5)919-925 Zr-4 合金双轴疲劳行为及其微观变形机理*

II. 双轴循环变形亚结构及其织构的发展

肖 林__ 白菊丽___

(西安交通大学金属材料强度国家重点实验室,西安 710049)

摘 要 用透射电镜分别观察了 Zr-4 合金比例和非比例双轴疲劳变形亚结构 结果表明:等效应变幅为 0.8%, 不同主应变比 下, Zr-4 合金比例双轴疲劳后典型的位错组态是 {1010} 柱面滑移产生的平行位错线. 随着等效应变幅提高,从平面状向波纹 状滑移转化,有形成位错胞的趋势。非比例加载过程中,随着相位角从 30° 增大到 90°,位错组态从平行位错墙变化成位错胞。相 位 角为 90° 时、随着等效应变幅提高、位错保持位错胞结构、但位错密度增高。非比例变形前后织构分析表明:随着相位角提高。 {1010} 极点密度减弱。 {1011} 锥面极点密度增强。表明合金塑性变形从以 {1010} 柱面滑移为主向柱面滑移加锥面滑移多系 骨移转化, Zr-4 合金非比例附加强化--方面是由于部分柱面滑移被锥面滑移取代后,滑移系本身临界分切应力提高、另一方面由 于多滑移导致 (a/a) 和 (c + a)/(a) 位错与位错之间交互作用力提高。

关键词 非比例附加强化, 位错结构, 微观机理, 织构 2r-4信尼、 又又知得?ふ鱼形 少(2木句) 中图法分类号 TG113.12, TG146.4 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2000)09-0010-00

BIAXIAL FATIGUE BEHAVIOR AND MICROSCOPIC DE-FORMATION MECHANISM OF ZIRCALOY-4 TL 341 TG146,414-

II. Cyclic Deformation Substructures and Texture Development

XIAO Lin, BAI July

State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049 Correspondent: XIAO Lin, professor, Tel: (029)2668614, Fax: (029)3237910, E-mail: lxiao@xjtu.edu.cn Manuscript received 2000-01-24, in revised form 2000-05-26

ABSTRACT Dislocation substructures of Zr-4 under in-phase and out-of-phase loading were observed by transmission electron microscope. The results reveal that the typical dislocation structure is parallel dislocation lines and dislocation bands produced by $\{10\overline{1}0\}$ prismatic slip at the equivalent strain range of 0.8%, as the principal strain ratio increases. It changes from parallel dislocation lines to embryonic dislocation cells as the equivalent strain range increases. The typical dislocation configuration of Zr-4 under out-of-phase loading evolves from planar dislocation bands to cells when the phase angle changes from 30° to 90°. The dislocation substructure remains cells at the same phase angle of 90° and in different equivalent strain ranges. With increasing of phase angle the $\{10\overline{1}0\}$ texture in the original specimens is weakened and $\{10\overline{1}1\}$ texture is strengthened, indicating that the deformation mode of Zr-4 under out-of-phase loading changes from prism slip to prism slip together with pyramidal slippage. The mechanism of additional hardening can be attributed to the increase of critical resolved shear stress (CRSS) and the interaction between dislocations.

KEY WORDS Out-of-phase additional hardening, deformation mechanism, dislocation structure, texture

材料的各种宏观力学性能与微观变形方式密切相 关. 研究表明^[1-14]: 不同的非比例变形路径能够诱发不

* 国家自然科学基金资助项目 59971034 和霍英东青年教师基金 资助项目 71046 收到初稿日期: 2000-01-24, 收到修改稿日期: 2000-05-26 作者简介: 肖 林、男, 1966 年生, 教授, 博士

同的滑移模式、激活不同的滑移系、从而导致不同的位错 组态。 Doong 和 Socie^[1] 等的研究表明: Al 在比例和 非比例双轴疲劳变形后均形成了多滑移位错结构。如位错 胞,但没有循环附加强化现象;而 Cu 、不锈钢等材料比 例加载后形成了平行分布的位错线、脉状结构、梯状结构 等单滑移位错组态。而非比例加载后则形成了位错胞、迷 宫结构等多滑移位错组态. 早期研究认为非比例附加强化

产生的原因是材料的塑性变形方式从比例加载时的平面 状滑移向非比例加载时波纹状滑移转化,这一观点目前仍 为大多数学者所接受. McDowell^[3] 则发现 ε− 马氏体和 其它平面状滑移变形产物 (如 α'- 马氏体) 等的形态和分 布的均匀性是 304 不锈钢双轴加载过程中非比例度的函 数. 304 不锈钢室温非比例循环变形后的微观亚结构是 应变路径的函数,加载路径的非比例度越大,激活的滑移 系越多、相应的位错亚结构分布越均匀、宏观应力响应曲 线上表现的循环附加强化越明显。 Ohnami 等^[4,5] 系统 研究了 304 不锈钢、纯 Cu、纯 Ni、纯 Al 及其合金后指 出,材料非比例附加强化程度与材料的堆垛层错能有关。 层错能较低的材料,由于材料的塑性变形方式从比例加载 时的平面状滑移转化为非比例加载时的波纹状滑移、所以 表现为明显的循环附加强化现象。而高层错能材料变形时 表现为波纹状滑移,非比例加载过程中一般不表现出循环 附加强化现象,梯状或迷宫状结构是 304 不锈钢典型的 比例加载后的亚结构,而非比例加载后则形成了位错胞。 Ziebs^[6] 研究表明: 800H 台金比例加载后典型的位错 亚结构是位错墙和位错胞,而非比例变形后则形成了多滑 移位错结构 - 位错缠结. Rauch 等^[7,8]则认为非比 例加载过程中,应变路径引起应力降低与塑性变形在微观 变形带内聚集有关,而微观变形带是和单滑移开动、塑性 变形局域化有关,随着塑性应变幅升高、位错结构则演化 为平行或垂直于剪切方向上的片层结构。相应的宏观应力 响应曲线则表现为硬化特征。 Kanazawa^[9] 提出非比例 加载过程中最大主应变轴在循环过程中的连续旋转、阻碍 了材料内部形成稳态位错结构,从而导致非比例循环附加 强化现象. Krempl^[10] 和 Marquis^[11] 则更进一步指出 304 不锈钢在不同非比例加载路径下,相位角为 90°、应 变比 $\gamma/\epsilon = \sqrt{3}$ 时,材料的循环附加强化程度最高,而 Clavel^[12,13]则指出:非比例加载过程中材料除表现为循 环附加强化外、还有可能表现为循环附加软化。对 fcc 金 属, 层错能和位错交滑移的倾向是影响材料非比例附加强 化或软化的主要因素,而对变形系统较为复杂的六方金属 $\alpha + \beta$ 双相钛合金、非比例循环软化是由于 α 相内部柱 面滑移带增殖;循环附加强化是由于 <c + a> 锥面滑移诱 发了 (a) 型滑移的 α 相粒子与 (a) 和 (c + a) 滑移 α 相 粒子之间的交互作用力提高。循环应力的变化是非比例循 环附加强化或软化的控制参数。目前看法较为一致的是: 对于层错能较高、滑移系分布空间对称性较好的波纹状滑 移材料 (如 OFHC Cu, Al 及其合金),在非比例加载塑性 变形过程中附加强化趋势不太明显,不同应变路径塑性变 形后的位错亚结构差别不大: 而对于层错能较低的立方金 属、如奥氏体不锈钢等平面状滑移材料、应变路径的转折 将使得一些新的滑移系被激活、位错亚结构从平面状向波

纹状转化,相应的宏观非比例循环附加强化较为明显,到

目前为止、大多数非比例附加强化机理的研究均局限于立 方金属, 对密排六方金属研究还未见报道. 本文着重研究 滑移系空间分布对称性较差、且冷变形和再结晶后由于织 构的发展表现明显的各向异性的锆合金在双轴比例、非比 例加载过程中的塑性变形机理. 分别从微观变形机理和变 形织构的发展、来探讨材料非比例附加强化机理、以及非 比例加载下材料疲劳寿命降低的原因.

1 实验方法

双轴疲劳实验后、垂直于试样轴向在断口附近采用 电火花线切割切取透射电镜试样。借助于 JEOL-200CX 型透射电子显微镜观察双轴疲劳变形亚结构; 采用 X^{*} Pert-MRD 型 X 射线衍射仪 (Cu K_{α} , 40 kV, 50 mA) 测定材料疲劳变形前后织构的发展。

2 实验结果

2.1 双轴比例循环变形位错亚结构

再结晶状态 Zr-4 合金变形前试样内部位错密度较 低,分布一些自由位错线和小角度晶界、文献 [15] 曾对此 作过较为详尽的分析。不同主应变比比例加载变形后 Zr-4 合金的位错亚结构如图 1a-d 所示。可见不同主应变比 下 Zr-4 合金变形试样内部典型的位错结构是平面状分布 的平行位错线,该位错组态与单轴循环应变幅较低时的位 错亚结构类似 [16],当主应变比小于 -0.7 时,主要的位错 特征是平行位错带(图1a,b)。当主应变比大于-0.6时、 则是平行位错线 (图 1c, d). 迹线分析表明、该位错线和位 错条带平行于 {1010} 柱面迹线方向、表明 Zr-4 合金比 何加载过程中的塑性变形主要是由 {10ī0} 柱面滑移产生 的. 滑移带之间自由位错线的存在说明双轴疲劳试样内部 有少量的交滑移现象 (如图 1c 和 1d 中箭头所指处) 表 明比例加载下主应变比对材料内部位错组态影响不大。但 随着应变幅提高,位错亚结构从平行位错带逐渐向位错胞 转化。应变幅越高、疲劳试样内部位错密度越高、位错胞 越明显, 如图 2a-c 所示. 当应变幅为 0.779% 时、仍然是 {1010} 柱面滑移产生的条带状平行位错亚结构 (图 2a). 随着应变提高、试样内部多滑移和交滑移明显加强、如图 2b 和 2c 中箭头所指处. 位错组态也从条带位错演化成初 级位错胞 (图 2c)。

由此可见,比例加载密排六方金属 Zr-4 合金双轴疲 劳变形过程中,主应变比对材料的变形方式影响不大.循 环变形方式主要决定于应变幅,随着应变幅升高, Zr-4 合金将从平面状向波纹状滑移转化.

2.2 双轴非比例循环变形位错亚结构

相同等效应变幅 (0.8%)、不同相位角下 Zr-4 合金 非比例疲劳变形后典型的位错亚结构如图 3a—d 所示. 当相位角等于 30°时、主要的位错亚结构是平行的位错 墙、如图 3a 所示,位错墙之间存在一些自由的位错线.



■ 1 比例加载下 Zr-4 台金不同主应变比的疲劳位错亚结构
 Fig.1 Dislocation substructures in biaxial IP fatigued Zr-4 under different principal strain ratios, beam direction # [1219]

 (a) S1, ε₃/ε₁=-0.805
 (b) S2, ε₃/ε₁=-0.706
 (c) S3, ε₃/ε₁=-0.631
 (d) S4, ε₃/ε₁=-0.553





留3 非比例加载下不同相位角的双轴疲劳位错亚结构 Fig.3 Dislocation substructures in biaxial OP fatigued Zr-4 under different phase angles, beam direction # [1219] (a) S8. $\phi = 30^{\circ}$ (b) S9, $\phi = 30^{\circ}$ (c) S10, $\phi = 60^{\circ}$ (d) S11, $\phi = 90^{\circ}$

与比例双轴疲劳变形位错亚结构类似、但非比例疲劳后试 样内部的多滑移和交滑移数量明显增多、如图 3a 中箭头 所指处. 迹线分析表明、非比例双轴疲劳变形当相位角较 低时、仍然是以 {1010} 柱面滑移为主 (图 3a, b). 相位 角为 60°时,位错较均匀地分布于整个试样内部 (图 3c). 进一步将相位角提高到 90°时、则形成了一些初级位错胞 (图 3d),由于柱面滑移只产生两个独立的滑移系^[17],从 而形成平面状分布的平行位错线,不可能形成位错胞.要 形成胞状结构显然将会有其它类型的滑移系开动.非比例 加载过程中, Zr-4 合金的塑性变形方式从柱面滑移向柱 面滑移和锥面滑移同时开动转化.图 3c,d中箭头所指处 为可能的锥面滑移同时开动转化.图 3c,d中箭头所指处 为可能的锥面滑移向时开动转化.图 3c,d中箭头所指处 为可能的锥面滑移向时开动转化.图 3c,d中箭头所指处 为可能的锥面滑移向带动,而锥面滑

当相位角为 90° 时,不同等效应变幅下的非比例循 环变形过程中,随着应变幅的减小. 双轴疲劳变形后的试 样内部位错密度减小. 如图 3d 和图 4 所示. 分析表明, 不同应变幅下相位角为 90° 时的非比例加载变形后的试 样内部均形成了初级胞状位错结构,随着等效应变幅的提 高、位错密度升高,位错胞结构越明显. 就是说,非比例 加载过程中,随着相位角的提高, 2r-4 台金塑性变形方 式由平面状向波纹状转化,而相位角 90°时,随着等效应 变幅提高,位错组态保持胞状结构,仅仅是位错密度有所 提高,

由上述比例和非比例 Zr-4 台金疲劳变形亚结构研究 不难看出,比例加载过程中,提高等效应变幅和非比例加 载时提高相位角均能使材料由平面状滑移向波纹状滑移 转化,非比例加载对材料微观变形方式的主要影响是降低 了试样内部形成多滑移位错结构如位错缠结、位错胞时的 最小等效应变幅,

2.3 双轴疲劳变形前、后织构的发展

Zr-4 台金试样疲劳变形前 {1010} 柱面和 {0002} 基 面极图如图 5 所示. Zr-4 管状试样内部存在较明显的 {1010} 相位角为 30°和 90°(图 5a) 织构.此外还有极点 密度较强的 {1011} 织构 (图 5b),大部分晶粒的 {1010} 晶向向轧制方向靠近.非比例循环变形后 Zr-4 台金试样 内部 {1010} 柱面和 {0002} 基面极图如图 6 和图 7 所 示.对比发现与未变形试样相比其织构类型发生了一定程 度的变化.主要表现为非比例疲劳变形后,相位角为 30° 时,主要织构取向 {1010} 面织构极点密度提高、并沿极 角有所偏离、表明当相位角较低时仍以 {1010} 柱面滑移 为主、强烈的柱面滑移,引起 {1010} 面织构加强 (图 6). 而当相位角为 90°时, {1010} 锥面极点密度加强,而



图 4 相位角 90°不同等效应变幅下 Zr-4 非比例双轴疲劳变形亚结构

Fig.4 Dislocation substructures in biaxial OP fatigued Zr-4 under the phase $\Phi = 90^{\circ}$ and different equivalent strain ranges

(a) S12, $\Delta \varepsilon_{eq} = 0.597\%$, incident beam $\# [24\overline{2}3]$ (b) S13, $\Delta \varepsilon_{eq} = 0.403\%$, incident beam $\# [\overline{121}1]$



Fig.5 Initial textures of recrystallized Zr-4 (RD-rolling direction, TD-transverse direction) (a) {1010} prism pole figure (b) {0002} base pole figure (

{1010} 面织构密度相对降低 (图 7), 表明 Zr-4 合金疲劳 试样的塑性变形由柱面滑移部分向锥面滑移转化, 该结果 进一步证明了 TEM 的观察结果、即非比例循环变形过程 中、产生了 {1010} 柱面和 {1011} 锥面滑移同时开动、 形成多系滑移变形亚结构。

3 讨论

Zr-4 合金非比例加载过程中表现为明显的循环附加 强化现象,相同等效应变幅下材料的循环附加强化程度越 高,疲劳寿命越低.该现象可用其微观变形机理来解释. 面心立方金属有十二个可能的滑移系参与材料的塑 性变形、由于滑移系在三维空间呈均匀分布,即使在非比 例加载过程中、由于最大剪应力平面的连续旋转、可激活 多系滑移,比例和非比例加载过程中开动的滑移系类型和 数量基本相同, McDowell 等人^[3]的理论计算结果表 明.在完全非比例加载过程中,面心立方金属在循环变形 过程中,每个晶粒内部十二个可能的滑移系中有五个滑移 系将达到其最大的 Schmid 因子值,可提供五个独立的滑 移系、完全可以满足材料连续变形所需的 Mises 屈服条 件. 由于面心立方金属不同滑移系开动所需的临界分切







图 6 30° 非比例循环变形后 Zr-4 试样 (S8) 极图 Fig.6 Textures of 30° OP deformed Zr-4 (S8) (a) {1010} prism pole figure (b) {0002} base pole figure



图 7 90° 非比例循环变形后 Zr-4 试样 (S11) 极图 Fig.7 Textures of 30° OP deformed Zr-4 (S11) (a) {1010} prism pole figure (b) {0002} base pole figure

应力基本相同,因此,立方金属非比例加载过程中不表现 出非比例附加强化现象,只有层错能较低的立方金属,如 不锈钢等、滑移一般被限制在层错面上,因为全位错在层 错面上常分解成扩展位错,扩展位错交滑移需额外附加能 量,在比例加载过程中、最大剪应力平面保持不变,剪应 力仅仅改变方向,相应的位错亚结构是单滑移产生的平行 位错线,在非比例加载循环过程中,最大主应力和最大主 应变平面连续变化,加载方式的变化使得更多的晶粒位于 有利于滑移的位向上, 交滑移和多滑移的结果使得材料内 部位错之间的交互作用力提高,从而产生非比例附加强化 现象.

Zr 属密排六方晶体结构、文献 [16,17] 研究结果表明: {1010} 柱面滑移是 Zr-4 合金室温单轴疲劳主要的塑性变形方式. 柱面滑移仅仅提供两个独立的滑移系 ^[17], 从

而表现为平面状滑移特征。(a) 型位错不能产生 (c) 轴方 向上的塑性变形 [17],为了产生均匀塑性变形必须要有其 它方向上的变形产生. 孪生和 (c+a) 位错是产生 (c) 轴方 向塑性变形的两种主要方式. 在双轴疲劳变形后试样内部 未曾观察到明显的孪生变形,因此,可认为 (c+a) 滑移是 Zr-4 双轴疲劳过程中主要的塑性变形方式. 而 (c+a) 滑 移在 Zr-4 合金单轴疲劳时只有变形量较大和实验温度较 高时才会出现^[16]. 所以, 可以认为非比例加载对材料的宏 观力学行为和微观塑性变形方式的影响相当于降低了 Zr-4 多滑移或形成多滑移位错亚结构时的等效应变幅或实验 温度.随着锥面滑移的开动、锥面滑移系本身开动的临界 分切应力较高、而且不同滑移系位错之间、位错与其它障 碍之间交互作用力加强,塑性变形阻力增大,因此,可将 Zr-4 合金非比例附加强化机理进一步归结为:一方面是 由于新的滑移系开动所需临界分切应力提高对附加强化 的贡献,另一方面是由于多滑移进行,不同滑移系之间交 互作用力提高.

材料的疲劳损伤是与微观亚结构的不可逆变化过程 相联系的、如滑移、孪生、位错的增殖与运动、空位、间 隙原子等点缺陷的形成.或者说、循环变形过程中材料内 部向微观组织结构的不可逆变化最终演化为微观裂纹的 萌生、长大、到宏观裂纹的形成和扩展。 Zr-4 合金比 例双轴循环变形过程中,循环应变幅较低时,以单系滑移 为主、形成条带状平行位错组态。这时、位错与位错之间。 的交割机会相对较少,循环变形强化趋势不明显,非比例 双轴循环变形过程中,由于最大剪切应力平面在空间的连 续旋转,激发了柱面、锥面等多系滑移的进行、形成胞状 位错亚结构, 多系滑移的结果导致位错之间, 位错与点缺 陷之间、以及与晶界和障碍物边界之间的循环交互作用增 大, 位错运动阻力增大, 因此, Zr-4 合金非比例循环变 形过程中表现为明显的附加强化.非比例循环附加强化在 Zr-4 合金试样内部伴随着强烈的位错塞积和高的应力集 中形成.导致循环塑性变形局集化和晶内裂纹萌生和促进 疲劳裂纹扩展. 从而降低材料的疲劳寿命. 宏观上, 非比 例附加强化导致材料每周次循环塑性耗散应变能增加 疲 劳是典型的能量不可逆耗散过程^[16,18].循环塑性耗散应 变能较好的反应了 Zr-4 合金的疲劳损伤程度,因此,每 周次材料的疲劳损伤加剧,疲劳寿命降低。

4 结论

(1) Zr-4 合金比例双轴疲劳后、等效应变幅为 0.8%、 时,不同主应变比下、典型的位错组态是平行分布的位错 线和位错条带,随着等效应变幅的提高、位错组态有形成 位错胞的趋势。

(2) Zr-4 合金非比例双轴疲劳后,随着相位角提高, 典型的位错组态由平行位错墙演化为明显的位错胞。而等 效应变幅的变化对位错组态影响不大,仅仅是提高试样内 部位错密度。

(3) 原始 Zr-4 合金试样内部存在较明显的 {1010} 织构. 非比例加载后,相位角较低时 {1010} 面织构极点 密度加强,而相位角为 90°时, {1010} 面织构极点密度 降低, {1011} 锥面极点密度加强,表明 Zr-4 合金非比 例循环变形后柱面滑移降低,部分柱面滑移被锥面滑移所 取代.

(4) Zr-4 合金双轴循环变形过程中,当加载方式从比例加载变化成非比例加载后、塑性变形方式从柱面滑移向柱面和锥面滑移同时进行转化.多系滑移造成的位错之间交互作用力加强和滑移系本身临界分切应力提高是 Zr-4 合金非比例附加循环强化的原因.非比例附加强化程度越高,相同等效应变幅下、材料的疲劳损伤越严重,相应的疲劳寿命越低.

参考文献

- Doong S H, Socie D F, Robertson I M. ASME J Eng Mater Technol, 1990; 112: 456
- [2] Doquet V, Pinean A. Scripta Metall Mater, 1990; 24: 433
- [3] McDowell D L, Stahl S R, Stock S R, Antolovich S D. Metall Trans, 1988; 19A: 1277
- [4] Nishino S, Hamada N, Sakane M, Ohnami M, Matsumnra N, Tokizane M. Fatigue Fract Eng Mater Struct, 1986; 9: 65
- [5] Kida S. Itoh T. Sakane M, Ohnami M, Socie D F. Fatigue Fract Eng Mater Struct, 1997; 20: 1375
- [6] Jiao F, Osterle W, Portella P D, Ziebs J. Mater Sci Eng. 1995; 196A: 19
- [7] Rauch E F. Schmitt J H. Mat Sci Eng, 1989; A113: 441
- [8] Thnillier S, Rauch E F. Acta Metall Mater, 1994; 42: 1973
- [9] Kanazawa K, Miller K J, Brown M W. Fatigue Fract Eng Mater Struct, 1978; 2: 217
- [10] Krempl E, Ln H. ASME J Eng Mater Technol. 1984; 106: 376
- [11] Benallal A, Marquis D. Trans ASME, 1987; 109: 326
- [12] Feangas X, Clavel M. Acta Mater, 1997; 45: 2685
- [13] Feangas X, Pilvin P H, Clavel M. Acta Mater, 1997; 45: 2703
- [14] Xiao L. ASME J Eng Mater Technol, 2000; 120: 42
- [15] Xiao L, Gn H C. Mater Sci Eng. 1998; 252: 166
- [16] Xiao L, Gn H C. Metall Mater Trans, 1997; 28A: 1021
- [17] Yoo M H. Metall Trans, 1981; 12A: 409
- [18] Xiao L, Gu H C. ASME J Eng Mater Technol, 1998; 120: 114