

Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金热变形行为及动态再结晶模型建立

吴志强¹, 邓偲瀛², 刘欢^{2,3}, 宋鸿武², 王犇⁴, 张士宏²

(1. 东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 中国科学院 金属研究所 师昌绪先进材料创新中心, 辽宁 沈阳 110016)

(3. 中国科学技术大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110016)

(4. 国核宝钛铝业股份公司, 陕西 宝鸡 721013)

摘要: 热轧过程中的动态再结晶影响锆合金板材的组织、织构演化以及最终力学性能。在本研究中, 利用 Gleeble 3800 热模拟实验研究了 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金在应变速率为 $0.01\sim 10\text{ s}^{-1}$ 范围内, 变形温度在 $550\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的动态再结晶行为。通过对实测应力-应变结果的加工硬化速率分析, 确定了动态再结晶开始发生的临界应变和峰值应变。动态再结晶是通过塑性变形过程中流变应力的软化来判断的, 并量化为计算的动态回复曲线和实测的应力-应变曲线之间的差异。采用计算的临界应变、峰值应变和动态再结晶体积分数对动态再结晶过程进行建模, 最终利用 EBSD 统计所得的再结晶体积分数验证了 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金的动态再结晶模型。

关键词: 锆合金; 热压缩; 本构模型; 动态再结晶

中图分类号: TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)07-2599-09

锆合金的核性能十分优异, 因此广泛应用在核反应堆中的包壳材料和结构材料^[1], 锆合金的热中子吸收截面低, 可以使热中子进入核反应堆内部并与 UO_2 发生裂变反应, 释放更多的能量^[2]。此外, 锆及锆合金还具备优异的抗腐蚀性能, 使其在大部分高温、高压、强酸或强碱等苛刻的环境下仍具备稳定的性能^[3-5]。定位格架由锆合金带材冲制而成, 在定位格架服役过程中, 成形后的织构会引起锆合金辐照伸长的各向异性, 定位格架尺寸会发生变化, 最终影响到定位格架对燃料棒的夹持力^[6,7]。根据 IAEA^[8]的 2010 年报告, 因为定位格架与燃料棒之间的微动磨蚀造成的燃料棒破损泄漏是燃料泄漏的第一大因素, 占总燃料泄漏比例约为 54.8%, 因而如何控制锆合金带材的织构成为了人们研究的重点。

锆合金带材的生产制造过程包括很多工艺, 例如锻造、 β 相淬火、热轧、冷轧、真空退火等, 其中热轧工艺对于组织和织构的遗传性以及最终力学性能都有重要的影响。为了优化锆合金带材的冲制性能, 调整锆合金板带的织构类型, 研究学者发现热轧过程中的组织遗传性与最终形成的织构密切相

关。徐滨等人^[9]研究了热轧工艺中影响 Zr-4 合金板带织构的工艺因素, 结果发现热轧变形量对于 Zr-4 合金带材织构的影响最显著。因此, 建立描述锆合金在热塑性变形过程, 其动态再结晶 (dynamic recrystallization, DRX) 演化规律的动力学模型可以帮助了解锆合金在热轧后的性能, 具有较高的实际指导意义。表征动态再结晶行为参量和工艺参数包括变形温度, 变形应变速率, 变形量等, 很多研究学者都建立了动态再结晶数学模型, 其中包括 Sellars 模型^[10,11]、Yada 模型^[12]、Kim 模型^[13]、Kopp 模型^[14]等。关于应变速率对于锆合金的再结晶行为影响的研究, 目前多集中于建立锆合金的热加工图, 如 Liu^[15]研究了 Zr-4 合金的热变形行为建立了热加工图, Saxena^[16,17]对 Zr-1Nb 合金的两相区进行了热加工图的构建, 并研究了 α 相及 β 相含量对显微组织及力学性能的影响。综上所述, 对于不同应变速率下, 锆合金在变形过程中的动态再结晶行为的研究还很少, 值得进一步深入的研究。

本工作利用 Gleeble 热压缩实验, 研究了 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金板材在不同的应变速率

收稿日期: 2021-07-11

基金项目: 能源局核能重大专项 (2019ZX06002001)

作者简介: 吴志强, 男, 1977 年生, 博士, 讲师, 东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819, 电话: 024-83681808, E-mail: wuzq@ral.neu.edu.cn

($0.01\sim 10\text{ s}^{-1}$) 和温度 ($550\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$) 条件下的热变形行为, 随后采用 EBSD 技术对变形后样品进行微观组织及织构表征。采用流变应力曲线结合微观组织分析的方法, 建立并验证了 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金的动态再结晶模型。

1 实验

实验材料为厚度 19 mm 的热轧退火态 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金板材, 板材平均晶粒尺寸为 $3.8\text{ }\mu\text{m}$, 其微观组织如图 1 所示。采用热模拟实验机 Gleeble-3800 对 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金进行热压缩实验, 实验样品为 $\phi 10\text{ mm}\times 15\text{ mm}$ 的圆柱试样, 圆柱样品的轴向与板材的法向平行, 如图 2a 所示。热压缩变形前, 试样的两端使用砂纸打磨使试样两端水平并光滑; 在热压缩过程中, 如图 2b 所示, 试样以 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 的升温速度达到变形温度后保温 300 s, 目的是使试样的温度均匀化, 然后以不同的应变速率对试样进行单向恒应变速率等温压缩实验, 记录其真应力-真应变曲线, 最大压缩量为 70%, 压缩结束后对试样进行水淬以保留变形组织。实验变形温度为 550、600、650、 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。实验应变速率分别采用 0.01, 0.1, 1 和 10 s^{-1} 。

对热模拟压缩后试样进行 EBSD 实验以观察试样变形后的组织及取向, 将压缩后试样沿轴向中心线切开, 对剖开的试样进行打磨、抛光处理至表面光亮, 没有划痕。随后使用高氯酸和乙醇体积比为 1:9 的电解液进行电解抛光处理。电解抛光的具体实验参数如下: 电压为 30 V, 温度为 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, 电解时间 3 min。电解抛光结束后清洗干净, 使用 Zeiss Gemini SEM500/300 场发射扫描电镜进行 EBSD 实验, 步长

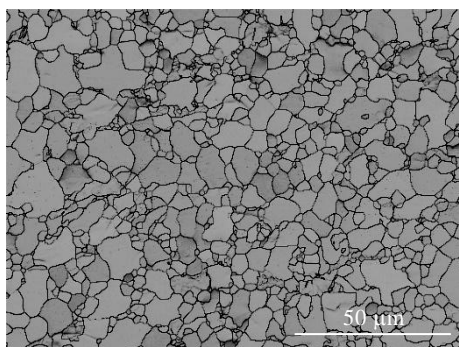


图 1 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金板材的微观组织及晶粒尺寸分布图

Fig.1 Microstructure and grain size distribution of the Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe alloy sheet

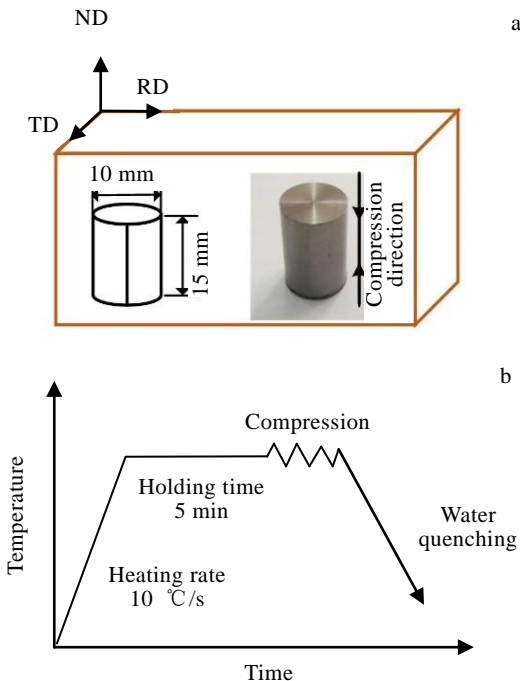


图 2 样品加工和压缩实验方案示意图

Fig.2 Schematic diagrams of sampling method (a) and experimental scheme for compression test (b)

为 $0.35\text{ }\mu\text{m}$ 。EBSD 结果使用 HKL Channel5 软件进行分析处理。

2 结果及分析

2.1 真应力-真应变曲线分析

图 3a~3d 为通过 Gleeble 实验获得的经考虑变形温升修正后的真应力-真应变曲线^[18], 从图中可知, 应力随温度的升高和应变速率的降低而降低, 应变速率越低流变应力减小速度越快, 即锆合金在低应变速率下流变应力具有更强的温度敏感性。在不同温度和应变速率下的真应力-真应变曲线呈现 3 种不同的特征, 曲线符合典型的伴随有 DRX 发生的热变形流变应力曲线。具体表现为, 锆合金在变形初期阶段受到加工硬化的影响, 应力随应变的增加快速增加至峰值应力, 同时, 位错的滑移和攀移会形成亚晶界并导致位错密度的降低, 即为动态回复 (DRV)。随着应变的增加, DRX 引起的软化效应不断增强, 当软化作用与加工硬化达到平衡时, 流变应力值达到最大。当 DRX 引起的软化作用占据主导地位时, 流变应力随应变的增加而缓慢下降。

2.2 临界应变

动态再结晶是否发生的判断方法主要为曲线是否有明显的应力下降, 由图 3 可判断, 热变形条件为 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$

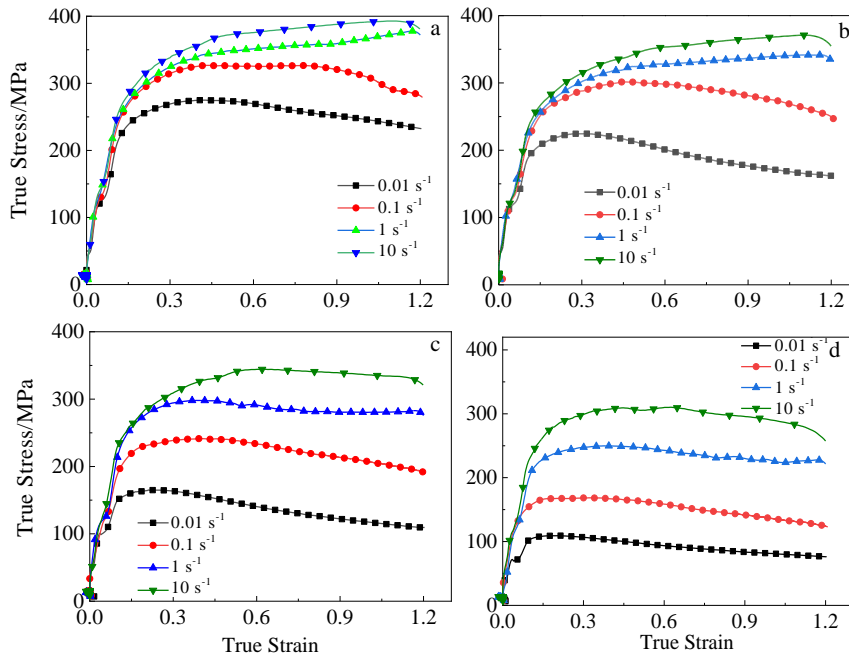


图 3 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金在不同温度和应变速率下修正后的热压缩实验结果

Fig.3 Corrected hot compression test results of Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe alloys at varying strain rates and temperatures: (a) $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$, (c) $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$, and (d) $T=700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ^[18]

(1, 10 s⁻¹), 600 °C (1, 10 s⁻¹) 曲线未发生软化现象, 故在建立动态再结晶模型时不选取该条件下的曲线。

动态再结晶发生的对应的应变被称为动态再结晶临界应变, 其大小反映了材料在热变形过程中发生动态再结晶的难易程度。通常临界应变 ϵ_c 与峰值应变 ϵ_p 呈线性关系:

$$\epsilon_c = c\epsilon_p \tag{1}$$

式中, c 取值范围通常为 0.6~0.85。本研究采用计算加工硬化率变化的方法求取临界应变与峰值应变的关系。

Poliak 和 Jonas^[19]提出了一种利用流动曲线分析确定临界应变的有效方法, 基于热力学不可逆原理的动力学临界条件, 其理论认为: 临界条件对应于 $\partial\theta/\partial\epsilon$ - σ 曲线上的最小值或 θ - σ 曲线上的拐点, 其中 σ 为真实应力, ϵ 为真实应变, 加工硬化率 θ 为:

$$\theta = \left(\frac{d\sigma}{d\epsilon} \right)_{\epsilon, T} \tag{2}$$

图 4a 所示为变形温度 700 °C, 应变速率为 0.01 s⁻¹ 的锆合金热压缩真应力-真应变曲线, 对于真应力-真应变曲线进行求导, 并将获得的加工硬化率 θ 及对应的应力值 σ 分别作为坐标轴即可获得加工硬化率-应力曲线, 如图 4b 所示, 为试样的加工硬化率-

应力的关系曲线, 该图即为典型的 θ - σ 曲线。在第 1 阶段 (Stage I), 加工硬化率呈线性降低趋势。在第 2 阶段 (Stage II), 由于动态再结晶的开始, 加工硬化率降低趋势变缓慢。第 3 阶段 (Stage III) 定义材料随着应变增大软化段。

从图 4b 中可以看出合金的 θ - σ 曲线具有明显的拐点, 其对应于 x 轴的横坐标即为其动态再结晶临界应力值 σ_c , 根据应力值对应于该变形条件下的真应力-真应变曲线即可获得临界应变值 ϵ_c 。从图中还可以看出峰值应力值 σ_p 。对应于 θ - σ 曲线与 $\theta=0$ 直线的交点, 此时合金热变形的硬化与软化过程达到平衡, 随着变形过程的继续进行, 加工硬化率 θ 小于 0, 曲线的应力值降低, 且在此过程中, θ 逐渐接近 $\theta=0$ 直线, 当 θ - σ 曲线与 $\theta=0$ 再次相交, 则真应力-真应变曲线进入稳态应变, 达到完全动态再结晶, 动态再结晶体积分数大于 95%。由图 4b 可知, 该变形条件下曲线接近于稳态应变, 再结晶程度接近完全动态再结晶。锆合金在不同条件下变形的 θ - σ 曲线如图 5 所示。由图 5 可看出, 动态再结晶临界应力 σ_c 随温度的升高和应变速率的下降而降低, 从图中获取不同变形条件下的临界应力值, 并对照相应条件下的真应力-真应变曲线即可获得临界应变值, 如表 1 所示。

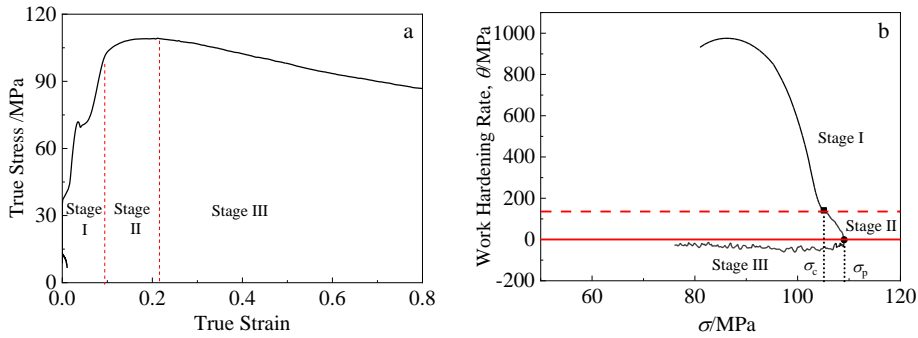


图 4 临界应变的确定

Fig.4 Determination of critical strain: (a) true stress-true strain curve (700 °C, 0.01 s⁻¹); (b) work hardening curve (700 °C, 0.01 s⁻¹)

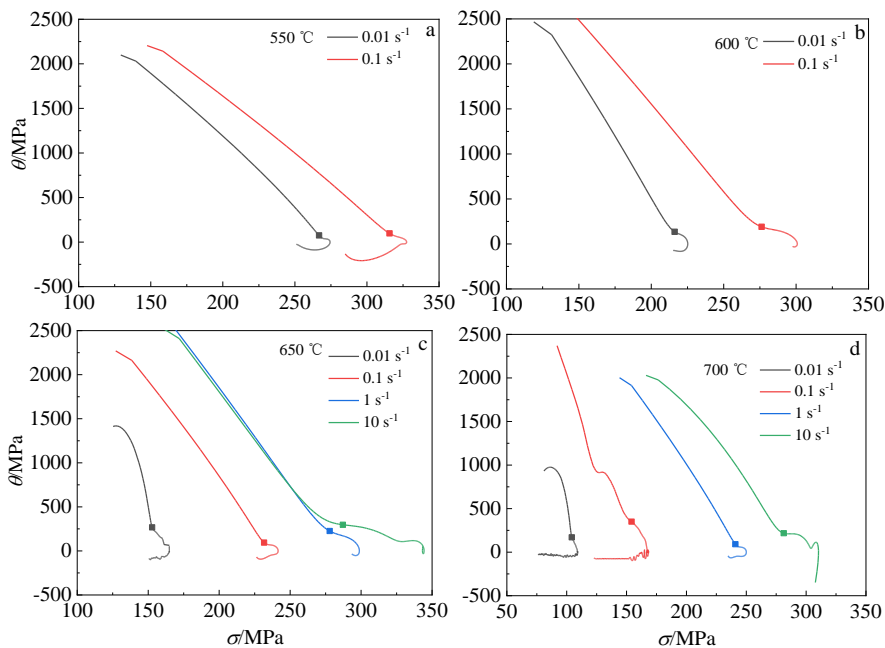


图 5 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金在不同变形条件下的 θ - σ 曲线

Fig.5 θ - σ curves for Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe alloys under various deformation conditions: (a) $T=550$ °C, (b) $T=600$ °C, (c) $T=650$ °C, and (d) $T=700$ °C

表 1 不同变形条件下 Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe 合金的动态再结晶临界应变

Table 1 Critical strains in dynamic recrystallization for Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe alloys under various deformation conditions

Temperature/°C	Strain rate/s ⁻¹			
	0.01	0.1	1	10
550	0.277 08	0.305 11	-	-
600	0.190 04	0.225 46	-	-
650	0.108 89	0.204 21	0.2077	0.237 78
700	0.085 87	0.0964	0.216 06	0.1983

对各变形条件下的动态再结晶临界应变及峰值应变进行线性拟合可得两者间的关系，其斜率即为式(1)中的 c 值，如图 6 所示。

峰值应变值与变形条件（温度、应变速率）及材料的初始组织有关。峰值应变通常表述为：

$$\varepsilon_p = a_1 d_0^m \dot{\varepsilon}^{m_1} \exp(Q_1 / RT) \quad (3)$$

式中， d_0 为初始晶粒尺寸， $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率， Q_1 为再结晶激活能， R 为气体常数， a_1 、 n_1 、 m_1 及 Q_1 为待求常数。对式(3)两边取对数，将峰值应变模型由指数模型转变为线性模型：

$$\ln \varepsilon_p = \ln a_1 + n_1 \ln d_0 + m_1 \ln \dot{\varepsilon} + Q_1 / RT \quad (4)$$

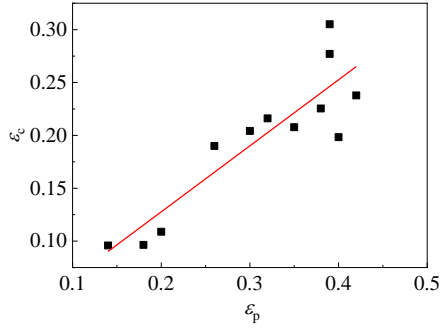


图 6 动态再结晶临界应变与峰值应变关系

Fig.6 Relationship between critical strain and peak strain in dynamic recrystallization

由于本研究未考虑初始晶粒尺寸对峰值应变及临界应变的影响,因此 $n_1=0$ 。通过式(4)所示的峰值应变与温度、应变速率的关系,分别对 $\ln \epsilon_p - \ln \dot{\epsilon}$ 及 $\ln \epsilon_p - 1/RT$ 进行线性回归取平均值可得: $m_1=0.09649$, $Q_1=26582.4 \text{ J/mol}$, $a_1=0.011154$ 。

从而获得动态再结晶峰值应变模型为:

$$\epsilon_p = 0.011154 \dot{\epsilon}^{0.09649} \exp(26582.4/RT)$$

由上述结果,可知:

$$\epsilon_c = 0.625 \epsilon_p = 0.006971 \dot{\epsilon}^{0.09649} \exp(26582.4/RT)。$$

2.3 动态再结晶体积分数模型的预测及计算

通常使用动态再结晶标准模型对动态再结晶行为程度进行表征,如式(5)和式(6)所示:

$$X_{\text{dix}} = 1 - \exp \left[-\beta_d \left(\frac{\epsilon - \epsilon_c}{\epsilon_{0.5}} \right)^{k_d} \right] \quad (5)$$

$$\epsilon_{0.5} = a_2 d_0^{n_2} \dot{\epsilon}^{m_2} \exp(Q_2/RT) \quad (6)$$

式中, X_{dix} 为材料在热变形时的再结晶分数, $\epsilon_{0.5}$ 为材料在热变形时,其再结晶分数达到 50% 时对应的应变, Q_2 为再结晶百分数达到 50% 时的再结晶激活能,单位是 J/mol, d_0 为材料的初始晶粒尺寸; $\dot{\epsilon}$ 为材料在热变形时的应变速率, R 为气体常数, β_d 、 k_d 、 a_2 、 n_2 、 m_2 及 Q_2 为待求参数。动态再结晶过程符合 Johnson-Mehl-Avrami (JMA) 方程,其表达式如式(7)所示。系数 n 和 b 与变形参数 Z 有关,那么式(7)可改为式(8):

$$X_{\text{dix}} = 1 - \exp(-bt^n) \quad (7)$$

$$X_{\text{dix}} = 1 - \exp(-b(Z)t^{n(Z)}) \quad (8)$$

式中, X_{dix} 为动态再结晶体积分数,单位为%, $b(Z)$ 和 $n(Z)$ 表示与变形参数 Z 有关的函数。其中, t 为变形时间,即:

$$t = \epsilon / \dot{\epsilon} \quad (9)$$

假定应变量 ϵ 达到临界应变 ϵ_c 时,动态再结晶的体积分数为 0.5%; 达到稳态应变 ϵ_s 时即达到完全再结晶时对应的动态再结晶体积分数为 95%, 上式又可改写为:

$$X_{\text{dix}} = 0.005 = 1 - \exp(-b(Z)t_c^{n(Z)}) \quad (10)$$

$$X_{\text{dix}} = 0.95 = 1 - \exp(-b(Z)t_s^{n(Z)}) \quad (11)$$

由上式(10)、(11)中可以推导出下式:

$$n(Z) = \frac{\ln \left[\frac{\ln(1-0.005)}{\ln(1-x)} \right]}{\ln \frac{t_c}{t_s}} \quad (12)$$

$$b(Z) = -\frac{\ln(1-0.005)}{t_c^{n(Z)}} \quad (13)$$

式中, $t_c = \epsilon_c / \dot{\epsilon}$, $t_s = \epsilon_s / \dot{\epsilon}$, 单位为 s。由前文可知, $\epsilon_c = 0.625 \epsilon_p$ 。

ϵ_s 为稳态应变,取唯象型分段本构模型对真应力-真应变曲线的延拓,为应力值达到稳态应力时的应变值,延拓方法已在之前研究中详细阐述^[18]。将各变形条件下参数代入式(12)和式(13),可得与变形参数相对应的 $b(Z)$ 和 $n(Z)$, 如表 2 所示。将表中各温度、应变速率的 $b(Z)$ 和 $n(Z)$ 代入式(8),可得该变形参数下的动态再结晶体积分数的表达式,并代入各变形参数即可得各变形条件下的动态再结晶分数,如表 3 所示。

由表 3 可得,随着应变的增加,动态再结晶体积分数先缓慢增加,后加速增大,在低应变下仅发生较少再结晶,随着变形量的增加,每增加 0.2 真应变时,动态再结晶体积分数的增量越来越大。根据不同变形条件下的动态再结晶动力学模型,建立动态再结晶动力学预测曲线如图 7 所示,由图可知,550 °C 下,应变速率对动态再结晶体积分数影响不大;对于更高温度的变形条件,变形温度越高,应变速率越低,动态再结晶的发生越快。动态再结晶动力学曲线呈“S”型,动态再结晶初始阶段再结晶速率较低,随着变形程度(真应变)的增加,动态再结晶速率逐渐增大;当动态再结晶体积分数达到 50% 时,再结晶速率达到最大值,随着试样继续变形,动态再结晶速率开始逐渐减小。故对于真应变为 1.2 时再结晶体积分数大于 50% 的曲线,其呈现出“S”型曲线特征。根据动力学曲线可以预测,若继续提高变形温度或降低应变速率,动态再结晶体积分数可达到 100%,且随着变形温度的升高或应变速率的降低,曲线向左移动,即动态再结晶速率增大,仅需较小应变即可达到相同的再结晶分数。

表 2 不同变形条件下的 $b(Z)$ 和 $n(Z)$ 值

Table 2 $b(Z)$ and $n(Z)$ values under different deformation conditions

$T/^\circ\text{C}$	$\dot{\varepsilon}/\text{s}^{-1}$	ε_p	ε_c	ε_s	t_c/s	t_s/s	$n(Z)$	$b(Z)$
550	0.01	0.39	0.243 75	2.2	24.375	220	2.905 817 638	$4.675\ 73\times 10^{-7}$
550	0.1	0.39	0.243 75	2.25	2.4375	22.5	2.876 435 961	0.000 386 4
600	0.01	0.26	0.1625	1.6	16.25	160	2.795 266 588	$2.067\ 28\times 10^{-6}$
600	0.1	0.38	0.2375	2.08	2.375	20.8	2.946 143 687	0.000 392 012
650	0.01	0.2	0.125	1.42	12.5	142	2.630 758 001	$6.521\ 59\times 10^{-6}$
650	0.1	0.3	0.1875	1.9	1.875	19	2.760 565 309	0.000 883 935
650	1	0.35	0.218 75	2.26	0.218 75	2.26	2.737 678 429	0.321 416 348
650	10	0.42	0.2625	2.4	0.026 25	0.24	2.888 874 393	184.924 678
700	0.01	0.14	0.0875	1.32	8.75	132	2.355 782 6	$3.026\ 16\times 10^{-5}$
700	0.1	0.18	0.1125	1.9	1.125	19	2.261 683 406	0.003 840 318
700	1	0.32	0.2	2.2	0.2	2.2	2.666 088 43	0.366 078 186
700	10	0.4	0.25	2.36	0.025	0.236	2.847 717 683	182.924 794 7

表 3 不同变形条件下的动态再结晶体积分数

Table 3 Dynamic recrystallization volume fraction under different deformation conditions

$T/^\circ\text{C}$	$\dot{\varepsilon}/\text{s}^{-1}$	True strain					
		0.2	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2
550	0.01	0.002 817	0.020 920	0.066 375	0.146 531	0.261 423	0.402 332
550	0.1	0.002 833	0.020 621	0.064 699	0.141 878	0.252 274	0.388 090
600	0.01	0.008 916	0.060 277	0.175 609	0.350 507	0.553 026	0.738 284
600	0.1	0.003 017	0.023 015	0.074 004	0.164 266	0.292 694	0.447 082
650	0.01	0.017 112	0.101 386	0.267 013	0.484 232	0.696 047	0.853 959
650	0.1	0.005 972	0.039 780	0.116 907	0.240 489	0.399 092	0.569 368
650	1	0.003 914	0.025 821	0.076 312	0.160 111	0.274 879	0.411 083
650	10	0.002 282	0.016 782	0.053 140	0.117 821	0.212 465	0.332 656
700	0.01	0.034 532	0.164 634	0.373 466	0.601 794	0.789 360	0.908 669
700	0.1	0.018 248	0.084 528	0.198 245	0.345 260	0.504 177	0.653 398
700	1	0.005 000	0.031 314	0.089 516	0.182 849	0.306 551	0.448 559
700	10	0.002 652	0.018 932	0.058 842	0.128 543	0.228 755	0.353 742

由图 7 可获得不同变形条件下的 $\varepsilon_{0.5}$ 值, 由图中可知仅少量曲线在实验最大变形量 70% (真应变 1.2) 再结晶百分数达到 50%, 为增加拟合数据以提高模型精度, 采用公式法计算不同变形条件下的 $\varepsilon_{0.5}$ 值, 计算方法为令 X_{dtx} 为 0.5, 结合各变形条件的 $b(Z)$ 和 $n(Z)$ 及应变速率代入式 (8) 中, 可得该变形条件下 $\varepsilon_{0.5}$ 值, 计算结果如表 4 所示。

对式(6)两边同时取对数, 将峰值应变模型由指数模型转变为线性模型:

$$\ln \varepsilon_{0.5} = \ln a_2 + n_2 \ln d_0 + m_2 \ln \dot{\varepsilon} + Q_2 / RT \quad (14)$$

由于本研究未考虑初始晶粒尺寸对动态再结晶体积分数为 50% 时应变值的影响, 故 $n_2=0$ 。利用高温低应变速率下的 $\varepsilon_{0.5}$ 值进行线性拟合, 各热变形条件下

的斜率取平均值可得: $m_2=0.091\ 605$, $Q_2=21\ 643.3\ \text{J/mol}$ 。结合 m_2 , Q_2 及表 4 中 700 $^\circ\text{C}$, 0.01 s^{-1} 变形条件下的 $\varepsilon_{0.5}$ 值可得 $a_2=0.074\ 57$ 。从而获得 $\varepsilon_{0.5}$ 的表达式:

$$\varepsilon_{0.5} = 0.074\ 57 \dot{\varepsilon}^{0.091605} \exp(21\ 643.3 / RT) \quad (15)$$

将式(5)进行变换可得:

$$\ln[-\ln(1 - X_{\text{dtx}})]_{\varepsilon_{0.5}} = \ln \beta_d + k_d \ln\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_{0.5}}\right) \quad (16)$$

将各个变形条件下的真应变为 1.2 时的 X_{dtx} 值、 ε_c 值及 $\varepsilon_{0.5}$ 值代入线性模式的公式(16), 并进行线性拟合, 通过计算可得 $k_d=2.056\ 92$, $\beta_d=1.0013$ 。从而获得 X_{dtx} 的表达式:

$$X_{\text{dtx}} = 1 - \exp\left[-1.0013 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_{0.5}}\right)^{2.056\ 92}\right] \quad (17)$$

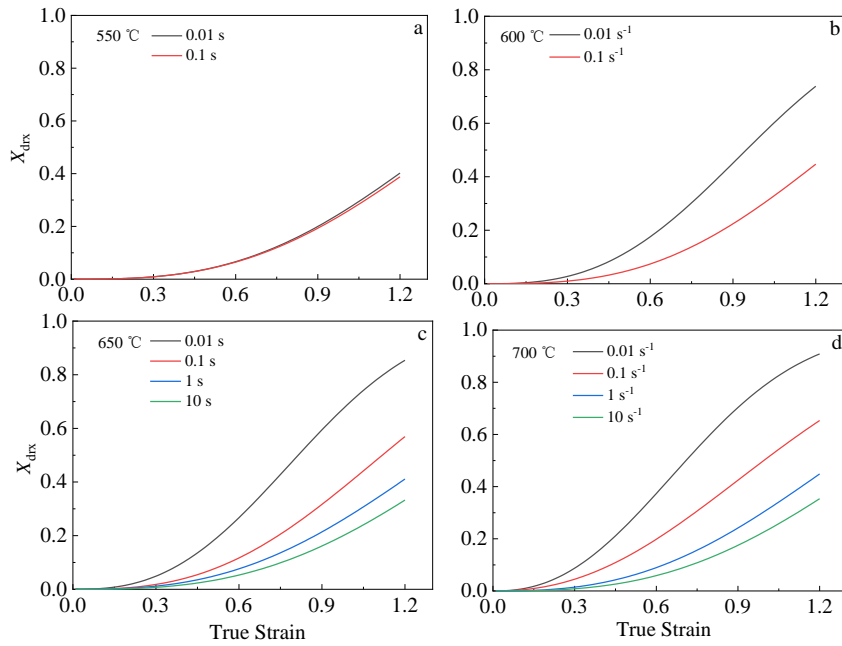


图 7 不同温度和应变速率下的再结晶体积分数

Fig.7 Dynamic recrystallization volume fraction at different strain rates and temperatures: (a) $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$, (b) $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$, (c) $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$, and (d) $T=700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 表 4 不同变形条件下的 $\epsilon_{0.5}$ 值Table 4 $\epsilon_{0.5}$ value under different deformation conditions

Temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Strain rate/ s^{-1}			
	0.01	0.1	1	10
550	1.33	1.35	-	-
600	0.95	1.27	-	-
650	0.81	1.12	1.32	1.45
700	0.71	0.99	1.27	1.41

2.4 动态再结晶分数预测模型验证

利用 EBSD 数据中的 GOS (grain orientation spread) 值判断动态再结晶晶粒, GOS 为晶粒内部平均取向与晶粒内其它像素点取向差的平均值。鉴别依据为再结晶晶粒的 GOS 值小于变形晶粒。通常采用 $\text{GOS}=2^{\circ}$ 为标准来鉴别是否为动态再结晶晶粒, 若 $\text{GOS}\leq 2^{\circ}$, 认定该晶粒为动态再结晶晶粒, 反之则认为是变形晶粒。这从与形貌的契合度上判断是正确的, 但是 Hadadzadeh^[20]认为, 将 GOS 的阈值定为 2 只能鉴别出新生成的动态再结晶晶粒, 而动态再结晶是一个持续进行的动态过程, 在较低的应变下生成的动态再结晶晶粒会在较高的应变下发生变形及长大, 这将导致其 GOS 值增加, 因此, 若仅认定 $\text{GOS}\leq 2^{\circ}$ 为动态再结晶晶粒, 将导致统计结果比实际值偏小。对此, 他进行

了系统性的研究, 并最终提出了新的 GOS 判断标准, 即采用 $\text{GOS}=5^{\circ}$ 为标准来鉴别是否为动态再结晶晶粒, 并以此为标准建立了 Mg-Zn-Zr 合金的动态再结晶模型^[21]。该鉴别标准受到了越来越广泛的适用^[22-24]。因此本研究采用 $\text{GOS}\leq 5^{\circ}$ 为标准以鉴别动态再结晶晶粒。

为验证动态再结晶预测模型的准确性, 选取 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} ; $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} ; $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 s^{-1} 下变形的试样进行 EBSD 实验, 并根据不同 GOS 标准分辨率动态再结晶晶粒, 如图 8 所示, 其中, 图 8a, 8b, 8c 分别为 3 种条件下变形后的晶粒取向图, 图 8d, 8e, 8f 为 $\text{GOS}\leq 5^{\circ}$ 的晶粒取向图。表 5 所示为 $\text{GOS}\leq 5^{\circ}$ 所选取晶粒的体积分数。根据 Hadadzadeh 的理论, 锆合金在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} ; $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} ; $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 s^{-1} 变形条件下压缩 70% 的动态再结晶体积分数分别为 86.8%、71.3%、47.7%, 由表 3 计算得到的相同变形条件下的动态再结晶预测模型的预测值为 90.9%、73.8%、44.9%, 对比可知动态再结晶预测模型可以较准确地对动态再结晶体积分数进行预测。

从图 8 及表 5 可知, 代表“新”生成的动态再结晶晶粒的 $\text{GOS}\leq 5^{\circ}$ 的晶粒随着温度的升高及应变速率的降低而增大, 这是因为温度及应变速率导致动态再结晶速率的变化。温度越高, 应变速率越低, 动态再结晶速率越高, 新生成动态再结晶晶粒的速率相对于较早生成的动态再结晶晶粒变形长大的速率就越高,

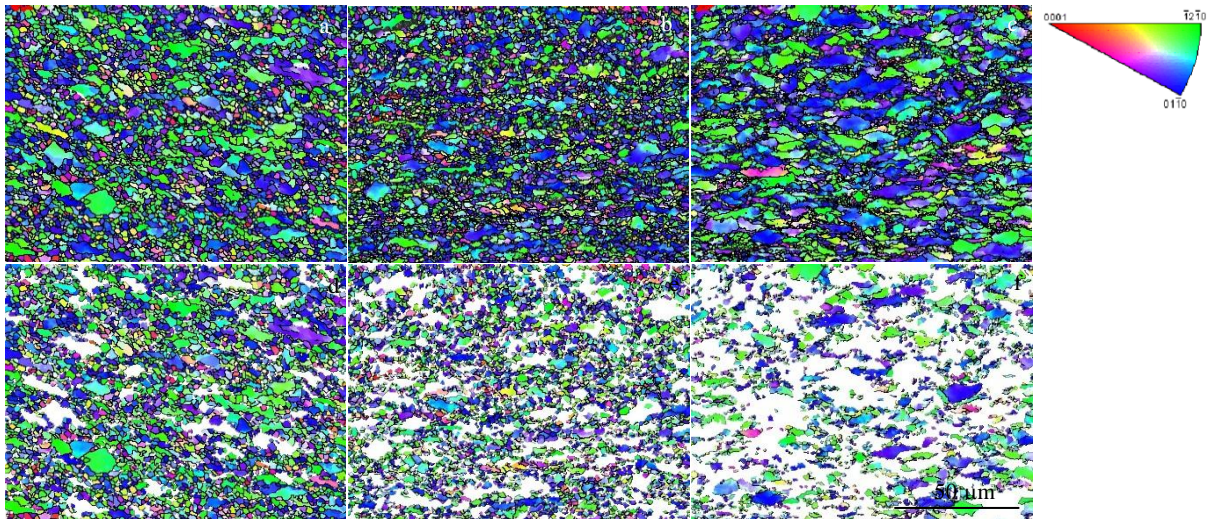


图 8 不同温度和应变速率下的晶粒取向图及再结晶取向图

Fig.8 IPF (a~c) and DRX orientation (GOS≤5°) (d~f) maps at various temperatures and strain rates: (a, d) 700 °C, 0.01 s⁻¹; (b, e) 600 °C, 0.01 s⁻¹; (c, f) 700 °C, 1 s⁻¹

表 5 实验与预测再结晶体积分数对比

Table 5 Comparison of DRX volume fraction between experimental and predicted results (%)

Deformation condition	Predicted results	Experimental results	Relative error
700 °C, 0.01 s ⁻¹	90.9	86.8	4.72
600 °C, 0.01 s ⁻¹	73.8	71.3	3.51
700 °C, 1 s ⁻¹	44.9	47.7	5.87

“新”生成的动态再结晶晶粒占动态再结晶体积分数将继续增加，最终变形组织将被完全等轴化的细小动态再结晶晶粒所取代。

3 结 论

1) 根据温度修正后的铝合金热变形力学行为建立了动态再结晶模型，并用 EBSD 实验结果表征的再结晶分数验证了模型可以较准确地进行预测。

2) 根据变形后试样组织及温度修正后的真应力-真应变曲线建立了动态再结晶模型如下：

临界应变模型：

$$\epsilon_c = 0.006971\epsilon^{0.09649} \exp(26582.4/RT)$$

动态再结晶体积分数模型：

$$X_{drx} = 1 - \exp\left[-1.0013\left(\frac{\epsilon - \epsilon_c}{\epsilon_{0.5}}\right)^{2.05692}\right]$$

$$\epsilon_{0.5} = 0.07457\epsilon^{0.091605} \exp(21643.3/RT)$$

参考文献 References

[1] Murty K L, Charit I. *Progress in Nuclear Energy*[J], 2006, 48(4): 325

[2] Yang Feng(杨 锋), Wei Beiling(尉北玲), Wang Xufeng(王旭峰). *Metal World(金属世界)*[J], 2016(3): 24

[3] Liu Wenqing(刘文庆), Li Qiang(李 强), Zhou Bangxin(周邦新) *et al. Nuclear Power Engineering(核动力工程)*[J], 2003(1): 33

[4] Yao Meiyi(姚美意), Li Shilu(李士炉), Zhang Xin(张 欣) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2011, 47(7): 865

[5] Liang Nan(梁 楠), Zhang Jinlong(张金龙), Yuan Gaihan(袁改焕) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2017, 46(1): 201

[6] Zhang Shiquan(张世权). *Nuclear Power Engineering(核动力工程)*[J], 1987(1): 17

[7] Wang Weiguo(王卫国), Zhou Bangxin(周邦新). *Nuclear Power Engineering(核动力工程)*[J], 1994(2): 158

[8] IAEA. *Review of Fuel Failures in Water Cooled Reactors*[M]. Vienna: IAEA, 2010

[9] Xu Bin(徐 滨), Yu Junhui(于军辉), Sun Guocheng(孙国成) *et al. Metal World(金属世界)*[J], 2017(4): 28

[10] Sellars C M. *Materials Science and Technology*[J], 1990, 6(11): 1072

[11] Sellars C M, Whiteman J A. *Metal Science*[J], 1979, 13(3-4): 187

[12] Liu Z Y, Wang W D, Gao W. *Journal of Materials*

- Processing Technology*[J], 1996, 57(3-4): 332
- [13] Kim S I, Lee Y, Lee D L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 355(1-2): 384
- [14] Karhausen K, Kopp R, Souza M M D. *Scandinavian Journal of Metallurgy*[J], 1991, 20(6): 351
- [15] Liu J J, Wang K L, Lu S Q *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2020, 531: 151 993
- [16] Saxena K K, Suresh K S, Kulkarni R V *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 741: 281
- [17] Saxena K K, Pancholi V. *Metals and Materials International*[J], 2021, 27: 2106
- [18] Song Guangsheng(宋广胜), Niu Jiawei(牛嘉维), Song Hongwu(宋鸿武) *et al. Journal of Materials Engineering(材料工程)*[J], 2022, 50(3): 10
- [19] Poliak E I, Jonas J J. *Acta Materialia*[J], 1996, 44(1): 127
- [20] Hadadzadeh A, Mokdad F, Wells M A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 709: 285
- [21] Hadadzadeh A, Mokdad F, Wells M A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 720: 180
- [22] Ji H C, Cai Z M, Pei W C *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2020, 9(3): 4340
- [23] Zeng Q H, Luan B F, Qiu X *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 787: 318
- [24] Zeng Q H, Luan B F, Wang Y H *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 145: 444

Hot Deformation Behavior and Dynamic Recrystallization Modeling of Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe Alloy

Wu Zhiqiang¹, Deng Siying², Liu Huan^{2,3}, Song Hongwu², Wang Ben⁴, Zhang Shihong²

(1. State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(3. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

(4. State Nuclear Bao Ti Zirconium Industry Company, Baoji 721013, China)

Abstract: Dynamic recrystallization (DRX) affects the microstructure, texture evolution and final mechanical properties of zirconium alloys during hot rolling. In this study, hot compression tests were performed on Gleeble 3800 tester at temperatures between 550 °C and 700 °C with strain rates between 0.01 s⁻¹ and 10 s⁻¹ to investigate dynamic recrystallization behavior of Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe. Critical strains for initiation of dynamic recrystallization and peak strains were identified through the analysis of work hardening rate from measured stress-strain results. Dynamic recrystallization was identified by the softening in the flow stress during plastic deformation and quantified as the difference between a calculated dynamic recovery curve and the measured stress-strain curve. Dynamic recrystallization was modeled using calculated critical strain, peak strain, and volume fraction of dynamic recrystallization. Finally, the dynamic recrystallization model of Zr-1.0Sn-1.0Nb-0.1Fe was verified by the volume fraction of dynamic recrystallization measured from electron backscattered diffraction results.

Key words: zirconium alloy; hot compression; constitutive models; dynamic recrystallization

Corresponding author: Deng Siying, Ph. D., Assistant Researcher, Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83970203, E-mail: sydeng@imr.ac.cn