## 应变比对复合细化超细晶纯钛低周疲劳行为 的影响

杨西荣,杨雨欣,刘晓燕,罗 雷,丁凯伦,雷漫江,柳奎君 (西安建筑科技大学 冶金工程学院,陕西 西安 710055)

摘 要:采用等径通道弯曲挤压(equal channel angular pressing, ECAP)+旋锻(rotary swaging, RS)技术制备超细晶 (ultra-fine grained, UFG)纯钛,细化后晶粒尺寸达到纳米级。在室温下对超细晶纯钛实施应变比分别为-1、-0.5、 0.5 的应变控制低周疲劳试验,通过 TEM 对微观组织观察。研究了应变比对材料循环硬化软化特性、循环应力应 变关系及疲劳寿命的影响。结果表明,应变比增大使得超细晶纯钛循环硬化现象更为显著,应变比越大超细晶纯钛 低周疲劳寿命越低。低周疲劳高应变比情况下亚晶晶粒尺寸小,数量多,阻碍位错运动,使得材料发生循环硬化。 关键词:超细晶纯钛;应变比;低周疲劳;平均应力(平均应变)

中图法分类号: TG146.23 文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)09-3136-07

工业纯钛是含有少量碳、氮、氧、铁和其他杂 质的  $\alpha$ -Ti 合金,具有优异的耐蚀性、良好的力学性 能和焊接性能<sup>[1]</sup>。作为结构材料,纯钛大多在高应 力下工作,低周疲劳是其主要失效原因之一,所以 对纯钛的强度和疲劳寿命的要求较高。由于粗晶钛 强度低,难以广泛的应用于实际。根据 Hell-Petch 公式,随着晶粒尺寸的减小,材料的屈服强度和延 伸率会增加<sup>[2]</sup>,通过晶粒的细化制备亚微米甚至纳 米级的超细晶材料可以使得材料的强度、韧性等各 项性能得到显著的提高,同时也能够保持材料良好 的塑性<sup>[3]</sup>。等径通道弯曲挤压(ECAP)是能够制备块 状超细晶材料的有效方法之一<sup>[4]</sup>。本实验通过 ECAP 挤压使得纯钛晶粒明显细化,再经旋锻(RS) 可进一 步提高晶粒的均匀性,从而得到复合细化超细晶纯 钛。有研究表明<sup>[5]</sup>, ECAP+RS 制备超细晶工业纯 钛,复合变形后其抗拉强度可提高到约805 MPa, 延伸率仍保持约16.8%。

纯钛如今在滨海发电装置、医疗、航空航天、 生物材料等众多领域得到广泛应用<sup>[6]</sup>,超细晶金属 材料有良好的力学性能和独特的物理性能,但细化 后的晶粒尺寸以及在制备过程中所引入的组织缺陷 都会显著影响其疲劳性能。尽管有一些关于超细晶 纯钛疲劳行为研究成果<sup>[7]</sup>,但是并未有人研究非对 称循环下不同应变比对超细晶纯钛低周疲劳影响。 低周疲劳试验中,在应变比 *R*≠-1 的情况下,通常会 出现平均应力松弛现象,目前在一些实际应用过程 中许多构件长期承受波动载荷,因此,研究超细晶 金属材料在不同应变比下的疲劳性能有着极其重要 的意义。

本研究对超细晶纯钛在室温下分别进行了 5 个 应变幅值和 3 种不同应变比的低周疲劳试验。在给 定的应变幅值下,以不同应变比实施单轴拉伸疲劳 试验,研究应变比对超细晶试样性能的影响。

## 1 实 验

实验原料为 Φ25 mm×200 mm 的工业纯钛,化学 成分如表 1 所示。试验材料的光学显微组织如图 1 所示。由图可知,原始纯钛为等轴状组织,平均晶 粒尺寸约为 23 μm。经过预处理及润滑,随后将试样 放入 ECAP 模具(通道夹角 Φ=135°),以 C 方式(变 形试样在每相邻 2 道次间沿其纵轴线旋转 180°)进 行 2 道次挤压,挤压速度为 2.5 mm/s。挤压完毕采 用旋锻工艺使得晶粒尺寸进一步均匀细化。

试样的拉伸性能试验在 MTS 型拉伸试验机上 进行,室温拉伸应变速率为 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>。超细晶纯钛的

Table 1	Chemical composition of the pure Ti ( $\omega$ /%)					
Н	0	С	Ν	Fe	Ti	
< 0.015	< 0.18	< 0.08	< 0.03	<0.2	Balance	

收稿日期: 2019-09-15

基金项目:国家自然科学基金(51474170);陕西省自然科学基金(2016JQ5026)

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



图 1 纯钛的原始组织照片 Fig.1 Microstructure of as-received pure Ti

疲劳试验在 Instron 型电液伺服疲劳试验机上进行,总应变幅分别为 0.4%,0.6%,0.9%,1.0%和 1.2%。加载方式为单轴对称循环,应变比 R=-1、-0.5、 0.5,所有试验均在室温下进行,试验环境为室温静态空气介质。试验所采用的波型均为三角波,应变速率保持不变,为 0.01 s<sup>-1</sup>,应变频率 f 为 0.20~0.625 Hz。引伸计长度为 12.5 mm。疲劳试样根据 GB/T15248-2008 要求设计,具体尺寸如图 2 所示。在疲劳后试样上以垂直于拉伸轴方向切割厚度为 0.5 mm 的透射电子显微镜样品,对其用砂纸打磨至 0.04 mm,经过双喷减薄后在 JEM - 200CX 型透射电子显微镜下进行组织观察,研究疲劳后微观组织的演变。

## 2 结果与讨论

#### 2.1 超细晶纯钛微观结构

复合细化超细晶工业纯钛的透射电镜组织照片 如图 3 所示。由图 3 可知,复合细化纯钛的平均晶 粒尺寸约为 150 nm,其组织结构由大量的非平衡组 织所构成。从图 3a 中可知晶粒被显著细化,组织内 形成大量亚晶(图中箭头所指),电子衍射斑点从不 连续的衍射环到连续的衍射环,说明晶粒已经被细 化为小的亚晶。图 3b 显示变形试样内部有大量位错 缠结及位错线,表明超细晶纯钛的强化机制主要为 位错运动。

由于剧烈塑性变形使得位错密度升高,位错线 缠结形成位错胞,位错胞内的位错运动到胞壁附近 发生了异号位错反应湮灭,从而在胞壁附近只留下 同号位错。随着同号位错的增多,使得胞壁逐渐清 晰、明显,从而形成亚晶(图 4a)。这些亚晶在后 续变形所受外力场的作用下发生旋转,最终形成新 的大角度晶界。另外,在变形不均匀部分仍有一些



图 2 疲劳试样示意图







# Fig.3 TEM images of UFG pure Ti: (a) grain and (b) dislocation

板条组织(图 4b),这些板条组织内部存在大量位 错胞。这些位错胞在后续变形时,会使大板条组织 破碎,晶粒逐渐细化。

#### 2.2 循环应力响应特性

在本试验中,应变控制的低周疲劳试验(low cycle fatigue, LCF)的应变比 *R* 可表示为:

$$R = \frac{\varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\max}} \tag{1}$$

其中, *ε*<sub>max</sub> 为最大应变, *ε*<sub>min</sub> 为最小应变。计算本研 究中各种不同应变比、不同应变幅下的应力幅,并 用 Origin 绘制循环应力响应曲线,如图 5 所示。

从循环应力响应曲线可知材料的循环硬化软化 特性。总体上看,当应变比为-1和-0.5时,同一应 变比条件下,随着应变幅的增加,材料的软化率逐 渐增加;而应变比为0.5时,材料的软化率变化不大。

在应变比为-1时,材料在第1个周期均发生循 环硬化现象,应变幅小于0.6%时应力幅保持不变达





到循环饱和状态。在应变幅为 0.9%, 1.0%和 1.2% 时,超细晶纯钛表现为循环软化直至失效。当应变 比为-0.5 时,受到轻微平均应变的影响,材料均表 现为循环软化直至失效,但当应变幅为 0.9%时,材 料最后几个循环发生了循环硬化然后断裂,这是由 于平均拉应变的影响使得材料中位错增殖速度加 快,发生位错塞积最后导致试样循环硬化直至断裂。 这一现象在 *R* 为 0.5 时更加明显,由于高的平均拉 应变的作用,材料在应变幅为 0.6%, 0.9%及 1.0% 均发生循环硬化现象。材料在循环初期低应变幅 0.4%发生先软化后饱和现象。

众所周知,超细晶材料中存在大量的非平衡组 织,超细晶纯钛发生循环变形时,在外界条件作用 下,会促使非平衡组织中的位错发生变化,使位错 发生增殖和湮灭,从而引起材料软化硬化现象出现。 当材料内部位错的增殖速率小于位错的湮灭速度, 材料会发生循环软化。反之则出现循环硬化。

为了解释超细晶纯钛出现的循环软化和硬化现 象,特引入临界应变幅的概念,在此应变幅范围内 超细晶纯钛发生循环硬化。例如应变比为-0.5 时临 界应变幅可能为 0.9%。由于应变比不为-1,则在循 环施加变形时,本循环的变形并不会完全抵消上一 循环的变形,就在材料内部存在残余的平均拉应变, 这会形成残余的应力应变场。在残余应力应变场和 外加应变幅的共同作用下,会位错增殖速度逐渐增 加,位错发生塞积,材料发生循环硬化<sup>[8]</sup>。这可从





当应变幅小于 0.9%时,随应变幅的增加,材料的软 化率逐渐减小得到证实。当应变幅为 0.9%时,随着 循环变形的增加,超细晶材料中的非平衡组织在外 加应力应变场的作用下,会发生位错反应、湮灭, 从而使非平衡组织由高密度位错胞向亚晶转变,进 而形成新的晶粒。这一过程,会使得材料表现为循 环软化。而当新晶粒形成后,由于位错反应湮灭速 度降低,边界增多,故而使位错运动的阻力增加, 材料表现为循环硬化。当应变幅大于 0.9%时,随着 循环变形的增加,新形成的晶粒在外力场作用下, 会诱发晶粒发生粗化,这可从后文的微观组织分析 得到证实。晶粒的粗化会降低晶界对位错运动的阻 碍。这可从应变幅分别为 1.0%和 1.2%的曲线看出,随着应变幅的增加,其软化率有所增加。在应变比 R=0.5 时,则由于应变比较高,外加应力应变场较高,从而形成了新晶粒的应变幅变小。综上所述, 应变比越大,超细晶纯钛的临界应变幅范围越大, 发生循环硬化的现象则更加显著。

#### 2.3 疲劳后微观组织分析

图 6 为超细晶纯钛不同应变幅和不同应变比下 微观组织。由图 6a, 6b 可知,在低应变幅下,形成 的组织主要包含大量的高密度位错胞和尺寸较小的 亚晶。与循环变形前的组织(图 3)相比,位错密 度明显降低,亚晶数量显著增加。这可能因为后续 循环变形过程诱使 ECAP 变形+旋锻技术形成的非 平衡组织发生进一步演化。在后续循环变形外力场 作用下,原非平衡组织中的高密度位错胞中的位错 进一步运动,运动到胞壁处的位错因胞壁作用而聚 集,从而使得位错运动无法进行。为了保持应变不 变,就必须加大载荷,所以材料就会发生循环硬化。

由图 6c, 6d 可知在高应变幅下,视场内亚晶数 量较少。从暗场像中可以看出高应变幅下的亚晶晶 粒较大。一般来说,亚晶和晶界会对位错的运动产 生阻碍作用,使得位错发生塞积,而高应变幅下亚 晶数量少,位错运动的阻碍较少,位错无法累积下 来,位错累积速度低于异号位错相互抵消的速度, 所以超细晶纯钛在低周疲劳试验中的高应变幅下更 容易发生循环软化。

对比应变幅为 0.6%应变比分别为 0.5 和-0.5 下 的 TEM 照片(图 6a, 6b, 6e, 6f)可以看出,应 变比越大亚晶晶粒越细小,所以在高应变比情况下 发生了循环硬化。由此得出的结果与图 5 的循环应 力响应曲线得出的结果相吻合。图 7 为运用 image pro plus 软件估算出疲劳前和疲劳后的超细晶纯钛 平均晶粒尺寸,可以看出应变比越高晶粒尺寸越小, 而应变幅越高晶粒尺寸越大。

在低应变比-0.5 和-1 且应变幅为 0.6%的情况 下,超细晶纯钛显微组织中皆发现孪晶见图 8。孪 晶出现说明在变形过程中位错运动遇阻,造成局部 的应力集中,从而诱发孪生出现。而孪生诱发新的 滑移系,促使塑性变形的进行。因此在低应变幅时 表现出循环软化,这一点与图 5 所示的结果一致。 而应变比为 0.5 时,则因平均应力场累积的能量较 高,致使位错运动速度加快,位错胞增多,位错交 互增加,材料发生循环硬化。此时,位错受阻所形 成的局部应力场较平均应力场小,故不易形成孪晶。

#### 2.4 循环应力应变关系

图 9 是描述材料循环应力应变关系的曲线,这 种曲线描述了循环应力下应力与塑性应变幅的关 系,循环应力应变曲线可由以下关系式表达<sup>[9]</sup>:

$$\frac{\Delta \sigma}{2} = K' \left(\frac{\Delta \varepsilon_{p}}{2}\right)^{n'} \tag{2}$$



图 6 超细晶纯钛不同应变幅和不同应变比下微观组织

Fig.6 Microstructures of UFG pure Ti under different strain amplitudes and strain ratios: (a) R=0.5, ε=0.6%, bright field;
(b) R=0.5, ε=0.6%, dark field; (c) R=0.5, ε=1.2%, bright field; (d) R=0.5, ε=1.2%, dark field; (e) R=-0.5, ε=0.6%, bright field; and (f) R=-0.5, ε=0.6%, dark field





图 7 超细晶纯钛平均晶粒尺寸

Fig.7 Average grain size of UFG pure Ti



图 8 超细晶纯钛不同应变比下的孪晶 Fig.8 Twins of UFG pure Ti at different strain ratios: (a) R=-0.5, ε=0.6%; (b) R=-1, ε=0.6%

式中: K'为循环强化系数, n'为循环应变硬化指数。 由图 9 可知,对于超细晶纯钛,循环应力应变关系 呈非线性,符合低周疲劳一般特性,进一步观察发 现应变比越大曲线越低,将图像的拟合数据列于表 2,由表中可知,随着应变比增加,K'和 n'均表现 出增加趋势,循环强化系数表征材料的循环强度, 循环硬化指数表征材料循环硬化快慢程度,说明应 变比越大材料的循环强度越大,循环硬化越快,这 也符合图 5 中应变比越大材料硬化越明显的结论。

#### 2.5 应力应变滞后回线

在应变控制的疲劳载荷作用下,材料在半寿命 周期会达到稳定循环阶段。图 10 是在不同应变幅下







表 2 不同应变比下 n'和 K'的拟合结果

 Table 2
 Fitting results of n' and K' at different strain

:	ratios		
R	n'	K'/MPa	$R^2$
-1	0.17433	902.2379	0.867
-0.5	0.19749	921.9565	0.993
0.5	0.23352	945.3181	0.993

半寿命周期的滞后回线。由图中可以看出,在稳定 循环阶段,超细晶纯钛的滞回曲线基本呈现对称性, 随着应变幅的增大,应力应变滞后回线的面积逐渐 增大,其面积表示的是试验材料循环一个周期所消 耗的能量,面积越大,材料发生塑性变形时所消耗 的能量越多,称为塑性应变能,其表明了材料抗塑 性变形能力的高低<sup>[10]</sup>。因此,应变幅越低,材料塑 性应变能越小,寿命就越高。

图 11 是应变幅为 0.9%对称循环应变下,应力 应变滞回线随疲劳循环次数的增加而变化的情况, 循环周次为 2,20,0.5N<sub>f</sub>和 N<sub>f</sub>。由图中可以看出随 循环次数增加各周期的应力幅值逐渐减小,然后在



图 10 超细晶纯钛不同应变幅下的滞后回线

Fig.10 Hysteresis loop of UFG pure Ti at different strain amplitudes



图 11 在相同应变幅值和不同循环次数下的滞后回线



半寿命周期时达到稳定状态。当疲劳循环为 N<sub>f</sub>时, 滞回曲线的形状发生了变化,这是由于此时已存在 明显的裂纹, 使得滞后回线呈现不对称性。

#### 2.6 不同应变比下疲劳寿命

图 12 为 R=-1 对称加载下的疲劳交替寿命(2N<sub>f</sub>) 随弹性应变幅塑性应变幅以及全应变幅在双对数坐 标的变化曲线, Coffin 把塑性应变幅和弹性应变幅 的交点定义为过渡疲劳寿命 2NT<sup>[11]</sup>。当寿命低于 2N<sub>T</sub>时,塑性应变起主要作用,当寿命高于 2N<sub>T</sub>时, 弹性应变起主要作用。由图 12 可知,在应变幅为 0.4%~1.2%时,弹性应变幅都远远大于塑性应变幅, 所以在这个范围内,弹性应变起主导作用。对于全 应变幅下的疲劳寿命曲线,可用 Manson-Coffin 公 式来描述:

$$\frac{\Delta\varepsilon_{a}}{2} = \frac{\Delta\varepsilon_{e}}{2} + \frac{\Delta\varepsilon_{p}}{2} = \frac{\sigma_{f}'}{E} (2N_{f})^{b} + \varepsilon_{f}' (2N_{f})^{c} \qquad (3)$$

将 R=-1 的超细晶纯钛低周疲劳数据进行拟合, 得到疲劳相关系数,代入 Manson-Coffin 公式,得 到具体表达式:

 $\frac{\Delta \varepsilon_{\alpha}}{2} = 1.60467 (2N_{\rm f})^{-0.11586} + 30.2763 (2N_{\rm f})^{-0.69641}$ (4)

图 13 是疲劳寿命随应变比的变化情况。从图中 可知在应变幅为1.0%以下时,试样的疲劳寿命随着 应变比的增大而减小,应变幅越小这一现象越明显, 而造成这一现象的原因是在应变幅不变的情况下, 随着应变比增大,拉平均应力不断增大,而拉平均 应力是有害的<sup>[12]</sup>,因为其加速了裂纹萌生扩展和损 伤的累积。而在较高的应变幅下平均应力会较快松 弛为零,所以对寿命的影响较低。综上所述,超细 晶纯钛的低周疲劳寿命与应变幅和应变比密切相 关,随着应变比增大,疲劳寿命降低。



为了研究应变比与寿命的关系,将4个应变比 下最大应变与寿命的关系数据列于双对数坐标上, 如图 14,从图中可以看出二者呈线性关系,并且可 以用如下公式表示:

$$\varepsilon_{\max} = C \left(2N_{\rm f}\right)^m \tag{5}$$

式中, C和 m 是与材料断裂延性相关的系数, 最大







表 3 不同应变比下 C 和 m 的拟合结果

 Table 3
 Fitting results of C and m under different

S	tr	ai	n	r	a	ti	0	S

R	С	т	$R^2$
-1	0.6075	-0.2025	0.996
-0.5	0.6869	-0.1914	0.988
0.5	1.3061	-0.2437	0.967

应变与寿命之间的关系也存在于其他材料之中<sup>[13]</sup>。 通过线性拟合可以获得每个应变比下的 C 和 m 值, 得出表 3 的值,从表中可以看出 m 值变化不大,而 C 值随着应变比的增大而显著增加,这说明对于超 细晶纯钛来说,应变比(平均应变)增大,材料的 断裂延性增大。断裂延性增大说明材料的抗断能力 有所增强,因为应变比越大超细晶纯钛的循环硬化 越明显,故材料的抗断能力也越强。

## 3 结 论

 随着应变幅增大,超细晶纯钛循环软化现象 越明显;随着应变比增大,超细晶纯钛越容易发生 循环硬化,高的平均拉应变会使材料内部位错增值 速度加快,位错发生塞积,材料会发生循环硬化。

2) 超细晶纯钛的循环应力应变关系表明:应变 比越大, K'和 n'都越大,表示材料随着应变比增大 循环硬化程度也越快。应变幅越低,超细晶纯钛塑 性应变能越小,寿命越高。

3) 在应变幅为 0.4%~1.2%时,弹性应变幅都大 于塑性应变幅,所以超细晶纯钛在此应变幅范围内 弹性应变幅起主导作用。超细晶纯钛的低周疲劳寿 命与应变幅和应变比密切相关,随着应变比增大, 疲劳寿命降低。

 应变比增大,材料的断裂延性增大。断裂延 性增大说明材料的抗断能力有所增强。

#### 参考文献 References

- [1] Deng Guozhu(邓国珠). Titanium Industry Profress(钛工业 进展) [J], 2002, 19(5): 9
- [2] Guo Hongzhen(郭鸿镇), Yan Zhao (赵 严), Zhao Zhanglong(赵张龙) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals (中国有色金属学报)[J], 2013(S1): 1
- [3] Geetha M, Singh A K, Asokamani R et al. Progress in Materials Science[J], 2009, 54(3): 397
- [4] Zhao Yan(赵 严), Guo Hongzhen(郭鸿镇), Wang Tao(王 涛) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属 材料与工程)[J], 2011, 40(5): 885
- [5] Fu Wenjie(付文杰), Zhao Xicheng(赵西成), Yang Xirong(杨西荣) et al. Chinese Journal of Materials Research(材料研究学报)[J], 2008, 22(3): 303
- [6] Zhou Lian(周廉). Rare Metal Materials and Engineering(稀 有金属材料与工程)[J], 2003, 32(8): 577
- [7] 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
- [8] Ji Haitao(计海涛). Thesis for Doctorate(博士论文)[D]. Shenyang: Shenyang University of Technology, 2010
- [9] Chen Cheng(陈 铖). *Thesis for Master Degree*(硕士论 文)[D]. Chongqing: Chongqing University, 2012
- [10] Zhi Ying(智 莹). Thesis for Master Degree(硕士论文)
  [D]. Shenyang: Shenyang University of Technology, 2009
- [11]Coffin L F. Advances in Research on the Strength & Fracture of Materials[J], 1978, 2: 263
- [12]Lin, Chu. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures[J], 2000, 23(7): 545
- [13]Wei Xiaofan, Wong S C, Bandaru S. Journal of Materials Science[J], 2010, 45(2): 326

### Effect of Strain Ratio on Low Cycle Fatigue Behavior of Ultra-fine Grained Titanium

Yang Xirong, Yang Yuxin, Liu Xiaoyan, Luo Lei, Ding Kailun, Lei Manjiang, Liu Kuijun (School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

Abstract: Ultra-fine grained (UFG) pure titanium was prepared by equal channel angular pressing (ECAP) and rotary swaging (RS). Low cycle fatigue tests with strain ratios of -1, -0.5 and 0.5 for titanium were carried out at room temperature. Microstructure was observed by TEM after the fatigue test. The effects of strain ratio on cyclic hardening and softening properties, cyclic stress-strain relationship and fatigue life of materials were studied. The results show that the cyclic hardening of UFG pure titanium is more obvious with the increase of strain ratio. Low cycle fatigue life of ultra-fine grained pure titanium decreases with the increasing strain ratio. Microstructure observation shows that under high strain ratio, the subgrain size is small and the number of subgrains is large, which hinders the movement of dislocations and leads to cyclic hardening.

Key words: ultra-fine grained (UFG) pure titanium; strain ratio (R); low cycle fatigue; mean stress

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