

纯锆晶界强化的取向依赖性机制研究

李智宇¹, 宋国栋¹, 张聪惠¹, 何晓梅¹, 侯智敏², 李 宁²

(1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院, 陕西 西安 710055)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: Hall-Petch斜率 k 表示晶界强化的程度, 本研究报道了纯锆的 k 值具有强烈的取向依赖性, 即纯锆板材沿RD拉伸的 k 值 ($84 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$) 远低于TD拉伸的 k 值 ($220 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$), 其中RD和TD分别为板材的轧制方向和横向。结合实验与粘塑性自洽模型, 分析了纯锆板材的变形机制, 板材晶粒尺寸随退火温度的升高而增大, 且织构类型不发生变化。不同加载方向的变形机制不同, 即沿RD拉伸时以柱面滑移为主导, 沿TD拉伸时柱面滑移和基面滑移共同协调变形, 并且沿TD拉伸激活了 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶。基于相邻晶粒的激活应力差 σ_a 和几何协调因子 m' , 揭示了纯锆板材 k 值的取向依赖性机制。结果表明, 沿RD拉伸的相邻晶粒的几何协调因子 m' (0.67) 与沿TD拉伸的相邻晶粒的几何协调因子 (0.71) 相近, 而沿TD拉伸的相邻晶粒的激活应力差 σ_a (103.72 MPa) 远高于沿RD拉伸的相邻晶粒的激活应力差 (32.17 MPa), 导致沿TD拉伸比沿RD拉伸具有更高的 k 值。

关键词: 纯锆; Hall-Petch关系; 晶界; 晶体取向

中图分类号: TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2025)08-2041-10

1 引言

随着工业技术的发展, 锆及其合金因其优异的力学性能和抗腐蚀性能, 已成为非常重要的结构材料^[1], 其在石油化工、航空航天、核能等关键领域的应用前景十分广阔^[2-4]。对于具有密排六方晶体结构(hexagonal closed-pack, hcp)的锆及其合金, 其塑性变形行为非常复杂, 在室温下通常由滑移主导变形, 柱面滑移 $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 由于具有较低的临界剪切应力值(critical resolved shear stress, CRSS), 因此是最容易激活的变形模式^[5-7], 而基面滑移 $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, 锥面 $\langle a \rangle$ 滑移 $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 和锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移 $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ 的CRSS值高于柱面滑移, 导致在室温下更难被激活^[8]。在锆合金塑性变形过程中, 孪生也是非常重要的塑性变形机制, 孪生类型分为拉伸孪生($\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ 和 $\{11\bar{2}1\} \langle 11\bar{2}6 \rangle$)和压缩孪生($\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$ 和 $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$)。通常情况下, $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶在锆合金变形过程中最为常见。滑移和孪生在变形过程中的激活程度与初始织构和加载方向密切相关。

晶粒细化是提高锆合金力学性能的有效途径, 包括表面纳米化和等径弯曲通道变形(ECAP)等工艺。辛超等^[9]通过对Zr-4合金施加表面机械滚压以实现表面纳米

化, 使Zr-4合金的屈服强度从329 MPa提高到352 MPa。杨西荣等人^[10]将ECAP和旋锻复合工艺应用于制备超细晶纯锆, 成功使晶粒尺寸从17 μm 细化到0.25 μm , 屈服强度从245 MPa提高到711 MPa。晶粒尺寸与屈服强度的关系可以用Hall-Petch关系式来量化描述^[11-12]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (1)$$

其中, σ_y 是屈服强度, σ_0 是位错滑移在晶粒内部的摩擦应力, d 是晶粒直径, k 是Hall-Petch斜率, 是反映晶界强化程度的重要参数。 k 值大小受很多材料特性及变形条件的影响, 例如: 临界剪切应力^[13]、应变^[14]、变形温度和晶体取向^[15]等。

已有大量研究表明, 面心立方结构^[13](face centered cubic, fcc)和体心立方结构^[16-17](body centered cubic, bcc)材料的 k 值有较低的织构依赖性。然而, 具有hcp结构的镁合金和钛合金的 k 值具有强烈的织构依赖性^[18]。Hall-Petch关系与材料的力学各向异性密切相关。Liu等^[19]研究了Zircaloy-4合金板材的力学各向异性, Zircaloy-4合金板材具有从ND向TD倾斜30°的织构, 分别沿着RD方向和TD方向拉伸, 屈服强度从407 MPa增加到432 MPa。其中, RD、TD和ND分别代表板材的轧制方向(rolling direction, RD), 板材横向(transverse direction, TD)和板材的法向(normal direction, ND)。类

收稿日期: 2024-08-21

基金项目: 国家自然科学基金(52275161); 陕西省重点产业创新链项目(2023-ZDLGY-20); 陕西省科技创新团队(2023-CX-TD-50); 陕西省国际科技合作基地(2020GHJD-10); 陕西省国际科技合作计划(2024GH-ZDXM-01)

作者简介: 李智宇, 男, 1999年生, 硕士, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, E-mail: zy1527482275@163.com

似地, Deng 等^[20]研究了 Zircaloy-4 合金管材的力学各向异性, 沿着管材长度方向拉伸的屈服强度为 360 MPa, 而沿着管材径向拉伸的屈服强度达到 570 MPa。Xu 等^[21]通过粘塑性自洽模型(visco plastic self-consistent, VPSC)建立了 Zircaloy-2 合金板材的力学各向异性与变形模式的关系, 结果表明沿 TD 拉伸的屈服强度高于 RD 拉伸的屈服强度, 这归因于沿 TD 拉伸时基面滑移的激活占比高于沿 RD 拉伸。由于基面滑移具有较高的临界剪切应力值, 可以贡献更高的屈服强度, 导致沿 TD 拉伸的屈服强度高于 RD 拉伸的屈服强度。综上所述, 研究表明锆及其合金具有显著的力学各向异性, 并且与材料的变形机制密切相关。因此, 锆及其合金的晶界强化具有强取向依赖性。

对于锆及其合金, 晶体学取向对力学行为有显著影响, 然而, 锆及其合金晶界强化的取向依赖性鲜有报道。本工作系统研究了不同初始取向 Zr702 中的 Hall-Petch 关系, 发现其 k 值具有强烈的取向依赖性, 通过实验与 VPSC 模型相结合, 深入分析了 k 值与织构相关的取向依赖性机理。

2 实验

本研究使用的材料为热轧退火态的工业纯锆板(Zr702), 厚度为 20 mm。为制备不同晶粒尺寸的板材, 将原始板材在不同温度进行退火, 具体参数列于表 1 中。采用 Image J 软件测量晶粒尺寸, 为了获得具有统计意义的结果, 每个样品至少统计 1000 个晶粒。为分析纯锆中取向对 Hall-Petch 关系的影响, 2 种加载方式均在室温下进行, 即沿板材 RD 和 TD 进行拉伸。拉伸试样标距段长度为 20 mm, 拉伸应变速率为 10^{-3} s^{-1} 。力学性能测试使用的是 WDW-300 微机控制电子万能试验机, 为保证结果的可靠性, 每种晶粒尺寸的样品都进行了 3 次重复实验。样品的显微组织和织构通过配有电子背散射衍射(electron backscatter diffraction, EBSD)探头的扫描电子显微镜(scanning electron microscope, SEM)设备进行表征。使用氢氟酸:硝酸:乳酸体积比为 2:9:9 的混合溶液进行腐蚀处理。EBSD 数据通过 Channel 5 软件进行处理分析。

3 VPSC 模拟

VPSC 模型是由 Lebensohn 和 Tomé^[22]提出, 用来研究多晶体的力学行为。在 VPSC 模型中, 晶粒被简化为粘塑性的椭圆形球体, 嵌入均匀有效的介质中并与介质相互作用, 有效介质被看作多晶聚集体^[22-23]。局部粘塑

性本构行为用应力与应变率之间的幂率关系来表示。偏应变速率 $\dot{\epsilon}_{ij}$ 被描述为各滑移/孪生系统的偏应力 σ_{kl} 和 Schmid 因子张量 m_{kl}^s 的函数:

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \dot{\gamma}_0 \sum_s m_{ij}^s \left(\frac{m_{kl}^s \sigma_{kl}}{\tau^s} \right)^n \quad (2)$$

其中, $\dot{\gamma}_0$ 表示变形模式的剪切速率, τ^s 代表变形模式的临界剪切应力, m_{ij}^s 代表与变形模式 s 相关的施密特因子张量的分量, 指数 n 反映应变率敏感性, 对于 hcp 结构材料, 指数 n 通常为 20。

采用 Voce 硬化模型对变形模式的硬化响应进行建模。晶粒中的应力随累积剪应变的演化规律可用 Voce 硬化模型描述如下:

$$\tau^s = \tau_0^s + (\tau_1^s + \theta_1^s \Gamma) \left[1 - \exp \left(-\Gamma \left| \frac{\theta_0^s}{\tau_1^s} \right| \right) \right] \quad (3)$$

其中, τ_0 和 τ_1 、 θ_0 和 θ_1 分别代表变形模式的初始临界剪切应力、稳态临界分解剪切应力、初始硬化率和最终硬化率, Γ 代表晶粒内部的累积剪切, s 代表整个系统。此外, 考虑了位错引起的潜在硬化模量 $h^{ss'}$ 对其它变形模式(s')的影响。计算公式如下:

$$\Delta \tau^s = \frac{d\tau^s}{d\Gamma} \sum h^{ss'} \Delta \gamma^{s'} \quad (4)$$

其中, $\Delta \gamma^{s'}$ 为变形模式的剪切应变的增量, $\Delta \tau^s$ 表示滑移/孪生的临界剪切应力增量。采用孪生主导旋转法(predominant twin reorientation, PTR)来解释孪生引起的晶粒再取向。已有研究表明, Affine 自洽方案被认为能更好地模拟锆合金力学性能^[24-26]。在本研究的 VPSC 模型中, 变形模式考虑了基面滑移、柱面滑移、锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移和 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生。实验确定的初始织构由 2500 个等效的晶粒表示, 并用于 VPSC 模型中。

4 结果与分析

4.1 微观组织和织构

图 1 展示了不同退火热处理后的锆板材的微观结构, 从各板材的晶界取向差角分布图中可以看出, 所有观察的板材绝大部分晶界为晶界取向差角 θ 大于 15° 的大角度晶界, 说明试样在退火过程中的静态再结晶行为进行得非常充分。随着退火温度的升高, 板材晶粒尺寸增大。板材在不同退火条件下的极图如图 2 所示, 所有板材均为典型的轧制织构, 即(0001)极图中从 ND 向 TD 方向倾斜大约 $\pm(20^\circ \sim 60^\circ)$ 的双峰织构。通过对比不同退火条件板材的极图可以看出, 不同样品中各织构是相似的,

表 1 纯锆板材的退火条件及样品的名称

Table 1 Annealing conditions and designation of pure zirconium plates

Sample	Plate 1	Plate 2	Plate 3	Plate 4
Annealing condition	600 °C/1 h	650 °C/1 h	750 °C/1 h	800 °C/1 h+800 °C/1 h

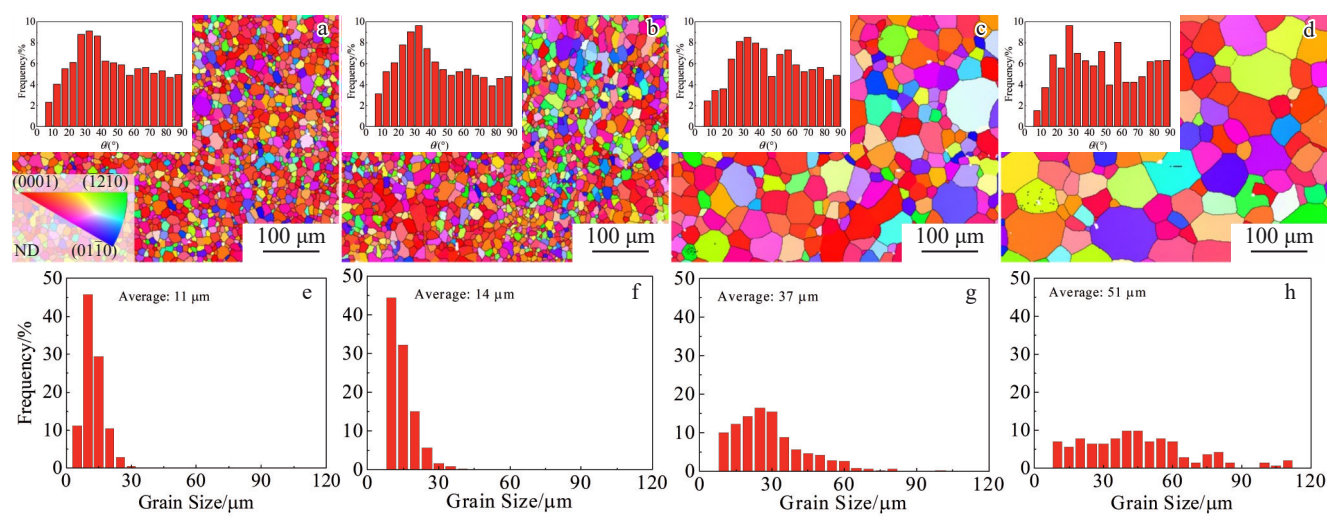


图1 不同退火处理后铅板的反极图和晶粒尺寸分布

Fig.1 Inverse pole figures (a–d) and grain size distributions (e–h) of zirconium plates after various annealing treatments: (a, e) plate 1, (b, f) plate 2, (c, g) plate 3, and (d, h) plate 4

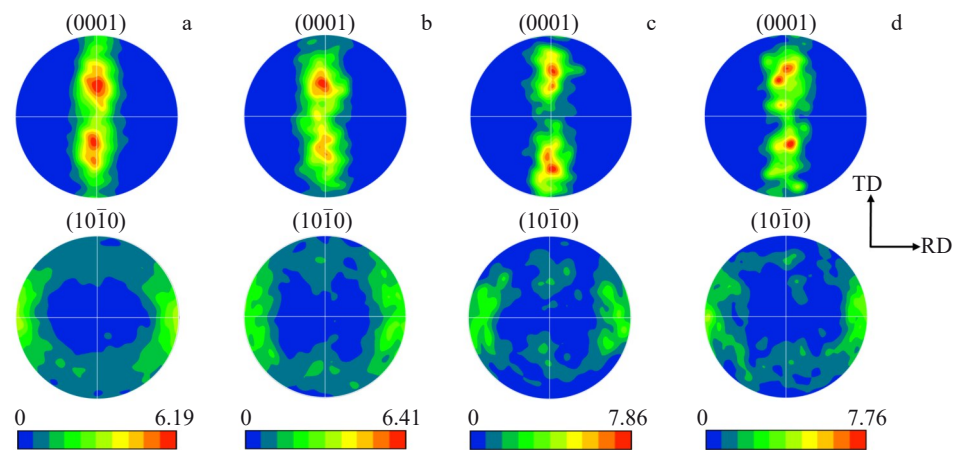


图2 不同退火工艺下铅板材的极图

Fig.2 Pole figures of zirconium plates under various annealing processes: (a) plate 1, (b) plate 2, (c) plate 3, and (d) plate 4

织构强度也基本不变。这表明纯锆板材的织构特征在不同退火热处理后不发生改变。

4.2 Hall-Petch 关系

不同晶粒尺寸板材拉伸的真应力-应变曲线如图3所示,不同晶粒尺寸样品的力学曲线特征基本一致。2种方向拉伸的力学曲线在屈服以后均发生了加工硬化现象。沿着TD拉伸和沿着RD拉伸的真应力-应变曲线具有不同的趋势,沿RD拉伸的曲线没有明显的屈服点现象,而沿TD拉伸的曲线有明显的屈服点现象,这通常与不同加载方向的变形机制密切相关。不同晶粒尺寸板材沿不同加载方向下的屈服强度如表2所示,沿TD拉伸时的屈服强度高于沿RD拉伸的屈服强度。不同加载方向下板材的屈服强度都随着晶粒尺寸的增加而减小。沿RD拉伸和TD拉伸条件下不同晶粒尺寸板材的屈服强度与晶粒尺寸变化的关系如图4所示。结果显示,沿着

RD拉伸和TD拉伸条件下板材的屈服强度的变化与晶粒尺寸的变化($d^{-1/2}$)呈线性关系,均遵循Hall-Petch关系。拟合所得的参数 σ_0 和 k 列于表3中。从表中可以看出,沿不同方向拉伸时,沿RD拉伸条件下的 k 值为 $84\text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$,沿TD拉伸的 k 值为 $220\text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$,表明纯锆中Hall-Petch关系的 k 值的大小与取向密切相关。

4.3 变形机制

通过VPSC模型模拟了沿RD和TD拉伸的真应力-应变曲线如图5所示,模拟和实验所得的真应力-应变曲线之间具有良好的一致性。VPSC模型只能从塑性变形阶段开始模拟,不包含弹性变形阶段,所以模拟的力学曲线是从屈服应力开始预测的。表4列出了用于VPSC模型模拟的参数,图6所示为不同变形机制相对活性的预测结果。由图6a可知,板材沿RD拉伸时,柱面滑移是主要的变形机制,这和晶粒 c 轴与其加载方向的夹角有关,

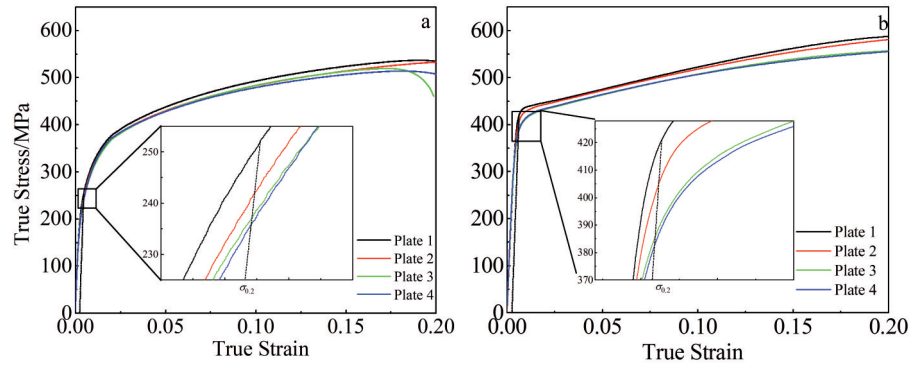


图3 纯锆板材沿RD方向和TD方向室温拉伸时的真应力-真应变曲线

Fig.3 True stress-true strain curves of the pure zirconium plate under tension along RD (a) and TD (b) at room temperature

表2 纯锆板材沿RD方向和TD方向室温拉伸的屈服强度

Table 2 Yield strengths of pure zirconium plates under tension along RD and TD at room temperature (MPa)

Sample	Plate 1	Plate 2	Plate 3	Plate 4
RD-tension	252.81	241.15	238.22	235.86
TD-tension	420.69	404.62	390.00	381.67

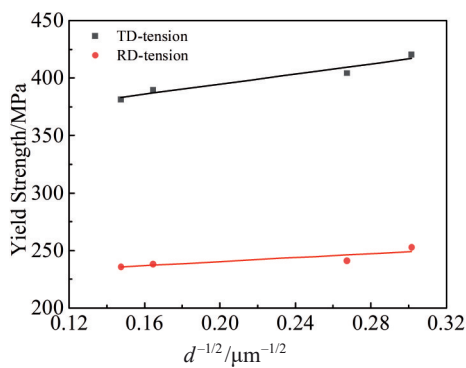
图4 板材拉伸时屈服强度与 $d^{-1/2}$ 的关系Fig.4 Relationship between yield strength and $d^{-1/2}$ of plates under tension along RD and TD

表3 板材拉伸时的Hall-Petch参数

Table 3 Hall-Petch parameters of plates along RD-tension and TD-tension

Parameter	RD-tension	TD-tension
σ_0/MPa	223	350
$k/\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$	84	220

沿RD拉伸时,大部分晶粒 c 轴与加载方向垂直,此时柱面滑移的施密特因子(Schmid factor, SF)值最大,并且柱面滑移的CRSS最小,因此柱面滑移最容易激活,其相对活性始终在80%左右。基面滑移与锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移的CRSS显著低于柱面滑移,它们的相对活性在10%左右。沿RD拉伸时 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶几乎未被激活。由图6b可知,

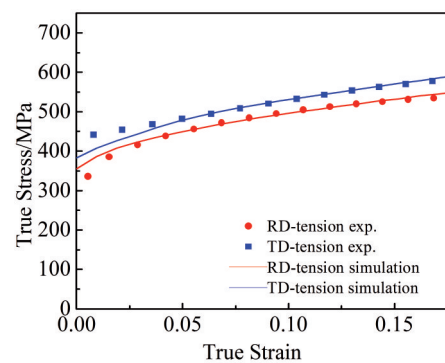


图5 VPSC模拟与实验的真应力-真应变曲线

Fig.5 True stress-true strain curves from VPSC simulation and experiment

表4 VPSC模拟中的Voce参数

Table 4 Voce hardening parameters used in VPSC model

Mode	τ_0/MPa	τ_1/MPa	θ_0	θ_1
Prismatic	70	30	1200	70
Basal	160	30	300	20
Pyramidal $\langle c+a \rangle$	255	70	550	160
$\{10\bar{1}2\}$ twinning	200	70	100	0

沿TD拉伸时板材的变形模式为柱面滑移和基面滑移共同主导,均在42%左右。在变形初期, $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶的相对活性达到10%,随着应变增加到10%, $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶几乎被耗尽,而锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移的相对活性增加,以继续协调 c 轴产生的应变。

如图1和图2所示,由于板材晶粒尺寸随退火条件发生很大的变化,然而织构类型几乎不变,这表明不同晶粒尺寸的试样沿相同方向加载时所启动的变形机制相似。在本研究中选取晶粒尺寸约为 $51 \mu\text{m}$ 的样品在10%拉伸应变处进行变形机制分析。RD拉伸与TD拉伸在应变10%处的反极图分布图(inverse pole figure, IPF)如图7a和7b所示,RD拉伸后的组织大多数晶粒内部颜色不均

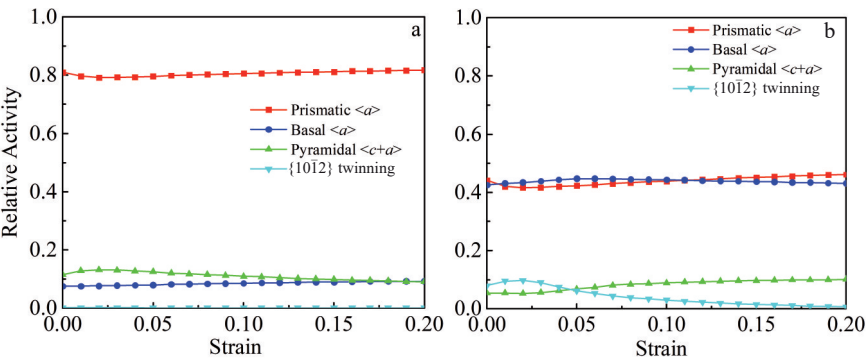


图6 沿不同方向加载时各滑移/孪生的相对活性随应变的变化规律
Fig.6 Changes of relative activity of slip and twinning with strain after loading along different directions: (a) RD and (b) TD

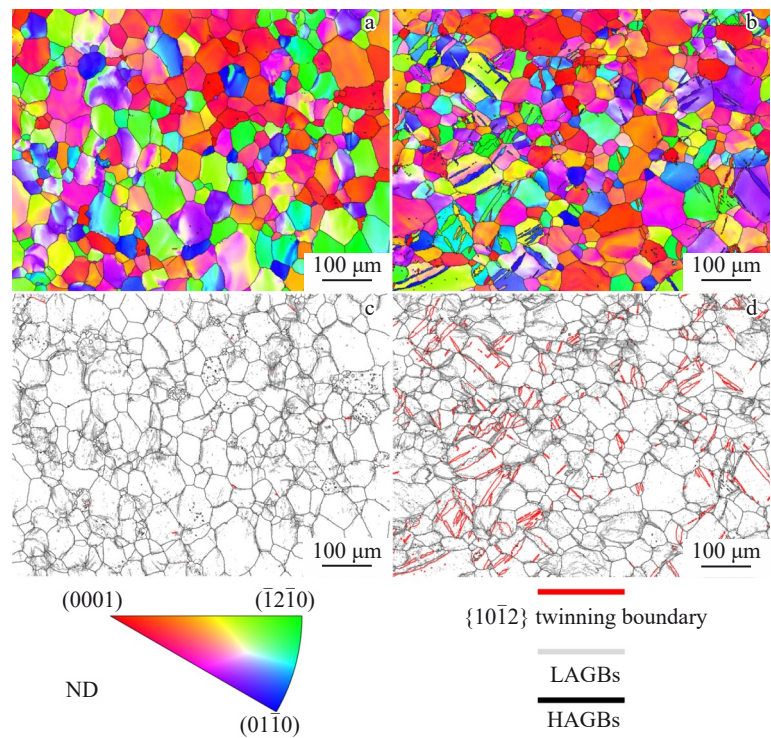


图7 纯锆板材沿RD和TD拉伸变形10%后的反极图与晶界图
Fig.7 Inverse pole figures (a–b) and grain boundary diagrams (c–d) of pure zirconium sheet after tension deformation of 10% along RD (a, c) and TD (b, d)

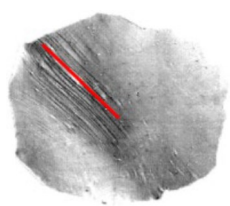
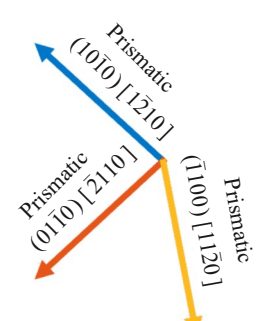
匀,这是由于变形过程中位错滑移的激活导致晶格旋转。TD拉伸后的许多晶粒中出现梭形组织,这些组织为孪晶。晶界图如图7c和7d所示,其中,黑色晶界是大角度晶界(high angle grain boundaries,HAGBs),灰色晶界是小角度晶界(low angle grain boundaries,LAGBs),红色晶界是 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶界。沿RD拉伸几乎没有 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶被激活,然而,沿TD拉伸的板材中有约22%晶粒激活 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶。

采用EBSD方法和滑移迹线分析方法进一步对纯锆板材沿RD和TD拉伸时的变形机制进行了分析。表5所示为使用滑移迹线分析方法来标定激活变形模式的示

例。为了得到具有统计意义的结果,沿RD和TD拉伸样品分别分析了200个以上的晶粒,统计了各个加载条件下纯锆中启动的基面滑移、柱面滑移、锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移和 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶所占的百分比,其统计结果如图8所示。从图中可以看出,RD拉伸条件下的柱面滑移所占比例为90.5%,有少量基面滑移和锥面滑移参与协调变形,没有 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶被激活。沿TD拉伸时的变形模式为柱面滑移和基面滑移共同主导,柱面滑移所占比例为46.9%,基面滑移所占比例为30.3%,同时有 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶被激活。从统计结果可以看出,实验所统计的沿RD与TD拉伸中各变形模式占比与VPSC模型模拟结果基本一致。

表5 拉伸10%应变处晶粒中的滑移系确定

Table 5 Determination of the active slip systems in grains at 10% strain during tension test

Slip system	Slip plane	Slip direction	SF	Theoretical $\theta/(^\circ)$	Experimental $\theta/(^\circ)$
$\langle a \rangle$ Basal slip	(0001)	[11 $\bar{2}$ 0]	0.029	21	134.23
	(0001)	[1 $\bar{2}$ 10]	0.231	21	
	(0001)	[$\bar{2}$ 110]	0.259	21	
$\langle a \rangle$ Prismatic slip	(1 $\bar{1}$ 00)	[11 $\bar{2}$ 0]	0.092	79.1	
	(10 $\bar{1}$ 0)	[1 $\bar{2}$ 10]	0.433	138	
	(01 $\bar{1}$ 0)	[$\bar{2}$ 110]	0.340	138	
$\langle c+a \rangle$ Pyramidal slip	($\bar{1}$ 011)	[$\bar{2}$ 11 $\bar{3}$]	0.248	20.8	
	($\bar{1}$ 011)	[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2 $\bar{3}$]	0.106	20.8	
	(10 $\bar{1}$ 1)	[11 $\bar{2}$ 3]	0.131	105	
	(10 $\bar{1}$ 1)	[2 $\bar{1}$ 1 $\bar{3}$]	0.130	105	
	(0 $\bar{1}$ 11)	[$\bar{1}$ $\bar{1}$ 2 $\bar{3}$]	0.150	33.1	
	(0 $\bar{1}$ 11)	[1 $\bar{2}$ 1 $\bar{3}$]	0.075	33.1	
	(01 $\bar{1}$ 1)	[$\bar{1}$ 21 $\bar{3}$]	0.132	91.6	
	(01 $\bar{1}$ 1)	[11 $\bar{2}$ 3]	0.041	91.6	
	(1 $\bar{1}$ 01)	[1 $\bar{2}$ 1 $\bar{3}$]	0.149	78.1	
	(1 $\bar{1}$ 01)	[2 $\bar{1}$ 1 $\bar{3}$]	0.2	78.1	
	($\bar{1}$ 101)	[$\bar{1}$ 21 $\bar{3}$]	0.459	52.1	
	($\bar{1}$ 101)	[$\bar{2}$ 11 $\bar{3}$]	0.473	52.1	

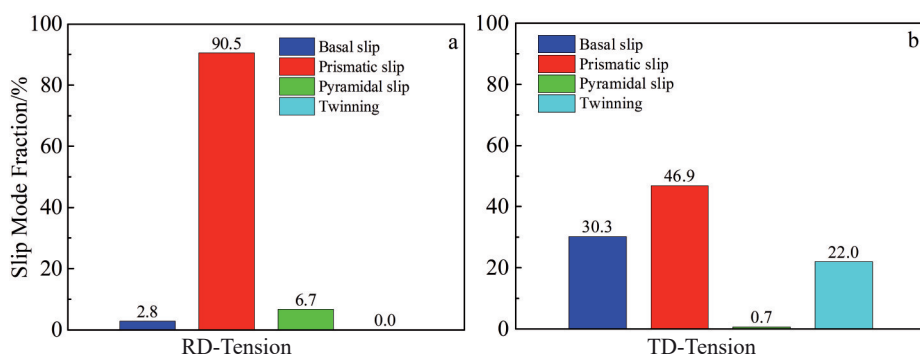


图8 10%拉伸变形后纯锆板材中各变形模式统计结果

Fig.8 Slip mode analysis for initiated slip systems of 10%-deformed pure zirconium plates: (a) RD-tension and (b) TD-tension

5 讨论

5.1 k 值的取向依赖性机制

Hall-Petch 关系斜率 k 值代表了材料在塑性变形过程中晶界对变形传递的阻碍程度, k 值越大, 表明晶界对

变形传递的阻碍作用越大, 晶界强化程度越高^[13,18,27]。

Yu^[15]和Guan^[27]等根据位错塞积理论提出, 可以用相邻晶粒之间激活变形模式的应力差 σ_d 和相邻晶粒间激活变形模式的几何协调因子 m' 这 2 个参数来解释取向对 k 值的

影响,并且这2个参数合理地解释了镁合金 Hall-Petch 关系中 k 值与取向的依赖性机制。本研究结果表明,hcp 结构的纯铝 Hall-Petch 关系中 k 值也表现出很强的取向依赖性,并且纯铝中晶界强化的强取向依赖性尚未报道。

Yu^[15]和 Guan 等^[27]提出与变形传递难易程度相关的2个参数,即相邻晶粒间的激活应力差 σ_d 和几何协调因子 m' , 计算方程如下:

$$\sigma_d = \frac{\tau_{c1}}{SF_1} - \frac{\tau_{c2}}{SF_2} \quad (5)$$

$$m' = \cos\alpha \cdot \cos\beta \quad (6)$$

其中, τ_{c1} 和 τ_{c2} 分别代表相邻两晶粒所激活变形模式的 CRSS 值, SF_1 和 SF_2 分别代表相邻2个晶粒激活变形模式对应的施密特因子, α 和 β 分别代表相邻晶粒之间滑移面法线的夹角和滑移方向之间的夹角。相邻晶粒间的激活应力差 σ_d 和几何协调因子 m' 分别代表外部应力引起的取向效应和取向对局部应力分切到滑移系的影响。 k 值的取向依赖性取决于这2个值的大小,较高的激活应力差 σ_d 值和较低的几何协调因子 m' 意味着相邻晶粒之间变形传递较难,会导致更高的 Hall-Petch 斜率 k 值。

本工作计算了 RD 拉伸与 TD 拉伸的激活应力差 σ_d 和几何协调因子 m' 值,为了得到具有统计意义的结果,计算的值是基于大约300对相邻晶粒得到的。本研究计算激活应力差 σ_d 时所使用的各变形模式的 CRSS 值与表4中的 Voce 硬化参数相同。计算结果如图9所示,可以发现沿 RD 拉伸的激活应力差 32.17 MPa 远小于沿 TD 拉伸条件下的激活应力差值 103.72 MPa,而沿 RD 拉伸

的几何协调因子值 0.67 与沿 TD 拉伸的几何协调因子值 0.71 比较接近。以上结果表明,在铝板材中的晶界强化存在强烈的取向依赖性。沿 RD 和 TD 拉伸的几何协调因子类似,因此对 k 值的影响较小。而沿 TD 拉伸更高的激活应力差导致了 TD 拉伸更高的 k 值。

激活应力差 σ_d 和几何协调因子 m' 与变形过程相邻晶粒之间的变形传递模式密切相关。图6和图8结果表明,沿 RD 和 TD 拉伸的变形模式存在显著区别,这将导致沿 RD 和 TD 拉伸过程存在不同的变形传递模式。即相邻2个晶粒均激活柱面滑移 (prismatic slip-prismatic slip, Pr-Pr), 相邻2个晶粒均激活基面滑移 (basal slip-basal slip, B-B), 相邻2个晶粒一个晶粒激活柱面滑移另一个晶粒激活基面滑移 (prismatic slip-basal slip, Pr-B)。Pr-Pr 传递在 RD 拉伸中占比高达 94.7%, 而在 TD 拉伸中占比为 40.9%。Pr-B 传递在 RD 拉伸中仅占 5.3%, 在 TD 拉伸中占 33.6%。RD 拉伸中没有发现 B-B 传递模式, TD 拉伸中 B-B 传递比例占 25.5%。因此, RD 拉伸中的主要变形传递模式为 Pr-Pr 传递, 而 TD 拉伸中的主要变形传递模式为 Pr-Pr 传递、Pr-B 传递和 B-B 传递。

图10所示为 RD 拉伸中 Pr-Pr 传递和 Pr-B 传递以及 TD 拉伸中 Pr-Pr 传递、Pr-B 传递和 B-B 传递相邻晶粒间激活应力差 σ_d 分布和平均值。对于 RD 拉伸, 占主要比例的 Pr-Pr 传递的相邻晶粒激活应力差 σ_d 为 17.84 MPa, 占比较低的 Pr-B 传递的激活应力差 σ_d 为 287.59 MPa。而沿 TD 拉伸中 Pr-Pr 传递的激活应力差 σ_d 为 84.88 MPa,

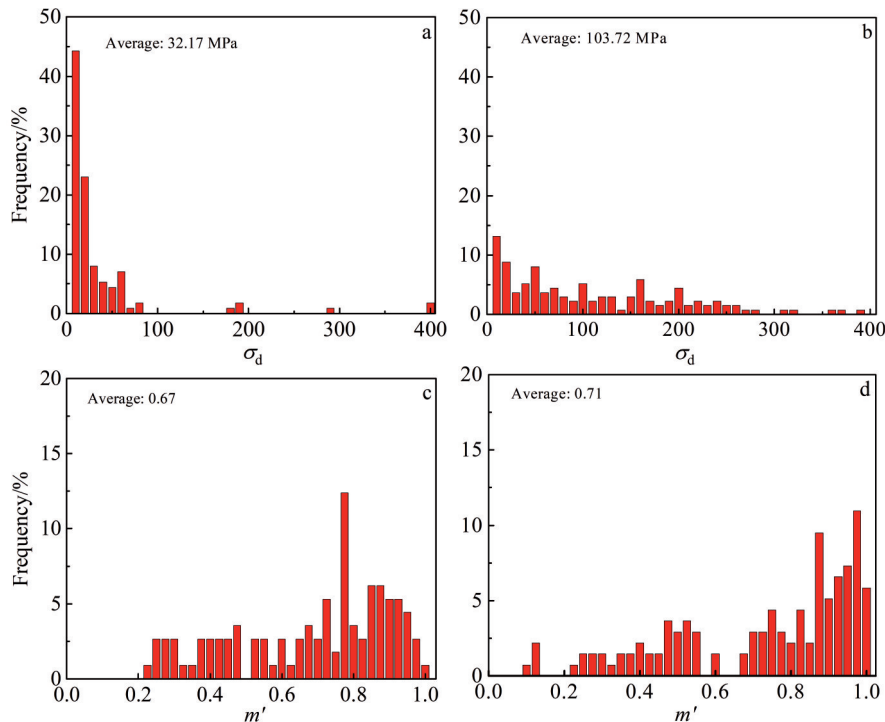


图9 RD 拉伸和TD 拉伸条件下相邻晶粒 σ_d 值分布与 m' 值分布

Fig.9 Distributions of σ_d (a-b) and m' (c-d) of adjacent grains under the condition of RD-tension (a, c) and TD-tension (b, d)

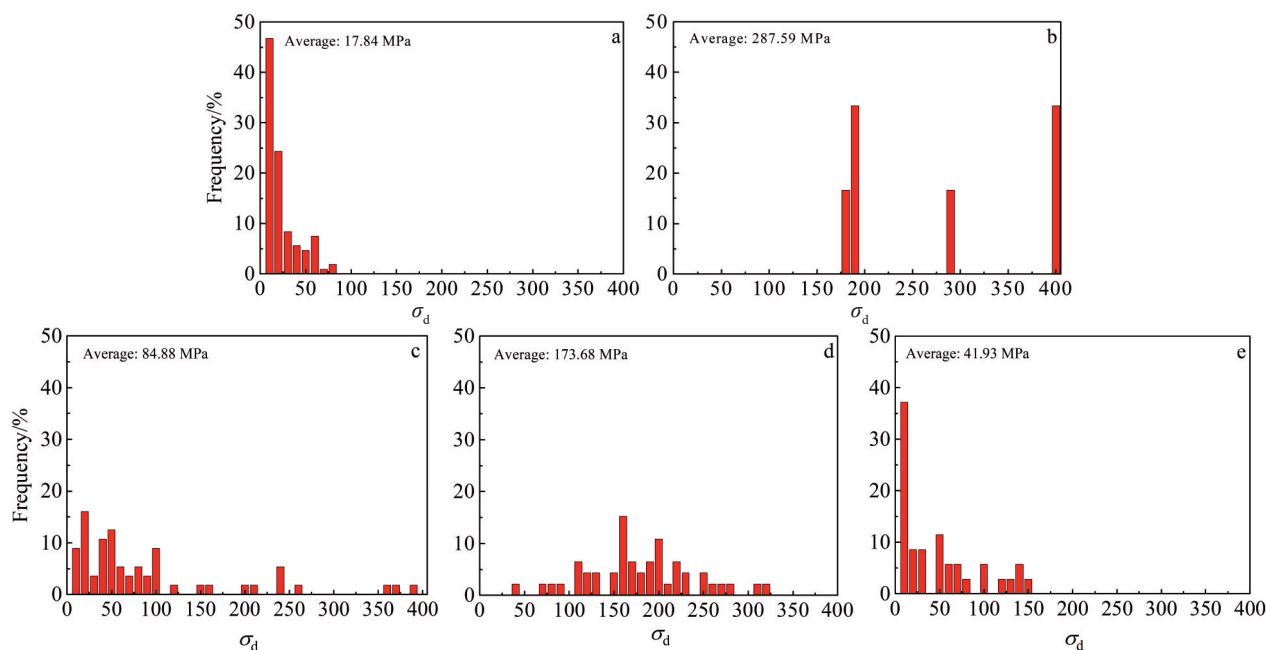


图10 RD拉伸与TD拉伸条件下仅考虑Pr-Pr传递、Pr-B传递和B-B传递时的激活应力差分布

Fig.10 Distributions of σ_d of different deformation transfer modes under RD-tension (a–b) and TD-tension (c–e): (a, c) Pr-Pr transfer; (b, d) Pr-B transfer; (e) B-B transfer

远大于沿RD拉伸Pr-Pr传递的激活应力差。同时,沿TD拉伸中B-B传递有较高的激活应力差41.93 MPa。尽管沿RD拉伸Pr-B传递的激活应力差大于TD拉伸Pr-B传递的激活应力差,但沿RD拉伸Pr-B传递模式占比非常低。因此沿TD拉伸中Pr-Pr传递和B-B传递更高的激活应力差导致了沿TD拉伸的激活应力差大于RD拉伸。

RD拉伸和TD拉伸条件下相邻晶粒间不同变形传

递模式的几何协调因子 m' 平均值如图11所示。RD拉伸中Pr-Pr传递的几何协调因子0.66与Pr-B传递的几何协调因子0.68相近。沿TD拉伸中Pr-Pr、Pr-B和B-B传递的几何协调因子分别为0.72、0.71和0.70。即沿RD拉伸不同变形传递模式的几何协调因子与TD拉伸不同变形传递模式类似,因此沿RD拉伸的几何协调因子与沿TD拉伸的几何协调因子比较接近。几何协调因子主要取决

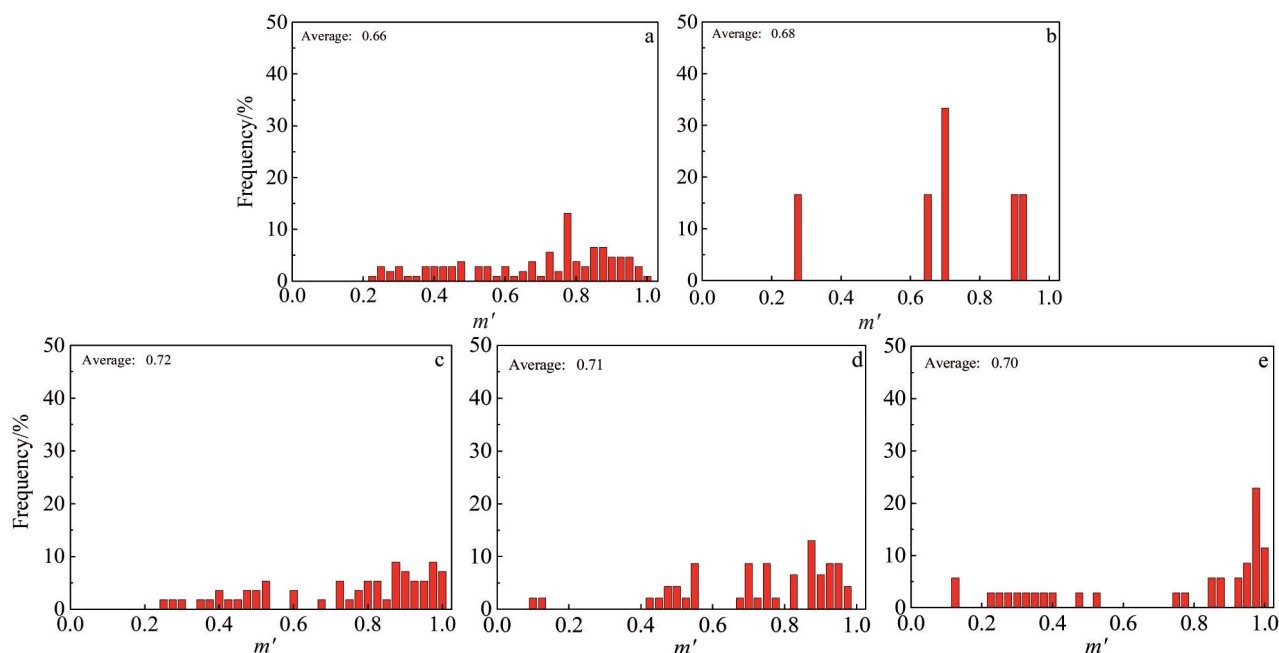


图11 RD拉伸与TD拉伸条件下仅考虑Pr-Pr传递、Pr-B传递和B-B传递时的几何协调因子分布

Fig.11 Distributions of m' of different deformation transfer modes under RD-tension (a–b) and TD-tension (c–e): (a, c) Pr-Pr transfer; (b, d) Pr-B transfer; (e) B-B transfer

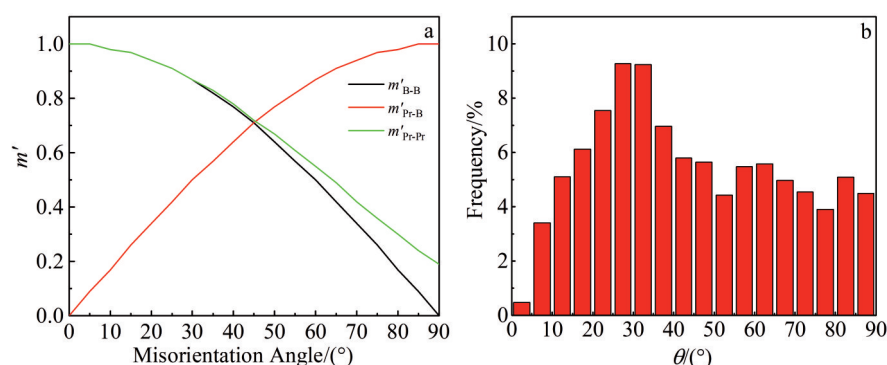


图12 相邻晶粒之间B-B传递、Pr-B传递和Pr-Pr传递的 m' 值随相邻晶粒 c 轴夹角变化和板材相邻晶粒 c 轴夹角分布

Fig.12 Variation curves of m' values of B-B, Pr-B, and Pr-Pr transfers between adjacent grains with c -axis misorientation angle (a) and distribution of c -axis misorientation angle between adjacent grains in plate (b)

于相邻晶粒的取向关系。这种取向关系可以用2个参数来描述:相邻晶粒 c 轴间的夹角(θ)以及相邻晶粒相对转动的角度(ω), θ 值在 $0^\circ\sim 90^\circ$ 之间, ω 值在 $0^\circ\sim 30^\circ$ 之间。通常来说,几何协调因子 m' 对 ω 角的依赖性较小,其大小主要由相邻晶粒 c 轴间的夹角决定。图12所示为几何协调因子 m' 与相邻晶粒 c 轴间夹角 θ 的线性关系,以及统计得到的相邻晶粒 c 轴间夹角 θ 的分布。如图12a所示,当 θ 在 $0^\circ\sim 45^\circ$ 范围内时,相邻晶粒Pr-Pr传递以及B-B传递的 m' 值较高,在0.65~1之间,并随着 θ 角的增大而降低。当 θ 角在 $45^\circ\sim 90^\circ$ 范围内时,Pr-B传递的 m' 值较大。从图12b可以看出板材相邻晶粒 c 轴夹角分布广泛,这导致Pr-Pr传递、Pr-B传递和B-B传递的 m' 值范围很广。

5.2 预测Hall-Petch关系 k 的比值

建立取向与 k 值之间的定量关系是非常重要的,明确取向和晶界强化程度之间的定量关系可以更好地预测不同取向下的晶界强化程度。基于位错塞积模型,Yu^[15]和Guan^[28]等人提出了一个Hall-Petch关系 k 值预测方程:

$$k = 2\sigma_d m'^{-1} r^{1/2} \quad (7)$$

其中, r 代表位错塞积与相邻晶粒中最近位错源之间的距离^[29]。由于本研究中的 k 值是从同一板材中测量的,因此沿RD拉伸和TD拉伸使用相同的 r 值。实验测得的沿RD拉伸和TD拉伸的 k 值的比值为1:2.62,根据以上公式计算的沿RD拉伸和TD拉伸的 k 值比值为1:3.04,理论计算与实验测得的 k 比值相近,值得注意的是,由于RD拉伸变形模式由柱面滑移主导,基面滑移和锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移很少,TD拉伸变形模式由基面滑移和柱面滑移共同主导,激活了部分 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶,因此文章在计算相邻晶粒的激活应力差 σ_d 和几何协调因子 m' 时,RD拉伸考虑了Pr-Pr和Pr-B传递,没有考虑锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移和柱面滑移的传递,TD拉伸考虑了Pr-Pr、Pr-B和B-B传递,没有考虑孪晶和柱面滑移与孪晶和基面滑移之间的传递。锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移和 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶有较大的CRSS值,可导致相关的变形传递之间产生较大的激活应力差。这可能是文

中理论计算与实验的 k 的比值存在偏差的原因。

6 结论

1) 纯铝板材RD拉伸和TD拉伸不仅存在强烈的力学各向异性,而且 k 值具有强烈的取向依赖性,其中,沿RD拉伸($84 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$)的Hall-Petch斜率 k 值远低于TD拉伸($220 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$)的 k 值。

2) 力学各向异性的产生是由于沿不同方向加载时纯铝的主导变形模式差异较大。沿RD拉伸时以柱面滑移为主导,沿TD拉伸时柱面滑移和基面滑移共同协调变形,并且沿TD拉伸激活了 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶。

3) 晶界强化的取向依赖性与相邻晶粒的激活应力差 σ_d 和几何协调因子 m' 密切相关。尽管沿RD拉伸的相邻晶粒的几何协调因子(0.67)与沿TD拉伸的相邻晶粒的几何协调因子(0.71)相近,但沿TD拉伸的相邻晶粒的激活应力差(103.72 MPa)远高于沿RD拉伸的相邻晶粒的激活应力差(32.17 MPa)。因此,TD拉伸条件下具有更高的 k 值。

参考文献

References

- [1] Liao Yehong(廖业宏), Peng Zhenxun(彭振训), Yan Jun(严俊) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(1): 291
- [2] Liu Xueqiang(刘学强), Zuo Jiadong(左家栋), Wang Yaqiang(王亚强) et al. *Materials China*(中国材料进展)[J], 2024, 43(12): 1125
- [3] Wang Depeng(王德鹏), Li Yifeng(李毅丰), Liang Xue(梁雪) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(2): 753
- [4] Bao Zhangfei, Li Xinyi, Zhang Fuen et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(2): 426
- [5] Zhang Xiangyu(张向宇), Bai Xinde(白新德), Jin Zhaoxiong(金兆熊) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(4): 647
- [6] Xie Youhua(谢优华), Yang Shoujie(杨守杰), Dai Shenglong(戴圣

- 龙). *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2002, 22(4): 56
- [7] Li Heng(李 恒), Zhang Pengfei(张鹏飞), Feng Jingkai(冯靖凯) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(12): 4268
- [8] Long F, Xu F, Daymond M R. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2013, 44(9): 4183
- [9] Xin Chao(辛 超), Xu Wei(徐 巍), Sun Qiaoyan(孙巧艳) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(7): 1954
- [10] Yang Xirong(杨西荣), Liu Feng(柳 峰), Luo Lei(罗 雷). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(8): 2609
- [11] Armstrong R W. *Engineering Fracture Mechanics*[J], 1987, 28(5–6): 529
- [12] Yu Huihui, Xin Yunchang, Wang Maoyin *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2018, 34(2): 248
- [13] Seok M Y, Choi I C, Moon J *et al. Scripta Materialia*[J], 2014, 87: 49
- [14] Wang W L, Wang X L, Mei W *et al. Materials Characterization*[J], 2016, 120: 263
- [15] Yu Huihui, Li Changzheng, Xin Yunchang *et al. Acta Materialia*[J], 2017, 128: 313
- [16] Shaw L L, Ortiz A L, Villegas J C. *Scripta Materialia*[J], 2008, 58(11): 951
- [17] De Las Cuevas F, Reis M, Ferraiuolo A *et al. Key Engineering Materials*[J], 2009, 423: 147
- [18] Yuan W, Panigrahi S K, Su J Q *et al. Scripta Materialia*[J], 2011, 65(11): 994
- [19] Liu H, Deng S Y, Chen S F *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2022, 119: 111
- [20] Deng S Y, Song H W, Liu H *et al. International Journal of Solids and Structures*[J], 2021, 213: 63
- [21] Xu F, Holt R A, Daymond M R. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 394(1): 9
- [22] Lebensohn R A, Tomé C N. *Acta Metallurgica et Materialia*[J], 1993, 41(9): 2611
- [23] Li H, Zhang H Q, Yang H *et al. International Journal of Plasticity*[J], 2017, 90: 177
- [24] Qiao H, Wu P D, Wang H *et al. International Journal of Solids and Structures*[J], 2015, 71: 308
- [25] Qiao H, Fu Y, Sun X C *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2022, 569: 153912
- [26] Wang H M, Raeisinia B, Wu P D *et al. International Journal of Solids and Structures*[J], 2010, 47(21): 2905
- [27] Guan B, Xin Y C, Huang X X *et al. International Journal of Plasticity*[J], 2022, 153: 103276
- [28] Guan B, Xin Y C, Huang X X *et al. Acta Materialia*[J], 2019, 173: 142
- [29] Armstrong R W, Chou Y T, Fisher R M *et al. The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*[J], 1966, 14(131): 943

Orientation-Dependent Mechanism of Grain Boundary Strengthening in Pure Zirconium

Li Zhiyu¹, Song Guodong¹, Zhang Conghui¹, He Xiaomei¹, Hou Zhimin², Li Ning²

(1. College of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The Hall-Petch slope k represents the magnitude of grain boundary strengthening. A strong orientation dependence of the k value of pure zirconium (Zr) is revealed in this research. Namely, k value of the pure zirconium plate along the RD-tension ($84 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$) is much lower than that along the TD-tension ($220 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$), where RD and TD are the rolling direction and transverse direction of the plate, respectively. By combining experiments with the visco-plastic self-consistent model, the deformation mechanisms of pure zirconium plate were analyzed. The grain size of the plates are increased with the increase in annealing temperature, and the texture type do not change. Different deformation mechanisms are activated along different loading directions: prismatic slip dominates during RD-tension, whereas prismatic and basal slips collaborate to deform during TD-tension, while the $\{10\bar{1}2\}$ twinning is also activated along TD. The orientation-dependent mechanism of the k value in pure zirconium was revealed based on the activation stress difference σ_a and the geometric coordination factor m' between neighbouring grains. The results indicate that the geometric coordination factor m' between neighbouring grains under RD-tension (0.67) is similar to that under TD-tension (0.71), while the activation stress difference σ_a under TD-tension (103.72 MPa) is significantly higher than that under RD-tension (32.17 MPa), resulting in a higher k value under TD-tension compared to RD-tension.

Key words: pure zirconium; Hall-Petch relationship; grain boundary; crystallographic orientation

Corresponding author: Zhang Conghui, Ph. D., Professor, College of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, P. R. China, Tel: 0086-29-82202547, E-mail: zhangconghui@xauat.edu.cn