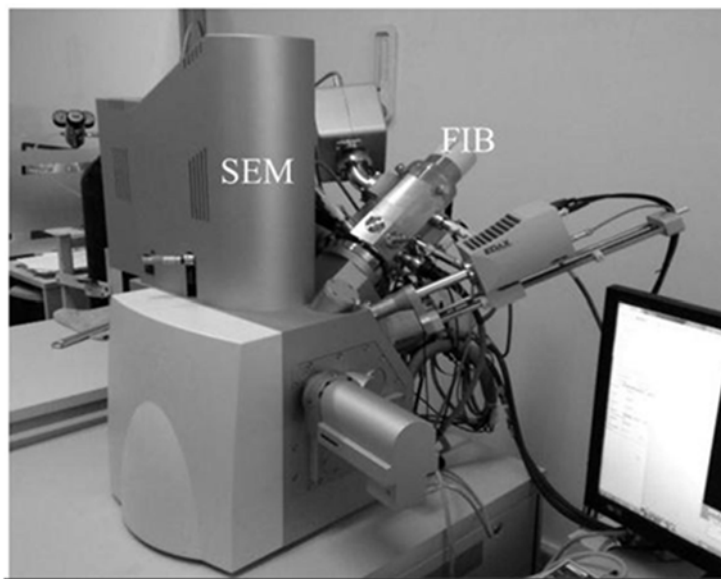


图 1 聚焦离子束-电子束双束系统^[11]

Fig. 1 FIB-EB dual beam system^[11]

采用 FIB-EB 双束系统,可以方便地进行微区定位,结合离子束模式刻槽可实现残余应力的释放,基于电子束模式可拍摄应力释放前后微区表面的形貌,并进一步进行位移和应力测量,因此该系统可方便地实现微区残余应力原位测量。

2 微散斑制备工艺

在制备微散斑时,需要在抛光试件表面溅射上一层均匀的 Au 膜,然后将二值化散斑模板输入到双束系统,利用聚焦离子束刻蚀表面的 Au 膜即可得到高质量的散斑图,制斑操作流程如图 2(a)所示。

在溅射过程中,使用真空镀膜机,并按照以下流程操作:

- (1) 将试件置于真空镀膜机内,关闭阀门并抽真空;
- (2) 开启电源,调节真空度旋钮使得真空度达到 $8\sim 10\times 10^{-2}\text{Pa}$,并确保通电电流在 10A 以下;
- (3) 开始镀膜操作,设定合适的时间后按下开始键,在镀膜完成后关闭电源,取出试件。

由于刻蚀过程中对 Au 膜厚度有一定的要求,所以必须进行参量控制。实际操作时,影响 Au 膜厚度的主要因素是真空度以及镀膜时间。真空度越高,膜厚越小,而镀膜时间越长,膜厚越大。在真空度为 $8\sim 10\times 10^{-2}\text{Pa}$ 的情况下,推荐镀膜时间为 $30\sim 40\text{s}$,这样镀膜厚度可达到几十纳米量级,满足制备微散斑的要求。

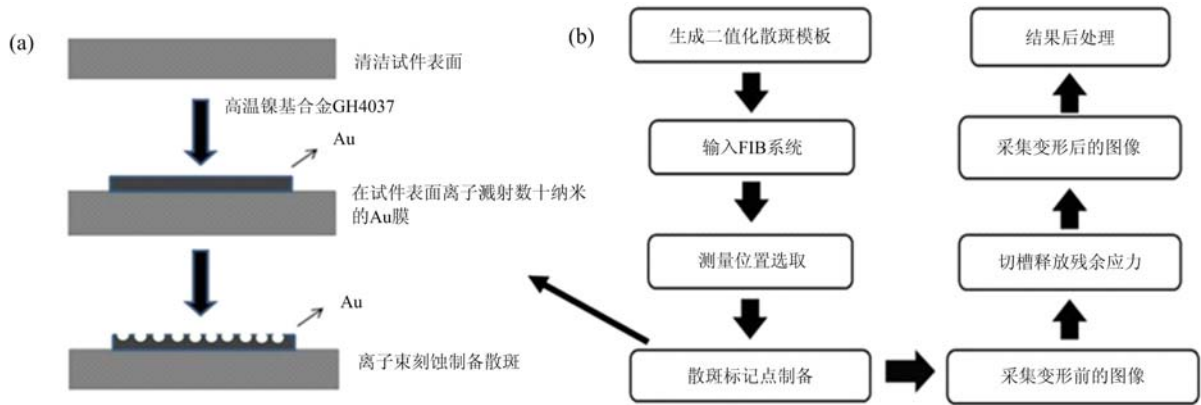


图 2 (a)制斑操作流程;(b)残余应力测量流程图

Fig. 2 (a)Flow chart of speckle fabrication process; (b)Flow chart of residual stress measurement

在完成溅射镀膜过程后,后续制斑流程如图 2(b)所示,将试件放入 FIB-EB 双束系统内进行刻蚀。首先利用 Matlab 程序生成优化的二值化散斑模板,其中的参数,即散斑颗粒直径以及散斑覆盖率会直接影响散斑质量,经过比较,在本文选择的最优化模板中,散斑直径为 2 个像素,散斑覆盖率达到 29.3% ^[19]。具体操作中,在放置好镀膜试件后,使离子束对准试件截面上的预制散斑区域,调节离子束的刻蚀电流和总刻蚀时间,确定离子束扫描区域大小,并在选定的参数下进行刻蚀。在刻蚀完成后,可切换电子束成像模式对刻蚀效果进行原位观测。

在离子束的刻蚀电流为 1nA ,总刻蚀时间为 10s 的情况下,得到的微区散斑图如图 3 所示。分析表明,在调整为以上参数后,得到的散斑图像质量较高,对比度显著,可进一步应用于数字图像相关测量。

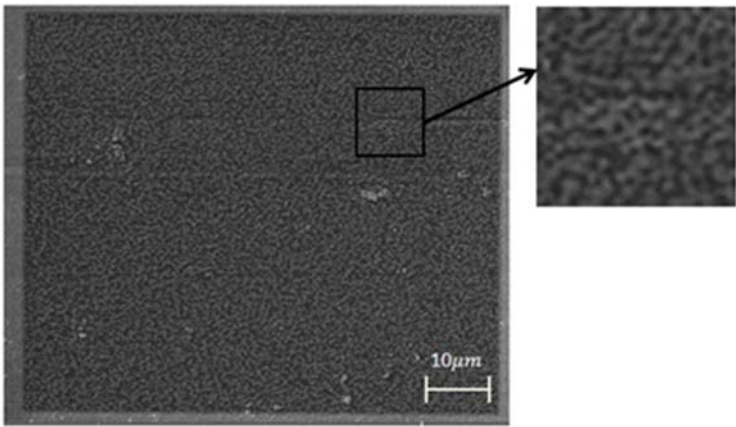


图 3 微区散斑示意图

Fig. 3 Schematic diagram of micro speckle patterns

3 基于 FIB 切槽法的高温残余应力释放规律测量研究

3.1 试件准备

为研究不同温度及保温时间对结构残余应力的影响,设计了一批尺寸相同的板型试件,选用材料为

GH4037 高温镍基合金,尺寸均为 $50 \times 50 \times 8 \text{ mm}^3$ 。实验开始之前,为了在试件中引入残余应力,对所有试件表面(即 $50 \times 50 \text{ mm}^2$ 面)使用机械喷丸处理,喷丸粒径 0.5 mm ,喷丸时间为 30 s ,气压为 0.8 MPa 。引入残余应力之后,为便于镀膜步骤的实施,对试件的截面(即测量面)进行抛光处理,而后利用前文提出的散斑制备方法在抛光界面处制备微散斑。

实际测量中将试件分为等量的三组,置于高温炉中,分别在 400°C 、 600°C 、 800°C 的温度下进行保温处理,而每一组试件按热处理时间 0 h 、 5 h 、 6 h 、 7 h 、 8 h 、 9 h 、 10 h 再次分为七组。FIB-EB 双束系统中在微散斑区域中间位置进行切槽^[21],在切槽前后分别记录散斑图像,并进行数字图像相关测量。

需要指出的是,机械喷丸方法对物体造成的强化影响深度约为几十至几百微米量级。实际测量时切槽距离表面越近残余应力值越大,研究其释放规律越具有代表性,但考虑到应用 Inglis-Muskhelishvili 理论^[20]解法的适用性,切槽距离试件表面不能过近,所以在实际应用中,槽离喷丸强化表面的距离应大于槽的最大几何尺寸。由于切槽是在 FIB-EB 双束系统下进行的,结合扫描电子束模式实现高分辨率观测,可精确地确定切槽的位置以及设置切槽的几何尺寸。实验中,切槽的方向与试件表面垂直,槽的长度为 $30 \mu\text{m}$,宽度为 $1 \mu\text{m}$,槽深为 $3 \mu\text{m}$,故测量区域距离物体喷丸表面应至少为 $30 \mu\text{m}$,本文选择切槽距离物体喷丸表面为 $40 \mu\text{m}$ 。

3.2 残余应力的切槽法测量

本文采用切槽法作为残余应力检测方法^[10]。对于满足各向同性、均匀性、线弹性假设的材料,其制成的厚板上切出无限长窄缝,垂直于裂纹方向的点的位移可以通过 Inglis-Muskhelishvili 理论^[20]得到:

$$u_x = \frac{2.243}{E'} \sigma_x \int_0^\alpha \cos \theta \left[1 + \frac{\sin^2 \theta}{2(1-\nu)} \right] \times (1.12 + 0.18 \times \text{sech}(\tan \theta)) d\alpha \quad (1)$$

其中, $\theta = \arctan(x/\alpha)$, α 为槽深, x 是指测量点距槽线的垂直距离; σ_x 为沿着 x 方向的残余应力; $E' = E/(1-\nu^2)$, E 、 ν 分别是材料的杨氏模量以及泊松比。

由式(1)可知,裂纹附近的点 x 方向上的位移 u_x 仅与 σ_x 有关,而与 σ_y (平行于槽线方向的残余应力)无关。根据 Kang^[22]等人的理论,式(1)同样适用于有限长窄缝,但必须满足以下条件。其中 L 指的是窄缝长度。

$$\begin{aligned} 1 < x/\alpha < 4 \\ L/\alpha > 6 \end{aligned} \quad (2)$$

本文研究中选取槽的方向与试件表面垂直,长度为 $30 \mu\text{m}$,宽度为 $1 \mu\text{m}$,槽深为 $3 \mu\text{m}$,满足上述条件,可以应用 Inglis-Muskhelishvili 理论进行计算。

在本文测量中,通过控制 FIB 切槽系数保证测量的准确性,且 FIB 参数均保持一致。将经过热处理的试件置于 FIB-EB 双束系统中,在电子束模式下记录试件表面初始散斑图像,之后利用聚焦离子束进行切槽,并进一步拍摄切槽后试件表面的变形的散斑图像,如图 4 所示。结合所得到的变形前后散斑图像,应用数字图像相关方法可得到应力释放所产生的位移场,与给定单位残余应力 1 GPa 下的模拟试件变形场对比,即可获取试件的实际残余应力值。图 5(a)为实际计算得到的释放变形场,图 5(b)为释放变形场与模拟变形场的拟合直线,其斜率即是实验得到的残余应力值,为 -1.15 GPa 。

3.3 结果分析

由于式(1)中的位移 u_x 与应力 σ_x 为线性关系,结合数字图像相关方法得到切槽后的变形场,与给定单位应力下的模拟试件变形场对比,通过比值关系即可获得试件的实际残余应力值,其在数值上等同于实际测量位移与理论位移场的比值(如图 5)。在得到实际残余应力值后,结合 Zener-Wert-Avrami 经验公式可以对释放规律进行拟合^[23]:

$$\frac{\sigma^{\text{KS}}}{\sigma_0^{\text{KS}}} = \exp[-(At_0)^m] \quad (3)$$

其中, σ^{KS} 与 σ_0^{KS} 分别为喷丸残余应力的 t 时刻值和初值; A 是与材料性质和温度相关的参数; t_0 为高温时效持续时间。对测量结果关于 A 、 m 值进行指数拟合,取定深度为 $40 \mu\text{m}$ 下的残余应力为测量对象,得到图 6 所示结果。

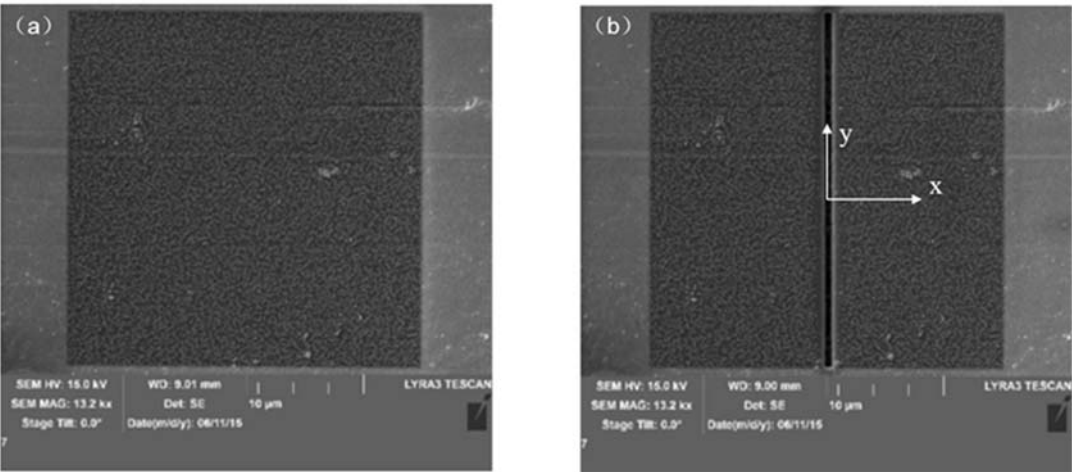


图 4 切槽进行微区残余应力释放前后的微散斑图像(a)切槽前;(b)切槽后

Fig. 4 SEM images of the speckles before and after the milling (a)before the milling;(b)after the milling

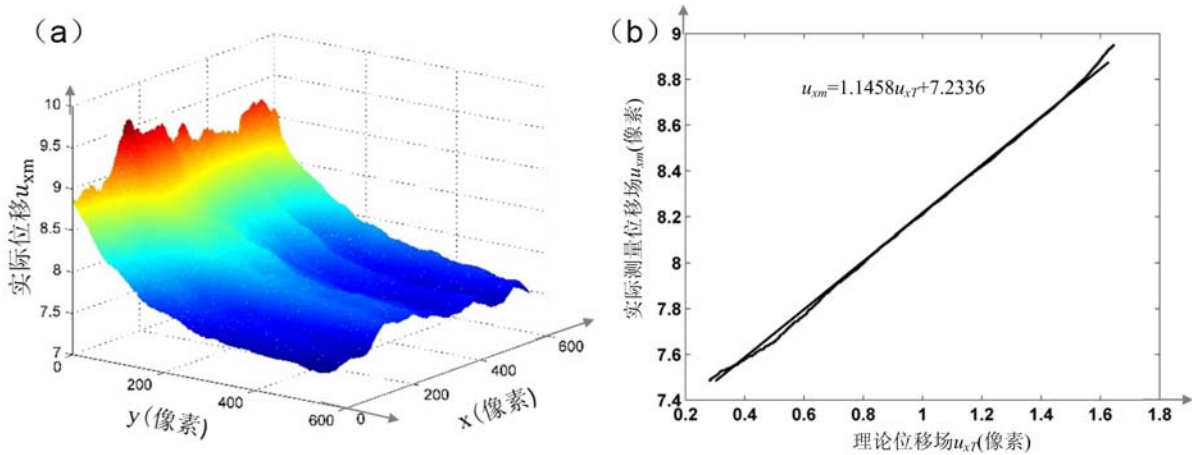


图 5 (a)实际计算得到的释放变形场;(b)释放变形场与理论解拟合结果

Fig. 5 (a)The calculated released deformation field

(b)fitting results of the released deformation field and the theoretical solution

为了验证实验数据的可靠性,利用 X 射线衍射方法对待测试件表面进行残余应力测量,与 FIB 下的测量结果进行对比。X 射线衍射方法测量结果也显示在图 6 中。

对测量结果分析表明:

(1) FIB 的测试结果和 X 射线的测试结果从趋势上看基本一致,但部分结果差异较大,这是由于 X 射线测得的残余应力并非给定深度的准确值,而 FIB 测量结果是给定深度为 $40\mu\text{m}$ 时的残余应力值;

(2) 对于 GH4037 材料,经过热处理后残余应力数值明显降低,但释放速度随时间增大而逐渐减小,最后残余应力趋于稳定;

(3) 对于 GH4037 材料,热处理温度越高,残余应力释放越彻底。在 400°C 下,长时间热处理后,材料的残余应力仍能保持较高数值。在 800°C 下残余应力释放速度很快,残余应力几乎完全释放。

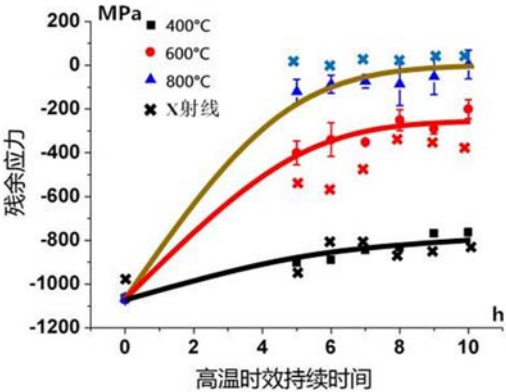


图 6 实验结果图

Fig. 6 Results of the experiment

4 结 论

本文主要针对喷丸镍基合金材料微区残余应力的切槽法开展研究,主要结论如下:

(1) 结合 FIB-EB 双束系统和真空溅射镀膜装置,发展了在喷丸镍基合金材料表面制备微散斑的工艺。

(2) 在 FIB-EB 双束系统下,结合所制备的微散斑和切槽法,进行喷丸镍基合金的高温释放残余应力测量研究,得到了温度和保温时间等参数对残余应力释放的影响规律。

(3) 实验结果的分析表明,残余应力随保温时间增长释放速度逐渐减小,最后残余应力趋于稳定值,但温度越高,残余应力释放越彻底,在 800℃ 下残余应力近乎完全释放。

(4) 本文结合聚焦离子束切槽法测量微区残余应力,可测量给定深度的应力。在同一系统下可完成载体制备、切槽、变形图像的观测、采集,可实现微区残余应力的原位测量,具有较高的测试效率。该方法可望在微区残余应力测量中得到进一步推广和应用。

致谢 本文作者感谢国家自然科学基金资助项目(批准号:11672153,11232008)的资助与支持。

参考文献:

- [1] Totten G, Howes M, Inoue T. Handbook of residual stress and deformation of steel[M]. ASM International, 2002.
- [2] Rossini N S, Dassisti M, Benyounis K Y, et al. Methods of measuring residual stresses in components[J]. Materials & Design, 2012, 35: 572—588.
- [3] Welzel U, Ligot J, Lamparter P, et al. Stress analysis of polycrystalline thin films and surface regions by X-ray diffraction[J]. Journal of Applied Crystallography, 2005, 38(1):1—29.
- [4] Allen A J, Hutchings M T, Windsor C G, et al. Neutron diffraction methods for the study of residual stress fields[J]. Advances in Physics, 1985, 34(4):445—473.
- [5] Belahcene F, Lu J. Study of residual stress induced in welded steel by surface longitudinal ultrasonic method[C]// Society for Experimental Mechanics, Inc, Proceedings of the SEM Annual Conference on Theoretical, Experimental and Computational Mechanics(USA), 1999:331—334.
- [6] Tebedge N, Alpsten G, Tall L. Residual-stress measurement by the sectioning method[J]. Experimental Mechanics, 1973, 13(2):88—96.
- [7] Murugan N, Narayanan R. Finite element simulation of residual stresses and their measurement by contour method[J]. Mater Design, 2009, 30(6):2067—2071.
- [8] Nelson D V. Residual stress determination by hole drilling combined with optical methods[J]. Experimental Mechanics, 2010, 50(2):145—158.
- [9] Sebastiani M, Eberl C, Bemporad E, et al. Depth-resolved residual stress analysis of thin coatings by a new FIB-DIC method[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(27):7901—7908.
- [10] Zhu R, Xie H, Xue Y, et al. Fabrication of speckle patterns by focused ion beam deposition and its application to micro-scale residual stress measurement[J]. Measurement Science and Technology, 2015, 26(9):095601.
- [11] 朱荣华. 微区残余应力的光测力学方法研究及应用[D]. 清华大学博士论文, 2016 (ZHU Ronghua. Microscale residual stress measurement by photomechanics method and their applications [D]. Ph. D. Thesis of Tsinghua University, 2016(in Chinese))
- [12] Zhu R, Xie H, Dai X, et al. Residual stress measurement in thin films using a slitting method with geometric phase analysis under a dual beam (FIB/SEM) system[J]. Measurement Science and Technology, 2014, 25(9): 095003.
- [13] Winiarski B, Withers P J. Novel implementations of relaxation methods for measuring residual stresses at the micron scale[J]. The Journal of Strain Analysis for Engineering Design, 2015, 50(7):412—425.
- [14] Lunt A J G, Korsunsky A M. A review of micro-scale focused ion beam milling and digital image correlation analysis for residual stress evaluation and error estimation[J]. Surface and Coatings Technology, 2015, 283:373—388.

- [15] Scrivens W A, Luo Y, Sutton M A, et al. Development of patterns for digital image correlation measurements at reduced length scales[J]. *Experimental Mechanics*, 2007, 47(1):63—77.
- [16] Sun Z, Lyons J S, McNeill S R. Measuring microscopic deformations with digital image correlation[J]. *Optics and Lasers in Engineering*, 1997, 27(4):409—428.
- [17] Tanaka Y, Naito K, Kishimoto S, et al. Development of a pattern to measure multiscale deformation and strain distribution via in situ FE-SEM observations[J]. *Nanotechnology*, 2011, 22(11):115704.
- [18] Li Y J, Xie H M, Luo Q, et al. Fabrication technique of micro/nano-scale speckle patterns with focused ion beam [J]. *Science China Physics, Mechanics and Astronomy*, 2012, 55(6):1037—1044.
- [19] Zhu R, Xie H, Xue Y, et al. Fabrication of speckle patterns by focused ion beam deposition and its application to micro-scale residual stress measurement[J]. *Measurement Science and Technology*, 2015, 26(9):095601.
- [20] Winiarski B, Langford R M, Tian J, et al. Mapping residual stress distributions at the micron scale in amorphous materials[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2010, 41(7):1743—1751.
- [21] Sabate N, Vogel D, Gollhardt A. Measurement of residual stress by slot milling with focused ion-beam equipment [J]. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 2006, 16:254—259.
- [22] Kang K J, Darzens S, Choi G S. Effect of geometry and materials on residual stress measurement in thin films by using the focused ion beam[J]. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 2004, 126(4):457—464.
- [23] Berger M C, Gregory J K. Residual stress relaxation in shot peened time[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, 263(2):200—204.

On the Micro-Residual Stress Measurement of Shot Peened Nickel-Based Alloy Material by using Slot-Milling Method

ZHU Rong-hua, YIN Yuan-jie, XIE Hui-min, LIU Yin-hua

(AML, School of Aerospace Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

Abstract: In this paper, based on FIB-EB (Focused ion beam-electron beam) dual beam system and vacuum coating technique, the preparation technology of micro-speckle pattern was improved first. Then, this self-developed technique was successfully utilized to prepare micro-speckle patterns on the surface of shot peened nickel-base alloy material. Further, combining slotting milling method, the measurement of residual stress release at high temperature was studied. Using FIB-EB dual beam system, the micro-speckle patterns are recorded before and after the milling, then the digital image correlation method was used to calculate the displacement after the milling. Based on Inglis-Muskhelishvili theory, the residual stress can be calculated. In this paper, the influence of different temperatures and different temperature holding time on the release of residual stress were also studied. Results indicate that the releasing speed of residual stress decreases with the increase of holding time, and finally tends to a steady value. In addition, the higher the temperature is, the more thorough the residual stress release. The residual stress is almost completely released at 800℃. From obtained results, it is conclude that the proposed speckle fabrication technique has advantages of good applicability and high efficiency, and is expected to have further application in micro-deformation measurement.

Keywords: focused ion beam; micro-speckle patterns; micro-deformation; residual stress