U-5.7Nb 合金绝热剪切带微观组织结构特征

赵雅文¹,刘柯钊²,肖大武¹,何立峰¹,石 洁²,邹东利¹

(1. 中国工程物理研究院,四川 绵阳 621900)(2. 表面物理与化学重点实验室,四川 绵阳 621907)

摘 要:利用 SHPB 实验装置对 U-5.7Nb 合金帽型样品在室温下进行动态加载,获得 U-5.7Nb 合金绝热剪切带,采用 激光共聚焦、SEM、纳米压痕以及 TEM 等测试方法开展了 U-5.7Nb 合金绝热剪切带内组织结构的研究。U-5.7Nb 合金 绝热剪切带宽约 40 μm,且呈现蚀刻"暗带";剪切带内微裂纹的萌生和扩展导致带内"破碎"等轴晶特征组织的出现; 剪切带核心区域出现取向高度异性的纳米"晶畴"。剪切带内特殊的组织结构变化导致剪切带硬度与弹性模量的不同变 化趋势。

关键词: U-5.7Nb 合金;	微观组织;	绝热剪切带;	Hopkinson;	TEM			
中图法分类号: TG113.12	2; TG119.91	文南	状标识码:A		文章编号:	1002-185X(2	017)02-0484-07

剪切带是材料在高应变速率下发生变形损伤的一 种形式,是材料断裂前的先兆,它为材料最后断裂提供 了一个"快捷"通道。剪切带的形成与演化过程一直是 理论与实验研究的重要课题[1-5],然而,由于动载下材 料力学行为比起静态时要复杂得多,它涉及到应变、应 变率、惯性和温度等效应,分析和处理起来更为困难, 但对绝热剪切带内部结构的观察和研究结果可以提供 绝热剪切断裂破坏过程中的有用信息,对局部化塑性剪 切的深入认识非常有帮助[6-8]。剪切带内材料结构特征 和演化规律一直是相关领域内材料科学家关注的问题, 剪切带内材料微观结构演化的精确解析对研究材料局 部化变形与材料力学性能特别是材料损伤与断裂的关 系等非常重要,可以为材料优化设计与选择、预测和防 止变形局部化的发生与发展,进一步改善构件的服役寿 命提供实验依据^[9-12]。由于 Nb 元素的加入,使得铀的 环境服役性能以及强度有很大程度的提升,U-Nb 合金 成为核工业中非常重要的结构材料,对剪切形变亦非常 敏感^[13-15], U-5.7Nb 合金剪切带内微观组织结构的研究 对理解该合金的变形和失效机理的认识非常有帮助。本 实验利用分离式霍普金森压杆(SHPB)装置对 U-5.7Nb 合金帽型样品在室温下进行动态加载,获得 U-5.7Nb 合金绝热剪切带,采用激光共聚焦、SEM、纳米压痕 以及 TEM 等方法开展 U-5.7Nb 合金绝热剪切带内组织 结构的研究。研究结果将有助于提升对动载下 U-5.7Nb 合金的变形和失效机理的认识。

1 实 验

U-5.7Nb 合金样品根据 Meyers^[16]等人的设计加工

成帽型结构,以便在动态加载过程中实现绝热剪切变 形,样品尺寸见图1所示。动态加载前,U-5.7Nb 合金 显微组织如图2所示。合金为等轴晶组织,晶粒度约为 400 μm。图2b为U-5.7Nb 合金的 TEM 明场像及相应 选区电子衍射,合金为典型的板条马氏体组织,内含大 量孪晶,为典型的的α"马氏体单斜结构。

利用 **Φ**10 mm 分离式 Hopkinson 压杆 (SHPB)进行动态压缩实验,其示意图见图 3,试样两端利用凡 士林进行润滑,实验在室温下进行。动态压缩实验冲 击加载压力为1 MPa,使 U-5.7Nb 帽型合金样品产生 绝热剪切变形。实验后,将试样回收,进行下一步微 观组织研究。

U-5.7Nb 合金绝热剪切带区域在几十个微米范围内。在几十微米范围内制备 TEM 样品成为进行剪切带内部组织结构研究的关键步骤之一,亦是该研究领



图 1 帽型样品结构尺寸示意图

Fig.1 Configuration of the hat-shaped specimen

收稿日期: 2016-02-01

基金项目:中国工程物理研究院发展基金 (2015B0301066);国家自然科学基金 (51401187) 作者简介:赵雅文,女,1981年生,硕士,中国工程物理研究院,四川 绵阳 621900,电话:0816-3626743, E-mail: zhaoyawen@caep.ac.cn



图 2 动态加载前 U-5.7Nb 合金显微组织

Fig.2 Microstructure of the as-received U-5.7Nb alloy: (a) OM and (b) TEM micrograph with electron diffraction patterns



图 3 Hopkinson 动态力学实验装置结构框图 Fig.3 Schematics of the dynamics experiment setup

域学者共同关注的问题,在缺乏聚焦离子束(FIB)实 验条件下, 微米范围内定点制备 TEM 样品非常困难。 作者采用的化学蚀刻定位,定点凹坑,再电解双喷最 终减薄的方法成功制备了 U-5.7Nb 合金绝热剪切带内 的样品。经 Hopkinson 加载后,帽型样品受到严重压 缩,沿压缩方向用低速圆片切割机将样品切割成 0.5 mm 后的薄片,再经过逐级机械打磨和抛光,抛光后 在10%的草酸水溶液中蚀刻显现剪切带,以剪切带为 中心冲 Φ 3 mm 圆片, 如图 4 所示。用 Gatan 凹坑仪在 剪切带上凹坑,然后用电解双喷仪进行最终减薄以实 现在剪切带上定点减薄,减薄后用扫描电镜进行观察 确保 TEM 样品薄区在剪切带内, 如图 5 所示。采用 FV1000 激光共聚焦显微镜、Sirion200 场发射扫描电 镜(工作电压 15 kV)、F20(工作电压 200 kV) 对剪 切带微观组织结构进行表征。采用 TI950 纳米压痕对 剪切带微观硬度和模量变化进行表征。



图 4 帽型样品动态压缩后 TEM 样品取样示意图

Fig.4 TEM sample preparation configuration of the hat-shaped specimen loaded in the dynamic forced shear



图 5 电解穿孔后剪切带样品的 SEM 图像

Fig.5 Low magnification SEM image of perforation after it intersects the shear band

2 结果与讨论

2.1 剪切带内微观组织特征

如图 6 所示, U-5.7Nb 合金经绝热剪切变形后, 出现一条贯穿样品的宽度约 40 μm 的剪切带,沿着剪 切带伴生裂纹的萌发和扩展,这是帽型样品经历绝热 剪切变形典型的组织特征变化^[17]。但不同于其他金属 或合金绝热剪切带的化学蚀刻特征, U-5.7Nb 合金绝 热剪切带呈现蚀刻"暗带"。

多数金属及合金材料绝热剪切带显示蚀刻白色, 是多年来研究剪切带结构的学者一直具有争议的一个 问题。一部分学者认为剪切带呈现白色是因为剪切带 内发生了相变^[18-20],另外一批学者认为"白色"只是剪 切带金属或合金组织结构变化对于化学蚀刻的一种响 应。其中最为大家接受的一种解释为剪切带内马氏体 组织的出现使其呈现很高的抗化学蚀刻的能力^[21-23], 因此剪切带呈现"白色"。但金属或化合物剪切带呈现 白色的真正原因为带内组织经历了高度大变形后细化 并沿剪切带方向拉长形成了取向沿剪切方向高度一致 的亚结构,此时用普通光或扫描电镜二次电子成像时,





很难辨认这些亚结构间的取向差。或者说,普通光或 二次电子对这些亚结构间的取向差是"看不见"的, 因此用上述 2 种光中任何 1 种成像时,均显示出"白 色"^[24]。U-5.7Nb 合金中绝热剪切带在光学显微镜下 呈现蚀刻"暗带",说明 U-5.7Nb 合金绝热剪切带内组 织特征有异于其他材料可能发生了特殊的变化。由于 光学显微镜的分辨率有限,不能获得剪切带内更精细 的组织特征, 蚀刻后的剪切带用 SEM 进一步表征了其 组织特征,见图 7。U-5.7Nb 合金绝热剪切带呈现明显 的三明治结构,剪切带核心区域约 32 um 宽。核心区 域出现大量的微裂纹,如图中箭头标线所示,微裂纹 主要沿着平行或垂直于剪切带的 2 个方向生长和扩 展, 且沿 2 个方向的微裂纹汇合在剪切带中心区域形 成微裂纹"网",并且使得剪切带核心区域内如图中白 色线形内以微裂纹网为边界的尺度为2~5μm的等轴"破 碎晶"。当到达剪切带表面的可见光进入微裂纹而不能 被反射进行成像时, U-5.7Nb 合金剪切带在光学显微 镜下就呈现了蚀刻"暗带"。应力应变行为以及随后材 料结构的研究中,学者们得到统一的认识,材料承载 能力的突然下降决定于带内裂纹的生长与连结,而并 非剪切带的形成,然而裂纹在剪切变形过程的那个阶 段萌生和扩展并没有获得一致的认识。U-5.7Nb 合金 剪切带内的微裂纹如图 7 所示。主要有 2 个方向,平 行和垂直于剪切带的2类裂纹,其萌生和扩展与剪切 带的受力直接相关。剪切带与施力方向存在一定夹角 中如图 8 所示,其可以分解为沿着剪切带方向和垂直 剪切带方向的分力 τ_a 和 τ_v 。在绝热剪切变形过程中 τ_a 为沿着绝热剪切带方向的微裂纹的萌生和扩展提供动 力,而 r_v则为垂直于剪切带方向的微裂纹



图 7 U-5.7Nb 合金剪切带 SEM 图像 Fig.7 SEM micrograph of ASB in U-5.7Nb alloy



图 8 U-5.7Nb 合金剪切带受力示意图 Fig.8 Schematic view of the force on the ASB

的萌生和扩展提供动力,使得 U-5.7Nb 合金剪切带核 心区域的微裂纹平行和垂直剪切带萌生和扩展,最终 汇合形成微裂纹网,且裂纹的萌生和扩展合并发生在 材料的热软化之前,否则剪切带内材料一旦发生热软 化其受力方向将会受到影响,裂纹的扩展将不会平行 或垂直于剪切带。

其他金属及合金材料的绝热剪切带核心区域并未 观察到类似的微裂纹网的现象,尽管这些材料种类和 原始组织不同(Al^[25]、Cu^[26]合金、Ti及Ti合金^[27]、Ta 及Ta合金^[28]、316L^[29]不锈钢),试验条件各异,但是 大多数ASB的微观组织都具有一些共同的特征:剪切 带核心的选区衍射花样呈圆环状,由细小的等轴晶粒 (直径约为0.03~0.5 µm)组成;剪切带内的晶粒与基体 中的晶粒具有较大差异,从剪切带中部到基体微观结 构也在逐渐变化。关于绝热剪切带内等轴细晶的形成, 多数学者认为是动态再结晶的结果。现有的经典再结 晶模型的动力学相对于 ASB 内超细的等轴晶粒的形 成速率及剪切带的冷却速率都慢了几个数量级,因而 不足以解释 ASB 内的瞬间晶粒显著细化的现象。后来 诸多的研究者根据自己研究的材料体系、动态加



图 9 剪切带内微观组织的 TEM 明场像

Fig.9 Micrographs of ASB in U-5.7Nb alloy by TEM: (a~ d) TEM bright field images of ASB under different magnification factor, (e, f) SAED (selected area electro diffraction) and EDS spectrum of red circle region indicated in Fig.9a

载状态等条件提出了一些新的再结晶机制,如: Andrade^[26]等人提出的晶粒机械破碎及晶界迁移、亚 晶粗化混合机制、Flaquer等人^[30]提出的机械辅助亚晶 (转动)粗化再结晶机制、Hines 等人^[31]提出的渐近式亚 晶位向差再结晶机制、Meyers^[17]等人提出的亚晶旋转 动态再结晶机制等用于解释 ASB 中的微观组织结构 的演化,虽然能够较好地解释一些金属中 ASB 内微观 结构的形成过程和部分过程的动力学,但是对于 ASB 内微观结构演化的机制还不清楚。但这些机制的提出 有存在一些共性,这些机制提出的研究者研究的体系 均为立方或者六方系结构空间对称性好、塑性较好的 材料体系,且位错及运动在这些机制中起主要角色。 而 U-5.7Nb 为单斜结构, 空间对称性较差, 塑性较差, 孪生变形为其主要的变形方式,何立峰[32]等人研究显 示,在原位加载状态下,U-5.7Nb 合金中的孪晶在受 力方向上有生长、吞并及发生择优取向。当帽型 U-5.7Nb 合金样品受到冲击时,应变高度集中区域一 剪切带核心区域内沿着切分力 τ_a和 τ_v (如图 8 所示) 可能生成大量的沿剪切分力方向的孪晶, 但整个剪切 变形的时间小于 100 µs, 这么短时间内孪晶的运动、 相互作用来不及响应高速冲击带来的高应变速率的要 求,而平行和垂直于应力集中区域的剪切分力则提供 裂纹萌生和扩展的能量,使得剪切带内部沿着剪切分

力方向萌生相互垂直的裂纹,裂纹迅速扩展合并,形 成微裂纹网如图7所示,并将剪切带内组织剥离成数 微米尺度的"破碎晶"。剪切带内 U-5.7Nb 合金显微组 织结构也发生了明显的变化。图 9 为 U-5.7Nb 合金剪 切带内 TEM 明场像。9a~9d 为不同放大倍数下该区域 内部的组织特征,9e和9f分别为图中对应区域的选区 衍射以及能谱结果。剪切带内部的组织与动态加载前 的组织有很大不同,马氏体组织特征消失,剪切带内 部数微米范围内没有明显的衬度及缺陷特征,能谱分 析显示该区域内元素为铀和铌,氧含量非常低可以忽 略。选区衍射呈现明锐的多晶环,说明该区域内应该 出现取向高度异性的纳米晶粒,但在该区域的明场像 中没有看到明显的晶粒以及其对应的晶界,对该区域 内组织进行更大放大倍数的观察,如图 10 所示,该区 域内没有明显的晶粒及晶界,视场范围内出现大量取 向各异的尺度在 3~5 nm 范围的"晶畴"。M. A. Meyers[33] 等人在帽型 fcc 铜样品的绝热剪切带核心区域发现了 平均晶粒尺度在 50 nm 的等轴细晶,而在相当实验条 件下,Beatty^[34]等人发现在塑性较铜差的AISI4340帽 型钢样品的剪切带中等轴细晶的尺度为 8~20 nm。根 据前人研究结果,当实验条件一致,所研究材料的塑 性越差在形成的剪切带核心区域内观察到的纳米晶的 尺度可能就越小, U-5.7Nb 合金塑性较立方晶系的材

料而言更差,在剪切带核心区域形成尺度更加细小的 "晶畴"。

2.2 剪切带内显微硬度及弹性模量变化

U-5.7Nb 合金剪切带内显微硬度及弹性模量的测试在纳米压痕仪上进行。当测试深度小于 200 nm 时,纳米压痕测试结果对材料的表面状态非常敏感,但当载荷为 100 mN,测试深度大于 600 nm 表面状态对测试结果的影响可以忽略不计^[35]。所以在本研究中选用 200 mN 载荷,并且在抛光态表面进行测试以避免表面状态对实验结果的影响。另外显微硬度及模量对晶体取向亦比较敏感,因此选择在 1 个晶粒内部进行测试。图 11a 为纳米压痕测试选择的剪切带以及周边测试后压痕金相图像,11b 和 11c 分别为显微硬度和弹性模量随测试位置的变化。测试结果显示,U-5.7Nb 合金剪切带内显微硬度和弹性模量呈相反的变化趋势。剪切带内显微硬度明显高于基底组织,而剪切带内弹性模量明显小于基底组织。

剪切带内显微组织的变化是引起剪切带内显微硬 度及弹性模量呈相反趋势变化的主要原因。剪切带内 显微硬度的升高是由于其经历剪切变形时发生了巨大 变形以及晶粒细化^[16,36],但当材料的晶粒尺度为纳米 量级时,微裂纹、孔洞等缺陷会降低材料的硬度和弹 性模量^[37],所以从对材料显微硬度的影响来看,微裂 纹效应小于晶粒细化效应,因此剪切带内总体表现的 性质为显微硬度的升高。对于材料的弹性模量而言, 当材料的晶粒尺度达到数纳米左右,其弹性模量会有 所降低^[38],同时微裂纹的出现进一步降低了该值。因 此 U-5.7Nb 合金剪切带内微观组织的变化-微裂纹及 纳米晶畴的出现,导致剪切带内显微硬度及弹性模量 相反的变化趋势。



图 10 剪切带内取向各异的"晶畴"组织高分辨率 TEM 图像 Fig.10 HRTEM images of "grain domain" with different orientations in ASB





3 结 论

1) U-5.7Nb 合金帽型样品经 Hopkinson 加载后, 发生剪切变形形成约 40 μm 绝热剪切带,变形过程中 的剪切应力促使带内核心区域萌生平行和垂直剪切带 的大量微裂纹,微裂纹的出现导致剪切带呈现蚀刻 "暗带"。

2) U-5.7Nb 合金剪切带内微观组织结构发生明显 变化,微裂纹的萌生和扩展导致带内"破碎"等轴晶 特征组织的出现;剪切带核心区域板条马氏体组织特 征消失,而出现取向高度异性的纳米"晶畴"。

剪切带内大量微裂纹以及纳米"晶畴"等特殊组织的出现,导致剪切带硬度与弹性模量的不同变化趋势。

致谢:感谢在实验过程中给予帮助的徐钦英、张羽廷、张丽、 唐县娥等同志的帮助。

参考文献 References

- Backman M E, Finnegan S A, Shulz J C et al. In Murr L E, Staudhammer K P, Meyers M A eds. Metallurgical Applications of Shock-Wave and High Strain-rate Phenomena[M]. New York and Basle: Marcel Dekker, 1986: 675
- [2] Xing D, Bai Y L, Chen C M et al. J Mech Phys Solids[J], 1991, 39: 1017
- [3] Liao S C, Duffy J. Mech J Phy Solids[J], 1998, 46: 2201
- [4] Bai Y L. In Harding J ed. Mech Proc Materials at High Rates of Strain[C]. Bristol: JOP publishing LTd, 1989: 99
- [5] Dodd B, Bai Y L. Ductile Fracture and Ductility with Application to Metalworking[M]. London: Academic Press LTD, 1987
- [6] Backman, M E, Finnegan S A. Rohde R W eds. Metallurgical Effects at High Strain Rates[C]. New York: Plenum Press, 1973: 531
- Bai Y L. Adiabatic Shear Localization, Occurrence, Theories and Applications[M]. Oxford: Pergamon Press, 1992: 24
- [8] Rogers H C. Annual Review of Materials Science[J], 1979, 9(1): 283
- [9] Meyers M A. Metall Trans[J], 1995, 26A: 2881
- [10] Xue Q, Meyers M A, Nesterenko N F. Acta Mat[J], 2002, 50: 575
- [11] Meyers M A. Xu Y B, Xue Q et al. Acta Materialia[J], 2003, 51: 1307
- [12] Bu Yangcao, David H, Lassila *et al. Mat Sci Eng*[J], 2005, 409(1-2): 270
- [13] Eckelmeyer K, Romig A, Weirick L. Metallurgical Transactions A[J], 1984, 15(7): 1319
- [14] Eckelmeyer K. Uranium and Uranium Alloys. Metals Handbook. Tenth Edition[M]. Materials Park, OH: ASM International, 1990: 670
- [15] Rosen R, Kassner M, Thiehsen K. Journal of Materials Science Letters[J], 1992, 11(3): 125
- [16] Meyers M, Pak H R. Acta Metallurgica[J], 1986, 34: 2493
- [17] Xue Q, Meyers M, Nesterenko V. Acta Materialia[J], 2002, 50: 575
- [18] Meyers M A, Wittman C L. *Metallurgical Transactions A*[J], 1990, 21: 3153

- [19] Cho K, Chi Y, Duffy J. Metallurgical Transactions A[J], 1990, 21: 1161
- [20] Zhou M, Rosakis A, Ravichandran G. Journal of the Mechanics and Physics of Solids[J], 1996, 44: 981
- [21] Meyers M A, Xu Y B, Xue Q et al. Acta Materialia[J], 2003, 51(5): 1307
- [22] Xu Y B, Meyers M A. J Mater Sci[J], 2006, 2: 2737
- [23] Guduru P, Rosakis A, Ravichandran G. Mechanics of Materials[J], 2001, 33: 371
- [24] Xu Y, Zhang J, Bai Y et al. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2008, 39: 811
- [25] Chen R W. Thesis for Doctorate[D]. San Diego: University of California, 1993
- [26] Andrade U, Meyers M A. Acta Mater[J], 1994, 42(8): 3183
- [27] Xue Q, Meyers M A, Nesterenko V F. Acta Mater[J], 2002, 50: 575
- [28] Perez-Prado M T, Hines J A, Veeehio K S. Acta Materialia[J], 2001, 49(15): 2905
- [29] Xue Q, Gray G T. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2006, 37A: 2447
- [30] Flaquer J Fuster, Sevillano J Gil. Key Engineering Materials[J], 1997, 127-131(1): 123
- [31] Hines J A, Veeehio K S, Ahzi Said. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 1998, 29(1): 191
- [32] He Lifeng(何立峰), Huang Hai(黄海), Yang Jianxiong(杨 建雄) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国 有色金属学报)[J], 2011, 21(8): 1904
- [33] Meyers M A, Meyer L W, Beatty J et al. In Meyers M A, Murr L E, Staudhammer K P eds. Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Materials[M]. New York: Marcel Dekker, Inc, 1992: 529
- [34] Beatty J H, Meyer L W, Meyers M A et al. In Meyers M A, Murr L E, Staudhammer K P eds. Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Materials[M]. New York: Marcel Dekker, Inc, 1992: 645
- [35] Stinville J, Tromas C, Villechaise P et al. Scripta Materialia[J], 2011, 64: 37
- [36] Yang Y, Xinming Z, Zhenghua L et al. Acta Materialia[J], 1996, 44: 561
- [37] Sanders P, Fougere G, Thompson L et al. Nanostructured Materials[J], 1997, 8: 243
- [38] Qin X, Zhang X, Cheng G et al. Nanostructured Materials[J], 1998, 10: 661

Microstructural Characterization of Adiabatic Shear Band in U-5.7Nb Alloy

Zhao Yawen¹, Liu Kezhao², Xiao Dawu¹, He Lifeng¹, Shi Jie², Zou Dongli¹

(1. China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

(2. Science and Technology on Surface Physics and Chemistry Laboratory, Mianyang 621907, China)

Abstract: The microstructure in adiabatic shear band (ASB) of U-5.7Nb alloy deformed at high strain rate by a split Hopkinson pressure bar (SHPB) was investigated by OM, SEM and TEM. We observed the ASB with black etching color in U-5.7Nb, and its width is about 40 µm. The evolution of microcracks in ASB leads to the formation of the micro-feature which like equiaxed "broken grain" with the size of 2~5 µm in ASB. The nano-sized grain domains below 5 nm are found in the core of ASB, and the orientations of single small grain domains differ completely, even within an area of 1 µm. Microhardness of the ASB is higher than that of the matrix, but elastic modulus of ASB is lower than that of the matrix. The different trends between microhardness and elastic modulus are caused by the change of microstructure in ASB. **Key words:** U-5.7Nb alloy; microstructure; ASB; Hopkinson; TEM

Corresponding author: Zhao Yawen, Master, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, P. R. China, Tel: 0086-816-3626743, E-mail: zhaoyawen@caep.ac.cn