

# Zr-4 合金常规力学行为研究 与低周疲劳断口分析

Study on Mechanical Behaviors and Low Cycle Fatigue  
Fracture Analysis of Zr-4 Alloy

范宣华<sup>1,2</sup>, 蔡力勋<sup>2</sup>, 胡绍全<sup>1</sup>, 李 聪<sup>3</sup>

(1 中国工程物理研究院结构力学研究所, 绵阳 621900 ;

2 西南交通大学应用力学与工程系, 成都 610031;

3 中国核动力研究设计院, 成都 610041)

FAN Xuan-hua<sup>1,2</sup>, CAI Li-xun<sup>2</sup>, HU Shao-quan<sup>1</sup>, LI Cong<sup>3</sup>

(1 Institute of Structural Mechanics,  
China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China;

2 Department of Applied Mechanics and Engineering,

Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China;

3 Nuclear Power Institute of China, Chengdu 610041, China)

**摘要:** 对 Zr-4 合金开展了常温与 400℃ 高温下的常规力学行为研究, 获得了两种温度下材料的单调 R-O (Ramberg-Osgood) 本构模型。通过测定不同温度下的弹性模量和泊松比, 得到了它们随温度的变化关系。同时对 Zr-4 合金热膨胀系数进行了测定。对常温与 400℃ 高温下低周疲劳试样进行了扫描电镜观察和断口分析, 结果发现 Zr-4 合金低周疲劳断裂以穿晶断裂为主并伴随有疲劳辉纹和二次裂纹出现。

**关键词:** Zr-4 合金; 力学行为; R-O 本构模型; 断口分析; 高温

**中图分类号:** TB302.3    **文献标识码:** A    **文章编号:** 1001-4381(2005)01-0037-04

**Abstract:** A series of investigations on the normal mechanical behaviors of Zr-4 at room temperature and 400℃ elevated temperature were carried out. R-O (Ramberg-Osgood) monotonic constitutive models at the two different temperatures were given. The effects of temperature on elastic modulus and Poisson ratio of Zr-4 alloy, as well as the heat expansion coefficient, were investigated. Micro-structure SEM features were discussed systematically to the LCF (Low Cycle Fatigue) specimens according to the LCF experimental results at room and 400℃ elevated temperature. The results show that the failure mode is a type of transgranular fracture accompanied with some wavy fatigue striations and quadratic cracks.

**Key words:** Zr-4 alloy; mechanical behavior; R-O model; SEM; elevated temperature

Zr-4 合金作为一种特殊材料, 具有较低的中子吸收截面、较好的抗腐蚀性能和热传导性能, 并且在高温下有相当好的力学性能, 在一些特殊行业得到了广泛应用。由于 Zr-4 合金在工作环境中都承受循环载荷, 使得疲劳成为 Zr 合金结构失效的主要形式。

本工作在 Zr-4 合金两种典型的环境温度下研究了其力学行为, 得到了较为精确的常规力学参数, 并根据低周疲劳的实验结果分析了具有代表性的 4 个低周疲劳试样断口特征。

## 1 材料、设备及实验条件

材料为国产 1~2mm 冷轧 Zr-4 合金板材。冷轧方向(Rolling, 简称 R 向)线切割取样, 试样化学成分(质量分数/%) Sn 1.5, Fe 0.2, Cr 0.1, O 0.1, Zr Bal。样品形状及尺寸为图 1 所示的标准拉伸试样。取样后进行酸洗(体积比 HF : HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O = 10 : 45 : 45)。接着进行真空再结晶退火处理, 最后再酸洗一次, 去除试样表面产生的一薄层氧化膜。正式实验之前, 对试

样圆弧部分进行倒角处理与抛光处理,消除薄板边缘几何不连续产生的附加应力集中带来的试样提前破坏。

设备为美国 MTS809/25kN/200Nm 拉扭试验机。常温拉伸实验采用常温轴向引伸计 MTS632.11c-21(标距:25mm),高温拉伸采用高温拉扭引伸计 MTS632.68-08F(标距:25mm)。引伸计和载荷传感器精度为 0.5 级。高温环境装置采用 MTS653 高温炉,均温区范围为 50mm,控温精度为  $\pm 1^\circ\text{C}$ ,温度梯度为  $\pm 5^\circ\text{C}$ 。热电偶通过 MTS 点焊机在试样根部中点位置测温。断口分析用场发射扫描电子显微镜 AMRAY 1845FE。

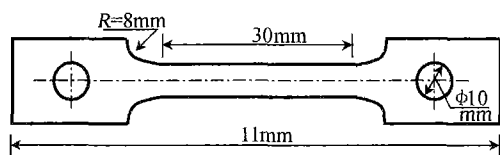


图 1 拉伸试样结构与尺寸  
Fig. 1 Shape and size of specimen

实验温度为  $400^\circ\text{C}$ ,波形为三角波,拉伸实验采用 LVDT 控制,变形速率为  $0.007\text{mm/s}$ ,折合成轴向应变速率大致为  $0.02\%/s$ 。

## 2 拉伸实验结果

### 2.1 单调拉伸实验结果

标准试样常温和  $400^\circ\text{C}$  高温拉伸曲线由图 2 给出,其中应力、应变均取真应力和真应变,根据最小二乘原理对弹性加载段的实验点进行线性拟合得弹性模量  $E$ 。屈服强度  $\sigma_{0.2}$  和抗拉强度  $\sigma_b$  也分别可以获得。对于幂率材料, Ramberg-Osgood 本构模型可以很好描述材料的单调拉伸应力-应变关系<sup>[1,2]</sup>:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \left( \frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \quad (1)$$

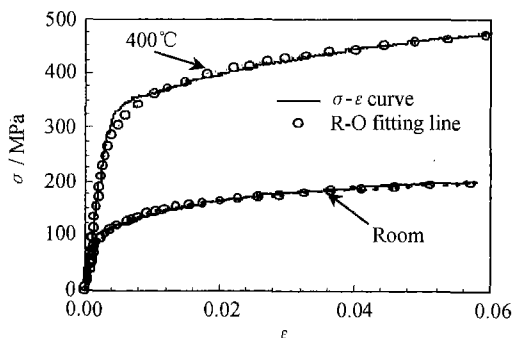


图 2 单调拉伸曲线与拟合结果  
Fig. 2  $\sigma$ - $\varepsilon$  curve and R-O model fitting results

式中:  $\varepsilon, \sigma$  分别为工程应变和工程应力;流动应力  $\sigma_0 = (\sigma_b + \sigma_{0.2})/2$ ,  $\sigma_b$  为抗拉强度,  $\sigma_{0.2}$  为工程屈服应力(方程  $\varepsilon = 0.002 + \sigma/E$  与上述试验本构曲线的交点);流动应变  $\varepsilon_0 = \sigma_0/E$ ,  $E$  为材料的弹性模量;  $n$  和  $\alpha$  分别为强化指数和强化系数。

将上述拉伸曲线试验点按照 R-O 本构模型进行最小二乘拟合,分别求得强化指数  $n$  和强化系数  $\alpha$ ,拟合结果示于图 2,拟合结果相关系数都在 0.97 以上。拉伸实验各参数列于表 1。

表 1 拉伸实验及 R-O 拟合结果

Table 1 Monotonic loading and R-O fitting results

$T/^\circ\text{C}$	$E/\text{GPa}$	$\sigma_{0.2}/\text{MPa}$	$\sigma_b/\text{MPa}$	$\alpha$	$n$
Room	92	343	465	3.5956	8.2904
400	70	114	202	6.0605	5.7296

从以上结果可以看出, Zr-4 合金  $400^\circ\text{C}$  高温条件下的力学性能较常温已经大大下降,说明其力学性能受温度影响比较严重; R-O 本构模型对 Zr-4 合金具有较好的拟合效果,能够较好地反映出该合金的拉伸特性。

### 2.2 温度对弹性模量和泊松比的影响

为测定不同温度下的弹性模量和泊松比,采用标准拉伸试样(图 1),位移控制,从  $100^\circ\text{C}$  到  $400^\circ\text{C}$  之间每隔  $50^\circ\text{C}$  进行一次弹性段拉伸实验,先按照升温顺序测量,之后再按照降温顺序测量,结果取平均值,消除温度加载历史对测量可能带来的偏差。首先装卡径向引伸计 MTS-632.61c-02,控制轴向位移在  $0.1\text{mm}$  弹性范围,测得载荷和横向应变的关系。然后换装高温拉扭引伸计 632.68F-08(标距  $25\text{mm}$ ),在相同的加载路径下进行加卸载,测得载荷和轴向应变之间的关系。以上所有加卸载过程中测得的应力-应变曲线都为直线,而且加载和卸载几乎完全重合<sup>[3]</sup>。说明了实验过程弹性段控制比较准确,测量结果具有较高的精度。

对以上测量结果进行线性最小二乘拟合,在相同温度下,可得拟合式  $\sigma = E \varepsilon_l$  和  $\sigma = E' \varepsilon_d$ ,斜率  $E'$  和  $E$  分别为横向弹性模量和轴向弹性模量。根据泊松比的定义:

$$\nu = \frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_l} = \left| \frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_l} \right| = \frac{\sigma/E'}{\sigma/E} = \frac{E}{E'} \quad (2)$$

式中:  $\varepsilon_d$  为某一载荷下的径向应变;  $\varepsilon_l$  为同一载荷下的轴向应变。公式(2)表明泊松比大小可转化为轴向弹性模量和横向弹性模量之比,测量和计算结果示于表 2,其中 Up 表示升温过程,Down 表示降温过程。

图 3 和图 4 分别给出了弹性模量和泊松比随温度的变化趋势以及估算模型。从图中可以看出,在常温

到 400℃ 范围内弹性模量随温度变化呈现比较明显的线性关系;而泊松比与温度的关系采用三次多项式具有比较好的拟合效果,在常温到 100℃ 的范围内泊松比变化比较缓慢。200~300℃ 之间相对较快,超过 300℃ 之后又变得缓慢。两估算模型对于预测常温到 400℃ 范围内的弹性模量和泊松比具有重要的工程参考价值。

表 2 弹性模量和泊松比的测量结果

Table 2 Results of elastic modulus and Poisson ratio

$T / ^\circ\text{C}$	$E / \text{GPa}$			$E' / \text{GPa}$			$\nu$
	Up	Down	Average	Up	Down	Average	
Room	92	92	92	289	289	289	0.318
100	88	86	87	277	266	271	0.322
150	83	85	84	253	253	253	0.331
200	80	80	80	228	234	230	0.348
250	78	80	79	213	215	214	0.369
300	77	76	76	199	200	200	0.384
350	73	74	74	186	186	186	0.396
400	71	69	70	174	174	174	0.403

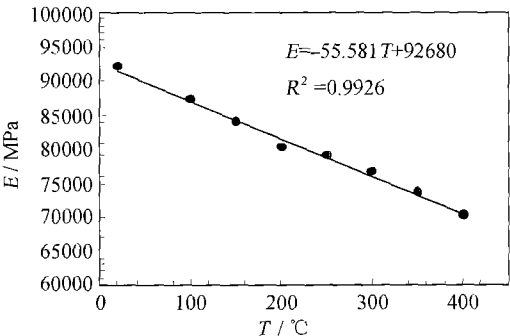


图 3 弹性模量与温度关系  
Fig. 3 Relationship between  $E$  and  $T$

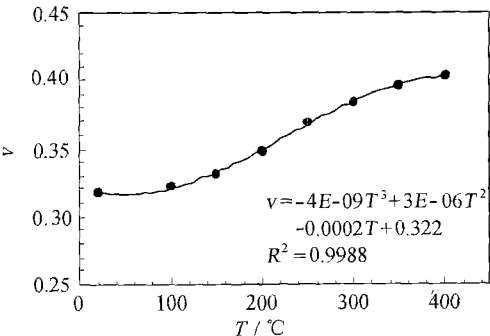


图 4 泊松比与温度关系  
Fig. 4 Relationship between  $\nu$  and  $T$

2.3 Zr-4 合金的热膨胀系数

实验采用标准拉伸试样,用高温拉扭引伸计

MTS632.68-08F(标距:25mm)测量温度引起的变形,得到热膨胀系数  $\alpha = 4.78 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ 。

3 低周疲劳断口分析<sup>[2,3,6]</sup>

完成了 12 个试样的常温低周疲劳寿命和 7 个试样的 400℃ 高温低周疲劳有效试验组。文献[5]对试验组按照 M-C 模型<sup>[4]</sup>对 Zr-4 合金进行了有效寿命估算,并研究了温度对疲劳寿命的影响规律。本工作从以上疲劳试样中抽取具有典型代表意义的 4 个试样断口进行扫描电镜观察。

4 个试样分别代表常温高应变情形 ( $\Delta\epsilon / 2 = 10100\mu\epsilon, N_f = 934\text{cycle}$ )、常温低应变情形 ( $\Delta\epsilon / 2 = 3630\mu\epsilon, N_f = 48275\text{cycle}$ )、高温高应变情形 ( $\Delta\epsilon / 2 = 10650\mu\epsilon, N_f = 655\text{cycle}$ ) 和高温低应变情形 ( $\Delta\epsilon / 2 = 2240\mu\epsilon, N_f = 34559\text{cycle}$ )。扫描电镜观察结果如图 5 所示,可以看出:

(1)低周疲劳断裂扩展区以穿晶疲劳断裂为主,表面有疲劳台阶出现;瞬断区域则是以穿晶延性断裂为主,在瞬断区都出现了大量的韧窝,常温情况下以圆形或者椭圆形韧窝为主,高温情况下以抛物线形撕裂韧窝为主。

(2)在常温情况下发现互相平行的,多数成圆弧形的条状花样,即疲劳辉纹。其中图 5a 中疲劳辉纹主要以轮胎花样和脊骨状花样为主,延性疲劳辉纹比较明显,主要是因为高应变循环条件下,裂纹尖端发生了较大的塑性变形而引起了裂纹尖端的塑性钝化<sup>[6]</sup>,拉压应力和切应力的交互作用产生了图 5a 的断口形貌;图 5b 中可以看到非常明显的疲劳辉纹,图 6 是对图 5b-1 虚框区域进行电镜放大观察的结果。这些条纹表现为明亮区域和暗区交替出现的一簇簇条痕,其中暗区是由一些凹坑所构成。每一条疲劳辉纹代表了一个载荷循环的周期,这些条纹在局部范围内比较均匀,但随着断口的扩展,扩展速率增加,条纹的间距在逐渐增大。同时由于晶粒边界或者棱上第二相对疲劳裂纹的抑制作用,使得不同区域的疲劳辉纹呈现分布不均匀性和不连续性。

(3)对比高应变循环(图 5a,c)和低应变循环(图 5b,d)可以看出,在高应变情形下,断口表面相对粗糙,缺乏光泽。对比常温和高温情形,在 400℃ 高温下(图 5c,d),整个断口上观察不到任何疲劳辉纹,这主要是由于 Zr-4 合金在超过 350℃ 就会被氧化,使得疲劳辉纹形貌遭到破坏所致。然而在高温断口上却发现了大量由断口表面向内部扩展的二次裂纹,这些裂纹大致与裂纹扩展方向垂直并呈现断续分布。

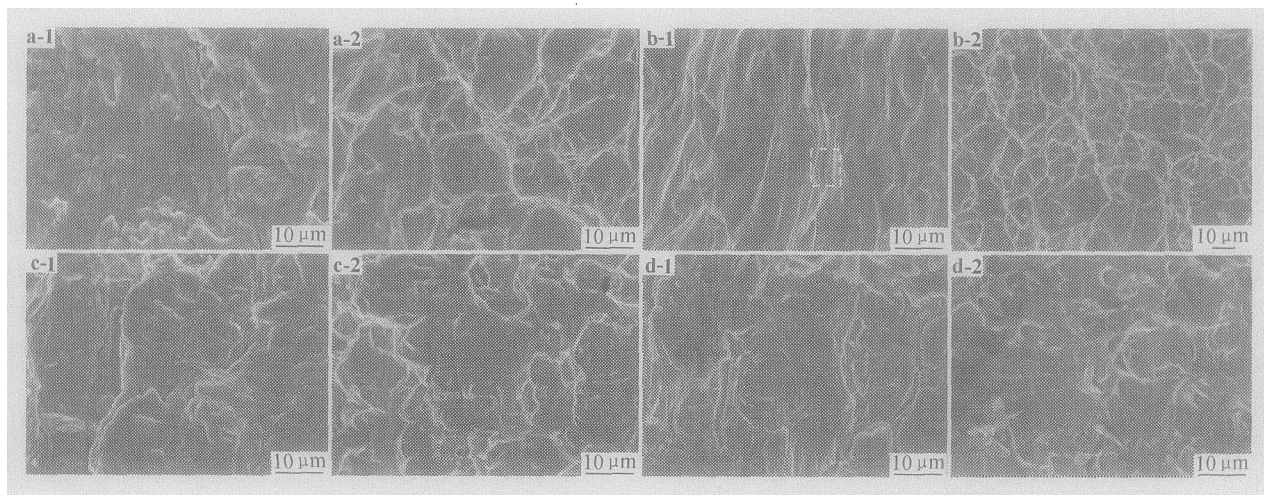


图 5 低周疲劳试样扫描电镜观察结果

(a) 常温高应变; (b) 常温低应变; (c) 高温高应变; (d) 高温低应变  
(1) 裂纹扩展区; (2) 裂纹瞬断区

Fig. 5 SEM fractography of LCF specimen

(a) short life at room temperature; (b) long life at room temperature;  
(c) short life at 400°C; (d) long life at 400°C  
(1) crack propagation; (2) instantaneous fracture

(4) 疲劳辉纹可以作为判断疲劳断裂断口的微观依据,但其形态受载荷频率、环境介质以及材料本身等因素的影响,没有发现疲劳辉纹并不能判断不是疲劳断裂,即疲劳辉纹只是疲劳断裂的一个充分而不必要条件。

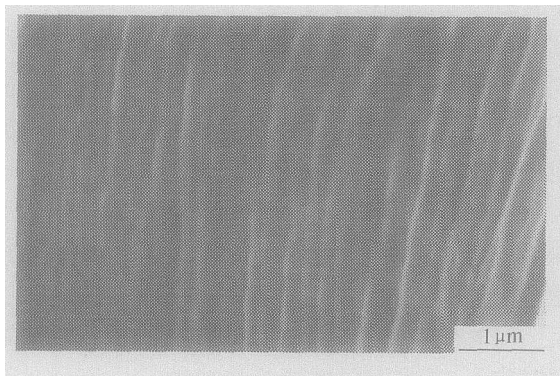


图 6 Zr-4 合金疲劳辉纹

Fig. 6 Wavy fatigue striations of Zr-4 alloy

## 4 结论

(1) 研究 Zr-4 合金常规力学行为为探讨疲劳等其他力学性能提供了重要的参数依据,也是工程设计中必不可少的一部分。本工作对弹性模量、泊松比和膨胀系数进行了测定和预测,并对常温和 400°C 的拉伸曲线进行了单调 R-O 本构拟合,具有一定的工程参考

价值。

(2) Zr-4 合金在常温和高温条件下力学行为有较大差异,说明 Zr-4 合金受温度影响比较严重。通过断口扫描电镜分析,从微观上对 Zr-4 合金低周疲劳行为有了进一步研究,也为 Zr-4 合金工程结构的失效形式提供了判断依据。

## 参考文献

- [1] 蔡力勋. 高温对核电工程材料低循环行为的影响研究[J]. 材料工程, 2001, (5): 15-19.
- [2] FAN Xuan-hua, CAI Li-xun and LI Cong. LCF behavior of Zircaloy-4 at elevated temperature[A]. Structural Integrity and Materials Aging[C]. Shanghai: East China University of Science and Technology Press, 2003. 189-194.
- [3] 蔡力勋, 范宣华, 叶欲明. Zr-4 合金高温应变疲劳行为研究[R]. 成都: 西南交通大学力学所, 2002.
- [4] GB/T 15248-94. 金属材料轴向等幅低循环疲劳试验方法[S].
- [5] 蔡力勋, 范宣华. 高温对 Zr-4 合金低循环行为的影响研究[J]. 航空材料学报(待发表).
- [6] 王仁智. 疲劳失效分析[M]. 北京: 机械工业出版社, 1987. 89-140.

收稿日期: 2003-11-17; 修订日期: 2004-03-09

作者简介: 范宣华 (1981-), 男, 中国工程物理研究院结构力学研究所硕士研究生, 研究方向为工程力学, 联系地址: 四川绵阳 919 信箱 419 分箱 (621900)。