

工业纯锆室温蠕变性能及显微组织

杨西荣¹, 王欣晗¹, 朱振^{1,2}, 罗雷¹, 刘晓燕¹, 赵西成¹

(1. 西安建筑科技大学 陕西省冶金工程技术研究中心, 陕西 西安 710055)

(2. 西安欧中材料科技有限公司, 陕西 西安 710018)

摘要: 研究了不同状态工业纯锆在 $0.9R_{p0.2}$ 、 $0.925R_{p0.2}$ 、 $0.95R_{p0.2}$ 、 $0.975R_{p0.2}$ 蠕变应力下的室温蠕变性能, 计算了不同状态工业纯锆的稳态蠕变速率及蠕变应力, 并分析了退火前后以及蠕变前后工业纯锆的显微组织。结果表明: 不同状态工业纯锆的室温蠕变均存在阈值应力, 当外加蠕变应力大于阈值应力时, 随着蠕变应力的增加, 工业纯锆位错密度显著增加, 晶界处呈现出明显的位错塞积现象; 与粗晶工业纯锆相比, 经 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火处理后的超细晶工业纯锆, 既能维持晶粒尺寸及稳定的显微组织状态, 同时还能保证原有的高强度并提高其塑性; 另外, $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火处理显著提高超细晶工业纯锆室温蠕变性能, 使室温蠕变应力敏感性降低, 室温蠕变抗性增加。

关键词: 超细晶工业纯锆; 蠕变性能; 稳态蠕变速率; 显微组织

中图分类号: TG146.4⁺14

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)11-3701-07

锆及其合金具有良好的加工性能、力学性能和焊接性能, 适用于航天航空及多项工业领域。工业纯锆作为重要的结构材料, 强度等综合力学性能的提高有助于降低行业成本, 同时扩大工业纯锆的应用范围。大量研究表明, 超细晶材料具有良好的综合力学性能。等通道转角挤压 (Equal Channel Angular Pressing, ECAP)+旋锻 (Rotary Swag, RS) 工艺既能够显著细化晶粒, 又能提高组织均匀性及材料强度, 是一种有效制备超细晶材料的方式^[1-4]。

蠕变是指材料在同一温度, 低于材料屈服强度恒定应力的作用下, 应力随时间增加的流变现象。研究表明, 外加应力、时间、温度以及组织结构等因素对材料的蠕变性能及蠕变机理产生重要影响^[5-10]。对锆及锆合金的蠕变性能研究大部分学者采用单周拉伸和纳米压痕法^[11-13]。Kim^[14]在不同温度及不同应力下对 Zr-1.5Nb-0.4Sn-0.1Fe-0.1Cu 合金进行蠕变试验, 发现合金的蠕变速率在所有试验温度下均随蠕变应力的增大而增大, 合金的蠕变机理在低应力区间和高应力区间分别为扩散蠕变和位错攀移。Zr-4 合金^[15]在 $500\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高应力条件下的单轴拉伸蠕变试验研究中蠕变变形主要通过位错滑移, 蠕变应力指数 n 为 $9.3\sim 11$ 。Sklenicka^[16]对粗晶及超细晶 Zr-2.5%Nb 合金的蠕变行为研究发现, 超细晶 Zr-2.5%Nb 合金稳态蠕变速率大于粗晶 Zr-2.5%Nb 合金, 其蠕变应力指数 $n>3$, 蠕变机理主要是位错的滑移和攀移。

目前, 有关工业纯锆的蠕变行为研究鲜有报道。蠕变性能对材料的使用寿命和安全性起决定性作用。因此, 研究工业纯锆的蠕变性能十分必要。本研究在室温条件下采用 ECAP+RS 复合细化工艺制备出具有良好综合力学性能的超细晶工业纯锆, 并对超细晶工业纯锆进行退火热处理, 研究粗晶工业纯锆及超细晶工业纯锆在不同蠕变应力水平下的室温蠕变特性, 并分析其室温蠕变显微组织。

1 实验

本研究采用热轧退火态工业纯锆 (99.99%) 板材为试验材料, 图 1 为工业纯锆金相组织照片。CP-Zr 板材呈均匀分布的等轴状组织, 晶粒尺寸约为 $17\text{ }\mu\text{m}$, 其化学成分如表 1 所示。

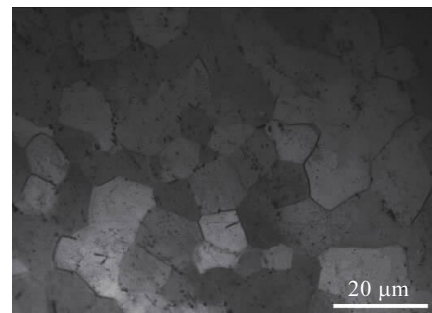


图 1 工业纯锆的显微组织照片

Fig.1 Microstructure of commercially pure zirconium (CP-Zr)

收稿日期: 2018-11-05

基金项目: 国家自然科学基金 (51474170); 陕西省自然科学基金 (2016JQ5026); 陕西省教育厅科技专项 (14JK1391)

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 the CP-Zr (ω/%)					
Fe+Cr	C	N	H	O	Zr
≤0.2	≤0.05	≤0.025	≤0.005	≤0.16	Bal.

采用通道夹角 $\Phi=120^\circ$ ，外圆角 $\psi=20^\circ$ 的模具在室温下以 C 方式对试验材料进行 ECAP 二道次+RS 复合变形得到 $\Phi=9\text{ mm}$ 的超细晶工业纯锆棒材。在马弗炉中对复合细化超细晶工业纯锆进行退火热处理，退火温度分别为 150、200、250、300、400 $^\circ\text{C}$ ，保温时间为 1 h。

在室温对工业纯锆分别采用 $0.9R_{p0.2}$ 、 $0.925R_{p0.2}$ 、 $0.95R_{p0.2}$ 、 $0.975R_{p0.2}$ 的蠕变应力在 Zwick Roell KAPPA 100 D 型试验机上进行单轴拉伸蠕变实验。蠕变试样根据 GBT 2039-2012 设计。根据蠕变实验数据拟合绘制蠕变曲线并对曲线进行分析。采用 JEM-200CX 透射电子显微镜(TEM)观察和分析微观组织结构。采用 401MVD 型半自动维氏硬度计对退火前后的试样进行硬度测量。

2 结果与分析

2.1 力学性能

超细晶工业纯锆在 150~400 $^\circ\text{C}/1\text{ h}$ 退火处理后的显微硬度值变化如图 2 所示。由图可知，退火后的超细晶工业纯锆较退火前的超细晶工业纯锆其显微硬度值均有所下降，其中在 150~200 $^\circ\text{C}$ 及 300~400 $^\circ\text{C}$ 退火时，显微硬度值下降较快，在 200~300 $^\circ\text{C}$ 退火时，超细晶工业纯锆显微硬度值变化不大，呈现缓慢下降的趋势。

显微硬度的下降可以通过退火处理过程中位错之间的相互作用以及晶粒尺寸的变化来解释。如图 3 所示，图 3a 为退火前超细晶工业纯锆的显微组织照片，平均晶粒尺寸约为 250 nm。从图中可以看出，经 ECAP+RS 变形后，超细晶工业纯锆内部存在大量处于高自由能状态的非平衡组织，具有向形变自由能更低状态转变的倾向。退火处理能均匀内部组织，消除变

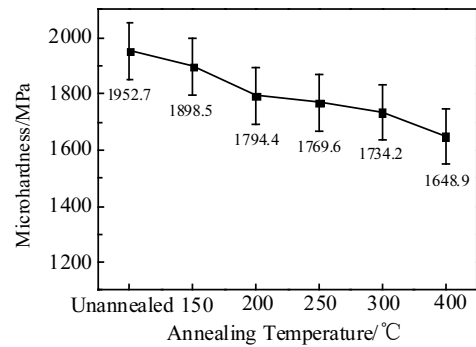


图 2 不同退火温度下超细晶工业纯锆的显微硬度

Fig.2 Microhardness of UFG CP-Zr at different annealing temperatures

形过程中产生的空位和位错等晶体缺陷。对比分析图 3a~3c 可知，随着退火温度的升高，超细晶工业纯锆的晶粒尺寸变化不大，由于位错的相互抵消和重新排列，组织内部位错密度逐渐减少，从而引起显微硬度的下降。但组织内部仍然存在由位错缠结而形成的位错胞，胞壁处位错密度较胞内高。当退火温度为 400 $^\circ\text{C}$ 时（如图 3d 所示），超细晶工业纯锆晶界变得更加清晰，晶粒内部位错密度明显减少，且部分晶粒明显长大，其平均晶粒尺寸约为 500 nm。

因此，为了保证超细晶工业纯锆的晶粒尺寸及稳定的显微组织状态，对其选用 250 $^\circ\text{C}$ 保温 1 h 退火热处理工艺。

表 2 为不同状态工业纯锆的力学性能。从表中可以看出，经 250 $^\circ\text{C}$ 退火处理的超细晶工业纯锆，与粗晶工业纯锆相比，其屈服强度和抗拉强度分别提高到 589 和 685 MPa，增幅分别为 140%和 101%；与未退火的超细晶工业纯锆相比，其屈服强度及抗拉强度略有下降，降幅分别为 15.7%和 5.6%。这表明选取的 250 $^\circ\text{C}$ 退火处理方式既能维持超细晶工业纯锆的高强度，同时还能提高其塑性。

2.2 显微组织

粗晶工业纯锆室温蠕变前后的显微组织如图 4 所

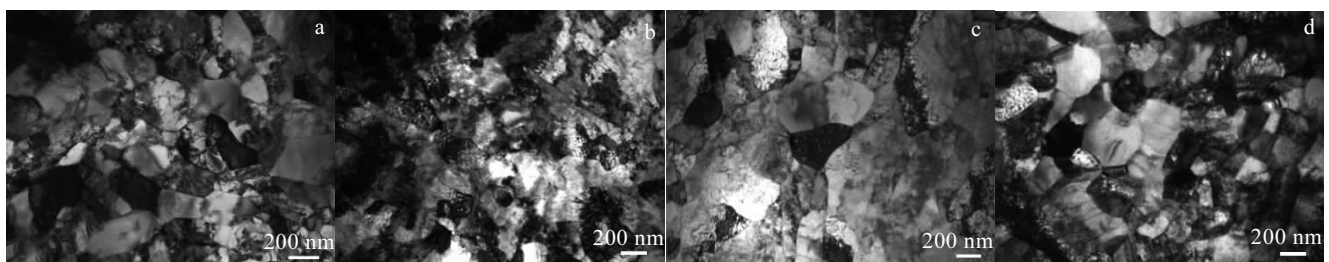


图 3 不同退火温度下超细晶工业纯锆显微组织

Fig.3 Microstructures of UFG CP-Zr at different annealing temperatures: (a) unannealed, (b) 150 $^\circ\text{C}$, (c) 250 $^\circ\text{C}$, and (d) 400 $^\circ\text{C}$

示。图 4a~4f 分别为粗晶工业纯锆室温蠕变前以及其在 $0.9R_{p0.2}$ 及 $0.975R_{p0.2}$ 的蠕变应力下进行室温蠕变后晶粒内部和晶界处的显微照片。从图中可以看出，晶粒内部和晶界处分布着不同程度的位错。晶粒内部出现较多的长位错，并呈现相互缠结的状态；晶界处分布着较多的短位错及长位错，晶界处的位错密度明显高于晶粒内部的位错密度。另外，对比发现，随着蠕变应力的增加，晶内及晶界出现更多具有一定宽度的长位错，位错密度明显增加。这是由于，在外加蠕变应力的作用下，组织内部的位错开始滑移，位错运动使得同号位错相互结合，异号位错相互抵消，最终形成许多长位错，长位错继续运动并相互缠结。在外加蠕变应力的作用下，晶界成为位错产生的源。新的短的位错从晶界处产生，并通过滑移向有利于变形的方向运动，在运动过程中相互结合或抵消又形成长位错。长位错通过滑移继续运动，并相互缠结，形成具有一定宽度的位错墙。位错通过滑移不断运动至晶界处，此时晶界成为位错湮灭的阱。组织内部的位错运动以

及位错的产生和湮灭促使工业纯锆在蠕变过程中的蠕变变形。

图 5 为不同蠕变应力下退火态超细晶工业纯锆的显微组织照片。从图 5a、5b 中可以看出，随蠕变应力的增加，组织内部位错密度增大，晶界处的位错密度高于组织内部。这是由于在室温蠕变第 I 阶段由于外加应力的作用而产生的瞬时应变，晶粒内部出现大量可动位错，可动位错在恒定应力水平下开始滑移，当位错滑移至晶界处时，受到晶界的阻碍作用发生位错塞积。因此，晶界处的位错密度高于晶粒内部的位

表 2 不同状态工业纯锆的力学性能

Table 2 Mechanical properties of CP Zr at different states

State	$R_{p0.2}/\text{MPa}$	R_m/MPa	$\delta/\%$
CG CP-Zr	245	341	35.0
UFG CP-Zr ^[17]	700	726	13.5
Annealed UFG CP-Zr	589	685	15.0

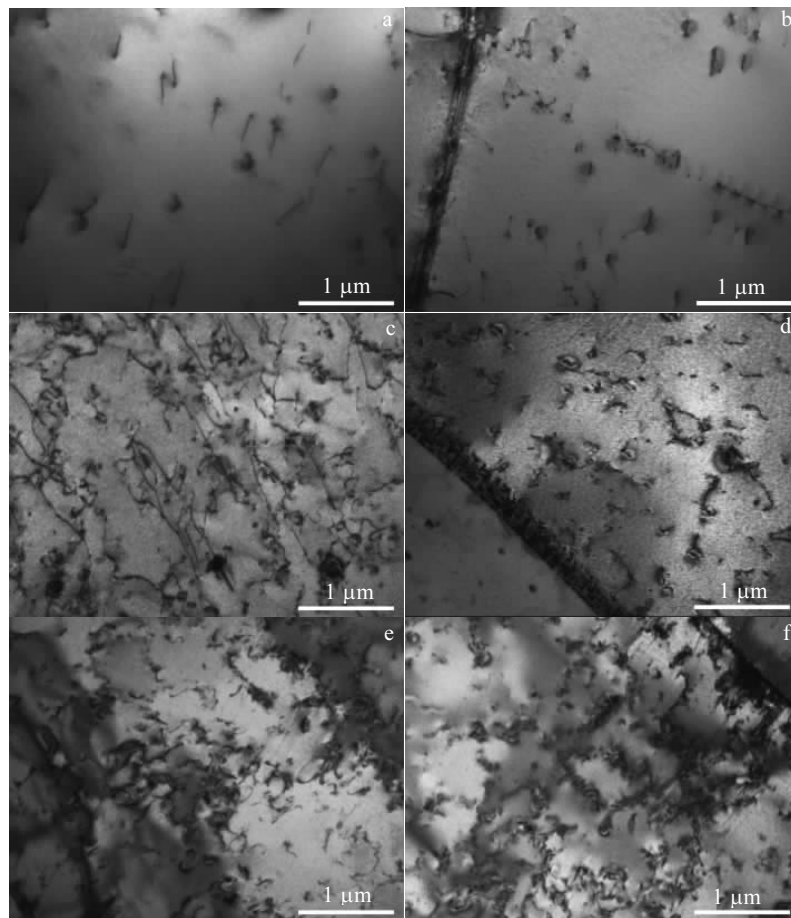


图 4 粗晶工业纯锆蠕变前、 $0.9R_{p0.2}$ 及 $0.975R_{p0.2}$ 蠕变应力的显微组织

Fig.4 Microstructures of CG CP-Zr before creep (a, b), and at $0.9R_{p0.2}$ (c, d), and $0.975R_{p0.2}$ (e, f)

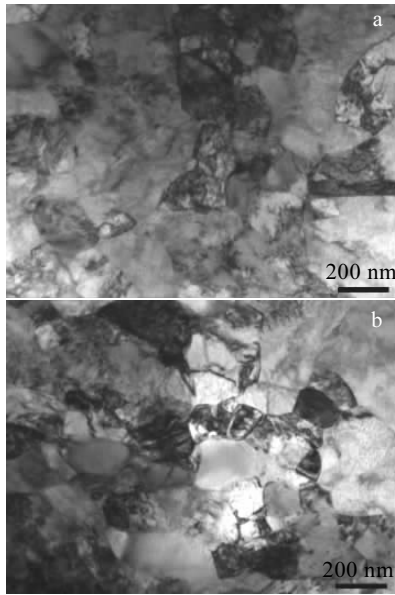


图 5 不同蠕变应力下退火态超细晶工业纯锆显微组织

Fig.5 Microstructures of annealed UFG CP-Zr at different creep stresses: (a) $0.925R_{p0.2}$ and (b) $0.95R_{p0.2}$

错密度。再者，由图 3c 可知，退火处理后的超细晶工业纯锆晶粒尺寸并没有发生明显变化，组织内部晶界数量很大，从而抵抗了蠕变变形，此时室温蠕变进入稳态蠕变阶段。当外加蠕变应力增大时，退火后超细晶工业纯锆室温蠕变初期的可开动的位错数量增多，使稳态蠕变速率和蠕变变形量增大。

2.3 蠕变曲线

图 6 为工业纯锆在不同蠕变应力条件下的室温蠕变曲线。图 6a、6c 分别为粗晶工业纯锆及退火态超细晶工业纯锆在不同蠕变应力下的室温蠕变曲线，图 6b 为图 6a 中矩形框放大区域。从图 6 中可以看出，所有的蠕变曲线均仅存在蠕变第 I 阶段和第 II 阶段，不出现蠕变 III 阶段，蠕变第 II 阶段的斜率为稳态蠕变速率。对比观察可知，所有的室温蠕变曲线在蠕变第 II 阶段的斜率随蠕变应力的变化不明显，即稳态蠕变速率没有随蠕变应力的变化而出现明显变化，表现为室温蠕变变形量变化小。值得注意的是，对于粗晶工业纯锆来说（图 6a 所示），在 $0.9R_{p0.2}$ 蠕变应力水平下的蠕变行为并不明显，表现为其稳态蠕变变形量小。这是由于室温蠕变存在着阈值应力^[17,18]，当加载应力低于阈值应力时不会产生显著的蠕变行为，接近于阈值应力值时表现出蠕变行为，但并不明显。从图中可以看出，当蠕变应力大于 $0.9R_{p0.2}$ 时，粗晶工业纯锆室温蠕变变形量变化差异甚小。当蠕变应力为 $0.9R_{p0.2}$ 时，稳态蠕变速率最小，室温蠕变变形量也明显小于其他 3 种应力条件。另外，研究表明，阈值应力受晶粒尺寸及温度的影响^[18]。类似的，对于退火

态超细晶工业纯锆来说（图 6c 所示），由于晶粒尺寸细小，其室温蠕变应力阈值也增大，表现为在 $0.925R_{p0.2}$ 蠕变应力条件以下，其蠕变曲线及稳态蠕变变形量变化并不明显。当蠕变应力大于 $0.925R_{p0.2}$ 时表现出稳定的蠕变行为。且当蠕变应力越大时，蠕变曲线进入第 II 阶段前的应变也就越大，表现为稳态蠕变变形量随蠕变应力的增大而增大。

粗晶工业纯锆及退火态超细晶工业纯锆在不同蠕变应力下的稳态蠕变速率列于表 3。从表中可以看出，粗晶工业纯锆及退火态超细晶工业纯锆的稳态蠕变速率随着蠕变应力的增加而增加，在蠕变应力为 $0.975R_{p0.2}$ 时，工业纯锆的稳态蠕变速率均最大，为 $2.503 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ 。对比分析可知，对于粗晶工业纯锆的室温蠕变来说，当蠕变应力大于 $0.9R_{p0.2}$ 时，不同蠕变应力条件下的稳态蠕变速率和室温蠕变变形量变化很不明显（如图 6b 所示）。这是因为粗晶工业纯锆晶粒尺寸大，晶界数量少，同时组织内部的缺陷少。蠕变过程中的蠕变变形主要是外加蠕变应力引起的组织内可动位错的滑移运动。组织内可动位错的数量是决定蠕变过程中的关键因素。随后蠕变过程中蠕变应力的变化对组织内可动位错影响较小，从而导致粗晶工业纯锆对蠕变应力变化不敏感。

对于退火态超细晶工业纯锆的室温蠕变来说，当蠕变应力增加时，不同蠕变应力条件下的稳态蠕变速率缓慢增大，维持在同 1 个量级，但室温蠕变变形量明显增大。这说明超细晶工业纯锆经 $250 \text{ }^\circ\text{C}$ 退火处理后，室温蠕变应力敏感性明显减弱。蠕变过程中，外加蠕变应力越大，可提供给蠕变变形的位错就越多。退火处理可消除组织内部在复合变形过程中产生的位错等缺陷，另外，由于退火前后晶粒尺寸没有明显变化，所以组织内部晶界数量也没有太大变化。这也是退火后超细晶工业纯锆蠕变抗性增强的原因。

在常温条件下或者在温度不变时，稳态蠕变速率可以采用简化的 Norton 公式表述，即：

$$\dot{\epsilon} \cong A\sigma^n \quad (1)$$

研究表明，不同的应力指数 n 对应不同的蠕变机制，因此可以根据实验数据确定的 n 值判别其相应的蠕变机制^[19]，当 $n \geq 6$ 时，蠕变主要是由非基面位错运动控制^[20]。根据表 3 中的数据，结合方程 (1) 对实验数据进行拟合，绘制 $\dot{\epsilon}$ - σ 曲线如图 7 所示。根据拟合曲线可知粗晶工业纯锆及退火态超细晶工业纯锆的蠕变应力指数分别为 8.08 和 13.69。

图 8 为粗晶工业纯锆、超细晶工业纯锆^[21]及退火态超细晶工业纯锆在 $0.9R_{p0.2}$ 的蠕变应力条件下的室温蠕变曲线。3 条室温蠕变曲线均仅存在蠕变第 I 阶

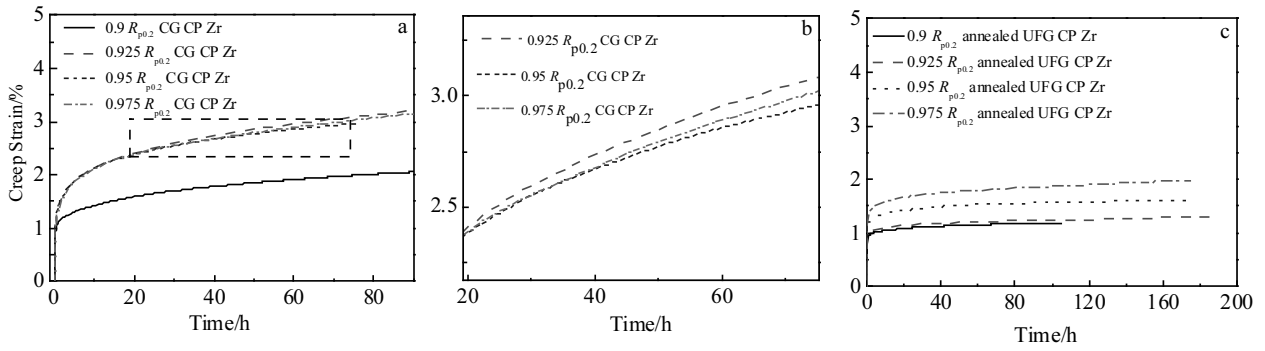


图 6 工业纯锆在不同蠕变应力下蠕变曲线

Fig.6 Creep curves of CP Zr at different creep stresses: (a) CG CP-Zr, (b) the magnification of the rectangle frame in Fig.6a, and (c) annealed UFG CP-Zr

表 3 工业纯锆的稳态蠕变速率

Table 3 Steady state creep rate of CP Zr at room temperature

State	Creep stress/MPa	Test time/h	Steady state creep rate/s ⁻¹	Result
UFG CP-Zr ^[17]	0.9R _{p0.2}	176.2	1.136×10 ⁻⁸	No rupture
	0.9R _{p0.2}	145.8	1.261×10 ⁻⁸	
CG CP-Zr	0.925R _{p0.2}	147.3	1.717×10 ⁻⁸	No rupture
	0.95R _{p0.2}	76.2	2.039×10 ⁻⁸	
	0.975R _{p0.2}	116	2.503×10 ⁻⁸	
	0.9R _{p0.2}	105.2	2.163×10 ⁻⁹	
Annealed UFG CP-Zr	0.925R _{p0.2}	184.5	2.744×10 ⁻⁹	No rupture
	0.95R _{p0.2}	175.6	3.444×10 ⁻⁹	
	0.975R _{p0.2}	174.2	5.806×10 ⁻⁹	
	0.9R _{p0.2}	105.2	2.163×10 ⁻⁹	

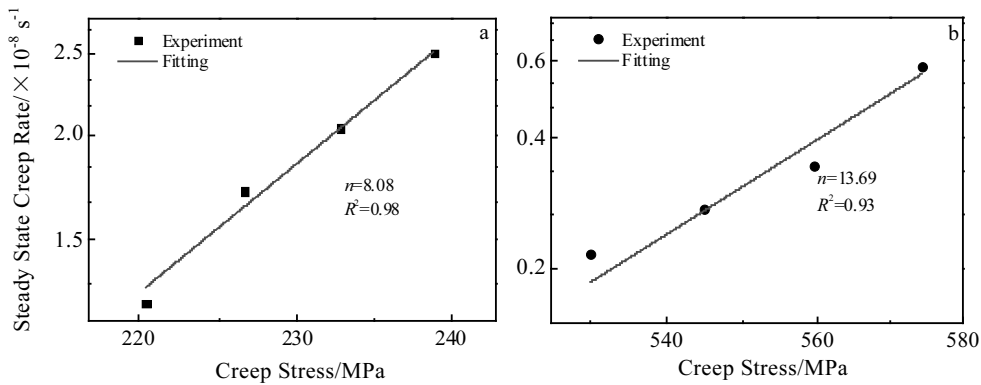


图 7 工业纯锆蠕变应力-稳态蠕变速率曲线

Fig.7 Creep stress vs steady state creep rate curves of CP-Zr: (a) CG CP-Zr and (b) annealed UFG CP-Zr

段和第 II 阶段。从表 3 可知，粗晶工业纯锆、超细晶工业纯锆及退火态超细晶工业纯锆的稳态蠕变速率分别为 1.261×10^{-8} 、 1.136×10^{-8} 以及 $2.163 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ 。其中工业纯锆复合变形前后的稳态蠕变速率处于同一量级，变化不明显。但超细晶工业纯锆的蠕变应力 ($0.9R_{p0.2}=630 \text{ MPa}$) 明显高于粗晶工业纯锆的蠕变应力 ($0.9R_{p0.2}=220.5 \text{ MPa}$)，即稳态蠕变速率基本不变，但室温蠕变抗性明显增强。由此可知，ECAP+RS 复合

变形对工业纯锆的室温蠕变性能具有积极影响。这是因为 ECAP+RS 复合变形除了本身的加工硬化外使工业纯锆的晶粒显著细化，组织内的晶界数量增加，晶界在蠕变过程中阻碍了位错的运动，从而提高了工业纯锆的室温蠕变抗性。同时，复合变形后的组织内存在很多不同的位错组态，这对抵抗室温蠕变变形也起着积极作用。

退火态超细晶工业纯锆稳态蠕变速率约为粗晶

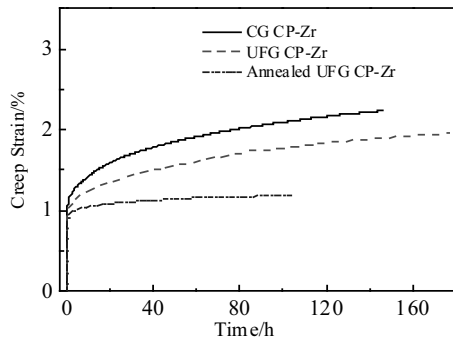


图 8 工业纯锆 0.9R_{p0.2} 蠕变应力下的蠕变曲线

Fig.8 Creep curves of CP-Zr at the creep stress of 0.9R_{p0.2}

和超细晶工业纯锆的稳态蠕变速率的 1/5。表明退火处理使超细晶工业纯锆的室温蠕变抗性显著提高。工业纯锆经过 ECAP+RS 复合变形后，组织内部处于非稳态。经退火处理后，超细晶工业纯锆显微组织发生低温回复，晶粒内部的位错密度降低，组织内部由非稳态向稳态转变。同时，在回复过程中，点缺陷的运动起到主要作用。复合变形后的组织内部存在大量的空位、间隙原子以及位错等缺陷。点缺陷在低温回复过程中的运动、点缺陷之间的相互结合及对消均使空位和间隙原子在位错或晶界处消失，从而使超细晶工业纯锆组织内部的缺陷减少，室温蠕变抗性也因此提高。

3 结 论

1) 不同状态工业纯锆的室温蠕变均存在阈值应力，当外加蠕变应力大于阈值应力时，随着外加蠕变应力的增加，工业纯锆位错密度逐渐增加。

2) 经 250 °C 保温 1 h 退火处理后的超细晶工业纯锆既能维持晶粒尺寸及稳定的显微组织状态，同时还能保证原有的高强度并提高其塑性。

3) 与粗晶工业纯锆及超细晶工业纯锆相比，250 °C 退火处理后的超细晶工业纯锆，稳态蠕变速率降低，室温蠕变变形量减小，蠕变应力敏感性降低，蠕变抗性明显增强。

参考文献 Reference

[1] Xu Jie, Zhu Xiaocheng, Shi Lei *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2015, 17(7): 1022
 [2] Zhao Xicheng, Yang Xirong, Liu Xiaoyan *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 607: 482
 [3] Meredith C S, Khan A S. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2015, 219(8): 257

[4] Song Xiaojie(宋小杰). *Candidate for Master*(硕士论文)[D]. Xi'an: Xi'an University of Architecture and Technology. 2016
 [5] Wang Minmin(王敏敏), Zhao Yongqing(赵永庆), Zhou Lian(周 廉). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2002, 31(2): 135
 [6] Wang Minmin(王敏敏), Zhao Yongqing(赵永庆), Zhou Lian(周 廉). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2003, 32(2): 117
 [7] Li Nan(李 楠), Jin Tao(金 涛), Liu Jinlai(刘金来) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(5): 789
 [8] Chang Le(常 乐), Zhou Changyu(周昌玉), Peng Jian(彭 剑) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(6): 1463
 [9] Li Jian(李 建), Zhou Changyu(周昌玉), Peng Jian(彭 剑) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(10): 3011
 [10] Morris D G, Gutierrez-Urrutia I, Mu OZ-Morris M A. *Scripta Materialia*[J], 2007, 57(6): 449
 [11] Liu X, Zhang Q, Zhao X *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 676: 73
 [12] Meng Longhui(孟龙晖), Yang Yinfei(杨吟飞), He Ning(何 宁). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(3): 617
 [13] Luo Lei(罗 雷), Zhao Xicheng(赵西成), Liu Xiaoyan(刘晓燕) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(5): 1365
 [14] Ji Y K, Na K S, Yong D K *et al. Acta Mechanica Solida Sinica*[J], 2008, 21(4): 308
 [15] Kombariah B, Murty K L. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 623(623): 114
 [16] Sklenicka V, Dvorak J, Kral P *et al. Acta Physica Polonica* [J], 2012, 122(3): 485
 [17] Morita K, Hiraga K. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(5): 1075
 [18] Morita K, Hiraga K. *Philosophical Magazine Letters*[J], 2003, 83(2): 97
 [19] Zhong Yingying(仲莹莹), Zhang Xinming(张新明), Deng Yunlai(邓运来) *et al. Special Casting & Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色合金)[J], 2009, 29(4): 378
 [20] Mordike B L. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2001, 117(3): 391
 [21] Yang Xirong(杨西荣), Zhu Zhen(朱 振), Liu Xiaoyan(刘晓燕) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(3): 815

Creep Properties and Microstructure of Commercially Pure Zirconium at Ambient Temperature

Yang Xirong¹, Wang Xinhan¹, Zhu Zhen^{1,2}, Luo Lei¹, Liu Xiaoyan¹, Zhao Xichen¹

(1. Metallurgical Engineering Technology Research Center of Shaanxi Province, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

(2. Sino-Euro Materials Technologies of Xi'an Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

Abstract: The creep tests were carried out on commercially pure zirconium (CP-Zr) in different states under the stresses of $0.9R_{p0.2}$, $0.925R_{p0.2}$, $0.95R_{p0.2}$ and $0.975R_{p0.2}$ at ambient temperature (AT). Their steady state creep rate and creep stress were calculated. The microstructures of CP-Zr before and after annealing and creep tests were analyzed. The results indicate that the threshold stress of CP-Zr in different states exists in creep tests at AT. When the creep stress is greater than the threshold stress value, the density of dislocation of CP-Zr obviously increases with the increase of creep stress, and the significant dislocation pile-up can be observed at grain boundaries. It is found that the UFG CP-Zr after annealing at 250 °C can not only maintain grain size and stable microstructure, but also keep the original high strength and improve the plasticity compared with CG CP-Zr. In addition, the annealing treatment at 250 °C can improve the creep properties of UFG CP Zr, weaken the creep stress sensitivity and enhance the creep resistance.

Key words: UFG CP-Zr; creep property; steady state creep rate; microstructure

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