

# ECAP+旋锻变形制备超细晶纯锆的高周疲劳行为

杨西荣<sup>1,2</sup>, 柳峰<sup>1</sup>, 罗雷<sup>1</sup>, 冯广海<sup>1</sup>, 刘晓燕<sup>1,2</sup>, 赵西成<sup>1</sup>

(1. 西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

(2. 陕西省冶金工程技术研究中心, 陕西 西安 710055)

**摘要:** 室温采用等通道变形和旋锻复合工艺制备超细晶工业纯锆。对比研究了超细晶和粗晶工业纯锆拉伸和疲劳性能, 并运用 SEM 对疲劳断口形貌进行观察和分析。结果表明: 超细晶工业纯锆的室温抗拉强度明显大于粗晶工业纯锆, 延伸率有一定程度地降低。超细晶工业纯锆疲劳性能优于粗晶工业纯锆, 其应力幅( $\sigma_a$ )与疲劳寿命( $N_f$ )满足  $\sigma_a=750N_f^{-0.06}$ , 疲劳极限  $\sigma_{-1}$  为 285 MPa, 较粗晶工业纯锆提高了 70%。断口分析显示, 疲劳裂纹萌生于超细晶工业纯锆的表面, 疲劳裂纹扩展区辉纹间距较粗晶工业纯锆细小, 疲劳裂纹扩展更为缓慢。

**关键词:** 超细晶纯锆; 高周疲劳; 疲劳寿命; 疲劳断裂

中图分类号: TG146.4<sup>+</sup>14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)08-2609-07

工业纯锆 (commercial pure Zr, CP-Zr) 因其优良的耐蚀、焊接、加工等综合性能而广泛应用于石油、化工、冶金、船舶等工业领域<sup>[1-3]</sup>。工业纯锆零构件在实际服役过程中常常承受各种形式载荷, 可能致使其内部产生微观损伤和力学性能退化<sup>[4]</sup>。因此, 为确保整个服役期内零部件的可靠性, 必须评价工业纯锆在各种载荷作用下的力学行为, 尤其是变载荷下的疲劳行为, 深入研究其疲劳损伤与断裂机理, 以此进一步优化工业纯锆的组织结构, 提高其疲劳性能。

研究表明, 随着晶粒的细化, 材料的疲劳性能可得到显著改善。如 Turner 等<sup>[5]</sup>研究发现纯钛的晶粒由 100  $\mu\text{m}$  细化到 9  $\mu\text{m}$  时, 其疲劳极限显著增加, 且疲劳极限与抗拉强度的比值也有所增加。目前采用剧烈塑性变形 (severe plastic deformation, SPD) 技术, 如等径弯曲通道变形 (equal channel angular pressing, ECAP), 可制备出具有独特性能的块状超细晶 (亚微晶和纳米晶) 材料, 其强度、硬度和耐磨性均可得到增强, 且在相对低的温度和高应变速率下拥有超塑性<sup>[6-10]</sup>。Majchrowicz 等<sup>[11]</sup>对比研究了不同晶粒尺寸的 5483 铝-镁合金的室温疲劳行为。研究发现, 当晶粒由 4500 nm 细化到 169 $\pm$ 100 nm 时, 其疲劳极限从 101 MPa 提高到 138 MPa, 增幅达 36.7%。大量的研究还发现超细晶金属的疲劳极限虽随着晶粒尺寸的减小而增大, 但裂纹萌生敏感性会随晶粒尺寸的减小而降低, 裂纹扩

展速率则随晶粒尺寸的减小而增加<sup>[12-17]</sup>。这主要归因于晶粒尺寸的减小, 可降低微缺陷产生的可能性, 使得在微缺陷处形成应力集中的可能性降低, 从而会抑制早期裂纹的形成和扩展<sup>[18]</sup>。在金属材料产生 ECAP 变形后, 采用具有三向压应力状态的旋锻 (rotary swaging, RS) 工艺加工材料可很好地焊合材料内部因剧烈塑性变形而产生的裂纹与缺陷, 更进一步减小裂纹缺陷所带来的不良影响, 也可消除组织的不均匀现象, 改善材料的疲劳性能。罗雷等<sup>[19]</sup>研究了 ECAP+冷轧 (cold rolling, CR)+RS 复合工艺制备的、平均晶粒尺寸~180 nm 的超细晶工业纯钛疲劳性能。结果表明, 超细晶工业纯钛的疲劳极限和疲劳寿命比粗晶工业纯钛的均有显著提高。截至目前, 鲜有关于超细晶工业纯锆的疲劳性能、疲劳损伤和疲劳断裂机制的研究报道。因此, 本研究拟通过 ECAP+RS 复合工艺制备超细晶工业纯锆, 着重研究制备的超细晶工业纯锆的室温拉伸和疲劳性能, 并采用扫描电镜 (SEM) 对疲劳断口进行观察与分析。

## 1 实验

本试验所采用的热轧退火态工业纯锆 (99.99%) 板材从西部金属材料有限责任公司所购, 其化学成分如表 1 所示。

收稿日期: 2018-08-28

基金项目: 国家自然科学基金 (51474170); 陕西省教育厅专项科研计划项目 (14JK1391); 陕西省教育厅重点实验室科研计划项目 (15JS058)

作者简介: 杨西荣, 男, 1971 年生, 博士, 教授, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, E-mail: lazy\_yxr@qq.com

表 1 工业纯锆的化学成分  
Table 1 Chemical composition of CP-Zr (wt%)

Fe+Cr	C	N	H	O	Zr
≤0.2	≤0.05	≤0.025	≤0.005	≤0.16	Bal.

在室温将机械加工成 19 mm×19 mm×150 mm 的工业纯锆方形试样放入通道夹角  $\Phi=120^\circ$ 、外圆角  $\Psi=20^\circ$  的模具中，以 C 方式（每道次挤压后，试样沿纵轴线旋转 180°进行下一道次变形，旋转方向不变）实现 2 道次 ECAP 变形，随后在室温对 ECAP 变形试样进行 RS 变形，从而获得直径  $\Phi=10$  mm、长度  $L=450\sim 550$  mm 的超细晶棒材，其累积变形量~2.55。

分别从原始的粗晶纯锆（coarse grained Zr, CG Zr）板材和 ECAP 变形+RS 变形制备的超细晶锆（ultrafine grained Zr, UFG Zr）棒材试样的中心部分切取直径  $\Phi=9$  mm 的圆柱，并机加工成外形、尺寸及精度等符合《GBT228-2002 金属材料室温拉伸试验方法》和《GB/T 3075-2008 金属材料轴向疲劳试验轴向力控制方法》要求的拉伸试样和疲劳试样，其具体尺寸如图 1 所示。

在 Instron 1185 电子拉伸试验机上采用  $1\times 10^{-3}$  s<sup>-1</sup> 应变速率分别完成粗晶和超细晶试样的拉伸。在 Instron 8801 电液伺服疲劳试验机上分别完成粗晶和超细晶工业纯锆试样的高周疲劳试验。试验前，将加工好的试样表面依次采用 1200#、1500# 和 2000# SiC 砂纸打磨，圆弧部分进行倒角、磨削和抛光处理，以降低或消除机械加工表面缺陷和边缘应力集中对试验结果的影响。高周疲劳试验采用轴向拉-压应力控制模式，对称拉压循环应力比  $R=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}=-1$ ，试验环境

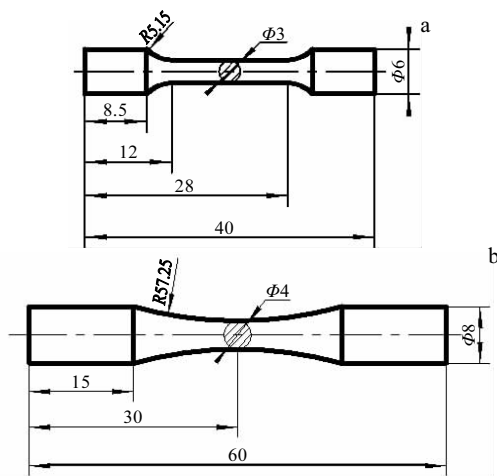


图 1 工业纯锆拉伸和疲劳试样的形状与尺寸

Fig.1 Specimen geometry of the commercially pure Zr: (a) tensile specimen and (b) fatigue specimen

为实验室静态空气介质，温度为室温（25 °C）。加载波形均为频率  $f=25$  Hz 的正弦波。由计算机对试验过程进行全程控制与数据采集。超细晶微观组织采用加速电压为 120 kV 的 JEM-CX 透射电子显微镜观察；疲劳断口形貌采用 Quantan 200 场发射 SEM 观察和分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微观结构

变形前后材料的微观组织如图 2 所示。由图 2a 可知，原始的热轧退火态锆板的显微组织为单相等轴组织，平均晶粒尺寸~17  $\mu\text{m}$ ，晶粒大小基本均匀。而 ECAP 变形+RS 变形所产生的剧烈塑性变形，使得晶粒明显破碎，逐渐形成了由高密度位错胞（缠结）、亚晶、大角度晶界等组成的非平衡组织，如图 2b 所示。由图中可知，在材料内部存在有大量细小的近似等轴晶，晶粒内部光亮、无位错，晶界清晰平直。这些等轴晶为大角度晶界组织，这可从该处的衍射呈连续的环状加以证明，经统计计算可得，所获得的超细晶的平均尺寸~0.25  $\mu\text{m}$ 。此外，在材料内部仍存在非平衡组织，如图中区域 1、区域 2 及区域 3 显示了在变形过程所形成的高密度位错胞（缠结），这些高密度位错在进一步变形后，可通过位错的反应，逐步形成亚晶。图中区域 4 为正在逐渐形成亚晶的组织，图中黑色箭头处的边界模糊，且存在大量的位错；而白色箭头所

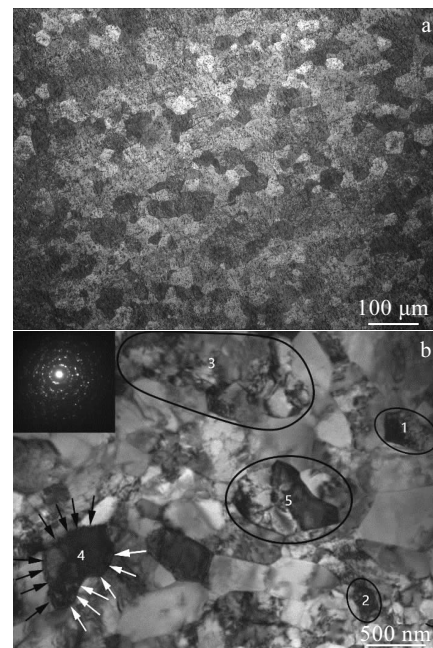


图 2 工业纯锆的显微组织

Fig.2 Microstructures of the commercially pure Zr with coarse-grained (a) and ultrafine-grained (b)

指的另一边界则平直、清晰。这说明在剧烈塑性变形过程中, 预先形成的位错胞内的位错向胞壁处运动, 在胞壁处异号位错对消, 剩余的同号位错重新排列, 逐渐使得胞内位错密度降低, 胞壁清晰, 从而形成亚晶结构。区域 5 为已经形成的亚晶, 这些亚晶在进一步的变形后, 会发生亚晶晶粒的转动, 逐渐形成大角度晶界, 从而形成超细晶晶粒。

## 2.2 拉伸性能

粗晶和超细晶工业纯锆的室温拉伸性能如表 2 所示。粗晶工业纯锆的屈服强度和抗拉强度分别为 245 和 341 MPa, 断裂伸长率和断面收缩率分别为 35.7% 和 53%。经过 ECAP+RS 复合工艺超细化后, 工业纯锆的屈服强度和抗拉强度分别达到 711.5 和 729.5 MPa, 各自提高了 190%和 114%。这主要由于 ECAP+RS 复合工艺产生的剧烈塑性变形使工业纯锆内部形成大量非平衡组织, 晶粒细化到亚微/纳米晶尺度。在位错强化和细晶强化的共同作用下, 工业纯锆的屈服强度和抗拉强度均得到显著提高。而超细晶工业纯锆的伸长率和断面收缩率仍分别保持在 13%和 47.5%, 比粗晶工业纯锆的伸长率和断面收缩率各降低了 63%和 10%。

## 2.3 疲劳性能

众所周知, 疲劳应力与疲劳寿命( $S-N$ )曲线虽不能如基于剩余强度(或刚度)等参数变化的疲劳损伤累积理论全面反映出材料疲劳加载中具体的损伤程度, 但  $S-N$  法用唯象的方法可直接反映材料的疲劳特性。因此, 该方法仍是表征材料宏观疲劳性能最有效的方法。基于此, 本研究采用  $S-N$  法对粗晶或超细晶工业纯锆的疲劳特性进行表征。图 3 所示为本实验条件下粗晶和超细晶工业纯锆的  $S-N$  曲线。

由图可知, 超细晶工业纯锆的疲劳曲线特性与粗晶工业纯锆类似。在高应力幅时, 试样经过较少周次的循环交变载荷作用, 即发生疲劳断裂失效。随着应力幅的降低, 循环周次逐渐增加, 最终达到其疲劳极限。即在低于此疲劳极限的应力幅作用下, 材料不再发生疲劳破坏。另外, 超细晶试样的高周疲劳寿命得到了明显改善。按常规, 当循环次数为  $10^7$  时所对应的最大应力可定义为材料的疲劳极限。本试验中超细晶工业纯锆和粗晶工业纯锆的循环加载次数均达到  $10^7$  且试样未发生断裂时, 应力幅分别不大于  $\sim 285$  MPa

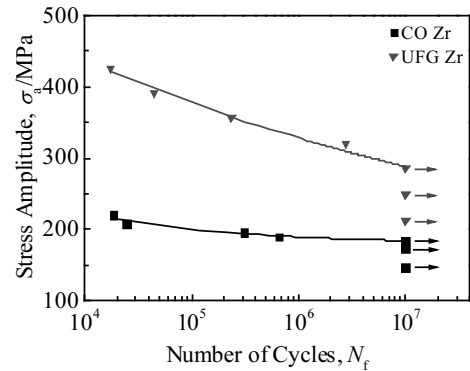


图 3 室温下粗晶和超细晶工业纯锆的  $S-N$  曲线

Fig.3  $S-N$  curves of CG Zr and UFG Zr at room temperature

和  $\sim 184$  MPa (图 3 中箭头所示应力幅)。因此超细晶工业纯锆的疲劳极限  $\sigma_{-1} \approx 285$  MPa, 明显高于粗晶工业纯锆的疲劳极限  $\sigma_{-1} \approx 184$  MPa, 二者比值高达 1.55, 这表明经 ECAP+RS 复合工艺获得的超细晶工业纯锆的高周疲劳寿命可被大幅改善, 晶粒(或组织)细化是改善工业纯锆的疲劳性能有效途径。试验数据表明, 疲劳极限和抗拉强度仍然符合霍尔-配奇关系式。在整个实验范围, 超细晶工业纯锆的  $S-N$  曲线比粗晶的要高, 在近乎相同的循环周次, 超细晶应力幅是粗晶应力幅的 1.45~1.94 倍。这可能由于 ECAP+RS 复合细化工艺会使得工业纯锆的晶粒得到显著细化所致。一般来说, 晶粒尺寸越小, 晶界越多, 金属发生塑性变形时位错受到的阻碍也就越大, 金属抵抗塑性变形的变形抗力也就越高。与此同时, 晶粒越小, 微缺陷处的应力集中越难形成, 可抑制微裂纹的萌生。此外, 在超细晶材料内部还存在大量的亚晶、高密度位错胞等非平衡组织, 这些组织的晶面也会阻碍位错的运动, 在这些因素的综合作用下, 超细晶材料的抗拉强度显著提高, 从而也会提高材料的高周疲劳极限。另外晶界也可阻碍微裂纹的长大和联接。因此, 细化晶粒可延长裂纹形成的时间, 从而提高了金属疲劳的总寿命<sup>[20]</sup>。这与本研究试验结果相吻合。

在弹性范围内, 应力幅和寿命的关系, 可用 Basquin 方程<sup>[6,21-23]</sup>表示:

$$\sigma_a = \sigma_f'(N_f)^b \quad (1)$$

式中,  $N_f$  为材料的疲劳寿命;  $\sigma_a$  为加载应力幅;  $\sigma_f'$  为疲劳强度系数;  $b$  为疲劳强度指数。将粗晶和超细晶工业纯锆疲劳寿命曲线分别采用 Basquin 关系拟合后, 可得 2 种材料的  $S-N$  曲线方程, 具体的拟合参数见表 3。由表中所示的 Basquin 方程拟合结果可知, 粗晶和超细晶纯锆的相关系数  $R$  基本达到 90% 以上, 样本数

表 2 粗晶和超细晶工业纯锆的力学性能

Table 2 Mechanical properties of CG Zr and UFG Zr				
Material	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\sigma_b$ /MPa	$A$ /%	$Z$ /%
CG Zr	245.0	341.0	35.7	53.0
UFG Zr	711.5	729.5	13.0	47.5

表 3 粗晶和超细晶工业纯锆 S-N 曲线拟合方程中各参数  
Table 3 Basquin equation parameters for S-N curves of CG Zr and UFG Zr

Material	$\sigma_f'$ /MPa	$b$	$R$	Reduced Chi-Sqr	Adj. R-Square	ANOVA	
						$F$ Value	Prob> $F$
CG Zr	278	-0.03	0.8923	29.99895	0.85633	3332.54977	$1.14508 \times 10^{-5}$
UFG Zr	750	-0.06	0.9847	64.12133	0.97965	5032.47984	$6.17287 \times 10^{-6}$

量和自由度调整后的样本决定系数 (Adj. R-Square) 高达 0.85 以上, 超细晶纯锆甚至高达 0.979 65。同时根据方差分析 (analysis of variance, ANOVA) 结果可知, 该拟合的  $F$  显著校验的概率 (Prob> $F$ ) 小于  $1.14508 \times 10^{-5}$ , 这说明不管是粗晶纯锆, 还是超细晶纯锆, 其应力幅与疲劳寿命间的关系完全可用 Basquin 方程解释。

材料的疲劳极限  $\sigma_{-1}$  与抗拉强度  $\sigma_b$  的比值常被用在工程上作为一种粗略评价材料循环性能的指标, 该比值越大, 说明材料的疲劳性能稳定性越好, 该指标对于材料高周疲劳性能的估计比低周疲劳性能的估计更为有效。一般情况, 材料的单向抗拉强度增加, 其疲劳极限也增加。如钢铁材料, 当  $\sigma_a < 1200 \sim 1400$  MPa,  $\sigma_{-1}$  和  $\sigma_b$  之间的比值约为 0.5, 即  $\sigma_{-1} \approx 0.5\sigma_b$ <sup>[20]</sup>。对于工业纯锆而言, 粗晶和超细晶 2 种组织状态下的  $\sigma_{-1}$  与  $\sigma_b$  之间的经验关系分别为:

$$\text{粗晶工业纯锆: } \sigma_{-1} = 0.54\sigma_b \quad (2)$$

$$\text{超细晶工业纯锆: } \sigma_{-1} = 0.39\sigma_b \quad (3)$$

由式(2)和(3)可知, 晶粒 (或胞状组织) 大小对工业纯锆的  $\sigma_{-1}$  与  $\sigma_b$  的比值有显著的影响。这一结果明显不同于传统的钢铁和有色金属, 通常钢铁和有色金属的成分和组织对其  $\sigma_{-1}$  和  $\sigma_b$  的比值影响很小<sup>[24]</sup>。这一现象可能与 2 种工业纯锆的微观结构特性相关。如图 2 所示, 原始的热轧退火态工业纯锆板为平衡状态的等轴组织, 而 ECAP+RS 复合细化工艺之后工业纯锆因剧烈塑性变形而演变成亚微晶和少量位错胞的混合组织, 从本质上看, 这种超细晶工业纯锆处于亚稳定状态。因此, 本研究中粗晶和超细晶工业纯锆  $\sigma_{-1}$  与  $\sigma_b$  的比值有较明显的差别。

### 2.4 疲劳断口形貌

图 4 为粗晶和超细晶工业纯锆室温疲劳断裂的典型断口形貌。从图 4a 和 4c 宏观断口形貌可观察到粗晶和超细晶工业纯锆均可分为 3 个形貌明显不同的区域: 疲劳裂纹萌生区 (Region 1)、疲劳裂纹亚稳态扩展区 (Region 2) 和瞬时断裂区 (Region 3)。整个疲劳过程裂纹扩展的主方向如图 4a 和 4c 白色箭头所示。

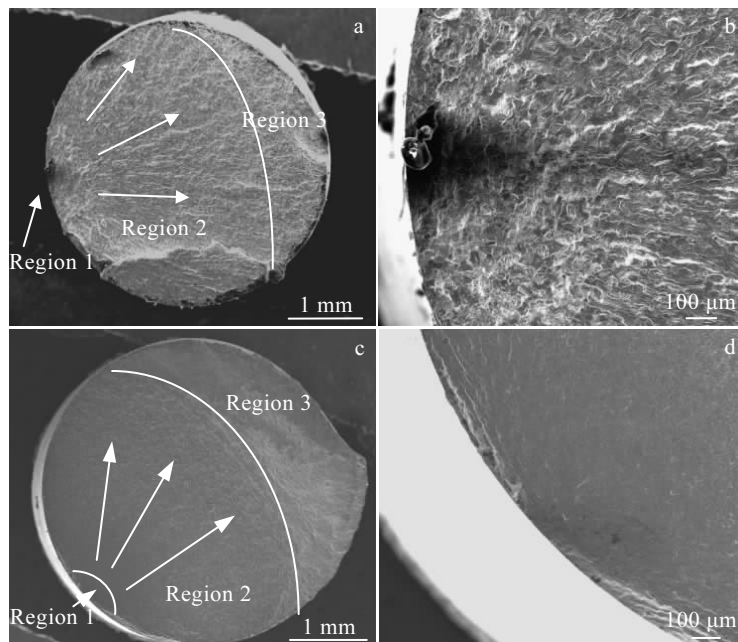


图 4 工业纯锆疲劳断口和疲劳裂纹萌生区的典型形貌

Fig.4 Typical morphologies of fatigue fracture surfaces of CG Zr ( $\sigma_{max}=208$  MPa,  $N_f = 24\ 600$  cycles) (a, b) and UFG Zr ( $\sigma_{max}=391$  MPa,  $N_f = 44\ 600$  cycles) (c, d) in the whole fracture (a, c) and crack initiation regions (b, d)

由图 4b 和 4d 可知粗晶和超细晶工业纯锆疲劳裂纹均萌生于试样表面。一方面, 试样表面晶粒因所受周围晶粒束缚不对称, 导致循环加载过程中局部晶粒中位错易滑移, 致使表面局部不均匀变形程度增大。另一方面, 试样表面机加工刀痕、缺口等微观缺陷处的应力集中也促使疲劳微裂纹的萌生。疲劳源中疲劳微裂纹随着循环周次增大, 裂纹张开面被反复挤压, 导致整个疲劳源较为光亮。当疲劳裂纹扩展到一定长度, 就进入了疲劳裂纹亚稳态区, 粗晶和超细晶工业纯锆以疲劳裂纹源区为中心呈扇形向外扩展。

粗晶和超细晶工业纯锆的疲劳扩展区典型的断口形貌如图 5。粗晶和超细晶工业纯锆疲劳扩展区均由疲劳辉纹、二次裂纹及河流花样组成。疲劳辉纹是裂纹扩展时留下的微观塑性变形痕迹(如图 5b 白色箭头所示)。当裂纹形成后, 拉应力作用时, 裂纹张开, 尖端钝化, 受压或卸载时裂纹闭合, 裂纹尖端重新锐化, 再一次循环受拉, 由于尖端的应力集中, 发生亚临界扩展, 便留下一条辉纹<sup>[25]</sup>。每一条疲劳辉纹代表一次交变循环, 疲劳辉纹间距对应于这个周次的裂纹扩展距离。疲劳辉纹数量和材料在循环加载条件下的循环次数相等。粗晶工业纯锆辉纹弯曲粗糙, 而超细晶工业纯锆辉纹较为光滑平直, 而且辉纹间距较小, 说明超细晶工业纯锆在循环加载过程中的扩展速率比较

慢, 抗疲劳性能较好, 这一点不同于 ECAP 变形工艺制备材料的疲劳裂纹扩展速率随晶粒尺寸的减小而增加的研究结果<sup>[12-17]</sup>, 超细晶工业纯锆 ECAP 变形后的旋锻工艺使材料的组织及残余应力分布均匀, 导致疲劳辉纹扩展抗力增大。此外, 二次裂纹是在主裂纹扩展过程中裂纹尖端集中应力释放而产生的(如图 5d 白色箭头所示)。超细晶纯锆扩展区的二次裂纹较多, 延缓了疲劳裂纹的扩展, 从而使得其抗疲劳性能优于粗晶纯锆。综合以上分析可知, 粗晶纯锆经 ECAP+旋锻复合细化之后抗疲劳性能得到明显提升。

粗晶和超细晶工业纯锆疲劳瞬断区典型的微观形貌如图 6 所示。瞬断区内均可见大量大小、深浅不一的韧窝和撕裂棱, 这表明工业纯锆疲劳瞬断区的断口形貌与静拉伸断口形貌相似, 均表现出明显的韧性断裂现象。这主要是由于随着循环加载周次增大, 裂纹尖端应力场强度因子范围急剧增大, 疲劳裂纹发生失稳扩展, 导致试样有效承载面积急剧减少, 使剩余截面上承受的应力高于工业纯锆的屈服强度, 最终发生了韧性断裂。此外, 与超细晶相比, 粗晶纯锆瞬断区的韧窝尺寸较大, 深度较深, 说明粗晶纯锆具有相对较好的塑性, 这与室温静拉伸测得的塑性指标相一致(见表 2)。

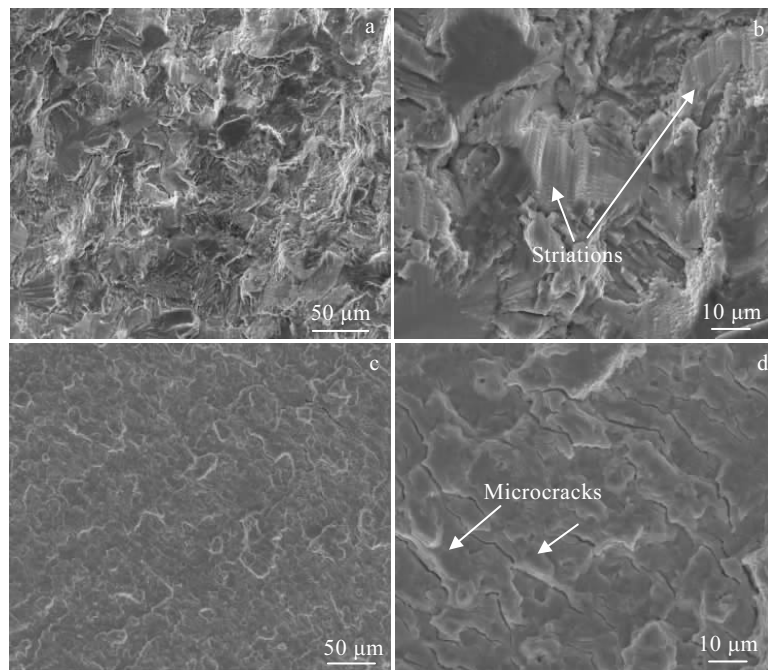


图 5 工业纯锆疲劳亚稳态扩展区的典型断口形貌

Fig.5 Typical morphologies of fatigue fracture surfaces of CG Zr ( $\sigma_{\max}=208$  MPa,  $N_f=24\ 600$  cycles) (a, b) and UFG Zr ( $\sigma_{\max}=391$  MPa,  $N_f=44\ 600$  cycles) (c, d) in the quasi-steady crack propagation region

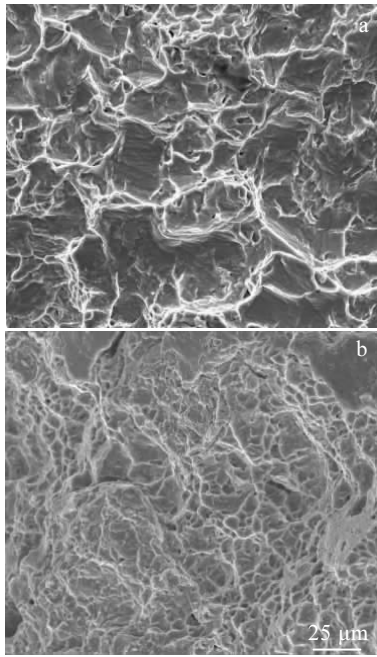


图 6 工业纯锆疲劳瞬断区的典型断口形貌

Fig.6 Typical morphologies of fatigue fracture surfaces of CG Zr ( $\sigma_{\max}=208$  MPa,  $N_f=24\ 600$  cycles) (a) and UFG Zr ( $\sigma_{\max}=391$  MPa,  $N_f=44\ 600$  cycles) (b) in the fast fracture regions

### 3 结 论

1) 经室温 ECAP+RS 工艺, 工业纯锆组织获得超细化, 其屈服强度和抗拉强度为 711.5 MPa 和 729.5 MPa, 分别提高了 190%和 114%; 断裂伸长率和断面收缩率为 13%和 47.5%, 分别降低了 63%和 10%。

2) 超细晶工业纯锆  $S-N$  曲线采用 Basquin 关系拟合的数学模型为:  $\sigma_a=750N_f^{-0.06}$ , 对应  $10^7$  cycles 时条件疲劳极限为 285 MPa, 较粗晶工业纯锆提高了 70%。

3) 超细晶工业纯锆疲劳断口可分为 3 个形貌明显不同的区域, 即疲劳裂纹萌生区、疲劳裂纹亚稳态扩展区和瞬时断裂区。疲劳裂纹萌生于试样表面微观缺陷处。疲劳裂纹亚稳态区超细晶的疲劳条纹间距较粗晶工业纯锆更平直、更小, 二次裂纹更多, 疲劳裂纹扩展更为缓慢。

#### 参考文献 References

[1] Li Xianjun(李献军). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2011, 28(1): 38  
 [2] Li Peizhi(李佩志), Tian Zhenye(田振业), Shi Yufeng(石玉峰). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1984(1): 62

[3] Li Xianjun(李献军), Xia Feng(夏峰), Wen Zhigang(文志刚) et al. *Proceedings of the Fifth National Conference on Corrosion*(第五届全国腐蚀大会)[C]. Beijing: China Society for Corrosion and Protection, 2009: 1  
 [4] Wang Renzhi(王仁智), Wu Peiyuan(吴培远). *Fatigue Failure Analysis*(疲劳失效分析)[M]. Beijing: China Machine Press, 1987  
 [5] Turner N G, Roberts W T. *Transaction of American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers*[J], 1968, 242: 1223  
 [6] Mughrabi H, Höppel H W. *International Journal of Fatigue*[J], 2010, 32(9): 1413  
 [7] Zhao Xicheng, Fu Wenjie, Yang Xirong et al. *Scripta Materialia* [J], 2008, 59(5): 542  
 [8] Zhao Xicheng(赵西成), Wang Xingyun(王幸运), Yang Xirong(杨西荣) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(1): 28  
 [9] Chokshi A H, Mukherjee A K, Langdon T G. *Materials Science & Engineering R*[J], 1993, 10(6): 237  
 [10] Furukawa M, Horita Z, Nemoto M et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2002, 324(1-2): 82  
 [11] Majchrowicz K, Pakielka Z, Giżyński M et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2018, 106: 81  
 [12] Hanlon T, Tabachnikova E D, Suresh S. *International Journal of Fatigue*[J], 2005, 27(10-12): 1147  
 [13] Agnew S R, Vinogradov A Y, Hashimoto S et al. *Journal Electron Materials*[J], 1999, 28(9): 1038  
 [14] Mughrabi H, Höppel H W. *Materials Research Society Symposium Proceedings*[J], 2000, 634: B2.1.1  
 [15] Cavaliere P, Cabibbo M. *Materials Characterization*[J], 2008, 59(3): 197  
 [16] Fintová S, Arzaghi M, Kuběna I et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2017, 98: 187  
 [17] Leitner T, Trummer G, Pippan R et al. *Materials Science & Engineering A*[J], 2018, 710: 260  
 [18] Cavaliere P. *International Journal of Fatigue*[J], 2009, 31(10): 1476  
 [19] Luo Lei(罗雷), Zhao Xicheng(赵西成), Yang Xirong(杨西荣) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(7): 1929  
 [20] Zhou Huijiu(周惠久). *Strength of Metal Materials*(金属材料强度学)[M]. Beijing: Science Press, 1989  
 [21] Muñoz J A, Higuera O F, Cabrera J M. *Materials Science & Engineering A*[J], 2017, 681: 85  
 [22] Soliman M S, El-Danaf E A, Almajid A A. *Materials Science*

- & *Engineering A*[J], 2012, 532: 120
- [23] Höppel H W, Kautz M, Xu C *et al.* *International Journal of Fatigue*[J], 2006, 28(9): 1001
- [24] Courtney T H. *Mechanical Behavior of Materials*[M]. New York: McGraw-Hill, 1990
- [25] Cui Yuexian(崔约贤), Wang Changli(王长利). *Metal Fracture Analysis*(金属断口分析)[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1998

## High-Cycle Fatigue Behavior of the Ultrafine-Grained Commercially Pure Zirconium by ECAP+RS Process

Yang Xirong<sup>1,2</sup>, Liu Feng<sup>1</sup>, Luo Lei<sup>1</sup>, Feng Guanghai<sup>1</sup>, Liu Xiaoyan<sup>1,2</sup>, Zhao Xicheng<sup>1</sup>

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

(2. Metallurgical Engineering Technology Research Center of Shaanxi Province, Xi'an 710055, China)

**Abstract:** Ultrafine-grained commercially pure Zr (UFG Zr) was fabricated by equal channel angular pressing (ECAP) coupled with subsequent rotary swaging (RS). The tensile properties and fatigue behavior of the commercially pure Zr with ultrafine-grained microstructure were investigated, and the results were compared with those of the commercially pure Zr with coarse-grained counterpart. Fracture surfaces were examined to study the fatigue fracture failure mechanism using SEM. The result shows that the ultimate tensile strength of UFG Zr is obviously higher than that of the coarse-grained Zr (CG Zr) at room temperature, while the CG Zr exhibits a higher fracture elongation. The fatigue life of UFG Zr is significant higher than that of CG Zr. The relationship between the applied stress ( $\sigma_a$ ) and cycles to failure ( $N_f$ ) is determined as:  $\sigma_a = 750N_f^{-0.06}$ . The conditional fatigue limit of UFG Zr is about 285 MPa, which is improved by 70% compared with that of CG Zr. The fractography analysis reveals that fatigue cracks mainly initiate from the surface of the UFG Zr specimen. The spacing of the fatigue striations of UFG Zr is smaller than that of CG Zr, which indicates that the crack propagation rate of UFG Zr is lower than that of CG Zr.

**Key words:** ultrafine grained pure zirconium (UFG pure Zr); high-cycle fatigue (HCF); fatigue life; fatigue fractography

---

Corresponding author: Yang Xirong, Ph. D., Professor, School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, P. R. China, E-mail: lazy\_yxr@qq.com