

## 新锆合金疲劳性能研究

张建军<sup>1,2</sup>, 李中奎<sup>2</sup>, 付增祥<sup>1</sup>, 宋启忠<sup>2</sup>, 王文生<sup>2</sup>

(1. 西北工业大学, 陕西 西安 710072; 2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

**摘要:**研究了两种新锆合金 Zr-1Sn-0.3Nb-0.3Fe-0.1Cr(1#合金)、Zr-1Sn-1Nb-0.4Fe(2#合金)的疲劳特性。结果表明,2#合金的低周疲劳性能优于1#合金的低周疲劳性能。

**关键词:**新锆合金;低周疲劳;循环变形;疲劳寿命

**中图分类号:** TG146.414 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-6931(2005)S0-0030-04

### Research on Fatigue Properties for Two Kinds of New Developed Zirconium Alloys

ZHANG Jian-jun<sup>1,2</sup>, LI Zhong-kui<sup>2</sup>, FU Zeng-xiang<sup>1</sup>,

SONG Qi-zhong<sup>2</sup>, WANG Wen-sheng<sup>2</sup>

(1. Northwest Industry University, Xi'an 710072, China;

2. Northwest Institute for Non-ferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

**Abstract:** The research on low cyclic fatigue behaviors was carried out at 400 °C for two kinds of Zr-alloys (1 #, Zr-1Sn-0.3Nb-0.3Fe-0.1Cr; 2 #, Zr-1Sn-1Nb-0.4Fe). The results show the fatigue properties of 2 # alloy are superior than that of 1 # alloy.

**Key words:** Zr-alloy; low cyclic fatigue; cyclic deformation; fatigue life

锆合金因有低的中子吸收截面而被用作反应堆包壳材料。反应堆运行过程中的功率波动和冷却介质水的流动将导致燃料元件局部承受反复的塑性变形。所以,材料的疲劳性能对评价反应堆燃料元件的安全性尤为重要<sup>[1-2]</sup>。我国目前广泛使用的 Zr-4 合金已不能满足反应堆高燃耗、长寿期的目标追求。为满足反应堆更高燃耗、长寿期的需要,目前已研制出了两种拥有自主知识产权的新锆合金 Zr-1Sn-0.3Nb-0.3Fe-0.1Cr 和 Zr-1Sn-1Nb-0.4Fe。本工作对

这两种新锆合金的疲劳性能进行研究。

### 1 试验材料及方法

试验材料为  $\phi 13$  mm 的两种新锆合金棒材。成品退火前的冷加工率为 42%,退火温度为 580 °C / 2 h。试样为  $\phi 6.35$  mm  $\times 30$  mm 等截面样品。试样成分分别为 Zr-1Sn-0.3Nb-0.3Fe-0.1Cr(1#合金)、Zr-1Sn-1Nb-0.4Fe(2#合金)。

低周疲劳试验在带有辐射式电阻炉的电液

收稿日期:2005-01-05;修回日期:2005-03-15

作者简介:张建军(1966—),男,陕西宝鸡人,高级工程师,材料专业

伺服 MTS810 材料试验系统上进行。选用三角波加载,应变比  $R = -1$ ,压应变(预压)为  $-0.3\%$ ,平均应变速率为  $6.25 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,应变幅为  $\pm(0.3\% \sim 0.8\%)$ ,试验温度为  $(375 \pm 3)$ 。计算机自动记录试验数据。

设定滞后环拐点处应力达峰值压应力的  $10\%$  时认为试样失效。

## 2 试验结果

### 2.1 循环变形行为

在恒应变幅循环下,试验材料的循环硬化表现为循环应力幅在循环过程中的不断增加,而循环软化表现为循环应力幅在循环过程中的不断降低。两种新铝合金的循环应力幅  $\Delta\sigma/2$  随循环周次  $N_f$  的变化示于图 1。

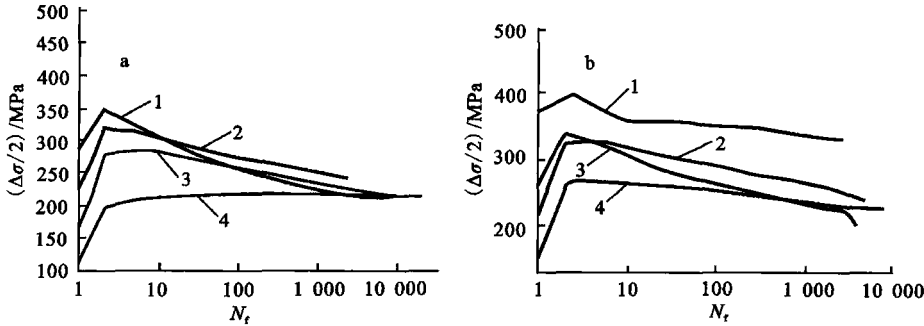


图 1  $\Delta\sigma/2 \sim N_f$  关系曲线

Fig.1 Curves of  $\Delta\sigma/2$  vs.  $N_f$

a: 1# 合金, 1 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$ , 2 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.5\%$ , 3 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.4\%$ , 4 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.3\%$ ;  
 b: 2# 合金, 1 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.8\%$ , 2 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.6\%$ , 3 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.5\%$ , 4 ——  $\Delta\epsilon/2 = 0.4\%$

两种新铝合金的循环应力-应变曲线均用多试样方法测定,即用一组试件分别在各自不同的应变幅下进行恒应变幅循环试验。每一试样在其一半寿命的滞后环上测量确定应力幅  $\Delta\sigma/2$  和应变幅  $\Delta\epsilon/2$ ,得到循环应力-应变曲线上的一个点。对一组试样的数据点进行拟合,得到材料的循环应力-应变曲线。

总应变幅  $\Delta\epsilon/2$  可分为弹性应变幅  $e/2$  和塑性应变幅  $p/2$  两个分量,即:

$$\Delta\epsilon/2 = e/2 + p/2 \quad (1)$$

对于金属材料,有:

$$\Delta\sigma/2 = 1/E(e/2) \quad (2)$$

$$\frac{p}{2} = \left[ \frac{1}{k} \left( \frac{p}{2} \right)^n \right]^{1/n} \quad (3)$$

$$\Delta\sigma/2 = k \left( \frac{p}{2} \right)^n \quad (4)$$

式(4)表明,稳定循环应力幅与稳定循环塑性应变幅之间存在着幂乘关系。对试验数据进行拟合,即可求出两种新铝合金的循环应变硬化系数  $k$  和循环应变硬化指数  $n$ ,从而得到它们的循环应力-应变曲线如下表达式(拟合曲线示于图 2):

对于 1# 合金,有:

$$\Delta\sigma/2 = 553.7 \left( \frac{p}{2} \right)^{0.1534} \quad (5)$$

对于 2# 合金,有:

$$\Delta\sigma/2 = 383.7 \left( \frac{p}{2} \right)^{0.0853} \quad (6)$$

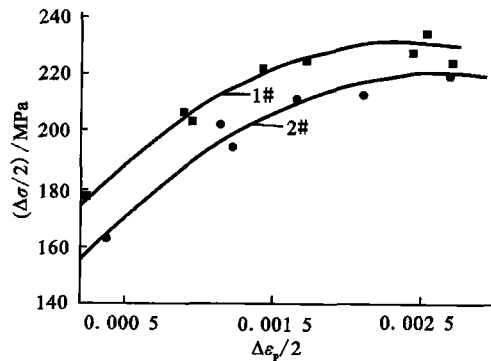


图 2 1#、2# 合金循环应力-应变曲线

Fig.2 Fitting cyclic stress-strain curves for two alloys

综合考虑弹性和塑性应变分量,可得到总应变幅  $\Delta\epsilon/2$  与循环稳定应力幅间的关系如下。

对于 1# 合金,有:

$$\begin{aligned} \sigma/2 &= 1/72\ 788 (\sigma/2) + \\ & [1/553.7 (\sigma/2)]^{6.52} \quad (7) \end{aligned}$$

对于 2 # 合金,有:

$$\begin{aligned} \sigma/2 &= 1/68\ 067 (\sigma/2) + \\ & [1/383.7 (\sigma/2)]^{11.72} \quad (8) \end{aligned}$$

由图 2 可见,1 # 合金的循环应力-应变曲线高于 2 # 合金的,这主要是由两种合金不同的强化机理所造成的。

## 2.2 应变寿命曲线

由不同的应变幅  $\sigma/2$  与相应寿命  $N_f$  建立起来的关系称为应变幅疲劳寿命曲线。该曲线可用 Manson-Coffin 提出的方法,将总应变幅分为弹性部分和塑性部分,弹性部分由疲劳强度性能表征,这样,应变寿命关系则为:

$$\begin{aligned} \sigma/2 &= \sigma_e/2 + \sigma_p/2 = \\ & (\sigma_f/E)(2N_f)^b + \sigma_f(2N_f)^c \quad (9) \end{aligned}$$

式中:  $\sigma_f$  为疲劳强度系数;  $b$  为疲劳强率指数;  $\sigma_f$  为疲劳延性系数;  $c$  为疲劳特性指数。

试验数据经回归处理即可求出其中参量。于是,两种新锆合金应变疲劳寿命曲线可表示如下。

对于 1 # 合金,有:

$$\begin{aligned} \sigma/2 &= 0.009\ 379(2N_f)^{-0.129\ 2} + \\ & 0.796\ 8(2N_f)^{-0.683\ 4} \quad (10) \end{aligned}$$

对于 2 # 合金,有:

$$\begin{aligned} \sigma/2 &= 0.013\ 09(2N_f)^{-0.149\ 1} + \\ & 0.885\ 1(2N_f)^{-0.894\ 5} \quad (11) \end{aligned}$$

应变疲劳寿命的拟合曲线示于图 4。

由图 3 可见,随着塑性应变的增加,两种新锆合金的低周疲劳寿命降低。在低应变幅下,2 # 合金的低周疲劳性能明显优于 1 # 合金的低周疲劳性能;随应变幅增加,两者的寿命趋于接近,应变幅增加到一定的程度,二者的寿命差距又加大。总体说来,2 # 合金的低周疲劳性能优于 1 # 合金的低周疲劳性能。

## 3 讨论

在材料循环变形过程中,每周次循环的峰值应力可分解为两个不同的作用于位错上的应力分量,即有效应力分量和内应力分量。其中,有效应力被认为主要是由于间隙原子气团对位错的钉扎作用形成的短程应力,而内应力则被认为是位错与其他位错、第二相粒子、晶界等长

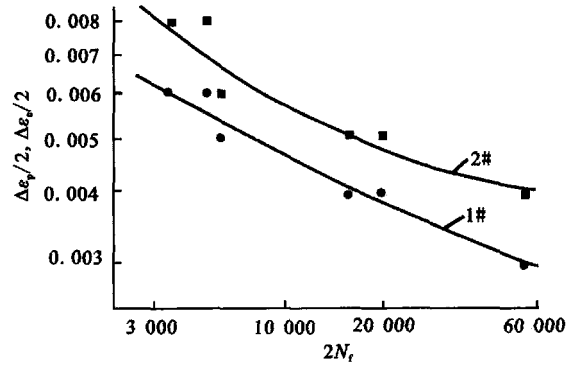


图 3 1 #、2 # 合金的应变疲劳寿命曲线

Fig. 3 Strain fatigue life curves for both alloys

程作用力<sup>[3~4]</sup>。

新锆合金在循环变形的初期,加之循环前的预压变形使其内部位错密度和亚晶界数量迅速提高,使得位错运动过程中的位错与林位错、固定位错、第二相及晶界等长程交互作用迅速提高,对应的位错所受的内应力分量相应迅速提高,位错运动阻力增大。在短程应力方面,在 375 °C 高温下变形时,虽使位错运动的阻力减弱,但间隙溶质原子仍能以足够快的扩散速度赶上运动中的位错,两者发生作用,形成足够大的溶质原子气团对位错有钉扎作用,因而,两种新锆合金循环变形的初期呈现出硬化的特征。随着循环的进行,材料吸收更多的能量,使得位错可能通过交滑移方式克服间隙原子气团及第二相粒子的钉扎作用而继续运动,并激活更多的滑移系,位错的可动性提高,可动位错的密度增加,对应位错所受有效应力降低,循环峰值内应力减小,材料宏观上表现为循环软化。1 # 合金与 2 # 合金表现出的不同硬化软化特征主要与这两种合金中合金元素的固溶度大小与弥散的第二相的多少有关。从合金成分看,两种合金差别最大的是 Fe 和 Nb 的含量,2 # 合金中这两种元素的含量均大于 1 # 合金中的含量。研究表明,Fe 在新锆合金中主要以第二相粒子形式,弥散强化,而在 Nb 元素含量小于 0.6 % 时,主要为固溶强化;含量大于 0.6 % 时,一部分为固溶强化,超过 0.6 % 的部分,则以 -Nb 的形式为弥散强化。因此,与 2 # 合金相比,1 # 合金中固溶的元素及弥散相较少,从而对位错的钉扎作用相对较弱,也就是说,对位错的阻

力较小,宏观上则表现出在循环软化过程中,特别在高应变幅下,有相对较大的软化过程。

主要由于位错的作用及高的应力集中引起晶内裂纹萌生和促进疲劳裂纹的扩展,从而降低了材料的疲劳寿命。据报道<sup>[6]</sup>,当 Nb 在锆合金中的含量小于 2.5% 时,Nb 具有稳定缺陷并阻滞位错运动的能力,且随 Nb 含量的增加,此现象表现的越显著。这就是说,Nb 元素有稳定裂纹扩展和强化合金的作用。正是由于这个原因,含 Nb 量较高的 2# 合金的疲劳性能优于 1# 合金的疲劳性能。

#### 4 疲劳断口观察

1# 和 2# 合金在 375 MPa 下的疲劳断口形貌示于图 4。裂纹均起源于试样的表面,并逐渐向试样的内部扩展。在试验条件下为多裂纹源。疲劳裂纹的形核部位既不对应夹杂物,也不对应沉淀相。

1# 合金疲劳断口基本为韧窝型断裂(图 4a、b);疲劳裂纹从多个路径扩展,并出现细小的二次裂纹,不同断口上微裂纹方向不同,大量二次裂纹的存在是 1# 合金疲劳断口的主要特征。2# 合金疲劳裂纹扩展阶段的微观特征是大量的疲劳裂纹和微裂纹(图 4c、d);低应变幅

下的疲劳断口(图 4c)的表面较为平坦,上面分布着大量垂直于扩展方向的波浪状疲劳条纹,这主要是因裂纹进入扩展区后,在拉应力的作用下裂纹张开,尖端钝化,受压时闭合,裂纹尖端重新锐化,再一次循环受拉,由于尖端应力集中,发生晶界扩展而形成的。

#### 5 结论

1) 1# 合金与 2# 合金在循环中表现为初期循环急剧硬化,随后缓慢循环软化;在循环软化阶段,1# 合金的软化程度大于 2# 合金的软化程度,尤其在大应变幅下,此现象更为明显。

2) 两种新锆合金总应变幅  $\Delta \epsilon$  与循环稳定应力幅间的关系为:对 1# 合金,  $\Delta \epsilon = 1/72.788(\Delta \sigma) + [1/553.7(\Delta \sigma)]^{6.52}$ ;对于 2# 合金,  $\Delta \epsilon = 1/68.067(\Delta \sigma) + [1/383.7(\Delta \sigma)]^{11.72}$ 。在相同应变幅下,1# 合金的应力幅小于 2# 合金的应力幅。

3) 两种新锆合金疲劳寿命曲线可表示为:对于 1# 合金,  $\log N_f = 0.009379(2N_f)^{-0.1292} + 0.7968(2N_f)^{-0.6834}$ ;对于 2# 合金,  $\log N_f = 0.01309(2N_f)^{-0.1491} + 0.8851(2N_f)^{-0.8945}$ 。2# 合金的疲劳性能优于 1# 合金的疲劳性能。

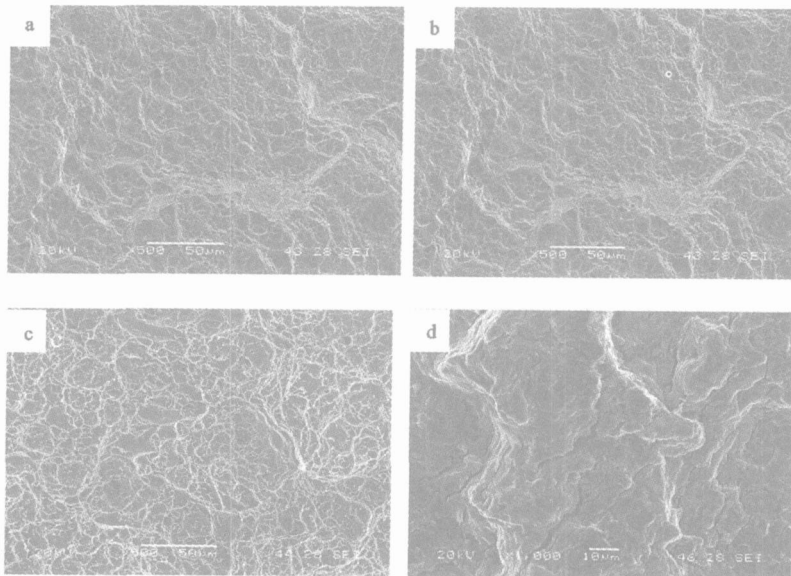


图 4 1#、2# 合金试样疲劳断口扫描电镜照片

Fig. 4 SEM morphology of fatigue fracture surface of 1# ,2# alloy specimens

a——1# 合金,  $\Delta \epsilon = 0.3\%$ ; b——1# 合金,  $\Delta \epsilon = 0.5\%$ ; c——2# 合金,  $\Delta \epsilon = 0.3\%$ ; d——2# 合金,  $\Delta \epsilon = 0.5\%$

(下转第 36 页,Continued on p. 36)

图 1 是国产与法国产室温环向拉伸试样的工程应力-应变曲线的比较。从图 1 中可以看出,室温条件下,国产 M5 锆合金的环向弹性模

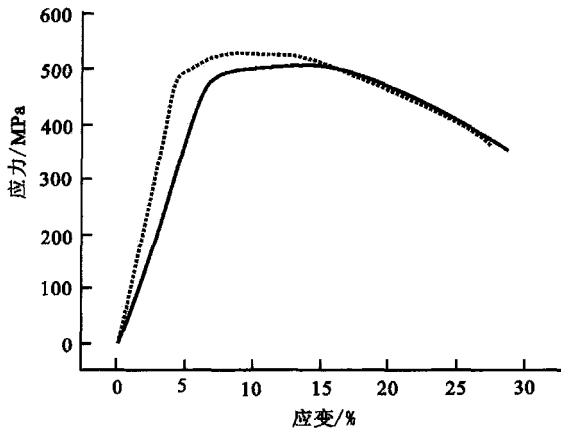


图 1 室温环向拉伸工程应力-应变曲线

Fig. 1 Loop stress-strain curve at room temperature  
实线——法国产;虚线——国产

量、屈服强度和抗拉强度均高于法国产 M5 锆合金,但延伸率低于后者。

#### 4 结论

试验结果表明,国产 M5 锆合金与法国 M5 锆合金在室温和 375 °C 的轴向拉伸性能相当一致,室温环向拉伸性能也基本一致;375 °C 下的环向拉伸性能测试结果表明,法国产 M5 锆合金的抗拉强度、屈服强度及延伸率均高于国产 M5 锆合金。

对于国产 M5 锆合金,在考虑其堆外性能的同时,其堆内辐照考验后显微组织的变化对各项性能的影响应进一步的研究。

综合堆内和堆外的各项性能指标,可以得到较为完整的数据,为国产 M5 锆合金的应用、燃料元件辐照后检验、国产材料制造工艺改进提供依据和为中国核燃料数据库的建立提供数据。

(上接第 33 页,From p. 33)

4) 1 #、2 # 合金的疲劳断口形貌分别为韧窝型断裂和大量的疲劳裂纹及微裂纹。

#### 参考文献:

- [1] Xiao Lin, Gu Haicheng. Low Cycle Fatigue Properties and Microscopic Deformation Structure of Zircaloy-4 in Recrystallized and Stress-relieved Conditions[J]. J Nucl Mater, 1999, 265: 213 ~ 217.
- [2] 肖林,顾海澄. 锆及锆合金的疲劳行为及其变形机理[J]. 稀有金属材料与工程, 1998, 27(2): 69 ~ 74.  
Xiao Lin, Gu Haicheng. Low Cycle Fatigue Behavior and Deformation Mechanisms of Zircaloy-4 [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 1998, 27(2): 69 ~ 74(in Chinese).
- [3] 肖林,顾海澄. Zr-4 合金拉-扭复合比例加载条件下的低周疲劳特性[J]. 稀有金属材料与工程, 1999, 28(6): 349 ~ 352.  
Xiao Lin, Gu Haicheng. Biaxial Low Cycle Fatigue Properties of Zircaloy-4 Under Tension-torsional Proportional Loading [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 1999, 28(6): 349 ~ 352(in Chinese).
- [4] 凌绪玉,李聪,沈保罗,等. Zr-4 合金低周疲劳特性研究[J]. 原子能科学技术, 2003, 37(增刊): 77 ~ 80.  
Ling Xuyu, Li Cong, Shen Baoluo, et al. Study on Low Cycle Fatigue Behavior of Zr-4 Plate [J]. Atomic Energy Science and Technology, 2003, 37(Suppl): 77 ~ 80(in Chinese).